

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
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 3^{ème} cycle LMD

Spécialité : Génie Mécanique

Option : Mécanique et conception des systèmes

Présenté Par :

BRAHAMI Abdessamad

**Etude de l'influence du couplage entre les caractéristiques
mécaniques et les sollicitations appliquées sur le
comportement en fatigue des alliages d'aluminium.**

Soutenue le 02/07/2018

Devant la commission d'examen :

- | | | |
|---------------------------------------|--|-----------------------|
| ➤ MAZARI Mohamed | Professeur, UDL – SBA - | Président |
| ➤ BOUCHOUICHA Benattou | Professeur, UDL – SBA - | Directeur de thèse |
| ➤ FAJOUI Jamal | Docteur (HDR), Univ. de Nantes
(France) | Co-directeur de thèse |
| ➤ BENGUEDIAB Mohamed | Professeur, UDL – SBA - | Examineur |
| ➤ GHAZI Abdelkader | Docteur (MCA), Univ. de Mascara | Examineur |
| ➤ BOUZIANE Mohamed
Mokhtar | Docteur (MCA), Univ. de Mascara | Examineur |

2017-2018

RESUME

Le durcissement structural des alliages d'aluminium c'est l'une des solutions que les métallurgistes ont adopté pour améliorer les propriétés mécaniques des alliages d'aluminium. Mais la corrosion exfoliante et la corrosion intergranulaire dans ces alliages d'aluminium ont un processus très complexe qui peut être affecté par divers facteurs tels que la composition chimique et la microstructure de ces alliages. L'électrochimie et la distribution de la seconde phase qui gouvernent le comportement des alliages sont les principaux facteurs qui influencent de manière significative la corrosion des alliages d'aluminium.

Cette étude visait à étudier quantitativement la corrosion localisée, en particulier la corrosion exfoliante (EXCO) et la corrosion intergranulaire IGC, des alliages d'aluminium 2024 T3, 7075 T6, 6082 T6 et 5083 H111 et d'étudier le mécanisme de ces deux types de corrosion en mettant l'accent sur les effets de la combinaison matériaux/milieus/sollicitations mécaniques. Trois types de géométries ont été usinés de chaque tôle pour les différents matériaux et qui ont été par la suite utilisées comme échantillons d'essai. L'analyse de l'état microstructurale a été conduite sur le premier type de géométrie, par un microscope optique (MO), un microscope électronique à balayage (MEB) couplé à un spectroscope d'énergie dispersive (EDX) et un diffractomètre des rayons X (DRX). Le deuxième type de géométrie était des éprouvettes de traction qui ont été utilisé pour discerner la dégradation des propriétés mécaniques après l'attaque de corrosion. Alors que les éprouvettes de fissuration par fatigue CT était utilisé comme troisième type de géométrie afin de corrélérer l'influence du couplage corrosion/microstructure sur le comportement en fatigue des différents alliages d'aluminium. La vitesse de propagation des différents matériaux, des éprouvettes pré-corrodées, de cette étude a été affectée de manière différente selon le type d'attaque et aussi selon le matériau étudié. Les alliages ayant une forme de grains plus allongée sont plus sensibles à la corrosion exfoliante (EXCO).

ABSTRACT

Structural hardening of aluminum alloys is one of the solutions that metallurgists have adopted to improve the mechanical properties of aluminum alloys. But exfoliating corrosion and intergranular corrosion in these aluminum alloys have a very complex process that can be affected by various factors such as the chemical composition and microstructure of these alloys. The electrochemistry and second-phase distribution that govern the behavior of alloys are the main factors that significantly influence the corrosion of aluminum alloys.

The purpose of this study was to quantitatively investigate localized corrosion, in particular exfoliating corrosion (EXCO) and intergranular corrosion IGC, of aluminum alloys 2024 T3, 7075 T6, 6082 T6 and 5083 H111 and to study the mechanism of these two types. corrosion with emphasis on the effects of the combination of materials/environment/ mechanical stress. Three types of geometries were machined from each sheet for different materials and subsequently used as test samples. The analysis of the microstructural state was conducted on the first type of geometry, by an optical microscope (MO), a scanning electron microscope (SEM) coupled to a dispersive energy spectroscope (EDX) and a ray diffractometer X (DRX). The second type of geometry was tensile specimens that were used to discern the degradation of mechanical properties after the corrosion attack. While CT fatigue cracking specimens were used as a third type of geometry to correlate the influence of corrosion / microstructure coupling on the fatigue behavior of different aluminum alloys. The speed of propagation of the different materials for pre-corroded specimens of this study, was affected differently according to the type of attack and also according to the studied material. Alloys having a more elongated grain shape are more sensitive to exfoliation corrosion (EXCO).

المخلص

يعتبر التصلب الهيكلي للألومنيوم أحد الحلول التي اعتمدها علماء المعادن لتحسين الخواص الميكانيكية لسبائك الألومنيوم. لكن التآكل التقرشي والتآكل بين الخلايا في سبائك الألومنيوم لها عملية معقدة للغاية يمكن أن تتأثر بعوامل مختلفة مثل التركيب الكيميائي والبنية المجهرية لهذه السبائك. تعتبر الكيمياء الكهربائية وتوزيع الطور الثاني الذي يحكم سلوك السبائك العوامل الرئيسية التي تؤثر بشكل كبير على تآكل سبائك الألومنيوم.

هدفت هذه الدراسة إلى تحقيق التآكل الموضوعي كميًا، وخصوصًا تآكل تقشير (EXCO) وتآكل بين الخلايا IGC، سبائك الألومنيوم 2024 T3، 7075 T6، 6082 T6 و 5083 H111 والتحقيق في آلية هذين النوعين التآكل مع التركيز على آثار مزيج من المواد / الوسط الكيميائي / الإجهاد الميكانيكي. تم تشكيل ثلاثة أنواع من الأشكال الهندسية من كل ورقة لمواد مختلفة واستخدمت بعد ذلك كعينات اختبار. أجري تحليل للدولة المجهرية على النوع الأول من الهندسة، من خلال المجهر الضوئي (MO)، والمجهر الإلكتروني الماسح (SEM) إلى جانب التشتت الطاقة المطياف (EDX) والأشعة السينية ديفراكتوميتر (DRX). النوع الثاني من الهندسة هو عينات الشد التي استخدمت لتمييز تدهور الخواص الميكانيكية بعد هجوم التآكل. في حين تم استخدام عينة اختبار CT تكسير عينات الاختبار كنوع الثالث للهندسة من أجل ربط تأثير اقتران تآكل / المجهرية على سلوك التعب من سبائك الألومنيوم المختلفة. سرعة انشقاق المواد المختلفة للعينات السابقة بعد التآكل، من هذه الدراسة تأثرت بشكل مختلف وفقا لنوع الهجوم وأيضا وفقا للمواد المدروسة. تعتبر السبائك ذات الشكل الحبيبي الممدود أكثر حساسية للتآكل التقرشي (EXCO).

A mes parents

A mes sœurs

A mon grand père

Remerciements

Je tiens à remercier Monsieur MAZARI Mohamed, Professeur à l'université de Sidi Bel Abbes, d'avoir accepté de présider le jury lors de ma soutenance de thèse. Je remercie également Monsieur BENGUEDIAB Mohamed, Professeur à l'université de Sidi Bel Abbes, Monsieur GHAZI Abdelkader et Monsieur BOUZIANE Mohamed Mokhtar, maitres de conférences à l'université de Mascara qui ont accepté d'être rapporteurs de ces travaux de thèse.

Je souhaite remercier très sincèrement Monsieur BOUCHOUICHA Benattou qui a dirigé cette thèse, grâce à qui j'ai pu acquérir de nombreuses connaissances en corrosion et en électrochimie qui me seront nécessaires par la suite. Au-delà de l'aspect scientifique, je tiens à vous remercier pour votre soutien, votre gentillesse, votre disponibilité, votre écoute et toutes nos discussions si enrichissantes d'un point de vue humain.

Un grand merci à Monsieur FAJOUI Jamal, co-directeur de thèse, pour tout ce qu'il m'a pu apporter scientifiquement et pour ses innombrables idées d'expériences qui m'ont plus d'une fois fait « perdre la tête ». Je tiens également à le remercier pour sa grande disponibilité malgré un emploi du temps très chargé.

Je remercie également Monsieur ZEMRI Mokhtar, Professeur à l'université de Sidi Bel Abbes, et Monsieur LEBOUKH Abdelkader, Maitre-assistant à l'université Djilali Liabes, pour ses participations à l'avancement des travaux de thèses et leur disponibilité.

Je remercie très vivement mes collègues thésards de notre laboratoire, BELAZIZ Azzedine et KAID Mustapha pour leur soutien et tout simplement pour leur compagnie si agréable et les bons moments partagés.

Un très grand merci à Jaime avec qui j'ai partagé le bureau pendant Cinq ans. Merci pour votre gentillesse sans limite et pour tout ce que nous avons partagé et notamment nos longues discussions sur la vie et l'avenir. Parmi les personnes qui sont passées par notre bureau, je remercie également MEDJADJI Ahmed que j'ai appris à découvrir et à apprécier. Je remercie aussi très sincèrement mon cher ami qui m'a soutenu : EL AIDI LHADJ Aziz.

Evidemment, je remercie profondément mes parents pour leur soutien infaillible au cours de toutes ces années et sans qui je ne serai pas arrivée jusque-là. Enfin, merci à mes sœurs d'avoir été toujours présentes même si cela n'a pas toujours été facile. Je vous en suis infiniment reconnaissant.

Liste des figures

Figure I.1 :	Abondance des éléments dans la croûte terrestre.....	6
Figure I.2 :	Structure cristalline de l'aluminium montrant la structure cubique à face centrée, la distance entre deux atomes a et le rayon d'un atome r	8
Figure I.3 :	Structure de corindon.....	13
Figure I.4 :	Diagramme binaire d'aluminium-cuivre.....	20
Figure I.5 :	Diagramme binaire de l'aluminium-zinc.....	22
Figure I.6 :	Diagramme de phase Aluminium-silicium.....	23
Figure I.7 :	Diagramme de phase aluminium-magnésium.....	24
Figure I.8 :	Photomicrographies MEB. Particules intermétalliques : (a) alliage 7075 (précipités aux joints de grains) et (b) alliage 2024 (précipités grossiers dans la matrice).....	26
Figure I.9 :	Inclusion de TiS dans un alliage d'aluminium 2017.....	26
Figure I.10 :	Diagramme de Pourbaix pour l'aluminium avec un film d'hydrargillite ($Al_2O_3 \cdot 3H_2O$) à 25°C.....	28
Figure I.11 :	Mécanismes de corrosion par piqûres des alliages d'aluminium.....	31
Figure I.12 :	Corrosion par piqûres de l'alliage 7075 T7351, après 2 h d'immersion dans une solution 0,1 M de Na_2SO_4 + 0,1 M de NaCl.....	32
Figure I.13 :	Corrosion intergranulaire de l'alliage 2024 T351, après 24 h d'immersion dans une solution 0,1 M de Na_2SO_4 + 0,1 M de NaCl.....	32
Figure I.14 :	Photomicrographie MEB d'un alliage 2024 T351 développant de la corrosion feuilletante.....	33
Figure I.15 :	corrosion filiforme des alliages d'aluminium.....	34
Figure I.16 :	Micrographie optique de l'interface d'un couple galvanique Al pur / Cu pur après 24 h d'immersion en milieu Na_2SO_4 10^{-3} M.....	35
Figure I.17 :	Fractographie MEB montrant le site de nucléation primaire d'une éprouvette d'un alliage 2024-T3 (6 h d'exposition).....	36
Figure I.18 :	Données de profondeur des piqûres les plus profondes observées de l'alliage 3003.	38

	Les 10 piqures les plus profondes ont été mesurées pour deux échantillons en même temps.....	
Figure I.19 :	Évolution temporelle de la profondeur maximale des piqures et du meilleur ajustement aux données des alliages 3003, 5049, 6061 et 6063.....	39
Figure I.20 :	Accident de l'Aloha Airlines le 28 avril 1988, sur un Boeing 737 assurant des vols régionaux entre Hilo et Honolulu, après 19 ans de service.....	41
Figure I.21 :	Illustration de l'irréversibilité de glissement : formation d'une paire intrusion/extrusion à la surface d'un matériau sollicité en fatigue.....	43
Figure I.22 :	Amorçage d'une fissure de fatigue sur un pore dans un alliage d'aluminium.....	44
Figure I.23 :	Schéma d'une éprouvette entaillée par un trou central. Le trou introduit une forte concentration de contrainte, fonction principalement des dimensions D et W.....	46
Figure I.24 :	Les trois modes de fissuration.....	46
Figure I.25 :	Fissure en mode I dans une plaque infinie, définition du système de coordonnées en front de fissure.....	47
Figure I.26 :	Représentation schématique de la vitesse de propagation des fissures de fatigue en fonction du facteur d'intensité de contrainte, faisant apparaître trois domaines ; la loi de Paris correspond au domaine central.....	48
Figure I.27 :	Effet des concentrations de contraintes : a) Observation de Frost de l'arrêt de fissures amorcées par une forte concentration de contrainte (après [115]), b) Traduction dans un diagramme da/dN en fonction de ΔK	49
Figure II.1 :	Microscope optique Optika B-350.....	53
Figure II.2 :	Vue schématique du fonctionnement du MEB.....	54
Figure II.3 :	Microscopie électronique à balayage ZEISS EVO 40.....	55
Figure II.4 :	Diffractomètre des rayons X de type Seifert XRD 3003 PTS.....	56
Figure II.5 :	Deux plans de la famille des plans hkl représentés en condition de diffraction. La loi de Bragg exprime le fait que la diffraction a lieu quand la différence de marche entre les rayons réfléchis par deux plans consécutifs est égale à λ (condition d'interférences constructives entre les ondes diffusées).....	57
Figure II.6 :	Indexation des pics : association d'un pic de diffraction et d'un plan (hkl).....	58
Figure II.7 :	Quelques paramètres d'un pic de diffraction.....	58
Figure II.8 :	Géométrie des éprouvettes de traction.....	59

Figure II.9 :	Testeur de micro dureté SHIMADZU HMV-2000.....	60
Figure II.10 :	Dimensions de l'éprouvettes CT50 utilisé pour les essais de fissuration.....	60
Figure II.11 :	Vue d'ensemble de la machine et du système d'essai de mesure et d'acquisition.....	61
Figure II.12 :	Quatre degrés de sévérité de la Corrosion exfoliante.....	65
Figure II.13 :	Mise des éprouvettes et des échantillons en solution EX-CO.....	66
Figure II.14 :	Mise des éprouvettes et des échantillons en solution IGC.....	68
Figure III.1 :	Microscopie optique des matériaux sains : a) 7075-T6, b) 2024-T3, c) 6082-T6, d) 5083-H22.....	72
Figure III.2 :	Analyse DRX des différents matériaux.....	74
Figure III.3 :	Photomicrographie MEB de L'alliage 5083-H111.....	76
Figure III.4 :	Photomicrographie MEB de L'alliage 2024-T3.....	77
Figure III.5 :	Photomicrographie MEB de L'alliage 7075-T6.....	78
Figure III.6 :	Photomicrographie MEB de L'alliage 6082-T6.....	79
Figure III.7 :	Analyse EDS pour : a) AA6082-T6, b), AA2024-T3 c) AA7075-T6, d) AA5083-H111.....	80
Figure III.8 :	Propriétés de traction pour tous les différents matériaux.....	82
Figure III.9 :	Microdureté Vickers des différentes nuances.....	83
Figure III.10 :	Vitesse de fissuration par fatigue da/dN en fonction du facteur d'intensité de contrainte ΔK pour tous les matériaux.....	84
Figure III.11 :	Plage de variation du facteur d'intensité de contrainte ΔK pour les différentes nuances.....	85
Figure III.12 :	Faciès de rupture des éprouvettes CT observés à l'œil nue des différents alliages d'aluminium.....	88
Figure III.13 :	Observation MEB des faciès de rupture de stade I (initiation), stade II (propagation stable) et stade III (rupture finale) pour les alliages d'aluminium : 2024 (a, b, c), 7075 (d, e, f), 5083 (i, j, k) et 6082 (l, m, n).....	89
Figure IV.1 :	Photomacrographies des échantillons : a) 2024-T3, b) 5083 H111 c) 7075-T6.....	95
Figure IV.2 :	Micrographies optiques de la surface attaquée des différents matériaux : a) 2024 T3, b) 7075 T6 et c) 508 3H111 (500X).....	96
Figure IV.3 :	Photomicrographies MEB des échantillons : a) 2024 T3, b) 7075 T6, c) 5083 H111 après l'attaque EXCO.....	98

Figure IV.4 :	Limite élastique pour les trois nuances après le test EXCO.....	100
Figure IV.5 :	Limite maximale à la traction pour les trois nuances après le test EXCO.....	101
Figure IV.6 :	Allongement pour les trois nuances après le test EXCO.....	101
Figure IV.7 :	Montage qui a permis le suivie de fissure après les tes de corrosion.....	103
Figure IV.8 :	Vitesse de propagation de fissure en fonction du facteur d'intensité de contrainte de l'alliage 7075 T6.....	104
Figure VI.9 :	Photomicrographie MEB du faciès de rupture de l'alliage 7075 T6.....	105
Figure VI.10 :	Photomicrographie MEB de : a) la zone agrandit du canal de corrosion, b) agrandissement d'une zone proche du canal présentant les stries et les microcavités observés.....	105
Figure IV.11 :	Spectre EDS près d'un canal de corrosion.....	106
Figure IV.12 :	Photomicrographie MEB : a) faciès de rupture dans le stade II, b) faciès de rupture près de l'extrémité de l'éprouvette.....	106
Figure IV.13 :	Vitesse de propagation de fissure en fonction du facteur d'intensité de contrainte de l'alliage 2024 T3.....	107
Figure IV.14 :	Photomicrographie MEB du faciès de rupture de l'alliage 2024 T3.....	108
Figure IV.15 :	Photomicrographie MEB de l'alliage 2024 T3 : a) zone de rupture quasi-clivage à la fin du stade I, b) zone de rupture ductile près du stade II.....	109
Figure IV.16 :	Vitesse de propagation de fissure en fonction du facteur d'intensité de contrainte de l'alliage 5083 H111.....	109
Figure IV.17 :	Photomicrographie optique de la surface attaquée de l'alliage 6082 T6 (500X).....	111
Figure IV.18 :	Photomicrographies MEB de l'échantillon 6082 T6 après le test IGC.....	112
Figure IV.19 :	Analyse cartographie X de l'échantillon 6082 T6 après le test IGC.....	113
Figure IV.20 :	Limite élastique et limite maximale à la traction de l'alliage 6082 T6 après le test IGC.....	114
Figure IV.21 :	L'allongement de l'alliage 6082 T6 après le test IGC.....	114
Figure IV.22 :	Vitesse de propagation de fissure en fonction du facteur d'intensité de contrainte de l'alliage 5083 H111.....	115

Liste des tableaux

Tableau I.1	: Propriétés typiques de l'aluminium.....	8
Tableau I.2	: Quelques alliages d'aluminium courants et leurs caractéristiques.....	9
Tableau I.3	: Propriétés mécaniques de certains alliages d'aluminium.....	10
Tableau I.4	: Familles d'alliages d'aluminium.....	16
Tableau I.5	: Répartition des sites d'amorçage de fissures de fatigue dans un alliage aluminium-cuivre 2024.....	45
Tableau II.1	: Compositions chimiques des alliages d'aluminium étudiés en % massique...	53
Tableau III.1	: Résumé des précipités présents dans les différents matériaux.....	81
Tableau III.2	: Propriétés de résistance à la traction de différents alliages d'aluminium.....	82
Tableau IV.1	: Caractéristiques mécaniques pour les trois nuances après attaque.....	100

Table des matières

Résumé	i
Dédicace	iii
Remerciement	iv
Liste des figures	v
Liste des tableaux	ix
Introduction générale	1
<hr/>	
I.1. Chapitre I	5
I.1. Introduction	5
I.2. Aluminium et ses alliages : première découverte	5
I.2.1. Propriétés physiques	7
I.2.2. Alumine : propriétés physiques et chimiques	12
I.2.3. Structure, morphologie et taille des grains	14
I.2.4. Désignations d'alliage d'aluminium	15
I.2.5. Structuration métallurgique des matériaux étudiés	19
I.2.5.1. Système aluminium-cuivre et l'alliage 2024	19
I.2.5.2. Système aluminium-zinc-magnésium et l'alliage 7075	21
I.2.5.3. Système aluminium-silicium et l'alliage 6082	23
I.2.5.4. Système aluminium-magnésium et l'alliage 5083	24
I.2.6. Ségrégation, précipitation intermétallique et inclusions dans les alliages d'aluminium	25
I.3. Diverse formes de corrosion des alliages d'aluminium	27
I.3.1. Corrosion uniforme	29
I.3.2. Corrosion par piqûres	29
I.3.3. Corrosion caverneuse	31
I.3.4. Corrosion intergranulaire	32
I.3.5. Corrosion exfoliante ou feuilletante	33
I.3.6. Corrosion filiforme	33
I.3.7. Corrosion galvanique	35
I.3.8. Corrosion sous contrainte	35
I.4. Effets de la composition chimique et de la microstructure sur la corrosion	36
I.5. Fissuration par fatigue	40
I.5.1. Mécanisme de fissuration par fatigue	40
I.5.2. Amorçage des fissures de fatigue	42
I.5.3. Propagation des fissures de fatigue	46
I.5.3.1. Définition des modes de fissuration	46
I.5.3.2. Définition du Facteur d'Intensité de Contraintes	47

I.5.3.3. La loi de paris	48
I.5.3.4. L'effet des concentrations de contraintes	49
I.6. Conclusion et position de la problématique	50
II.1. Chapitre II	52
II.1. Introduction	52
II.2. Matériaux de l'étude	52
II.3. Caractérisation microstructurale	53
II.3.1. Microscopie optique.....	53
II.3.2. Microscopie électronique à balayage	54
II.3.3. Spectroscopie par diffraction des rayons X	56
II.4. Caractérisation mécanique.....	58
II.4.1. Essais de traction.....	58
II.4.2. Essai de microdureté	59
II.4.3. Essai de fatigue	60
II.4.3.1. Suivi de la fissure	62
II.4.3.2. Méthode de calcul de la vitesse de fissuration	62
II.5. Conditions expérimentales des essais de corrosion	63
II.5.1. Milieux d'étude.....	64
II.5.1.1. Le milieu EX-CO.....	64
II.5.1.1.1 Résumé de la méthode d'essai	64
II.5.1.1.2 Procédure de l'essai	65
II.5.1.2. Le milieu IGC	67
II.5.1.2.1 Procédure de l'essai	67
II.5.1.2.2 Mise en solution.....	68
II.6. Conclusion.....	69
III.1. Chapitre III.....	71
III.1. Introduction	71
III.2. Caractérisation microstructurale	71
III.2.1. Microscope optique.....	71
III.2.2. Analyse DRX	73
III.2.3. Observation MEB	75
III.3. Caractérisation mécanique.....	82
III.3.1. Traction	82
III.3.2. Microdureté.....	83
III.3.3. Comportement en fatigue.....	84
III.3.3.1. Analyse fractographique	87
III.4. Conclusion.....	91

IV.1. Chapitre IV	94
IV.1. Introduction	94
IV.2. Test EXCO sur les alliages 2024, 7075 et 5083	94
IV.2.1. Inspection visuelle.....	94
IV.2.2. Etat de la microstructure	95
IV.2.3. Propriétés mécaniques résiduelles après le test EXCO.....	100
IV.2.4. Fatigue-corrosion exfoliante	102
IV.3. Test IGC pour l’alliage 6082	111
IV.3.1. Etat de la microstructure	111
IV.3.2. Propriétés mécaniques résiduelles après le test IGC.....	114
IV.3.3. Fatigue-corrosion intergranulaire	115
IV.4. Conclusion	116
Conclusion générale	118
Référence bibliographique	121
Annexes	132

INTRODUCTION GENERALE

Dans un processus de conception ou de fabrication, les concepteurs doivent garantir la sécurité du produit pour qu'il puisse endurer toutes les sollicitations dans son cycle de vie sans que son intégrité soit menacée. Parmi les notions de base qui interviennent dans le processus de conception ou de fabrication d'un produit, on trouve le choix du matériau et ces propriétés mécaniques.

L'aluminium comme les autres métaux techniquement purs, à de faibles propriétés mécaniques. C'est la raison pour laquelle, dès la fin du siècle dernier, les métallurgistes ont cherché à améliorer plusieurs de ses propriétés en y ajoutant d'autres métaux. En fait, on peut considérer que la métallurgie de l'aluminium ne débute réellement qu'avec la découverte du durcissement structural des alliages d'aluminium au cuivre. Ces matériaux en général et les métaux en particulier prennent une place importante dans tout développement industriel ou progrès technologique. Vu les exigences de l'industrie moderne, nombreux programmes de recherches sont en cours pour le développement d'autres matériaux plus performants et moins coûteux tels que les composites, les céramiques, les polymères...etc. Mais une solution s'est imposée c'est l'ajout d'autres éléments à la structure de base donnant naissance aux alliages. Ces alliages métalliques occupent toujours une place importante, car les caractéristiques de ces derniers s'améliorent de jour en jour grâce à la variété des éléments d'addition.

Parmi ces alliages d'aluminium on trouve les séries 2xxx, 5xxx, 6xxx et 7xxx qui occupent une place très importante dans le domaine aéronautique et de transport. Ils possèdent une faible masse volumique qui constitue un atout pour la réduction de masse des avions. En outre, ils présentent de hautes caractéristiques mécaniques ce qui permet leur utilisation en tant que matériaux de structure. La résistance mécanique de ces alliages est accrue par le phénomène de durcissement structural qui implique des traitements thermiques ou thermomécaniques spécifiques. La contrepartie de ces traitements est l'établissement d'une microstructure très hétérogène qui sensibilise le matériau à divers modes de corrosion.

Ces modes de corrosion sont fréquemment rencontrés sur les structures aéronautiques après quelques années de service. Ils peuvent se développer à la surface de l'alliage mais aussi pénétrer jusqu'au cœur de la pièce (corrosion par piqûres, corrosion intergranulaire, corrosion feuilletante) et, de ce fait, il est parfois difficile de les détecter. Les conséquences de cette dégradation sur l'intégrité des pièces aéronautiques sont alors désastreuses tant pour la sécurité des avions que pour la santé économique des exploitants. D'où l'intérêt de susciter d'une part, d'étudier les mécanismes de la corrosion des alliages 2024 T3, 7075 T6, 6082 T6 et 5083 H111 et d'autre part, d'investiguer le phénomène fatigue-corrosion de ces différents alliages. Ces deux axes de recherche sur la corrosion des quatre alliages constituent les objectifs de ce travail.

Ce travail de thèse, est articulé autour de quatre chapitres, qui touchent à un objectif principal qui est la caractérisation vis-à-vis de la corrosion des quatre alliages d'aluminium : l'alliage 2024 (2024 T3), l'alliage 5083 (5083 H111), l'alliage 6082 (6082 T6) et l'alliage 7075 (7075 T6). Deux modes de corrosion ont été étudiés ; la corrosion intergranulaire IGC et la corrosion exfoliante EXCO.

Dans le chapitre I : Nous présenterons une synthèse bibliographique (Etat de l'art) permettant de faire un état des connaissances sur les différents points abordés lors de ce travail : l'aluminium et ses alliages à savoir : le système aluminium-cuivre (l'alliage 2024), le système aluminium-zinc-magnésium (l'alliage 7075), le système aluminium-silicium (l'alliage 6082) et le système aluminium-magnésium (l'alliage 5083), les diverses formes de corrosion de ces différents alliages et en fin le comportement en fatigue-fissuration des alliages d'aluminium.

Le chapitre II : est consacré à la présentation des matériaux, des méthodes de caractérisation microstructurales et mécaniques, des techniques électrochimiques et des conditions expérimentales mises en œuvre au cours de cette étude.

La troisième partie (chapitre III) : a pour objectif de présenter une étude détaillée de la microstructure des alliages d'aluminium utilisés dans cette thèse, afin de pouvoir corréler l'influence de leur état microstructural à leur comportement en corrosion. La nature chimique, la morphologie, la quantité et la localisation des particules vont être présentées dans ce chapitre. Après l'étude de l'état microstructural des différents matériaux, une étude des propriétés mécaniques ainsi que la vitesse de fissuration seront présentés et discutés. Ces données seront

utilisées pour comprendre les phénomènes liés à la réponse de la corrosion des matériaux de cette étude.

Et enfin un dernier chapitre pour examiner les effets du couplage d'une chaîne de conditions et de sollicitations, comme le milieu, le matériau et les sollicitations mécaniques extérieurs (cyclique et monotone). La première partie de ce chapitre sera consacré à la caractérisation microstructurale des différents matériaux après l'attaque de corrosion, en d'autres termes, l'influence du rôle de la nature des précipitations vis-à-vis la corrosion sera discutée. Les propriétés mécaniques induites par la corrosion seront discutés dans la deuxième partie. La troisième partie, l'ajout du dernier ingrédient de la combinaison milieux/matériaux/sollicitations mécaniques sera présenté et discuté. Donc, des essais de fatigue-corrosion seront mise en place dans cette partie afin de voir l'influence de chaque type de corrosion sur le comportement en fatigue des différents alliages.

Chapitre I

Durabilité des alliages d'aluminium : analyse bibliographique

I.1.	Introduction.....	5
I.2.	Aluminium et ses alliages : première découverte	5
I.2.1.	Propriétés physiques.....	7
I.2.2.	Alumine : propriétés physiques et chimiques.....	12
I.2.3.	Structure, morphologie et taille des grains.....	14
I.2.4.	Désignations d'alliage d'aluminium	15
I.2.5.	Structuration métallurgique des matériaux étudiés	19
I.2.5.1.	Système aluminium-cuivre et l'alliage 2024	19
I.2.5.2.	Système aluminium-zinc-magnésium et l'alliage 7075	21
I.2.5.3.	Système aluminium-silicium et l'alliage 6082	23
I.2.5.4.	Système aluminium-magnésium et l'alliage 5083	24
I.2.6.	Ségrégation, précipitation intermétallique et inclusions dans les alliages d'aluminium.....	25
I.3.	Diverses formes de corrosion des alliages d'aluminium	27
I.3.1.	Corrosion uniforme	29
I.3.2.	Corrosion par piqûres	29
I.3.3.	Corrosion caverneuse	31
I.3.4.	Corrosion intergranulaire	32
I.3.5.	Corrosion exfoliante ou feuilletante	33
I.3.6.	Corrosion filiforme	33
I.3.7.	Corrosion galvanique	35
I.3.8.	Corrosion sous contrainte	35
I.4.	Effets de la composition chimique et de la microstructure sur la corrosion	36
I.5.	Fissuration par fatigue.....	40
I.5.1.	Mécanisme de fissuration par fatigue	40
I.5.2.	Amorçage des fissures de fatigue	42
I.5.3.	Propagation des fissures de fatigue.....	46
I.5.3.1.	Définition des modes de fissuration	46
I.5.3.2.	Définition du Facteur d'Intensité de Contraintes	47
I.5.3.3.	La loi de Paris.....	48
I.5.3.4.	L'effet des concentrations de contraintes	49
I.6.	Conclusion et position de la problématique.....	50

I.1. Introduction

L'aluminium est remarquable pour sa capacité à résister à la corrosion (en raison du phénomène de passivation). L'aluminium et ses alliages sont utilisés avec succès dans une large gamme d'applications, de l'emballage à l'industrie aérospatiale à cause de leur faible poids. En raison de leurs bonnes propriétés mécaniques et de leurs faibles densités, ces alliages ont un avantage sur d'autres matériaux structuraux conventionnels. Ils sont également utilisés comme engins de terrassement légers. Les alliages d'aluminium continuent d'être les matériaux structuraux prédominants pour les avions.

Bien que la compréhension du comportement mécanique des alliages d'aluminium à haute résistance soit importante, d'autres alliages d'aluminium utilisés industriellement existent également, tels que les alliages d'aluminium de la série 6xxx et 5xxx largement utilisés. Les utilisations typiques des alliages d'aluminium de la série 6xxx se trouvent dans les applications automobiles, aérospatiales, marines et structurelles [2]. Dans de nombreux cas de ces applications, les surfaces sont soumises à des expositions temporaires ou continues à des environnements corrosifs, ce qui entraînerait des dommages à la surface, affectant ainsi la durée de vie en fatigue de ces alliages. Nous discuterons dans ce chapitre les différents mécanismes d'endommagement par la corrosion et par fatigue.

Ce chapitre s'articule comme suit. Dans un premier temps, des généralités sur les alliages d'aluminium et plus particulièrement sur les matériaux de l'étude, à savoir, l'alliage 2024 T3, l'alliage 7075 T6, l'alliage 6082 T6 et 5083 H111 seront présentées. Une deuxième partie sera consacrée à la description des formes et des mécanismes de la corrosion de l'aluminium et aux phénomènes physico-chimiques de la formation des films passifs sur les alliages, de manière à déterminer leur rôle dans le comportement à la corrosion. Une troisième partie décrit les mécanismes de fissuration par fatigue ainsi que les modes de propagation de fissure.

I.2. Aluminium et ses alliages : première découverte

L'aluminium est le troisième élément le plus abondant avec environ 8% (figure I.1) de la masse de la croûte terrestre et est donc le métal structurel le plus abondant. Dans la nature, cependant, il n'existe que dans des combinaisons très stables avec d'autres matériaux (en particulier silicates et oxydes) et ce n'est qu'en 1808 que Sir Humphrey Davy, qui l'appelait à l'origine, a établi son existence. Il a fallu de nombreuses années de recherches minutieuses pour «débloquer» le métal de son minerai et encore plus d'années pour produire un processus de production commercial viable. En 1821, Berthier [3] découvrit, à l'extérieur d'un petit village

du sud de la France, un matériau argileux contenant de 40 à 60% d'alumine, soit sous forme de gibbsite tri-hydratée ($\text{Al}(\text{OH})_3$) soit sous forme monohydrate de boehmite ($\gamma\text{-AlO}(\text{OH})$) et le diaspore ($\alpha\text{-AlO}(\text{OH})$). Il a donné à ce minerai le nom de bauxite. Ce dernier se réfère à un minerai ou à un mélange de minéraux riches en oxydes hydratés, formés de roches alumineuses. Quatre ans plus tard, en 1825, le scientifique danois Oersted a produit les premiers échantillons d'aluminium pur en réduisant (par un processus laborieux de chauffage) du chlorure d'aluminium anhydre avec de l'amalgame de potassium [4]. Entre 1827 et 1845, Wöhler [5] a amélioré ce processus en substituant le potassium à l'amalgame et en trouvant une meilleure méthode pour l'étape de déshydratation du produit final en aluminium. Wöhler a également pu établir la densité ou densité spécifique de l'aluminium, démontrant les propriétés légères et malléables du métal [6].

Ce n'est qu'en 1854 que le premier procédé a été mis au point pour produire des quantités commerciales d'aluminium. Henri Sainte-Claire Deville (France) a amélioré la méthode de Wöhler en substituant le potassium cher par le sodium beaucoup plus abordable en utilisant du chlorure d'aluminium et de sodium plutôt que du chlorure d'aluminium. En 1885, les frères Cowle fabriquaient les premiers alliages d'aluminium contenant du fer et du cuivre.

Suite au développement d'équipements à grande échelle pour la production d'énergie électrique en 1886 [6], Hall et Héroult, ont développé et breveté un nouveau procédé de décomposition électrolytique directe de l'oxyde d'aluminium (Al_2O_3) [7] qui deviendrait la seule méthode utilisée aujourd'hui. Le processus de Hall-Héroult a été amélioré avec l'évolution du procédé Bayer [8] qui produit de l'oxyde d'aluminium à partir de la bauxite, utilisée dans le procédé Hall-Héroult. Le développement du procédé Hall-Héroult a donné naissance à l'industrie de l'aluminium et ce procédé d'extraction de l'aluminium à partir de son minerai a pu résister à de nombreuses années et tenter de le réécrire ou de l'enrichir.

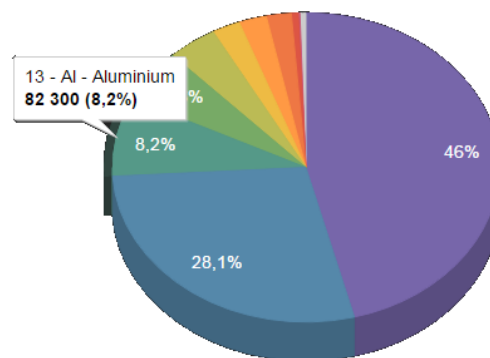


Figure I.1 : Abondance des éléments dans la croûte terrestre.

I.2.1. Propriétés physiques

Les propriétés des alliages d'aluminium dépendent d'une interaction complexe de la composition chimique et des caractéristiques microstructurales développées lors de la solidification, du traitement thermique et, pour les alliages corroyés, du traitement de déformation [9]. L'aluminium a une combinaison unique et imbattable de propriétés qui en font un matériau de construction polyvalent, hautement utilisable et attrayant. Les propriétés de l'aluminium dépendent dans une large mesure de la pureté du métal. Cela peut varier d'un aluminium ordinaire de pureté commerciale à de l'aluminium super pur. Les trois propriétés principales sur lesquelles repose l'application de l'aluminium sont sa faible densité d'environ $2,7 \text{ g/cm}^3$, sa résistance mécanique élevée obtenue par des traitements d'alliage et de traitement thermique appropriés et la résistance relativement élevée à la corrosion du métal pur [10]. Cependant, il existe plusieurs autres propriétés qui font de l'aluminium l'un des métaux les plus utilisés. Ces propriétés peuvent être divisées en deux grandes catégories, à savoir les propriétés physiques et les propriétés chimiques. D'autres caractéristiques intéressantes peuvent être obtenues par divers traitements du métal ; ceux-ci sont discutés plus en détail lorsque les applications de l'aluminium et de ses alliages sont considérées.

L'aluminium (Al) est un métal blanc argenté d'un numéro atomique 13 et d'un poids atomique de $26,9815 \text{ g/mol}$. Il a la structure cristalline cubique à faces centrées (figure I.2) sur toute la plage de température jusqu'au point de fusion. Ce type de structure cristalline est le treillis cubique le plus compact. La distance la plus proche entre deux atomes dans la structure en aluminium est de $2,863 \text{ \AA}$ à température ambiante [9], et l'aluminium a une énergie de défaut d'empilement de 200 mJ/m^2 . L'aluminium conduit la chaleur et l'électricité, réfléchit la lumière et l'énergie radiante et résiste à la corrosion. Il est également non magnétique, non toxique, et peut être formé par tous les procédés de travail des métaux connus. Pour les alliages d'aluminium, l'écrouissage et le traitement thermique peuvent être utilisés pour adapter les propriétés de l'aluminium. La résistance à la traction de l'aluminium pur est d'environ 90 MPa mais elle est peut être portée à plus de 700 MPa pour certains alliages traitables thermiquement. Les extrusions du bon alliage et de la conception sont aussi solides que l'acier de construction. Actuellement, les alliages de la série 7000 peuvent être vieillis pour atteindre des niveaux de résistance de l'ordre de $0,7$ à $0,8 \text{ GPa}$ [11]. Cependant, à ce niveau de résistance, leur application est limitée par des facteurs tels que la ténacité à la rupture et la localisation des déformations des fissures sensibles à l'environnement [11].

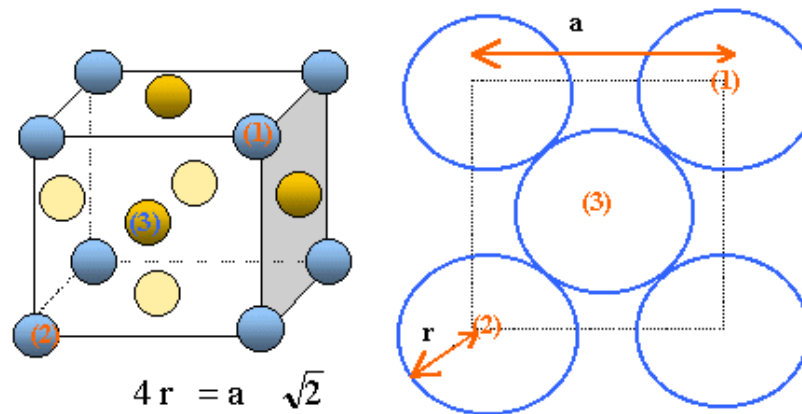


Figure I.2 Structure cristalline de l'aluminium montrant la structure cubique à face centrée, la distance entre deux atomes a et le rayon d'un atome r .

Un résumé de certaines propriétés physiques importantes de l'aluminium est présenté dans le tableau I.1 ; cependant, ces propriétés sont affectées par la pureté de l'aluminium. Le tableau I.2 énumère les désignations, les caractéristiques et les formes de certains alliages largement utilisés. Les alliages des séries 1000, 3000 et 5000 ont leurs propriétés ajustées par le travail à froid, généralement par laminage à froid. Les propriétés de ces alliages dépendent du degré de travail à froid et si un traitement thermique de recuit ou de stabilisation suit le travail à froid. Une nomenclature normalisée est utilisée pour décrire ces conditions.

Table I.1 : Propriétés typiques de l'aluminium [11].

Propriété	Valeur
Numéro atomique	13
Poids atomique (g/mol)	26,9815
Valence	3
Treillis de cristal	cubique à faces centrées
Point de fusion (°C)	660,2
Point d'ébullition (°C)	2480
Chaleur spécifique moyenne (0-100°C) (cal/g.°C)	0,219
Conductivité thermique (0-100°C) (cal/cms. °C)	0,57
Coefficient d'expansion linéaire (0-100°C) ($\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$)	23,5
Résistivité électrique à 20°C ($\mu\Omega\text{cm}$)	2,69
Densité (g/cm^3)	2,6898
Module d'élasticité (GPa)	70
Coefficient de Poisson	0,34

Avec la flexibilité des compositions, le degré de travail à froid et la variation du recuit et de la température, une large gamme de propriétés mécaniques peut être atteinte en particulier dans les produits en feuilles (voir tableau I.3). Le large choix de compositions d'alliages, les températures et durées de traitement thermique en solution, les taux de trempe à partir de la température, le choix du traitement de vieillissement artificiel et le degré auquel le produit final a été déformé permettent d'obtenir un large éventail de propriétés.

Table I.2 : Quelques alliages d'aluminium courants et leurs caractéristiques [12].

Alliage	Caractéristiques	Forme
1050/1200	Bonne formabilité, soudabilité et résistance à la corrosion	F,P
2014	Traitable thermique, haute résistance, non soudable et faible résistance à la corrosion.	E,P
3103/3003	Non traitable thermiquement, non durcissable à chaud, bonne soudabilité, formabilité et résistance à la corrosion.	F,P,E
5083*/5182	Non traitable thermiquement. Bonne soudabilité, formabilité et résistance à la corrosion. Très résistant à l'eau de mer, aux atmosphères industrielles. Un alliage supérieur pour une utilisation cryogénique (à l'état recuit)	F,P,E
6061*/6082*	Traitable thermique. Alliage de résistance moyenne. Bonne soudabilité et bonne résistance à la corrosion.	F,P,E
6005	Traitable thermique. Propriétés très similaires à 6082. Préféré comme trempe à l'air, a donc moins de problèmes de distorsion. Pas d'encoche sensible.	E
7075	Traitable thermique. Très haute résistance. Non soudable. Mauvaise résistance à la corrosion.	E,P

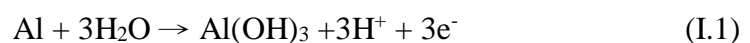
* signifie les alliages les plus couramment utilisés ; F, P et E représentent respectivement des feuilles, des plaques et des extrusions.

Tableau I.3 : Propriétés mécaniques de certains alliages d'aluminium [11, 12].

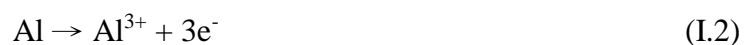
Alliage	Traitement	Limite d'élasticité 0,2% (MPa)	Résistance à la traction (MPa)	résistance au cisaillement (MPa)	Allongement A (%)	Dureté Vickers (HV)
1050A	H12	85	100	60	12	30
	H14	105	115	70	10	36
2011	T3	290	365	220	15	100
	T6	300	395	235	12	115
3103	H14	140	155	90	9	46
	0	45	105	70	29	29
5083	H32	240	330	185	17	95
	0/H111	145	300	175	23	75
5251	H22	165	210	125	14	65
	H24	190	230	135	13	70
6082	0	60	130	85	27	35
	T6	310	340	210	11	100
7075	0	105-145	225-275	150	9	65
	T6	435-505	510-570	350	5	160

En ce qui concerne les propriétés chimiques, l'aluminium tombe dans le groupe 3 du tableau périodique, avec 13 protons et 14 neutrons, lui donnant une masse de $26,9815386 \pm 8 \times 10^{-7}$ u.

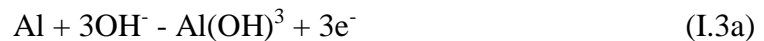
L'aluminium est un métal réactif qui forme facilement un film d'oxyde/hydroxyde lorsqu'il est exposé à l'eau à température ambiante [13]. A pH neutre, le film formé est insoluble et croît à une épaisseur suffisante pour limiter la réactivité du substrat en aluminium. Cependant, la stabilité (solubilité) du film formé dépend du pH de la solution. L'aluminium, dans des conditions de pH presque neutres, devrait former un film barrière passivant, ce qui limite la corrosion, mais la vitesse de corrosion augmente lorsque le pH s'écarte de l'état presque neutre. La croissance du film de passivation est pilotée par des réactions électrochimiques. La raison de l'augmentation de la corrosion est la formation d'hydroxyde [13] :



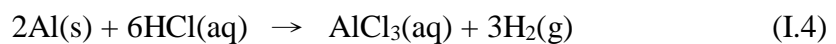
A pH neutre, lorsqu'une fissure dans le film passif est produite, il est remplacé par une dissolution du métal selon la réaction :



à faible pH ou la formation et la dissolution du film



En dépit d'être élevée dans la série de réactivité, l'aluminium est résistant à la corrosion grâce à la couche mince d'oxyde d'aluminium (Al_2O_3) qui se forme à la surface dans l'air. La couche d'oxyde protège le métal sous-jacent et le rend inerte à toute autre réaction. Cependant, l'aluminium n'est pas résistant à la corrosion dans de nombreux acides minéraux, à l'exception des acides avec de fortes propriétés oxydantes [9]. L'action de ces acides dépend de leurs concentrations. L'aluminium est lentement attaqué par la plupart des acides dilués et se dissout rapidement dans l'acide chlorhydrique concentré, produisant de l'hydrogène :



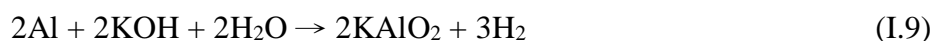
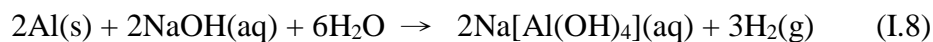
Alors que l'aluminium se dissout facilement dans l'acide nitrique dilué, il est rendu passif dans l'acide nitrique concentré en raison de la formation d'une couche d'oxyde d'aluminium qui protège le métal d'une oxydation plus poussée. Les concentrations de passivation typiques vont de 18% à 22% en poids.



