الشعبية الجزائرية الديمقراطية الجمهورية
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE DJILLALI LIABES DE SIDI BEL ABBES
FACULTE DE TECHNOLOGIE
DÉPARTEMENT DE GENIE MECANIQUE

THESE

Pour
L'obtention du diplôme de

Doctorat 3ème cycle LMD

Spécialité : Génie Mécanique
Option : Fabrication Mécanique et Productique

Présenté Par **:**

CHEKALIL Ismail

Etude de la résistance à la corrosion des joints soudés FSW

Soutenue le 20/03/2023

-Jury-

BOUCHOUICHA Benattou	Professeur, UDL-SBA	Président
MILOUDI Abdelkader	Professeur, UDL-SBA	Directeur de thèse
PLANCHE Marie-Piere	HDR Université de Technologie de Belfort Montbéliard	Co-directeur de thèse
MERZOUG Mohamed	MCA, UDL-SBA	Examinateur
BENDOUBA Mostefa	Professeur, Université de Mascara	Examinateur
DJEBLI Abdelkader	MCA, Université de Mascara	Examinateur

Résumé

Ce travail porte sur l'étude de la résistance à la corrosion du joint soudé par FSW en alliage d'aluminium 3003, ainsi que les mécanismes de corrosion. Avant de procéder à la corrosion du joint FSW, il est important d'étudier l'effet des paramètres de soudage sur la qualité des joints. Un plan d'expérience a donc été utilisé afin de mettre en évidence l'effet de la vitesse d'avance, de la vitesse de rotation ainsi que l'angle d'inclinaison de l'outil sur le comportement du joint FSW d'alliage d'aluminium 3003. Afin de mieux comprendre les mécanismes de corrosion de joints soudés FSW, il sera nécessaire de comparer la corrosion dans le joint soudé FSW et le métal base. Trois milieux agressifs à quatre températures, ainsi l'effet de l'ajout de l'éthylène glycol ont été étudiés par une méthode gravimétrique en mesurant la perte de masse des échantillons, qui servira au calcul de la vitesse de corrosion. Pour mieux comprendre la cinétique du processus de corrosion, les paramètres thermodynamiques de la corrosion des deux échantillons MB et joint soudé par FSW ont été évalué, à savoir : L'enthalpie d'activation ΔH_a, l'énergie d'activation E_a, l'enthalpie standard d'adsorption ΔG_{ads} et l'entropie d'activation ΔS_a.

Une approche expérimentale a été mise en œuvre pour étudier l'effet de la corrosion sur les caractéristiques microstructurales et mécaniques du joint FSW, l'influence de trois milieux corrosifs a été évaluée en parallèle avec l'étude de l'effet de la température, des essais statiques de traction des éprouvettes prélevées perpendiculairement à la direction de soudage ont été réalisés. De plus, des profils de microdureté permettent de donner l'importance de l'influence des paramètres étudiés sur les différentes zones de la soudure.

L'effet du milieu corrosif, la température et l'ajout de l'éthylène glycol sur résistance à la propagation d'un joint FSW ont été étudiés. Des essais de fatigue-propagation à (ΔP) constant ont été réalisés afin de déterminer les propriétés en fatigue-propagation, et de mieux comprendre ce qui affecte la propagation des fissures de fatigue des joints soudés après attaque corrosive.

Mots clés :

Corrosion, température, FSW, métal de base, microdureté, fatigue.

Abstract

This work focuses on the study of the corrosion resistance of the 3003 aluminum alloy FSW joint, as well as the corrosion mechanisms. Before proceeding with the corrosion of the FSW joint, it is important to study the effect of welding parameters on the quality of the joints. An experimental design was therefore used to highlight the effect of feed rate, rotation speed and tool tilt angle on the behavior of the 3003 aluminum alloy FSW joint. In order to better understand the corrosion mechanisms of FSW welded joints, it will be necessary to compare the corrosion in the FSW welded joint and the base metal. Three aggressive media at four temperatures, as well as the effect of adding ethylene glycol were studied by a gravimetric method by measuring the mass loss of the samples, which will be used to calculate the corrosion rate. To better understand the kinetics of the corrosion process, the thermodynamic parameters of the corrosion of the two samples MB and FSW joint were evaluated, namely: Activation enthalpy ΔHa, activation energy Ea, standard adsorption enthalpy ΔGads and activation entropy ΔSa.

An experimental approach was implemented to study the effect of corrosion on the microstructural and mechanical characteristics of the FSW joint, the influence of three corrosive media was evaluated in parallel with the study of the effect of temperature, static tensile tests of the specimens taken perpendicular to the welding direction were performed. In addition, microhardness profiles allow to give the importance of the influence of the studied parameters on the different zones of the weld.

The effect of the corrosive environment, the temperature and the addition of ethylene glycol on the propagation resistance of an FSW joint were studied. Fatigue-propagation tests at constant (ΔP) were performed to determine the fatigue-propagation properties, and to better understand what affects the fatigue crack propagation of welded joints after corrosive attack.

Key Word : Corrosion, temperature, FSW, base metal, microhardness, fatigue.

ملخص

يركز هذا العمل على دراسة مقاومة التآكل لوصلة اللحام بالخلط و الاحتكاك الألمنيوم 3003, وكذلك آليات التآكل.
قبل الشروع في تآكل مفصل اللحام FSW ، من المهم دراسة تأثير معلمات اللحام على جودة المفاصل. لذلك تم استخدام تصميم تجريبي لتسليط الضوء على تأثير سرعة التغذية وسرعة الدوران وزاوية إمالة الأداة على سلوك مفصل سبائك الألومنيوم FSW 3003 . لاثراء الدراسة، سيكون من الضروري مقارنة التآكل في الوصلة الملحومة FSW والمعدن الأساسي. تمت دراسة ثلاث أوساط عدوانية عند أربع درجات حرارة، بالإضافة إلى تأثير إضافة جلايكول الإيثيلين بطريق قياس فقد الكتلة للعينات، والتي سيتم استخدامها لحساب معدل التآكل. لفهم حركيات عملية التآكل بشكل أفضل، تم تقييم المعلمات الديناميكية الحرارية لتآكل العيّنتين MB ومفصل FSW , وهي: المحتوى الحراري للتنشيط ΔHa ، طاقة التنشيطEa ،المحتوى الحراري للامتصاص القياسي ΔGads وانتروبيا التنشيط ΔSa .
تم تنفيذ نهج تجريبي لدراسة تأثير التآكل على الخصائص الميكانيكية للمادة الأولية و للمفصل FSW. بحيث تم تقييم تأثير ثلاثة وسائط تآكل بالتوازي مع دراسة تأثير درجة الحرارة، واختبارات الشد الثابت للعينات المأخوذة بحيث تم تنفيذه بشكل عمودي لاتجاه اللحام. بالإضافة إلى ذلك، سمحت ملفات تعريف الصلادة بإعطاء أهمية تأثير المعلمات المدروسة على مناطق اللحام المختلفة.
تمت دراسة تأثير البيئة المسببة للتآكل ودرجة الحرارة وإضافة جلايكول الإيثيلين على مقاومة انتشار الفلق لمفصلFSW . تم إجراء اختبارات انتشار فلق الكلال عند فرق حمل ثابت لتحديد خصائص انتشار فلق الكلال، وفهم أفضل لما يؤثر على انتشار الفلق في المفاصل الملحومة بعد هجوم التآكل.

الكلمة الرئيسية: التآكل، درجة الحرارة، FSW، المعدن الأساسي، الصلادة، الكلال.

REMERCIEMENTS

Les travaux présentés dans ce mémoire ont été effectués dans le cadre d'une collaboration entre le groupe de recherche en Génie Mécanique du Laboratoire des matériaux et systèmes réactifs de l'université Djillali Liabes de sidi Bel Abbes et l'unité de recherche PMDM-LERMPS du laboratoire multidisciplinaire Carnot de Bourgogne (ICR) de l'Université de Technologie Belfort Montbéliard (UTBM).

- Tout d'abord, je remercie DIEU, le Meilleur-Guide et le Très-Savant, pour m'avoir donné la force et la patience nécessaires à la réalisation de ce précieux travail,
- Je tiens à exprimer ma gratitude et mon respect sincère à mon directeur de thèse Pr. Abdelkader MILOUDI, pour son encadrement, la qualité de ses idées, pour son temps, ses conseils et son soutien tout au long de mes recherches,
- Je tiens à remercier mon co-directeur, Pr MARIE-PIERRE Planche, pour leur participation et le suivi de mes travaux et ses suggestions utiles,
- Un grand merci au Dr. CHADLI Redouane de m'avoir généreusement permis d'utiliser leurs équipements de corrosion du laboratoire de Chimie, pour son travail et sa disponibilité, avec qui j'ai eu des échanges dynamiques, enrichissants et constructifs,
- Je tiens également à remercier Dr. Abdelkader GHAZI pour son précieux soutien, pour son aide précieuse en laboratoire et pour les nombreuses discussions partagées,
- Je remercie aussi Pr ZEMERI Mokhtar qui m'a épaulée dans les essais mécaniques en début de projet et qui a pu répondre à mes nombreuses questions,
- Je remercie aussi tous les membres de LMSR qui ont contribué à cette recherche et qui ont également aidé à créer une excellente atmosphère de travail,
- Je tiens à exprimer ma reconnaissance à Monsieur MILOUA Benyahia responsable de l'atelier de mécanique de l'université UDL de Sidi Bel Abbes pour la fourniture des plaques et pour son aide,
- Je remercie les ingénieurs et techniciens de l'atelier de mécanique de l'université Mustapha Stambouli de Mascara,
- Je tiens à exprimer ma reconnaissance à Monsieur LAHCEN Belarbi qui, en tant que directeur du laboratoire, m'a accueilli au sein du LAC de l'université B. Bouchaib Ain Temouchent,
- Je tiens à exprimer ma reconnaissance à Monsieur CHOUKCHOU BRAHAM Noureddine qui, en tant que directeur du laboratoire, m'a accueilli au sein du laboratoire Catalyse et synthèse en chimie organique de l'université Abou Bekr Belkaid de Tlemcen,
- Je tiens à remercier tous mes collègues du Laboratoire des Matériaux et Systèmes Réactifs (LMSR), en particulier Mimi Abdellatif et Mebarki Hicham. Et tous les membres de l'université Sidi Belabess,
- Je remercie ensuite l'ensemble des membres du jury, qui m'ont fait l'honneur de bien vouloir étudier avec attention mon travail : Dr Merzoug Mohamed, Pr BENDOUBA Mostefa et Dr Djebli Abdelkader pour avoir accepté d'examiner cette thèse ; et enfin Pr BOUCHOUICHA Benattou pour m'avoir fait l'honneur d'accepter de présider ce jury.
- Enfin, aux membres de ma famille (mon père, ma mère, frère et sœurs), un grand merci pour le soutien et les encouragements tout au long de mon parcours d'étude.

Table de matière

I.1. Aluminium et ses alliages……5
I.1.1. Introduction……...5
I.1.2. Classification……5
I.1.3. Métallurgie de l'aluminium et de ses alliages……6
I.1.3.1. Éléments d'alliage……...6
I.1.3.2. Additifs……...7
I.1.3.3. Impuretés……7
I.1.4. Alliages d'aluminium-manganèse "3xxx"……7
I.2. Soudage par friction-malaxage……8
I.2.1. Procédé de soudage par friction-malaxage……...9
I.2.2. Facteurs affectant la qualité de fsw……13
I.2.2.1. Vitesse de rotation et vitesse de soudage……13
I.2.2.2. Angle d'inclinaison de l'outil et la force applique sur l'outil……14
I.2.2.3. Géométrie de l'outil……...15
I.2.3. Défauts du soudage par friction-malaxage……...17
I.2.4. Évolution de la température du soudage par friction-malaxage……...19
I.2.5. Aspects métallurgiques des joints fsw……..19
I.2.6. Propriétés mécaniques des joints fsw……...21
I.2.6.1. Dureté……21
I.2.6.2. Propriétés de traction……23
I.2.7. Soudage par friction-malaxage alliage d'aluminium 3xxx……25
I.3. Corrosion de l'aluminium et de ses alliages……26
I.3.1. Passivation de l'aluminium……26
I.3.2. Les différentes formes de corrosion de l'aluminium et ses alliages……28
I.3.2.1. Corrosion uniforme (corrosion générale)……..28
I.3.2.2. Corrosion par piqûres……30
I.3.2.3. Corrosion transgranulaire et intergranulaire (intercristalline)……...33
I.3.2.4. La corrosion sous contrainte……..36
I.3.2.5. La corrosion filiforme……38

I.3.3. Inhibition……..40
I.3.4. Corrosion des alliages d'aluminium 3xxx…….....41
I.4. Corrosion des joints soudés par friction malaxage……..44
II.1 Introduction…….50
II.2. Conditions de soudage et caractérisation mécanique…….51
II.3 Caractérisation physico-chimique d'alliage d'aluminium 3003…….53
II.4 Modélisation et prédiction de la loi de comportement du joint FSW de l'alliage d'aluminium 3003……54
II.5. Modèle mathématique……57
II.6. Influence des paramètres du soudage sur les propriétés de traction……..…58
II.7. Effets des interactions sur la réponse……61
II.8. Effets des facteurs et leur interaction sur les réponses……...65
II.9 Validation et optimisation du modèle…….67
II.10. Conclusion…….....70
III.1. Introduction…….…..73
III.2. Le milieu corrosif……..73
III.3. Diffraction aux rayons-X (DRX)……..74
III. 4. Etude gravimétrique……75
III.4.1. Effet de la température et du milieu sur la corrosion du joint FSW et métal de base……77
III.4.2. Effet de l'ajout de l'éthylène glycol sur la corrosion du métal de base et joint FSW…...80
III.4.2.1. Effet de concentration de l'inhibiteur sur la corrosion du métal de base et FSW dans la solution Y……...80
III.5. Etude thermodynamique……...82
III.5.1. Paramètres thermodynamique…….……...…82
III.5.2. Isothermes d'adsorption…….……87
III.6. Conclusion…….…….…….…….…….…….…….…….……90
IV.1 Introduction……93
IV. 2 Prélèvement et géométrie des éprouvettes……...….94
IV.3 Conditions expérimentales des essais de corrosion ……..95
IV.4. Caractérisation chimique du joint FSW……97

IV.5. Caractérisation des surfaces après attaque corrosif ……...101
IV. 6 Effet de la corrosion sur le comportement en traction du joint FSW…….104
IV.6.1. Effet de la température sur le comportement en traction du joint FSW……..….104
IV.6.2. Effet du milieu corrosif sur le comportement en traction du joint FSW……..…106
IV.6.3. Effet de l'ajout de l'éthylène glycol sur le comportement en traction du joint FSW…..107
IV.6.4. Effet de la corrosion sur la microdureté du joint FSW. ……..…….....…….107
IV.7. Influence de la corrosion sur la résistance en fatigue des joints FSW …….....……110
IV.7.1. Analyse des résultats…….....…….....…….....…….....……112
IV.7.1.1. Efficacité du joint FSW ……..……..…….....…….112
IV.7.1.2. Influence de la corrosion sur le comportement en fatigue des joints FSW ….....115
IV.7.1.3. Influence de la température sur le comportement en fatigue des joints FSW corrodés……117
IV.7.1.4. L'effet de l'inhibiteur sur la résistance en fatigue des joints FSW…….....….……121
Conclusion…….....…….....…….....…….....…….....……...….....128
Conclusion générale et perspective……..131

Liste des figures

Figure I.1 : 3003 aluminium en tôle Application[6, 7]……. 8
Figure I.2 : Procédé de soudage par friction-malaxage[19]…….10
Figure I.3 : Schéma d'écoulement du métal en FSW[20]…….11
Figure I.4 : Configurations d'assemblage montrant le positionnement de l'outil et les forces de maintien des pièces[21]…….11
Figure I.5: Montage sous-marin pour FSW[26]……12
Figure I.6 : Type d'outil FSW (a) fixe (b) ajustable (c) à bobine[27]……..12
Figure I.7 : Variation du coefficient du joint en fonction vitesse de rotation et vitesse de soudage[35]……14
Figure I.8 : Effets d'interaction de la vitesse de soudage et de l'angle d'inclinaison de l'outil sur la résistance ultime à la traction[31]……..15
Figure I.9 : Effets la force applique à l'outil sur la limite élastique[40]……15
Figure I.10 : Différente forme de pion de l'outil FSW[43]……16
Figure I.11 : Effets d'interaction de la géométrie du pion, vitesse de rotation de l'outil sur la résistance la limite élastique[43]……16
Figure I.12 : Dimensions des pions de l'outil FSW[43]…….17
Figure I.13 : Effets de la géométrie du pion sur la résistance mécanique…….17
Figure I.14 : Schéma montrant la position des défauts en soudage FSW en soudure……...18
Figure I.15 : Macrographie d'une coupe transverse d'un joint FSW d'alliage 2024-T351[47]….21
Figure I.16 : Relation entre la distribution des précipités et le profil de dureté …...……22
Figure I.17 : Profil de micro-dureté d'un alliage d'aluminium 5083 et d'un alliage 6082[54]….. 23
Figure I.18 : particules de seconde phase dans la zone de la pépite de soudure : a) bande chaude et b) bande chaude recuite[56]……...25
Figure I.19 : Courbes de contrainte-déformation du métal de base et des joints soudés dans le sens longitudinal des bandes chaudes (a) et des bandes chaudes recuites (b) d'un alliage d'aluminium AA 3003 soudé dans l'air, dans l'eau à 20 °C et dans l'eau à 0 °C [56]…….. 26

Figure I.20 : Diagramme E-pH pour Al pur à 25˚C en solution aqueuse (adapté de Pourbaix 1974). Les lignes (a) et (b) correspondent à la stabilité de l'eau et de son produit de décomposition[61]……27
Figure I.21 : Influence de la nature des acides et des bases sur la corrosion de AA 1100 H14[3]……..…….28
Figure I.22 : Comparaison de la perte de poids totale (corrosion uniforme + piqûres) par rapport à la perte de poids piqûres seulement [63]…….29
Figure I.23 : Mécanisme de la corrosion par piqûre de l'aluminium[69]…….31
Figure I.24 : Précipitation d'une phase cathodique aux limites des grains pour les alliages 2XXX (a) schématisation duoint de grain, (b) schéma de dissolution de la zone sans précipité[3]…….34
Figure I.25 : Corrosion intergranulaire[76]……...35
Figure I.26 : Corrosion transcristalline[3]…….36
Figure I.27 : Mécanisme de corrosion sous contrainte……..37
Figure I.28 : Corrosion filiforme : Dissolution anodique et délamination cathodique…….39
Figure I.29 : Corrosion filiforme de l'alliage 3005 après 1000 h d'essai de corrosion[84]…..…40
Figure I.30 : Le mécanisme d'adsorption (a) physique et (b) chimique[90]…….41
Figure I.31 : Les courbes de polarisation de l'électrode 3003 Al dans la solution de test aérée à 20, 30, 40 et 50 C, respectivement[91]…….42
Figure I.32 : Diagrammes de Nyquist de l'alliage d'aluminium 3003 à différentes températures[92]……43
Figure I.33 : Imagerie MEB de la morphologie de la surface de l'électrode d'aluminium 3003 à différentes températures (2000x)[92]……43
Figure I.34 : Vues MEB de la morphologie de la surface des échantillons AA3003 après 3 jours d'immersion dans des solutions d'éthylène glycol et d'eau à 50, 70 et 100% (v/v) contenant 1000 ppm de Cl-.[92]……44
Figure I.35 : Images MEB de l'électrode en alliage 3003 Al après une mesure de polarisation cyclique avec une densité de courant inverse de 50mA/cm2[6]……44
Figure I.36 : Schéma des différentes étapes du processus de piqûre dans un matériau dont la matrice est l'anode et les précipités la cathode[95]……45
Figure I.37 : Potentiel de circuit ouvert de différentes positions de WNZ et du matériau[94]….46

Figure I.38 : Courbes de polarisation potentiodynamique et diagrammes de Nyquist[100]…….47
Figure I.39 : Morphologies par MEB : (a) joint FSW, (b) joint MIG,et (c) alliage Al 6082[100]47
Figure I.40 : Influence de la température et de la durée d'exposition sur le comportement en corrosion de l'alliage FSW AA5083-O[56]……...48
Figure I.41 : Schéma illustrant l'hypothèse de la propagation de la corrosion intergranulaire[56]……..……..48
Figure II. 1: a) Géométrie de l'outil ; b) Configuration FSW …….…….…..51
Figure II. 2: Eprouvette de traction (dimensions en mm)…….…..…52
Figure II. 3: Essai de traction de l'échantillon en forme d'haltère mesuré par l'extensomètre…...52
Figure II. 4: Courbes rationnelles de l'essai de traction pour l'alliage d'aluminium 3003……...53
Figure II. 5 : MEB-EDS (microscope éléctronique à balayage – Spectroscopie……..53
Figure II. 6: Effet des paramètres du procédé sur la tenue en traction de joints Al 3003…….54
Figure II. 7 : Courbe typique de contrainte-déformation d'un joint de soudage……55
Figure II. 8 : Evolution de la limite élastique (MPa) en fonction……..58
Figure II. 9: Evolution de la résistance ultime à la traction (MPa) en fonction…….60
Figure II. 10: Évolution de la résistance à la rupture (MPa) en fonction des paramètres…….....61
Figure II. 11: Variation tridimensionnelle (3D) de σe en fonction de Vr et V……..……62
Figure II. 12: Variation de σe en fonction des trois facteurs…….63
Figure II. 13 : Evolution de σU en fonction des trois facteurs Vr, Va et Θ……...…64
Figure II. 14 : Evolution de σU en fonction des trois facteurs Vr, Va et Θ…….…65
Figure II. 15: Effets des facteurs et leur interaction sur σe……66
Figure II. 16: Effets des facteurs et leur interaction sur σU…….66
Figure II. 17: Effets des facteurs et leur interaction sur σm……..67
Figure II. 18: Prédiction et expérience : a) Limite d'élasticité b) Résistance ultime à la traction c) Résistance à la rupture……...69
Figure II. 19 : Valeurs prédites et expérimentales de la courbe contrainte-déformation……...70
Figure III. 1 : Diffractomètre de Rayon X……74
Figure III. 2: Diffractogramme des rayons X l'alliage Al 3003……75
Figure III. 3 : Attaque de corrosion sous diffèrent températures : a) T=25° b) T=85°……..75
Figure III. 4: Schéma de l'extraction d'une coupe pour les tests gravimétriques……..76

Figure III. 5 : Mesures gravimétriques……..76
Figure III. 6 : Comparaison de la vitesse de corrosion de MB et joint FSW ……78
Figure III. 7 : Vitesse de corrossion des échantillons dans différentes solutions et sous différentes températures:a) base metal b) FSW……...79
Figure III. 8 : Efficacité inhibitrice du MB et joint FSW en fonction de la concentration……....81
Figure III. 9 : variation de lnWcorr en fonction de l'inverse de la température 1 T …….....83
Figure III. 10 : variation de lnWcorrT en fonction de l'inverse de la température 1 T dans les solutions Y et Z……..……85
Figure III. 11 : Courbe d'adsorption de Langmuir des échantillons dans la solution Z……....88
Figure III. 12 : Courbe d'adsorption de Temkin des échantillons dans la solution Z……....88
Figure III. 13 : Courbe d'adsorption de Freundlich des échantillons dans la solution Z……..….89
Figure III. 14 : Courbe d'adsorption de Frunkin des échantillons dans la solution Z……...89
Figure IV. 1 : Extraction des échantillons (dimensions réelles en mm)……..…..94
Figure IV. 2: Bain themostaté utilisé pour les essais de corrosion……..……..95
Figure IV. 3 : Dispositif utilisé pour l'attaque corrosive à différent température…….……96
Figure IV. 4 : Schéma d'un réfrigérant à eau [312]…….…..97
Figure IV. 5: Spectromètre fluorescence des rayons x (M4 TORNADO)……..98
Figure IV. 6 : les diffèrent zones analysés par MEB (microscope électronique à balayage)……98
Figure IV. 7 : FRX Diffractogramme de la ZATM du joint FSW……99
Figure IV. 8 : FRX Diffractogramme du NU du joint FSW……100
Figure IV. 9 : FRX Diffractogramme de la zone de séparation ZATM et ZAT du joint FSW...100
Figure IV. 10 : FRX Diffractogramme du ZAT du joint FSW……100
Figure IV. 11 : Inspection visuelle après immersion dans la solutionY à 85°C:…….101
Figure IV. 12 : Microscopie optique……102
Figure IV. 13 : Observation microscopique du Noyau dans différents environnements:……103
Figure IV. 14 : Observation microscopique de la ZATM dans différents environnements:…..103
Figure IV. 15 : Observation microscopique de la ZAT dans différents environnements:……...104
Figure IV. 16: Effet de la température sur les propriétés mécaniques des joints FSW corrodés par leur immersion dans différentes solutions……...104
Figure IV. 17 : Evolution de propriétés mécaniques du joint en fonction de la température …..105

Figure IV. 18 : Comparaison des propriétés mécaniques des joints FSW corrodés à différenets températures……108
Figure IV. 19 : Machine de fatigue…….110
Figure IV. 20 : Suivi de la fissure……111
Figure IV. 21: Evolution de la longueur de fissure a en fonction du nombre de cycles N……..113
Figure IV. 22: Evolution de la vitesse de fissuration (da/dN) en fonction du facteur d'intensité de contrainte ΔK…….……..114
Figure IV. 23: Chemin de la fissure dans MB et le joint FSW……114
Figure IV. 24: Evolution de la longueur de fissure a en fonction du nombre de cycles N du joint FSW sain et corrodé à T=25°C……115
Figure IV. 25: Evolution de la vitesse de fissuration (da/dN) en fonction du facteur d'intensité de contrainte ΔK du joint FSW sain et corrodé à T=25°C……...116
Figure IV. 26: Chemin de la fissure dans le joint FSW sain et le joint FSW corrodé a T=25°C117
Figure IV. 27: Evolution de la longueur de fissure a en fonction du nombre de cycles N de joint FSW corrodé a différente température…….118
Figure IV. 28: Evolution la durée de vie du joint FSW en fonction la température……118
Figure IV. 29: Evolution de la vitesse de fissuration (da/dN) en fonction du facteur d'intensité de contrainte ΔK du joint FSW corrodé à T=25°C, T=55°C et T=85°C……..121
Figure IV. 30: Chemin de la fissure dans le joint FSW corrodé à T=25°C, T=55°C et T=85°C121
Figure IV. 31: Effet de l'inhibiteur sur la durée de vie de joint FSW corrodé……123
Figure IV. 32: Effet de la température sur la durée de vie des joint FSW après l'ajout de l'éthylène glycol……...124
Figure IV. 33: Effet de l'inhibiteur sur la vitesse de fissuration (da/dN) et sur le facteur…..….126
Figure IV. 34: Effet de l'ajout de l'inhibiteur sur le chemin de propagation des fissures……...128

Liste des tableaux

Tableau I.1 : Classification de l'aluminium et de ses alliages……...……..…5
Tableau I.2 : Distribution de la concentration élémentaire sur la particule de seconde phase et le substrat en alliage d'Al 3003[5].…….……..…...8

Tableau I.3 : Avantages du soudage par friction-malaxage[17]……9
Tableau I.4 : Défauts de l'alliage d'aluminium FSW[32]…….…....18
Tableau I.5 : Les différentes formes de la corrosion localisée……..30
Tableau II. 1: Propriétés mécaniques du matériau avant soudage…….…53
Tableau II. 2: Composition chimique de l'alliage d'aluminium 3003…….…..54
Tableau II. 3 : Résultats expérimentaux de sortie……..…55
Tableau II. 4: Valeurs des paramètres pour chaque niveau…….…..56
Tableau II. 5: Résultats du plan d'expériences……..56
Tableau II. 6: Valeurs optimales des propriétés mécaniques du joint soudé…….69
Tableau III.1 : récapitulatif des milieux corrosifs…….74
Tableau III. 2 : Mesures de Δm et Wcorr par la gravimétrie dans différentes températures et différentes solutions d'immersion W ; X ; Y et Z……...…. 77
Tableau III. 3 : Effet de concentration de l'inhibiteur sur la vitesse de corrosion…….81
Tableau III. 4 : Valeurs de lnW et 1 T utilisé pour le calcul des énergies d'activation de la corrosion des deux échantillons MB et FSW dans les solutions Y et Z……...…… 83
Tableau III. 5 : énergie d'activation de MB et joint FSW…….84
Tableau III. 6 : les valeurs de ln Wcorr T et 1 T utilisées pour le calcul des enthalpies et des entropies de la corrosion des deux échantillons MB et joint FSW dans les solutions Y et Z…… 85
Tableau III. 7 : Valeurs thermodynamiques obtenues par l'étude gravimétrique de corrosion des échantillons Mb et joint FSW dans les deux solutions Y et Z…….…..86
Tableau III. 8 : Les valeurs de ΔG* de la corrosion des deux échantillons MB et FSW…….…. 90
Tableau IV. 1: récapitulatif des milieux corrosifs…….95
Tableau IV. 2: Composition chimique des différentes zones de joint soudé par FSW……...…101
Tableau IV. 3 : Comparaison entre les limites élastiques du joint FSW…….120

Index des notations

FSW	Soudage par friction malaxage	
FSSW	soudage friction malaxage par point	
UWFSW	Soudage par friction malaxage submergé	
SSFSW	Soudage par friction malaxage à outil à épaulement fixe	
SRFSW	Soudage par friction malaxage à outil à bobine	
Vr	Vitesse de rotation de l'outil	[rot/min]
Va	Vitesse de soudage	[mm/min]
θ	Angle d'inclinaison de l'outil	[°]
Vr cr	Vitesse de rotation de l'outil critique	[rot/min]
θ cr	Angle d'inclinaison de l'outil critique	[°]
RSM	Méthodologie de la surface de réponse	
MEB	Microscope électronique à balayage	
EDS	Rayon X à dispersion d'énergie	
DRX	Diffraction des rayons X	
FRX	Spectromètre fluorescence des rayons x	
E	Module de Young	[GPa]
σ_{e}	Limite élastique	[MPa]
σ_U	Contrainte maximale	[MPa]
σ_m	Contrainte à la rupture	[MPa]
ε_e	Déformation à la limite élastique	
ε_U	Déformation à la contrainte maximale	
A	Allongement	
MB	Métal de base	

NU	Noyau	
ZAT	Zone affecté thermiquement	
ZATM	Zone affecté thermo-mécaniquement	
TIG	gaz inerte tungstène	
MIG	gaz inertes métalliques	
IGC	Corrosion intergranulaire	
EXCO	Corrosion exfoliante	
ΔH_a	enthalpie d'activation	j/mol
ΔS_a	entropie d'activation	j/(mol*k)]
ΔG_{ads}	enthalpie standard d'adsorption	
E_a	énergie d'activation	
K	facteur d'intensité de contrainte	MPa·m½
da/dN	vitesse de fissuration	mm/cycle

Introduction générale

L'aluminium et ses alliages jouent un rôle important dans le développement de l'ingénierie, en raison de leurs bonnes propriétés mécaniques, de leurs faibles poids, et de leurs résistances à la corrosion[1]. Dans de nombreux cas de ces applications, ces alliages sont soumis à des expositions continues ou temporaires en milieux corrosifs. Dans un souci de lutter contre ce phénomène, on assiste à une utilisation de plus en plus répandue des alliages d'aluminium, en particulier des alliages de la série 3000, en raison de la présence du manganèse (Mn) qui permettra d'améliorer les propriétés mécaniques et la résistance à la corrosion [1]. Cet alliage est très utilisé dans l'industrie du bâtiment, aérospatiale, les échangeurs de chaleur ainsi que pour une utilisation à haute température.

Cependant, ces alliages présentent fréquemment une soudabilité très moyenne en procédé de soudage par fusion. En revanche, des fissures de solidification apparaissent en fin de solidification qui se forme à haute température, ces derniers sont oxydés au contact de l'air, ceci entraîne une faible efficacité des joints. Pour limiter la corrosion liée à l'effet thermique, le soudage par friction malaxage (FSW) est une alternative très prometteuse pour résoudre une grande partie des problèmes de soudage par fusion. Ce procédé permet de surmonter de nombreux problèmes et limites du soudage conventionnel. Il présente de nombreux avantages dont ceux de soudage à l'état solide et de se faire sans consommable (fil d'apport ou gaz). De ce fait, certains inconvénients inhérents à la soudure par fusion telle que la formation de porosité et fissures, ne se rencontrent pas en FSW. Il ne génère aucunes bavures de soudage, ou gaz nocifs, consomme beaucoup moins d'énergie et ne produit que peu de bruit. Il présente aussi l'avantage de pouvoir travailler sur des matériaux de forte épaisseur (jusqu'à 80 mm). Cette technique novatrice permet une soudure optimale et entraîne l'allègement des composants.

Toutefois, l'allègement des structures et les bonnes propriétés mécaniques ne sont pas les seuls critères à prendre en considération aux secteurs industriels. La bonne tenue des assemblages en environnement est une condition incontournable à leur utilisation. De plus, la corrosion reste

l'un des phénomènes les plus destructeurs qui peuvent provoquer des catastrophes et entraîner un déficit économique.

L'objectif principal de cette thèse est d'étudier la résistance à la corrosion du joint FSW en alliage d'aluminium 3003. Ce mémoire est articulé de la façon suivante :

Le premier chapitre consiste en *une revue bibliographique de la corrosion de joints FSW,* il s'agit de deux axes de recherche intéressants, donc il vaut de comprendre chacun d'entre eux individuellement, mais au début, il est nécessaire de commencer avec l'aluminium et ses alliages. Il donne en particulier un aperçu sur l'aluminium et ses alliages, le soudage par friction-malaxage, à l'influence des facteurs affectant la qualité de FSW et, finalement une introduction à la corrosion et la corrosion des joints soudés par friction malaxage.

Le chapitre 2 présente *le modèle déterministe du comportement mécanique du joint soudé par FSW en utilisant la méthodologie de surface de réponse (RSM)*. Il a été développé d'une part dans le but de lier les différents paramètres entre eux et d'autre part afin d'identifier les paramètres déterminants vis-à-vis de l'évolution des propriétés mécaniques. Ce modèle tient compte d'un grand nombre de paramètres. Il permet de prévoir une bonne qualité du joint FSW.

Le ***chapitre 3*** a pour but à d'étudier les mécanismes de corrosion, il s'articule autour de trois facteurs d'influence : l'effet du milieu corrosif, l'effet de température, l'effet de l'ajout de l'éthylène glycol et la concentration de ce dernier. Il sera nécessaire de comparer la corrosion dans le joint soudé FSW et le métal base.

Cette étude est composée de deux parties :

- *La première étude gravimétrique* consiste à mesurer la perte de masse des échantillons, qui servira par la suite au calcul de la vitesse de corrosion. Cette méthode présente l'avantage d'être d'une mise en œuvre simple et de ne pas nécessiter un appareillage important.
- La seconde partie est consacrée à *l'étude thermodynamique*, Il s'agit d'évaluer les paramètres thermodynamiques de la corrosion des deux échantillons MB et joint FSW, ce qui peut aider à mieux comprendre la cinétique du processus de corrosion.

Le **chapitre 4** est consacré donc d'étudier de *l'effet de corrosion sur les caractéristiques microstructurales et mécaniques du joint FSW.* Ce chapitre présente les procédures et les résultats expérimentaux. Les éprouvettes utilisées, les paramètres de caractérisation des séquences des chargements sont ensuite définis, une présentation de matériels et procédés des essais de corrosion dans différentes solutions agressives. Des essais statiques de traction des éprouvettes prélevées perpendiculairement à la direction de soudage ont été réalisés. De plus, des profils de microdureté permettent de donner l'importance de l'influence des paramètres étudiés sur les différentes zones de la soudure. Des expériences complémentaires sont réalisées afin d'évaluer de manière l'influence de la corrosion sur la résistance à la propagation d'un joint FSW. Les résultats sont présentés et analysés à partir de l'évolution de la vitesse de propagation et du facteur d'intensité de contrainte, de la longueur de fissure et du nombre de cycles correspondant.

À la fin de ce manuscrit seront présentées les conclusions et les perspectives générales.

CHAPITRE 1 :

Revue de la littérature

I. 1. Aluminium et ses alliages

I. 1.1. Introduction

L'aluminium et ses alliages jouent un rôle très important dans le développement de l'ingénierie car ils occupent une large gamme d'utilisations dans les secteurs industriels variés (automobile, construction navale et aéronautique, transport de pétrole et de gaz...), en raison de leur rapport "résistance/poids" très intéressant, de leur bonne formabilité, de leur résistance à la corrosion forte, de leur conductivité thermique et conductivité électrique attrayantes [1]. En outre, l'aluminium et ses alliages sont utilisés comme matériaux de revêtement pour la réparation et la protection contre la corrosion [2].

Les caractéristiques des alliages d'aluminium dépendent de leurs compositions chimiques. Alors que l'aluminium pur possède une moindre rigidité comparée à celles de ses alliages mais une meilleure résistance à la corrosion [1], certains alliages sont susceptibles d'être soumis à un processus de « traitement thermique » qui améliore généralement leurs propriétés, tandis que d'autres possèdent des propriétés qui peuvent être améliorées par un processus « d'écrouissage »[1].

I. 1.2. Classification

L'aluminium et ses alliages sont généralement classés en deux catégories [3] : - les produits moulés et - les semi-produits corroyés (laminés ou extrudés), chaque catégorie étant subdivisée en séries en fonction des principaux éléments d'alliage ajoutés. Ces alliages sont également spécifiés par la méthode de durcissement :

- Traitable thermiquement (moulage en sable et sous pression) et non traitable thermiquement (durcissement permanent) pour les alliages de fonderie.
- Traitable thermiquement (durcissement par précipitation) et non traitable thermiquement (écrouissage) pour les alliages corroyés.

Ces classifications sont résumées dans le tableau suivant.

Tableau I.1 : Classification de l'aluminium et de ses alliages

Produit de moulage			Semi-produit corroyé		
Série	Eléments d'alliage	Méthode de durcissement	Série	Eléments d'alliage	Méthode de durcissement
1xx.x	Aucun	non-traitable therm.	1xxx	Aucun	non-traitable therm.
2xx.x	Cu	traitement therm.	2xxx	Cu	traitement therm.
3xx.x	Si + Cu and	traitement therm.	3xxx	Si + Cu and or Mg	traitement therm.
4xx.x	or Mg	non-traitable therm.	4xxx	Si	non-traitable therm.
5xx.x	Si	non-traitable therm.	5xxx	Mg	non-traitable therm.
6xx.x	Mg	Non utilisé	6xxx	Non utilisé	Non utilisé
7xx.x	Non utilisé	traitement therm.	7xxx	Zn	traitement therm.
8xx.x	Zn	non-traitable therm.	8xxx	Sn	non-traitable therm.
9xx.x	Sn			autre	
	autre				

I. 1.3. Métallurgie de l'aluminium et de ses alliages

Les composants chimiques de l'aluminium et de ses alliages se divisent en trois types :

- les éléments d'alliage
- les additifs qui sont ajoutés par quantité contrôlée pour améliorer ou modifier certaines propriétés (propriétés mécaniques, soudabilité, formabilité,...)
- les impuretés qui sont initialement présentes (inévitables) dans l'aluminium et qui peuvent provoquer des problèmes électrochimiques [3].

I. 1.3.1. Éléments d'alliage

La quantité d'éléments d'alliage varie de 1% à 7% (pourcentage de masse) pour le cuivre, le manganèse, le magnésium, le zinc, mais une quantité allant jusqu'à 20% pour le silicium. L'effet de chaque élément d'alliage peut être résumé comme suit [3] :

- Le cuivre (Cu) améliore les propriétés mécaniques, l'usinabilité et l'aptitude au traitement de surface, mais diminue la résistance à la corrosion.
- Le manganèse (Mn) améliore les propriétés mécaniques et la résistance à la corrosion.
- Le magnésium (Mg) augmente les propriétés mécaniques, la résistance à la corrosion et l'aptitude au traitement de surface.
- Le silicium (Si) présente une bonne résistance à la corrosion mais diminue l'usinabilité.

- Le zinc (Zn) améliore les propriétés mécaniques tout en détériorant la résistance à la corrosion.

Le mélange magnésium (Mg) + silicium (Si) améliore les propriétés mécaniques et permet une très bonne résistance à la corrosion ainsi qu'une bonne aptitude au traitement de surface.

I. 1.3.2. Additifs

Les additifs sont généralement utilisés en faible quantité (moins de 1%), et interviennent comme suit [3]:

- Le chrome (Cr), le manganèse (Mg) sont des ajouts courants destinés à améliorer la soudabilité.
- Le nickel (Ni) améliore les performances à haute température.
- Le béryllium (Be), le zirconium (Zr) et le plomb (Pb) aident à l'usinage libre en fournissant de petits copeaux.

I. 1.3.3. Impuretés

Le fer (Fe) et le silicium (Si) sont les impuretés les plus fréquentes dans ces matériaux (Al et ses alliages). Le fer peut améliorer la résistance à la traction mais diminue la résistance à la corrosion[4].

I. 1.4. Alliages d'aluminium-manganèse "3xxx".

Le matériau Al-Mn (3xxx) est un alliage d'écrouissage, pour lequel généralement le manganèse est ajouté dans la gamme de 0,25 à 1,5 aux autres composants chimiques (Cu, Zn, Mg, Cr, Fe, Si, et Ni). Grâce à sa résistance à la corrosion, sa conductivité thermique et ses propriétés mécaniques intéressantes, les alliages Al 3xxx sont largement utilisés dans l'industrie alimentaire, les textiles et les produits automobiles, les ustensiles de cuisine, les appareils à pression, les éléments de construction, les panneaux pour réfrigérateurs et les échangeurs de chaleur [3, 5].

La référence 3003 correspond notamment à l'alliage à usage général le plus courant, pour les applications à résistance modérée nécessitant une bonne maniabilité. Cet alliage est utile pour (liste non exhaustive) la tôlerie, l'emboutissage, les réservoirs de carburant, l'équipement chimique, les conteneurs, les armoires, les doublures de congélateur, les ustensiles de cuisine, les récipients sous pression, la quincaillerie de construction, les réservoirs de stockage, les applications agricoles, les

pièces et les garnitures d'appareils électroménagers, les applications architecturales, l'électronique, les ailettes, l'équipement de ventilateur, les plaques signalétiques, les véhicules de loisirs, les camions et les remorques [1].

Les principales particules de seconde phase de l'alliage d'aluminium 3003 sont des intermétalliques $Al_x(Fe,Mn)$ avec un diamètre moyen d'environ 5 µm. Ces particules révèlent une différence de quantité de composants chimiques par rapport au matrice de l'alliages d'aluminium [6].

TableauI.1 : Distribution de la concentration élémentaire sur la particule de seconde phase et le substrat en alliage d'Al 3003[6].

Élément (%)	**Al**	**O**	**Fe**	**Mn**
Matrice	91.70	6.67	0.99	0.57
Particules de seconde phase	78.40	4.61	8.52	8.47



Figure I.1 : Produit d'application de la référence 3003 en tôle [7, 8]

I. 2. Soudage par friction-malaxage

Le soudage par friction malaxage (FSW) est un procédé de soudage relativement nouveau inventé par « The Welding Institute » (TWI) en 1991 [9]. Il s'agit d'un soudage à l'état solide pour assembler des matériaux similaires ou dissimilaires. Il repose sur le principe d'un échauffement généré par le frottement entre l'outil en rotation et les pièces ainsi qu'aux déformations plastiques engendrées par le malaxage, ce qui plastifie le matériau dans la zone de soudage.

Ce procédé innovant présente un bon aspect pour les métaux non ferreux et leurs alliages (aluminium, titane, cuivre, magnésium, ...), les métaux ferreux et leurs alliages (acier, ...) et des caractéristiques acceptables pour les polymères (PEHD, ...). De plus, cette technique est écologique et de nombreuses recherches ont prouvé que le FSW pouvait remplacer d'autres techniques d'assemblage [10, 11].

Cette technique de soudage permet en effet de surmonter de nombreux problèmes et limitations du soudage conventionnel, tels que la présence d'une couche d'oxyde à l'intérieur de la soudure dans l'aluminium et ses alliages [12], les rayons ultraviolets et l'émission de fumées, la nécessité d'un gaz de protection et la porosité de la zone de soudage, le retrait de la matière causé par la solidification [13].

En plus du soudage, le procédé de friction-malaxage a été utilisé avec succès pour améliorer le comportement du matériau en modifiant la microstructure [14, 15]et pour réparer les fissures [16, 17].

Les principaux avantages du FSW sont résumés dans le **(Tableau I.2).**

Tableau I.2 : Avantages du soudage par friction-malaxage[18]

Avantages métallurgiques	Avantages environnemental	Avantages énergétiques
- Faible déformation de la pièce à usiner **-** Bonne stabilité dimensionnelle et répétabilité **-** Excellentes propriétés métallurgiques dans la zone du joint **-** Microstructure fine **-** Absence de fissuration **-** Pas de perte d'éléments d'alliage	**-** Pas de nettoyage de surface nécessaire **-** Pas de gaz de protection nécessaire **-** Élimination des déchets de meulage **-** Économie de matériaux consommables, tels que tapis, fil ou tout autre gaz	**-** L'amélioration de l'utilisation des matériaux (par exemple, l'assemblage de différentes épaisseurs) permet de réduire le poids. **-** Diminution de la consommation de carburant dans les applications aéronautiques, automobiles et navales légères. **-** Seulement 2,5 % de l'énergie nécessaire pour une soudure au laser.

I. 2.1. Procédé de soudage par friction-malaxage

Le procédé FSW est un phénomène thermomécanique produit par l'interaction entre un outil spécial et des pièces fixées. Ce processus se déroule en trois phases (**Figure I.2**) :

- Tout d'abord, un outil à haute résistance muni d'un épaulement et d'un pion plonge verticalement dans le plan de joint des deux pièces à souder avec une vitesse de rotation contrôlée jusqu'à ce que l'épaulement soit en contact avec les pièces. À ce moment, les contacts entre l'épaulement et les tôles ainsi que ceux entre le pion et les tôles créent un échauffement. L'outil reste dans cette position pendant un temps de maintien appelé (dwell time), ce qui provoque un « ramollissement » des matériaux, qui deviennent pâteux. Un effort est maintenu sur l'outil, pour empêcher la matière de fluer vers le haut et permettre le forgeage des pièces. Le rôle de l'épaulement est de générer la chaleur par friction sur les pièces à assembler. Une fois que les matériaux sont ramollis, le pion tournant se déplace le long des pièces à une vitesse contrôlée (vitesse de soudage) qui permet à la matière de s'écouler par déformation plastique. L'outil malaxe les pièces entre elles de proche en proche (**Figure I.3**). La matière malaxée constitue le cordon de soudure. Le cordon obtenu n'est pas symétrique. En effet, le mouvement combiné de rotation et d'avance donne naissance à deux côtés : un côté d'avance et un côté recul selon la rotation de l'outil et la direction d'avance.Enfin, à la fin de la soudure, l'outil remonte verticalement en laissant un trou qui est l'un des inconvénients du FSW et qui est appelé défaut de trou de serrure (keyhole defect).

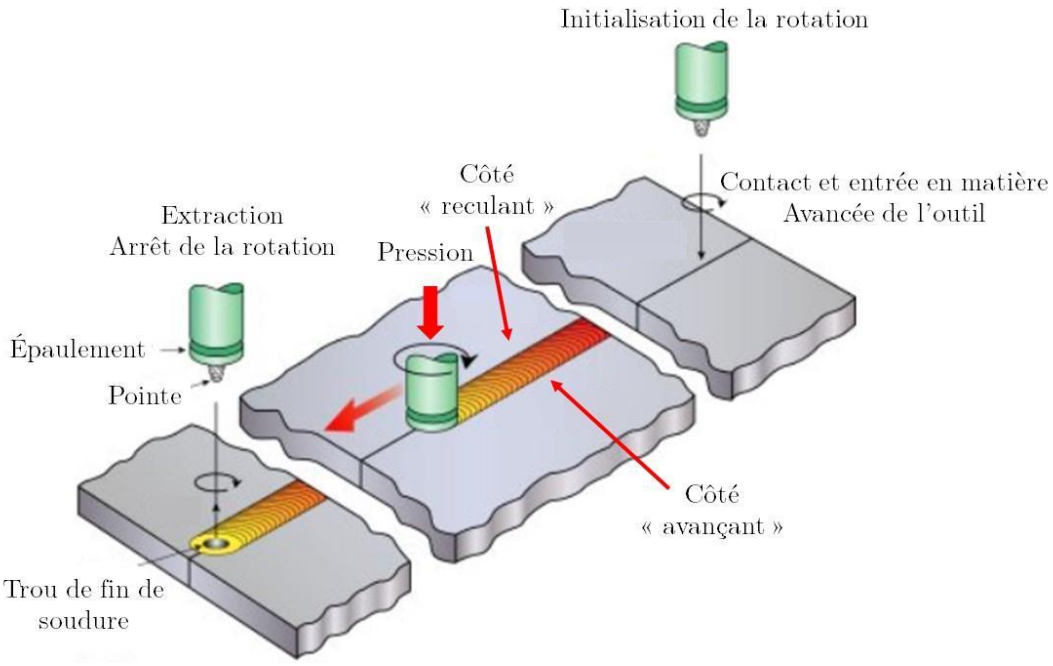


Figure I.2 : Procédé de soudage par friction-malaxage [19]

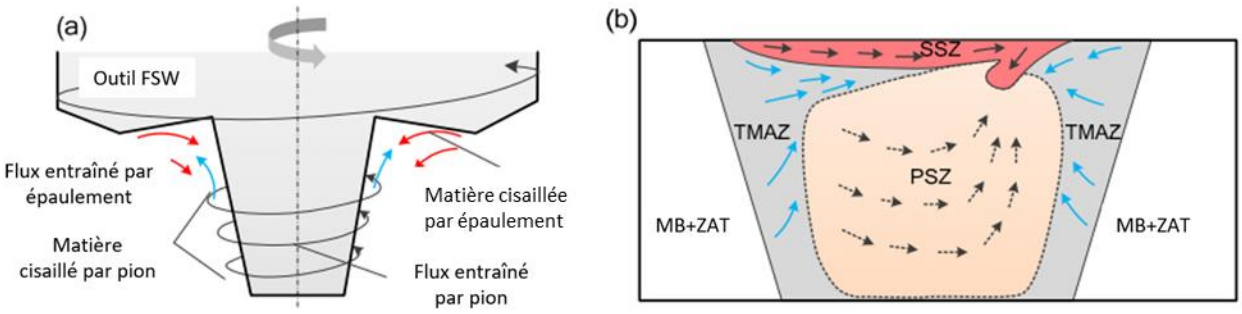


Figure I.3 : Schéma d'écoulement du métal en FSW [20]

Un bon serrage de la pièce, la certitude de l'accès de l'outil à la pièce et son déplacement sont quelques-unes des contraintes et des défis de la soudure par FSW, pour lesquels de nombreuses configurations ont été développées pour répondre aux besoins de l'industrie, comme par exemple le joint en bout, le joint en T, le joint en angle et le joint en recouvrement (**Figure I.4**).

