

THÈSE DE DOCTORAT

Caractérisation du couplage mécano-électrochimique en pointe de fissure lors de la Fissuration assistée par Corrosion Sous Contrainte - cas du Zircaloy-4 en milieu aqueux halogéné

Présentée devant

l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon

pour obtenir

le GRADE DE DOCTEUR

École doctorale :

Mécanique, Énergétique, Génie Civil, Acoustique

Spécialité :

MÉCANIQUE - GÉNIE MÉCANIQUE - GÉNIE CIVIL

par

Émilien DURIF
Agrégé de mécanique

Thèse soutenue le 2 mai 2012 devant la Commission d'examen

Jury

Eric ANDRIEU	Professeur (ENSIACET Toulouse)	Rapporteur
Véronique DOQUET	Directrice de recherches (Ecole Polytechnique)	Rapporteur
Jean DESQUINES	Ingénieur de recherches (IRSN)	Examineur
Bernard NORMAND	Professeur (INSA Lyon)	Examineur
Christine SARRAZIN-BAUDOUX	Directrice de recherche (ENSMA Poitiers)	Examineur
Marion FREGONESE	Maître de conférences (INSA Lyon)	Co-encadrant
Julien RETHORE	Chargé de recherches (INSA Lyon)	Co-encadrant

Université de Lyon, CNRS,
INSA-Lyon, LaMCoS UMR5259, F-69621 Villeurbanne Cedex, FRANCE

**INSA Direction de la Recherche - Ecoles Doctorales - Quinquennal
2011-2015**

SIGLE	ECOLE DOCTORALE	NOM ET COORDONNEES DU RESPONSABLE
CHIMIE	<p><u>CHIMIE DE LYON</u> http://www.edchimie-lyon.fr</p> <p>Insa : R. GOURDON</p>	<p>M. Jean Marc LANCELIN Université de Lyon – Collège Doctoral Bât ESCPE 43 bd du 11 novembre 1918 69622 VILLEURBANNE Cedex Tél : 04.72.43 13 95 directeur@edchimie-lyon.fr</p>
E.E.A.	<p><u>ELECTRONIQUE, ELECTROTECHNIQUE, AUTOMATIQUE</u> http://edeea.ec-lyon.fr</p> <p>Secrétariat : M.C. HAVGOUDOUKIAN eea@ec-lyon.fr</p>	<p>M. Gérard SCORLETTI Ecole Centrale de Lyon 36 avenue Guy de Collongue 69134 ECULLY Tél : 04.72.18 60 97 Fax : 04 78 43 37 17 Gerard.scorletti@ec-lyon.fr</p>
E2M2	<p><u>EVOLUTION, ECOSYSTEME, MICROBIOLOGIE, MODELISATION</u> http://e2m2.universite-lyon.fr</p> <p>Insa : H. CHARLES</p>	<p>Mme Gudrun BORNETTE CNRS UMR 5023 LEHNA Université Claude Bernard Lyon 1 Bât Forel 43 bd du 11 novembre 1918 69622 VILLEURBANNE Cédex Tél : 04.72.43.12.94 e2m2@biom.serv.univ-lyon1.fr</p>
EDISS	<p><u>INTERDISCIPLINAIRE SCIENCES- SANTÉ</u> http://ww2.ibcp.fr/ediss</p> <p>Sec : Safia AIT CHALAL Insa : M. LAGARDE</p>	<p>M. Didier REVEL Hôpital Louis Pradel - Bâtiment Central 28 Avenue Doyen Lépine 69677 BRON Tél : 04.72.68 49 09 Fax : 04 72 35 49 16 Didier.revel@creatis.uni-lyon1.fr</p>
INFOMATHS	<p><u>INFORMATIQUE ET MATHEMATIQUES</u> http://infomaths.univ-lyon1.fr</p>	<p>M. Johannes KELLENDONK Université Claude Bernard Lyon 1 LIRIS – INFOMATHS- Bâtiment Nautibus 43 bd du 11 novembre 1918 69622 VILLEURBANNE Cedex Tél : 04.72. 43.19.05 Fax 04 72 43 13 10 infomaths@bat710.univ-lyon1.fr</p>
Matériaux	<p><u>MATERIAUX DE LYON</u></p>	<p>M. Jean-Yves BUFFIERE INSA de Lyon - École Doctorale Matériaux Secrétariat Mériem LABOUNE Bâtiment Antoine de Saint-Exupéry 25bis Avenue Jean Capelle 69621 VILLEURBANNE Tel : 04 72 43 71 70 Fax : 04 72 43 72 37 ed.materiaux@insa-lyon.fr</p>
MEGA	<p><u>MECANIQUE, ENERGETIQUE, GENIE CIVIL, ACOUSTIQUE (ED n°162)</u></p>	<p>M. Philippe BOISSE INSA de Lyon - École Doctorale MEGA Secrétariat Mériem LABOUNE Bâtiment Antoine de Saint-Exupéry 25bis Avenue Jean Capelle 69621 VILLEURBANNE Tel : 04 72 43 71 70 Fax : 04 72 43 72 37 mega@insa-lyon.fr Site web : http://www.ed-mega.com</p>
ScSo	<p><u>ScSo*</u> M. OBADIA Lionel Sec : Viviane POLSINELLI Insa : J.Y. TOUSSAINT</p>	<p>M. OBADIA Lionel Université Lyon 2 86 rue Pasteur 69365 LYON Cedex 07 Tél : 04.78.69.72.76 Fax : 04.37.28.04.48 Lionel.Obadia@univ-lyon2.fr</p>

*ScSo : Histoire, Géographie, Aménagement, Urbanisme, Archéologie, Science politique, Sociologie, Anthropologie

Remerciements

Mes premières pensées vont à mes encadrants. Cette thèse pluridisciplinaire a donc pu aboutir grâce aux grandes compétences complémentaires et aux qualités humaines de Julien Réthoré, Marion Fregonese et Alain Combescure. Je les remercie sincèrement d'avoir su m'encourager et me guider tout au long de ces trois années et demi. Je les remercie de m'avoir donné leur confiance pour réaliser mes travaux.

Je tenais ensuite à remercier Eric Andrieu et Véronique Doquet pour avoir accepté de rapporter mon manuscrit de thèse. J'adresse également mes remerciements à Jean Desquines, Bernard Normand et Christine Sarrazin-Baudoux pour avoir accepté d'examiner mon travail lors de ma soutenance.

Ma thèse possède un fort accent expérimental et l'ensemble des essais que j'ai pu mettre au point n'aurait pas pu voir le jour sans l'aide précieuse des "Deux Roberts", de Philippe, Paul et Jean-Pascal. Merci également à Michel qui a toujours su me conseiller et m'encourager sur les aspects expérimentaux et sur le domptage des machines de traction. Je tiens également à remercier Isabelle et Jalila pour leur efficacité quant aux épreuves logistiques auxquelles j'ai parfois dû faire face.

C'est ainsi que mon aventure INSALIENNE s'achève après près de 5 années passées au laboratoire LaMCoS. J'ai ainsi pu partager d'agréables moments avec 3 générations de thésards. Je remercie tout d'abord les "vieux" qui ont pu m'intégrer malgré mon statut de "jeune master" et de locataire du "bocal" : David, Johann, Pierre, Nico, Manu, Bob, Fabien, Thomas, etc... J'ai ensuite pu partager toutes les émotions avec les jeunes thésards de ma génération. Merci à : Fabien pour tes débats enflammés et nos phases de soutien mutuel ; Père Cédric pour ton dynamisme et ton "sacré Jérôme" ; Jérôme pour les petites blagues et le bricolage ; Aline pour ces années à se suivre et à s'entraider ; Sylvain pour les pâtisseries et nos traditionnelles randonnées ; Emilien pour m'avoir laissé gagner de temps en temps au tennis ; Adrien pour ta geekitude et le Charmetant ; Paul pour nos débriefing "clichés-résultats" ; Loanne parce que tu envoies du bois ; Caro et Charlotte pour les repas mixtes ; Gauthier pour m'avoir laissé soutenir avant toi. Je tenais à remercier la jeune génération pour leur fraîcheur : Romains pour tes bouclettes et les pauses nurbs ; Lucas pour le solveur SuperLU ; Benoit pour les trains qui ne sont plus en retard ; David pour le mélange pomme-jus d'orange ; Alex pour tes biscotos ; Clément et Jérémy pour la petite belotte ; père Robin pour les plantes ; Pierre pour les défis mots-croisés ; Didier pour le "chef" ; Guillaume pour représenter fièrement la Bresse dans le bureau ; Jikay pour le snooker et tous ceux que j'ai pu oublier et qui ne m'en voudront pas. Je remercie également l'équipe CORRIS du laboratoire MATEIS qui ont su m'accepter malgré la couleur de ma blouse : Vincent, Nicolas, Aurélien, Virginie, Guilhem, Jean-Pierre, Catherine, Bernard. Merci également à la team des Lyonnais, des Cachanais et des Jasseronnais pour leur amitié, encouragements et tout simplement les bons moments passés parmi vous.

Pour finir je tiens à adresser une pensée sincère à mes parents (Chantal et Didier) qui ont toujours su me pousser à ne pas me décourager durant toutes ces années d'études et qui m'aideront sans aucun doute à réaliser que maintenant l'école c'est fini. Merci également à mon petit frère Clément qui m'a toujours accompagné dans mes efforts. Enfin je tenais à te dédier cette thèse à toi qui a su m'encourager au jour le jour et plus particulièrement dans les moments difficiles. Merci ma princesse Cécile, pour ta bonne humeur constante et ta joie de vivre qui font que chaque nouvelle journée avec toi est un vrai moment de bonheur.

Caractérisation du couplage mécano-électrochimique lors de la Fissuration assistée par Corrosion Sous Contrainte - cas du Zircaloy-4 en milieu aqueux halogéné

La corrosion sous contrainte (CSC) est un phénomène synergique d'endommagement qui résulte d'un processus de corrosion (dissolution, adsorption) et d'une rupture mécanique (fissuration). Les mécanismes de couplage mécano-électrochimique en pointe de fissure nécessaires à la compréhension du phénomène sont encore mal connus puisqu'ils dépendent du système d'étude (métal/milieu agressif) et font intervenir de nombreux facteurs mécaniques et électrochimiques. Dans cette thèse, nous nous proposons d'étudier les interactions réciproques entre la dissolution et l'état de contrainte mécanique en pointe de fissure (facteurs d'intensité des contraintes) pour le cas du Zircaloy-4 en milieu aqueux halogéné. Un protocole expérimental spécifique est mis en place afin d'étudier précisément la propagation de fissures par CSC en maîtrisant l'histoire de chargement et la vitesse de sollicitation mécanique. Des techniques de corrélations d'images sont développées dans le but d'identifier les facteurs d'intensité des contraintes et d'estimer la longueur de fissure en temps réel. Ainsi des essais originaux de CSC, permettant d'imposer les facteurs d'intensité en pointe de fissure, sont conduits et les résultats montrent alors clairement les effets synergiques entre l'évolution des mesures mécaniques et des courants de dissolution. D'autre part, l'existence d'un facteur d'intensité des contraintes seuil de propagation en CSC, présentant une forte dépendance à l'histoire de chargement et à la variation de l'état de contrainte locale en pointe de fissure (variation des facteurs d'intensité des contraintes), est mise en évidence. Enfin sur la base des résultats expérimentaux, un modèle de loi de propagation de fissure en CSC est proposé.

MOTS CLÉS: Corrosion Sous Contrainte, Zircaloy-4, Corrélation d'images, Séries de Williams, Mesure de courants de dissolution, loi de propagation, pré-fissuration par fatigue, Load-Shedding.

Table des matières

Table des matières	i
Table des figures	v
Nomenclature	xiii
Introduction Générale	1
1 Synthèse bibliographique	5
1.1 Introduction	6
1.2 Fissuration par Corrosion Sous Contrainte (CSC)	6
1.2.1 Présentation	6
1.2.2 Quelques éléments de la mécanique de la rupture appliqués à la CSC	7
1.2.3 Quelques éléments d'électrochimie appliqués à la corrosion	10
1.2.4 Phénoménologie	12
1.2.5 Modélisation de la CSC	14
1.3 Moyens de sollicitations expérimentales	20
1.3.1 Sollicitations mécaniques	20
1.3.2 Sollicitation par corrosion	23
1.4 La CSC pour les alliages de Zirconium en milieux halogénés	28
1.4.1 Généralités sur le zirconium et ses alliages	28
1.4.2 Corrosion sous contrainte des alliages de zirconium	31
1.4.3 Electrochimie du zirconium	35
1.4.4 Affinité du zirconium pour l'oxygène	37
1.5 Méthode de corrélation d'images	39
1.5.1 Présentation et principe général de la méthode	39
1.5.2 Présentation de la méthode de corrélation d'images standard	40
1.5.3 Présentation de la méthode d'identification "globale"	41
1.5.4 Présentation de la méthode d'identification "intégrée"	42
1.5.5 Technique de suivi électrique	42
1.6 Synthèse de l'état de l'art et proposition d'une démarche d'étude	43

2	Développement d'une simulation expérimentale de la fissuration par la CSC	45
2.1	Introduction : présentation des moyens à mettre en oeuvre	46
2.2	Conception d'un dispositif expérimental	46
2.2.1	Dispositif expérimental de pré-fissuration par fatigue	46
2.2.2	Dispositif expérimental de CSC	53
2.2.3	Géométrie des éprouvettes	54
2.3	Méthode de corrélation d'images pour le suivi et le contrôle de la fissuration	56
2.3.1	Introduction	56
2.3.2	Utilisation d'un base continue type éléments finis	57
2.3.3	Utilisation des séries de Williams	60
2.3.4	Extraction du saut de déplacement	63
2.4	Développement d'un algorithme d'identification en temps réel	69
2.4.1	Description de la méthode	69
2.4.2	Validation de la linéarisation	73
2.4.3	Influence de la taille du domaine sur l'estimation de K_I	74
2.4.4	Influence du nombre de termes sur l'estimation de K_I	75
2.5	Conclusions	77
3	Pré-requis pour la maîtrise de la fissuration par CSC	81
3.1	Introduction	82
3.2	Comportement mécanique du Zircaloy-4 en milieu inerte	82
3.2.1	Identification des propriétés mécaniques	82
3.2.2	Description des propriétés du matériau lors de la fissuration en milieu inerte	83
3.3	Pré-fissuration par fatigue	87
3.3.1	Motivations	87
3.3.2	Essais de propagation en fatigue à " K_I constant"	87
3.3.3	Étude de l'amorçage en fatigue	92
3.3.4	Caractérisation du comportement en fatigue du Zircaloy-4	93
3.4	Définition des conditions électrochimiques pour la mise en oeuvre des essais de CSC	97
3.4.1	Introduction	97
3.4.2	Mise en oeuvre des mesures électrochimiques	98
3.4.3	Détermination des potentiels de piqûre	99
3.4.4	Caractérisation électrochimique du film d'oxyde	101
3.5	Conclusions	107
4	Caractérisation expérimentale de la CSC	109
4.1	Introduction	110
4.2	Courant de dissolution et propagation de fissure de CSC	111
4.3	Étude de la CSC en milieu aqueux halogéné $NaCl$ désaéré	113
4.3.1	Analyse du comportement mécanique global	113
4.3.2	Identification du comportement à rupture	114
4.3.3	Estimation de la contribution électrochimique sur la CSC	119
4.3.4	Analyse fractographique	121

4.4	Étude de la CSC en milieu aqueux halogéné <i>KBr</i> désaéré	124
4.4.1	Analyse comparative du comportement à rupture	124
4.4.2	Considérations électrochimiques	127
4.4.3	Analyse fractographique	128
4.5	Vers une loi phénoménologique de propagation de fissure en CSC	130
4.5.1	Proposition d'un modèle phénoménologique	130
4.5.2	Validation du modèle de propagation	135
4.6	Discussion des résultats expérimentaux obtenus	142
4.7	Conclusions	143
	Conclusion générale et perspectives	145
A	Détail de l'interface <i>Labview</i> utilisée durant la technique du <i>Load-Shedding</i>	149
A.1	Introduction	149
A.2	Présentation de la structure du programme.	149
A.3	Présentation de l'interface <i>Labview</i>	150
B	Estimation des erreurs de mesures à travers un dioptre	153
B.1	Estimations des dilatations artificielles dues à la présence d'un dioptre	153
B.1.1	Présentation du problème	153
B.1.2	Introduction d'une vitre non parfaite	154
B.2	Estimation des déplacements induits par corrélation d'images	158
B.3	Estimation des mouvements de corps rigides	160
B.4	Influence sur la mesure des facteurs d'intensité des contraintes	161
C	Identification des propriétés mécaniques	163
	Bibliographie	167

Table des figures

1.1	Illustration des différents modes de rupture	8
1.2	Système de coordonnées polaires au voisinage d'une pointe de fissure	9
1.3	Zone de confinement plastique au voisinage de la pointe de fissure	9
1.4	Allure d'une courbe de polarisation cyclique	12
1.5	Facteurs d'intensité des contraintes et vitesse de propagation en CSC	14
1.6	Description du mécanisme du <i>slip dissolution model</i> [FOR 90][SHO 10] [LU 06]	16
1.7	Réactions chimiques potentielles au voisinage d'une fissure	18
1.8	Exemples d'éprouvettes à déformations imposées [LAG 09] [LEM 90]	21
1.9	Principe de la technique de double torsion [LEP 11]	23
1.10	Principe de mesure électrochimique à l'aide d'un potentiostat	24
1.11	Exemples de Courbes potentiels temps	26
1.12	Surfaces de charge du Zry-4	30
1.13	Comportement en fatigue du Zircaloy-4 [LIN 98]	31
1.14	Effets de l'environnement sur la rupture	32
1.15	Illustration des modes de rupture	33
1.16	Faciès de rupture typique du Zircaloy 4 en milieu aqueux halogéné [FAR 03]	33
1.17	Diagramme d'équilibre tension-PH du système zirconium-eau	36
1.18	Cinétique de la croissance des films d'oxyde (zirconium)	38
1.19	Principe de la méthode de corrélation d'images	40
1.20	Principe de la méthode de corrélation d'images standard	41
1.21	Illustration du principe de la méthode du suivi électrique [MAN 07]	43
2.1	Profil de chargement typique utilisé lors d'un cycle de pré-fissuration par fatigue	47
2.2	Utilisation d'une éprouvette de traction pour la pré-fissuration en fatigue	48
2.3	Modulation de l'effort avec la procédure du <i>Load-Shedding</i>	49
2.4	Principe du <i>Load-Shedding</i> associé à la méthode de corrélation d'images	50
2.5	Matériel d'optique	51
2.6	Durée d'exposition reportée sur un cycle de chargement	51
2.7	Système de synchronisation de l'effort avec l'acquisition d'images	52
2.8	dispositif d'essai et de mesures installé sur la machine de traction lente	53
2.9	Description de la cellule électrochimique	54
2.10	Géométrie des éprouvettes utilisées	55
2.11	Présentation de la zone d'intérêt (<i>ROI</i>) sur la surface plane d'une éprouvette	57

2.12	Maillage et déformée obtenue par la méthode de corrélation d'images	58
2.13	Identification de la fissure à partir de la carte des résidus	59
2.14	Système de coordonnées et décalage de la base des fonctions	61
2.15	Organigramme décrivant l'identification avec les séries de Williams	63
2.16	Définition des fonctions de formes pour la base discontinue	65
2.17	Résultats de l'identification avec la base de fonction discontinue	66
2.18	Organigramme décrivant l'identification avec le saut de déplacement	67
2.19	Sauts des déplacements normaux au cours d'une propagation de fissure	68
2.20	Définition du masque de corrélation	70
2.21	Estimation de ϵ_m en fonction de la largeur du masque W_m	71
2.22	Organigramme décrivant l'identification en temps réel	72
2.23	définitions des positions potentielles de la pointe de fissure	72
2.24	Qualité de la linéarisation des fonctions singulières des séries de Williams	74
2.25	Influence de la taille de la zone d'intérêt sur l'estimation de K_I	75
2.26	Influence de nombre de termes sur la précision de l'estimation de K_I	76
2.27	Illustration des effets de tailles finis lors de la propagation	77
2.28	Carte des champs de déplacement pour les différentes fonctions singulières	79
3.1	Courbe de traction du Zircaloy-4	83
3.2	Traction lente en milieu inerte : Courbe de traction	85
3.3	Traction lente en milieu inerte : a en fonction de ϵ_0 et K_I en fonction de a	85
3.4	Traction lente en milieu inerte : déformée obtenue par corrélation d'image	86
3.5	Faciès de rupture en traction lente et milieu inerte	86
3.6	Instrumentation de la technique du suivi électrique	88
3.7	Longueur de fissure durant un essai de propagation par fatigue	89
3.8	Analyse de la direction de propagation de fissure	90
3.9	Sensibilité de dy_{tip} sur la précision de l'estimation de K_I	90
3.10	Estimation de K_I en fonction de a/w	92
3.11	Etude de la phase d'amorçage de fissure en fatigue et influence de l'image de référence	94
3.12	Estimations des facteurs d'intensité des contraintes sur un cycle de charge/décharge	94
3.13	Comparaison de plusieurs essais d'initiation de fissures contrôlés ou non	96
3.14	Vitesse de fissure en fonction de K_I	96
3.15	Illustration de la localisation de la dissolution possible des piqûres	97
3.16	Faciès de rupture due à des propagations de piqûres	98
3.17	Dispositif de mesures électrochimiques	99
3.18	Courbes de polarisation cyclique en milieu $NaCl$ 0.5M désaéré	100
3.19	Comparaison des courbes de polarisation autour du potentiel de piqûre	101
3.20	Évolution des potentiels libres au cours du temps	102
3.21	Méthode de SIE	103
3.22	Stabilité de la méthode de SIE	104
3.23	Diagramme de Nyquist pour un circuit RC	105
3.24	Comparaison de l'impédance avec la méthode SIE	105
3.25	$Im(Z)$ en fonction de f pour un échantillon oxydé	106

4.1	Estimation du volume dissous lors de la propagation d'une fissure de CSC	112
4.2	Comparaison des courbes de traction en CSC	114
4.3	Images de corrélation d'images en traction lente dans l'air et en milieu inerte	115
4.4	Déformations de Green-Lagrange en milieu inerte	116
4.5	Déformation de Green Lagrange en CSC	117
4.6	Évolution de a en fonction du temps et de da/dt en fonction de K_I	117
4.7	Essais à charge constante et K_I constant : évolution de K_I et Δa en fonction du temps	118
4.8	Potentiels de piqûre sous sollicitation mécanique	119
4.9	Corrélation entre mesures de courant de dissolution et mesures mécaniques	120
4.10	Estimation de h_χ en milieu $NaCl$ pour un essai à charge constante (essai (C))	121
4.11	Faciès détaillés de CSC en traction lente en milieu $NaCl$	123
4.12	Déformations de Green-Lagrange en CSC en milieu KBr	125
4.13	da/dt en fonction de K_I pour différents essais de CSC sous traction lente	126
4.14	Comparaisons des courants de dissolution en traction lente	127
4.15	Essai réalisé à charge constante en milieu KBr désaéré sous polarisation anodique	128
4.16	Faciès détaillés de CSC en traction lente en milieu KBr	129
4.17	Évolution de da/dt en fonction de dK_I/dt pour différents essais de CSC	131
4.18	Mise en évidence des régimes de propagation sur les essais de traction lente	132
4.19	da/dt en fonction de dK_I/dt en milieu KBr	133
4.20	Définition du profil de chargement visé et obtenu en K_I	136
4.21	Chemins de chargement réels pour les essais de validation	137
4.22	Confrontation des valeurs de a et de I au cours du temps pour les essais de validation	138
4.23	Évolution de la longueur de fissure en fonction de l'intensité des contraintes	138
4.24	Validation de l'estimation de a avec le modèle phénoménologique	139
4.25	Quantification électrochimique de la propagation de fissure	140
4.26	Faciès détaillés de CSC pour l'essai de validation (J) en milieu KBr	141
A.1	Présentation des diagrammes dans Labview	150
A.2	Présentation de l'interface Labview	151
B.1	Illustration d'un mauvais positionnement axial du dioptre air-eau [SUT 00]	154
B.2	Illustration d'un défaut de planéité de la vitre séparant l'eau de l'air	155
B.3	Estimation des dilatations optiques ε_{opt} en fonction de l'angle d'incidence α_1	157
B.4	Illustration d'un mauvais positionnement axial du dioptre air-eau	158
B.5	Carte des déplacements optiques "air-eau"	159
B.6	Déplacement moyens	159
B.7	Estimation des mouvements de corps rigides	161
B.8	Image de référence initiale et déformée artificiellement	162
B.9	Estimation de l'erreur induite par la présence d'un dioptre	162
C.1	Essai de traction lente sur éprouvette "plate"	164
C.2	Contraintes en fonctions des mesures locales des déformations	165
C.3	ZOI et maillage pour la méthode MIC	166

Nomenclature

Grandeurs relatives à l'électrochimie

χ^*	Ensemble des facteurs électrochimiques
Δe_p	Différence entre les potentiels de piqûre du métal non oxydé et oxydé
\dot{a}_χ	Vitesse de propagation de fissure due à la dissolution électrochimique
η	Surtension de l'électrode sur laquelle se déroule la réaction
μ_i	Potentiel électrochimique d'une espèce chimique i
ρ	Masse volumique
ϵ_0	Permittivité du vide
ϵ_{Zr}	Constante diélectrique de la zircone
A^*	Grandeur d'activation électrochimique
a_i	Activité électrochimique d'une espèce chimique i
A_χ	Aire de la surface active en contact avec l'électrolyte
B	Épaisseur de l'éprouvette
C_{dc}	Capacité de double couche
da_χ	Incrément de longueur de fissure due à la dissolution électrochimique
dV_χ	Volume élémentaire créé par dissolution électrochimique
e	Potentiel électrochimique mesuré par rapport à l'électrode de référence
e_p^{nox}	Potentiel de piqûre du métal non oxydé
e_p^{ox}	Potentiel de piqûre du métal oxydé
e_f	Épaisseur du film d'oxyde
e_p	Potentiel de piqûre
e_r	Potentiel de repassivation
F	Constante de Faraday

F	Constante de Faraday
h_χ	Hauteur de la Surface active en fond de fissure
I	Courant de dissolution
j	Densité de courant de dissolution
j^*	Densité de courant de dissolution du métal nu
k_a	Coefficient de transfert anodique
k_c	Coefficient de transfert cathodique
M	Masse molaire
q	Charge consommée lors de la réaction de dissolution électrochimique
R	Constante des gaz parfaits
R_e	Résistance de l'électrolyte
R_p	Résistance de polarisation
S_χ	Surface active en fond de fissure
V_m	Volume molaire
Z	Impédance électrochimique
z	Valence

Grandeurs spécifiques à la fatigue

α_n	Facteur de modulation du profil de chargement pour la procédure du <i>Load-Shedding</i>
f	fréquence d'un cycle de fatigue
$F(t)$	Profil d'effort au cours d'un cycle de fatigue
$F^n(t)$	Profil d'effort au cours d'un cycle de fatigue pour l'étape n de régulation
F_{max}	Effort maximal au cours d'un cycle de fatigue
F_{min}	Effort minimal au cours d'un cycle de fatigue
F_m	Effort correspondant à l'acquisition d'une image et à la mesure de K_{Im}
K_I^f	Facteur d'intensité des contraintes résiduel de fin de pré-fissuration par fatigue
K_{Imax}^n	Facteur d'intensité des contraintes à l'étape n de la procédure de régulation du <i>Load-Shedding</i>
K_{Imax}^t	Facteur d'intensité des contraintes cible pour la procédure du <i>Load-Shedding</i>
K_{Imax}	Facteur d'intensité des contraintes maximal au cours d'un cycle de fatigue
K_{Im}	Facteur d'intensité des contraintes mesuré

R Rapport de charge en fatigue

t_m Instant correspondant à l'acquisition d'une image et à la mesure de K_{Im}

Grandeurs relatives à la corrélation d'images

ω_i Degrés de liberté du problème d'identification par corrélation d'images

\bar{K}_I Moyenne des K_I pour des valeurs de W_m comprises entre 5 et 50 pixels

Φ_i Fonctions de forme du problème d'identification de corrélation d'images

\tilde{K}_I Estimation de K_I par l'approche linéarisée des séries de Williams

\underline{u} Champ de déplacements sur la surface de l'éprouvette

\underline{u}_a Champ de déplacements approchée sur la surface de l'éprouvette

\underline{x} Coordonnées cartésiennes sur la surface de l'éprouvette

$\varepsilon_{K_I}^{y_{tip}}$ Variation relative sur l'estimation de K_I en fonction d'un écart dy_{tip} du positionnement de la direction de la propagation de la fissure

ε_{K_I} Erreur relative sur l'estimation de \tilde{K}_I

C Coefficient de corrélation croisé

DIC Corrélation d'images numériques - *Digital Image Correlation*

dy_{tip} Écart du positionnement vertical de la direction de propagation de la fissure

$f(\underline{x})$ Niveaux de gris de l'image de référence

F_i Composantes du vecteur second membre du problème d'identification de corrélation d'images

$g(\underline{x})$ Niveaux de gris de l'image déformée

$H(x,y)$ Fonction de Heavyside

l_{px} Résolution spatiale : taille des pixels

M_{ij} Composantes de la matrice d'inversion du problème d'identification de corrélation d'images

ROI *Region Of Interest*

W_m Largeur du masque de corrélation

x_{tip} Position suivant la direction x de la pointe de la fissure.

Grandeurs relatives à la mécanique

α_i Coefficient de la loi de propagation phénoménologique de fissure en CSC pour le régime i

$\dot{\varepsilon}_0$ Vitesse de déformation globale de l'éprouvette

$\dot{\varepsilon}_{ct}$ Taux de déformation en pointe de fissure

\dot{K}_I^{s1}	Seuil de variation de facteur d'intensité des contraintes en mode I pour atteindre le régime 3 de propagation
\dot{K}_I^{s2}	Seuil de variation de facteur d'intensité des contraintes en mode I pour atteindre le régime 2 de propagation
\dot{K}_I	Vitesse de variation du facteur d'intensité des contraintes en mode I instantanée
$\frac{da}{dt}$ ou \dot{a}	Vitesse de propagation de fissure
$\frac{dK_I}{dt}$ ou \dot{K}_I	Variation temporelle du facteur d'intensité des contraintes en mode I instantané
κ	Constante de Kolosov
$[[u_y]]$	Saut de déplacement suivant la direction y
μ	Module de cisaillement
ν	Coefficient de Poisson
σ^*	Ensemble des paramètres mécaniques
σ_m	Contrainte hydrostatique
σ_Y	Limite d'élasticité
$\sigma_{E0.2}$	Limite conventionnelle d'élasticité à 0,2%
σ_{max}	Contrainte maximale
$\tilde{\epsilon}_0$	Déformation globale de l'éprouvette
ϵ_f	Déformation à rupture du film passif
ϵ_{ct}	Déformation en pointe de fissure
a	Longueur de fissure
A_r	Allongement à rupture
E	Module d'élasticité
F	Effort global de traction
$F_g(a, w)$	fonction géométrique pour le calcul des facteurs d'intensité des contraintes
G	Taux de restitution d'énergie
G_c	Taux de restitution d'énergie critique
K_I^0	Facteur d'intensité des contraintes en mode I initial
K_I^f	Facteur d'intensité des contraintes de fin de propagation de pré-fissure de fatigue
$K_{IG/TG}^s$	Facteur d'intensité des contraintes critique à partir duquel la propagation passe d'un mode intergranulaire à un mode transgranulaire

K_I^s	Facteur d'intensité des contraintes seuil en mode I de propagation
K_{ICSC}	Facteur d'intensité des contraintes seuil en mode I d'amorçage de la CSC
K_{IC}	Ténacité en mode I
K_I	Facteur d'intensité des contraintes en mode I instantané
L_0	Longueur utile de l'éprouvette
n_i	exposant de la loi de propagation phénoménologique de fissure en CSC
r_p	Rayon de la taille de zone plastique en pointe de fissure
S	Surface utile de l'éprouvette
t_f	Temps à rupture
u	Déplacement de la traverse mobile de la machine de traction
V	Tension électrique pour la méthode du suivi électrique
V_0	Tension électrique initiale pour la méthode du suivi électrique
w	Largeur de l'éprouvette
y	demi distance séparant les fils entre lesquels est mesurée V pour la méthode du suivi électrique

Introduction Générale

Cette thèse a été réalisée au sein de deux laboratoires de L'INSA de Lyon. Alain Combescure, et Julien Réthoré m'ont encadré au sein du *Laboratoire de Mécanique des Contacts et des Structures* (LAMCOS). Marion Frégonèse m'a encadré au sein du laboratoire *Matériaux : Ingénierie et Science* (MATEIS). Le principal objectif de cette thèse est l'étude du couplage mécano-électrochimique en pointe de fissure de corrosion sous contrainte (CSC) au cours de sa propagation.

Corrosion sous contrainte

La corrosion sous contrainte (CSC) résulte d'un processus synergique entre la corrosion et une sollicitation mécanique qui conduit à la formation (amorçage) d'une ou plusieurs fissures de type fragile et à leur propagation. Bien que l'on cherche souvent à comprendre et à maîtriser l'amorçage des fissures de CSC pour garantir l'intégrité d'une structure, l'étude de leur propagation est également essentielle pour comprendre les mécanismes mis en jeu et simuler des accidents potentiels. La cinétique de développement de ce mode de dégradation complexe dépend du matériau, de l'environnement agressif et des sollicitations mécaniques mises en jeu. La diversité des différents paramètres rend difficile l'étude d'un point de vue "universel". Il convient alors de choisir un système d'étude (matériau et milieu donné) en fonction d'une problématique spécifique qui peut être définie à partir d'un contexte industriel et/ou scientifique. La détermination de lois de propagation de fissure doit permettre d'estimer l'influence mutuelle de la mécanique et de la chimie pour un système donné.

Contexte industriel

La corrosion sous contrainte est un problème critique pour l'industrie car elle peut conduire à la rupture rapide de structures métalliques. Ce phénomène affecte par exemple les structures naturellement en contact avec des milieux agressifs tels que les milieux marins. Il peut également affecter des structures sollicitées en présence de solutions chimiques agressives (industrie pétrochimique, pétrolière, gazière, nucléaire,...). Généralement la CSC est observée pour les matériaux passivables. L'agressivité peut provenir du milieu lui-même ou bien d'agents polluants introduits accidentellement. La sollicitation mécanique peut être due à la présence de contraintes résiduelles dans les structures (processus de fabrication et d'assemblage) ou tout simplement à des contraintes de service qui peuvent apparaître en phase de fonctionnement (effort de tension, dilatation thermiques, efforts de contacts, etc...).

Des ruptures brutales par CSC peuvent avoir de lourdes conséquences humaines, environnementales et financières. Le contrôle des fissures de CSC peut s'effectuer par des méthodes non destructives (contrôle par ultrasons) directement sur des installations industrielles. Bien que ce genre de méthode soit très performant, les modes de défaillances sont bien souvent imprévisibles ou localisés sur des zones difficilement accessibles. Ainsi la compréhension de la CSC nécessite le développe-

ment d'études scientifiques permettant des caractérisations expérimentales et le développement de modèles. Tout ceci dans le but de prévoir l'amorçage et la propagation de fissures de CSC.

Contexte scientifique

La CSC a déjà été largement étudiée par la communauté scientifique. Ce phénomène étant très complexe, les diverses recherches s'accordent à dire qu'il est difficile de donner une théorie universelle pour modéliser ce problème. Ainsi généralement, les études sont menées pour un matériau spécifique et un milieu donnés. Bien souvent des modèles sont proposés pour quantifier la propagation des fissures en fonction de grandeurs mécaniques globales (contrainte et déformation globales).

Ce sujet de thèse s'appuie sur les compétences de deux laboratoires (*LaMCoS* et *MATEIS*) pour développer une étude permettant de mieux comprendre le phénomène de fissuration par CSC.

L'équipe "intégrité des structures sous sollicitations extrêmes" du laboratoire *LAMCOS* est spécialisée dans l'étude de la rupture des structures. Généralement les différents sujets de recherche traités portent sur des études expérimentales et numériques conjointes. Très souvent les études expérimentales permettent d'alimenter en données les modèles numériques développés au sein du laboratoire. Parmi ces différents modèles numériques, on peut retenir le développement de la méthode des éléments finis étendus (*X-FEM*) qui a fait l'objet de nombreuses thèses ces dernières années notamment sur des problèmes de propagation de fissure en dynamique [RÉT 05a], [MEN 07] et [GRE 08]. Dans ces études la méthode de corrélation d'images a également été utilisée d'un point de vue expérimental pour étudier la propagation des fissures.

L'identification du comportement mécanique ou à la rupture des structures s'est considérablement développée ces dernières années avec l'essor de l'utilisation des techniques d'imagerie numérique. Les techniques de corrélation d'images permettent entre autres d'identifier des lois de comportement pour des matériaux endommageables [LEP 10]. L'étude de la fissuration est également une compétence forte du laboratoire avec le développement de techniques permettant de mesurer localement les champs des déplacements et d'extraire les facteurs d'intensité des contraintes [RÉT 05b].

L'équipe "Corrosion et Ingénierie des Surfaces" du laboratoire *MATEIS* développe des recherches axées sur l'approche globale de la lutte et la prévention contre la corrosion. Les travaux mis en œuvre interviennent sur les différentes étapes de conception des produits, du choix des matériaux jusqu'à la mise en œuvre des dispositifs. Compte tenu de l'approche pluridisciplinaire qu'impose cette thématique, l'équipe *CorrIS* articule ses actions autour des trois éléments fondamentaux qui président aux mécanismes de corrosion : le matériau, la surface et le milieu. La démarche généralement suivie dans les travaux de recherche s'articule sur une étude phénoménologique destinée à identifier et comprendre les mécanismes mis en jeu pendant la dissolution. Dans ces conditions, les études portent surtout sur l'analyse du comportement électrochimique des systèmes étudiés. Au-delà des travaux concernant l'étude des mécanismes, l'équipe développe aussi des outils susceptibles d'assurer le monitoring de la corrosion, principalement le suivi des installations par Émission Acoustique. Parmi les différents mécanismes et modes de corrosion étudiés, la corrosion assistée mécaniquement, en particulier la Corrosion Sous Contrainte, fait l'objet de nombreux travaux, notamment en ce qui concerne la CSC des alliages de zirconium en milieu halogéné [FRE 08][SER 10][FRA 11][FRA 12]. Les mécanismes liés aux différentes phases de fissuration (dissolution, adsorption, glissements, déformation plastique...), ainsi que les paramètres discriminants les régissant (distribution des contraintes résiduelles, irradiation, incompatibilités de déformation grain à grain...) sont ainsi étudiés d'un point de vue chimique et métallurgique, en vue de proposer des lois cinétiques de propagation des fissures. Les

moyens de caractérisation disponibles au laboratoire MATEIS sont ainsi largement mis à l'épreuve pour répondre à ces objectifs (méthodes électrochimiques, sollicitations mécaniques, émission acoustique, MEB, MET, DRX, EDS...).

Objectifs

Le principal objectif de cette thèse est de développer une étude permettant de mieux comprendre les mécanismes de la corrosion sous contrainte. Cette étude repose sur l'estimation de l'interaction réciproque de l'électrochimie et de la mécanique de la rupture lors de la propagation de fissures par CSC. Pour remplir cet objectif différentes étapes sont nécessaires. Elles consistent à :

- définir un système d'étude
- développer un dispositif et une procédure expérimentale spécifique de CSC,
- concentrer l'étude sur la phase de propagation en CSC,
- identifier les conditions électrochimiques à mettre en œuvre pour étudier l'influence précise de l'électrochimie sur la mécanique en pointe de fissure,
- réaliser des essais de CSC.
- identifier une loi de propagation synergique faisant intervenir des paramètres mécaniques et électrochimiques.

Plan

Dans un premier temps, une revue bibliographique permet de définir un système d'étude pour l'étude de la CSC. Le système défini doit entraîner des phénoménologies représentatives de la propagation de fissure par CSC mais doit également permettre une étude commode du couplage mécano-électrochimique en pointe de fissure. Le deuxième chapitre détaille les développements des techniques expérimentales permettant l'étude de la CSC. Les développements des techniques de corrélation d'images permettant une application aux problèmes de fissuration y sont explicités. Le troisième chapitre permet de mettre en place les pré-requis nécessaires à la définition d'un protocole expérimental spécifique à l'étude de la CSC. La phase d'amorçage des fissures en milieu inerte est présentée tout comme la mise en place des conditions électrochimiques nécessaires aux essais de CSC. Enfin une dernière partie présente les principaux résultats des essais de CSC qui permet l'établissement d'un modèle phénoménologique de loi de propagation de fissure pour le système d'étude choisi. De là, une discussion sur les différents paramètres influençant la CSC est proposée.

Chapitre 1

Synthèse bibliographique

Sommaire

1.1	Introduction	6
1.2	Fissuration par Corrosion Sous Contrainte (CSC)	6
1.2.1	Présentation	6
1.2.2	Quelques éléments de la mécanique de la rupture appliqués à la CSC	7
1.2.3	Quelques éléments d'électrochimie appliqués à la corrosion	10
1.2.4	Phénoménologie	12
1.2.5	Modélisation de la CSC	14
1.3	Moyens de sollicitations expérimentales	20
1.3.1	Sollicitations mécaniques	20
1.3.2	Sollicitation par corrosion	23
1.4	La CSC pour les alliages de Zirconium en milieux halogénés	28
1.4.1	Généralités sur le zirconium et ses alliages	28
1.4.2	Corrosion sous contrainte des alliages de zirconium	31
1.4.3	Électrochimie du zirconium	35
1.4.4	Affinité du zirconium pour l'oxygène	37
1.5	Méthode de corrélation d'images	39
1.5.1	Présentation et principe général de la méthode	39
1.5.2	Présentation de la méthode de corrélation d'images standard	40
1.5.3	Présentation de la méthode d'identification "globale"	41
1.5.4	Présentation de la méthode d'identification "intégrée"	42
1.5.5	Technique de suivi électrique	42
1.6	Synthèse de l'état de l'art et proposition d'une démarche d'étude	43

1.1 Introduction

Ce chapitre présente une synthèse de l'état de l'art sur la fissuration par corrosion sous contrainte (CSC). Dans un premier temps, les bases élémentaires nécessaires à la compréhension du phénomène, incluant la phénoménologie et l'ensemble des facteurs mis en jeu, sont décrites. Dans une deuxième partie, les techniques expérimentales de sollicitation mécanique et par corrosion disponibles et habituellement utilisées pour étudier la CSC sont exposées et discutées. Une troisième partie permet de décrire le cas de la CSC du Zircaloy-4 en milieu aqueux halogéné et de montrer que ce système possède un grand intérêt pour une étude du couplage mécano-électrochimique en pointe de fissure. Les techniques de corrélation d'images ainsi que leurs grandes potentialités pour l'étude de la CSC sont présentées dans une quatrième partie. La conclusion de cette revue bibliographique permet de préciser et de justifier la démarche d'étude globale retenue dans cette thèse.

1.2 Fissuration par Corrosion Sous Contrainte (CSC)

1.2.1 Présentation

La fissuration par corrosion sous contrainte (CSC en français ou *Stress Corrosion Cracking* - SCC en anglais) est un phénomène qui peut conduire à la ruine de structures sous l'action conjointe et synergique de la corrosion et d'une sollicitation mécanique. Ces deux facteurs ne conduisent généralement pas à la rupture du matériau s'ils sont présents séparément. Ce phénomène fait partie des processus de fissuration assistée par l'environnement (*Environnement Assisted Cracking* - EAC) avec la fatigue-corrosion ou encore la fragilisation par l'hydrogène. Il est associé à une réelle problématique industrielle qui a été mise en évidence à la fin du 19^{ème} siècle lorsque des fissures se développèrent sur des cartouches en cuivre de l'armée Britannique présente en Inde durant les périodes de mousson [SHI 08], c'est à dire au contact d'un environnement corrosif. Durant le 20^{ème} siècle, la CSC a été particulièrement étudiée à partir des années 40 avec l'apport de la théorie de la mécanique de la rupture favorisant la compréhension des différents processus d'ordre mécanique mis en jeu.

Malgré de nombreuses tentatives, il reste cependant difficile d'élaborer une théorie universelle permettant de modéliser ce phénomène [CZI 06] [FOR 90]. Ceci est d'autant plus vrai, que selon les couples matériau/solution mis en jeu, les mécanismes élémentaires peuvent être très différents.

La plupart des travaux relatifs à la CSC utilisent la vitesse de propagation de fissure ($\frac{da}{dt}$) comme principale grandeur d'intérêt. De part la nature synergique de ce phénomène, des dépendances à un certain nombre de facteurs électrochimiques (χ^*) et mécaniques (σ^*) sont mis en évidence dans les modèles de propagation de fissure [GAL 96] [LU 06] [HAL 08b] [FOR 90], ce qui peut être synthétisé selon :

$$\frac{da}{dt} = f(\chi^*, \sigma^*) \quad (1.1)$$

L'influence relative et mutuelle des facteurs χ^* et σ^* peut être approchée à partir de caractérisations expérimentales permettant l'estimation de la vitesse de propagation $\frac{da}{dt}$. La démarche nécessite l'identification de la dépendance des paramètres χ^* et σ^* pertinents, ce que l'on se propose de faire dans les sections suivantes.

1.2.2 Quelques éléments de la mécanique de la rupture appliqués à la CSC

La mécanique de la rupture permet de quantifier l'évolution d'une fissure sous l'effet d'une sollicitation mécanique. Une approche énergétique permet en premier lieu de définir les principes généraux de cette théorie. Nous donnerons ensuite quelques détails relatifs à la théorie de la mécanique de la rupture fragile qui est généralement utilisée pour l'étude de la fissuration en CSC.

1.2.2.1 Approche énergétique

L'approche énergétique de la mécanique de la rupture est globale et a été introduite par Griffith [GRI 21]. Elle se base sur l'existence d'une énergie de surface γ nécessaire à produire une nouvelle surface libre S par clivage. On considère une évolution infinitésimale. Lorsqu'une fissure se propage, la variation d'énergie dW_{fiss} , correspondant à la dissipation induite par la formation de la nouvelle surface dS , est compensée par la variation de l'énergie totale (dW_{tot}) :

$$dW_{tot} + dW_{fiss} = 0. \quad (1.2)$$

La variation de l'énergie de dissipation induite par la création d'une fissure est proportionnelle à la surface créée dS et est définie par :

$$dW_{fiss} = G_c \cdot dS. \quad (1.3)$$

On appelle G_c ($G_c = 2\gamma$) le taux de restitution d'énergie nécessaire à la création d'une nouvelle surface dS . Le taux de restitution d'énergie est défini par :

$$G = -\frac{\partial W_{tot}}{\partial S}. \quad (1.4)$$

Dans le cadre d'une évolution quasi-statique (effets dynamiques négligés), l'énergie totale comprend l'énergie de déformation (W_{def}) ainsi que les travaux des efforts extérieurs (W_{ext}) :

$$dW_{tot} = dW_{def} + dW_{ext}. \quad (1.5)$$

C'est à partir de cette approche que l'on peut définir un critère de propagation de fissure. D'un point de vue énergétique, une fissure peut se propager lorsque la quantité d'énergie disponible dans la structure est au moins égale à l'énergie qui serait libérée lors de la création d'une fissure de surface dS . Il y a alors trois scénarios possibles :

- $G < G_c$: pas de propagation,
- $G = G_c$: propagation dite *stable* de la fissure,
- $G > G_c$: propagation dite *instable* de la fissure,

L'utilisation de ce critère nécessite le calcul du taux de restitution d'énergie (G) qui peut s'avérer complexe à mettre en place dans bien des cas [DEL 85]. C'est une approche globale qui peut être utilisée en présence de non-linéarités telles que la plasticité. La théorie de la rupture fragile dérive de cette approche et s'applique à la mécanique linéaire élastique. C'est généralement cette théorie qui est utilisée dans l'étude de fissuration par CSC.

1.2.2.2 Rupture fragile et définition des facteurs d'intensité des contraintes

Dans la théorie de la rupture fragile, on définit trois modes de rupture (figure 1.1) : un mode d'ouverture (*I*), et deux modes de glissement (*II* et *III*). La répartition des contraintes au voisinage de la pointe de fissure détermine la stabilité vis à vis de la propagation. En considérant la mécanique linéaire élastique et la singularité géométrique en pointe de la fissure, une contrainte singulière apparaît. On introduit alors les facteurs d'intensité des contraintes (FICs) pour chacun des modes de rupture (K_I , K_{II} et K_{III}) qui permettent de quantifier cette singularité et le comportement mécanique locale en pointe de fissure. Les composantes du tenseur des contraintes au voisinage de la pointe de fissure s'écrivent alors sous la forme de l'équation 1.6 [IRW 57] dans le système de coordonnées polaires prenant pour origine la pointe de la fissure (figure 1.2) :

$$\sigma_{ij} = \frac{K_n}{\sqrt{\pi r}} \cdot f_{ij}(r, \theta) \quad (1.6)$$

L'indice n représente le mode de sollicitation (*I*, *II* ou *III*), r est la distance à la pointe de fissure et $f_{ij}(r, \theta)$ sont les solutions analytiques de Westergaard.

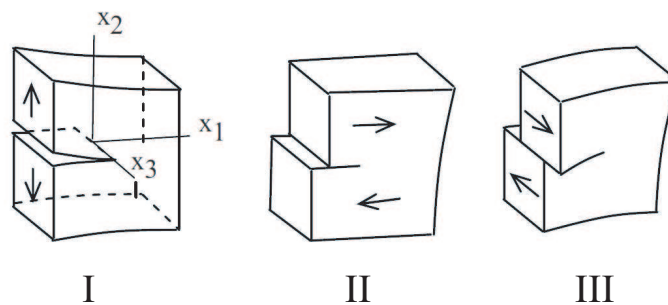


FIGURE 1.1: Illustration des différents modes de rupture [BUI 06]

1.2.2.3 Validité des hypothèses de linéarité pour la rupture fragile

L'utilisation des facteurs d'intensité des contraintes s'effectue dans le cadre de la mécanique de la rupture fragile. Cependant pour les matériaux métalliques, la singularité des contraintes est tronquée à cause de la plasticité confinées en pointe de la fissure. En mode I (K_{II} et K_{III} négligeables devant K_I) et en considérant simplement un comportement plastique parfait, on peut définir une zone autour de la pointe de fissure qui correspond à un disque de rayon r_p à l'intérieur duquel le comportement du matériau est plastique avec un critère de plasticité de Von Mises (figure 1.3). Son estimation est donnée par l'équation 1.7 en mode I et en conditions de contraintes planes [IRW 60].

$$r_p = \frac{1}{2\pi} \left(\frac{K_I}{\sigma_y} \right)^2 \quad (1.7)$$

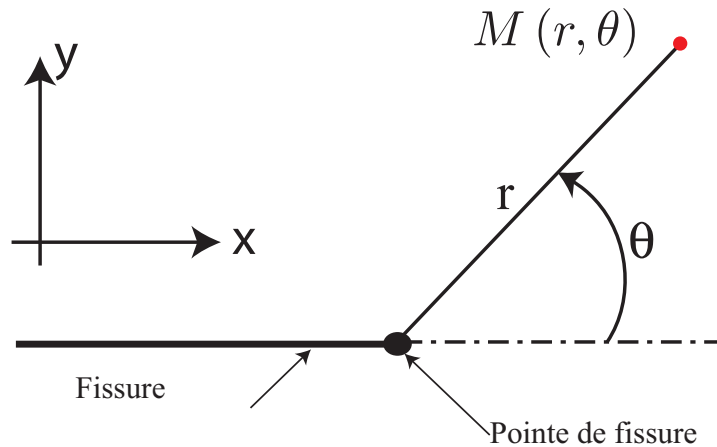


FIGURE 1.2: Système de coordonnées polaires au voisinage d'une pointe de fissure

La taille du confinement plastique dépend donc du facteur d'intensité des contraintes en mode I (K_I) ainsi que de la limite d'élasticité (σ_y). Cette grandeur est un indicateur qui permet de vérifier s'il est acceptable de prendre en compte les hypothèses de rupture fragile. Les non-linéarités sont alors supposées comme étant suffisamment concentrées pour avoir peu d'influence par rapport à la singularité élastique en facteurs d'intensité des contraintes ("K dominance").

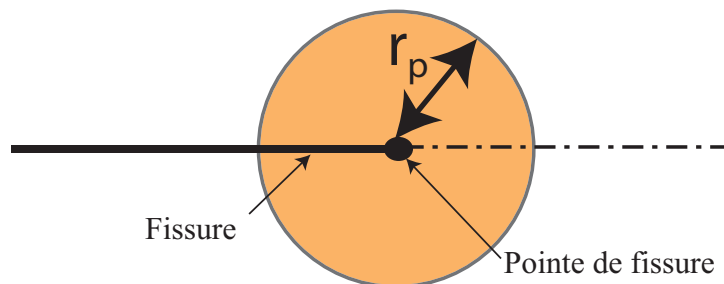


FIGURE 1.3: Zone de confinement plastique au voisinage de la pointe de fissure

Les facteurs d'intensité des contraintes peuvent être donnés pour une fissure débouchante dans un milieu fini en mode I par une formule analytique standard dépendant de la contrainte de traction appliquée (σ), de la longueur de fissure (a) et d'une fonction de correction de taille finie $F_g(a, w)$ qui dépend de la géométrie (longueur de fissure a et largeur du massif sollicité w) :

$$K_I = F_g(a, w) \cdot \sigma \sqrt{\pi a}. \quad (1.8)$$

Cette formule est valable pour la théorie de la rupture fragile, donc en cas d'absence de plasticité. Irwin [IRW 60] et Tay [TAY 95] proposent de la modifier en considérant que le facteur d'intensité des contraintes est corrigé par un incrément de longueur de fissure équivalent à la taille de zone plastique

r_p . Les facteurs d'intensité des contraintes peuvent être reliés au taux de restitution d'énergie comme par exemple en déformations planes :

$$G = \frac{1 - \nu^2}{E} \left((K_I)^2 + (K_{II})^2 \right) + \frac{1}{2\mu} (K_{III})^2 \quad (1.9)$$

Les grandeurs E et μ sont ici respectivement les modules d'élasticité et de cisaillement du matériau. Ainsi les critères de propagation de fissure présentés dans la partie 1.2.2.1 peuvent être appliqués à la théorie de la rupture fragile lorsque la plasticité reste suffisamment confinée en pointe de fissure. On définit alors une valeur seuil en mode I de FIC (K_I^s) au delà de laquelle il y a propagation :

$$K_I^s = \sqrt{G_c \cdot E}. \quad (1.10)$$

C'est grâce à ce paramètre que les critères de propagation de fissure sont construits. Cette théorie peut être appliquée en dynamique, en fatigue [BUI 06] ou bien dans le cas de la CSC [SHO 10] [LU 06].

Bilan

Parmi les paramètres mécaniques influents (σ^*), le facteur d'intensité des contraintes en mode I (K_I) est important à prendre en compte car il permet de quantifier l'intensité des contraintes en pointe de fissure lorsque le mode d'ouverture est pré-dominant et ainsi définir des critères de propagation. En CSC, K_I est habituellement utilisé dans les lois de propagation car les ruptures observées sont majoritairement fragiles même s'il faut veiller à ce que les déformations plastiques restent suffisamment confinées en pointe de fissure pour utiliser cette approche. De plus, en pointe de fissure de CSC, les réactions chimiques peuvent être gouvernées par des variations d'ouverture des lèvres de la fissure ou par l'émergence de bandes de glissement. Ainsi, la variation de K_I (\dot{K}_I) est aussi un paramètre essentiel à prendre en compte.

1.2.3 Quelques éléments d'électrochimie appliqués à la corrosion

La corrosion résulte d'un processus de réactions électrochimiques entre un métal (électrode) et une solution aqueuse (électrolyte). Les réactions mettent en jeu un couple oxydant/réducteur impliqué dans une ou plusieurs réactions de réduction (cathodiques) et d'oxydation (dissolution anodique). Le premier type de réaction consomme des électrons (e^-) pour produire une espèce réduite alors que le deuxième type libère des ions du métal que l'on appelle cations et produit des électrons (équations 1.11) :



1.2.3.1 Corrosion généralisée

La corrosion généralisée est la forme la plus classique de corrosion. Elle se traduit par un processus électrochimique élémentaire qui se produit uniformément sur une surface considérée. Les cinétiques des réactions impliquées peuvent être exprimées par la relation de Butler Volmer (équation 1.12). La densité de courant (j) est égale à la contribution de la densité de courant anodique j_a (oxydation) et cathodique j_c (réduction),

$$j = j_a - j_c = zF \left\{ k_a \cdot [a_a] \exp\left(\frac{z\alpha F\eta}{RT}\right) - k_c \cdot [a_c] \exp\left(\frac{z\beta F\eta}{RT}\right) \right\}. \quad (1.12)$$

Les grandeurs $[a_a]$ et $[a_c]$ désignent respectivement les activités du réducteur et de l'oxydant ; les coefficients k_a et k_c respectivement les constantes cinétiques anodiques et cathodiques ; le coefficient z correspond au nombre d'électrons intervenant dans la réaction ; F est le nombre de Faraday ; R est la constante des gaz parfaits ; T est la température ; enfin η est la surtension appliquée à l'électrode sur laquelle se déroule la réaction. Lorsqu'il y a équilibre cinétique, les courants j_c et j_a sont égaux et le courant global j est nul.