Dans l'acide sulfurique dilué (de 1% à 20%), toutes les qualités d'aluminium, y compris l'aluminium de haute pureté, ont une faible résistance à la corrosion, même à température ambiante [8]. L'aluminium libère de l'hydrogène par réaction avec de l'acide sulfurique dilué. Le dioxyde de soufre est libéré par une réaction avec de l'acide sulfurique concentré :



Les alcalis sont généralement réactifs à l'aluminium. L'aluminium se dissout dans des solutions fortement alcalines pour donner des aluminates incolores. Même l'aluminium de haute pureté est vigoureusement attaqué par des alcalis tels que l'hydroxyde de sodium et de potassium pour donner de l'hydrogène et l'ion aluminate.



L'addition d'une petite quantité d'alcali à une solution de sel d'aluminium précipite l'hydroxyde d'aluminium. Lors de l'addition d'un autre alcali, l'hydroxyde se dissout pour former l'ion aluminate.

L'aluminium est également un agent réducteur coûteux. Il est utilisé pour la réduction des oxydes de métaux hautement réactifs. Cependant, ces métaux doivent être inférieurs à l'aluminium dans la série de réactivité.



L'aluminium a une très haute résistance au peroxyde d'hydrogène concentré. Il se caractérise par une bonne résistance à de nombreux composés organiques dont l'acétaldéhyde, le formaldéhyde et le tétrachlorure de glycérine possède également une bonne résistance aux produits pétroliers.

I.2.2. Alumine : propriétés physiques et chimiques

L'alumine ou l'oxyde d'aluminium (Al_2O_3) possède une forte liaison ionique interatomique, donnant lieu à ses caractéristiques matérielles souhaitables. La stabilité chimique et thermique, la résistance relativement bonne, les caractéristiques d'isolation thermique et électrique combinées à la disponibilité en abondance ont rendu l'oxyde d'aluminium attractif pour les applications techniques [14-16]. Il se présente sous deux formes cristallines, alpha (α) et gamma (γ) alumine. L'alumine alpha est composée d'une structure cristalline hexagonale incolore, avec une structure rhomboédrique (corindon) composée de 10 atomes (figure I.3). Quatre de ces atomes sont l'aluminium ; six sont l'oxygène. L'alumine gamma ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) est composée de minuscules cristaux cubiques incolores d'une densité d'environ 3,6 qui sont transformés en $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ à haute température (au-dessus de 450 °C). L'alumine est un isolant, relativement inerte chimiquement [17], et a un point de fusion élevé. Il est insoluble dans l'eau et les liquides organiques et très légèrement soluble dans les acides forts et les alcalis. L'alumine de haute pureté résiste à l'attaque de tous les gaz, à l'exception du fluor humide, et il est résistant à tous les réactifs courants à l'exception de l'acide fluorhydrique

et de l'acide phosphorique. Une attaque à température élevée se produit en présence de vapeurs de métaux alcalins, en particulier à des niveaux de pureté plus faibles.

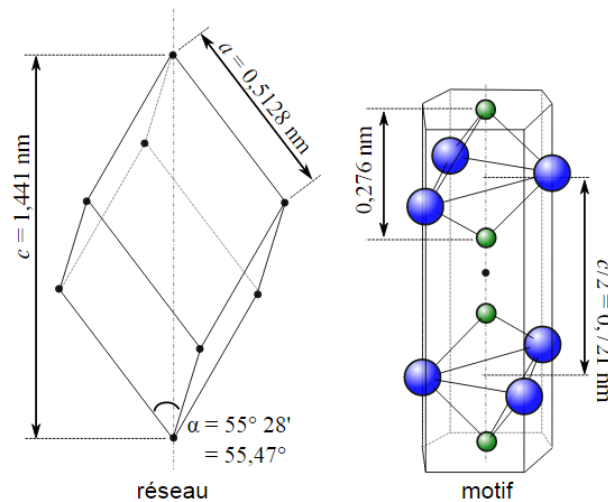


Figure I.3 : Structure de corindon [18].

Dans la structure du corindon, l'atome d'aluminium est coordonné octaédrique avec des atomes d'oxygène. Selon Feret et al. [19], la structure du corindon peut être visualisée sous forme de couches d'atomes d'oxygène hexagonaux compacts avec de petits atomes d'aluminium dans les deux tiers des trous octaédriques coordonnés entre les atomes d'oxygène. Les positions atomiques sont constituées de 12 atomes d'aluminium et de 18 atomes d'oxygène. Les dimensions de la cellule unitaire sont mentionnées dans la figure I.3.

Lorsqu'une surface d'aluminium fraîchement abrasée est exposée à l'atmosphère, elle est immédiatement recouverte d'un mince film d'oxyde d'aluminium (de 1 à 3 nm d'épaisseur) qui se reconstitue rapidement lorsqu'il est endommagé, protégeant ainsi le métal d'autres agressions environnementales. Une caractéristique importante du film d'alumine formé sur l'aluminium est que son volume moléculaire est stoechiométriquement 1,5 fois celui du métal consommé dans l'oxydation [10]. Cela montre que le film d'oxyde est soumis à une contrainte de compression et recouvrira la surface de l'aluminium de manière continue tout en faisant face à une certaine quantité de déformation du substrat sans se rompre [10]. Aujourd'hui, de nombreux revêtements protecteurs pour l'aluminium et ses alliages sont basés sur cette couche superficielle protectrice.

Les films produits par la réaction de l'oxyde d'aluminium avec de l'eau sont importants dans la corrosion [20]. L'oxyde d'aluminium réagit facilement avec l'eau pour former de l'hydroxyde. Selon Hart [21], à des températures inférieures à 600 ° C, la croissance du film se déroule en trois étapes : (1) amorphe, $\text{Al}(\text{OH})_3$, (2) boehmite, $\gamma\text{-AlO}(\text{OH})$, (3) bayérite, $\beta\text{-}$

$\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, le film final étant ainsi constitué de trois couches. Vedder et Alwitt [22, 23] ont suggéré que les étapes importantes impliquées dans la réaction aluminium-eau sont : (1) la formation d'un oxyde amorphe, (2) la dissolution de cet oxyde et (3) la précipitation de l'hydroxyde d'aluminium.



La formation d'anions d'aluminium, $\text{Al}(\text{OH})_4^-$, à pH réduit, est favorisée par l'augmentation de la température. Par exemple, à 250 °C, la gibbsite ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) est en équilibre avec 10^{-4} M de $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ à environ pH 10 mais, à 1000 °C, cet équilibre est atteint vers pH 7 [24]. Ainsi, avec l'augmentation de la température et du pH, l'hydrolyse de surface la plus probable passe de la réaction (1) à (2) ensuite à (3).

Aux concentrations plus élevées d'aluminium et aux températures élevées, l'aluminium hydrolysé forme facilement des complexes polynucléaires qui semblent être des espèces transitoires qui finissent par coalescer pour former une phase solide. Des cations complexes aussi grands que $[\text{Al}_{14}(\text{OH})_{34}]^{+8}$ ont été identifiés par Mesmer et Baes [25], et il a été suggéré que cette espèce est le précurseur de la précipitation de boehmite dans des conditions hydrothermales [26].

I.2.3. Structure, morphologie et taille des grains

Les morphologies structurales jouent un rôle important dans le comportement à la corrosion des alliages d'aluminium. Plusieurs morphologies structurelles différentes peuvent se développer en raison d'un large éventail de conditions opératoires et de diverses formes de croissance lors de la solidification [27] des pièces moulées en aluminium. Il est bien connu que l'intégrité structurale des moulages façonnés est étroitement liée à leur comportement thermique pendant la solidification [27-29]. Osorio et al [27] ont observé que les morphologies structurales dépendent des conditions opératoires imposées par le système métal / moule. La structure granulaire d'un moulage peut prendre de nombreuses formes pendant la solidification et se caractérise habituellement par la macrostructure et la microstructure [27]. Alors que la microstructure peut être classée en morphologie cellulaire/dendrite et eutectique, la macrostructure est généralement constituée de trois zones distinctes. Ce sont les zones de

refroidissement, colonnes et équiaxes respectivement. L'origine de chacun d'eux a fait l'objet d'une recherche expérimentale et théorique intense en raison de la corrélation bien connue entre les structures des grains et les propriétés mécaniques des alliages d'aluminium [30, 31]. Selon Osorio et al [27], les grains équiaxes grossiers ont tendance à améliorer la résistance à la corrosion par rapport aux grains fins équiaxes. La diminution observée de la résistance à la corrosion s'est avérée être dans l'ordre des structures en colonnes grossières > équatoriales grossières > fines équiaxes > fines. Ceci peut être attribué au niveau d'énergie des joints de grains dû à la déformation plastique et aux défauts.

Pour les alliages d'aluminium, l'influence de la granulométrie est liée au rôle (en termes de performance de corrosion) du ou des solutés qui se séparent aux joints de grains. La granulométrie affecte de nombreuses propriétés des alliages d'aluminium [32]. En particulier, à mesure que la taille des grains augmente, les caractéristiques de résistance diminuent [33] tandis que la résistance à la corrosion s'améliore. Il existe une relation bien connue appelée équation de Hall-Petch [34, 35] qui montre que la limite d'élasticité est proportionnelle à la racine carrée du diamètre du grain. Pour les alliages coulés, cependant, il n'est pas toujours vrai que la résistance de l'alliage s'améliore avec la diminution de la taille des grains. Un certain nombre d'études [33, 36, 37] ont mis l'accent sur l'effet de la microstructure et en particulier l'espacement des dendrites sur les propriétés mécaniques. Ces études ont montré que pour contrôler les propriétés des alliages coulés, il est nécessaire de comprendre le mécanisme et la caractérisation des espacements de dendrites primaires et secondaires lors de la solidification des alliages.

I.2.4. Désignations d'alliage d'aluminium

Les alliages d'aluminium sont généralement classés en fonction du procédé de fabrication (alliages de fonderie (moulés) et alliages de corroyage (travaillés mécaniquement)) [38]. Ces deux classes peuvent être subdivisées en familles d'alliages basées sur la composition chimique et enfin sur la désignation de l'état de la pâte [39]. Les désignations de température sont utilisées pour identifier l'état de l'alliage, c'est-à-dire la quantité de travail à froid subie par l'alliage ou son état de traitement thermique. Ce dernier est subdivisé en alliages traitables thermiquement et non traitables thermiquement et en différentes formes produites par le travail mécanique [40]. Les alliages durcis par vieillissement sont généralement plus résistants à la corrosion et plus aptes à la protection anticorrosion que les alliages durcis [41].

Seuls neuf éléments sont capables de s'allier à l'aluminium parce qu'ils ont une solubilité dans l'aluminium à l'état solide supérieure à 0,5 %. Ce sont : l'argent, le cuivre, le gallium, le germanium, le lithium, le manganèse, le magnésium, le silicium et le zinc. Pour diverses raisons de coût (l'argent), de disponibilité (le gallium, le germanium) et de difficultés de mise en œuvre (le lithium), la métallurgie de l'aluminium est fondée, depuis son début, sur uniquement cinq éléments d'alliage qui sont : i- le cuivre, ii- le manganèse, iii- le magnésium, iv- le silicium, v- le zinc.

Ces cinq éléments sont à la base des huit familles d'alliages d'aluminium. L'action d'un élément sur les propriétés de l'aluminium dépend bien évidemment de sa nature et de la quantité ajoutée. Mais, pour certains d'entre eux, leur influence sur les propriétés de l'alliage peut aussi dépendre de la présence d'un, ou plusieurs autres éléments, parce qu'ils peuvent former des composés intermétalliques entre eux.

Les huit familles d'alliages d'aluminium se divisent en deux groupes bien distincts en relation avec leur mode de durcissement (tableau I.4). Le premier groupe est constitué des alliages à durcissement par écrouissage. Ce sont les familles 1000, 3000, 5000 et 8000. Les propriétés mécaniques de ces alliages sont déterminées par le durcissement plastique qui correspond à une modification structurale du métal.

Tableau I.4 : Familles d'alliages d'aluminium.

Durcissement par écrouissage

Famille	Élément d'alliage	% en masse	Additions possibles
1000	Aucun		Cuivre
3000	Manganèse	0,5 – 1,5	Magnésium – cuivre
5000	Magnésium	0,5 - 5	Manganèse – Chrome
8000	Fer et silicium	Si : 0,3 – 1 Fe : 0,6 - 2	Nickel

Durcissement structural

Famille	Élément d'alliage	% en masse	Additions possibles
6000	Magnésium et silicium	Mg : 0,5 – 1,5 Si : 0,5 – 1,5	Silicium – magnésium- manganèse
2000	Cuivre	2 - 6	
7000	Zinc et magnésium	Zn : 5 – 7 Mg : 1 - 2	Cuivre
4000	Silicium	0,8 – 1,7	-

Le second groupe est constitué des alliages à durcissement structural. Ce sont les familles 2000, 4000, 6000 et 7000. Les propriétés mécaniques de ces alliages sont déterminées par le traitement thermique, généralement effectué à la fin de la gamme de transformation, en trois étapes : mise en solution, trempe et revenu (ou maturation). Le phénomène de durcissement résulte de la précipitation provoquée et contrôlée de certaines phases à l'intérieur de la matrice d'aluminium qui vont produire une augmentation des propriétés mécaniques. Dans cette étude, trois alliages à durcissement structural : l'alliage 2024 appartenant à la famille 2000, l'alliage 7075 appartenant à la famille 7000 et l'alliage 6082 appartenant à la famille 6000 ont été étudiés.

Durcissement structural

Le durcissement structural des alliages d'aluminium permet d'augmenter les propriétés mécaniques du matériau. Il est obtenu par un traitement se divisant en trois étapes [42].

- Dans un premier temps, l'alliage est porté à une température supérieure à la température de solvus pendant une durée suffisante pour atteindre l'équilibre thermodynamique et donc obtenir une mise en solution totale des atomes de soluté.
- Ensuite, l'opération de trempe (refroidissement rapide de l'alliage) empêche la décomposition de la solution solide avec formation de précipités d'équilibre grossiers. On obtient une solution solide sursaturée en soluté où les atomes de soluté sont positionnés de manière aléatoire aux nœuds du réseau à faces cubiques centrées de l'aluminium (on parle alors de solution solide de substitution).
- Après la trempe, lorsqu'un maintien en température est réalisé, un important durcissement de l'alliage est observé. Cette étape est appelée étape de revenu. Le durcissement obtenu est en fonction du temps et de la température de maintien.

C'est un phénomène de précipitation résultant de la décomposition de la solution solide sursaturée au cours du maintien isotherme qui est à l'origine du durcissement de l'alliage [43]. Ce traitement permet la formation de précipités appelés précipités durcissants qui se forment soit pendant la trempe à l'eau, soit lors du traitement de revenu. Cependant, deux autres classes de particules intermétalliques peuvent être observées et distinguées en fonction de leur mode de formation, car les alliages contiennent un nombre important d'éléments d'alliages (ajoutés volontairement afin de modifier certaines propriétés du matériau) ou d'impuretés :

- Les dispersoïdes qui se forment par précipitation à l'état solide. Une fois formées, ces particules ne peuvent pas être complètement dissoutes mais leur fraction volumique, leur taille ainsi que leur distribution peuvent être modifiées par des traitements thermomécaniques ;
- Les particules intermétalliques grossières : les impuretés (comme le fer et le silicium) présentes dans tous les alliages commerciaux sont au départ dans la solution liquide mais elles vont se combiner avec d'autres éléments et se séparer lors de la solidification pour former des particules grossières intermétalliques. Elles peuvent être cassées lors des traitements thermiques mais ne peuvent pas être remises en solution.

Pour les alliages corroyés, un système à quatre chiffres est utilisé pour produire une liste de familles de composition corroyées. Dans ce système à quatre chiffres, le premier chiffre identifie le ou les principaux éléments d'alliage tandis que les trois chiffres restants sont utilisés comme numéros de série pour identifier des types d'alliage particuliers.

Le système de désignation pour les alliages de fonderies comporte également quatre chiffres dont le premier chiffre spécifie le ou les principaux constituants d'alliage. Le premier chiffre indique le groupe d'alliages tandis que les deuxième et troisième chiffres identifient l'alliage d'aluminium spécifique ou, pour la série d'aluminium 1xx.1, indique la pureté. Cependant, une décimale est utilisée entre les troisième et quatrième chiffres pour indiquer clairement que ce sont des désignations utilisées pour identifier les alliages sous forme de moulages ou de lingots [44]. Le quatrième chiffre indique la forme de production : xxx.0 désigne les pièces de fonderie et xxx.1, pour la plupart, indique des lingots ayant des limites pour des éléments d'alliage identiques ou très similaires à ceux de l'alliage sous forme de moulage. Un quatrième chiffre du xxx.2 est utilisé pour indiquer que le lingot a des limites de composition ; ceci représente typiquement l'utilisation de limites plus strictes sur certaines impuretés pour obtenir des propriétés spécifiques dans les produits coulés finis produits à partir de ce lingot. La désignation des alliages d'aluminium de fonderie est indiquée ci-dessous :

1xx.x : compositions contrôlées non alliées (pures).

2xx.x : Alliages dans lesquels le cuivre est le principal élément d'alliage. D'autres éléments d'alliage peuvent être spécifiés.

3xx.x : Alliages dans lesquels le silicium est le principal élément d'alliage. Les autres additions d'alliage telles que le cuivre et le magnésium sont spécifiées. Cette série comprend près de 90% de tous les moulages en forme produits.

4xx.x : Alliages dans lesquels le silicium est le principal élément d'alliage.

5xx.x : Alliages dans lesquels l'élément d'alliage principal est le magnésium.

6xx.x : inutilisé

7xx.x : Alliages dans lesquels le zinc est le principal élément d'alliage. D'autres éléments d'alliage tels que le cuivre et le magnésium peuvent être spécifiés.

8xx.x : Alliages dans lesquels l'élément d'alliage principal est l'étain.

I.2.5. Structuration métallurgique des matériaux étudiés

Les alliages d'aluminium 2024 T3, 7075 T6 et 6082 T6 occupent une place très importante dans le domaine aéronautique. Ils possèdent une faible masse volumique qui constitue un atout pour la réduction de masse des avions. En outre, ils présentent de hautes caractéristiques mécaniques ce qui permet leur utilisation en tant que matériaux de structure. La résistance mécanique de ces alliages est accrue par le phénomène de durcissement structural qui implique des traitements thermiques ou thermomécaniques spécifiques.

Alors que l'alliage 5083 H111 est l'un des alliages d'aluminium de durcissement par écrouissage les plus résistants, avec une excellente résistance à la corrosion. Cet alliage se trouve dans les applications de construction navale, les structures automobiles et aéronautiques, les appareils de forage et les équipements de transport.

I.2.5.1. Système aluminium-cuivre et l'alliage 2024

Le système aluminium-cuivre a été l'un des premiers à être industriellement exploité sous l'appellation « duralumin » qui a été, pendant longtemps, la dénomination commerciale et usuelle des alliages d'aluminium à 4 % de cuivre de la famille 2000. La solubilité du cuivre dans l'aluminium à l'état solide décroît de 5,7 % depuis la température eutectique de 547 °C jusqu'à la température ambiante où elle n'est plus que de 0,5 % [45] (figure I.4).

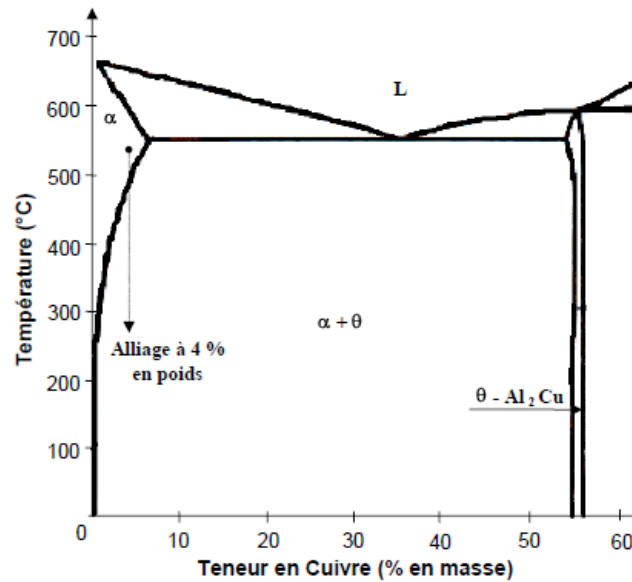


Figure I.4 : Diagramme binaire d'aluminium-cuivre.

L'addition de cuivre a plusieurs effets :

- Il accroît les caractéristiques mécaniques de l'aluminium, (avec un plafonnement vers 6 %, raison pour laquelle la teneur en cuivre des alliages industriels de corroyage n'excède pas (6%). L'augmentation des caractéristiques mécaniques est due à la phase durcissant Al_2Cu (θ') qui précipite, lors du durcissement structural [46].
- Il retarde le seuil de recristallisation, soit en température si la durée du chauffage est fixée, soit en durée si la température est fixée [47].
- Il réduit l'aptitude au pliage des alliages aluminium-magnésium-silicium (famille 6000) si la teneur dépasse 0,4 % [48].
- Il diminue très sensiblement la conductivité thermique et la conductivité électrique des alliages d'aluminium [49]. Ainsi, pour le 2024 T4, elles sont moitié moindres que celles du 1050A.
- Il diminue très nettement la résistance à la corrosion parce que le cuivre affaiblit les propriétés de film d'oxyde naturel [50]. De plus, les conditions du traitement thermique de durcissement structural (durée de revenu) sont des paramètres importants dont dépend leur sensibilité à la corrosion car ils ont une influence sur le potentiel de corrosion de l'alliage [51].
- Il augmente fortement la sensibilité à la fissuration à chaud [52] au point que les alliages aluminium-cuivre ne sont pas soudables à l'arc, sauf si la teneur en cuivre atteint 6 %, ce qui est le cas du 2219.

Dans cette famille d'alliages, l'alliage 2024 est le plus couramment utilisé. Ce sont ses qualités de tolérance aux dommages qui en font l'alliage utilisé sur toutes les structures d'avion dimensionnées en fatigue. Il est toujours utilisé à l'état T3 ou T4 (trempé, vieilli). En effet, à l'état T6 ou T8 (revenu), ses caractéristiques de résistance à la propagation des fissures diminuent notablement. Cependant, il présente des caractéristiques mécaniques assez moyennes telles que la résistance à la traction ($R = 320 \text{ MPa}$). C'est pour pallier cet inconvénient que les alliages de la famille 7000 ont été développés.

L'alliage 2024 peut se présenter soit sous forme de tôle mince le plus souvent plaquée, soit sous forme épaisse (limitée à 80 mm), soit sous forme de profilé filé.

I.2.5.2. Système aluminium-zinc-magnésium et l'alliage 7075

Le zinc est très soluble dans l'aluminium. Il forme un eutectique à 382 °C à la concentration de 95 % de zinc [53]. La solubilité du zinc dans l'aluminium à l'état solide décroît fortement pour atteindre 1 % à la température ambiante (figure I.5). L'addition de zinc dans l'aluminium n'en modifie pas sensiblement les caractéristiques mécaniques. Les alliages binaires aluminium/zinc ne présentent donc aucun intérêt. C'est pourquoi les métallurgistes se sont orientés vers les alliages ternaires aluminium-zinc magnésium (avec ou sans cuivre) de la famille 7000 qui ont connu depuis un très grand développement, en particulier dans l'aéronautique et la mécanique [54]. Par contre, l'addition de zinc dans l'aluminium non allié abaisse très nettement le potentiel de corrosion en dessous de celui de la plupart des alliages d'aluminium de corroyage [55, 56] [57, 58]. Ainsi, l'alliage aluminium-zinc à 1 % de zinc, le 7072, est utilisé comme placage pour limiter la pénétration de la corrosion par piqûres sur des alliages tels que le 3003 et le 7075. L'idée de plaquer l'aluminium pour limiter la pénétration de la corrosion par piqûres revient à Dix d'Alcoa qui breveta en 1932 le placage du Duralumin par du 1050 dont le potentiel de dissolution est plus électro-négatif, de l'ordre de 150 mV. Ce système fut appelé « Alclad » aux États-Unis.

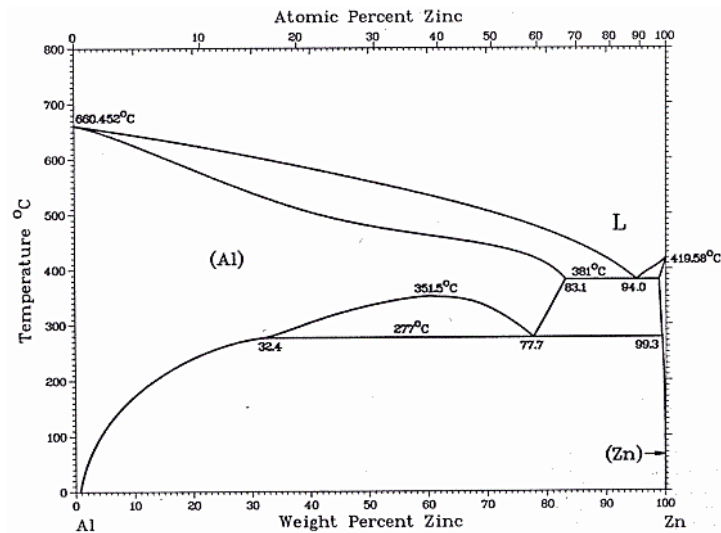


Figure I.5 : Diagramme binaire de l'aluminium-zinc

L'addition de magnésium dans les alliages aluminium-cuivre (famille 2000) et les alliages aluminium-zinc-magnésium (famille 7000) augmente la sensibilité au revenu en favorisant la diffusion de phases intermétalliques durcissant. Combiné au silicium pour former la phase Mg_2Si , le magnésium contribue à l'accroissement des propriétés mécaniques de l'alliage 2024. Dans les alliages aluminium-zinc-magnésium, il se combine au zinc pour former le composé intermétallique $MgZn_2$ qui contribue également au durcissement structural des alliages 7000. Les alliages de la famille 7000 présentent d'excellentes caractéristiques mécaniques en traction ($R = 450\text{MPa}$), par contre leur comportement en fatigue est inférieur à celui de l'alliage 2024. Dans cette famille, l'alliage 7075 est le plus courant. C'est à l'état T6 qu'il offre les meilleures caractéristiques mécaniques mais aussi un très mauvais comportement en corrosion. Pour améliorer sa résistance à la corrosion, un traitement de double revenu (état T7) lui est appliqué. Ce traitement améliore la ténacité mais provoque une chute de 10 à 15 % de la résistance à la traction et des autres propriétés mécaniques statiques. L'amélioration de la ténacité par diminution des teneurs en impuretés sans aucune altération de l'ensemble des autres caractéristiques a conduit à l'élaboration des alliages 7175 et 7475. L'alliage 7075 est présenté sous forme de tôle mince (plaquée ou non), soit de tôle épaisse ($> 80\text{ mm}$).

I.2.5.3. Système aluminium-silicium et l'alliage 6082

Le diagramme de phase Al-Si est le système de base pour la série d'alliages 6xxx. Comme le montre la figure I.6, il s'agit d'un diagramme de phase de type eutectique binaire avec une solubilité limitée de l'aluminium et du silicium. La température de fusion de l'aluminium pur est de 660 °C. La solubilité du silicium dans la masse fondue d'aluminium atteint un maximum de 1,6% à la température eutectique de 577 °C. La solubilité maximale de l'aluminium dans le silicium à la température eutectique reste discutable, et selon certaines données de la littérature, il est d'environ 0,015% en poids [59]. La concentration de silicium, qui correspond à la réaction eutectique, n'est pas encore définie ou acceptée par les chercheurs, malgré le fait que ce diagramme a souvent été étudié.

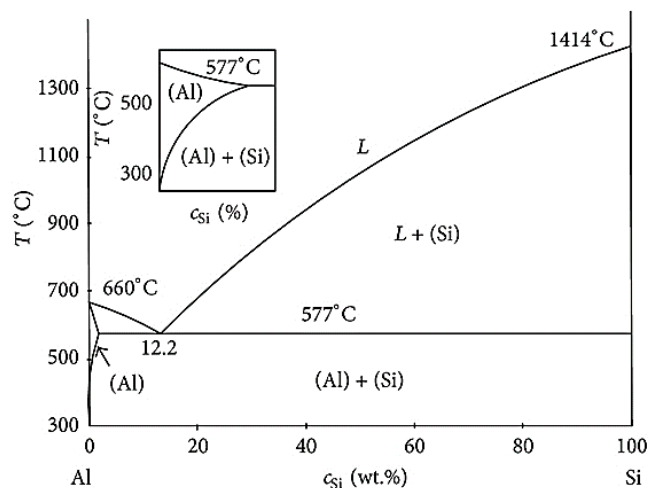


Figure I.6 : Diagramme de phase Aluminium-silicium.

Les alliages de corroyage aluminium-silicium sont largement utilisés dans de nombreux composants automobiles. Ces alliages sont caractérisés par leur faible densité, leur faible poids, leurs températures de fusion relativement basses, leur solubilité négligeable (à l'exception de l'hydrogène), leur excellente coulabilité, leur bonne résistance à la corrosion, leur conductivité électrique et thermique et leur bonne usinabilité. Les principaux éléments d'alliage, Si, Cu et Mg, sont principalement responsables de la définition de la microstructure de l'alliage d'aluminium.

Parmi les nombreux alliages à haute résistance du système ternaire Al-Mg-Si, la norme EN AW 6082 a récemment fait l'objet d'une grande attention dans les extrusions automobiles en raison de sa résistance supérieure à la corrosion. ENAW 6082 utilise une quantité excessive de silicium pour augmenter la réponse de durcissement de la zone et du manganèse pour contrôler la structure des grains [60]. Mn forme des particules dispersoïdes lors de

l'homogénéisation de la billette [61] qui retarde la nucléation et la croissance de nouveaux grains pendant et après l'extrusion [62]. Contrairement aux alliages EN AW 6060 et 6063 à faible résistance qui présentent souvent des structures recristallisées, les extrusions produites à partir d'un alliage EN AW6082 se révèlent souvent contenir des structures partiellement recristallisées [63-65]. Les gros grains à la surface ou près de la surface sont courants lorsque la température de sortie de la presse dépasse le point de recristallisation de l'alliage. L'épaisseur de la zone de grain périphérique (PCG) peut varier considérablement et recouvrir toute la section dans le pire des cas [66].

I.2.5.4. Système aluminium-magnésium et l'alliage 5083

L'alliage aluminium-magnésium (série 5000) convient généralement aux alliages de fonderie ; son point de fusion est faible et ne peut pas être effectué facilement avec le brasage en général. Le système Al-Mg contenant jusqu'à 5% en poids de Mg est utilisé comme alliages de corroyage, tandis que 5-10% en poids de Mg sont utilisés comme alliages de fonderie et les deux sont à la base d'une classe largement utilisée d'alliages de durcissement par écrouissage non traité thermiquement [67].

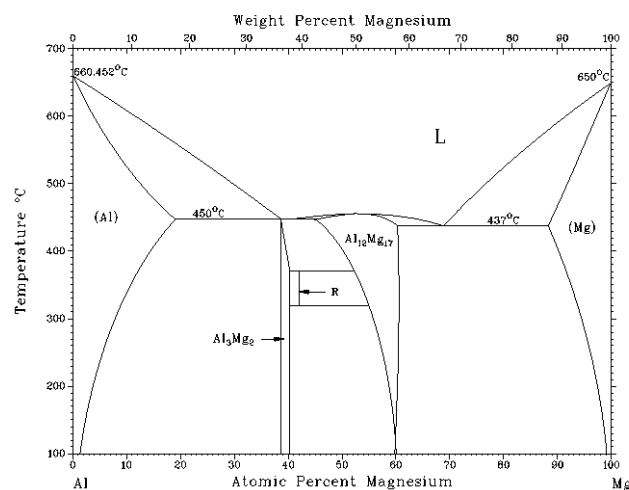


Figure I.7 : Diagramme de phase aluminium-magnésium.

Figure I.7 illustre le diagramme de phase binaire commun des alliages Al-Mg [68]. À 451°C, le magnésium a une solubilité élevée dans l'aluminium jusqu'à 14,9% en poids, sa solubilité diminue à environ 1,7% en poids à température ambiante, mais la vitesse de décomposition de la solution solide sursaturée est très lente (figure I.7). Dans les alliages disponibles dans le commerce, pratiquement tout le magnésium peut être retenu en solution sans avoir besoin de procédures de trempe extraordinaires. Le magnésium diminue la densité

de l'aluminium, mais l'influence la plus importante du magnésium est sa capacité à favoriser le renforcement de l'aluminium par écrouissage [69].

L'alliage d'aluminium 5083, dans lequel le magnésium est l'élément d'alliage principal, est une solution solide renforcée de matériau. Le matériau présente des caractéristiques de soudage et une résistance à la corrosion favorable, ce qui le rend attrayant pour une application dans l'environnement marin. Comme le matériau est un alliage qui ne peut pas être traité thermiquement, les précipités dans cet alliage n'ont pas reçu beaucoup d'attention à ce jour.

I.2.6. Ségrégation, précipitation intermétallique et inclusions dans les alliages d'aluminium

Selon Cabrera [70], la précipitation concerne l'apparition sous forme divisée d'une nouvelle phase de composition et structure différentes de celles de la matrice. La ségrégation (terme plus ambigu) est relative aux hétérogénéités de composition chimique ou aux variations locales de composition dans la matrice, liées à l'histoire du matériau.

Les impuretés et éléments d'alliage peuvent intervenir de façon variée : localisations d'atomes étrangers sur des sites de la matrice (perturbation locale) solutions solides primaires et intermédiaires, arrangement d'atomes très localisé, phases bidimensionnelles, précipités liés de façon variable avec la matrice (interfaces cohérentes, semi-cohérentes, incohérentes), et composés définis de structure ordonnée.

Les phénomènes de ségrégation et de précipitation comportent des processus de déplacements d'atomes par diffusion, impliquant donc leur dépendance vis-à-vis du temps et de la température. Toutefois, si les lois de diffusion peuvent suffire à décrire de façon simple la ségrégation, la situation est plus complexe dans le cas de la précipitation où apparaissent des nouvelles phases, donc de nouvelles interfaces qui sont, de plus, mobiles lors de la croissance des précipités. Les paramètres de temps et température prennent toute leur importance dans le cas des traitements thermiques. Le cas de l'alliage 2024 dont la résistance mécanique est associée à la précipitation du composé Al_2Cu , est très dépendant de la température de maturation. Totalement solubilisé dans la matrice d'aluminium au-dessus de $480\text{ }^\circ\text{C}$ (homogénéisation), le cuivre à une teneur de 4 % demeure en solution solide lors de la trempe car, pour des raisons de temps et d'activation thermique, sa migration ne peut pas se produire. Figé dans cet état de saturation l'alliage va en fait, par vieillissement à la température ambiante être le siège d'une précipitation. Si l'alliage est trempé à l'eau bouillante ou s'il subit un vieillissement à une température supérieure à $120\text{ }^\circ\text{C}$, la précipitation est

préférentiellement intergranulaire avec appauvrissement en cuivre, de part et d'autre des précipités formés dans les joints. Une description analogue, toujours en termes métallurgiques, peut être proposée dans le cas de la précipitation de $MgZn_2$ pour l'alliage 7075. Sur la figure I.8 on peut observer des précipités intermétalliques dans les alliages 2024 et 7075.

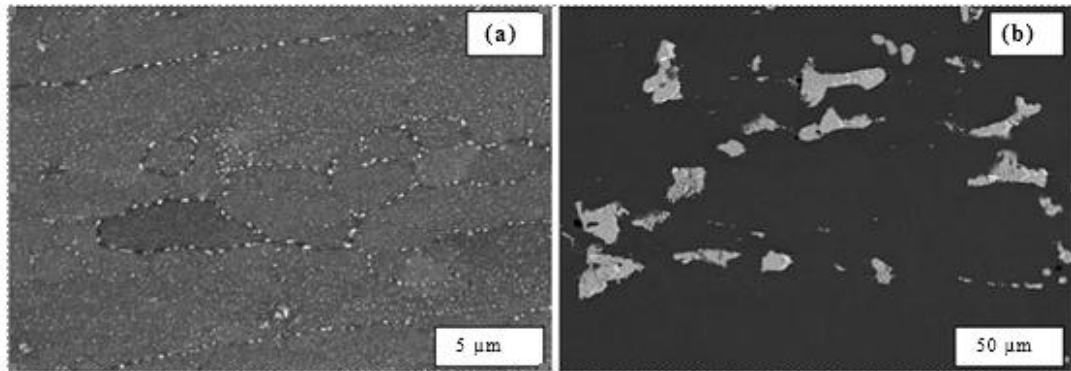


Figure I.8 : Photomicrographies MEB. Particules intermétalliques : (a) alliage 7075 (précipités aux joints de grains) et (b) alliage 2024 (précipités grossiers dans la matrice) [71].

Les inclusions sont de nature diverse, elles se distinguent des précipités et des ségrégations sur deux points essentiels :

- d'une part elles se forment directement dans le bain liquide et apparaissent avant la solidification partielle ou totale du matériau au contraire des précipités et ségrégations qui se forment au cours de la transformation à l'état solide associée aux traitements thermiques.
- leur origine-même justifie l'absence de relations cristallographiques entre la phase inclusionnaire et la matrice de l'alliage.

La figure I.9 montre une inclusion de TiS dans un alliage d'aluminium 2017 après soudage.

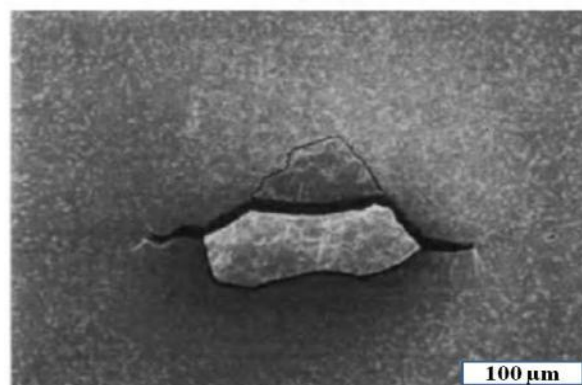


Figure I.9 : Inclusion de TiS dans un alliage d'aluminium 2017 [72].

I.3. Diverse formes de corrosion des alliages d'aluminium

Les alliages d'aluminium peuvent se corroder par plusieurs voies différentes [73]. La reconnaissance de la voie ou des formes de corrosion de l'aluminium est une étape importante dans la détermination du remède approprié à chaque problème [73]. Lorsqu'un métal est placé dans un environnement aqueux, il peut se comporter de trois façons : se corroder, montrer une immunité ou passiver [74]. Le niveau d'acidité ou d'alcalinité de l'environnement affecte significativement le comportement à la corrosion des alliages d'aluminium.

La résistance à la corrosion des alliages d'aluminium est liée à divers facteurs, notamment :

- La composition du métal
- Le type d'environnement dans lequel il est utilisé
- Les conditions de service, y compris la température et l'humidité
- La méthode qui peut être utilisée pour assembler les produits
- La durée de vie prévue de la structure et du programme de maintenance.

Les diagrammes de Pourbaix [75] peuvent fournir des informations précieuses dans l'étude des phénomènes de corrosion. Les conditions de stabilité thermodynamique des films d'oxyde protecteurs sur les alliages d'aluminium sont exprimées par le diagramme de Pourbaix (figure I.10). Ce diagramme montre la stabilité thermodynamique des espèces d'aluminium en fonction du potentiel et du pH. Le pH (axe des x) varie d'acide à faible pH à alcalin à pH élevé. La région de stabilité de l'eau est délimitée par les lignes pointillées étiquetées (a) et (b) [73]. La ligne (a) est la ligne d'hydrogène au-dessous de laquelle l'eau n'est plus stable et se décompose en hydrogène (H_2) et OH^- (alcalinisation); et la ligne (b) est la ligne d'oxygène au-dessus de laquelle l'eau est instable et se décompose en oxygène (O_2) et H^+ (acidification). Dans les environnements acides, l'aluminium se dissout sous forme d'ions Al^{3+} et, dans les environnements alcalins, l'aluminium se dissout sous forme d'ions AlO_2^- .



Dans des solutions neutres (gamme de pH d'environ 4-8,5), l'hydroxyde est insoluble ce qui rend la surface de l'aluminium passive. Cependant, les limites de cette gamme varient quelque peu en fonction de la température, de la forme spécifique du film d'oxyde présent à la surface de l'aluminium et de la présence de substances pouvant former des complexes solubles ou des sels insolubles avec l'aluminium [7].

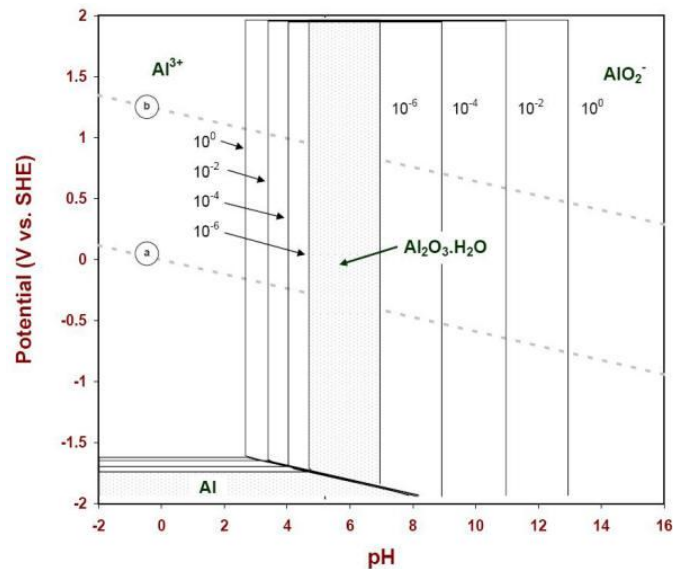


Figure I.10 : Diagramme de Pourbaix pour l'aluminium avec un film d'hydrargillite ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) à 25°C [76].

Les équations électrochimiques régissant la corrosion des alliages d'aluminium sont I.16 - I.18. La réaction pour la dissolution anodique est montrée dans l'équation (I.16). Cependant, si de l'oxygène est présent, la réaction cathodique implique la réduction de l'oxygène en anions hydroxydes comme indiqué dans l'équation (I.17). La réduction de l'oxygène à la cathode est une réaction assez rapide lorsqu'elle se produit sur des impuretés telles que les précipités de fer ou de cuivre dans la matrice d'aluminium et donc pour cette raison les alliages d'aluminium monophasés ont généralement une plus grande résistance à la corrosion que les alliages d'aluminium particules [73]. En l'absence d'oxygène, la deuxième réaction cathodique possible dans l'eau est la dégénérescence de l'hydrogène (Éq. 2.18).



En général, la corrosion d'un métal se produit lorsque cinq conditions sont réunies ; Un site de corrosion actif se compose d'une anode, d'une cathode, d'un contact électrique continu entre l'anode et la cathode, d'un électrolyte continu et d'un réactif cathodique tel que O_2 , H_2O ou H_2 [77]. Un site de corrosion active est constitué d'une anode, d'un contact électrique continu

cathodique entre l'anode et la cathode, d'un électrolyte continu et d'un réactif cathodique tel que O_2 , H_2O ou H_2 [78].

Les années d'expérience dans les applications dans le bâtiment, les véhicules utilitaires, la construction navale, les installations extérieures et l'équipement routier, en utilisant des alliages d'aluminium des séries 1xxx, 2xxx, 5xxx et 6xxx ont montré leur excellente résistance à la corrosion lorsqu'ils sont exposés à des environnements urbains, marins et autres environnements hostiles. D'autre part, les alliages des séries 2xxx et 7xxx ne sont pas utilisés dans certaines applications telles que la construction navale ou le bâtiment et la construction.

I.3.1. Corrosion uniforme

La corrosion uniforme, ou corrosion générale, est un processus de corrosion présentant un amincissement uniforme qui se produit uniformément sur toute la surface ou une grande partie de la surface totale [40]. La corrosion uniforme de l'aluminium est rare, sauf dans des environnements spéciaux, fortement acides ou alcalins. Cependant, si le film d'oxyde de surface est soluble dans l'environnement, comme dans l'acide phosphorique ou l'hydroxyde de sodium, l'aluminium se dissout uniformément à une vitesse constante [7]. Dans le cas des alliages d'aluminium, des différences de potentiel électrique peuvent se produire à la surface d'un alliage d'aluminium en raison de petites différences dans la composition chimique, les différences de phase, la quantité de travail à froid, etc. une anode et une cathode. La corrosion continue jusqu'à ce que le métal soit consommé ou que le film corrosif formé sur la surface crée une barrière à l'électrolyte. La rupture des systèmes de revêtement protecteur sur les structures conduit souvent à cette forme de corrosion [40]. La corrosion générale se produit couramment sur des surfaces métalliques ayant une composition chimique et une microstructure uniformes. La dissolution est la plus uniforme dans l'aluminium pur et elle est ensuite plus uniforme dans les alliages non traités thermiquement. Les alliages traitables thermiquement présentent souvent une certaine rugosité de surface, en particulier lorsque des sections transversales épaisses sont gravées car des taux de dissolution variables conduisent à des variations d'épaisseur de la concentration en solution solide des éléments d'alliage et à la distribution des particules constitutives [7].