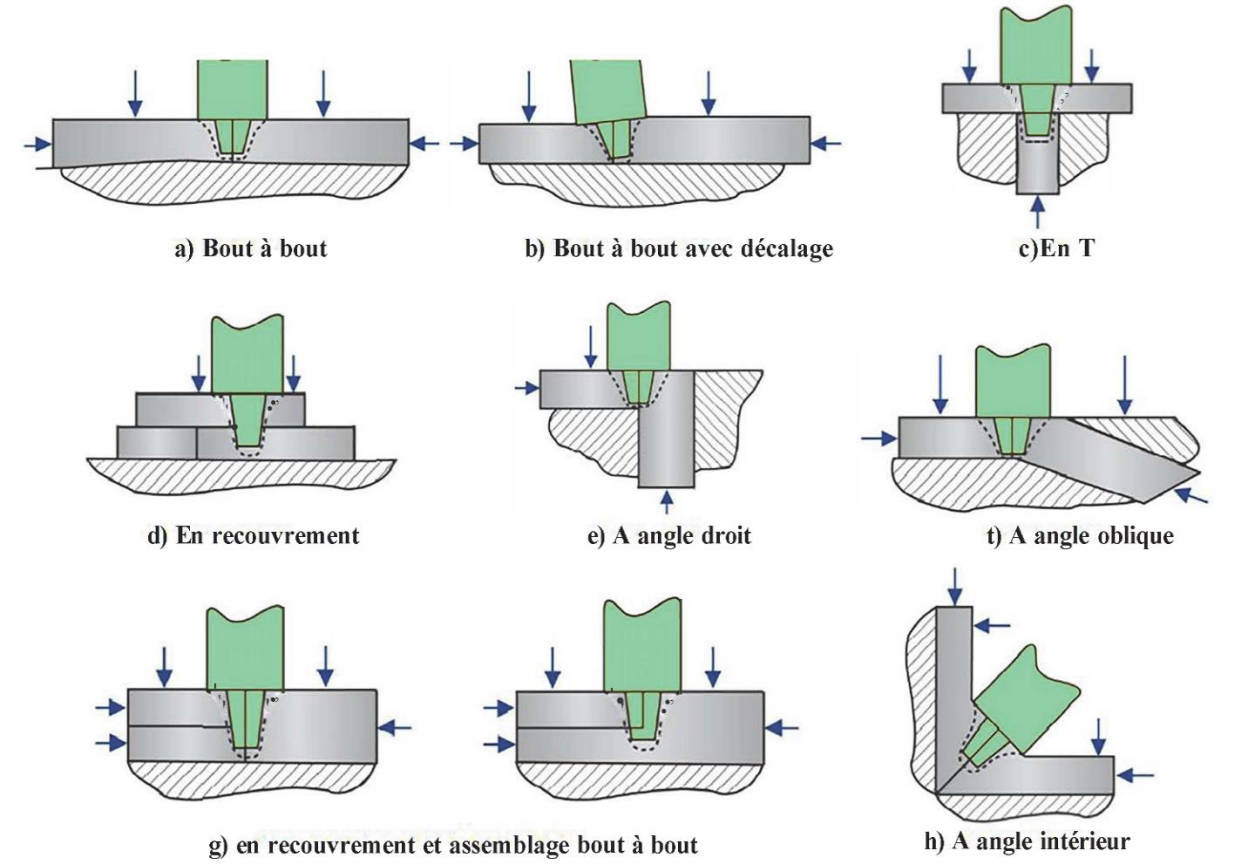


Figure I.4 : Configurations d'assemblage montrant le positionnement de l'outil et les forces de maintien des pièces [21]

Certaines méthodes ont été étudiées en prétendant qu'elles peuvent améliorer les performances des joints. Plusieurs chercheurs [22, 23] ont rapporté que le refroidissement du joint en effectuant un soudage submergé (UWFSW) améliore la résistance à la traction de chacun des joints similaires et dissimilaires (Figure I**.5**.I). En outre, plusieurs types d'outils ont été proposés (Figure I**.6**.I). L'épaulement fixe (SSFSW) a été conçu pour améliorer la morphologie macroscopique en réduisant le défaut flash et en éliminant l'ondulation de l'arc [24]. L'outil à pion ajustable permet d'obtenir des soudures sans trou en fin de cordon. De même, plusieurs chercheurs [25] ont montré que l'outil à auto-réaction (encore appelé outil à bobine) (SRFSW) est plus productif en termes de vitesse de soudage car il présente de meilleures propriétés mécaniques et un grain plus fin par rapport au FSW conventionnel mais présente aussi certaines limitations de configuration d'assemblage.

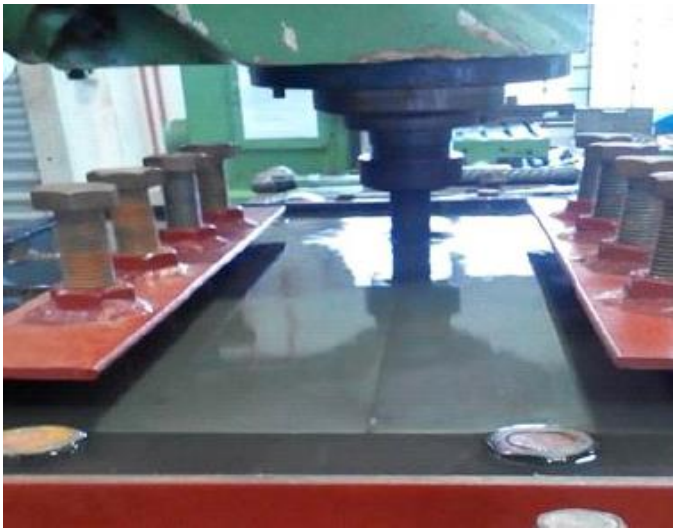


Figure I.5: Montage sous-marin pour FSW [26]

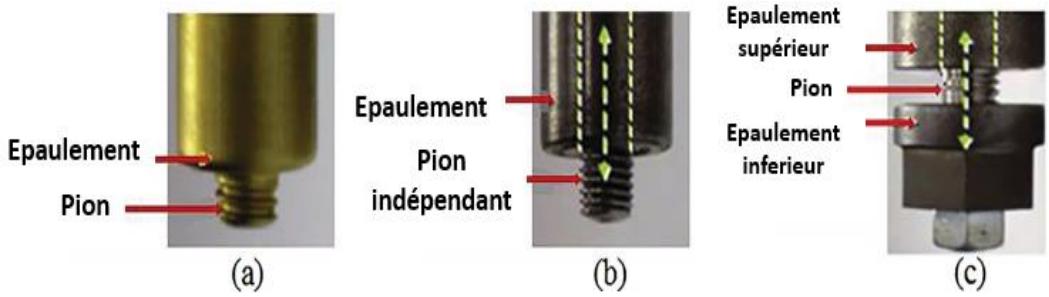


Figure I.6 : Type d'outils FSW (a) fixe (b) ajustable (c) à bobine [27]

I. 2.2. Facteurs affectant la qualité du procédé FSW

Une combinaison appropriée des paramètres de soudage et de la géométrie de l'outil est nécessaire pour générer un flux de chaleur et de matière suffisant. Les principaux paramètres du procédé sont la vitesse de soudage (mm/min), la charge axiale (kN), la vitesse de rotation de l'outil habituellement exprimée en rpm (revolutions on rotation par minute), ainsi que l'angle d'inclinaison de l'outil. De nombreuses études ont été menées dans le but d'obtenir une configuration optimale pour une bonne performance du joint [28-32].

I. 2.2.1. Vitesse de rotation et vitesse de soudage

La vitesse de rotation et la vitesse de soudage sont les principaux facteurs qui déterminent la qualité de la soudure, elles sont souvent étudiées et appelées : Rapport rotation/avance (N/S)[33]. L'augmentation de la vitesse de rotation et la diminution de la vitesse de soudage provoquent une déformation excessive de la matière et un frottement plus important sous l'épaulement. Ce soudage à chaud est caractérisé par une pénétration suffisante malgré la présence marquée de bavures. À l'opposé, la diminution de la vitesse de rotation et l'augmentation de la vitesse de soudage produisent un apport de chaleur insuffisant et une faible déformation plastique. Ce soudage à froid montre un fini de surface de bonne qualité mais peut souffrir d'un manque de pénétration conduisant à des défauts tels que le défaut de type tunnel et le void [34].

Plusieurs recherches ont été menées sur des soudures par friction-malaxage pour analyser l'influence des paramètres de soudage sur la qualité du joint FSW. Dans cette optique, Ghazi et al [35] se sont penchés sur l'étude d'une série de soudures faites en alliage d'aluminium 5083 H11 en variant les paramètres du procédé (vitesse d'avance et de rotation). Ils ont conclu que, l'efficacité du joint, qui est défini comme le rapport entre les caractéristiques mécaniques de l'assemblage et les caractéristiques mécaniques du métal de base, est de 80% pour les valeurs optimales suivantes : une vitesse de rotation de 1000 rpm et une vitesse d'avance de 100 mm/min.

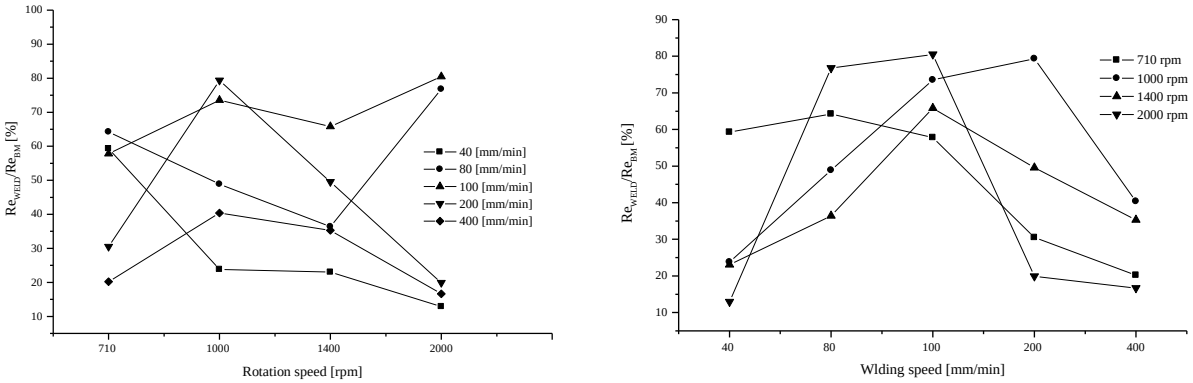


Figure I.7 : Variation du coefficient du joint en fonction vitesse de rotation et vitesse de soudage [35]

Pour le soudage de l'alliage d'aluminium de la série 3xxx, Hakan et al [36] ont étudié l'effet de l vitesse de rotation et vitesse de soudage sur les propriétés mécaniques des joints FSW en alliage d'aluminium 3003-H12. Ils ont aussi constaté que :

- la limite d'élasticité et la résistance à la rupture des joints diminuent presque linéairement avec l'augmentation de la vitesse de rotation à une vitesse de soudage constante ;

- les propriétés mécaniques augmentnt presque linéairement avec l'augmentation de la vitesse de soudage à une vitesse de rotation constante.[37]

I. 2.2.2. Angle d'inclinaison de l'outil et force appliquée sur l'outil

Le réglage de l'angle d'inclinaison de l'outil est nécessaire pour assurer un flux de matière et un apport de chaleur adéquat, l'intervalle de 1.5° à 2° étant par ailleurs souvent le meilleur [31, 38] : toute déviation de cet intervalle conduit à la dégradation de la soudure et peut présenter certains défauts comme une défaut de type crochet (hooking)[39]. De même, les défauts de type tunnel et « kissing bond » peuvent apparaître à cause d'une profondeur de pénétration ou d'une pression inadaptée de l'outil [34] (figure I.17).

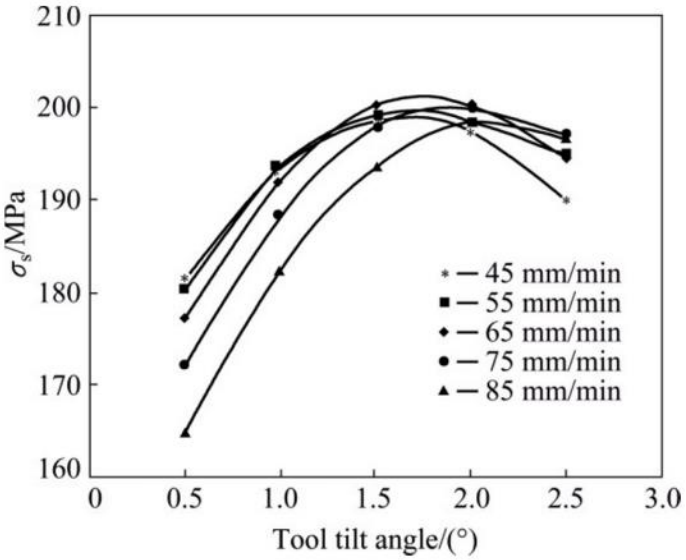


Figure I.8 : Effets d'interaction de la vitesse de soudage et de l'angle d'inclinaison de l'outil sur la résistance ultime à la traction [31]

K. Elangovan et al [40] ont étudié l'influence de la force appliquée par l'outil sur la qualité du joint FSW de l'alliage d'aluminium AA6061 pour cinq profils (cylindrique, conique, fileté triangulaire et carré). Ils ont constaté qu'une force axiale de 7 kN présente des meilleures propriétés de traction et ceci quel que soit le profil étudié.

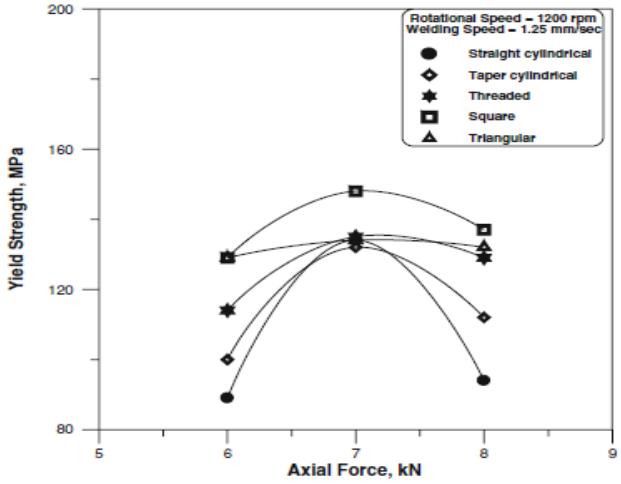


Figure I.9 : Effets la force appliquée à l'outil sur la limite élastique du matériau [40]

I. 2.2.3. Géométrie de l'outil

La géométrie de l'outil est un facteur critique vis à vis de la distribution spatiale de l'écoulement et par conséquent de la quantité de chaleur qui sera créée. Les paramètres de l'outil sont

principalement le diamètre, la forme et les motifs en surface de son pion et de son épaulement. De nombreuses expériences et conceptions sont donc réalisées pour déterminer l'effet de l'épaulement et du pion sur la microstructure et les propriétés mécaniques. Par exemple, Mishra et Ma [18]. ont mentionné qu'un épaulement concave et des pions cylindriques filetés sont les plus utilisés, car ils permettent de mieux malaxer la matière et d'éviter le débordement et les bavures. Scialpi et al [41] ont étudié l'effet de trois géométries d'épaulement différent (1, 2 et 3) sur le joint FSW AA 6082 T6. Ils ont montré que les épaulements "spiral fileté " et " avec cavité fileté" offrent de meilleures propriétés mécaniques que l'épaulement fileté. Par ailleurs, le profil d'outil de l'axe cylindrique simple a montré un bon joint FSW de l'alliage d'aluminium AA6061-T6 en termes de propriétés mécaniques par rapport à des profils d'outils différents filetage cylindrique, filetage conique, conique simple, et carré simple) [42]. Poursuivant le même objectif d'étude, K. Ramanjaneyulu et al [43] ont mené une étude paramétrique en utilisant le plan composite de deuxième degré de la méthode des plans d'expériences pour étudier l'effet de la géométrie de l'outil (**Figure I.10**) sur une soudure par friction-malaxage de l'alliage d'aluminium AA 2014-T6. Ces résultats indiquent que les joints obtenus par un outil hexagonal ont une résistance à la traction et un allongement les plus élevés tandis que les joints obtenus avec le profil conique ont une résistance à la traction et l'allongement les plus faibles.

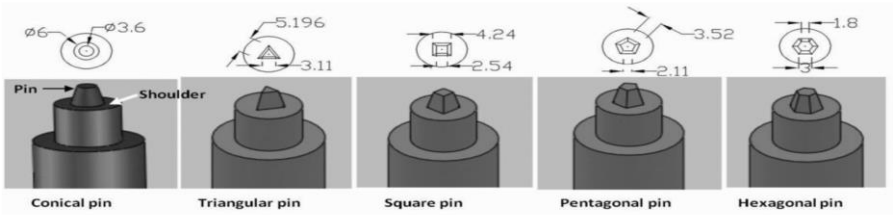


Figure I.10 : Différentes formes de pion de l'outil FSW [43]

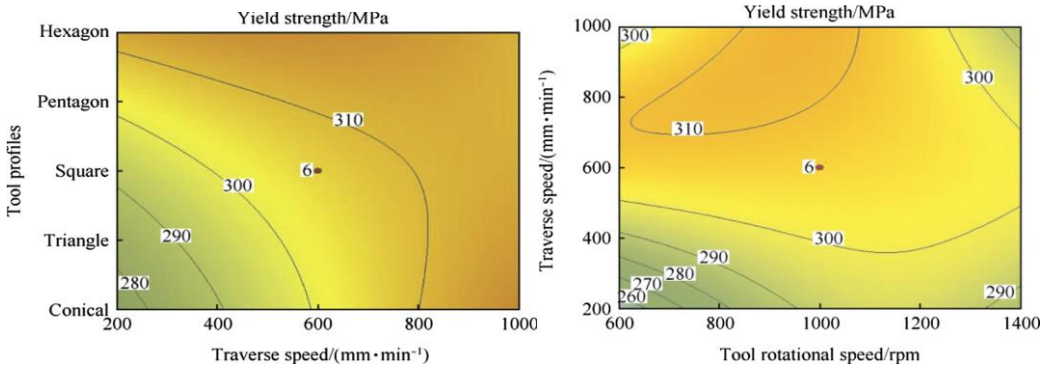


Figure I.11 : Effets d'interaction de la géométrie du pion, vitesse de rotation de l'outil sur la résistance la limite élastique [43]

Dans le but d'améliorer la qualité du joint FSW, Sabari et al [44] ont étudié l'effet de la géométrie de l'outil (**Figure I.11**) sur la microstructure et les propriétés mécaniques du soudage FSW submergé dans l'eau d'un alliage d'aluminium AA2519-T87. Il ressort de cette étude que le joint réalisé par un outil conique fileté sous l'eau présente des propriétés de traction plus élevées (de l'ordre de 345 MPa) et une efficacité de joint de 76 %.

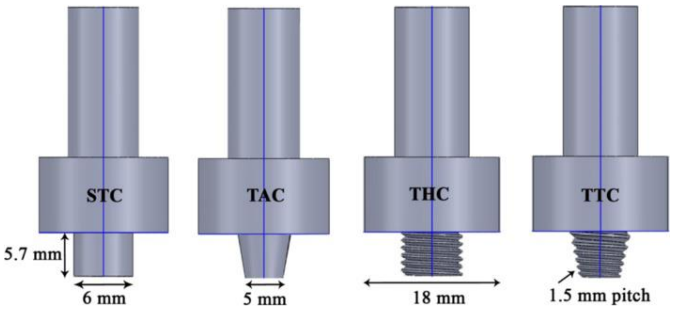


Figure I.12 : Dimensions des pions de l'outil FSW [43]

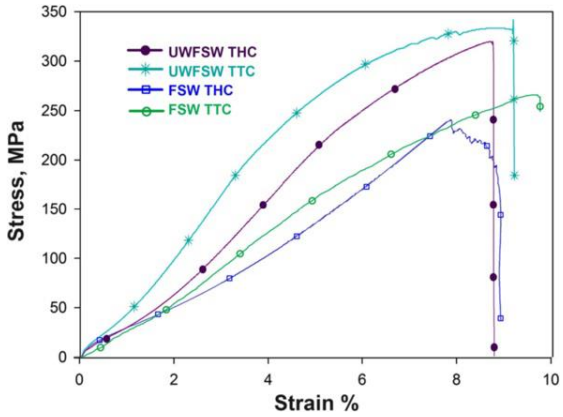


Figure I.13 : Effets de la géométrie du pion sur la résistance mécanique

I. 2.3. Défauts du soudage par friction-malaxage

Toute divergence par rapport à la plage de paramètres de soudage et à la conception de l'outil peut provoquer des défauts internes ou externes qui affectent les propriétés mécaniques et la résistance à la corrosion du joint [45].

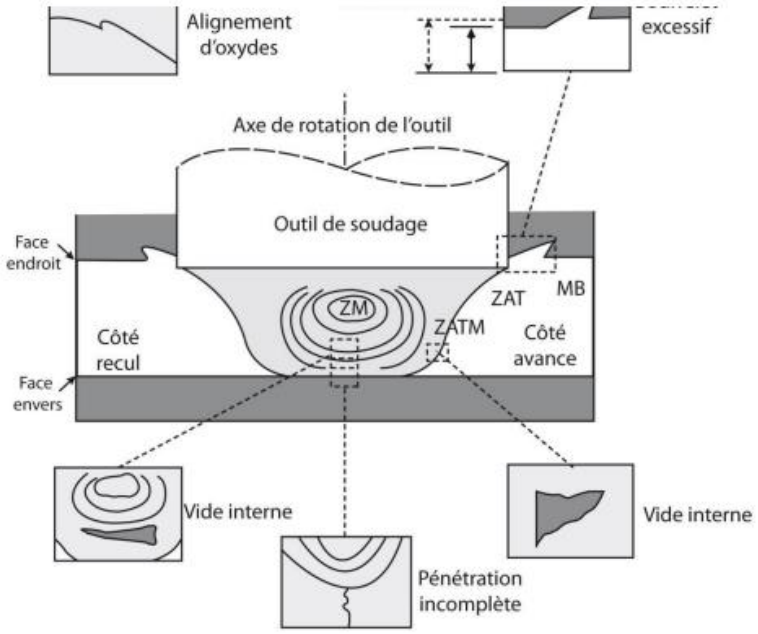


Figure I.14 : Schéma montrant la position des défauts en soudage FSW en soudure bout à bout [21]

Le tableau suivant présente l'emplacement et la cause des défauts qui se forment couramment en soudage FSW de l'alliage d'aluminium.

Tableau I.3 : Défauts sur les alliages d'aluminium en soudage FSW [34].

No.	Défaut	Localisation	Cause
1	Tunnel	Du côté avance, entre la ZATM et le noyau sous la surface de la soudure.	1) Faible profondeur de pénétration ; 2) Vitesse de soudage trop élevée ; 3) Décalage inapproprié du pion; 4) Vitesse de rotation trop faible ; 5) Géométrie incorrecte de l'outil.
2	Kissing bond	A l'interface dans le noyau	1) Enlèvement incorrect de la couche d'oxyde de la surface de contact ; 2) Vitesse de soudage élevée ; 3) Mouvement inadéquat du matériau
3	Void	Du côté avance, sur ou sous la surface de la soudure	1) Vitesse de soudage trop élevée ; 2)Pression de pénétration inadéquate; 3) Inclinaison inadéquate de l'outil.
4	Joint line remnant	Sur les faces des tôles à souder, à travers l'épaisseur du joint	1) Enlèvement inadéquat de l'oxyde 2) Mauvais alignement de l'outil sur le joint

5	Pénétration incomplète	Sous le noyau à l'interface de la surface de contact.	1) Variations locales de l'épaisseur de la plaque 2) Conception inadéquate de l'outil ; 3) Profondeur de pénétration inappropriée ; 4) Longueur du pion trop courte.
6	Hooking	ZATM de côté avance et retrait dans le soudage par recouvrement	1) Faible vitesse de soudage ; 2) Vitesse de rotation élevée ; 3) Conception inadéquate de l'outil ; 4) Inclinaison inadéquate de l'outil.

I. 2.4. Évolution de la température du soudage par friction-malaxage

Les déformations plastiques autour de l'axe rotatif et le frottement entre l'épaulement et les pièces affectent l'évolution des températures. La distribution de la température à l'intérieur et autour de la zone agitée influence directement la microstructure des soudures par incidence sur la taille des grains, le caractère des joints de grains, le grossissement et la dissolution des précipités, et par conséquent, affecte les propriétés mécaniques des soudures [18]. Comme mentionné précédemment :

- la chaleur induite par le FSW augmente avec l'augmentation de la vitesse de rotation, alors qu'elle diminue avec l'augmentation de la vitesse de soudage ;
- l'angle d'inclinaison de l'outil influence le flux de chaleur ;
- La température maximale produite, par le processus FSW atteint généralement 80% de la température du point de fusion du métal de base[46].

I. 2.5. Aspects métallurgiques des joints FSW

En raison de la température élevée et de la déformation plastique, le métal de base subit de nombreuses modifications de la microstructure, qui sont décrites comme suit :

- Recristallisation et développement de la texture à l'intérieur du noyau ;
- Dissolution des précipités et grossissement à l'intérieur et autour du noyau [47].

Il en résulte trois zones distinctes, la zone malaxée (noyau), la zone affectée thermo-mécaniquement (ZATM) et la zone affectée thermiquement (ZAT). Le FSW est également considéré comme un post-traitement thermique pour les alliages traitables thermiquement et se termine souvent par une recristallisation importante du matériau.

- Zone malaxée (Noyau) : cette zone est le cœur de la soudure et est localisée autour du pion de l'outil. La combinaison du malaxage et la friction de l'outil génèrent de très grandes déformations plastiques ce qui permet d'atteindre des niveaux de température élevés, engendrant ainsi une restauration et recristallisation des grains. Ce mécanisme permet d'obtenir localement des grains équiaxes de très petite taille ce qui améliore les propriétés mécaniques (**Figure I.15 c et d**). Les caractéristiques de la pièce, les paramètres de soudage et la conception de l'outil affectent la texture et la forme des grains. Ma et al. [48] ont signalé que la diminution du rapport "vitesse de rotation/vitesse de soudage" entraîne une diminution de la taille du grain recristallisé. Au contraire, l'augmentation de ce rapport induit des gros grains recristallisés à haute température [49]. Pour les alliages à durcissement structural, les précipités grossiers dissous dans la matrice d'aluminium dépendent du type d'alliage et de la température maximale [20].
- Zone Affectée Thermo-mécaniquement (ZATM), « C » sur la (**Figure I.15**) : Située à côté du noyau, cette zone subit une élévation de température importante et des déformations modérées. Cependant, les températures atteintes sont inférieures à celles obtenues dans le noyau et ne permettent pas une recristallisation de la matière [50]. Cette zone est affectée par la déformation plastique due au malaxage de la matière par la rotation de l'outil, et plus particulièrement du pion, mais aussi par l'élévation de température. La structure granulaire se compose de grains allongés avec des joints qui ondulent, les grains étant déformés suivant le mouvement de l'outil. Le côté AS (advancing side) montre une évolution de microstructure très brutale tandis qu'elle est moins marquée et plus étendue du côté RS (retraiting side).
- La zone affectée thermiquement (ZAT), « B » sur la (**Figure I.15**) : située entre la ZATM et le métal de base, cette zone est uniquement affectée par l'élévation de température sans déformation plastique, c'est-à-dire que la forme des grains est restée quasiment intacte après le passage de l'outil. La température atteinte est modérée mais suffisante pour grossir les grains.
- Le métal de Base (MB), « A » sur la (**Figure I.15**) : qui se trouve loin du joint, ne subit aucune déformation après le passage du pion. Par conséquent il conserve ses propriétés microstructurales initiales.

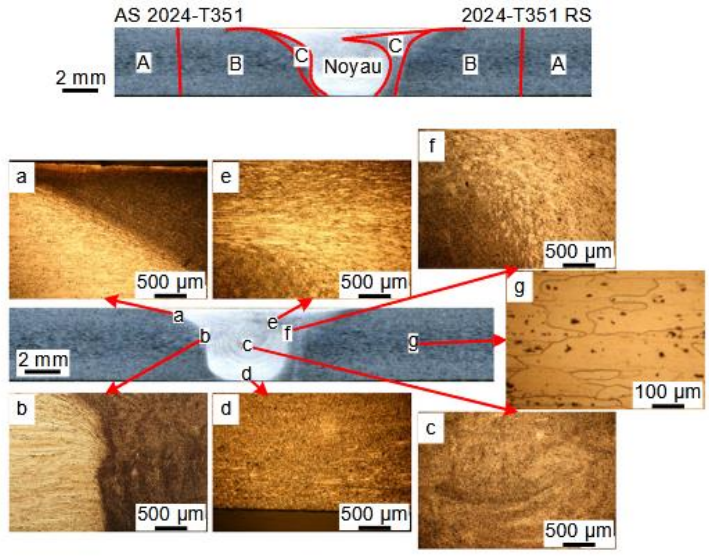


Figure I.15 : Macrographie d'une coupe transverse d'un joint FSW d'alliage 2024-T351 [47]

I. 2.6. Propriétés mécaniques des joints FSW

I. 2.6.1. Dureté

L'analyse de la microdureté est l'une des caractérisations les plus répandues pour quantifier la qualité d'un joint soudé et des différentes zones le constituant. Le profil de dureté du joint FSW va dépendre à la fois de la nuance des alliages mais aussi de l'état métallurgique (de l'état de précipitation et de la taille des grains). L'étude de la dureté le long du joint soudé ainsi qu'à travers son épaisseur montre que la valeur de la dureté du côté avance (AS) du cordon de soudure et supérieure à celle du coté recul (RS). La dureté minimale est mesurée près de la ZAT, elle augmente progressivement dans la ZATM, puis elle atteint des valeurs maximales au centre du joint (NU).

Comme mentionné dans la section précédente, l'aluminium et ses alliages se divisent en deux catégories, selon les modes de durcissement : Les alliages dits à durcissement structural (durcissement par précipitation) et les alliages à durcissement par écrouissage. Ces catégories présentent une évolution différente de la dureté dans les joints FSW. Seuls les alliages d'aluminium des séries 2000 (AlCu), 6000 (AlMgSi) et 7000 (AlMgZn) ont la capacité de durcir par précipitation, les autres séries font partie de la deuxième catégorie en revanche à savoir à durcissement par écrouissage. La courbe de micro-dureté des alliages à durcissement structural génère une forme de profil classiquement décrit comme un "W", la croissance des précipités entraîne une perte importante de dureté dans la ZAT. Généralement, ces alliages présentent une

dissolution totale des précipités existant initialement dans la matière, et une re-précipitation peut également avoir lieu dans le noyau en raison du cycle thermique FSW [18]. Les particules précipitées offrent une meilleure résistance au déplacement des dislocations, ceci permettant d'atteindre un niveau important de dureté dans le matériau mais aussi une perte de dureté moins prononcée dans le noyau qui s'approche de la valeur du matériau de base.

Dans leurs travaux sur un alliage AA 6063-T5, Sato et al [51] ont étudié l'influence de la distribution des précipités sur l'évolution du profil de dureté dans une soudure FSW, ils ont montré que la dureté est principalement affectée par la distribution des précipités, leurs répartitions ainsi que leurs tailles et non par la taille des grains. Ils ont aussi conclu, que la dureté dépend étroitement de l'état de précipitation. Les profils de dureté de ces types d'alliage sont souvent divisés en deux formes spécifiques selon la nature de l'alliage[51]. En revanche, cette évolution est sensible à la nuance soudée, et plus particulièrement à l'apport de cycle thermique de soudage et aux paramètres de procédé. La série 2xxx génère une forme de profil classiquement décrit comme un "U". Tandis que les alliages de la série 7xxx conduisent à la formation d'un profil en "W".

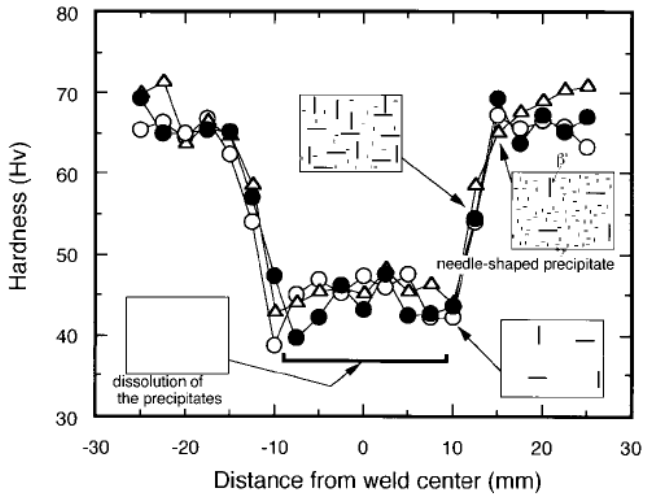


Figure I.16 : Relation entre la distribution des précipités et le profil de dureté du joint FSW AA 6063 [51]

D'autre part, les alliages durcis par écrouissage (série 1xxx et 5xxx) ne présentent pas un tel comportement, une augmentation de la dureté apparaissant tout d'abord dans la ZAT, qui provient de la restauration [52]. Ce phénomène est caractérisé par le réarrangement et la recombinaison des dislocations conduisant à une légère augmentation de leur densité. En même temps, la recristallisation au voisinage de la ZATM amène à une augmentation significative de la dureté .

Anthony et al [53] ont montré que l'élévation du degré d'écrouissage conduit à une augmentation de la quantité de dislocations tout en rendant difficile leur déplacement, ce qui conduit alors à l'augmentation de la dureté. Contrairement à l'alliage 6082 (durcissement structural), Sevenson et al [54] ont trouvé que l'alliage 5083 (durcissement par écrouissage) conserve un profil de dureté constant tout au long de la soudure.

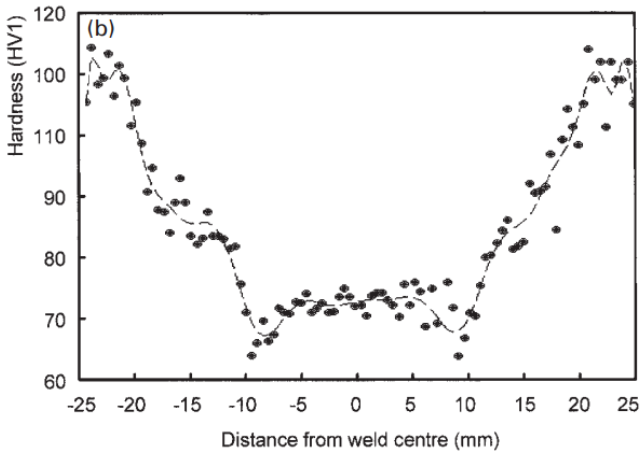


Figure I.17 : Profil de micro-dureté d'un alliage d'aluminium 5083 et d'un alliage 6082 [54]

Les paramètres de soudage (vitesse de rotation, vitesse d'avance et l'angle d'inclinaison de l'outil) ont aussi une influence considérable sur le profil de dureté de la zone de soudure. La diminution de la vitesse d'avance ou l'augmentation de la vitesse de rotation augmente la température et permet un bon malaxage des matériaux. Ceci a pour effet d'augmenter les propriétés mécaniques dont la dureté et de réduire les défauts de type tunnel et void.

I. 2.6.2. Propriétés de traction

Pour évaluer l'efficacité d'un joint FSW, l'essai de traction est couramment utilisé. Plusieurs essais de traction ont été réalisés sur des soudures par FSW afin de déterminer les paramètres optimaux de soudage, conduisant ainsi à un joint dont les propriétés mécaniques se rapprochent le plus possible du métal de base.

De nombreuses études se sont intéressées aux propriétés mécaniques des joints FSW des alliages d'aluminium :

- à durcissement structural ;
- à durcissement par écrouissage,

Ces études ont été effectuées dans le but d'évaluer les tenues en traction et en fatigue de ces joints. Dans le cadre d'une étude portant sur l'influence de la vitesse de rotation, vitesse de soudage et angle d'inclinaison de l'outil sur les propriétés mécaniques du joint d'aluminium AA6061-T6 obtenues par FSW, Wasif Safeen et al [42] ont développé des modèles mathématiques pour prédire ses propriétés. Les modèles ont permis de conclure que la vitesse de rotation était plus influente que la vitesse de soudage pour la résistance à la traction et la résistance aux chocs ultimes, tandis que la vitesse de soudage prédominait sur la vitesse de rotation en cas de recherche de bonne propriété de dureté. Leur étude a montré que l'optimisation des paramètres de procédé permettait d'obtenir une résistance à la traction de 92% par rapport aux mêmes propriétés du métal de base.
Singh et Kaushik [38] ont trouvé, lors d'un processus de friction-malaxage (FSW) d'un aluminium AA6061 et AA6082, une valeur maximale de résistance à la traction de 236 MPa sous des conditions opératoires de 1400 tr/min de vitesse de rotation de l'outil, 40 mm/min de vitesse d'avance et 2° d'angle d'inclinaison et une valeur minimale de 165 MPa en résistance à la traction pour des conditions opératoires de 800 tr/min de vitesse de rotation de l'outil, 60 mm/min de vitesse d'avance et 2° d'angle d'inclinaison respectivement.
Ramanjaneyulu et al [43] ont développé des modèles mathématiques pour prédire la limite élastique (σ_e), la résistance ultime à la traction (σ_U) et le pourcentage d'allongement (A) des soudures par friction-malaxage de l'alliage d'aluminium AA 2014-T6. Leurs résultats ont montré que les paramètres les plus influents sont dans l'ordre d'influence la vitesse de rotation, la vitesse de soudage, l'angle d'inclinaison et le profil de l'outil. Ces résultats indiquent que les joints obtenus par un outil hexagonal ont une résistance à la traction et un allongement les plus élevés. Heidarzadeh et al [47] ont quant à eux utilisé la méthode des plans d'expérience pour prédire les propriétés en traction des joints FSW d'alliage d'aluminium AA 6061-T4. Dans leur étude, trois paramètres de soudage ont été considérés à savoir la vitesse de rotation de l'outil, la vitesse de soudage et la force axiale. Les résultats ont montré que les paramètres optimaux de 920 tr/min de vitesse de rotation de l'outil, de 78 mm/min de vitesse de soudage leur permettaient d'obtenir des propriétés de résistance élevées de l'ordre 7,2 kN en force axiale.

I. 2.7. Soudage par friction-malaxage alliage d'aluminium 3xxx

Il faut signaler que le soudage de l'alliage d'aluminium de la série 3xxx est assez peu traité dans la littérature. Mohammed Ali et al [55] ont étudié l'effet de la vitesse de rotation sur les propriétés

mécaniques des joints FSW en alliage d'aluminium 3003 -H14. Trois vitesses de rotation ont été sélectionnées (1200, 1400 et 1600 rot/min) avec une vitesse de soudage constante de 30mm/min. L'étude des interactions entre paramètres opératoires a permis l'obtention d'une résistance à la traction du joint de soudure égale à 84% de celle du métal de base pour une vitesse de rotation de 1400 rot/min.

Y.B. Tan et al [39] ont étudié l'effet de la température sur la microstructure et le comportement mécanique du joint FSW d'alliage d'aluminium 3003 dans l'eau, en particulier l'effet du recuit (538°C pendant 3 h). Ils ont constaté que l'augmentation de la température conduit à une augmentation de la quantité de la seconde phase et de la taille des grains dans le noyau, et que cette augmentation serait la cause de la chute des propriétés mécaniques, au regard des zones adjacentes. De même, l'élévation de la température a révélé des fractions volumiques plus élevées des intermétalliques (Fe, Mn)Al_6 et de $MnAl_6$ à haut potentiel électrochimique, ce qui a tendance à favoriser l'apparition de piqûres, entraînant un affaiblissement des propriétés mécaniques. D'autre part, le recuit a montré une taille des grains de recristallisation plus grande et une fraction volumique plus élevée de particules de (Fe, Mn)Al_6. Ceci engendre de propriétés mécaniques plus faibles en comparaison (**Figure I.18**). Ainsi, les meilleures qualités mécaniques du joint de soudure sont obtenues à la température la plus basse (**Figure I.19**).

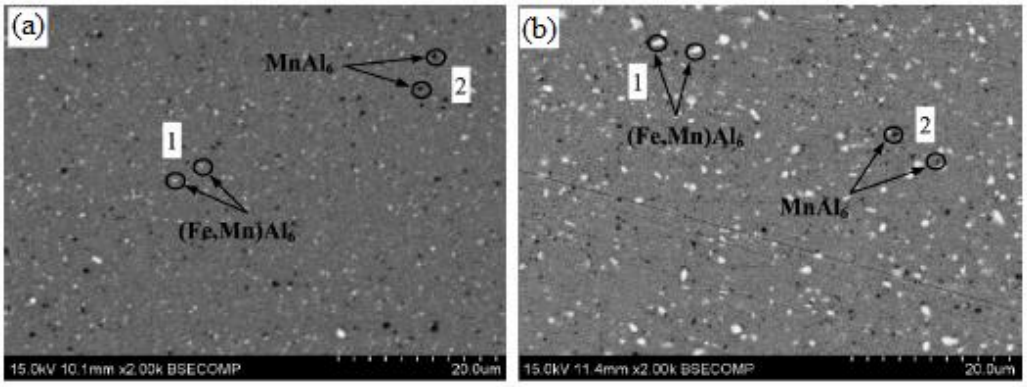


Figure I.18 : Particules de seconde phase dans la zone du noyau de soudure : a) non recuit et b) recuit [56]

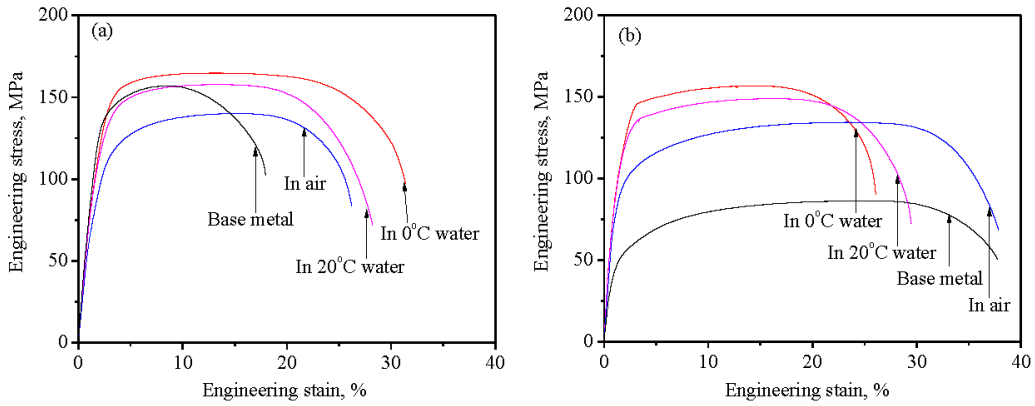


Figure I.19 : Courbes de contrainte-déformation du métal de base et des joints soudés dans le sens longitudinal des bandes chaudes (a) et des bandes chaudes recuites (b) d'un alliage d'aluminium AA 3003 soudé dans l'air, dans l'eau à 20 °C et dans l'eau à 0 °C [56].

I. 3. Corrosion de l'aluminium et de ses alliages

La corrosion est une interaction physicochimique entre un métal et un milieu agressif liquide ou gazeux, entraînant une dégradation des propriétés du métal telle qu'il ne pourrait plus répondre aux critères de conception spécifiés. Le processus de corrosion peut se dérouler selon trois voies : électrochimique (en solution), chimique (en atmosphère sèche) ou biochimique (en présence de bactéries). Elle peut avoir des effets catastrophiques sur les structures, pouvant aller jusqu'à leur ruine[57].

I. 3.1. Passivation de l'aluminium

L'aluminium pur présente relativement une bonne résistance à la corrosion, grâce au phénomène de passivation, qui s'explique par la formation d'un film d'oxyde "alumine" inerte, fortement lié à la surface [58]. Ce film se forme dès que l'aluminium est mis en contact avec un milieu oxydant : oxygène de l'air (éq. 1), de l'eau (éq. 2). Ainsi, il se reforme instantanément au contact de l'air lors des opérations de formage : pliage, découpe, perçage..., et lors du soudage (pendant la solidification du cordon de soudure). Bien qu'elle soit très fine, entre 5 et 10 nanomètres, cette couche d'oxyde forme une barrière entre le métal et le milieu environnant [59].

$$4Al_{(s)} + 3O_{2\,(g)} \rightarrow 2Al_2O_{3\,(s)} \quad (1)$$

$$2Al_{(s)} + 3H_2O_{(l)} \rightarrow Al_2O_{3(s)} + 6H^+_{(aq)} + 6e^- \quad (2)$$

Ce film résiste à la corrosion dans les environnements neutres selon l'intervalle de pH, mais il se dissout dans le domaine acide et à haute alcalinité comme l'indiquent les réactions suivantes [60]:

$$Al_2O_{3(s)} + 6H^+_{(aq)} \rightarrow 2Al^{3+}_{(aq)} + 3H_2O_{(l)} \quad \text{dans une solution acidic} \quad (3)$$

$$Al_2O_{3(s)} + 3H_2O_{(l)} + 2OH^-_{(aq)} \rightarrow 2Al(OH)^-_{4(aq)} \quad \text{dans une solution alkaline} \quad (4)$$

La courbe de Pourbaix (**Figure I.20**) illustre le domaine de stabilité de l'aluminium pur en solution aqueuse à 25°C, en fonction du pH pour les réactions chimiques et en fonction du potentiel pour les réactions électrochimiques [3]. Cette courbe montre que les milieux fortement acides ou alcalins provoquent une solubilité du film d'oxyde naturel. De plus, la (**Figure I.21**) montre que la vitesse de dissolution du film d'oxyde dépend de la nature de l'acide ou de la base [3].

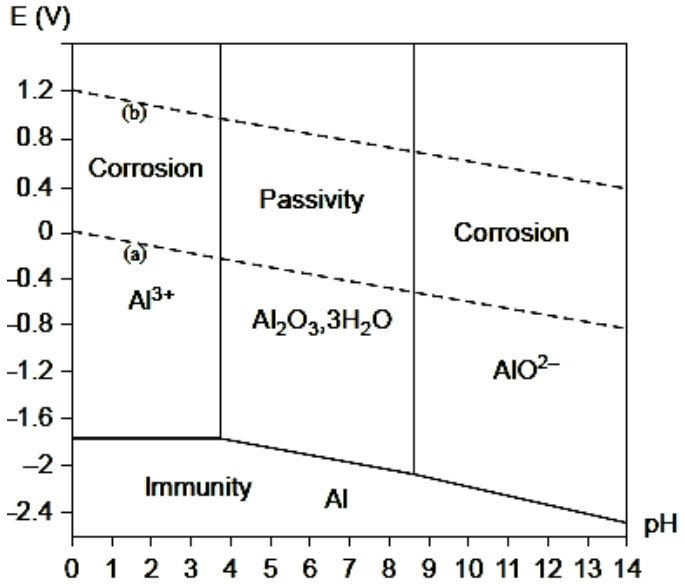


Figure I.20 : Diagramme E-pH pour Al pur à 25˚C en solution aqueuse (adapté de Pourbaix 1974). Les lignes (a) et (b) correspondent à la stabilité de l'eau et de son produit de décomposition [61].

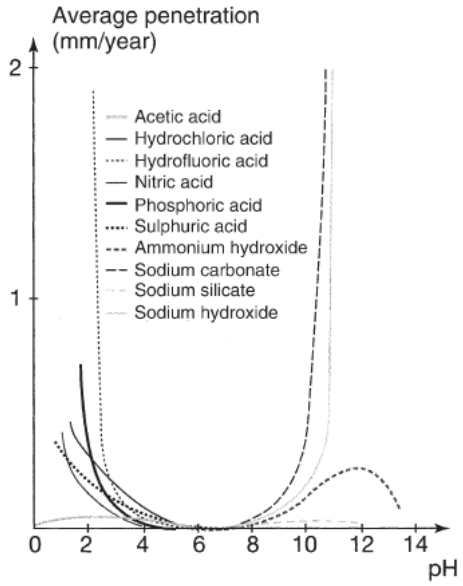


Figure I.21 : Influence de la nature des acides et des bases sur la corrosion de AA 1100 H14[3]

La corrosion de l'aluminium commence généralement aux défauts initiaux du film d'oxyde protecteur ou du revêtement [62] ainsi que vers le lubrifiant pendant le processus de laminage qui génère des impuretés ayant un comportement chimique différent de celui des zones environnantes (ceci produit l'initiation d'une corrosion localisée sous forme de piqûres qui est entraînée par la variation du potentiel de corrosion [60]).

I. 3.2. Les différentes formes de corrosion de l'aluminium et ses alliages

L'aluminium et ses alliages reste un métal promis pour le développement technique [1]. Néanmoins, l'addition d'éléments d'alliage peut s'accompagner de la formation de particules intermétalliques rendant l'aluminium hautement sensible à la corrosion. Selon le milieu auquel il est exposé, les éléments d'alliage qui le compose son état de surface, les contraintes qu'il a subies etc…, les principaux types de corrosion sont regroupés en deux grandes familles : la corrosion généralisée et la corrosion localisée.

I. 3.2.1. Corrosion uniforme (corrosion générale)

La corrosion uniforme de l'aluminium est rare, sauf dans le cas des réactifs corrosifs spéciaux, très acides ou alcalins, comme on peut le déduire d'après le diagramme de Pourbaix [62]. Ce type de corrosion se caractérise par un amincissement uniforme sur toute la surface du métal. L'amincissement est décrit comme une perte de masse par unité de temps, et sa vitesse dépend du

milieu environnant. Pour réduire ce phénomène destructeur, le silicate de sodium est utilisé car il permet de joindre les inhibiteurs pour réduire la vitesse de dissolution de l'aluminium en milieu alcalin [3].

Il faut signaler que peu d'études expérimentales ou numériques ne sont publiées pour examiner la corrosion uniforme des alliages d'aluminium. I-Wen Huang et Belinda [63] ont étudié la dépendance à la température, au pH et à e la concentration en ions chlorure (Cl^-) sur le phénomène de corrosion uniforme des alliages d'aluminium 2024-T3, 6061-T6 et 7075-T6 pendant 1, 7 et 30 jours. Les résultats quantitatifs liés à la corrosion uniforme ont été obtenus par des expériences de perte de poids. Ils ont montré que la corrosion uniforme est très importante par rapport à la corrosion par piqûres et que les alliages 2024-T3 et 7075-T6 présentent une corrosion plus uniforme que l'alliage 6061-T6.