1.2.3.2 Corrosion localisée par piqûre

Le phénomène de piqûration est un phénomène de corrosion localisée qui apparaît pour les matériaux passivés. La réaction de dissolution [GAL 05] se concentre alors à l'endroit où le film passif protecteur se rompt sous l'action d'un agent agressif (souvent des ions halogénures) ou d'une sollicitation mécanique, alors que la réaction cathodique se produit sur les surfaces métalliques externes. Les cations métalliques produits localement dans la piqûre par dissolution anodique sont hydrolysés ce qui s'accompagne d'une chute du pH et d'une augmentation de la concentration en anions pouvant empêcher la repassivation [BER 02]. On définit le potentiel de piqûre (e_p) comme le potentiel au delà duquel la corrosion par piqûre apparaît. En dessous de ce potentiel, le métal reste passif.

Pour caractériser la résistance d'une surface vis à vis de la corrosion par piqûre, des études potentiodynamiques sont généralement réalisées [GAR 88] [PAL 78] [GAL 90]. Un potentiel est appliqué à un échantillon métallique en contact avec la solution. On augmente progressivement ce potentiel et on suit l'évolution du courant j (courant d'oxydation initial, figure 1.4). L'amorçage de la corrosion par piqûres se caractérise par une hausse soudaine du courant pour un potentiel qui correspond à E_p . Selon Pourbaix [POU 70], une fois qu'une piqûre apparaît, même en faisant décroître le potentiel de polarisation, le courant ne décroît pas immédiatement. Il faut passer en dessous d'un potentiel donné (e_r , potentiel de repassivation) pour que le courant diminue à nouveau. Ainsi pour identifier le potentiel de repassivation, on diminue le potentiel de polarisation jusqu'à observer une baisse soudaine du courant de dissolution puis sa stabilisation. La comparaison entre le courant de passivation et d'oxydation donne la nature résistive du film passif reproduit après repassivation. La figure 1.4 présente les deux cas possibles. La courbe en pointillé donne le cas où le courant de repassivation est plus élevé que le courant d'oxydation initial malgré la reformation du film passif. Par conséquent le film est moins protecteur qu'initialement. La courbe de repassivation en trait plein donne le cas où le courant de repassivation est égal ou inférieur au courant d'oxydation initial. Dans ce cas, le film passif reformé est au moins aussi protecteur qu'initialement. Cette technique est très utile pour qualifier la

résistance d'un métal vis à vis de la piquuration et sa stabilité dans un milieu donné. L'amorçage de la CSC est bien souvent lié à ce phénomène de corrosion par piqûre [TSA 00] [GAL 90] [FAR 03]. Son caractère local est ainsi également lié à la présence d'un film passif en surface du métal et l'amorçage du phénomène résulte de la rupture de ce film sous l'action d'un agent agressif.

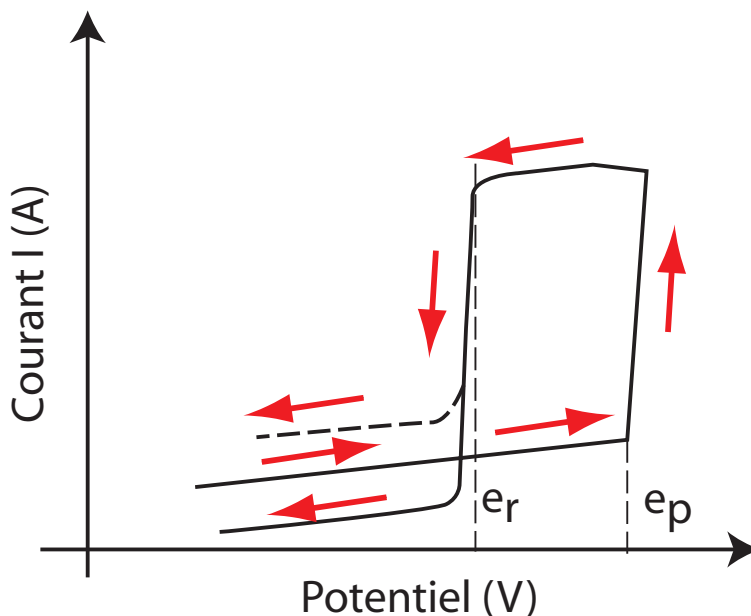


FIGURE 1.4: Courbe de polarisation cyclique classique montrant les potentiels de piqûre (e_p) et de repassivation (e_r)

Bilan

Parmi les paramètres électrochimiques influents (χ^*), le courant de dissolution (j) est donc essentiel car il permet de quantifier la cinétique de réaction et donc la quantité de métal dissous. Dans le cas de la CSC, c'est la densité de courant locale qu'il faudra prendre en compte, puisque la dissolution est localisée et fait suite à la rupture du film passif. Cette localisation de la dissolution étant bien souvent liée à l'amorçage de piqûres, il conviendra également de bien identifier la valeur du potentiel de piqûre (e_p) dans les systèmes étudiés.

1.2.4 Phénoménologie

La CSC est un phénomène complexe à étudier car beaucoup de facteurs mécaniques et chimiques, mais également métallurgiques doivent être pris en compte. Des approches phénoménologiques sont utiles pour étudier les aspects globaux des phénomènes qui interagissent. Généralement, les fissures

de CSC se propagent suivant plusieurs régimes en fonction de l'intensité des contraintes, pour lesquels les vitesses de propagation de fissure (da/dt) peuvent évoluer ([BER 02] [WIN 05] [COX 90]). La figure 1.5(a) donne une allure classique de l'évolution de da/dt en fonction de K_I lors de la propagation d'une fissure de CSC. Généralement, et expérimentalement, ce genre de graphique est obtenu à partir de la valeur initiale de K_I (K_I^0) et de la valeur moyenne de da/dt [IBR 08] [SHI 08].

L'amorçage des fissures est assuré lorsque les conditions électrochimiques (durée d'incubation) sont réunies pour provoquer la corrosion localisée. De plus, la CSC apparaît pour des milieux qui sont à priori peu ou non agressif pour le matériau en l'absence de contrainte. Ainsi la contrainte appliquée a un rôle important sur l'amorçage, qui peut être provoqué par l'obtention d'un niveau d'intensité des contraintes seuil en CSC (K_{ICSC}) provoquant la rupture du film passif protecteur. Cette phase d'amorçage correspond au régime *a* de la figure 1.5(a) et, à ce stade, la vitesse de propagation dépend beaucoup de K_I .

Après cette phase, on observe généralement un plateau, ou un quasi plateau, pour lequel la dépendance de da/dt à K_I est moins marquée. Ce régime existe pour un certain nombre de systèmes sensibles à la CSC, pour lesquels les vitesses de propagation au plateau peuvent avoir des ordres de grandeur très différents (10^{-11} à $10^{-6} m \cdot s^{-1}$). On peut citer les exemples des aciers à haute résistance en solution aqueuse [PAR 75], des aciers inoxydables en solution aqueuse à haute température [SAI 01] [SHO 10], des alliages à base nickel en milieu primaire [LAG 09], du Zircaloy-4 en milieux aqueux halogénés [COX 90] [FAR 03].

Enfin un dernier régime est parfois observé. Il correspond à la phase finale de propagation où la vitesse de fissuration redevient largement dépendante du facteur d'intensité des contraintes jusqu'à atteindre la rupture finale (K_{IC}).

La fissuration est globalement d'aspect fragile même pour des matériaux ductiles comme les aciers inoxydables [DES 90] ou les alliages de zirconium [SER 08] [FRA 11]. La fissuration peut être intergranulaire (propagation le long des joints de grains), transgranulaire (propagation à travers les grains) ou mixte. La rupture intergranulaire est souvent associée à la dissolution préférentielle au niveau des joints de grain ; la propagation transgranulaire présente quant à elle un caractère plus fragile [TUR 93]. Dans certains cas (Zircaloy en solution halogénée voir section 1.4), des vitesses de propagation plus élevées sont mesurées durant la phase de propagation transgranulaire [FAR 04].

La détermination de K_{ICSC} est généralement délicate. L'expérience montre que le temps à rupture (t_f) est d'autant plus petit que la contrainte est élevée. Ainsi pour déterminer K_{ICSC} , plusieurs essais sont nécessaires. Pour chacun d'eux, on applique une valeur initiale de K_I (K_I^0). On relève alors le temps à rupture (t_f). Ceci permet de tracer l'évolution de K_I^0 en fonction de $\log(t_f)$ (figure 1.5(b)) [IBR 08]. Avec une extrapolation, on peut ainsi obtenir la valeur seuil de K_I (K_{ICSC}) correspondant à l'asymptote horizontale de la courbe. Cette technique peut s'avérer relativement longue à mettre en place étant donné le nombre conséquent d'essais à réaliser et leurs durées respectives [BAY 96].

La phase d'amorçage est complexe à étudier car il est difficile d'appliquer directement la théorie de la mécanique de la rupture. Il convient mieux d'étudier cette phase avec des modèles d'endommagement. La dernière phase de propagation ductile est généralement très peu étudiée de par l'intensité des déformations plastiques présentes.

Il convient de noter que dans ce genre d'étude, les vitesses de chargement (\dot{K}_I) ne sont généralement pas prise en compte sur l'estimation de da/dt . De plus, ce type d'approche repose généralement sur la mesure de K_I en début d'essai et peu d'études permettent de quantifier K_I en cours d'essai pour

obtenir une évolution en temps réel de ce paramètre durant la propagation des fissures de CSC.

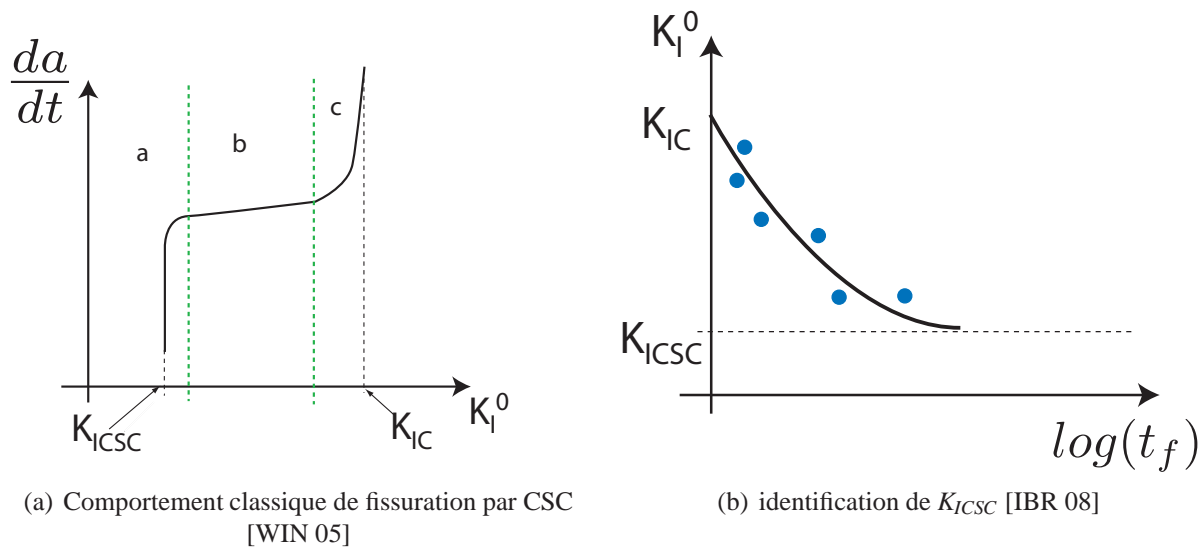


FIGURE 1.5: Facteurs d'intensité des contraintes et vitesse de propagation en CSC

1.2.5 Modélisation de la CSC

La plupart des auteurs spécialistes admettent qu'il est impossible de proposer un modèle unique universel permettant de décrire et modéliser le phénomène de CSC. Ceci est d'autant plus vrai que selon les couples métal-solution mis en jeu, les mécanismes élémentaires mis en jeu peuvent être différents. On peut cependant regrouper les modèles proposés par la littérature selon des familles [COX 90] :

- Dissolution anodique en pointe de fissure et rupture de films passifs.
- Interaction plasticité-corrosion.
- Mobilité des surfaces.
- Fragilisation par adsorption.

Il convient en outre de choisir l'échelle de modélisation la plus adaptée selon les phénomènes que l'on souhaite mettre en évidence. L'échelle macroscopique est celle habituellement choisie par le mécanicien car elle permet d'utiliser la théorie de la mécanique des milieux continus [WIN 05]. L'échelle microscopique est celle préférée par les spécialistes des sciences des matériaux car elle permet la compréhension des mécanismes mis en jeu à l'échelle de la microstructure.

1.2.5.1 Modèles de dissolution anodique

Les modèles de dissolution anodique (appelés communément *slip dissolution models*) ont été introduits principalement par Ford [FOR 90]. Ils permettent de décrire le phénomène de fissuration par CSC comme la compétition entre dissolution et passivation en pointe de fissure. La vitesse de propagation de la fissure (da/dt) est gouvernée par la densité de courant de dissolution (ou d'oxydation) j et la loi de Faraday qui peut être donnée par :

$$\frac{da}{dt} = \frac{M \cdot j}{zF\rho} \quad (1.13)$$

M est la masse molaire de l'espèce dissoute, z le nombre d'électrons échangés dans la réaction élémentaire, F le nombre de Faraday et ρ la masse volumique du métal considéré. La densité de courant j peut être exprimée en fonction de la densité de courant du métal nu j^* et de la grandeur d'activation A^* qui est égale à 1 lorsque la surface en pointe de fissure est complètement active (pas de présence de film passif) et est égale à 0 lorsque le film passif est suffisamment isolant pour empêcher tout échange électrique [HAL 08a] :

$$j = j^* \cdot A^* \quad (1.14)$$

La grandeur A^* est gouvernée par la cinétique de formation et de rupture du film passif reposant sur un mécanisme en quatre étapes (figure 1.6(a)) :

- La première étape correspond à la formation d'un film passif sur les lèvres de la fissure (a). Durant cette phase, la croissance du film passif contribue à l'isolement électrique des surfaces d'échange. Le courant de dissolution diminue car le film passif croît en fonction du temps. Une loi de diminution exponentielle du courant est généralement proposée :

$$j = k_d t^{-m} \quad (1.15)$$

où k_d est le coefficient de décroissance du courant de dissolution et m l'exposant décrivant sa décroissance exponentielle [LU 06]. La figure 1.6(b) donne l'allure d'une évolution typique du courant pour le domaine (a). Des modèles d'évolution de l'intensité du courant d'oxydation en loi puissance durant cette phase ont été proposés par Ford [FOR 90] puis repris par Shoji *et al* [PEN 04] [LU 06] [SHO 10].

- Le film passif croît jusqu'à rompre pour une déformation de rupture critique atteinte (ϵ_f phase (b)). Le temps (τ) qu'il faut pour rompre le film est déduit simplement de la vitesse de déformation en pointe de fissure $\dot{\epsilon}_{ct}$ (relation 1.16) :

$$\tau = \epsilon_f / \dot{\epsilon}_{ct} \quad (1.16)$$

- Lorsque le film rompt, la surface est mise à nu et la dissolution est favorisée. Le courant de dissolution devient alors maximal et égale à j^* (phase (c)).
- Dans ce modèle, on considère alors qu'une fois rompu, le film se reforme immédiatement (phase (d)) et le courant de dissolution redécroît à nouveau.

Ainsi la vitesse de fissuration peut être estimée par le calcul du courant de dissolution moyen en pointe de fissure par l'application de la loi de Faraday (équation 1.17) dans laquelle le paramètre A^* est dépendant du rapport $\frac{\dot{\epsilon}_{ct}}{\epsilon_f}$ et de l'intégrale de $j(t)$ sur un cycle de rupture du film passif/passivation.

$$\frac{da}{dt} = \left(\frac{M}{zF\rho} \int_0^\tau j(t) dt \right) \cdot \left(\frac{\dot{\epsilon}_{ct}}{\epsilon_f} \right) \quad (1.17)$$

Le taux de déformation en pointe de fissure ($\dot{\epsilon}_{ct}$) apparaît donc comme étant un paramètre important dans ce modèle. Shoji *et al* [LU 06] utilisent les champs HRR (Hutchinson, Rice and Rosengren)

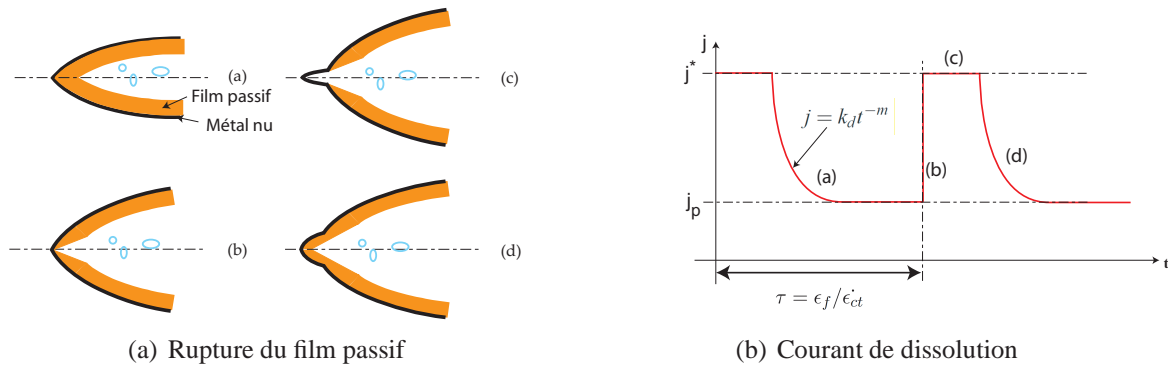


FIGURE 1.6: Description du mécanisme du *slip dissolution model* [FOR 90][SHO 10] [LU 06]

pour exprimer cette quantité (équation 1.18) et montrent qu'elle dépend d'un certain nombre de paramètres tels que des termes décrivant la plasticité (limite d'élasticité σ_Y , coefficient d'érouissage n), le module d'élasticité (E), le facteur d'intensité des contraintes et sa variation (K_I et \dot{K}_I), et aussi la vitesse de propagation de la fissure ($\frac{da}{dt}$).

$$\dot{\epsilon}_{ct} = f \left(\frac{da}{dt}, K_I, \dot{K}_I, \sigma_Y, n, E \right) \quad (1.18)$$

En combinant les équations 1.17 et 1.18 et en négligeant les effets de \dot{K}_I , on obtient une équation donnant l'expression de $\frac{da}{dt}$. Dans de nombreux cas, on obtient une vitesse de fissuration de la forme :

$$\frac{da}{dt} = k \cdot \dot{\epsilon}_{ct}^\alpha \quad (1.19)$$

où k est une constante et α un coefficient souvent compris entre 0,5 et 0,7. La stabilité mathématique de cette équation est étudiée par Newman [NEW 07].

Ce modèle a cependant parfois été contesté. Gutman [GUT 07] remet ainsi en cause la non prise en compte de la contrainte dans l'expression du taux de déformation qui est le paramètre qui gouverne la rupture du film passif (équation 1.16). De plus, ce même auteur conteste le fait que les effets mécano-chimiques ne sont pas pris en compte sur l'accélération de la dissolution.

MacDonald *et al* [MAC 91] [ENG 99] apportent une amélioration au modèle en tenant compte de l'électrochimie en pointe de fissure. Une méthode par éléments finis permet de modéliser les différentes cinétiques des réactions électrochimiques mises en jeu et permet ainsi de quantifier les contributions cathodiques et anodiques dans les différents mécanismes. La répartition des densités de courant au sein de la fissure peut alors être quantifiée [GAV 03], [GAV 07] [VAN 09]. Ce modèle s'applique essentiellement à la fissuration intergranulaire car généralement la dissolution se concentre au niveau des joints de grains [TUR 93].

On a vu que la compétition entre rupture du film passif et repassivation est gouvernée par la grandeur temporelle $\dot{\epsilon}_{ct}$ qui traduit une vitesse de chargement en pointe de fissure. Son estimation expérimentale est bien souvent délicate et nous nous proposerons par la suite d'étudier les cinétiques de chargement en pointe de fissure par le paramètre \dot{K}_I qui permettront également de quantifier les cinétiques de reformation du film passif. En effet \dot{K}_I représente directement la variation des contraintes en pointe de fissure.

Ce modèle de dissolution anodique s'applique dans le cas où les cinétiques de repassivation sont proches de celles de dissolution. En effet, dans un milieu non favorable à la repassivation (ex : présence d'ions Cl^-) la dissolution devient prépondérante. Ainsi la propagation de fissure peut être seulement gouvernée par la loi de Faraday et la phase (c) (figures 1.6(b) et 1.6(a)) devient alors largement dominante.

1.2.5.2 Le modèle du clivage induit par le film

Le modèle du clivage induit par le film (*film-induced cleavage*) a été introduit par Sieradski *et al* [SIE 85]. L'environnement forme en fond de fissure un film passif qui sous l'action d'une contrainte peut provoquer un microclivage qui traverse l'interface film/métal et peut se propager au sein du métal sur une distance de quelques micromètres [CAS 90]. Ici, c'est donc le film passif qui fragilise le matériau puisque cette couche peut être poreuse [BAR 08] à cause de la dissolution sélective. Comme pour le modèle de dissolution anodique, un processus cyclique est ici invoqué avec reformation successive d'une couche passive jusqu'à une nouvelle rupture.

1.2.5.3 Interaction plasticité-corrosion

D'après les observations de faciès de rupture de CSC, l'interaction plasticité-corrosion semble jouer un rôle important dans les mécanismes. Bien que les matériaux soient ductiles, les faciès de rupture observés sont fragiles mais peuvent comporter des traces de plasticité. Ce type de modèle se focalise sur la phase de propagation des fissures. L'amorçage n'est ici pas pris en compte et il est provoqué par la rupture du film passif qui conduit à la mise à nu du métal. La propagation est favorisée par la présence de certaines espèces empêchant la repassivation (e.g. ions Cl^- [MAG 90]). De nombreuses observations montrent peu de traces de dissolution prononcée sur les faciès de rupture, et conduisent à des estimations de courants de dissolution ne permettant pas d'expliquer à eux seuls la fissuration. Magnin [MAG 90] différencie trois variantes du modèle d'interaction plasticité-corrosion : Jones [JON 85], Magnin [MAG 90] et Lynch [LYN 88].

1. Le modèle le plus ancien est celui de Jones [JON 85]. En pointe de fissure, la dissolution provoque l'accumulation de lacunes qui se regroupent et induisent une atténuation du durcissement et une hausse de la mobilité des dislocations. Un regroupement suffisant des lacunes provoque l'amorçage de la fissure par micro-clivage. La dissolution peut être favorisée par effet de couplage galvanique avec le reste du métal passivé.
2. Le modèle de Magnin [MAG 90] se base sur le fait que la dissolution des atomes est préférentielle en pointe de fissure car c'est là que les contraintes sont les plus importantes. Cette dissolution favorise l'activité des dislocations d'où l'interaction plasticité-corrosion. La propagation résulte d'amorçages de micro-fissures dues à l'empilement de dislocations qui augmentent la contrainte locale jusqu'à atteindre la valeur critique de clivage.
3. Le modèle de Lynch [LYN 88] introduit l'effet fragilisant de l'hydrogène sur la propagation. Une adsorption localisée en pointe de fissure affaiblit les liaisons atomiques et contribue à la génération locale de dislocations. L'utilisation de ce modèle se justifie par le fait que les réactions de dissolution anodique sont souvent couplées à des réactions de réduction du proton et donc de formation d'hydrogène (figure 1.7).

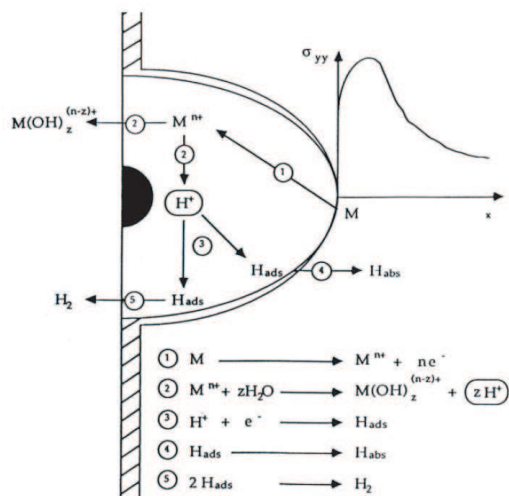


FIGURE 1.7: Réactions chimiques potentielles au voisinage d'une fissure [DEL 01]

Dans ces modèles l'interaction plasticité-corrosion est réciproque. La corrosion modifie l'état de plasticité par l'intermédiaire d'espèces adsorbées. La dissolution peut également avoir un rôle en rendant plus mobiles les dislocations. L'effet réciproque de la plasticité sur la dissolution s'explique par l'intermédiaire de la variation de l'enthalpie libre de dissolution (ΔG) en présence de plasticité qui entraîne la diminution de l'énergie d'activation correspondante. La plasticité peut également affecter les courants de dissolution [GUT 94] [SAH 06] [LAR 07], par modification significative de l'état de contrainte. En considérant une réaction avec différentes espèces chimiques i et leurs activités respectives a_i , le potentiel μ_i du métal subissant une contrainte hydrostatique σ_m est donnée par l'équation 1.20 :

$$\mu_i = \mu_i^0 + RT \ln(a_i) + \sigma_m \cdot V_m. \quad (1.20)$$

Gutman [GUT 94] introduit alors une activité mécano-électrochimique équivalente (\bar{a}_i) (équation 1.21) :

$$\bar{a}_i = a_i \cdot \exp\left(\frac{\sigma_m V_m}{RT}\right). \quad (1.21)$$

où V_m est le volume molaire de l'espèce i considérée. D'après Feageas *et al* [SAH 06] [FEA 07], seule la contrainte hydrostatique (σ_m) a un effet sur la réaction chimique. En effet la contrainte hydrostatique conduit à une variation de volume sans changement de forme alors que la contrainte déviatorique entraîne un changement de forme sans changement de volume. L'énergie de surface n'intervient pas dans le bilan énergétique liquide/solide et donc seule la contrainte hydrostatique a un effet sur son équilibre. Il en vient que le rapport des densités de courant de dissolution entre un matériau contraint ($j(\sigma = \sigma_0)$) et non contraint ($j(\sigma = 0)$) est donné par le facteur :

$$A_1 = \frac{j(\sigma = \sigma_0)}{j(\sigma = 0)} = \exp\left(\frac{\sigma_m V_m}{RT}\right)$$

Cette approche permet de quantifier la répartition des densités de courant en fonction de la répartition des contraintes et permet de mettre en évidence qu'elles peuvent être très concentrées en pointe de fissure de par l'intensité des contraintes qui y règne.

1.2.5.4 Modèle de mobilité des surfaces

Le modèle de mobilité des surfaces a été proposé par Galvele [GAL 87] [GAL 96]. Cette approche non-electrochimique explique l'avancée de la fissure par la mobilité de lacunes produites par la dissolution vers la pointe de la fissure, l'intensité des contraintes en pointe de fissure favorisant leur diffusion. Dans ce modèle, l'environnement agit sur l'auto-diffusion du métal et ainsi sur la mobilité des lacunes. Ce modèle a par exemple été utilisé pour décrire la CSC du Zircaloy-4 en milieu aqueux halogéné [FAR 03] [FAR 04]. Il a néanmoins été critiqué par différents auteurs [SIE 94] [GAL 94] [GUT 03], en particulier car la distinction entre fissuration intergranulaire et transgranulaire n'est pas clairement explicitée. On lui reproche également de ne pas tenir compte de l'ensemble du champ de contrainte sur la modification de l'auto-diffusion et de s'appuyer sur la théorie du fluage en surestimant de plusieurs ordres de grandeurs les vitesses de fissuration généralement observées [SIE 94].

1.2.5.5 Fragilisation par adsorption

En présence d'un environnement agressif, différentes réactions électrochimiques se produisent. Certains produits de réaction peuvent alors s'adsorber en surface. Pour les problèmes de CSC, ceci permet souvent d'expliquer le caractère fragilisant de la fissuration [LYN 88]. L'adsorption joue un rôle en modifiant localement l'énergie de surface (γ) et en favorisant les phénomènes de décohésion (*stress-sorption*) [MCC 10]. Les liaisons atomiques deviennent alors plus fragiles et la rupture par clivage peut apparaître pour des niveaux de sollicitations mécaniques plus faibles. L'utilisation de ce genre de modèle est bien souvent délicate car il est difficile de quantifier la modification de l'énergie de surface (γ) directement liée aux facteurs d'intensité des contraintes seuils en CSC (K_{ICSC}).

Bilan de la présentation de la CSC

Cette revue des mécanismes de CSC permet de rendre compte de la difficulté de compréhension du phénomène. Beaucoup de facteurs entrent en jeu dans la propagation des fissures. Il convient donc de choisir un système d'étude permettant de mettre en évidence tous ces facteurs influents sur la CSC.

Les études phénoménologiques montrent qu'il existe une phase d'amorçage en CSC qui est difficilement modélisable et dont les mécanismes mis en jeu sont très complexes. D'autre part la phase de propagation mérite encore d'être étudiée tant les facteurs entrant en compte sont nombreux. Ici on se propose d'utiliser la mécanique des milieux continus et la mécanique de la rupture fragile afin d'étudier la propagation en CSC à l'échelle macroscopique tout en s'autorisant à faire le lien avec l'échelle microscopique en s'appuyant sur des études fractographiques.

De plus, les modèles montrent que le régime de fissuration intergranulaire est plutôt associé à un processus de dissolution alors qu'une propagation transgranulaire serait plutôt liée à un processus de fragilisation par adsorption. Il conviendra donc de choisir un système d'étude présentant ces deux modes de fissuration.

Enfin ces modèles montrent clairement la présence d'un couplage fort entre électrochimie et mécanique. La variation de l'état mécanique en pointe de fissure (K_I) gouverne les cinétiques de rupture de film passif et repassivation. L'apport de dislocations en pointe de fissure a également une influence sur la fissuration par CSC et dépend lui de l'état des contraintes plastiques en pointe de fissure qui est quantifié par K_I . L'un des objectifs de notre travail sera donc de pouvoir quantifier expérimentalement ce couplage. Les différentes techniques expérimentales de sollicitation (mécanique et électrochimique) permettant de remplir cet objectif sont ainsi présentées dans la partie suivante.

1.3 Moyens de sollicitations expérimentales

1.3.1 Sollicitations mécaniques

La simulation expérimentale de la CSC nécessite l'application d'une sollicitation mécanique. Habituellement pour les études déjà réalisées sur cette problématique, différents types de sollicitation sont privilégiés :

1. Déformation totale constante.
2. Charge constante.
3. Traction lente.
4. Sollicitations spécifiques à la mécanique de la rupture.

Le choix du type de sollicitation mécanique est lié aux phénomènes que l'on souhaite mettre en évidence. Des contraintes techniques peuvent également guider ce choix puisqu'elles peuvent dépendre également du type de milieu agressif, de sollicitation et de conditions électro-chimiques à

mettre en place. L'utilisation éventuelle d'éprouvettes pré-fissurées va également orienter le type de sollicitation mécanique.

1.3.1.1 Essais à déformation imposée

Dans bien des cas pratiques de la CSC, les contraintes mécaniques apparaissent du fait d'une déformation imposée à la structure. Des essais à déformation globale constante permettent donc de simuler l'application d'une contrainte correspondant aux cas réels. Ce type d'essai a pour avantage de nécessiter un dispositif simple et par conséquent d'être faiblement coûteux. En général ces essais sont menés avec des éprouvettes normalisées pré-fissurées CT WOL (Wedge Opening Loading). Il existe également des anneaux "C-Ring" ou des plaques cintrées "U-bend". Pour ce type d'éprouvette, le chargement s'effectue par un système de vissage et ne nécessite donc pas obligatoirement l'emploi d'une machine de traction. Cependant il est en général délicat d'obtenir une bonne reproductibilité du fait de la difficulté d'appliquer un niveau de chargement précis. Il faut en général utiliser des formules analytiques qui permettent de donner une relation entre la déformation appliquée et l'estimation des facteurs d'intensité des contraintes [HIR 85]. Avec ces conditions de déformation imposée constante, le travail des efforts extérieurs est nul. Le bilan énergétique défini dans le cadre de la mécanique de la rupture (partie 1.2.2.1) montre alors que la propagation de fissure consomme l'énergie disponible dans la structure. Ceci peut contribuer à son arrêt lorsque l'énergie disponible ne devient plus suffisante pour créer une fissure. Ainsi, la fissuration débute généralement par un mode transgranulaire suivi par une propagation intergranulaire avant un arrêt de la propagation. Le comportement à rupture obtenu est donc parfois différent de ce qui est obtenu en pratique.

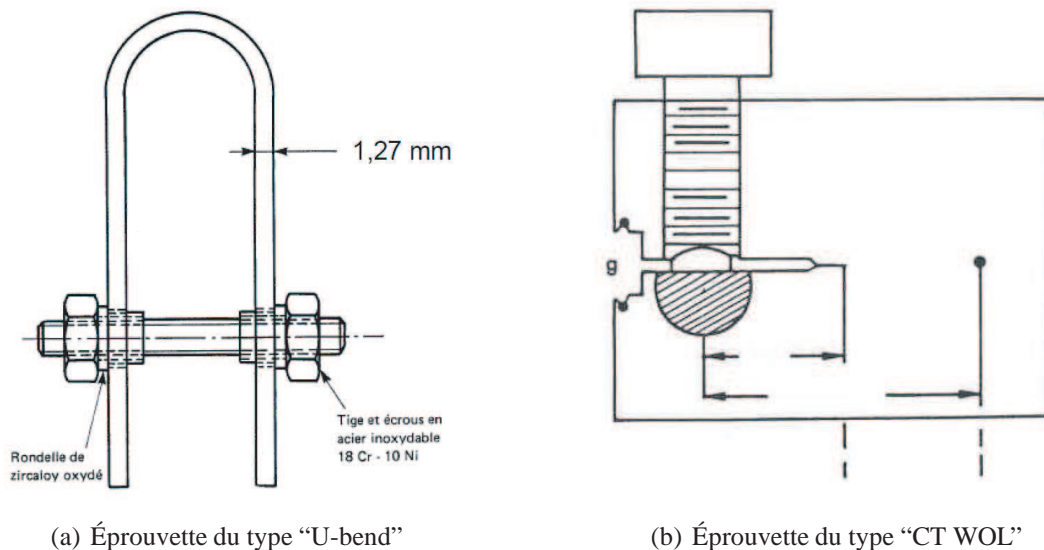


FIGURE 1.8: Exemples d'éprouvettes à déformations imposées [LAG 09] [LEM 90]

1.3.1.2 Essais à charge imposée

L'application d'un chargement imposé peut s'effectuer simplement en utilisant le champ de gravité et l'application de simple masse [LIU 07]. On préfère généralement appliquer un chargement de façon progressive à l'aide d'une machine de traction avant de le maintenir. On impose alors une charge initiale correspondant à une contrainte défini au préalable qui peut évoluer en fonction de l'endommagement subi par l'éprouvette au cours du temps. Pour des éprouvettes pré-fissurées ou pré-entaillées, le ligament diminue au cours de la propagation et génère donc une augmentation des contraintes moyennes dans la section mais surtout de l'intensité des contraintes qui favorise la propagation de la fissure. L'accroissement de K_I provoque alors l'augmentation de la taille de zone plastique en pointe de fissure au cours de la propagation qui peut s'avérer compromettante pour l'utilisation de la théorie de la rupture fragile.

Ainsi cette technique possède l'avantage de favoriser la propagation d'une fissure à condition d'appliquer une contrainte initiale suffisante pour provoquer la fissuration. Néanmoins cette technique peut générer de larges déformations plastiques qui rendent difficile l'utilisation des facteurs d'intensité des contraintes comme grandeur gouvernant la propagation.

1.3.1.3 Essais de traction lente

La sollicitation en traction lente (*Slow Strain Rate Test-SSRT*) permet d'effectuer une mise en charge progressive. On peut imposer une vitesse de déformation précise avec l'utilisation d'un extensomètre qui permet d'asservir la commande de la machine. Dans beaucoup d'études, on utilise cependant la déformation totale déterminée par le rapport du déplacement de la traverse de la machine sur la longueur utile de l'éprouvette. Généralement une vitesse de sollicitation faible est adoptée ($\leq 10^{-5} s^{-1}$) afin d'éviter que les effets mécaniques deviennent trop prépondérants. Pour conduire ces essais, il est nécessaire d'utiliser une machine de traction. Les machines électro-mécaniques conviennent mieux pour imposer une vitesse de déplacement faible. Pour qualifier ces essais, on compare les grandeurs globales : déformation à rupture, contrainte maximale, perte de ductilité d'essais de CSC avec celles obtenues au cours d'essais conduits en milieu inerte [KUB 85] [FAR 03]. Cet essai est bien adapté à l'utilisation d'éprouvettes plates présentant une pré-fissure. Ce type de chargement ne permet pas de simuler des conditions de mise en service mais permet d'identifier des niveaux de chargement critiques conduisant à la fissuration. Il a également pour inconvénient d'accélérer les cinétiques d'endommagement.

1.3.1.4 Sollicitations reposant sur la mécanique de la rupture

Les techniques de sollicitation présentées dans les paragraphes précédents peuvent s'appliquer autant à des éprouvettes tant lisses que pré-entaillées ou pré-fissurées. L'intérêt d'utiliser des techniques dédiées à la mécanique de la rupture permet d'étudier l'amorçage ou la propagation d'une fissure unique. Généralement pour localiser la fissuration on réalise une pré-entaille ou une pré-fissure. Notons que :

- l'utilisation d'une pré-entaille permet de créer une concentration de contrainte favorisant l'amorçage d'une fissure unique ;

- l'utilisation d'une pré-fissure permet de créer une singularité qui en plus de garantir une fissure unique permet de s'émanciper des effets de l'amorçage et de focaliser l'étude sur la propagation.

Les facteurs d'intensité des contraintes déterminent l'état de contrainte en pointe de fissure, la plasticité confinée et les critères de propagation. On voit donc l'intérêt de maîtriser cette grandeur afin de limiter la plasticité et pouvoir utiliser la théorie de la rupture fragile.

Des essais conduisant à imposer une valeur de K_I constante peuvent s'avérer intéressants pour éviter une augmentation trop importante de la plasticité (charge imposée constante) ou éviter de provoquer l'arrêt de la propagation (déformation imposée constante). Les essais de double torsion [SHY 06] permettent d'obtenir une évolution de K_I indépendamment de la longueur de fissure (figure 1.9). Cette technique repose sur l'application d'un chargement symétrique sur quatre points et s'adapte bien pour une étude avec des faibles vitesses de propagation. Mais cette technique nécessite un appareillage bien spécifique qui peut s'avérer difficile à mettre en place pour la réalisation d'essais in-situ en environnement agressif. D'autres techniques permettent par ailleurs de modifier l'effort appliqué en cours de propagation pour imposer une valeur de K_I . Elles sont alors envisageables pour permettre une interprétation plus commode des essais. Il s'agit de la technique du *Load-Shedding* [AST 95] [XU 97], qui est principalement utilisée pour l'étude de la propagation de fissures en fatigue. Grâce à cette technique, les facteurs d'intensité des contraintes sont imposés soit pour garder des valeurs constantes, soit pour les diminuer afin d'identifier des valeurs seuils de propagation [RIT 99] [LAW 99]. A notre connaissance, ce type d'essai n'a cependant jamais été mis en place en présence d'un milieu agressif mais est habituellement utilisée pour réaliser des pré-fissures par fatigue sur des éprouvettes destinées par la suite à l'étude de la CSC.

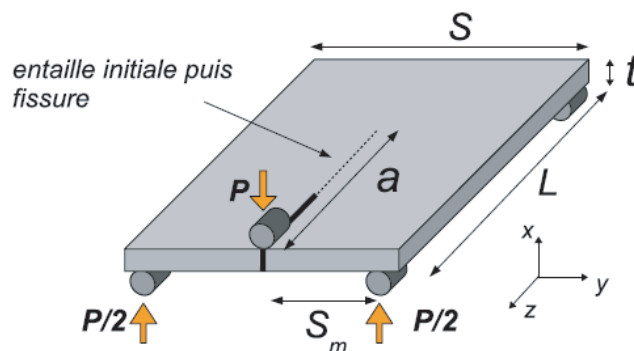


FIGURE 1.9: Principe de la technique de double torsion [LEP 11]

1.3.2 Sollicitation par corrosion

1.3.2.1 Présentation des différentes méthodes

La corrosion sous contrainte résulte d'un processus de corrosion qu'il faut être capable d'imposer et de mesurer. Les cinétiques des réactions peuvent être quantifiées par l'intermédiaire de mesures électriques des courants issues de réactions cathodiques ou anodiques. Ces mesures sont généralement

effectuées à l'aide d'un potentiostat et d'un montage à trois électrodes. L'électrode sur laquelle on fait l'étude est l'électrode de travail ; son potentiel e est mesuré par rapport à une électrode de référence ; la différence de potentiel U que l'on fait varier est établie entre l'électrode de travail et une électrode auxiliaire ou contre-électrode (graphite ou platine). Le courant I circule ainsi entre l'électrode de travail et l'électrode auxiliaire minimisant ainsi la chute de tension entre l'électrode de travail et l'électrode de référence par rapport à laquelle on mesure le potentiel e (figure 1.10).

Les différents montages sont définis suivant les grandeurs électrochimiques qui sont imposées ou mesurées. La sollicitation électrochimique consiste en premier lieu à mettre en contact une surface métallique avec un environnement agressif. On peut alors séparer les processus de sollicitation et de mesures électrochimiques en deux catégories. Le mode de mesure et de sollicitation **au potentiel de corrosion** met en jeu des réactions qui apparaissent naturellement lorsque le système métal/milieu favorise la corrosion intrinsèquement. Néanmoins, la corrosion est un processus de dégradation généralement lent et son étude expérimentale devient alors problématique. On appelle cette durée d'activation du processus, la période d'incubation. Pour diminuer cette durée, on peut utiliser des techniques permettant d'accélérer les processus de réactions chimiques (polarisation de l'échantillon). On travaille alors avec un processus **de mesure et de sollicitation sous polarisation anodique** qui accélère l'amorçage de la corrosion.

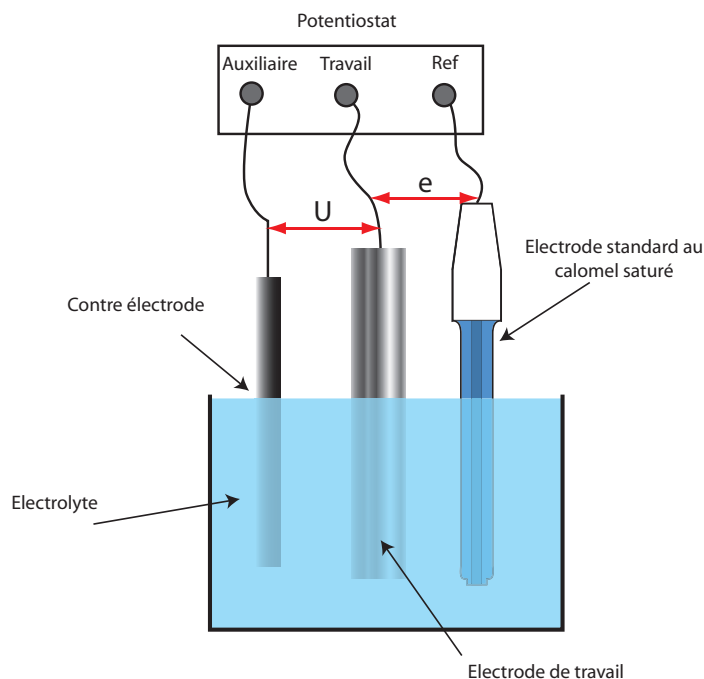


FIGURE 1.10: Principe de mesure électrochimique à l'aide d'un potentiostat

1.3.2.2 Sollicitations et mesures au potentiel de corrosion

La présence de certains agents agressifs comme les ions chlorures ou certains oxydants peut favoriser parfois la déstabilisation des films passifs. La corrosion peut alors se produire naturellement, avec une cinétique suffisante pour être mesurée et en permettant des essais de durée raisonnable. On peut donc caractériser le processus électrochimique à l'aide de mesures réalisées au potentiel de corrosion :

- La méthode de suivi de potentiel consiste à mesurer le potentiel en circuit ouvert au cours du temps. L'avantage de cette méthode est qu'elle ne perturbe pas le système et ne provoque pas la fissuration. Cette méthode permet d'étudier l'évolution du potentiel au cours du temps et permet d'identifier des cycles de passivation/dépassivation dans le cas de baisse brutale (dépassivation) du potentiel suivi d'une hausse progressive (passivation) (figure 1.11(a)). La corrosion généralisée est quant à elle associée à une baisse progressive du potentiel au cours du temps. Cette technique ne permet pas la mesure de courant et ne favorise donc pas une étude de l'influence des cinétiques de dissolution.
- La méthode du bruit électrochimique permet d'étudier des fluctuations instantanées de courant entre deux électrodes identiques et de potentiel en circuit ouvert associées à des réactions de corrosion. Cette méthode est mieux adaptée pour les processus de corrosion localisée [COT 01] [CZI 06]. Elle est enfin souvent couplée à une analyse fréquentielle afin d'identifier d'éventuels couplages entre les différents phénomènes. Elle est souvent utilisée dans les cas d'identifications de cycles de passivation et de dépassivation comme pour les études de tribocorrosion [BER 06].
- La méthode de spectroscopie d'impédance est une technique transitoire qui consiste à étudier la réponse d'un système électrochimique suite à une perturbation. Celle-ci correspond bien souvent un signal alternatif de faible amplitude. Cette technique étudie différentes fréquences de perturbation pour dissocier des phénomènes lents qui peuvent être associés à de la diffusion ou à des phénomènes rapides tels que des processus de dépassivation. On mesure ainsi les impédances électrochimiques d'une éprouvette sollicitée qui comparées à celle d'une éprouvette non sollicitée peuvent permettre de détecter la fissuration en CSC [BOS 05]. Dans cette méthode les perturbations peuvent être appliquées autour du potentiel de corrosion mais également autour d'un potentiel de polarisation anodique.

On a précédemment vu que la corrosion sous contrainte affecte en général les matériaux passivables. La période d'incubation dépend principalement du temps qu'il faut à la solution agressive pour dégrader la couche passive protectrice qui provoque par la suite l'augmentation de la vulnérabilité du matériau vis-à-vis de la CSC. C'est pourquoi il est parfois nécessaire d'avoir recours à des techniques dites actives pour déclencher et quantifier les processus de corrosion impliqués en CSC.

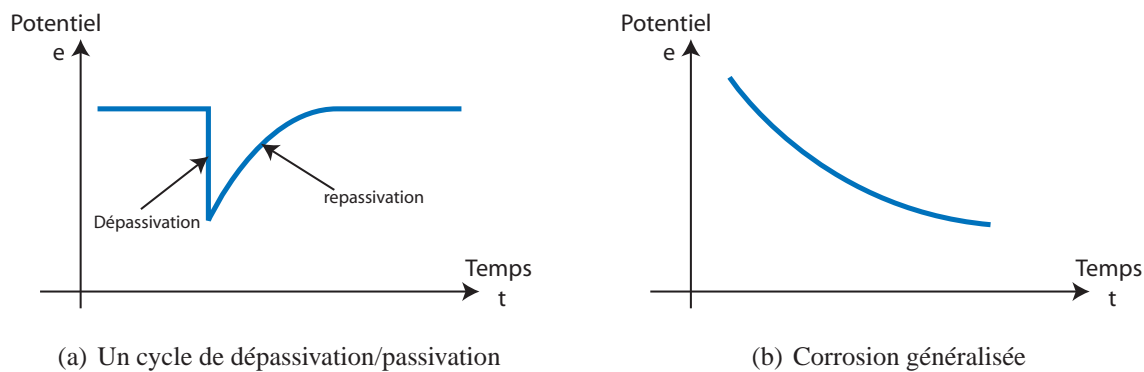


FIGURE 1.11: Suivi de potentiel pour un cycle de dépassivation/passivation et de corrosion généralisée

1.3.2.3 Sollicitations sous polarisation anodique

Ces techniques consistent à imposer un potentiel ou un courant :

- La méthode potentiostatique consiste à imposer un potentiel de polarisation à une électrode de travail. On mesure alors le courant qui circule entre l'électrode de travail et l'électrode auxiliaire. Cette méthode peut provoquer le phénomène de CSC lorsque par exemple, le potentiel de polarisation est supérieur au potentiel de piquê [BER 02]. L'adsorption d'ions Cl^- peut être favorisée par une polarisation anodique forte [BER 02]. Dans ces conditions, on peut également utiliser la méthode de spectroscopie d'impédance. Elle est alors utilisée autour d'un potentiel imposé. Ainsi on peut également favoriser un processus de corrosion tout en utilisant les avantages de mesures d'impédance pour quantifier le comportement de la surface de réaction.
- La méthode galvanostatique consiste à imposer un courant entre une électrode de travail et une contre-électrode. On mesure alors le potentiel entre l'électrode de travail et l'électrode de référence. Cette technique permet d'imposer la cinétique de dissolution et peut être utilisée pour identifier des potentiels de piquê [HOR 88]. En plus de provoquer la CSC en appliquant un courant de dissolution, cette méthode impose la cinétique de dissolution.

Bilan : choix d'un mode de sollicitation

Dans le cadre de la CSC, les études phénoménologiques montrent qu'une valeur critique des facteurs d'intensité des contraintes K_{ICSC} (partie 1.2.4) est souvent observée et est un paramètre important pour l'étude de la fissuration. Il convient donc de mettre en place des essais permettant d'identifier cette grandeur ou bien encore de la faire évoluer de façon précise et maîtrisée.

Les essais de traction lente permettent d'atteindre progressivement ces valeurs dans un délai raisonnable. Cependant, dans ces conditions, les effets mécaniques continuent de s'accroître au cours de la propagation et il apparaît alors difficile de pouvoir exploiter précisément ces résultats pour quantifier le couplage mécano-électrochimique en pointe de fissure lors de la propagation. On remarque également que, mis à part les essais à déplacement imposé, une propagation de fissure entraîne une augmentation des facteurs d'intensité des contraintes. Or les grandeurs relatives à la mécanique de la rupture fragile restent valables lorsque la plasticité est suffisamment confinée au voisinage de la pointe de la fissure. La taille de la zone plastique (r_p) comme elle est définie dans la partie 1.2.2.2 étant proportionnelle au carré du facteur d'intensité des contraintes, les essais doivent donc être réalisés en maîtrisant au mieux cette grandeur. Des essais de traction lente permettront d'augmenter progressivement la charge et l'intensité des contraintes. Ceci permettra d'estimer des niveaux seuils de propagation (K_{ICSC}). Des essais à chargements imposés viendront en appui et seront conduits pour des valeurs de charges appliquées avoisinant les charges seuils de propagation. Ces deux types d'essais sont donc complémentaires pour étudier la fissuration par CSC. Nous explorerons ensuite d'explorer les possibilités de mise en place d'essais à K_I ou \dot{K}_I imposé pour une extraction plus rigoureuse des lois de propagation.

De plus la mise en oeuvre de la sollicitation électrochimique doit être maîtrisée. Elle doit permettre de provoquer le phénomène de CSC avec des durées d'incubation raisonnables. On préférera ainsi provoquer la corrosion par l'application d'un potentiel de polarisation anodique supérieur au potentiel de piqûre. L'amorçage de la CSC sera ainsi immédiat et la mesure du courant de dissolution accessible.

L'ensemble de ces techniques de sollicitation expérimentales autorisent donc les mesures de grandeurs mécaniques (\dot{K}_I , K_I et a) et électrochimiques (courant local de dissolution j) entrant en compte dans le processus de CSC.

Le système matériau/milieu choisi doit donc, quant à lui, permettre la mise en place de ces sollicitations tout en respectant les préconisations concernant les modes de propagation des fissures et les paramètres mécaniques et électrochimiques à étudier mis en exergue dans les paragraphes précédents.

Nous nous proposons ainsi dans la section suivante de présenter les potentialités du système d'étude Zircaloy4/milieu halogéné pour répondre à nos objectifs.

1.4 La CSC pour les alliages de Zirconium en milieux halogénés

Nous nous proposons dans ce chapitre de montrer que les alliages de zirconium sollicités en milieu aqueux halogéné constituent de bons candidats pour répondre au cahier des charges que la synthèse des travaux de la littérature nous a permis de définir pour notre étude. Après quelques généralités sur le zirconium et ses alliages, nous présenterons la phénoménologie et les mécanismes de la CSC de ces alliages, avant d'analyser les facteurs influents. Enfin, afin de bien définir le système d'étude électrochimique, nous exposerons les différentes réactions intervenant en milieu aqueux halogéné, ainsi que la phénoménologie de l'oxydation du zirconium.

1.4.1 Généralités sur le zirconium et ses alliages

Le zirconium pur à l'état solide et à la pression atmosphérique présente deux variétés allotropiques :

- Pour $T \leq 863^\circ\text{C}$: phase α hexagonale compacte ; cette structure hexagonale confère au matériau une forte anisotropie de comportement mécanique.
- Pour $T \geq 863^\circ\text{C}$: phase β cubique centrée.

Les principaux alliages de zirconium sont le Zircaloy-2, le Zircaloy-4 et les alliages Zr-Nb, dont la composition est donnée dans les tableaux 1.1 et 1.2 :

TABLEAU 1.1: Composition des principaux alliages de zirconium : éléments majeurs (% massique) [AST 96] [TOF 08]

	Zircaloy-2	Zircaloy-4	Alliages Zr-1%Nb
Zirconium	Compléments à 100%		
Étain	1,2 – 1,7		-
Fer	0,07 – 0,2	0,18 – 0,24	< 500ppm
Chrome	0,05 – 0,15	0,07 – 0,13	-
Nickel	0,03 – 0,08	-	-
Oxygène	1000 – 1400ppm		
Niobium	-	-	0,8 – 1,2
Soufre	-	-	20ppm

TABLEAU 1.2: Composition des principaux alliages de zirconium : éléments mineurs (ppm) [AST 96] [TOF 08]

	Zircaloy-2	Zircaloy-4
Hafnium	< 100	
Hydrogène	< 25	

L'oxygène est un élément d'addition ajouté volontairement au cours de l'élaboration du matériau. Il permet d'augmenter la limite d'élasticité de l'alliage et sa contrainte à rupture tout en abaissant la vitesse de fluage [PUJ 94]. D'autre part, le zirconium possède une forte affinité pour l'oxygène à toute température ; en conséquence, il se forme une couche passive de zircone (ZrO_2) à la surface de l'alliage, de quelques nanomètres d'épaisseur. La présence de cette couche revêt, nous le verrons, une importance toute particulière dans la phase d'amorçage des fissures de CSC.

L'étain est à l'origine de la grande classe d'alliages que sont les Zircalloys. Sa teneur tend à être réduite, bien qu'il permette une augmentation de la limite d'élasticité de l'alliage et une diminution de la vitesse de fluage. Une baisse de la teneur en étain de l'alliage peut être compensée partiellement sur le plan mécanique par un ajout d'oxygène.

Le chrome participe à l'amélioration de la tenue à la corrosion. Avec le fer, il forme des précipités intermétalliques $Zr(Fe, Cr)_2$. On trouve également quelques précipités Zr_3Fe riches en silicium, ainsi que des composés de type $Zr_2(Fe, Ni)$, particulièrement dans le Zircaloy-2 [KUB 85] [ARI 87]. Ces précipités permettent de limiter la croissance des grains lors de la recristallisation et participent ainsi à l'amélioration des propriétés mécaniques.

Le nickel, présent dans le Zircaloy-2, a été remplacé dans le Zircaloy-4 par une augmentation de la teneur en fer et en chrome afin de réduire l'absorption d'hydrogène et donc la fragilisation par les hydrures.

Le niobium est l'élément d'alliage de la deuxième grande classe d'alliages industriels que sont les alliages zirconium-niobium ($Zr - 1\%Nb$ et $Zr - 2,5\%Nb$). Ils constituent une alternative intéressante au Zircaloy-4 dans son utilisation principale comme matériau de gainage du combustible nucléaire dans les réacteurs à eau sous pression français, notamment en raison de leur meilleure tenue à la corrosion. Le niobium est soluble à toute concentration en phase β et permet une métallurgie développée autour de la transformation $\beta - \alpha$. A température ambiante, on le retrouve sous forme de précipités βNb . Il peut également former des précipités avec le fer et le zirconium, notamment de type $Zr(Fe, Nb)_2$. L'ajout de soufre dans les alliages $Zr - Nb$ permet une amélioration considérable des propriétés en fluage sous irradiation des alliages de zirconium à l'état recristallisé [MAR 08].