I.3.2. Corrosion par piqûres

Des piqûres peuvent se produire dans la plupart des métaux avec un film protecteur, mais elles sont particulièrement caractéristiques de l'aluminium et des alliages d'aluminium. C'est une forme localisée de corrosion [79] par laquelle des cavités, c'est-à-dire des "trous" sont

produits dans le matériau. La corrosion par piqûres est principalement causée par des variations de la structure du grain entre des zones adjacentes sur les surfaces métalliques qui sont en contact avec un environnement corrosif. Pour les alliages d'aluminium, il s'est avéré que la corrosion par piqûres commençait aux composés intermétalliques [80]. Ainsi, en fonction de la composition des alliages et de l'environnement, la corrosion par piqûres peut se déclencher préférentiellement sur différents types de particules intermétalliques, entraînant des comportements électrochimiques différents [81]. Les piqûres sont d'abord perceptibles sous la forme d'un dépôt pulvérulent blanc ou gris, semblable à de la poussière, qui tache la surface. Lorsque le dépôt superficiel est enlevé, les piqûres peuvent être vues dans la surface. Ces piqûres peuvent apparaître soit sous forme d'indentations relativement peu profondes, soit sous forme de cavités plus profondes de petits diamètres. La morphologie d'une piqûre individuelle est contrôlée par la nature et l'intensité de l'attaque [74]. Pour l'aluminium et ses alliages, on observe habituellement deux types de morphologies de piqûre ; cristallographiques et hémisphériques. Par exemple, dans l'acide chlorhydrique, des piqûres cubiques se forment en raison de l'attaque préférentielle dans l'orientation cristallographique {100} ; où l'humidité est présente, l'attaque est concentrée dans la direction {111} et les piqûres octaédriques résultent [82]. Dans des environnements contenant des chlorures presque neutres, les embouchures des piqûres ont tendance à être circulaires et les sections transversales à peu près hémisphériques [74]. La présence d'un anion agressif est une condition nécessaire à la corrosion par piqûres. De nombreuses études [83-87] ont montré que de tels anions agressifs pour l'aluminium et ses alliages comprennent; Cl⁻, Br⁻, I⁻, ClO₄⁻, IO₃⁻, NO₃⁻, SO₄²⁻.

Le processus d'initiation de la piqûre peut être divisé en plusieurs étapes : la période d'induction, l'initiation des piqûres et les processus de propagation. Chaque étape peut être étouffée et ainsi la repassivation peut se produire [88]. Les piqûres peuvent pénétrer plusieurs millimètres pendant une courte période si les conditions sont extrêmement défavorables. Il est peut être décrit en quatre étapes distinctes et consécutives [89, 90] :

- Processus se produisant sur le film passif, à la limite du film passif et de la solution.
- Processus se produisant dans le film passif, quand aucun changement microscopique visible ne se produit dans un film.
- Formation de piqûres dites métastables qui commencent et se développent pendant une courte période de temps en dessous du potentiel de piqûres critique puis repassent (c'est une étape intermédiaire dans les piqûres)
- Croissance stable, au-dessus d'un certain potentiel appelé le potentiel de piqûre critique.

La figure suivante décrit les mécanismes mis en jeu lors des phénomènes de corrosion par piqûres dans les alliages d'aluminium.

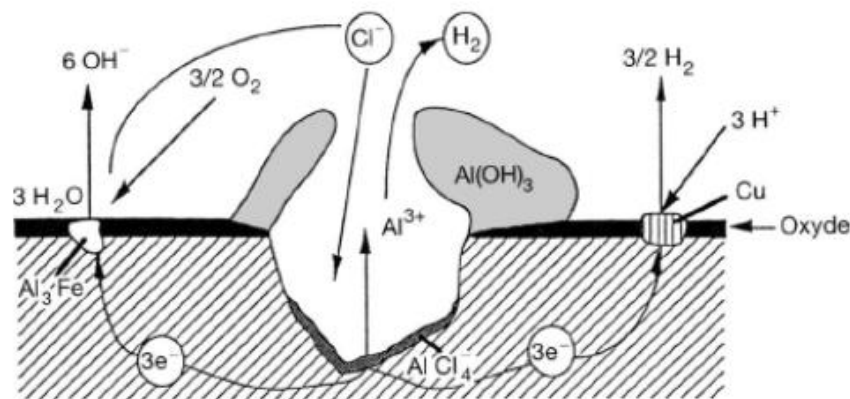


Figure I.11 : Mécanismes de corrosion par piqûres des alliages d'aluminium.

I.3.3. Corrosion caverneuse

La corrosion caverneuse est une forme localisée d'attaque corrosive. Elle est peut être considérée comme une forme particulière de piqûres qui se produit entre des surfaces de contact (par exemple, dans des connexions filetées ou à brides), habituellement en raison des effets de la cellule de concentration d'oxygène. Cette forme de corrosion est généralement associée à une solution stagnante au niveau micro-environnemental [40]. Ces microenvironnements stagnants ont tendance à se produire dans des crevasses (zones blindées) telles que celles formées sous les joints, les rondelles, les matériaux d'isolation, les têtes de fixation, les dépôts de surface, les revêtements dissous, les filets, les joints à recouvrement et les colliers [40]. Des exemples de dépôts susceptibles de produire une crevasse (ou une attaque de dépôt) sont le sable, la saleté, les produits de corrosion et d'autres solides [91]. Le dépôt agit comme un bouclier et crée une condition stagnante [91]. La corrosion caverneuse est initiée par les changements de la chimie locale dans la crevasse :

- Déplétion de l'inhibiteur dans la crevasse
- Épuisement de l'oxygène dans la crevasse
- Un passage aux conditions acides dans la crevasse
- Accumulation d'espèces ioniques agressives (par exemple chlorure) dans la crevasse.

Habituellement, la corrosion caverneuse est considérée comme due aux effets des cellules de concentration d'oxygène. Il survient également en raison des changements d'acidité dans la crevasse, de l'accumulation d'ions dans la crevasse ou de la déplétion d'un inhibiteur. Ceci

explique pourquoi la corrosion caverneuse est observée sur des matériaux tels que les aciers inoxydables dans les solutions de chlorure désaérées, où il n'y a pas de cellule de concentration d'oxygène. Dans ce cas, les processus de corrosion dite de "cellule occluse" (avec augmentation de l'acidité et accumulation d'ions dans la crevasse) sont opérationnels, similaires au processus de corrosion par piqûres.

I.3.4. Corrosion intergranulaire

Il s'agit d'une forme de corrosion qui se propage dans le métal en consommant uniquement les zones associées aux joints de grains (figure I.13). Elle peut être liée à la structure atomique et à la composition des joints de grains en l'absence de précipitation (corrosion intergranulaire hors précipitation) ou à la décoration des joints de grains par une précipitation (corrosion intergranulaire liée à la précipitation d'une seconde phase). Les alliages de la série 2000 sont particulièrement sensibles à ce type de corrosion.

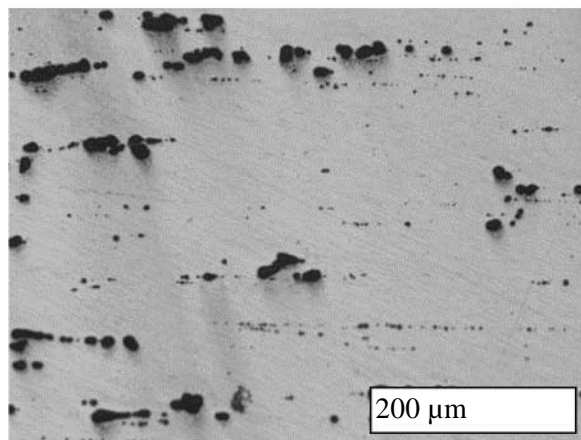


Figure I.12 : Corrosion par piqûres de l'alliage 7075 T7351, après 2 h d'immersion dans une solution 0,1 M de Na₂SO₄ + 0,1 M de NaCl [71].

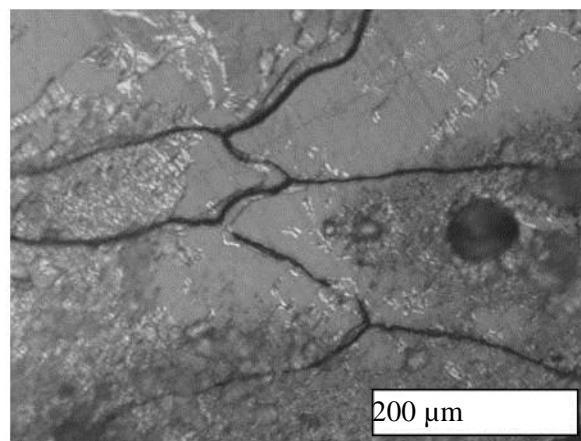


Figure I.13 : Corrosion intergranulaire de l'alliage 2024 T351, après 24 h d'immersion dans une solution 0,1 M de Na₂SO₄ + 0,1 M de NaCl [71].

I.3.5. Corrosion exfoliante ou feuilletante

C'est également une forme de corrosion intergranulaire qui se propage suivant une multitude de plans parallèles à la direction de transformation (figure I.14). Des feuillettes de métal inattaquées très minces subsistent entre ces plans et sont repoussés par le gonflement des produits de corrosion et s'écartent de la surface du métal comme les feuilles d'un livre. L'alliage 7075 est très sensible à ce type de corrosion.

Généralement, la corrosion par exfoliation se produit quand il y a une combinaison de trois facteurs : une microstructure hautement directionnelle, un chemin anodique préférentiel et un type spécifique d'environnement corrosif [89, 92]. La corrosion par exfoliation se produit dans des couches parallèles à la surface dans le sens du laminage [93], les couches s'écaillent en raison de la pression des produits de corrosion.

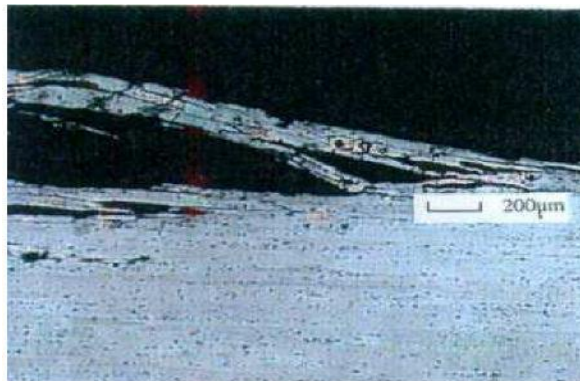


Figure I.14 : Photomicrographie MEB d'un alliage 2024 T351 développant de la corrosion feuilletante [94].

Les alliages sensibles à la corrosion intergranulaire peuvent également présenter une corrosion par exfoliation lorsqu'ils sont fortement travaillés à froid. L'attaque n'est généralement pas aussi grave que la corrosion intergranulaire car elle est plus facile à observer. Cependant, les effets localisés peuvent être dramatiques, par exemple dans le cas d'attaches et de rivets qui sont soumis à un travail à froid lors du montage et exposés ensuite à des conditions de service pouvant donner lieu à une précipitation des joints de grains. La tête travaillée à froid de l'attache peut se détacher complètement dans les cas extrêmes.

I.3.6. Corrosion filiforme

La corrosion filiforme (FFC) est l'une des formes les plus courantes de corrosion sur les alliages d'aluminium [95]. Elle se caractérise par une cellule de corrosion active qui se propage à travers la surface métallique sous le revêtement [96], laissant une queue remplie de produits

de corrosion [97, 98], la figure I.15 représente des tôles des alliages d'aluminium corrodé par ce type de corrosion. Le mode d'attaque est similaire à la corrosion par piqûres, ou le front de l'attaque est soutenu par l'humidité qui pénètre dans la couche de surface et devient appauvrie en oxygène rendant la zone anodique. Essentiellement, la corrosion filiforme est un type de «cellule de concentration d'oxygène» dans laquelle la zone anodique est la tête du filament et la cathode est la zone qui l'entoure, y compris la queue. En apparence, la corrosion filiforme sur les alliages d'aluminium ressemble à de longs filaments filiformes, souvent longs de plusieurs centimètres, mais de moins d'un millimètre de large. Un filament se compose de deux parties distinctes visuellement : une tête active, où la dissolution du métal se produit, et une queue arrière, composée de produits de corrosion secs [97].

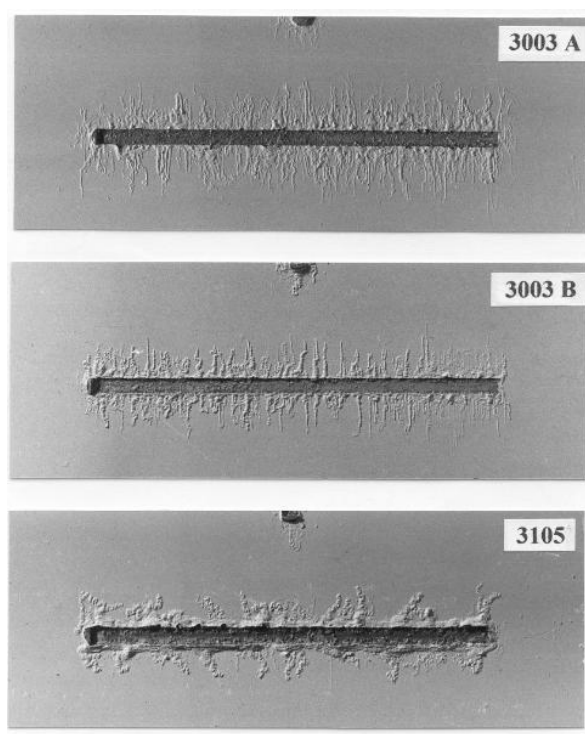


Figure I.15 : corrosion filiforme des alliages d'aluminium [95].

Les filaments sont généralement blancs, avec une tête grise. Cette tête forme le site de corrosion active, avec propagation de la corrosion et croissance du filament. Les têtes de filaments sont remplies d'électrolyte, contenant des cations métalliques et des anions agressifs (tels que Cl^-), et présentent typiquement un pH bas (aussi bas que pH 1) vers leur bord d'attaque suite à l'hydrolyse des cations [99, 100]. Inversement, les queues de filaments sont remplies de produit de corrosion sec et poreux. On croit généralement que l'avance du filament est entraînée par une aération différentielle résultant du transport de masse facile de l'oxygène gazeux (O_2) à travers la queue du filament [99, 100]. Ceci implique que le site principal de réduction de l'oxygène cathodique doit se situer vers le bord de fuite et celui de la dissolution du métal

anodique vers le bord d'attaque de la tête du filament [101]. On pense que l'avance des filaments sur les alliages d'aluminium implique une sous-attaque anodique du revêtement organique [99, 100, 101-103]. Cependant, une adhérence accrue du revêtement tend à réduire les vitesses de propagation des filaments, probablement en raison de la façon dont l'adhérence du revêtement et la déformabilité du revêtement influencent la forme de la gouttelette d'électrolyte de la tête du filament [101].

I.3.7. Corrosion galvanique

La corrosion galvanique se produit entre deux métaux, alliages ou revêtements différents, qui sont couplés ensemble électriquement en présence d'un électrolyte commun (figure I.16).

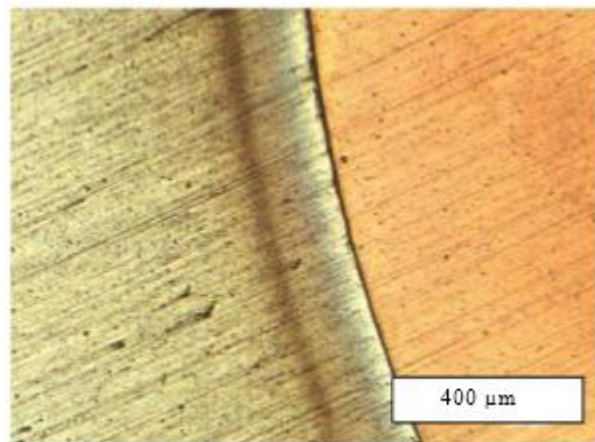


Figure I.16 : Micrographie optique de l'interface d'un couple galvanique Al pur / Cu pur après 24 h d'immersion en milieu Na_2SO_4 10^{-3} M [105].

I.3.8. Corrosion sous contrainte

De nombreux alliages présentent une excellente résistance à la fissuration par corrosion sous contrainte dans tous les états normaux ; cependant, les alliages d'aluminium à haute résistance, qui sont d'un intérêt primordial dans les applications aérospatiales, doivent être abordés avec prudence. La fissuration par corrosion sous contrainte (CSC) est la formation de fissures fragiles dans un matériau normalement sain par l'influence simultanée de la contrainte de traction et d'un environnement corrosif [106]. Cette contrainte peut soit être appliquée (charge externe), soit être une contrainte résiduelle dans le métal (par exemple, en raison du procédé de production ou du traitement thermique). Dans la plupart des cas, la fissuration par corrosion sous contrainte a été associée au processus de corrosion active qui implique une corrosion accélérée le long d'une trajectoire de susceptibilité à la corrosion supérieure à la normale, la majeure partie du matériau étant généralement passive. Le chemin actif le plus

contiennent du fer ou du fer et du silicium - Al_6Fe , Al_3Fe et $\text{Al}_{12}\text{Fe}_3\text{Si}_2$ - qui sont tous cathodiques à la matrice d'aluminium [7].

Alliages corroyés 2xxx et alliages coulés 2xx.x : Ces séries sont moins résistantes à la corrosion que les alliages d'autres séries qui contiennent beaucoup moins de cuivre. Les alliages de ce type ont été les premiers matériaux à base d'aluminium de haute résistance qui sont traités thermiquement et ont été largement utilisés pendant des années dans des applications structurales, en particulier dans les applications aéronautiques et aérospatiales [109]. Les effets électrochimiques sur la corrosion peuvent être plus forts dans ces alliages que dans d'autres alliages d'aluminium en raison de deux facteurs ; un changement significatif du potentiel d'électrode avec des variations de la quantité de cuivre dans la solution solide et, dans certaines conditions, la présence de non uniformités dans la concentration de la solution solide [7]. La résistance générale à la corrosion diminue avec l'augmentation de la teneur en cuivre. Ceci n'est pas principalement attribué à ces solutions solides ou à la seconde phase. Il est attribué aux cellules galvaniques créées par la formation de minuscules particules de cuivre ou de films déposés sur la surface de l'alliage à la suite de la corrosion.

Alliages corroyés 2xxx contenant du lithium : L'addition de lithium diminue la densité et augmente le module d'élasticité des alliages d'aluminium, faisant des alliages aluminium-lithium un bon choix pour remplacer les alliages à haute résistance existants, principalement dans les applications aérospatiales. Bien que le lithium soit hautement réactif, l'ajout de lithium à l'aluminium jusqu'à 3% ne modifie que légèrement le potentiel de piqûre de la solution solide dans le sens anodique [110]. Dans une vaste étude de corrosion de plusieurs alliages aluminium-lithium binaires et ternaires, Niskanen et al [111] ont trouvé qu'une modification de la microstructure pour favoriser la formation de la phase δ (AlLi) réduit la résistance à la corrosion de l'alliage dans une solution de NaCl à 3,5%. Il a été conclu qu'une compréhension de la phase δ est essentielle à la compréhension du comportement à la corrosion de ces alliages [7, 111].

Alliages corroyés 3xxx : Les alliages corroyés de la série 3xxx sont très résistants à la corrosion. Le manganèse est présent dans la solution solide d'aluminium, dans des particules submicroscopiques de précipités et dans des particules plus grosses de phases $\text{Al}_6(\text{Mn}, \text{Fe})$ ou $\text{Al}_2(\text{Mn}, \text{Fe})_3\text{Si}$, dont les potentiels de solution sont presque similaires à ceux de la matrice solide [7]. Ainsi, ces constituants ne sont pas des sites significatifs pour l'initiation de la corrosion. La série 3xxx, comme l'aluminium pur, ne présente aucune des formes de corrosion localisée, la corrosion par piqûres est le principal type de corrosion rencontré. La figure suivante

montre, pour l'alliage 3003, les profondeurs de la pique mesurées pour les 10 piques les plus profondes.

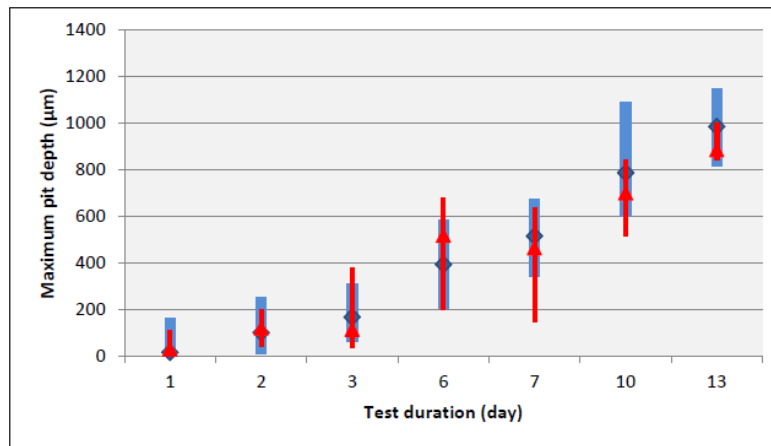


Figure 1.18 : Données de profondeur des piques les plus profondes observées de l'alliage 3003. Les 10 piques les plus profondes ont été mesurées pour deux échantillons en même temps [112].

Alliages corroyés 4xxx et alliages coulés 3xx.x et 4xx.x : Le silicium est présent en tant que particules constitutives de seconde phase dans les alliages d'aluminium corroyés de la série 4xxx utilisés pour le brasage et le soudage, et dans les alliages coulés des séries 3xx.x et 4xx.x. Bien que l'effet du silicium sur la résistance à la corrosion de ces alliages soit minime car les particules de silicium sont fortement polarisées, la résistance à la corrosion des alliages de coulée AA3xx.x est fortement affectée par la teneur en cuivre qui peut atteindre 5% et aussi par les niveaux d'impureté. Les modifications de certains alliages de base ont des limites plus restrictives sur les impuretés, qui favorisent la résistance à la corrosion et les propriétés mécaniques [7].

Alliages corroyés 5xxx et alliages coulés 5xx.x : Les alliages corroyés de la série 5xxx et les alliages coulés de la série 5xx.x ont une haute résistance à la corrosion. Cela s'explique en partie par leur utilisation dans une grande variété de produits de construction et d'équipements de traitement chimique et de manipulation des aliments, ainsi que dans des applications impliquant une exposition à l'eau de mer [7]. Lorsque le magnésium est présent en quantités qui restent soit en solution solide, soit partiellement précipitées sous forme de particules Al_8Mg_5 , dispersées uniformément dans la matrice de l'alliage, l'alliage est aussi résistant à la corrosion que l'aluminium commercialement pur. La figure suivante montre que l'alliage 5049 de la famille 5xxx a la meilleure tenue à la corrosion par pique par rapport aux autres alliages sujets à la même étude.

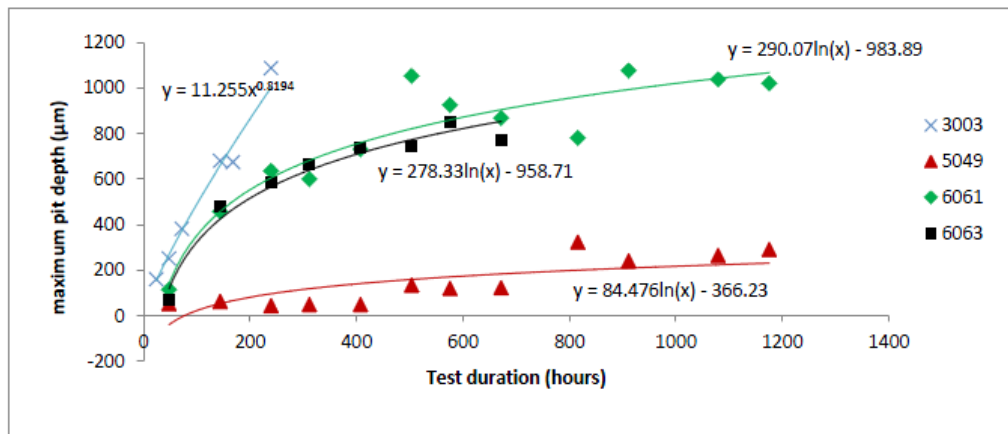


Figure 1.19 : Évolution temporelle de la profondeur maximale des piques et du meilleur ajustement aux données des alliages 3003, 5049, 6061 et 6063.

Alliages corroyés 6xxx : Les alliages corroyés traités thermiquement de la série 6xxx ont une résistance modérément élevée et une très bonne résistance à la corrosion. La phase Mg_2Si , qui est la base du durcissement par précipitation, est unique en ce qu'elle est un composé ionique et non seulement anodique à l'aluminium, mais également réactive dans les solutions acides. Étant donné que ces alliages sont normalement utilisés à l'état traité thermiquement, les principaux éléments d'alliage (magnésium et silicium) ou les éléments supplémentaires (chrome, manganèse ou zirconium) qui sont ajoutés pour contrôler la structure des grains n'entraînent aucun effet néfaste. Les ajouts de cuivre, qui augmentent la résistance de beaucoup de ces alliages, sont limités à de petites quantités pour minimiser les effets sur la résistance à la corrosion [7]. Lorsque le niveau de cuivre est supérieur à 0,5%, une certaine corrosion intergranulaire peut apparaître dans certains des états (T4 et T6), mais cela n'entraîne pas de sensibilité à l'exfoliation ou au SCC [113]. Lorsque les teneurs en magnésium et en silicium dans un alliage 6xxx équilibré sont proportionnelles à la formation de seulement Mg_2Si , la corrosion par pénétration intergranulaire est minime dans la plupart des environnements commerciaux. Cependant, si l'alliage contient du silicium au-delà de celui nécessaire pour former Mg_2Si , ou s'il contient un niveau élevé d'impuretés cathodiques, la sensibilité à la corrosion intergranulaire augmente [114].

Alliages corroyés 7xxx et alliages coulés 7xx.x : à cause de leur teneur en zinc, ces alliages sont anodiques à l'aluminium corroyé de la série 1xxx et à d'autres alliages d'aluminium [7]. Ils font partie des alliages d'aluminium les plus sensibles à la corrosion sous contrainte (CSC). La section I.3.8 traite en détail la fissuration par corrosion sous contrainte des alliages

d'aluminium. La résistance à la corrosion générale des alliages corroyés de la série 7xxx sans cuivre est bonne, proche de celle des alliages forgés 3xxx, 5xxx et 6xxx.

I.5. Fissuration par fatigue

Après une étude bibliographique sur l'aluminium et ses alliages et sur les diverses formes de corrosion, nous passerons dans cette partie à la fissuration par fatigue. Nous décrivons donc, les mécanismes de fissuration et les différents modes de propagation de fissuration de fatigue afin de révéler la dégradation d'un matériau sous l'action d'un chargement cyclique et d'un milieu corrosif.

I.5.1. Mécanisme de fissuration par fatigue

L'endommagement par fatigue est un phénomène connu depuis le 19^{ème} siècle. Observé pour la première fois en 1829 par W. A. J. Albert sur des ruptures de convoyeurs de charbons, l'endommagement est décrit comme un «phénomène mystérieux» pouvant se produire sans signes avant-coureurs. Les recherches sur la fatigue des matériaux métalliques ont eu un intérêt croissant et partagé pour les industriels et les chercheurs.

Le terme de fatigue peut être défini comme un changement progressif, localisé et permanent du matériau métallique dont il est soumis à des contraintes répétées ou des contraintes variables inférieures à la limite d'élasticité du matériau d'intérêt. Ces contraintes et tensions fluctuantes finissent par provoquer une fissuration ou une défaillance du composant [115]. La plupart des composants d'ingénierie ont des contraintes fluctuantes et des déformations inférieures à la limite d'élasticité du matériau. Malgré la faible valeur des contraintes cycliques agissant, la défaillance du composant en raison de l'accumulation des dommages est inévitable.

Il ne fait aucun doute que la défaillance due à la fatigue joue un rôle important dans la conception de tous les composants. Cependant, il est critique dans la conception d'un composant de prendre en compte les processus de nucléation plutôt que la fatigue qui peut provoquer la nucléation et la propagation des fissures sous un chargement cyclique pendant la durée de vie du composant. Un exemple reconnu d'une rupture par couplage milieu/sollicitation mécanique est l'accident de l'Aloha Airlines en 1988 (figure I.20), pour lequel la rupture fut attribuée à la propagation et à la coalescence de multiples sites endommagés à partir des rivets. La partie supérieure de l'avion s'est littéralement déchirée entre les zones endommagées.



Figure I.20 : Accident de l'Aloha Airlines le 28 avril 1988, sur un Boeing 737 assurant des vols régionaux entre Hilo et Honolulu, après 19 ans de service. [116].

Les ruptures de fatigue commencent avec la formation de micro fissures puis coalescence de microfissures ensuite la propagation de fissures qui se terminent par des fractures après un nombre suffisant de fluctuations. L'endommagement par fatigue est causé par l'action de la contrainte cyclique, de la déformation plastique et de la contrainte de traction en même temps. Si l'un d'entre eux n'existe pas, une fissure de fatigue ne se déclenche pas et ne se propagera pas. Les contraintes de compression n'entraînent pas la fatigue, mais les charges de compression peuvent entraîner des contraintes de traction locales. Des souches plastiques microscopiques peuvent également exister aux faibles niveaux de contrainte où la déformation peut apparaître élastique [117].

On sait aujourd'hui que l'endommagement par fatigue peut se découpler en trois étapes bien distinctes :

Une phase d'amorçage qui correspond à l'initiation des premières micro-fissures au sein du matériau et à leur croissance difficilement prédictible dans le volume du matériau ;

Une phase de propagation où les micro-fissures amorcées dans le matériau vont croître de façon stable au fur et à mesure des cycles et en fonction de la charge imposée ;

Une phase de rupture dans laquelle la ou les fissures ont atteint une taille instable et provoquent la rupture de la pièce.

Une description détaillée des différentes phases sera donnée plus loin mais il faut souligner qu'historiquement, c'est la phase de propagation qui a été étudiée en premier lieu. Au début des années 60, la description de la propagation des fissures de fatigue fait déjà appel à des mécanismes microscopiques comme la plasticité en fond de fissure. Fondé sur une description analytique de l'état de contrainte en pointe de fissure, le facteur d'intensité de

contrainte K s'impose vite comme un paramètre déterminant pour la prédiction de la durée de vie en fatigue.

La désormais célèbre loi expérimentale de Paris, permet de calculer la vitesse de propagation d'une fissure connaissant le facteur d'intensité de contrainte K en avant de sa pointe. La voie est alors ouverte pour la théorie de la Mécanique Élastique Linéaire de la rupture (MELR) qui se base sur le calcul du facteur d'intensité de contrainte. Celle-ci facilite le dimensionnement et permet la prédiction de la durée de vie, si bien que la loi de Paris devient quasiment universelle et incontournable, tout étant fait pour étendre son champ d'application (modifications pour prendre en compte la plasticité, la fermeture, et même l'effet fissures courtes). S'il est indéniable que cette méthode donne d'excellents résultats sur la propagation de fissures d'une certaine taille, il peut en être tout autrement pour des fissures plus courtes comme observé par Pearson dès 1975 [118].

La description de la durée de vie en fatigue en trois parties permet de ne décrire dans la phase de propagation que la partie linéaire. Toute la dispersion est alors concentrée dans la phase d'amorçage et de propagation d'une micro-fissure, responsable de la dispersion des essais de fatigue.

Nous verrons au cours de ce travail que cette tendance s'est infléchie au cours des vingt dernières années pour essayer de séparer la phase d'amorçage proprement dite (avec sa propre dispersion) de celle de propagation de la ou des fissures courtes, phase qui semble particulièrement influencée par la microstructure. Cette tendance est rendue nécessaire par un besoin de mieux décrire les phénomènes microscopiques impliqués dans la propagation des fissures courtes, pouvant tendre à une grande amélioration des prédictions de durée de vies finales. La pertinence du facteur d'intensité de contrainte sera largement discutée au cours de ce travail mais son caractère universel sera souvent utilisé pour représenter les résultats des essais.

I.5.2. Amorçage des fissures de fatigue

L'amorçage dans les matériaux métalliques cristallins peut essentiellement naître de trois sources différentes :

- ✓ Le glissement cyclique irréversible ;
- ✓ L'amorçage à partir de micro-hétérogénéités de la microstructure ;
- ✓ L'amorçage à fond d'entaille.

Une brève description de chaque point est donnée dans ce qui suit.

L'amorçage par glissement cyclique

L'application d'une contrainte mécanique lors du chargement de fatigue entraîne le mouvement des dislocations sur les plans de glissement cristallographiques au sein des différents grains du matériau sous l'effet de la contrainte de cisaillement cyclique¹. Tant que ce glissement reste réversible, le comportement local du matériau reste élastique. Dans le cas particulier d'un grain débouchant à la surface, si le vecteur de Burgers du système actif pointe vers la surface, le glissement des dislocations dans ce grain va provoquer l'apparition de marches à la surface par le mécanisme de création d'une paire intrusion/extrusion (voir figure I.21). Ces marches sont connues sous le nom de bandes de glissement persistantes et constituent des microfissures potentielles ; on parle alors de glissement irréversible. Une démarche expérimentale pour caractériser ce phénomène est possible en mesurant l'évolution de la hauteur de bandes de glissement grâce à un microscope à force atomique (voir les travaux de Nakai [119], Polák [120] et Kachit [121]).

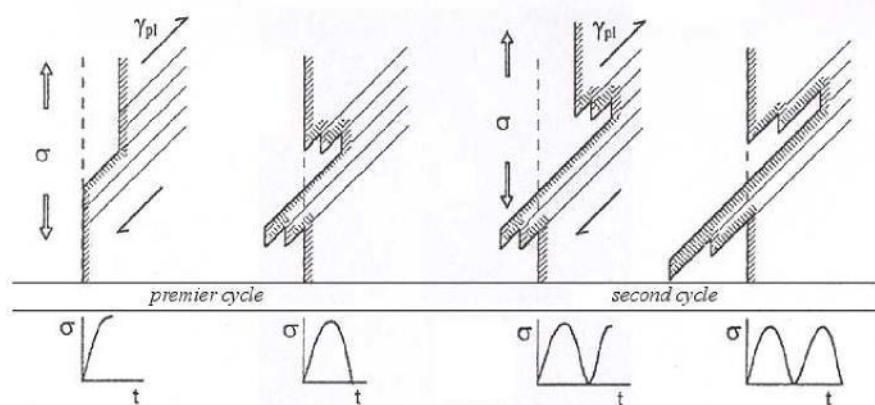


Figure I.21 : Illustration de l'irréversibilité de glissement : formation d'une paire intrusion/extrusion à la surface d'un matériau sollicité en fatigue [122].

L'amorçage à partir de micro-hétérogénéités de la microstructure

Les matériaux métalliques industriels sont généralement des alliages de composition complexe avec un grand nombre d'éléments d'addition. Ces matériaux sont micro-hétérogènes car ils contiennent des particules intermétalliques (ségrégation des éléments d'addition), des joints de grains, des porosités qui créent localement une incompatibilité de déformation et/ou une concentration de contrainte. Une microfissure peut alors s'amorcer par accumulation de

¹ i.e. contrainte résolue par le facteur de Schmid

dislocation sur le défaut, si la cristallographie locale y est favorable ; le cas d'un amorçage sur un pore est présenté comme exemple sur la figure I.22. La rupture des particules de seconde phase est également souvent observée du fait d'une incompatibilité de déformation avec la matrice. Cette micro rupture peut ensuite se propager par accumulation de dislocation si les grains avoisinants sont bien orientés.

La localisation de l'amorçage sur les différents sites possibles dépend de la contrainte appliquée comme le montre le tableau I.5. Pour les alliages d'aluminium, en absence de tout effet de concentration de contrainte par une entaille (voir paragraphe suivant), l'amorçage à basse contrainte se produit principalement sur les phases intermétalliques ; sous une forte contrainte par contre, l'amorçage par glissement cyclique ou décohésion de joints de grains devient possible.

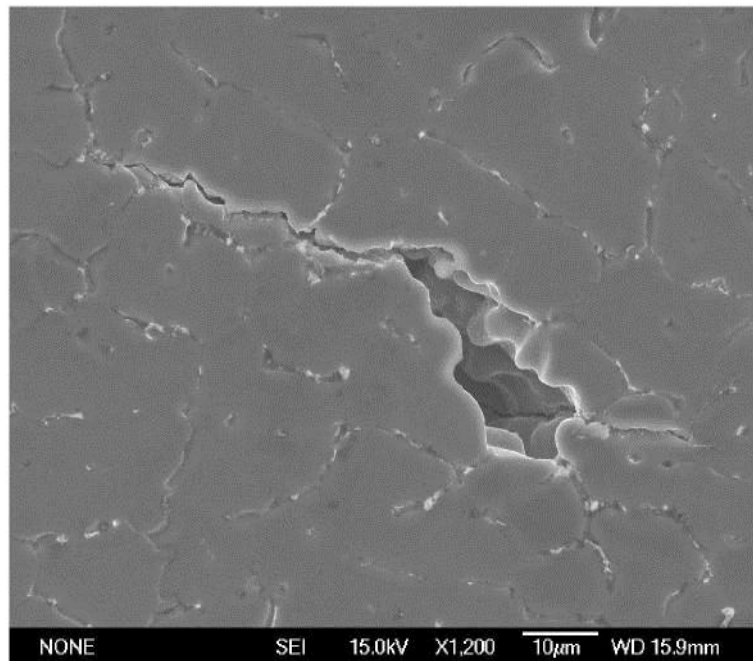


Figure I.22 : Amorçage d'une fissure de fatigue sur un pore dans un alliage d'aluminium [123].

L'amorçage à fond d'entaille

Dans une structure réelle, les coins, congés ou trous ne peuvent généralement pas être évités. Le fait que ces particularités géométriques soient des sites préférentiels d'amorçage des fissures de fatigue est connu sous le nom d'effet d'entaille. Celui-ci est dû à la concentration de

contrainte qu'ils génèrent à leur voisinage. On définit le facteur de concentration de contrainte K_t (théorique²) comme le rapport entre la contrainte pic σ_{pic} et la contrainte nominale σ_{nom} :

$$K_t = \frac{\sigma_{pic}}{\sigma_{nom}} \quad (I.19)$$

Tableau I.5 : Répartition des sites d'amorçage de fissures de fatigue dans un alliage aluminium-cuivre 2024 [124].

Amp.de contrainte (MPa)	Nombre de cycles à rupture	% de fissures initiées dans la matrice	% de fissures initiées dans les joints de grains	% de fissures initiées dans les inter- métalliques
320	771	17,1	19,3	61,4
308	802	9,1	9,1	79,8
294	2460	5,7	3,8	79,9
272	1310	8,6	2,9	87,5
241	3970	9,1	0	90,9
200	1500	7,7	0	92,3
180	3550	0	0	100

avec :

$$\sigma_{nom} = S X \frac{W}{W-D} \quad (I.20)$$

K_t est un facteur adimensionné mais peut quand même dépendre des dimensions de la pièce du fait du gradient de contrainte en bord d'entaille, connu pour être inversement proportionnel au rayon d'entaille. Ainsi pour une éprouvette parallépipédique trouée, Heywood donne la relation suivante pour le facteur de concentration de contrainte [125] :

$$K_t = 2 + \left(1 - \frac{D}{W}\right)^3 \quad (I.21)$$

L'effet d'entaille est donc primordial pour l'amorçage, et doit absolument être bien maîtrisé lors de la conception. Malgré cela il arrive fréquemment qu'une fissure puisse s'amorcer du fait d'une concentration de contrainte particulière mais qu'elle s'arrête ensuite [126], du fait d'une décroissance rapide de la contrainte à l'intérieur du matériau. Ceci montre que l'approche basée seulement sur l'effet d'entaille est insuffisant pour prédire la tenue complète d'une pièce en fatigue.

² K_t est souvent désigné par abus de langage comme théorique mais cette dénomination vient du fait de l'hypothèse d'un comportement élastique du matériau pour l'évaluation de σ_{pic}

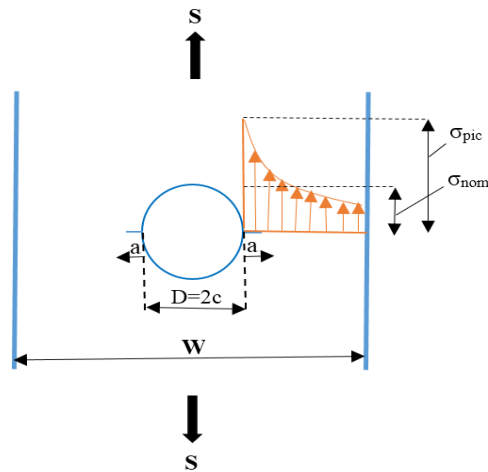


Figure I.23 : Schéma d'une éprouvette entaillée par un trou central. Le trou introduit une forte concentration de contrainte, fonction principalement des dimensions D et W .

I.5.3. Propagation des fissures de fatigue

Après avoir atteint une certaine taille critique, dont la signification physique sera discutée plus loin, la propagation d'une fissure peut être décrite par la MELR. Cette description s'appuie sur une solution analytique des contraintes au voisinage de la pointe de fissure et l'introduction du facteur d'intensité de contrainte K ; nous en rappelons très brièvement les concepts essentiels dans ce qui suit.

I.5.3.1. Définition des modes de fissuration

La direction macroscopique de propagation d'une fissure est généralement perpendiculaire à la contrainte qui contribue à l'ouverture de la fissure. Cette configuration est appelée mode d'ouverture (mode I). Deux autres modes de propagation existent (figure I.24) : le mode de cisaillement plan (mode II) et le mode de cisaillement anti-plan (mode III).

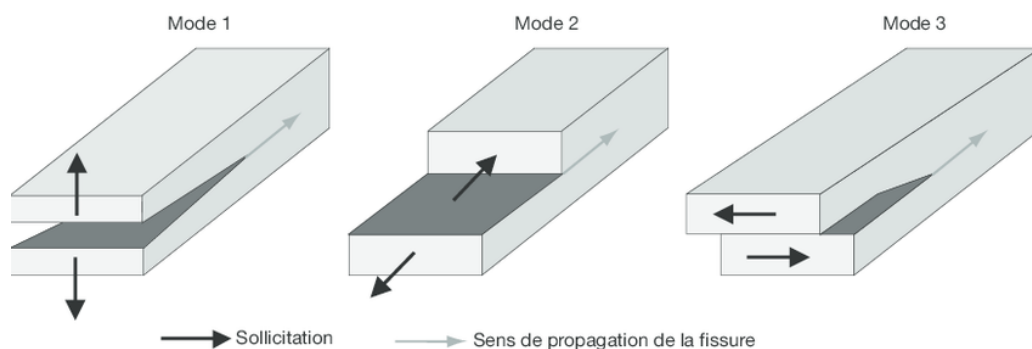


Figure I.24 : Les trois modes de fissuration.

I.5.3.2. Définition du Facteur d'Intensité de Contraintes

Le facteur d'intensité de contrainte a été introduit par Irwin [127]. La figure I.25 présente une fissure placée dans une plaque infinie soumise à une charge S .

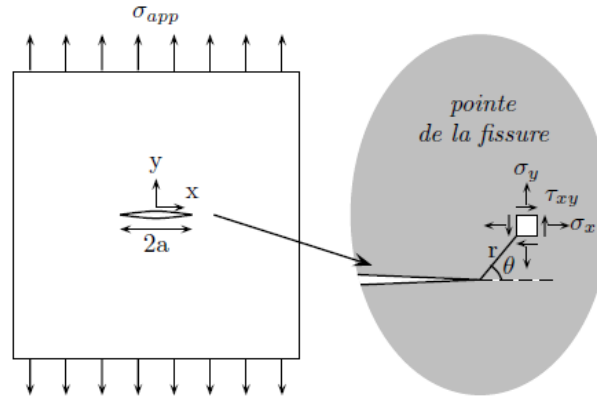


Figure I.25 : Fissure en mode I dans une plaque infinie, définition du système de coordonnées en front de fissure.

Pour une telle fissure, on peut calculer un développement asymptotique du champ de contrainte en un point situé à une distance r de la pointe de la fissure ($r \ll a$). On obtient pour le mode I :

$$\sigma_x = \frac{S\sqrt{\pi a}}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} \left(1 - \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2}\right) \quad (\text{I.22})$$

$$\sigma_y = \frac{S\sqrt{\pi a}}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} \left(1 + \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2}\right) \quad (\text{I.23})$$

$$\tau_{xy} = \frac{S\sqrt{\pi a}}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} \sin \frac{\theta}{2} \cos \frac{3\theta}{2} \quad (\text{I.24})$$

Le point remarquable de cette solution est que le terme $S\sqrt{\pi a}$ apparaît dans toutes les composantes du tenseur des contraintes. La distribution des contraintes et des déformations en pointe de fissure (i.e. $r \ll a$) est donc indépendante de la géométrie de la fissure et de la charge appliquée ; seule l'intensité du champ y est directement liée. On réécrit l'équation (I.22) sous la forme :

$$\sigma_{i,j} = \frac{K}{\sqrt{2\pi r}} X f_{i,j}(\theta) \quad (\text{I.25})$$

où K représente le facteur d'intensité de contrainte du mode considéré :

$$K = S\sqrt{\pi a} \quad (\text{I.26})$$

I.5.3.3. La loi de paris

Les observations classiques de suivi de la vitesse de fissuration lors d'essais de fatigue sont résumées sur la figure I.26. Il existe 3 domaines distincts en termes de vitesse de propagation, qui sont liés aux trois étapes de l'endommagement par fatigue précédemment cités :

- ✓ un régime qui fait apparaître un seuil de propagation ΔK_s , en deçà duquel les fissures s'arrêtent (essais à ΔK décroissant) ;
- ✓ un régime où la vitesse de propagation présente une évolution linéaire (en échelles logarithmiques) avec le ΔK :

$$da/dN = C \times \Delta K^m \quad (I.27)$$

- ✓ un régime de propagation instable où K_{max} atteint la ténacité du matériau K_C .