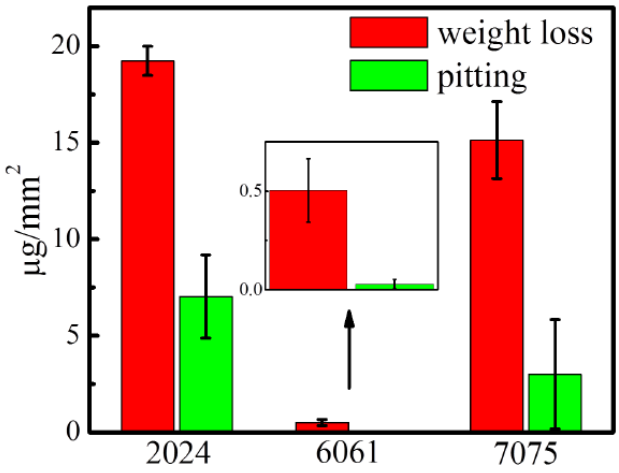


Figure I.22 : Comparaison de la perte de poids totale (corrosion uniforme + piqûres) par rapport à la perte de poids par piqûres [63]

Les résultats de corrosion uniformes ont montré une forte dépendance à la température. Ces travaux s'accordent à dire que la profondeur de corrosion uniforme des trois alliages a diminué avec l'augmentation de la température après immersion dans 0,1 M NaCl pendant 30 jours, en excluant les résultats à 20ºC pour le 6061-T6 qui étaient similaires aux données à 80ºC pour le même alliage. Ces auteurs ont constaté que plus la durée d'immersion s'allonge dans des solutions aqueuses de NaCl, la corrosion est uniforme à haute température (60 - 80ºC) qu'à basse température (20 - 40ºC). Ceci est attribué principalement à inhibition par un film protecteur d'oxyde hydraté.

Pour la corrosion localisée, nous distinguons plusieurs types que nous pouvons schématiser comme suit :

Tableau I.4 : Les différentes formes de la corrosion localisée

Corrosion localisée	
Macroscopique	Microscopique
Corrosion galvanique	Corrosion inter-cristalline
Corrosion par piqûres	Corrosion sélective
Corrosion-érosion	Corrosion sous contrainte
Corrosion cavitation	Corrosion sous fatigue
Corrosion par crevasse	Fragilisation par l'hydrogène
Corrosion filiforme	
Frottement – corrosion	

I. 3.2.2. Corrosion par piqûres

La corrosion par piqûre apparaît à la surface sous forme de cavités de taille irrégulière, qui peuvent être profondes (pouvant atteindre un diamètre de 1 mm [64]). Ces piqûres de corrosion sont recouvertes d'un gel d'alumine $Al(OH)_3$ volumineux et blanc [65]. Elle se développe généralement dans des milieux dont le pH est proche de la neutralité. La corrosion par piqûre de l'aluminium commence souvent en présence d'ions chlorure Cl^- qui provoquent la rupture du film d'oxyde. Plusieurs auteurs [66-68] proposent le mécanisme suivant schématisé (en **Figure I.23**)pour décrire la propagation des piqûres d'un alliage d'aluminium. Cette attaque superficielle peut être évaluée par le nombre de piqûres (densité) et la profondeur de la cavité. Le processus d'initiation de la piqûre peut être décomposé en plusieurs étapes :

1- L'initiation

2- La propagation

3- La repassivation

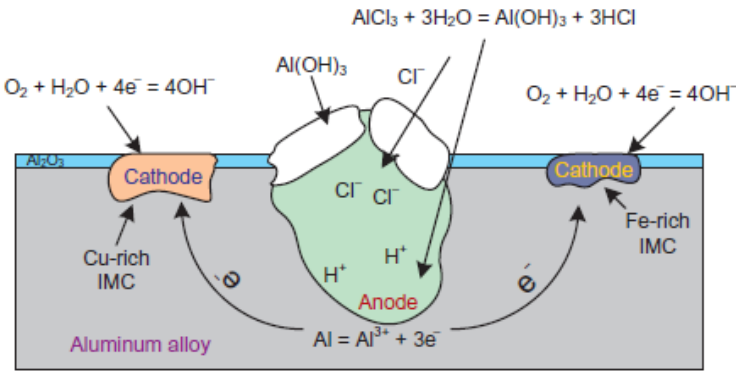


Figure I.23 : Mécanisme de corrosion par piqûre de l'aluminium [69]

a. L'initiation

L'initiation des piqûres dans l'aluminium et ses alliages est liée à la dégradation de la couche d'oxyde en raison de son épaississement ou de son amincissement local et à l'action galvanique induite par la variation du potentiel de corrosion entre les composés intermétalliques et la matrice d'aluminium. Elles peuvent se produire aussi en raison d'autres facteurs (le pH, la température et le milieu agressif).

Les piqûres s'amorcent aux défauts de la couche d'oxyde, souvent liés aux composés intermétalliques en surface du métal. Les particules intermétalliques telles que (Al_2CuMg) sont particulièrement néfastes pour la résistance à la corrosion [70, 71]. En effet, ces composés perturbent la formation de la couche d'oxyde protectrice. Ils sont souvent plus nobles que la matrice. Le cuivre est l'un des éléments d'alliage le plus noble utilisé dans les alliages d'aluminium, avec un potentiel d'électrode standard E_{Cu} égale à +0,34 V_{ENH} par rapport à l'aluminium dont le potentiel E_{Al} vaut -1,66 V_{ENH}. Ce couple est donc l'un des plus favorables à la corrosion [3].

Les composés intermétalliques, pouvant être importants (1 à 10 µm) et non cohérents avec la matrice aluminium, génèrent des défauts dans la couche d'oxyde. Les ions chlorures sont adsorbés et traversent la couche d'oxyde. D'autre part, l'oxygène dissous est lentement réduit aux sites cathodiques. La passivité est ainsi perturbée et se rompt aux points faibles. Beaucoup de piqûres sont très rapidement initiées mais se repassivent immédiatement après leur formation. Seule une faible proportion des piqûres amorcées va pouvoir se propager et créer des piqûres stables [72].

b. La propagation de la piqûre

Après la rupture du film protecteur, l'aluminium nu devient une anode où se produit la réaction d'oxydation suivante :

$$Al \longrightarrow Al^{3+} + 3e^{-} \quad (6)$$

À l'extérieur de la cavité, au niveau de la surface de métal, les réactions de réduction à la cathode sont :

Pour l'eau

$$\frac{3}{2}O_2 + 3H_20 + 6e^{-} \longrightarrow 6OH^{-} \quad (7)$$

Pour H^{-}

$$6H + 6e^{-} \longrightarrow 3H_2 \quad (8)$$

Au fond de la cavité, la dissolution de l'aluminium sous forme de Al^{3+} crée un champ électrique qui déplace les ions Cl^{-} vers le fond de la cavité pour neutraliser chimiquement la solution. Les ions Cl^{-} sont les plus mobiles de tous ceux qui participent à ces réactions en raison de leur petite taille.

$$Al^{3+} + 4Cl^{-} \longrightarrow AlCl^{4-} \quad (9)$$

L'augmentation de l'acidité favorise la dissolution de l'aluminium et provoque la propagation des cavités.. L'hydrolyse de Al^{3+} produit une diminution locale du pH au niveau des sites d'initiation en raison de la formation de H^{+}.

$$Al^{3+} + 3H_20 \longrightarrow Al(OH)_3 + 3H^{-} \quad (11)$$

La vitesse de propagation des piqûres est influencée par la composition chimique de l'alliage d'aluminium, la concentration du milieu corrosif, la température et la différence de potentiel de corrosion entre l'aluminium et les particules intermétalliques.

La composition chimique joue un rôle dans la susceptibilité des alliages d'aluminium à la corrosion par cavité. L'Allaige d'aluminium de haute pureté, tel que AA3xxx et AA5xxx présentent une bonne résistance à la corrosion par piqûre. Au contraire, les alliages d'aluminium de type AA2xxx et AA7xxx montrent une plus faible résistance à la corrosion par piqûre [73].

Le taux de croissance de la profondeur des piqûres de corrosion est beaucoup plus important que leur densité. De nombreuses expériences ont montré que la vitesse de propagation des piqûres de corrosion dans les alliages d'aluminium augmente rapidement au départ, puis diminue avec le temps, cette vitesse varie proportionnellement à la racine cubique du temps :

$$d = k\sqrt[3]{t} \quad (12)$$

- d : profondeur de la piqûre
- t : temps
- k : constante dépendant de l'alliage et des conditions opératoires

En effet, dans le cas d'une piqûre hémisphérique de rayon r, la quantité de métal dissout pendant un temps t est donnée par la formule suivante:

$$C = \frac{2\pi r^3}{3t} \quad (13)$$

c. La re passivation

La corrosion par piqûre de l'aluminium est rapidement ralentie par l'accumulation d'hydroxyde d'aluminium $Al(OH)_3$ à l'ouverture de la cavité, où il se dépose sous forme de pustules blanches tel que montré par l'équation 11. Ces postules créent ainsi une cellule fermée qui reste acide et dans laquelle les ions chlorure peuvent encore pénétrer à travers la couche d'hydroxyde pour assurer la neutralité de la charge électrique [74]. Selon Volkov [75], la formation de bulles d'hydrogène a un double effet qui se traduit par une :

- Augmentation de la résistance électrique du milieu (ce qui réduit le courant de corrosion) ;
- Facilitation de l'échange entre la solution acide à l'intérieur de la cavité et la solution neutre à l'extérieur, augmentant ainsi le niveau de pH interne de la cavité.

De plus, la formation des microbulles d'hydrogène provenant de la réduction des ions H^+, réduit l'agressivité du milieu. L'accumulation d'hydroxyde d'aluminium $Al(OH)_3$ au sommet de la cavité sous la forme d'un "Chapeau" bloque progressivement l'entrée de la cavité, empêchant ainsi les échanges ioniques, notamment ceux impliquant du Cl^-. Le complexe soluble est dissous et finalement remplacé par la couche passive. Cette couche agit comme barrière retardant ainsi la corrosion de l'aluminium en réduisant l'échange d'ions et d'électrons à cet endroit particulier. Ceci explique la réduction ou même l'arrêt de propagation de la piqûre [50]. Ce phénomène est appelé passivation.

I. 3.2.3. Corrosion trans-granulaire et inter-granulaire (inter-cristalline)

La corrosion inter-granulaire ou inter-cristalline prend naissance à la surface. Cette corrosion favorise le chemin des joints de grains pour se propager dans la matière dans le cas d'une forte

précipitation inter-granulaire qui s'accompagne de la formation de zones sans précipités (PFZ) (**Figure I.24**). Ce chemin doit contenir des précipités intermétalliques continus à la limite du grain. Ces intermétalliques génèrent une différence de potentiel électrique avec le grain. En conséquence, une faible interface sera créée (**Figure I.25**). Les intermétalliques ayant une électronégativité inférieure à celle de la matrice-Al, jouent le rôle de cathode, tandis que ceux présentant une électronégativité plus élevée jouent le rôle d'anode, ce qui favorise alors la dissolution de la matrice autour de ces précipités. Ce phénomène peut dégrader les propriétés mécaniques, notamment l'allongement [3].

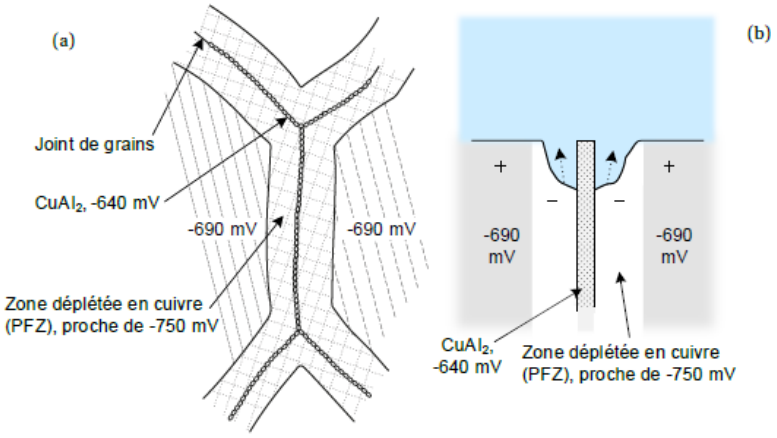


Figure I.24 : Précipitation d'une phase cathodique aux limites des grains pour les alliages 2XXX (a) schématisation du joint de grain, (b) schéma de dissolution de la zone sans précipités [3].

Qiyue Zhao et al [76] ont étudié le comportement à la corrosion à long terme de l'alliage d'aluminium 7A85 dans un environnement atmosphérique industriel et marin, en utilisant la méthode de perte de poids, l'analyse des propriétés mécaniques et les observations microscopiques. Les résultats ont montré que les propriétés mécaniques de l'alliage Al 7A85 sont considérablement dégradées par corrosion intergranulaire et par piqûre. Après cinq ans d'exposition dans une atmosphère industrielle-marine, la limite d'élasticité et l'allongement ont diminué de 24,5% et 79,2% respectivement alors que le rapport de perte de poids n'était que de 1,13%. Tout ceci indique que la mesure de la perte de poids n'était pas le critère approprié pour expliquer la dégradation des propriétés mécaniques.

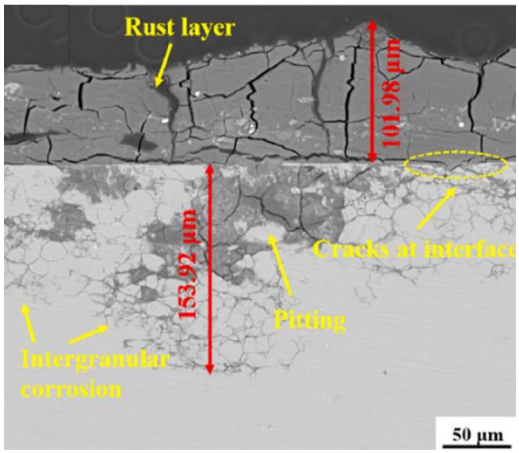


Figure I.25 : Corrosion inter-granulaire [76]

L'examen micrographique a montré que les particules intermétalliques Al2-CuMg et Al7Cu2Fe étaient les principaux précipités dans l'alliage Al 7A85 ; ces particules non seulement ont contribué à l'endommagement du film de passivité, mais elles ont également agi comme des phases cathodiques dans le couple de corrosion galvanique précipité-matrice. Ceci a conduit à l'initiation de la corrosion par piqûre dans cet environnement. De plus, la corrosion inter-granulaire s'est amorcée ensuite et s'est propagée en raison de la corrosion micro-galvanique le long des joints de grains. Ces auteurs ont remarqué que les sulfates présents dans l'atmosphère se sont transformés en ions sulfite et ont pénétré profondément dans la région du joint de grain, accélérant la corrosion inter-granulaire.

Au contraire, la corrosion trans-granulaire ou trans-cristalline prend aussi naissance à la surface mais elle pénètre à l'intérieur de la matière dans toutes les directions sans tenir compte des constituants métallurgiques (**Figure I.26**). Ce type de corrosion ne peut se détecter que par un examen micrographique. Il est plus dangereux que le type associé à la corrosion inter-granulaire provoquant la ruine de la structure si la propagation est profonde. Elle concerne exclusivement les alliages des familles 2000 et 7000. On peut aussi les trouver sur les alliages 5000 chargés en magnésium à plus de 4% [77].



Figure I.26 : Corrosion trans-cristalline[3].

I. 3.2.4. La corrosion sous contrainte

La corrosion sous contrainte (CSC) est le résultat de l'action simultanée d'une contrainte mécanique et d'un milieu corrosif [78]. Ce mode de dégradation se traduit par une modification locale des propriétés mécaniques du matériau induisant une fissuration à caractère fragile, pouvant aller jusqu'à la rupture de la pièce [3]. Cette dégradation de la structure suit souvent le chemin du joint de grain et préfère la direction de laminage. Dans ce type de corrosion, les contraintes de tension sont dangereuses, en particulier les contraintes de compression exerçant une action protectrice. Sur les huit séries d'alliages d'aluminium, la CSC est plus fréquente dans les séries 2xxx, 7xxx et 5xxx (à forte teneur en Mg). L'analyse détaillée par Speidel [79] montre que plus de 90% des défaillances des composants d'avions entre 1960 et 1970 est dû essentiellement à la corrosion sous contrainte.

Bien que l'aluminium et ses alliages possèdent une bonne résistance à la corrosion grâce au film passif, les contraintes mécaniques conduisent à la dissolution de ce film. Deux régions de potentiel sont favorables à la corrosion sous contrainte : La pointe d'une fissure peut alors être active, tandis que, la fissure et la surface extérieure du métal sont passives. Il s'établit ainsi une pile de corrosion où la pointe joue le rôle de l'anode.

Plusieurs facteurs sont susceptibles d'affecter la corrosion sous contrainte d'un matériau, facteurs liés à la nature du matériau, à la nature de l'environnement et aux conditions de chargement mécanique.

Najjar et al [80] ont proposé un mécanisme de corrosion sous contrainte d'un défaut critique par dissolution localisée autour d'une hétérogénéité métallurgique (**Figure I.27**). Lorsqu'une

dissolution active se produit à la pointe de la fissure, l'oxygène se réduit à la surface extérieure, augmentant ainsi l'acidité de l'électrolyte dans la fissure, ce qui provoque la propagation de cette dernière.

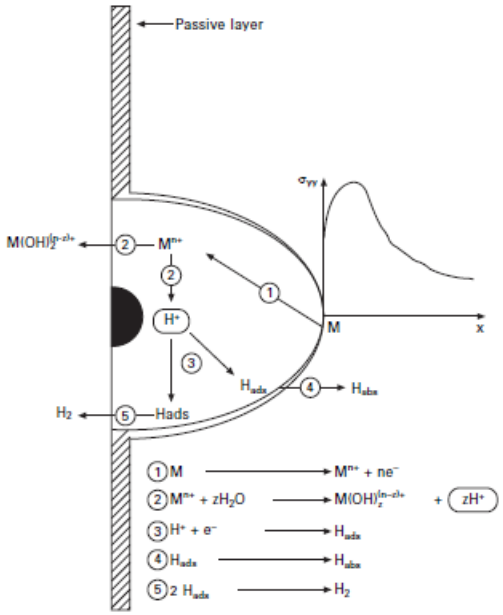


Figure I.27 : Mécanisme de corrosion sous contrainte

Plusieurs études [78, 81, 82] se sont attachées à l'analyse de la propagation assistée par l'environnement. Ils ont énoncé le postulat suivant '' Dans un environnement inerte, la plupart des dislocations mises en mouvement par sollicitation exercée en pointe de fissure contribuent à émousser la pointe de fissure. Par conséquent, peu de dislocations participent effectivement au processus de propagation. Dans un environnement actif, l'adsorption d'espèces gazeuses en point de fissure induit une localisation de la déformation, et par conséquent une contribution accrue du chargement appliqué à la propagation proprement dite''.

Wei et ses collaborateurs [83] ont proposé un mécanisme séquentiel pour décrire la fissuration en atmosphère hydrogée. Les étapes successives sont :

- Transport des espèces actives en pointe de fissure ;
- Adsorption physique ;
- Adsorption chimique et dissociation ;
- Pénétration de l'hydrogène ;
- Diffusion et réaction de fragilisation.

I. 3.2.5. La corrosion filiforme

La corrosion filiforme est l'un des problèmes majeurs pour les alliages d'aluminium dans le secteur aéronautique et automobile. Ce type de corrosion s'amorce aux défauts du revêtement. Cette corrosion se propage sous la forme de filament étroit, d'environ 0,1-0,5 mm de largeur et de quelques millimètres de longueur, composé d'une tête et d'une queue, qui constituent une cellule électrochimique mobile à la surface du revêtement. Il y a donc deux parties distinctes : la tête du filament, qui joue le rôle d'anode, et la queue, qui correspond à la cathode. Le filament progresse du site cathodique (qui est la source de l'oxygène) vers l'anode (qui est la tête où se produisent la dissolution superficielle de l'aluminium et la formation des produits de corrosion $Al(OH)_3$). Les principaux paramètres affectant la corrosion filiforme sont : la composition d'alliage, les traitements thermiques, l'état de la couche superficielle du métal, l'humidité, la température, le décapage et les traitements de surface préliminaires.

En présence de chlorures, la tête de filament présente une cellule électrochimique où deux modes de réaction sont possibles : la délamination cathodique et la dissolution anodique.

- **La délamination cathodique**

L'eau et l'oxygène diffusent à travers les produits de corrosion desséchés de la queue du filament jusqu'à la tête, et l'eau migre par osmose vers la tête, selon l'équation suivante :

$$O_2 + 2H_20 + 4e^- \longrightarrow 4OH^- \quad (14)$$

Le taux de croissance étant constant et approximativement égal au diamètre de la tête du filament, le métal de base n'est que très peu attaqué, avec une profondeur de quelques dizaines de micromètres. Cette réaction locale entraîne un décollement de la peinture favorisé par l'effet de bord résultant du gonflement des produits de corrosion.

- **La dissolution anodique**

La "cellule" de corrosion filiforme est constituée de la tête active et d'une queue inerte où s'accumulent les produits de corrosion (**Figure I.28**). La tête est remplie d'électrolyte, contenant des cations métalliques et des anions de chlorures, siège de la réaction anodique et l'oxydation de l'aluminium à lieu selon les équations suivantes :

$$Al \longrightarrow Al^{3+} + 3e^- \quad (15)$$

$$Al^{3+} + 3H_20 \longrightarrow Al(OH)_3 + 3H^- \quad (16)$$

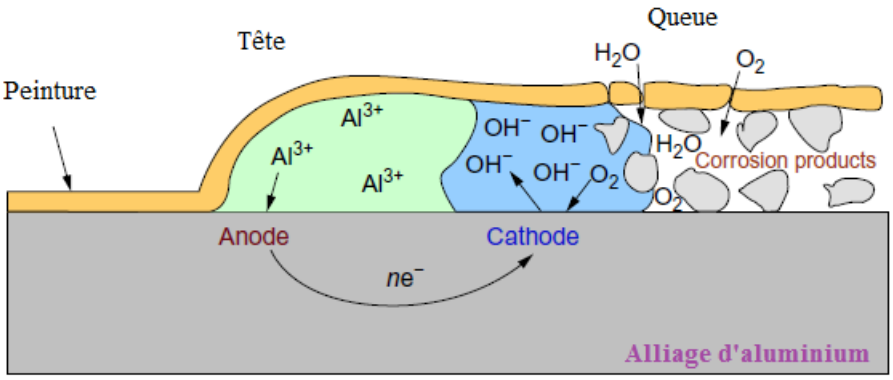


Figure I.28 : Corrosion filiforme : Dissolution anodique et délamination cathodique

Les facteurs qui accélèrent la corrosion filiforme sont les suivantes : augmentations conjointes de l'humidité et de la température. Il a été démontré que la croissance la plus rapide des filaments se produit à une humidité relative d'environ 80% et à une température égale à environ 40°C. Pour neutraliser la corrosion filiforme, il faut arrêter le processus cathodique en éliminant le transport de l'oxygène vers la surface du métal. Le développement de la corrosion filiforme peut également être freiné lorsque l'humidité descend en dessous de 60%, ce qui déshydrate la cellule galvanique. Concernant ce type de corrosion, Afseth et al [84] ont étudié l'effet du traitement thermique sur la corrosion filiforme d'un alliage d'aluminium AA3005 entre 150 et 550 °C. La tête et la queue du filament d'une longueur de 13 cm et d'environ 0.3 mm de largeur sont représentées sur la (**Figure I.29 a**),. Ces auteurs ont remarqué une perte importante de la résistance à la corrosion pour des températures supérieures à 350°C (**Figure I.29 b**). Au-dessus 350°C, la phénomène de corrosion n'est pas significativement dramatique.

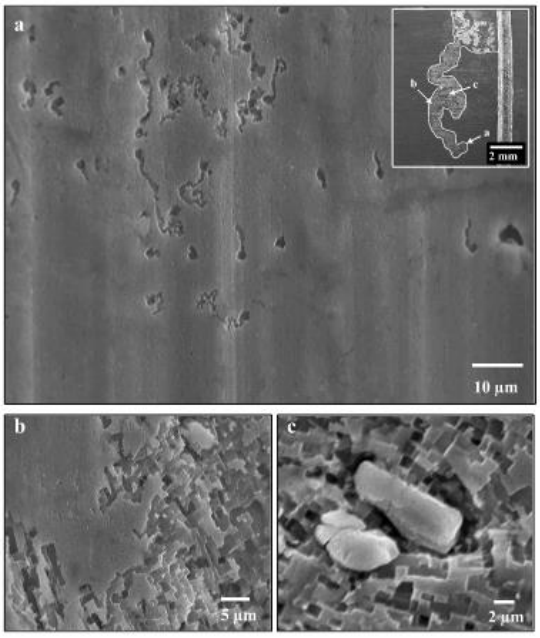


Figure I.29 : Corrosion filiforme de l'alliage 3005 après 1000 h d'essai de corrosion [84]

D'autres types de corrosion existent mais ne sont pas détaillés parce qu'ils n'ont pas été rencontrés dans le cadre de cette thèse ; tels que :

- Corrosion caverneuse
- La cavitation
- L'érosion

I. 3.3. Inhibition

Les inhibiteurs de corrosion sont des substances ajoutées à faible concentration au milieu corrosif, qui vont stopper ou ralentir l'agressivité du phénomène de corrosion vis-à-vis des métaux. La diminution de la vitesse de corrosion est obtenue soit en modifiant l'agressivité de l'électrolyte, soit en modifiant l'interface matériau/milieu, soit encore en limitant les réactions chimiques ou électrochimiques en agissant sur le processus anodique, le processus cathodique ou les deux à la fois [62].

On distingue souvent les inhibiteurs de corrosion en :

- Inhibiteurs anodiques
- Inhibiteurs cathodiques
- Inhibiteurs filmant
- Réducteurs d'oxygène

Certains inhibiteurs sont utilisés pour plusieurs métaux. Par exemple, l'acier, l'aluminium et le cuivre peuvent être protégés par le silicate. D'autres inhibiteurs sont spécifiques, comme le nitrate, qui peut protéger l'aluminium et non pas l'acier ou le cuivre. L'inhibiteur choisi peut être toxique et polluant, alors de nombreuses recherches ont porté sur les inhibiteurs écologiques [85-88].

Généralement, les inhibiteurs sont utilisés dans un circuit fermé tel qu'un échangeur de chaleur[89]. Au contraire, son utilisation dans un système ouvert est rare car il est coûteux et peut perdre son efficacité à cause de l'environnement extérieur.
Pour une bonne résistance à la corrosion, les surfaces métalliques doivent adsorber l'inhibiteur. Les phénomènes d'adsorption sont classés comme suit [3]:

- L'adsorption physique (physisorption) : elle peut être soit de type Van der Waals, impliquant de faibles forces d'attraction et s'étendant sur toute la surface, soit de type électrostatique si l'inhibiteur est dissocié dans la solution. Les cations résultant de cette dissociation se fixent alors sur les sites cathodiques. Un tel inhibiteur est appelé inhibiteur cathodique.
- L'adsorption chimique (chimisorption), est donnée par la formation d'une liaison covalente utilisant des électrons communs à l'inhibiteur et au métal. Ce type d'adsorption est irréversible et conduit normalement à l'inhibition de la réaction anodique.

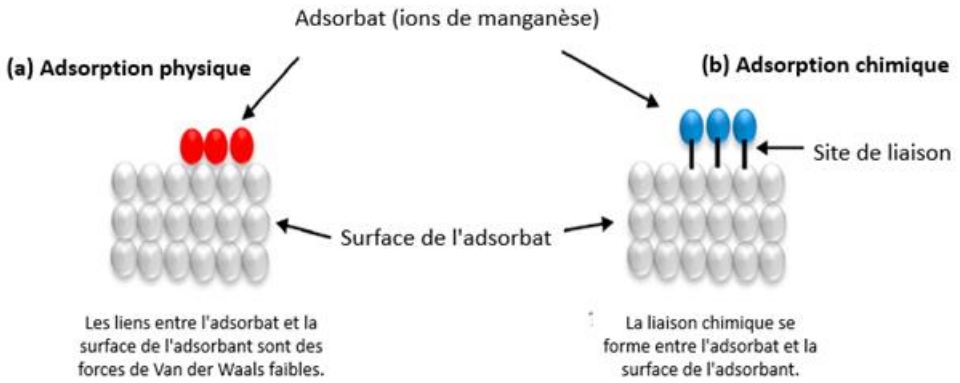


Figure I.30 : Le mécanisme d'adsorption (a) physique et (b) chimique [90]

I. 3.4. Corrosion des alliages d'aluminium 3xxx

Comme mentionné précédemment, l'alliage d'aluminium 3003 est utilisé pour la fabrication d'échangeurs de chaleur, et pour se rapprocher d'une étude de cas réels, les chercheurs ont utilisé une solution d'éthylène glycol pour simuler le liquide de refroidissement automobile. Lin Niu et al

[91] ont étudié le comportement électrochimique de l'alliage d'aluminium 3003 dans 50% d'éthylène glycol + 50% d'eau distillée + 100 ppm de Cl^-, leurs résultats ont confirmé une formation d'un film d'oxyde en présence d'oxygène qui protège la surface. Dans le cas contraire, l'absence d'oxygène conduit à la formation d'une faible couche d'aluminium-alcool qui est plus résistante à la corrosion. Mais l'initiation de la piqûre par l'ion chlorure a affecté le film d'oxyde plus que le film d'aluminium-alcool. La température de la solution agressive a un effet significatif sur la vitesse de corrosion, le test électrochimiques montrent que l'augmentation de la température augmente le courant de corrosion (**Figure I.31**). Ceci va entraîner une chute des propriétés mécaniques du joint de soudure.

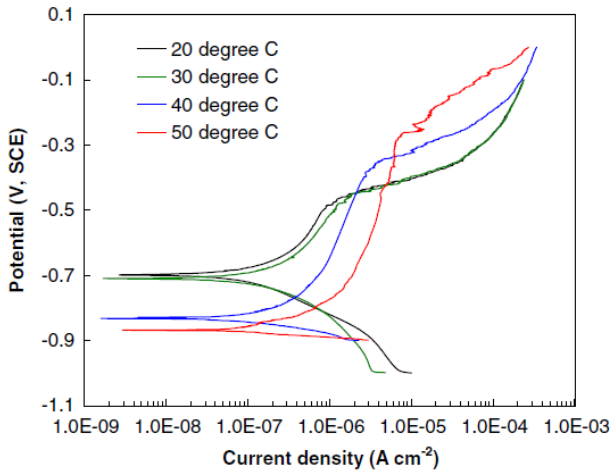


Figure I.31 : Les courbes de polarisation de l'électrode 3003 Al dans la solution de test aérée à 20, 30, 40 et 50 C, respectivement [91].

De même, une solution éthylène glycol a été utilisée pour examiner l'influence de la température (de 30 à 80°C) sur le comportement à la corrosion de l'alliage d'aluminium 3003. Pour simuler un liquide de refroidissement aéronautique, Chen et al [92] ont mélangé 50% d'éthylène glycol + 50% d'eau distillée + 0,1 mol.L-1 de NaCl. Les mesures électrochimiques ont révélé que la résistance à la corrosion diminue avec l'augmentation de la température (**Figure I.32**). De plus, l'examen de la morphologie de la surface a montré une diminution du nombre de piqûres suite à l'augmentation de la température. En revanche, cette augmentation génère des piqûres de taille encore plus importante (**Figure I.33**). Ces conclusions peuvent être expliquées par un couplage micro-galvanique entre la matrice d'aluminium et les particules de seconde phase.

L'évolution de la couche d'aluminium-alcool peut être explicitée par la réaction suivante [92].

$$Al^{3+} + 3OHCH_2CH_2O^- \rightarrow Al(OHCH_2CH_2O)_3 \quad (20)$$

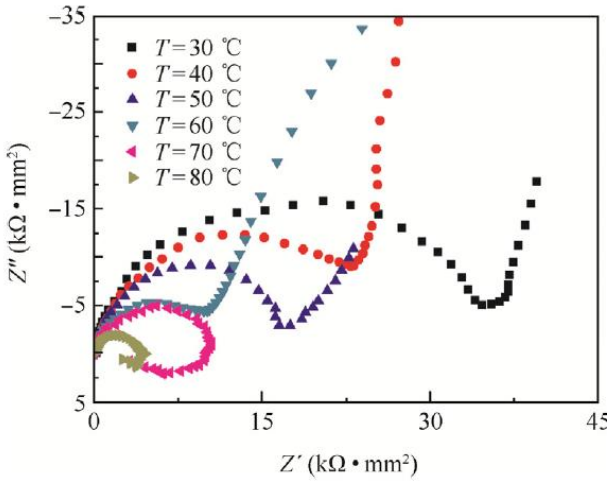


Figure I.32 : Diagrammes de Nyquist de l'alliage d'aluminium 3003 à différentes températures [92].

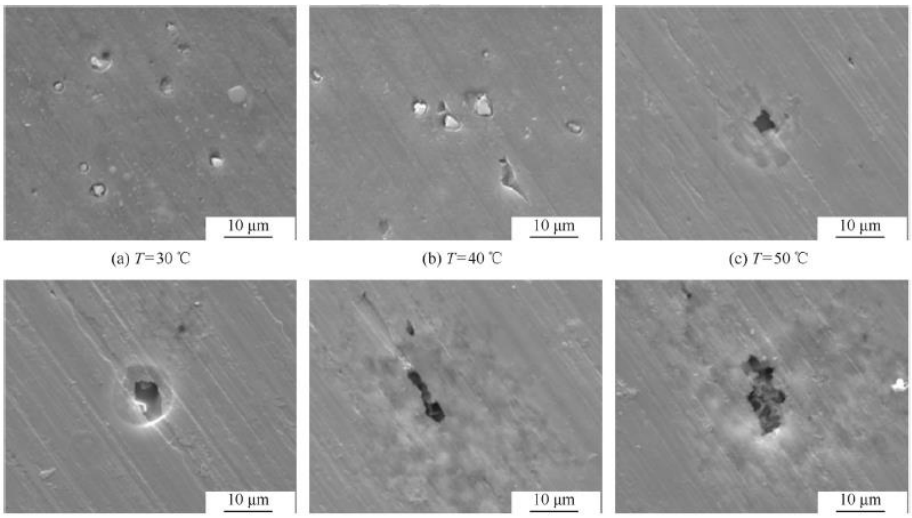


Figure I.33 : Images MEB de la morphologie de la surface de l'électrode d'aluminium 3003 à différentes températures (2000x) [92].

Le pourcentage d'éthylène glycol dans la solution influe sur le comportement à la corrosion de l'alliage d'aluminium 3003. Un film de passivation d'Al-oxyde et d'Al-alcool apparaît, l'augmentation de la quantité d'éthylène glycol conduit à une diminution du film d'Al-oxyde qui améliore la résistance à la corrosion (**Figure I.34**). En effet, la couche d'oxyde est plus sensible à l'attaque des chlorures et une rupture du film d'oxyde provoque une corrosion par piqûre [93].

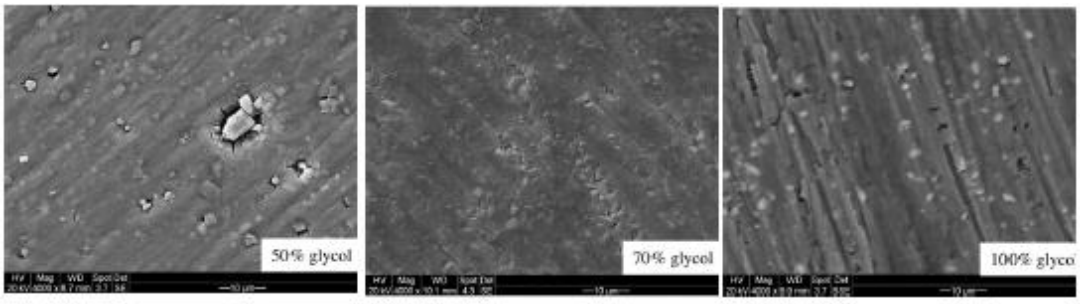


Figure I.34 : ImagesMEB de la morphologie de la surface des échantillons AA3003 après 3 jours d'immersion dans des solutions d'éthylène glycol et d'eau à 50, 70 et 100% (v/v) contenant 1000 ppm de Cl-[93].

Y. Liu et Y. F. Cheng [6] ont réalisé une étude de corrosion par piqûre sur l'alliage 3003 Al, des mesures de polarisation cyclique et technique d'électrode vibrante à balayage ont été réalisées dans une solution de NaCl. Ces expériences ont révélé une formation de cellules galvaniques entre les secondes phases Al_x(Fe, Mn) enrichies en Mn et la matrice Al. La présence de l'élément Mn dans les intermétalliques produit généralement une réaction cathodique alors que le substrat en aluminium est anodique. La cellule galvanique a produit une dissolution locale de l'aluminium soustrait autour des particules de seconde phase. Ce phénomène a entraîné la chute de ces particules, laissant des cavités de piqûre importantes (**Figure I.35**). Les cavités adjacentes ont pu être reliées pour produire un aspect tunnel.

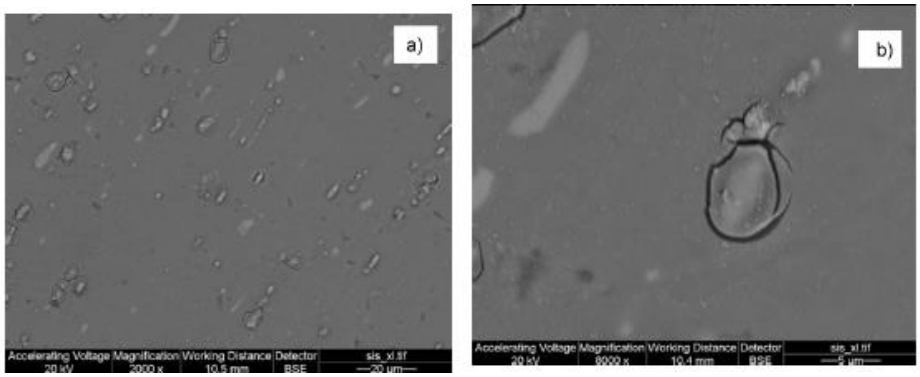


Figure I.35 : Images MEB de l'électrode en alliage 3003 Al après une mesure de polarisation cyclique avec une densité de courant inverse de 50mA/cm2[6].

I. 4. Corrosion des joints soudés par friction malaxage

Généralement, un processus de soudage produit différentes zones. Chaque zone a une morphologie de microstructure, une taille de grain, des éléments chimiques et des secondes phases spécifiques qui peuvent avoirun problème de corrosion. En revanche, ce changement peut améliorer la

résistance à la corrosion en affinant la taille des grains et en dissolvant les éléments susceptibles de produire une cellule galvanique avec la matrice métallique de base.

Plusieurs travaux ont été consacrés à l'étude du comportement en corrosion des joints soudés FSW. Il faut signaler qu'aucune étude expérimentale ou numérique n'est connue pour examiner la corrosion d'alliage d'aluminium de la série 3xxx. S. Sinhmar et al [94] ont comparé le comportement à la corrosion des joints FSW et TIG (tungsten inert gas) de AA2014. Les résultats électrochimiques ont montré que le joint TIG est plus sensible à la corrosion que le joint FSW. Cette différence est due à l'exposition à basse température et à la formation de grains plus fins dans les joints FSW. Par conséquent, les joints de grands grains facilitent la passivation et réduisent le courant de corrosion. La corrosion par piqûre commence et s'accélère dans l'alentour du précipité d'Al2Cu en raison de la différence de potentiel avec Al-matrice (**Figure I.36**).

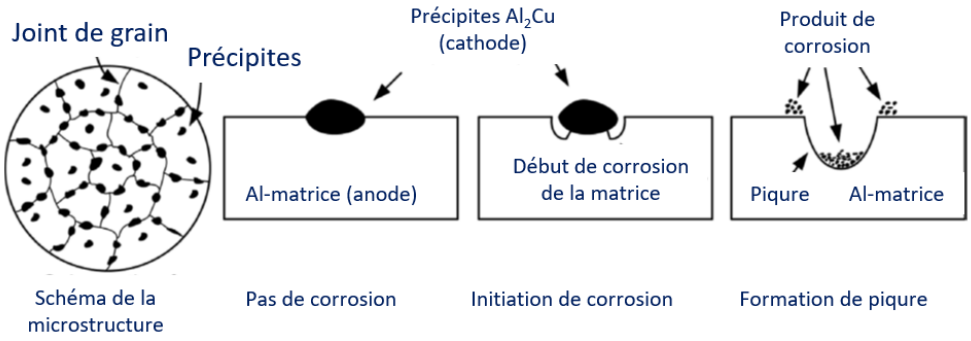


Figure I.36 : Schéma des différentes étapes du processus de piqûre dans un matériau dont la matrice est l'anode et les précipités la cathode[95]

Wadeson et al [96] ont étudié le comportement électrochimique de la soudure FSW 7108-T79 à travers des mesures de potentiel dans les différentes zones de soudures. Ils ont remarqué que la zone la plus sensible à l'essai de corrosion EXCO est la ZATM, qui possède une électronégativité plus importante. Ils ont également montré que le potentiel était moins électronégatif dans le matériau de base que dans la zone soudée. Des travaux basés sur des mesures de potentiel libre où des courbes de polarisation dans chacune des zones de la soudure FSW [94, 97] ont montré que le noyau du joint FSW avait une meilleure résistance à la corrosion que celle du métal de base. En utilisant la même technique, Fonda et al [98] ont utilisé 0,1 M NaCl pour examiner le comportement électrochimique de la soudure FSW 5456-H116. Ils ont remarqué que la forte réactivité anodique se trouvait dans le noyau. Ceci entraîne de fait une bonne résistance à la corrosion du matériau de base.

La résistance à la corrosion du joint FSW d'alliage d'aluminium AA 2219-O dans du chlorure alcalin à 3,5 % a été étudiée [94] en suivant une démarche analogue à celle utilisée par Wadeson et al. Le noyau de joint FSW a montré une meilleure résistance à la corrosion que celle du métal de base. De plus, les chercheurs ont examiné la corrosion par piqûre dans le haut, le milieu et le bas du noyau. Il en résulte que la susceptibilité à la corrosion augmente du haut vers le bas car la taille de la seconde phase augmente. Ce résultat est également prouvé par un test de potentiel en circuit ouvert (**Figure I.37**) où le potentiel le plus faible indique la meilleure résistance à la corrosion.

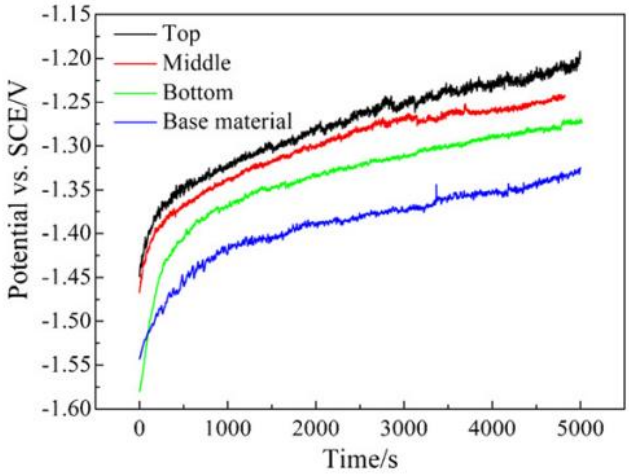


Figure I.37 : Potentiel de circuit ouvert de différentes positions de WNZ et du matériau[94].

De même, Neelamegam et al [99] ont étudié le comportement de la corrosion du joint FSW AA5083-H321. Les résultats de la perte de masse ont montré que le métal de base est plus sensible à la corrosion par brouillard salin que le joint FSW. De plus, l'agressivité de cette attaque diminue avec le temps.

Certains auteurs ont corrélé la microstructure et des mesures électrochimiques [3-6]. Des études électrochimiques ont été réalisées sur des joints FSW et MIG de 6082 [100]. La spectroscopie d'impédance électrochimique (EIS) et le test de polarisation potentio-dynamique révèlent l'ordre suivant de résistance à la corrosion : Joint FSW > métal de base > joint MIG (**Figure I.38**).

Les défauts ont été localisés majoritairement dans le joint MIG tandis qu'un échauffement plus important a lieu dans le joint MIG, le métal de base et le joint FSW. L'observation par MEB confirme ce résultat (**Figure I.38**).

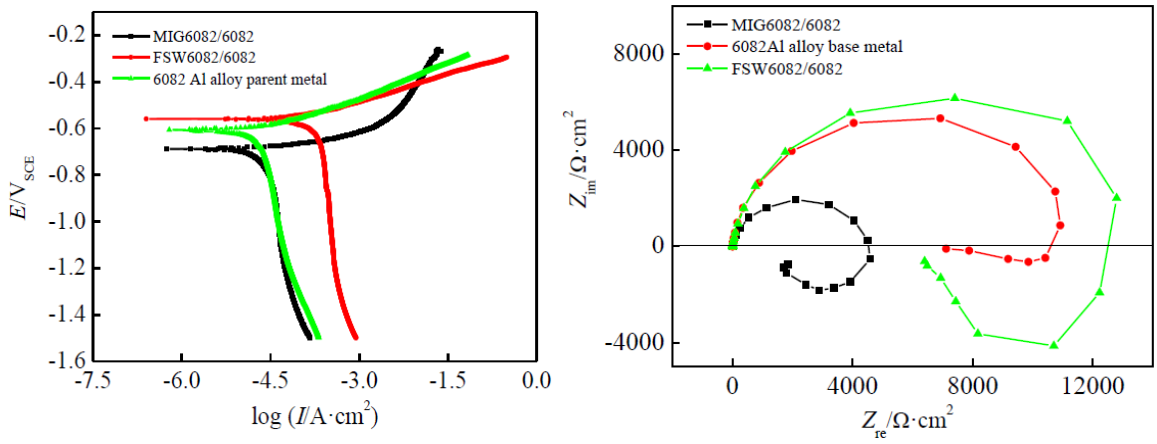


Figure I.38 : Courbes de polarisation potentio dynamique et diagrammes de Nyquist [100]

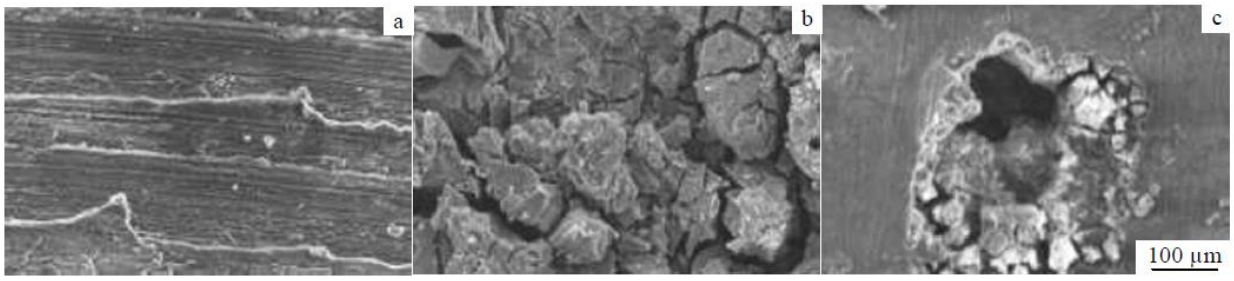


Figure I.39 : Morphologies par MEB : (a) joint FSW, (b) joint MIG, et (c) alliage Al 6082 [100]

R.R. Abuaisha et al [60] ont essayé d'établir une corrélation entre la sensibilité à la corrosion inter-granulaire du joint 5083-O FSW et la microstructure. Ils ont montré que le métal de base et la soudure présentent une bonne résistance à la corrosion, ceci étant valable pour des températures inférieures à 70 C° et une durée d'exposition inférieure à 100 h (**Figure I.40**). Au-delà de ces plages, une précipitation de la phase-B riches en Mg est retrouvée le long des joints de grains. Cette précipitation génère un phénomène électrochimique qui se traduit par un couplage galvanique qui a lieu entre le joint de grain et la matrice-Al conduisant ainsi à une dissolution du joint de grain (**Figure I.41**). La conséquence est l'apparition d'une corrosion inter-granulaire.

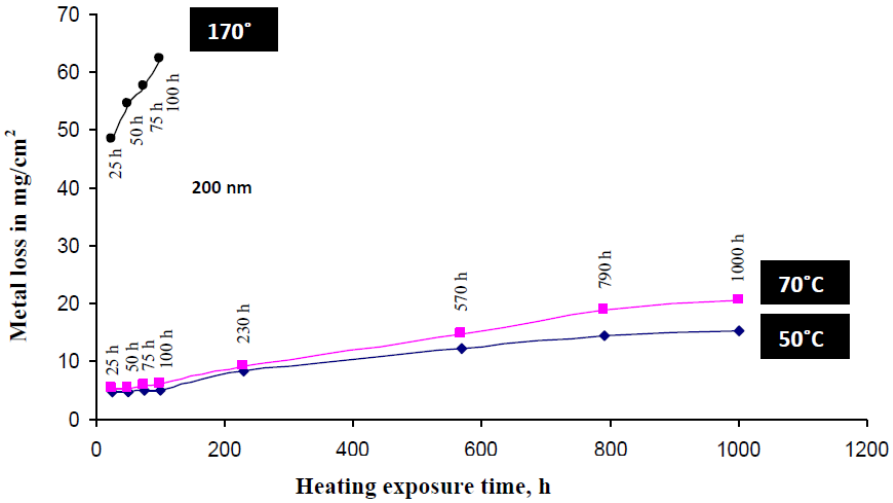


Figure I.40 : Influence de la température et de la durée d'exposition sur le comportement en corrosion de l'alliage FSW AA5083-O [60].

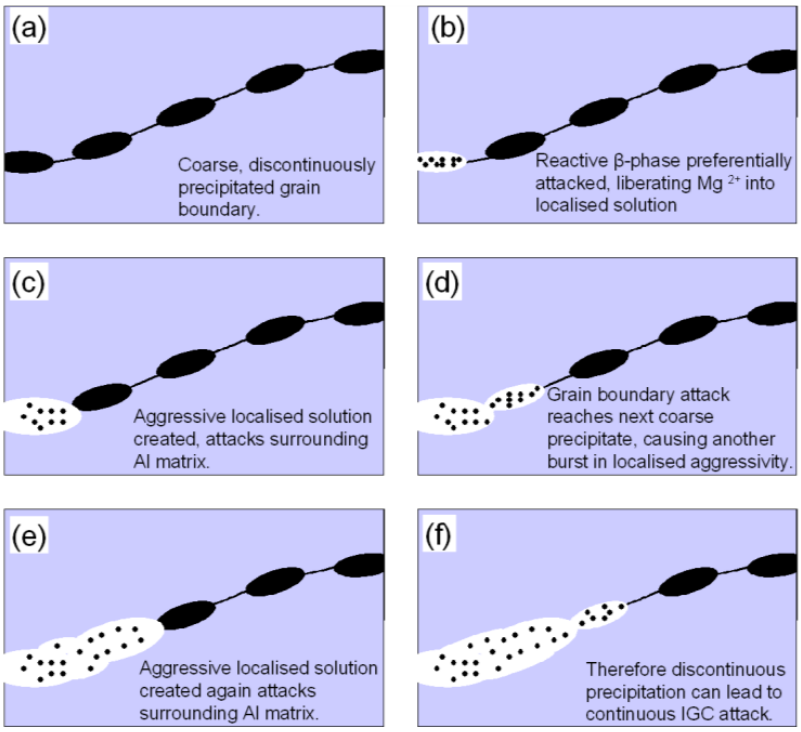


Figure I.41 : Schéma illustrant l'hypothèse de la propagation de la corrosion inter-granulaire des alliages Al 5xxx [60].