D'autres éléments sont des impuretés dont on cherche à diminuer la teneur : le hafnium, présent à l'état naturel dans le minerai, augmente la section de capture des neutrons thermiques et par conséquent diminue la transparence aux neutrons des alliages de zirconium (indispensable pour leur application dans le secteur du nucléaire). L'hydrogène est présent en solution solide ou bien précipite sous forme d'hydrures qui fragilisent le métal (solubilité quasiment nulle de l'hydrogène dans le métal à température ambiante).

Le traitement thermique final du processus de fabrication détermine la microstructure de la matrice des alliages de zirconium. Deux états métallurgiques peuvent ainsi être obtenus :

- **Etat recristallisé** (recuit de 1h à $730^\circ C$ environ pour le Zircaloy-4 et à $640^\circ C$ pour le Zircaloy-2) : la microstructure est équiaxe, la taille des grains dépend de la durée et de la température de recuit, on trouve des précipités à base de fer et de chrome aux joints et à l'intérieur des grains.
- **Etat détendu** (recuit de 2h à $475^\circ C$) : les grains sont très allongés selon la direction axiale de laminage. Ils présentent une taille moyenne de $20\mu m$ selon la direction de laminage, $2\mu m$ selon les deux directions transversales. Le but de ce traitement est de relaxer les contraintes internes. Cependant le matériau conserve une structure fortement écrouie, avec une forte densité de dislocations et des caractéristiques mécaniques (limite d'élasticité et charge à la rupture)

élevées.

Le comportement mécanique des alliages de Zirconium est du type élasto-viscoplastique [DER 80]. Il est également caractérisé par une anisotropie entre les directions transverses et longitudinales dans le domaine plastique [LIN 06]. La figure 1.12 illustre cette anisotropie plastique en donnant les surfaces de charges selon un critère isotrope (Von Misès) et anisotrope (Hill) suivant les directions axiale et circonférentielle pour des essais sur tubes de Zircaloy-4 à l'état recristallisé. En revanche dans le domaine élastique ces alliages, présentent une très faible anisotropie [NAK 81]. Les principales caractéristiques mécaniques du zirconium sont référencées dans le tableau 1.3. Les différences de compositions chimiques selon les types d'alliage ont peu d'influence sur ces propriétés mécaniques [NOR 75].

Le comportement du Zircaloy-4 a été étudié en fatigue et montre peu de différence par rapport au zirconium [LIN 98] en terme de résistance en fonction du nombre de cycle comme le montre la courbe 1.13. Les modes de déformation sont principalement les glissements entre les grains. Le Zircaloy-4 peut subir un adoucissement cyclique pour un faible nombre de cycles (≈ 1000 cycles) à température ambiante pour des déformations avoisinant 1% [ARM 04] [BOL 04]. Ceci vient de la réorientation cristalline pour des petites déformations plastiques qui, dans ce cas, sont prépondérantes devant l'écrouissage.

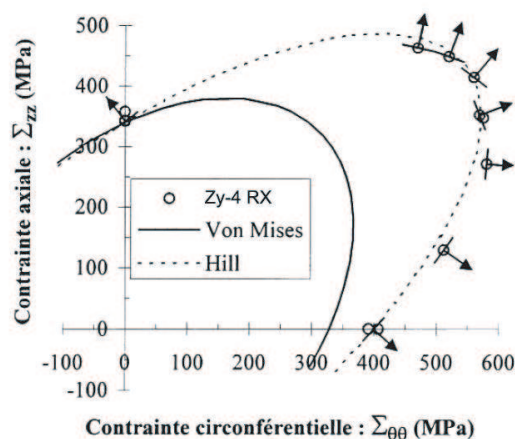


FIGURE 1.12: Comparaison des surfaces de charge isotrope (critère de Von Misès) et anisotrope (critère de Hill) pour le zircaloy 4 recristallisé à température ambiante [GEY 99].

Grandeurs mécaniques	Valeurs
Masse volumique	$6,5g.cm^{-3}$
Module d'élasticité	$99GPa$
Coefficient de Poisson	0,35
Coefficient de dilatation thermique	$5,89 \cdot 10^{-6}/^{\circ}C$ à $10,4 \cdot 10^{-6}/^{\circ}C$

TABLEAU 1.3: Principales caractéristiques mécaniques du zirconium [YAU 92]

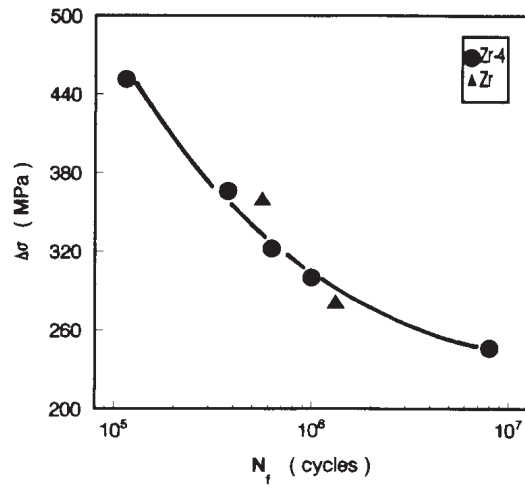


FIGURE 1.13: Comportement en fatigue du Zircaloy-4 [LIN 98]

1.4.2 Corrosion sous contrainte des alliages de zirconium

1.4.2.1 Phénoménologie et mécanismes

Les alliages de zirconium sont connus pour être sensibles à la CSC dans divers milieux [COX 90] à température ambiante : solutions alcooliques contenant des halogènes ou des halogénures, hydrocarbures halogénés, solutions aqueuses halogénées sous polarisation anodique, mais également à 350°C : vapeurs halogénées. Dans la majorité des cas, les ruptures suivent le même schéma constitué de 4 phases (Figures 1.16) :

- Incubation ou amorçage : il fait suite à la rupture du film passif par endommagement mécanique ou par attaque chimique (formation de piqûres notamment). La durée de cette phase dépend de la compétition entre rupture du film et repassivation, elle-même directement liée à la teneur en oxygène du milieu [UNE 79], ainsi qu'au niveau de contrainte et de déformation, et de la valeur du potentiel imposé en milieu aqueux halogéné. Notons que l'application d'un potentiel supérieur au potentiel de piqûre du métal est même une condition nécessaire pour observer de la CSC en solution aqueuse de NaCl ou KBr [COX 90] [FAR 03] (Figure 1.14(a)).
- Développement intergranulaire : cette phase est plus ou moins étendue suivant la composition du milieu agressif et résulte, selon les milieux, de phénomènes d'adsorption et/ou de dissolution. En présence d'iode, le mécanisme principal serait l'adsorption de l'iode, qui conduit à une diminution d'énergie de surface et provoque ainsi des décohésions atomiques. La formation d'iodures de zirconium solides puis leur rupture fragile conduiraient à l'ouverture du joint de grain ; la dissolution du métal conduirait à la formation de ZrI_4 (gazeux), ce qui pourrait favoriser l'ouverture ; ensuite le composé migrerait et se décomposerait vers les lèvres de la fissure. L'iode libre pourrait alors retourner en pointe de fissure par diffusion gazeuse ou surfacique le long du plan de joint. On aurait alors à nouveau adsorption et formation de ZrI , et ainsi de suite [FRE 97]. En solution aqueuse halogénée sous polarisation anodique, la propagation intergranulaire serait essentiellement gouvernée par la dissolution. Selon Farina [FAR 03], les

lacunes produites par la dissolution diffusent en pointe de fissure (Cf partie 1.2.5.4) avec un effet favorisé par l'environnement.

- Propagation transgranulaire : son déclenchement est régi par l'obtention d'un facteur d'intensité des contraintes seuil en pointe de fissure ($K_{IG/TG}^S$), nécessaire à la formation de quasi-clivage. Elle résulte de la compétition entre deux modes de rupture (Figure 1.15) : d'une part une rupture fragile par quasi-clivage sur les plans basaux, d'autre part une accommodation plastique par glissement prismatique qui conduit à la formation de bandes de glissement et de fluting (cupules formées sur les bandes de glissement faisant la liaison entre deux plans de clivage et ayant la forme de cannelures). L'adsorption d'iode provoquerait une diminution de l'énergie de surface plus importante pour les plans basaux que pour les plans prismatiques, facilitant ainsi l'activation du quasi-clivage sur les plans basaux [HWA 89] [LEM 94].
- Rupture finale : elle correspond au déchirement ductile du ligament restant.

La transition entre les étapes de propagation inter et transgranulaire est plus ou moins marquée selon la direction de sollicitation et la concentration en iode principalement [SER 10], et on peut observer un mode de propagation mixte inter/transgranulaire. On définit alors des facteurs d'intensité des contraintes critiques pour le passage intergranulaire-mixte et mixte-transgranulaire ($K_{IG/TG}^S$) [SER 08].

La vitesse de propagation intergranulaire est en général considérée comme étant plus lente que la vitesse de propagation transgranulaire [COX 90]. Cependant, des travaux récents montrent que la dépendance de la vitesse de propagation da/dt avec le facteur d'intensité des contraintes et la concentration en espèce agressive (l'iode dans le cas présent) est inchangée que la propagation soit inter ou transgranulaire [SER 10].

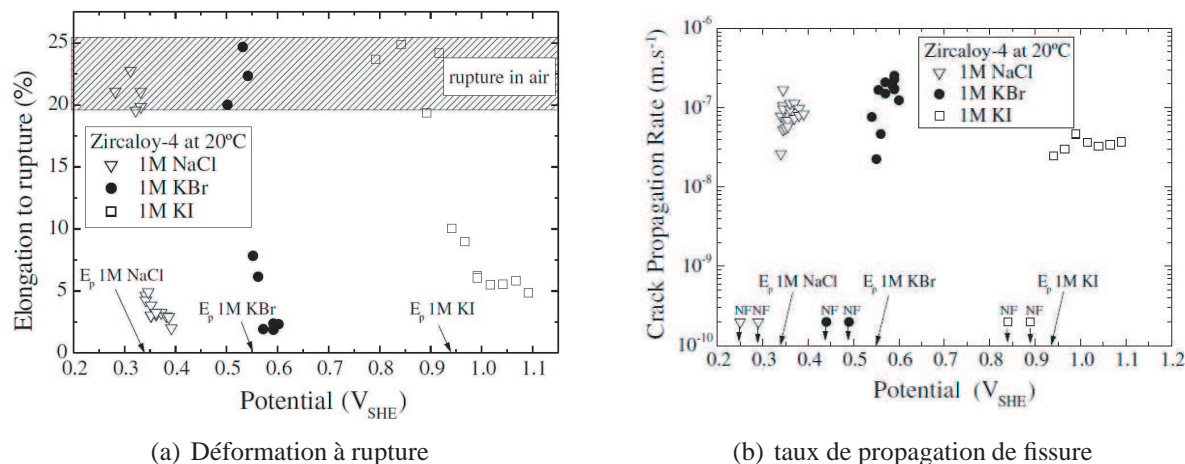


FIGURE 1.14: Corrélation entre potentiels de piqûres, vitesse de propagation de fissure et déformation à rupture

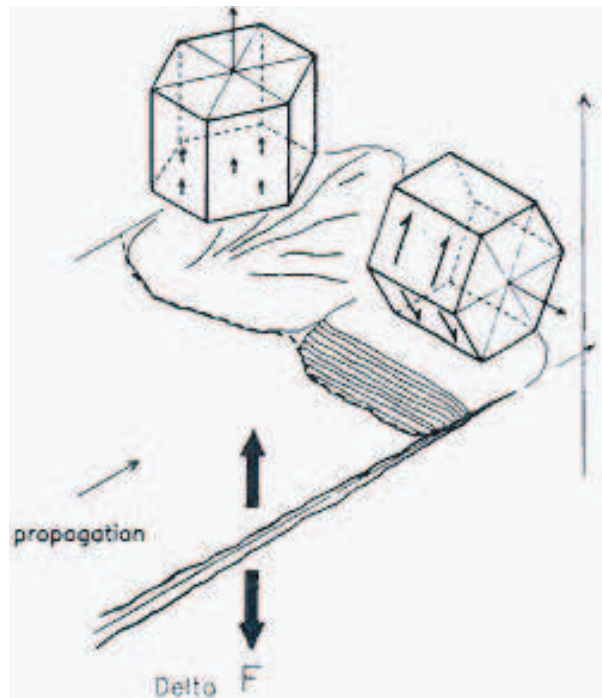


FIGURE 1.15: Illustration des modes de rupture observés par quasi-clivage (à gauche) ou fluting à droite [SID 98]

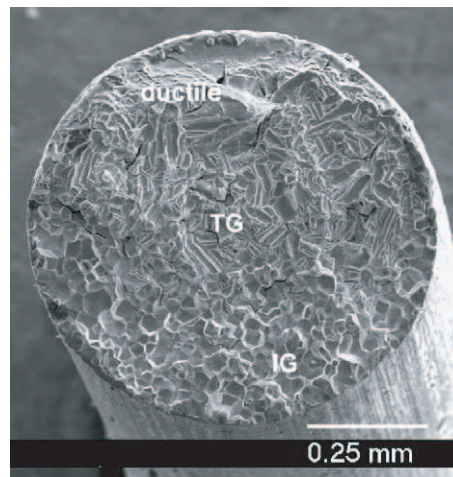


FIGURE 1.16: Faciès de rupture typique du Zircaloy 4 en milieu aqueux halogéné sous polarisation anodique [FAR 03]

1.4.2.2 Facteurs influents

Différents facteurs d'ordre (électro)chimique, mécanique et microstructural sont susceptibles d'influencer le mode et la vitesse de propagation des fissures de CSC des alliages de zirconium. L'in-

fluence du potentiel de polarisation sur la vitesse de propagation de fissure (da/dt) a été étudiée et montre que la valeur du potentiel appliqué ne modifie pas la vitesse de propagation des fissures, dès lors qu'il est supérieur au potentiel de piqûre du métal dans la solution considérée [FAR 03] (figure 1.14(b)).

L'influence des facteurs d'intensité des contraintes sur la propagation est difficile à étudier tant leur estimation peut s'avérer délicate. Farina et al [FAR 04] confirment l'existence d'un facteur d'intensité des contraintes critique ($K_{IG/TG}^s$) à partir duquel la propagation passe d'un mode intergranulaire à un mode transgranulaire, en milieu aqueux halogéné sous polarisation anodique. Dans cette étude, l'estimation de K_I est réalisée à l'aide d'une évaluation de la taille de la fissure correspondant la transition intergranulaire/transgranulaire. Le facteur d'intensité des contraintes est alors déduit à l'aide d'une formule analytique standard du même type que la relation 1.8. Pour estimer K_I de cette façon il faut également connaître la contrainte appliquée au moment de la transition. Celle-ci est estimée assez sommairement comme étant la contrainte maximale de l'essai de traction.

Dans des solutions de méthanol iodé en mode de propagation intergranulaire ou mixte (intergranulaire/transgranulaire), il a été montré que la vitesse de propagation de fissure (da/dt) dépend linéairement de l'intensité des contraintes (K_I) pour une concentration en iode donnée [SER 10]. Toutefois la dépendance à K_I est plus marquée pour la propagation transgranulaire. De plus lorsqu'on augmente le teneur en iode, da/dt augmente.

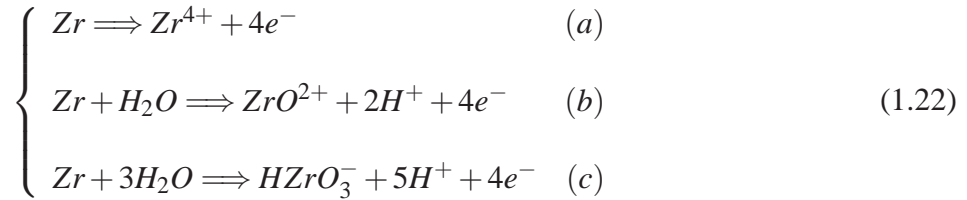
La vitesse de chargement peut également avoir un effet sur la vitesse de propagation des fissures. Une vitesse de chargement trop élevée empêche les mécanismes d'attaque chimique de se produire et conduit à la prédominance des effets mécaniques. A l'opposé, une vitesse de chargement trop faible ne favorise pas la mise à nu du métal et ralentit les effets de la corrosion. Une vitesse de déformation comprise entre 10^{-6} et $10^{-7} s^{-1}$ favorise la CSC des alliages de zirconium en présence d'une espèce halogénée [UNE 84]. Toutefois en milieu aqueux halogéné, Farina *et al* [FAR 03] montrent bien que la vitesse de propagation est liée au taux de déformation et donc à la vitesse de sollicitation selon une loi puissance.

Le niveau et la répartition des contraintes résiduelles influence également la phase d'amorçage [FRA 11]. Ainsi, des contraintes résiduelles de compression pouvant être issues d'un processus de pré-fissuration des éprouvettes par fatigue peuvent protéger le matériau et augmenter le niveau seuil d'intensité des contraintes à mettre en oeuvre pour provoquer la fissuration [NIK 05][HIR 85]. D'autre part la présence de contraintes résiduelles de traction augmente la sensibilité à la CSC pour des niveaux de chargement plus faibles. Enfin, des travaux portant sur l'influence de l'érouissage montrent que ce dernier contribue à la diminution de la proportion de propagation intergranulaire [FRE 97].

Cette revue montre l'intérêt de l'étude de la CSC sur le système Zircaloy-4/solution aqueuse halogénée puisque les phénoménologies classiques de propagation sont présentes. Toutefois l'influence des différents facteurs et les détails des mécanismes sont encore peu connus. La fissuration semble être gouvernée par la dissolution et/ou un phénomène d'adsorption fragilisant. Dans notre étude, il s'agira d'être capable de discriminer ces différentes influences en mesurant la dissolution en pointe de fissure. L'incubation quant à elle est essentiellement liée à la tenue du film passif face aux éléments agressifs contenus dans la solution. Dans la partie suivante, les éléments permettant de décrire les différentes caractéristiques électrochimiques de ce système ainsi que les caractéristiques des films passifs sont détaillés.

1.4.3 Électrochimie du zirconium

Selon le diagramme de Pourbaix (figure 1.17), le zirconium se présente comme un métal très peu noble, son domaine de stabilité étant situé bien en dessous de celui de l'eau. Sa dissolution dans l'eau conduit à la formation d'ions Zr^{4+} (équation 1.22 (a)) ou ZrO^{2+} (équation 1.22 (b)) en solution très acide et à un dégagement de dihydrogène consécutif aux phénomènes de réduction du proton (équation 1.23). En milieu très alcalin, elle conduit à la formation d'ions $HZrO_3^-$ (équation 1.22 (c)).



A pH modérément acide ou alcalin et à pH neutre, le zirconium se trouve dans son domaine de passivité du fait de la formation d'un film passif d'oxyde $ZrO_2, 2H_2O$ (équation 1.24). La structure cristalline de ce film passif de zirconium dépend de la température et du milieu dans lequel il se forme.



L'existence de ce film garantit aux alliages de zirconium une excellente résistance à l'action de nombreux agents agressifs acides ou alcalins. En revanche, en cas de dégradation locale du film, par action mécanique ou en présence d'agents agressifs tels que les chlorures [CRA 78] [GAL 00], l'endommagement du métal par dissolution locale peut-être rapide. En milieu chloruré, les alliages de zirconium sont ainsi moins résistants à la corrosion par piqûres que les alliages de tantale, niobium, chrome ou titane.

Le potentiel de piqûre du zirconium diminue lorsque la concentration en ions chlorures augmente [HOR 88] puisqu'ils peuvent être reliés à la relation :

$$e_p = e_p^0 - A \cdot \log\left(\frac{[X^-]}{[X^-]_0}\right). \quad (1.25)$$

Ici, e_p et $[X^-]$ sont respectivement les potentiels de piqûre et les concentrations en ions halogénures $[X^-]$ ($[Cl^-]$, $[Br^-]$ ou $[I^-]$); e_p^0 est le potentiel de piqûre pour une concentration initiale $[X^-]_0 = 1 \text{ mol.L}^{-1}$; enfin A est une constante du système considéré. Les potentiels de piqûre du Zircaloy-4 ont été mesurés dans différents milieux aqueux halogénés à température ambiante par Farina *et al* [FAR 04] avec les caractéristiques données par le tableau 1.4.

On note donc qu'en milieu aqueux halogéné, la dissolution est très liée à l'apparition de piqûre dont les potentiel de piqûres (e_p) dépendent de la solution et de la concentration. Parmi les milieux considérés ici, le milieu $NaCl$ est celui qui semble être le plus agressif puisqu'il implique une valeur de e_p la plus faible. Ceci s'explique probablement par le rôle joué par les ions halogénures qui provoquent la rupture du film passif et empêchent sa reformation.

TABLEAU 1.4: Propriétés de piquration pour le Zircaloy-4 en milieux aqueux halogénés [FAR 03]

Milieu	NaCl	KBr	KI
Vitesse de balayage	0,5mV.s ⁻¹		
Concentration	1mol.L ⁻¹		
$e_p(V/SHE)$	0,32	0,5	0,92

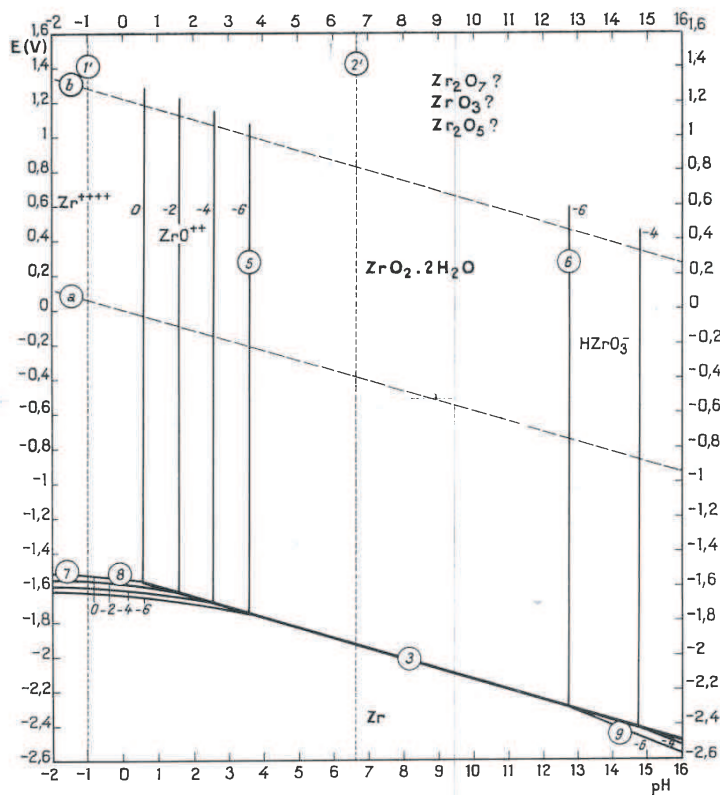


FIGURE 1.17: Diagramme d'équilibre tension-PH du système zirconium-eau à 25°C [DEL 57]

1.4.4 Affinité du zirconium pour l'oxygène

1.4.4.1 Passivation

La grande affinité du zirconium avec l'oxygène, comme le montre le diagramme de Pourbaix en milieu aqueux à température ambiante (figure 1.17), favorise la formation d'un film passif. Il se crée rapidement en surface et peut contribuer à la protection du métal contre la corrosion. Ainsi c'est sans doute grâce à leurs bonnes propriétés de passivation [GAR 88] que les alliages de zirconium sont connus pour être résistants vis à vis de la corrosion. Toutefois, une fois la rupture du film passif le rend très vulnérables. Le film passif joue également un rôle de barrière et peut ainsi affecter les mesures de courant de dissolution pendant sa formation [GAL 90] [GAR 81]. La réaction électrochimique de formation du film passif (ZrO_2) est donnée par l'équation 1.24.

L'amorçage de piqûres est très intimement liée à la résistance du film passif en présence de la solution agressive [GAL 90]. Ainsi la caractérisation des films passifs peut se révéler être un très bon indicateur de la protection vis-à-vis de l'amorçage de piqûres. En milieu aqueux chloruré, la zircone est relativement moins résistante que les films passifs des alliages de Ta, Nb, Ti, Cr vis à vis de la piquration. Ceci est d'autant plus vrai lorsque l'eau, qui est l'un des principal agent de passivation, n'est pas présente en quantité suffisante [PAL 78]. Le comportement électrochimique des couches passives peut être étudié par l'intermédiaire de la spectroscopie d'impédance électrochimique comme cela a été réalisé sur des alliages de Zircaloy-2 dans des solutions de $NaCl$ [SAT 05]. En situation de potentiel libre le film passif est très protecteur électrochimiquement car une impédance de l'ordre de $1M\Omega$ a été estimée [SAT 05].

1.4.4.2 Oxydation thermique

A température ambiante, l'épaisseur du film passif reste relativement faible (de l'ordre de quelques nm). Toutefois on peut accélérer la création d'un film d'oxyde par oxydation thermique. Ainsi la formation des films de zircone à haute température est souvent étudiée par gain de masse. Donaldson [DON 90] montre que la formation des couches d'oxyde s'accélère avec la hausse de température. Des études de cinétiques d'oxydation montrent qu'il existe plusieurs phases d'accroissement du film passif. Après une phase transitoire d'environ 50 heures d'oxydation à $470^\circ C$ une phase présentant une accélération plus élevée et constante est mise en évidence [PET 00] [GOS 01]. Il est montré qu'il faut environ 60 heures pour former environ $1\mu m$ de couche d'oxyde. Par ailleurs Sidky [SID 98] montre que cette couche d'oxyde devient complètement hermétique à l'iode à partir de $0,5\mu m$.

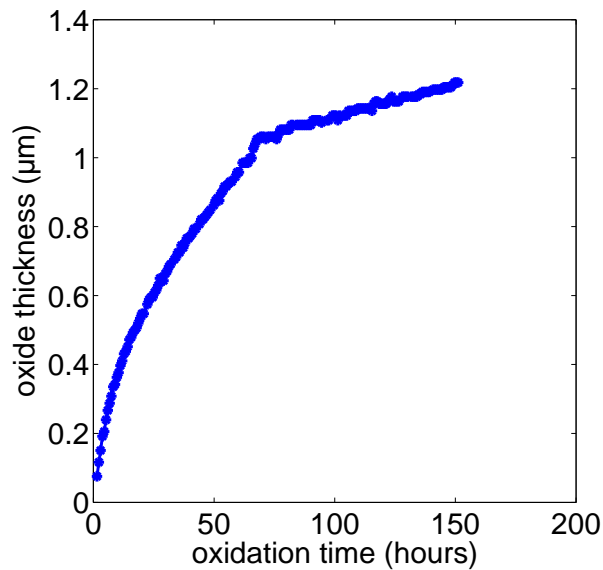


FIGURE 1.18: Cinétique de la croissance des films d'oxyde (zirconium) à 450°C [GOS 01]

Bilan sur la CSC du Zircaloy 4 en milieu aqueux halogéné

Ces études montrent bien la sensibilité du Zircaloy-4 à la CSC en milieu aqueux halogéné. Les phénoménologies classiques de la CSC sont bien présentes dans ce milieu : modes de fissuration transgranulaire et intergranulaire. Ainsi l'étude de ce système semble tout à fait pertinente pour identifier des lois de propagation en CSC. Néanmoins, les différentes études existantes ne permettent pas encore d'estimer de façon précise et locale les grandeurs caractérisant l'évolution de la fissuration (K_I , \dot{K}_I et a) et ne donnent pas de confrontation avec les mesures électrochimiques liées à la dissolution.

La résistance à la corrosion pour ce système est liée à la présence d'un film passif protecteur (la zirconium). Ainsi la sensibilité à l'amorçage de la CSC dépend beaucoup de la tenue de ce film vis-à-vis d'agents agressifs ou de contraintes mécaniques et contribue ainsi à la localisation de la corrosion pouvant être favorable au développement de fissures de CSC. Le rôle nécessaire de la production de piqûres sur l'apparition de la CSC apparaît ici clairement.

Il reste cependant à mesurer l'ensemble des grandeurs mécaniques. Nous nous proposons d'utiliser une méthode d'identification des paramètres de la mécanique de la rupture en CSC (K_I , \dot{K}_I et a) qui ne vient pas perturber les processus de corrosion et les mesures électrochimiques : la méthode de corrélation d'images. La dernière partie de cette synthèse bibliographique permet de résumer l'état de l'art autour de cette technique et de présenter ses principes de bases.

1.5 Méthode de corrélation d'images

1.5.1 Présentation et principe général de la méthode

La méthode de corrélation d'images permet une détermination complète des champs de déplacements sur une surface d'une structure sollicitée. Comme d'autres méthodes de mesures sans contact comme la photoélasticité [JAM 03] ou la thermoélasticité [DIA 04], cette méthode permet d'effectuer des mesures sans l'utilisation de capteurs en contact direct avec les éprouvettes. Cette méthode a subi un fort développement depuis la démocratisation de l'utilisation de l'imagerie numérique et est utilisée dans le domaine de la mécanique expérimentale depuis une trentaine d'année [PET 82] [SUT 83]. L'extraction d'un champ de déplacement par ce type de méthode a pour finalité d'identifier des lois de comportement [AVR 08] [HIL 06a] ou bien encore de caractériser l'endommagement ou la rupture d'un matériau [HIL 06b] [LEP 10]. Ce moyen de mesure sans contact est favorable à une utilisation pour des essais dans des environnements agressifs tels que des milieux corrosifs [KOV 10]. Cette méthode a aussi pour avantage d'extraire une mesure de champ. La technique se base sur la comparaison de deux images correspondant à la surface plane d'une éprouvette. La première correspond à un état au repos (sans sollicitation mécanique) alors que la deuxième correspond à un état déformé (sous sollicitation mécanique).

La surface doit comporter un motif présentant une texture aléatoire appelé *mouchetis*. De part son caractère aléatoire il est difficile de quantifier la qualité d'un mouchetis. Lecompte [LEC 06] montre que la taille moyenne des motifs ne doit pas nécessairement être petite et dépend de l'ordre de grandeur des déplacements à mesurer pour assurer une bonne précision. Les mouchetis sont en général réalisés à l'aide de l'application d'une couche de peinture qui doit rester suffisamment fine pour que son champ de déplacement corresponde au mieux à celui de la surface de l'éprouvette. Parfois, l'application d'une peinture ne peut être envisageable comme en conditions de haute température [LYO 96]. Dans ce cas, la texture contrastée est créée par abrasion. La technique du sablage peut aussi être utilisée [LI 03].

On considère les fonctions représentant les niveaux de gris respectifs de l'image de référence $f(x, y) = f(\underline{x})$ et de l'image déformée $g(x, y) = g(\underline{x})$. On note $\underline{x} = x \vec{e}_x + y \vec{e}_y$, les coordonnées dans le plan de la surface de l'éprouvette sur laquelle la méthode est appliquée. Le but de la méthode de corrélation d'images est d'identifier le champ de déplacement \underline{u} qui permet de passer de l'image $f(\underline{x})$ à l'image $g(\underline{x})$ avec la relation 1.26. Cette relation traduit l'équation du flot optique [HOR 81] ou de conservation des niveaux de gris,

$$f(\underline{x}) = g(\underline{x} + \underline{u}). \quad (1.26)$$

Pour les différentes variantes de la méthode de corrélation d'images, on cherche à vérifier cette équation sur un domaine Ω , appelé aussi *Region Of Interest* (ROI) (figure 1.19). Ce problème est mal posé puisque l'on cherche à identifier un champ de déplacement vectoriel (\underline{u}) de dimension 2 à partir d'une équation scalaire (équation 1.26). Les trois paragraphes suivants présentent les différentes méthodes qui sont alors habituellement utilisées pour résoudre ce problème.

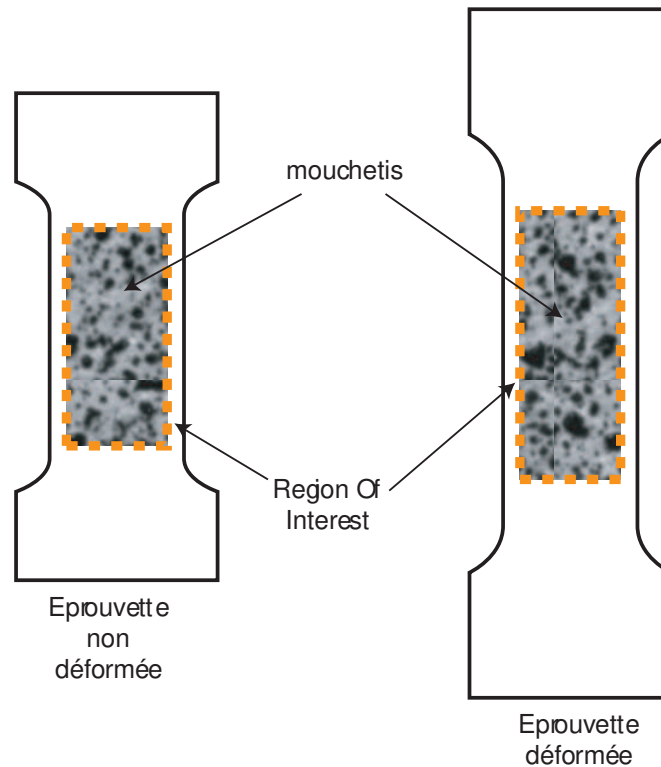


FIGURE 1.19: Illustration du problème de corrélation d'images : équation du flot optique sur une région d'intérêt

1.5.2 Présentation de la méthode de corrélation d'images standard

Cette méthode est celle proposée originellement par Peters *et al* [PET 82] et Sutton *et al* [SUT 83]. Sur la *ROI*, des motifs sont considérés (figure 1.20). Sur chacun d'entre eux, on détermine alors le déplacement de corps rigide ainsi que la distorsion mécanique. Cette identification repose sur la maximisation du coefficient de corrélation croisé (C dans l'équation 1.27). On obtient alors pour chacun des motifs un champ de déplacements. Pour obtenir le champ sur toute la zone d'intérêt, il faut alors ensuite interpoler les solutions obtenues entre chaque motif. Cette méthode peut être enrichie avec des champs de déplacement discontinues pour identifier des problèmes de fissuration. Cette technique a été appliquée pour détecter la position d'une fissure en dynamique avec l'utilisation d'une base de fonctions discontinues [GRE 08].

$$C = 1 - \frac{\int_{\Delta M} f(\underline{X}) g(\underline{X}) dx dy}{\sqrt{\int_{\Delta M} (f(\underline{X}))^2 dx dy \int_{\Delta M} (g(\underline{X}))^2 dx dy}}. \quad (1.27)$$

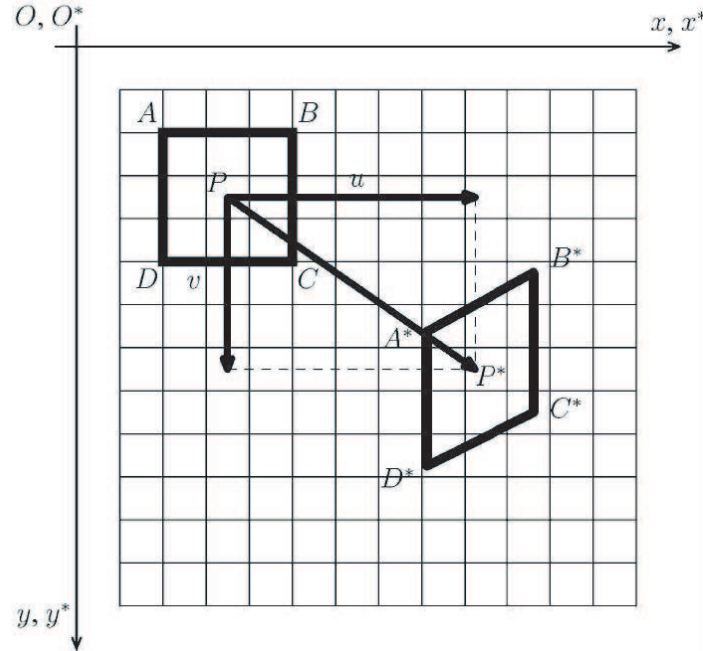


FIGURE 1.20: Illustration du principe de corrélation d'images standard avec l'utilisation de motifs [RÉT 05b]

1.5.3 Présentation de la méthode d'identification "globale"

La méthode globale consiste à régulariser le problème d'équation du flot optique en utilisant une formulation faible. On recherche alors la solution approchée \underline{u}_a qui minimise le résidu de l'équation du flot optique au sens des moindres carrés. Cela revient à minimiser la quantité $I(\underline{u}_a)$ définie par la relation 1.28 :

$$I(\underline{u}_a) = \int_{\Omega} [f(\underline{x}) - g(\underline{x} + \underline{u}_a)]^2 d\Omega. \quad (1.28)$$

Ω étant la zone d'étude sur laquelle sont définies les fonctions $f(\underline{x})$ et $g(\underline{x})$ (ROI). On décompose ainsi \underline{u}_a dans une base donnée de fonctions de forme $(\underline{\phi}_i(x, y))$ de dimensions N_f (relation 1.29) :

$$\underline{u}_a = \sum_{i=1}^{N_f} \underline{\phi}_i(x, y) \omega_i. \quad (1.29)$$

Les coefficients ω_i sont les degrés de liberté du problème. Le problème 1.28 s'écrit alors avec la relation 1.30 :

$$\min_{\omega_i} \left\{ \int_{\Omega} [f(\underline{x}) - g(\underline{x} + \underline{u}_a)]^2 d\Omega \right\}. \quad (1.30)$$

La minimisation de la grandeur I par rapport à \underline{u}_a est non linéaire, On utilise alors un algorithme résolution des moindres carrés non linéaire incrémental (Equation 1.31) :

$$\underline{u}_a^{n+1} = \underline{u}_a^n + d\underline{u}_a. \quad (1.31)$$

Après avoir effectué un développement de Taylor à l'ordre 1 de $I(\underline{u}_a)$, la solution est obtenue de manière itérative par la résolution d'une séquence de systèmes linéaires :

$$M_{ij} \cdot d\omega_i = F_k, \quad (1.32)$$

Avec :

$$M_{ij} = \int_{\Omega} (\underline{\nabla}g(\underline{x} + \underline{u}_a) \cdot \underline{\Phi}_i(\underline{x})) (\underline{\nabla}g(\underline{x} + \underline{u}_a) \cdot \underline{\Phi}_j(\underline{x})) d\Omega, \quad (1.33)$$

et :

$$F_i = - \int_{\Omega} (\underline{\nabla}g(\underline{x} + \underline{u}_a) \cdot \underline{\Phi}_i(\underline{x})) (f(\underline{x}) - g(\underline{x} + \underline{u}_a)) d\Omega. \quad (1.34)$$

Afin de réduire les temps de calcul, $\underline{\nabla}g(\underline{x} + \underline{u}_a)$ est habituellement remplacée par $\underline{\nabla}f(\underline{x})$ dans les expressions précédentes. Ceci permet de calculer M_{ij} et une partie de F_j une fois pour toutes. Comme $\underline{\nabla}g(\underline{x} + \underline{u}_a) = \underline{\nabla}f(\underline{x})$ une fois que la convergence est atteinte, cette modification affecte seulement le taux de convergence de l'algorithme. On peut très bien choisir une base de fonctions continues avec les éléments finis standards [BES 06] ou discontinue avec l'utilisation des éléments finis étendus dans le cas de la présence d'une fissure [RÉT 08] [RET 07].

1.5.4 Présentation de la méthode d'identification "intégrée"

La méthode de corrélation dite "intégrée" permet d'identifier un certain nombre de propriétés sur le champ de déplacements : propriétés élastiques, facteurs d'intensité des contraintes, mouvements de corps rigide [HIL 06a] [HIL 06b] [LEC 09] avec les avantages d'une formulation faible qui permettent d'amortir d'éventuels artéfacts de mesures (bruit). L'atout majeur de cette méthode tient de la pertinence du choix de la base des fonctions pour la décomposition du champ de déplacement qui dépend des grandeurs à estimer et des cinématiques recherchées.

Le couplage entre corrélation d'images et utilisation d'intégrales d'interaction permet d'optimiser la précision sur l'estimation des facteurs d'intensité des contraintes en fonction de la précision d'extraction des champs de déplacement autour d'une pointe de fissure [RÉT 05b]. Les facteurs d'intensités des contraintes peuvent être estimés à l'aide de la méthode de la minimisation des moindres carrés et la base du champ de déplacement asymptotique en pointe de fissure de Weestergard [MCN 87].

L'utilisation d'une base spécifique de champ de déplacements modélisant la cinématique au voisinage de la fissure telle que les séries de Williams [WIL 57] permet d'extraire directement les facteurs d'intensité des contraintes (K_I) et d'estimer la position de la pointe de la fissure donc d'en déduire la longueur de la fissure (a) [ROU 06].

1.5.5 Technique de suivi électrique

Cette technique, aussi appelée mesure par différence de potentiel ou *DCPD* (Direct Current Potential Drop), consiste à faire traverser une intensité de courant à une éprouvette et à mesurer la différence

de potentiel entre les deux lèvres de la fissure (figure 1.21). Celle-ci varie en fonction de l'avancée de la fissure qui traduit une variation de résistance électrique de l'ensemble de l'éprouvette lorsqu'elle commence à s'endommager [LAN 91]. La longueur de la fissure peut être exprimée en fonction de cette différence de potentiel par le biais de la formule analytique de Johnson [JOH 65]. Cette formule est donnée pour une fissure débouchante (équation 1.35),

$$a = \frac{2W}{\pi} \cos^{-1} \left[\frac{\cosh\left(\frac{\pi y}{2W}\right)}{\cosh\left(\frac{V}{V_0} \cosh^{-1}\left(\frac{\cosh\left(\frac{\pi y}{2W}\right)}{\cos\left(\frac{\pi a_0}{2W}\right)}\right)\right)} \right]. \quad (1.35)$$

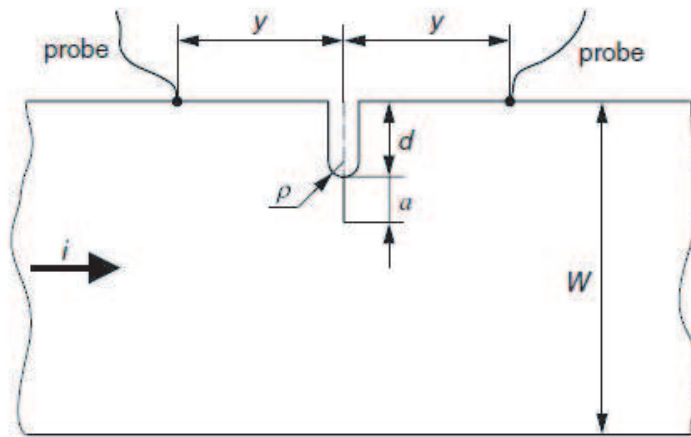


FIGURE 1.21: Illustration du principe de la méthode du suivi électrique [MAN 07]

Cette méthode a déjà été employée pour le suivi de propagation de fissure par fatigue ([HWA 92] et [MAN 07]). Elle a également été étudiée pour la CSC mais sans mesures électro-chimiques [SER 08]. L'utilisation de cette méthode est préjudiciable dans le cas de l'utilisation des mesures électrochimiques car les courants mis en jeu peuvent perturber les mesures. L'estimation des facteurs d'intensité des contraintes repose alors sur les formules analytiques données par la relation 1.8. Dans notre étude, cette technique pourra être utilisée en appui de la technique de corrélation d'images pour valider l'identification de la longueur de fissure et des facteurs d'intensité des contraintes.

1.6 Synthèse de l'état de l'art et proposition d'une démarche d'étude

Cette synthèse de l'état de l'art de la CSC montre la complexité de ce problème. Un bon nombre de facteurs environnementaux et mécaniques entrent en ligne de compte autant sur les aspects phénoménologiques que sur les modèles. L'objectif de cette thèse est d'estimer une relation entre les grandeurs mécaniques (longueur de fissure, vitesse de propagation, intensité des contraintes) et les grandeurs

électrochimiques (courant de dissolution, cinétiques de réactions), pour proposer un modèle de loi de propagation de fissure en CSC. Nous avons choisi de construire une étude sur un système pour lequel le phénomène a déjà été mis en évidence et qui favorise la mise en place des différents moyens de mesures présentés dans ce chapitre.

Des études présentées dans cette partie montrent que la CSC est critique pour le système Zircaloy-4/milieu aqueux halogéné ($NaCl$ ou KBr) mais nécessite d'être provoquée par la polarisation anodique de l'échantillon. La présentation des propriétés physico-chimiques du Zircaloy-4 montre que le film passif joue un rôle important sur le déclenchement de la corrosion et nécessite donc une caractérisation approfondie. Les effets de la phase d'amorçage en CSC sont difficiles à quantifier en milieu agressif à causes très fortes non-linéarités qui en sont issues. Nous choisissons donc de nous focaliser sur l'étude de la propagation de fissures de CSC avec l'utilisation d'éprouvettes pré-fissurées hors environnement agressif. Le principal objectif de cet thèse est la possibilité de réaliser des mesures in-situ (en cours d'essai) des différentes grandeurs mécaniques et électrochimiques. Les courants de dissolution seront donc mesurés par l'utilisation d'une technique potentiostatique avec un montage à trois électrodes. L'utilisation de la méthode de corrélation d'images autorisera une caractérisation mécanique robuste à l'aide d'une mesure de champ de déplacements précise. On évitera alors la présence d'un capteur en contact direct avec l'éprouvette, qui ne permet généralement pas d'extraire des mesures mécaniques locales.

Ainsi, le travail de cette thèse est divisé en plusieurs volets. La mise en place des moyens expérimentaux pour conduire les essais de CSC est d'abord présentée avec le développement d'un dispositif et d'une procédure expérimentale autorisant l'utilisation d'éprouvette pré-fissurée. L'utilisation de la technique du *Load-Shedding* couplée à la méthode de corrélation d'images permet alors de produire des fissures avec un confinement plastique limité. Ce travail nécessite en amont, le développement d'outils de mesures spécifiques de corrélation d'images. C'est l'objet du chapitre 2 de la thèse.

Le troisième chapitre détaille les pré-requis nécessaires à la mise en place des essais de CSC. Les résultats de la pré-fissuration par fatigue sont présentés et montrent comment le confinement plastique est maîtrisé avec cette approche. De plus la recherche des conditions électrochimiques optimales pour localiser la dissolution électrochimique en pointe de fissure est détaillée. Ce chapitre permet alors de définir un protocole spécifique d'étude de la propagation de fissure en CSC.

Enfin le quatrième chapitre présente les résultats des différents essais de CSC. Ils montrent à l'aide de confrontations entre mesures mécaniques et électrochimiques, les influences réciproques des différents facteurs. Pour finir, l'analyse de ces différents résultats permet de proposer un modèle phénoménologique capable de quantifier une loi de propagation de fissure par CSC pour le Zircaloy-4 en solution aqueuse halogénée.

Chapitre 2

Développement d'une simulation expérimentale de la fissuration par la CSC

Sommaire

2.1	Introduction : présentation des moyens à mettre en oeuvre	46
2.2	Conception d'un dispositif expérimental	46
2.2.1	Dispositif expérimental de pré-fissuration par fatigue	46
2.2.2	Dispositif expérimental de CSC	53
2.2.3	Géométrie des éprouvettes	54
2.3	Méthode de corrélation d'images pour le suivi et le contrôle de la fissuration	56
2.3.1	Introduction	56
2.3.2	Utilisation d'une base continue type éléments finis	57
2.3.3	Utilisation des séries de Williams	60
2.3.4	Extraction du saut de déplacement	63
2.4	Développement d'un algorithme d'identification en temps réel	69
2.4.1	Description de la méthode	69
2.4.2	Validation de la linéarisation	73
2.4.3	Influence de la taille du domaine sur l'estimation de K_I	74
2.4.4	Influence du nombre de termes sur l'estimation de K_I	75
2.5	Conclusions	77

2.1 Introduction : présentation des moyens à mettre en oeuvre

La caractérisation du couplage mécano-électrochimique pour la fissuration par la corrosion sous contrainte (CSC) nécessite la mise en place de moyens expérimentaux diversifiés et spécifiques. A l'issue du chapitre précédent, nous avons choisi de travailler sur des éprouvettes pré-fissurées de Zircaloy-4 en milieu aqueux halogéné pour étudier précisément la propagation de fissures de CSC. Cette démarche nécessite donc :

- De réaliser une pré-fissure en milieu non agressif afin de s'émanciper des effets de l'amorçage en CSC. Cette phase doit avoir le moins d'effets possible sur la propagation en CSC et doit donc générer des non-linéarités plastiques limitées en pointe de fissure. On utilisera pour cela la procédure du *Load-Shedding* qui est explicitée au début de ce chapitre.
- De mettre en place une cellule d'essai permettant de confiner la solution agressive au contact de l'éprouvette, de réaliser des mesures électrochimiques et également d'appliquer différents types de sollicitations mécaniques. Ce dispositif expérimental ainsi que la géométrie des éprouvettes sont également présentés dans ce chapitre.
- La caractérisation précise et non perturbante de la fissuration. Le chapitre précédent montre les intérêts des techniques de corrélation d'images. Ainsi dans ce chapitre nous reviendrons sur l'utilisation spécifique de cette technique pour l'étude de la fissuration et nous détaillerons les différents développements nécessaires à son utilisation pour la pré-fissuration par fatigue et l'étude de la propagation de fissures en CSC.

2.2 Conception d'un dispositif expérimental

2.2.1 Dispositif expérimental de pré-fissuration par fatigue

Nous avons choisi d'étudier les couplages mécano-électrochimiques en pointe de fissure de CSC lors de sa propagation. Il convient donc de réaliser des pré-fissures par fatigue en milieu non-agressif sur des éprouvettes métalliques en maîtrisant la propagation en terme d'intensité des contraintes afin de limiter un endommagement plastique trop important autour de la pointe de fissure. En général on applique un profil de chargement sinusoïdal en effort $F(t)$ (Equation 2.1). La figure 2.1 donne l'allure du profil de chargement utilisé.

$$F(t) = \frac{F_{max}}{2} [1 + R + (1 - R) \sin(2\pi f t)]. \quad (2.1)$$

F_{max} et F_{min} sont respectivement les efforts maximal et minimal au cours d'un cycle de chargement et f est la fréquence du cycle de chargement. Comme le stipulent les normes de pré-fissuration appliquées à la CSC [AFN 99], il convient de pré-fissurer les éprouvettes en fatigue avec un rapport de charge R égal à 0, 1 ($R = F_{min}/F_{max}$). Différentes procédures expérimentales existent afin de contrôler la propagation de fissures par fatigue. La technique du *Load-Shedding* [AST 95] [BAT 80] consiste à modifier le chemin de chargement durant la propagation de la fissure pour limiter une augmentation trop importante des facteurs d'intensité des contraintes.

En effet, la phase de pré-fissuration par fatigue peut clairement influencer la fissuration par corrosion sous contrainte [TOR 04]. L'état des contraintes résiduelles créées au confinement de la pointe de

fissure peut modifier le comportement local et affecter les conditions de développement de la fissuration en CSC. C'est pourquoi cette procédure doit être réalisée avec beaucoup de précautions. Afin de localiser l'amorçage de la pré-fissure et de s'assurer d'une propagation de fissure unique, une entaille est en premier lieu réalisée sur des éprouvettes plates à l'aide d'une scie à fil ou par électro-érosion (figure 2.2).

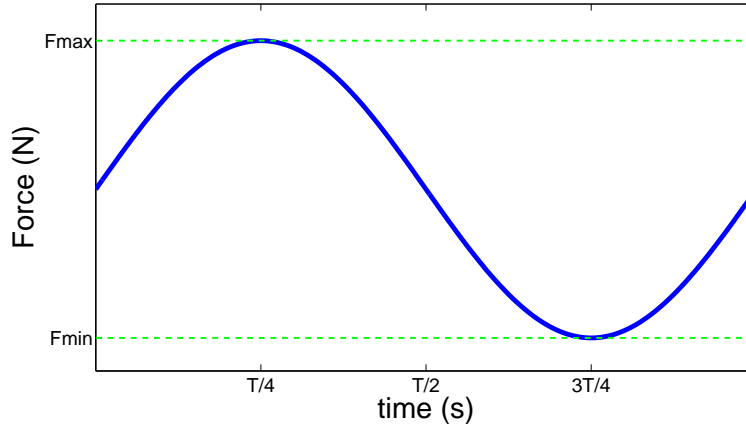


FIGURE 2.1: Profil de chargement typique utilisé lors d'un cycle de pré-fissuration par fatigue

2.2.1.1 Technique du load shedding

La technique du *Load-shedding* consiste à modifier le chemin de chargement en cours d'essai de propagation de fissure par fatigue [AST 95] [XU 97]. K_I est une grandeur qui gouverne l'intensité de la sollicitation mécanique et donc la taille du confinement plastique en pointe de fissure (Cf partie 1.2.2.2). Sous une sollicitation mécanique uni-axiale avec $\sigma = F/S$ et pour une longueur de fissure donnée (a), K_I dépend linéairement de F (équation 1.8). Ainsi la valeur maximale de K_I ($K_{I_{max}}$ correspondant à $F = F_{max}$) peut être donnée par la relation 2.2 :

$$K_{I_{max}} = F_g(a, w) \cdot \frac{F_{max}}{S} \sqrt{\pi a}. \quad (2.2)$$

La fonction géométrique $F_g(a, w)$ dépend de la longueur de fissure a et de la largeur de l'éprouvette w (figure 2.2). Cette fonction permet d'accommoder les effets de taille finie [TAD 00]. Au cours d'un cycle de fatigue, l'état pour lequel l'endommagement plastique est le plus conséquent, correspond bien évidemment à $K_I = K_{I_{max}}$. Dans la suite de notre raisonnement, nous travaillerons donc uniquement avec les quantités F_{max} et $K_{I_{max}}$. Il faut donc s'assurer que $K_{I_{max}}$ reste constant pour obtenir une taille de confinement plastique (r_p) constante.

On considère un petit incrément de longueur de fissure (da). La variation relative de la grandeur $\frac{F_g(a, w)}{S} \sqrt{\pi a}$ est supposée négligeable devant celles de F_{max} et $K_{I_{max}}$. Par conséquent une relation simple est obtenue entre les variations relatives de F_{max} et $K_{I_{max}}$ à partir de l'équation 2.2 :

$$\frac{dF_{max}}{F_{max}} = \frac{dK_{I_{max}}}{K_{I_{max}}}. \quad (2.3)$$

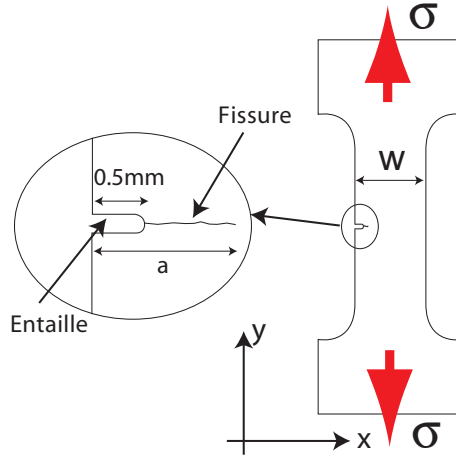


FIGURE 2.2: Utilisation d'une éprouvette de traction pour la pré-fissuration en fatigue

Cette relation reste valable avec l'hypothèse d'une petite variation de a . En utilisant cette formule, une procédure de régulation de F_{max} "étape par étape" peut être développée en se basant sur l'estimation de $dK_{I_{max}}$ et $K_{I_{max}}$ sans l'utilisation de la formule analytique standard donnée par l'équation 2.2. On impose alors que $K_{I_{max}}$ ($K_{I_{max}}^{n+1}$ à l'étape $n + 1$) prenne la valeur cible $K_{I_{max}}^t$. A l'étape n , on obtient :

$$F_{max}^{n+1} = F_{max}^n \cdot \frac{K_{I_{max}}^t}{K_{I_{max}}^n}. \quad (2.4)$$

Par récurrence, à l'étape $n + 1$, le chargement est calculé par la relation :

$$\begin{aligned} F_{max}^{n+1} &= \prod_{k \leq n} \left(\frac{K_{I_{max}}^t}{K_{I_{max}}^k} \right) F_{max}^0 \\ &= \alpha_n \cdot F_{max}^0. \end{aligned} \quad (2.5)$$

Ainsi l'effort maximal à imposer (F_{max}^{n+1}) est donné en fonction de l'effort maximal initial F_{max}^0 , de la valeur cible $K_{I_{max}}^t$ et des valeurs estimées de $K_{I_{max}}^k$ pour toutes les étapes précédentes. On utilise donc un schéma d'asservissement qui consiste à imposer F_{max}^{n+1} pour obtenir $K_{I_{max}} = K_{I_{max}}^t$. Ceci nécessite à chaque étape, une mesure de $K_{I_{max}}^n$ pour ensuite en déduire le coefficient α_n . Au cours de la propagation F_{max}^n diminue. La figure 2.3 donne l'exemple de l'allure du profil de chargement modulé avec l'évolution des différentes valeurs de F_{max}^n au cours d'une propagation d'une fissure.

Un profil de chargement initial est appliqué à l'éprouvette ($F^0(t)$ équation (2.1)). On choisit de réaliser la mesure de $K_{I_{max}}^n$ tous les 100 cycles. Ainsi à chaque étape $n + 1$, $F^{n+1}(t)$ est déduit à partir de α_n qui est calculé à partir de toutes les précédentes mesures et de l'équation (2.1),

$$F^{n+1}(t) = \alpha_n \cdot F^0(t). \quad (2.6)$$

Dans notre étude, les mesures de $K_{I_{max}}$ et a sont réalisées en temps réel à l'aide d'une méthode sans contact : la méthode de corrélation d'images. Cette technique est détaillée dans la section 2.4.