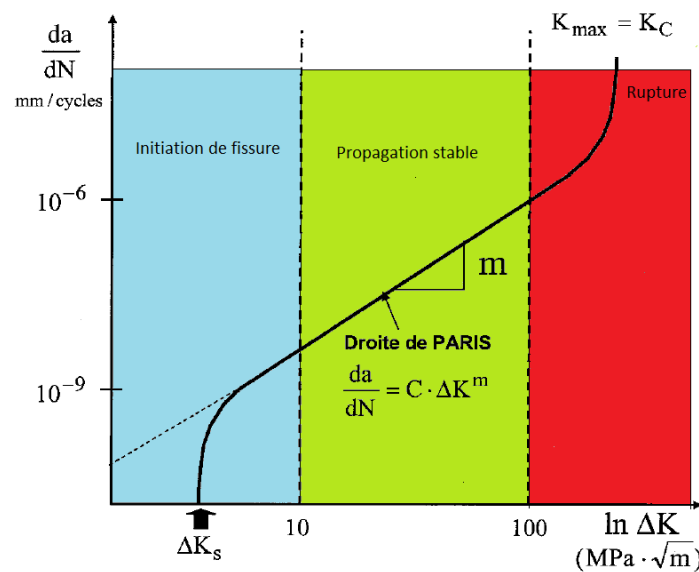


Figure I.26 : Représentation schématique de la vitesse de propagation des fissures de fatigue en fonction du facteur d'intensité de contrainte, faisant apparaître trois domaines ; la loi de Paris correspond au domaine central.

La dépendance linéaire entre la vitesse de fissuration et le ΔK (en échelles logarithmiques) est connue sous le nom de loi de Paris, d'après P. C. Paris qui fut le premier à établir son existence [128]. Notons ici que c'est une loi empirique basée sur une démarche expérimentale et vérifiée dans de nombreux matériaux. De part sa nature, cette loi a permis d'améliorer grandement le dimensionnement en fatigue ; il ne s'agit plus seulement d'imposer à la pièce de ne pas amorcer de fissure, mais de tenir compte de la durée de propagation stable, qui peut parfois être très importante. On parle alors d'une approche de tolérance au dommage. Sous cette loi se cache un principe très important pour l'étude des fissures : le principe de similitude. Autrement dit, pour deux éprouvettes fissurées, de dimensions différentes et

soumises à des charges différentes telles que leur facteur d'intensité de contrainte soit identique, la vitesse de fissuration sera identique dans les deux cas. Cependant les prédictions de la loi de Paris ont leurs limites comme nous le verrons dans la suite.

I.5.3.4. L'effet des concentrations de contraintes

Comme indiqué dans le paragraphe I.5.2, des fissures de fatigue peuvent s'amorcer préférentiellement en fond d'entaille. Frost a été le premier qu'à observer l'arrêt de fissures amorcées en fond d'entaille [124]. Largement confirmé depuis, ce phénomène s'explique par la diminution rapide de l'effet de concentration de contrainte dans le voisinage de l'entaille. La capacité de la fissure à se propager dépend alors de la contrainte moyenne comme indiqué sur la figure I.27. Frost trace la limite de fatigue en fonction du facteur de concentration de contrainte et montre que ce phénomène est obtenu pour des entailles sévères. Il est intéressant de traduire ces observations dans un diagramme $da/dN - \Delta K$ où on place les deux cas de propagation/arrêt en liaison avec la valeur de la contrainte moyenne. On verra dans la suite que l'amorçage et la propagation de fissures de fretting peut faire appel à de telles notions ; on évoquera aussi des causes possibles pour l'arrêt des fissures.

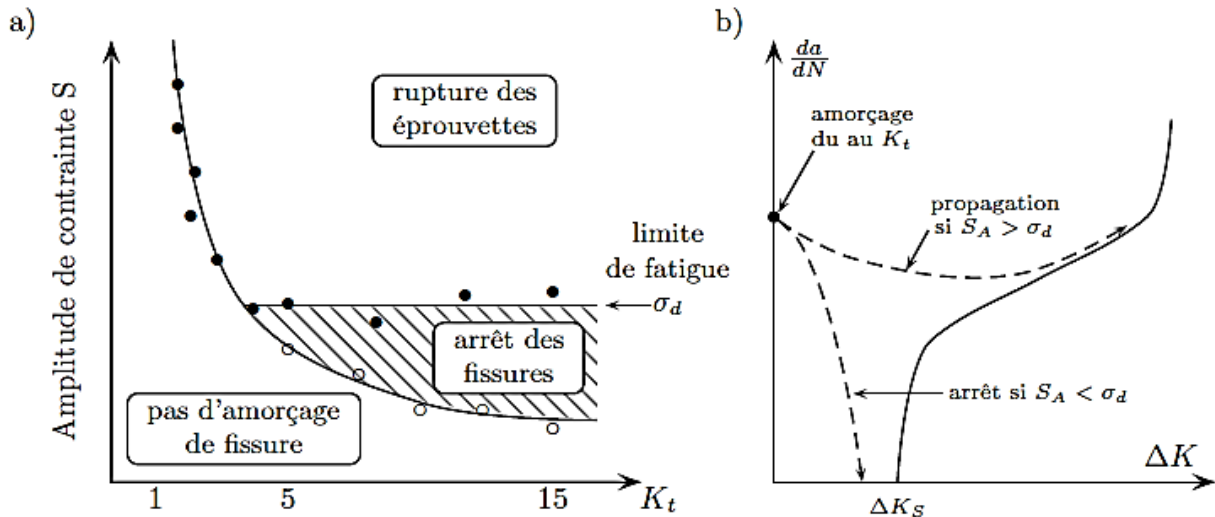


Figure I.27 : Effet des concentrations de contraintes : a) Observation de Frost de l'arrêt de fissures amorcées par une forte concentration de contrainte (après [115]), b) Traduction dans un diagramme da/dN en fonction de ΔK .

I.6. Conclusion et position de la problématique

A la lumière de la revue bibliographique, il ressort quelques-uns des concepts basiques de la métallurgie et de la corrosion des alliages d'aluminium. La multiplicité des paramètres métallurgiques de ces alliages et leur interdépendance avec les phénomènes de corrosion soulignent la complexité des phénomènes.

La littérature est riche de travaux décrivant d'une part, la microstructure des alliages 2024, 7075, 6082 et 5083, et d'autre part, ses comportements en corrosion. Ce chapitre a mis en évidence l'importance de la couche d'oxyde d'alumine dans la tenue à la corrosion des alliages d'aluminium. Toutefois, les phénomènes d'interaction entre les divers paramètres rendent délicates l'étude du mécanisme de corrosion et la détermination de l'influence de chacun de ces paramètres. Cependant, les travaux sont moins abondants de l'étude de la fatigue-corrosion de ses alliages peut-être au fait qu'il est un phénomène plus récent. Les mécanismes de corrosion intergranulaire, de corrosion feuilletante ou de corrosion par piqûres sont largement décrits. Plusieurs points restent à éclaircir et notamment l'étude de l'influence du couplage matériaux/milieux sur le comportement en fatigue des alliages d'aluminium qui permettraient non seulement d'obtenir une compréhension du rôle des précipités dans la sensibilité à la fatigue-corrosion, mais aussi de comprendre les effets de la combinaison matériaux/milieux/sollicitations extérieurs.

Chapitre II

Techniques expérimentales et matériaux

II.1.	Introduction	52
II.2.	Matériaux de l'étude	52
II.3.	Caractérisation microstructurale	53
II.3.1.	Microscopie optique	53
II.3.2.	Microscopie électronique à balayage	54
II.3.3.	Spectroscopie par diffraction des rayons X	56
II.4.	Caractérisation mécanique	58
II.4.1.	Essais de traction	58
II.4.2.	Essai de microdureté	59
II.4.3.	Essai de fatigue	60
II.4.3.1.	Suivi de la fissure	62
II.4.3.2.	Méthode de calcul de la vitesse de fissuration	62
II.5.	Conditions expérimentales des essais de corrosion	63
II.5.1.	Milieus d'étude	64
II.5.1.1.	Le milieu EX-CO	64
II.5.1.1.1	Résumé de la méthode d'essai	64
II.5.1.1.2	Procédure de l'essai	65
II.5.1.2.	Le milieu IGC	67
II.5.1.2.1	Procédure de l'essai	67
II.5.1.2.2	Mise en solution	68
II.6.	Conclusion	69

II.1. Introduction

La problématique à l'origine de cette étude et la recherche bibliographique présentée dans le premier chapitre ont permis de mettre en évidence un besoin de compréhension avéré de l'influence des conditions d'exposition à un milieu corrosif sur le développement de la corrosion dans les alliages d'aluminium. Le premier objectif a, par conséquent, été d'estimer l'étendue de l'endommagement par corrosion dans de telles conditions et d'évaluer l'abattement des propriétés mécaniques qui en résulte. Pour étudier le comportement de la corrosion exfoliante EX-CO et la corrosion intergranulaire IGC et caractériser l'effet des éléments d'alliage et de la microstructure sur le comportement à la corrosion, nous avons effectué des tests de corrosion selon la norme ASTM avec l'immersion totale des échantillons et des éprouvettes de plusieurs nuances d'alliages d'aluminium dans un milieu corrosif. Les paragraphes suivants décrivent les essais de corrosion mis en place et répertorient les différentes techniques utilisées lors de cette étude. Les principales techniques utilisées dans cette étude sont le microscope optique (MO), microscope électronique à balayage (MEB) couplé à un spectroscope d'énergie dispersive (EDS) et la diffraction des rayons X (DRX).

Nous présenterons au départ les matériaux étudiés avec leurs compositions chimiques, ensuite les procédures et les moyens expérimentaux utilisés pour la caractérisation microstructurales et mécaniques de ces matériaux à l'état sains et corrodés. Par la suite, les différentes géométries d'échantillons et d'éprouvettes exploités dans cette étude seront présentées. A la fin de ce chapitre, la mise en œuvre des essais électrochimiques et leurs conditions pour les tests de corrosion accélérer selon les normes ASTM seront détaillés.

II.2. Matériaux de l'étude

Quatre nuances d'alliages d'aluminium font l'objet de cette étude, les alliages 2024-T3, 7075-T6 et 6082-T6 qui appartient au second groupe représentant les alliages subissant un traitement thermique ou un durcissement structural. Ainsi que l'alliage 5083-H111 qu'appartient au premier groupe des alliages de durcissement par écrouissage. La microstructure des alliages a été étudiée à l'aide d'un MO, MEB et DRX.

Une analyse EDS a été faite sur les différentes nuances d'alliages d'aluminium afin de trouver leurs compositions chimiques. Le tableau suivant englobe la composition chimique de ces alliages.

Tableau II.1 : Compositions chimiques des alliages d'aluminium étudiés en % massique.

	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	AL
2024 T3	0,5	0,54	4,9	0,9	1,8	0,1	0,25	BASE
7075 T6	0.51	0.23	1.65	0.29	2.71	0.31	4.48	BASE
6082 T6	0,7	0,5	0,1	0,4	0,6	0,25	-	BASE
5083 H111	0,4	0,4	0,1	0,4	4,0	-	0,15	BASE

II.3. Caractérisation microstructurale

II.3.1. Microscopie optique

Le microscope optique illustré dans la figure II.1 a été utilisée pour : d'une part déterminer la structure et la texture granulaire des matériaux étudiés, et d'autre part caractériser l'état de dégradation des échantillons après les différents tests de corrosion. Les observations ont été réalisées en deux différents laboratoires, le laboratoire des Matériaux et Systèmes Réactifs LMSR à l'aide d'un microscope de marque OPTIKA B-350 et le laboratoire de Génie civil et Mécanique GeM de l'Université de Nantes et Centrale Nantes.



Figure II.1 : Microscope optique Optika B-350.

II.3.2. Microscopie électronique à balayage

Le MEB est utilisé afin d'observer plus finement l'état de surface des matériaux et rendre compte des différents précipités présents dans les divers matériaux d'une part et pour examiner l'état de la microstructure après l'attaque de corrosion d'autre part. Aussi une analyse fractographique des éprouvettes fissurées a été également faite pour savoir le comportement de la fissure au cours du chargement cyclique.

Le principe de l'imagerie MEB consiste à composer une image de surface à partir des électrons secondaires éjectés du matériau sous l'effet du faisceau primaire. L'énergie de ces électrons dépend directement de l'énergie des électrons primaires et du numéro atomique de l'élément qui interagit avec le faisceau primaire. Le principe de fonctionnement du MEB est illustré dans la figure II.2.

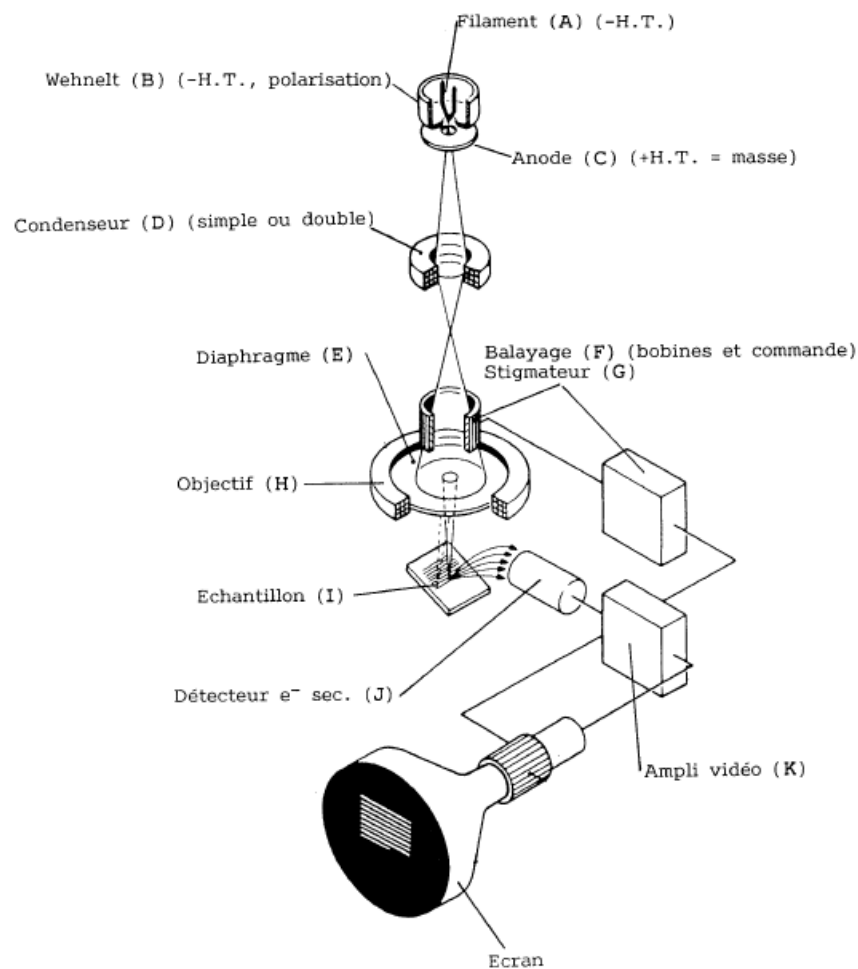


Figure II.2 : Vue schématique du fonctionnement du MEB [129].

Les observations au MEB ont été effectuées à l'aide de deux appareils : Le premier se situe au niveau du Centre de Recherche Scientifique et Technique en Analyses Physico-Chimiques (CRAPC) –Alger-, de type Qunata 250 à filament de tungstène équipé de système analytique du spectre du rayonnement X qui permet la microanalyse des rayons X (spectroscopie des rayons X à dispersion d'énergie) EDS, ce qui nous permet, de faire des analyses chimiques quantitative à la surface du matériau sains. Ces analyses sont effectuées à partir de l'énergie des photons émis par excitation du matériau par le faisceau d'électrons (Micro-analyse EDS). Le deuxième est au niveau du laboratoire de génie civil et mécanique GeM – Université de Nantes–France-, de type ZEISS EVO 40 sur la figure II.3, en plus des caractéristiques présentes dans le premier appareil, ce dernier est équipé d'un système d'analyse de cartographie par diffraction électronique de rétrodiffusion EBSD. Ce dernier appareil est utilisé pour observer la dégradation des surfaces des échantillons corrodés, ainsi que tous les faciès de rupture de fatigue pour les éprouvettes sains et pré-corrodé. Aussi une analyse semi-quantitative a été faite sur les échantillons corrodés afin de déterminer le dépôt de corrosion, et cela pour savoir la nature ou bien le type de corrosion présent. Les deux appareils possèdent deux types de détecteur pour l'imagerie. Un détecteur à électrons secondaires permet d'observer la topographie de surface et un détecteur à électrons rétrodiffusés permet d'obtenir une image en contraste chimique.



Figure II.3 : Microscopie électronique à balayage ZEISS EVO 40.

II.3.3. Spectroscopie par diffraction des rayons X

La structure des alliages d'aluminium, la composition chimique ainsi que l'analyse de phase ont été déterminées par diffraction des rayons X. Les mesures de DRX ont été effectuées avec un diffractomètre à rayons X Seifert Calypso (figure II.4). Il permet quatre mouvements de rotation différents : une rotation de 2θ de 0° à 170° , une rotation en ω , une rotation en γ de -90° à 90° et une rotation en ϕ de 0° à 360° . Il est équipé d'une caméra permettant un positionnement aisé des échantillons, d'un collimateur circulaire (\varnothing variant de 0,5 à 3 mm et réglable horizontalement et verticalement) pour limiter la divergence du faisceau de rayons X et choisir les dimensions de la surface irradiée, d'un filtre positionné devant le détecteur (de vanadium pour une anticathode de chrome et de nickel dans le cas d'une anticathode de cuivre) et enfin d'un détecteur ponctuel.



Figure II.4 : Diffractomètre des rayons X de type Seifert XRD 3003 PTS.

Technique de la méthode

La méthode générale de la technique consiste à bombarder l'échantillon avec des rayons X, et à regarder l'intensité de rayons X qui est diffusée selon l'orientation dans l'espace. Les rayons X diffusés interfèrent entre eux. Si les atomes sont ordonnés, c'est-à-dire placés à des intervalles réguliers (ce qui caractérise les cristaux), alors ces interférences vont être soit constructives dans certaines directions (i.e. les ondes s'additionnent), soit destructives dans

d'autres (i.e. les ondes s'annulent). Ces interférences d'ondes diffusées forment le phénomène de diffraction qui est modélisé par la loi de Bragg :

$$2d_{hkl} \sin \theta = \lambda$$

où d_{hkl} désigne la distance inter-réticulaire des plans de la famille (hkl), θ est l'angle d'incidence pris à partir de la surface des plans (hkl) et λ la longueur d'onde des photons diffusés. Lorsqu'une famille de plans (hkl) est en condition de diffraction, les faisceaux de rayons X incident et diffracté se trouvent dans une géométrie de réflexion sur ces plans (Figure II.5).

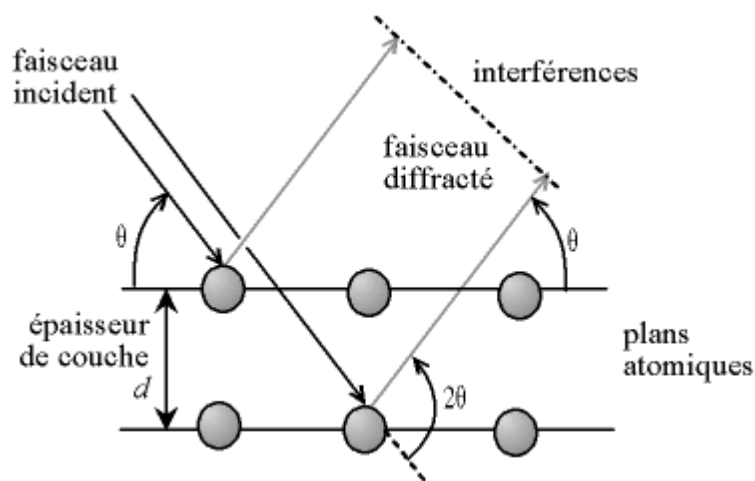


Figure II.5 : Deux plans de la famille des plans hkl représentés en condition de diffraction. La loi de Bragg exprime le fait que la diffraction a lieu quand la différence de marche entre les rayons réfléchis par deux plans consécutifs est égale à λ (condition d'interférences constructives entre les ondes diffusées).

Par la loi de Bragg, on peut alors associer chaque pic à un plan atomique. On sait que ces plans peuvent être désignés par des indices de Miller (hkl). De même on peut associer ces indices (hkl) aux pics de diffraction (figure II.6). On parle d'«indexation des pics».

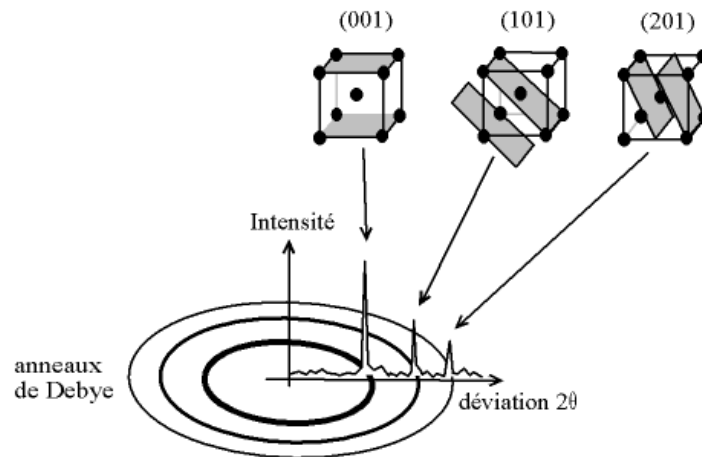


Figure II.6 : Indexation des pics : association d'un pic de diffraction et d'un plan (hkl) .

Chaque cristallite correctement orientée donne un pic de diffraction élémentaire caractérisé par trois paramètres : sa position, son intensité et sa forme. La figure II.7 rappelle les principaux paramètres décrivant un pic de diffraction.

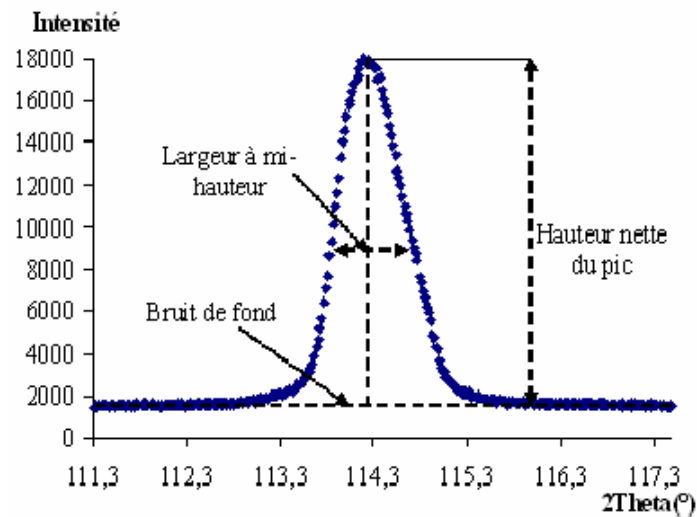


Figure II.7 : Quelques paramètres d'un pic de diffraction.

II.4. Caractérisation mécanique

II.4.1. Essais de traction

L'essai de traction est le moyen qui était employé pour caractériser le comportement mécanique des matériaux étudiés sous une sollicitation progressive à une vitesse de déplacement fixée à 2 mm/min. Des éprouvettes du matériau concerné ont été prélevées, en forme d'haltère conformément à la norme ASTM-E8 00 [130], comportant une partie centrale calibrée à section $S=400 \text{ mm}^2$ et longueur $L=190 \text{ mm}$. Les essais de traction ont été faits, en

température ambiante, sur une machine d'essai servo-hydraulique INSTRON 8516 commandée par ordinateur (figure II.11). La machine impose un allongement croissant à l'éprouvette et enregistre simultanément l'effort appliqué F et l'allongement ΔL . L'essai poursuivi jusqu'à rupture va nous permettre de mesurer l'allongement ultime. La géométrie et une photo des éprouvettes usinées sont représentés dans la figure suivante :

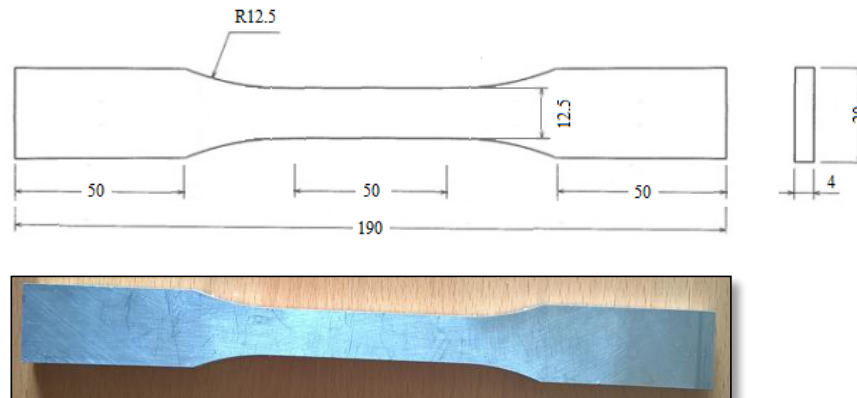


Figure II.8 : Géométrie des éprouvettes de traction.

II.4.2. Essai de microdureté

La microdureté de différentes nuances a été mesurée selon la norme Vickers. Le principe de cet essai est l'action du pénétrateur de type pyramide en diamant, à base carrée et d'angle au sommet entre faces opposées égal à 136° sur le matériau. L'empreinte laissée par cet action est une pyramide en creux de diagonale moyenne d (en mm, moyenne des deux diagonales du carré de base). Une charge de 1000 g a été utilisée pour une durée de 10s et une moyenne de 5 lectures par échantillon. La dureté est donnée par le rapport de la charge à la surface latérale de l'empreinte pyramidale, exprimée sans dimension :

$$HV = 0.102 \frac{2F * \sin(136^\circ / 2)}{d^2} = 0.189 \frac{F}{d^2}$$

Les essais de microdureté ont été effectués sur des coupons de $a=20 \times b=20$ mm (section de la surface = 4 cm²), sur une machine de type SHIMADZU HMV-2000 présenté dans la figure suivante :

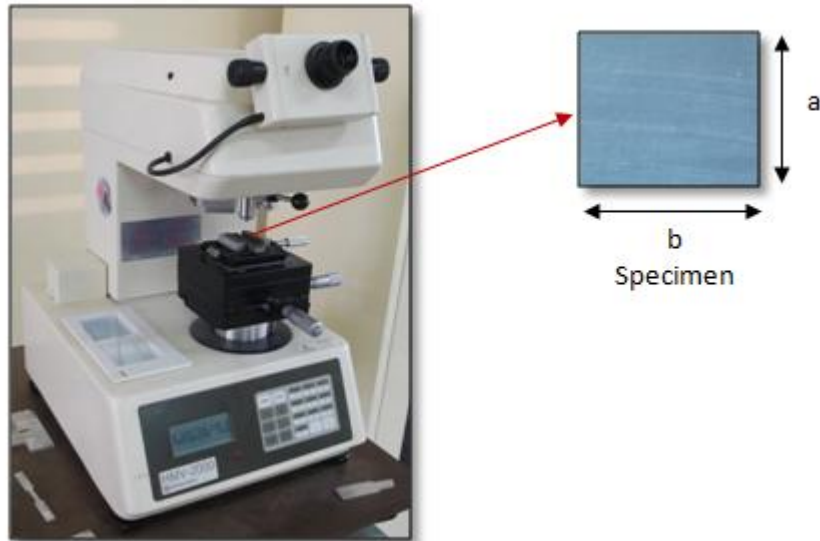


Figure II.9 : Testeur de micro dureté SHIMADZU HMV-2000.

II.4.3. Essai de fatigue

Les essais de fissuration par fatigue sont réalisés au laboratoire LMSR sur une machine INSTRON 8516 d'une capacité de 100 KN en statique et 50 KN en dynamique. Munie de mors mécanique, cette machine permet d'imposer des efforts uni-axiaux à une fréquence maximale de 50 Hz avec un rapport de charge $R = \sigma_{\min}/\sigma_{\max}$ quelconque.

Les éprouvettes ont été prélevées de chaque tôle par découpe laser au niveau de la société CMA-SAMPO. Leurs dimensions conformes à la norme ASTM-E-647 [131] sont reportées sur la figure II.10.

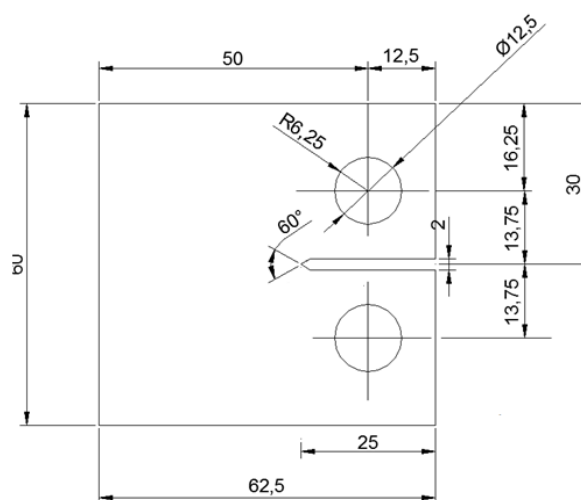


Figure II.10 : Dimensions de l'éprouvettes CT50 utilisé pour les essais de fissuration.

Dans ce travail, tous les essais ont été réalisés à un rapport de charge $R = 0,1$. En se basant sur les courbes de Paris dans le but d'avoir la vitesse de propagation de fissure dans le deuxième stade de la propagation stable. La valeur de la charge maximale de cyclage pour les différentes nuances a été calculée et indiqués ci-dessous :

- AA2024-T3 : $F_{\max} = 4 \text{ KN}$
- AA5083-H111 : $F_{\max} = 2.5 \text{ KN}$
- AA6082-T6 : $F_{\max} = 3 \text{ KN}$
- AA7075-T6 : $F_{\max} = 6.6 \text{ KN}$

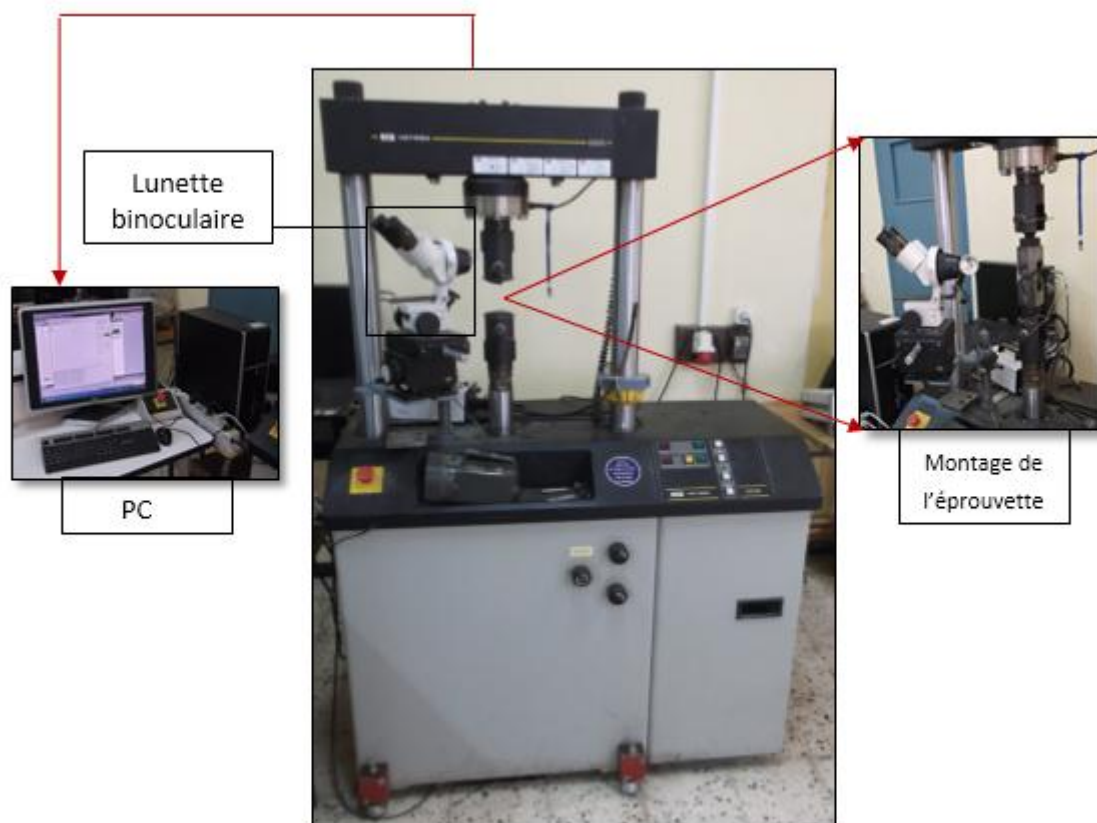


Figure II.11 : *Vue d'ensemble de la machine et du système d'essai de mesure et d'acquisition.*

Fatigue des éprouvettes non corrodés

Les essais de fissuration de fatigue pour les quatre différentes nuances à l'état sain ont été réalisés afin de voir l'influence des différentes microstructures et précipités sur le comportement en fatigue de ces matériaux. Au minimum deux éprouvettes pour chaque nuance ont été consacrées pour vérifier les résultats trouvés.

Les deux faces de chaque éprouvettes CT (Compact Tension) sont polies mécaniquement jusqu'à obtenir un état de surface miroir dont ci-dessous le descriptif suivi au cours du protocole du polissage :

- Polissage avec papier aux carbures de silicium : granulométrie P600, P800, puis P1200 et enfin P2000 (rincage et lubrification à l'eau)

Fatigue des éprouvettes pré-corrodées

Pour les éprouvettes pré-corrodées, nous avons refait les essais de fissuration jusqu'à la rupture pour analyser ensuite les faciès de rupture. Nous notons aussi que plusieurs éprouvettes pour chaque nuance ont été testées à cause de la difficulté de suivi de fissure par la lunette binoculaire. Les éprouvettes corrodées de chaque nuance n'ont pas été polies afin de ne pas affecter les zones susceptibles de propagation de fissure (joint de grain et piquuration).

II.4.3.1. Suivi de la fissure

La mesure de la longueur de fissure a été effectuée à l'aide d'une lunette binoculaire optique grossissante gradué et un stroboscope réglable en fréquence montés sur un dispositif solidaire à la machine (figure II.11).

II.4.3.2. Méthode de calcul de la vitesse de fissuration

Pour traiter les données expérimentales, nous avons mis en œuvre un programme 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. L'équation de la courbe lissée est de la forme :

$$a_i = b_0 + b_1 \left(\frac{N_i - C_1}{C_2} \right) + b_2 \left(\frac{N_i - C_1}{C_2} \right)^2 \quad (9)$$

b_0 , b_1 et b_2 : Paramètres de régression déterminés par la méthode des moindres carrés dans un intervalle de sept points. L'indice « i » pour l'incrément de fissure. Les paramètres C_1 et C_2 sont utilisés pour normaliser les données

$$C_1 = \frac{1}{2} (N_{i-3} + N_{i+3}) \quad (10)$$

$$C_2 = \frac{1}{2} (N_{i+3} - N_{i-3}) \quad (11)$$

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

$$\frac{da}{dN} = \frac{b_1}{C_2} + 2b_2 \left(\frac{N_i - C_1}{C_2^2} \right) \quad (12)$$

II.5. Conditions expérimentales des essais de corrosion

Les propriétés mécaniques des matériaux corrodés sont en général liées aux interactions entre le matériau de travail et le milieu d'étude. La connaissance des caractéristiques de chacun de ces deux protagonistes apparaît donc importante.

Dans le cadre de ces travaux de thèse, des essais de corrosion conventionnels d'immersion ont été mis en place. Deux milieux corrosifs ont été étudiés ; il s'agit premièrement du milieu EX-CO et deuxièmement du milieu IGC dans le but de provoquer deux types de corrosion ; la corrosion feuilletante et la corrosion intergranulaire.

Les essais de corrosion ont été effectués sur trois géométries d'échantillons : des cubes, des éprouvettes de fatigue de type CT et des éprouvettes de traction. Ces dernières ont été utilisées afin de pouvoir évaluer les propriétés mécaniques résiduelles du matériau après essais de corrosion. Les éprouvettes de fatigue ont permis d'un part, d'estimer l'influence de chaque type de corrosion sur le comportement en fatigue des matériaux étudiés, et d'autre part, d'analyser les paramètres qui favorisent la propagation de fissure en analysant les faciès de rupture, alors que l'étude des cubes a eu pour objectif d'étudier plus localement les défauts de corrosion développés. Tous les échantillons testés ont été préalablement polis dans le but d'avoir un état de surface convenable et proche de ce qui existe en industrie. Pour cela, les échantillons sont tout d'abord dégraissés à l'éthanol. Le polissage mécanique se fait selon le protocole indiqué précédemment.

Une fois polis, nettoyés à l'eau désionisée et séchés, les échantillons sont immergés dans les deux solutions agressives en respectant les procédures des essais cités dans le paragraphe (II.5.1). Les deux solutions sont maintenues à la température ambiante du laboratoire $25 \pm 3^\circ\text{C}$.

II.5.1. Milieux d'étude

L'étude d'attaque chimique est basé sur deux différents milieux pour pouvoir provoquer deux types de corrosion : la corrosion intergranulaire pour la nuance 6082-T6, et la corrosion exfoliante pour les nuance 2024-T3, 7075-T6 et 5083-H111.

II.5.1.1. Le milieu EX-CO

La solution EX-CO, abréviation du terme anglais Exfoliation Corrosion c'est à dire la corrosion exfoliante ou feuilletante, utilisé pour le premier test est constitué par :

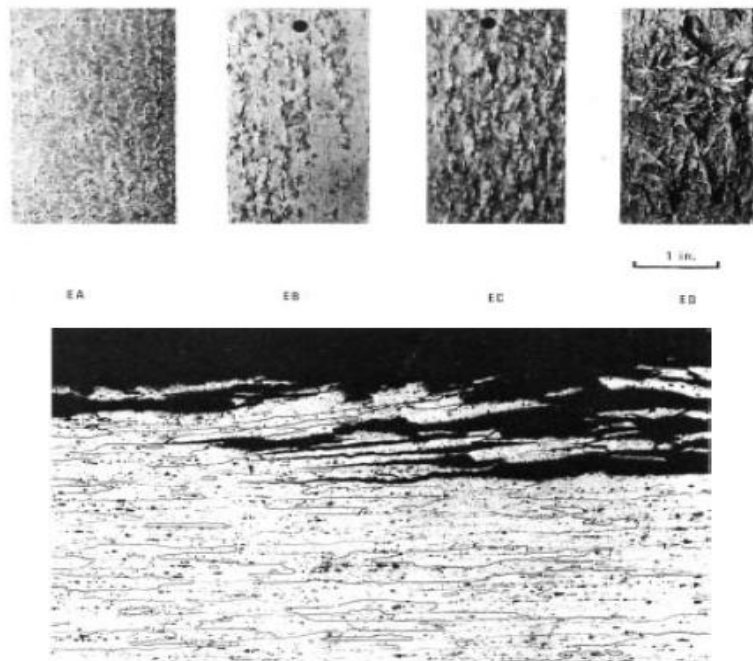
- NaCl 4.0 M
- KNO₃ 0.5 M
- HNO₃ 0.1 M

Pour préparer cette solution il faut dissoudre 234 g de NaCl, 50 g de KNO₃ dans l'eau, et ajouter 6.3 ml de HNO₃ concentré (70% en poids), dilué dans 1 L d'eau distillée. La solution a un pH apparent de 0,4.

II.5.1.1.1 Résumé de la méthode d'essai

Le test accéléré de corrosion par exfoliation pour les alliages d'aluminium 2XXX, 7XXX et 5XXX implique l'immersion continue des matériaux d'essai dans une solution contenant du chlorure de sodium 4 M, du nitrate de potassium 0,5 M et de l'acide nitrique 0,1 M à $25 \pm 3^\circ\text{C}$ ($77 \pm 5^\circ\text{F}$). La susceptibilité à l'exfoliation est déterminée par un examen visuel, avec des notes de performance établies en référence aux photographies standard (figure II.12).

Nous rappelons qu'il existe des codes de classifications qui, par la suite, doivent être utilisés lors de la déclaration de l'inspection visuelle des éprouvettes ou des échantillons corrodés (voir chapitre I).



L'exfoliation résultant d'une attaque latérale rapide de limites sélectives ou de strates formant des coins de produit de corrosion qui forcent des couches de métal vers le haut, ce qui donne naissance à une apparence en couches (Keller's Etch; 1003).

Figure II.12 : Quatre degrés de sévérité de la Corrosion exfoliante [132].

II.5.1.1.2 Procédure de l'essai

Cette méthode d'essai décrit une procédure pour l'essai de corrosion par exfoliation par l'immersion constante dans la solution (EXCO) des alliages d'aluminium des séries 2XXX, 5XXX et 7XXX. Les principales étapes sont comme suit :

- a) Dégraisser les échantillons avec un solvant approprié. Dans notre étude nous avons utilisé :
 - ✓ 945 ml de l'eau distillée.
 - ✓ 50 ml de l'acide nitrique HNO_3 .
 - ✓ 5ml acide fluorhydrique HF.
- b) Utiliser la solution en quantité suffisante pour fournir un rapport entre la surface et le volume de l'échantillon de 10 à 30 ml/cm^2 . Inclure toutes les zones métalliques exposées dans la détermination de la surface totale.
- c) Utiliser une solution fraîche au début de chaque essai. Ne modifiez pas la solution même si le pH augmente pendant le test. Il est normal que le pH augmente par rapport

à la valeur apparente initiale de 0,4 à environ 3 fois plus pendant les premières heures en fonction de la quantité de corrosion qui se produit.

- d) Immerger les spécimens dans la solution en utilisant des tiges ou des supports de matériau inerte pour supporter les spécimens au-dessus du fond du récipient. Placez la surface d'essai vers le haut en position horizontale pour empêcher la perte de métal exfolié de la surface de l'échantillon. Ne plongez pas simultanément dans les mêmes conteneurs des matériaux contenant moins de 0,25% de cuivre avec ceux ayant une plus grande quantité de cuivre.
- e) Les périodes maximales d'exposition suivantes sont recommandées pour tester les types d'alliages indiqués :
- | | |
|---------------|-----|
| ✓ Séries 2XXX | 96H |
| ✓ Séries 5XXX | 72H |
| ✓ Séries 7XXX | 48H |
- f) Nettoyer les éprouvettes exposées, si vous le souhaitez, en rinçant à l'eau et en trempant dans de l'acide nitrique concentré après que les spécimens ont été inspectés et évalués.

II.5.1.1.3 Mise en solution

Le respect de la procédure de l'essai sus citée, l'immersion des éprouvettes et des échantillons dans la solution, est la phase la plus importante de notre étude.

Les périodes des expositions sont les suivantes :

- 5083-H111 70H
- 2024-T3 90H
- 7075 T6 40H

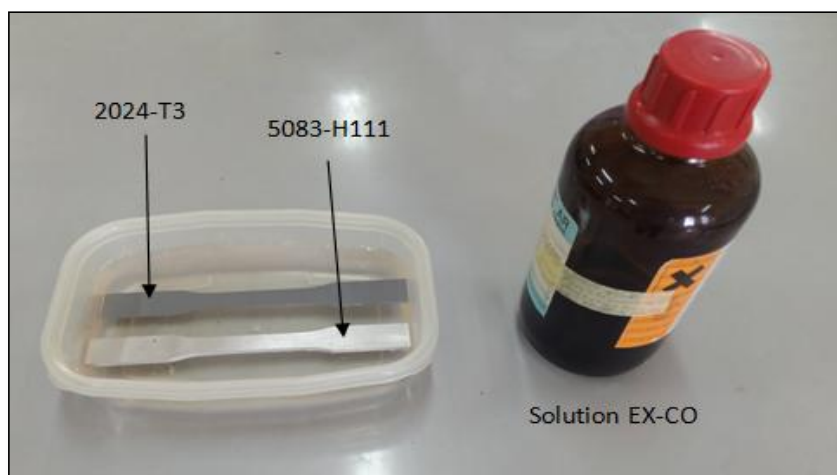


Figure II.13 : Mise des éprouvettes et des échantillons en solution EX-CO.

II.5.1.2. Le milieu IGC

Cette solution qui sert à provoquer la corrosion intergranulaire est utilisée pour le second test, est constituée par :

- 57 g de chlorure de sodium.
- 10 ml peroxyde d'hydrogène.
- L'eau distillée.

La solution d'essai doit être préparée comme suit: 57 grammes de chlorure de sodium + 10 ml de peroxyde d'hydrogène (30% - ajouter juste avant l'initiation de l'exposition) dilué dans 1 L d'eau distillée.

Avant de procéder à l'immersion dans la solution IGC, il faut préparer une autre solution pour décaper et nettoyer les surfaces des échantillons.

La solution de décapage doit être préparée comme suit : à 945 ml d'eau de réactif, ajouter 50 ml d'acide nitrique HNO_3 (70%) + 5 ml d'acide fluorhydrique HF (48%) [133].

II.5.1.2.1 Procédure de l'essai

Cette pratique couvre les procédures pour les tests d'immersion dans la solution de chlorure de sodium + peroxyde d'hydrogène appliquée sur les alliages d'aluminium traités thermiquement (2XXX, 6XXX et 7XXX).

Cette pratique définit les procédures de préparation des spécimens et les conditions environnementales du test et les moyens de les contrôler.

- a) Immerger les éprouvettes, déjà nettoyées et décapées, dans la solution d'essai pendant une période d'au moins 6 h. Des périodes d'exposition plus longues de 24 heures ou plus peuvent être utilisées, en particulier dans le cas des alliages de tempéraments résistants à la corrosion (par exemple, alliages 6XXX), qui est le cas de notre étude. Des périodes d'exposition plus courtes de moins de 6 h peuvent être appropriées pour des feuilles très minces.

- b) Après l'exposition, rincer chaque échantillon avec de l'eau de réactif et laisser sécher.
- c) Examiner chaque échantillon exposé à un grossissement de 10 éléments ou moins pour localiser les zones d'attaque par corrosion.
- d) Examiner la surface polie non décapé avec un métallographe à des grossissements de 100 à 500 fois. S'il y a une incertitude quant à la présence de corrosion intergranulaire, attaquer la surface polie par le réactif Keller pour révéler les joints de grain par immersion dans la solution de décapage métallographique pendant 6 à 20 s, rincer, sécher et réexaminer à 500 fois.