CHAPITRE 2 :

Etude paramétrique et optimisation du procédé FSW

II. 1 Introduction

Le FSW est un procédé complexe lié à des phénomènes thermiques, mécaniques, métallurgiques et à leur couplage lors du soudage[101]. Cela rend la prévision de la qualité de la soudure en FSW très difficile. Ces phénomènes dépendent de plusieurs paramètres qui peuvent être classés en trois types : les paramètres du procédé, de l'outil et des pièces à souder.

De nombreuses études se sont intéressées aux propriétés mécaniques des joints FSW des alliages d'aluminium :

- aptes au traitement thermique, tels que ceux de type 2014-T6 [102, 103] , 2024 [104] ,2017-T351 [105], 7075-T6 [106], 6061-T6 [107, 108] et 6082 [109].
- à durcissement structural, tels que ceux de type 5456 [110],5059 [111].

et ces études ont été effectuées dans le but d'évaluer les tenues en traction et en fatigue de ces joints.

Dans le cadre d'une étude portant sur l'influence de la vitesse de rotation, vitesse de soudage et angle d'inclinaison de l'outil sur les propriétés mécaniques du joint d'aluminium AA6061-T6 obtenues par FSW [112], Wasif Safeen et al ont développé des modèles mathématiques pour prédire ces propriétés. Les modèles ont permis de conclure que la vitesse de rotation était plus influente que la vitesse de soudage pour la résistance à la traction et la résistance aux chocs ultimes, tandis que la vitesse de soudage prédominait sur la vitesse de rotation en cas de recherche de bonne propriété de dureté. Leur étude a montré que l'optimisation des paramètres de processus permettait d'obtenir une résistance à la traction de 92%, une ténacité à l'impact de 87% et une dureté de 95% par rapport aux mêmes propriétés du métal de base.

Le soudage par FSW des alliages d'aluminium a été largement étudié [113, 114]. Cependant, à ce jour, on trouve des travaux limités aux soudures par friction-malaxage de l'alliage d'aluminium 3003. H. Aydin et al [115] ont étudié l'effet de la vitesse de rotation et de la vitesse de soudage sur le comportement mécanique du joint soudé FSW de l'alliage d'aluminium Al3003, ils ont constaté que la plupart des ruptures se produisaient dans la zone affectée thermiquement, la zone moins résistante. L'étude des interactions entre paramètres a permis d'obtenir une résistance maximale du joint FSW pour les couples (1070 tr/min, 40 mm/min) et (2140 tr/min, 224 mm/min).

En raison du manque de recherches sur l'interaction entre l'angle d'inclinaison de l'outil, la vitesse de rotation et la vitesse d'avance de l'alliage d'aluminium AA 3003, l'objectif de ce chapitre est

d'étudier l'effet de ces paramètres sur les propriétés mécaniques des joints soudés par friction-malaxage sous charge de traction. La technique des plans d'expériences a été appliquée pour la modélisation ainsi que pour la prédiction du comportement du joint soudé par friction-malaxage en alliage d'aluminium AA 3003. La méthode de surface de réponse (RSM) a été utilisée pour développer le modèle. En outre, la détermination des paramètres optimaux permettra d'améliorer la qualité des joints FSW.

II.2. Conditions de soudage et caractérisation mécanique

Les soudures par friction-malaxage ont été effectuées au sein de l'atelier de mécanique de l'université UDL de Sidi Bel Abbes sur une fraiseuse verticale en utilisant l'outil de soudage par friction-malaxage présenté sur la **Figure II. 1**-a. Afin de choisir l'outil de soudage par friction malaxage, des essais préliminaires ont été effectués sur l'outil lui-même ; la géométrie adoptée est similaire à celle d'un pion conique (d = 5 mm et D = 6,8 mm, longueur = 1,7 mm avec un épaulement concave de 3° d'angle et 19,5 mm de diamètre). Ces soudures ont été réalisés à l'aide d'un outil en acier X210Cr12 ayantune résistance à la rupture σ_m = 870 MPa.

Deux plaques d'aluminium AA 3003, de dimensions 210 mm x 110 mm et d'une épaisseur de 2 mm, ont été assemblées dans le sens du laminage par le procédé de soudage par friction-malaxage. La configuration initiale du joint a été obtenue en fixant les plaques en position à l'aide de bridages mécaniques. Une procédure de soudage en une seule passe a été suivie pour fabriquer les joints (**Figure II. 1**-b).

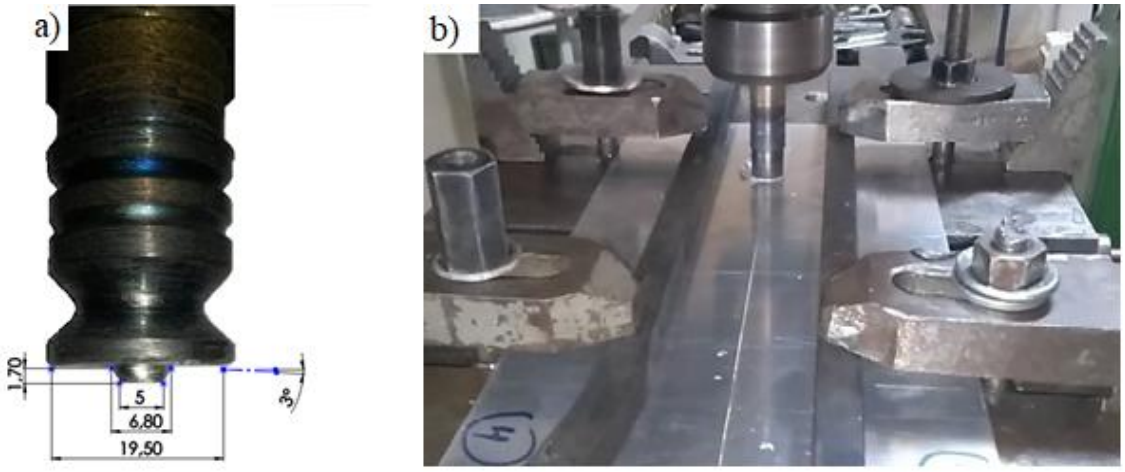


Figure II. 1: a) Géométrie de l'outil ; b) Configuration FSW

Les caractéristiques mécaniques de l'alliage d'aluminium 3003 ont été déterminées par des essais de traction qui ont été réalisés sur une machine servo-hydraulique de type INSTRON 8500 de capacité ±100 kN au laboratoire de fatigue du département de Génie mécanique de l'université UDL de Sidi Bel Abbes. L'éprouvette utilisée est plate d'épaisseur 2 mm et sa dimension est donnée par la **Figure II. 2**.

Les déformations ont été mesurées à l'aide d'un capteur extensométrique à lames placé sur la longueur utile de l'éprouvette (**Figure II. 3**).

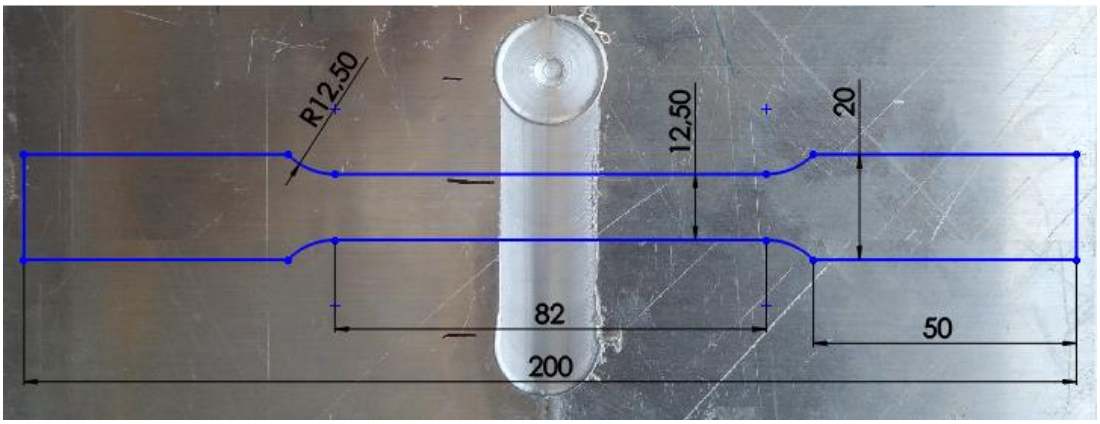


Figure II. 2: Eprouvette de traction (dimensions en mm)



Figure II. 3: Essai de traction de l'échantillon en forme d'haltère mesuré par l'extensomètre

La courbe rationnelle pour l'alliage, est donnée par la **Figure II. 4**. Cet essai a permis de déterminer les principales caractéristiques mécaniques; elles sont regroupées dans le **tableau II.1**.

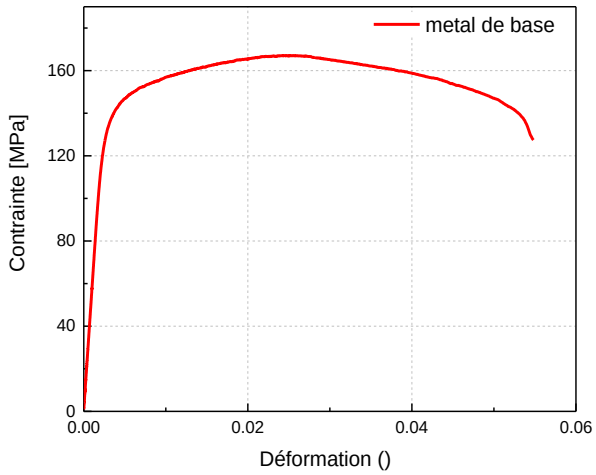


Figure II. 4: Courbes rationnelles de l'essai de traction pour l'alliage d'aluminium 3003

Tableau II. 1: Propriétés mécaniques du matériau avant soudage

Microdureté (HV)	σ_e *(MPa)*	σ_U *(MPa)*	σ_m *(MPa)*	A	E (GPa)	T Fusion (°C)
51	110	160	127	5,6	60	650

II. 3 Caractérisation physico-chimique d'alliage d'aluminium 3003

La caractérisation physico-chimique a été réalisée au laboratoire de physique, Université Belhadj Bouchaib d'Ain Témouchent. Un microscope éléctronique à balayage (MEB) COXEM de voltage de 15Kv et de grandissement x2000 a été utilisé pour cette caractérisation (**Figure II. 5**).



Figure II. 5 : MEB-EDS (microscope éléctronique à balayage - Spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie)

Le **Tableau II. 2:** Composition chimique de l'alliage d'aluminium 3003 représente la composition chimique du matériau utilisé.

Tableau II. 2: Composition chimique de l'alliage d'aluminium 3003

Elément	Al	Mn	Si	Fe	Cu	Ti	Zn	Mg	Cr
%	96,7	1,3	0,9	0,9	0,13	0,1	0,03	0	0

II.4 Modélisation et prédiction de la loi de comportement du joint FSW de l'alliage d'aluminium 3003

Cette section sera consacrée à la modélisation et à la prédiction de la loi de comportement du joint FSW d'alliage d'aluminium 3003 et ceci en utilisant la méthodologie des plans d'expériences. Cela servira à obtenir des valeurs optimales des paramètres de soudage de manière à obtenir une meilleure qualité du joint FSW.

En **Figure II. 6** sont donnés quelques résultats de l'étude expérimentale sur l'effet des paramètres du procédé (vitesse de rotation Vr, vitesse d'avancement Va et angle d'inclinaison de l'outil Θ) sur le comportement mécanique du joint.

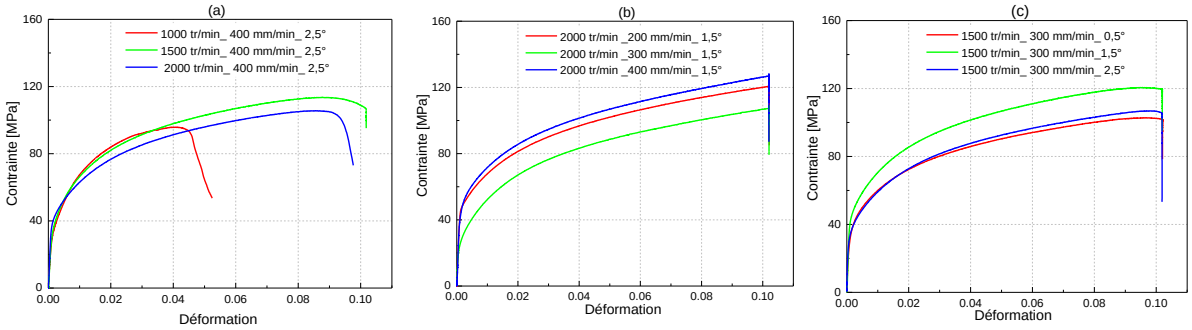


Figure II. 6: Effet des paramètres du procédé sur la tenue en traction de joints Al 3003

La **Figure II. 7** montre un exemple typique du profil obtenu pendant l'essai de traction « contrainte vraie/déformation vraie » du joint de soudage par friction-malaxage (FSW) ; les propriétés mécaniques de la courbe contrainte-déformation sont synthétisées dans le **Tableau II. 3**.

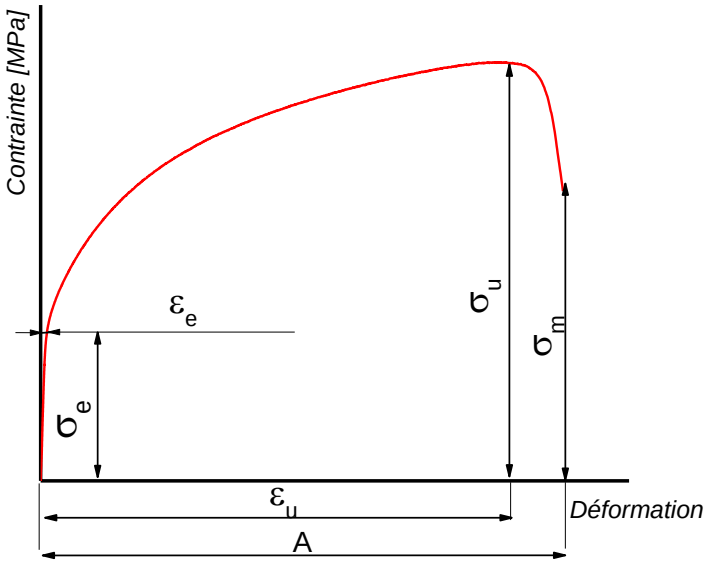


Figure II. 7 : Courbe typique de contrainte-déformation d'un joint de soudage par friction-malaxage (FSW)

Tableau II. 3 : Résultats expérimentaux de sortie

	Facteurs	**Résultats des sortie**
1	σ_e	Limite élastique
2	ε_e	Déformation élastique
3	σ_U	Résistance ultime à la traction
4	ε_U	Déformation ultime à la traction
5	σ_m	Résistance à la rupture
6	A	Allongement

Un plan d'expériences est utilisé pour identifier une relation entre les variables d'entrée (vitesse de rotation, vitesse d'avance et angle d'inclinaison de l'outil) et les variables de sortie (σ_e, ε_e,σ_U, ε_U, σ_m et A) afin de prédire le comportement mécanique des joints soudés par friction-malaxage d'alliage d'aluminium AA3003. La méthodologie de surface de réponse (RSM) est utilisée pour développer le modèle non linéaire des joints FSW d'alliages d'aluminium (AA3003).

L'optimisation a été réalisée par un plan factoriel complet avec trois facteurs, la vitesse de rotation Vr, la vitesse d'avance Va et l'angle d'inclinaison de l'outil θ, à trois niveaux (-1, 0, +1). Le

Tableau II. 4 ci-dessous donne les valeurs de chaque paramètre pour chaque niveau. Les valeurs de ces paramètres sont dictées par la capacité de la machine en tenant compte de l'usure prématurée de l'outil.

Tableau II. 4: Valeurs des paramètres pour chaque niveau

Paramètres	**niveau bas -1**	**niveau central**	**niveau haut +1**
Vitesse de rotation (tr/min)	1000	1500	2000
Vitesse d'avance (mm/min)	200	300	400
Angle d'inclinaison de l'outil (°)	0,5	1,5	2,5

La matrice des expériences a été déterminée par le logiciel MODDE 5.0 [16] et l'utilisation du plan d'expériences sur 30 échantillons a permis de définir les coefficients du **Tableau II. 5**.

Tableau II. 5: Résultats du plan d'expériences

Exp	$\boldsymbol{Vr}$ [tr/min]	$\boldsymbol{Va}$ [mm/min]	θ [°]	$\boldsymbol{\sigma_e}$ [MPa]	$\boldsymbol{\sigma_U}$ [MPa]	$\boldsymbol{\sigma_m}$ [MPa]	Localisation de la fracture
1	1000	200	0,5	50,2	128,0	76,3	ZATM
2	1500	200	0,5	36,4	123,2	80,2	Noyau
3	2000	200	0,5	26,6	123,8	78,7	TMAZ
4	1000	300	0,5	40,4	103,7	63,0	ZATM
5	1500	300	0,5	33,8	102,8	78,4	ZATM
6	2000	300	0,5	24,3	97,8	74,6	ZATM
7	1000	400	0,5	58,7	125,9	75,2	ZATM
8	1500	400	0,5	33,8	109,8	87,6	ZATM
9	2000	400	0,5	21,4	98,4	72,0	ZATM
10	1000	200	1,5	36,2	100,3	75,1	ZATM
11	1500	200	1,5	41,9	118,4	90,7	ZATM
12	2000	200	1,5	43,1	121,1	85,0	ZATM
13	1000	300	1,5	34,7	94,7	77,7	Noyau
14	1500	300	1,5	40,0	107,4	95,0	ZATM
15	2000	300	1,5	29,5	107,6	79,2	Noyau

16	1000	400	1,5	39,4	109,1	88,7	ZATM
17	1500	400	1,5	43,3	115,6	89,1	ZATM
18	2000	400	1,5	38,1	127,8	86,9	ZATM
19	1000	200	2,5	20,5	92,5	65,3	ZATM
20	1500	200	2,5	22,9	100,1	79,7	ZATM
21	2000	200	2,5	43,9	120,1	78,0	Noyau
22	1000	300	2,5	12,4	73,1	65,4	Noyau
23	1500	300	2,5	32,5	106,8	85,4	ZATM
24	2000	300	2,5	29,2	110,6	72,7	Noyau
25	1000	400	2,5	28,7	95,8	88,5	Noyau
26	1500	400	2,5	31,7	113,6	95,2	ZATM
27	2000	400	2,5	39,7	120,0	73,0	Noyau
28	1500	300	1,5	39,5	108,5	83,3	ZATM
29	1500	300	1,5	40,2	108,2	90,0	ZATM
30	1500	300	1,5	43,5	107,9	86,1	Noyau

II.5. Modèle mathématique

Le modèle mathématique polynomial développé pour l'optimisation est un modèle du second degré. Le modèle de l'expérimentateur est quant à lui quadratique de la forme :

$$y = a_0 + \sum_{i=1}^{3} a_i x_i + \sum_{1 \le j \le 3} a_{ij} x_j + \sum_{i=1}^{3} a_{ii} x_i^2 + e \qquad \text{(II. 1)}$$

Où a_0 est la valeur de réponse prédite au centre du domaine expérimental, a_i représente l'effet du facteur x_i , et a_{ij} représente l'interaction entre le facteur x_i et x_j.

Les modèles mathématiques développés permettent d'établir une relation entre les paramètres d'entrée (Vr, Va et Θ) et les grandeurs de sortie (ε_e, σ_e, ε_U, σ_U, A et σ_m). Les polynômes permettent d'optimiser les paramètres de soudage afin d'obtenir les réponses souhaitées. Pour calculer les coefficients des modèles, une méthode de régression basée sur le critère des moindres carrés est utilisée. Les modèles mathématiques proposés par MODDE 5.0 sont les suivants :

$$\sigma_e = 80{,}403 + 0{,}006.Vr - 0{,}199.Va - 17{,}805.\Theta - 5{,}72.10^{-5}.Vr.Va + 0{,}0214.Vr.\Theta + 0{,}0101.Va.\Theta - 7{,}84.10^{-6}.Vr^2 + 4{,}62.10^{-4}.Va^2 - 6{,}944.\Theta^2 \quad \text{(II. 2)}$$

$$\sigma_U = 217{,}617 + 0{,}033.Vr - 0{,}744.Va - 38{,}764.\Theta - 4{,}8.10^{-5}.Vr.Va + 0{,}021.Vr.\Theta + 0{,}048.Va.\Theta - 1{,}29.10^{-5}.Vr^2 + 0{,}0012.Va^2 - 3{,}95.\Theta^2 \quad \text{(II. 3)}$$

$$\sigma_m = -9{,}834 + 0{,}146.Vr - 0{,}208.Va + 16{,}76.\Theta - 7{,}58.10^{-5}.Vr.Va - 0{,}001.Vr.\Theta + 0{,}028.Va.\Theta - 3{,}96.10^{-5}.Vr^2 + 5{,}08.10^{-4}.Va^2 - 7{,}585.\Theta^2 \quad \text{(II. 4)}$$

$$\varepsilon_e = 0{,}0032 - 1{,}55.10^{-6}.Vr - 3{,}81.10^{-6}.Va - 7{,}013.10^{-4}.\Theta - 7{,}76.10^{-10}.Vr.Va + 4{,}436.10^{-7}.Vr.\Theta + 8{,}42.10^{-7}.Va.\Theta + 3{,}02.10^{-10}.Vr^2 + 6{,}33.10^{-9}.Va^2 - 8{,}73.10^{-5}.\Theta^2 \quad \text{(II. 5)}$$

$$\varepsilon_U = 0{,}09 + 8{,}03.10^{-5}.Vr - 3{,}55.10^{-4}.Va - 5{,}71.10^{-4}.\Theta + 1{,}29.10^{-7}.Vr.Va + 1{,}269.10^{-5}.Vr.\Theta - 6{,}626.10^{-5}.Va.\Theta - 4{,}03.10^{-8}.Vr^2 + 3{,}69.10^{-7}.Va^2 - 0{,}0022.\Theta^2 \quad \text{(II. 6)}$$

$$A = 0{,}1197 + 6{,}181.10^{-5}.Vr - 4{,}113.10^{-4}.Va - 0{,}0058.\Theta + 8{,}485.10^{-8}.Vr.Va + 1{,}463.10^{-5}.Vr.\Theta - 4{,}66.10^{-5}.Va.\Theta - 3{,}193.10^{-8} - 8.Vr^2 + 5{,}342.10^{-7}.Va^2 - 0{,}0026.\Theta^2 \quad \text{(II. 7)}$$

II.6. Influence des paramètres du soudage sur les propriétés de traction

a. Influence des paramètres FSW sur la limite d'élasticité

Les valeurs des coefficients associés aux paramètres de soudage dans le modèle mathématique montrent le degré d'influence de chaque facteur. Un exemple de prédiction est donné en **Figure II. 8**. Il est intéressant de mentionner que le modèle (2) peut être utilisé pour prédire l'évolution de la limite élastique en fonction des paramètres d'entrée Vr, Va et Θ. Les courbes centrales représentent les valeurs prédites, et les deux autres courbes montrent l'intervalle de confiance à 95% de la réponse prédite.

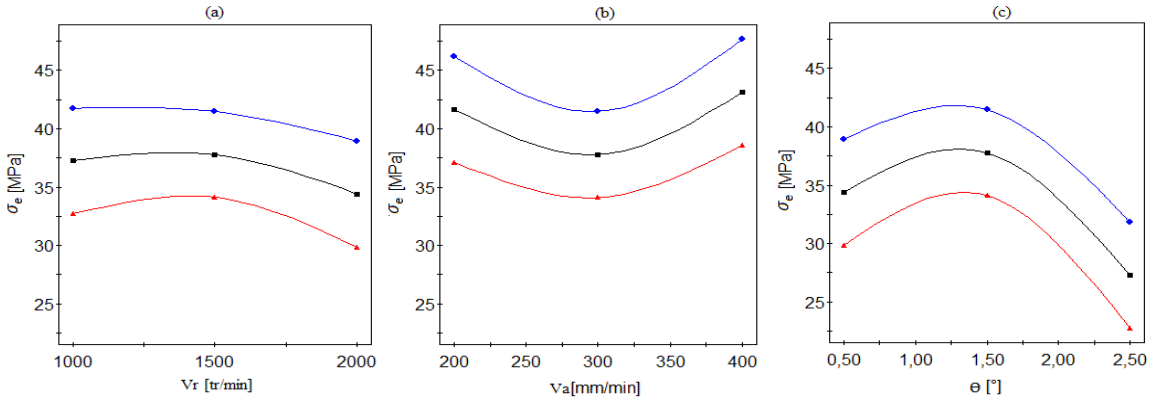


Figure II. 8 : Evolution de la limite élastique (MPa) en fonction des paramètres du FSW (Vr, Va et Θ)

L'analyse de la **Figure II. 8**-a suggère qu'une augmentation de la vitesse de rotation Vr entraîne une légère réduction de la limite élastique. En effet, une augmentation de 100% de la vitesse de rotation conduit à une réduction d'environ 9% de la limite élastique. Cette limite élastique est maximale lorsque la valeur de la vitesse est égale à 1500 tr/min.

Par conséquent, on peut conclure que l'augmentation de la vitesse de rotation induit une légère diminution de la limite élastique σ_{e}.

De plus, la **Figure II. 8**-b indique que l'augmentation de l'avance conduit d'abord à une diminution de la limite élastique, puis à son augmentation au-delà de 300 mm / min. Sur la base de l'analyse de ces courbes, on peut supposer qu'il existe une vitesse d'avance critique (Va_{cr} = 300 mm/min) au-delà de laquelle les tendances s'inversent. Dans ce contexte, Mishra et al. [117] ont étudié l'effet de la vitesse d'avance sur les caractéristiques mécaniques des joints soudés par friction-malaxage. Ils ont constaté qu'une augmentation excessive de la vitesse d'avance induit des défauts internes de type macropore et des défauts en forme de tunnel. Ces défauts peuvent conduire à une réduction des propriétés mécaniques des joints soudés.

La **Figure II. 8**-c représente la variation de la limite élastique en fonction de l'angle d'inclinaison de l'outil. On peut voir que lorsque l'angle d'inclinaison augmente, la limite élastique augmente légèrement et commence à diminuer par la suite ; la valeur maximale de la limite élastique est obtenue pour un angle de 1,5 °.

b. Influence des paramètres FSW sur la contrainte de traction ultime

Dans le but de déterminer l'effet de la vitesse de rotation sur la résistance ultime à la traction **Figure II. 9**-a, il a été décidé de faire varier la vitesse de rotation Vr. On constate que la résistance ultime à la traction augmente avec la vitesse de rotation, ce qui est en bon accord avec les résultats obtenus par A. Takhakh et al. [118] La résistance ultime à la traction est maximale pour une vitesse de rotation de 2000 tr/min ; elle commence ensuite à diminuer jusqu'à atteindre une valeur minimale pour la vitesse de rotation de 1000 tr/min.

En ce qui concerne l'impact de la vitesse d'avance, **Figure II. 9**-b, on peut noter que lorsque la vitesse d'avance Va augmente, la résistance ultime à la traction (σ_U) diminue d'abord, puis commence à augmenter pour atteindre une valeur maximale pour les deux valeurs de vitesse de 200 mm / min et 400 mm / min. En outre, on peut observer que σ_U est maximale pour les valeurs

extrêmes de Va, ce qui est contraire aux résultats précédemment publiés par B. Abnar et al. [119], qui ont illustré par une étude les effets de l'apport de chaleur sur la microstructure et les propriétés mécaniques des échantillons soudés en changeant les rapports de la vitesse de rotation (800-1200 tr/min) à la vitesse de déplacement (40-100 mm/min). Cette étude leur a permis d'indiquer que les valeurs σ_U des joints soudés par friction-malaxage d'aluminium 3003-H18 sont insensibles aux paramètres de soudage Vr et Va.

La **Figure II. 9**-c illustre l'effet de l'angle d'inclinaison sur la résistance ultime à la traction (σ_U). Il est clairement noté que le σ_U est constante dans l'intervalle entre 0.5 ° et 1.5 °, ce qui est en accord avec les résultats rapportés par Y. Birol et a. [120]. De plus, on peut noter que l'effet de la vitesse d'avance (Va) et de l'angle d'inclinaison (θ) sur la résistance ultime à la traction (σ_U) est similaire à celui observé sur la limite élastique (σ_e).

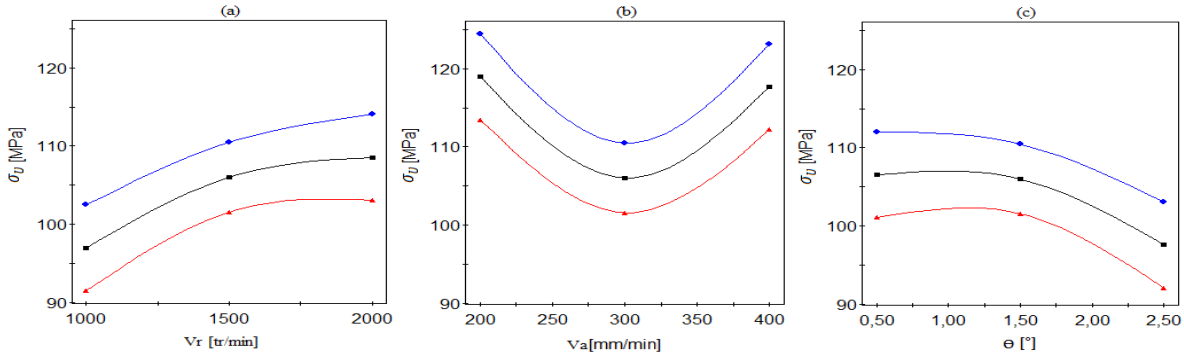


Figure II. 9: Evolution de la résistance ultime à la traction (MPa) en fonction des paramètres du FSW (Vr, Va et θ).

c. Influence des paramètres FSW sur la résistance à la rupture

Cette dernière partie se concentre sur l'étude de l'effet des paramètres de soudage sur l'évolution de la résistance à la rupture. La **Figure II. 10**-a montre qu'une augmentation de la vitesse de rotation fait passer la résistance à la rupture de 77 MPa à une valeur maximale de 88 MPa, puis commence à décliner. On peut donc dire qu'il existe une valeur critique de la vitesse de rotation (Vr_{cr} = 1500 tr / min) au-dessus de laquelle la résistance à la rupture diminue.

La réponse de la résistance à la rupture prédite par le logiciel MODDE 5.0 est représentée sur la **Figure II. 10**-b apour illustrer l'impact de la vitesse d'avance. En effet, une augmentation de la vitesse d'avance Va, dans l'intervalle entre 200 et 300 mm/min, engendre une légère diminution

de la résistance à la rupture. Au-delà de la valeur de 300 mm / min, la résistance à la rupture commence à augmenter pour atteindre une valeur maximale de 96 MPa.

De même, la **Figure II. 10**-c montre l'effet de l'angle d'inclinaison sur la résistance à la rupture. On voit clairement que, dans un premier temps, l'augmentation de Θ conduit à une augmentation de la résistance à la rupture de la valeur 80 MPa pour l'angle 0,5° à une valeur maximale de 87 MPa pour 1,5; elle descend ensuite à 81 MPa pour un angle maximal de 2,5°. De plus, les résultats obtenus montrent qu'il existe un angle d'inclinaison critique Θ_{cr} = 1,5° au-delà duquel la résistance à la traction commence à diminuer.

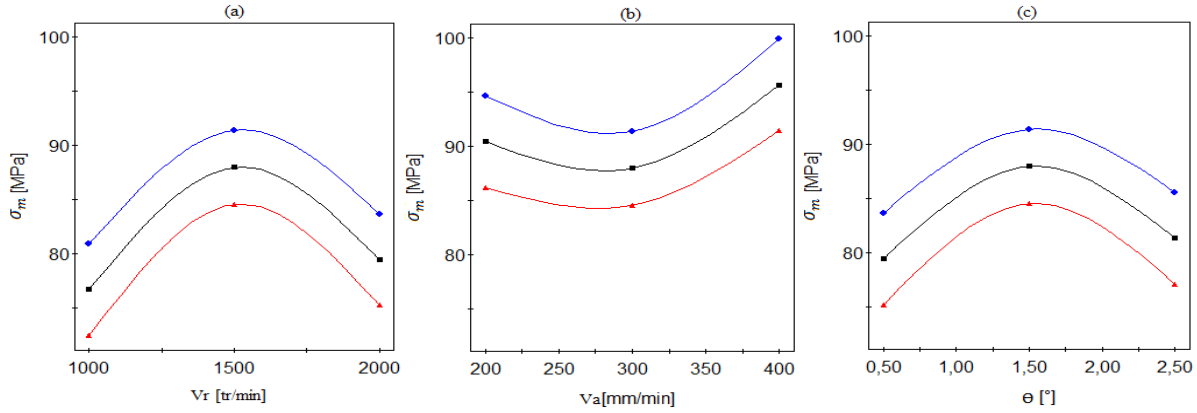


Figure II. 10: Évolution de la résistance à la rupture (Mpa) en fonction des paramètres du FSW (Vr, Va et Θ)

II.7. Effets des interactions sur la réponse

a. Effets des interactions sur la limite d'élasticité

Dans cette étape d'analyse, il a été décidé d'élargir le champ de notre étude en prenant en compte l'interaction entre deux facteurs Vr et Va. Ceci permet de visualiser les paramètres de sortie sur un graphique tridimensionnel (3D) (**Figure II. 11**) ; ce graphique représente la variation de σ_e en fonction des deux facteurs .

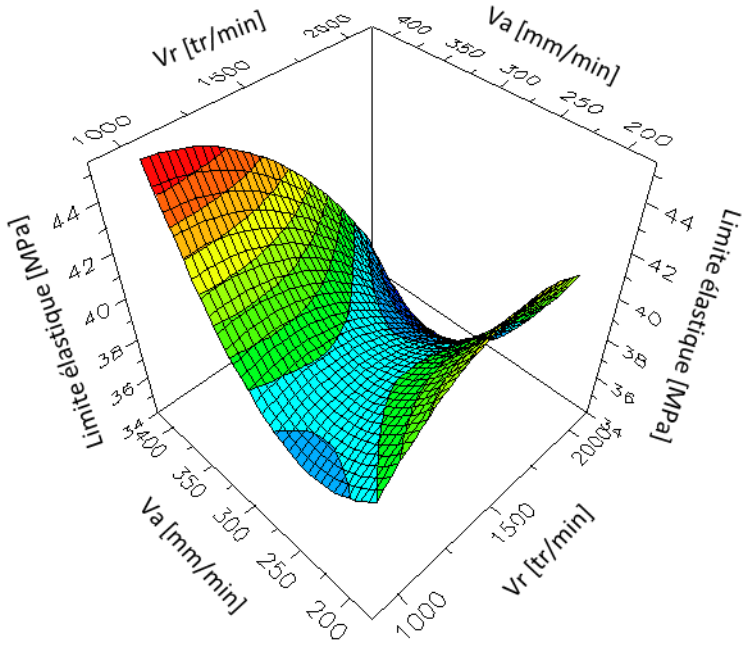


Figure II. 11: Variation tridimensionnelle (3D) de σ_e en fonction de Vr et V

Les courbes de la **Figure II. 12**, généralement appelées « courbes Iso », correspondent à la projection de la surface sur le plan. La **Figure II. 12**-a montre que plus la vitesse de rotation est réduite plus la limite élastique augmente jusqu'à atteindre une valeur maximale de 45 MPa. Notons que ceci n'est valable que pour une valeur de Vr comprise entre 1000 et 1200 tr/ min, car au-delà de cette valeur, Vr a un effet négatif sur la limite élastique (σ_e). D'autre part, les chiffres les plus bas de σ_e ont été enregistrés pour les valeurs maximales de Vr = 2000 rot/min, et Va entre 280 et 370 mm/min. Il convient également de noter que les meilleures valeurs de limite élastique du joint de soudure ont été obtenues pour un rapport (Vr/Va) compris entre 2,5 et 3.

Par conséquent, on peut conclure que pour avoir une limite élastique élevée (σ_e), il est nécessaire de prendre Va = 400 mm/min et Vr entre 1000 et 1200 tr/min.

Dans la **Figure II. 12**-b, la valeur Va est fixée sur 300 mm/min, alors que Θ et Vr sont variés. Dans ce type d'interactions, la limite élastique (σ_e) est grande alors que les deux facteurs Θ et Vr prennent des valeurs minimales. Par conséquent, afin d'augmenter la limite élastique (σ_e), il est nécessaire de diminuer Vr et Θ.

Enfin, la **Figure II. 12**-c illustre la variation de σ_e en fonction des facteurs Θ et Va. Dans ce cas, σ_e présente des valeurs élevées pour deux intervalles : le premier intervalle correspond à une

vitesse d'avance (Va) égale à 200 mm/min et à un angle d'inclinaison θ compris entre 0,8° et 1,52°, et le second intervalle correspond à Va = 400 mm/min et à θ entre 1,1° et 1,48°. Par contre, les faibles valeurs de limite élastique (σ_e) sont enregistrées pour des valeurs de Va comprises entre 220 et 340 mm/ min, et θ entre 2,4° et 2,6°.

Tous ces résultats se sont avérés être en bon accord avec ceux obtenus par Wim Van et al. [121] qui ont indiqué que l'apparition de défauts dépend du choix de l'angle d'inclinaison. Ils ont constaté que les meilleures propriétés mécaniques sont obtenues pour la valeur optimale de l'angle d'inclinaison de 2°, ce qui permet d'obtenir les meilleures propriétés mécaniques. De plus, il a été noté aussi que les meilleures valeurs de la limite élastique (σ_e) du joint soudé sont égales à 53% de celles du métal de base.

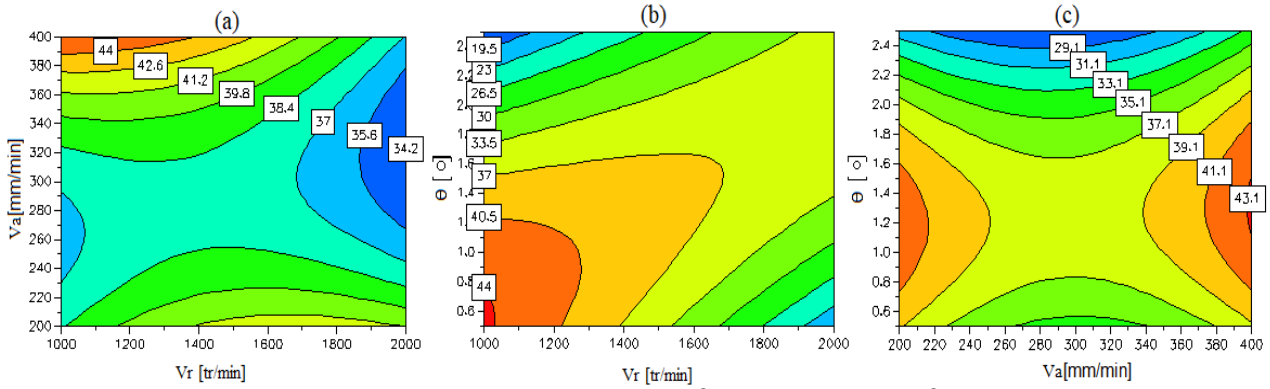


Figure II. 12: Variation de σ_e en fonction des trois facteurs

b. Effets des interactions sur la contrainte ultime de traction

La **Figure II. 13**-a présente l'effet des deux facteurs Vr et Va agissant simultanément sur la résistance ultime à la traction (σ_U), passant de leurs valeurs minimales à leurs valeurs maximales alors que le troisième facteur (θ) est maintenu constant.

L'analyse du graphique de cette figure suggère que plus Vr augmente, plus la résistance à la traction augmente également jusqu'à atteindre la valeur maximale de 121,2 MPa, tandis que Va se situe entre 200 et 210 mm/min. En outre, il convient également de noter que σ_U peut atteindre des valeurs plus proches des valeurs maximales pour un Va maximal égal à 400 mm/min et pour un Vr compris entre 1300 et 2000 tr /min. D'autre part, de faibles valeurs de σ_U sont enregistrées pour de faibles valeurs de Vr autour de 1000 tr/min. Il convient également de mentionner que les

meilleures valeurs de résistance à la traction ultime (σ_U) du joint soudé sont égales à 81% de celles du métal de base.

Par conséquent, il peut être conclu de cette analyse qu'une valeur maximale de σ_U est obtenue pour une valeur de Vr entre 1700 et 2000 tr/min, tout en gardant la valeur de Va constante et égale à 200 mm / min.

Cette nouvelle section vise à présenter la surface de réponse obtenue lorsque la valeur de Va est maintenue constante, tout en faisant varier Vr et Θ. On peut voir que la résistance à la traction ultime (σ_U) prend des valeurs maximales dans deux intervalles d'interaction ; le premier intervalle correspond à Θ inférieure à 0,7 ° et Vr entre 1000 et 1350 tr/min, et le second est pour Θ entre 1,2 ° et 3 °, tandis que Vr est dans l'intervalle de 1700 à 2000 tr / min. Il est à noter que les meilleures valeurs de résistance à la traction ultime (σ_U) du joint de soudure sont égales à 80% de celles du métal de base.

D'autre part, la **Figure II. 13**-c illustre la variation de la résistance ultime à la traction (σ_U) en fonction de Va et Θ. On constate que la diminution simultanée de Va et Θ conduit à une augmentation de σ_U ; cependant, l'augmentation simultanée de Va et Θ conduit à une diminution de l'amplitude de σ_U. Cet effet est plus prononcé lorsque Θ est compris entre 2,3 et 2,6° et Va dans l'intervalle de 240 à 330 mm/min.

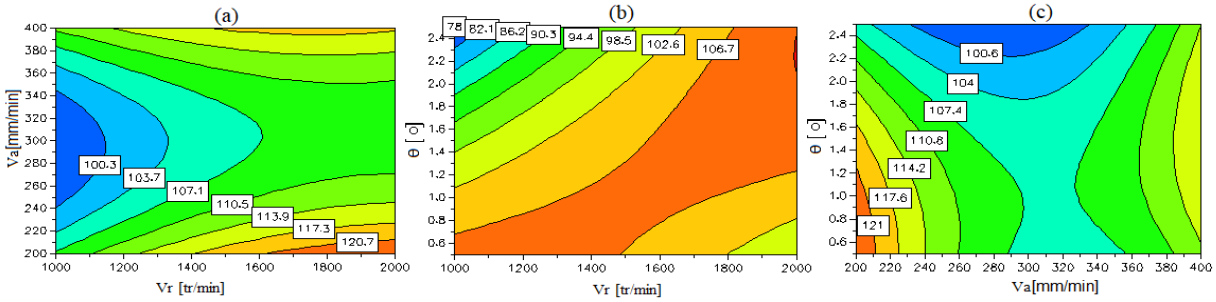


Figure II. 13 : Evolution de σ_U en fonction des trois facteurs Vr, Va et Θ

c. Effets des interactions sur la résistance à la rupture

La **Figure II. 14** présente la réponse prédite (σ_m) en fonction des trois facteurs (Vr, Va et Θ). L'analyse de la courbe de cette figure montre qu'une valeur maximale de la résistance à la rupture est obtenue lorsque la valeur de Θ est comprise entre 1,3 et 1,55°, que celle de Vr se situe dans l'intervalle de 1300 à 1650 tr/min, alors que Va est maintenue à 400 mm/min.

Compte tenu de toutes ces données, il semble donc important d'étudier l'effet de ces différents facteurs sur les propriétés mécaniques du joint soudé. Dans un premier temps, il est recommandé d'identifier les facteurs qui ont le plus d'influence, puis de déterminer les quantités qui réagissent à ces facteurs.

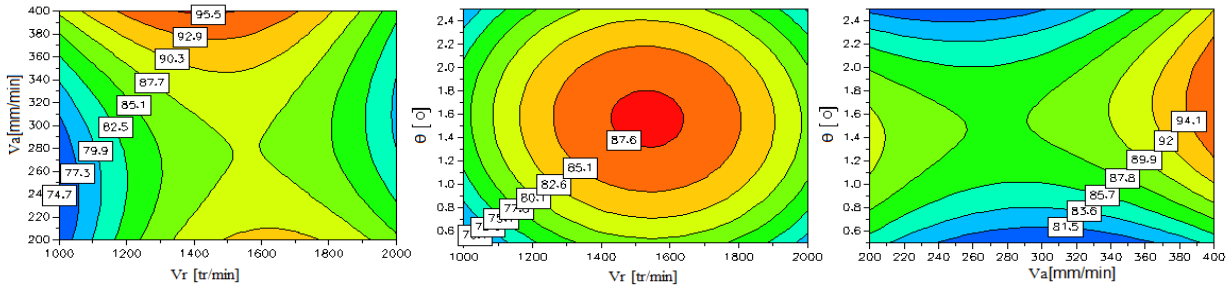


Figure II. 14 : Evolution de σ_U en fonction des trois facteurs Vr, Va et Θ

II.8. Effets des facteurs et leur interaction sur les réponses

Les **Figure II. 15**,**Figure II. 16,** et **Figure II. 17** montrent les paramètres les plus influents sur σ_e, σ_U et σ_m, respectivement.

La **Figure II. 15** montre que les facteurs qui ont le plus d'influence sur σ_e sont dans l'ordre suivant : l'angle d'inclinaison, puis la vitesse de rotation et enfin la vitesse d'avance. Notons également que l'effet d'interaction entre Vr et Va est le plus important, mais que l'effet d'interaction entre Va et Θ est faible. Nous constatons que les coefficients suivants Vr, Va et Va * Θ sont faibles par rapport aux autres et seront donc négligés par la suite dans l'équation 2 du modèle proposé. Cela suggère qu'il y a très peu d'effets linéaires pour les paramètres Vr et Va. Nous constatons également que l'augmentation de la vitesse de rotation et de l'angle d'inclinaison de l'outil diminue la limite d'élasticité.

L'analyse de la **Figure II. 16** indique que les facteurs qui ont le plus d'effet sur σ_U sont dans l'ordre suivant : la vitesse de rotation, l'angle d'inclinaison et la vitesse d'avance. De plus, on constate que les interactions entre les facteurs sont statistiquement significatives, sauf celle entre la vitesse de rotation et l'angle d'inclinaison.

La dernière étude d'interaction entre les facteurs dominants porte sur la réponse prédite σ_m. L'analyse de la **Figure II. 17** indique que les facteurs qui ont le plus d'effet sur la réponse σ_m sont dans l'ordre d'importance suivant : l'avance, la vitesse de rotation et l'angle d'inclinaison. En

outre, il s'avère que l'interaction entre la vitesse de rotation et la vitesse d'avance, et entre la vitesse d'avance et l'angle d'inclinaison a une plus grande influence sur σ_m, à l'exception de l'interaction entre Vr et Θ. Par conséquent, nous constatons que l'augmentation de la vitesse de rotation, de l'angle d'inclinaison de l'outil et de la vitesse d'avance augmente la résistance à la rupture. On peut également constater que les coefficients suivants Vr, Va et $Vr * \Theta$ sont faibles par rapport aux autres et seront donc négligés par la suite dans l'équation 4 du modèle proposé.