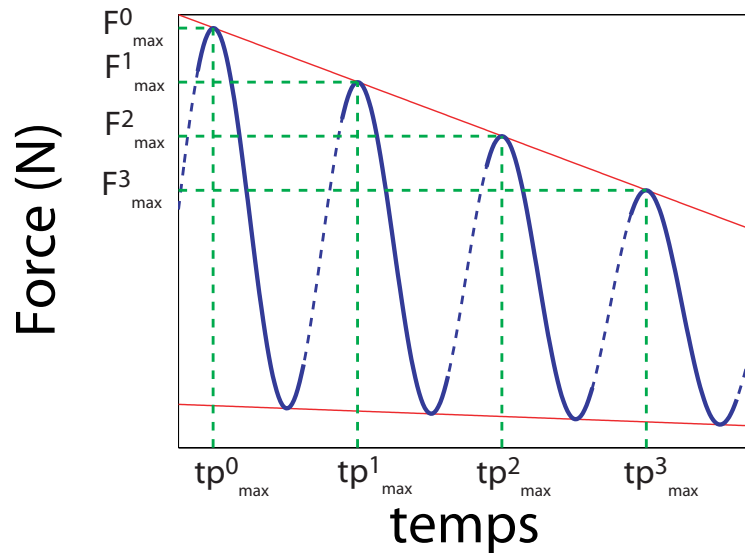


FIGURE 2.3: Illustration de la modulation du profil de chargement avec la procédure du *Load-Shedding* pour la pré-fissuration des éprouvettes par fatigue

Elle permet, après chaque acquisition d'image, de calculer le coefficient α_n qui est converti en signal analogique permettant son utilisation comme un paramètre d'asservissement continu de régulation du profil de chargement. La figure 2.4 illustre l'architecture de l'utilisation de la technique du *Load-Shedding* assistée par la méthode de corrélation d'images.

Cette méthode permet donc d'effectuer une propagation de fissure par fatigue à $K_{I_{max}}$ constant. La méthode de corrélation d'images permet également d'extraire la position de la pointe de la fissure et donc d'en déduire la longueur de fissure a^n à chaque étape n . Cette technique est donc très commode pour générer une pré-fissure avec une longueur donnée. On peut imposer automatiquement un arrêt des cycles de fatigue une fois une longueur prédéfinie de fissure atteinte. L'utilisation de cette procédure nécessite cependant la mise en place d'un dispositif expérimental spécifique qui est décrit dans le paragraphe suivant.

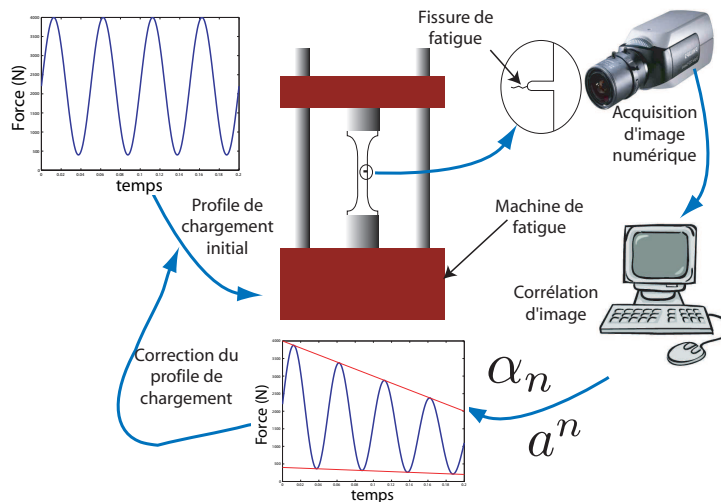


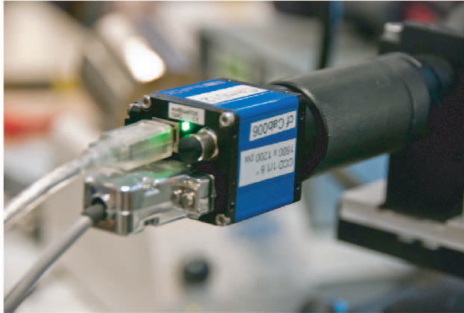
FIGURE 2.4: Illustration de la mise en oeuvre de la technique du *Load-Shedding* assisté par la méthode de corrélation d'images pour la pré-fissuration des éprouvettes par fatigue

2.2.1.2 Présentation du matériel

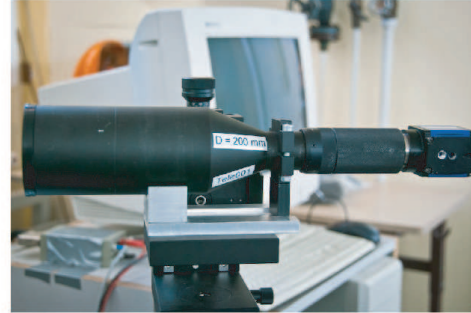
Les essais de pré-fissuration par fatigue sont réalisés à l'aide d'une machine de traction hydraulique MTS avec une capacité de $10kN$. Ce système permet d'atteindre des fréquences de chargement relativement élevées ($f = 20Hz$). Un contrôleur MTS permet de synchroniser l'ensemble des signaux d'entrée et de sortie nécessaires aux essais.

L'acquisition des images est réalisée à l'aide d'une camera Blue Fox avec un capteur CCD d'une résolution de 1200×1600 pixels (photo 2.5(a)). L'utilisation d'un objectif télécentrique (photo 2.5(b)) permet de minimiser les effets de perspective lorsque l'objet n'est pas positionné avec précision par rapport au système optique. En effet cette technologie offre un grossissement constant des objets indépendamment de leur distance. Ce type d'optique est très adapté pour des observations lors d'essais de traction mécanique où une striction, et donc un mouvement hors plan, peut apparaître.

L'acquisition des images est réalisée sans arrêter la machine d'essai pour éviter des effets transitoires de redémarrage. On utilise un temps d'exposition très court pour figer l'image et limiter le flou ($dT_e = 500\mu s$). La figure 2.6 montre l'intervalle que cette durée représente sur un cycle en effort de $20Hz$. L'acquisition d'images est synchronisée avec le signal en effort à l'aide d'un boîtier de synchronisation (figure 2.7(b)). Une fois le boîtier activé, celui-ci délivre un échelon analogique ($0 - 10V$) qui permet de commander l'acquisition des images (*Trigger*). L'activation du boîtier est effective une seule fois sur un intervalle de temps donné défini à l'avance. Ce système de synchronisation permet de garantir une acquisition d'images pour une valeur d'effort donnée avec une période d'acquisition bien déterminée. Le temps de réaction de la caméra donné par le constructeur est très faible ($dT_r = 1\mu s$). On peut ainsi estimer l'intervalle de temps complet pour déterminer l'incertitude des mesures ($dT = dT_e + dT_r = 501\mu s$).



(a) Caméra numérique



(b) Objectif télécentrique

FIGURE 2.5: Matériel d'optique

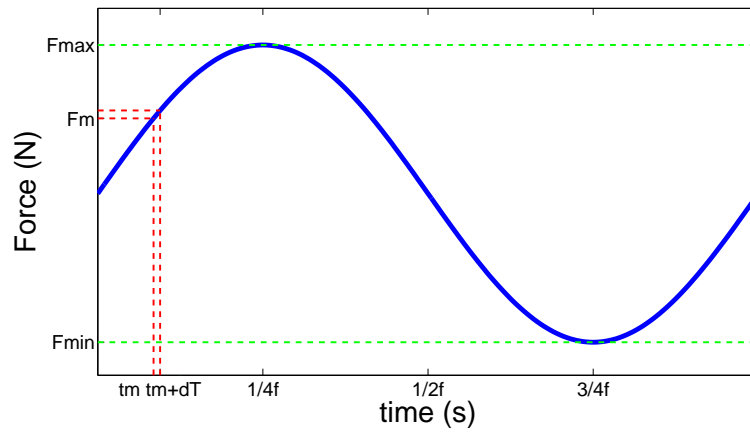


FIGURE 2.6: Durée d'exposition reportée sur un cycle de chargement

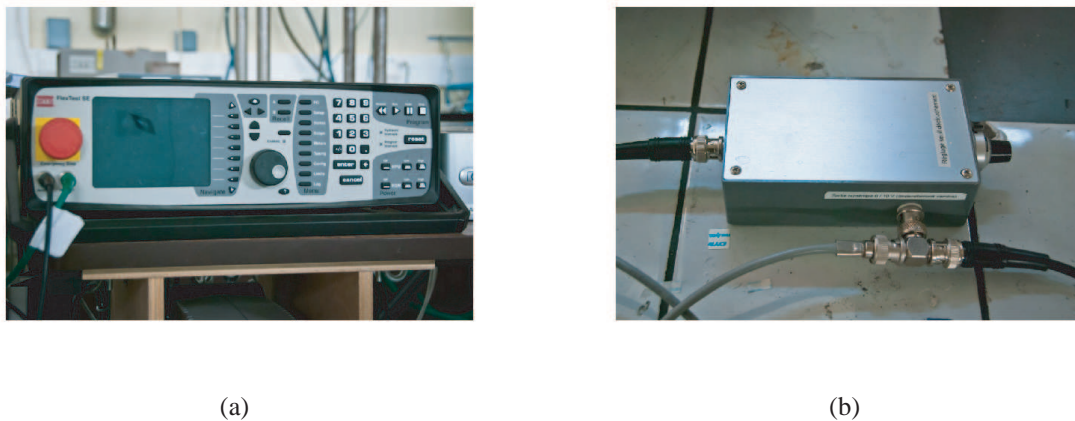


FIGURE 2.7: Photographie du contrôleur et du boîtier de synchronisation de l'effort avec l'acquisition d'images

On définit F_m et t_m , respectivement la valeur de l'effort et l'instant pour lesquels l'acquisition des images est réalisée. La mesure de K_I est réalisée à partir d'une image acquise pour une valeur de F_m correspondante et on la désigne par K_{Im} . L'incertitude sur K_{Im} est ainsi directement liée à celle de F_m qui est donnée par la relation, 2.7,

$$dF_m = \frac{2\pi f \cdot F_{max}}{2} (1 - R) \cdot \cos(2\pi f t_m) dt. \quad (2.7)$$

On considère le profil initial d'effort (équation 2.1). Dans notre configuration, l'intervalle dt est fixé et est égal à dT . En choisissant de prendre une image sur la phase d'ouverture ($0 \leq t_m \leq \frac{1}{4f}$), dF_m décroît lorsque t_m et F_m augmentent. Dans l'idéal, il faudrait donc choisir $t_m = \frac{1}{4f}$ soit $F_m = F_{max}$ pour garantir une erreur minimale sur l'effort d'acquisition. En pratique il est plus difficile de synchroniser l'effort lorsque les valeurs tendent vers F_{max} . Nous avons choisi de travailler avec $F_m/F_{max} = 0,8$. On mesure donc la valeur K_{Im} correspondant à l'effort F_m . K_{Imax} est ensuite déduit de K_{Im} en considérant que le comportement du matériau reste linéaire élastique sur un cycle de chargement et ainsi,

$$K_{Imax} = K_{Im} \cdot \frac{F_{max}}{F_m}. \quad (2.8)$$

L'utilisation en cours d'essai de cette technique (*Load-Shedding*) est réalisée à l'aide d'une interface *Labview* développée au cours de la thèse. Celle-ci, détaillée en annexe A, permet de synchroniser l'acquisition des images avec les mesures de K_{Imax} et de a en temps réel par la technique de corrélation d'images et le calcul du coefficient α_n gouvernant la régulation de l'effort sur la machine de traction. Cette procédure permet, avec les précautions prises ici, de réaliser une propagation de fissure en fatigue avec K_{Imax} constant et permet donc la création contrôlée de pré-fissures. Cette technique peut également être appliquée avec l'utilisation d'autres profils de chargement plus simples (charge constante) pour assurer une propagation de fissure avec " K_I constant". Cette technique peut donc être aussi utilisée en théorie pour des essais de CSC.

2.2.2 Dispositif expérimental de CSC

Pour caractériser la CSC, différents types d'essais peuvent être conduits, en particulier des essais de traction lente et de charge constante comme le montre le chapitre précédent. Pour les essais de traction lente on privilégie généralement les machines électromécaniques. La machine Lloyd utilisée dans notre étude peut supporter une charge de $30kN$. Les éprouvettes sont fixées à l'aide de mors auto-serrants. Les mesures d'effort sont données par la cellule de force située entre le système d'attache supérieur et la traverse mobile de la machine (figure 2.8). Les mesures des déformations peuvent, dans une première approche, s'effectuer de façon globale pour caractériser qualitativement les essais avec la grandeur $\tilde{\epsilon}_0 = u/L_0$. Elle représente le rapport entre le déplacement (u) de la traverse mobile supérieure de la machine et la longueur utile (L_0) de l'éprouvette. Pour avoir des informations locales sur les déformations induites dans ce genre d'essais, on a choisi d'exploiter également les résultats apportés par les techniques de corrélation d'images qui permettent d'extraire les champs de déplacements et de déformations locaux. Elles peuvent être utilisées différemment selon les types d'essais à réaliser comme le détaille la partie 2.3.

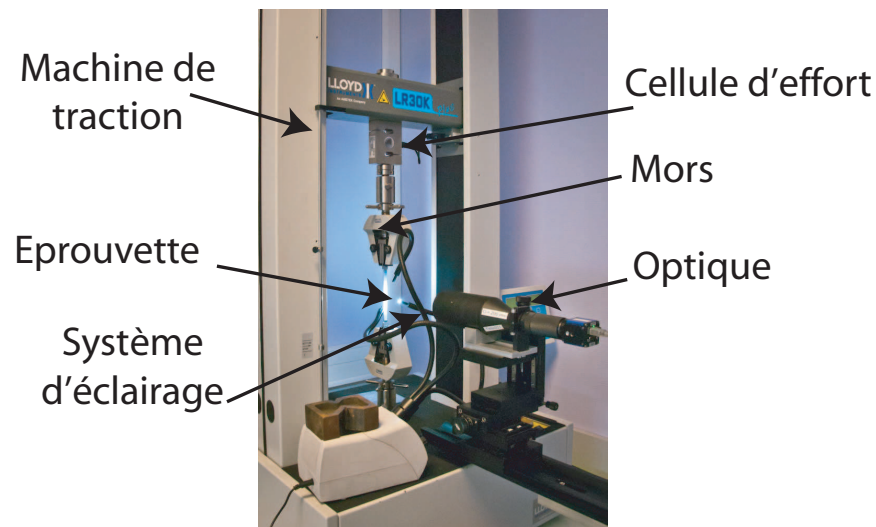


FIGURE 2.8: Vue d'ensemble du dispositif d'essai et de mesures installé sur la machine de traction lente

Pour les essais à charge constante on utilise la machine hydraulique MTS 10kN qui est également utilisée pour la pré-fissuration par fatigue (Partie 2.2.1.2).

Une cellule permet de mettre en contact l'éprouvette métallique avec l'électrolyte. Un certain nombre de conditions et de normes sont à respecter pour mettre en place un essai de CSC [ISO 87]. Afin d'éviter les effets de variation du pH, il faut garantir un volume de solution grand devant la surface de l'éprouvette. La cellule qui contient l'éprouvette et l'électrolyte doit être réalisée en matériau inerte et ne doit pas réagir électriquement avec l'éprouvette. Elle doit également permettre la mise en place des différents moyens de mesure. La mesure optique nous contraint à laisser une paroi plane en plexiglas. Des précautions ont été prises afin de vérifier que l'erreur induites par l'acquisition d'images au travers de dioptries, n'a que très peu d'influence sur les mesures de corrélation d'images (Cf annexe

B). Les figures 2.9(a) et 2.9(b) montrent la cellule utilisée pour les différents essais de CSC. Cette cellule permet également la mise en place d'un système de désaération par bullage d'azote ou d'argon. Elle permet surtout la mise en place d'un montage électrochimique à trois électrodes avec l'électrode de travail (éprouvette), la contre-électrode en graphite et l'électrode de référence au calomel saturé. L'étanchéité est de plus réalisée à l'aide de bouchons en caoutchouc et de l'utilisation de pâte silicone (CAF4). Les différents dispositifs expérimentaux permettent donc la mise en place des essais de CSC sur des éprouvettes pré-fissurées de Zircaloy-4.

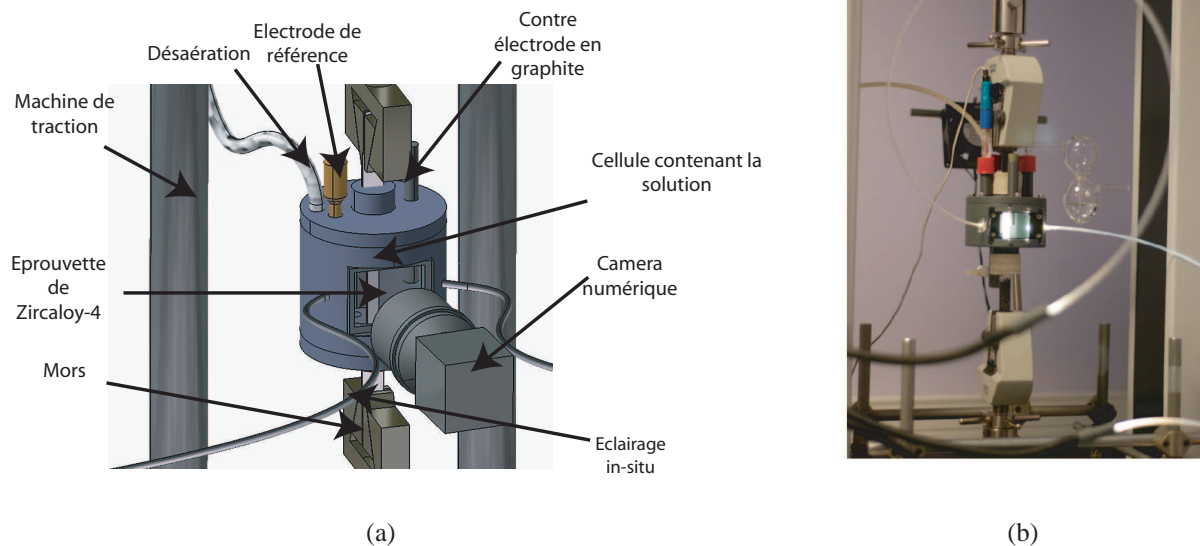


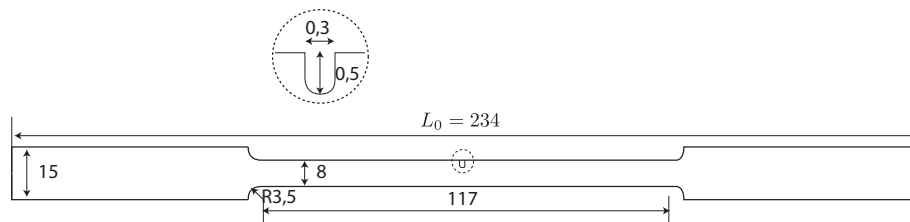
FIGURE 2.9: Cellule permettant de mettre en contact l'éprouvette métallique et l'électrolyte

2.2.3 Géométrie des éprouvettes

La géométrie des éprouvettes utilisées pour les essais CSC doit permettre la mise en place d'une cellule contenant la solution agressive (figure 2.10). Les éprouvettes sont usinées à partir de tôles de Zircaloy-4 à l'état recristallisé avec une épaisseur de $2,92\text{mm}$. Elles sont usinées dans le sens travers au laminage. La longueur utile des éprouvettes est de 117mm . Ces éprouvettes sont plates pour permettre l'utilisation des techniques de corrélation d'images. Une entaille de $0,5\text{mm}$ permet de localiser l'amorçage de la pré-fissure de fatigue. La composition de l'alliage utilisé dans notre étude et fourni par Areva Cezus, est donné dans le tableau 2.1.

TABLEAU 2.1: Composition de l'alliage de Zircaloy-4 utilisé dans notre étude

Élément	(% massique)
Zirconium	Compléments à 100%
Étain	1,37
Fer	0,22
Chrome	0,11
Oxygène	1095 ppm
Silicium	102 ppm

**FIGURE 2.10:** Géométrie des éprouvettes utilisées (dimensions en mm)

Conclusions sur la présentation des dispositifs expérimentaux

Le dispositif expérimental permet de pré-fissurer des éprouvettes destinées à être utilisées pour des essais de CSC. La mise en place des moyens de mesures électrochimiques est effectuée. Les mesures mécaniques sont réalisées à partir des techniques de corrélation d'images et la technique du *Load-Shedding* permettant ainsi de limiter la plasticité confinée en pointe de pré-fissure.

La mise en oeuvre de ces techniques pour la fissuration, nécessite un développement spécifique de la méthode de corrélation d'images qui est l'objet de la partie suivante. Le principal objectif est de développer un mesure précise et rapide permettant une identification en temps réel des facteurs d'intensité des contraintes et de la longueur de la fissure pour réaliser des essais de pré-fissuration ou de fissuration avec la technique du *Load-Shedding*.

2.3 Méthode de corrélation d'images pour le suivi et le contrôle de la fissuration

2.3.1 Introduction

La méthode de corrélation d'images dite "intégrée" est utilisée pour extraire un champ de déplacements sur une surface plane comme présenté en partie 1.5. Le champ de déplacement est à chaque fois obtenu par la résolution de l'équation du flot optique. On peut utiliser les différentes propriétés mécaniques associées à la fissuration pour rendre plus performante cette méthode. On utilise pour cela des bases de fonctions spécifiques rendant compte de la cinématique de ce type de problème. Cette partie montre comment associer la méthode de corrélation d'images avec les concepts mécaniques pour caractériser des problèmes de la mécanique de la rupture. Ici la base de champ de déplacement recherché doit à la fois donner des résultats précis et robustes et garantir une identification rapide. Cette méthode s'applique à des éprouvettes plates (décrites en partie 2.2.3) présentant une entaille permettant de localiser la pré-fissure lors son amorçage. La figure 2.11 illustre la définition de la région d'intérêt (Region Of Interest appelé *ROI* par la suite) sur laquelle la méthode de corrélation d'images dite "intégrée" est appliquée.

Dans un premier temps, l'utilisation d'une base de champ de déplacements continu est discutée. Ensuite on verra l'intérêt de l'utilisation d'une base plus riche (discontinue et singulière) telle que les séries de Williams. Enfin une proposition d'une base de champ de déplacement simple et présentant une discontinuité est détaillée. Pour ces différentes études on considère une sollicitation uni-axiale de traction selon la direction y . Le mode I prédomine et la propagation d'une fissure de longueur a s'effectue suivant la direction x au travers d'une éprouvette de largeur w . De plus, on considère d'une part l'image d'une éprouvette non fissurée à l'état non déformé (chargement nul) et l'image d'une éprouvette présentant une fissure avec une certaine longueur (a) et un certain chargement défini par une intensité des contraintes en mode I (K_I).

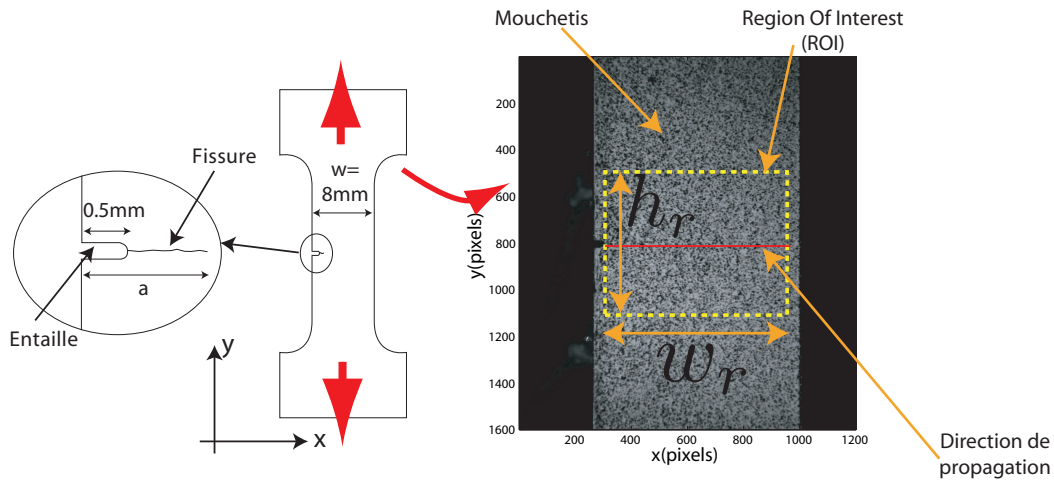


FIGURE 2.11: Présentation de la zone d'intérêt (ROI) sur la surface plane d'une éprouvette

2.3.2 Utilisation d'un base continue type éléments finis

L'utilisation d'une base de champ de déplacements continus quelconque permet dans un premier temps d'identifier simplement la cinématique du problème. Comme pour un calcul de mécanique des milieux continus, une base de type éléments finis est utilisée [SUN 05] [BES 06]. L'avantage de ce type de formulation est qu'elle permet un dialogue entre calculs mécaniques réalisés à l'aide de la méthode des éléments finis, et identification, car on peut utiliser les mêmes discrétisations [RÉT 10a]. L'utilisation de fonctions de forme continues garantit la continuité du champ de déplacements. Or le champ de déplacements d'une structure fissurée présente une discontinuité au niveau des lèvres de la fissure [RET 07]. Avec cette formulation l'erreur de corrélation est plus conséquente à l'endroit où se situe la fissure. Cette quantité peut donc s'avérer être un bon moyen pour en identifier la position.

On considère alors l'image d'une éprouvette fissurée. Sur la zone d'intérêt, un maillage éléments finis de N_f noeuds est défini. Le champ de déplacements peut alors se décomposer avec des fonctions de forme de type éléments finis (Equation 2.9) qui respectent le principe de partition de l'unité (relation 2.10) [MEL 96].

$$\underline{u} = \sum_{i=1}^{N_f} N_i(x, y) \underline{\omega}_i \quad (2.9)$$

$$\sum_{i=1}^{N_f} N_i(x, y) = 1 \quad (2.10)$$

La méthode de corrélation d'images permet d'extraire les coefficients ω_i et de reconstituer le champ de déplacements. Un maillage constitué d'éléments quadrangles Q4 (4 noeuds) linéaires est défini au sein de la zone d'intérêt avec 31 éléments suivant la direction y et 21 suivant la direction x soit des éléments carré de 30 pixels de côté. Chaque élément comporte ainsi 8 degrés de liberté (2×4

déplacements suivant x et y) La figure 2.12 (a) donne le maillage utilisé et sa localisation sur l'image de référence. La figure 2.12 (b) donne le maillage déformé de la surface de l'éprouvette fissurée obtenu avec la méthode de corrélation d'images. Avec ce type d'éléments, la discontinuité n'apparaît pas explicitement car le déplacement extrait reste continu.

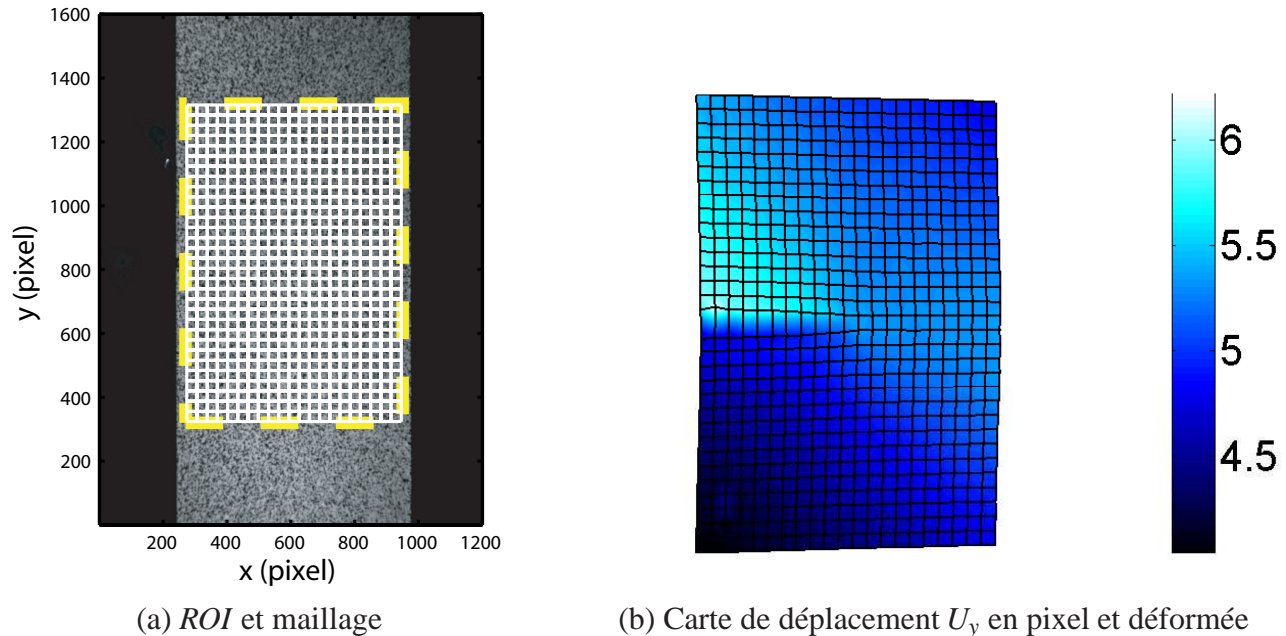


FIGURE 2.12: Maillage éléments finis utilisé pour la méthode de corrélation d'images (a) Déformée du maillage obtenue par corrélation d'images (b).

On définit l'erreur de corrélation comme le résidu de l'équation du flot optique normalisé par la dynamique de l'image ($Dyn = \max(f(\underline{x})) - \min(f(\underline{x}))$).

$$\epsilon_{corr} = \frac{[f(\underline{x}) - g(\underline{x} + \underline{u})]}{Dyn} \quad (2.11)$$

Cette quantité est un très bon indicateur de la position de la fissure car on estime qu'elle est maximale là où la cinématique du champ de déplacements n'est pas respectée. On en déduit que l'erreur maximale provient de la discontinuité du champ de déplacements de la structure fissurée. La figure 2.13 (a) donne la carte du résidu permettant d'estimer la position de la fissure. La figure 2.13 (b) montre l'image de l'éprouvette fissurée et déformée. Il est difficile sur celle-ci de distinguer la fissure.

Cette méthode permet donc dans une première approche d'estimer la position de la fissure. Néanmoins elle est peu convenable pour identifier avec précision la position de la pointe de la fissure. Pour cela il faut définir un niveau seuil de ϵ_{corr} choisi arbitrairement. Il doit correspondre à l'existence d'une vraie discontinuité et il est difficile à expliciter. Il donne donc des faibles précisions sur l'estimation de la position de la pointe de la fissure. L'extraction des facteurs d'intensité des contraintes peut être effectuée en post-traitement en utilisant la méthode des moindres carrés avec un champ de déplacements analytiques comme les solutions asymptotiques de Westergaard. Cette technique a

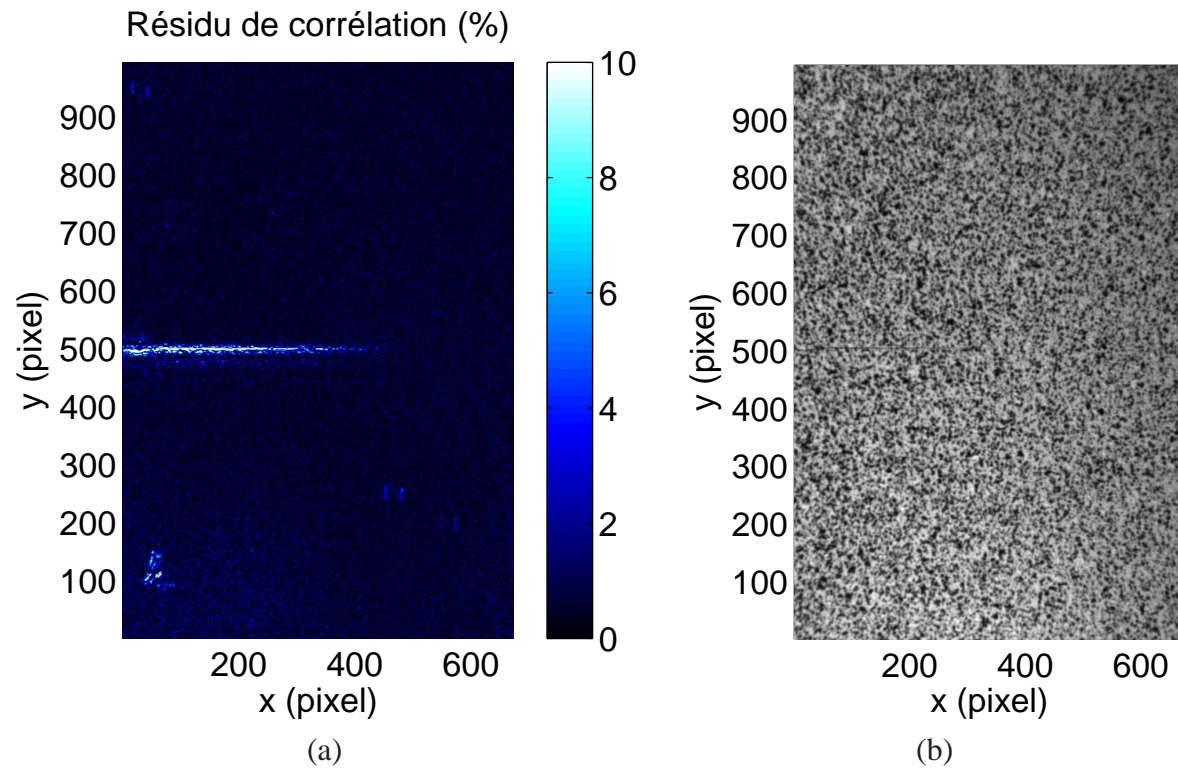


FIGURE 2.13: Résidu de corrélation (ϵ_{corr}) obtenu pour la structure fissurée (a) Image de l'éprouvette fissurée et déformée

été proposée par Mc Neill *et al* [MCN 87] ou bien Hamam *et al* [HAM 07] et repris par Roux *et al* [ROU 06]. L'utilisation des intégrales d'interaction est également une approche utilisée pour l'extraction des facteurs d'intensité des contraintes à condition de connaître la position de la pointe de la fissure [RÉT 05b] [RET 07] [RÉT 10b].

2.3.3 Utilisation des séries de Williams

Il existe une base de champ de déplacements qui permet de représenter précisément la cinématique au voisinage d'une pointe de fissure. Le formalisme des séries de Williams [WIL 57] repose sur l'expression d'un champ de déplacements analytiques décrivant le comportement autour de la pointe d'une fissure droite semi-infinie dans un milieu linéaire élastique isotrope infini. L'expression du champ de déplacements est donnée dans le plan complexe en conditions de contraintes planes comme la double somme de termes décrivant le mode de rupture (entier j) et l'ordre des séries (entier n) (équation 2.12). Dans ce système de coordonnées, x est la direction de la fissure (figure 2.14). Les champs singuliers des séries de Williams se décomposent dans une base composée des fonctions $\Phi_j^n(x, y)$. Les termes correspondant à des valeurs négatives de n , sont désignées comme *super-singuliers*. Alors que les termes correspondant à des valeurs strictement supérieures à 1 sont définis comme *non-singuliers*. Les expressions des fonctions singulières pour les modes *I* et *II* sont données par les relations 2.13. Suivant l'ordre de singularité, différentes interprétations peuvent être données. Elles sont décrites dans les tableaux 2.2 et 2.3.

$$\underline{u}(x, y) = u_x(x, y) + i \cdot u_y(x, y) = \sum_{j=1}^2 \sum_{n=-\infty}^{+\infty} \omega_j^n \cdot \Phi_j^n(x, y) \quad (2.12)$$

$$\begin{cases} \Phi_I^n = r^{n/2} \left[\kappa e^{in\theta/2} - \frac{n}{2} e^{i(4-n)\theta/2} + \left(\frac{n}{2} + (-1)^n\right) e^{-in\theta/2} \right] \\ \Phi_{II}^n = ir^{n/2} \left[\kappa e^{in\theta/2} + \frac{n}{2} e^{i(4-n)\theta/2} - \left(\frac{n}{2} - (-1)^n\right) e^{-in\theta/2} \right] \end{cases} \quad (2.13)$$

TABLEAU 2.2: Interprétation des différents ordres des séries de Williams

Valeurs de n	> 1	2	1
Interprétations	non-singuliers	rotation, T-stress	termes asymptotiques

Le formalisme des séries de Williams est alors utilisé comme base de fonctions pour la méthode de corrélation d'images en prenant la décomposition donnée par la formule 2.12. Lorsque l'origine du repère du système de coordonnées polaires coïncide avec la pointe de la fissure, le champ de déplacements peut s'exprimer comme la relation 2.12.

Roux *et al* [ROU 06] [ROU 09] montrent qu'une formule de récurrence donne une relation entre les dérivées spatiales suivant la direction x (direction de la propagation de la fissure) de ces fonctions :

TABLEAU 2.3: Interprétation des différents ordres des séries de Williams

Value of n	0	-1	-3
Interprétations	translation	Distance de la PFEE ^a	$\propto r_p^b$

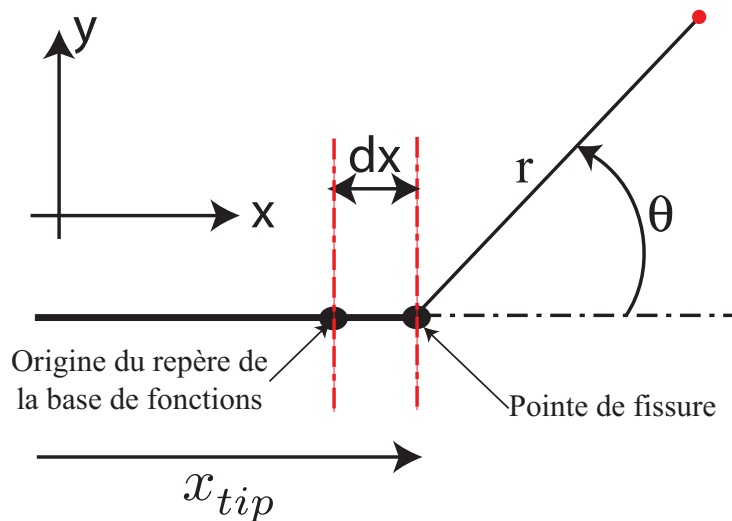
a. Position du front de fissure équivalent élastique

b. Fracture Process Zone

$$\frac{\partial \Phi_j^n}{\partial x} = -\frac{n}{2} \Phi_j^{n-2}. \quad (2.14)$$

On considère que l'origine du repère est décalée de la quantité dx sur l'axe x par rapport à la position de la pointe de fissure (figure 2.14). On obtient alors une nouvelle décomposition du champ de déplacements. Les coefficients $\tilde{\omega}_j^n$ sont alors les nouvelles amplitudes des fonctions $\Phi_j^n(x+dx, y)$:

$$u = \sum_{j=1}^2 \sum_{n=-\infty}^{+\infty} \tilde{\omega}_j^n \cdot \Phi_j^n(x+dx, y). \quad (2.15)$$

**FIGURE 2.14:** Système de coordonnées et décalage de la base des fonctions

En effectuant un développement de Taylor à l'ordre 1 de l'équation 2.15, on obtient :

$$\begin{aligned}
 u &\approx \sum_{j=1}^2 \left(\sum_{n=-\infty}^{+\infty} \tilde{\omega}_j^n \left[\Phi_j^n(x,y) + \frac{\partial \Phi_j^n(x,y)}{\partial x} dx \right] \right) \\
 &= \sum_{j=1}^2 \left(\sum_{n=-\infty}^{+\infty} \tilde{\omega}_j^n \Phi_j^n(x,y) + \sum_{n=-\infty}^{+\infty} \tilde{\omega}_j^n \frac{\partial \Phi_j^n(x,y)}{\partial x} dx \right).
 \end{aligned} \tag{2.16}$$

Avec l'équation 2.14, il vient :

$$u = \sum_{j=1}^2 \left(\sum_{n=-\infty}^{+\infty} \tilde{\omega}_j^n \Phi_j^n(x,y) - \sum_{n=-\infty}^{+\infty} \tilde{\omega}_j^n \frac{n}{2} \Phi_j^{n-2}(x,y) dx \right). \tag{2.17}$$

En effectuant le changement de variable $n' = n - 2$ pour la deuxième somme sur n , on obtient alors :

$$u = \sum_{j=1}^2 \left(\sum_{n=-\infty}^{+\infty} \tilde{\omega}_j^n \Phi_j^n(x,y) - \sum_{n'=-\infty}^{+\infty} \tilde{\omega}_j^{n'+2} \frac{n'+2}{2} \Phi_j^{n'}(x,y) dx \right). \tag{2.18}$$

On peut alors regrouper les deux sommes :

$$u = \sum_{j=1}^2 \sum_{n=-\infty}^{+\infty} \Phi_j^n(x,y) \left[\tilde{\omega}_j^n - \frac{n+2}{2} \tilde{\omega}_j^{n+2} dx \right]. \tag{2.19}$$

Les amplitudes ω_j^n et $\tilde{\omega}_j^n$ peuvent être reliées en combinant les équations 2.12 et 2.19 :

$$\omega_j^n = \tilde{\omega}_j^n - \frac{n+2}{2} \tilde{\omega}_j^{n+2} dx. \tag{2.20}$$

Cette quantité permet d'estimer la position de la pointe de la fissure. En effet, le terme correspondant à $n = -1$ est nul lorsque l'origine des repères coïncide avec la position de la pointe de la fissure (ω_j^{-1}). En appliquant la relation 2.20 pour $n = -1$, on obtient la relation suivante :

$$dx = 2 \frac{\tilde{\omega}_j^{-1}}{\tilde{\omega}_j^1}. \tag{2.21}$$

On applique également la relation 2.20 pour $n = 1$. On obtient une relation entre ω_j^1 , $\tilde{\omega}_j^1$, $\tilde{\omega}_j^3$ et dx :

$$\omega_j^1 = \tilde{\omega}_j^1 - \frac{3}{2} \tilde{\omega}_j^3 dx. \tag{2.22}$$

Cette quantité nous permet d'estimer K_I avec la relation,

$$K_I = 2\mu\sqrt{2\pi}\omega_j^1. \quad (2.23)$$

Une décomposition finie de l'expansion des séries de Williams est implémentée dans la méthode de corrélation d'images. Le nombre de termes à prendre en compte dans cette décomposition est discuté dans la partie 2.4.4. La position de la pointe de la fissure est estimée avec une procédure itérative (organigramme en figure 2.15). On commence par définir une position initiale de la pointe de la fissure (x_{tip}^0). On peut alors construire les fonctions Φ_j^n . Les matrices et vecteurs de composantes M_{ij} et F_j définis dans la partie 1.5.4 peuvent alors être générés. Ensuite une séquence de résolutions de systèmes linéaires permet d'extraire les amplitudes associées $\tilde{\omega}_j^n$. L'équation de linéarisation (2.21) permet alors d'estimer la distance dx à la pointe de la fissure équivalente élastique. On définit ensuite une nouvelle position de la pointe de la fissure ($x_{tip}^1 = x_{tip}^0 + dx$) qui permet de générer une nouvelle fois les fonctions de base (Φ_j^n) et recommencer le processus d'identification. Le processus est exécuté jusqu'à convergence avec une précision définie sur la détermination de dx (e.g. $dx < dx_l$). A chaque pas d'itération, les fonctions Φ_j^n et les matrices (M_{ij} et F_j) doivent être construites. Cette procédure apparaît très robuste mais peut s'avérer coûteuse d'un point de vue temps de calcul.

La première idée pour utiliser un algorithme plus rapide est de proposer une base de champ de déplacements simplifiée avec un nombre de degrés de liberté limité. Le paragraphe suivant montre comment à partir de l'utilisation du saut de déplacement, une extraction rapide de K_I et a peut être réalisée.

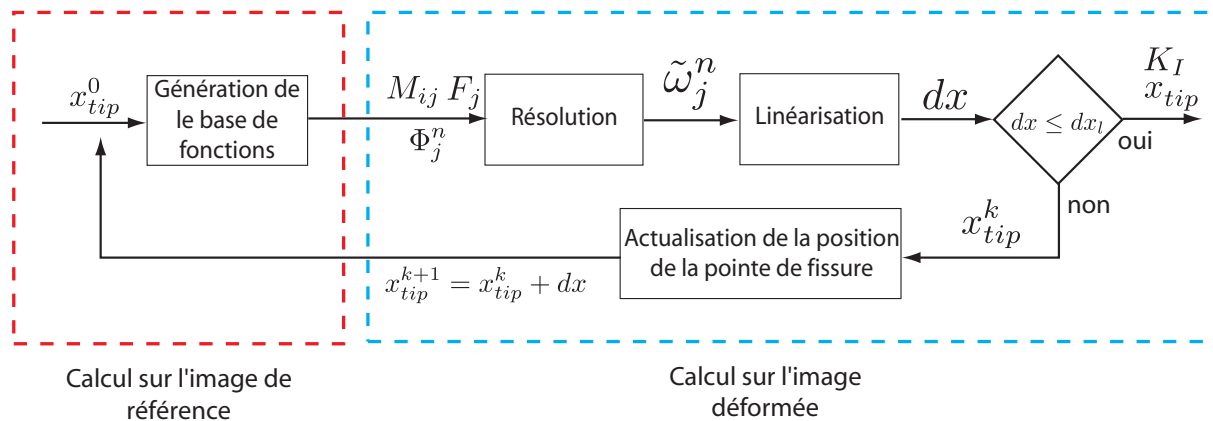


FIGURE 2.15: Procédure itérative d'utilisation de la méthode de corrélation d'images avec les séries de Williams

2.3.4 Extraction du saut de déplacement

Pour identifier au mieux le comportement cinématique autour d'une fissure, il convient de s'inspirer du champ de déplacements mécanique pour construire une base de fonctions pertinente. Au voisinage de la pointe de la fissure, le champ de déplacements élastique isotrope est donné par les

relations de Westergaard qui sont exprimées en coordonnées polaires (r et θ) avec pour origine la pointe de la fissure (Equation 2.24) :

$$\begin{cases} u_x = \frac{K_I}{2\mu} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \cos\left(\frac{\theta}{2}\right) [\kappa + 1 - 2\cos^2\left(\frac{\theta}{2}\right)] + \frac{K_{II}}{2\mu} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \sin\left(\frac{\theta}{2}\right) [2 + \kappa + 1 + \cos(\theta)] \\ u_y = \frac{K_I}{2\mu} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \sin\left(\frac{\theta}{2}\right) [\kappa + 1 - 2\cos^2\left(\frac{\theta}{2}\right)] + \frac{K_{II}}{2\mu} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \cos\left(\frac{\theta}{2}\right) [2 - \kappa + 1 - \cos(\theta)]. \end{cases} \quad (2.24)$$

Les paramètres μ et κ sont respectivement, le module de cisaillement et la constante de Kolosov. Dans notre problème de traction uni-axiale, le mode d'ouverture (I) est prédominant devant le mode de glissement (II). On peut donc considérer que $K_I \gg K_{II}$. Ainsi la discontinuité du champ de déplacements est uniquement normale (suivant la direction y). On donne alors l'unique composante qui induit un saut de déplacement non nul :

$$u_y = \frac{K_I}{2\mu} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \sin\left(\frac{\theta}{2}\right) \left[\kappa + 1 - 2\cos^2\left(\frac{\theta}{2}\right) \right]. \quad (2.25)$$

Le saut de déplacement est la différence de u_y entre les deux lèvres de la fissure ($\theta = \pi$ et $\theta = -\pi$). Il dépend de la racine carrée de la distance à la pointe de fissure $\sqrt{r} = \sqrt{x}$ et est proportionnel à K_I . Il dépend également des paramètres matériaux (κ and μ) (équation 2.26) :

$$[[u_y]] = u_y(r, \theta = \pi) - u_y(r, \theta = -\pi) = \frac{K_I}{\mu} \sqrt{\frac{x}{2\pi}} [\kappa + 1]. \quad (2.26)$$

Cette grandeur apparaît comme étant pertinente pour l'extraction des facteurs d'intensité des contraintes et pour la localisation de la pointe de fissure. On décide d'utiliser une base de fonctions pour la méthode de corrélation d'images permettant d'extraire efficacement le saut de déplacement. Des fonctions discontinues sont alors choisies. La méthode des éléments finis étendus a déjà été proposée dans la méthode de corrélation d'images et a montré son efficacité pour extraire un champ de déplacement discontinu [RET 07]. Une base de champ de déplacements différente est proposée ici. Elle s'inspire de cette dernière mais est simplifiée pour identifier K_I et a rapidement. Le déplacement est décomposé en une partie continue \underline{u}_c et une partie discontinue \underline{u}_d (Equation 2.27) :

$$\underline{u} = \underline{u}_c + \underline{u}_d. \quad (2.27)$$

Une fonction de *Heavyside* ($H(x, y)$) est utilisée pour faire apparaître la discontinuité du champ de déplacements. Cette fonction prend les valeurs ± 1 de part et d'autre de la direction de propagation de la fissure (figure 2.16 (a)). Pour extraire le saut de déplacement, on discrétise le segment donnant la direction de propagation avec N points (figure 2.16 (a)). Ces fonctions de forme éléments finis linéaires $N^i(x)$ sont alors utilisées pour construire le champ de déplacements (figure 2.16 (b)). Le champ discontinu s'écrit alors :

$$\begin{aligned} \underline{u}_d(x, y) &= \sum_{i=1}^N \omega_d^i \cdot \Phi_d^i(x, y) \\ &= \sum_{i=1}^N \omega_d^i \cdot H(x, y) \cdot N^i(x). \end{aligned} \quad (2.28)$$

Les coefficients ω_d^i sont les degrés de liberté associés à la partie discontinue du champ de déplacements. Ils représentent la valeur du saut de déplacement en chacun des noeuds du segment.

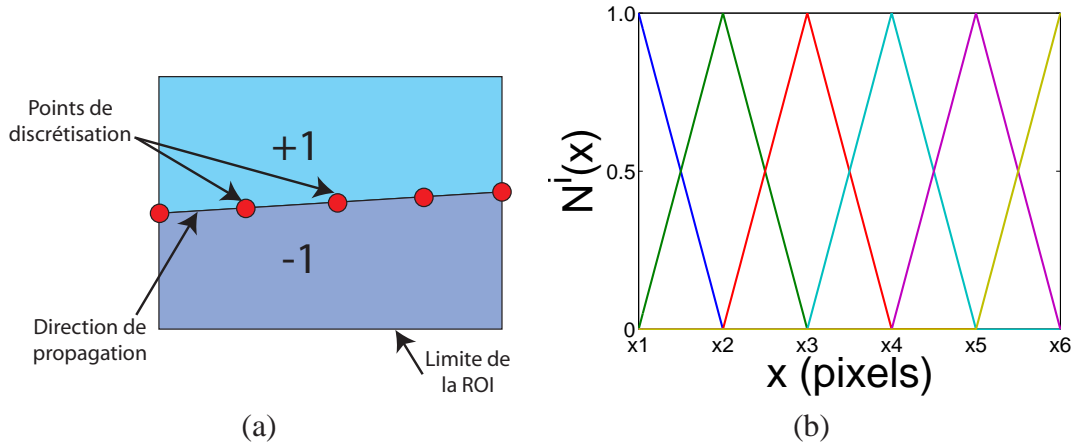


FIGURE 2.16: Définition de la fonction de *Heavyside* ($H(x,y)$) (a) Allure des fonctions de forme éléments finis linéaires 1D ($N^i(x)$) (b)

Le déplacement \underline{u}_c représente la cinématique de la partie continue du champ de déplacements. Il est choisi comme représentant la cinématique d'une sollicitation de traction uni-axiale suivant la direction y . Les mouvements de corps rigide sont décomposés à l'aide des degrés de liberté u_{tx} et u_{ty} qui représentent respectivement les translations uniformes suivant les directions x et y . Le degré de liberté γ_z correspond à la rotation suivant la direction z et se traduit par deux déplacements suivant les directions x ($u_{rx} = -y\gamma_z$) et y ($u_{ry} = x\gamma_z$). Une composante d'élongation suivant la direction y est donnée par $u_{ey} = y\varepsilon_{yy}$ et est proportionnelle à la coordonnée spatiale y . De même une composante d'élongation suivant la direction x est donnée par $u_{ex} = x\varepsilon_{xx}$ et est proportionnelle à la coordonnée spatiale x . On écrit ce champ de déplacements sous la forme matricielle :

$$\underline{u}_c = \begin{bmatrix} u_{cx} \\ u_{cy} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 1 & 0 & -y & 0 & x \\ 0 & 1 & x & y & 0 \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} u_{tx} \\ u_{ty} \\ \gamma_z \\ \varepsilon_{yy} \\ \varepsilon_{xx} \end{bmatrix}. \quad (2.29)$$

Cette base de fonctions est donc implémentée dans la méthode de corrélation d'images. La figure 2.17 (a) donne la carte du champ de déplacements suivant la direction y . La discontinuité est clairement mise en évidence grâce à l'utilisation de la fonction discontinue de *Heavyside* ($H(x,y)$). Les différentes composantes du champ de déplacements sont extraites directement. Le saut de déplacement approximé ($[[u_y]]_d$) est identifié à partir de \underline{u}_d à l'aide des fonctions d'interpolation linéaires (équation 2.28) et des coefficients ω_d^i obtenus après résolution de séquences de systèmes linéaires. La figure 2.17 (b) donne le carré du saut de déplacement le long de la droite de propagation de la fissure. La présence d'une fissure est clairement mise en évidence par le gradient spatial suivant la direction x obtenu sur le saut de déplacement. A l'aide de la méthode des moindres carrés, on construit une interpolation linéaire du saut des déplacements normaux au carré. Celle-ci est réalisée sur une zone

délimitée par les abscisses x_1 et x_2 . Le coefficient directeur P de cette droite permet l'estimation du facteur d'intensité des contraintes en mode I (K_I). Il peut s'exprimer en fonction de P , du coefficient de cisaillement (μ), de la constante de Kolosov (κ) et également de la résolution spatiale des pixels (lpx en $m \cdot pixel^{-1}$). A partir de l'équation 2.26, on obtient :

$$K_I = \frac{\mu\sqrt{2 \cdot P\pi \cdot lpx}}{\kappa + 1}. \quad (2.30)$$

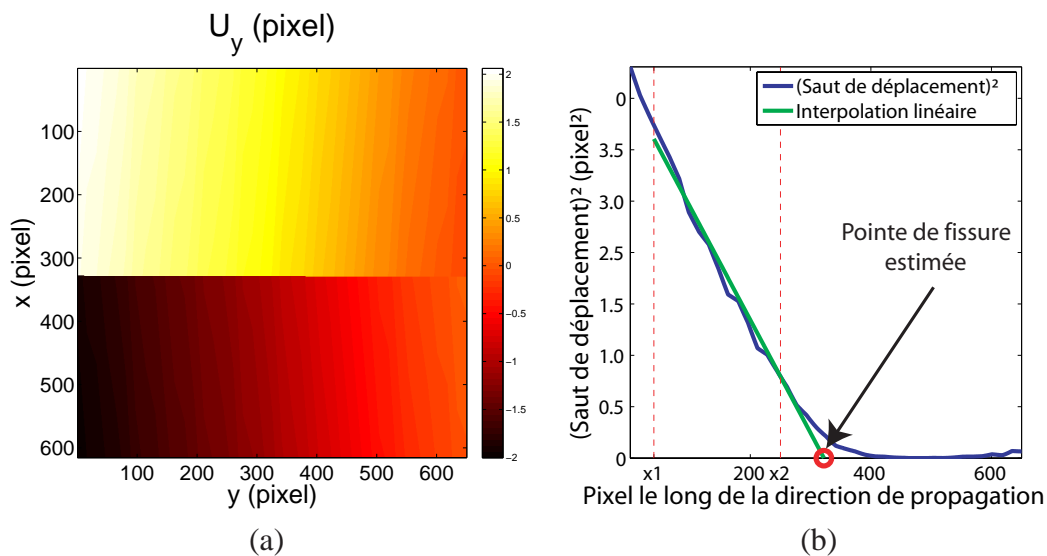


FIGURE 2.17: Carte des déplacements discontinus suivant la direction y obtenue avec la base discontinue (a) Détection de la pointe de la fissure et de K_I à l'aide du saut de déplacement au carré (b).

Cette méthode permet de donner une première estimation des facteurs d'intensité des contraintes. La base des fonctions est relativement simple et ne dépend pas de la position de la pointe de la fissure. Les grandeurs nécessaires aux calculs de corrélation d'images (matrice M_{ij} et vecteur F_i explicités en partie 1.5) peuvent être construites directement à partir de l'image de référence sans connaître la position de la pointe de la fissure sur l'image déformée.