La solution d'attaque métallographique (Réactif **Keller**) doit être préparé comme suit: À 95 ml d'eau de réactif, ajouter 2,5 ml d'acide nitrique HNO_3 (70%) + 1,5 ml d'acide chlorhydrique HCL (37%) + 1,0 ml d'acide fluorhydrique HF (48%).

II.5.1.2.2 Mise en solution

La période d'exposition de l'éprouvette et de l'échantillon dans la solution de 24H est appropriée à cet alliage parce qu'il un tempérament résistant à la corrosion.

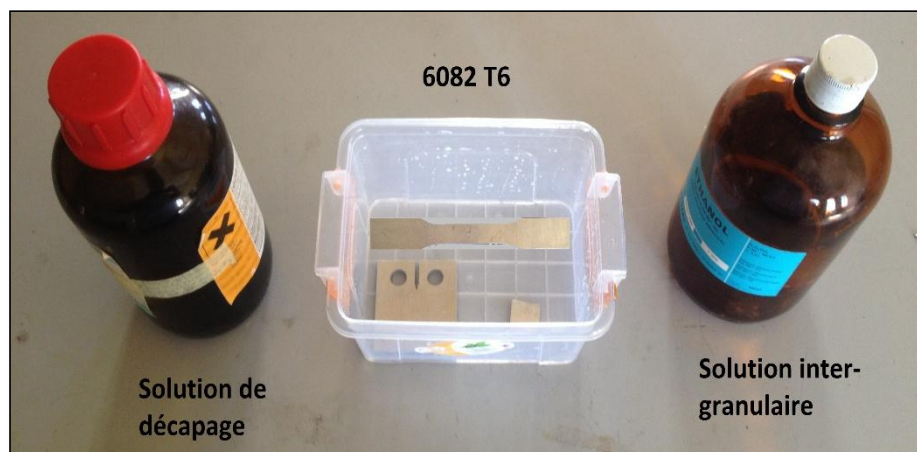


Figure II.14 : Mise des éprouvettes et des échantillons en solution IGC.

II.6. Conclusion

L'ensemble des moyens expérimentaux mis en œuvre permettra, dans un premier temps, de caractériser la microstructure des différents matériaux, à savoir 2024 T3, 7075 T6, 6082 T6 et 5083 H111, et de corréler les propriétés microstructurales aux propriétés mécaniques et au comportement en fatigue (chapitre III). Ainsi, la procédure et les conditions expérimentales des essais de corrosion mise en place vont être appliqués sur tous les différentes nuances.

La suite de la présente thèse sera consacrée à l'étude des mécanismes de corrosion exfoliante et intergranulaire sur les différents matériaux choisis pour la recherche (chapitre IV) sur trois types de géométries différentes afin de corréler l'influence du couplage matériau/milieu sur le comportement en fatigue des différents alliages d'aluminium.

Chapitre III

Caractérisations mécaniques et état microstructurale des matériaux

III.1.	Introduction	71
III.2.	Caractérisation microstructurale	71
III.2.1.	Microscope optique	71
III.2.2.	Analyse DRX	73
III.2.3.	Observation MEB.....	75
III.3.	Caractérisation mécanique	82
III.3.1.	Traction	82
III.3.2.	Microdureté.....	83
III.3.3.	Comportement en fatigue.....	84
III.3.3.1.	Analyse fractographique.....	87
III.4.	Conclusion	91

III.1. Introduction

Dans ce chapitre, nous analysons les différents matériaux à l'état sain. Des caractérisations microstructurales et mécaniques seront consacrées. Un point clé de cette partie sera la maîtrise des états microstructurales des matériaux mis en jeu.

Il s'agira tout d'abord :

- a) D'étudier la morphologie des grains des matériaux d'étude.
- b) Ensuite, réaliser une étude plus détaillée sur les différents précipités présents dans les différentes nuances, pour savoir le rôle de ces dernières sur le comportement de ces matériaux.
- c) Et enfin, l'expertise des essais mécaniques de traction, dureté et de fatigue-propagation réalisés nous permettra d'aborder l'influence de la microstructure sur le comportement en fatigue des alliages d'aluminium.

L'analyse des résultats expérimentaux nous poussera à comprendre l'effet de la microstructure sur le comportement des matériaux, ce qui nous permettra ensuite de comprendre l'implication du couplage microstructure/sollicitations mécaniques sur le phénomène de corrosion.

III.2. Caractérisation microstructurale

Les mécanismes de corrosion localisée sont souvent liés à la présence de particules de phase secondaire dans la matrice (corrosion par piqûres) ou au niveau des joints de grains (corrosion intergranulaire ou corrosion exfoliante). La microstructure de l'alliage doit donc être soigneusement caractérisée.

III.2.1. Microscope optique

La morphologie des grains des alliages a été étudiée par observation au microscope optique après attaque de la surface avec le réactif de Keller². Ces observations ont été réalisées sur le plan perpendiculaire à la direction de laminage (PPL) pour les quatre alliages.

² 95 ml de H₂O, 2.5 mL de HNO₃, 1.5 mL HCl et 1.0 mL HF.

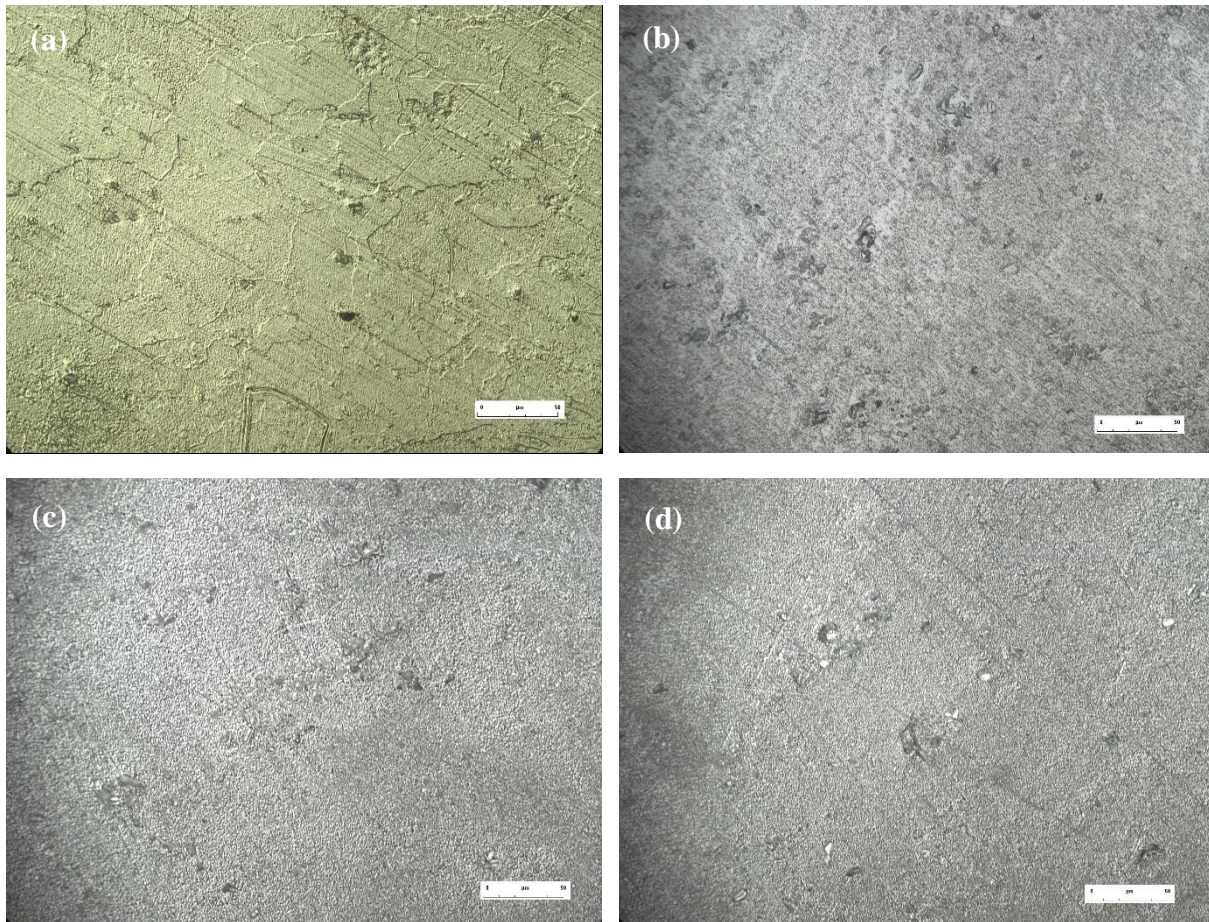


Figure III.1 : microscopie optique des matériaux sains : a) 7075-T6, b) 2024-T3, c) 6082-T6, d) 5083-H22.

Pour l'alliage 2024 (figure III.1-b) on observe la présence de grains allongés de grande taille avec une longueur que varie entre 800 μm et 1200 μm et une largeur moyenne de 100 μm . Cette morphologie de grain est typique des matériaux obtenus par laminage. Sur la micrographie, on observe également la présence de grosses particules intermétalliques sous forme de petites taches noires à la surface de l'alliage. Ces particules intermétalliques sont distribuées de façon aléatoire à l'intérieur des grains.

Dans les joints de grains, on n'observe pas de précipitation grossière. Pour la détermination de la fraction surfacique et distribution des tailles des différentes particules présentes dans l'alliage, 25 photomicrographies de 2,44 mm^2 chacune ont été analysées pour différents échantillons et une valeur de $2,1 \pm 0,1$ % pour la fraction surfacique occupée par les particules intermétalliques a été obtenue.

L'alliage 7075 (figure III.1-a) est un matériau dont les grains sont de taille moins homogène que l'alliage 2024 avec une distribution de longueur qui peut aller de 150 à 400 μm et une distribution de largeur qui varie entre 10 et 30 μm . Les grains observés sur l'alliage 7075 montrent une morphologie allongée, caractéristique également des matériaux laminés.

L'alliage 6082 T6 (figure III.1.c) de cette étude possède des grains allongés avec une taille maximale allant jusqu'à 2500 μm dans la direction du laminage avec une largeur comprise entre 100-200 μm .

Pour l'alliage 5083 H111 (figure III.1.d) la photomicrographie optique de la structure du métal montre la formation de grains allongés dus au laminage de la plaque. En outre, la présence de précipitation continue des particules de seconde phase le long des joints de grains justifie le mauvais processus d'alliage.

III.2.2. Analyse DRX

Comme il est plutôt difficile de produire une identification détaillée de l'intermétallique en utilisant une seule méthode (par exemple un examen microscopique), la technique DRX a donc été utilisée pour conférer une confiance dans les résultats de la classification de phase basée sur l'étude métallographique. Les résultats de l'analyse par diffraction des rayons X sur substrat massif pour les quatre nuances d'alliage d'aluminium sont présentés à la figure III.2. La matrice d'aluminium cubique à faces centrées est la phase majoritaire pour les différents matériaux.

Pour toutes les différentes nuances, les pics non identifiés appartiennent à la phase dominante de la matrice aluminium (Al). Les analyses DRX ont révélé plusieurs phases dans les matériaux étudiés. Par conséquent, l'alliage 7075 contient des phases $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ et MgZn_2 . Cette technique ne nous a pas permis d'identifier d'autre type de phase à cause de la faible quantité de ces phases. D'autres analyses ont été effectuées sur les échantillons afin de pouvoir identifier les phases présentes dans le matériau par une microanalyse EDS.

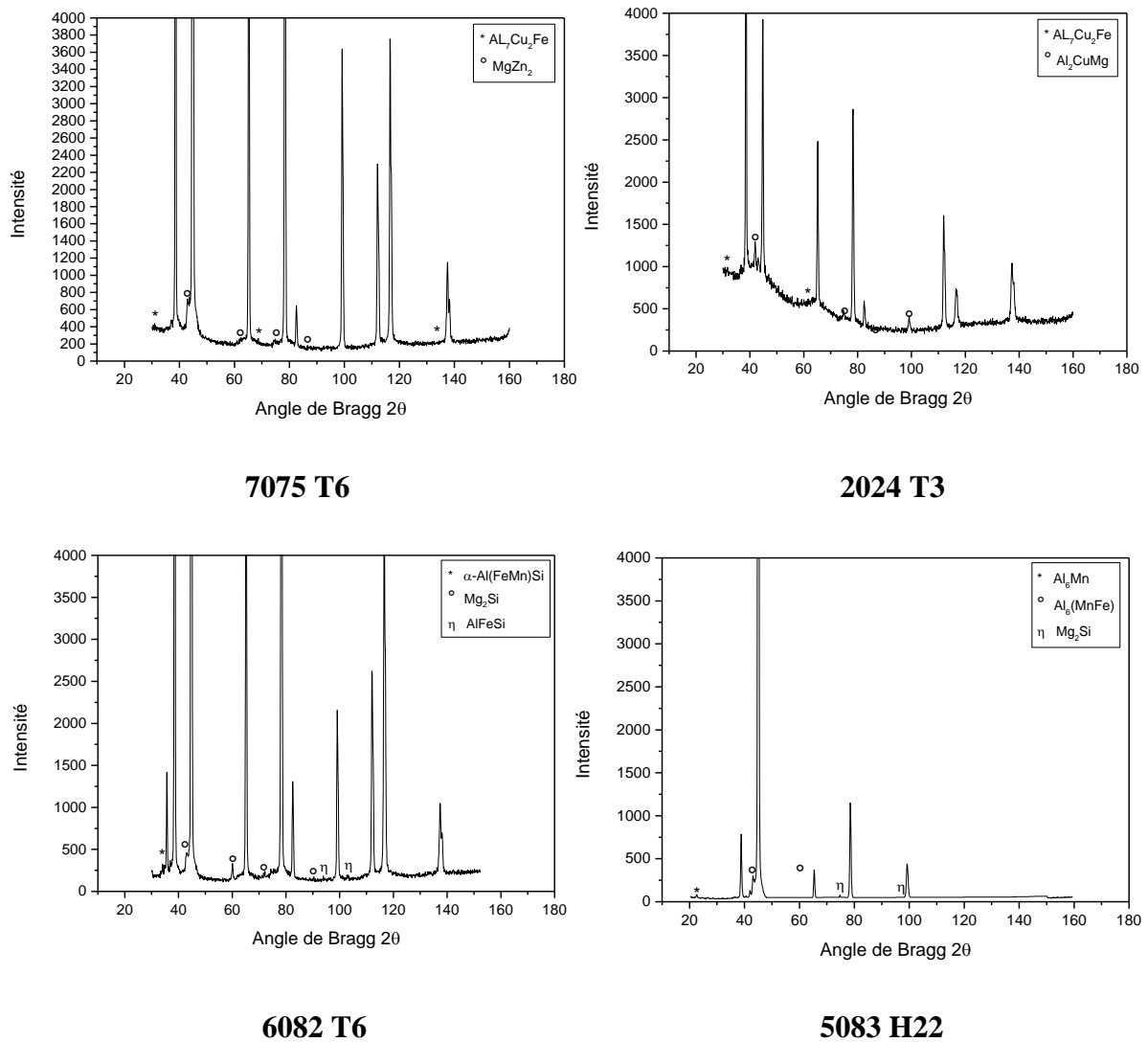


Figure III.2 : Analyse DRX des différents matériaux.

Alors que pour l'alliage 2024, la phase Al_2CuMg est bien identifiée dans l'analyse DRX, en plus de cette phase nous notons aussi la présence de la phase Al_3CuMg . Nous avons rencontré un problème durant l'identification pour cet alliage pour n'avoir pas pu établir une distinction concluante entre les types de phases Al_2CuMg , AlCuMg , $\text{Al}_5\text{Mg}_2\text{Cu}_5$ et $\text{Al}_6\text{Mg}_4\text{Cu}$. Cette difficulté a été attribuée principalement à un phénomène connu sous le nom d'«effet de masse» [134].

La complexité de l'identification des phases présentes dans l'alliage 6082 nous a poussé à combiner les résultats DRX et l'observation microscopique optique MO de la figure III.1.c (après l'attaque de la solution de Keller), ces phases intermétalliques ont été identifiées comme : α -Al(FeMn)Si, Mg_2Si et AlFeSi. Pour l'alliage 5083 les phases Al_6Mn , Mg_2Si et $Al_6(Mn, Fe)$ ont été trouvées (figure III.2).

III.2.3. Observation MEB

Plusieurs analyses qualitatives et quantitatives sur MEB couplées à EDS ont été effectuées sur les différents échantillons des différents matériaux afin de pouvoir identifier les différentes phases intermétalliques présentes dans ces matériaux. La parfaite connaissance de ces intermétalliques nous permet de, non seulement connaître leur l'influence sur le comportement mécanique des différents matériaux étudiés, mais aussi de mieux comprendre les phénomènes de corrosions.

Pour l'alliage 5083-H111, les micrographies MEB de la surface de l'échantillon sont montrées sur la figure III.3. Plusieurs zones de cette micrographie ont été analysées par EDS pour estimer les types de substances intermétalliques existant dans ces emplacements. Les contenus atomiques relatifs dans les différentes zones démontrent clairement que les grosses particules dans la partie gauche de la micrographie (n° 1,) sont enrichies en fer et en manganèse par rapport à la matrice aluminium (n° 2). Il existe un autre type d'intermétallique qui contient du Si et du Mg (n°3). L'analyse EDS de la région #1 montre que la majeure partie du Mg est en solution solide dans la matrice. Il y a moins de particules le long de la direction de laminage (induite par la déformation distribuée lors de son état H111) pour cet alliage. La phase intermétallique riche en Fe à des maxima de potentiel bien définis par rapport à la matrice d'alliage d'aluminium 5083 [135]. Cette différence de potentiel conduit à l'attaque localisée de la matrice environnante près de la phase riche en Fe, ce qui aboutit à une dissolution anodique puis à la formation d'une piqure [136, 137, 138]. En revanche, les précipités de Al (Si, Mg) agissent comme des anodes à la matrice Al, un rôle que Mg effectué avant la dissolution et le délestage subséquent, puis ces précipités sont devenus des sites communs pour la nucléation piqure [136, 139, 140]. Donc l'alliage est sensible à la corrosion parce que le mécanisme de corrosion par piqures est principalement dû à la distribution induite par la déformation, soit la plus grande surface totale et le plus grand nombre de particules Al (Mn, Fe).

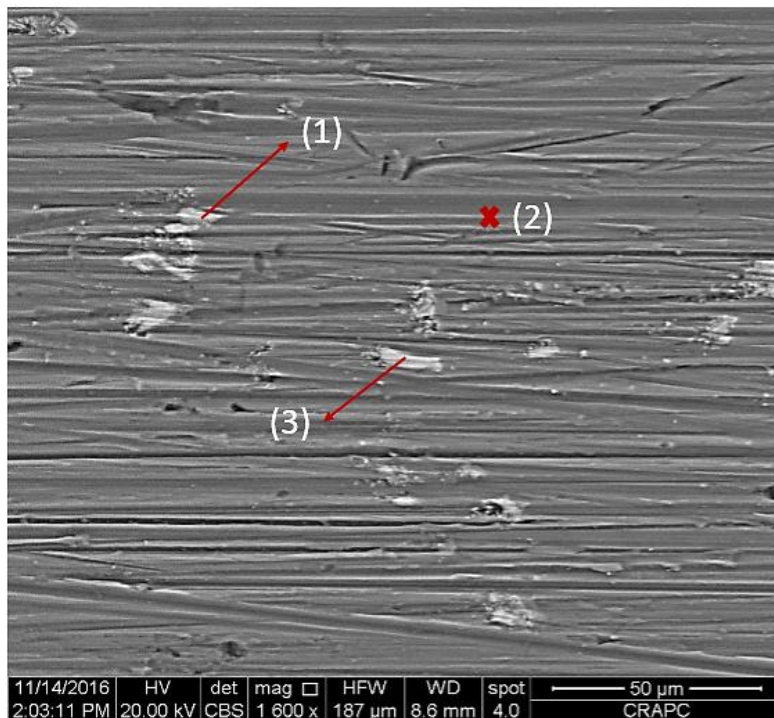


Figure III.3 : Photomicrographie MEB de L'alliage 5083-H111.

Pour l'alliage 2024, les observations MEB couplées aux analyses EDS mettent en évidence deux types de particules intermétalliques grossières. Des particules Al-Cu-Mg de morphologie arrondie avec une taille qui varie entre 2 et 35 μm (figure III.4-a). Les précipités Al-Cu-Mg correspondent aux particules de phase *S* (Al_2CuMg) souvent décrites dans la littérature [141]. Ce type de particules représente environ 60 % de toutes les particules intermétalliques présentes dans l'alliage 2024 [142] et occupent 1,2 % de la surface totale de l'alliage. D'autres particules intermétalliques grossières aux formes plus irrégulières et dont la longueur peut atteindre 40 μm sont également observées (figure III.4-b). Le spectre EDS montre que ces particules sont riches en éléments Al, Cu, Fe et Mn. La stœchiométrie exacte de ces particules n'a pas été déterminée puisque qu'elle diffère selon la particule analysée, comme le précise également la littérature [141, 143]. La fraction surfacique occupée par ce type de particule est de 0,9% et elles sont distribuées de façon homogène dans toute la matrice. Hormis les particules intermétalliques grossières, on distingue également dans certaines zones de la matrice des petits précipités sous forme de plaquettes ou baguettes dont la taille varie entre 100 nm et 1 μm (figure III.4.c). Ces précipités sont connus dans la littérature sous le nom de dispersoïdes. La distribution spatiale de ces dispersoïdes est très hétérogène. En effet, de grandes zones dépourvues de ces précipités ont été observées. La taille de ces particules est trop petite pour permettre une analyse au MEB fiable et elles seront analysées avec le microscope électronique en transmission couplé à un spectromètre EDX.

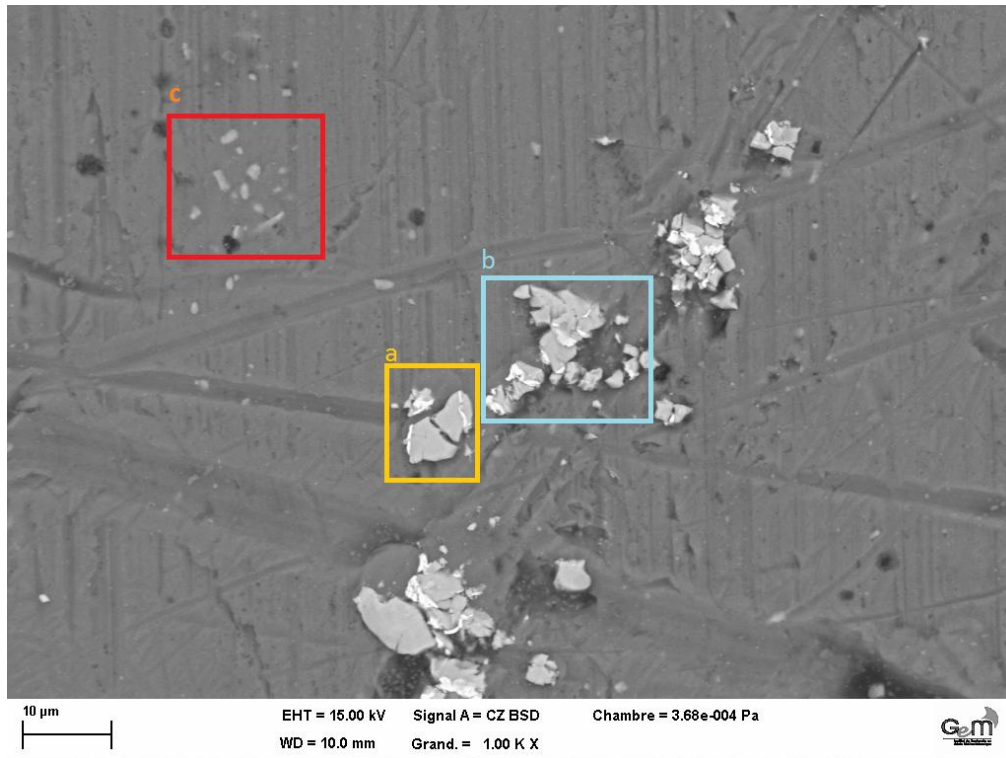


Figure III.4 : Photomicrographie MEB de L'alliage 2024-T3.

Pour l'alliage 7075, les observations réalisées au MEB mettent en évidence la présence de trois types de particules intermétalliques grossières qui se différencient par leur morphologie et leur composition chimique. On trouve aussi des particules intermétalliques mixtes qui présentent différentes phases et qui se forment par l'agglomération de plusieurs précipités de nature chimique différente. Le premier, et plus abondant type de particules intermétalliques, est de type Al-Cu-Mn (Figure III.5). Ces précipités de forme irrégulière dont la taille peut varier entre 0,05 et 5 μm sont les plus répandus sur toute la surface de l'alliage 7075. La fraction surfacique occupée par ce type de particules est de 2,9 %. Le deuxième type de particules rencontrées dans l'alliage 7075 présente également des formes irrégulières, parfois en forme de bâtonnet, dont la largeur peut varier entre 1 et 5 μm (Figure III.5). Elles contiennent principalement Al, Mg, Zn. Leur composition par analyses EDS permet de les identifier comme étant la phase MgZn_2 . L'existence de ces particules a été confirmée par d'autres auteurs [144].

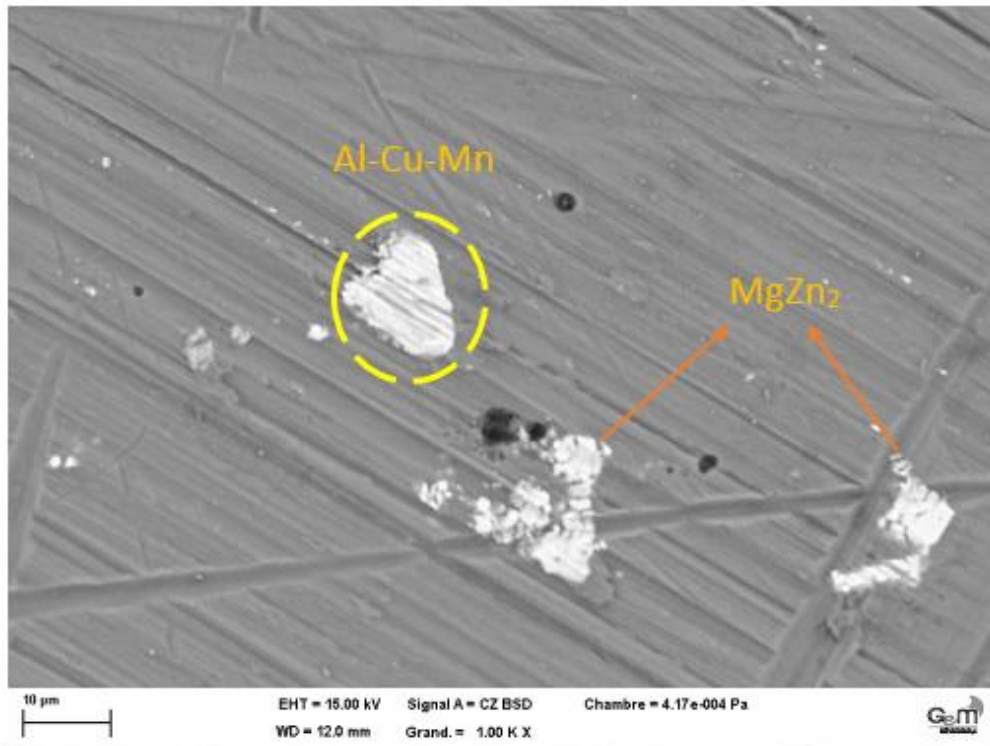


Figure III.5 : Photomicrographie MEB de L'alliage 7075-T6.

Une analyse quantitative EDS indique que les régions les plus brillantes sont riches en Al, Fe, Si et Mn et correspondent à des particules intermétalliques. La taille des particules intermétalliques varie de 1 µm à 10 µm. Les points noirs sont constitués de trous et aucun élément autre que l'aluminium et l'oxygène n'est détecté. Les particules intermétalliques apparaissent à l'intérieur de la matrice et à proximité des joints de grains [145].

La figure III.6 montre les micrographies MEB de l'échantillon 6082-T6. Il contient des intermétalliques β -AlFeSiMn (marqués par une croix noire sur la figure III.6 et l'analyse ponctuel de cette zone est représenté sur la figure III.7), et des précipités β -Mg₂Si principalement précipités sur la surface du β -AlFeSi [146]. La transformation de β -AlFeSi en α -Al (FeMn) Si, au cours de laquelle la phase β -AlFeSi se décompose en billes de particules arrondies de α -Al (FeMn) Si, peut être clairement observée. De plus, certaines particules de α -Al-(FeMn)-Si sont nucléées dans la matrice avec des tailles inférieures à 0,5 µm, mais celles-ci n'ont pas été analysées dans cette étude.

La présence de l'intermétallique AlFeSiMn avec une morphologie en forme d'aiguille n'a été détectée que pendant la caractérisation par SEM et EDX, suggérant que sa quantité n'était pas détectable par diffraction des rayons X. Les impuretés Fe et Mn contenues dans l'aluminium sont responsables de la formation de cette phase intermétallique.

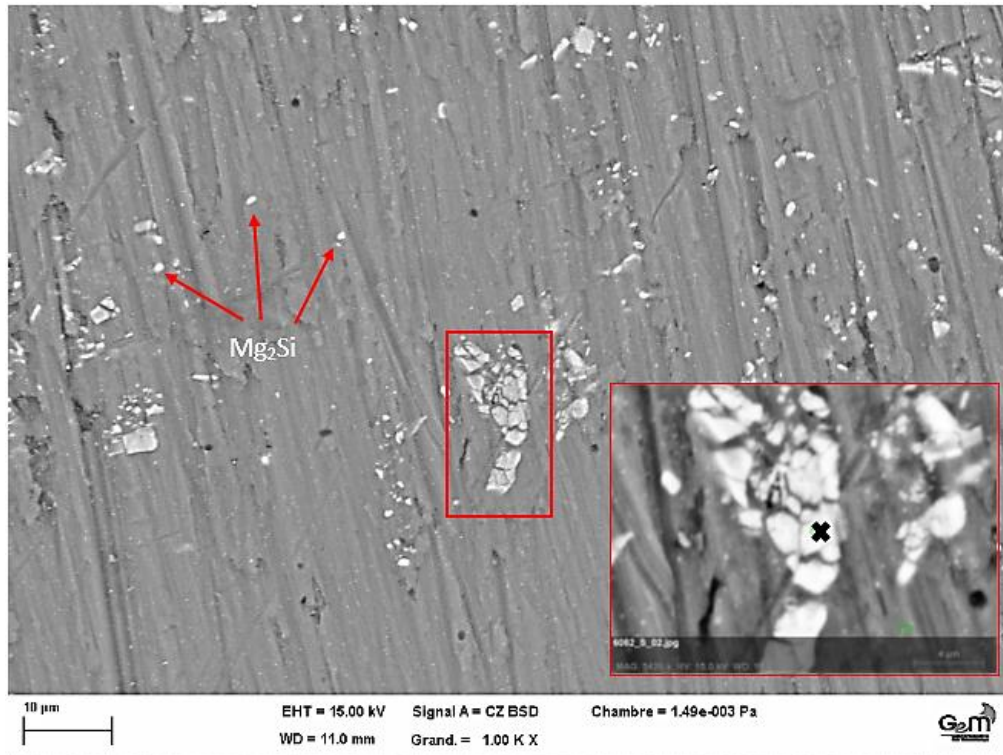


Figure III.6 : Photomicrographie MEB de L'alliage 6082-T6.

Pour bien éclaircir les résultats discutés précédemment, la figure suivante démontre des analyses ponctuelles par la spectroscopie d'énergie dispersive EDS localisant chaque précipité de chaque nuance, pour pouvoir confirmer les résultats trouvés et discutés ci-dessous.

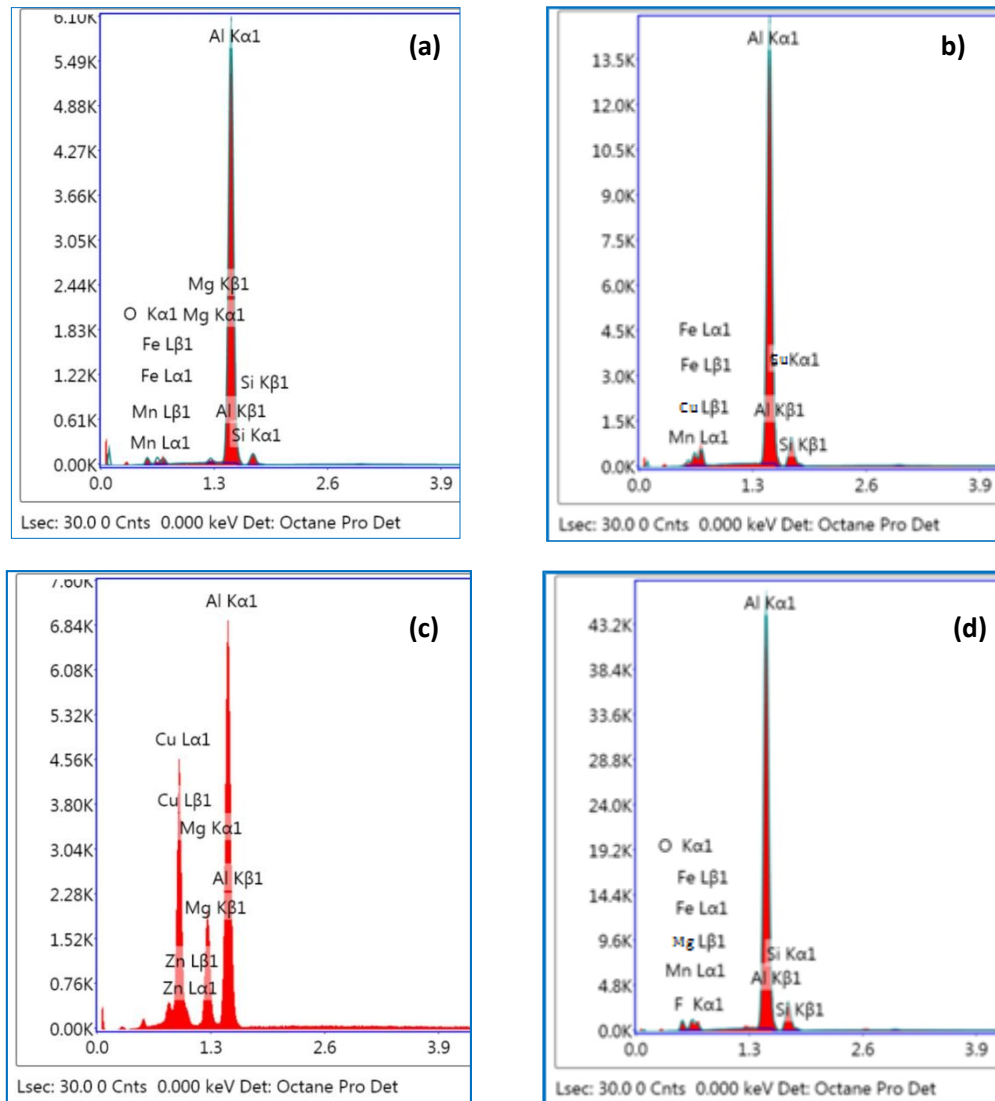
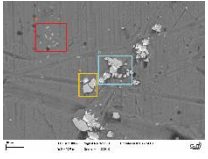
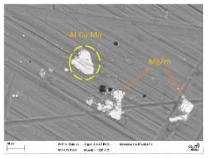
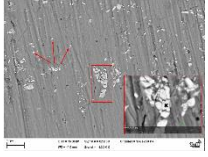
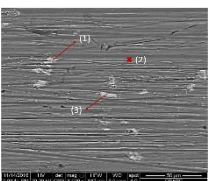


Figure III.7 : Analyse EDS pour : a) AA6082-T6, b), AA2024-T3 c) AA7075-T6, d) AA5083-H111.

Afin de rester évident dans la lecture des résultats MEB, nous allons faire une synthèse sous forme d'un tableau (tableau III.1) pour résumer toutes les intermétalliques présentes dans les différents matériaux, ainsi que la particularité des principales intermétalliques.

Tableau III.1 : Résumé des précipités présents dans les différents matériaux.

Matériaux	Photomicrographie MEB	Précipités présentes	Particularités
2024 T3		<ol style="list-style-type: none"> 1) Al₂CuMg 2) Phase (Al, Cu, Fe, Mn) 3) Dispersoid 	Les particules de la phase S (AlCuMg) occupent environ 60% des particules. La distribution de ces particules est dispersive. Ces particules augmentent les propriétés mécaniques ainsi que la résistance à la fatigue. L'enrichissement en Cu de ces particules sensibilise le matériau à la corrosion.
7075 T6		<ol style="list-style-type: none"> 1) MgZn₂ 2) Al-Cu-Mn 3) Dispersoid 	Les précipités MgZn ₂ sont souvent connus pour leurs augmentations des propriétés mécaniques des alliages Al-Mg-Zn. En raison de leurs finesse et dispersion dans la surface, ces précipités augmentent la résistance à la fatigue. Le traitement de l'état T6 du matériau entraîne une certaine discontinuité de ces précipités à la limite de joint de grain qui sensibilise le matériau à la corrosion localisée.
6082 T6		<ol style="list-style-type: none"> 1) Mg₂Si 2) AlFeSiMn 	Le rôle joué par le précipité Mg ₂ Si est important à l'amélioration des propriétés mécaniques de cet alliage. Mais la présence d'un milieu agressif dissout cette phase en laissant derrière elle une cavité, qui peut agir comme un site de nucléation des piqûres de corrosion.
5083 H111		<ol style="list-style-type: none"> 1) AlMg 2) Al(Si, Mg) 3) Al(Fe, M_n) 	Les particules présentes dans ce matériau et en raison de leurs distributions non dispersives et de leur nature décoésifs de la matrice Al, n'améliorent pas les propriétés mécaniques. Ainsi la présence du Mg et du Fe sensibilise le matériau à diverses formes de corrosion.

III.3. Caractérisation mécanique

III.3.1. Traction

La courbe typique contrainte-déformation qui caractérise la loi de comportement des différents alliages d'aluminium est présentée sur la figure III.8, dont les caractéristiques mécaniques sont illustrées dans le tableau III.2. Évidemment, l'alliage d'aluminium 7075-T6 a la plus grande résistance d'environ 587 MPa par rapport aux autres alliages, et un allongement uniforme proche de 18%. Les résultats trouvés ci-dessous révèlent que l'alliage d'aluminium 5083-H111 a les caractéristiques mécaniques les plus basses.

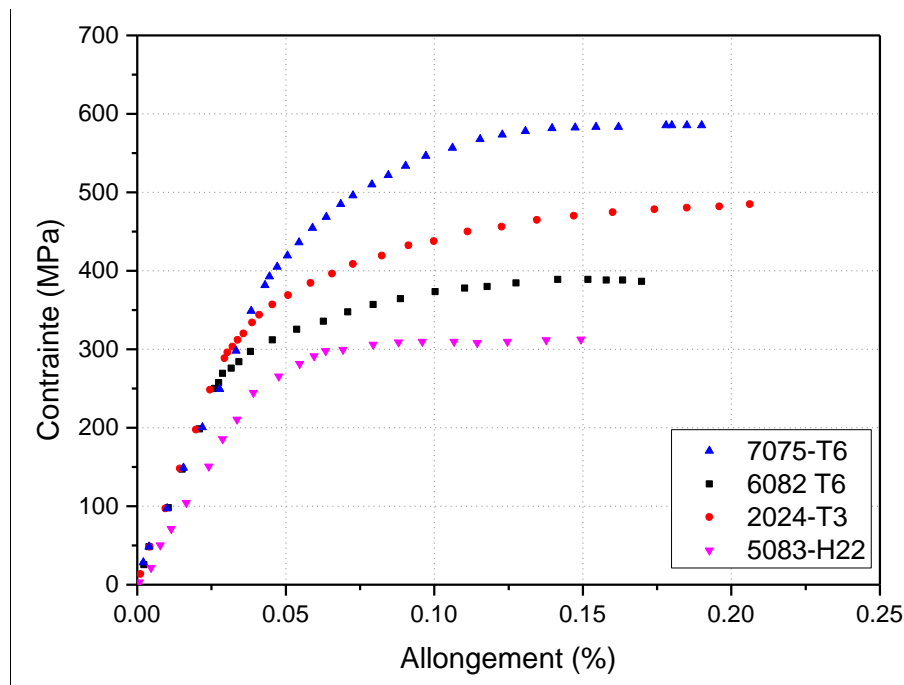


Figure III.8 : Propriétés de traction pour tous les différents matériaux.

Tableau III.2 : Propriétés de résistance à la traction de différents alliages d'aluminium.

Matériaux	E (MPa)	R _e (MPa)	R _m (MPa)	k	n
7075 T6	69000	383	587	924	0.17
2024 T3	74000	334	487	1351	0.21
6082 T6	69000	260	391	848	0.19
5083 H111	55000	190	317	578	0.15

La différence constatée entre les trois nuances (7075-T6, 2024-T3 et 6082-T6) d'une part et la nuance 5083-H111 d'autre part s'explique par le fait que les trois premiers appartiennent au deuxième groupe représentant les alliages dont les propriétés mécaniques sont déterminées par le traitement thermique ou le durcissement structural, généralement mis en œuvre à la fin du processus de transformation. Le phénomène de durcissement résulte de la précipitation induite et contrôlée de certaines phases à l'intérieur de la matrice d'aluminium qui va produire une augmentation des propriétés mécaniques. En revanche, la nuance 5083-H111 appartient au premier groupe d'alliages de durcissement par écrouissage dont les propriétés mécaniques sont déterminées par le durcissement plastique qui correspond à une modification structurale du métal, donc plus faible. On note qu'il y a une interprétation plus en détails du rôle des précipités et des composés intermétalliques sur les propriétés mécaniques dans la section III.3.3.

III.3.2. Microdureté

Les valeurs de mesure de la microdureté Vickers pour les différentes nuances d'alliage d'aluminium sont présentées dans la figure III.9.

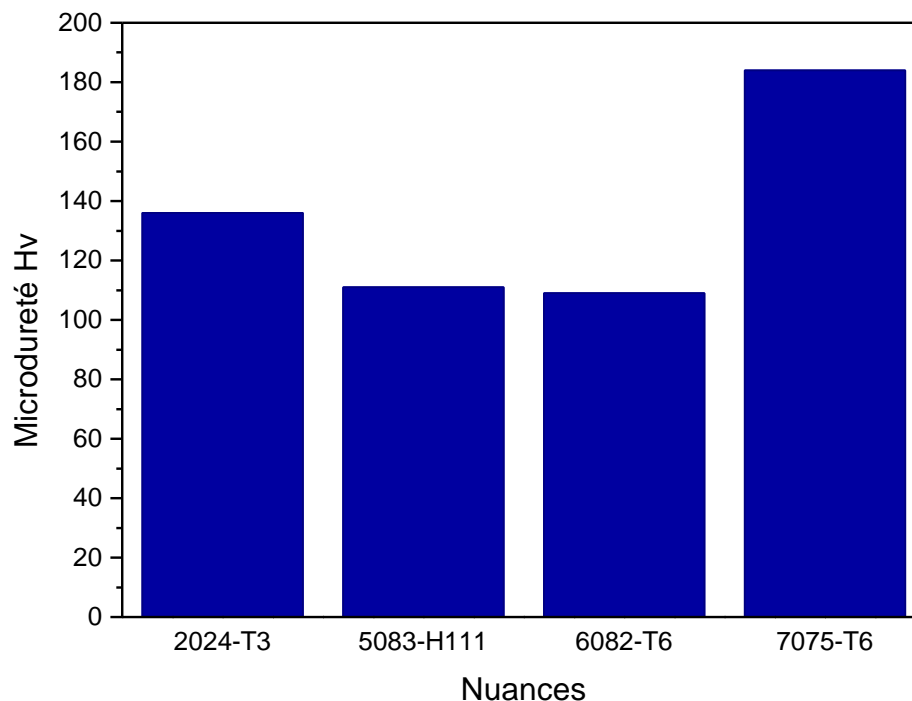


Figure III.9 : Microdureté Vickers des différentes nuances.

La dureté de 7075-T6 est supérieure à celle de 2024-T3 en raison des précipités de magnésium et de zinc formés lors de la formation de l'alliage, alors qu'en 2024-T3 les précipités de cuivre et de magnésium sont moins importants en termes de dureté. La présence du Mn dans l'alliage 6082 augmente sa résistance à la fatigue, mais souvent le Mn empêche la nucléation

du Si dans les joint de grain, cela va diminuer la dureté de ce matériau. En raison du changement de structure par durcissement plastique l'alliage 5083, la dureté de ce dernier est légèrement supérieure à celle du 6082.

III.3.3. Comportement en fatigue

La vitesse de propagation de fissure en fatigue (da/dN) par rapport aux valeurs du facteur d'intensité de contrainte (ΔK) a été calculé à l'aide de la technique incrémentale polynomiale à sept points [131]. Les données expérimentales ont été corrélées en utilisant la loi de Paris, ou les courbes présentent une allure quasi rectiligne sur la grande partie du domaine exploré, et qui est exprimé par [128] :

$$\frac{da}{dN} = C(\Delta k)^m \quad (\text{III.1})$$

Où c et m sont les paramètres du matériau, et ΔK est la variation du facteur d'intensité de contrainte.

La figure III.10 illustre les données relatives à la vitesse de propagation de fissure déterminé par la méthode sus cité pour les alliages d'aluminium 7075-T6, 6082-T6, 5083-H111 et 2024-T3. Pour tous les matériaux, le rapport de charge testé était $R = 0,1$.