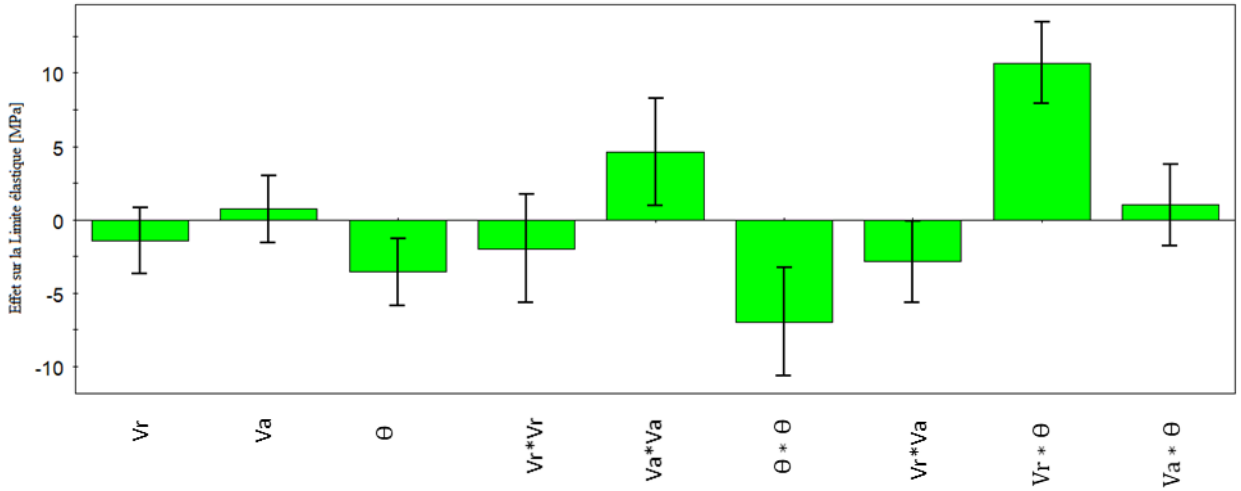


Figure II. 15: Effets des facteurs et leur interaction sur σ_e

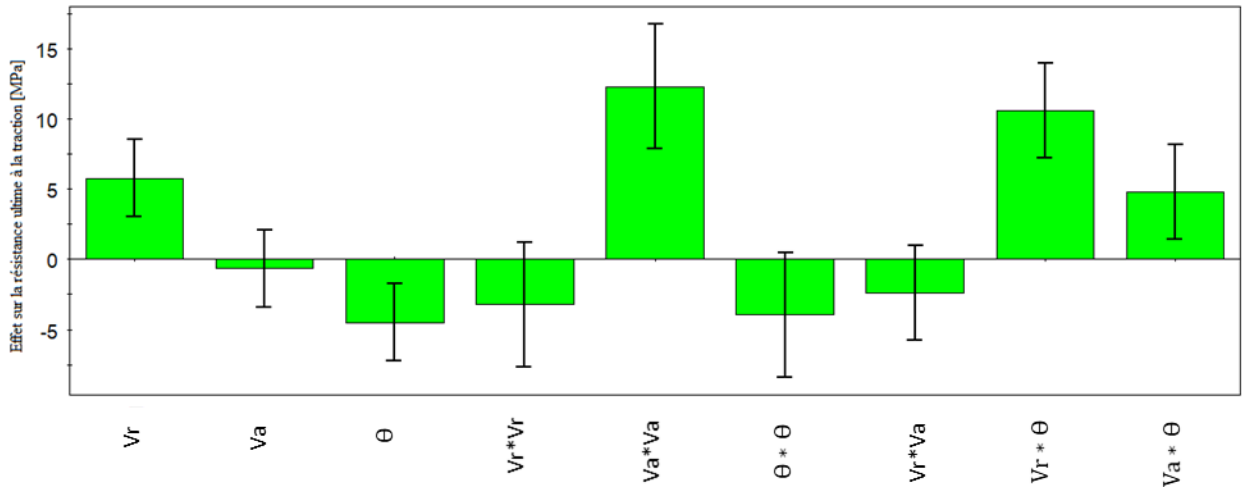


Figure II. 16: Effets des facteurs et leur interaction sur σ_U

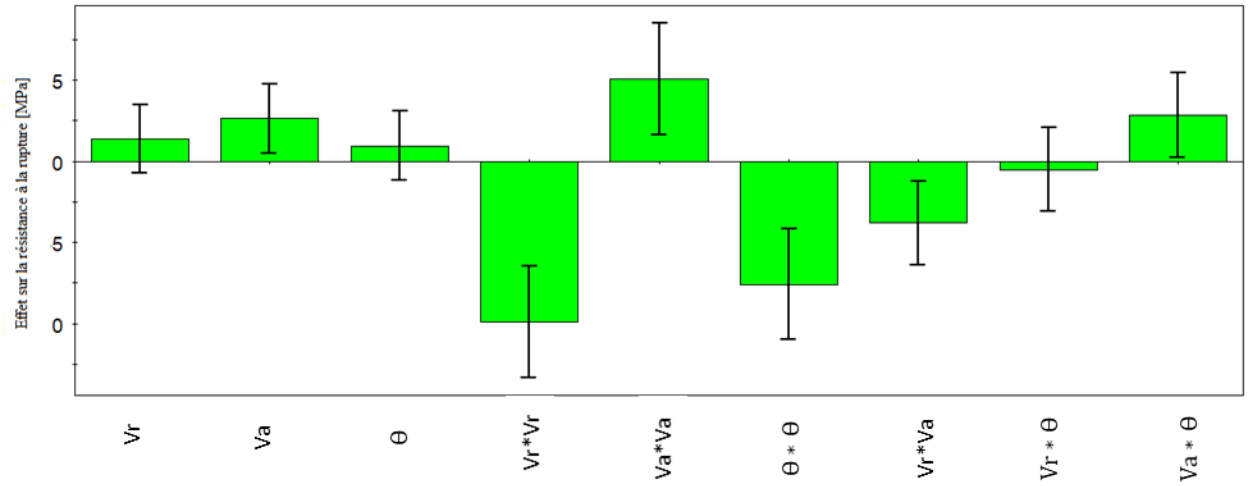
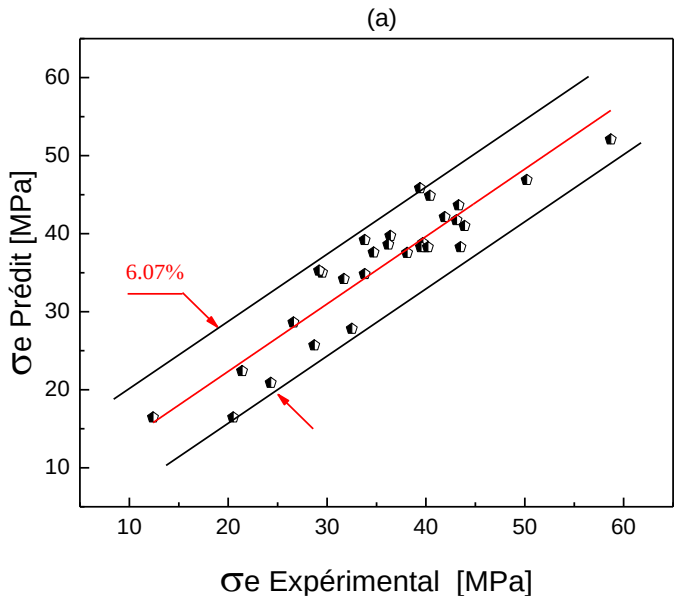
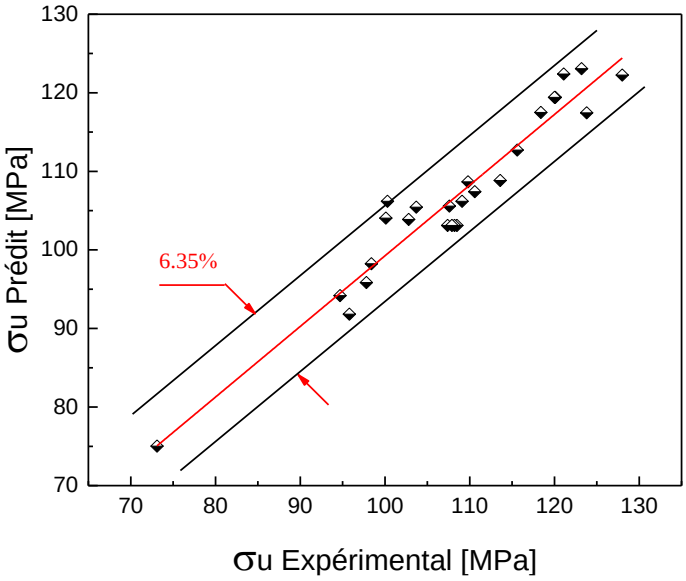


Figure II. 17: Effets des facteurs et leur interaction sur σ_m

II.9 Validation et optimisation du modèle

La validation des modèles est effectuée en comparant les résultats expérimentaux avec ceux obtenus par les modèles proposés. Vingt-sept cas d'essai sont générés au hasard en assignant des valeurs intermédiaires aux variables du processus et pour chaque combinaison, en changeant la vitesse de rotation (1000-2000 tr/min), la vitesse de déplacement (200-400 mm/min) et l'angle d'inclinaison de l'outil (0,5-2,5°). La figure 2. 16 montre cette comparaison grâce à laquelle nous voyons que les différences relatives obtenues sont comprises entre 0,23% et 6,07% pour σ_e, de 0,13% à 6,35% pour σ_U et de 0,29% à 4,74% pour σ_m. Les **Figure II. 18-a**, **18-b** et **18–c** montrent une bonne corrélation entre les résultats expérimentaux et les modèles proposés. Cependant, les résultats obtenus par les modèles prédits sont plus proches de la réalité.


(a)
σe Prédit [MPa]
σe Expérimental [MPa]
6.07%
10
20
30
40
50
60


σu Prédit [MPa]
σu Expérimental [MPa]
6.35%
70
80
90
100
110
120
130

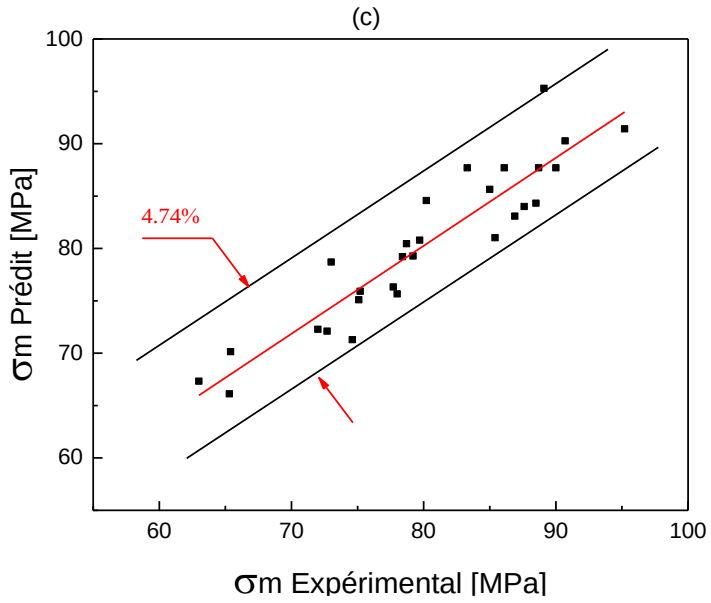


Figure II. 18: Prédiction et expérience : a) Limite d'élasticité b) Résistance ultime à la traction c) Résistance à la rupture

Le **Tableau II. 6** ci-dessous présente les valeurs des paramètres optimisés qui permettent d'obtenir les meilleures propriétés mécaniques d'un joint soudé. Ces valeurs sont obtenues par la maximisation de σ_e, σ_U et σ_m ; elles correspondent aux valeurs de Vr = 1423.93 tr/ min, Va = 400 mm/min et θ = 1.288-5°.

Tableau II. 6: Valeurs optimales des propriétés mécaniques du joint soudé

Vr [tr/min]	Va [mm/min]	θ [°]	σ_U [MPa]	σ_e [Mpa]	σ_m [Mpa]
1087,13	399,997	0,7508	116,771	49,9487	83,489
1685,85	200,015	1,3552	122,24	41,8872	91,1325
1694,02	200	1,281	122,59	41,7067	91,047
1900	400	2,0999	122,156	39,5626	86.7125
1423,93	400	1,2885	121,186	55,3134	94,6581
1087,13	399,997	0,7508	116,771	49,9487	83,489
1799,9	200	1,4948	122,716	41,8335	89,989
1600	400	1,5	118,225	42,2038	94,8028

La validation de ces modèles est réalisée en comparant les soudures optimisées proposées avec celles acquises par les modèles prédits **Figure II. 19**, pour une vitesse de rotation égale à 1425 tr/min, une vitesse d'avance égale à 400 mm/min et un angle d'inclinaison de 1.3°.

On constate que les résultats calculés avec le modèle proposé sont en accord avec les résultats expérimentaux. Ce modèle permet donc d'obtenir une meilleure prédiction du comportement mécanique d'un joint soudé.

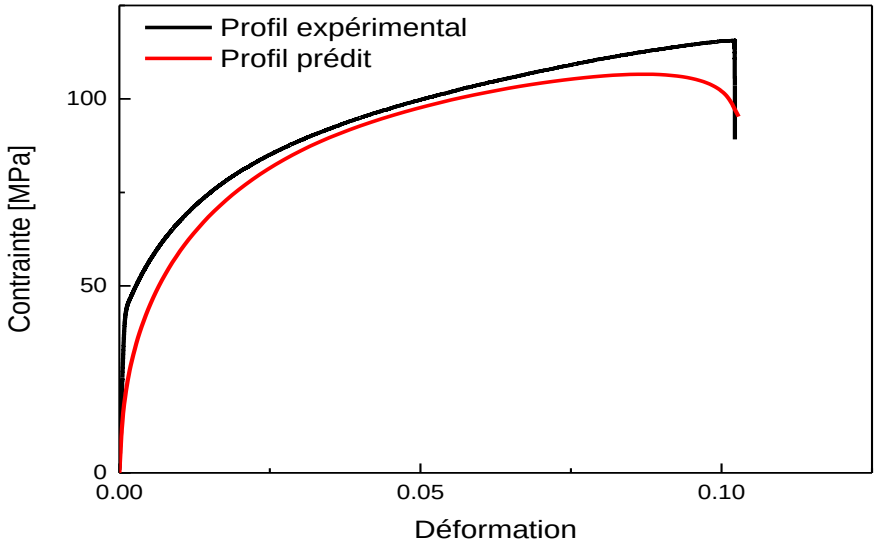


Figure II. 19 : Valeurs prédites et expérimentales de la courbe contrainte-déformation

II.10. Conclusion

Cette étude se concentre principalement sur l'influence de trois paramètres, à savoir la vitesse de rotation, la vitesse d'avance et l'angle d'inclinaison de l'outil. L'objectif principal de cette étude était de comprendre et d'expliquer les interactions entre les trois paramètres mentionnés ci-dessus, et de mettre en évidence l'influence de chacun d'entre eux sur les autres. Les propriétés mécaniques des joints, telles que la limite d'élasticité, la contrainte de rupture et la résistance à la rupture, ont donc été étudiées dans ce contexte.

Un modèle mathématique est proposé pour prédire le comportement mécanique de la jonction en utilisant la méthodologie de surface de réponse (RSM). Ce modèle est utilisé pour déterminer les valeurs optimales de ces paramètres qui sont responsables de la meilleure performance du joint FSW.

L'optimisation des paramètres du processus de soudage suggère que :

- Les propriétés de traction des joints soudés par friction-malaxage restent bonnes. En outre, les résultats indiquent que la rupture a le plus souvent lieu près de la zone affectée thermo-mécaniquement (ZATM). Les paramètres les plus influents sont de l'ordre de la vitesse de rotation, de la vitesse d'avance et de l'angle d'inclinaison de l'outil.
- Le modèle développé par l'approche des plans d'expériences a permis d'obtenir une meilleure prédiction du comportement mécanique d'un joint soudé. Ce modèle constitue un outil efficace pour sélectionner les paramètres optimaux du procédé de soudage par friction-malaxage (FSW).
- Les valeurs optimisées des paramètres qui permettent d'obtenir les meilleures propriétés mécaniques d'un joint soudé correspondent aux valeurs de Vr = 1423.93 tr/min, Va = 400 mm / min et θ = 1.2885°.
- Les combinaisons des différents facteurs conduisant à la meilleure qualité du joint FSW permettent d'obtenir une résistance à la traction du joint soudéégales à 75% de celle du métal de base.

CHAPITRE 3 :

Etude gravimétrique et thermodynamique

III.1. Introduction

Ce chapitre a pour but d'étudier les mécanismes de corrosion, afin de quantifier la qualité de soudure FSW et de comprendre les mécanismes de corrosion de joints soudés FSW de l'alliage d'aluminium 3003. Il s'articule autour de trois facteurs d'influence : l'effet du milieu corrosif, l'effet de température, l'effet de l'ajout de l'éthylène glycol et de sa concentration .Pour cette étude, il sera nécessaire de comparer la corrosion dans le joint soudé FSW et le métal base.

Cette étude est donc composée de deux parties :

- la première étude gravimétrique consiste à mesurer la perte de masse des échantillons, qui servira par la suite au calcul de la vitesse de corrosion. Cette méthode présente l'avantage d'être d'une mise en œuvre simple et de ne pas nécessiter un appareillage important.
- la seconde partie est consacrée à l'étude thermodynamique. Il s'agit d'évaluer les paramètres thermodynamiques de la corrosion des deux échantillons MB et joint FSW, à savoir :lL'enthalpie d'activation ΔH_a, l'énergie d'activation E_a, l'enthalpie standard d'adsorption ΔG_{ads} et l'entropie d'activation ΔS_a en présence et en absence des inhibiteurs. L'objectif est alorsd'aider à comprendre la cinétique du processus de corrosion.

III.2. Le milieu corrosif

La préparation des échantillons avant les essais de corrosion comporte généralement deux étapes :

- dans un premier temps, un polissage mécanique avec des papiers abrasifs de granulométrie 1200 et 2000.
- dans un second temps un polissage de nature chimique consistant en un nettoyage dans différents solutions et réactifs.

Une étude préliminaire a été effectuée pour choisir le milieu corrosif. Cette étude a été réalisée au laboratoire de chimie de l'université UDL de Sidi Bel Abbes. Des échantillons de métal de base et joint soudé par FSW ont été immergés pendant 24 heures dans une solution 35g/L NaCl à des températures de 25, 45 65 et 85° C. Il a alors été remarqué que la masse perdue Δm était identique quelle que soit la température du bain d'immersion, ce qui correspond finalement à une vitesse de corrosion nulle. Ce milieu corrosif a été exclu de la présente analyse.

D'autres essais préliminaires (préparation de trois milieux corrosifs différents) ont été réalisés ensuite en combinant entre trois solutions sel NaCl, chlorure d'hydrogène et l'éthylène glycol.

Cette fois-ci, l'échantillon s'est corrodé et la vitesse moyenne de corrosion révélée est significative. Le **Tableau III.1** regroupe les formulations retenues et qui nous ont conduit aux résultats les plus reproductibles.

Enfin, pour faire varier l'agressivité du milieu, nous avons souvent choisi de faire varier la température et la composition de la solution corrosive.

Tableau III.1 : Récapitulatif des milieux corrosifs

Solution	Compositions
Solution W	35g/L NaCl
Solution X	0.1M HCl
Solution Y	0.1M HCl+35g/L NaCl
Solution Z	(0.1M HCl+3.5% NaCl) 90%+(0.1M $(CH_2OH)_2$) 10%

III.3. Diffraction aux rayons-X (DRX)

Les spectres de l'alliage Al 3003 utilisés dans cette étude sont réalisés à température ambiante sur un diffractomètre vertical, « NOVA 1000» au laboratoire de Catalyse et Synthèse en Chimie Organique de l'université Abou Bekr Belkaid de Tlemcen. Les profils de raies ont été mesurés à l'aide d'un système automatique de comptage point par point avec un pas de 15°. Tous les diagrammes de diffraction sont enregistrés dans le domaine angulaire $2° < 2\theta < 80°$, qui peut être suffisant pour l'identification des différentes phases. La **Figure III. 2** présente le diffractogramme enregistré pour l'échantillon de l'alliage Al 3003 avant attaque chimique. Une surface de 30mm x 27mm a été analysée par DRX, l'analyse montre la présence des phases, comme $Al_X(FeMn)$ et Al.



Figure III. 1 : Diffractomètre de rayons X

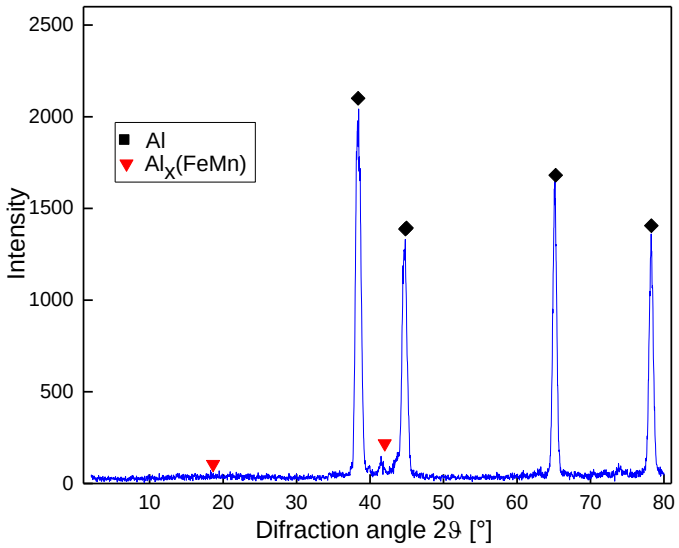


Figure III. 2: Diffractogramme des rayons X de l'alliage Al 3003

III. 4. Etude gravimétrique

Dans cette première approche, nous avons effectué des mesures gravimétriques du métal de base et du joint soudé par FSW dans les différents milieux électrolytiques préparés. La vitesse de corrosion est déterminée après 3 h d'immersion, à des températures de 25, 45, 65 et 85°C à l'aide d'un bain thermostaté (**Figure III. 3**). La valeur de la vitesse de corrosion correspond à la moyenne de trois essais effectués dans les mêmes conditions. Les dimensions des échantillons sont 30 mm x 27 mm x 1.8 mm (**Figure III. 4**).



Figure III. 3 : Attaque de corrosion sous diffèrent températures : a) T=25° b) T=85°

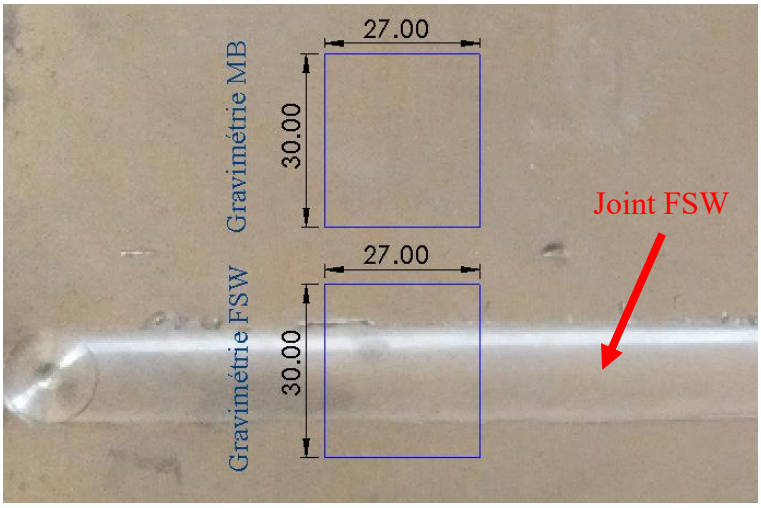


Figure III. 4: Schéma de l'extraction d'une coupe pour les tests gravimétriques

La vitesse de corrosion est calculée par la masse perdue de l'échantillon (Δm) rapportée à la surface (S) de l'échantillon et le temps d'immersion (t). L'équation suivante présente la relation utilisée pour calculer cette vitesse de corrosion:

$$W = \frac{\Delta m}{S.t} \qquad \text{(III. 1)}$$

Les mesures de perte de masse sont effectuées à l'aide d'une balance électronique de précision de sensibilité 0,0001g (**Figure III. 5**).



Figure III. 5 : Balance pour les mesures gravimétriques

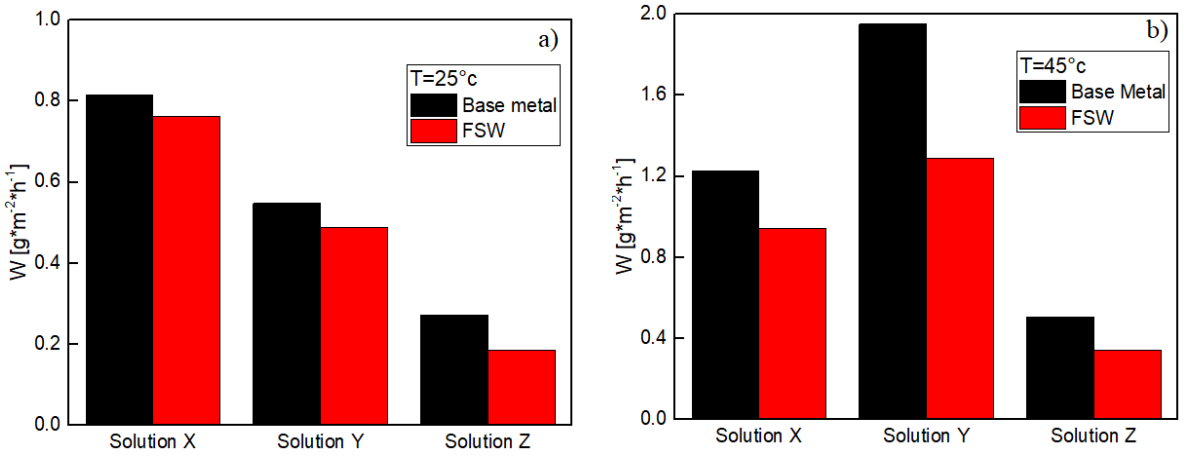
Le tableau suivant présente les différents résultats obtenus, qui portent sur l'analyse de l'effet de la température et du milieu corrosif sur l'évolution de la perte de masse et de la vitesse de corrosion du métal de base et celle du joint soudé par FSW.

Tableau III. 2 : Mesures de Δm et W_{corr} par gravimétrie pour différentes températures et différentes solutions d'immersion W ; X ; Y et Z.

Solutions	Températures T (°C)	métal de base sains		Soudage par friction malaxage (FSW)	
		Δm (g)	w_{corr} (g.mm^{-2}.h^{-1})	Δm (g)	w_{corr} (g.mm^{-2}.h^{-1})
X	**T = 25°C**	0,0044	**0,816311386**	0,0041	**0,763075**
	T = 45°C	0,0066	**1,224467079**	0,005067	**0,942987**
	T = 65°C	0,0106	**1,966568338**	0,010333	**1,923196**
	T = 85°C	0,02165	**4,449251998**	0,01955	**3,928390306**
Y	**T = 25°C**	0,007	**0,788815942**	0,0051	**0,592324176**
	T = 45°C	0,0201	**2,265028634**	0,0161	**1,869886123**
	T = 65°C	0,0445	**5,066721319**	0,0362	**4,38469**
	T = 85°C	0,079666667	**9,070759515**	0,075267	**9,116602**
Z	**T = 25°C**	0,001466667	**0,272103795**	0,001	**0,186115764**
	T = 45°C	0,002733333	**0,507102527**	0,001833333	**0,341212234**
	T = 65°C	0,002866667	**0,531839236**	0,002	**0,372231528**
	T = 85°C	0,022566667	**4,18668794**	0,0237	**4,410943607**

III.4.1. Effet de la température et du milieu sur la corrosion du joint FSW et métal de base

Afin de quantifier la qualité des joints FSW, les vitesses de corrosion ont été évaluées et comparées à celles du métal de base sous les différentes températures et milieux corrosifs définis précédemment. Les vitesses de corrosion sont synthétisées sous la forme d'histogramme (**Figure III. 6**).



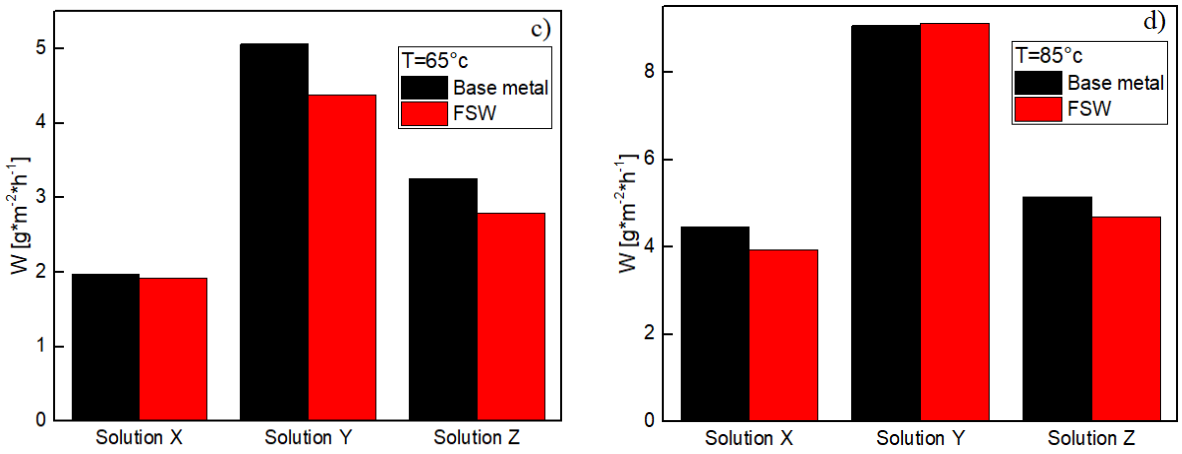


Figure III. 6 : Comparaison de la vitesse de corrosion de MB et joint FSW dans différentes solutions et températures.

D'une façon générale, dans la gamme de températures étudiées, nous remarquons pour les trois solutions que les vitesses de corrosion dans le métal de base sont différentes de celles du joint FSW. :

- faible variation obtenue dans la solution Y à 85°C de l'ordre de 0.5 %.
- valeur maximale dans la même solution à 45°C, l'ordre de 17.44%.

Nous pouvons toutefois remarquer, que les vitesses mesurées pour le métal de base sont plus élevées que celles obtenues dans le joint soudé par FSW. Ceci conduit à une meilleure résistance à la corrosion des joints FSW par rapport au métal de base.

Il faut rappeler ici que l'intensité de cette vitesse atteint des valeurs très faibles à température ambiante. Pour une température égale à 25°C, la vitesse maximale de corrosion est de 0,816 $g.mm^{-2}.h^{-1}$, tandis qu'elle est de 9,07 $g.mm^{-2}.h^{-1}$ pour une température égale à 85°C.

Nous constatons que la température a une forte influence sur la vitesse de corrosion, l'augmentation de cette dernière est d'autant plus forte que la température est plus élevée, et donc accélère la cinétique de corrosion.

Pour mieux évaluer l'effet de la température et du milieu corrosif sur la vitesse de corrosion, on a présenté l'évolution de cette dernière dans les différents milieux corrosifs aux différentes températures (**Figure III. 7**).

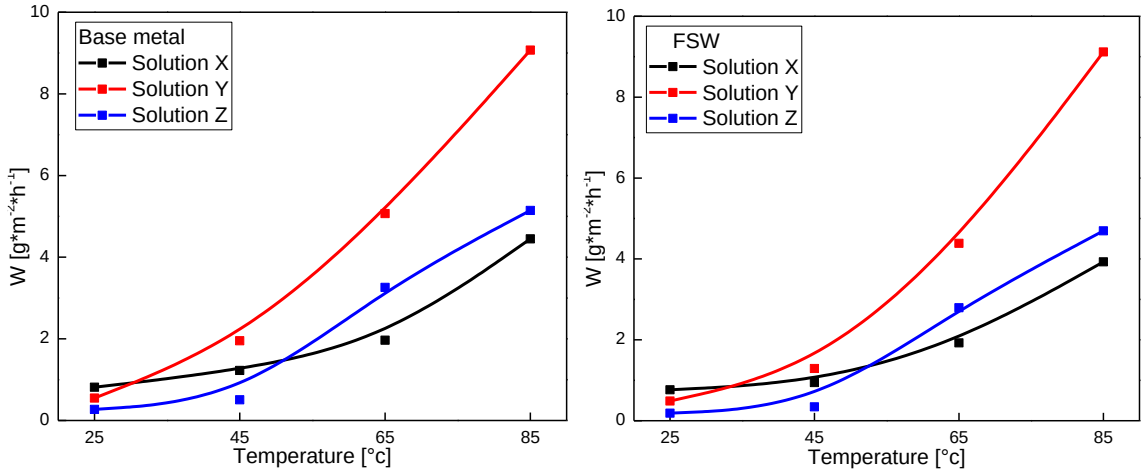


Figure III. 7 : Vitesse de corrosion des échantillons dans différentes solutions et sous différentes températures:a) base métal b) FSW

En analysant les courbes représentées sur cette figure, deux stades sont à observer :

- Dans le premier stade, l'augmentation de la vitesse est plus lente pour des températures fluctuant entre 25 et 45°C, les taux de corrosion mesurés pour le métal de base et joint FSW présentent des valeurs assez voisines les unes des autres. Cette évolutionest identique dans toutes les solutions.
- Dans le second stade, on observe une accélération rapide de la vitesse de corrosion dans le métal de base ainsi que le joint FSW. Ceci est valable pour une température comprise entre 45 et 85 °C. En effet, en milieu 0.1M HCl une augmentation de 340 % de la température conduit à une augmentation de 548% de la vitesse de corrosion dans le métal de base, contre une augmentation de 560% de la vitesse dans le cas du joint FSW. Après l'ajout de de 35g/L NaCl à 0.1M HCl, la vitesse augmente fortement, soit une valeur 2 fois supérieure à celle obtenue avec NaCl seul. Ce milieu permet de mettre rapidement en évidence le degré d'agressivité et la morphologie de l'attaque sur le métal de base ainsi que le joint FSW. Ces résultats nous permettent de choisir la solution Y comme le milieu le plus corrosif. Il constitue cependant des «milieux modèles» pour l'étude thermodynamique de la corrosion des deux échantillons.

III.4.2. Effet de l'ajout de l'éthylène glycol sur la corrosion du métal de base et joint FSW

Concernant la troisième solution, elle est préparée à partir de la seconde solution (0.1M HCl +35g/L NaCl) en ajoutant 10% de 0.1 M l'éthylène glycol à 90% de 0.1M HCl +35g/L NaCl. Sachant que l'éthylène glycol est un agent antigel utilisé dans la préparation des glaciol commerciaux. Le choix de 10% de l'éthylène glycol est réalisé par une petite expérience, en variant la quantité ajoutée de l'éthylène glycol pur (5%, 10%, 15% ; 20% ; 30% et 50%). Les solutions sont placées dans un congélateur pendant 48h. On a observé que 10% de l'éthylène glycol est suffisant pour empêcher la formation du gel.

À l'examen de la **Figure III. 7**, on remarque que la présence de l'éthylène glycol diminue considérablement la vitesse de la corrosion dans le métal de base que dans le joint FSW. En effet, à température ambiante la vitesse est 3 fois inférieure à celle obtenue avec 0.1M NaCl seul, mais après l'ajout de 35g/L NaCl à 0.1 M HCl, elle devient 2 fois inférieure à celle obtenue dans la combinaison de deux solutions précédentes à haute température (85°C).

Ce résultat nous permet de constater que l'ajout de 10% de 0.1 M l'éthylène glycol offre une protection contre la corrosion. Ce constat montre que l'éthylène glycol agit comme un inhibiteur de corrosion et que l'efficacité de ce dernier diminue lorsque la température augmente. Ceci est valable pour le métal de base comme pour le joint FSW.

III.4.2.1. Effet de concentration de l'inhibiteur sur la corrosion du métal de base et FSW dans la solution Y

Afin d'évaluer l'efficacité de l'inhibiteur, nous avons également étudié l'influence de la concentration de l'éthylène glycol dans le milieu plus agressif (solution Y) sur l'évolution de la vitesse de corrosion dans le cas d'un métal de base et joint soudé à 85°C. Dans cette étude quatre concentrations ont été choisies (10%, 20%, 30% et 40%) afin de connaître le taux de recouvrement de la surface métallique par les molécules inhibitrices.

Le taux de recouvrement θ est calculé à partir de l'équation suivante :

$$\theta\% = \frac{W_{corr} - W_{inh}}{W_{corr}} . 100 \qquad \text{(III. 2)}$$

Le **Tableau III. 3 :** Effet de concentration de l'inhibiteur sur la vitesse de corrosiondonne les valeurs de la vitesse de corrosion et du pourcentage de l'efficacité inhibitrice calculées par gravimétrie pour différentes concentrations en milieu 0.1 M HCI+ 35g/L NaCl à 85°C.

Tableau III. 3 : Effet de concentration de l'inhibiteur sur la vitesse de corrosion

Solution	$[(CH2OH)_2]$	W MB [g*m-2*h-1]	W FSW [g*m-2*h-1]	Efficacy MB [%]	Eefficacy FSW [%]
Solution Y	0%	9,070759515	/	9,116602	/
Ethylene glycol	10%	5.14374427	4.69527773	43.29312487	48.2372152
	20%	4.97412098	4.60503771	45.16312587	49.2320604
	30%	4.27920135	4.24944	52.8242222	53.1523243
	40%	3.40392652	2.97671088	62.47363281	67.1834439

L'observation du **Tableau III. 3** révèle que l'emploi d'éthylène glycol réduit la vitesse de corrosion tandis que l'efficacité inhibitrice croît avec la concentration en éthylène glycol. Cet anoblissement indique la formation d'une couche protectrice sur la surface des deux échantillons. Comme auparavant, dans le cas de l'effet de la température et le milieu corrosif sur la vitesse de corrosion, on observe que les vitesses dans le cas de FSW sont plus faibles que celles relevées pour le métal de base.

Pour confirmer les résultats précédents, nous avons tracé dans la **Figure III. 8** l'évolution de l'efficacité inhibitrice des deux échantillons en fonction de la concentration d'éthylène glycol.

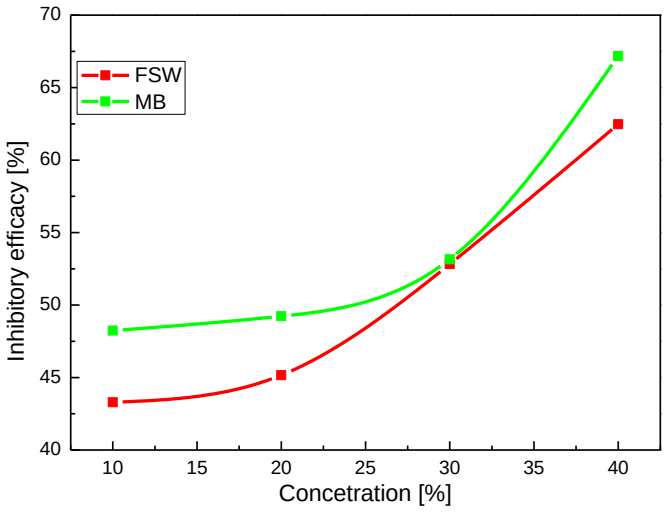


Figure III. 8 : Efficacité inhibitrice du MB et joint FSW en fonction de la concentration

A toutes concentrations d'inhibiteurs, les deux matériaux étudiés présentent la même évolution de l'efficacité. En effet, une augmentation de la concentration conduit à l'augmentation de l'efficacité. On remarque aussi que la performance de l'éthylène glycol a un effet plus marqué sur le joint

FSW. L'écart entre le joint FSW et le métal de base est de l'ordre de 5 %, sauf à une concentration de 30%, l'écart étant alors très faible. En plus des deux hypothèses évoquées précédemment, on peut aussi envisager que le pouvoir protecteur atteint 67% pour une concentration de 40% d'éthylène glycol. On peut donc confirmer que l'ajout des quantités plus importantes d'éthylène glycol présente un avantage à la protection contre la corrosion.

III.5. Etude thermodynamique

III.5.1. Paramètres thermodynamiques

Les paramètres thermodynamiques tels que l'énergie d'activation (E_a), l'enthalpie d'activation (ΔH_a) et l'entropie d'activation (ΔS_a) sont nécessaires pour comprendre la cinétique du processus de corrosion, ce qui peut aider à mieux comprendre le mécanisme de dissolution du métal de base et le joint soudé par FSW dans des solutions de 0.1M HCl+35g/L NaCl avec ou sans la présence d'éthylène glycol.

Cettea seconde partie rend compte d'une comparaison du comportement des deux matériaux métal de base et joint FSW par une étude thermodynamique dans le milieu électrolytique 0.1M HCl+35g/L NaCl en présence ou absence de différentes concentrations d'éthylène glycol à 85°C.

a. Energie d'activation de corrosion

Le premier paramètre thermodynamique déterminé par la gravimétrie est l'énergie d'activation de corrosion E_a, calculée à partir de l'équation suivante [122]:

$$W_{corr}^{Z} = F_a \, . e^{- \frac{E_a}{R\,T}} \qquad \text{(III. 3)}$$

W_{corr}^{Z} **:** Vitesse de la corrosion de l'échantillon dans milieu corrosif

F_a **:** Facteur pré-exponentiel du milieu corrosif

E_a **:** Energie d'activation de la corrosion de l'échantillon dans le milieu corrosif

R **:** Constante des gaz parfaits (8,314 $J.mol^{-1}.K^{-1}$)

T **:** Température d'immersion

Le calcul expérimental de l'énergie d'activation E_a est effectué par l'étude graphique de l'Arrhenius de la vitesse de la corrosion des échantillons testés dans la solution Z à différentes

températures. Cette valeur est obtenue par lissage de la courbe dans un diagramme logarithmique de la vitesse de corrosion $ln\, W_{corr}^{Z}$ **:**

$$ln\, W_{corr}^{Z} = -\frac{E_a}{R\,T} + ln\, F_a \qquad \text{(III. 4)}$$

La variation du logarithme de la vitesse de corrosion du métal de base et du joint FSW en fonction de l'inverse de la température est regroupée dans le **Tableau III. 4**.

Tableau III. 4 : Valeurs de $\ln W$ et $\frac{1}{T}$ utilisé pour le calcul des énergies d'activation de la corrosion des deux échantillons MB et FSW dans les solutions Y et Z.

Solutions	Température T (k)	$\frac{1}{T}$	métal de base		Joint soudé (FSW)	
			W_{corr} (g.mm^{-2}.h^{-1})	$\ln W_{corr}$	W_{corr} (g.mm^{-2}.h^{-1})	$\ln W_{corr}$
Y	298	**0,003355705**	0,788815942	**-0,237222265**	0,592324176	**-0,523701199**
	318	**0,003144654**	2,265028634	**0,817587401**	1,869886123	**0,625877532**
	338	**0,00295858**	5,066721319	**1,622693926**	4,38469	**1,478118928**
	358	**0,002793296**	9,070759515	**2,205056**	9,116602	**2,210097147**
Z	298	**0,003355705**	0,272103795	**-1,301571686**	0,186115764	**-1,681386412**
	318	**0,003144654**	0,507102527	**-0,679042073**	0,341212234	**-1,075250608**
	338	**0,00295858**	0,531839236	**-0,631414023**	0,472231528	**-0,750285888**
	358	**0,002793296**	4,18668794	**1,431909954**	4,410943607	**1,484088636**

La **Tableau III. 4** donne le tracé du logarithme de la vitesse de corrosion ($\ln W$) en fonction du rapport $\frac{1}{T}$**. C**e tracé est linéaire. En identifiant la relation (4) avec cette droite, on peut déterminer les coefficients directeurs et les origines des deux droites. Ces grandeurs sont présentées dans le **Tableau III. 5**.

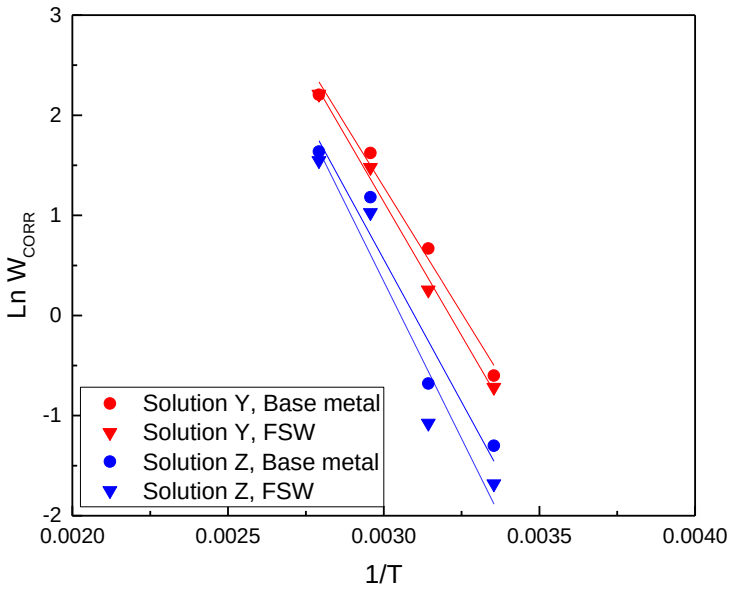


Figure III. 9 : Variation de $ln\, W_{corr}$ en fonction de l'inverse de la température $\frac{1}{T}$ dans les solutions Y et Z.

Les valeurs de l'énergie d'activation pour nos échantillons MB et joint FSW dans chacun des milieux Y et Z sont présentées dans le tableau 3. 5.

Tableau III. 5 : Energies d'activation de MB et joint FSW

	Solution Y		Solution Z	
	MB	FSW	MB	FSW
E [j/mol]	605.751921	643.000282	685.14373	755.406864

b. L'enthalpie et l'entropie de corrosion

Nous pouvons aussi déterminer l'enthalpie ΔH^*et l'entropieΔS^* de corrosion de nos échantillons dans les deux milieux corrosifs Y et Z en utilisant la formule alternative de l'équation d'Arrhenius suivante [123,124].

$$W\ corr = \left(\frac{R.T}{N.h}\right) e^{\frac{\Delta S^*}{R}} e^{\frac{-\Delta H^*}{R.T}} \quad \text{(III. 5)}$$

N *:* nombre d'Avogadro

h **:** constante de Planck ($6{,}62.10^{-38}$ usi)

ΔS^* **:** Entropie d'activation

ΔH^***:** Enthalpie d'activation

Ces deux paramètres (ΔH^*et ΔS^*) sont déterminés en faisant une approximation linéaire sur l'évolution du logarithme de la vitesse de corrosion. On peut démontrer facilement que la relation entre $\ln\frac{W_{corr}}{T}$ et $\frac{1}{T}$ est de forme linéaire, soit :

$$\ln\frac{W_{corr}}{T} = -\frac{\Delta H^*}{R.T} + \frac{\Delta S^*}{R} + \ln\frac{R}{N.h} \quad \text{(III. 6)}$$

Ou encore

$$ln\frac{W_{corr}}{T} = a\frac{1}{T} + b \quad \text{(III. 7)}$$

Avec $a = -\frac{\Delta H^*}{R}$ et $b = \frac{\Delta S^*}{R} + \ln\frac{R}{N.h}$

La variation du $ln\frac{W_{corr}}{T}$ du métal de base et du joint FSW en fonction de l'inverse de la température est regroupée dans le **Tableau III. 6**.

Tableau III. 6 : Valeurs de $\ln\frac{W_{corr}}{T}$ et $\frac{1}{T}$ utilisées pour le calcul des enthalpies et des entropies de corrosion des deux échantillons MB et joint FSW dans les solutions Y et Z.

Solutions	Température T (k)	$\frac{1}{T}$	métal de base sains (BM)	Soudage par friction malaxage (FSW)
			$\ln\frac{W_{corr}}{T}$	$\ln\frac{W_{corr}}{T}$
Y	298	0,003355705	-5,934315752	-6,220794686
	318	0,003144654	-4,944463982	-5,136173851
	338	0,00295858	-4,20035197	-4,344926968
	358	0,002793296	-3,675476987	-3,670435839
Z	298	0,003355705	-6,998665173	-7,378479898
	318	0,003144654	-6,441093456	-6,837301991
	338	0,00295858	-6,454459919	-6,573331784
	358	0,002793296	-4,448623033	-4,39644435

La **Figure III. 10** donne le tracé ln $\frac{W_{corr}}{T}$ en fonction du rapport $\frac{1}{T}$, sous forme d'une ligne droite. En identifiant la relation (6) avec cette courbe (figure 3. 7), on peut déterminer les coefficients directeurs et les origines des deux droites représentant respectivement l'enthalpie ΔH^*et l'entropie ΔS^* de corrosion. Ces grandeurs sont données dans le **Tableau III. 7**.

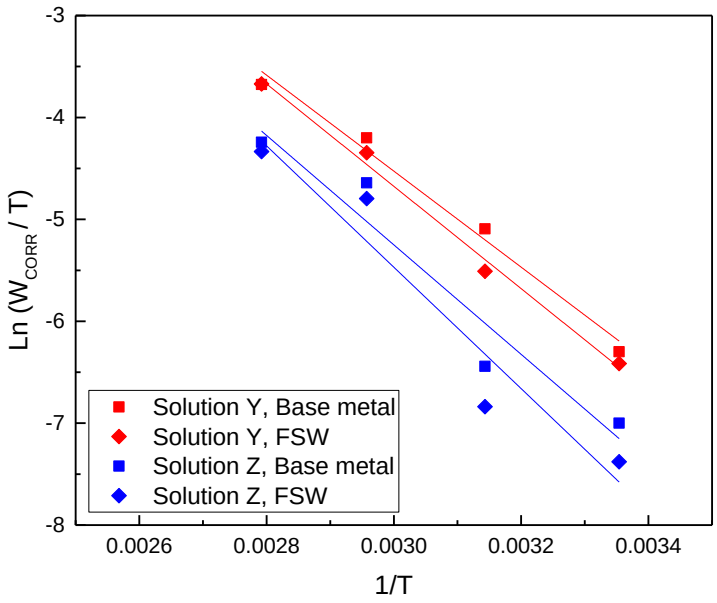


Figure III. 10 : Variation de $\boldsymbol{ln\frac{W_{corr}}{T}}$ en fonction de l'inverse de la température $\frac{1}{T}$ dans les solutions Y et Z.

Tableau III. 7 : Valeurs thermodynamiques obtenues par l'étude gravimétrique de corrosion des échantillons MB et joint FSW dans les deux solutions Y et Z

	Solution Y		Solution Z	
	MB	FSW	MB	FSW
-ΔH*[j/mol]	566.54312	603.791481	645.934929	716.198063
-ΔS*[j/(mol*k)]	117.69099	111.20571	107.23971	94.493648

En comparant les énergies d'activation, on remarque que la valeur obtenue en présence de l'éthylène glycol est supérieure à celle en son absence, ce résultat est identique pour le métal de base et le joint FSW. Cela implique que l'ajout l'éthylène glycol empêche la dissolution du métal de base et du joint FSW dans un milieu 0.1M HCl+35g/L NaCl cela en renforçant la barrière d'énergie pour le processus de corrosion de nos deux échantillons. De plus, nous constatons aussi que les liaisons formées lors de l'adsorption de l'inhibiteur sur la surface de nos deux échantillons sont de nature électrostatique (adsorption physique). Ce type de liaisons croît sensiblement lorsque la température augmente[125] et ne permet pas d'obtenir une meilleure protection contre la corrosion quand la température est élevée. Cet effet est plus marqué dans le cas du joint FSW conduisant ainsi à une meilleure résistance à la corrosion du joint soudé que celle du métal de base sur une soudure par FSW de l'alliage AA 3003. Ce résultat permet de confirmer ce qui a été annoncé précédemment : diminution de la vitesse de corrosion et de l'efficacité d'inhibition avec l'augmentation de la température.

Les valeurs de l'enthalpie obtenues sont positives traduisant la nature endothermique du processus de corrosion des échantillons testés. En effet, l'enthalpie du joint soudé FSW de l'alliage d'aluminium AA 3003 est supérieure à celle du métal de base en présence de l'éthylène glycol. On constate donc que l'inhibition de la corrosion d'un joint soudé par FSW est meilleure que celle du métal de base.

Concernant l'entropie, on remarque que la valeur obtenue en présence l'éthylène glycol est inférieure à celle en son absence conduisant ainsi à l'accélération de la cinétique de corrosion des deux échantillons. En plus, l'entropie dans le métal de base est supérieure à celle du joint FSW déduit par les valeurs importantes des vitesses de corrosion dans le métal de base.

III.5.2. Isothermes d'adsorption

Afin de trouver l'isotherme d'adsorption convenable aux échantillons utilisés, différents types d'isothermes ont été testés à savoir : Frumkin, Langmuir, Freundlich et Temkin (**Figure III. 11**, **Figure III. 12**, **Figure III. 13** et **Figure III. 14**). Pour ces isothermes, le taux de recouvrement θ est relié à la concentration en inhibiteur C par les équations suivantes :

Isotherme	Variables	Equation
Langmuir [126, 127]	C_{inh}: Concentration de l'adsorbant θ : taux de recouvrement K_{ads}: Constante d'equilibre d'adsorption	$\frac{C_{inb}}{\theta} = \frac{1}{K_{ads}} + C_{inb}$ (III. 8)
Temkin [127]	C_{inh}: Concentration de l'adsorbant θ : taux de recouvrement K_{ads}: Constante d'equilibre d'adsorption a : paramètre d'interaction moléculaire	$\theta = -\frac{1}{2.a} \ln K_{ads} - \frac{1}{2.a} \ln C_{inb}$ (III. 9)
Freundlich [127, 128]	C_{inh}: Concentration de l'adsorbant θ : taux de recouvrement K_{ads}: Constante d'equilibre d'adsorption n: Pente	$\ln\theta = \ln K_{ads} + n.\ln C_{inb}$ (III. 10)
Frunkin [127]	C_{inh}: Concentration de l'adsorbant θ : taux de recouvrement K_{ads}: Constante d'equilibre d'adsorption a : paramètre d'interaction moléculaire	$\ln\left(C_{inb}\left(\frac{1-\theta}{\theta}\right)\right) = -\ln K_{ads} - 2a\theta$ (III. 11)

Le tracé de la courbe C/θ en fonction de la concentration volumique de l'éthylène glycol donne une droite, indiquant ainsi que l'adsorption de l'éthylène glycol à la surface du métal de base et celle

du joint FSW suit l'isotherme de Langmuir. On constate que l'inhibition de la corrosion est due à la formation d'une monocouche à la surface des deux échantillons, limitant l'accès de l'électrolyte, ceci constitue une preuve de la diminution des vitesses de corrosion mesurée lors de l'étude gravimétrique. Ces résultats confirment les travaux de E.L. Din évoquant que dans le cas l'alliage d'aluminium, le tolytriazole suit l'isotherme de Langmuir [129].