Ainsi on se propose de développer un algorithme utilisable en temps réel. La figure 2.18 détaille celui-ci. Sur l'image de référence les bases de fonctions permettant de construire M_{ij} et une partie de F_i sont construites. On initialise alors la zone d'interpolation (x_1^0 et x_2^0). A partir de l'image déformée, le second membre (F_i) est complètement calculé et la résolution de la séquence de systèmes linéaires permet d'extraire le saut de déplacement $[[u_y]]_a$. Une interpolation est alors réalisée (sur le domaine défini par x_1 et x_2) permettant d'estimer K_I et x_{tip} . Cette dernière grandeur autorise ensuite d'initialiser la zone d'interpolation (x_1 et x_2) pour l'identification sur l'image déformée suivante.

Au cours d'une propagation de fissure, les deux coordonnées x_1 et x_2 peuvent être déterminées itérativement en fonction des coordonnées successives de la pointe de fissure. Cependant les résultats de l'extraction peuvent être sensibles au choix de la zone sur laquelle l'interpolation linéaire est réalisée. Grégoire [GRE 08] propose une méthode du même type permettant d'extraire les facteurs

d'intensité des contraintes à l'aide d'une identification à partir du saut de déplacement. Ici la position de la pointe de la fissure est estimée par un seuillage.

La figure 2.19 montre au cours de la propagation d'une fissure (augmentation de a/w), l'évolution du saut de déplacement. L'amorçage de la fissure est clairement mise en évidence avec l'augmentation de saut de déplacement au niveau de l'entaille (faibles valeurs de pixels le long de la direction de propagation sur la figure 2.19).

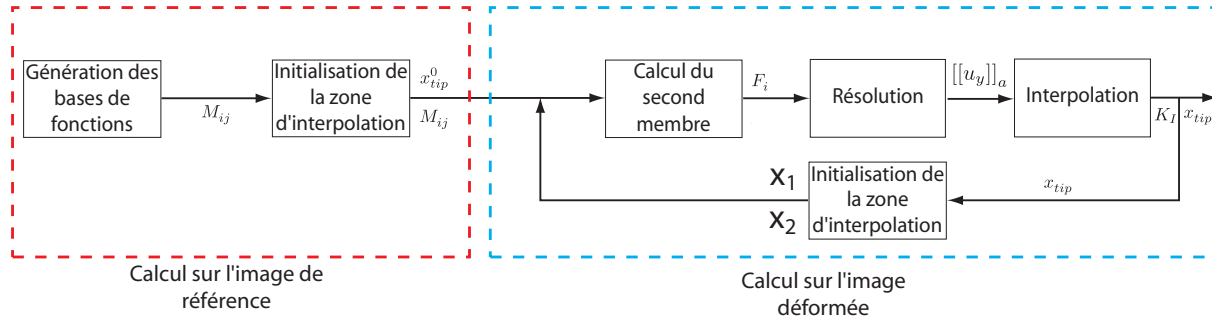


FIGURE 2.18: Procédure itérative d'utilisation de la méthode de corrélation d'images utilisant le saut de déplacement

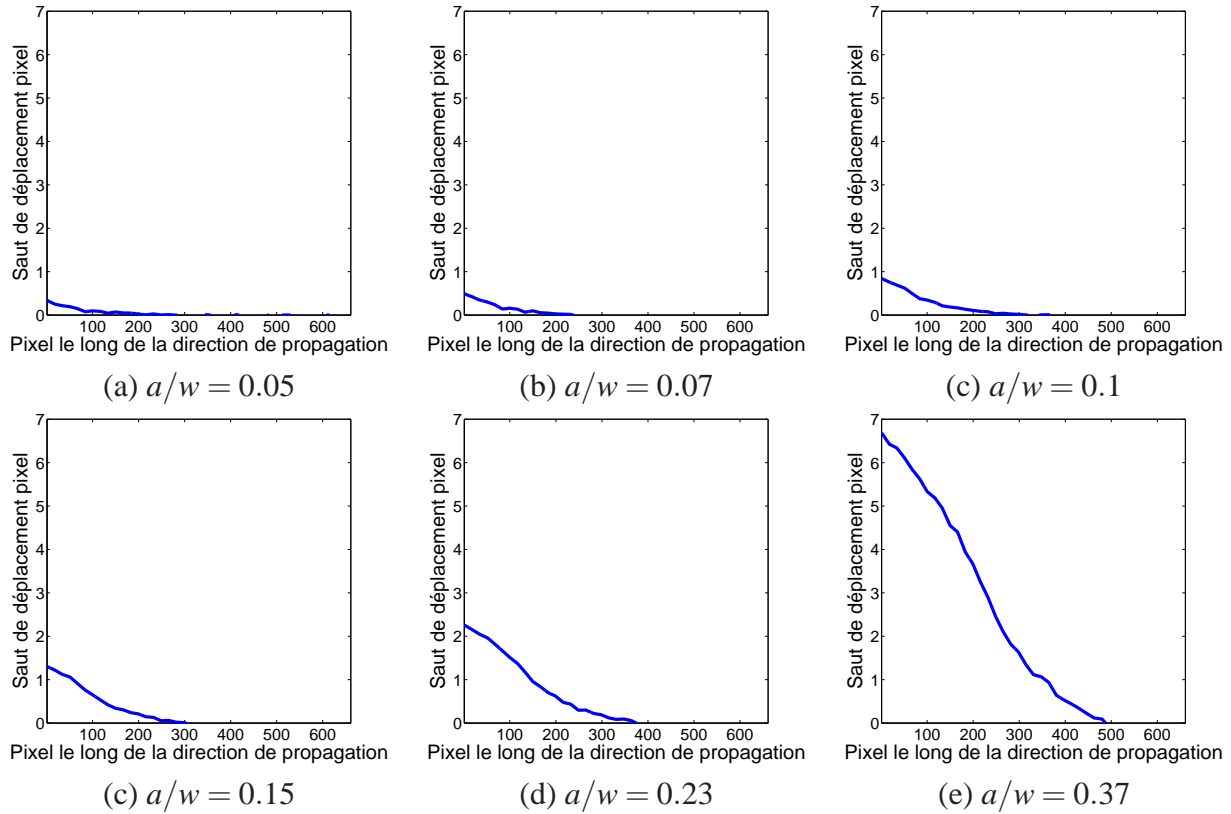


FIGURE 2.19: Évolution des sauts des déplacements normaux au cours d'une propagation de fissure

Bilan des méthodes de corrélation d'images appliquées à l'étude de la fissuration

Les techniques de corrélation d'images globales présentées dans cette partie, montrent la flexibilité du choix des bases de fonctions. La précision de l'identification d'un problème de fissuration dépend de ce choix, en particulier pour l'estimation de K_I et de la position de la pointe de la fissure. Nous avons ainsi testé différentes méthodes basées sur des travaux déjà réalisés :

- Une méthode de corrélation d'images standard utilisant une base continue de type éléments finis permet l'identification de la position de la fissure. Cette dernière rend cependant difficile l'identification précise de la position de la pointe de la fissure et l'extraction de K_I doit être réalisée en post-traitement ce qui vient ajouter une erreur dans l'identification.
- On peut utiliser une méthode utilisant des bases de fonctions représentant les cinématiques du problème de fissuration (séries de Williams) pour obtenir une estimation plus déterministe de la position de la pointe de la fissure et de K_I . Cette méthode a cependant pour inconvénient de générer des temps de calculs trop importants pour l'identification en temps réel de K_I et a nécessaire à la technique du *load-shedding* (Partie 2.2.1.1).

Nous nous sommes alors proposés d'utiliser une méthode reposant sur une base de fonctions simplifiée mais décrivant tout de même la cinématique du problème. Un algorithme performant a été proposé pour une estimation en temps réel de K_I et de a . Néanmoins cette méthode ne garantit pas une précision optimale puisqu'elle repose sur une identification très sensible du domaine d'interpolation. L'objet de la partie suivante est d'adapter et d'optimiser l'algorithme de corrélation d'images utilisant les séries de Williams pour garantir une extraction de K_I et de a satisfaisante en temps réel.

2.4 Développement d'un algorithme d'identification en temps réel

2.4.1 Description de la méthode

On souhaite développer un algorithme d'utilisation rapide et en temps réel des séries de Williams pour l'identification de la position de la pointe de la fissure et des facteurs d'intensité des contraintes. La décomposition du champ de déplacements à l'aide des séries de Williams est une somme infinie. Cependant plus les ordres (*non-singuliers* ou *super-singuliers*) sont élevés, moins ils ont d'influence sur la cinématique du problème. On utilise alors une expansion finie des séries de Williams (équation 2.31) avec respectivement $-n_{min}$ termes super-singuliers et n_{max} termes d'ordres positifs,

$$\underline{u} = \sum_{j=1}^2 \sum_{n=n_{min}}^{n_{max}} \omega_j^n \cdot \underline{\Phi}_j^n(x, y). \quad (2.31)$$

La partie précédente montre que pour utiliser cette méthode, il faut connaître l'orientation de la fissure et la position de sa pointe. Avec une sollicitation uni axiale en mode I , l'orientation de la fissure est relativement simple à obtenir avec une faible incertitude. Ici la fissure se propage suivant la direction x et on définit un masque autour de la pointe et des lèvres de la fissure à l'intérieur duquel la ROI est tronquée, ceci pour éviter les problèmes numériques liés à de fortes singularités pour les termes *super-singuliers* dès lors que r devient petit (figure 2.20). On définit l'erreur relative ϵ_m qui correspond à la variation sur l'estimation de K_I en fonction de la taille du masque :

$$\epsilon_m = \frac{|\bar{K}_I - K_I(W_m)|}{\bar{K}_I} \quad (2.32)$$

\bar{K}_I est la moyenne des K_I pour des valeurs de W_m comprises entre 5 et 50 pixels et $K_I(W_m)$ est la valeur de K_I estimée avec un masque de largeur W_m . La figure 2.21 montre ainsi que la quantité ϵ_m reste inférieure à 0,6% et donc que la largeur du masque n'a que très peu d'influence sur la précision des résultats. Pour notre étude nous avons choisi un masque d'une largeur w_m de 10 pixels.

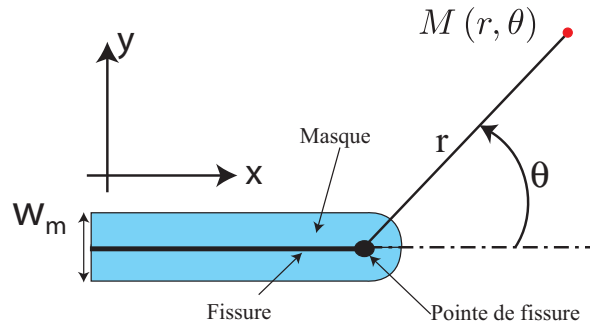


FIGURE 2.20: Définition du masque de corrélation

Pour déterminer la position axiale (suivant la direction x) de la pointe de la fissure (x_{tip}) et K_I , on utilise les propriétés démontrées au paragraphe précédent (équations 2.21 et 2.22).

Dans cette partie, une nouvelle approche est proposée avec un algorithme spécialement développé pour identifier K_I et x_{tip} sur une série d'images prises au cours de la propagation d'une fissure (figure 2.22). On fait l'hypothèse qu'entre deux images, l'accroissement de la fissure reste limitée. Sur un segment définissant la direction de propagation, on génère un ensemble de bases de fonctions $(\Phi_j^n)^k$ pour différentes positions potentielles de la pointe de la fissure (x_{tip}^k) (figure 2.23). Cette phase est réalisée directement à partir de l'image de référence. Elle peut donc être effectuée avant le début de la propagation. Les matrices M_{ij}^k peuvent alors être calculées à priori directement à partir de l'image de référence.

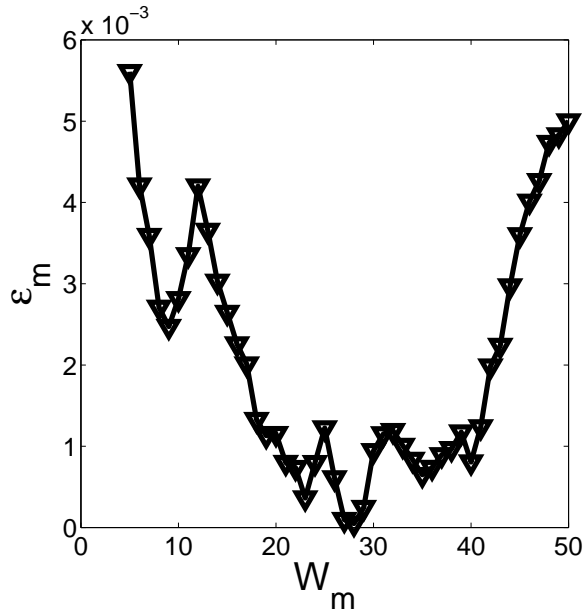


FIGURE 2.21: Estimation de ε_m en fonction de la largeur du masque W_m

Au cours de la propagation, on commence par initialiser la position de la pointe de la fissure (x_{tip}^0). Avec l'image déformée, on peut calculer le second membre F_i . Les coefficients $\tilde{\omega}_j^n$ sont extraits à l'aide de l'algorithme de résolution. On effectue alors une linéarisation en utilisant les équations 2.21 et 2.22 pour obtenir les coefficients ω_j^n . La position de la pointe de la fissure obtenue (x_{tip}) permet de définir la position de la fissure potentielle (x_{tip}^k) la plus adéquate pour l'image suivante.

Cet algorithme a pour avantage de concentrer les calculs les plus coûteux (génération de $(\Phi_j^n)^k$ et M_{ij}^k) sur l'image de référence et donc avant le début de la propagation. Néanmoins contrairement à l'algorithme présenté précédemment (partie 2.3.3), on ne réalise pas de boucle d'itération jusqu'à convergence sur x_{tip} . On utilise des formules de linéarisation dont il faut vérifier la validité. C'est l'objet du paragraphe suivant.

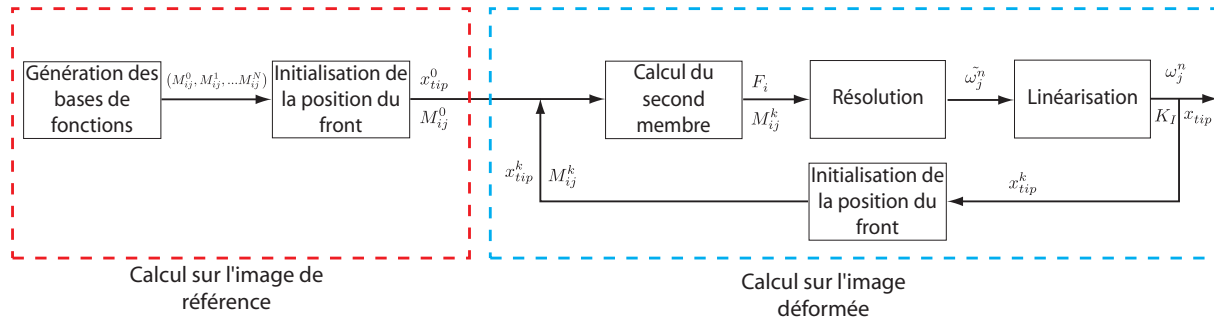


FIGURE 2.22: Procédure itérative pour l'utilisation en temps réel de la méthode de corrélation d'images

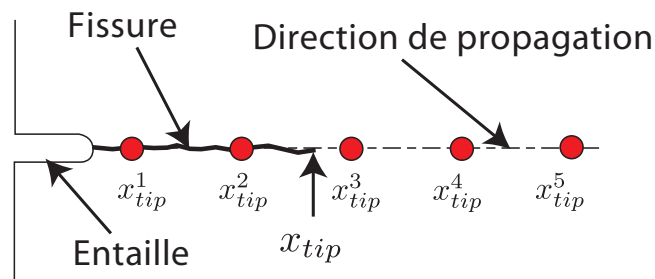


FIGURE 2.23: Génération des positions potentielles de la pointe de la fissure le long de la direction de propagation

2.4.2 Validation de la linéarisation

La technique présentée au paragraphe précédent permet d'utiliser un algorithme rapide pour l'identification des facteurs d'intensité des contraintes et de la position de la pointe de la fissure. La génération des bases de fonctions est réalisée à priori. Néanmoins l'utilisation des propriétés de linéarisation des fonctions singulières $\Phi_j^n(x, y)$ induit des erreurs qui dépendent de la distance entre chaque position potentielle de la pointe de la fissure (x_{tip}^k). Pour déterminer le nombre optimal de bases de fonctions ($(\Phi_j^n)^k$) à générer à priori, on effectue une étude de précision sur la détermination de K_I et de la distance à la pointe de la fissure (dx).

On utilise une image d'une éprouvette fissurée déformée avec x_{tip} et K_I connus. Des calculs avec différentes bases de fonctions $(\Phi_j^n)^k$ sont effectués. Pour chacune d'elles, les origines des repères sont décalées de la quantité dx (jusqu'à ± 40 pixels) par rapport à la position connue de la pointe de la fissure. A l'aide de la méthode proposée ci-dessus, les coefficients ω_j^n sont déduits des coefficients $\tilde{\omega}_j^n$ (Cf partie 2.3.3 équation 2.14). L'évolution du décalage de la pointe de la fissure estimé, normé par la largeur de la zone d'intérêt (dx/w_r défini sur la figure 2.11) est donnée pour différentes valeurs de dx/w_r (figure 2.24). Une très bonne adéquation est obtenue entre le décalage imposé et celui obtenu par corrélation d'images. La qualité de l'estimation de K_I est également étudiée. On définit ε_{K_I} comme étant l'erreur relative sur l'estimation de \tilde{K}_I par cette méthode. Cette grandeur compare donc \tilde{K}_I à K_I qui est la valeur du facteur d'intensité des contraintes obtenu lorsque l'origine des bases de fonction coïncide avec la position de la pointe de fissure équivalente élastique,

$$\varepsilon_{K_I} = \frac{|K_I - \tilde{K}_I|}{K_I}. \quad (2.33)$$

Pour $dx/w_r = \pm 0.06$, cette erreur relative reste inférieure à 3%. Le ratio $dx/w_r = \pm 0.03$ donne une erreur relative inférieure à 1%. Par conséquent au moins $\frac{1}{0.03} \simeq 30$ bases de fonctions sont nécessaires pour assurer une erreur sur l'extraction de K_I inférieure à 1%.

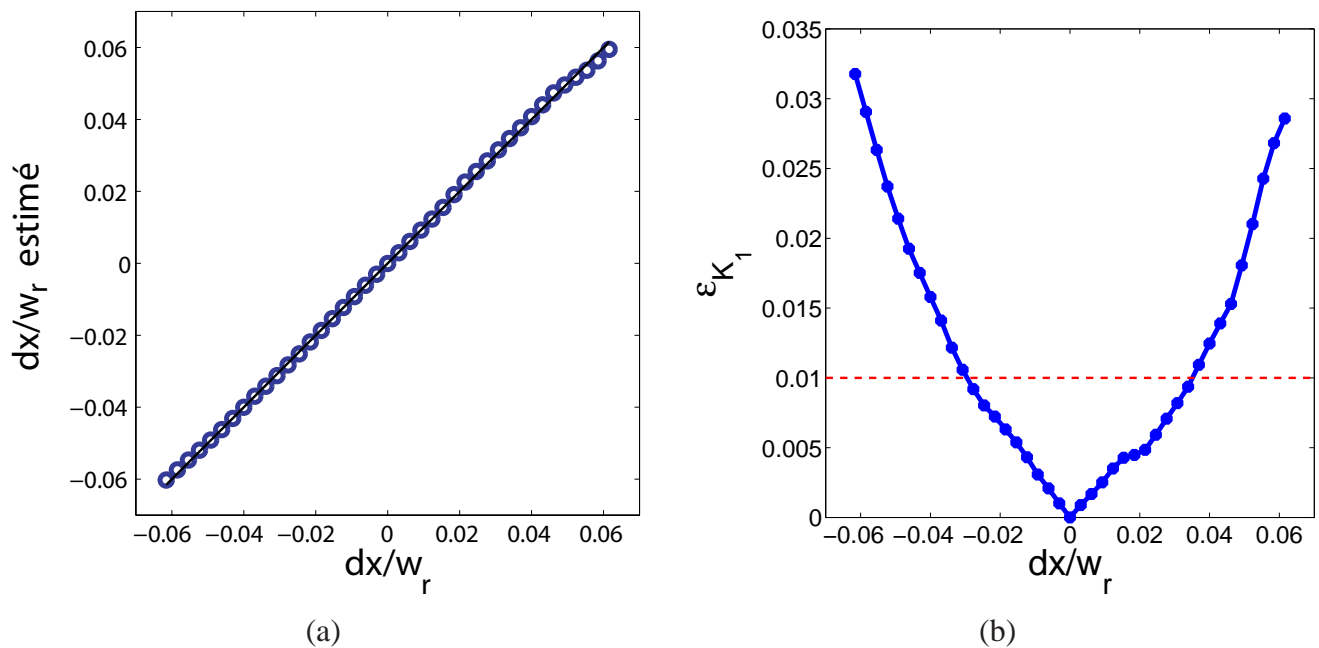


FIGURE 2.24: Estimation de la distance à la pointe de fissure équivalente élastique (a) et de l'erreur relative sur la détermination de K_I (b) en fonction du décalage dx/w_r

2.4.3 Influence de la taille du domaine sur l'estimation de K_I

L'influence de la taille de la zone d'intérêt (ROI) est aussi étudiée pour obtenir un optimum entre précision et rapidité des calculs. Dans cette étude, le nombre de termes pris dans la décomposition des séries de Williams est fixé à 7 et 3 pour respectivement les termes positifs et négatifs de n . La position horizontale ainsi que la largeur de la ROI (w_r) sont fixées et déterminées par la largeur de l'éprouvette (650 pixels dans notre cas). La position verticale de la ROI est choisie pour que celle-ci soit centrée sur l'entaille (figure 2.11). Plusieurs calculs sont effectués avec différentes valeurs de hauteur de la ROI (h_r). Cette étude est réalisée pour différentes images avec différentes longueurs de fissures (a/w) et niveaux d'intensité des contraintes (K_I) connus. La quantité $\varepsilon_{hr} = K_I(h_r)/\min|_{h_r}(K_I)$ est définie comme le ratio entre K_I pour une valeur donnée de h_r ($K_I(h_r)$) et la valeur minimale de K_I obtenue sur un intervalle de h_r ($\min|_{h_r}(K_I)$). Pour différentes images avec différentes valeurs de a/w , la figure 2.25 montre que K_I décroît puis augmente lorsque la taille de la ROI augmente. Il apparaît que le nombre de pixels nécessaires pour obtenir une valeur stabilisée de ε_{hr} augmente avec la longueur de la fissure. En partant d'une faible taille de la ROI , ε_{hr} décroît jusqu'à une valeur stabilisée. Ceci vient du fait que de plus en plus d'informations sont disponibles pour contraindre la solution. Après une taille de ROI critique, ε_{hr} dévie sensiblement de sa valeur stabilisée. Pour des longueurs de fissure relativement courtes ($a/w = 0,36$), la stabilité de ε_{hr} est obtenue pour environ $4 \cdot 10^5$ pixels. Pour des valeurs plus élevées ($a/w \geq 0,5$), la stabilité est obtenue à partir de $8 \cdot 10^5$ pixels. Lorsque la taille du domaine devient trop grande, la stabilité de la solution dévie sensiblement. Il faut vraisemblablement plus de termes dans la décomposition des séries de Williams pour obtenir une solution précise afin de mieux capturer les effets lointains qui deviennent plus prédominants. Pour allier précision et rapidité,

nous choisissons d'imposer $\varepsilon_{hr} \leq 1.02$ qui assure une erreur inférieure à 2%. Dans cette configuration avec $w_r = 650$, h_r doit être supérieur à 600 pixels. Cette étude montre que le nombre de termes dans la décomposition en séries de Williams joue un rôle sur la précision des résultats. C'est l'objet du paragraphe suivant.

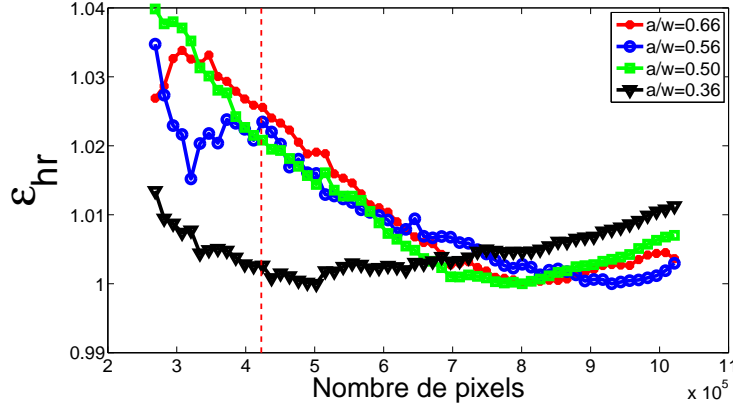


FIGURE 2.25: Influence de la taille de la zone d'intérêt sur l'estimation de K_I

2.4.4 Influence du nombre de termes sur l'estimation de K_I

Il est nécessaire de prendre en compte les termes *super-singuliers* ($n < 0$) et *non-singuliers* ($n > 1$) pour identifier correctement les FICs. Le but ici est de trouver la décomposition optimale assurant une bonne précision avec un nombre minimal de termes à prendre en compte dans la décomposition des séries de Williams. Pour une image déformée avec une longueur de fissure donnée ($a/w = 0,5$), l'extraction de K_I est effectuée avec différentes décompositions avec $-n_{min}$ termes d'indices négatifs, et n_{max} termes d'indices positifs. L'étude est effectuée avec $-3 \leq n_{min} \leq -1$ et $1 \leq n_{max} \leq 12$. La figure 2.26(a) montre que, quel que soit le nombre de termes *super-singuliers* ($-n_{min}$), au moins 7 termes d'ordres positifs sont nécessaires pour obtenir une valeur stable de K_I . On montre également qu'au moins 3 termes *super-singuliers* ($n_{min} = -3$) sont nécessaires pour obtenir une évolution stable de K_I . Les non-linéarités (plasticité confinée) présentes en pointe de fissure sont décrites par les termes *super-singuliers* comme cela a été démontré par Henninger *et al* [HEN 10]. Par conséquent, ils doivent être pris en compte dans la décomposition en séries de Williams pour donner une description précise du champ de déplacement autour de la pointe de la fissure.

La même étude est réalisée pour différentes longueurs de fissures avec sensiblement les mêmes niveaux d'intensité des contraintes ($1/3 \leq a/w \leq 2/3$). La grandeur ε_{K_I} définit l'erreur relative sur la détermination de K_I^n considérant n_{max} termes d'ordres positifs comparé avec le calcul réalisé avec $n_{max} = 12$ (K_I^{12}),

$$\varepsilon_{K_I} = \frac{|K_I^{n_{max}} - K_I^{12}|}{K_I^{12}}. \quad (2.34)$$

La figure 2.26(b) montre l'évolution de ε_{K_I} en fonction de n_{max} et met en évidence l'importance de prendre en compte les ordres élevés lorsque la fissure est plus longue. Effectivement ε_{K_I} devient

presque négligeable lorsque $a/w \simeq 1/3$ pour $n_{max} \geq 5$. Cependant cette erreur devient plus significative lorsque la fissure est plus longue ($\sim 10\%$) avec $n_{max} = 5$. Par conséquent, nous avons également vérifié qu'au moins 7 termes d'ordres positifs doivent être considérés pour assurer une indépendance de la solution vis à vis du nombre de termes à considérer et de la longueur de fissure a .

Les termes d'ordre élevé permettent de corriger les effets de taille finie. Ces effets deviennent plus importants lorsque a augmente même avec des intensités des contraintes sensiblement constantes. En effet la distance qui sépare la pointe de la fissure des surfaces libres en aval de la fissure (S_{av}) diminue. D'autre part la distance qui sépare la pointe de la fissure de la surface libre en amont de la fissure (S_{am}) augmente, mais le niveau des déplacements au niveau de cette surface augmente aussi (figure 2.27). Par conséquent pour les fissures longues, le champ de déplacements est plus sensible aux effets de bords. Ainsi plus de termes d'ordre élevé doivent être ajoutés dans la décomposition du champ de déplacements.

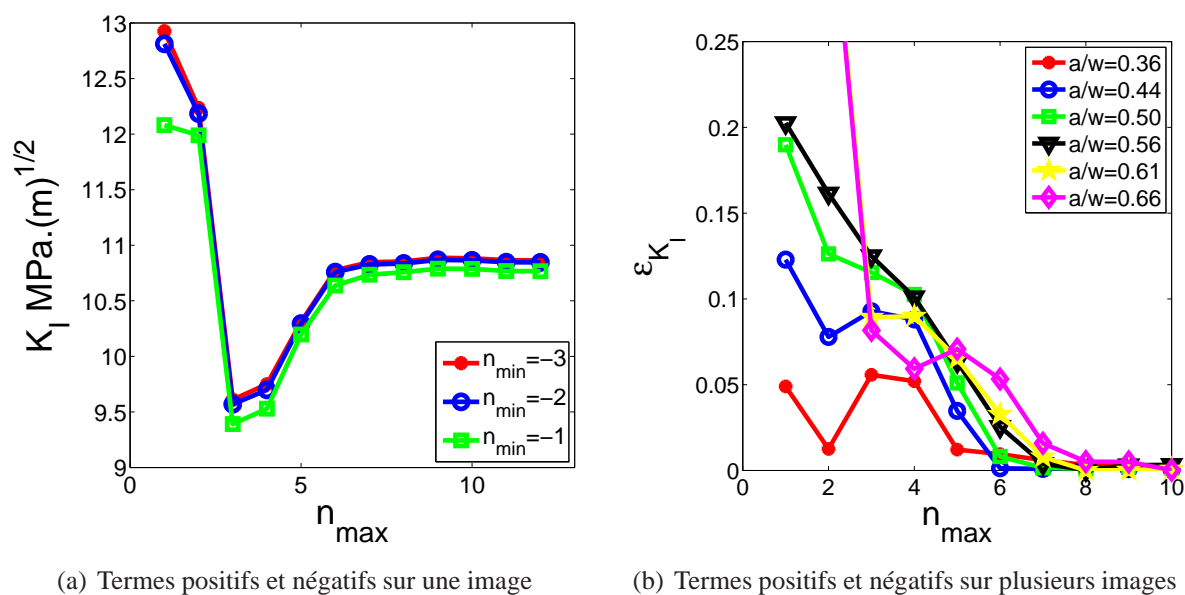


FIGURE 2.26: Influence de nombre de termes dans la décomposition en séries de Williams sur la précision de l'estimation de K_I

Ceci peut être illustré par les cartes des champs de déplacements suivant la direction y générées pour différentes fonctions Φ_I^n comme le montrent les figures 2.28. Les termes *super-singuliers* sont plus sensibles aux effets localisés en pointe de fissure. La figure 2.28 (a) montre le champ généré par Φ_I^{-3} . Les termes d'ordres élevés *non-singuliers* gouvernent les effets lointains et de taille finie (près des bords). La figure 2.28 (b) montre le champ de déplacement pour Φ_I^7 . La figure 2.28 (c) donne la carte du déplacement générée pour Φ_I^1 qui permet l'estimation de K_I . Finalement le déplacement résultant pour tous les ordres compris entre -3 et 12 est donné par la figure 2.28 (d).

Cette étude montre donc comment on peut optimiser une méthode de corrélation d'images même en utilisant une base de champs de déplacement riche représentant finement le comportement en pointe de fissure. La durée de calcul de l'algorithme présenté dans cette partie est d'environ 5s contre environ 60s pour celui présenté en partie 2.3.3 pour estimer K_I et a . Les vitesses de fissuration pour

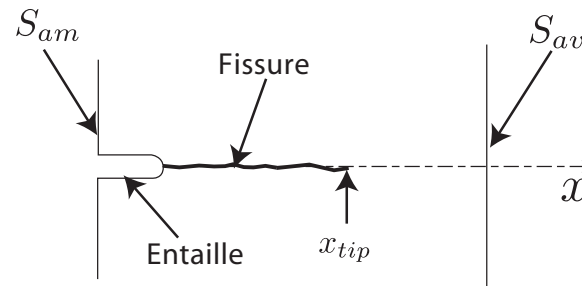


FIGURE 2.27: Illustration des effets de tailles finis lors de la propagation

le Zircaloy-4 avoisinent les $10^{-6}m.s^{-1}$ en CSC et $10^{-6}m.cycle^{-1}$ en fatigue soit $10^{-6}m.s^{-1}$ avec $f = 20Hz$, ainsi cette méthode peut maintenant être largement utilisée en temps réel dans le cadre de la technique du *Load-Shedding* en fatigue ou CSC.

2.5 Conclusions

Les moyens expérimentaux présentés dans ce chapitre permettent une étude locale du couplage mécano-électrochimique en pointe de fissure pour l'étude de la CSC. Les dispositifs expérimentaux présentés assurent la mise en place des essais de CSC. La cellule électrochimique conçue ici, autorise les mesures électrochimiques avec un montage à trois électrodes et l'acquisition d'images de la surface de l'éprouvette en cours d'essais. Ainsi les techniques de corrélation d'images peuvent être utilisées pour extraire les champs de déplacement sur la surface de l'éprouvette sollicitée mécaniquement.

Les éprouvettes destinées aux essais de CSC sont au préalable pré-fissurées pour s'affranchir des effets de l'amorçage des fissures pendant l'étude de la CSC. L'endommagement plastique est limité en pointe de fissure grâce à la technique du *load shedding* qui consiste à garantir une propagation de fissure à K_I donc à taille de zone plastique constante.

Toutefois cette méthode nécessite l'utilisation de mesures rapides et précises de K_I . On s'est ainsi proposé ici de développer une méthode efficace utilisant les techniques de corrélation d'images déjà existantes mais en les adaptant pour mesurer les grandeurs relatives à la mécanique de la rupture (a et K_I). Un algorithme spécifique de corrélation d'images a été développé pour une estimation en cours d'essai des facteurs d'intensité des contraintes (K_I) et de la longueur de fissure (a). Cet algorithme a été optimisé pour une utilisation robuste en cours d'essai de fatigue ou même de CSC à la suite d'une étude de précision et de sensibilité.

Grâce au développement de ces différentes techniques expérimentales, on peut concentrer notre étude sur la propagation de fissures en CSC. Il reste cependant à vérifier la qualité de la procédure de pré-fissuration par fatigue et à déterminer les conditions chimiques à mettre en place pour étudier la CSC en pointe de fissure. Le chapitre suivant détaille ainsi l'application de ces techniques

expérimentales de pré-fissuration par fatigue avec la méthode du *Load-Shedding* couplée aux techniques de corrélation d'images rapides. Il présente également les caractérisations électrochimiques du Zircaloy-4 permettant d'identifier les conditions à mettre en oeuvre pendant les essais de CSC.

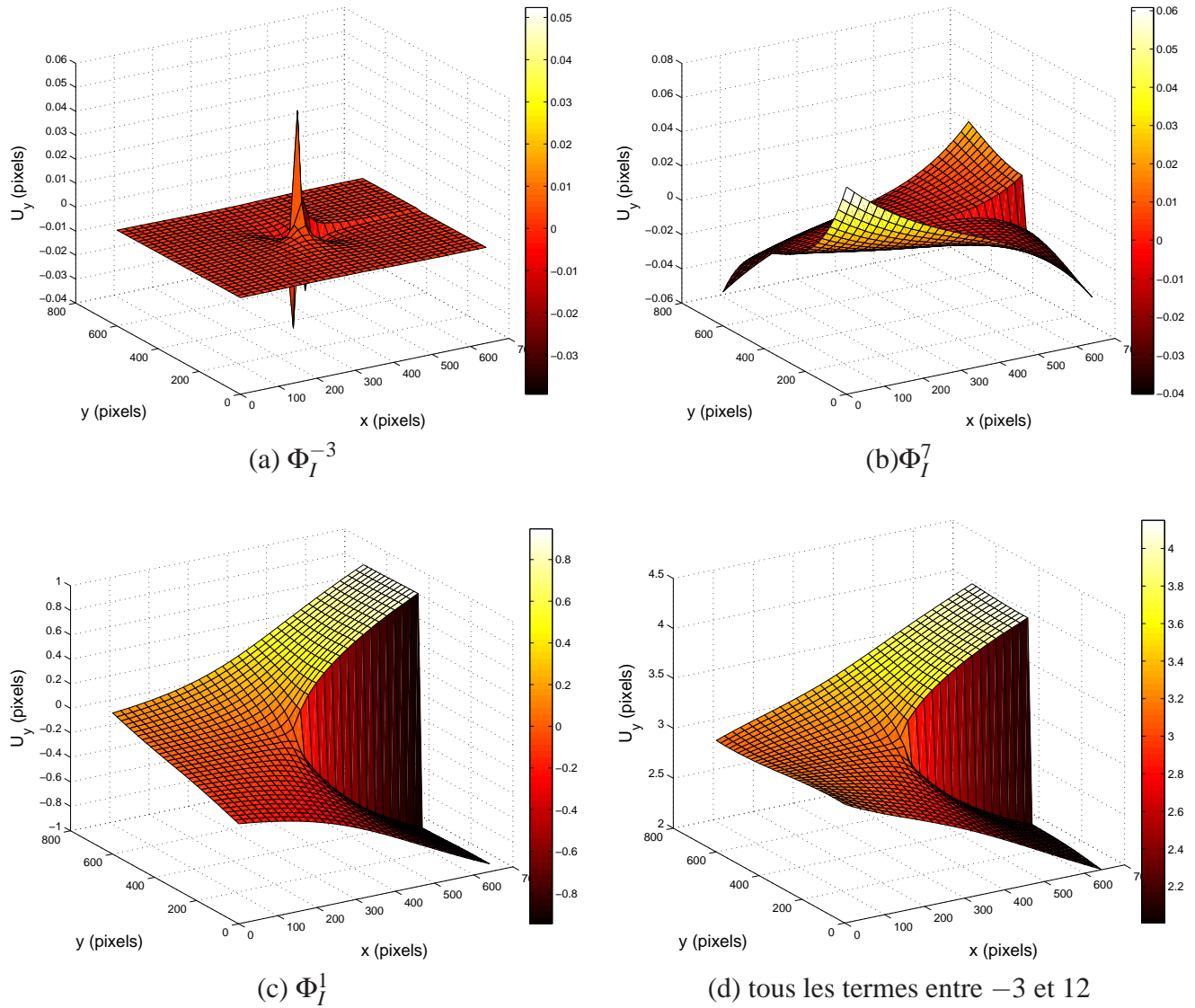


FIGURE 2.28: Carte des déplacements (pixels) suivant la direction y pour les modes -3 (a), 7 (b), 1 (c) et résultant pour tous les ordres compris entre -3 et 12 (d)

Chapitre 3

Pré-requis pour la maîtrise de la fissuration par CSC

Sommaire

3.1	Introduction	82
3.2	Comportement mécanique du Zircaloy-4 en milieu inerte	82
3.2.1	Identification des propriétés mécaniques	82
3.2.2	Description des propriétés du matériau lors de la fissuration en milieu inerte	83
3.3	Pré-fissuration par fatigue	87
3.3.1	Motivations	87
3.3.2	Essais de propagation en fatigue à " K_I constant"	87
3.3.3	Étude de l'amorçage en fatigue	92
3.3.4	Caractérisation du comportement en fatigue du Zircaloy-4	93
3.4	Définition des conditions électrochimiques pour la mise en oeuvre des essais de CSC	97
3.4.1	Introduction	97
3.4.2	Mise en oeuvre des mesures électrochimiques	98
3.4.3	Détermination des potentiels de piqûre	99
3.4.4	Caractérisation électrochimique du film d'oxyde	101
3.5	Conclusions	107

3.1 Introduction

L'objet de ce chapitre est la présentation des pré-requis permettant de maîtriser l'étude expérimentale mécano-électrochimique de la pointe d'une fissure de Corrosion Sous Contrainte (CSC). Ce chapitre permet de déterminer un protocole d'étude propre à la CSC. La revue bibliographique présentée dans le premier chapitre a permis d'établir nos objectifs expérimentaux et de justifier notre choix de nous focaliser sur la phase de propagation des fissures en utilisant des éprouvettes pré-fissurées. Dans le deuxième chapitre, les techniques expérimentales permettant de maîtriser la réalisation des pré-fissures par fatigue en vue de la mise en place des essais de CSC ont été présentées en détails (*Load-Shedding* et *DIC*). La mise en place de ces essais requiert encore cependant un certain nombre de caractérisations et d'essais préalables.

Dans ce troisième chapitre, nous nous proposons donc de caractériser en premier lieu le comportement mécanique du matériau afin de relier les grandeurs cinématiques (champ de déplacements) aux données statiques (facteurs d'intensité des contraintes) et de pouvoir utiliser les techniques de corrélation d'images. On caractérisera le matériau en milieu inerte, ce qui permettra également d'établir son comportement en situation de fissuration. Dans un deuxième temps, les résultats de la pré-fissuration par fatigue seront présentés et permettront de valider la technique de contrôle de propagation développée dans le chapitre précédent.

3.2 Comportement mécanique du Zircaloy-4 en milieu inerte

3.2.1 Identification des propriétés mécaniques

Le comportement du matériau utilisé durant les essais de CSC, est étudié sur une tôle de Zircaloy-4 d'épaisseur $e = 2,92\text{mm}$ (Cf paragraphe 2.2.3). La courbe de traction contraintes-déformations (figure 3.1) est donnée par des mesures de la contrainte axiale de traction estimée par la cellule d'effort ($\sigma = F/S_0$, F valeur de l'effort et S_0 la section utile de l'éprouvette) et de l'allongement global donné par la mesure du déplacement de la traverse mobile (u) de la machine de traction ($\tilde{\epsilon} = u/L_0$). L_0 est la longueur utile de l'éprouvette.

Ce matériau est élasto-viscoplastique [DER 80], ce qui le rend, dans le domaine plastique, sensible à la vitesse de déformation. Nous avons choisi de travailler avec des vitesses de déformation proches des vitesses de déformation utilisées habituellement dans la littérature pour traiter des essais de CSC ($10^{-5}\text{s}^{-1} \geq \dot{\epsilon}_0 \geq 10^{-6}\text{s}^{-1}$). Les principales grandeurs définissant les propriétés mécaniques du matériau utilisé sont référencées dans le tableau 3.1. La contrainte maximale (σ_{max}) ainsi que l'allongement à rupture (A_m) sont estimés à partir de la courbe de traction.

Les autres grandeurs, comme la limite conventionnelle d'élasticité à 0,2% ($\sigma_{E0.2}$), le coefficient de Poisson (ν) et le module d'élasticité (E) sont estimées à partir des mesures des déformations locales réalisées ici par les techniques de corrélation d'images (tableau 3.1). Le détail de la méthode est donné dans l'annexe C. Les grandeurs sont relativement proches de celles données par Yau *et al* [YAU 92] pour le zirconium ($E = 99\text{GPa}$ et $\nu = 0,35$).

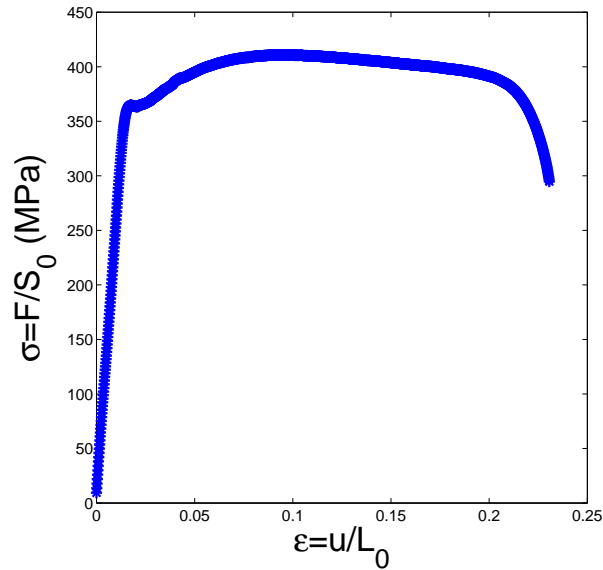


FIGURE 3.1: Courbe contrainte/déformation pour la tôle de Zircaloy-4 sollicitée dans la direction transverse au laminage

TABLEAU 3.1: Propriétés mécaniques de la tôle de Zircaloy-4 sollicitée dans la direction transverse au sens laminage ($\sigma_{E0.2}$: limite conventionnelle d'élasticité à 0,2%, σ_{max} : contrainte maximale et A_R : allongement à rupture, obtenus par mesures globales ; E : module d'élasticité et ν : coefficient de Poisson, obtenus par les techniques de corrélation d'images)

Grandeurs	$\sigma_{E0.2}$ ($\pm 10MPa$)	σ_{max} ($\pm 10MPa$)	A_R ($\pm 1\%$)	E (GPa) ($\pm 1GPa$)	ν (± 0.1)
Valeurs estimées	360	411	23%	93	0,37

3.2.2 Description des propriétés du matériau lors de la fissuration en milieu inerte

L'étude du comportement à rupture du Zircaloy-4 en milieu inerte est nécessaire pour pouvoir le comparer par la suite au comportement en situation de CSC. Des essais de traction lente à l'air libre sont réalisés en imposant une vitesse de déformation initiale de $\dot{\epsilon}_0 = \dot{u}/L = 1,42 \cdot 10^{-6} s^{-1}$. La grandeur \dot{u} est la vitesse de déplacement de la traverse de la machine de traction. Les éprouvettes sont préalablement pré-fissurées par fatigue avec la technique du *Load-Shedding* décrite dans la partie 2.2.1. La courbe de traction est donnée par la figure 3.2. Après une première phase linéaire correspondant au domaine linéaire élastique (pas de propagation de fissure), on observe ensuite un comportement à rupture ductile avec écrouissage. La rupture finale est observée pour un allongement à rupture, $A_r = 3,3\%$.

La figure 3.3(a) montre l'évolution de la longueur de fissure en fonction de la déformation glo-

bale $\tilde{\varepsilon} = u/L_0$. La figure 3.3(b) donne l'évolution de K_I en fonction de la longueur de la fissure et montre que la taille de la fissure augmente très peu malgré de fortes valeurs du facteur d'intensité des contraintes. L'estimation de K_I est donnée par la méthode de corrélation d'images (*DIC*) utilisant les séries de Williams (le détail de cette méthode est décrit dans le chapitre 2 au paragraphe 2.3.3). Le formalisme des séries de Williams permet de tenir compte des non-linéarités, notamment grâce aux termes *super-singuliers* [HEN 10] lorsqu'elle reste toutefois confinée en pointe de fissure. Cette approche repose sur une estimation cinématique des facteurs d'intensité des contraintes. On peut aussi considérer une approche statique permettant d'estimer les facteurs d'intensité des contraintes à partir de l'estimation de la contrainte de traction (σ) et des formules analytiques du type de l'équation 3.1 :

$$K_I = F_g(a, w) \cdot \sigma \sqrt{\pi a}. \quad (3.1)$$

La longueur de fissure est estimée par la méthode de corrélation d'images. Sur la figure 3.3(b), cette estimation est représentée par la courbe verte. On note que pour des niveaux d'intensité des contraintes relativement faibles ($K_I \leq 20 \text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$), les deux approches donnent des résultats très similaires. En revanche pour des niveaux assez élevés ($K_I \geq 20 \text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$), les deux estimations donnent des résultats de plus en plus éloignés ce qui peut donc se révéler être un bon indicateur pour estimer si les non-linéarités sont confinées ou non. Les figures 3.4(a) et 3.4(b) donnent respectivement l'image numérique d'acquisition et le champ de déformation de Green-Lagrange obtenu par corrélation d'images pour $\varepsilon = 0,031$. On note que les déformations observées sont très grandes (plus de 50% au voisinage des lèvres de la fissure) et donc que les déformations plastiques sont très importantes ici.

Ainsi, les non-linéarités provoquées par la fissuration ductile de ce matériau rendent difficile dans ce cas (traction lente en milieu inerte) l'utilisation des facteurs d'intensité des contraintes pour caractériser la rupture. Ces résultats nous montrent que la rupture en milieu inerte du Zircaloy-4 est très ductile et nous donnent une base intéressante pour une comparaison avec des résultats d'essais de fissuration en CSC. Ce mode de rupture ductile est confirmé par l'observation des faciès de rupture qui montrent la présence de cupules, même juste après la pré-fissure de fatigue (figure 3.5).

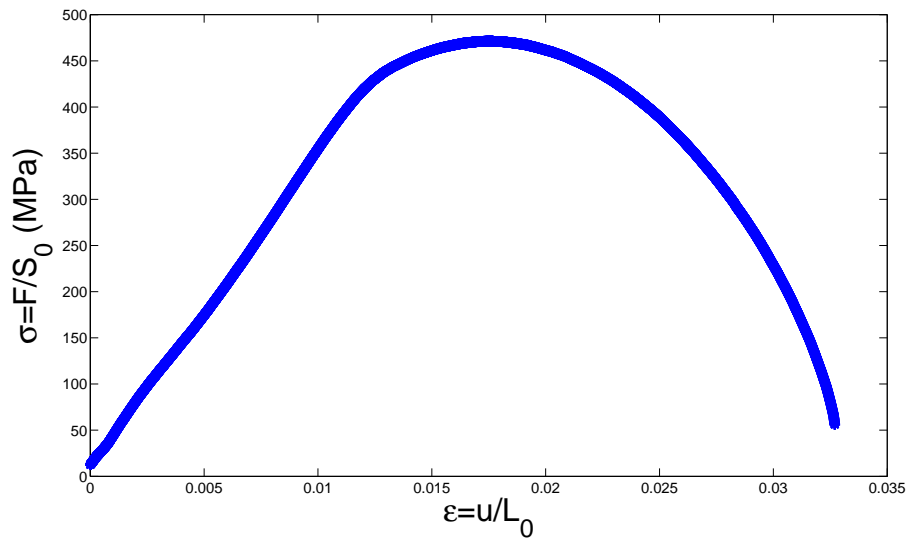


FIGURE 3.2: Courbes contrainte/déformation pour un essai de traction lente conduit en milieu inerte sur une éprouvette pré-fissurée de Zircaloy-4

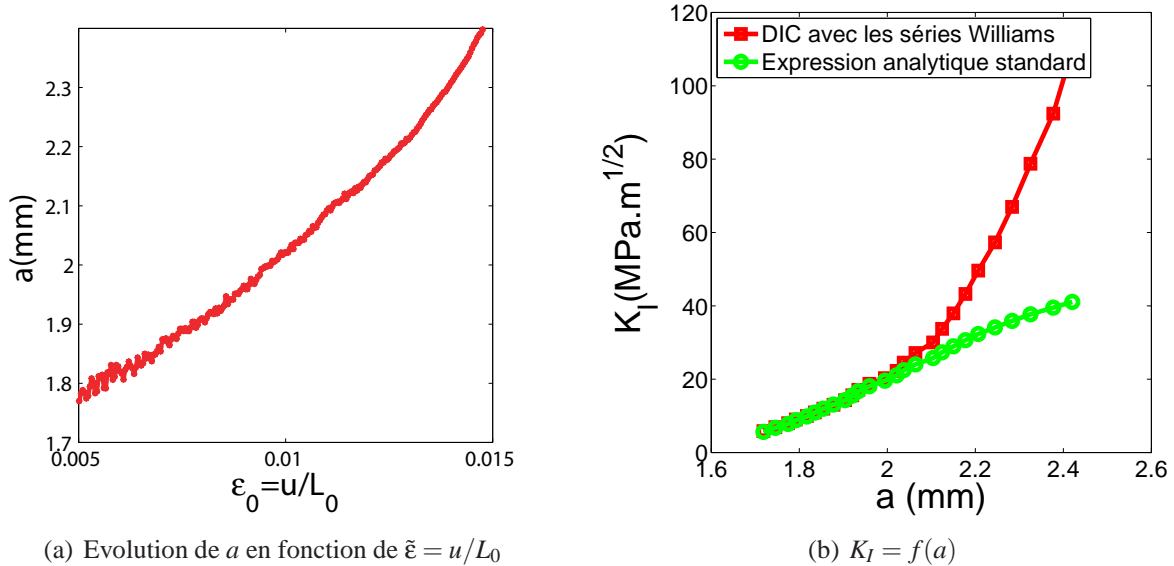


FIGURE 3.3: Évolutions de la taille de la fissure a en fonction de la déformation et du facteur d'intensité des contraintes en fonction de a pour un essai de traction lente conduit en milieu inerte sur une éprouvette pré-fissurée de Zircaloy-4

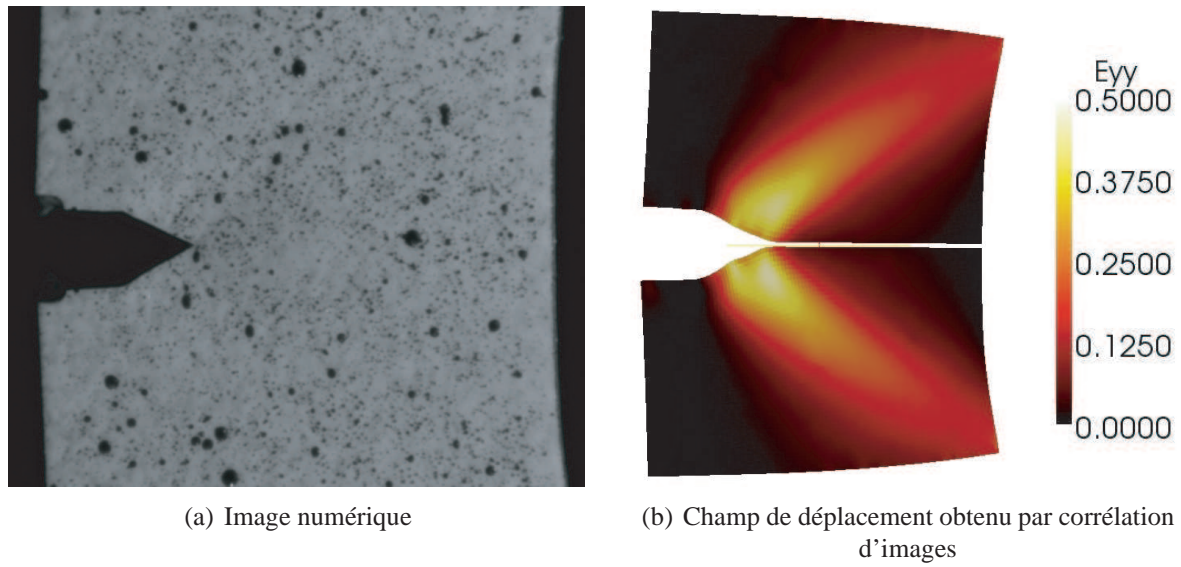


FIGURE 3.4: Traction lente en milieu inerte : Images numérique et déformée obtenue par corrélation d'images

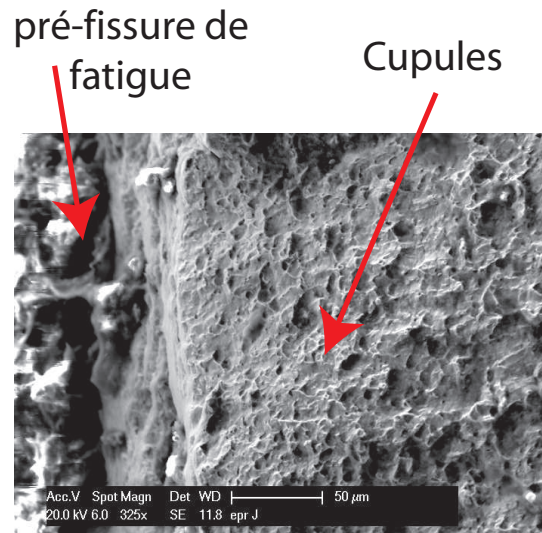


FIGURE 3.5: Faciès de rupture d'une éprouvette pré-fissurée rompue par traction lente en milieu inerte

Bilan du comportement mécanique du Zircaloy-4 en milieu inerte

Le comportement élastique du Zircaloy-4 a été identifié à l'aide de la méthode d'estimation locale des déformations par la technique de corrélation d'images. Les paramètres d'élasticité linéaire obtenus sont proches de ceux données dans la littérature. Ces grandeurs sont nécessaires à l'utilisation de la théorie de la mécanique de la rupture fragile dans la méthode de corrélation d'images afin d'estimer les facteurs d'intensités de contraintes.

Le Zircaloy-4 à l'air libre et à température ambiante possède un comportement à rupture du type ductile observable sur la courbe de traction. Au cours de la propagation d'une fissure, de larges déformations plastiques apparaissent ce qui rend inappropriée l'utilisation des facteurs d'intensité des contraintes pour caractériser ce type de rupture.

3.3 Pré-fissuration par fatigue

3.3.1 Motivations

L'objectif de cette partie est la réalisation des pré-fissures par fatigue sur les éprouvettes destinées à être testées en CSC. Dans le chapitre précédent, la partie 2.2.1 montre que l'utilisation de la technique du *Load-Shedding* permet en théorie de réaliser une propagation de fissure par fatigue contrôlée, en imposant une valeur des facteurs d'intensité des contraintes maximale ($K_{I_{max}}$) constante. Cette méthode peut être mise en oeuvre grâce à l'utilisation de la technique de corrélation d'images pour mesurer $K_{I_{max}}$ et a en temps réel (partie 2.4).