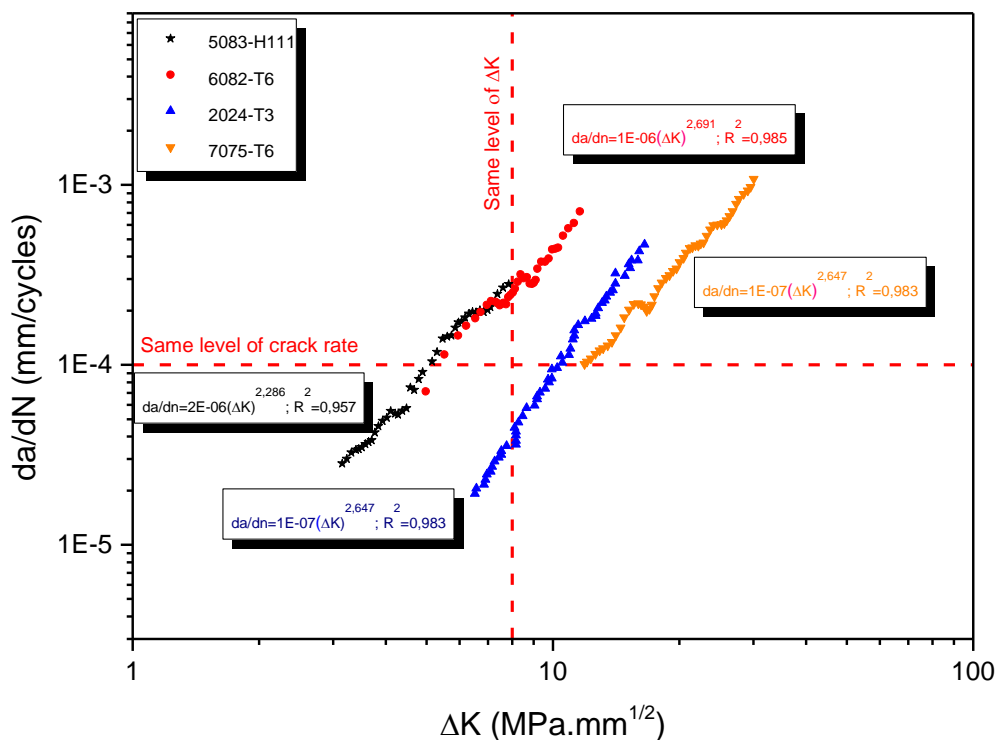


Figure III.10 : Vitesse de fissuration par fatigue da/dN en fonction du facteur d'intensité de contrainte ΔK pour tous les matériaux.

A partir de la figure III.10 et de l'équation III.1, nous tirons les données de propagation dans le domaine de Paris, ou nous pouvant déduire la validité des essais de fissuration. Ces données sont détaillées comme suit :

- Pour 7075 T6 : $da/dN=1,7E^{-7}\Delta K^{2,55}$
- Pour 2024 T3 : $da/dN= 5,35E^{-8}\Delta K^{3,23}$
- Pour 6082 T6 : $da/dN=1,9E^{-6}\Delta K^{2,44}$
- Pour 5083 H111 : $da/dN=1,29E^{-6}\Delta K^{2,53}$

La variation de ΔK des essais de fatigue pour les quatre matériaux seront présentés dans la figure III.11 dans le but d'éclaircir la plage de variation de ce facteur ΔK .

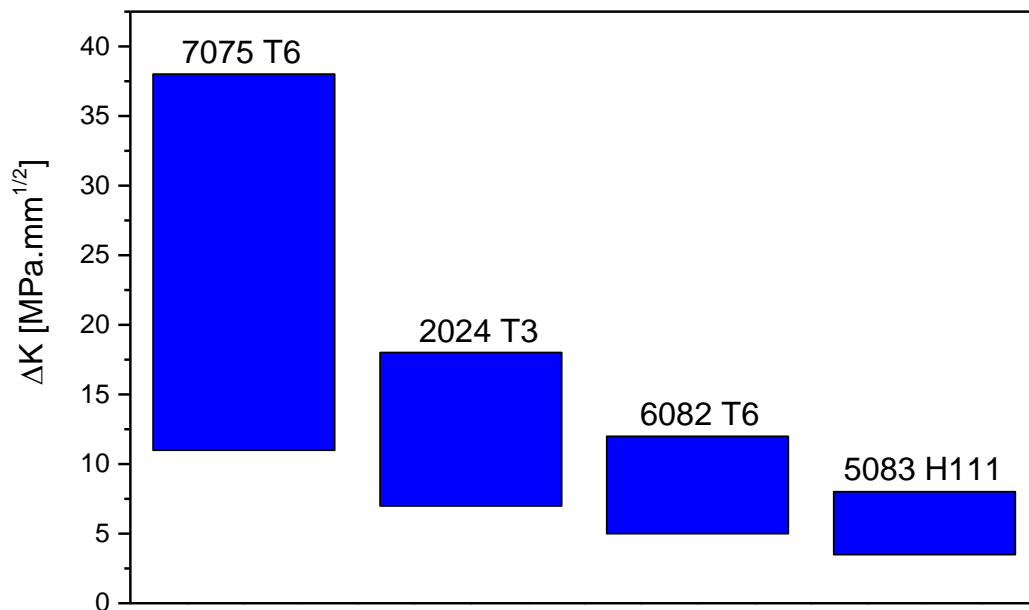


Figure III.11 : Plage de variation du facteur d'intensité de contrainte ΔK pour les différentes nuances.

Pour le même niveau de ΔK (8 MPa.m^{1/2}), la vitesse de fissuration de l'alliage 5083-H111 est légèrement supérieure à celui de l'alliage 6082-T6. Néanmoins un écart très important est enregistré entre ces deux alliages et celui du 2024-T3. Cet écart donne à ce dernier une très grande résistance relativement aux deux premiers. Ce phénomène peut être expliqué par l'élément d'addition dominant dans le AA2024, qui est le cuivre et qui a une très grande résistance à chaud et une grande endurance. L'alliage AA7075-T6 présente une résistance meilleure que celui du 2024-T3, qui est justifié par la présence du zinc en plus du cuivre, qui

par sa malléabilité et sa conductivité électrique et thermique présente une caractéristique mécanique proche aux métaux ferreux.

Et pour le même niveau de da/dN ($1E-4$ mm/cycle), les deux alliages 5083-H111 et 6082-T6 présentent pratiquement le même niveau de ΔK . Mais, il y a un écart très important entre ce niveau de ΔK et celui de l'alliage 2024 T3, ce qui caractérise l'aspect ductile pour le dernier.

Les résultats de fatigue obtenus sont confirmés par l'analyse microscopique des échantillons tronçonnés et polis pour tous les nuances d'alliage d'aluminium (paragraphe III.1.2). Nous avons constaté que les précipités Al_3Mg_2 de l'alliage 5083 n'améliorent pas la résistance à la fatigue en raison de leurs ruptures et de leurs décohésions avec la matrice Al. Provoquant un niveau de résistance faible quand la déformation locale dépasse une valeur critique. Ces résultats peuvent être comparés aux données relevées sur le diagramme de phases de l'alliage, on voit que les résultats sont très réalistes.

Pour l'alliage 2024, de nombreuses études ont montré que lorsque le rapport Cu/Mg est compris entre 1,5 et 4, le cas de notre étude est de 2,83, le principal précipité dans les alliages Al-Cu-Mg était la phase S (Al_2CuMg), qui était la phase d'équilibre présentant une bonne résistance mécanique [147]. La nature de ces précipitations ainsi que leurs distributions dispersives augmentent la résistance à la fatigue.

Les présents résultats démontrent que l'alliage 7075 a la meilleure résistance à la fatigue. Il peut être expliqué sur la base des microstructures qui ont été réalisés au cours de cette étude. D'après les travaux de HORNBOGEN et de ZUM GAHR [148], les précipités susceptibles d'être cisailés peuvent favoriser une distribution de dislocation planaire. Lorsqu'un chargement cyclique est appliqué, un certain nombre de dislocations peuvent reculer lors du déchargement sur le même plan de glissement lors du mouvement vers l'avant dans la partie ascendante d'un cycle de chargement. Certaines de ces dislocations laissent donc le matériau à l'extrémité de la fissure et ne contribuent donc pas à la croissance de la fissure. Cependant, pour les précipités non cisillables, les dislocations doivent les contourner pendant la partie ascendante du cycle de chargement. Il est difficile pour les dislocations de reculer sur le plan de glissement original pendant le déchargement. Par conséquent, un grand nombre de dislocations seront concentrées à l'extrémité de la fissure, ce qui se traduirait par un taux élevé de croissance des fissures. En fait, c'est la réversibilité du mouvement de dislocation qui contrôle la vitesse de propagation de fissure de fatigue de l'alliage.

Selon ce qui a été dit ci-dessus par [148], le degré de cohérence des précipités avec la matrice Al serait considérée comme un facteur qui influence la vitesse de propagation de fissure de fatigue d'un alliage. Dans le présent travail, en raison de la cohérence des principaux précipités $MgZn_2$ avec le réseau matriciel Al (figure III.5), ces précipités sont principalement cisailés par les dislocations, favorisent le glissement planaire et améliorent la réversibilité du mouvement de dislocation. Par conséquent, la vitesse de propagation de fissure de ce matériau est faible, donc un niveau de résistance élevé.

Pour l'alliage 6082, les précipités fins Mg_2Si jouent un rôle très important dans la résistance mécanique et en fatigue de ce matériau. A cause de leurs nature non décohésifs de la matrice Al et leurs distributions dispersifs, ils contribuent aux propriétés mécaniques. Aussi, l'ajout du manganèse Mn réduit le temps d'homogénéisation en favorisant la transformation de la phase β -AlFeSi en α -AlFeSi et en empêchant la croissance des gros grains pendant le durcissement structurale de cet alliage. Un autre avantage est que la ténacité peut être améliorée par l'empêchement du nucléation du Si au niveau des joints de grains qui fragilisent le matériau.

III.3.3.1. Analyse fractographique

Des analyses fractographiques ont été prévus pour toutes les nuances afin de mieux comprendre les phénomènes gouvernant l'initiation et la propagation de fissure par fatigue. Les faciès de rupture des quatre nuances sont observés à l'œil nu et sont rapportés sur la figure III.12. Cette dernière montre que, pour les différents matériaux, les surfaces de ruptures sont relativement plates, qui caractérise le comportement de fatigue. Initialement, les faciès sont perpendiculaires à la direction de chargement. Dans cette partie de traction-traction de fatigue, le faciès de rupture de l'éprouvettes 2024 T3 est plus plat que pour toutes les autres éprouvettes. Pour une longueur de fissure croissante, les lèvres de cisaillement sont devenues plus larges, et lorsque les lèvres de cisaillement couvraient toute l'épaisseur de l'échantillon, elles conduisaient habituellement à une seule fissure de cisaillement. Une fissure à double cisaillement a parfois été observée. La rupture finale s'est produite en mode de cisaillement.

Des bandes macroscopiques ont pu être observées à l'œil nu, voir figure III.12. Avec une petite loupe (8x) et des rayons de lumières incidents provenant d'une direction appropriée, beaucoup plus de bandes sont visibles sur les éprouvettes rompues. Les bandes sont plus tranchantes et peuvent être vues plus facilement sur l'éprouvette 7075 T6. Pour l'éprouvette 2024 T3, des lèvres de cisaillement importantes se sont déjà développées lorsque les bandes ont été observées.

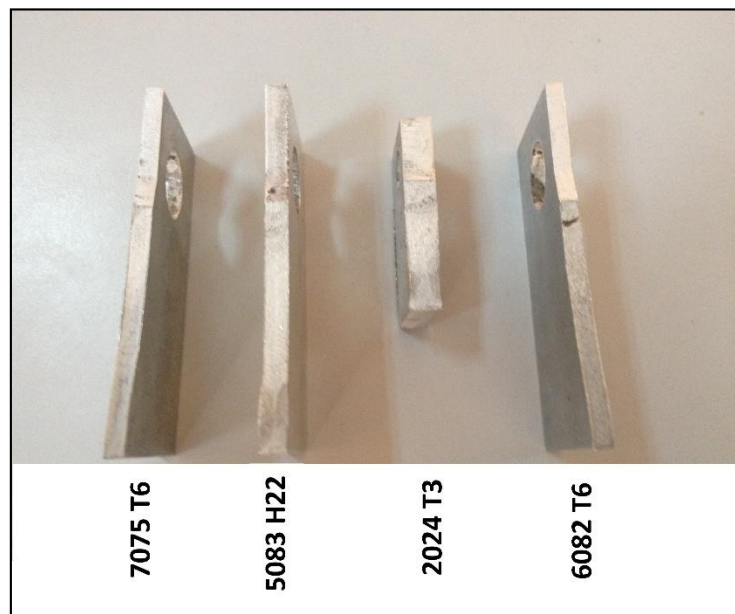


Figure III.12 : Faciès de rupture des éprouvettes CT observés à l'œil nue des différents alliages d'aluminium.

Après l'observation des faciès de rupture des différents matériaux à l'œil nue, le MEB a été choisi comme principal outil de caractérisation de l'aspect de ces faciès dans le but d'identifier les variations de la topographie des surfaces de rupture qui correspondent aux différences observées dans le comportement mécanique de ces matériaux. La figure III.13 résume les faciès de rupture observés par le MEB dans les trois stades de propagation de fissure pour ces différentes nuances d'alliages d'aluminium.

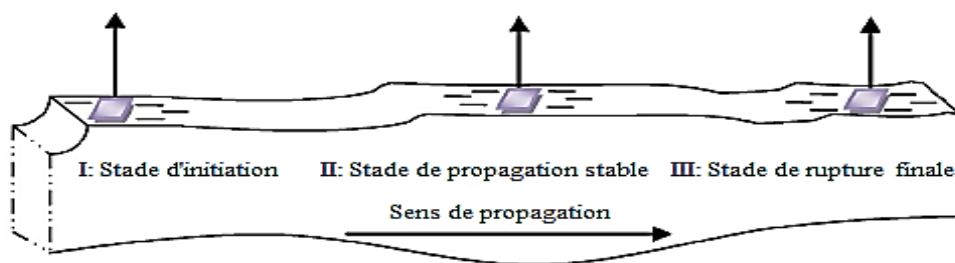
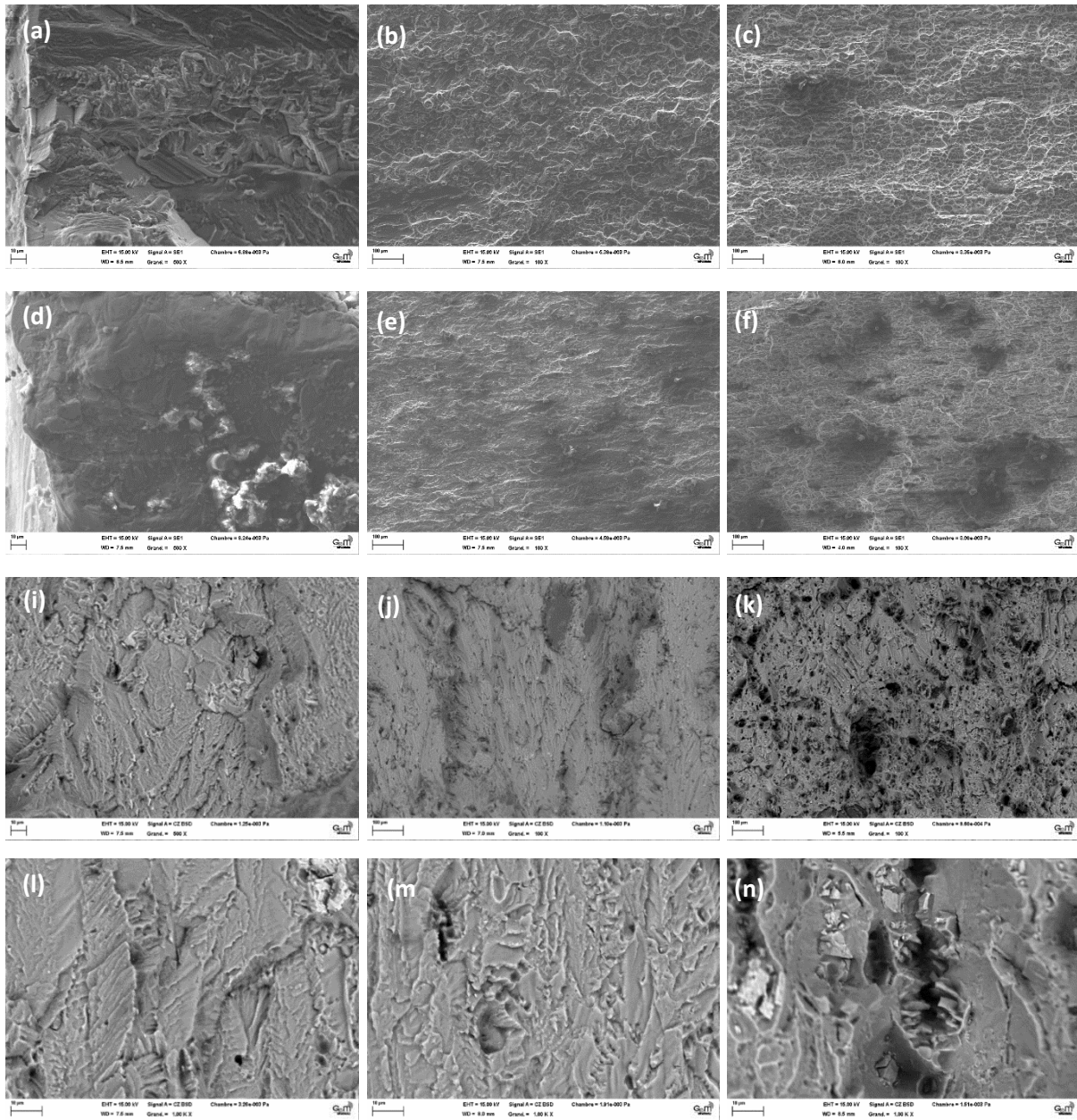


Figure III.13 : Observation MEB des faciès de rupture de stade I (initiation), stade II (propagation stable) et stade III (rupture finale) pour les alliages d'aluminium : 2024 (a, b, c), 7075 (d, e, f), 5083 (i, j, k) et 6082 (l, m, n)

La relation entre la vitesse de propagation des fissures et la taille des aspects microstructuraux suggère que les mécanismes de fatigue et les faciès de rupture varient avec la vitesse de propagation des fissures à amplitude constante. On observe que, à des vitesses élevées de propagation, la rupture par fatigue se produit par l'initiation et la croissance des cavités à partir des plus grosses particules de la seconde phase (principalement les constituants). L'avancé de fissure à des vitesses de propagation intermédiaire dans les alliages d'aluminium se produit généralement par formation de stries de fatigue, alors que la propagation des fissures à faible vitesse semble être un mécanisme cristallographique complexe. Des discussions plus détaillées sur ces différents mécanismes de rupture de fatigue suivront. Pour faciliter cette discussion, les détails des faciès de rupture des éprouvettes 7075-T6 et 2024-T3 seront décrits en premier. Ensuite, la topographie de rupture des alliages restants (6082-T6 et 5083-H22) sera examinée.

L'étude des faciès de rupture des alliages 2024-T3 et 7075-T6 dans les régions de propagation de longueur de fissure faible dans le stade I (figure III.13. a et d) révèle que la contrainte plane devient le mode de rupture dominant pour des contraintes élevées, et pour des contraintes intermédiaires, la déformation plane est le mode de rupture dominant. A des faibles contraintes et vitesse de propagation de fissure, des zones de clivage fragile ont été observées sur les surfaces de rupture de déformation plane pour les deux alliages. Le clivage fragile était plus prononcé sur l'éprouvette 7075-T6 que pour 2024-T3. Les modes de rupture de clivage tendent à apparaître de manière superposée devant une fissure de fatigue en propagation [149]. Les photomicrographies de l'alliage 2024 T3 dans le stade II montrent un profil de rupture de semi-clivage constitué des rides ainsi que des facettes de clivage (figure III.13-a).

Pour l'alliage 6082 T6, les faciès de rupture révèle une rupture ductile transgranulaire. Les faciès de rupture de fatigue présentaient des zones relativement lisses, dans la deuxième zone de propagation (figure III.13-j), contenant des marques périodiques distinctes généralement désignées sous le nom de traces de pneus [150] parce qu'elles ressemblent souvent aux traces laissées par un pneu. Ces rangées de marques parallèles sont le résultat d'une particule (ou d'un ensemble de particules) sur une surface de rupture de fatigue qui est successivement imprimée dans la surface. La figure III.13-j montre également l'apparition de particules clivées dans les vides et la formation de micro-vides largement dispersés autour des particules de seconde phase.

Pour l'alliage 5083 H111 et lors des essais dans les conditions du laboratoire, des fissures de fatigue sont amorcées préférentiellement sur les surfaces libres de l'échantillon à des discontinuités telles que des lignes de glissement, des marques de polissage ou d'usinage et des précipités ou des inclusions. Ceci est illustré sur la figure III.13 (l) à (m). Une fois initiée à la surface libre (aux inclusions (Figure III.13-l), les fissures se propageaient rapidement pendant les essais, suivies d'une rupture ductile finale (figure III.13-m) lorsque la section restante de l'échantillon ne pouvait plus supporter la contrainte appliquée.

III.4. Conclusion

Le champ d'étude dans ce chapitre a été focalisé sur l'influence de la microstructure des différentes nuances d'alliage d'aluminium, à savoir 2024 T3, 7075 T6, 6082 T6 et 5083 H111, sur les propriétés mécaniques et le comportement en fatigue de ces alliages. Les principaux essais de caractérisation mise en œuvre sont, les essais de tractions, mesure de microdureté et résistance à la fissuration par fatigue. Les différents alliages étudiés présentent des teneurs en éléments d'additions différentes, ce qui a permis de s'affranchir des différences de comportement mécanique.

Les conclusions principales tirées de l'étude sont :

- 1- La limite élastique des alliages de traitement thermique est plus élevée que celle des alliages de durcissement par écrouissage.
- 2- La microdureté des alliages de traitement thermique est plus faible que celle des alliages de durcissement par écrouissage
- 3- La vitesse de fissuration par fatigue est remarquablement faible pour les alliages 6082-T6 et 5083-H22 que celui du 2024-T3 et 7075-T6 pour : d'un part, la distribution non dispersive de l'élément secondaire des deux premiers alliages alors que dispersive pour les deux autres alliages rend les derniers plus résistants. Et d'autre part, la présence du silicium Si et le manganèse Mn dans les deux premiers alliages affaiblit la résistance à la fatigue, par contre le magnésium et le cuivre génèrent des précipités plus résistantes.
- 4- La ductilité, caractérisée par l'allongement, joue un rôle primordial dans la résistance à la fatigue pour les différents nuances, plus ils sont ductiles plus ils sont résistants.

En résumé, nous constatons que la résistance à la fatigue est influencée par plusieurs facteurs entre autres : la microstructure et les propriétés mécaniques mais aussi la nature et la distribution de l'élément de la phase secondaire qui a une importante sensibilité aux éléments d'addition.

La parfaite maîtrise des résultats trouvés ci-dessus pour les différents alliages d'aluminium va nous permettre d'éclaircir tous les phénomènes gouvernant le couplage microstructure/comportement en fatigue pour entamer le dernier chapitre du comportement électrochimique et du fatigue corrosion de ces alliages.

Chapitre IV

Comportement électrochimique et dégradation mécanique des différents matériaux

IV.1.	Introduction	94
IV.2.	Test EXCO sur les alliages 2024, 7075 et 5083	94
IV.2.1.	Inspection visuelle	94
IV.2.2.	Etat de la microstructure	95
IV.2.3.	Propriétés mécaniques résiduelles après le test EXCO	100
IV.2.4.	Fatigue-corrosion exfoliante	102
IV.3.	Test IGC pour l’alliage 6082	111
IV.3.1.	Etat de la microstructure	111
IV.3.2.	Propriétés mécaniques résiduelles après le test IGC.....	114
IV.3.3.	Fatigue-corrosion intergranulaire	115
IV.4.	Conclusion	116

IV.1. Introduction

Après la présentation des caractérisations des différents matériaux, 2024 T3, 7075 T6, 6082 T6 et 5083 H111 dans le deuxième et troisième volet de ce manuscrit, ce chapitre constitue la dernière étape de la démarche suivie pour étudier l'effet du couplage matériau/milieu corrosif sur la tenue mécanique et sur le comportement en fatigues de ces matériaux, depuis la corrosion de surface jusqu'à la fatigue corrosion.

Il a donc pour objectif de présenter une étude de la corrosion exfoliante et la corrosion intergranulaire, et de voir l'influence de ces derniers sur l'état de la microstructure et sur les propriétés mécaniques des alliages d'aluminium étudié, afin de pouvoir corréler l'influence du couplage matériaux/milieus sur la tenue en fatigue de ces alliages.

Les deux phénomènes de corrosions (exfoliante et intergranulaire) font l'objectif principal de ces travaux de thèse, parce qu'ils sont les plus fréquemment observés pour les alliages d'aluminium à haute résistance. Aussi, la corrosion exfoliante est une forme particulière de la corrosion intergranulaire souvent observée à la surface des matériaux. Nous notons que l'alliage 6082 est pratiquement insensible à la corrosion exfoliante, c'est pour cette raison que nous avons prévue l'étude de la corrosion intergranulaire pour cet alliage.

Pour une question de clarté, les résultats obtenus seront discutés par test électrochimique, c'est-à-dire, nous allons développer les résultats des essais de la corrosion exfoliante sur les nuances 2024 T3, 7075 T6 et 5083 H111, en premier lieu. Ensuite, les essais de la corrosion intergranulaire sur la nuance 6082 T6 seront discutés en second lieu.

IV.2. Test EXCO sur les alliages 2024, 7075 et 5083

IV.2.1. Inspection visuelle

L'évolution du degré de corrosion au cours d'un test de corrosion est un premier indice pour estimer l'évolution de la sévérité et de la dégradation pendant l'immersion. Plusieurs photos ont été prises (annexe jointe) pendant l'immersion des éprouvettes et des échantillons dans la solution sur une durée bien définie pour chaque nuance (voir le chapitre II). Lors du suivi de l'évolution de l'état des échantillons 2024 T3, 7075 T6 et 5083 H111 plusieurs remarques ont été enregistré et notés comme suit :

- Nous verrons qu'il y a une apparition des bulles sur les trois surfaces des trois nuances et cela revient à la réaction entre la couche d'alumine et l'oxygène.
- Après 12h d'exposition une augmentation de l'apparition des bulles a été remarquée avec un changement de couleur du liquide
- Après 24H d'exposition une dégradation des surfaces des échantillons plus au moins visible à l'œil nue et des particules dans le fond du récipient ont été remarquées.

Après les durées d'exposition de 96H, 72H et 48H pour les alliages 2024, 5083 et 7075 successivement nous faisons une évaluation des échantillons, conformément à la norme ASTM G34, immédiatement après l'arrêt de l'exposition alors que les échantillons sont encore humides. Les figures suivantes illustrent des photomacrographies des échantillons attaqués.

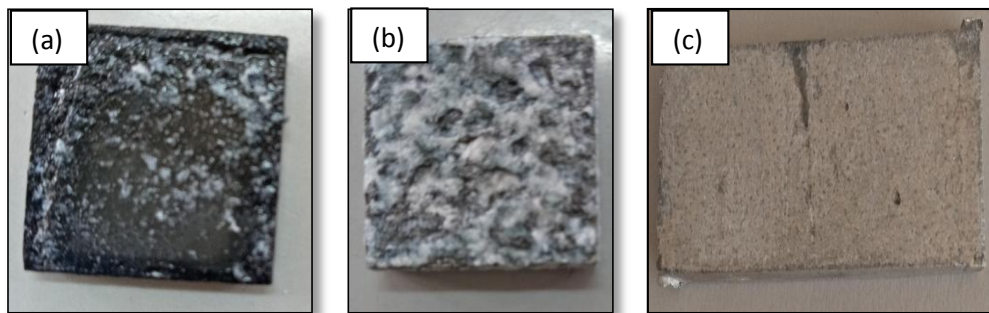


Figure IV.1 : Photomacrographies des échantillons : a) 2024-T3, b) 5083 H111 c) 7075-T6.

Nous observons dans la figure IV.1 que pour les deux alliages 2024 T3 et 5083 H111 qu'il y a une sévère corrosion exfoliante avec une notation de la performance ED, tandis que pour l'alliage 7075 T6 la notation de la performance est EB. Aussi, une perte massive considérable a été enregistrée pour les deux alliages.

IV.2.2. Etat de la microstructure

La morphologie des alliages a été étudiée par observation au microscope optique après l'attaque de corrosion exfoliante. Ces observations ont été réalisées pour révéler la dégradation des surfaces attaquées et ce qui va servir ensuite à justifier les propriétés mécaniques trouvées.

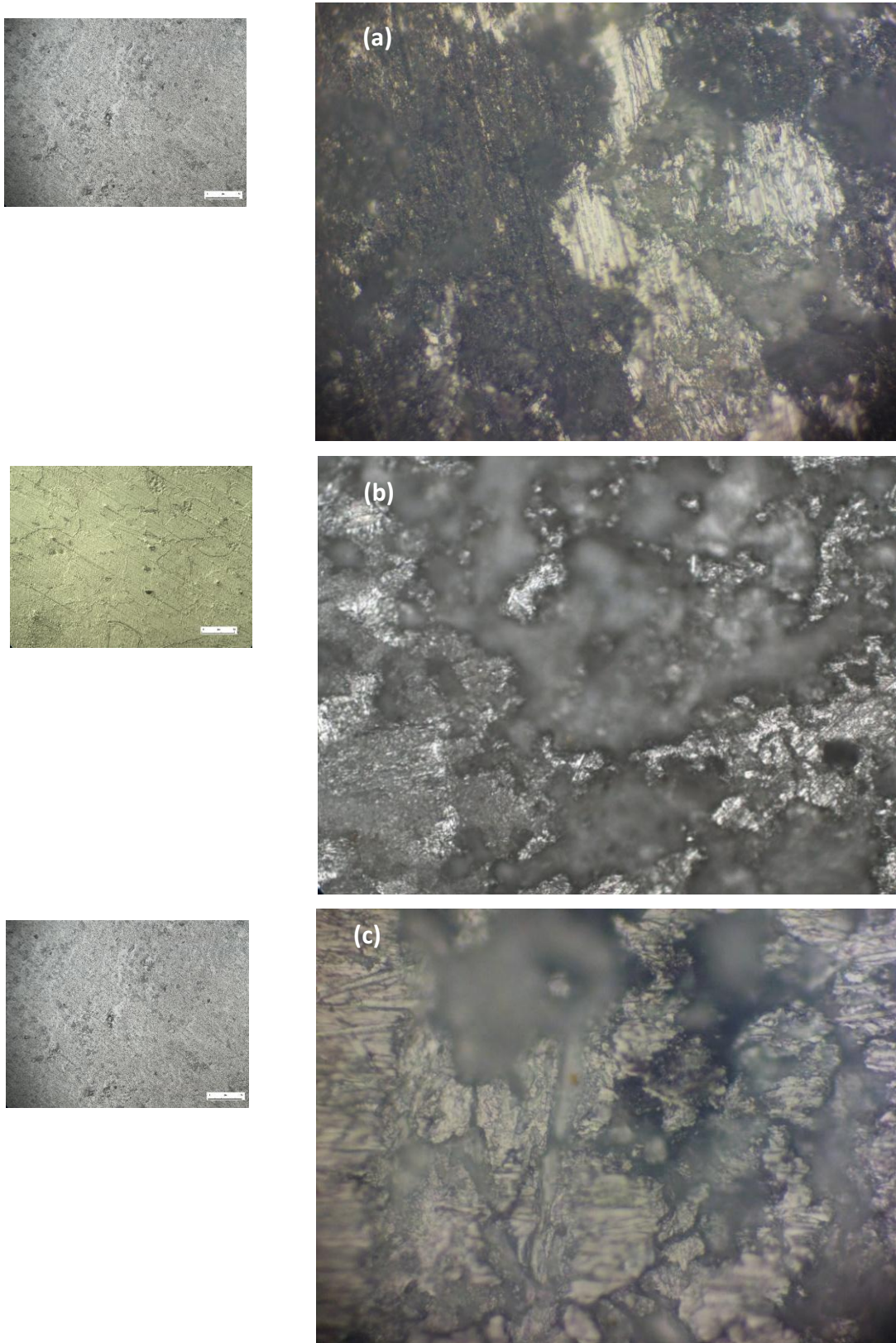


Figure IV.2 : *Micrographies optiques de la surface attaquée des différents matériaux :*

a) 2024 T3, b) 7075 T6 et c) 508 3H111 (500X).

Sur la figure IV.2 les micrographies optiques des surfaces des trois matériaux après le temps approprié d'immersion dans la solution d'attaque sont présentées. A la différence des photomicrographies des matériaux sains de la figure III.1 (chapitre III), qui sont présentées en miniature au côté gauche de la figure IV.2, les surfaces sont très dégradées et l'attaque est généralisée, ce qui met en évidence une dépassivation des matériaux, produite par la dissolution chimique du film passif due à une alcalinisation du milieu.

Pour l'alliage 7075-T6, une séparation visible du métal en feuilles assez continues et une surface plus dégradée ont été remarqués et illustrés dans la figure VI.2-b. Les photos révèlent une forte attaque au niveau des particules intermétalliques mixtes. Dans ces précipités on observe une dissolution sélective d'une partie de la particule. Ces zones sont anodiques par rapport à la matrice et par rapport au reste de la même particule. On peut déduire que les phases nobles de la particule doivent avoir un potentiel de corrosion proche de celui de la matrice car celles-ci (phases nobles et matrice) ne sont pas attaquées. Après la dissolution des particules intermétalliques en surface sous l'effet du couplage galvanique [151], le film passif de la matrice contrôle le processus de corrosion de l'alliage 2024.

Pour l'alliage 2024, les photomicrographies révèlent que l'attaque sur les particules intermétalliques et sur la matrice n'est pas significative. Mais on observe une attaque sélective sur les petits précipités riches en Cu.

Pour l'alliage 5083, une forte attaque dans toute la surface a été révélée, et multitude types de corrosion a été remarquée, à savoir la corrosion exfoliante et la corrosion par piqure. Aussi une perte massive a été enregistrée pour cet alliage plus que les deux autres. L'attaque a été sélective sur les précipités grossiers riches en Mg.

Après l'étude de la morphologie des alliages corrodé par des observations microscopiques optiques, une étude détaillée de la microstructure par MEB couplé un EDX pour mieux comprendre l'effet de la corrosion exfoliante sur les différents échantillons. Les figures suivantes présentent les photomicrographies MEB de la surface des alliages 2024-T, 7075-T6 et 5083 H111 obtenues après l'immersion dans la solution EXCO.

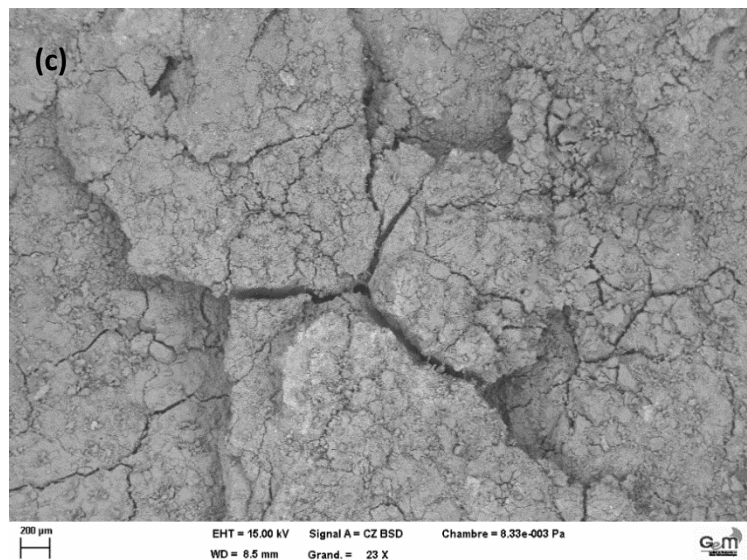
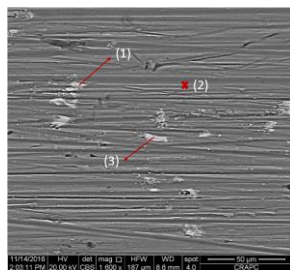
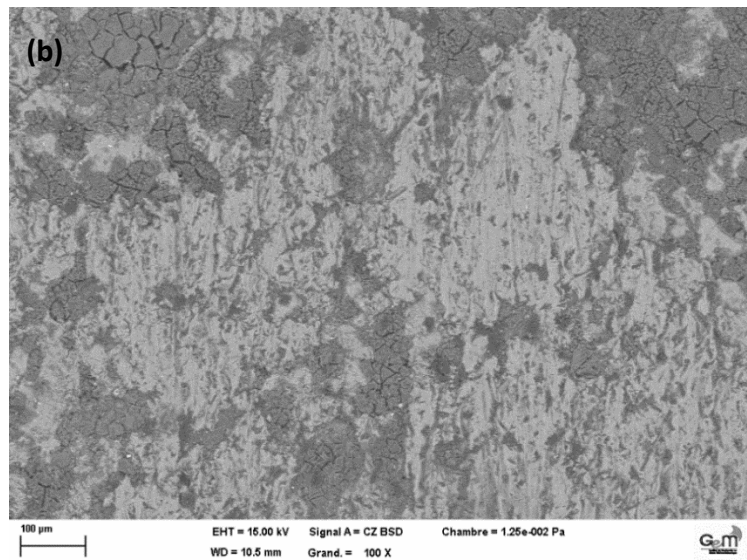
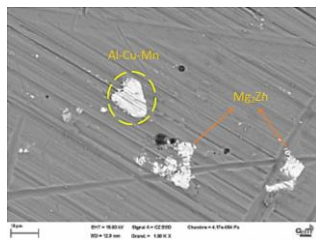
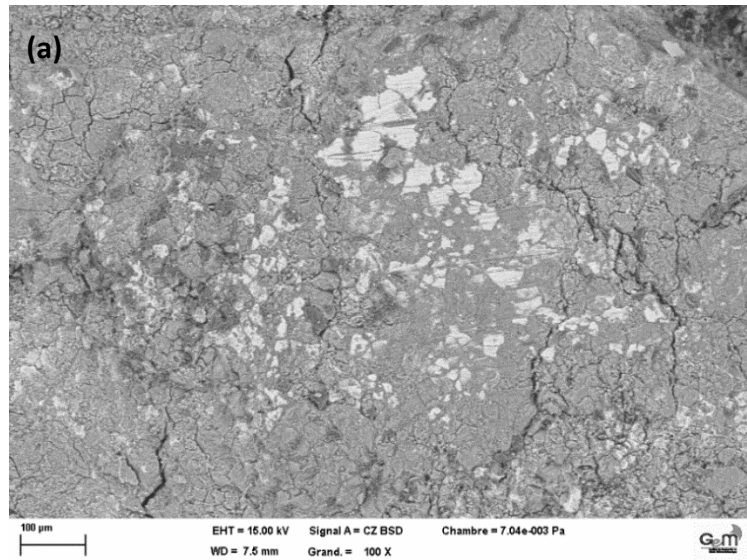
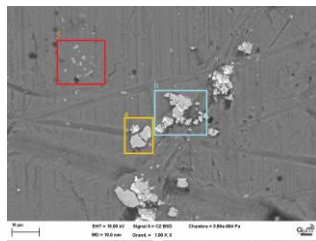


Figure IV.3 : Photomicrographies MEB des échantillons : a) 2024 T3, b) 7075 T6, c) 5083 H111 après l'attaque EXCO.

La figure IV.3 montre les images MEB des différents matériaux dans la solution EXCO après un temps bien défini d'immersion. Pour l'alliage 7075 T6, figure IV.3-b, les zones d'appauvrissement en magnésium et en zinc offrent souvent l'opportunité d'une attaque intergranulaire et feuilletante [152]. Par conséquent et pendant le processus de corrosion, celle par piqûres se produit d'abord aux joints de grains, puis elle se propage le long de la limite de grain parallèlement à la surface de l'alliage, le produit de corrosion s'accumule dans les grains et soulève la surface. Nous voyons que le degré d'exfoliation est superficiel et la morphologie d'exfoliation apparaît comme des cloques locales parce que la phase $\eta(\text{MgZn}_2)$ est bien répartie en raison du traitement thermique de sur-vieillessement (T6) et que la corrosion intergranulaire peut être dissuadé par cette phase [153].

La corrosion de l'alliage 2024 T3 commence sous la forme des piqûres. Ces piqûres commencent à apparaître dès 15 minutes d'exposition et se trouvent principalement à des intersections des fissures présentes dans la couche protectrice d'oxyde de surface sous forme de bulle d'air que nous avons déjà constaté visuellement. Plus le temps d'exposition augmente, plus les piqûres deviennent plus profonds et commencent à être connectés par un réseau de chemins de corrosion intergranulaires [154]. Ce processus d'interactions pique-à-pique conduit au regroupement et à la coalescence des piqûres (figure IV.3-a). A partir de là, la corrosion ne pénètre pas profondément mais se propage sous la surface et provoque l'exfoliation des couches superficielles (figure IV.10-a). Ce type d'évolution des dommages, et plus particulièrement le réseau intergranulaire suivant la croissance des piqûres, est responsable du transport de la solution corrosive profondément dans le matériau, où il réagit en produisant de l'hydrogène.

Pour l'alliage 5083 H111, figure IV.3-c, nous avons remarqué que la corrosion exfoliante, pour cet alliage, est apparue tout d'abord comme des piqûres, puis il y a le déroulement des processus de la même façon de l'alliage 2024. Aussi, les observations MO et MEB révèlent que l'état de surface de l'alliage 5083 est la plus dégradée, donc il est le plus sensible à la corrosion exfoliante. L'absence des précipitations continues des particules intermétalliques le long des joints de grains est également responsable de la diminution de la résistance à la corrosion.

IV.2.3. Propriétés mécaniques résiduelles après le test EXCO

L'objectif des essais de traction sur les éprouvettes pré-corrodés est de comprendre l'influence de la corrosion exfoliante des alliages d'aluminium 2024, 7075 et 5083 sur les propriétés mécaniques ce qui va nous amener ensuite à faire une étude comparative du comportement des différents matériaux vis-à-vis ce type de corrosion. Le tableau suivant englobe les principales caractéristiques mécaniques pour les trois nuances d'alliage d'aluminium après l'attaque de corrosion exfoliante.

Tableau IV.1 : Caractéristiques mécaniques pour les trois nuances après attaque.

Matériaux	R_e (MPa)	R_m (MPa)	k (MPa)	n
7075-T6	210	287	423	0.15
5083 H111	170	263	510	0.12
2024_T3	200	255	598	0.11

Pour éclaircir la différence entre les propriétés mécaniques des matériaux à l'état sain et après l'attaque de corrosion, les figures suivantes montrent une comparaison de ces propriétés, à savoir la limite élastique (σ_e), la limite maximale à la rupture (σ_m) et l'allongement (A), entre les deux états (sain et corrodé) pour chaque nuance d'alliage d'aluminium.

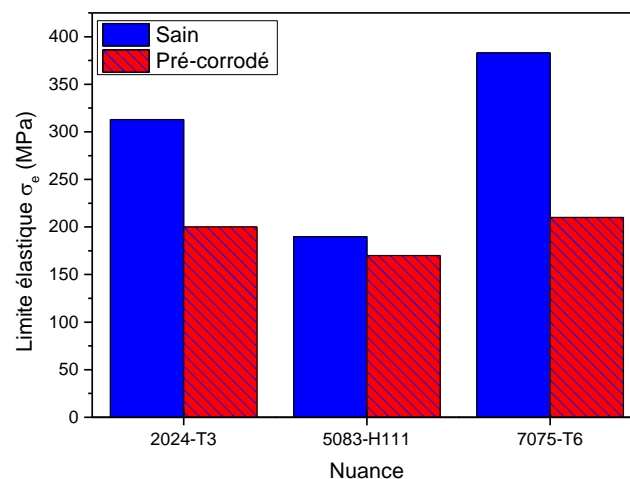


Figure IV.4 : Limite élastique pour les trois nuances après le test EXCO.

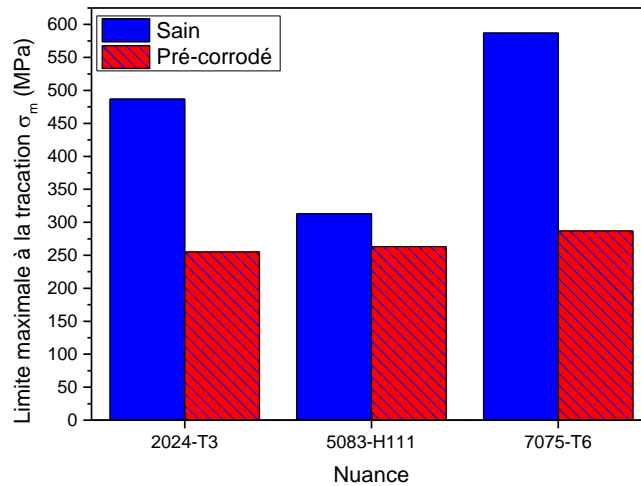


Figure IV.5 : Limite maximale à la traction pour les trois nuances après le test EXCO.

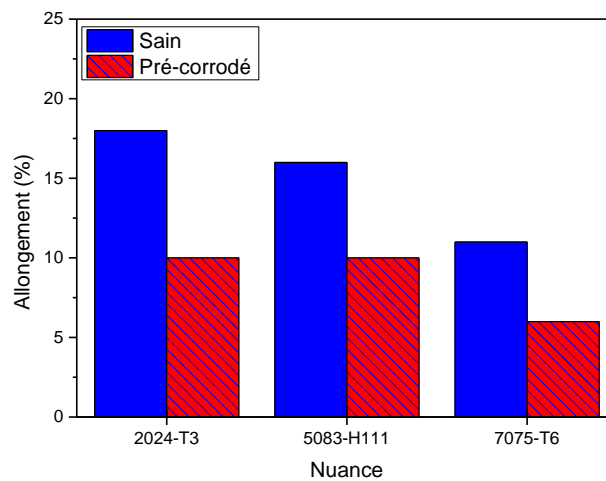


Figure IV.6 : Allongement pour les trois nuances après le test EXCO.

D'après les figures IV.3, 4 et 5, nous constatons clairement que la limite élastique, la limite à la rupture ainsi que l'allongement, des matériaux attaqués par la corrosion exfoliante sont diminuées par rapport à l'état sain du métal. Donc, l'endommagement de ces matériaux par ce type de corrosion se traduit par une chute des propriétés mécaniques.