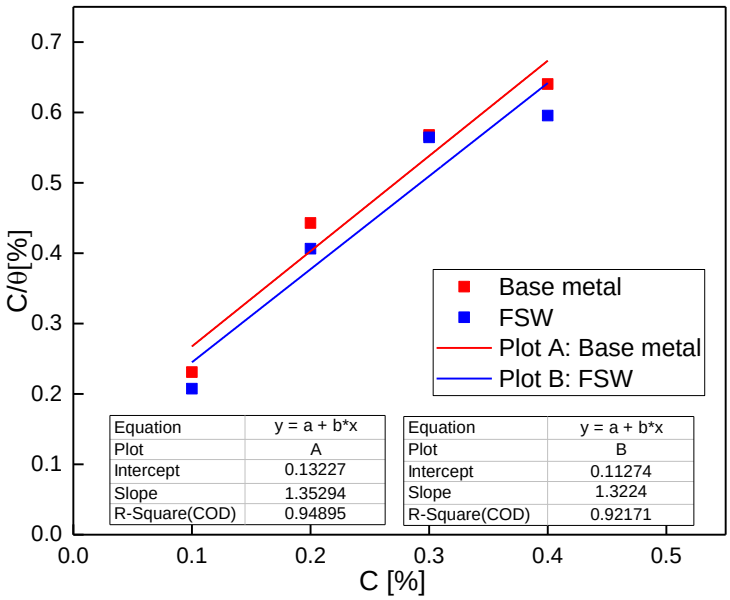


Figure III. 11 : Courbes d'adsorption de Langmuir des échantillons dans la solution Z

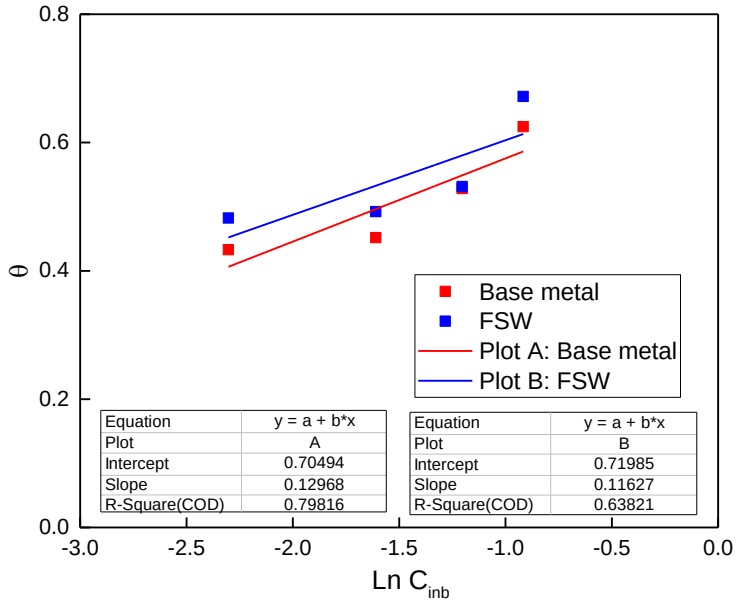


Figure III. 12 : Courbes d'adsorption de Temkin des échantillons dans la solution Z

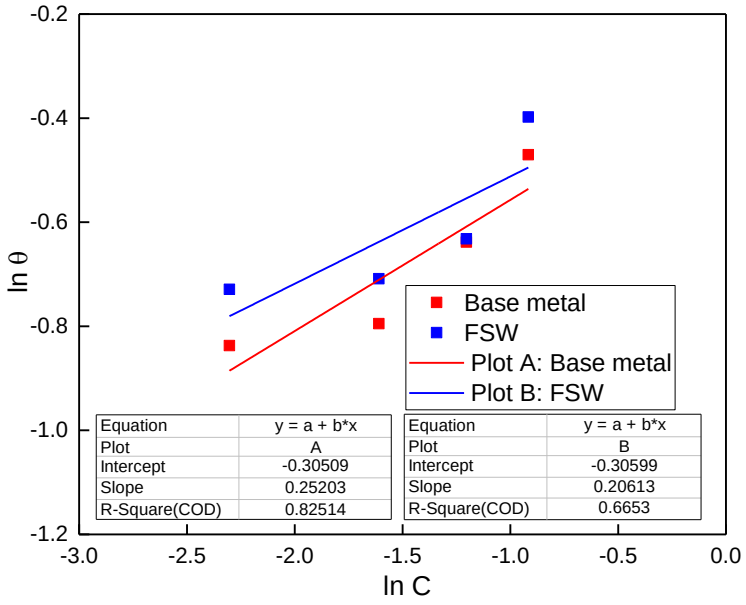


Figure III. 13 : Courbes d'adsorption de Freundlich des échantillons dans la solution Z

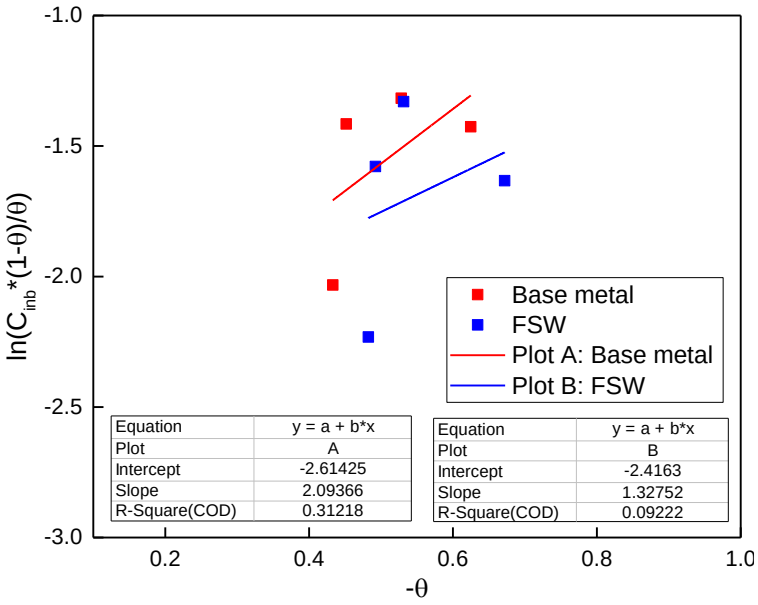


Figure III. 14 : Courbes d'adsorption de Frunkin des échantillons dans la solution Z

a. Enthalpie standard d'adsorption

Pour terminer cette analyse, les valeurs d'enthalpie standard d'adsorption ΔG^*_{ads} et la constante d'équilibre K_{ads} ont été calculées. L'équation de Gibb Helmholtz donne la relation entre l'enthalpie standard d'adsorption et la constante d'adsorption [126]:

$$\Delta G^*_{ads} = -R.T.\mathrm{Ln}(55.5K_{ads}) \quad \text{(III. 12)}$$

ΔG^*_{ads}: énergie libre standard d'adsorption

Le **Tableau III. 8** donne les enthalpies standard d'adsorption et la constante d'adsorption calculées des deux échantillons MB et joint FSW.

Tableau III. 8 : Valeurs de ΔG^* de corrosion des deux échantillons MB et FSW.

	K_{ads}	ΔG^*
MB	7.558579	-4267,98
FSW	8.873114	-4381,3

Nous remarquons que les valeurs ΔG^*_{ads} sont négatives assurant la spontanéité du processus d'adsorption et la stabilité de la couche adsorbée sur la surface du joint FSW et du métal de base. L'enthalpie standard d'adsorption du joint FSW était supérieure à celle du métal de base indiquant une forte interaction de l'éthylène glycol avec la surface corrodée, cette interaction est moins importante dans le métal de base. De plus, on peut noter que les valeurs de ΔG^*_{ads} sont inférieures de 40KJ/mol donc l'adsorption de l'éthylène glycol est du type physi-sorption. La physi-sorption est justifiée par les interactions électrostatiques des forces de Van der Waals qui sont exercées entre l'éthylène glycol et la surface du métal.

Tous les résultats des paramètres thermodynamiques et ceux obtenus par l'étude gravimétrique convergent donc et mettent en évidence une meilleure résistance à la corrosion dans le joint FSW que du métal de base sur une soudure par FSW de l'alliage d'aluminium 3003. Ces résultats ont confirmé aussi que l'ajout de l'éthylène glycol ralentit la cinétique de corrosion des deux matériaux.

III.6. Conclusion

Afin de mieux comprendre les mécanismes de corrosion de joint FSW de l'alliage d'aluminium 3003, cette étude s'est articulée autour de trois axes : l'effet de milieu corrosif, l'effet de température, l'effet de l'ajout de l'éthylène glycol et de sa concentration.

Nous avons utilisé pour cette étude une méthode de gravimétrie, qui consiste à mesurer la perte de masse des échantillons, qui servira par la suite au calcul de la vitesse de corrosion. Une étude thermodynamique pour évaluer les paramètres thermodynamiques de la corrosion des deux échantillons MB et joint FSW, ce qui aide à comprendre la cinétique du processus de corrosion.

Les résultats obtenus par les deux études, donnent les conclusions suivantes :

- La température a une forte influence sur la vitesse de corrosion, l'augmentation de cette dernière est d'autant plus forte que la température est plus élevée, et donc accélère la cinétique de corrosion dans le joint FSW et le métal de base.
- Les vitesses mesurées pour le métal de base sont plus élevées que celles obtenues dans le joint soudé par FSW. Ceci conduit à une meilleure résistance à la corrosion des joints FSW par rapport au métal de base.
- L'intensité de la vitesse de corrosion atteint des valeurs très importante dans le milieu 0.1M HCl+35g/L NaCl.
- La présence de l'éthylène glycol diminue considérablement la vitesse de la corrosion, la performance de l'éthylène glycol a un effet plus marqué sur le joint FSW.
- L'augmentation de la concentration de l'éthylène glycol conduit à l'augmentation de l'efficacité.
- L'adsorption de l'éthylène glycol à la surface du métal de base et celle du joint FSW suit l'isotherme de Langmuir par former une monocouche sur la surface deux échantillons, limitant l'accès de l'électrolyte.
- L'adsorption de l'éthylène glycol est du type physi-sorption.

Tous les résultats des paramètres thermodynamiques et ceux obtenus par l'étude gravimétrique convergent donc et mettent en évidence une meilleure résistance à la corrosion dans le joint FSW que du métal de base sur une soudure par FSW de l'alliage d'aluminium 3003.

CHAPITRE 4 :

Effet de la corrosion sur les caractéristiques microstructurale et mécaniques du joint FSW

IV.1 Introduction

Les résultats et les analyses présentés dans le chapitre 3 l'ont démontré : les milieux corrosifs et la température accélèrent la cinétique de corrosion du joint FSW. Cet effet est plus marqué dans le milieu 0.1M HCl+35g/L NaCl et pour une température de 85°C quel que soit le milieu corrosif. Ceci a résulté de la dégradation des caractéristiques mécaniques. Les résultats ont aussi montré que l'éthylène glycol ralentit la cinétique de corrosion du joint FSW. : il agit comme un inhibiteur de corrosion et l'efficacité de ce dernier diminue lorsque la température augmente.

Ce chapitre présente une étude complémentaire au chapitre précédent, il sera donc consacré à l'étude du comportement à la corrosion du joint FSW d'alliage d'aluminium 3003. L'influence de trois milieux corrosifs a été évaluée en parallèle avec l'étude de l'effet de la température. Ce chapitre est composé de deux parties : la première, présente les expériences réalisées afin d'évaluer de manière claire l'effet de corrosion sur le comportement mécanique du joint soudé par FSW. Des essais statiques de traction des éprouvettes prélevées perpendiculairement à la direction de soudage ont été réalisés. De plus, la caractérisation microstructurale par la méthode de spectrométrie fluorescence des rayons x (FRX ou SFX) et des profils de micro-dureté permettent de donner de l'importance à l'influence des paramètres étudiés sur les différentes zones de la soudure FSW.
Enfin, la dernière partie de ce chapitre sera consacrée à l'influence de la corrosion sur la résistance à la propagation d'un joint FSW. Des essais de fatigue ont été menés sur des éprouvettes SENT. L'effet du milieu corrosif, la température et l'ajout de l'éthylène glycol ont été étudiés. Il s'impose de réaliser des essais de fatigue-propagation en milieu corrosif à (ΔP) constant afin d'en déterminer les propriétés en fatigue-propagation, et de mieux comprendre ce qui affecte la propagation des fissures de fatigue des joints-soudés après attaque corrosive.

IV. 2 Prélèvement et géométrie des éprouvettes

Les paramètres de soudage utilisés sont les paramètres optimaux de ce procédé déterminé précédemment (Chapitre 2), à savoir une vitesse de rotation de 1500 rot/min, une vitesse de soudage égale à 300mm/min, et l'angle d'inclinaison de l'outil égal à 1,5°. Les plaques soudées ont des dimensions finales de 400×210×1.8 mm (**Figure IV. 1**).

La **Figure IV. 1** montre l'extraction des échantillons pour les essais de traction monotone, micro-dureté et fatigue, les éprouvettes ont été découpées par jet d'eau. 14 échantillons sont destinés aux essais de traction selon la norme ASTM-E8[130], 14 pour la micro-dureté et 10 pour les essais de fatigue de type SENT.

Les essais de fissuration ont été effectués sur des éprouvettes SENT d'épaisseur $1.8mm$ selon la norme ASTM E606 [131], fabriquées à partir des plaques soudées avec l'entaille usinée perpendiculairement au joint soudé, elles ont été usinées de manière à ce que l'entaille soit alignée dans le noyau. La géométrie de l'éprouvette et représentée sur la **Figure IV. 1**.

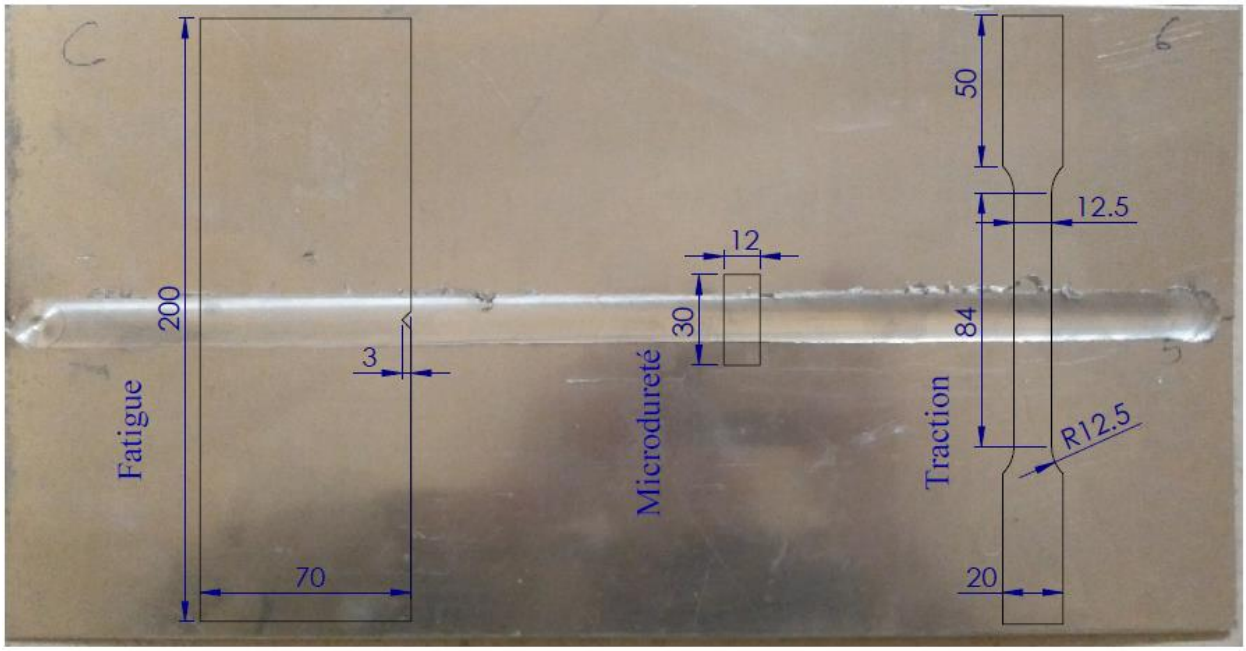


Figure IV. 1 : Extraction des échantillons (dimensions réelles en mm)

IV.3 Conditions expérimentales des essais de corrosion

Afin d'étudier l'influence de la corrosion sur le comportement des joints FSW des alliages d'aluminium 3003, dans un premier temps, cette partie s'articule autour de trois facteurs d'influence : l'influence du milieu corrosif, l'effet de température dans un milieu corrosif et l'effet de l'ajout de l'éthylène glycol (inhibiteur). Les essais de corrosion ont été effectués sur deux géométries d'échantillons :

- Plaques de dimension 30 x 15 x 2 mm (destiné à la mesure de micro-dureté) ,
- Des éprouvettes de traction.

Les éprouvettes en forme d'haltère ont été utilisées afin de pouvoir évaluer les propriétés mécaniques du joint FSW après essais de corrosion (limite élastique, contrainte maximale à la rupture et l'allongement). Tandis que les échantillons rectangulaires ont eu pour objectif de mesurer la micro-dureté. Quatre différentes solutions d'immersion W ; X ; Y et Z ont été utilisées. Le **Tableau IV. 1** regroupe les formulations et compostions chimiques des milieux corrosifs retenues aux essais de traction et micro-dureté. Tous les essais de corrosion ont été réalisés au laboratoire de chimie de l'université UDL de Sidi Bel Abbes.

Tableau IV. 1: récapitulatif des milieux corrosifs

Milieu corrosif	Compositions
Solution W	35g/L NaCl
Solution X	0.1M HCl
Solution Y	0.1M HCl+35g/L NaCl
Solution Z	(0.1M HCl+3.5% NaCl) 90%+(0.1M $(CH_2OH)_2$) 10%

Une fois polis, nettoyés à l'eau dés-ionisée et séchés, les échantillons sont immergés dans les différentes solutions agressives à des températures de 25, 45, 65 et 85°C à l'aide d'un bain thermo-staté pendant 24 heures (**Figure IV. 2**).



Figure IV. 2: Bain thermo-staté utilisé pour les essais de corrosion

En examinant attentivement les résultats du chapitre 3, nous constatons que les vitesses de corrosion maximale sont enregistrées dans la solution Y (0.1M HCl+35g/L NaCl). Ces résultats nous permettent de choisir la solution Y comme le milieu le plus corrosif. Il constitue cependant un «milieu modèle» pour vérifier la résistance à la corrosion des joints soudé par friction malaxage dans le cas d'un chargement cyclique. Enfin, pour faire varier l'agressivité du milieu, nous avons souvent choisi de faire varier la température et la composition de la solution corrosive (ajout de l'éthylène glycol).

Les essais d'immersion sont effectués en fixant un échantillon (éprouvette SENT) sur un support en téflon dans un bêcher contenant 500 ml de la solution Y à différentes températures pendant 24 h (**Figure IV. 3**). Le bêcher a été raccordé par un réfrigérant à eau. Ce dernier se compose d'un system de condensation de vapeur qui permet de réaliser des expériences à haute température sans des pertes de réactifs chimiques (**Figure IV. 4)**

Les éprouvettes de fatigue (SENT) ont été utilisées afin de pouvoir évaluer les propriétés mécaniques du joint FSW après essais de corrosion

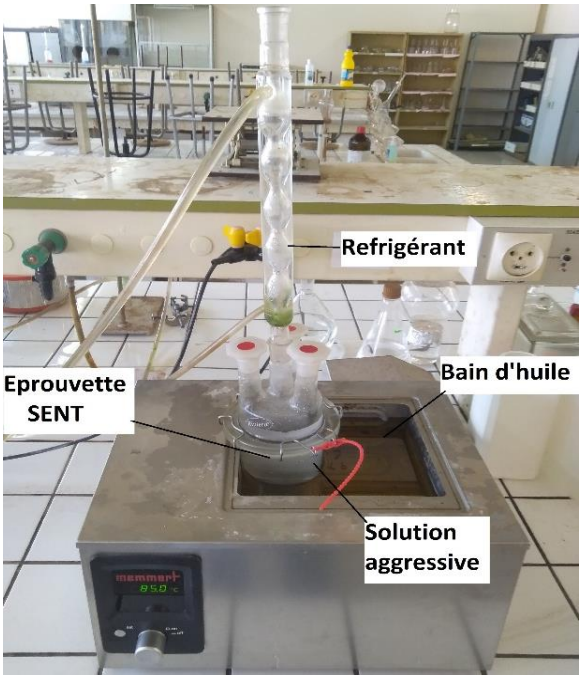


Figure IV. 3 : Dispositif utilisé pour l'attaque corrosive à différentes températures des éprouvettes SENT

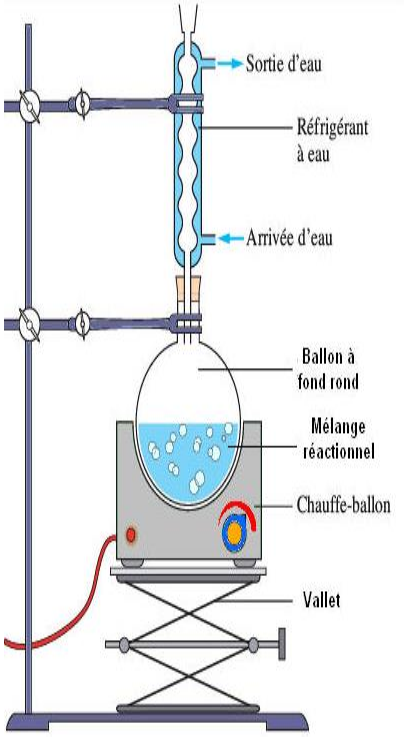


Figure IV. 4 : Schéma d'un réfrigérant à eau [132]

IV.4. Caractérisation chimique du joint FSW

Une identification et une quantification des compositions chimiques des différentes zones du joint FSW permettent de mieux comprendre l'évolution de la sévérité de la dégradation pendant l'immersion des échantillons dans les différentes solutions. Les analyses chimiques ont été réalisées dans la plateforme technologique de l'université UDL de Sidi Bel Abbes. La composition chimique des différentes zones de joint soudé a été déterminée par la méthode de spectrométrie fluorescence des rayons x (FRX ou SFX) (**Figure IV. 5),** les **Figure IV. 7, IV. 8, IV. 9** et **IV. 10** montrent la différence entre les zones de joint soudé FSW.

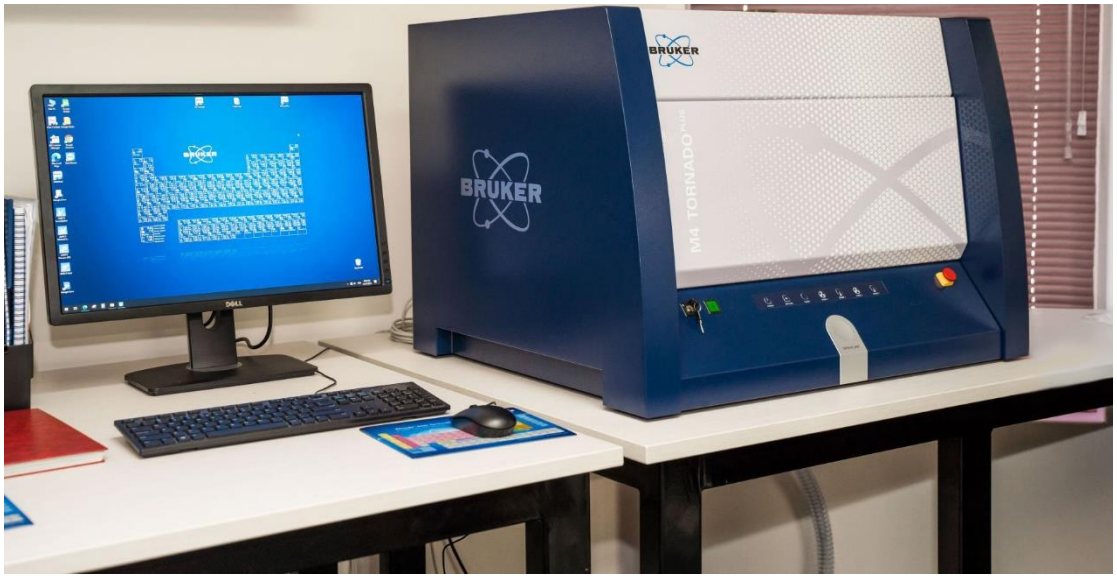


Figure IV. 5: Spectromètre fluorescence des rayons x (M4 TORNADO)

.

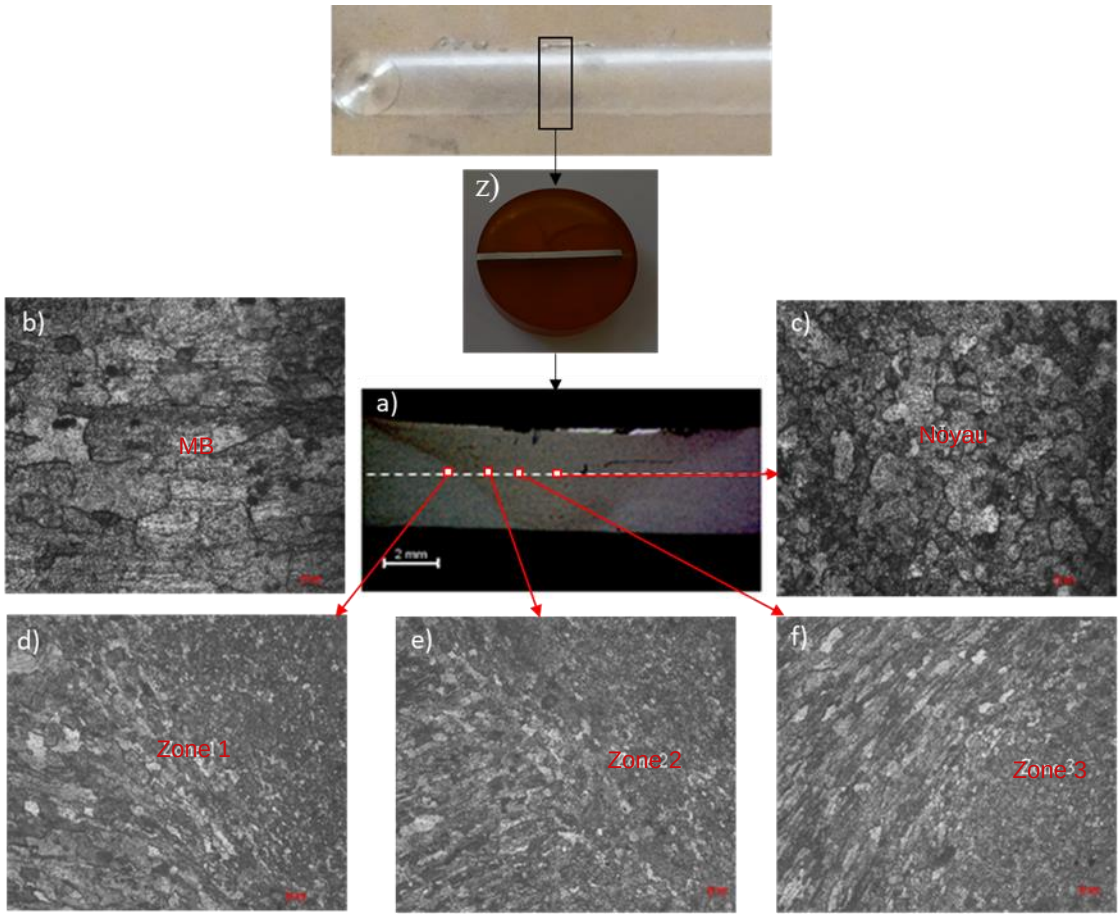


Figure IV. 6 : différentes zones analysées par MEB (microscope électronique à balayage)

Afin d'identifier les différentes zones de joint FSW et de caractériser la microstructure, les échantillons ont été coupés par jet d'eau pour ensuite être coulés à chaud dans des rondelles de résine, ceci est illustré à la figure IV.7.z. Cela, pour permettre le polissage des échantillons sur une polisseuse rotative. Les échantillons ont subi à un polissage primaire par des papiers abrasifs (SiC) du grade 800 au 3000. Ensuite, un polissage par une pâte diamantée jusqu'à 1µm, suivi d'un rinçage à l'eau distillée, un dégraissage avec de l'acétone, un deuxième rinçage à l'eau distillée et enfin l'échantillon est séché. Enfin, une attaque au réactif de Keller (95% H2O +2.5 HNO3 + 1.5% HCl + 1% HF) a été réalisée pour faire apparaître les joints de grains.

Nous remarquons que le joint soudé présente une microstructure très hétérogène ; on distingue 4 zones principales. Ce joint n'est pas parfaitement symétrique d'un point de vue morphologique. L'observation micrographies dans la direction orthogonale à la direction du soudage a permis de distinguer 4 zones principales. Le noyau se trouve au centre de la soudure. Dans cette zone la taille des grains est la plus fine avec une forme équi-axiale grâce à la déformation générée par le pion. La ZATM (Zone affectée thermo-mécaniquement) est proche du noyau, révèle des grains allongés avec une taille relativement grande. Cette reformulation est causée par le flux de matières autour du pion et le dessous l'épaulement. La ZAT (Zone Affectée Thermiquement) se caractérise par de gros grains avec une géométrie équi-axiale. Ce grossissement est le résultat du flux de chaleur généré par l'outil. Enfin, le métal de base est recristallisé et présente une structure granulaire équi-axiale.

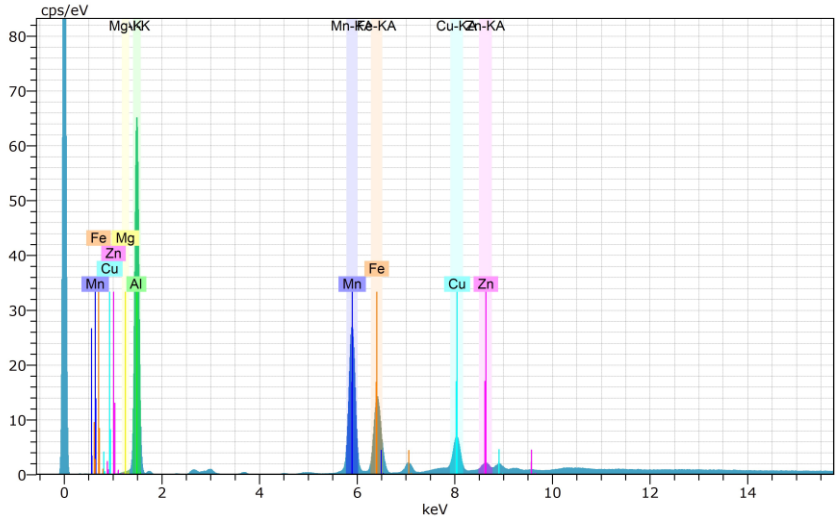


Figure IV. 7 : FRX diffractogramme de la ZATM du joint FSW

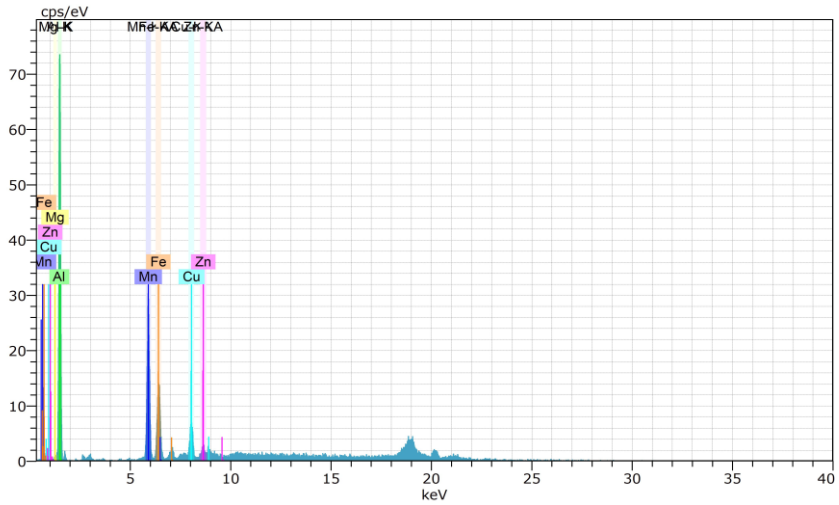


Figure IV. 8 : FRX Diffractogramme du NU du joint FSW

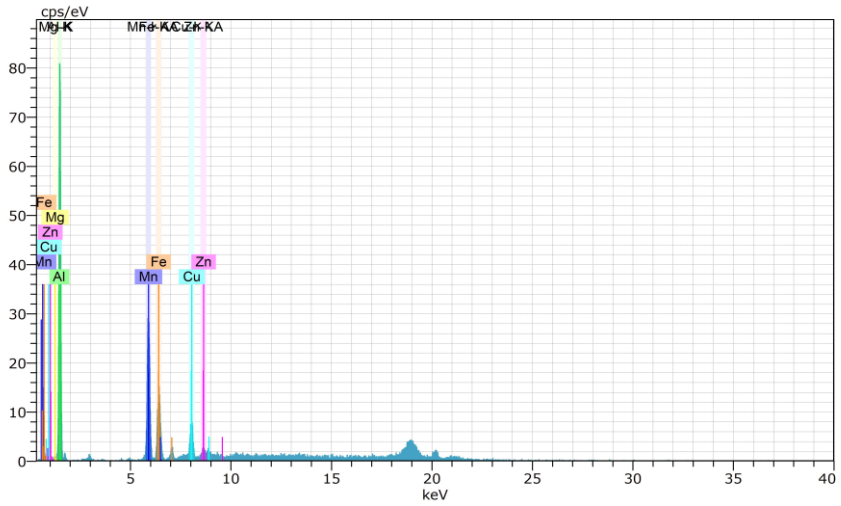


Figure IV. 9 : FRX Diffractogramme de la zone de séparation ZATM et ZAT du joint FSW

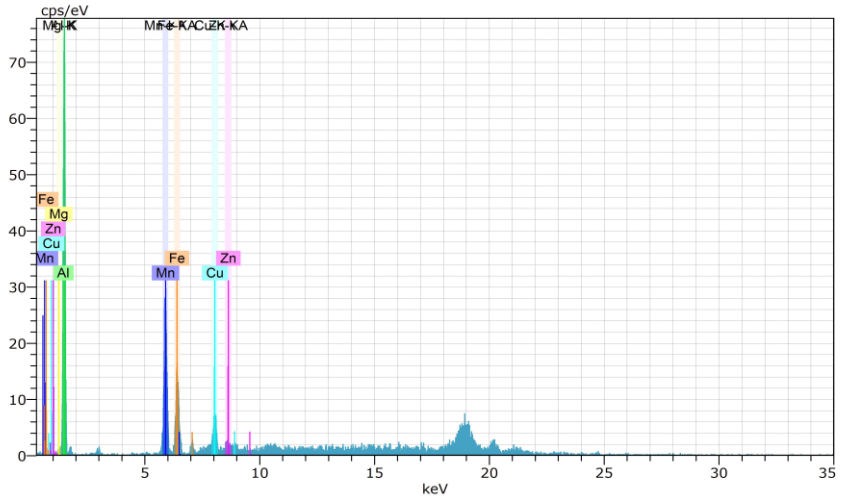


Figure IV. 10 : FRX Diffractogramme du ZAT du joint FSW

Tableau IV. 2: Composition chimique des différentes zones de joint soudé par FSW

	Al %	Mn %	Cu %	Zn %	Mg %	Fe %
NU	98.44	0.7	0.08	0.02	0.52	0.23
ZATM	97.72	0.75	0.09	0.02	1.17	0.26
Séparation ZATM et ZAT	98.71	0.67	0.08	0.01	0.31	0.23
ZAT	98.17	0.67	0.07	0.01	0.86	0.22

La comparaison de la composition chimique dans les différentes zones, montre un écart très important de manganèse (Mg) entre la ZAT et la zone de séparation (ZATM et ZAT). En effet, la zone affectée thermo-mécaniquement possède 1.17% de Mg par contre, elle est de 0.31% dans la zone de séparation, soit un rapport de 3.77. Ceci génère une différence d'électronégativité importante provoquant ainsi le phénomène de corrosion. Nous remarquons aussi que l'élément responsable de l'amélioration (manganèse (Mn)) de la résistance à la corrosion est plus faible dans la zone de séparation entre ZATM et ZAT, ce qui favorise la corrosion dans cette zone.

IV.5. Caractérisation des surfaces après attaque corrosive

a- inspection visuelle

Nous pourrons comparer les états de dégradation des échantillons par microscope optique et même visuellement. Pour cela, la section est polie jusqu'à 1 μm à la pâte diamantée. Ces observations permettent d'évaluer le type de corrosion et la sévérité de l'attaque. La **Figure IV. 11** compare visuellement la dégradation de la surface du métal de base (**Figure IV. 11** -a) et du joint FSW (**Figure IV. 11**-b) immergés dans la solution Y à 85°C.

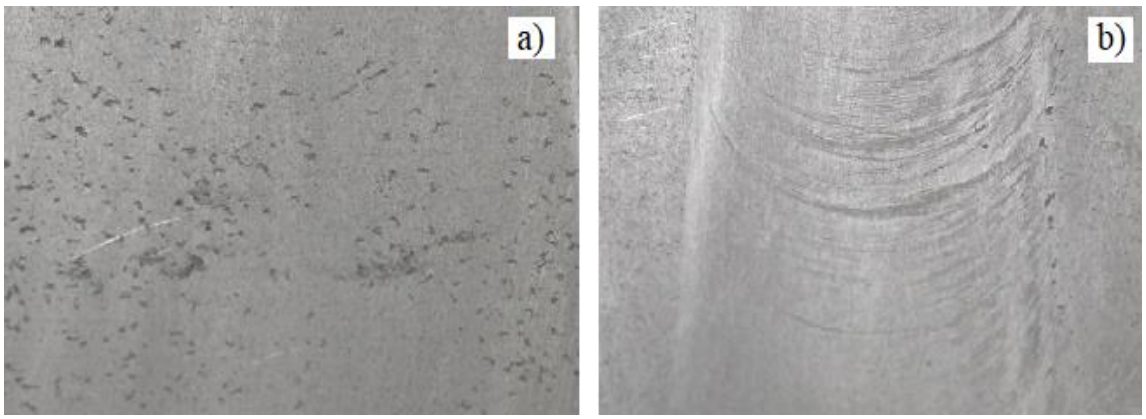


Figure IV. 11 : Inspection visuelle après immersion dans la solutionY à 85°C:
a) base metal b) FSW

D'après l'analyse de la **Figure IV. 11**, nous pouvons remarquer d'abord que les échantillons ont été soumis à la combinaison de deux types de corrosion : corrosion uniforme et corrosion par piqûre. Les formes de corrosion sont variables d'une zone à l'autre. On remarque aussi que les différentes zones des joints soudés n'ont pas la même sensibilité à la corrosion, ce qui est en bon accord avec les résultats obtenus par Mariana et all [133]. En effet, la dégradation est importante dans le métal de base, des formes de piqûres sévères apparaissent et certaines piqûres sont liées et forment des rainures. Au contraire, le joint FSW révèle une bonne résistance dans la plupart des zones, ce qui confirme la conclusion d'autres auteurs [134]. On peut aussi envisager une apparition importante des piqûres dans la ligne de séparation de la zone affectée thermo-mécaniquement (ZATM) et de la zone affectée thermiquement (ZAT). Ceci confirme ce qui a été prononcé précédemment dans l'analyse chimiques. Nous remarquons également que cette dernière répond plus favorablement à la corrosion et présente de petites piqûres par rapport à la zone de malaxage. Cette comparaison est en bon accord avec les résultats de Sinhmar et all [135].

b- Analyse microscopique

Pour montrer l'influence de la FSW sur la microstructure de l'alliage et pour vérifier les zones de soudure, ainsi que de visualiser la dégradation superficielle des échantillons corrodés, la microscopie optique a été utilisée. Les alliages soudés ont été examinés à l'aide d'un microscope optique OPTIKA avec des lentilles de grossissement x5 à x100 et une caméra vidéo numérique reliée à un ordinateur de bureau (**Figure IV. 12**). Les analyses ont été effectuées au sein de l'atelier de mécanique de l'université Mustapha Stambouli de Mascara.

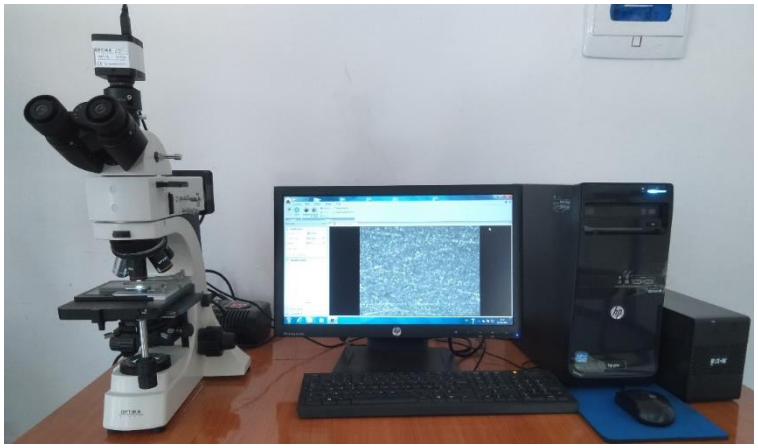


Figure IV. 12 : Microscopie optique

Sur les **Figure IV. 13** ; **Figure IV. 14** et **Figure IV. 15**, les micrographies optiques des surfaces des différentes zones (Noyau, ZATM et ZAT) après 24 h d'immersion dans les deux milieux corrosifs (Y et Z) sont présentées.

L'image (a) des **Figure IV. 13** ; **Figure IV. 14**, et **Figure IV. 15**, montre l'aspect de la surface saine dans les différentes zones, les images (b) et (c) montrent le même échantillon après avoir été immergé dans les solutions Y et Z respectivement. L'observation au microscope optique révèle la présence d'un seul et unique défaut de corrosion « par piqûre ». L'analyse micrographique des différentes zones montre une dégradation très importante dans le milieu Y, par contre, le noyau révèle une bonne résistance à la corrosion avec un diamètre maximal de piqûre de 6.4 um, alors que la ZATM et la ZAT atteint un diamètre de 8.4 et 12.7 um respectivement. D'autre part, après une immersion dans la solution Z, les zones les plus résistantes au phénomène électrochimique sont dans l'ordre : NU, ZATM et ZAT avec un diamètre de piqûre de 4.42, 7.16 et 10.01um respectivement.

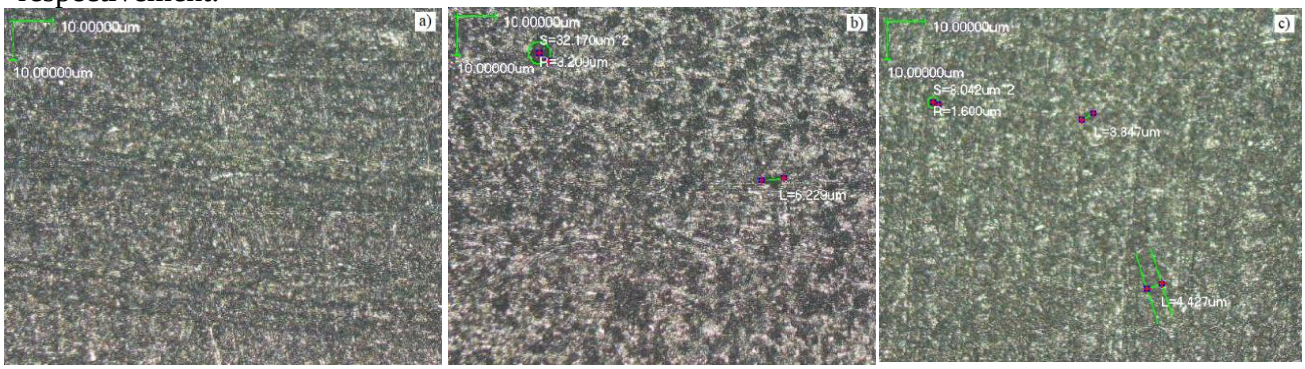


Figure IV. 13 : Observation microscopique du Noyau dans différents environnements:
a) sain, b) solution Y, c) solution Z

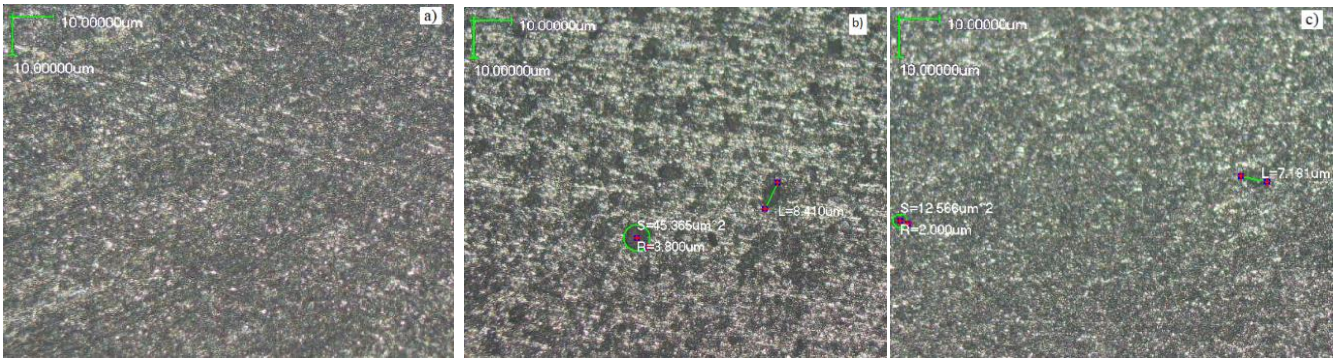


Figure IV. 14 : Observation microscopique de la ZATM dans différents environnements:
a) sain, b) solution Y, c) solution Z

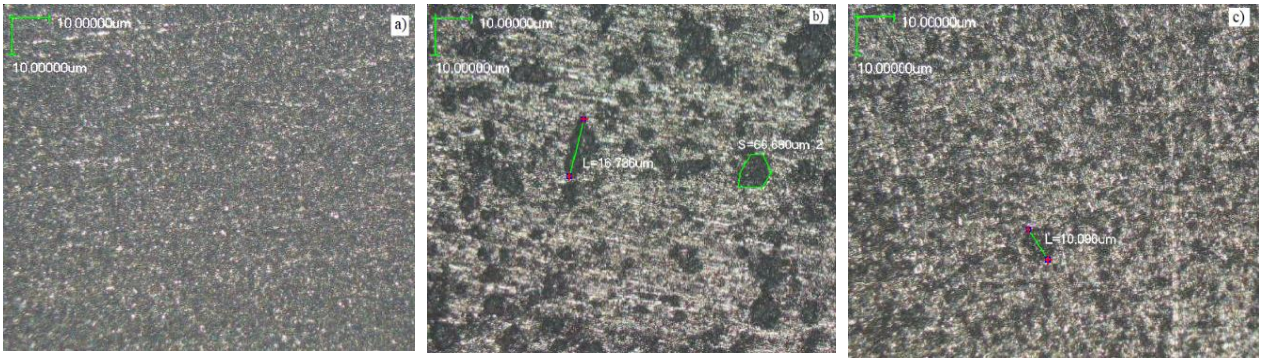


Figure IV. 15 : Observation microscopique de la ZAT dans différents environnements: a) sain,b) solution Y, c) solution Z

IV. 6 Effet de la corrosion sur le comportement en traction du joint FSW

IV.6.1. Effet de la température sur le comportement en traction du joint FSW

Afin d'évaluer de manière claire l'effet de la corrosion sur le comportement mécanique du joint soudé FSW, des essais de traction ont été réalisés sur des éprouvettes-haltères prélevées perpendiculairement à la direction de soudage de l'aluminium 3003 avec une vitesse de déformation de 2 mm/min.

Ces essais ont été réalisés dans différentes solutions X, Y et Z à différentes températures (25°C, 45°C, 65°C et 85°C) pour un temps d'immersion de 24h afin d'examiner l'influence du milieu corrosif et la température sur la variation de comportement en corrosion des joints FSW.

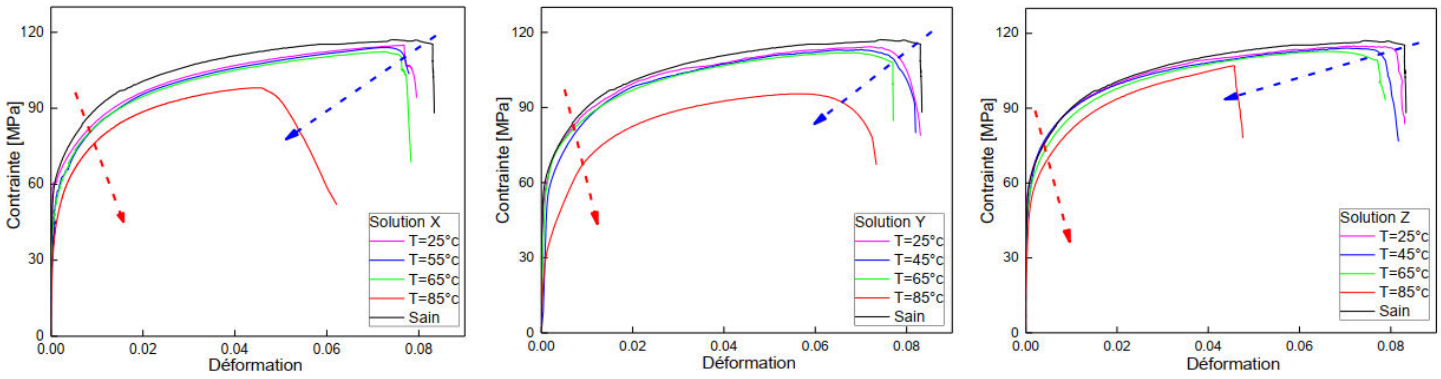


Figure IV. 16: Effet de la température sur les propriétés mécaniques des joints FSW corrodés par leur immersion dans différentes solutions

La **Figure IV. 16**, rassemble les courbes contraintes vraies déformations vraies à différentes températures dans des milieux X, Y et Z respectivement. Nous remarquons que le comportement du joint reste identique à savoir un comportement élasto-plastique écrouissable. L'examen de ces figures montre que le joint FSW révèle approximativement le même σ_U dans toutes les solutions

et à différentes températures, mais à 85°C les joints FSW montrent une dégradation significative des propriétés mécaniques.