Dans ce type d'essai, la phase d'amorçage peut cependant générer un fort endommagement plastique difficilement mesurable. Dans un premier temps, l'étude de la propagation de fissure sans la phase d'amorçage, est présentée. Elle permet de valider la méthode du *Load-Shedding* assistée par les techniques de corrélation d'images. Dans un deuxième temps, nous verrons comment appliquer cette méthode au contrôle de l'amorçage d'une fissure en fatigue.

3.3.2 Essais de propagation en fatigue à " K_I constant"

La méthode est donc en premier lieu appliquée à des éprouvettes de Zircaloy-4, avec une pré-fissure existante correspondant à $a/w = 0,35$. On utilise la méthode du *Load-Shedding* pour imposer une valeur cible de $K_{I_{max}}^t$ correspondant à $11\text{MPa} \cdot \sqrt{m}$. A chaque incrément de régulation, $K_{I_{max}}$ est estimé par la méthode de corrélation d'images utilisant les séries de Williams. La procédure de régulation, présentée dans le paragraphe 2.2.1, permet de moduler le profil de chargement afin d'obtenir une propagation de fissure contrôlée jusqu'à $a/w = 3/4$. La figure 3.7(a) montre comment l'estimation de K_I évolue en fonction du nombre de cycles et comment la valeur cible est maintenue avec une bonne précision ($K_{I_{max}}^t$). Ici, on obtient un écart type de $0,8\text{MPa} \cdot \sqrt{m}$ sur l'estimation de K_I en cours d'essai de propagation.

La méthode de corrélation d'images peut donner une estimation de K_I basée sur les champs cinématiques. La plasticité confinée peut entraîner des différences entre les estimations de K_I basés sur la cinématique (corrélation d'images) et statique (formules analytiques standards). Il est alors intéressant de confronter ces deux types de mesures.

3.3.2.1 Évolution de la longueur de fissure

L'évolution de la longueur de fissure au cours de l'essai a été déterminée par mesures de suivi électrique (*DCPD*) et par la méthode de corrélation d'images. La figure 3.6 montre l'instrumentation de l'éprouvette pour l'utilisation des deux techniques. On distingue les fils très fins soudés par point de part et d'autre de l'entaille pour les mesures par *DCPD*. Cette photographie montre également le mouchetis utilisé sur la face visible nécessaire à la méthode de corrélation d'images. Trois sources lumineuses permettent d'obtenir un éclairage puissant et concentré. La figure 3.7(b) donne la comparaison entre la longueur de la fissure estimée par la méthode de corrélation d'images et celle obtenue par la technique du suivi électrique. Une très bonne adéquation est obtenue, ce qui permet de valider la technique de corrélation d'images pour estimer la longueur de la fissure.

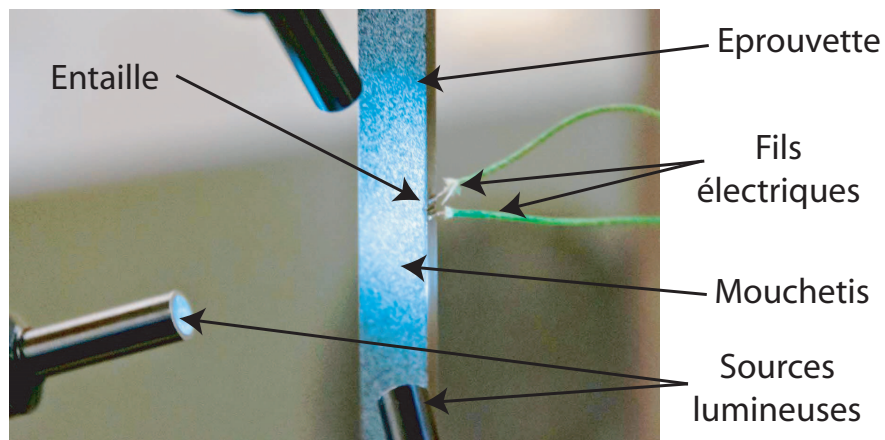


FIGURE 3.6: Instrumentation de la technique du suivi électrique

3.3.2.2 Contrôle du facteur d'intensité des contraintes

L'utilisation de l'algorithme de corrélation d'images en temps réel (Cf partie 2.4) nécessite de postuler a priori la direction de propagation de la fissure. Celle-ci est déterminée par rapport à la position de l'entaille. On fait l'hypothèse que la fissure se propage suivant une direction perpendiculaire à la direction de chargement car le mode *I* est pré-dominant. On peut vérifier a posteriori cette hypothèse en estimant la position de la fissure à partir de la carte d'erreur de corrélation (définie en partie 2.3.2) issue d'un calcul de corrélation d'images réalisé sur une image déformée avec une fissure de longueur $a/w = 0,64$. La figure 3.8(a) donne la carte des résidus des déplacements permettant d'estimer la position de la fissure. Sur cette même figure, on fait apparaître la direction de la propagation de la fissure estimée a priori. On remarque que la direction de propagation définie à l'avance est très

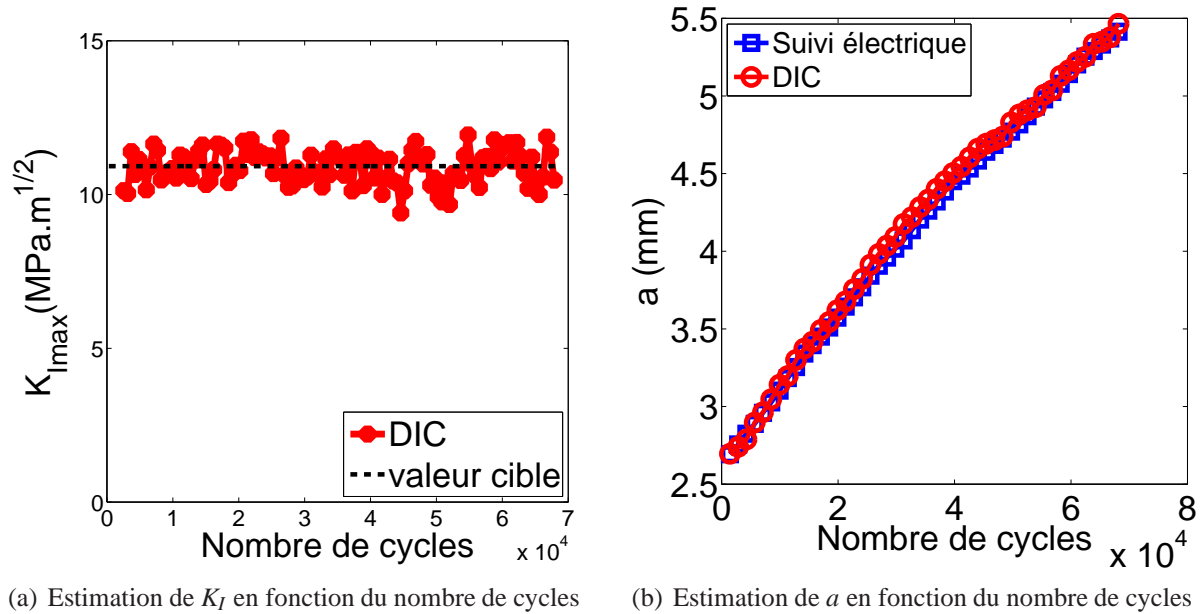


FIGURE 3.7: Estimation de la longueur de fissure et de K_I durant un essai de propagation par fatigue

proche de celle estimée à posteriori à l'aide de la carte des résidus (figure 3.8(a)). Ainsi les conditions expérimentales semblent être bien respectées pour produire une propagation en mode I pur.

Néanmoins la direction de la fissure peut osciller légèrement par rapport à cette direction globale au cours de la propagation comme l'illustre la figure 3.8(b). La position de la pointe de la fissure peut être décalée légèrement verticalement par rapport à cette direction (dy_{tip} sur la figure 3.8(b)). La sensibilité de cette imprécision est vérifiée en post-traitement. Une identification des facteurs d'intensité des contraintes est réalisée avec l'algorithme de corrélation d'images utilisant les séries de Williams (présenté en partie 2.3.3). La position de l'origine des bases de fonctions est déterminée par l'estimation de x_{tip} et de y_{tip} à l'aide de la carte des résidus de corrélation (figure 3.8(a)). Différents calculs d'extraction de K_I sont alors réalisés en faisant varier la position y_{tip} . La grandeur $\varepsilon_{K_I}^{y_{tip}}$ définit l'erreur relative sur l'estimation de $K_I(dy_{tip})$ par rapport à l'extraction correspondant à $dy_{tip} = 0$ ($K_I(dy_{tip} = 0)$),

$$\varepsilon_{K_I}^{y_{tip}} = \frac{|K_I(dy_{tip}) - K_I(dy_{tip} = 0)|}{K_I(dy_{tip} = 0)} \quad (3.2)$$

La figure 3.9 donne l'évolution de l'erreur $\varepsilon_{K_I}^{y_{tip}}$ en fonction du décalage dy_{tip} . La robustesse de la méthode est ainsi prouvée puisque ε_{K_I} reste inférieur à 0,01 même avec une erreur de positionnement de la direction de la fissure de $\pm 12 \text{ pixels}$ avec différentes longueurs de fissure ($0,36 \leq a/w \leq 0,66$). On note ici l'effet du masque qui donne une variation très faible de K_I ($\varepsilon_{K_I}^{y_{tip}}$) pour dy_{tip} compris entre -10 et 10 pixels puisqu'ici la largeur du masque (W_m) est égale à 10 pixels. Cette méthode est alors facilement applicable en temps réel avec l'algorithme développé en partie 2.4.

Habituellement, l'estimation de K_I est obtenue par l'utilisation de formules analytiques standards qui sont dérivées de la théorie de la rupture fragile en introduisant une fonction de correction géomé-

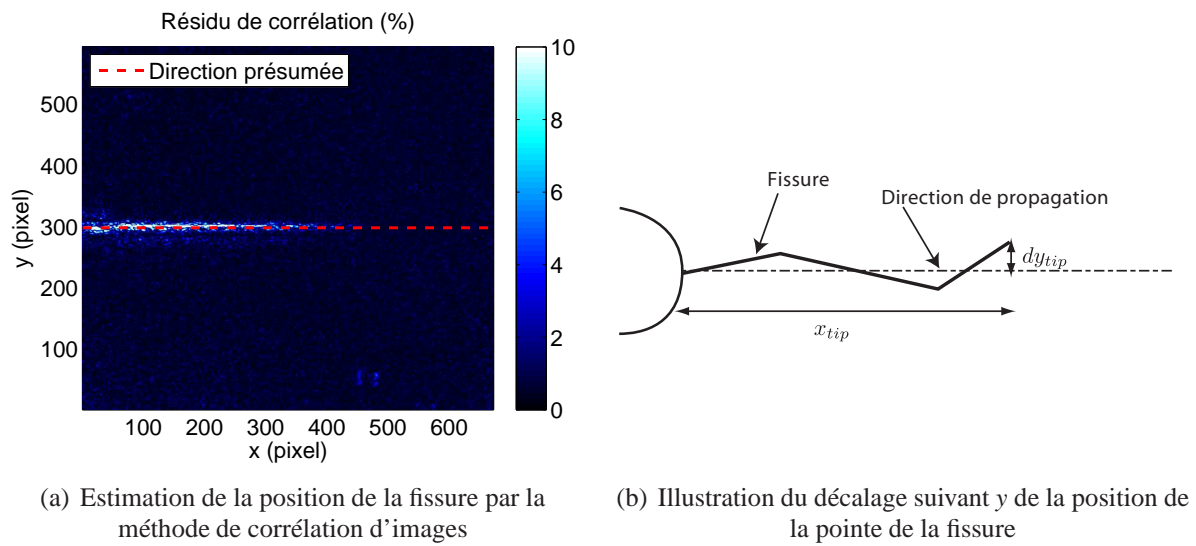


FIGURE 3.8: Analyse de la direction de propagation de fissure

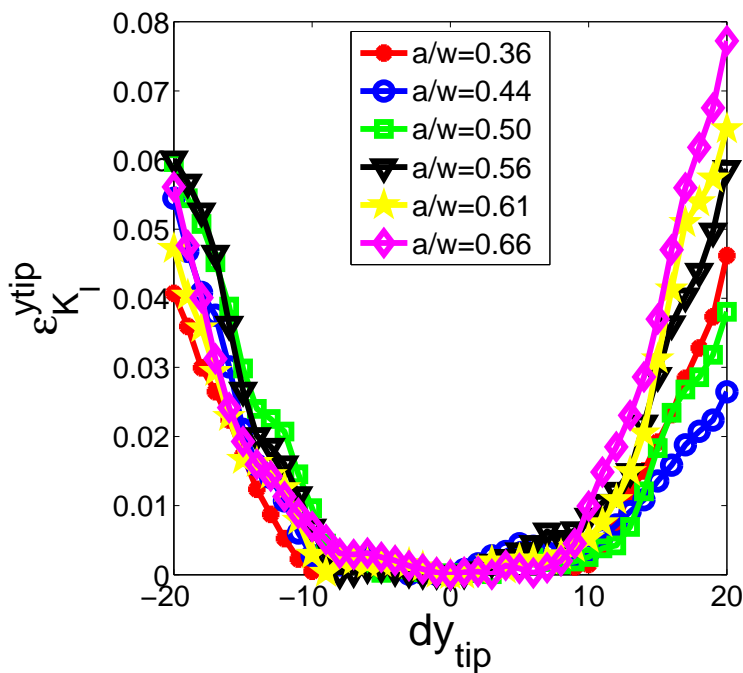


FIGURE 3.9: Influence d'un mauvais positionnement vertical de la direction de propagation sur la précision de l'estimation de K_I

trique tenant compte des effets de tailles finies (Équation 3.3),

$$K_{I_{max}} = F_g(a, w) \cdot \frac{F_{max}}{e w} \sqrt{\pi a}. \quad (3.3)$$

Pour une fissure débouchante, la fonction géométrique, $F_g(a, w)$ est donnée par la relation 3.4 [TAD 00],

$$\begin{aligned} F_g(a, w) &= 1.122 - 0.231 \left(\frac{a}{w}\right) + 10.11 \left(\frac{a}{w}\right)^2 \\ &\quad - 21.71 \left(\frac{a}{w}\right)^3 + 30.382 \left(\frac{a}{w}\right)^4 \\ &= \sum_{i=0}^4 \gamma_i \left(\frac{a}{w}\right)^i. \end{aligned} \quad (3.4)$$

Cette formule est donnée pour une contrainte appliquée et dans notre procédure expérimentale, un système de fixation spécifique est utilisé pour éviter tout glissement des éprouvettes au cours des essais de fatigue. Par conséquent suivant la direction x , une condition de déplacement nul est imposée sur les bords de l'éprouvette. Afin d'étudier les effets de ce type de conditions limites sur l'évaluation des facteurs d'intensité des contraintes, des calculs par éléments finis sont réalisés pour extraire les FICs pour différentes longueurs de fissure [RÉT 10b]. On estime ensuite les coefficients adaptés à ce type de conditions (γ_i^*) avec une fonction de correction géométrique ($\tilde{F}_g^*(a, W)$),

$$\tilde{F}_g^*(a, W) = \sum_{i=0}^4 \gamma_i^* \left(\frac{a}{w}\right)^i.$$

Les coefficients γ_i^* sont identifiés et leur valeurs correspondent respectivement à (1, 1200; 1, 8602; -7, 4746; 25, 5692; -14, 7912).

De plus, le comportement mécanique du matériau joue un rôle très important ici pour comparer ces deux types d'évaluation des FICs. La plasticité concentrée en pointe de fissure peut en effet avoir une influence sur l'estimation des facteurs d'intensité des contraintes. Irwin *et al* ([IRW 60] et [TAY 95]) proposent une méthode permettant de prendre en compte ces considérations. Les FICs $K_{I_{max}}^*$, sont corrigés en considérant que la longueur de la fissure est augmentée par le rayon de confinement plastique donné par $r_p = \frac{1}{2\pi} \left(\frac{K_I}{\sigma_y}\right)^2$ (Cf partie 1.2.2). Ici σ_y est estimée à partir de la limite d'élasticité conventionnelle à 0,2% ($\sigma_{E0.2}$). Le FIC corrigé, $K_{I_{max}}^*$ est par conséquent donné par,

$$K_{I_{max}}^* = \tilde{F}_g^*(a, W) \cdot \sigma \sqrt{\pi(a + r_p)}. \quad (3.5)$$

La figure 3.10 donne la comparaison entre l'extraction de K_I par la méthode de corrélation d'images utilisant les séries de Williams et l'identification avec les formules analytiques standards ($K_{I_{max}}^*$). La longueur de la fissure est estimée par la méthode du suivi électrique. Des résultats très similaires sont obtenus. Cette procédure permet d'obtenir une taille du confinement plastique constante durant la propagation (ici $r_p = 0,13mm$). Les performances de la méthode proposée ici tout comme

son potentiel pour être utilisée en direct au cours d'un essai de propagation pour contrôler les facteurs d'intensité des contraintes sont ainsi confirmés. Cette méthode est donc validée pour l'étude de la propagation d'une fissure. Le paragraphe suivant montre les précautions spécifiques à prendre en compte pour considérer une pré-fissuration par fatigue contrôlée par la technique du *Load-Shedding* lors de l'amorçage.

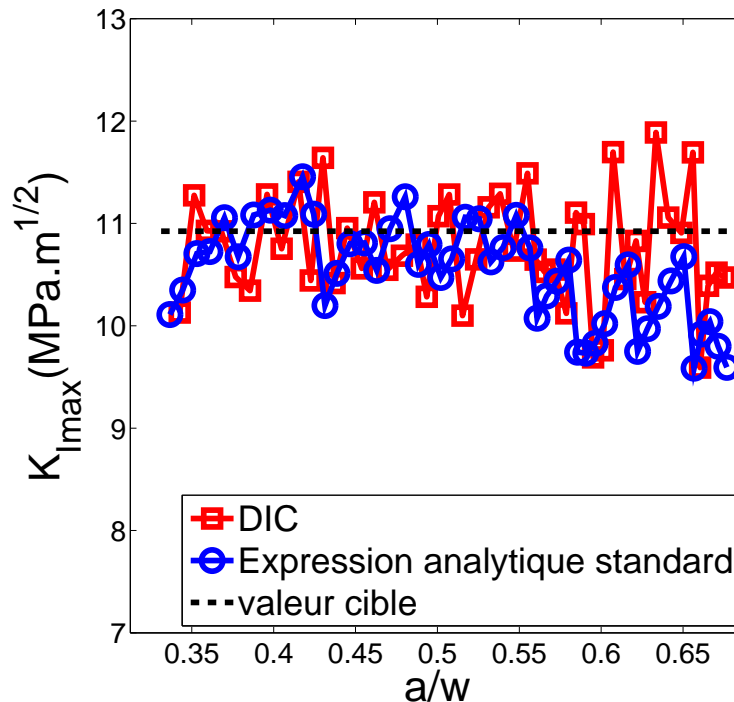


FIGURE 3.10: Estimation de K_I en fonction de a/w

3.3.3 Étude de l'amorçage en fatigue

Le paragraphe précédent montre que la technique du *Load-Shedding* associée à la méthode de corrélation d'images permet d'assurer une propagation de fissure avec une valeur constante de $K_{I_{max}}$ et donc avec une taille du confinement plastique constante au cours de la propagation. La phase d'amorçage des fissures est plus délicate à mettre en oeuvre avec ce protocole expérimental. Durant cette phase, l'endommagement plastique est en effet très présent pour amorcer la fissure. La technique de corrélation d'images en direct utilise une image de référence correspondant à un chargement mécanique nul pour une éprouvette encore saine ne présentant pas de fissure. Cependant, l'état de contrainte résiduel peut être différent pour une image de l'éprouvette possédant déjà une fissure et qui a donc subi une histoire de chargement induisant de la plasticité.

Pour étudier ce problème, on réalise un essai de propagation de fissure contrôlée avec la méthode décrite précédemment. La figure 3.11(a) montre dans un premier temps que la mesure de la longueur de fissure estimée par la corrélation d'images est très similaire à celle donnée par la méthode du suivi

électrique. La figure 3.11(b) donne l'évolution de $K_{I_{max}}$ mesuré par corrélation d'images, en fonction de a sur la phase d'amorçage (courbe rouge). La procédure de régulation fonctionne bien car une valeur constante de facteur d'intensité des contraintes est maintenue. On compare ces résultats avec ceux donnés par la formule standard analytique résultant de l'équation 3.5. Les valeurs de $K_{I_{max}}$ sont également constantes mais inférieures à la valeur estimée par la méthode de corrélation d'images. L'hypothèse qui permet de relier les deux estimations, est la théorie de l'élasticité. Nous avons vu dans le paragraphe précédent que l'expression de K_I pouvait être corrigée par la taille du confinement plastique. Cependant au cours de la phase d'amorçage, les phénomènes d'endommagement plastique deviennent trop complexes pour utiliser ce genre de formule. On considère alors une deuxième image de référence correspondant à un chargement nul mais qui a subi toute l'histoire du chargement jusqu'à la création d'une pré-fissure ($a = 2,5mm$).

On réalise alors un deuxième calcul de corrélation d'images en post-traitement avec cette image de référence. Ce deuxième calcul donne alors des résultats similaires à ceux obtenus par la formule analytique standard (courbe verte en figure 3.11(b)).

Il semble donc que l'image de référence présentant une fissure comporte des déformations plastiques résiduelles par rapport à l'image de référence sans fissure. Pour quantifier cette déformation résiduelle, on réalise un cycle de charge/décharge (figure 3.12(a)). Pour différentes valeurs d'effort (étapes de chargement), on applique la méthode de corrélation d'images pour extraire K_I . On réalise deux estimations différentes de K_I avec deux images de référence différentes. La première correspond à une sollicitation nulle en effort en début d'essai (images de référence initiale). La seconde correspond à une sollicitation nulle avec la présence d'une fissure de longueur $a = 2,5mm$. La deuxième estimation correspond bien au calcul donné par les formules standards analytiques (figure 3.12(b)). La confrontation des mesures de K_I issues de l'extraction des champs de déplacements avec celles issues des mesures d'effort (formules standards analytiques), permet d'estimer l'endommagement plastique. La courbe de traction (donnée en partie 3.2.1) montre que dans le domaine de plasticité, le matériau subit peu d'écroutissage et que de larges déformations plastiques peuvent apparaître. Il apparaît alors important et nécessaire de maîtriser l'intensité des contraintes lors de la propagation de fissure par fatigue pour ce type de matériau.

Ici, on a donc montré que la pré-fissuration par fatigue permet d'assurer une valeur stable de $K_{I_{max}}$ durant la propagation. Néanmoins en prenant une image de référence correspondant à un effort nul en début d'essai, la plasticité provoque une sur-estimation de $K_{I_{max}}$. Ainsi nous choisissons ici de prendre en considération le K_I résiduel de fin de propagation qui est obtenu en considérant l'image de référence à charge nulle en fin d'essai de fissuration. On note K_I^f , ce facteur d'intensité des contraintes résiduel de fin de pré-fissuration par fatigue. Cette valeur sera alors prise en considération par la suite.

3.3.4 Caractérisation du comportement en fatigue du Zircaloy-4

Différents essais d'amorçage de fissures par fatigue sont mis en place. Un essai de référence est réalisé en maintenant tout au long de l'essai le même profil de chargement avec F_{max} constant. Avec ces conditions, lorsque la fissure se propage, les facteurs d'intensité des contraintes augmentent considérablement. La figure 3.13(a) compare l'évolution des facteurs d'intensité des contraintes en fonction de la longueur de la fissure entre un essai contrôlé ($K_{I_{max}}^t = 11MPa.m^{1/2}$) et un essai de référence. L'intérêt de la méthode est clairement mis en évidence. Sans régulation, $K_{I_{max}}$ augmente

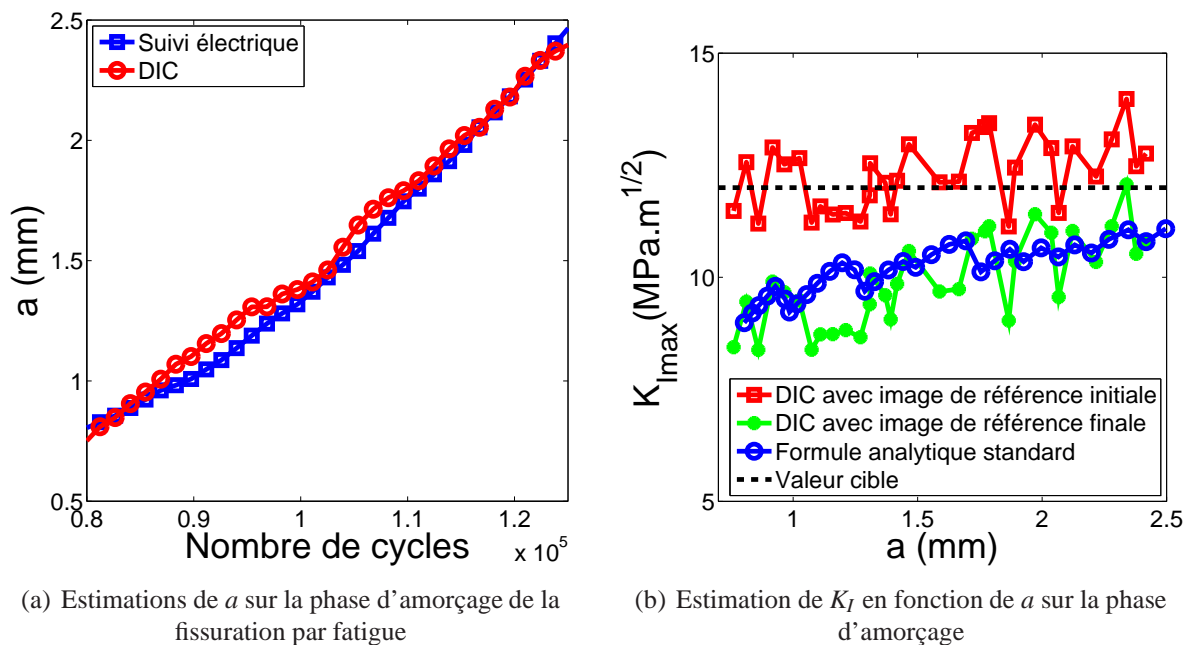


FIGURE 3.11:

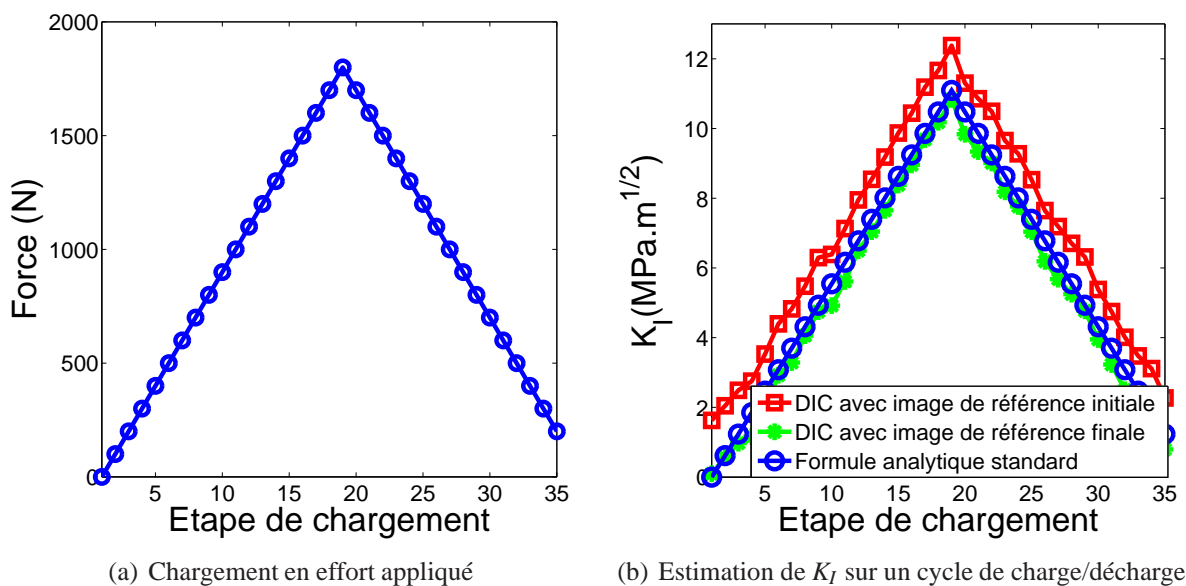


FIGURE 3.12: Estimations des facteurs d'intensité des contraintes sur un cycle de charge/décharge

très rapidement lorsque a augmente. Par exemple pour $a = 2,5\text{mm}$ (longueur des pré-fissures) et sans régulation, $K_{I\max}$ atteint une valeur très élevée ($45\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$) alors qu'avec la technique de *Load – Shedding*, $K_{I\max}$ est limitée à $10\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$. Ainsi la taille du confinement plastique estimée à l'aide de la méthode d'Irwin est de $2,5\text{mm}$ pour la propagation non contrôlée. Alors qu'elle est seulement de $0,12\text{mm}$ pour un essai réalisé avec $K_{I\max}^t = 10\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$. Cette technique permet donc de largement réduire la plasticité en pointe de fissure pendant la propagation.

La figure 3.13(b) donne différentes évolutions des longueurs de fissures pour différentes consignes de chargement. Pour le chargement non contrôlé, on observe une augmentation rapide de la longueur de fissure jusqu'à rupture. En revanche pour les essais avec $K_{I\max}$ imposé, des évolutions des longueurs de fissure linéaires en fonction du temps sont observées. De plus les vitesses de propagation augmentent avec les valeurs de $K_{I\max}$. La loi de Paris permet de donner une loi de propagation de fissure par fatigue. Elle relie la vitesse de propagation de fissure par rapport au nombre de cycles ($\frac{da}{dN}$) en fonction de l'amplitude de K_I appliquée (ΔK),

$$\frac{da}{dN} = C (\Delta K)^n . \quad (3.6)$$

La figure 3.14 donne ainsi la courbe permettant l'identification de cette loi. Pour plusieurs essais conduit à $K_{I\max}$ constant, on trace l'évolution de la vitesse de fissuration en fatigue ($\frac{da}{dN}$) en fonction de ΔK . En faisant l'hypothèse que le régime de propagation de fissure est celui pour lequel la loi de Paris est vérifiée, on peut identifier les paramètres C et n .

$$\begin{cases} C = 10^{-10,85} \text{m} \cdot (\text{MPa}\sqrt{\text{m}})^{-n} \\ n = 3,57 \end{cases} \quad (3.7)$$

Bilan de la pré-fissuration par fatigue

Cette partie montre l'intérêt de l'application de la technique du *Load-Shedding* avec la corrélation d'images pour réaliser des pré-fissures par fatigue. Cette méthode a été validée pour l'étude de la propagation de fissure par fatigue. Elle permet de produire des pré-fissures avec des longueurs données. La phase d'amorçage est cependant plus difficile à maîtriser par cette méthode car beaucoup de déformations plastiques sont présentes, ce qui rend difficile l'estimation des facteurs d'intensité des contraintes à partir d'une image de référence prise en début d'essai du fait de la création de l'endommagement résultant de l'amorçage. Néanmoins la surestimation de K_I qui en découle a été quantifiée et sera systématiquement prise en compte par la suite d'un point de vue mécanique. L'étude de la propagation de fissure en CSC est maintenant envisageable car les éprouvettes sont pré-fissurées avec un endommagement maîtrisé en pointe de fissure. Il reste maintenant à mettre en oeuvre les conditions électrochimiques adéquates pour provoquer la dissolution et la CSC en pointe de fissure.

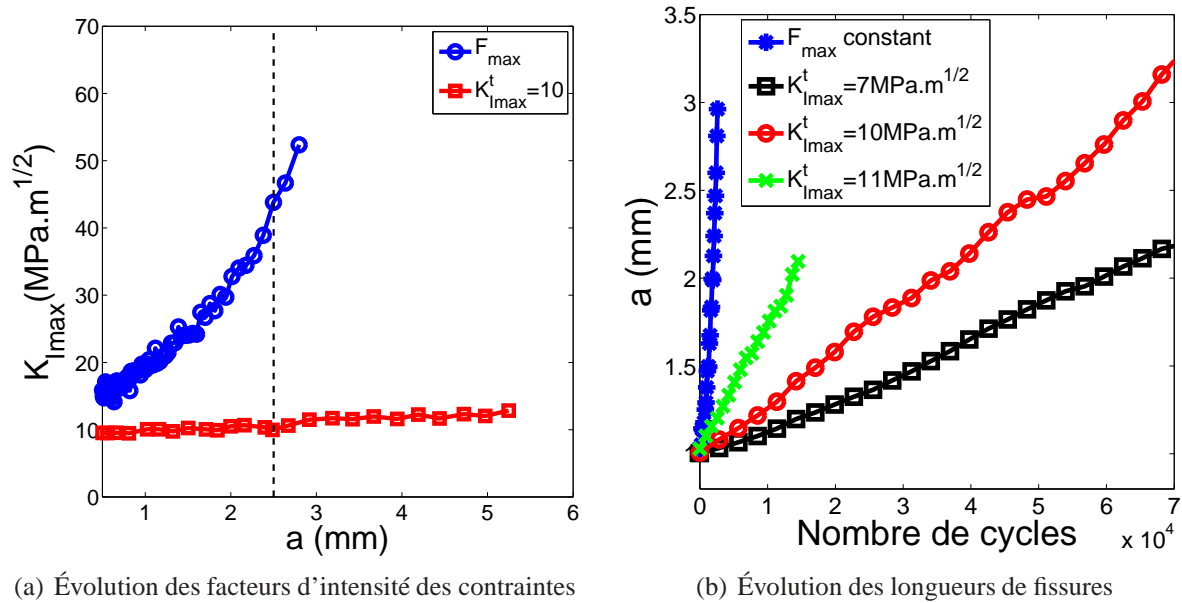


FIGURE 3.13: Comparaison de plusieurs essais d'initiation de fissures contrôlés ou non

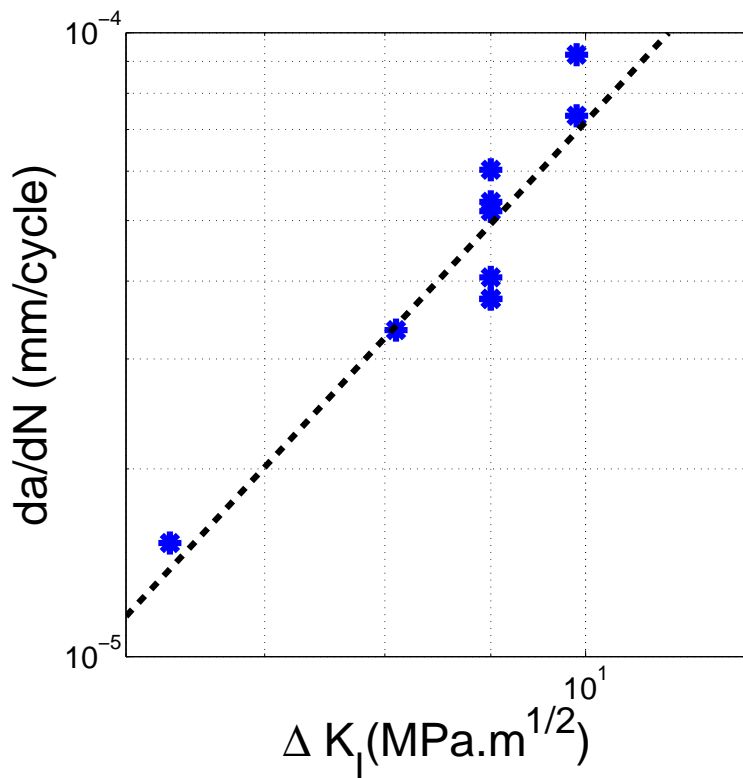


FIGURE 3.14: Vitesse de fissuration en fonction des facteurs d'intensité des contraintes pour plusieurs essais de fatigue à “ K_I ” constant

3.4 Définition des conditions électrochimiques pour la mise en oeuvre des essais de CSC

3.4.1 Introduction

La fissuration par la corrosion sous contrainte (CSC) du Zircaloy-4 apparaît pour des conditions électrochimiques spécifiques en milieux aqueux halogénés. Ces conditions sont liées à la formation de piqûres (Cf partie 1.4, figures 1.14(a) et 1.14(b)). Farina *et al* [FAR 03] montrent en effet que la CSC du Zircaloy 4 en milieux aqueux halogéné apparaît pour un potentiel de polarisation anodique supérieur au potentiel de piqûre.

Les piqûres peuvent se former à tous les endroits où le film passif est le plus susceptible de rompre, en particulier en dehors de la pointe de fissure (figure 3.15(a) et 3.16). Ceci est problématique lorsque l'on veut mesurer localement les courants de dissolution anodique en pointe de fissure uniquement.

Un protocole spécifique est alors développé avec l'utilisation d'une oxydation thermique des éprouvettes pré-fissurées avant essais de CSC. L'objectif est de protéger toutes les surfaces externes à la fissure de CSC (entaille et pré-fissure comprise) lors d'une polarisation au potentiel de piqûre du métal passif. Dans ce cas, le film d'oxyde pourra être fragilisé uniquement en pointe de fissure sous l'action de la sollicitation mécanique induisant l'émergence de bandes de glissement. La dissolution anodique sera ainsi localisée en pointe de fissure (figure 3.15(b)).

La mise en place de cette procédure nécessite la détermination des potentiels de piqûre du métal passif et du métal oxydé dans les différents milieux d'étude. L'impédance électrochimique de la couche d'oxyde formée par oxydation thermique vis à vis de la solution corrosive est également quantifiée à l'aide de mesures par spectroscopie d'impédance électrochimique.

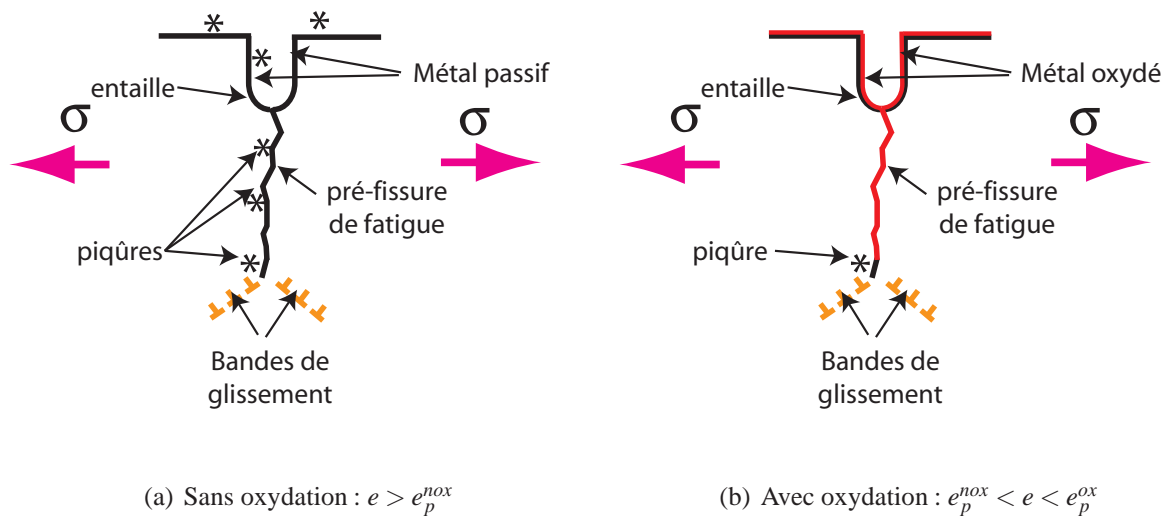


FIGURE 3.15: Illustration de la localisation de la dissolution possible des piqûres sous polarisation anodique supérieure au potentiel de piqure du métal passif (e : potentiel appliqué, e_p^{nox} potentiel de piqure du métal passif, e_p^{ox} potentiel de piqure du métal oxydé).

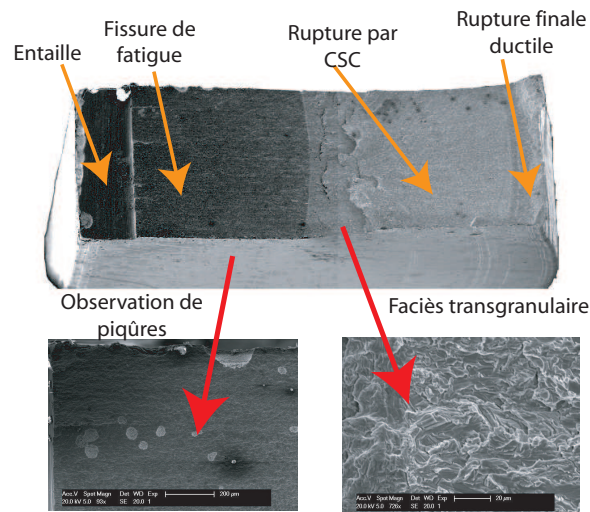


FIGURE 3.16: Faciès de rupture obtenu après un essai de traction lente réalisé en milieu $NaCl$ 0,5M désaéré sur une éprouvette pré-fissurée non pré-oxydée : présence de piqûres sur le faciès

3.4.2 Mise en oeuvre des mesures électrochimiques

Les essais de caractérisation électrochimique sont réalisés sur des échantillons carrés de Zircaloy-4 de dimension $2,5 \times 2,5cm^2$ (surface active délimité par un joint = $4,9cm^2$). L'état de surface des échantillons est laissé tel quel car le but de cette caractérisation est de comparer quantitativement les propriétés électrochimiques du métal oxydé ou non-oxydé sur tous les types de surface de l'éprouvette : surface, tranche, entaille, pré-fissure. Les échantillons sont placés dans une cellule électrochimique permettant de mettre en contact la surface d'étude avec le milieu aqueux halogéné désaéré. Un potentiostat permet, avec un montage à trois électrodes d'effectuer des mesures potentiodynamiques pour la détermination des potentiels de piqûres. Des mesures de spectroscopie d'impédance électrochimique sont également réalisées pour la caractérisation du film d'oxyde dans une solution aqueuse halogénée (figure 3.17).

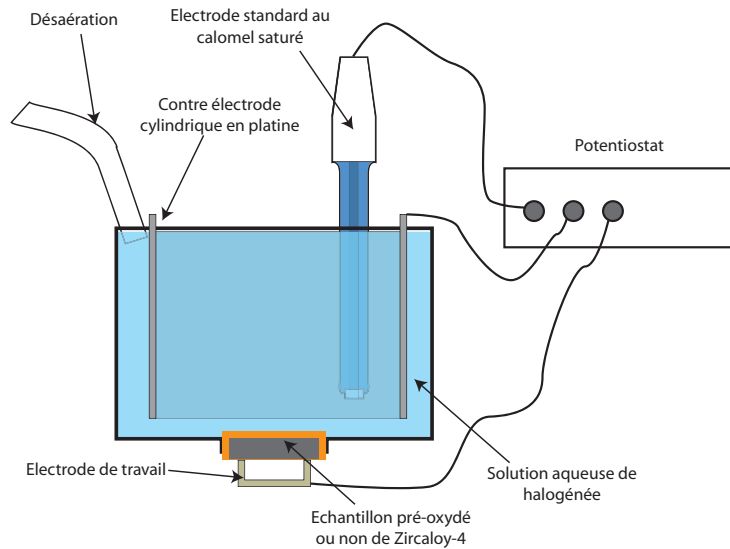


FIGURE 3.17: Dispositif de mesures électrochimiques

3.4.3 Détermination des potentiels de piqûre

3.4.3.1 Conditions d'essais

Les potentiels de piqûres sont mesurés par polarisation potentiodynamique cyclique (Cf chapitre 1 paragraphe 1.3.2) conduite du potentiel de corrosion jusqu'au potentiel de piqûre à la vitesse de balayage de $0,5\text{mV}/\text{s}$, en milieu NaCl et KBr désaérés à l'azote ou l'argon, de concentration $0,5\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$.

Certains échantillons sont pré-oxydés thermiquement à l'air à 470°C pendant 40 heures. Cette température est très inférieure à la température de recristallisation du matériau (Cf paragraphe 1.4.1) et nous faisons ainsi l'hypothèse que les propriétés mécaniques n'en sont pas altérées. Avec ces conditions, l'épaisseur du film d'oxyde serait de l'ordre de quelques dizaines de microns [GOS 01]. Dans la littérature, aucune étude ne fait état de l'évolution des propriétés électrochimiques de l'interface métal/solution en fonction de l'épaisseur du film d'oxyde pour le Zircaloy-4 en solutions aqueuses de KBr ou de NaCl . Cependant, Sidky [SID 98] montre que pour une épaisseur e_f supérieure à $0,5\mu\text{m}$, une isolation électrique est observée vis-à-vis de l'iode, ce qui peut servir de base pour notre étude.

3.4.3.2 Influence de l'oxydation thermique sur les potentiels de piqûres

La figure 3.18(a) présente les courbes de polarisation cyclique pour deux échantillons non-oxydés de Zircaloy-4 en milieu aqueux désaéré NaCl . Bien que les potentiels de corrosion soient sensiblement différents pour ces deux échantillons (ce qui peut provenir du fait que les surfaces ne sont pas préalablement polies), les densités de courant de dissolution (j) sont relativement proches, de même que les potentiels de piqûre obtenus ($e_p^{\text{nox}} = 200 - 220\text{mV}/\text{ECS}$). Lors de la diminution du potentiel appliqué (courbe retour), on observe une baisse brutale du courant (j) pour un potentiel de repassivation reproductible correspondant à $e_r = 80\text{mV}/\text{ECS}$. Après repassivation les valeurs des densités

de courant obtenues sont du même ordre de grandeur que celles obtenues lors de la phase initiale d'augmentation du potentiel. Ainsi le film passif recréé après repassivation possède une résistance électrochimique sensiblement similaire au film passif initial.

La courbe 3.18(b) donne les courbes de polarisation cyclique pour deux échantillons pré-oxydés. Le début de la courbe de polarisation permet de donner une estimation des potentiels de corrosion qui sont relativement différents pour chacun des échantillons. En revanche les valeurs des courants de dissolution sont très proches dans les deux cas et, dans cette première phase d'augmentation du potentiel, leurs valeurs sont de deux ordres de grandeur plus faibles que celles obtenues pour les échantillons non-oxydés. L'aspect protecteur du film d'oxyde vis-à-vis de la dissolution est ainsi mis en évidence. La surface est alors plus résistive d'un point de vue électrochimique. Les potentiels de piqûre obtenus e_p^{ox} sont ici, comme attendu, supérieurs à ceux obtenus pour des échantillons non-oxydés (e_p^{nox}) et on obtient $\Delta e_p = e_p^{ox} - e_p^{nox} = 100mV$. Le potentiel de repassivation obtenu pour les échantillons oxydés est similaire à celui obtenu pour les échantillons non-oxydés. Néanmoins pour ce type d'échantillon, le courant obtenu sur la phase de repassivation est environ 100 fois supérieur au courant initial (figure 3.18(b)). Dans ce cas, le film passif recréé est moins protecteur vis-à-vis de la corrosion que la surface initiale. Ainsi l'apparition de piqûres sur un métal pré-oxydé rend vulnérable vis-à-vis de la corrosion la zone déjà dissoute au préalable malgré une repassivation et contribue à localiser la dissolution sur des zones ayant déjà subi de la corrosion par piqûres. Ainsi l'apparition des piqûres est fortement liée à la présence ou non d'un film d'oxyde. D'autre part les potentiels de repassivation obtenus sont les mêmes pour les surfaces pré-oxydées ou non.

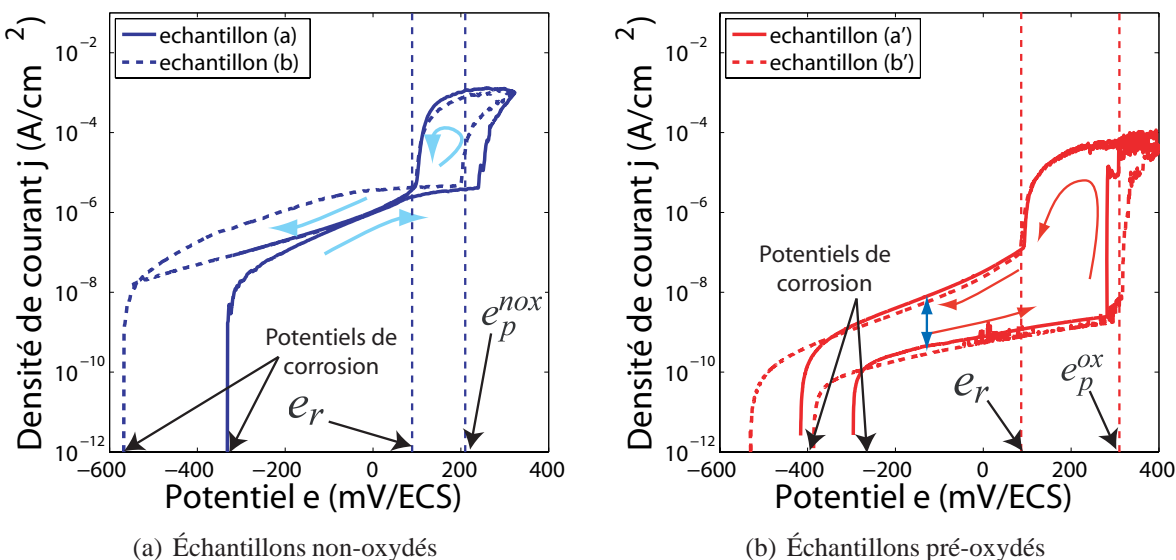


FIGURE 3.18: Courbes de polarisation cyclique en milieu $NaCl$ $0.5M$ désaéré

En solution aqueuse désaérée de KBr pour les échantillons non oxydés, on obtient $e_p^{nox} \simeq 400mV/ECS$. L'ensemble des valeurs de potentiels de piqûres sont répertoriées dans le tableau 3.2. On trouve donc un potentiel de piqûre plus élevé de $200mV$ qu'en solution $NaCl$ ce qui est du même ordre de grandeur que les résultats obtenus par Farina *et al* [FAR 03] (tableau 3.2). La figure 3.19 montrent les différentes courbes de polarisation focalisées sur le domaine d'apparition des piqûres

dans les deux milieux pour les échantillons non-oxydés ou oxydés. On note que Δe_p est bien plus important en milieu *KBr* qu'en milieu *NaCl*, ainsi en milieu *KBr*, l'oxydation thermique joue un rôle beaucoup plus protecteur vis-à-vis de l'apparition des piqûres, et on doit s'attendre à mesurer des courants de dissolution plus faibles dans ce cas.

TABLEAU 3.2: Identification des potentiels de piqûres du Zircaloy-4 oxydé ou non en solution aqueuse désaérée de *KBr* et *NaCl*

Milieux	Concentration 1M	Concentration 0,5M		
	e_p^{nox} [FAR 03]	$e_p^{nox}(\pm 10mV)$	$e_p^{ox}(\pm 10mV)$	$\Delta e_p(\pm 20mV)$
<i>KBr</i>	229mV/ECS	410mV/ECS	1200mV/ECS	790mV
<i>NaCl</i>	49mV/ECS	210mV/ECS	310mV/ECS	100mV

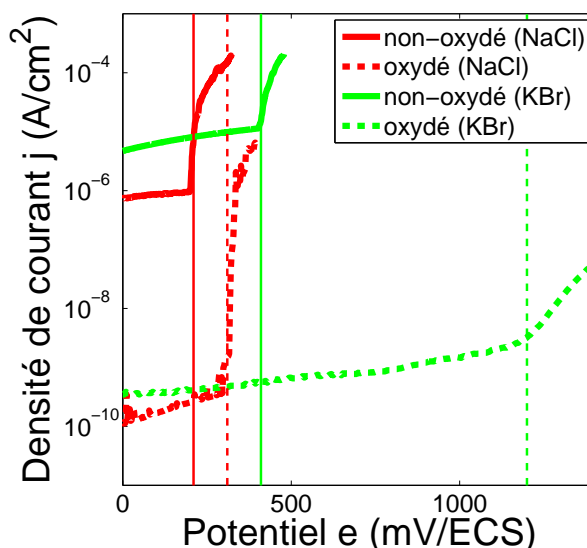


FIGURE 3.19: Comparaison des courbes de polarisation autour du potentiel de piqûre, pour les échantillons pré-oxydés ou non en milieux *NaCl* et *KBr*

3.4.4 Caractérisation électrochimique du film d'oxyde

3.4.4.1 Introduction

Les films d'oxyde jouent un rôle important vis-à-vis de l'apparition de piqûres (Cf partie 1.4). Leur résistance électrochimique est donc un paramètre important à quantifier. Leur caractérisation pour les alliages de Zirconium a déjà été étudiée en milieu aqueux *NaCl* [SAT 05] par spectroscopie d'impédance électrochimique (*SIE*). Ici, nous nous proposons de comparer les caractéristiques

des films passifs naturellement présents pour le Zry-4 avec celles des films d'oxydes produits par oxydation thermique. Nous utilisons pour cela des mesures de suivi de potentiel et des mesures par *SIE*.

3.4.4.2 Mesure du potentiel libre

Les mesures de suivi de potentiel (Open Circuit Potential - OCP) permettent d'observer la stabilité électrochimique au cours du temps des échantillons plongés dans une solution électrolytique. La figure 3.20 donne l'évolution des potentiels libres au cours du temps et compare l'évolution entre un échantillon non-oxydé, présentant un film passif naturel et des échantillons pré-oxydés thermiquement. Les différentes valeurs des potentiels d'abandon sont peu similaires suivant les échantillons étudiés car cette grandeur peut être très sensible à l'état de la surface initiale [KNI 82]. Néanmoins, globalement, les potentiels libres stabilisés des échantillons oxydés sont supérieurs à ceux des échantillons non-oxydés, ce qui montre également le caractère plus isolant de la surface oxydée. On note que les potentiels libres des échantillons pré-oxydés se stabilisent plus rapidement que celui de l'échantillon non-oxydé. La variation du potentiel, pour ce dernier, est plus importante et augmente avant de se stabiliser ce qui montre que la surface tend à se passiver. Pour les échantillons pré-oxydés, les variations du potentiel avant stabilisation sont beaucoup plus faibles et on assiste à une légère diminution des potentiels d'abandon.

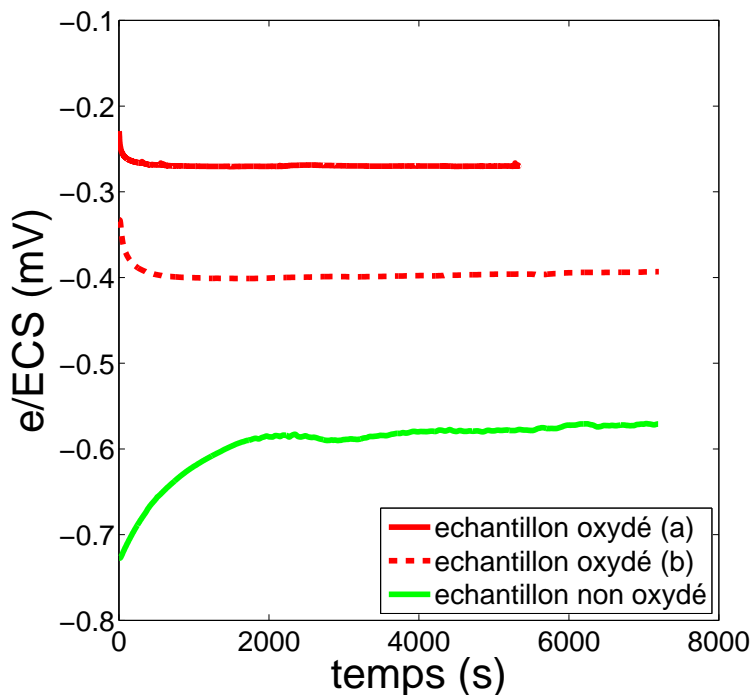


FIGURE 3.20: Évolution des potentiels libres au cours du temps pour les échantillons non-oxydés et oxydés

3.4.4.3 Mesures d'impédance électrochimique

La méthode de Spectroscopie d'Impédance Electrochimique (*SIE*) permet de caractériser les interfaces métal/électrolyte à l'aide de l'estimation d'une fonction de transfert traduisant leur comportement électrochimique. Elle peut être utilisée pour caractériser des revêtements sur des surfaces métalliques [JOR 07] [LAV 09] ou bien qualifier la tenue des films passifs face à la corrosion [SAT 05]. Comme pour l'étude de systèmes mécaniques ou électriques linéaires, cette méthode repose sur la mesure de l'évolution d'un signal de sortie $y(t)$ (ici intensité $I(t)$) en fonction d'un signal d'entrée $x(t)$ perturbé (ici potentiel $e(t)$) d'un système (interface métal-électrolyte) (figure 3.21(a)). Le régime d'évolution du système doit être stationnaire et linéaire pour pouvoir appliquer cette méthode. En général, cette méthode est donc appliquée une fois que le potentiel libre est stabilisé.