Nous remarquons que les matériaux perdent d'une façon dramatique la ductilité après l'attaque de corrosion. La dégradation de la ductilité enregistrée est en accord avec l'existence d'un phénomène contrôlé par la diffusion volumétrique [155]. Ainsi, Pantelakis et al. [155] ont observé que la production d'hydrogène sous la surface pendant la corrosion exfoliante augmente avec le temps d'exposition. La perte de la ductilité s'explique par le fait qu'il existe un lien entre la quantité d'hydrogène produite qui augmente très rapidement et la surface disponible pour la pénétration de cet élément associée aux phénomènes de corrosion. L'hydrogène est initialement absorbé chimiquement. L'augmentation de la densité de sites

d'attaques avec le temps d'exposition en milieu agressif tend à justifier l'absorption d'hydrogène et sa pénétration volumique et à mettre en avant le lien entre fragilisation par l'hydrogène et corrosion exfoliante.

La chute des propriétés de la limite d'élasticité et de rupture pour les différents matériaux revient à l'état de surface affecté par la corrosion en y introduisant des défauts de corrosion de piqûres et d'exfoliation des feuilletts. La présence de ces défauts va dégrader ces propriétés mécaniques en réduisant sa capacité à supporter la charge (la zone corrodée n'est plus une zone portante) ainsi que par la concentration des contraintes au niveau des défauts de corrosion.

Il est clair que la variation de la résistance à la rupture était plus importante que la variation de la limite d'élasticité pour les trois nuances d'alliage d'aluminium. Donc, la résistance à la traction est un paramètre plus sensible à la corrosion exfoliante.

IV.2.4. Fatigue-corrosion exfoliante

Après l'étude de l'état de la microstructure et les effets de la corrosion exfoliante sur les propriétés mécaniques des différents alliages, nous rajoutons le dernier ingrédient, sollicitation cyclique, dans le couplage matériau/milieu. Donc, le terme fatigue corrosion, dans cette étude, s'applique lorsqu'un matériau, soumis à l'action d'un environnement chimique et de sollicitations mécaniques cycliques, subit une fissuration qui se différencie d'une rupture mécanique pure par fatigue. En d'autre terme, cette partie est consacré à l'étude des effets de la combinaison matériau/milieu/sollicitation cyclique.

Pour balayer les effets de cette combinaison, nous avons prévus des essais de fissuration par fatigue sur des éprouvettes CT pré-corrodés avec la même géométrie décrit dans le chapitre II. Ces essais permettent de rendre compte de l'effet de la corrosion exfoliante sur la tenue en fatigue vis-à-vis la microstructure des alliages d'aluminium 2024 T3, 7075 T6 et 5083 H111. Au cours des essais de fissuration, nous avons trouvés beaucoup de difficultés en terme de suivi de fissure à cause de l'état de surface très rugueux induite par la corrosion, et la méthode utilisé pour ce suivie (œil binoculaire) ne nous a pas permis de suivre la fissure adéquatement. Pour cette raison, nous avons monté un caméscope dans l'oculaire, et l'image sera acquis par l'écran et traité par un logiciel de traitement d'image. La figure IV.7 montre ce nouveau montage de suivi.

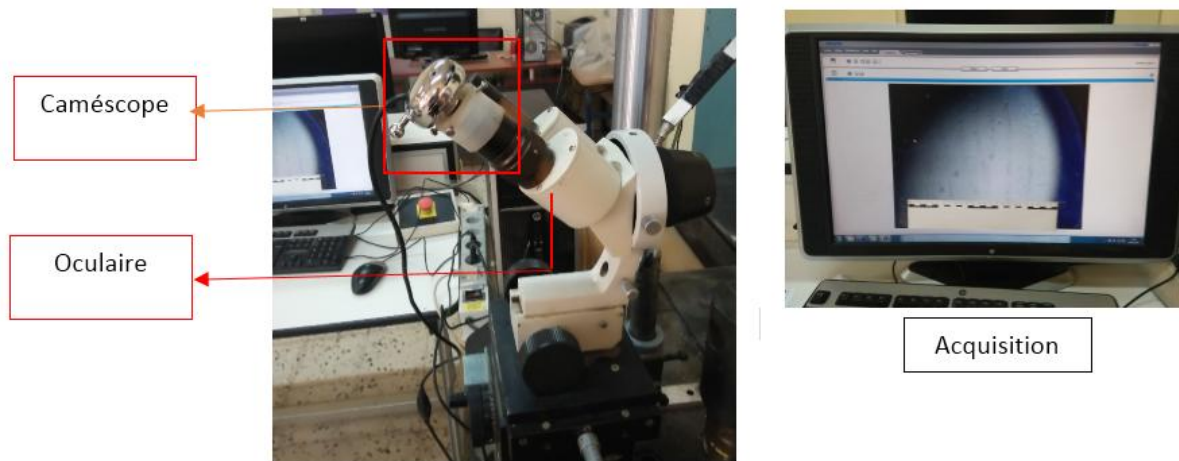


Figure IV.7 : Montage qui a permis le suivi de fissure après les tests de corrosion.

Les essais de fissuration, pour les éprouvettes pré-corrodés, se déroulent avec les mêmes conditions de travail que pour les éprouvettes à l'état sain.

La figure IV.8 présente la vitesse de propagation de fissure da/dN en fonction du facteur d'intensité de contrainte Δk de l'alliage 7075 T6 pour les deux états sains et corrodé. Pour pouvoir comparer ces résultats trouvés, nous fixons un niveau de Δk et un niveau de da/dN pour quantifier l'influence de la corrosion exfoliante sur la vitesse de fissuration.

Pour le même niveau de Δk ($8 \text{ MPa.m}^{1/2}$), la vitesse de fissuration pour l'éprouvette est égale à $4E^{-03} \text{ mm/cycles}$, en dernière phase du stade II (propagation stable), alors que la fissure de l'éprouvette saine n'est pas encore initiée. Et pour le même niveau de da/dN ($2E^{-04} \text{ mm/cycle}$), le facteur d'intensité de contrainte de l'alliage sain est de $\Delta k = 18 \text{ MPa.mm}^{1/2}$, et pour l'alliage corrodé $\Delta k = 5 \text{ MPa.mm}^{1/2}$.

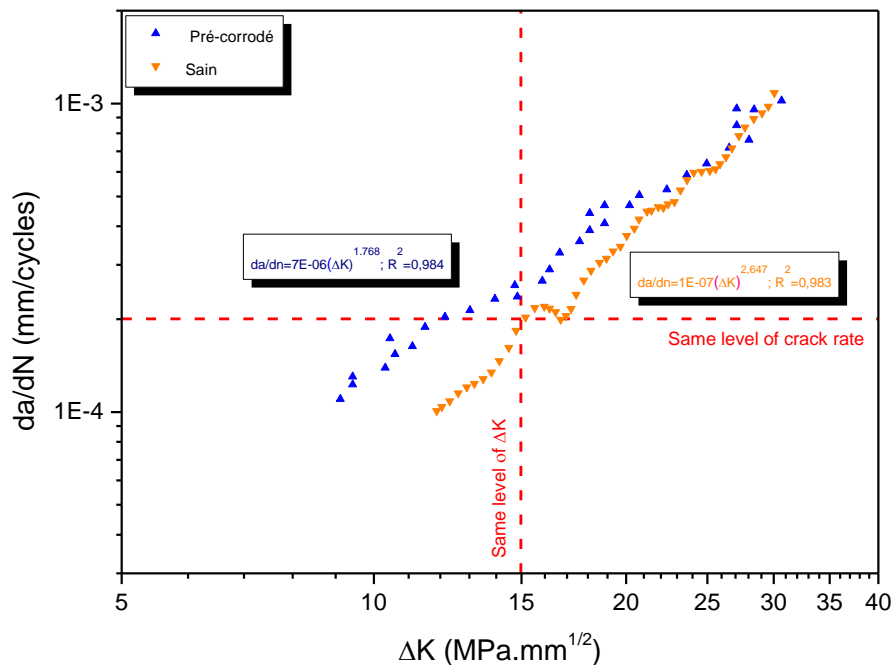


Figure IV.8 : Vitesse de propagation de fissure en fonction du facteur d'intensité de contrainte de l'alliage 7075 T6.

La fractographie de l'éprouvette pré-corrodé 7075 T6 est présentée sur les figures IV.9 et 10. La figure IV.9 montre qu'il y a une formation des zones endommagées de forme elliptique près de l'entaille, c'est à dire dans la zone d'amorçage. Nous observons aussi dans la même zone qu'il y a la formation de produit de corrosion. Cette constatation est confirmée par une analyse EDS, présentée par la figure IV.11, marquée par un point rouge dans la figure IV.10. Sur la base de la figure IV.9, nous notons qu'il existe également la corrosion par piqure le long de l'entaille avec une taille qui varie entre 100 jusqu'au 600 μm . Ces piqures sont des sites probables de déclenchement de fissure qui, par la suite, facilite l'amorçage de la fissure. La figure IV.9-a montre un exemple de canal de corrosion en profondeur de l'éprouvette marqué par un trait interrompu jaune. L'analyse EDS de ce canal a également révélé l'oxydation du matériau lors de son exposition à l'environnement agressif. La figure IV.10-b présente la vue agrandie, encadrée en vert, d'une zone proche du canal de corrosion. La nature non ductile des stries qui apparaissent dans cette zone ne reflète pas des stries de fatigue à l'air libre. Cela peut être dû à la présence de dépôts de corrosion et aux fortes contraintes (concentration de contraintes induites par les défauts de corrosion). Nous remarquons aussi, qu'il y a une naissance des microcavités près du canal de corrosion. Ces microcavités indiquent une forte déformation à proximité du canal.

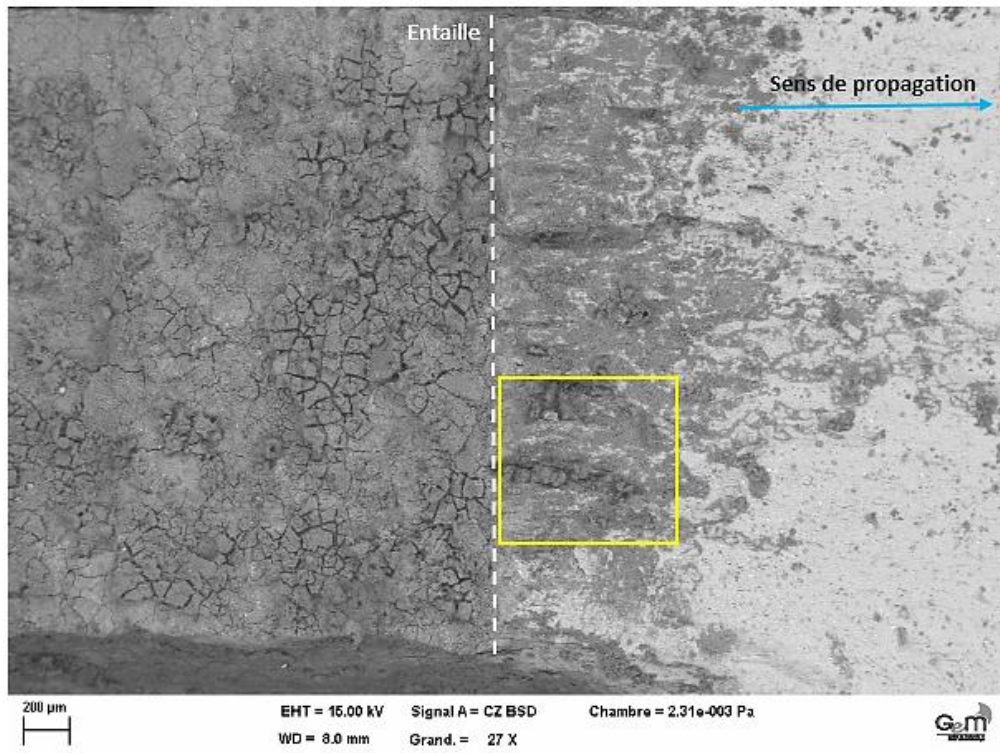


Figure IV.9 : Photomicrographie MEB du faciès de rupture de l'alliage 7075 T6.

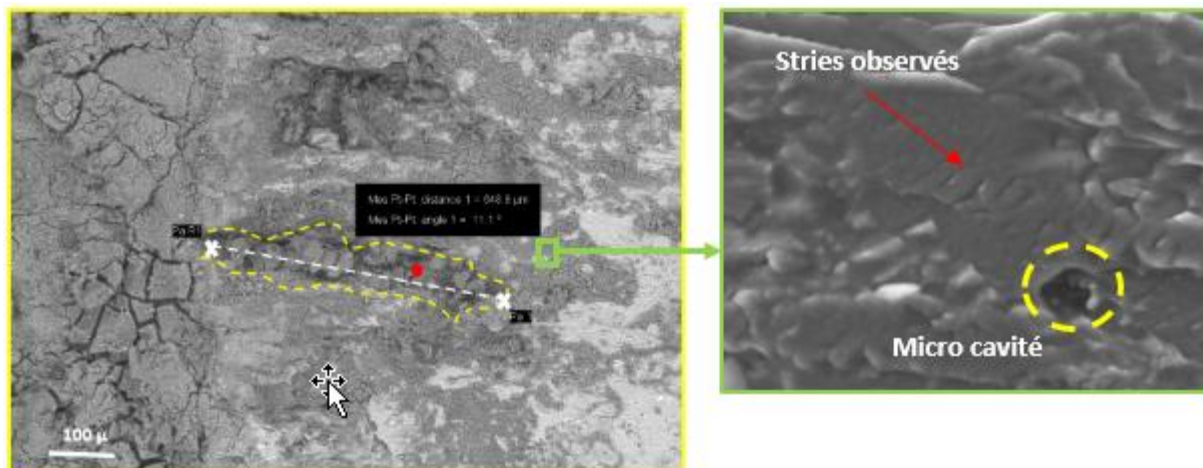


Figure IV.10 : Photomicrographie MEB de : a) la zone agrandie du canal de corrosion, b) agrandissement d'une zone proche du canal présentant les stries et les microcavités observés.

Cependant, l'analyse fractographique MEB de la deuxième zone, zone de propagation stable, des stries ductiles de fatigue qui dominent la propagation de fissure ont été remarqué dans la figure IV.12-a. Dans la même figure, nous pouvons remarquer qu'il y a une zone de rupture fragile près de l'extrémité de l'éprouvette. Cette zone est due à la fragilisation par hydrogène dans la surface du matériau.

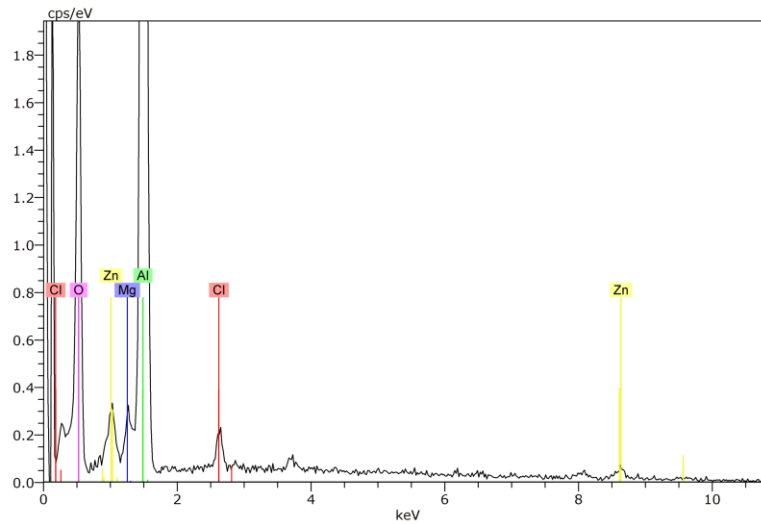


Figure IV.11 : Spectre EDS près d'un canal de corrosion.

La figure IV.12-b présente la photomicrographie de l'un des extrémités de l'éprouvette. Nous voyons qu'il y a une présence des piques de corrosion relativement grandes qui sont suivies, très souvent, par de longs canaux de corrosion. Il est clair, dans la même figure, que des feuillets continus ont été enlevés ce qui confirme que la corrosion exfoliante a entraîné aussi des canaux de corrosion.

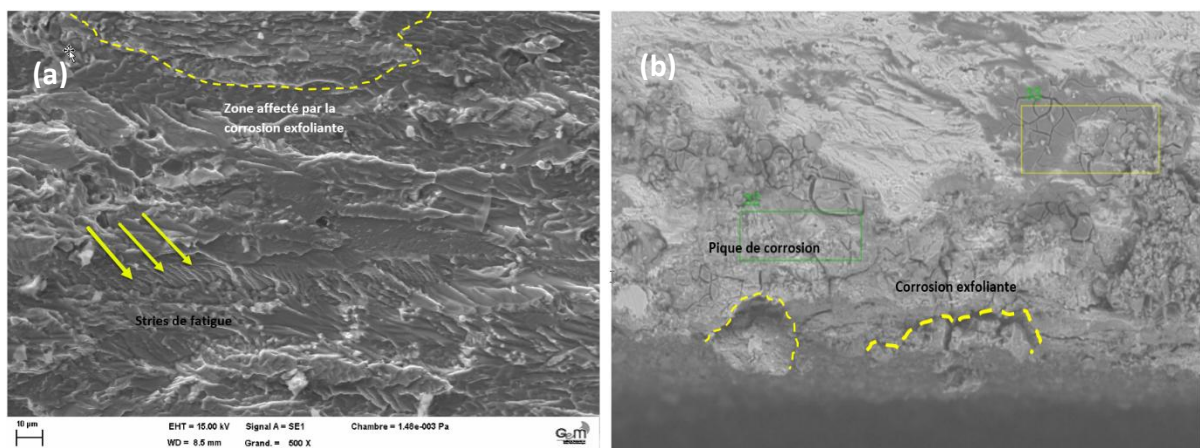


Figure IV.12 : Photomicrographie MEB : a) faciès de rupture dans le stade II, b) faciès de rupture près de l'extrémité de l'éprouvette.

Pour l'alliage 2024 T3, la figure IV.13 présente da/dN en fonction de ΔK . Nous pouvons clairement constater que la vitesse de propagation a été affectée par la corrosion exfoliante. La vitesse a été significativement diminuée par rapport à l'état sain du matériau. La corrosion a affecté la vitesse de propagation de l'alliage 2024 plus que l'alliage 7075.

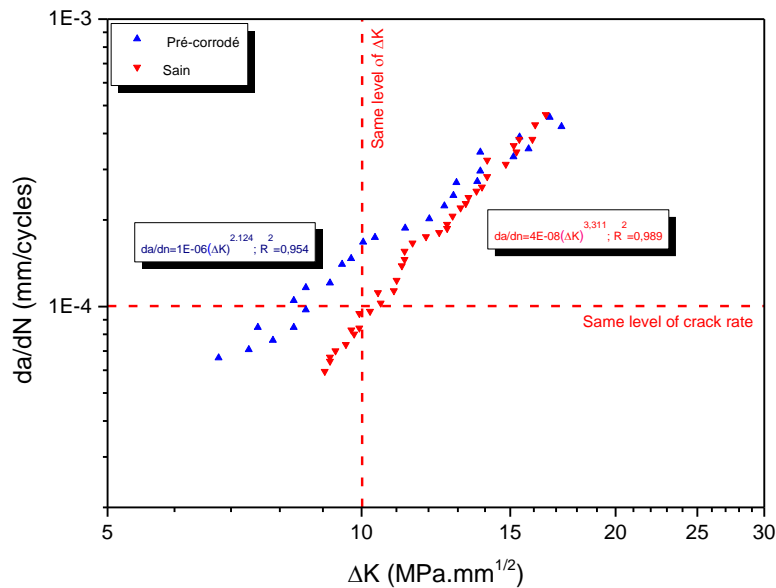


Figure IV.13 : Vitesse de propagation de fissure en fonction du facteur d'intensité de contrainte de l'alliage 2024 T3.

La caractérisation microstructurale de la corrosion des échantillons exposés à la solution EXCO, discuté précédemment, a montré la coexistence de la corrosion par piqûre et de la corrosion intergranulaire. La présence de ces deux types de corrosion facilite essentiellement l'apparition de fissures de fatigue et par conséquent réduit sensiblement la durée de vie en fatigue des éprouvettes corrodées, et ceci a été remarqué dans la figure IV.13.

L'analyse fractographique de l'alliage 2024 T3 sur la figure IV.14 a montré deux défauts dominant sur le faciès de rupture dans le stade d'initiation de fissure, l'un est dû à la corrosion par piqure et l'autre à la corrosion exfoliante. En allant plus loin de la première zone d'initiation (entaille), nous pouvons distinguer deux type d'aspect de surface de rupture, une zone de rupture de quasi-clivage (figure IV.15-a), se situe à la fin du premier stade, et une zone de rupture ductile un peu plus loin, comme le montre la figure IV.15-b. En considérant un effet synergique de la corrosion et de la fragilisation par l'hydrogène induite par la corrosion exfoliante, le comportement mentionné devient compréhensible.

D'après les résultats trouvés, l'effet de la corrosion exfoliante sur la résistance à la fatigue de l'échantillon 2024 T3 a été révélé par des essais de fissuration par fatigue et par les analyses fractographiques. L'augmentation de la vitesse de fissuration près du facteur d'intensité de contrainte seuil ΔK_s est favorisée par l'existence des sites de corrosion localisés agissant comme des emplacements de concentration de contrainte.

Donc, l'effet de la corrosion exfoliante sur la vitesse de propagation de fissure est plus prononcé pour les faibles valeurs de ΔK . Le comportement observé peut s'expliquer en considérant les mécanismes de fragilisation partielle des éprouvettes résultant de l'exposition à la corrosion. À des contraintes de traction plus élevées (valeurs de ΔK plus élevées), la fragilisation par hydrogène ne joue plus le rôle prédominant sur la vitesse de propagation, comme nous avons constaté dans la figure IV.13.

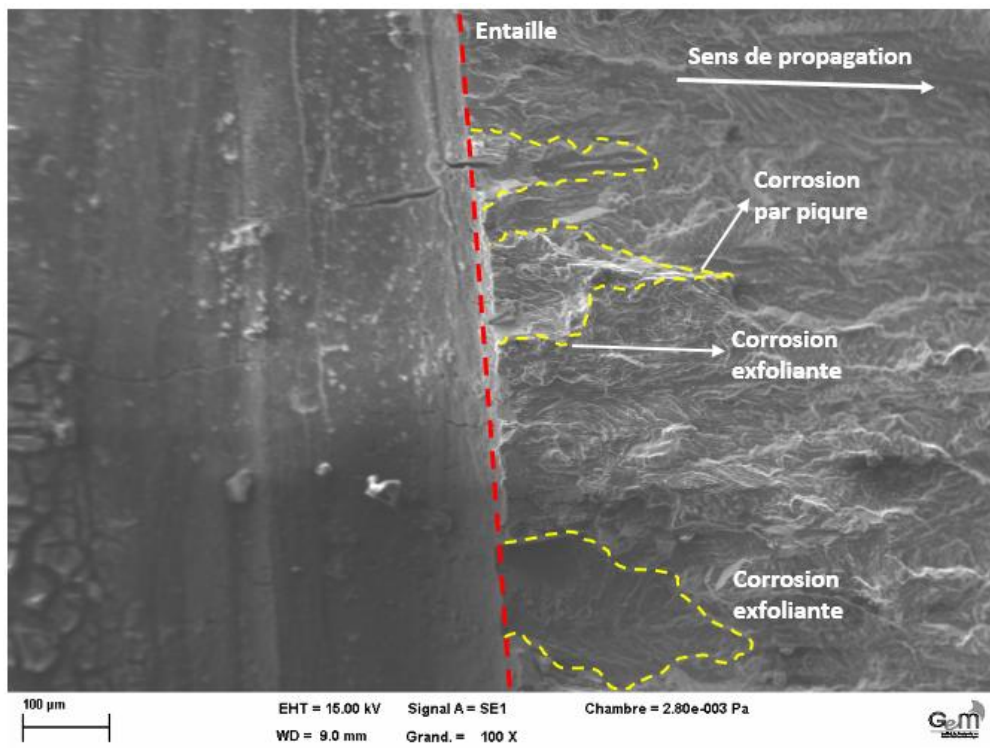


Figure IV.14 : Photomicrographie MEB du faciès de rupture de l'alliage 2024 T3.

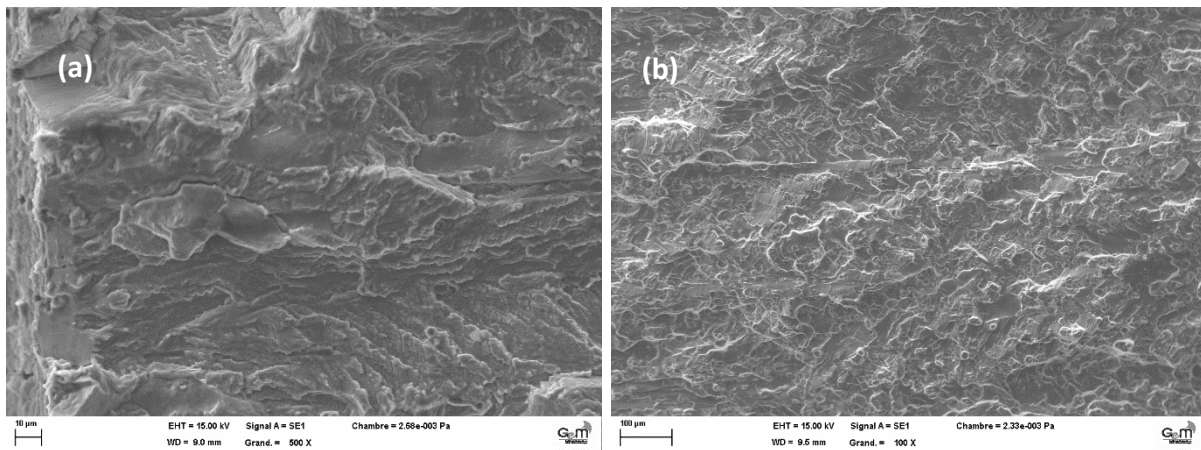


Figure IV.15 : Photomicrographie MEB de l'alliage 2024 T3 : a) zone de rupture quasi-clivage à la fin du stade I, b) zone de rupture ductile près du stade II.

La vitesse de propagation de fissure da/dN en fonction de Δk de l'alliage 5083 H111 est présentée dans la figure IV.16. Pour le même niveau de ΔK ($\Delta K = 6 \text{ MPa}\cdot\text{mm}^{1/2}$), la vitesse de fissuration a été baissée significativement avec $da/dN = 3\text{E}-04 \text{ mm/cycle}$ par rapport à l'état sain du matériau avec $da/dN = 1.5\text{E}-04 \text{ mm/cycle}$. Pour des valeurs de Δk plus élevées, nous voyons que plus en augmentant la valeur de Δk , plus la vitesse de fissuration de l'éprouvette pré-corrodée rejoint celle de l'éprouvette saine.

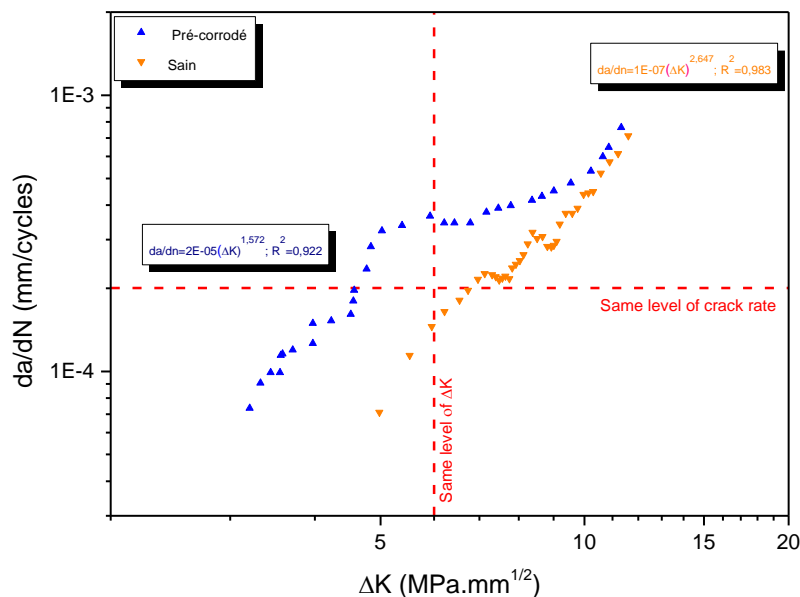


Figure IV.16 : Vitesse de propagation de fissure en fonction du facteur d'intensité de contrainte de l'alliage 5083 H111.

L'immersion de l'éprouvette de l'alliage 5083 H111 dans la solution EXCO avant les essais de fatigue a réduit de manière significative la vitesse de fissuration en fatigue. Cette diminution de la vitesse est provoquée par la présence de piqûres de corrosion à la surface de l'éprouvette. Ces piqûres se sont formées préférentiellement autour des particules de la seconde phase améliorant la dissolution de la matrice d'aluminium environnante.

Ainsi, la présence Mg libre observé sur les joints de grains entre les particules β est supposé favoriser l'absorption de l'hydrogène dans ces régions [156]. Cette hypothèse est soutenue par des études de perméation de l'hydrogène, qui montrent que les autres alliages purs exempts de Mg présentent une faible perméabilité limitée aux alliages dans lesquels la ségrégation du Mg s'est produite [157]. En fait, les alliages sans précipitation, trempés à l'état brut, présentant une ségrégation de Mg et une perméation maximale à l'hydrogène étaient immunisés contre la fatigue-corrosion [158]. Cette découverte suggère qu'un certain degré de précipitation des joints de grains est nécessaire pour la fatigue-corrosion des alliages d'aluminium contenant du Mg [156, 157, 158]. Il a même été suggéré que l'hydrogène absorbé provient de la dissolution anodique de la phase β elle-même, comme le prouve le dégagement d'hydrogène observé dans des conditions de dissolution anodique [156].

Dans nos expériences menées dans la solution EXCO dans des conditions de corrosion libre, les contributions de l'hydrogène et de la dissolution anodique à la fatigue-corrosion sont difficiles à séparer, car des taux importants de production d'hydrogène ne peuvent exister que lorsque la vitesse de dissolution locale ou globale est élevée, aussi, nous n'avons pas pu faire des essais de potentiel de corrosion. Les expériences menées en solution n'ont pas été spécifiquement construites pour élucider la contribution de l'hydrogène à la fissuration, et toute contribution qu'il pourrait avoir eu n'est pas évidente dans les résultats développés ici. Néanmoins, pour les essais de fatigue-corrosion pour cet alliage, il n'est pas nécessaire d'invoquer un effet hydrogène pour expliquer les observations expérimentales. Car l'état catastrophique de la microstructure, la présence de la corrosion par pique (figure IV.2-c), la corrosion intergranulaire et la corrosion exfoliante (figure IV.3-c) ont joués un rôle prédominant à l'augmentation de la vitesse de fissuration.

IV.3. Test IGC pour l'alliage 6082

IV.3.1. Etat de la microstructure

Afin d'étudier la microstructure induite par la corrosion intergranulaire de l'alliage 6082 T6 utilisé dans cette étude, un échantillon a été préparé pour un examen métallographique en utilisant les méthodes décrites au chapitre II. Cet échantillon a été examiné à l'aide d'un microscope optique et un microscope électronique à balayage.

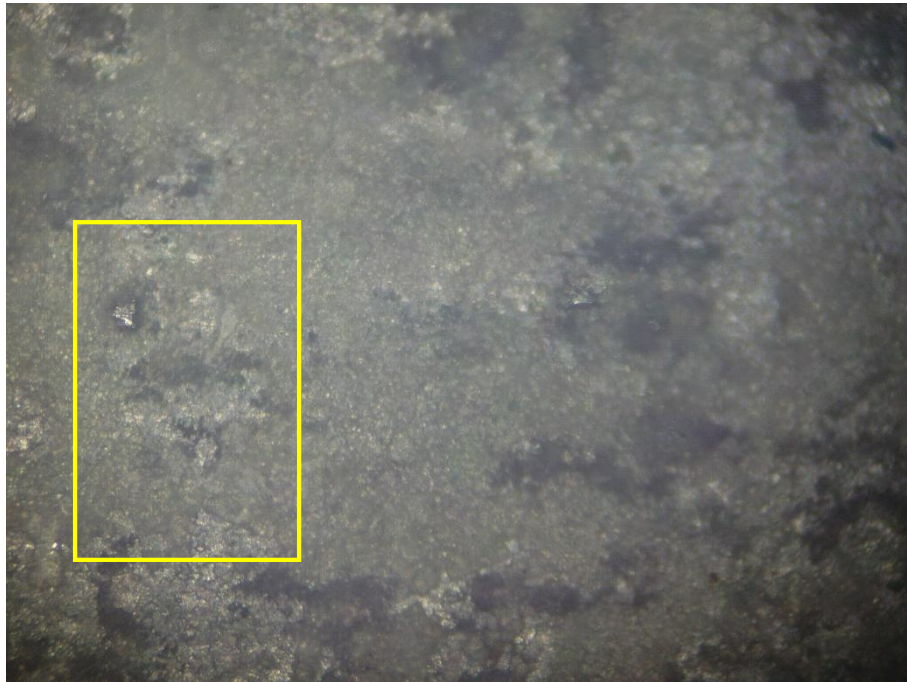


Figure IV.17 : Photomicrographie optique de la surface attaquée de l'alliage 6082 T6 (500X).

La figure IV.17 montre la photomicrographie de la surface de l'échantillon 6082 T6 après le test IGC. Comme nous pouvons le constater, il existe un développement de la corrosion intergranulaire localisée dans la surface de l'échantillon, qui est encadré en jaune à titre d'exemple. De ce fait, la corrosion intergranulaire généralisée sévère n'est pas développée, mais entre autre la corrosion localisée a formé des réseaux IGC comme nous pouvant le voir sur la même zone encadré. L'attaque de corrosion IGC a ciblé de manière sélective les joints de grains ou la zone environnante des zones corrodées. Les grains ou cristaux environnants ne sont pas corrodés. Il est aussi important de noter qu'il y a un développement de la corrosion par piqure plus au moins important dans la surface.

La figure IV.18 présente la photomicrographie MEB de l'échantillon 6082 T6 après le test IGC. Nous voyons que la surface n'est pas sensible à la corrosion intergranulaire généralisée. Il est aussi clair qu'il a une susceptibilité à la corrosion par piqûre dû au traitement thermique pour obtenir l'état T6 [159].

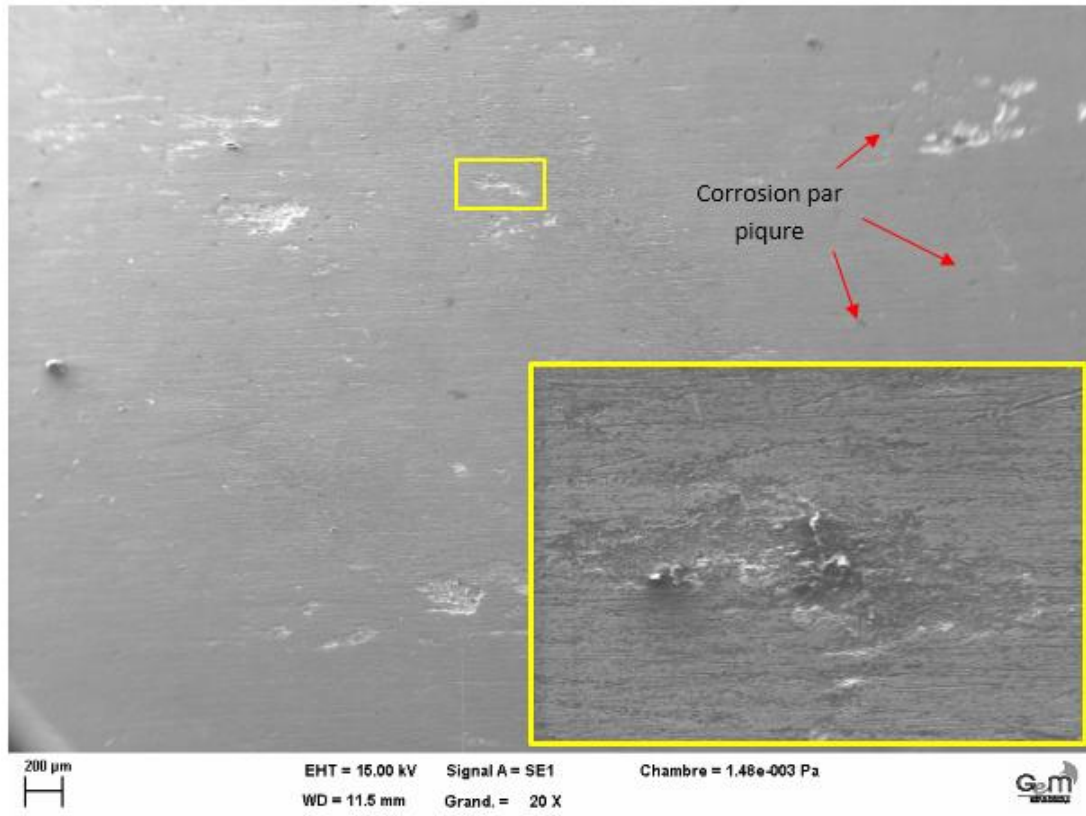


Figure IV.18 : Photomicrographies MEB de l'échantillon 6082 T6 après le test IGC.

G. Svenningsen et al [159], ont remarqué qu'il y a une réduction significative de la susceptibilité à la corrosion intergranulaire généralisée après le traitement thermique artificiel pour obtenir l'état T6, et cet état a confiné les attaques IGC aux sites localisés. Dans cette étude, nous avons travaillé avec le matériau à son état T6, c'est la raison pour lequel le matériau présente une certaine résistance à la corrosion intergranulaire généralisée.

La teneur du cuivre aussi faible que 0,1% en poids peut provoquer une précipitation d'une nouvelle phase Q et accroît la susceptibilité de la IGC pour certains rapports Mg/Si [160, 161]. L'alliage 6082, avec un rapport Mg/Si = 0,87 et contenant 0,13% de Cu, devient sensible à la IGC suite à un refroidissement lent dans l'air après extrusion, tandis qu'un refroidissement à vitesse plus élevée dans l'eau produit un caractère résistant à la IGC [159]. Ces phénomènes étaient respectivement corrélés avec la précipitation et l'absence de la phase Q le long des joints

de grains. Cette phase a une relation directe avec la teneur en cuivre, c'est la raison pour laquelle nous avons prévu une analyse cartographique de l'échantillon pour récolter le plus d'information à propos de la présence de la phase Q dans notre matériau. L'analyse cartographique est présentée dans la figure IV.19.

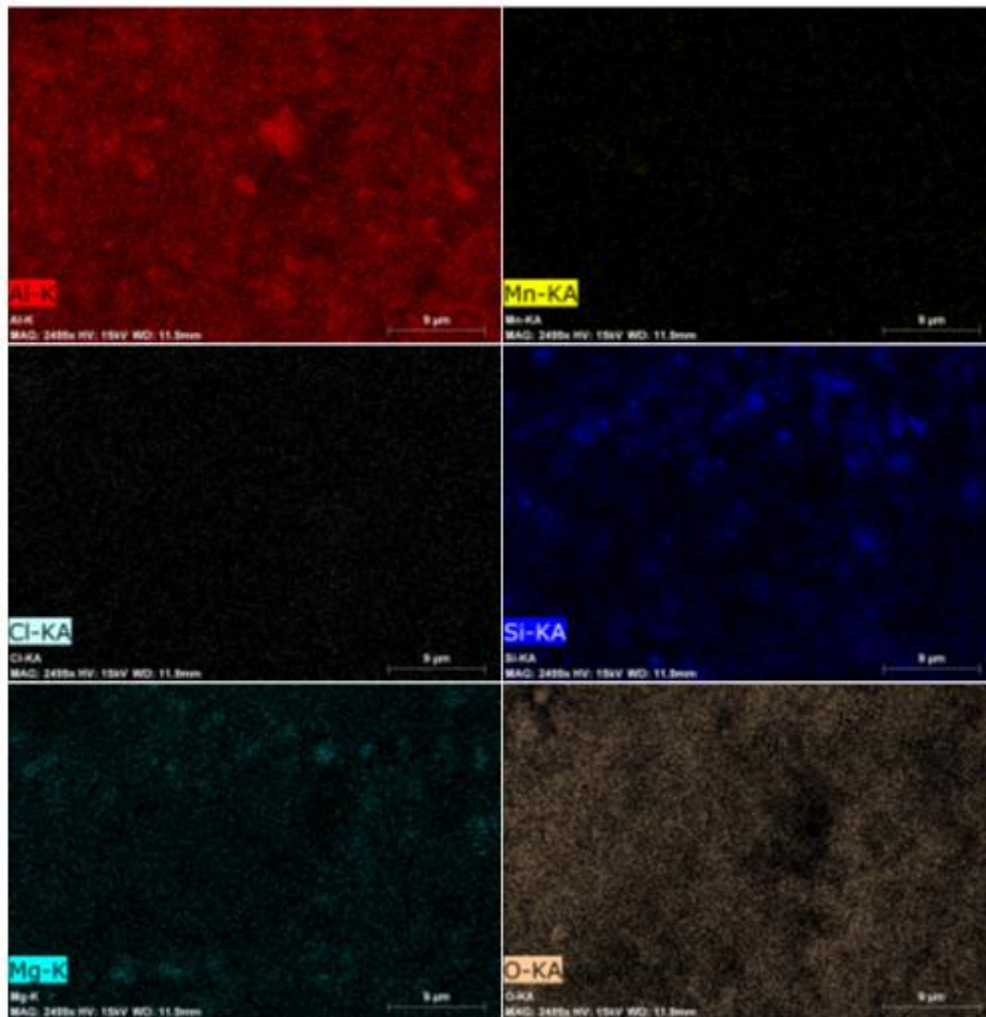


Figure IV.19 : Analyse cartographie X de l'échantillon 6082 T6 après le test IGC.

L'analyse cartographique a révélé la présence du silicium, le magnésium et la matrice aluminium, comme c'était prévu. La méthode a démontré la présence de l'oxygène et du chlore Cl ; c'est une évidence de la réaction de la surface avec la solution de corrosion. La sensibilité de la méthode ne nous a pas permis de détecter la présence du cuivre. Ainsi, et d'après les analyses EDS déjà faite dans le chapitre II, la teneur du cuivre a été trouvé 0.1% en poids. Donc, c'est une affirmation de ce que nous avons constaté que le matériau présente une résistance à la corrosion intergranulaire généralisé.

IV.3.2. Propriétés mécaniques résiduelles après le test IGC

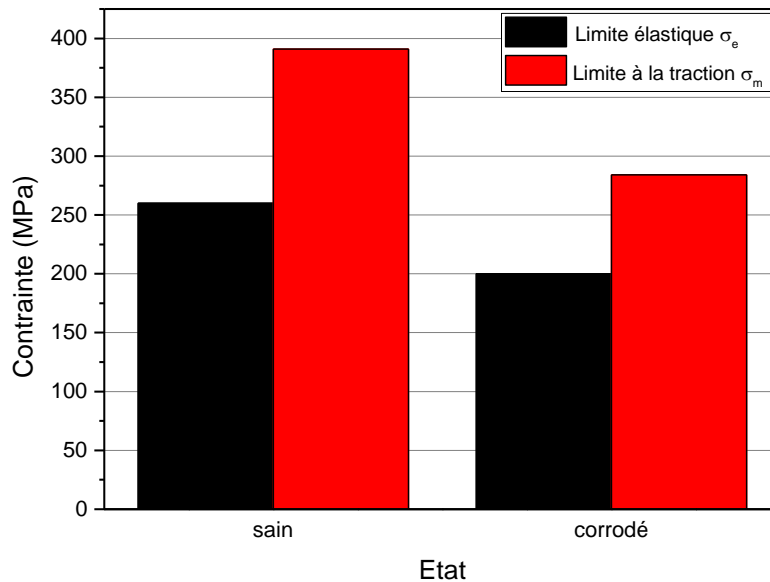


Figure IV.20 : Limite élastique et limite maximale à la traction de l'alliage 6082 T6 après le test IGC.

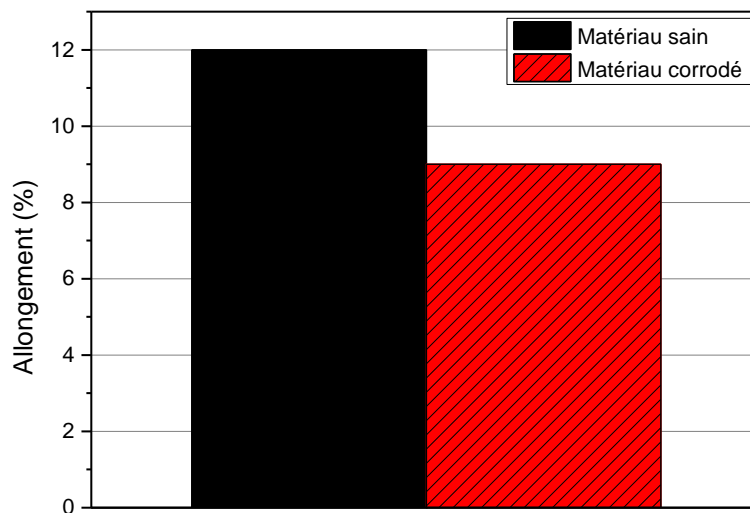


Figure IV.21 : L'allongement de l'alliage 6082 T6 après le test IGC.

Sur la figure IV.20, les propriétés mécaniques, à savoir la limite élastique et la limite maximale à la traction, sont affectées par la corrosion intergranulaire. L'endommagement de la limite d'élasticité est évalué à 24% de la valeur du matériau sain. Tandis que l'endommagement de la limite à la traction est évalué à 28%. Pour l'allongement, sur la figure IV.21, l'endommagement est estimé à une valeur de 25%. Nous constatons que l'attaque IGC a influé sur les propriétés mécaniques presque de la même façon. Cette chute des propriétés mécaniques est suggérée comme un résultat de la décohésion des grains par une consommation des joints de grain dû à l'attaque intergranulaire de corrosion.