Nous observons aussi qu'un accroissement de la température conduit à une diminution de la ductilité. Cet effet est plus marqué pour une température de 85°C quel que soit le milieu corrosif. Par conséquent, les résultats obtenus montrent une forte influence sur le comportement en corrosion des joints FSW pour des températures supérieures à 65°C, elle réduit notablement les caractéristiques mécaniques du joint FSW.

En reportant sur des graphes l'évolution de la limite élastique, la contrainte maximale, la contrainte à la rupture et l'allongement relatif à la rupture en fonction de la température pour les différentes solutions, nous avons pu mettre en évidence la dépendance du comportement du joint FSW avec la température.

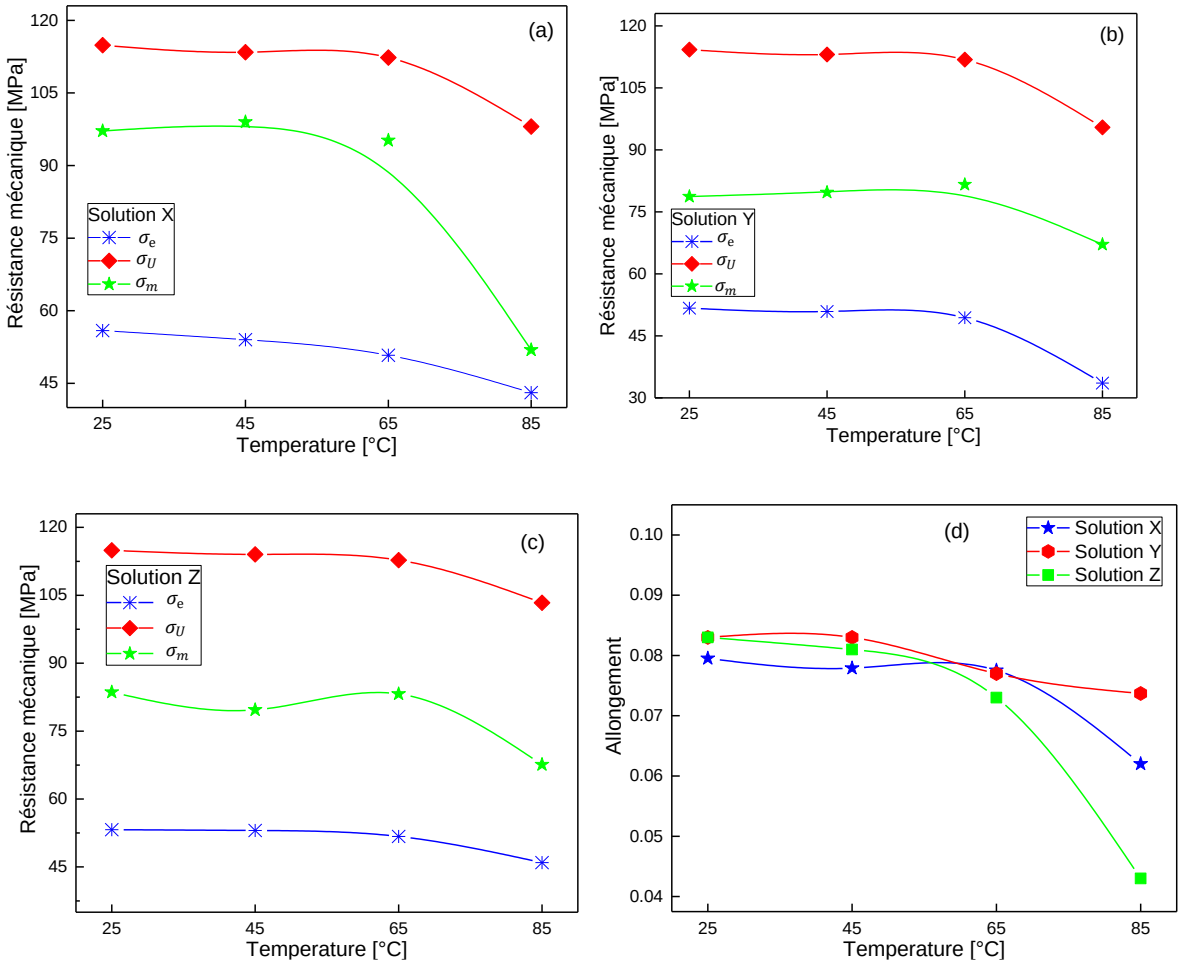


Figure IV. 17 : Evolution de propriétés mécaniques du joint en fonction de la température

L'évolution de propriétés mécaniques du joint en fonction de la température est présentée, respectivement dans les **figures IV.17-a-b-c**. L'analyse de ces figures montre qu'un accroissement du niveau de la température entraîne une faible diminution de ses propriétés mécaniques, ceci est valable pour une température comprise entre 25 et 65°C. En effet, une augmentation de 120% de la température conduit à une diminution de l'ordre de 4% de ses propriétés. Au-delà de 65°C, ses propriétés diminuent considérablement. Cette approche est identique dans toutes les solutions.

Nous constatons donc, que la température a un effet marginal sur l'évolution des propriétés mécaniques dans l'intervalle compris entre 25 et 65°C. En revanche, son effet est plus important au-delà de 65°C, ses propriétés diminuent avec l'augmentation de la température pour atteindre des valeurs comprises entre 4 et 53 *%* des propriétés mécaniques

Ces résultats sont en accord avec les résultats de P. Bala Srinivasan et al [136], qui ont étudié la résistance à la corrosion sous contrainte des soudures FSW de l'alliage d'aluminium AA2219-T87. Ces auteurs ont remarqué une très faible influence du milieu corrosif sur les propriétés mécaniques. Dans d'autres études [137], menées sur le comportement à la fissuration par corrosion sous contrainte des soudures FSW du même alliage à l'air et en milieu 35g/L NaCl, ces auteurs n'ont pas mis en évidence l'effet du milieu corrosif sur la limite élastique ni sur la contrainte maximale à la traction.

IV.6.2. Effet du milieu corrosif sur le comportement en traction du joint FSW

L'analyse des **figures IV.17-a-b-c** permet aussi de visualiser l'évolution des propriétés mécaniques dans différents milieux. Nous remarquons qu'en milieu 0.1M HCl+35g/L NaCl, les valeurs des propriétés mécaniques sont nettement plus faibles par rapport au milieu en 0.1M HCl, soit 51 à 34 MPa pour la limite élastique contre 56 à 43 MPa en milieu 0.1M HCl. De plus, l'ajout de NaCl entraine une diminution de la contrainte à la rupture, cette grandeur passant de 97 à 79 MPa après un ajout de 35g/L NaCl à température ambiante, et de 67 à 63 MPa à une température égale à 85°C. Cette diminution des propriétés mécaniques peut être attribuée au milieu agressif (0.1M HCl+35g/L NaCl), tandis que la résistance maximale à la traction n'est pas influencée par l'ajout de NaCl. Nous confirmons bien que l'agressivité du milieu croît clairement avec la température.

IV.6.3. Effet de l'ajout de l'éthylène glycol sur le comportement en traction du joint FSW

En ce qui concerne la troisième solution, après l'ajout de 10% (0.1M $(CH_2OH)_2$) à 90% (0.1M HCl+35g/L NaCl), on note une amélioration des propriétés mécaniques par rapport aux autres solutions. En effet, les valeurs de la limite élastique passent de 53 à 45 contre 54 à 43 MPa avant l'ajout de NaCl et de 52 à 34 MPa après l'ajout de (0.1M CH_2OH). Nous observons aussi un accroissement de la contrainte maximale et de la contrainte à la rupture. Ceci confirme ce qui a été décrit précédemment, à savoir que (0.1M $CH_2OH)_2$ joue le rôle d'inhibiteur, et que la résistance à la corrosion de ce matériau est ensuite améliorée.

Nous constatons donc que le milieu corrosif a un effet prépondérant sur le comportement en corrosion du matériau. Ces principaux résultats permettent de vérifier que les propriétés mécaniques diminuent soit avec l'augmentation de la température ou avec l'agressivité du milieu corrosif.

Concernant l'évolution de l'allongement à la rupture en fonction de la température dans différents milieux corrosifs, la **figure IV.17-d** illustre l'influence de ces deux paramètres sur ce dernier.

L'analyse de cette figure a permis d'observer deux points :

- premièrement, la température a un effet marginal sur l'évolution de l'allongement à la rupture dans l'intervalle compris entre 25 et 65°C, et ceci pour les trois milieux corrosifs.
- deuxièmement, pour des températures comprises entre 65 et 85°C l'allongement à la rupture diminue considérablement. En effet, une augmentation de 13% de la température conduit à une augmentation de l'ordre de : 12%, 16% et 43% de l'allongement des milieux 0.1M HCl , 0.1M HCl+35g/L NaCl et 90% (0.1M HCl+3.5% NaCl) + 10% (0.1M $(CH_2OH)_2$), respectivement.

IV.6.4. Effet de la corrosion sur la micro-dureté du joint FSW

Après avoir étudié l'influence des deux paramètres (température et milieu corrosif) sur le comportement en corrosion du joint soudé par FSW, il serait nécessaire de vérifier ce comportement par d'autres essais.

Des profils de micro-dureté à mi- épaisseur des différentes zones des joints soudés FSW ont été déterminés perpendiculairement à l'axe de soudage (**figure IV.18**). Afin d'évaluer l'influence de ces deux paramètres sur l'évolution des duretés dans les différentes zones des joints induits par

l'endommagement en corrosion, les prises de mesure s'effectuent tous les millimètres. Ces essais ont été réalisés sur un micro-duromètre semi-automatique du type (FUTURE-TECK FM-800) à pénétration Vickers sous une charge de mesure de 500g lié à un micro-ordinateur qui permet la mesure automatique de micro-dureté grâce à un logiciel approprié.

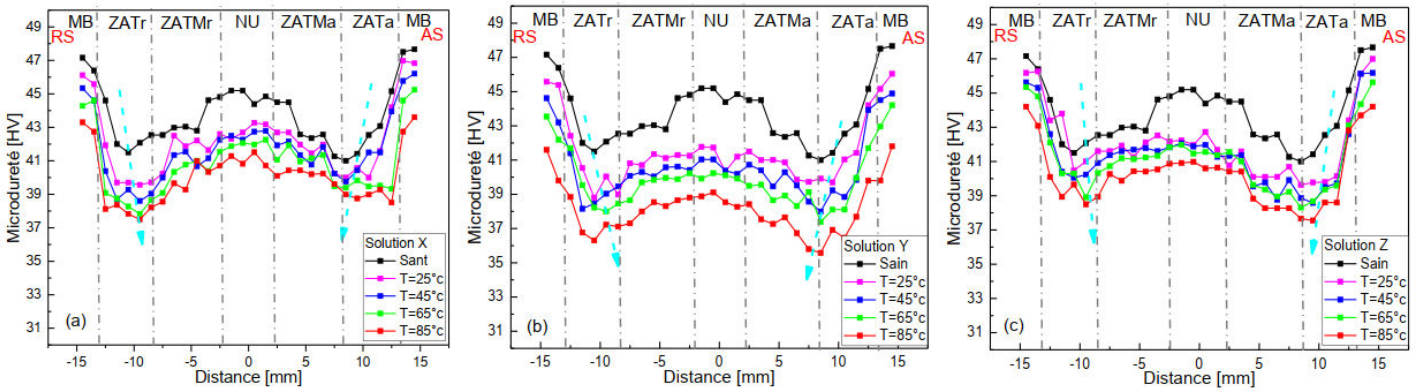


Figure IV. 18 : Comparaison des propriétés mécaniques des joints FSW corrodés à différentes températures

Les **figures IV.18-a-b-c** donnent une courbe typique présentant l'évolution du profil de micro-dureté en fonction de la température (25, 45, 65 et 85°C) dans différents milieux corrosifs. Les courbes ont une allure générale similaire quel que soit le paramètre étudié. On remarque d'abord que pour les trois milieux corrosifs que l'augmentation de la température conduit à une légère diminution de la micro-dureté dans les différentes zones.

a- Effet de la température sur l'évolution de la micro-dureté du joint FSW

En étudiant l'effet de la température sur l'évolution de la micro-dureté dans les différents milieux et zones de soudure, nous remarquons que la micro-dureté dans le métal de base diminue avec l'augmentation de la température. Nous enregistrons une faible différence de ce paramètre en fonction de la température. En effet, une augmentation de la température de 260% conduit à une perte de 11.77% de la dureté dans le métal de base. Nous pouvons toutefois observer que la zone affectée thermiquement (ZAT) perd de 4.33 à 13.25 % de sa dureté pour des températures qui varient entre 25 et 85°C. D'autre part, on peut également observer que la NU perd de 2.5 à 11.67 % de sa dureté pour une température fluctuant de 25 à 85°C. Pour la quatrième zone affectée thermo-mécaniquement (ZATM), un affaissement de la micro-dureté est remarqué quel que soit le milieu corrosif, ces pertes sont négligeables à une température ambiante valant de 0.02 à 0.07% de sa dureté, elle atteint une valeur maximale de 4.37% à 85°c.

b- Effet du milieu corrosif sur l'évolution de la micro-dureté du joint FSW

Ces profils de dureté permettent aussi d'étudier l'effet du milieu corrosif sur l'évolution de la micro-dureté dans les différentes zones de soudure. Nous remarquons que le métal de base perd entre 2.2 à 8.16 %, 3.32 à 11.77 % et 2.07 à 6.25% de sa microdureté en milieu 0.1 HCl, 0.1M HCl+35g/L NaCl et 90% (0.1M HCl+35g/L NaCl) + 10% (0.1M $(CH_2OH)_2$) respectivement. Alors que la zone affectée thermiquement (ZAT) perd entre 4.33 à 9.63%, 6.5 à 13.25% et 2.45 à 7.25 % de la microdureté dans ces trois milieux corrosifs. Concernant la NU, nous enregistrons une perte de 2.5 à 6.47%, 5.97 à 11.87% et 3.71 à 7.84% de sa dureté dans les différents milieux corrosifs. À partir d'une analyse similaire, on a enregistré une perte de la dureté dans la zone affectée thermo-mécaniquement (ZATM): 0.07 à 4.37%, 2.58 à 8.77 et 0.02 à 4.7% pour chacun des milieux.

Ces résultats vont en concordance avec ceux trouvés précédemment. Au cours des essais de traction, on a remarqué une concentration des déformations dans la zone qui présente une faible valeur de micro-dureté, c'est-à-dire la zone affectée thermiquement (ZAT) du côté recul (RS). La rupture a donc lieu dans cette zone moins résistante, et ceci quel que soit le milieu corrosif étudié. En examinant attentivement ces résultats, deux comportements très intéressants peuvent être remarqués :

- Le premier montre que les pertes de la micro-dureté dans le métal de base et la HAZ sont à peu près identiques, par contre dans la NU et la zone affectée thermiquement (ZAT) elles sont moins importantes. On peut donc conclure que la résistance du joint soudé par FSW de l'alliage Al 3003 vis-à-vis de la corrosion est légèrement supérieure au métal de base. On conclut donc que la plus grande diminution de micro-dureté se fait au passage du matériau de base au joint de soudure FSW.
- le deuxième montre que l'ajout de 35g/L NaCl à la première solution (0.1M HCl) conduit à des pertes de la dureté, cet effet étant plus marqué pour une température égale à 85°C – température la plus forte. On note une perte qui passe de 3.5% à 13.25% de sa dureté. Alors qu'après l'ajout de 10% de 0.1M éthylène glycol pur, nous enregistrerons une légère amélioration de la dureté dans les différentes zones soudées. En effet, une différence de 6% est observée en milieu de 0.1M HCl contre 2.8% après l'ajout de NaCl à la première solution, ce qui indique que la résistance à la corrosion de ce matériau a ensuite été améliorée. On peut donc conclure que la présence de l'éthylène glycol ralentit la vitesse de la corrosion.

IV.7. Influence de la corrosion sur la résistance en fatigue des joints FSW

a- Sollicitations

L'ensemble des essais de fatigue ont été réalisé sur une machine à servo-hydraulique de type Instron 8516 pilotée par un PC (**Figure IV. 19**). Cette machine mono-axiale possède une capacité de $100kN$ en statique et $50\ KN$ en dynamique. Cette machine permet d'imposer des efforts à une fréquence maximale de $50\ Hz$. Ces essais sont réalisés au laboratoire de fatigue du département de Génie mécanique de l'université UDL de Sidi Bel Abbes.

Dans ce travail, l'amplitude de contrainte est constante au cours du cyclage, le rapport de charge R choisi est de $0{,}1$ et. Pour que la fissure puisse s'amorcer et se propager, il faut que le facteur d'intensité de contrainte soit suffisamment élevé. D'après les travaux de[138], on constate que le facteur d'intensité de contrainte doit être supérieur à $2.3\ MPa\sqrt{m}$ pour être au-delà du seuil de propagation et que la fissure puisse propager. La limite élastique du matériau étant de $110\ MPa$, la contrainte maximale σ_{max}de cyclage choisie est de $26MPa$, soit pour le rapport de charge $R = 0{,}1$, une charge maximale d'environ $3.5\ KN$. Tous les essais ont été réalisés à une fréquence de$15\ Hz$.



Figure IV. 19 : Machine de fatigue

b- Suivi de la fissure

La mesure de la longueur de fissure a été effectuée à l'aide d'une lunette binoculaire optique grossissante (X 40) et un stroboscope montés sur un dispositif solidaire de la machine (**Figure IV. 20**).

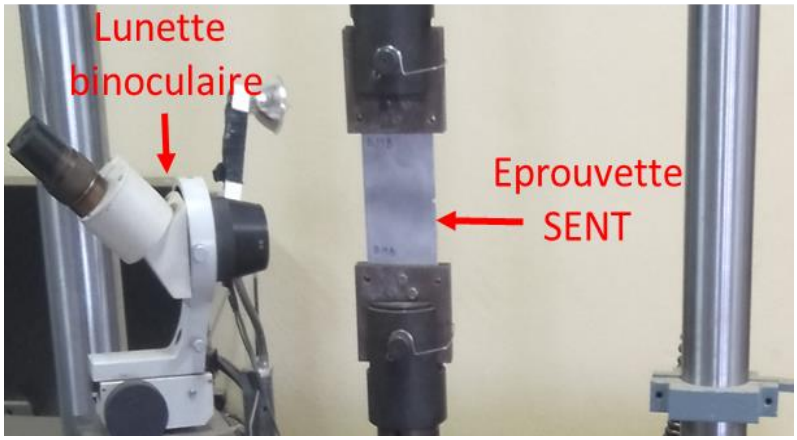


Figure IV. 20 : Suivi de la fissure

c- Détermination de l'amplitude du facteur d'intensité de contraintes

Pour les éprouvettes SENT, le facteur d'intensité de contrainte est donné par la norme de l'ASTM E647 [139] comme suit :

$$K = \frac{P}{B\sqrt{w}} f(\frac{a}{w}) \qquad \text{(IV. 1)}$$

Où

P : Charge appliquée en N

B : Epaisseur de l'éprouvette en (mm)

w : Largeur de l'éprouvette en (mm)

a : Longueur de la fissure en (mm)

$f(a/w)$, fonction qui dépend de la géométrie de l'éprouvette et de la longueur instantanée de la fissure. Elle est exprimée par [140].

$$f\left(\frac{a}{w}\right)=\left(\frac{a}{w}\right)^{0.5}(1.99-0.41\frac{a}{w}+18.7\left(\frac{a}{w}\right)^{2}-38.48\left(\frac{a}{w}\right)^{3}+53.85\left(\frac{a}{w}\right)^{4}) \quad \text{(IV. 2)}$$

d- Méthode de Calcul de la vitesse de fissuration

Pour traiter les données expérimentales, nous avons mis en œuvre un programme en Matlab faisant intervenir un lissage de la courbe $a=f(N)$ en se basant sur une méthode polynomiale incrémentale utilisant le lissage d'une série de points successifs par un polynôme dont la croissance est monotone dans cet intervalle[141]. L'équation de la courbe lissée est de la forme :

$$a_i = b_0+b_1\frac{(N_i-C_1)}{C_2}+b_2\frac{(N_i-C_1)^2}{C_2} \quad \text{(IV. 3)}$$

b_0 , b_1 et b_2 : Paramètres de régression déterminés par la méthode des moindres carrés dans un intervalle de sept points.

Les paramètres C_1 et C_2 sont utilisés pour normaliser les données.

$$C1=\frac{1}{2}(N_{i-3}+N_{i+3}) \quad \text{(IV. 4)}$$

$$C2=\frac{1}{2}(N_{i+3}-N_{i-3}) \quad \text{(IV. 5)}$$

La vitesse de fissuration au point a_i est obtenue à partir de la dérivée de la première expression.

$$\frac{da}{dN}=\frac{b_1}{C_2}+2b_2\frac{(N_i-C_1)}{C_2} \quad \text{(IV. 6)}$$

IV.7.1. Analyse des résultats

IV.7.1.1. Efficacité du joint FSW

Dans cette partie, nous nous intéressons particulièrement à l'étude de l'efficacité du joint FSW des alliages d'aluminium 3003 dans le cas d'un chargement cyclique. Pour cela, nous avons reporté sur la **Figure IV. 21** la variation de la longueur de fissure (a) en fonction du nombre de cycles N de métal de base et du joint FSW. Cette figure montre que la résistance à la fatigue du joint FSW est proche de celle du matériau de base, soit une efficacité de soudure plus intéressante (environ 96.90%).

On définit le coefficient «d'efficacité du joint» comme le rapport entre les durées de vie de l'assemblage et celle du métal de base.

$$Coefficient\ de\ joint = \frac{N_{Joint\ FSW}}{N_{métal\ de\ base}} \quad \text{(IV. 7)}$$

En examinant les éprouvettes fissurées, nous remarquons une légère déviation de trajectoire la fissure dans le joint FSW, alors qu'aucune déviation de la fissure de son axe de propagation n'est remarquée dans le métal de base.

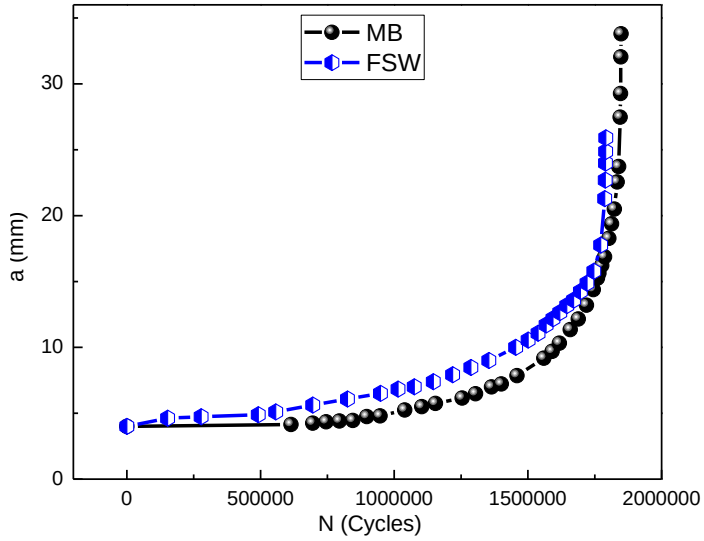


Figure IV. 21: Evolution de la longueur de fissure *a* en fonction du nombre de cycles *N*

D'autre part, la caractérisation de la résistance en fatigue a permis de déterminer la vitesse de fissuration da/dN en fonction du facteur d'intensité de contrainte ΔK dans le métal de base et le joint FSW. La **Figure IV. 22** illustre cette variation pour des valeurs de ΔK de 3.75 MPa·m½ à 18 MPa·m½. À faible valeurs de ΔK, soit inférieure à 6.39 MPa·m½ on remarque que les vitesses de fissuration dans le métal de base sont légèrement supérieures à celles du joint FSW. Cette différence se traduit par une vitesse de fissuration 8.42% plus élevée pour le métal de base. Nous constatons qu'aux faibles valeurs de ΔK, c'est le métal d'apport qui possède la résistance à la propagation la plus faible. À ΔK = 6.74 MPa·m½, on remarque une diminution de la vitesse de propagation du joint FSW vers une vitesse minimale, elle est estimée à 2.68×10^{-8} m/cycle. Cette réduction de vitesse s'accompagne d'une déviation de la fissure de son plan initial vers la zone affectée thermomécanique. Cette déviation est due à la différence de caractéristiques mécaniques entre les zones du joint FSW, la fissure se dirigeant d'une microstructure plus dure, vers une microstructure plus douce (**Figure IV. 23**), alors que le chemin de la fissure demeure pratiquement constant à travers le métal de base.

Pour $\Delta K > 7.38$ MPa·m½, nous observons un décalage des vitesses de fissuration. La fissure s'accélère pour atteindre une vitesse de fissuration plus grande dans le joint FSW que celle de métal de base, où une augmentation du taux de propagation d'environ 28.25 % est observée dans le joint FSW, ce qui conduit à une valeur de durée de vie plus basse dans ce dernier. Cette première étude permet donc de conclure le joint FSW présente une meilleure résistance à la fatigue que celle à la traction. En effet, les différences observées sont importantes, l'efficacité du joint FSW en fatigue est proche de 97%, alors qu'en traction elle est égale à 75%.

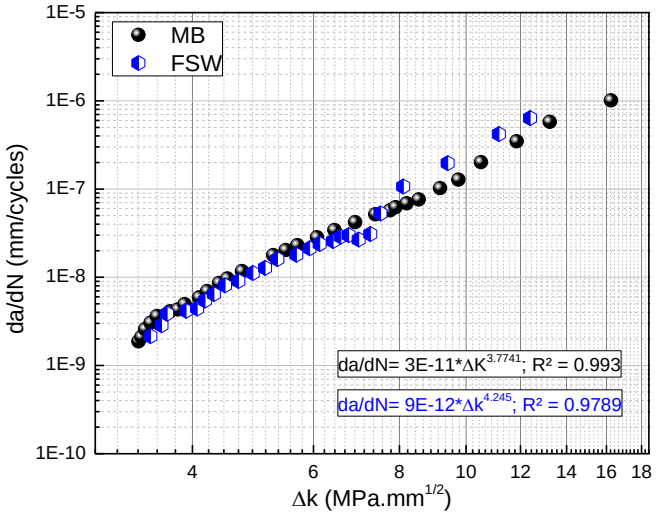


Figure IV. 22: Evolution de la vitesse de fissuration (*da*/*dN*) en fonction du facteur d'intensité de contrainte ΔK

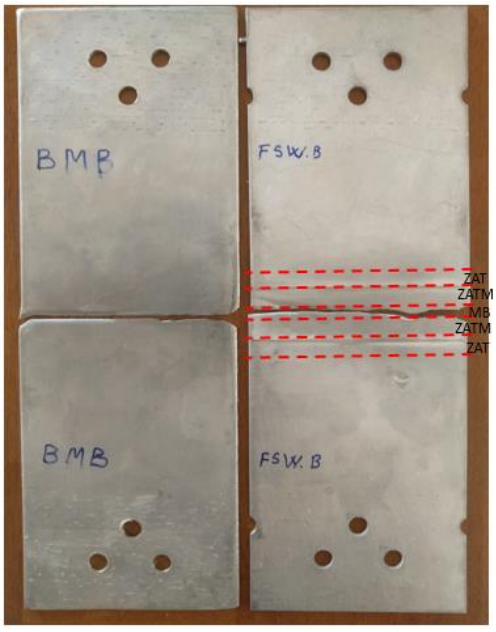


Figure IV. 23: Chemin de la fissure dans MB et le joint FSW

IV.7.1.2. Influence de la corrosion sur le comportement en fatigue des joints FSW

Dans ce paragraphe, nous nous intéressons particulièrement à l'étude de l'influence du milieu corrosif choisi (0.1 M HCI+ 35g/L NaCl) sur la résistance en fatigue des joints FSW. Pour cela, l'évolution de l'avancée de la fissure du joint FSW a été comparée en présence est en absence du milieu corrosif à température ambiante. La **Figure IV. 24** montre clairement que le milieu corrosif influe sur la résistance en fatigue des joints FSW. En effet, une diminution de 14% de la durée de vie est enregistrée après l'attaque de corrosion. Nous remarquons aussi que l'allure générale de l'avancée de fissure du joint FSW sain est comparable à celle du joint après l'attaque de corrosion, ceci est valable dans le second stade de propagation, soit inférieur à 75×10^5 cycles. Après cela, une différence significative est observable entre les résultats obtenus dans les deux matériaux. Ceci montre la résistance en fatigue du joint FSW même en présence d'un milieu corrosif.

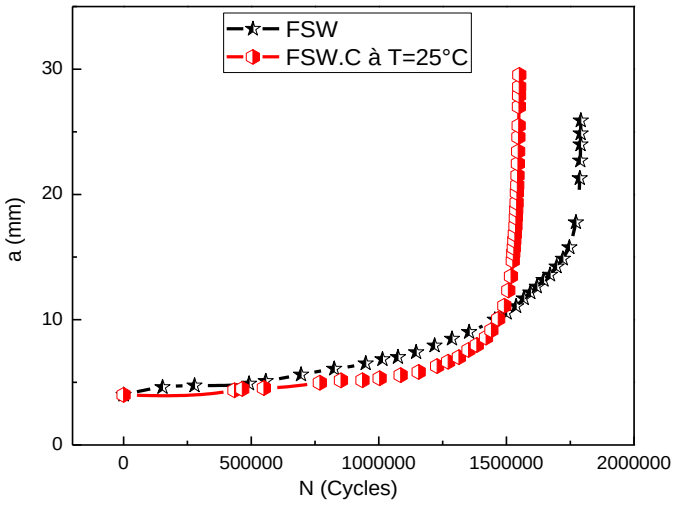


Figure IV. 24: Evolution de la longueur de fissure a en fonction du nombre de cycles N du joint FSW sain et corrodé à T=25°C

La **Figure IV. 25** illustre l'évolution de la vitesse de fissuration da/dN en fonction de la longueur de fissure (a). On remarque une légère différence dans les variations des vitesses de fissurations mesurées pour chaque essai. En effet, les résultats obtenus indiquent une vitesse de fissuration plus importante dans le cas d'un joint corrodé que celui sain. On peut distinguer trois stades successifs de fissuration :

À faibles valeurs de $\Delta K (\Delta K < 4.25$ MPa·m½) le joint sain produit les mêmes vitesses de fissuration qu'un joint corrodé. Le deuxième stade correspond à $4.25 < \Delta K < 11.16$ MPa·m½, la vitesse de propagation dans le joint corrodé est plus élevée que celle dans le joint sain. Ce qui permet de mettre rapidement en évidence le degré d'agressivité et la morphologie de l'attaque corrosif sur le joint FSW. En effet, le milieu corrosif conduit à une augmentation de 24 à 34.95% de la vitesse de fissuration. Pour les hautes valeurs de ΔK le joint sain et corrodé produit les mêmes vitesses de fissuration. Malgré la différence des vitesses de fissuration dans le second stade, ces résultats conduisent à conclure qu'après l'attaque de corrosion la résistance à la fatigue du joint soudé FSW diminue légèrement.

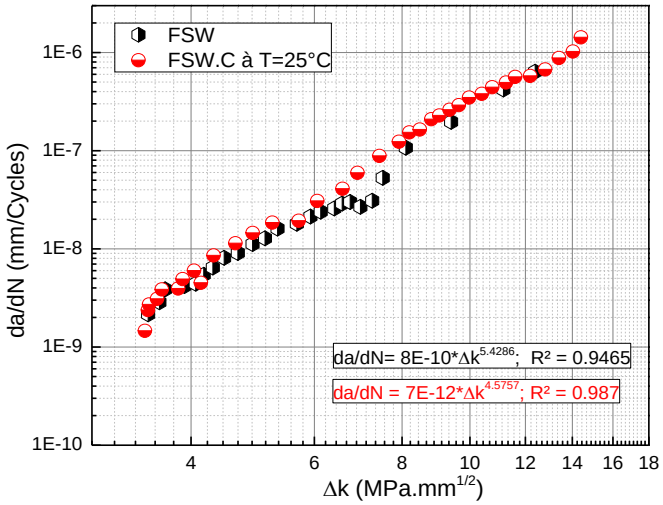


Figure IV. 25: Evolution de la vitesse de fissuration (da/dN) en fonction du facteur d'intensité de contrainte ΔK du joint FSW sain et corrodé à T=25°C

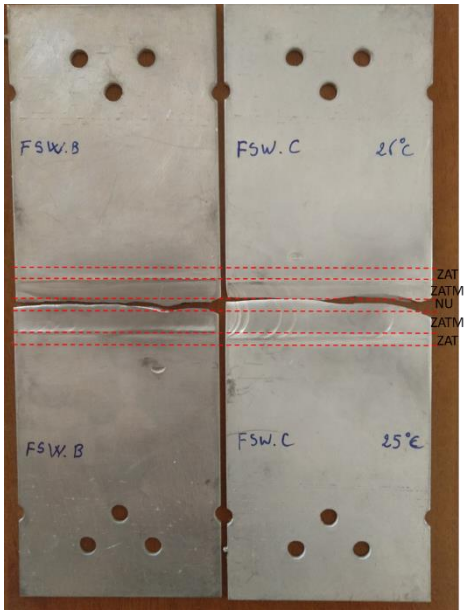


Figure IV. 26: Chemin de la fissure dans le joint FSW sain et le joint FSW corrodé a T=25°C

IV.7.1.3. Influence de la température sur le comportement en fatigue des joints FSW corrodés

Pour évaluer l'effet de la température sur la corrosion du joint FSW, on a présenté l'évolution de la fissure (a) en fonction du nombre de cycles N en milieu 0.1 M HCI+ 35g/L NaCl aux différentes températures 25°C, 55°C et 85°C (**Figure IV. 27**). Nous remarquons que plus la température augmente plus la durée de vie diminue, cet effet est marginal au-dessous de 55°C, où une diminution de la durée de vie d'environ 2.42 % est observée, au-delà de cette température, la durée de vie diminue fortement. En effet, une diminution de 61.64% de la durée de vie est enregistrée à une température égale à 85°C. Nous remarquons aussi que l'allure générale de l'avancée de fissure du joint FSW en milieu corrosif à température ambiante est comparable à celle du joint après l'attaque de corrosion à 55°C, ceci est valable dans le premier stade de propagation, soit inférieur à 7,5 10^5 cycles. Ce même phénomène est rencontré dans le cas du joint FSW sain et celle du joint après l'attaque de corrosion à 25°C. Au-delà de 7,5 10^5 cycles les pentes des deux courbes de fissuration sont différentes, après cela, elles retrouvent un chemin pratiquement similaire dans le dernier stade de propagation. Nous constatons donc que le joint FSW possède une meilleure résistance à la fatigue après l'attaque de corrosion, ceci est valable en dessous de 55°C par contre au-delà de cette température, la durée de vie diminue fortement.

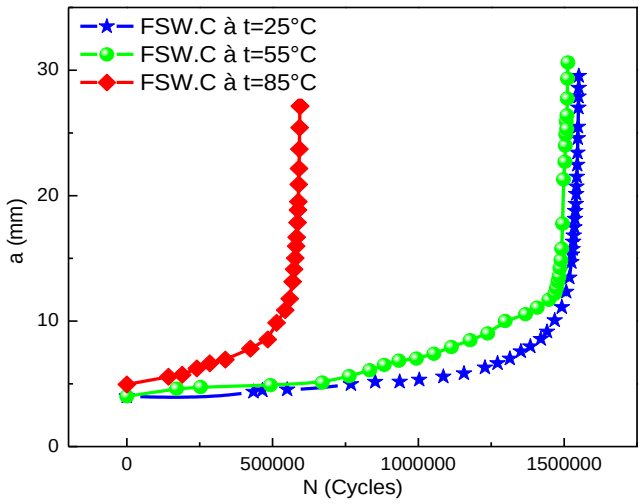


Figure IV. 27: Evolution de la longueur de fissure *a* en fonction du nombre de cycles N de joint FSW corrodé à différentes températures

Pour une meilleure évaluation de l'effet de la température sur la corrosion du joint FSW, on a présenté l'évolution de la durée de vie en fonction de cette dernière. La **Figure IV. 28** illustre cette variation : nous constatons que la durée de vie du joint FSW est inversement proportionnelle à la température. Cette évolution peut être décrite par la relation suivante :

$$N = 908925 - 489.26 \times T^2 + 37890 \times T \qquad \text{(IV. 8)}$$

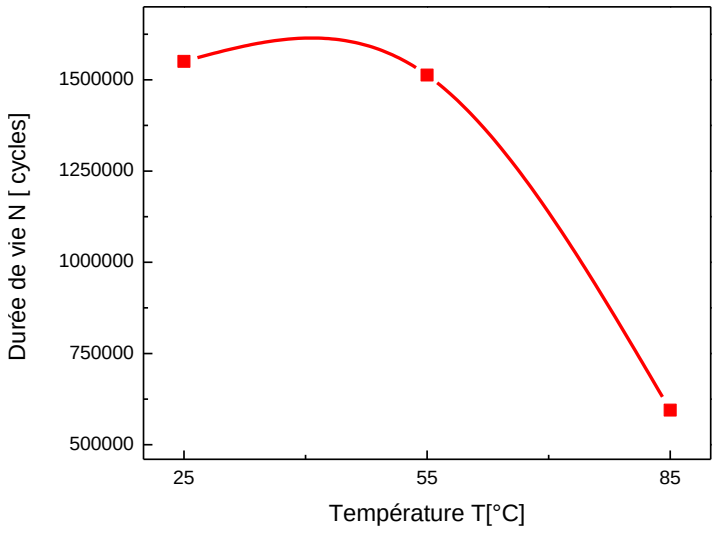


Figure IV. 28: Evolution la durée de vie du joint FSW en fonction la température

Ce résultat nous permet de confirmer ce qui a été énoncé précédemment dans l'étude gravimétrique et thermodynamique. L'intensité de la vitesse de corrosion atteint des valeurs très faibles à température ambiante, tandis qu'elle est maximale pour une température égale à 85°C et donc accélère la cinétique de propagation ce qui conduit à une forte diminution de la durée de vie du joint FSW corrodés.

Dans cette étape d'analyse nous représentons l'évolution de la vitesse de fissuration da/dN en fonction du facteur d'intensité de contrainte ΔK du joint FSW pré-corrodé en milieu 0.1 M HCI+ 35g/L NaCl aux différentes températures 25°C, 55°C et 85°C (**Figure IV. 29**). L'analyse de cette figure montre qu'à un même niveau de ΔK, on observe à 25°C une vitesse de fissuration da/dN inférieure à celle à 55°C qui, elle-même est inférieure à celle à 85°C. On note également que pour une valeur de $\Delta K < 4.08$ MPa·m½, l'évolution de da/dN des joints FSW corrodés sont très proches dans les différentes températures. Nous constatons qu'aux faibles valeurs de ΔK, la température n'a pas d'influence sur la tenue en fatigue des joints FSW corrodés. Pour $\Delta K > 4.08$ MPa·m½ l'évolution de da/dN des joints FSW corrodés à 25 et 55°C montre qu'ils sont très proches. En effet, une augmentation de 120% de la température conduit une augmentation d'ordre 6.76%. Cependant, l'écart entre ces vitesses diminue lorsque ΔK augmente. À $\Delta K = 5.36$ MPa·m½, nous observons une diminution de la vitesse de fissuration vers une vitesse minimale dans le joint FSW corrodé à 25 et 55°C, elle est estimée à 1.93×10^{-8} m/cycle. Ce même phénomène est rencontré dans le joint FSW corrodé à 55°C à $\Delta K = 12.13$ MPa·m½. Après cela, la fissure reprend son avancée normale. Cette réduction de vitesse s'accompagne d'une déviation de la fissure de son plan initial vers la zone affectée thermo-mécaniquement. Cette déviation est due à la disparité entre la limite d'élasticité des différentes zones de la soudure (**Figure IV. 30**). Ces propriétés sont déterminées en mesurant la micro-dureté respective de ces zones. Plusieurs travaux ont établi une relation entre la micro-dureté HV et la limite d'élasticité [142-145], une relation de type :

$$\alpha = \frac{\sigma_e}{Hv} \qquad \text{(IV. 9)}$$

Dans notre étude le coefficient α du joint FSW AA3003 est égale à : 2.3

Les limites élastiques des différentes zones du joint FSW calculées à partir de la relation (IV. 1) sont données dans le tableau **IV. 3**.

Tableau IV. 3 : Comparaison entre les limites élastiques du joint FSW

	Mb	ZATr	ZATMr	NU	ZATMa	ZATa
Hv	47.66	42.07	43.03	44.84	42.57	41.42
σ_e	110.0	98.2	99.0	103.1	97.9	95.3

L'hétérogénéité de la limite d'élasticité dans le joint FSW explique la bifurcation de la fissure vers la zone affectée thermo-mécaniquement, du côté où la zone plastique était la plus faible, car elle indique que la fissure a eu tendance à bifurquer vers une zone ayant une résistance à la propagation inférieure dans des joints soudés FSW. Toutefois, il est important de noter que les facteurs qui influencent la trajectoire de la fissure ne sont pas les mêmes que ceux qui influencent la vitesse à laquelle une fissure de fatigue se propage.

Après l'attaque de corrosion à 85°C, on remarque une différence appréciable dans la variation de vitesse de fissuration mesurée. Elle est supérieure à celles à 25 et 55°C. En effet, À faible $\Delta K < (5.22\text{MPa}\sqrt{\text{m}})$ la vitesse de fissuration est 15.5% supérieure à celles à 25 et 55°C. Au-dela de $5.22\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ un écart important est enregistré entre les vitesses de fissuration da/dN des joints soudés FSW. En effet, pour un milieu corrosif à 85°C la vitesse de fissuration augmente de 78.69 à 263% par rapport à celles de 25 et 55°C. Ces résultats conduisent à conclure que les vitesses de fissuration da/dN des joints soudés FSW corrodés augmentent avec l'augmentation de la température, les vitesses les plus importantes sont obtenues à 85°C. Cependant, l'écart entre ces vitesses diminue lorsque ΔK diminue. Nous constatons aussi que l'augmentation de la température influe considérablement sur la trajectoire de la fissure, la diminution de cette dernière conduit à une trajectoire moins tortueuse, la fissure a eu tendance à bifurquer vers la zone possédante les faibles propriétés mécaniques ce qui réduit la résistance en fatigue des joints soudés FSW corrodés.

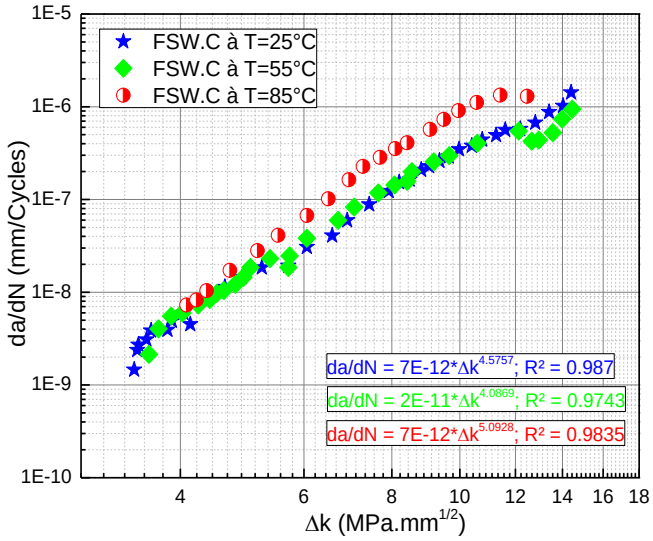


Figure IV. 29: Evolution de la vitesse de fissuration (*da*/*dN*) en fonction du facteur d'intensité de contrainte ΔK du joint FSW corrodé à T=25°C, T=55°C et T=85°C

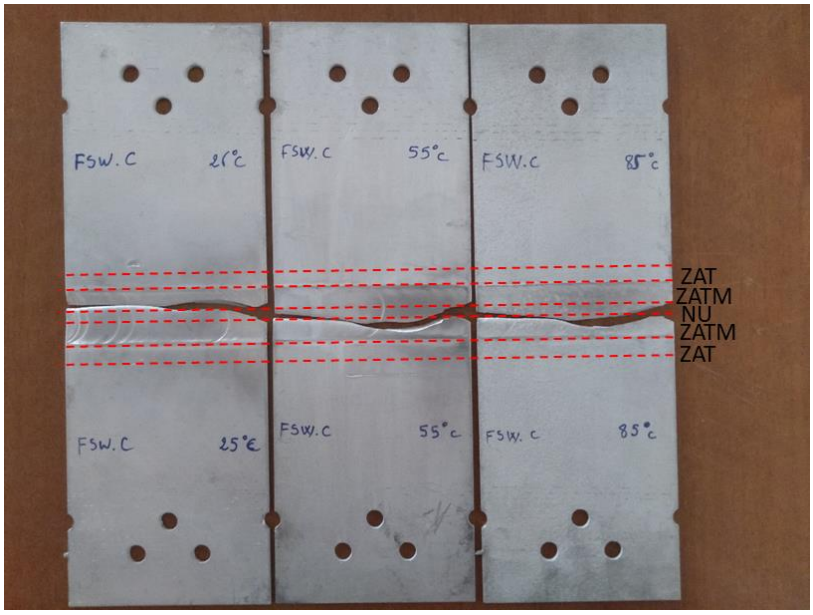


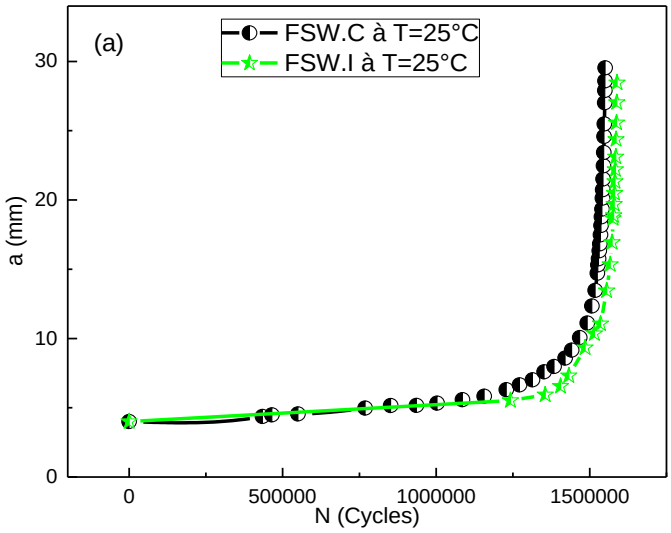
Figure IV. 30: Chemin de la fissure dans le joint FSW corrodé à T=25°C, T=55°C et T=85°C

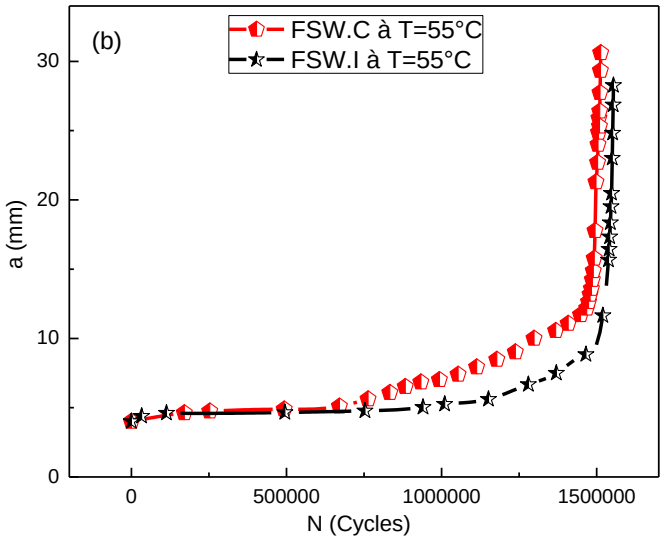
IV.7.1.4. Effet de l'inhibiteur sur la résistance en fatigue des joints FSW

L'étude précédente du chapitre 3 a permis de constater que l'ajout de l'éthylène glycol offre une meilleure protection contre la corrosion, ce constat montre que l'éthylène glycol agit comme un inhibiteur de corrosion.

Afin d'évaluer l'efficacité de l'inhibiteur sur la résistance en fatigue des joints FSW, nous avons également comparé le comportement du joint FSW dans le milieu électrolytique 0.1M HCl+35g/L

NaCl en absence et présence de 10% l'éthylène glycol aux différentes températures (25°C, 55°C et 85°C) afin de connaître son avantage à la protection contre la corrosion. L'évolution de la longueur de fissure (a) en fonction du nombre de cycles (N) du joint FSW aux différentes températures est représenté par les **Figure IV. 31-a, Figure IV. 31-b** et **Figure IV. 31-c.**





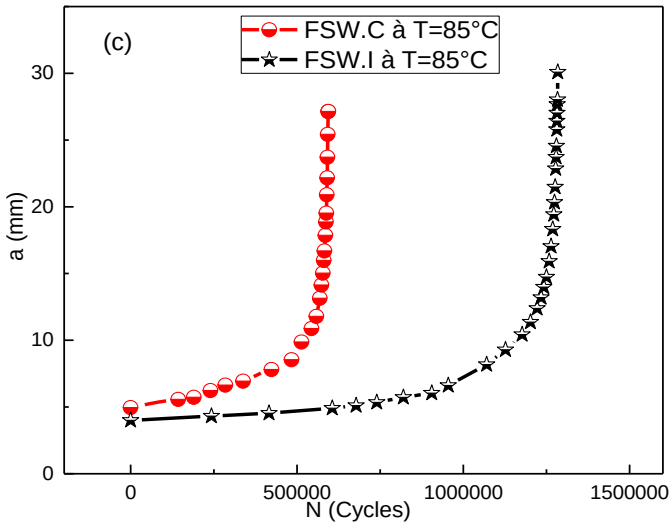


Figure IV. 31: Effet de l'inhibiteur sur la durée de vie de joint FSW corrodé à différentes températures

À l'examen des **Figure IV. 31-a, Figure IV. 31-b** et **Figure IV. 31-c**, on remarque que la durée de vie des joints FSW en présence l'éthylène glycol est supérieure à celle en son absence conduisant ainsi à la retardation de la cinétique de corrosion. Cet effet est moins marqué dans un intervalle de température comprise entre 25°C et 55°C, l'écart entre la durée de vie du joint FSW en absence et présence de l'éthylène glycol est de l'ordre de 2.43 % est de 2.64 % à des températures 25°C et 55°C respectivement, sauf à une température maximale égale à 85°C, l'écart est très important de l'ordre de 53.68%. Ceci confirme les résultats obtenus par l'étude gravimétrique et thermodynamique, l'ajout de l'éthylène glycol ralentit la cinétique de corrosion conduisant ainsi à l'amélioration de la durée de vie des joints FSW.

Pour mieux cerner l'influence de la température sur la performance l'éthylène glycol nous avons présenté le taux de variation de la durée de vie des joints FSW en fonction de la température après l'ajout de ce dernier.