La perturbation appliquée au signal d'entrée est du type fréquentielle de pulsation $\omega = 2\pi f$ et d'amplitude A_0 . Ainsi on impose un signal harmonique avec pour valeur moyenne e_0 correspondant à une valeur stable ou fixe de potentiel :

$$e(t) = e_0 + A_0 \cdot \cos(2\pi ft). \quad (3.8)$$

La réponse en intensité $I(t)$ est mesurée et dépend également de la fréquence f . Le signal de sortie est analysé dans le domaine fréquentiel. Cette étude s'appuie donc sur des outils habituellement utilisés pour l'analyse de signaux fréquentiels (diagrammes de Bode, Nyquist). L'impédance électrochimique dans le domaine fréquentiel est définie par la relation 3.9 :

$$Z(f) = \frac{e(f)}{I(f)}. \quad (3.9)$$

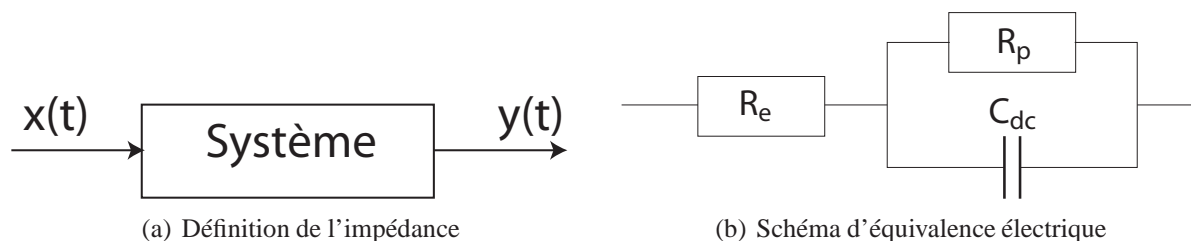


FIGURE 3.21: Schémas de principe de la méthode de Spectroscopie d'Impédance Electrochimique

Les études par *SIE* sont ici réalisées avec $A_0 = 10mV$ et e_0 correspondant au potentiel d'abandon. On teste plusieurs réponses pour une gamme des fréquences d'étude comprise entre $10^{-2}Hz$ et 10^5Hz . L'étude de *SIE* est ici réalisée en milieu aqueux $NaCl$ 0,5M désaéré car c'est le milieu le plus agressif pour le Zircaloy-4 comparé au milieu aqueux KBr (Cf paragraphe 3.4.3).

Dans un premier temps, pour s'assurer de la stabilité du comportement obtenu, plusieurs mesures de *SIE* consécutives sont réalisées. Les figures 3.22(a) et 3.22(b) donnent les diagrammes de Bode et de Nyquist pour 6 *SIEs* consécutives. On observe qu'après 4 étapes, les mesures d'impédances convergent ce qui montre la stabilité électrochimique du film d'oxyde.

Avec ce type de méthode, on utilise habituellement des analogies électriques pour modéliser le comportement électrochimique de l'interface. Lorsqu'une réaction faradique est présente, on introduit

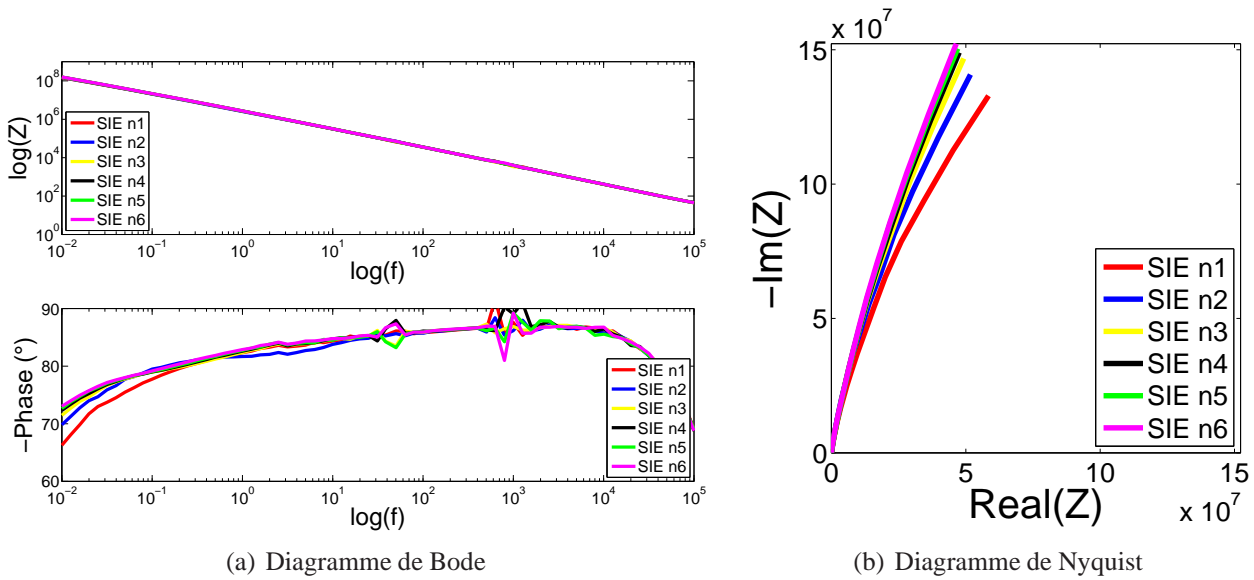


FIGURE 3.22: Vérification de la stabilité de la méthode SIE sur un échantillon oxydé

habituellement un modèle “type” [JOR 07] comportant une résistance de l’électrolyte R_e en série avec une résistance de polarisation R_p et une capacité de double couche C_{dc} associés en parallèles (figure 3.21(b)). L’expression de l’impédance de ce modèle est donné par :

$$Z(f) = R_e + \frac{R_p}{1 + i2\pi f R_p C_{dc}} = R_e + \frac{R_p (1 - i2\pi f R_p C_{dc})}{1 + (2\pi f R_p C_{dc})^2}. \quad (3.10)$$

Son diagramme de Nyquist est représenté par un demi-disque dont le diamètre correspond directement à R_p . La résistance de l’électrolyte (R_e) est donné par la distance séparant l’axe des ordonnées du diagramme et l’extrémité gauche du demi-cercle obtenu pour des hautes fréquences f (trait continu bleu sur la figure 3.23). En pratique il est difficile d’obtenir un demi-cercle complet car son extrémité (grandes valeurs de partie réelle de l’impédance $Re(Z)$) est obtenue avec des basses valeurs de fréquences (f). Ainsi pour avoir une estimation qualitative de la résistance de polarisation (R_p), il faut estimer le diamètre du demi-disque qu’on obtiendrait en prolongeant le début du demi-cercle formé par les points de mesures issus des hautes valeurs de fréquences (figure 3.23).

Les figures 3.24(b) et 3.24(a) donnent les diagrammes de Nyquist pour les échantillons non-oxydés et pré-oxydés. Qualitativement on observe que pour l’échantillon non-oxydé, R_p est de l’ordre de $10^6 \Omega.cm^{-2}$ ce qui correspond aux ordres de grandeur donnés par Satpati *et al* [SAT 05] pour le Zircaloy-2 en solution aqueuse de $NaCl$. On mesure que pour l’échantillon pré-oxydé, R_p est de l’ordre de $10^8 \Omega.cm^{-2}$ soit une résistivité 100 fois plus élevée. Ainsi l’oxydation thermique, dans ces conditions, augmente considérablement la résistivité électrochimique de la surface de l’échantillon et permet de garantir une isolation électrochimique accrue. Ici, on note pour les deux types d’échantillon, que la résistance de l’électrolyte (R_e) est très petite comparée à R_p ($R_e \sim$ de l’ordre de quelques dizaines de $\Omega.cm^{-2}$) car le pseudo demi-disque formé par le diagramme de Nyquist est très peu décalé par rapport à l’axe des ordonnées. Ainsi, comme attendu le milieu est bon conducteur.

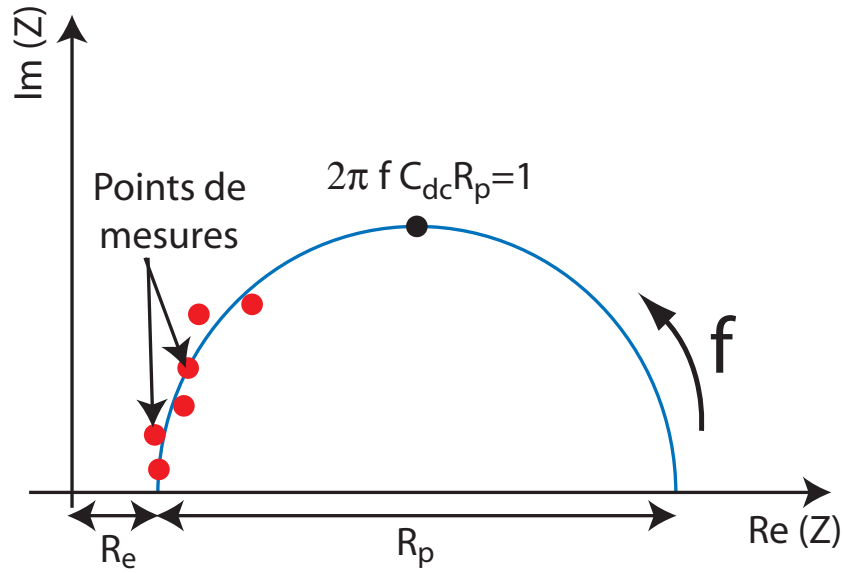


FIGURE 3.23: Diagramme de Nyquist pour un circuit RC

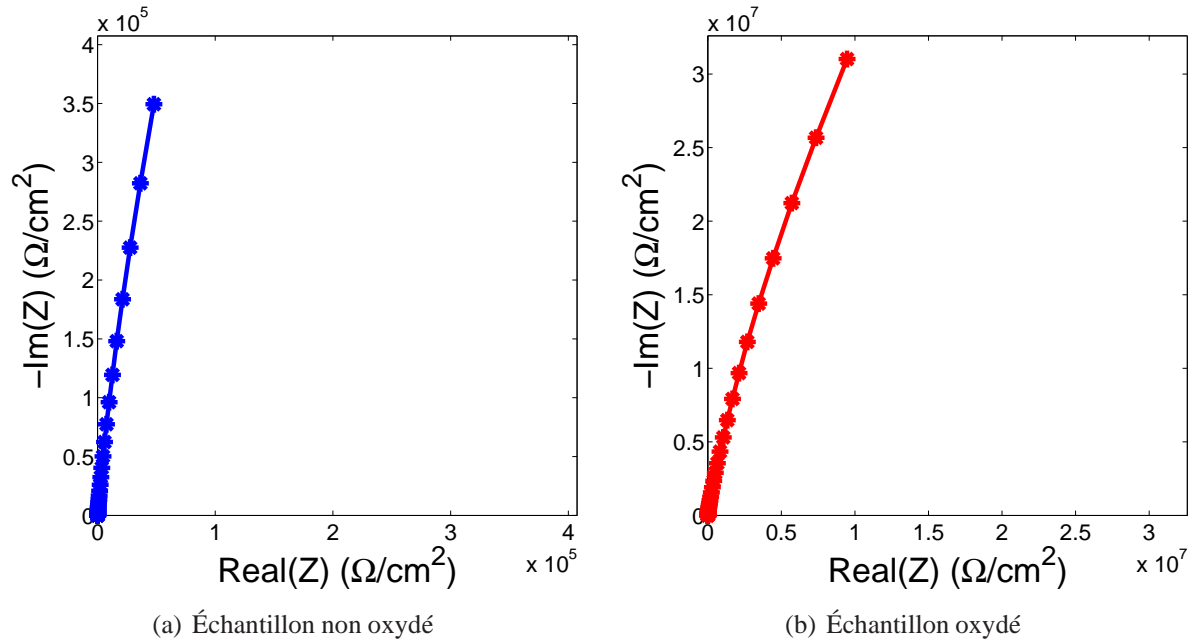


FIGURE 3.24: Comparaison de l'impédance électrochimique entre les échantillons pré-oxydés et non oxydés

La capacité de double couche (C_{dc}) peut être estimée en considérant un comportement asymptotique pour des hautes fréquences (fréquences f grandes). La partie imaginaire de l'impédance ($Im(Z)$) peut alors être approchée par :

$$Im(Z(f \gg 1)) = -\frac{1}{C_{dc}2\pi f}. \quad (3.11)$$

Ainsi C_{dc} est estimée en considérant $Im(Z)$ pour des grandes valeurs de f . La figure 3.25 permet de vérifier que pour $f > 10^5 Hz$, la quantité $Im(Z) \cdot 2\pi f$ tend à se stabiliser. Ainsi, on estime C_{dc} selon :

$$C_{dc} = -\frac{1}{Im(Z(f \gg 1)) \cdot 2\pi f} \simeq 0.19 \mu F \cdot cm^{-2} \quad (3.12)$$

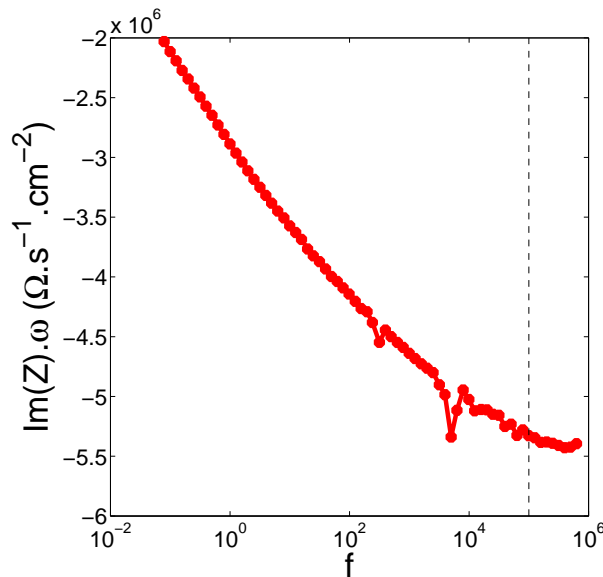


FIGURE 3.25: Partie imaginaire de l'impédance Z en fonction de la pulsation f pour un échantillon oxydé

L'épaisseur d'un film d'oxyde est inversement proportionnelle à C_{dc} et dépend de la constante diélectrique du film passif ($\epsilon_{Zr} = 23$ pour la zircone [THO 92]), de la permittivité du vide ($\epsilon_0 = 8,85 \times 10^{-14} F \cdot cm^{-1}$) et de la surface effective de l'échantillon (A_χ surface en contact avec l'électrolyte). Elle est donnée par la relation 3.13 [SAT 05] qui permet de donner une estimation de e_f :

$$e_f = \frac{\epsilon\epsilon_0 A_\chi}{C_{dc}} \simeq 0,11 \mu m. \quad (3.13)$$

Cette épaisseur estimée est légèrement inférieure à celle qu'on devrait obtenir d'après la littérature [GOS 01] mais reste dans l'ordre de grandeur du dixième de micron, ce qui compte tenu de cette technique d'identification asymptotique reste tout à fait correct. L'identification précise du paramètre C_{dc} est bien souvent délicate et nécessite une très bonne homogénéité de la surface.

Bilan de la caractérisation des conditions électrochimiques

Cette partie montre que la pré-oxydation thermique permet d'augmenter la protection des surfaces vis à vis de la corrosion. La présence d'un film d'oxyde contribue à augmenter le potentiel de piqûre. La résistivité a également été estimée comme étant 100 fois plus importante avec la présence d'un film d'oxyde. Ainsi les échanges de courant sont de deux ordres de grandeurs plus faibles pour ce type de surface. Le film d'oxyde est la dernière barrière protectrice entre le métal nu et la solution agressive. Ainsi la corrosion se concentre à l'endroit où il va rompre en priorité.

Lorsque l'on réalise un essai de CSC avec une éprouvette pré-fissurée non pré-oxydée et que l'on applique un potentiel supérieur au potentiel de piqûre du métal passif (e_p^{nox}), on observe l'apparition de piqûres sur le faciès de rupture le long des surfaces créées en pré-fissuration par fatigue. Ainsi les mesures de courant de dissolution en pointe de fissure sont perturbées si on n'effectue pas une pré-oxydation au préalable des essais. Nous nous proposons donc de localiser la corrosion en pointe de fissure en appliquant un potentiel de polarisation supérieur au potentiel de piqûre du métal non-oxydé mais inférieur au potentiel de piqûre du métal oxydé sur des échantillons pré-fissurés et pré-oxydés. Ainsi on espère localiser la corrosion en pointe de fissure là où le film d'oxyde va rompre, en priorité étant donnée la forte concentration de contraintes.

3.5 Conclusions

Le travail présenté dans ce chapitre a en premier lieu permis d'identifier les paramètres mécaniques du matériau testé à l'aide de mesures locales des déformations réalisées par corrélation d'images. Les valeurs obtenues peuvent alors être utilisées pour l'identification des facteurs d'intensité des contraintes. Dans cette phase de travail, nous avons également testé le comportement en fissuration du Zircaloy-4 en milieu inerte. Il apparaît alors que la rupture ductile est dominante puisque de larges déformations plastiques apparaissent. L'observation des faciès de rupture permet de confirmer ces mesures mécaniques.

D'autre part, les résultats présentés dans ce chapitre permettent de définir un protocole d'étude expérimentale de la CSC, avec la mise en oeuvre au préalable de la pré-fissuration par fatigue des éprouvettes. Pour cela, la technique du *Load-shedding* associée à la corrélation d'images en temps réel est validée. Les pré-fissures produites garantissent ainsi une taille du confinement plastique en pointe de fissure limitée, l'histoire de chargement est connu et maîtrisé avant d'étudier la fissuration par CSC.

Les conditions électrochimiques à mettre en oeuvre pendant les essais de CSC ont également été déterminées avec l'identification des potentiels de piqûre. La présence d'une couche de film d'oxyde contribue à la protection de l'ensemble des surfaces, puisque nos résultats démontrent qu'elle engendre des potentiels de piqûres plus élevés par rapport à une surface non-oxydée. La résistance électrochimique a également été caractérisée et montre que la résistivité d'une surface oxydée est 100 fois plus importante que celle d'une surface passive.

A la suite de ces résultats, un protocole d'essai de CSC a pu être défini. Il s'agit d'imposer sur une éprouvette pré-fissurée et pré-oxydée thermiquement un potentiel de polarisation correspondant au potentiel de piqûre du métal passif. Ainsi la dissolution ne peut apparaître qu'aux endroits où le film d'oxyde rompt mécaniquement. Du fait de la présence des fortes intensités des contraintes, il est alors attendu que la dissolution se produise en pointe de fissure.

L'objet du chapitre suivant est la présentation des résultats d'essais de corrosion sous contrainte. Ces essais sont réalisés sur des éprouvettes de Zircaloy-4 pré-fissurées par fatigue comme décrit précédemment. Une pré-oxydation thermique est effectuée pour protéger toutes les surfaces contre la corrosion. Un potentiel de polarisation compris entre le potentiel de piqûre du métal passif et celui du métal oxydé est appliqué pour concentrer la dissolution en pointe de fissure. Les mesures in-situ de corrélation d'images (K_I , \dot{K}_I , a et da/dt) et électrochimiques (courant de dissolution j) permettront alors d'une part de mesurer l'influence réciproque de la mécanique et de la chimie mais aussi de construire et de valider un modèle phénoménologique de propagation de fissure en CSC.

Chapitre 4

Caractérisation expérimentale de la CSC

Sommaire

4.1	Introduction	110
4.2	Courant de dissolution et propagation de fissure de CSC	111
4.3	Étude de la CSC en milieu aqueux halogéné <i>NaCl</i> désaéré	113
4.3.1	Analyse du comportement mécanique global	113
4.3.2	Identification du comportement à rupture	114
4.3.3	Estimation de la contribution électrochimique sur la CSC	119
4.3.4	Analyse fractographique	121
4.4	Étude de la CSC en milieu aqueux halogéné <i>KBr</i> désaéré	124
4.4.1	Analyse comparative du comportement à rupture	124
4.4.2	Considérations électrochimiques	127
4.4.3	Analyse fractographique	128
4.5	Vers une loi phénoménologique de propagation de fissure en CSC	130
4.5.1	Proposition d'un modèle phénoménologique	130
4.5.2	Validation du modèle de propagation	135
4.6	Discussion des résultats expérimentaux obtenus	142
4.7	Conclusions	143

4.1 Introduction

Ce chapitre a pour but de proposer et d'identifier une loi phénoménologique de propagation de fissure en CSC, à partir de la méthodologie établie et de l'ensemble des essais réalisés durant cette thèse. Le protocole défini dans le chapitre précédent est utilisé et les éprouvettes sont pré-fissurées par fatigue à " K_I " constant puis pré-oxydées, ce qui garantit la mise en oeuvre d'une étude précise et quantitative de la propagation d'une fissure par CSC. Sur cette base, nous proposons donc maintenant d'identifier les synergies entre les aspects mécaniques et électrochimiques en pointe de fissure, sous sollicitations mécaniques diverses permettant de discriminer les différentes contributions.

Les mesures électrochimiques permettront d'évaluer la contribution de la dissolution électrochimiques sur la propagation de la fissure par CSC, moyennant les précautions nécessaires pour vérifier que la dissolution se produit bien en pointe de fissure.

Les effets mécaniques (K_I et \dot{K}_I) sur les cinétiques de propagation (da/dt) seront également quantifiés, par les techniques de corrélation d'images, présentées dans les chapitres précédents, ce qui permettra alors de mettre en relation l'ensemble de ces paramètres pour différents types de sollicitation mécanique.

L'utilisation de deux milieux aqueux halogénés ($NaCl$ et KBr) permettra en outre de mettre en évidence l'influence de l'agressivité du milieu sur les synergies mécaniques et électrochimiques responsables de la propagation d'une fissure par CSC et de consolider ainsi la pertinence de notre approche.

Dans un premier temps, nous nous appuierons sur l'étude en milieu $NaCl$ pour poser les tendances sur les interactions entre les différents paramètres mécaniques, en conditions de sollicitations électrochimiques fortes. Nous proposerons ensuite d'étendre la démarche en milieu KBr , qui au regard des résultats du chapitre précédent, présente une agressivité moindre. Nous confirmerons ainsi dans ce cas, les effets mécaniques sur les cinétiques de propagation ainsi que la localisation de la dissolution électrochimique en pointe de fissure, que nous quantifierons.

Enfin un modèle de propagation de fissure phénoménologique faisant intervenir l'histoire de chargement, au travers des valeurs de K_I et \dot{K}_I , sera proposé. Différents essais complémentaires de CSC seront alors mis en oeuvre pour vérifier la pertinence du modèle sur un plus large domaine de validité. L'ensemble des différents essais réalisés dans cette étude sont référencés dans le tableau 4.1.

TABLEAU 4.1: Nomenclature des différents essais de CSC réalisés.

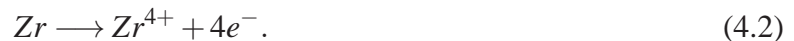
n^o	Milieu	Conditions χ	sollicitation mécanique	K_I^f
(A)	<i>NaCl</i> 0,5M désaéré	$e = 150mV/ECS$	Traction lente $\dot{\epsilon} = 1,42 \cdot 10^{-6}s^{-1}$	$10MPa \cdot \sqrt{m}$
(B)	<i>NaCl</i> 0,5M désaéré	$e = 150mV \Rightarrow 0/ECS$	Traction lente $\dot{\epsilon} = 1,42 \cdot 10^{-6}s^{-1}$	$10MPa \cdot \sqrt{m}$
(C)	<i>NaCl</i> 0,5M désaéré	$e = 150mV/ECS$	Charge constante (3200N)	$10MPa \cdot \sqrt{m}$
(D)	<i>NaCl</i> 0,5M désaéré	$e = 150mV/ECS$	$K_I = 30MPa \cdot \sqrt{m}$ constant	$10MPa \cdot \sqrt{m}$
(E)	<i>NaCl</i> 0,5M désaéré	$de/dt = 0,5mV/s$	Charge constante (3000N)	$10MPa \cdot \sqrt{m}$
(F)	<i>KBr</i> 0,5M désaéré	$e = 250mV/ECS$	Traction lente $\dot{\epsilon} = 1,42 \cdot 10^{-6}s^{-1}$	$10MPa \cdot \sqrt{m}$
(G)	<i>KBr</i> 0,5M désaéré	$e = 250mV/ECS$	Traction lente $\dot{\epsilon} = 1,42 \cdot 10^{-6}s^{-1}$	$15MPa \cdot \sqrt{m}$
(H)	<i>KBr</i> 0,5M désaéré	$e = 250mV/ECS$	Traction lente $\dot{\epsilon} = 1,42 \cdot 10^{-6}s^{-1}$	$25MPa \cdot \sqrt{m}$
(I)	<i>KBr</i> 0,5M désaéré	$e = 250mV/ECS$	Charge constante (3200N)	$10MPa \cdot \sqrt{m}$
(J)	<i>KBr</i> 0,5M désaéré	$e = 250mV/ECS$	K_I constant par palier	$10MPa \cdot \sqrt{m}$
(K)	<i>KBr</i> 0,5M désaéré	$e = 250mV/ECS$	K_I constant par palier	$20MPa \cdot \sqrt{m}$

4.2 Courant de dissolution et propagation de fissure de CSC

Au cours des essais de CSC, un montage à trois électrodes nous donne accès à la mesure du courant de dissolution global I , qui traduit les échanges d'électrons donnant lieu aux réactions électrochimiques. La grandeur permettant de quantifier les effets de la dissolution anodique sur la propagation de la fissure de CSC est la densité de courant de dissolution j en pointe de fissure. Pour relier ces deux grandeurs, il faut alors estimer la surface électrochimiquement active S_χ considérée comme étant concentrée et constante en pointe de fissure dans les modèles de dissolution anodique [FOR 90] (figure 4.1) :

$$I = j \cdot S_\chi \quad (4.1)$$

La dissolution anodique agit sur le métal en libérant des électrons et en transformant les atomes du métal en ions. Comme écrit précédemment, pour le Zircaloy-4, la réaction de dissolution du zirconium (Zr) produit des cations (Zr^{4+}) et des électrons (e^-) :



Le nombre de moles de métal dissous, n_{Zr} peut ainsi être directement lié à la quantité d'électrons produits (n_{e^-}) dans la réaction qui dépend de la charge q et de la constante de Faraday F :

$$n_{Zr} = n_{Zr^{4+}} = \frac{n_{e^-}}{4} = \frac{q}{4F}. \quad (4.3)$$

Lors d'une corrosion généralisée, la dissolution crée des lacunes qui génèrent un volume électrochimiquement dissous, V_χ qui peut être estimé à partir de n_{Zr} ainsi que de la masse molaire et de la masse volumique du zirconium (respectivement M et ρ) :

$$V_\chi = \frac{m_{Zr}}{\rho} = \frac{n_{Zr} \cdot M}{\rho}. \quad (4.4)$$

Ainsi, on peut exprimer le volume élémentaire créé par dissolution, dV_χ directement à partir de la charge élémentaire dq en combinant les équations 4.3 et 4.4 :

$$dV_\chi = \frac{dq \cdot M}{4\rho F}. \quad (4.5)$$

Dans les différents modèles de dissolution anodique (Cf partie 1.2.5.1), la propagation de la fissure est vue comme le résultat de la création d'un volume dissous (figure 4.1), donc d'une corrosion généralisée mais localisée sur une surface active en pointe de fissure. Ainsi l'incrément de longueur de fissure due à la dissolution électrochimique (da_χ) est simplement estimé comme le rapport entre dV_χ et la surface active en fond de fissure donnée par $S_\chi = B \cdot h_\chi$, où B est l'épaisseur de l'éprouvette et h_χ la hauteur de la surface active. On obtient alors :

$$dV_\chi = da_\chi \cdot S_\chi = da_\chi \cdot B \cdot h_\chi. \quad (4.6)$$

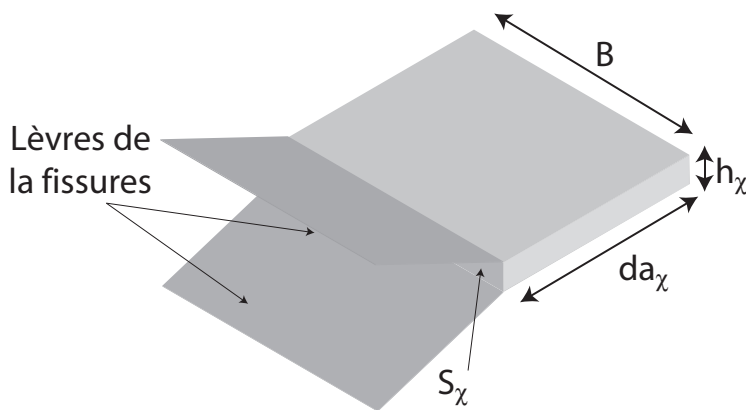


FIGURE 4.1: Estimation du volume dissous électrochimiquement lors de la propagation d'une fissure de CSC

En combinant les équations 4.5 et 4.6 et en intégrant entre $t = 0$ et t , on obtient alors :

$$\int_{t=0}^t da_\chi \cdot B \cdot h_\chi = \int_{t=0}^t \frac{dq \cdot M}{4\rho F}. \quad (4.7)$$

En faisant l'hypothèse que la propagation de la fissure est gouvernée par la dissolution ($da = da_\chi$), nous allons chercher à vérifier que les activités électrochimiques restent concentrées sur une zone

faiblement étendue et constante en pointe de fissure. Ainsi nous pouvons calculer la hauteur de surface active h_χ :

$$h_\chi = \frac{M}{4\rho F \cdot B} \frac{\int_{t=0}^t dq}{\int_{t=0}^t da} = \frac{M}{4\rho F \cdot B} \frac{\Delta q}{\Delta a}. \quad (4.8)$$

On peut ainsi vérifier que la zone électrochimiquement active reste constante grâce à l'estimation de la charge totale (Δq) estimée par intégration temporelle du courant I réalisée numériquement par la méthode des trapèzes :

$$\Delta q = \int_{t=0}^t dq = \int_{t=0}^t \frac{dq}{dt} dt = \int_{t=0}^t I dt. \quad (4.9)$$

L'estimation de Δa , qui correspond à l'incrément de longueur de fissure, sera mesuré ici par corrélation d'images. Le tableau 4.2 donne les différentes valeurs numériques utilisées ici. Dans les paragraphes suivants, nous nous proposons ainsi d'étudier, pour les deux milieux aqueux halogénés *NaCl* et *KBr*, l'influence des facteurs mécaniques sur la propagation de la fissure de CSC tout en estimant la contribution électrochimique à l'aide de h_χ .

TABLEAU 4.2: Données numériques des constantes utilisées dans la loi de propagation électrochimique gouvernée par la loi de Faraday pour le cas du Zircaloy-4.

$F(C.mol^{-1})$	$M(g.mol^{-1})$	$\rho(g.cm^{-3})$
$9,65 \cdot 10^{-4}$	91,41	6,52

4.3 Etude de la CSC en milieu aqueux halogéné *NaCl* désaéré

4.3.1 Analyse du comportement mécanique global

Les essais de traction lente permettent de favoriser l'apparition de fissure de CSC avec une durée raisonnable et sont ainsi utilisés pour étudier le comportement mécanique global à rupture. Ils sont réalisés avec une vitesse de déformation globale $\dot{\epsilon}_0 = 1,42 \cdot 10^{-6} s^{-1}$ sur des éprouvettes qui ont été, au préalable, pré-fissurées par fatigue jusqu'à $a = 2,5 mm$ avec $K_{I_{max}}$ constant et égal à $10 MPa\sqrt{m}$, et pré-oxydées.

On compare alors un essai de référence qui a été réalisé à l'air (essais présentés en partie 3.2.2) avec un essai réalisé en milieu *NaCl* de concentration $0,5M$, désaéré, sous polarisation anodique ($e = 150 mV/ECS$, essai (A)). La figure 4.2(a) confronte les courbes de traction donnant la contrainte axiale ($\sigma = F/S_0$ avec F effort, S_0 surface du ligament initial tenant compte de la pré-fissure de fatigue) en fonction de l'allongement (ϵ_0). On note clairement l'aspect fragilisant de l'environnement, puisque l'allongement à rupture reste inférieur à 1% en solution halogénée alors qu'il est autour de

3,5% à l'air libre. De plus la courbe de traction présente une chute brutale pour l'essai (A) ce qui laisse supposer que dans ces conditions la rupture est de type fragile.

La figure 4.2(b) compare deux essais A et B, réalisés en milieu *NaCl* dont un (essai (B)) pour lequel la polarisation anodique est volontairement coupée une fois que la chute de la contrainte est amorcée (début de rupture fragile). On observe aussitôt une ré-augmentation de la contrainte qui montre que la rupture redevient ductile. Ainsi la polarisation anodique apparaît être une condition nécessaire pour provoquer la rupture fragile par CSC.

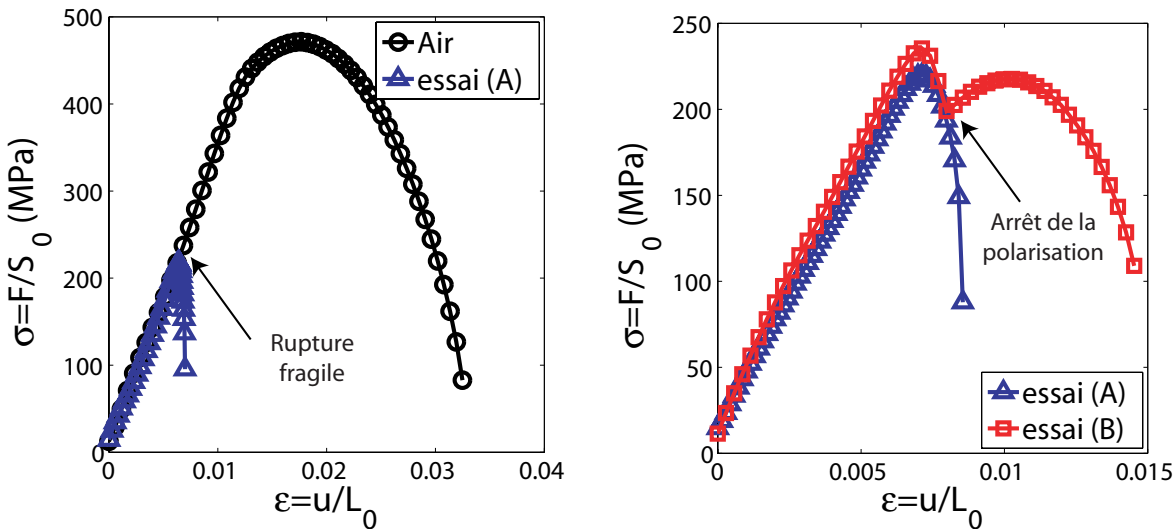
(a) Milieu *NaCl* désaéré (A) et air(b) Milieu *NaCl* désaéré (essais (A) et (B))

FIGURE 4.2: Comparaison des courbes de traction obtenues sur des éprouvettes pré-fissurées et pré-oxydées sollicitées sous traction lente dans différentes conditions environnementales

4.3.2 Identification du comportement à rupture

4.3.2.1 A partir des essais de traction lente

Nous utilisons ici les mesures de champs et les techniques de corrélation d'images, avec une décomposition de type éléments finis discontinus, pour estimer les déformations en cours d'essais. Les images numériques obtenues lors d'essais de traction lente respectivement à l'air et en milieu *NaCl*, pour une taille de fissure équivalente ($a/w = 0,5$) sont comparées (figure 4.3(a)) et montrent que les déformations plastiques semblent beaucoup plus présentes pour le premier essai de par la présence d'une striction très prononcée.

On peut ainsi évaluer au cours de la propagation de la fissure ($a/w = 0,3$, $a/w = 0,5$ et $a/w = 0,6$), les déformations de Green-Lagrange (E_{yy}) mises en jeu. Pour l'essai réalisé à l'air libre des déformations supérieures à 50% sont rapidement observées sur une zone très étendue autour de la fissure (figure 4.3(a)), alors que pour l'essai de CSC (A), les déformations restent très localisées en pointe de la fissure (figure 4.3(b)). Ainsi l'utilisation de K_I pour caractériser la fissuration est adaptée pour le cas de la CSC mais devient problématique en milieu inerte car la fissuration est ductile.

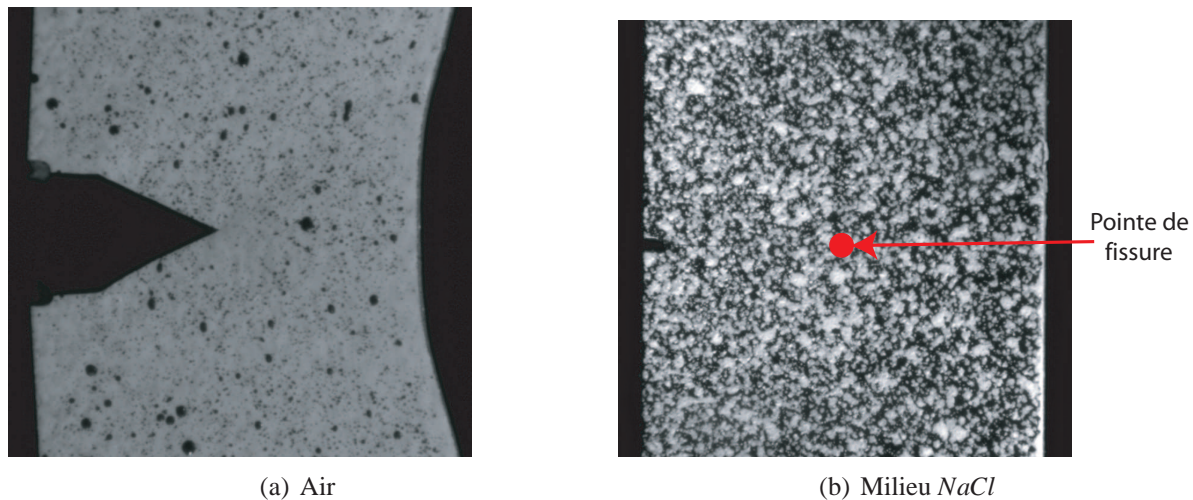


FIGURE 4.3: Vues de la surface de 2 éprouvettes pré-fissurées et pré-oxydées sollicitées dans l'air (a) et en milieu $NaCl$ désaéré (b) pour $a/w = 0,5$

Les techniques de corrélation d'images avec les séries de Williams (Cf paragraphe 2.3.3) sont maintenant utilisées pour extraire K_I et la position de la pointe de fissure permettant d'en déduire a . La figure 4.6(a) donne l'évolution de la taille de la fissure a au cours du temps pour l'essai (A). Deux régimes de propagation distincts sont observés. Au début de la propagation, la fissure se propage lentement avec une vitesse (\dot{a}_1) précédant une accélération conduisant à un deuxième régime de propagation avec une vitesse sensiblement constante (\dot{a}_2). La figure 4.6(b) permet de comparer les vitesses de propagation de fissure pour les essais (A) et (B) en fonction de K_I . Ces valeurs qui sont obtenues par dérivation numérique, amplifient le bruit de mesure notamment pour des valeurs faibles de da/dt . Toutefois, on observe une bonne reproductibilité entre ces deux essais car deux régimes de propagation avec pour vitesses moyennes respectives $10^{-7}m.s^{-1}$ et $10^{-6}m.s^{-1}$, sont observés. Le passage d'un régime à l'autre se produit pour une valeur reproductible de K_I que l'on appelle seuil de propagation de fissure en CSC, K_I^s , et qui correspond ici à environ $25MPa.\sqrt{m}$. Lors du deuxième régime de propagation de fissure, la vitesse semble se stabiliser vers $10^{-6}m.s^{-1}$.

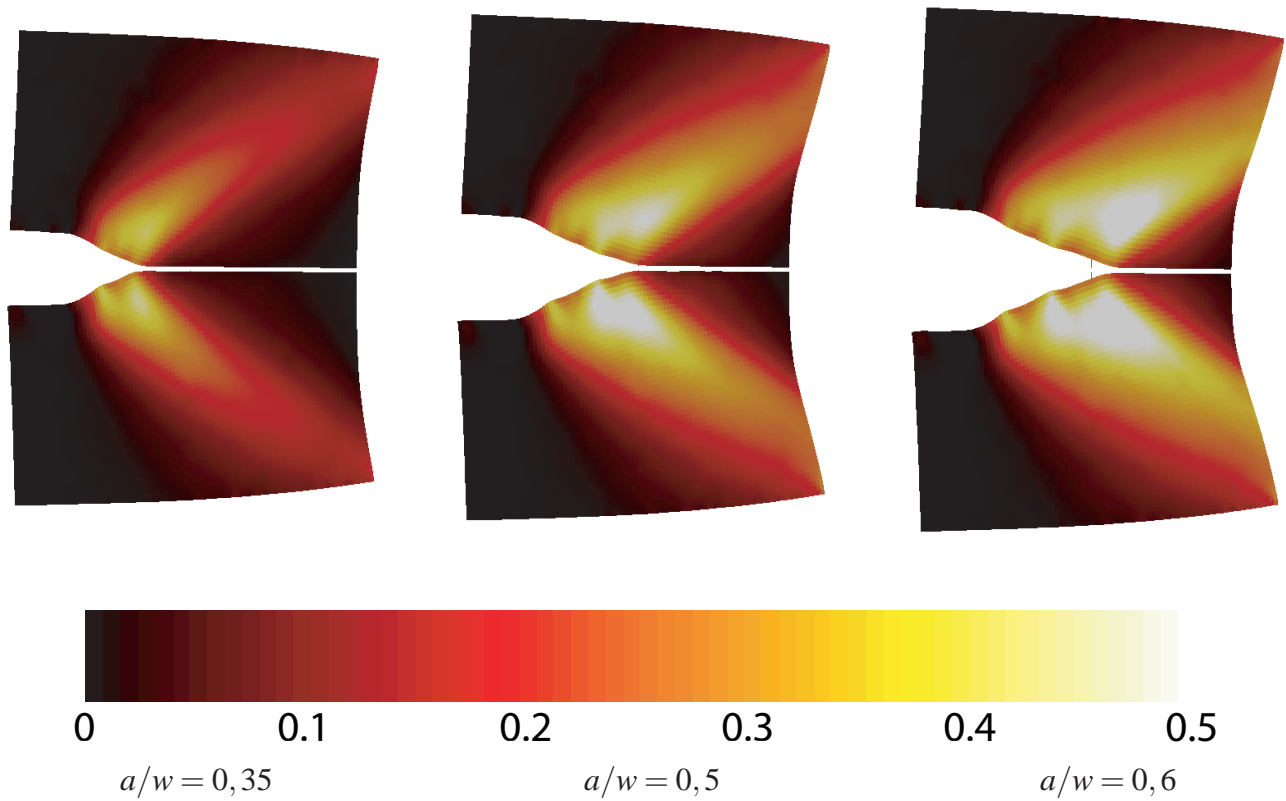


FIGURE 4.4: Déformations de Green-Lagrange (E_{yy}) pour un essai de traction lente réalisé à l'air sur une éprouvette pré-fissurée et pré-oxydée.

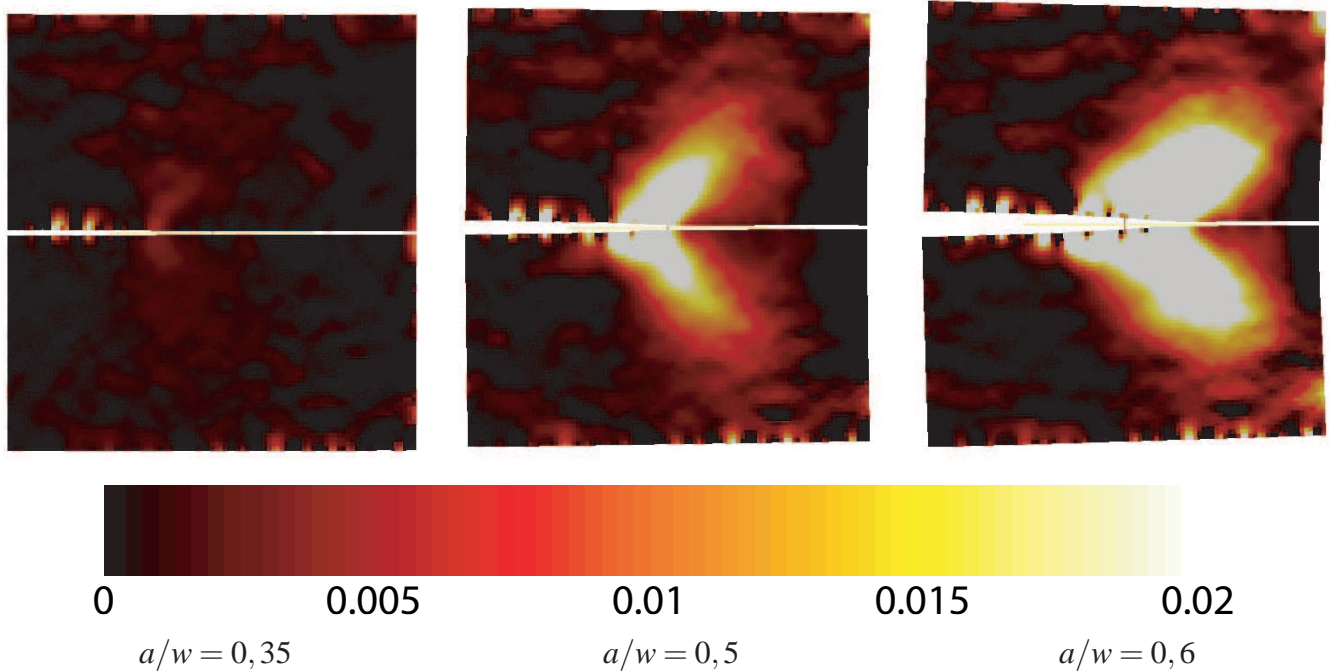


FIGURE 4.5: Déformations de Green-Lagrange (E_{yy}) pour un essai de traction lente réalisé en milieu *NaCl* et sous polarisation anodique sur une éprouvette pré-fissurée et pré-oxydée.

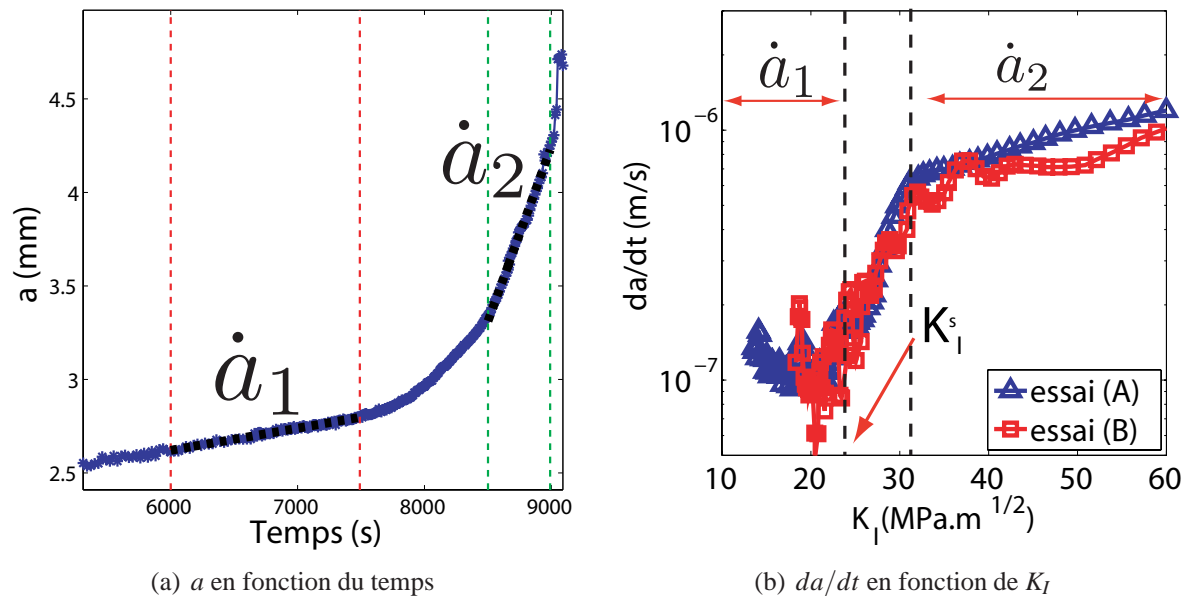


FIGURE 4.6: Évolution de a en fonction du temps et de da/dt en fonction de K_I pour deux essais de traction lente réalisés en milieu *NaCl* sur éprouvettes pré-fissurées et pré-oxydées

4.3.2.2 A partir d'essais sous sollicitations constantes

Le paragraphe précédent montre que la vitesse de propagation de la fissure augmente fortement à partir d'un facteur d'intensité des contraintes de l'ordre de $25\text{MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$. Toutefois pour ces essais, la sollicitation mécanique augmente, ce qui induit une variation de K_I non négligeable pouvant avoir des effets sur les cinétiques de propagation de la fissure. Des essais à charge constante et à K_I constant ont donc été mis en oeuvre dans l'optique de quantifier les vitesses de fissuration en fonction de K_I , tout en conservant des effets limités de sa variation (\dot{K}_I).

Une consigne en effort F ou K_I (respectivement 3200N pour l'essai (C) et $30\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ pour l'essai (D)) est ainsi appliquée après une montée en charge quasi-statique progressive. Les deux chemins de chargement considérés sont présentés sur la figure 4.7(a). On note qu'à charge constante, K_I augmente du fait de l'accroissement de la taille de la fissure. La consigne à K_I constant est quant à elle obtenue à l'aide de la technique du Load-Shedding permettant de contrôler l'effort appliqué sur l'éprouvette en fonction de la mesure instantanée de K_I extraite par corrélation d'images. La figure 4.7(b) permet de comparer les évolutions de Δa au cours du temps pour ces deux essais. Les vitesses de propagation sont alors globalement constantes avec des valeurs de da/dt respectives de $1,05 \cdot 10^{-8}\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ et $5,35 \cdot 10^{-9}\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$.

Ici les vitesses de fissuration sont donc jusqu'à 100 fois inférieures à celles mesurées en traction lente (Cf paragraphe précédent) même si K_I dépasse les valeurs minimales obtenues pour atteindre le régime rapide de propagation de fissure ($K_I^s = 25\text{MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$ obtenu au paragraphe précédent). Ainsi, la vitesse de sollicitation \dot{K}_I semble donc un paramètre fortement influant sur la vitesse de propagation d'une fissure de CSC.

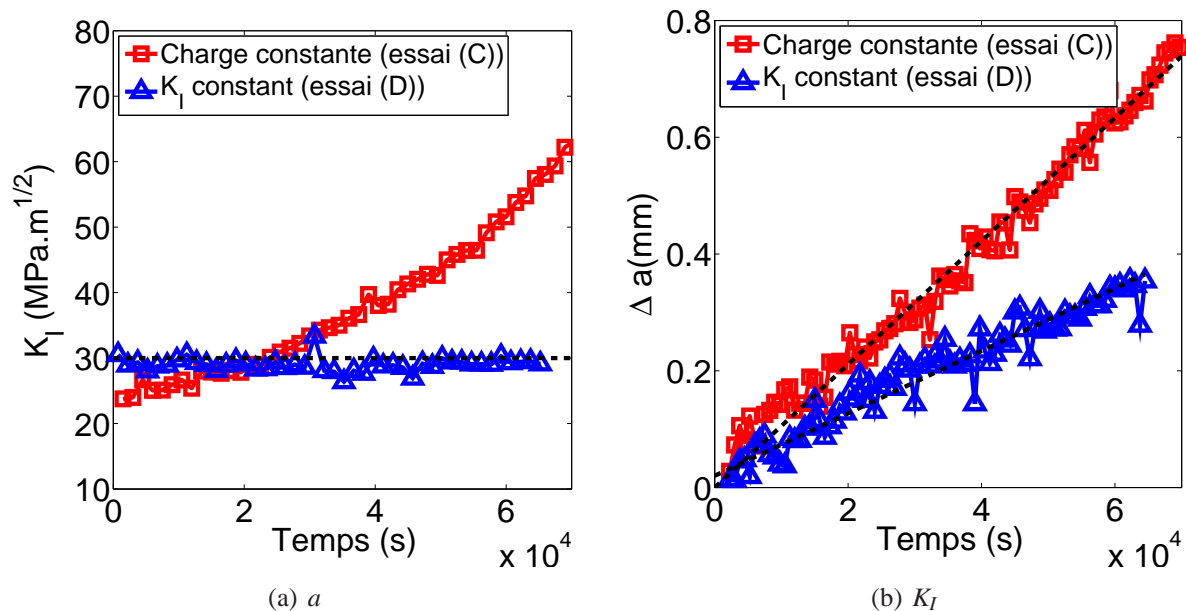


FIGURE 4.7: Essais à charge constante et K_I constant : évolution de K_I et Δa en fonction du temps

4.3.3 Estimation de la contribution électrochimique sur la CSC

Nous nous proposons ici d'utiliser les mesures du courant de dissolution afin d'estimer la localisation de la dissolution en pointe de fissure. Nous caractériserons tout d'abord, les conditions de piquration sous sollicitation mécanique, puis nous analyserons les mesures des courants électrochimiques sous chargement, avant de vérifier la localisation de la dissolution électrochimique en pointe de fissure avec l'estimation de h_χ .

4.3.3.1 Potentiel de piqûre sous chargement mécanique

Dans le chapitre précédent, nous avons présenté l'identification des potentiels de piqûre des échantillons de Zircaloy-4 sans chargement. Ici, nous nous proposons de les identifier sous condition de chargement mécanique en milieu $NaCl$. On réalise alors un essai potentiodynamique (vitesse de balayage égale à $0,5mV/s$) sous charge constante avec $F = 3000N$ (essai E).

La figure 4.8 compare les différentes courbes de polarisation obtenues dans ces conditions, *i.e.* sous sollicitation mécanique, avec celles obtenues sur des échantillons non sollicités mécaniquement. On remarque que le potentiel de piqûre obtenu sous sollicitation mécanique est légèrement inférieur à celui mesuré sur le métal non-oxydé et non chargé (Cf partie 3.4.3 : $e_p = 170mV/ECS < e_p^{nox} = 200 - 220mV/ECS$). Le film passif est donc fragilisé par le chargement mécanique puisque les piqûres apparaissent pour un potentiel de polarisation plus faible. Ainsi la sollicitation mécanique favorise l'apparition de piqûre et donc la dissolution électrochimique. Notons que les densités de courant ne peuvent ici pas être comparées du fait de la difficulté à estimer la surface active en pointe de fissure. Par défaut, la surface pour l'essai (E) a été prise égale à $1cm^2$.

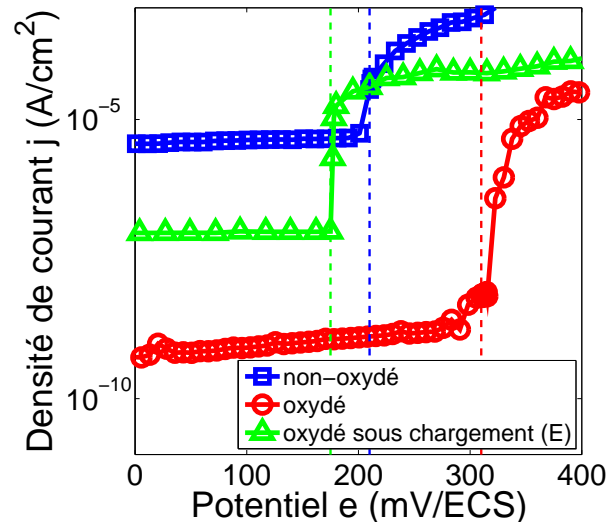


FIGURE 4.8: Comparaison des potentiels de piqûre en milieu $NaCl$ $0,5M$ sous sollicitation mécanique et sur des échantillons non-sollicités mécaniquement (surface "active" = $1cm^2$ pour l'essai (E))

4.3.3.2 Mise en charge après polarisation

On applique maintenant un potentiel de polarisation correspondant à celui obtenu dans le paragraphe précédent ($e = 150\text{mV}/ECS$) avant la mise sous charge de l'éprouvette. La figure 4.9(a) donne l'évolution simultanée au cours du temps de I et du chargement K_I (essai (F)). On note que le courant I reste bien nul (de l'ordre du 10^{-9}A) sans sollicitation mécanique. La variation de K_I lors de l'application de la charge provoque immédiatement une hausse du courant I . Ainsi l'ouverture mécanique de la fissure semble gouverner directement la dissolution électrochimique provoquée par la rupture du film passif en pointe de fissure. L'effort est alors maintenu conduisant à l'application d'un K_I initial de $16\text{MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$, inférieur à la valeur seuil d'accélération de la propagation de la fissure établie précédemment ($25\text{MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$). Dans ce cas, on observe que le courant reste sensiblement constant, égal à $70\mu\text{A}$.

En abaissant soudainement le potentiel de polarisation à $e = 120\text{mV}/ECS$, on note une décroissance immédiate du courant de dissolution (figure 4.9(a)) due à la repassivation. Enfin, I se stabilise jusqu'à tendre vers une valeur de courant résiduelle avoisinant $20\mu\text{A}$. Dans ce milieu, la repassivation apparaît avec une cinétique lente, ce qui montre qu'il est très agressif.