M. Stoknes et al. [162], ont trouvé que pour les alliages 6082 avec un teneur en cuivre de 0,3% en poids, et en Zinc de 0,6% apparaissent très sensibles à l'attaques IGC. Tandis qu'ils ont observés que la teneur de 0% en poids de Zn diminue la sensibilité du matériau à l'attaque IGC. Ils ont également trouvé que la quantité de Zn semble donner les meilleures combinaisons de propriétés mécaniques élevées et de résistance à la corrosion intergranulaire IGC satisfaisante. De ce fait, et comme la teneur en Zinc de notre matériau est de 0% en poids, l'attaque IGC n'a pas dégradé les propriétés mécaniques de manière catastrophique.

IV.3.3. Fatigue-corrosion intergranulaire

La figure suivante présente la vitesse de fissuration da/dN en fonction de ΔK de la nuance 6082 T6 après l'attaque IGC. L'effet néfaste du test de corrosion IGC sur la vitesse de fissuration en fatigue est évident.

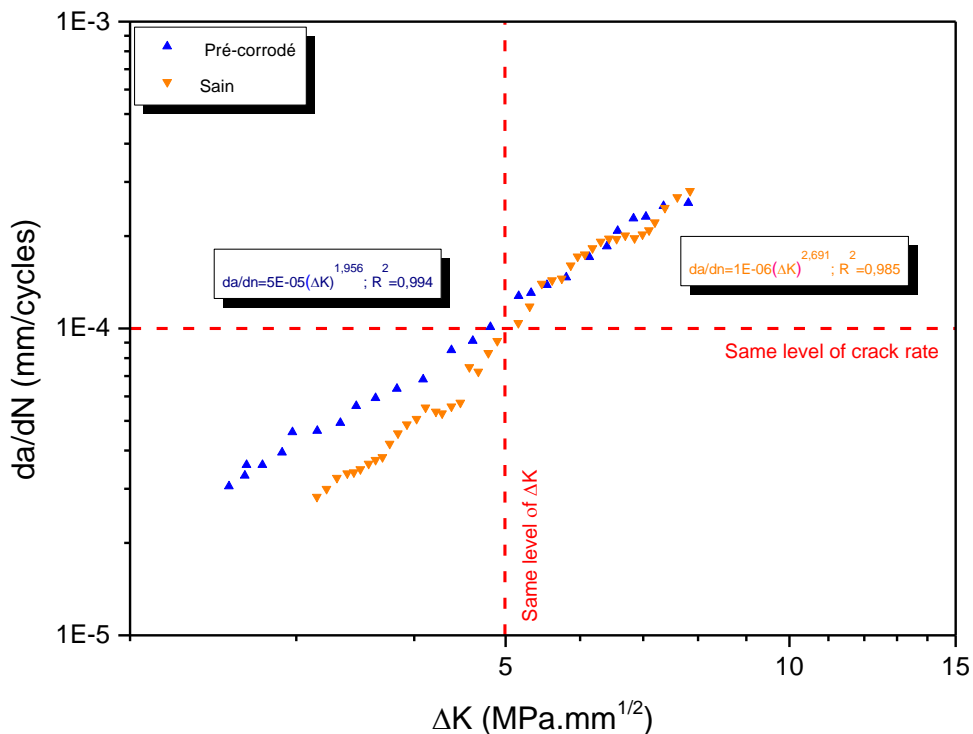


Figure IV.22 : Vitesse de propagation de fissure en fonction du facteur d'intensité de contrainte de l'alliage 6082 T6.

Sur la lumière des photomicrographies optique et MEB des figures IV.17 et 18, plusieurs effets de l'environnement de corrosion sur le mécanisme de fatigue peuvent être identifiés. Parmi ces effets, la présence des sites probables d'initiation de fissure de l'attaque localisée sur

la surface due à la corrosion par piqure. Ces sites d'attaque localisée sont très probablement dus à la corrosion au voisinage d'une agglomération de dispersoïdes et/ou de l'élément de la phase secondaire. La formation des piqures a affecté les joints de grains qui sont près de la surface, ce qui a conduit à une attaque de corrosion intergranulaire. Le début de la fissuration par fatigue sur la surface serait donc facile à apparaître à la suite des piqures et d'attaques intergranulaires semblables. Un mécanisme de corrosion similaire a été rapporté sur un alliage d'aluminium 6111 avec une faible concentration en cuivre [163]. Ce mécanisme de corrosion semble être amplifié par la charge cyclique survenant lors des essais de fatigue, ce qui conduit à une initiation et à une rupture prématurée des fissures intergranulaires. Le rôle de la solution saline et de l'attaque corrosive au cours de la propagation de fissure de fatigue du stade II (régime de Paris) est évident, la figure IV.22, jusqu'à un niveau de ΔK égale à $6 \text{ MPa}\cdot\text{mm}^{1/2}$, ensuite les deux courbes de fissuration se rejoignent et la corrosion IGC ne prends plus d'effet. Comme les étapes d'amorçage et de propagation des fissures ne sont pas étudiées de façon indépendante, le rôle exact de la corrosion pour chaque étape du processus de fatigue n'est pas connu, mais on s'attend à ce que le processus d'amorçage des fissures de fatigue soit plus sévèrement affecté.

IV.4. Conclusion

Les effets de la corrosion exfoliante et la corrosion intergranulaire sur la microstructure, les propriétés mécaniques et le comportement en fatigue des alliages d'aluminium 2024 T3, 7075 T6, 6082T6 et 5083 H111 ont été étudiés et comparés. Les principaux résultats du présent chapitre peuvent être résumés comme suit :

- Le développement de la corrosion par piqure pour les deux types de corrosion était à l'origine de la formation de ces deux types de corrosion. Les piqures formées sur la surface des échantillons s'amorcent sur les nombreuses particules intermétalliques présentes dans les différents alliages. La propagation des piqures dépend de la microstructure et des particules intermétalliques présentes. Pour les alliages 2024 T3, 7075 T6, et 5083 H111 qui ont une certaine résistance à la corrosion intergranulaire, la cinétique de propagation des piqures tends vers les joins de grain qui forme par la suite un réseau intergranulaire. Ce réseau va créer des surfaces dégradés, qui vont se séparer en feuillet continue ; la corrosion exfoliante. Tandis que pour l'alliage 6082 T6, le cinétique des piqures vont aussi vers les joins de grain, mais cette fois-ci ils vont consommer les joins de grain, donc ce qu'on appelle la corrosion intergranulaire. Donc l'endommagement dus à la corrosion commence par des piqures qui se traduisent par

des interactions entre ces piqures et qui va mener à une attaque intergranulaire ou exfoliante.

- L'hydrogène produit pendant le processus de corrosion est le responsable de la perte catastrophique de l'allongement des différents matériaux dans le test de corrosion exfoliante.
- La chute des propriétés mécaniques pour les différents matériaux revient à l'état de surface affecté par la corrosion en y introduisant des défauts de corrosion.
- Les défauts de corrosion en surface facilitent l'amorçage de fissure en fatigue, soit par la coalescence des défauts intergranulaires ou de piqure présent en surface, soit la coalescence des fissures amorcées sur les défauts intergranulaires.
- La vitesse de propagation de fissure a été nettement accélérée pour les différents matériaux subissant les deux tests de corrosion. Nous pouvons distinguer deux phases de vitesse de propagation dans le domaine de Paris. Le premier là où la vitesse de propagation des éprouvettes corrodées est faible par rapport à la vitesse des éprouvettes saines. Et le deuxième, à des niveaux de ΔK supérieur, les deux vitesses se rejoignent.

CONCLUSION GENERALE

L'objectif principal de cette thèse concernait une étude comparative du comportement vis-à-vis de la corrosion de quatre alliages d'aluminium : l'alliage 2024 (AA 2024 T3), l'alliage 7075 (AA7075 T6), l'alliage 6082 (6082 T6) et l'alliage 5083 H111 dans deux différentes solutions. Les alliages 2024, 7075 et 5083 ont été étudiés sous l'effet d'une solution de 4 M NaCl, 0.5 M KNO₃ et de 0.1 M HNO₃ pour provoquer la corrosion exfoliante. Tandis que l'alliage 6082 a été étudié dans une solution de 57g NaCl, 10 ml H₂O₂ et de l'eau distillé pour provoquer la corrosion intergranulaire. Si on reprend le cheminement suivi au cours de ces travaux de thèse, les principales conclusions sont les suivantes :

- L'alliage 2024 T3 et l'alliage 7075 T6 présentent des caractéristiques microstructurales très différentes. Pour l'alliage 2024, la précipitation est moins complexe que pour l'alliage 7075 avec deux types de précipités intermétalliques grossiers (Al₂CuMg et Al-Cu-Mn-Fe) qui occupent 2 % de la surface totale de l'alliage et des petits précipités répartis de façon hétérogène dans la matrice (dispersoïdes). En revanche, l'alliage 7075 présente une précipitation plus variée et plus complexe avec des précipités plus fins mais plus abondantes qui occupent 6 % de la surface totale de l'alliage.
- L'alliage 5083 H111 contient des particules grossières riches en fer et au manganèse par rapport à la matrice aluminium (Al). D'autre type d'intermétallique riche en silicium et en magnésium de nature Mg₂Si répartis de façon hétérogène et non dispersive dans la matrice Al et en faible quantité dans le sens du laminage à cause de la déformation plastique.
- Pour l'alliage 6082 T6, la phase la plus abondante présente dans le matériau est les précipités de type Mg₂Si principalement précipités sur la surface du β-AlFeSi. Il y a aussi la nucléation de certaines particules de type α-Al-(FeMn)- dans la matrice Al.
- Pour la résistance à la fatigue, le degré de cohérence des précipités avec la matrice Al est considéré comme un facteur qui influence la vitesse de propagation de fissure de fatigue d'un alliage. Donc, à cause de de la cohérence des principaux précipités MgZn2

avec le réseau matriciel, pour l'alliage 7075, ces précipités sont principalement cisailés par les dislocations, favorisent le glissement planaire et améliorent la réversibilité du mouvement de dislocation, donc un niveau de résistance plus élevé. La même remarque a été faite pour l'alliage 2024, mais avec un niveau de résistance moins que l'alliage 7075. Cette différence enregistrée entre ces deux matériaux est due à la nature des précipités Al_2CuMg présents dans l'alliage 2024. Mais pour l'alliage 5083, et en raison de la nature décohésif des précipités Al_2Mg_3 et la distribution non dispersive, cet alliage a un très faible niveau de résistance en fatigue.

La résistance à la fatigue est influencée par plusieurs facteurs entre autres : la microstructure et les propriétés mécaniques mais aussi la nature et la distribution de l'élément de la phase secondaire qui a une importante sensibilité aux éléments d'addition.

L'exposition environnementale corrosive accélérée en laboratoire pour les différents alliages d'aluminium a provoqué des piqûres de corrosion sur la surface. Ces piqûres tendent à être suivies d'une attaque intergranulaire. Cette attaque a consommé les joints de grain pour l'alliage 6082 et a provoqué la corrosion intergranulaire, tandis que pour les trois autres alliages, cette attaque a créé un réseau IGC et par la suite a provoqué une séparation des feuillettes de la surface. Ce phénomène de séparation est appelé la corrosion exfoliante.

L'exposition aux environnements corrosifs entraîne une dégradation des propriétés mécaniques des matériaux. Une forte diminution de la contrainte maximale à la traction et la contrainte d'élasticité pour les alliages qui ont été attaqués par la corrosion EXCO est importante que pour ceux qui ont été attaqués par la corrosion IGC. Cependant, la perte de ductilité à la traction était presque de la même façon dans tous les deux cas testés. La perte de ductilité remarquée a été entraînée par une fragilisation par hydrogène infiltré dans la surface.

La vitesse de propagation de fissuration par fatigue des différents matériaux a été significativement affectée par les deux différents types de corrosion. Deux phases de vitesse de propagation dans le domaine de Paris ont été remarquées. La première phase, proche de ΔK seuil, là où la vitesse de propagation des éprouvettes corrodées est faible par rapport à la vitesse des éprouvettes saines. Et le deuxième, à des niveaux de ΔK supérieur, les deux vitesses se rejoignent.

L'observation fractographique a indiqué que la fissure a été initiée par les défauts de corrosion, à savoir les piqûres de corrosion ou bien les pré-fissures intergranulaires. Donc, ces défauts semblaient à l'origine de la fissure dans le premier stade de propagation. Des canaux de fatigue profonde sont également observés dans les échantillons pré-corrodés. Ces canaux peuvent avoir accéléré la croissance de la fissure et modifié le mode de rupture.

Cette étude a clairement démontré l'effet du milieu de corrosion sur la microstructure des alliages d'aluminium, ainsi, l'effet du couplage matériau/milieu sur le comportement en fatigue de ces alliages. Aussi, nous avons obtenu des informations quantitatives et qualitatives sur les processus de corrosion des alliages 2024, 7075, 6082 et 5083. Ces informations ont pu être obtenues grâce à des essais d'immersions en milieu de corrosion. Il reste cependant plusieurs points à approfondir comme perspective de ce travail que nous citant ci-après :

- La modélisation numérique de la corrosion en tenant compte de la synergie entre les dommages électrochimiques et les sollicitations mécaniques.
- L'influence de la durée d'immersion sur la microstructure et sur le phénomène fatigue-corrosion.
- L'influence de la corrosion sur les contraintes internes et les contraintes résiduelles des matériaux.
- Faire des essais d'immersion alternée, pour simuler les conditions de service réel d'une structure, et voir par la suite leurs influences sur la microstructure et sur le comportement en fatigue.

Référence bibliographique

- [1] Verma, B., Atkinson, J. and Kumar, M. (2001). Study of fatigue behaviour of 7475 aluminium alloy. *Bulletin of Materials Science*, 24(2), pp.231-236.
- [2] Aluminum: Design and Application. Aluminum, ed. K.R. Van Horn. Vol. II. 1967, Metals Park, Ohio: ASM.
- [3] Richard L. Myers, *The 100 Most Important Chemical Compounds: A Reference Guide*, ABC-CLIO, 2007, p 24-25.
- [4] Richards, J.W., *Aluminium: its history, occurrence, properties, metallurgy and applications, including its alloys*. 1887, Philadelphia: Henry Carey Baird & CO.
- [5] Edmond Fremy, *Encyclopédie chimique*, Numéro 15, Dunod, 1884, p. 143-144.
- [6] Habashi, F., *Handbook of aluminium: alloy production and minerals Alloy production and materials manufacturing* ed. G.E. Totten, and Mackenzie, D.S. Vol. 2. 2003: Marcel Dekker, Inc. 1-45.
- [7] Sheasby, P.G., and Pinner, R., *The surface treatment of aluminium and its alloys*. 6th ed. Vol. 1. 2001: Finishing Publications Ltd.
- [8] Davis, J.R., ed. *Corrosion of aluminium and aluminium alloys*. 1999, ASM International. 1-43.
- [9] Hind, A.R., Bhargava, S.K., and Grocott, S.C., *The surface chemistry of Bayer process solids: a review* *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng.* 1999. 146: p. 359-374.
- [10] Sverdlin, A., *Handbook of aluminium: physical metallurgy and processes Alloy production and materials manufacturing* ed. G.E. Totten, and Mackenzie, D.S. Vol. 1. 2003: Marcel Dekker, Inc. p. 33-79.
- [11] Embury, J.D., *Strengthening mechanisms in Al alloys - an overview of natural limits and engineering possibilities*. *Material Science Forum*, 1996. 217-222: p. 57-70.
- [12] Woodward, R. *Aluminium and Aluminium Alloys - Designations*. *Materials Information Service* 2001 [cited; Available from: <http://www.azom.com/Details.asp?ArticleID=310>].
- [13] Moshier, W.C., Davis, G.D., and Ahearn, J.S., *The corrosion and passivity of aluminium exposed to dilute sodium sulfate solutions*. *Corrosion Science*, 1987. 27(8): p. 785-801.
- [14] Saiz, E., Tomsia, A.P., and Sukanuma, K., *Wetting and strength issues at Al/ α -alumina interfaces*. *Journal of European Ceramic Society*, 2003. 23: p. 2787-2796.
- [15] Sathiyakumar, M., and Gnanam, F.D., *Influence of additives on density, microstructure and mechanical properties of alumina*. *Journal of Materials Processing Technology*, 2003. 133: p. 282-286.

- [16] Čička, R., Trnovcová, V., Yu, M., Starostin, and Bošák, O., Microstructure and electrical properties of near-eutectic alumina-zirconia composites. *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials*, 2006. 8(4): p. 1460-1465.
- [17] Nguyen, T.H., and Foley, R.T., The chemical nature of aluminium corrosion III. The dissolution mechanism of aluminium and aluminium powder in various electrolytes. *Journal of Electrochemical Society*, 1980. 127: p. 2563-2566.
- [18] https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Corindon_structure_cristalline.svg
- [19] Feret, F.R., Roy, D., and Boulanger, C., Determination of alpha and beta alumina in ceramic alumina by X-ray diffraction. *Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy*, 2000. 55(7): p. 1051-1061.
- [20] Alwitt, R.S., Some physical and dielectric properties of hydrous alumina films. *Journal of Electrochemical Society*, 1971. 118(11): p. 1730-1733.
- [21] Hart, R.K., The formation of films on aluminium immersed in water. *Transactions of the Faraday Society*, 1957. 53: p. 1020-1027.
- [22] Vedder, W., and Vermilyea, Aluminium + water reaction. *Transactions of the Faraday Society*, 1969. 65: p. 561-584.
- [23] Alwitt, R.S., The growth of hydrous oxide films on aluminium *Journal of Electrochemical Society*, 1974. 121(10): p. 1322-1328.
- [24] MacDonald, D.D., and Butler, P., The thermodynamics of the aluminium-water system at elevated temperatures. *Corrosion Science*, 1973. 13: p. 259-274.
- [25] Mesmer, R.E., and Baes Jr., C.F., Acidity measurements at elevated temperatures. V. Aluminium ion hydrolysis. *Inorganic Chemistry*, 1971. 10(10): p. 2290-2296.
- [26] MacDonald, D.D., Butler, P., and Owen, D., Hydrothermal hydrolysis of Al^{3+} and the precipitation of boehmite from aqueous solution *Journal of Physical Chemistry*, 1973. 77(20): p. 2474-2479.
- [27] Osorio, W.R., Freire, C.M., and Gacia, A., The role of macrostructural morphology and grain size on the corrosion resistance of Zn and Al castings. *Materials Science and Engineering* 2005. A 402: p. 22-32.
- [28] Donelan, P., Modelling microstructural and mechanical properties of ferritic ductile cast iron. *Materials Science and Technology*, 2000. 16: p. 261-269.
- [29] Santos, C.A., Quaresma, J.M.V. and Garcia A., Determination of transient interfacial heat transfer coefficients in chill mold castings. *Journal of Alloys and Compounds* 2001. 319(1-2): p. 174-186.
- [30] Osorio, W.R., Santos, C.A., Quaresma, J.M.V., and Gacia, A., Mechanical properties as a function of thermal parameters and microstructure of Zn-Al castings. *Journal of Material Processing Technology*, 2003. 143: p. 703-709.

- [31] Siqueira, C.A., Cheung, N., and Garcia, A., Solidification thermal parameters affecting the columnar-to-equiaxed transition. *Metallurgical and materials Transactions A*, 2002. 33A: p. 2107-2118.
- [32] Kurzydłowski, K.J., Ralph, B., Bucki, J.J., and Garbacz, A., The grain boundary character distribution effect on the flow stress of polycrystals: the influence of crystal lattice texture. *Materials Science and Engineering*, 1996. A205: p. 127132.
- [33] Quaresma, J.M.V., Santos, C.A., and Garcia, A., Correlation between unsteady-state solidification conditions, dendrite spacings, and mechanical properties of Al-Cu alloys. *Metallurgical and materials Transactions A*, 2000. 31A: p. 31673178.
- [34] Hall, E.O., *Yield point phenomena in metals and alloys*. 1970: Macmillan, London.
- [35] Hall, E.O., The deformation and ageing of mild steel: III discussion of results. *Proceedings of the Physical Society. Section B*, 1951. 64(9): p. 747-752.
- [36] Henry, S., Minghetti, T., and Rappaz, M., Dendrite growth morphologies in aluminium alloys. *Acta Materialia*, 1998. 46(18): p. 6431-6443.
- [37] Sieniawski, R., Filip, R., and Ziaja, W., The effect of microstructure on the mechanical properties of two-phase titanium alloys. *Materials & Design*, 1997. 18(4/6): p. 361-363.
- [38] Mazzolani, F.M., *Aluminium alloy structures*. 2nd ed. 1995: E & FN Spon, London. p. 1-26.
- [39] Mathers, G., *The welding of aluminium and its alloys*. 2002: Woodhead Publishing Limited, Abington. p. 35-45.
- [40] Roberge, P.R. and *Handbook of corrosion engineering*. 2000, New York. : McGraw-Hill, Inc.
- [41] Nathan, C.C., *Corrosion inhibitors*. 1981, Philadelphia: Bertz Laboratories Inc. p. 240-242.
- [42] B. Dubost, P. Sainfort : Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium. *Les Techniques de l'Ingénieur*. Editions T.I., (1991).
- [43] C. Baret-Blanc : Etude comparative de la sensibilité à la germination et à la propagation des piqûres des alliages d'aluminium 2024 et 6056. Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse, (1997).
- [44] Kaufman, J.G., *Introduction to aluminium alloys and tempers*. 2000: ASM International. p. 1-48.
- [45] Borchers H.: Confirmation of the solid solubility of copper in aluminium by dilatometry, *Z. Metallkunde*, 34, 90-93 (1942).
- [46] E. H. Dix, J. Rand, J. Bowman, *Metals Handbook ASM*, p. 804 (1998).
- [47] Reis, D., Couto, A., Domingues Jr., N., Hirschmann, A., Zepka, S. and de Moura Neto, C. (2012). Effect of Artificial Aging on the Mechanical

- Properties of an Aerospace Aluminum Alloy 2024. Defect and Diffusion Forum, 326-328, pp.193-198.
- [48] M. Asano, T. Minoda, Y. Ozeki H. Yoshida : Effect of copper on the bendability of Al-Mg-Si alloy sheet, 10th ICAA, Mater. Sci. Forum, 771-776 (2006).
- [49] Li, G., Xue, F., Wang, H., Zheng, R., Zhu, Y., Chu, Q. and Cheng, J. (2016). Tensile properties and microstructure of 2024 aluminum alloy subjected to the high magnetic field and external stress. Chinese Physics B, 25(10), p.106201.
- [50] Peter C. King, Ivan S. Cole, Penny A. Corrigan, Anthony E. Hughes, Tim H. Muster : FIB/SEM study of AA2024 corrosion under a seawater drop: Part I Corros. Sci., 53, 1086-1096, (2011).
- [51] Handbook ASM, E. H. Hollingsworth, H. Y. Hunsicker, Corrosion of aluminum and aluminum alloys vol 30, 1990, p.583-609 (1990)
- [52] W. I. Pumphrey et J. V. Lyons : Cracking during the Casting and Welding of More Common Binary Aluminium Alloys. J. Inst. Met., 74, 439 (1948).
- [53] K. J. Vetter, H. H. Strehblow, Ber. Bunsen Ges. Physik. Chem.74 1024 (1970).
- [54] O. Hatamlet, M. Preet, J. Singh, H. Garmestani : Corrosion susceptibility of peened stir welded 7075 aluminium alloys joint, Corros. Sci. 51, 135-143 (2008).
- [55] Handbook ASM, E. H. Hollingsworth, H. Y. Hunsicker, Corrosion of aluminum and aluminum alloys vol 30, 1990, p.583-609 (1990)
- [56] G.W. Akimov, G. B.Clark : Irreversible electrode potentials of metals and their solid solutions, Trans. Faraday Soc., vol 43 p. 679-687 (1947).
- [57] T. P. May, G.S. Gordon et S. Schuldiner : Symposium on Cathodic Protection, NACE, p. 158-171 (1949).
- [58] E. Franke : The effect of impurities on the corrosion resistance of aluminium and its alloys, Werkst. Korros., 4, 4-14 (1953).
- [59] Y. Birol, J. Mater. Process Tech. 173, 84 (2006).
- [60] N. Parson, J. Hankin, K. Hicklin and C. Jowett, Proc. 7th International Aluminum Extrusion Technology Seminar, p1, Aluminum Extruders Council and The Aluminum Association, Chicago, Illinois, USA (2000).
- [61] E. B. Bjornbakk, J. A. Saeter, and O. Reiso, Mater. Sci.Forum 396-402, 405 (2002).
- [62] F. J. Humphreys and M. Hatherly, Recrystallization and Related Annealing Phenomena, Pergamon (1996).
- [63] Y. Birol, J. Mater. Process Tech. 173, 84 (2006).
- [64] T. Peterson, S. Abtahi, J. A. Saeter, T. Furu, H. E. Ekström, Proc. 9th Int. Conf. Aluminum Alloys (eds. B. C. Muddle, A. J. Morton, J. F. Nie), p.457, Institute of Materials Engineering, Brisbane, Queensland (2004).
- [65] T. Furu and H. E. Vatne, Mater. Sci. Forum 331-337, 843 (2000).

- [66] Yucel Birol, Effect of Cr and Zr on the Grain Structure of Extruded EN AW 6082 Alloy, *Met. Mater. Int.*, Vol. 20, No. 4 (2014), pp. 727-732.
- [67] Karin, M. C. and Emily, A. C., "Orbital-free density functional theory calculations of the properties of Al, Mg and Al-Mg crystalline phases," *Modelling and Simulation in Mater. Sci. Eng*, Vol. 11, (2003), pp. 339-348.
- [68] Frank, H. H., "Some applications of thermodynamics in crystal chemistry," *Journal of Molecular Structure*, Vol. 374, No. 1-3 (1996), pp. 111-128.
- [69] Zhao, C. Z. and Jing, K. G., "Evaluation of Thermodynamic Properties from Alloy Phase Diagram with Miscibility Gap Using Non-Random Two-Liquid Equation," *Calphad*, Vol. 26, No. 3 (2002), pp. 327-340.
- [70] Cabrera N. : Sur l'oxydation de l'aluminium à basse température, *Rev. Metall./Cah. Inf. Tech.*, 45, 86-92 (1988).
- [71] prieto, y. (2012). Etude comparative du comportement électrochimique des alliages d'aluminium 2024 T351 et 7075 T7351 en milieu neutre de sulfate de sodium.
- [72] C. Vargel : Corrosion de l'aluminium. Dunod, (1999).
- [73] Burleigh, T.D., Handbook of aluminium. Alloy production and materials manufacturing ed. G.E. Totten, and Mackenzie, D.S. Vol. 2. 2003: Marcel Dekker, Inc. p. 421-463.
- [74] Lucas, K.A., and Clarke, H., Corrosion of aluminium-based metal matrix composites. 1993: Research Studies Ltd., Somerset England. p. 25-48.
- [75] Pourbaix, M. (1990). Thermodynamics and corrosion. *Corrosion Science*, 30(10), pp.963-988.
- [76] Pierre R. Roberge, Corrosion Engineering: Principles and Practice, McGraw-Hill professional, 2008, p75-81.
- [77] Twite, R.L., and Bierwagen, G.P., Review of alternatives to chromate for corrosion protection of aluminium aerospace alloys. *Progress in Organic Coatings*, 1998. 33: p. 91-100.
- [78] Twite, R.L., and Bierwagen, G.P., Review of alternatives to chromate for corrosion protection of aluminium aerospace alloys. *Progress in Organic Coatings*, 1998. 33: p. 91-100.
- [79] Moore, K.L., Sykes, J.M., and Grant, P.S., An electrochemical study of repassivation of aluminium alloys with SEM examination of the pit interiors using resin replicas. *Corrosion Science*, 2008. 50: p. 3233-3240.
- [80] Galvele, J.R., and De Micheli, S.M.De, Mechanism of intergranular corrosion of Al-Cu alloys. *Corrosion Science*, 1970. 10: p. 795-807.
- [81] Pyun, S.-I., and Lee, E.-J., Effect of Halide ion and applied potential on repassivation behaviour of Al-1wt.%Si-0.5wt.%Cu alloy. *Electrochimica Acta*, 1995. 40(12): p. 1963-1970.
- [82] Nguyen, T.H., and Foley, R.T., On the mechanism of pitting of aluminium. *Journal of Electrochemical Society*, 1979. 126(11): p. 1855-1860.

- [83] Szklarska-Smialowska, Z., Pitting corrosion of aluminium. *Corrosion Science*, 1999. 41(9): p. 1743-1767.
- [84] Bocher, F., Flower, -H.M., and Ryan, M.P., The effect of microstructure on localized corrosion in creep age-formable aluminium alloys: identification of intermetallic particles and pit initiation sites. *Journal of Electrochemical Society*, 2006. 153(12): p. B551-B554.
- [85] Mondolfo, L.F., *Aluminium alloys: structure and properties*. 1976: Butterworths. p. 120-150.
- [86] Dallek, S., and Foley, R.T., Mechanism of pit initiation on aluminum alloy type 7075. *Journal of Electrochemical Society*, 1976. 123(12): p. 1775-1782.
- [87] Tomcsanyi, L., Varga, K., Bartik, I., Horanyi, G., and Maleczki, E., Electrochemical study of the pitting corrosion of aluminium and its alloys - II. Study of the interaction of chloride ions with a passive film on aluminium and initiation of pitting corrosion. *Electrochimica Acta*, 1989. 34(6): p. 855-859.
- [88] Okada, T., Pit nucleation originated by coupling of perturbations with local anodic sites on passive metals. *Electrochimica Acta*, 1988. 33(3): p. 389-395.
- [89] Bellinger, N.C., Komorowski, J.P., Liao, M., Carmody, D., Foland, T. and Peeler, D. . Preliminary study into the effect of exfoliation corrosion on aircraft structural integrity. in 6th Joint FAA/DoD/NASA Aging Aircraft Conference. 2002.
- [90] Serna, L.M., Johnson, C.M., Wall, F.D., and Barbour, J.C., Effect of implanted Cl and deposited oxides on the pitting behavior of aluminium. *Journal of Electrochemical Society*, 2005. 152(7): p. B244-B249.
- [91] Fontana, M.G., *Corrosion Engineering*. 1986, New York: Mcgraw-Hill, Inc. 51152, 236-238.
- [92] Liu, T.Y., Robinson, J. S., and McCarthy, M. A., The influence of hot deformation on the exfoliation corrosion behaviour of aluminium alloy 2025. *Journal of Materials Processing Technology*, 2004. 153-154: p. 185-192.
- [93] Damborenea, J.D., Martín, I., Electrochemical behaviour of aluminium alloys in exfoliation solution. *Progress in the understanding and prevention of corrosion*, ed. J.M. Costa, and Mercer, A.D. Vol. 2. 1993, London: The Institute of Materials. 961-967.
- [94] Kuntz-Laguierre, C : Contribution à l'étude de la compréhension des phénomènes chimiques engendrant la corrosion feuilletante des alliages d'aluminium et de la quantification de cette corrosion. Thèse de doctorat : Univ. Paris VI, (1997).
- [95] Marsh, Z., Marsch, J. and Scantlebury, J.D., Filiform corrosion of aluminium alloy 3003 H14 under humid and immersed conditions. *Journal of Corrosion Science and Engineering*, 1999. 2(36): p. 1-8.
- [96] Mol, J.M.C., Hinton, B.R.W., Van Der Weijde, D.H., De Wit, J.H.W., and Van Der Zwaag, S., A filiform corrosion and potentiodynamic polarisation

- study of some aluminium alloys. *Journal of Materials Science*, 2000. 35: p. 1629-1639.
- [97] Leblanc, P.P., and Frankel, G.S., Investigation of filiform corrosion of epoxy-coated 1045 carbon steel by scanning Kelvin probe force microscopy. *Journal of Electrochemical Society* 2004. 151(3): p. B105-B113.
- [98] LeBozec, N., Persson, D., Thierry, D. and Axelsen, S.B., Effect of climatic parameters on filiform corrosion of coated aluminium alloys. *NACE*, 2004. 60(6): p. 584- 592.
- [99] Bautista, A., Filiform corrosion in polymer-coated metals *Progress in Organic Coatings*, 1996. 28(1): p. 49-58.
- [100] Ruggeri, R.T., and Beck, T.R., An analysis of mass transfer in filiform corrosion. *Corrosion*, 1983. 39(11): p. 452-465.
- [101] McMurray, H.N., Williams, G., O'Driscoll, S., Chromate inhibition of filiform corrosion on organic coated AA2024-T3 studied using the Scanning Kelvin Probe. *Journal of Electrochemical Society*, 2004. 151(7): p. B406-B414.
- [102] de Wit, J.H.W., New knowledge on localized corrosion obtained from local measuring techniques *Electrochimica Acta*, 2001. 46(24-25): p. 3641-3650.
- [103] Grundmeier, G., Schmidt, W., and Stratmann, M., Corrosion protection by organic coatings: electrochemical mechanism and novel methods of investigation *Electrochimica Acta*, 2000. 45(15-16): p. 2515-2533.
- [104] Schmidt, W., and Stratmann, M., Scanning kelvinprobe investigations of filiform corrosion on aluminum alloy 2024-t3 *Corrosion Science*, 1998. 40(8): p. 1441-1443.
- [105] Oldham, K.B., Galvanic corrosion resulting from rupture of a protective metallic coating. *Journal of Applied electrochemistry*, 1972. 2: p. 183-191.
- [106] Craig, B.D., *Fundamental aspects of corrosion films in corrosion science*. 1991: Plenum Press, New York.
- [107] Oñoro, J., Electrochemical behaviour of aluminium alloys in exfoliation solution. *Progress in the understanding and prevention of corrosion*, ed. J.M. Costa, and Mercer, A.D. Vol. 2. 1993, London: The Institute of Materials. 1447-1452.
- [108] Davo, B., Conde, A., and Damborenea, J.de., Stress corrosion cracking of B13, a new high strength aluminium lithium alloy. *Journal of Corrosion Science* 2006.
- [109] Schafer, H., and Stock, H.R. and Improving the corrosion protection of aluminium alloys using reactive magnetron sputtering. *Corrosion Science* 2005. 49(4): p. 953-964.
- [110] DeJong, H.F., and Martens, J.H.M., Investigation of the pitting potential of rapidly solidified aluminium-lithium alloys. *Aluminium*, 1985. 61(6): p. 416.
- [111] Niskanen, P., Sanders, T.H., Rinker Jr., J.G., and Marek, M *Corrosion Science*, 1982. 22(4): p. 283-304.

- [112] Popović, M., and Romhanji, E. , Stress corrosion cracking susceptibility of Al-Mg alloy sheet with high Mg Content. *Journal of Materials Processing Technology* 2002. 125-126: p. 275-280.
- [113] Lifka, B.W., Corrosion of aluminium and aluminium alloys. *Corrosion Engineering Handbook*, ed. P.A. Schweitzer. 1996: Marcel Dekker, Inc. p. 99155.
- [114] Zahavi, J., and Yahalom, J., Exfoliation corrosion of AlMgSi alloys in water. *Journal of Electrochemical Society*, 1982. 129(6): p. 1181-1185.
- [115] S. Suresh, „Fatigue of materials“ , Cambridge University Press, 1998, pp.1.
- [116] Zerbst U, Lunden R, Edel K. O, Smith R. A. Introduction to the damage tolerance behaviour of railway rails - a review *Elsevier: Engineering Fracture Mechanics* 2009;76:2563-2601
- [117] M.E. Fine, *Metall. Trans. A*, Vol.11A, 1980, PP.368-379.
- [118] S. Pearson, Initiation of fatigue cracks in commercial aluminium alloys and the subsequent propagation of very short cracks, *Engineering Fracture Mechanics*, 1975, vol. 7, pp. 235–247.
- [119] Y. Nakai, K. Ohnishi, T. Kusakawa, Observation of fatigue slip bands and stage I crack initiation process in α -brass by scanning-atomic force microscopy, In : R. S. Ravichandran, R. O Ritchie, Y. Murakami Eds. *Small fatigue cracks : mechanics and mechanisms*, Elsevier, 1999, pp. 343–352.
- [120] J. Polak, J. Man, K. Obrtlík, Afm evidence of surface relief formation and models of fatigue crack nucleation, *International Journal of Fatigue*, 2003, vol. 25, pp. 1027–1036.
- [121] M. Kachit, Influence de la microstructure et du mode de sollicitation sur l'irréversibilité du glissement des dislocations lors d'une sollicitation mécanique cyclique, Thèse de Doctorat, Lyon : Insa Lyon, 2004, 177 p.
- [122] S. Pommier, Contribution à l'étude de la fatigue des matériaux métalliques, Habilitation à Diriger des Recherches, Paris : Ecole Centrale de Paris, 2000, 172 p.
- [123] F. Lefebvre, Micromechanical assessment of fatigue in airframe fusion weld, Thèse de Doctorat, Southsampton : University of Southampton, 2003, 235247 p.
- [124] D. Sigler, M. Montpetit, W. L. Haworth, Metallurgy of fatigue crack initiation in an overaged high strength aluminium alloy, *Metallurgica transaction*, 1983, p. 931.
- [125] R. B. Heywood, *Designing against fatigue*, London : Chapman and Hall, 1962, 436 p.
- [126] N. E. Frost, C. E. Phillips, Studies in the formation and propagation of cracks in fatigue specimens, In : *International Conference on Fatigue of Metals*, London, 1956, pp. 520–526.
- [127] G. R. Irwin, Analysis of stresses and strains near the end of a crack traversing a plate, *Journal of Applied Mechanics*, 1957, vol. 24, pp. 361–364.

- [128]P. C. Paris, F. Erdogan, A critical analysis of crack propagation laws, *Trans. ASME, Series D*, 1963, vol. 85, pp. 528–535.
- [129]Goldstein, J. (2003). *Scanning electron microscopy and x-ray microanalysis*. New York: Springer.
- [130]ASTM Standard E8-04, *Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials [Metric], Part 03.01, Metals Mechanical Testing Elevated and Low-Temperature Tests Metallographic*.
- [131]ASTM Standard E647-00, *Standard Test Method for Measurement of Fatigue Crack Growth, Part 03.01, Metals Mechanical Testing Elevated and Low-Temperature Tests Metallographic*.
- [132]ASTM G34 ASTM G34-01, *Standard Test Method for Exfoliation Corrosion Susceptibility in 2XXX and 7XXX Series Aluminum Alloys (EXCO Test)*, 2001.
- [133]ASTM G110 ASTM G110-01, *Standard Practice for Evaluating Intergranular Corrosion Resistance of Heat Treatable Aluminum Alloys by Immersion in Sodium Chloride + Hydrogen Peroxide Solution1*, 2003.
- [134]J. I. Goldstein, D. E. Newbury, P Echlin, D. C. Joy. and E. Lifshin, *Scanning Electron Microscopy and XRay Microanalysis*, p. 339, Plenum Press, New York (1981).
- [135]L. Tan, T.R. Allen, Effect of thermomechanical treatment on the corrosion of AA5083, *Corros. Sci.* 52 (2010) 548e554.
- [136]K.A. Yasakau, M.L. Zheludkevich, S.V. Lamaka, M.G.S. Ferreira, Role of intermetallic phases in localized corrosion of AA5083, *Electrochimica Acta* 52 (2007) 7651e7659.
- [137]A. Aballe, M. Bethencourt, F.J. Botana, M.J. Cano, M. Marcos, Influence of the cathodic intermetallics distribution on the reproducibility of the electrochemical measurements on AA5083 alloy in NaCl solutions, *Corros. Sci.* 45 (2003) 161e180.
- [138]M. Abdulstaar, M. Mhaede, M. Wollmann, L. Wagner, Investigating the effects of bulk and surface severe plastic deformation on the fatigue, corrosion behaviour and corrosion fatigue of AA5083, *Surf. Coat. Technol.* 254 (2014) 244e251.
- [139]P. Huang, P.C. Howlett, M. Forsyth, Electrochemical etching of AA5083 aluminum alloy in trihexyl(tetradecyl)phosphonium bis(trifluoromethylsulfonyl) amide ionic liquid, *Corros. Sci.* 80 (2014) 120e127.
- [140]Z. Szklarska-Smialowska, Pitting corrosion of aluminum, *Corros. Sci.* 41 (1999) 1743e1767.
- [141]R. G. Buchheit, R. Grant, P. Hlava, B. Mckenzie, G. Zender : Local dissolution phenomena associated with S phase (Al₂CuMg) particles in aluminum alloy 2024-T3. *J. Electrochem. Soc.*, 144, 2621–2628 (1997).
- [142]A. Boag, R.J. Taylorb, T.H. Musterc, N. Goodmanb, D. McCullocha, C. Ryand, B. Route : Stable pit formation on AA2024-T3 in a NaCl environnement, *Corros. Sci.* 52(1), 90–103 (2009)

- [143]V. Guillaumin : Etude comparative de la sensibilité à la corrosion localisée des alliages d'aluminium 2024 et 6056. Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse, (1999).
- [144]D. Desjardins, R. Oltra : Corrosion sous contrainte Phénoménologie et mécanismes Bombannes 1990. Les Editions de physique (1998).
- [145]Jedrychowski M, Tarasiuk J, Bacroix B, Wronski S. Electron backscatter diffraction investigation of local misorientations and orientation gradients in connection with evolution of grain boundary structures in deformed and annealed zirconium. A new approach in grain boundary analysis. *J Appl Crystallogr* 2013; 46:483–92.
- [146]Kuijpers, N., Kool, W., Koenis, P., Nilsen, K., Todd, I. and van der Zwaag, S. Assessment of different techniques for quantification of α -Al(FeMn)Si and β -AlFeSi intermetallics in AA 6xxx alloys. *Materials Characterization*, 49(5), pp.409-420, (2002).
- [147]T. S. Parel, S. C. Wang, M. J. Starink, *Mater. Design* 31, 2 (2010).
- [148]HORNBOGEN E, ZUM GAHR K H. Microstructure and fatigue crack growth in a γ -Fe-Ni-Al alloy. *Acta Metall*, 1976, 24(6): 581–592.
- [149]S. Pumshothaman, Geuerafiz~d theory for fatigue crack propagation. Ph.D. Thesis Columbia University (1976).
- [150]Borrego, L., Abreu, L., Costa, J. and Ferreira, J. (2004). Analysis of low cycle fatigue in AlMgSi aluminium alloys. *Engineering Failure Analysis*, 11(5), pp.715-725.
- [151]F. Andreatta, H. Terryn, J.H.W. de Wit : Effect of solution heat treatment on galvanic coupling between intermetallics and matrix in AA7075-T6 *Corros. Sci.*, 45, 1733-1746 (2003).
- [152]M. Posada, L. E. Murr, C. S. Niou, D. Roberson, D. Little, R. Arrowood, D. George, *Materials Characterization* 1997, 38, 259.
- [153]Cao, F., Zhang, Z., Su, J. and Zhang, J. (2005). Electrochemical impedance spectroscopy analysis on aluminum alloys in EXCO solution. *Materials and Corrosion*, 56(5), pp.318-324.
- [154]Kamoutsi, H., Haidemenopoulos, G., Bontozoglou, V. and Pantelakis, S. (2006). Corrosion-induced hydrogen embrittlement in aluminum alloy 2024. *Corrosion Science*, 48(5), pp.1209-1224.
- [155]Pantelakis, S., Daglaras, P. and Apostolopoulos, C. (2000). Tensile and energy density properties of 2024, 6013, 8090 and 2091 aircraft aluminum alloy after corrosion exposure. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, 33(2), pp.117-134.
- [156]6. D.R. Baer, C.F. Windisch, Jr., M.H. Englehard, M.J. Danielson, R.H. Jones, and J.S. Vetrano: *J. Vacuum Sci. Technol. A*, 2000, vol. 18, pp. 131-36.
- [157]18. G.M. Scamans, N.J.H. Holroyd, and C.D.S. Tuck: *Corr. Sci.*, 1987,. vol. 27, pp. 329-47.

- [158]19. N.J.H. Holroyd and G.M. Scamans: *Scripta Metall.*, 1985, vol. 19, pp. 915-16.
- [159]Svenningsen, G., Larsen, M., Walmsley, J., Nordlien, J. and Nisancioglu, K. (2006). Effect of artificial aging on intergranular corrosion of extruded AlMgSi alloy with small Cu content. *Corrosion Science*, 48(6), pp.1528-1543.
- [160]D.G. Altenpohl, *Aluminum: Technology, Applications, and Environment: A Profile of a Modern Metal*, 6th ed., Minerals, Metals, and Materials Society, Warrendale, Pennsylvania, 1998.
- [161]G. Svenningsen, J.E. Lein, A. Bjørgum, J.H. Nordlien, Y. Yu, K. Nisancioglu, Effect of low copper content and heat treatment on intergranular corrosion of model AlMgSi alloys, *Corros. Sci. CS 2139 GTB/2004/2080*, in press.
- [162]Stoknes, M. (2018). Effect of Copper and Zinc on Corrosion Behaviour and Mechanical Properties in 6082-Alloys. [online] Brage.bibsys.no. Available at: <https://brage.bibsys.no/xmlui/handle/11250/2377266> [Accessed 7 Jun. 2018].
- [163]Shi A, Shaw BA, Sikora E. The role of grain boundary regions in the localized corrosion of a copper-free 6111-like aluminum alloy. *Corrosion* 2005;61(6):534-547.

Annexes

Plusieurs photos ont été prises pendant l'immersion des éprouvettes et des échantillons dans l'immersion dans les différentes solutions de corrosion. Un exemple des photos prises sont illustré dans les figures suivantes.



Figure A.1 : Après 4H d'immersion.

On voit qu'il y a une apparition des bulles (figure A.1) sur les trois nuances, après attaque EXCO, et cela revient à la réaction entre la couche d'alumine et l'oxygène.



Figure A.2 : Après 8H d'exposition.

Après 8h d'exposition une augmentation de l'apparition des bulles a été remarquée avec un changement de couleur du liquide, sur la figure A.2.



Figure A.3 : Après 16H d'exposition.

Et après 16H d'exposition une corrosion complète (figure A.3) et des particules intermétalliques dans le fond du récipient ont été enregistrées.



Figure A.4 : Après 72H d'exposition.

La figure A.4 présente les éprouvettes de traction après 72h d'exposition comme un exemple d'évaluation de la corrosion exfoliante.