La **Figure IV. 32** montre clairement que la température a une forte influence sur l'évolution de la durée de vie des joints FSW. En analysant cette courbe, deux stades sont à observer :

Dans le premier stade, la durée de vie est presque stable pour des températures fluctuant entre 25 et 55°C, les taux de variation de durée de vie présente des valeurs assez voisines les unes des autres. Dans le second stade, on observe une accélération rapide de la durée de vie du joint FSW.

Ceci est valable pour une température comprise entre 55 et 85 °C. Cette évolution peut être décrite par la relation suivante :

$$\frac{\Delta N}{N} = 40.85 + 0.0282T^2 - 2.2451T \qquad \text{(IV. 10)}$$

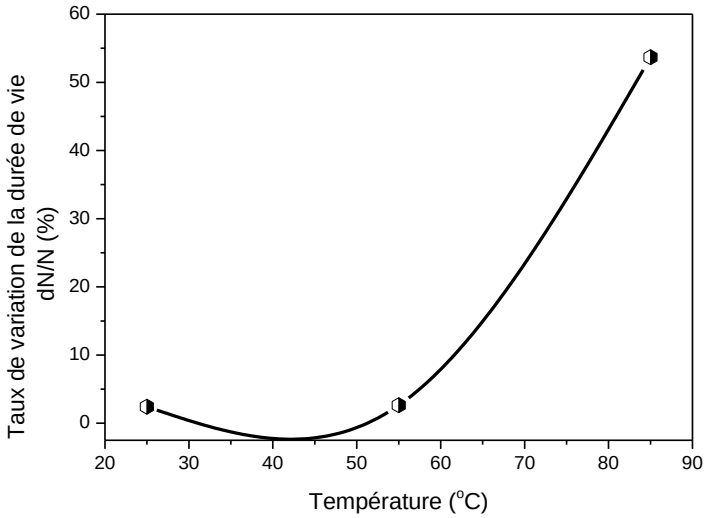
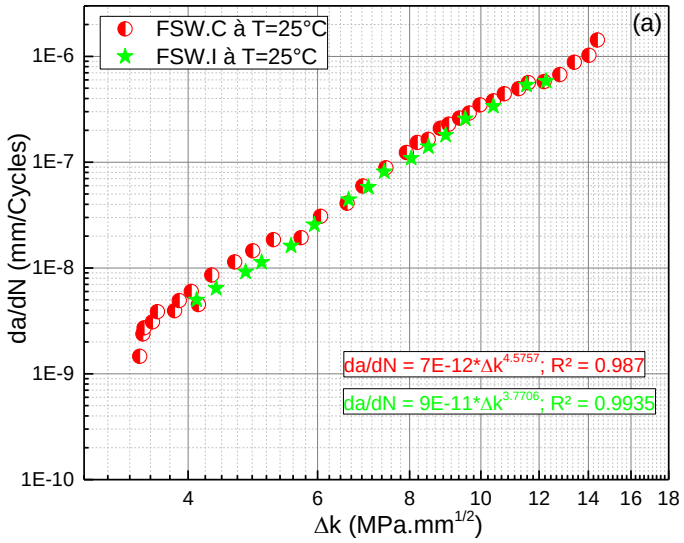
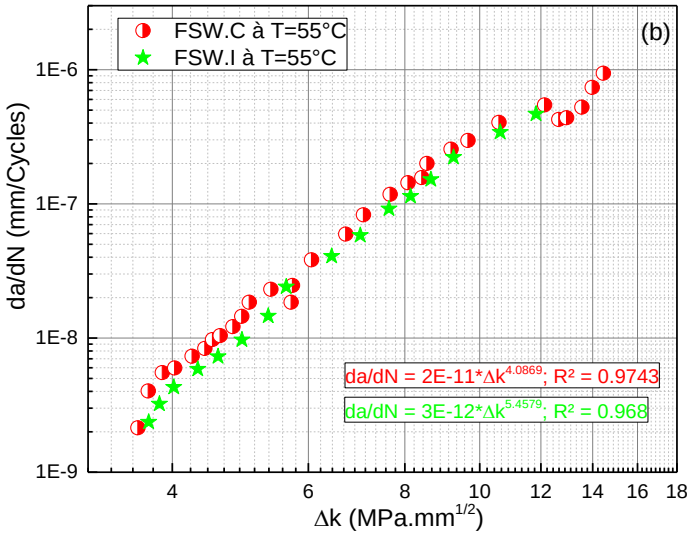


Figure IV. 32: Effet de la température sur la durée de vie des joint FSW après l'ajout de l'éthylène glycol

L'effet de l'ajout de l'éthylène glycol sur le taux de propagation da ⁄ dN a été est étudié en comparant les résultats obtenus des joints FSW corrodés à différentes températures en présence et absence de l'éthylène glycol. **Les Figure IV. 313-a, Figure IV. 313-b** et **Figure IV. 313-c** illustrent la variation de la vitesse de propagation en fonction de ΔK à des différentes températures.


FSW.C à T=25°C
FSW.I à T=25°C
(a)
da/dN = 7E-12*Δk^4.5757; R² = 0.987
da/dN = 9E-11*Δk^3.7706; R² = 0.9935
da/dN (mm/Cycles)
Δk (MPa.mm^1/2)
1E-6
1E-7
1E-8
1E-9
1E-10
4
6
8
10
12
14
16
18


FSW.C à T=55°C
FSW.I à T=55°C
(b)
da/dN = 2E-11*Δk^4.0869; R² = 0.9743
da/dN = 3E-12*Δk^5.4579; R² = 0.968
da/dN (mm/Cycles)
Δk (MPa.mm^1/2)
1E-6
1E-7
1E-8
1E-9
4
6
8
10
12
14
16
18

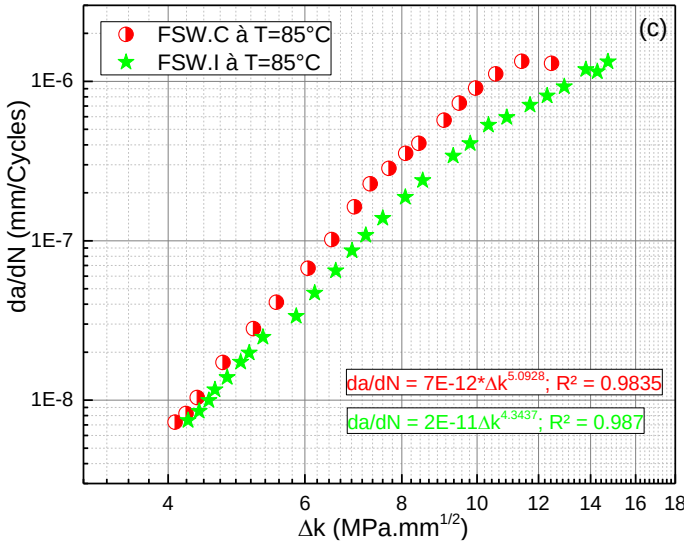
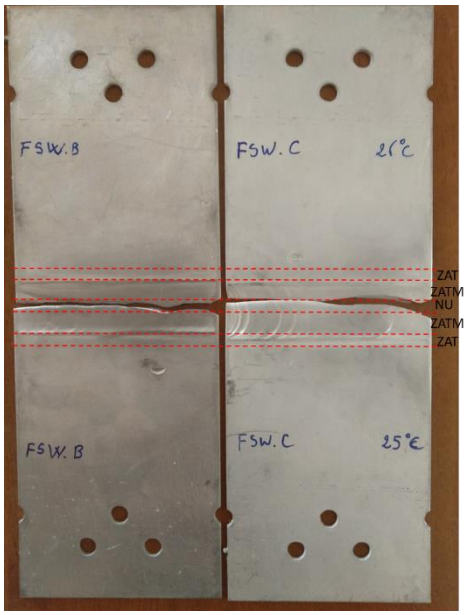


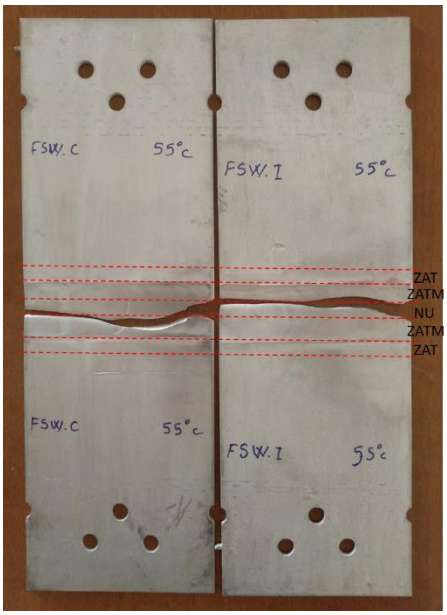
Figure IV. 33: Effet de l'inhibiteur sur la vitesse de fissuration (*da*/*dN*) et sur le facteur d'intensité de contrainte ΔK à T=25°C, T=55°C et T=85°C

En comparant les résultats obtenus sur les **Figure IV. 313-a, Figure IV. 313-b** et **Figure IV. 313-c,** on remarque que les vitesses de propagation diminuent après l'ajout de l'éthylène glycol. Cette diminution est moins marquée à faible valeur de $\Delta K (\Delta K < 5.42 \text{MPa}\sqrt{\text{m}})$, mais reste tout de même significative à 8.21%, 9.61% et 48.51% à 25, 55 et 85°C respectivement. À $(\Delta K > 5.42 \text{MPa}\sqrt{\text{m}})$, cette différence est pratiquement inexistante dans les essais effectués à 25 et 55°C, les joints FSW corrodés produisent les mêmes vitesses de fissuration. Cependant, à 85°C l'écart entre les vitesses en présence et absence de l'éthylène glycol augmente fortement lorsque ΔK augmente, soit une valeur de 2.22 fois supérieure à celle obtenue en absence de l'éthylène glycol. Ce résultat nous permet de constater que l'ajout l'éthylène conduit à un ralentissement de la vitesse de propagation. Nous pouvons aussi constater, que plus la température du milieu corrosif augmente plus l'efficacité de l'éthylène glycol est meilleure. En effet, une augmentation de 115% de la température conduit à une diminution de 222.85% de la vitesse de fissuration. Cet effet se traduit directement par une augmentation de la durée de vie de joint FSW.

L'inspection visuelle des éprouvettes fissurées montre qu'après l'ajout de l'éthylène glycol, la fissure avait bifurqué vers la zone affectée thermo-mécaniquement, du côté où les propriétés mécaniques sont les plus faibles. Cette bifurcation intervient dès les premiers cycles de propagation à faible valeur de ΔK où la fissure bifurque de manière importante. À hautes valeurs de ΔK le chemin

de propagation est très régulier. Par contre pour le joint FSW non corrodé aucune déviation de la fissure de son axe de propagation n'est remarquée (**Figure IV. 34**)





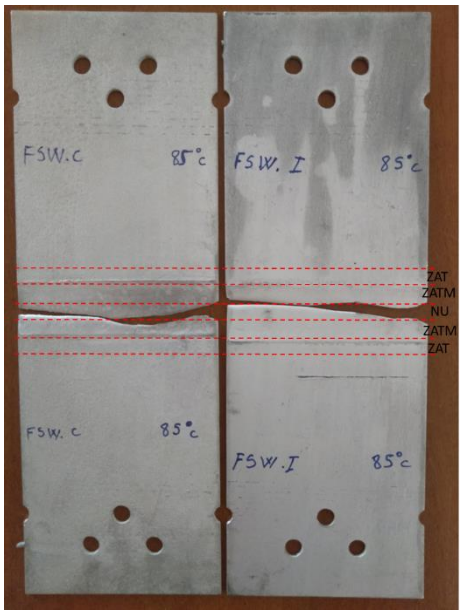


Figure IV. 34: Effet de l'ajout de l'inhibiteur sur le chemin de propagation des fissures

Conclusion

L'objectif principal de ce chapitre est d'étudier la résistance à la corrosion des joints soudé par friction-malaxage de l'alliage d'aluminium 3003. L'effet du milieu corrosif, la température et l'ajout de l'éthylène glycol ont été étudiés.

Une analyse microstructurale et des profils de micro-dureté permettent de donner de l'importance à l'influence des paramètres étudiés sur les différentes zones de la soudure FSW. Des essais statiques de traction des éprouvettes prélevées perpendiculairement à la direction de soudage ont été réalisés. Enfin, la résistance à la propagation d'un joint FSW a été étudiée, des essais de fatigue ont été menés sur des éprouvettes SENT.

Les résultats obtenus dans l'analyse microstructurale et des profils de micro-dureté montrent :

- Une différence importante de la composition chimique dans les différentes zones de joint FSW. Cependant, elle accélère le phénomène électrochimique.
- La modification de la microstructure donne un abattement des propriétés mécaniques au niveau du joint FSW.

- Une faible quantité de manganèse (Mn) dans la zone de séparation entre ZATM et ZAT, ce qui favorise la corrosion dans cette zone.
- Le joint FSW est soumis à la combinaison de deux types de corrosion : corrosion uniforme et corrosion par piqûre.
- Le joint FSW révèle une bonne résistance à la corrosion par rapport au métal de base.
- la micro-dureté après corrosion dans le métal de base ainsi que les différentes zones du joint FSW diminue avec l'augmentation de la température.
- Les faibles valeurs de micro-dureté est enregistrées la zone affectée thermiquement (ZAT) du côté recul (RS).
- La micro-dureté après corrosion dans les zones du joint soudé par FSW de l'alliage Al 3003 est légèrement supérieure à celle du métal de base.

L'analyse de l'effet de la corrosion sur le comportement en traction du joint FSW permet la déduction des conclusions suivantes :

- Le joint FSW révèle approximativement la même contrainte ultime (σ_U) dans toutes les solutions et à différentes températures, mais à 85°C les joints FSW montrent une dégradation significative des propriétés mécaniques.
- L'accroissement de la température conduit à une diminution de la ductilité
- L'augmentation de la température entraîne une faible diminution des propriétés mécaniques pour une température comprise entre 25 et 65°C. Au-delà de 65°C, ses propriétés diminuent considérablement, cette approche est identique dans toutes les solutions.
- En milieu 0.1M HCl+35g/L NaCl, les valeurs des propriétés mécaniques sont nettement plus faibles par rapport au milieu en 0.1M HCl.
- L'ajout de NaCl à 0.1M HCl entraine une diminution de la contrainte à la rupture.
- La résistance maximale à la traction n'est pas influencée par l'ajout de NaCl
- L'agressivité du milieu croît clairement avec la température.
- L'ajout de 10% (0.1M $(CH_2OH)_2$ ''l'éthylène glycol'' à 90% (0.1M HCl+35g/L NaCl), améliore la résistance à la corrosion des joints FSW. Ceci confirme le rôle d'inhibiteur de l'éthylène glycol

- Les propriétés mécaniques diminuent soit avec l'augmentation de la température ou avec l'agressivité du milieu corrosif.
- L'ajout de 10% de 0.1M éthylène glycol pur, conduit à une légère amélioration de la dureté dans les différentes zones soudées.

L'analyse de la résistance à la propagation d'un joint FSW permet la déduction des conclusions suivantes :

- La résistance à la fatigue du joint FSW est proche de celle du matériau de base.
- Le joint FSW présente une meilleure résistance à la fatigue que celle en traction. L'efficacité du joint FSW en fatigue est proche de 97%, alors qu'en traction elle est égale à 75%.
- Aux faibles valeurs de ΔK, le métal d'apport possède une résistance à la propagation plus faible que celle du joint FSW.
- Dans le joint FSW la fissure se déviait systématiquement de son plan initial vers la zone affectée thermomécanique. Alors que le chemin de la fissure demeure pratiquement constant à travers le métal de base.

L'analyse de la résistance à la propagation d'un joint FSW pré-corrodé permet la déduction des conclusions suivantes :

- Le milieu corrosif influe légèrement sur la résistance en fatigue des joints FSW.
- L'avancée de fissure du joint FSW sain est comparable à celle du joint après l'attaque de corrosion. Cependant, après l'attaque de corrosion la résistance à la fatigue du joint soudé FSW diminue légèrement.
- Aux faibles valeurs de ΔK, la température n'a pas d'influence sur la tenue en fatigue des joints FSW corrodés. Au-delà de 55°C, la durée de vie du joint FSW diminue fortement.
- L'hétérogénéité de la limite d'élasticité dans le joint FSW est responsable la bifurcation de la fissure.
- L'augmentation de la température influe considérablement sur la trajectoire de la fissure, la diminution de cette dernière conduit à une trajectoire moins tortueuse.
- L'ajout de l'éthylène glycol ralentit la vitesse de propagation conduisant ainsi à l'amélioration de la durée de vie des joints FSW pré-corrodé.

Conclusion générale et perspectives

La résistance à la corrosion du joint FSW en alliage d'aluminium est très complexe, elle dépend de plusieurs facteurs intrinsèques ou extrinsèques du matériau. Les vitesses de rotation et d'avance mais aussi l'outil utilisé conditionnent les cycles de température dépendamment de l'alliage utilisé qui déterminent à leur tour la microstructure de la soudure et ses propriétés mécaniques. En plus, On peut noter que la température et le milieu corrosif jouent un rôle important sur le comportement du joint FSW.

Le sujet traité ici s'inscrit dans le cadre de l'étude de la résistance à la corrosion du joint Al 3003 FSW. Ce travail a été abordé par une approche expérimentale, une méthodologie des plans d'expérience est utilisée pour la modélisation et la prédiction du comportement du joint FSW.

L'étude expérimentale a permis de dégager essentiellement les remarques suivantes :

- L'optimisation des paramètres du procédées de soudage montre que les propriétés en traction des soudures FSW restent relativement bonnes, les résultats montrent que la rupture a le plus souvent lieu à côté de la ZATM.
- Cette étude nous a montré que les paramètres les plus influents sont dans l'ordre : vitesse de rotation, vitesse d'avance et l'angle d'inclinaison de l'outil. Le modèle donné par le plan d'expérience nous a permis d'obtenir une meilleure prédiction de la loi de comportement d'un joint soudé. Le modèle fournit un outil efficace pour le choix optimal de certains paramètres du FSW.
- Les combinaisons des différents facteurs pour une meilleure qualité du joint FSW en obtenant une résistance à la traction du joint soudé égale à 75% de celle du métal de base.

Pour ce qui est des résultats de l'étude des mécanismes de corrosion, elle s'articule autour de trois facteurs d'influence : l'effet du milieu corrosif, l'effet de température, l'effet de l'ajout de l'éthylène glycol et la concentration de ce dernier, cette étude est composée de deux parties. Dans la première partie de ce travail, l'influence de la température et le milieu corrosif ont été étudié sur la corrosion du joint soudé FSW et le métal par des mesures gravimétriques. Ensuite, l'influence de la concentration et de la température sur les processus de corrosion du joint FSW et métal de base en milieu 0.1M HCl+35g/L NaCl en absence et en présence de l'inhibiteur éthylène glycol afin d'évaluer l'efficacité de l'inhibiteur.

Les principales conclusions de l'étude gravimétrique sont :

- L'ajout de 35g/L NaCl à 0.1M HCl conduit à une forte augmentation de la vitesse de corrosion dans le métal de base et le joint soudé par FSW.
- Les vitesses de corrosion dans le métal de base sont plus élevées que celles obtenues dans le joint soudé par FSW.
- Une augmentation de la vitesse de corrosion dans le métal de base et le joint FSW, quand la température augmente,
- Les tests réalisés en présence de l'éthylène glycol, ont montré que ce dernier joue le rôle d'inhibiteur de corrosion, la performance de l'éthylène glycol à un effet plus marqué sur le joint FSW. L'augmentation de la concentration de ce dernier conduit à l'augmentation de son efficacité.
- A température supérieur à 55°C, les vitesses de corrosion deviennent très importantes.
- L'adsorption de l'éthylène glycol à la surface du métal de base et celle du joint FSW suit l'isotherme de Langmuir par former une monocouche sur la surface deux échantillons, limitant l'accès de l'électrolyte.

Pour ce qui est des résultats de l'effet du milieu corrosif, la température et l'ajout de l'éthylène glycol sur les propriétés mécaniques et la micro-dureté des joints FSW, les principales conclusions sont :

- Une différence importante de la composition chimique dans les différentes zones de joint FSW,
- Les propriétés mécaniques de tension de soudures ont été influencées par milieu corrosif, la température et l'ajout de l'éthylène glycol,
- Les observations des faciès de rupture mettent en évidence que la zone de rupture se situe toujours dans la transition TMAZ et NU du côté avance,
- Le joint FSW est soumis à la combinaison de deux types de corrosion : corrosion uniforme et corrosion par piqûre,
- Le joint FSW révèle une meilleure résistance à la corrosion par rapport au métal de base,
- L'endommagement par corrosion ne semble pas modifier les valeurs de limite d'élasticité et contrainte ultime, mais à 85°C les joints FSW montrent une dégradation significative des propriétés mécaniques,

- Au-delà de 65°C, Les propriétés mécaniques diminuent considérablement, cette approche est identique dans toutes les solutions,
- Les propriétés mécaniques du joint FSW diminuent soit avec l'augmentation de la température ou avec l'agressivité du milieu corrosif,
- L'ajout de l'éthylène glycol améliore la résistance à la corrosion des joints FSW,

L'étude expérimentale de la propagation des fissures longues d'un joint FSW dans un milieu corrosif a permis de dégager essentiellement les remarques suivantes :

- Le joint FSW présente une résistance à la fatigue proche à celle du matériau de base.
- L'efficacité du joint FSW en fatigue est proche de 97%,
- Dans la gamme des vitesses de propagation faible pour ΔK inférieur à 4 MPa$\sqrt{m}$, le métal d'apport possède une résistance à la propagation plus faible que celle du joint FSW,

L'analyse de la résistance à la propagation d'un joint FSW pré-corrodé permet la déduction des conclusions suivantes :

- Après l'attaque de corrosion la résistance à la fatigue du joint soudé FSW diminue légèrement,
- Dans la gamme des vitesses de propagation faible pour ΔK inférieur à 4 MPa$\sqrt{m}$, la température n'a pas d'influence sur la tenue en fatigue des joints FSW corrodés, mais pour des températures supérieures à 55°C, la durée de vie du joint FSW devient moins importante,
- L'augmentation de la température joue un rôle significatif sur la propagation des fissures de fatigue des joints FSW, la diminution de cette dernière conduit à une trajectoire moins tortueuse,
- L'ajout de l'éthylène glycol ralentit la vitesse de propagation conduisant ainsi à l'amélioration de la durée de vie des joints FSW pré-corrodé.

Tous les résultats des essais mécaniques et celles obtenus par l'étude gravimétrique convergent donc et mettent en évidence que l'ajout de l'éthylène glycol ralentit la vitesse de propagation conduisant ainsi à l'amélioration de la durée de vie des joints FSW pré-corrodé. L'utilisation des extrais d'huiles des plantes locales comme des inhibiteurs pourront notamment être utile pour améliorer la durée de vie des joints FSW.

L'étude de l'effet du milieu corrosif et la température ont mis en évidence une accélération de la propagation comparativement au vide. Des essais de propagation d'une fissure courte sous vide à ΔK constant dans le domaine affecté par l'effet d'environnement pourrait aider à mieux appréhender ces effets.

Sur le plan numérique :

Il serait intéressant d'étudier numériquement la corrosion des joints FSW, et proposait un modèle de prédiction de la vie en fatigue par une approche de mécanique de rupture plus adaptée à des soudures FSW.

Référence bibliographique

1. Davis, J.R., Alloying: understanding the basics. 2001: ASM international.
2. Huang, R. and H. Fukanuma, Future trends in cold spray techniques, in Future Development of Thermal Spray Coatings. 2015, Elsevier. p. 143-162.
3. Christian, V., Corrosion of aluminium. 2004, Elsevier Science.
4. Popplewell, J., R. Hart, and J.J.C.S. Ford, The effect of iron on the corrosion characteristics of 90-10 cupro nickel in quiescent 3• 4% NaCl solution. 1973. 13(4): p. 295-309.
5. Ahmad, Z., Aluminium alloys: new trends in fabrication and applications. 2012: BoD–Books on Demand.
6. Liu, Y., Y.J.M. Cheng, and corrosion, Role of second phase particles in pitting corrosion of 3003 Al alloy in NaCl solution. 2010. 61(3): p. 211-217.
7. Henan Huawei Aluminum Co., L., https://www.alufoil.cn/3003-aluminum-sheet.html. 2021, February 18.
8. Aluminum, H.M., https://www.mt-aluminum.com/multiple-uses-3003-aluminum-panels.html. 2021, February 18.
9. Thomas, W., et al., Friction stir butt welding, International Patent Application no. 1991(9125978.8).
10. Fahimpour, V., et al., Corrosion behavior of aluminum 6061 alloy joined by friction stir welding and gas tungsten arc welding methods. 2012. 39: p. 329-333.
11. Humberto Mota de Siqueira, R., et al., Comparing mechanical behaviour of aluminium welds produced by laser beam welding (LBW), friction stir welding (FSW), and riveting for aeronautical structures. 2016. 30(7): p. 497-503.
12. Okamura, H., et al., Behaviour of oxides during friction stir welding of aluminium alloy and their effect on its mechanical properties. 2002. 16(4): p. 266-275.
13. Gite, R.A., P.K. Loharkar, and R.J.M.T.P. Shimpi, Friction stir welding parameters and application: A review. 2019. 19: p. 361-365.
14. Nasiri, Z., et al., Enhanced mechanical properties of as-cast Mg-Al-Ca magnesium alloys by friction stir processing. 2021. 296: p. 129880.
15. Nouri, Z., et al., Mechanical properties enhancement of cast Al-8.5 Fe-1.3 V-1.7 Si (FVS0812) alloy by friction stir processing. 2020. 20(4): p. 1-12.

16. Masroor, Z., et al. Crack repairing of aluminum alloy 2024 by reinforcement of Al 2 O 3 and B 4 C particles using friction stir processing. in 2019 Sixth International Conference on Aerospace Science and Engineering (ICASE). 2019. IEEE.
17. Gunter, C., et al., Solid state crack repair by friction stir processing in 304L stainless steel. 2018. 34(1): p. 140-147.
18. Mishra, R.S., Z.J.M.s. Ma, and e.R. reports, Friction stir welding and processing. 2005. 50(1-2): p. 1-78.
19. Emamian, S., et al., The effect of pin profiles and process parameters on temperature and tensile strength in friction stir welding of AL6061 alloy, in The Advances in Joining Technology. 2019, Springer. p. 15-37.
20. Wu, T., et al., Temperature monitoring and material flow characteristics of friction stir welded 2A14-t6 aerospace aluminum alloy. 2019. 12(20): p. 3387.
21. St-Georges, L., Le soudage par friction malaxage : principes et applications,. éd. : Les Presses de l'aluminium, Chicoutimi, Québec 2015.
22. Liu, H.-J., et al., Mechanical properties of underwater friction stir welded 2219 aluminum alloy. 2010. 20(8): p. 1387-1391.
23. Zhao, Y., et al., Microstructural characterizations and mechanical properties in underwater friction stir welding of aluminum and magnesium dissimilar alloys. 2015. 65: p. 675-681.
24. Ji, S., et al., Formation and mechanical properties of stationary shoulder friction stir welded 6005A-T6 aluminum alloy. 2014. 62: p. 113-117.
25. Esmaily, M., et al., Bobbin and conventional friction stir welding of thick extruded AA6005-T6 profiles. 2016. 108: p. 114-125.
26. Ikram, I., et al., A preliminary experimental study of Underwater Friction Stir Welding AA5083 plate butt joint. 2016. 9(6): p. 462-466.
27. Zhang, Y., et al., Review of tools for friction stir welding and processing. 2012. 51(3): p. 250-261.
28. Silva, A.C., et al., Ultimate tensile strength optimization of different FSW aluminium alloy joints. 2015. 79(5): p. 805-814.
29. Ghetiya, N., K. Patel, and A.J.T.o.t.I.I.o.M. Kavar, Multi-objective optimization of FSW process parameters of aluminium alloy using Taguchi-based grey relational analysis. 2016. 69(4): p. 917-923.

30. Lakshminarayanan, A. and V.J.T.o.N.M.S.o.C. Balasubramanian, Process parameters optimization for friction stir welding of RDE-40 aluminium alloy using Taguchi technique. 2008. 18(3): p. 548-554.

31. Shanavas, S. and J.E.R.J.T.o.n.m.s.o.C. Dhas, Parametric optimization of friction stir welding parameters of marine grade aluminium alloy using response surface methodology. 2017. 27(11): p. 2334-2344.

32. Wakchaure, K., et al., Multi-objective optimization of friction stir welding of aluminium alloy 6082-T6 Using hybrid Taguchi-Grey relation analysis-ANN method. 2018. 5(2): p. 7150-7159.

33. Sen, M. and S.J.M.T.P. Chattopadhyaya, Investigations into FSW joints of dissimilar aluminum alloys. 2020. 27: p. 2455-2462.

34. Khan, N.Z., et al., Analysis of defects in clean fabrication process of friction stir welding. 2017. 27(7): p. 1507-1516.

35. GHAZI, A. and M. MAZARI, Caractérisation mécanique des assemblages soudes par friction malaxage (Etude expérimentale et numérique). 2015.

36. Tutar, M., et al., The optimisation of process parameters for friction stir spot-welded AA3003-H12 aluminium alloy using a Taguchi orthogonal array. 2014. 63: p. 789-797.

37. Aydin, H., et al., Effect of welding parameters on tensile properties and fatigue behavior of friction stir welded 2014-T6 aluminum alloy. 2012. 65(1): p. 21-30.

38. Singh, H.N., et al., Optimization of process parameters of friction stir welded joint of AA6061 and AA6082 by response surface methodology (RSM). 2019. 3(6): p. 417-427.

39. Rajendran, C., et al., Effect of tool tilt angle on strength and microstructural characteristics of friction stir welded lap joints of AA2014-T6 aluminum alloy. 2019. 29(9): p. 1824-1835.

40. Elangovan, K., et al., Predicting tensile strength of friction stir welded AA6061 aluminium alloy joints by a mathematical model. 2009. 30(1): p. 188-193.

41. Scialpi, A., et al., Influence of shoulder geometry on microstructure and mechanical properties of friction stir welded 6082 aluminium alloy. 2007. 28(4): p. 1124-1129.

42. Safeen, W., et al., Predicting the tensile strength, impact toughness, and hardness of friction stir-welded AA6061-T6 using response surface methodology. 2016. 87(5-8): p. 1765-1781.

43. Ramanjaneyulu, K., G. Madhusudhan Reddy, and A.J.T.o.t.I.I.o.M. Venugopal Rao, Role of tool shoulder diameter in friction stir welding: an analysis of the temperature and plastic deformation of AA 2014 aluminium alloy. 2014. 67(5): p. 769-780.
44. Singh, H.N., A. Kaushik, and D.J.D. Juneja, Optimization of process parameters of friction stir welded joint of AA6061 and AA6082 by response surface methodology (RSM). 2019. 36037.
45. Gupta, R.K., et al., Influence of processing parameters on induced energy, mechanical and corrosion properties of FSW butt joint of 7475 AA. 2012. 21(8): p. 1645-1654.
46. Aissani, M., et al. Comparison in Temperature evolution and Mechanical properties of an aluminium alloy welded by FSW and TIG processes. in Congrès Algérien de Mécanique CAM2019. 2019.
47. Heidarzadeh, A., et al., Tensile behavior of friction stir welded AA 6061-T4 aluminum alloy joints. 2012. 37: p. 166-173.
48. Ma, Z., R.S. Mishra, and M.W.J.A.m. Mahoney, Superplastic deformation behaviour of friction stir processed 7075Al alloy. 2002. 50(17): p. 4419-4430.
49. Rhodes, C., et al., Fine-grain evolution in friction-stir processed 7050 aluminum. 2003. 48(10): p. 1451-1455.
50. Elangovan, K., V. Balasubramanian, and M.J.T.i.j.o.a.m.t. Valliappan, Influences of tool pin profile and axial force on the formation of friction stir processing zone in AA6061 aluminium alloy. 2008. 38(3): p. 285-295.
51. Sato, Y.S., et al., Microstructural evolution of 6063 aluminum during friction-stir welding. 1999. 30(9): p. 2429-2437.
52. Uematsu, Y., et al., Fatigue behaviour of friction stir welds without neither welding flash nor flaw in several aluminium alloys. 2009. 31(10): p. 1443-1453.
53. Akinlabi, E.T., A. Andrews, and S.A.J.T.o.N.M.S.o.C. Akinlabi, Effects of processing parameters on corrosion properties of dissimilar friction stir welds of aluminium and copper. 2014. 24(5): p. 1323-1330.
54. Svensson, L.-E., et al., Microstructure and mechanical properties of friction stir welded aluminium alloys with special reference to AA 5083 and AA 6082. 2000. 5(5): p. 285-296.
55. Abdulrehman, M.A., S.H. Challoob, and I.I. Marhoon. Investigation of Mechanical and Numerical Properties of Friction Stir Welding (FSW) for 3003-H14 Aluminum Alloys. in Defect and Diffusion Forum. 2020. Trans Tech Publ.

56. Tan, Y., et al., A study on microstructure and mechanical properties of AA 3003 aluminum alloy joints by underwater friction stir welding. 2017. 127: p. 41-52.
57. Perry, R. and G.J.N.Y.M.-H. DW, Perry's chemical engineers' handbook, 8th illustrated ed. 2007.
58. Sukiman, N., et al., Durability and corrosion of aluminium and its alloys: overview, property space, techniques and developments. 2012: p. 47-97.
59. Colombié, M., Matériaux métalliques-2ème édition. 2008: Hachette.
60. Abuaisha, R., Corrosion behaviour of friction stir welded AA5xxx aluminium alloys. 2013, The University of Manchester (United Kingdom).
61. Vargel, C., Corrosion of aluminium. 2020: Elsevier.
62. Ghali, E., Corrosion resistance of aluminum and magnesium alloys: understanding, performance, and testing. Vol. 12. 2010: John Wiley & Sons.
63. Huang, I.-W., et al., Dependence on temperature, pH, and Cl− in the uniform corrosion of aluminum alloys 2024-T3, 6061-T6, and 7075-T6. 2016. 199: p. 242-253.
64. Boag, A., et al., Stable pit formation on AA2024-T3 in a NaCl environment. 2010. 52(1): p. 90-103.
65. Pourbaix, M.J.N.A.o.C.E.H., TX, Atlas of Electrochemical Equilibria in Aqueous Solutions Version 2. 1974: p. 504-511.
66. Seyeux, A., et al., Breakdown kinetics at nanostructure defects of passive films. 2009. 12(10): p. C25.
67. Strehblow, H.H.J.M. and Corrosion, Nucleation and repassivation of corrosion pits for pitting on iron and nickel. 1976. 27(11): p. 792-799.
68. Foroulis, Z. and M.J.J.o.t.E.S. Thubrikar, On the kinetics of the breakdown of passivity of preanodized aluminum by chloride ions. 1975. 122(10): p. 1296.
69. Yasakau, K., M. Zheludkevich, and M.J.I.m.c. Ferreira, Role of intermetallics in corrosion of aluminum alloys. Smart corrosion protection. 2018: p. 425-462.
70. Schütze, M., D. Wieser, and R. Bender, Corrosion resistance of aluminium and aluminium alloys. 2010: John Wiley & Sons.
71. Shao, M., et al., A study on pitting corrosion of aluminum alloy 2024-T3 by scanning microreference electrode technique. 2003. 344(1-2): p. 323-327.

72. Pride, S., J. Scully, and J.J.J.o.t.E.S. Hudson, Metastable pitting of aluminum and criteria for the transition to stable pit growth. 1994. 141(11): p. 3028.
73. Chen, G., M. Gao, and R.J.c. Wei, Microconstituent-induced pitting corrosion in aluminum alloy 2024-T3. 1996. 52(01).
74. Huisert, M., Electrochemical characterisation of filiform corrosion on aluminium rolled products. 2001.
75. Volkov, A., et al., Hydrodynamic measurement of a single corrosion pit. 2004. 46(11): p. 2613-2619.
76. Zhao, Q., et al., Long-term corrosion behavior of the 7A85 aluminum alloy in an industrial-marine atmospheric environment. 2021. 12: p. 1350-1359.
77. Bellenger, F., Etude et contrôle de la corrosion feuilletante des alliages d'aluminium 2024 et 7449 par bruit électrochimique et émission acoustique: analyse microstructurale et caractérisation de l'endommagement. 2002, Lyon, INSA.
78. Lynch, S.J.A.M., Environmentally assisted cracking: overview of evidence for an adsorption-induced localised-slip process. 1988. 36(10): p. 2639-2661.
79. Speidel, M.O.J.M.T.A., Stress corrosion cracking of aluminum alloys. 1975. 6(4): p. 631-651.
80. Najjar, D., et al., Influence of critical surface defects and localized competition between anodic dissolution and hydrogen effects during stress corrosion cracking of a 7050 aluminium alloy. 1997. 238(2): p. 293-302.
81. Wei, R., On understanding environment-enhanced fatigue crack growth—a fundamental approach, in Fatigue mechanisms. 1979, ASTM International.
82. Wei, R. and G.J.I.J.o.F. Simmons, Recent progress in understanding environment assisted fatigue crack growth. 1981. 17(2): p. 235-247.
83. Weir, T., et al., A model for surface reaction and transport controlled fatigue crack growth. 1980. 14(3): p. 357-364.
84. Afseth, A., et al., Effect of heat treatment on filiform corrosion of aluminium alloy AA3005. 2001. 43(11): p. 2093-2109.
85. Fathima, H., M. Pais, and P.J.J.o.B.-a.T.-C. Rao, The Use of Green Inhibitors in Evaluating the Safe Expiry Dates of Therapeutics. 2021. 7(3): p. 1-9.

86. Chaubey, N., et al., Frontiers and advances in green and sustainable inhibitors for corrosion applications: A critical review. 2020: p. 114385.
87. Udensi, S., O. Ekpe, and L.J.S.A. Nnanna, Corrosion inhibition performance of low cost and eco-friendly Treculia africana leaves extract on aluminium alloy AA7075-T7351 in 2.86% NaCl solutions. 2021. 12: p. e00791.
88. Olakolegan, O.D., et al., Green synthesis of Terminalia Glaucescens Planch (Udi plant roots) extracts as green inhibitor for aluminum (6063) alloy in acidic and marine environment. 2020. 32(2): p. 1278-1285.
89. Obot, I., et al., Corrosion inhibitors for acid cleaning of desalination heat exchangers: Progress, challenges and future perspectives. 2019. 296: p. 111760.
90. Rudi, N.N., et al., Evolution of adsorption process for manganese removal in water via agricultural waste adsorbents. 2020. 6(9): p. e05049.
91. Niu, L. and Y.F.J.J.o.m.s. Cheng, Electrochemical characterization of metastable pitting of 3003 aluminum alloy in ethylene glycol–water solution. 2007. 42(20): p. 8613-8617.
92. Chen, X., et al., Effect of temperature on corrosion behavior of 3003 aluminum alloy in ethylene glycol–water solution. 2016. 29(4): p. 1142-1150.
93. Liu, Y. and Y.J.J.o.A.E. Cheng, Characterization of passivity and pitting corrosion of 3003 aluminum alloy in ethylene glycol–water solutions. 2011. 41(2): p. 151-159.
94. Xu, W., J. Liu, and H.J.E.A. Zhu, Pitting corrosion of friction stir welded aluminum alloy thick plate in alkaline chloride solution. 2010. 55(8): p. 2918-2923.
95. Sinhmar, S. and D.K.J.C.S. Dwivedi, A study on corrosion behavior of friction stir welded and tungsten inert gas welded AA2014 aluminium alloy. 2018. 133: p. 25-35.
96. Wadeson, D., et al., Corrosion behaviour of friction stir welded AA7108 T79 aluminium alloy. 2006. 48(4): p. 887-897.
97. Chen, Z., S. Li, and L.H.J.a.p.a. Hihara, Microstructure, mechanical properties and corrosion of friction stir welded 6061 Aluminum Alloy. 2015.
98. Fonda, R., et al., Microstructure, mechanical properties, and corrosion of friction stir welded Al 5456. 2009. 519(1-2): p. 1-8.
99. Neelamegam, V., et al., Investigation On Corrosion Behavior of Cryogenically Treated Friction Stir Welded AA5083. 2020. 26(5): p. 442-449.

100. Yong, P., et al., Comparison of Electrochemical Behaviors between FSW and MIG Joints for 6082 Aluminum Alloy. 2017. 46(2): p. 344-348.

101. L. Fratini, G. Buffa, and R. J. A. M. Shivpuri, "Mechanical and metallurgical effects of in process cooling during friction stir welding of AA7075-T6 butt joints," vol. 58, no. 6, pp. 2056-2067, 2010.

102. C. Rajendran, K. Srinivasan, V. Balasubramanian, H. Balaji, and P. J. D. i. b. Selvaraj, "Data set on prediction of friction stir welding parameters to achieve maximum strength of AA2014-T6 aluminium alloy joints," vol. 23, p. 103735, 2019.

103. C. Rajendran, K. Srinivasan, V. Balasubramanian, H. Balaji, and P. J. A. J. o. M. E. Selvaraj, "Identifying combination of friction stir welding parameters to maximize strength of lap joints of AA2014-T6 aluminium alloy," vol. 17, no. 2, pp. 64-75, 2019.

104. Z. Zhang, W. Li, J. Li, and Y. J. T. I. J. o. A. M. T. Chao, "Effective predictions of ultimate tensile strength, peak temperature and grain size of friction stir welded AA2024 alloy joints," vol. 73, no. 9-12, pp. 1213-1218, 2014.

105. H. Liu, H. Fujii, M. Maeda, and K. J. J. o. m. p. t. Nogi, "Tensile properties and fracture locations of friction-stir-welded joints of 2017-T351 aluminum alloy," vol. 142, no. 3, pp. 692-696, 2003.

106. S. Rajakumar, V. J. M. Balasubramanian, and M. Processes, "Predicting grain size and tensile strength of friction stir welded joints of AA7075-T6 aluminium alloy," vol. 27, no. 1, pp. 78-83, 2012.

107. S. Rajakumar, C. Muralidharan, and V. J. T. o. N. M. S. o. C. Balasubramanian, "Establishing empirical relationships to predict grain size and tensile strength of friction stir welded AA 6061-T6 aluminium alloy joints," vol. 20, no. 10, pp. 1863-1872, 2010.

108. G. Elatharasan and V. S. J. P. E. Kumar, "An experimental analysis and optimization of process parameter on friction stir welding of AA 6061-T6 aluminum alloy using RSM," vol. 64, pp. 1227-1234, 2013.

109. S. Verma, J. Misra, and M. J. S. I. J. M. M. Gupta, "Study of Temperature Distribution and Parametric Optimization during FSW of AA6082 Using Statistical Approaches," vol. 12, no. 1, pp. 57-72, 2019.

110. H.-B. Chen et al., "The investigation of typical welding defects for 5456 aluminum alloy friction stir welds," vol. 433, no. 1-2, pp. 64-69, 2006.

111. N. Babu, N. Karunakaran, and V. J. T. I. J. o. A. M. T. Balasubramanian, "A study to estimate the tensile strength of friction stir welded AA 5059 aluminium alloy joints," vol. 93, no. 1-4, pp. 1-9, 2017.

112. W. Safeen, S. Hussain, A. Wasim, M. Jahanzaib, H. Aziz, and H. J. T. I. J. o. A. M. T. Abdalla, "Predicting the tensile strength, impact toughness, and hardness of friction stir-welded AA6061-T6 using response surface methodology," vol. 87, no. 5-8, pp. 1765-1781, 2016.

113. E. Salvati, J. Everaerts, K. Kageyama, A. M. J. F. Korsunsky, F. o. E. Materials, and Structures, "Transverse fatigue behaviour and residual stress analyses of double sided FSW aluminium alloy joints," vol. 42, no. 9, pp. 1980-1990, 2019.

114. M. Bakkiyaraj, G. Saikrishnan, N. Akash, S. Gopinath, N. Anandhaganesan, and S. J. M. T. P. Vivek, "The effect of offset preheating on the mechanical properties of FSW aluminium alloy joint using GTA," vol. 43, pp. 1038-1042, 2021.

115. M. T. HAKAN AYDIN, KURTULUS YIGIT, ALI BAYRAM, "MECHANICAL PROPERTIES OF FRICTION STIR WELDED 3003 ALUMINUM ALLOY IN DIFFERENT WELDING CONDITIONS," International Journal of Mechanical And Production Engineering, , vol. ISSN(p): 2320-2092, ISSN(e): 2321-2071, 2017.

116. A. J. U. Umetrics, Umea, Sweden, "Modde 5.0. user guide and tutorial," 1999.

117. R. S. Mishra, Z. J. M. s. Ma, and e. R. reports, "Friction stir welding and processing," vol. 50, no. 1-2, pp. 1-78, 2005.

118. A. M. Takhakh and A. M. J. A.-N. J. f. E. S. Abdullah, "The Optimization Conditions of Friction Stir Welding (FSW) for Different Rotational and Weld speeds," vol. 15, no. 2, pp. 187-196, 2012.

119. B. Abnar, M. Kazeminezhad, and A. J. T. o. N. M. S. o. C. Kokabi, "Effects of heat input in friction stir welding on microstructure and mechanical properties of AA3003-H18 plates," vol. 25, no. 7, pp. 2147-2155, 2015.

120. Y. Birol, S. J. J. o. m. e. Kasman, and performance, "Effect of welding parameters on the microstructure and strength of friction stir weld joints in twin roll cast EN AW Al-Mn1Cu plates," vol. 22, no. 10, pp. 3024-3033, 2013.

121. W. Van Haver, X. Stassart, B. De Meester, and A. J. W. i. t. W. Dhooge, "Friction stir welding of aluminium high pressure die castings: Parameter optimisation and gap bridgeability," vol. 52, no. 9-10, pp. 20-29, 2008.

122. W. Huang, J. J. C. Zhao, S. A. Physicochemical, and E. Aspects, "Adsorption of quaternary ammonium gemini surfactants on zinc and the inhibitive effect on zinc corrosion in vitriolic solution," vol. 278, no. 1-3, pp. 246-251, 2006.
123. E. F. El-Sherbini, S. A. Wahaab, M. J. M. C. Deyab, and Physics, "Ethoxylated fatty acids as inhibitors for the corrosion of zinc in acid media," vol. 89, no. 2-3, pp. 183-191, 2005.
124. M. J. C. S. Abdallah, "Antibacterial drugs as corrosion inhibitors for corrosion of aluminium in hydrochloric solution," vol. 46, no. 8, pp. 1981-1996, 2004.
125. I. Obot, N. Obi-Egbedi, and S. J. C. S. Umoren, "Antifungal drugs as corrosion inhibitors for aluminium in 0.1 M HCl," vol. 51, no. 8, pp. 1868-1875, 2009.
126. N. O. Eddy, P. O. Ameh, and N. B. J. J. o. T. U. f. S. Essien, "Experimental and computational chemistry studies on the inhibition of aluminium and mild steel in 0.1 M HCl by 3-nitrobenzoic acid," vol. 12, no. 5, pp. 545-556, 2018.
127. B. Kasuga, E. Park, R. L. J. J. o. M. Machunda, M. Characterization, and Engineering, "Inhibition of aluminium corrosion using Carica papaya leaves extract in sulphuric acid," vol. 6, no. 1, pp. 1-14, 2017.
128. O. Fayomi, O. Bamgboye, B. Durodola, W. Inam, A. J. I. J. o. M. Daniyan, and M. Properties, "Adsorption and corrosion inhibition properties of floxapen compound on the electrochemical characteristics of type-A5-series aluminium in sodium chloride solution," vol. 12, no. 5-6, pp. 391-401, 2017.
129. E. L. Din-Stirbu, "Comportement à la corrosion des alliages d'aluminium utilisés dans l'industrie automobile pour la fabrication de radiateur de chauffage," Lyon, INSA, 2005.
130. E. J. A. b. o. A. s. ASTM, Philadelphia, "8M: Standard test method for tension testing of metallic materials (Metric)," 1991.
131. A. J. A. B. o. A. Standards, "ASTM E606: Standard Practice for Strain-Controlled Fatigue Testing," vol. 3, ed: ASTM West Conshohocken, PA, 1998.
132. https://guy-chaumeton.pagesperso-orange.fr/scphysiques2010/2dch09c.htm, 15-05-2022.
133. M. X. Milagre et al., "Exfoliation corrosion susceptibility in the zones of friction stir welded AA2098-T351," vol. 8, no. 6, pp. 5916-5929, 2019.
134. G. S. Rao, K. S. Rao, P. S. Rao, S. K. Rao, G. M. J. P. o. M. Reddy, and P. C. o. Surfaces, "Effect of Friction Stir Welding on Pitting and Stress Corrosion Cracking Behavior of AFNOR7020-T6 Aluminium Alloy," vol. 54, no. 5, pp. 866-875, 2018.

135. S. Sinhmar and D. K. J. C. S. Dwivedi, "A study on corrosion behavior of friction stir welded and tungsten inert gas welded AA2014 aluminium alloy," vol. 133, pp. 25-35, 2018.
136. P. B. Srinivasan, K. Arora, W. Dietzel, S. Pandey, and M. Schaper, "Accepted version."
137. C. Paglia, R. J. M. S. Buchheit, and E. A, "Microstructure, microchemistry and environmental cracking susceptibility of friction stir welded 2219-T87," vol. 429, no. 1-2, pp. 107-114, 2006.
138. H. Mayer, C. Ede, and J. J. I. j. o. f. Allison, "Influence of cyclic loads below endurance limit or threshold stress intensity on fatigue damage in cast aluminium alloy 319-T7," vol. 27, no. 2, pp. 129-141, 2005.
139 A. International, Standard test method for measurement of fatigue crack growth rates. ASTM international, 2011.
140. R. Kumar, S. J. I. j. o. p. v. Garg, and piping, "Effect of yield stress and stress ratio on fatigue crack closure in 6063-T6 aluminium alloy," vol. 38, no. 4, pp. 293-307, 1989.
141. M. BENZIANE, "Contribution à l'étude de L'endommagement Par Fatigue des structures soudées (cas des aciers au carbone)," 2012.
142. H. Li, F. J. M. S. Ebrahimi, and E. A, "Synthesis and characterization of electrodeposited nanocrystalline nickel–iron alloys," vol. 347, no. 1-2, pp. 93-101, 2003.
143. L. Lu, R. Schwaiger, Z. Shan, M. Dao, K. Lu, and S. J. A. m. Suresh, "Nano-sized twins induce high rate sensitivity of flow stress in pure copper," vol. 53, no. 7, pp. 2169-2179, 2005.
144. P. Sanders, C. Youngdahl, J. J. M. S. Weertman, and E. A, "The strength of nanocrystalline metals with and without flaws," vol. 234, pp. 77-82, 1997.
145. P. Zhang, S. Li, Z. J. M. S. Zhang, and E. A, "General relationship between strength and hardness," vol. 529, pp. 62-73, 2011.