L'évolution de a au cours du temps est donnée par la figure 4.9(b) et montre que la baisse de l'activité électrochimique n'a pas d'effet sur la propagation de la fissure puisque a continue d'augmenter. Ainsi la partie hachurée sur cette figure peut être attribuée à la part minimale de dissolution parasite, au sens qu'elle n'a pas d'effet sur la propagation de la fissure mais provient des activités de dissolution électrochimique en amont de la pointe de la fissure, non négligeable dans ce milieu.

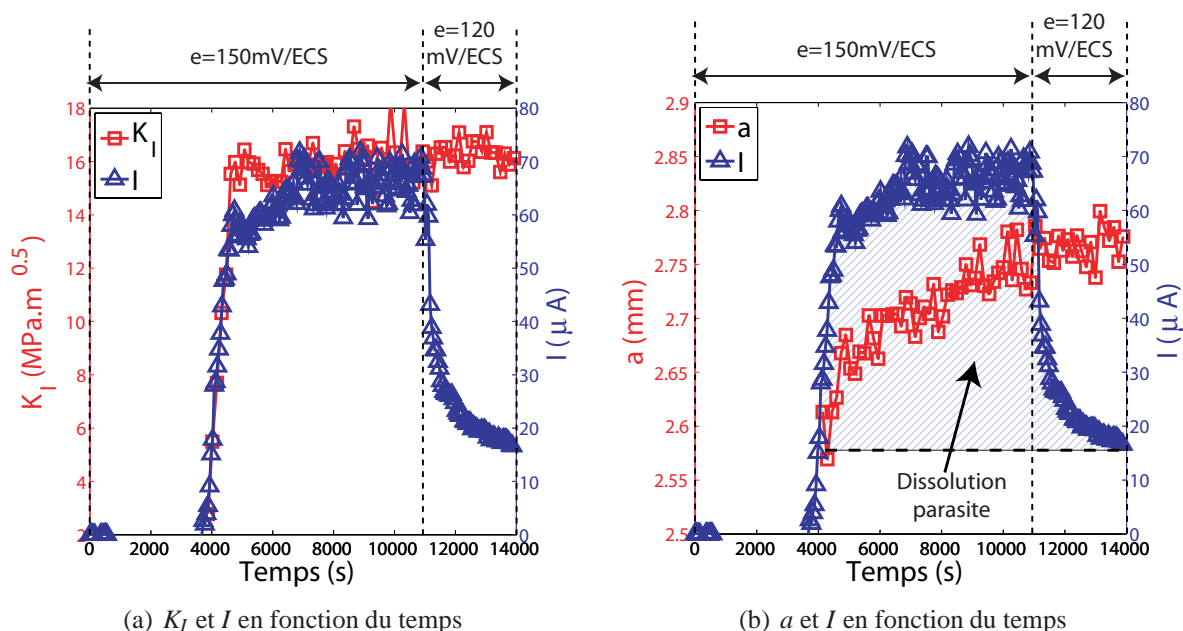


FIGURE 4.9: Corrélation entre mesures de courant de dissolution et mesures mécaniques : variation du potentiel appliqué (e)

4.3.3.3 Estimation de la surface active

Nous proposons ici d'exploiter les mesures de courant de dissolution avec la relation donnant la hauteur de la surface active (h_χ) en fonction de la charge consommée (équation 4.8) pour un essai à charge constante (essai (C)). La figure 4.10 montre que h_χ croît au cours du temps jusqu'à atteindre $0,1\text{mm}$ et illustre ainsi que la surface active S_χ ne reste pas concentrée en pointe de fissure mais s'étend sur les surfaces libres créées durant la propagation de la fissure. Cette observation renforce l'idée que dans ce milieu, la repassivation est très ralentie certainement avec la présence des espèces Cl^- . Ainsi les mesures électrochimiques permettent difficilement d'estimer localement la dissolution en pointe de fissure.

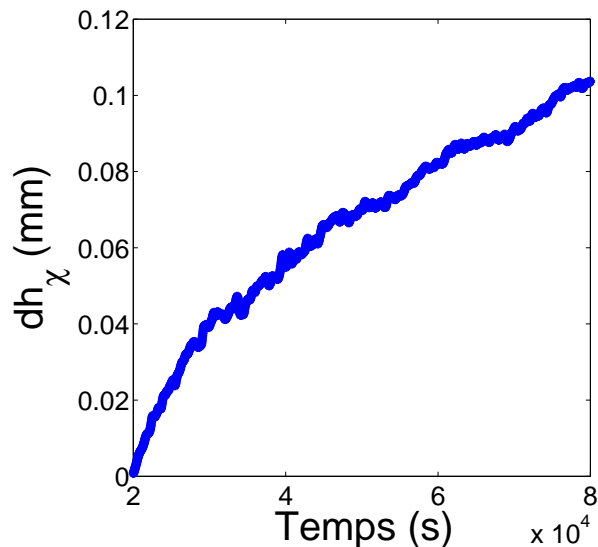


FIGURE 4.10: Estimation de h_χ en milieu $NaCl$ pour un essai à charge constante (essai (C))

4.3.4 Analyse fractographique

En milieu chloruré $NaCl$, les faciès de rupture par CSC présentent beaucoup de traces de corrosion, notamment pour les essais réalisés à charge ou K_I constant, car les durées de mise en contact avec la solution sont relativement longues (de l'ordre de 24 heures). Toutefois, aucune piqûre n'est présente sur les faces des pré-fissures ni sur le reste des éprouvettes, ce qui confirme que les précautions prises avec la pré-oxydation thermique des éprouvettes pré-fissurées par fatigue est bien efficace. La figure 4.11(a) présente une vue d'ensemble d'une image *MEB* du faciès de rupture de l'essai (B) réalisé sous traction lente (Cf paragraphe 4.3.1). On y distingue trois zones : la pré-fissure de couleur plus sombre à cause de la pré-oxydation, la rupture par CSC (propagation de fissure de type fragile), et la rupture ductile correspondant à l'arrêt de la polarisation anodique (Cf courbe de traction de la figure 4.2(b)).

Bien qu'avec ce genre de sollicitation mécanique, les éprouvettes restent moins longtemps en contact avec la solution agressive (environ une heure), on observe des traces de dissolution très pro-

noncées au niveau du début de la propagation par CSC juste après la fin de la pré-fissuration par fatigue (figure 4.11(b)). D'autre part les faciès de rupture révèlent des signes de rupture transgranulaires détériorés par la corrosion (figure 4.11(c)).

La figure 4.11(d) présente la transition entre la rupture fragile par CSC et la rupture ductile, qui correspond ici à l'arrêt de la polarisation anodique. On note une limite assez marquée entre les grains corrodés et non-corrodés. Au début de la rupture ductile, quelques rangées de grains laissent encore des traces de rupture de type fragile mais des cupules, signes que la rupture devient ductile, sont rapidement observées (figure 4.11(e)).

Ainsi les faciès de rupture confirment les observations faites à partir des courbes de traction globales et des mesures électrochimiques. Les traces de fissuration fragile (transgranulaire) sont largement présentes mais disparaissent dès lors que la polarisation anodique est coupée et laissent place à la fissuration ductile. De plus, dans ce milieu, la contribution électrochimique est importante et retarde la repassivation en amont de la pointe de la fissure, empêchant toute quantification précise de la dissolution locale en pointe de la fissure.

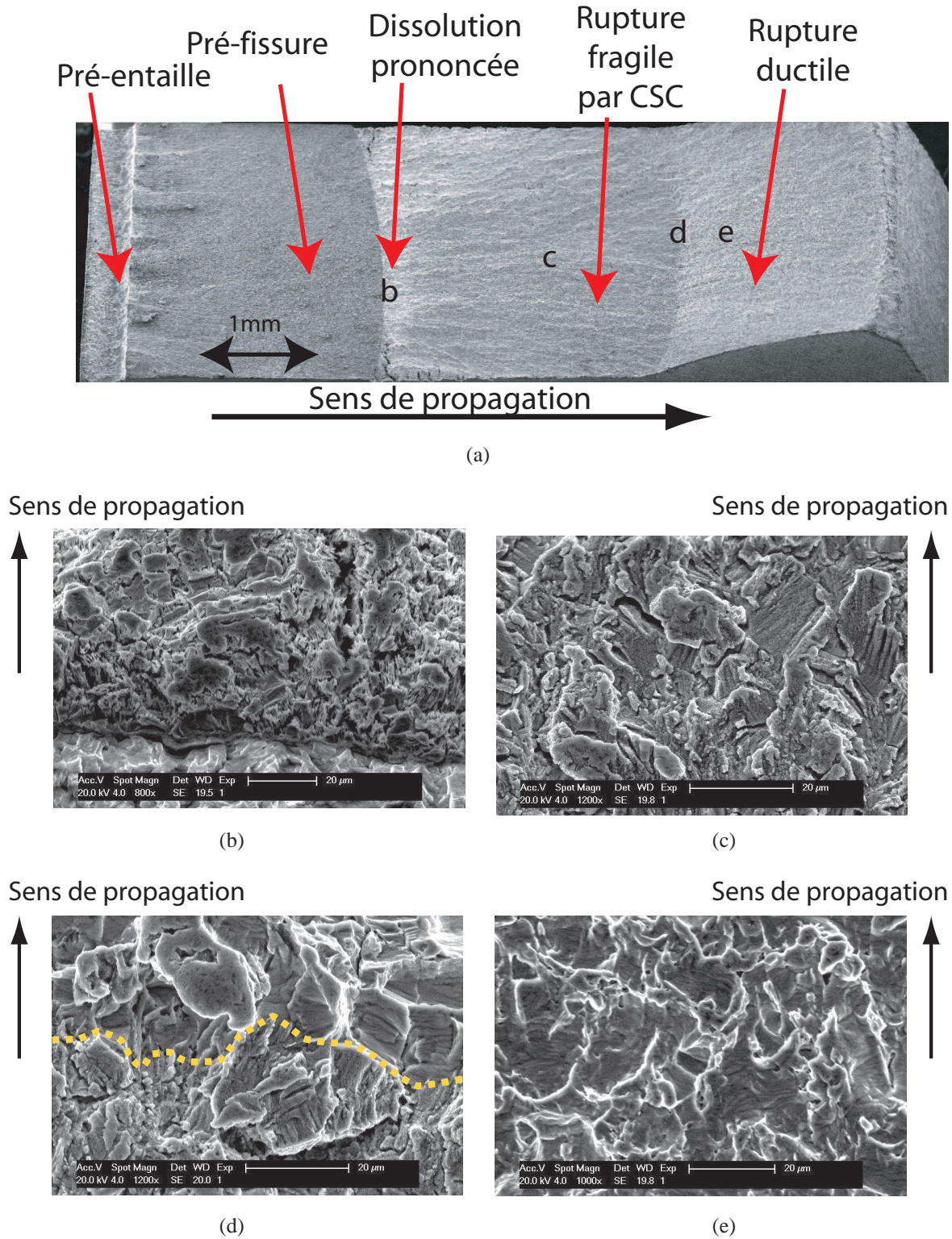


FIGURE 4.11: Observation d'un faciès de rupture de CSC obtenu sous traction lente en milieu *NaCl* désaéré 0,5M (essai (B))

Bilan :

Ces premiers essais de CSC instrumentés par DIC montrent que la fissuration par CSC est observée pour le Zircaloy-4 en milieu $NaCl$ désaéré car le mode de fissuration passe clairement de ductile à fragile dès lors que le potentiel de polarisation appliqué est supérieur au potentiel de piqûre du métal non-oxydé sous sollicitation mécanique.

Les différents types de sollicitations mécaniques testés ont permis d'obtenir les 2 résultats suivants :

- Sous traction lente, il existe un niveau seuil de facteur d'intensité des contraintes (K_I^s , reproductible ici autour de $25MPa.\sqrt{m}$) au delà duquel la vitesse de propagation augmente en passant d'une vitesse de propagation de l'ordre de $10^{-7}m.s^{-1}$ à une vitesse de l'ordre de $10^{-6}m.s^{-1}$.
- Pour des sollicitations limitant la variation de K_I (charge constante ou K_I constant), les vitesses de fissuration mesurées sont beaucoup plus faibles.

Les mesures du courant de dissolution, associées à l'observation des faciès de rupture, permettent de conclure que la propagation de la fissure est principalement gouvernée par la dissolution électrochimiques pour des faibles vitesses de sollicitation. Nous observons que la dissolution n'est pas uniquement concentrée en pointe de fissure mais s'étend sur les surfaces créées en amont de la pointe de la fissure car la repassivation est limitée par la présence des espèces Cl^- .

Afin de s'affranchir des effets électrochimiques trop prédominants, nous proposons pour la suite une étude du même type mais réalisée dans le milieu KBr . L'étude électrochimique préliminaire, conduite dans le chapitre précédent, a montré en effet que les conditions électrochimiques sont moins extrêmes dans ce milieu, avec un potentiel de piqûre plus élevé et l'absence des espèces Cl^- autorisant ainsi la repassivation.

4.4 Étude de la CSC en milieu aqueux halogéné KBr désaéré

4.4.1 Analyse comparative du comportement à rupture

Un essai de traction lente est en premier lieu conduit sur une éprouvette pré-fissurée et pré-oxydée en milieu KBr désaéré ($0,5M$) sous polarisation anodique ($e = 250mV/ECS$, essai (F)). Le comportement à rupture sous condition de polarisation anodique est similaire à celui obtenu dans la partie précédente en milieu $NaCl$. La figure 4.12 donne les déformations de Green-Lagrange obtenues par corrélation d'images. On vérifie bien que les déformations obtenues sont également plus faibles que celles obtenues en milieu inerte et concentrées en pointe de fissure. Ainsi la rupture ici est bien de type fragile.

La figure 4.13(a) compare les vitesses de propagation (da/dt) en fonction de K_I pour les deux milieux $NaCl$ et KBr désaérés (essais (A) et (F)). On observe également une accélération de la vitesse de fissuration au cours de l'essai, permettant de passer d'un régime à faible vitesse de propagation à

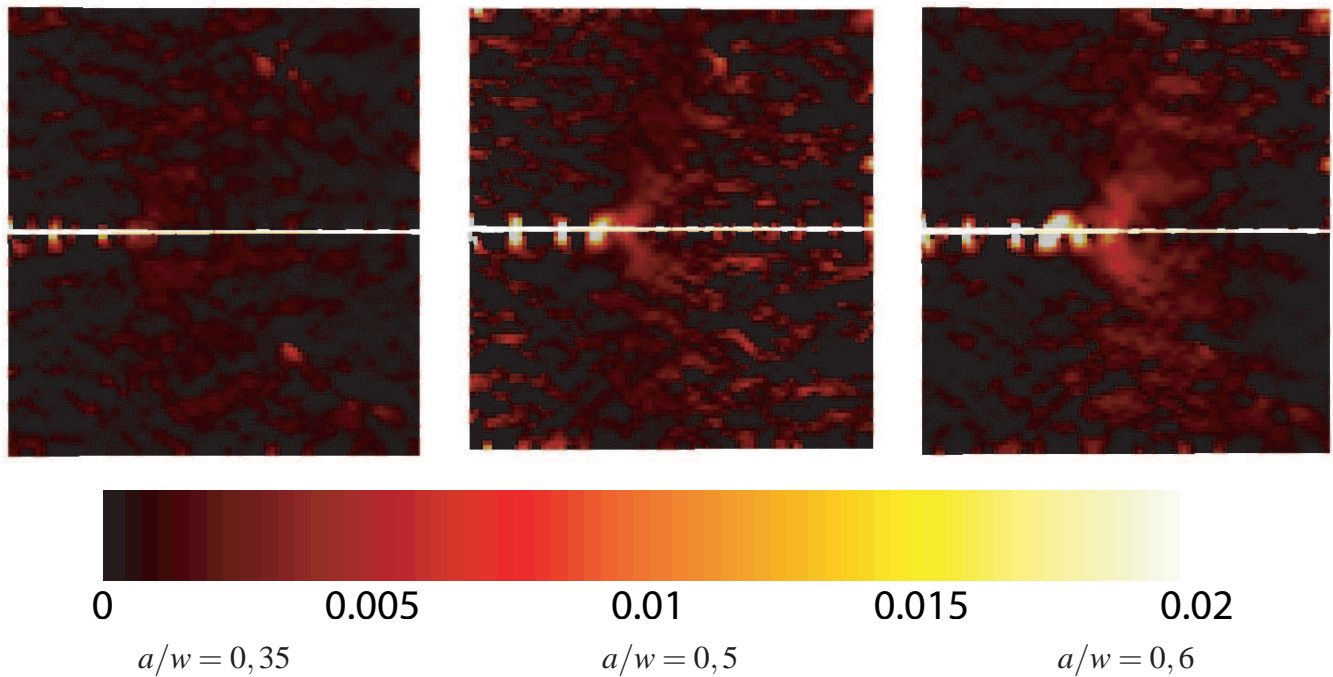


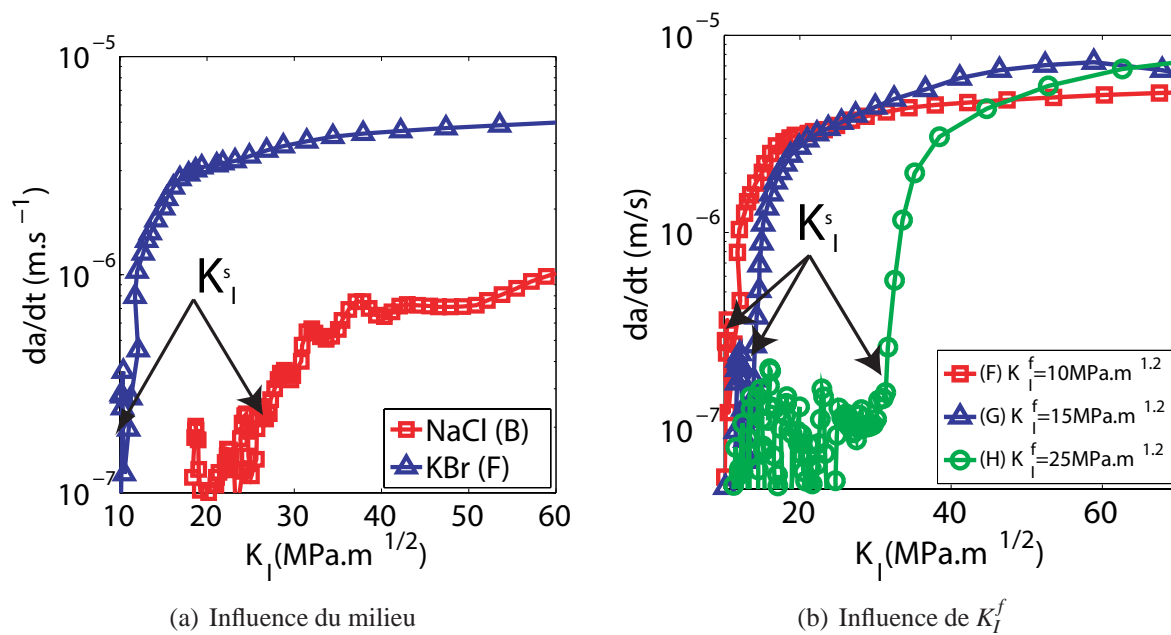
FIGURE 4.12: Déformations de Green-Lagrange (E_{yy}) pour un essai de traction lente réalisé sur une éprouvette pré-fissurée et pré-oxydée en milieu KBr ($0,5M$) désaéré et sous polarisation anodique ($e = 250mV/ECS$)

un régime plus rapide. La transition permettant de passer d'un régime à l'autre est obtenue pour des valeurs de K_I plus faibles que précédemment ($K_I^s = 10MPa \cdot \sqrt{m}$). Le tableau 4.3 permet de comparer les différentes grandeurs (vitesse de propagation, facteurs d'intensité des contraintes seuil) obtenues lors d'essais de traction lente réalisés dans les deux milieux. On observe donc qu'avec des facteurs d'intensité des contraintes de fin de propagation par fatigue égaux ($K_I^f = 10MPa \cdot \sqrt{m}$), on obtient des vitesses de propagation en régime 1 (\dot{a}_1) équivalentes. Néanmoins pour le milieu KBr , des vitesses de fissuration 5 fois plus élevées sont obtenues pour la seconde phase de fissuration bien que K_I^s soit plus plus faible.

Plusieurs essais de traction lente, avec différentes valeurs de facteurs d'intensité de fin de propagation par fatigue (K_I^f), ont pu être menés dans ce milieu (essais (F), (G) et (H)). Pour chacun d'eux, on observe deux régimes de propagation avec des valeurs de vitesses de propagation respectives reproductibles : $\dot{a}_1 \simeq 10^{-7}m \cdot s^{-1}$ et $\dot{a}_2 \simeq 5 \cdot 10^{-6}m \cdot s^{-1}$ (figure 4.13(b)). En revanche la transition permettant de passer du régime 1 au régime 2 (K_I^s) apparaît comme étant sensible à K_I^f . En effet pour ces trois essais, K_I^s semble correspondre à K_I^f ce qui met en évidence les effets de l'histoire de chargement sur le déclenchement d'une fissuration rapide par CSC.

TABLEAU 4.3: Estimation des vitesses de propagation de fissure pour des essais de traction lente réalisés en milieu *NaCl* ou *KBr* désaéré

Milieu	<i>NaCl</i> (essai (A))	<i>KBr</i> (essai (F))
$\dot{a}_1 (m.s^{-1})$	$1,18.10^{-7}$	$1,38.10^{-7}$
$\dot{a}_2 (m.s^{-1})$	$1,9.10^{-6}$	$4,9.10^{-6}$
$K_I^f (MPa\sqrt{m})$	10	10
$K_I^s (MPa\sqrt{m})$	$\simeq 25$	$\simeq 10$

**FIGURE 4.13:** Vitesse de propagation en fonction de K_I pour différents essais de CSC sous traction lente réalisé avec K_I^f variable

4.4.2 Considérations électrochimiques

Les courants de dissolution électrochimique sont comparés en fonction du milieu considéré. La figure 4.14 donne l'évolution du courant I en fonction de la taille de la fissure propagée par CSC (Δa), pour deux essais réalisés sous traction lente en milieux *NaCl* (essai (A)) et *KBr* (essai (F)) désaérés (respectivement $e = 150\text{mV}/\text{ECS}$ et $e = 250\text{mV}/\text{ECS}$). Cette courbe met clairement en évidence que le milieu *NaCl* favorise davantage les réactions électrochimiques car les courants mesurés sont beaucoup plus élevés qu'en milieu *KBr*, malgré un potentiel imposé plus élevé en milieu *KBr*.

Un essai sous charge constante est alors mis oeuvre en milieu *KBr* dans le but de vérifier la localisation électrochimique en pointe de fissure (essai (I)). La figure 4.15(a) donne le chemin de chargement en fonction de K_I ainsi que l'évolution de la taille de la fissure (Δa). Après une montée en charge lente, l'effort est maintenu à 3200N , ce qui induit ici une évolution de K_I constante ($22\text{MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$) car la longueur de fissure n'augmente que très peu au cours du temps (essai (I)). On observe que Δa tend vers une valeur constante, ce qui induit une diminution au cours du temps de la vitesse de propagation de la fissure. Les mesures de courant de dissolution semblent en accord avec l'évolution de Δa car le courant diminue au cours du temps et induit une estimation de h_χ constante (figure 4.15(b)). En estimant h_χ avec l'équation donnée par 4.8, on obtient une valeur constante au cours du temps et très faible de l'ordre de $h_\chi = 0,06\mu\text{m}$, qui correspond, pour notre matériau, à l'ordre de grandeur de la taille d'un joint de grain. En milieu *KBr* désaéré, sous polarisation anodique ($e = 250\text{mV}/\text{ECS}$) et sous charge constante, le courant anodique mesuré traduit donc bien la dissolution localisée en pointe de fissure.

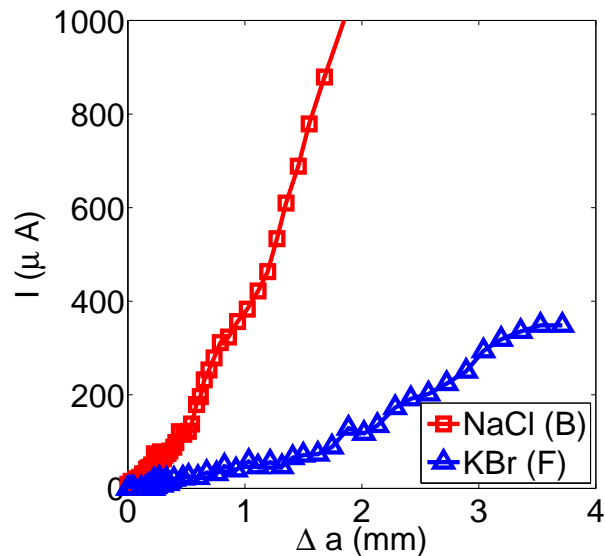


FIGURE 4.14: Comparaisons des courants de dissolution en fonction de la taille de la fissure entre les milieux *NaCl* et *KBr* sous sollicitation de traction lente et sous polarisation anodique.

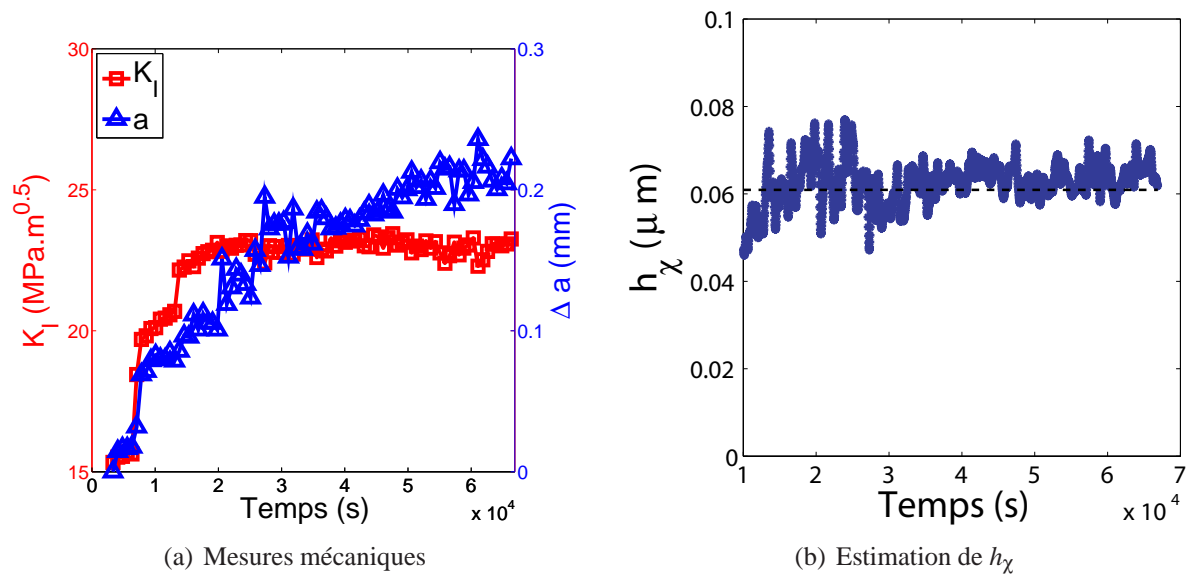


FIGURE 4.15: Résultats mécaniques et électrochimiques d'un essai réalisé à charge constante en milieu *KBr* désaéré sous polarisation anodique (essai (I))

4.4.3 Analyse fractographique

L'observation des faciès de rupture au *MEB* révèle le caractère fragile de la fissuration en CSC en milieu *KBr* désaéré (essai (F)). Sur la figure 4.16(a), on distingue clairement l'entaille et la pré-fissure où aucune piqûre n'est observée. Les figures 4.16(b), 4.16(c), 4.16(d) et 4.16(e) donnent les images *MEB* sur les zones respectivement définies (b), (c), (d) et (e). Une flèche indique le sens de la propagation de la fissure. Sur la première image, on note la présence presque exclusive de rupture intergranulaire. La transition intergranulaire/transgranulaire n'est pas explicite. En revanche, on remarque qu'à mesure que la fissure se propage, le faciès de rupture présente de plus en plus de traces de rupture transgranulaire fragile avec la présence de "fluting", correspondant à la déchirure ductile le long des plans prismatiques (figures 4.16(c) et 4.16(d)). L'image 4.16(e) correspond à la toute fin de propagation de la fissure et révèle la présence de cupules signes de la rupture du type ductile. Cette zone est toutefois très peu étendue sur le faciès.

Nous confirmons, par ces observations, la repassivation des lèvres de la fissure au fur et à mesure de son avancée (faciès non corrodé) avec une localisation de la dissolution en pointe de fissure.

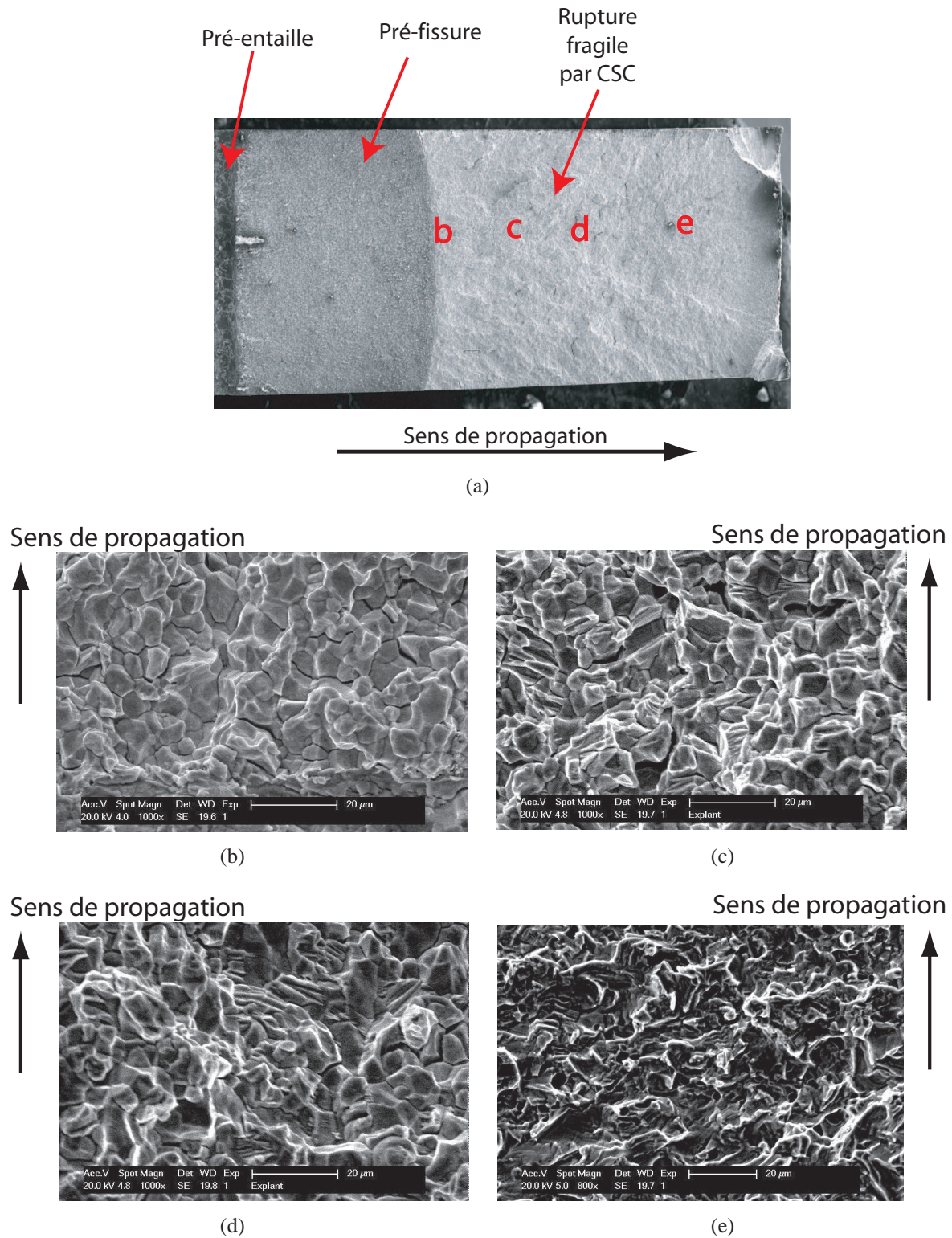


FIGURE 4.16: Observation d'un faciès de rupture de CSC obtenu sous traction lente en milieu *KBr* désaéré 0,5M (essai (F))

Bilan

Les résultats obtenus montrent que la fissuration par CSC du Zircaloy-4 se produit selon deux régimes de propagation en traction lente et ce quelque soit le milieu considéré (*KBr* ou *NaCl* désaéré). L'accélération de la fissuration se produit après passage d'un seuil en intensité des contraintes (K_I^s) plus faible en milieu *KBr*. Les ruptures observées sont de type fragile intergranulaire et mixte intergranulaire-transgranulaire en milieu *KBr* et transgranulaire en milieu *NaCl*. La polarisation anodique est nécessaire pour garantir ces modes de fissuration fragile car dès que celle-ci est absente, la fissuration redevient ductile.

En revanche, lors d'essais réalisés à charge constante, les vitesses de fissuration sont beaucoup moins élevées, malgré des niveaux d'intensité des contraintes similaires à ceux obtenus sous traction lente. Dans ce cas, l'avancée de la fissure est principalement gouvernée par la dissolution anodique. Dans le cas où la repassivation est plus lente que la propagation de la fissure (milieu *NaCl* désaéré), la fissure croît à vitesse constante. Dans le cas où la repassivation est plus rapide que la propagation de la fissure (milieu *KBr* désaéré), la fissure ralentit jusqu'à s'arrêter.

Les résultats montrent également que les effets mécaniques restent cependant nécessaires pour provoquer la fissuration par CSC, puisqu'il faut franchir un seuil en intensité des contraintes pour provoquer l'accélération de la fissuration (K_I^s). Les différences de vitesse de fissuration obtenues entre les essais réalisés à K_I constant ou à charge constante et les essais sous traction lente montrent que la variation de K_I (\dot{K}_I) gouverne également la vitesse de fissuration.

Le milieu *KBr* semble ainsi le plus approprié pour étudier la contribution électrochimique sur la fissuration, puisque les cinétiques de repassivation sont plus importantes et permettent de mieux localiser la dissolution en pointe de fissure. De plus, on mesure des cinétiques de propagation de fissures plus importantes, avec une fragilité plus marquée malgré des activités électrochimiques plus faibles. Il semble donc que les synergies soient beaucoup plus marquées dans ce cas.

Sur la base des résultats expérimentaux obtenus en milieu *KBr* désaéré, nous proposons dans la section suivante un modèle phénoménologique de propagation de fissure par CSC pour notre cas d'étude.

4.5 Vers une loi phénoménologique de propagation de fissure en CSC

4.5.1 Proposition d'un modèle phénoménologique

Les essais présentés dans les parties précédentes mettent clairement en évidence l'existence de plusieurs régimes de propagation. D'une part, un régime avec une vitesse de propagation de fissure élevée est observé lorsque \dot{K}_I est relativement grand (traction lente) et lorsque K_I dépasse un facteur

d'intensité des contraintes seuil (K_I^s) qui semble dépendre de l'histoire de chargement. D'autre part, un régime avec une faible vitesse de propagation est obtenu lorsque \dot{K}_I est faible (essai à charge constante ou à K_I constant) ou lorsque K_I est inférieur à K_I^s pour des valeurs de \dot{K}_I élevées (traction lente).

Pour tous ces essais de CSC, on peut tracer l'évolution des vitesses moyennes da/dt en fonction des vitesses moyennes de sollicitation \dot{K}_I pour chaque régime de propagation. Ainsi la figure 4.17 met en évidence, pour les deux milieux aqueux halogénés étudiés et toutes les sollicitations mécaniques testées, une dépendance nette de da/dt à \dot{K}_I . Nous avons d'abord référencé les 5 essais en traction lente réalisés en milieu *NaCl* et *KBr* (A,B et F,G,H) et nous y avons distingué les régimes 1 et 2. Puis nous avons considéré les 2 essais à charge constante : (C) en milieu *NaCl* et (I) en milieu *KBr*.

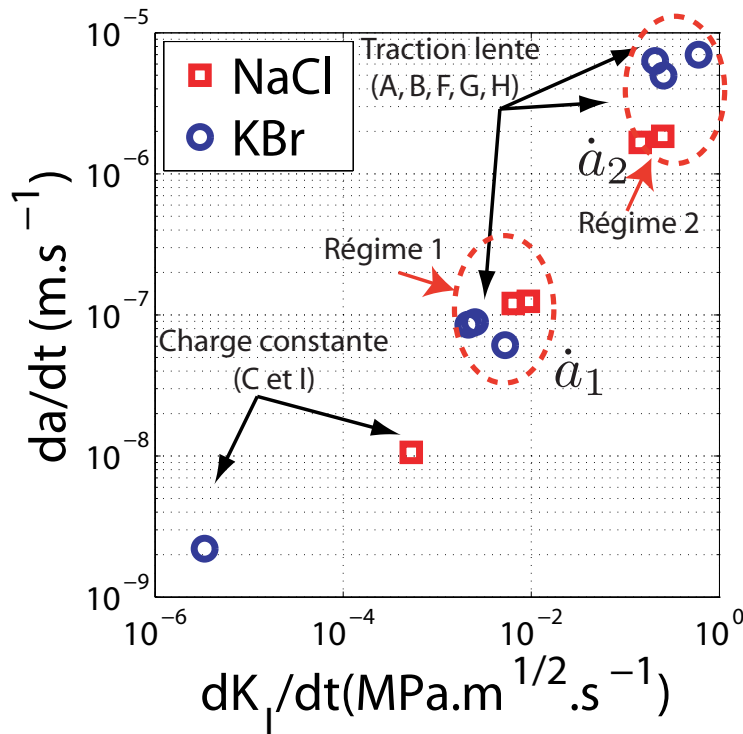


FIGURE 4.17: Évolution de da/dt en fonction de dK_I/dt pour différents essais de CSC

Les figures 4.18(a) et 4.18(b) montrent la définition des trois régimes de propagation pour les essais de traction lente réalisés en milieu *KBr* 0,5M désaéré. Pour affiner cette étude, il convient d'estimer les vitesses de propagation instantanées. Pour des faibles variations de K_I ou de a (régime 1 en traction lente ou essais à charge constante), il est difficile d'obtenir des valeurs précises puisque les bruits de mesures sont ici beaucoup amplifiés. En revanche pour le deuxième régime (régime de propagation rapide sous traction lente), il est possible de les évaluer avec une meilleure précision.

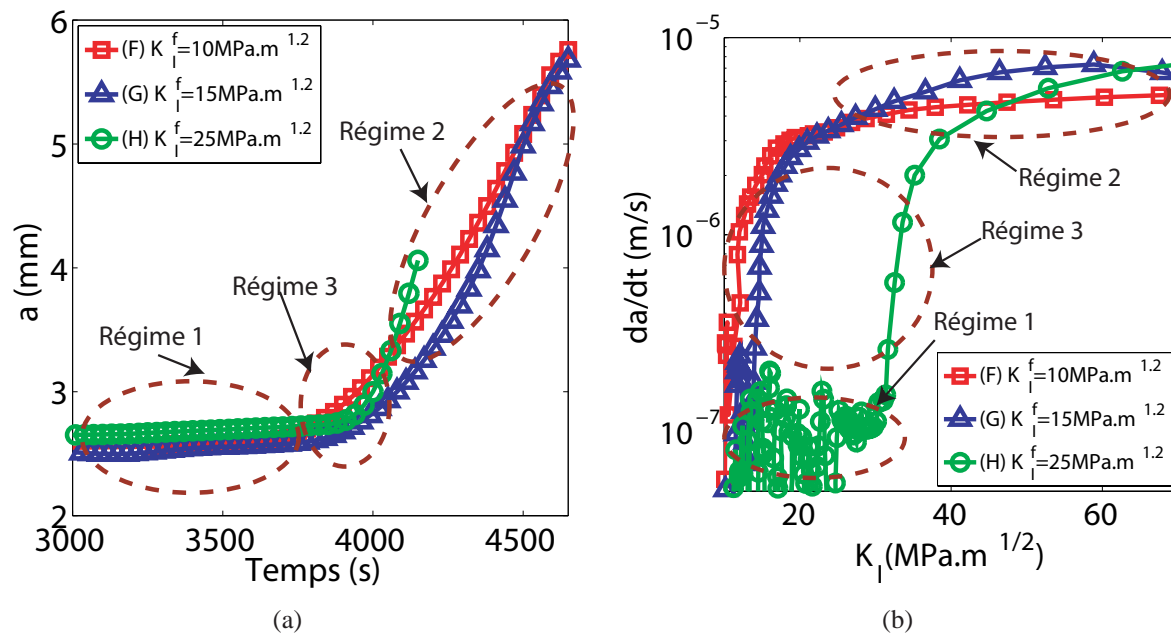


FIGURE 4.18: Mise en évidence des régimes de propagation sur les évolutions de a en fonction du temps et da/dt en fonction de K_I pour des essais en traction lente en milieu KBr désaéré.

On réalise alors cette analyse dans le milieu KBr $0,5M$ désaéré. Pour le régime 1, on garde les estimations moyennes alors que pour les régimes 3 et 2, on utilise dorénavant les valeurs instantanées de da/dt et dK_I/dt . La figure 4.19 donne l'évolution de da/dt en fonction de dK_I/dt en distinguant les différents régimes.

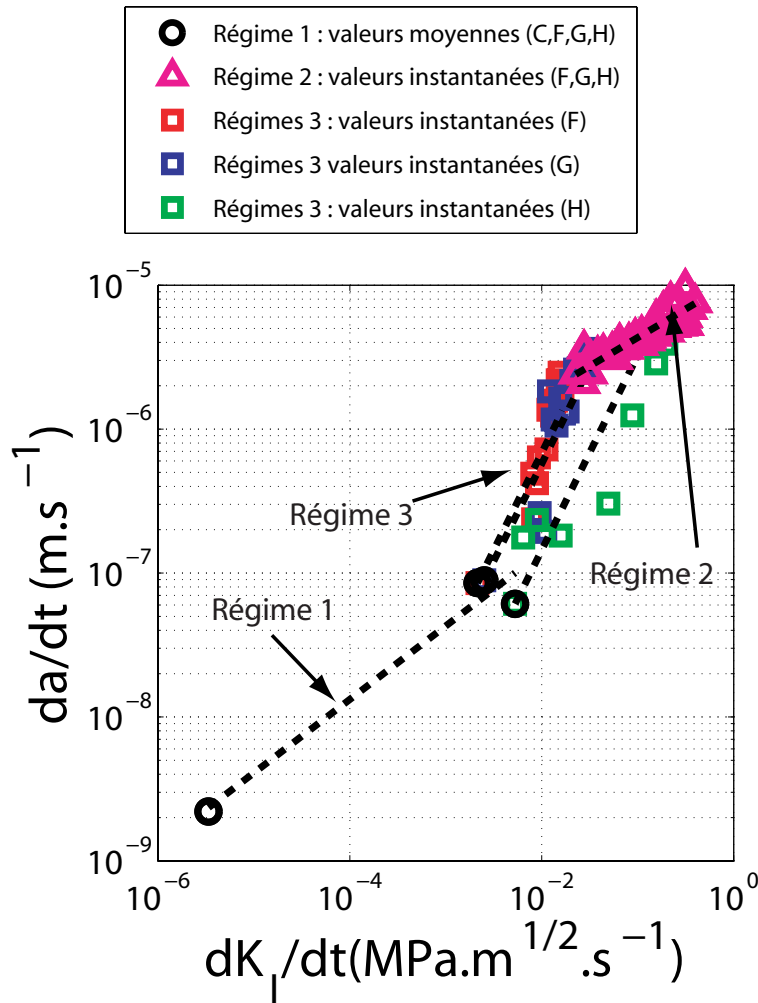


FIGURE 4.19: Évolution de da/dt en fonction de dK_I/dt pour différents essais de CSC réalisés en milieu KBr désaéré

Sur chaque régime, une dépendance linéaire en échelle logarithmique semble se dessiner ce qui permet de justifier l'utilisation d'un modèle avec une loi puissance donnant l'évolution de \dot{a}_i (vitesse instantanée au sein du régime i) en fonction de \dot{K}_I . On propose alors une loi de propagation avec l'introduction de 6 paramètres (α_1 , α_2 , α_3 , n_1 , n_2 et n_3). On introduit également respectivement les variations seuils en K_I pour passer du régime 1 au régime 3 (\dot{K}_I^{s1}) et du régime 3 au régime 2 (\dot{K}_I^{s2}) :

$$\left\{ \begin{array}{l} \dot{a}_1 = \alpha_1 \cdot \left(\frac{dK_I}{dt} \right)^{n_1} \\ \dot{a}_3 = \alpha_3 \cdot \left(\frac{dK_I}{dt} \right)^{n_3} \quad \text{si } dK_I/dt \geq \dot{K}_I^{s1} \quad \text{et } K_I > K_I^s \\ \dot{a}_2 = \alpha_2 \cdot \left(\frac{dK_I}{dt} \right)^{n_2} \quad \text{si } dK_I/dt \geq \dot{K}_I^{s2} \end{array} \right. \quad (4.10)$$

En échelle logarithmique, chacun de ces régimes est alors modélisé par une droite ayant pour coefficient directeur n_i et pour ordonnée à l'origine α_i . Les données des régimes 3 et 2 sont obtenues pour les trois essais de traction lente (dénommés (F), (G) et (H) sur la figure 4.13(b)). La figure 4.19 montre que, contrairement au régime 2, l'initiation du régime 3 ne se produit pas pour une valeur fixe de \dot{K}_I^s . On fait ici l'hypothèse que ce seuil (\dot{K}_I^{s1}) dépend de la vitesse de sollicitation atteinte une fois que K_I dépasse K_I^s . On obtient alors la relation suivante :

$$\dot{K}_I^{s1} = \dot{K}_I (K_I \geq K_I^s) \quad (4.11)$$

Il en découle une relation entre α_3 , α_1 , n_1 , n_3 et \dot{K}_I^{s1} en considérant que la droite décrivant le régime 1 coupe la droite décrivant le régime 3 lorsque $\dot{K}_I(t) = \dot{K}_I^{s1}$:

$$\alpha_3 = \alpha_1 \cdot (\dot{K}_I^{s1})^{n_1 - n_3} \quad (4.12)$$

Les droites de chacun des régimes 3 sont, quant à elles, limitées par la droite décrivant le régime 2. On obtient alors une estimation de \dot{K}_I^{s2} en fonction de α_3 , α_2 , n_2 , n_3 :

$$\dot{K}_I^{s2} = \left(\frac{\alpha_3}{\alpha_2} \right)^{\frac{1}{n_2 - n_3}} \quad (4.13)$$

En combinant les équation 4.12 et 4.13, on obtient :

$$\dot{K}_I^{s2} = \left(\frac{\alpha_1}{\alpha_2} \right)^{\frac{1}{n_2 - n_3}} \cdot (\dot{K}_I^{s1})^{\frac{n_1 - n_3}{n_2 - n_3}} \quad (4.14)$$

Finalement, en combinant les équations 4.10, 4.11 et 4.14, on obtient la loi de propagation suivante :

$$\left\{ \begin{array}{l} \dot{a}_1 = \alpha_1 \cdot \left(\frac{dK_I}{dt} \right)^{n_1} \\ \dot{a}_3 = \alpha_1 \cdot (\dot{K}_I^{s1})^{n_1 - n_3} \cdot \left(\frac{dK_I}{dt} \right)^{n_3} \quad \text{si} \quad dK_I/dt \geq \dot{K}_I^{s1} \quad \text{et} \quad K_I > K_I^s \\ \dot{a}_2 = \alpha_2 \cdot \left(\frac{dK_I}{dt} \right)^{n_2} \quad \text{si} \quad dK_I/dt \geq \left(\frac{\alpha_1}{\alpha_2} \right)^{\frac{1}{n_2 - n_3}} \cdot (\dot{K}_I^{s1})^{\frac{n_1 - n_3}{n_2 - n_3}} \end{array} \right. \quad (4.15)$$

L'identification des paramètres de cette loi de propagation est obtenue par une régression linéaire sur chacun des régimes sur les évolutions de da/dt en fonction de dK_I/dt . Le tableau 4.4 donne alors les différentes valeurs obtenues.

L'expression de la vitesse de propagation dans le régime 3 montre que, lorsque dK_I/dt reste proche de \dot{K}_I^{s1} , \dot{a}_3 reste sensiblement égale à \dot{a}_1 . Pour franchir ce seuil de transition, il faut ainsi que l'accélération de la propagation de la fissure soit suffisante. Ce modèle montre donc que la propagation de fissure est principalement gouvernée par la vitesse de sollicitation locale en pointe de fissure évaluée par la variation de K_I . Ce paramètre cinétique englobe les facteurs électrochimiques puisqu'il gouverne la compétition entre dissolution et repassivation des surfaces libres créées en pointe

TABLEAU 4.4: Valeurs numériques issues de l'identification du modèle phénoménologique

	Régime 1	régime 2	Régime 3
n_i	0.51	0.40	1.35
$\alpha_i \left(\mu m.s^{-1} (MPa.\sqrt{m})^{-n_i} \right)$	1.07	10.78	$\alpha_3 = \alpha_1 \cdot (\dot{K}_I^{s1})^{n_1 - n_3}$

de fissure. L'existence d'un facteur d'intensité des contraintes seuil (K_I^s) permettant de passer d'un régime lent à un régime rapide et dépendant de l'histoire de chargement, confirme que la plasticité joue également un rôle puisque il est nécessaire d'apporter des nouvelles dislocations pour provoquer une fissuration rapide en CSC.

4.5.2 Validation du modèle de propagation

4.5.2.1 Définition du chemin de chargement visé

Les essais de validation sont mis en oeuvre dans le but de vérifier que le modèle proposé précédemment est valide dans un domaine d'application plus étendu. On s'attachera ainsi à vérifier que le passage d'un régime lent (régime 1) à un régime rapide (régime 3 puis 2) de propagation s'effectue avec les conditions énoncées par l'équation 4.15. Ces essais sont réalisés sur des éprouvettes pré-oxydées et pré-fissurées de Zircaloy-4 avec le facteur d'intensité des contraintes résiduel de fin de pré-fissuration (K_I^f) et la longueur de pré-fissure connus (Cf essais (J) et (K) dans le tableau 4.1). L'idée est ici d'imposer un profil de chargement spécifique permettant de dépasser K_I^s avec une vitesse de sollicitation (\dot{K}_I) suffisante pour que la fissure se propage selon les régimes rapides 3 ou 2. En imposant une valeur constante de K_I (K_I^t), on espère également vérifier qu'avec \dot{K}_I nul, la propagation est inexistante. La figure 4.20 illustre ainsi le profil de chargement visé pour ce type d'essai. La commande s'effectue avec le paramètre K_I qui est imposé en utilisant la technique du *Load-Shedding* décrit dans la partie 2.2.1.1 associé à la mesure en temps réel par corrélation d'images de K_I .

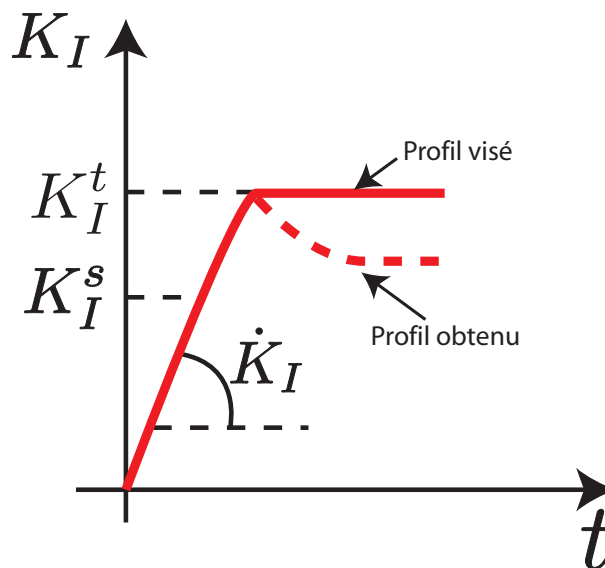


FIGURE 4.20: Définition du profil de chargement visé et obtenu en K_I pour des essais de validation du modèle.

4.5.2.2 Chemin de chargement réel

Les figures 4.21(a) et 4.21(b) illustrent les allures de K_I au cours du temps appliqués à deux essais de validation (J) et (K). On réalise successivement différentes montées en charge pour différentes valeurs cibles de K_I (K_I^t) matérialisées ici par les traits pointillés horizontaux. On note que le maintien d'une valeur de K_I constante est obtenu avec plus ou moins de réussite et qu'il est difficile d'obtenir la valeur cible tant l'inertie de la propagation de fissure est élevée dès lors que l'on passe du régime 1 au régime 3, comme l'illustre également la figure 4.20.

Les figures 4.22(a) et 4.22(b) donnent les évolutions de a et du courant de dissolution (I) en fonction du temps. Ainsi, différentes corrélations apparaissent entre les grandeurs mécaniques et électrochimiques. La longueur de fissure (a) évolue uniquement lors des montées en charge (\dot{K}_I non nul). La fissure est en revanche stoppée lors des phases de maintien de K_I à des valeurs constantes. On obtient ainsi une évolution par paliers de a . On vérifie bien ici que lorsque \dot{K}_I est faible voire nul, \dot{a} est également nul. La propagation de la fissure est provoquée par le franchissement d'un niveau seuil d'intensité des contraintes $K_I^{s_i}$ de l'étape i qui évolue au cours de l'histoire de chargement puisqu'il faut à nouveau franchir la valeur maximale précédemment atteinte de K_I pour que la propagation de fissure se produise à nouveau sinon la longueur de fissure a reste constante (figures 4.23(a) et 4.23(b)).

La validation quantitative de la loi de propagation phénoménologique, proposée dans la partie précédente, est effectuée en utilisant comme donnée d'entrée, le chemin de chargement défini par $K_I(t)$ et $\dot{K}_I(t)$ (figures 4.21(a) et 4.21(b)). La vitesse de propagation de la fissure (da/dt) est obtenue directement à partir de l'équation 4.15. Par intégration temporelle, on en déduit l'évolution de la longueur de la fissure donnée par le modèle. On peut ainsi comparer la taille de la fissure estimée par ce modèle avec celle mesurée pendant les essais par corrélation d'images (figures 4.24(a) et 4.24(b)).

On constate que le modèle phénoménologique permet de prévoir avec une bonne précision l'évo-

lution de la taille de la fissure en fonction du chemin de chargement. Ce modèle démontre que les régimes de propagation rapide de fissure de CSC (régimes (2) et (3)) sont régis par la vitesse de sollicitation et par l'apport de nouvelles dislocations, puisque a augmente uniquement lorsque \dot{K}_I est suffisant et que K_I dépasse K_I^s représentant l'état de plasticité en pointe de fissure.

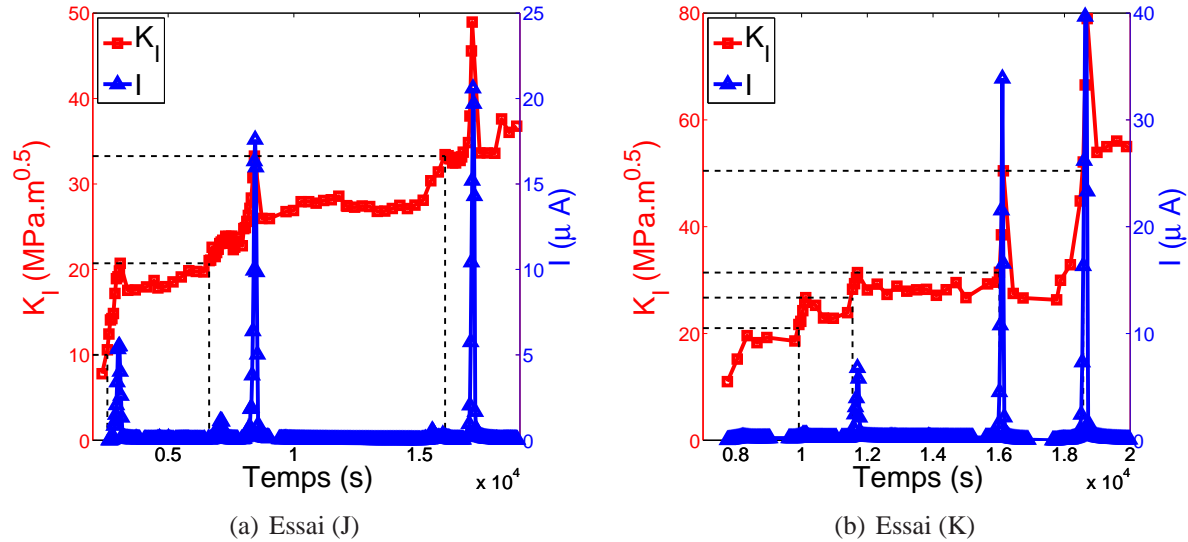


FIGURE 4.21: Chemins de chargement réels et évolution conjointe du courant pour les essais de validation réalisés (essais J et K) en milieu KBr désaéré sous polarisation anodique ($e = 250mV/ECS$)

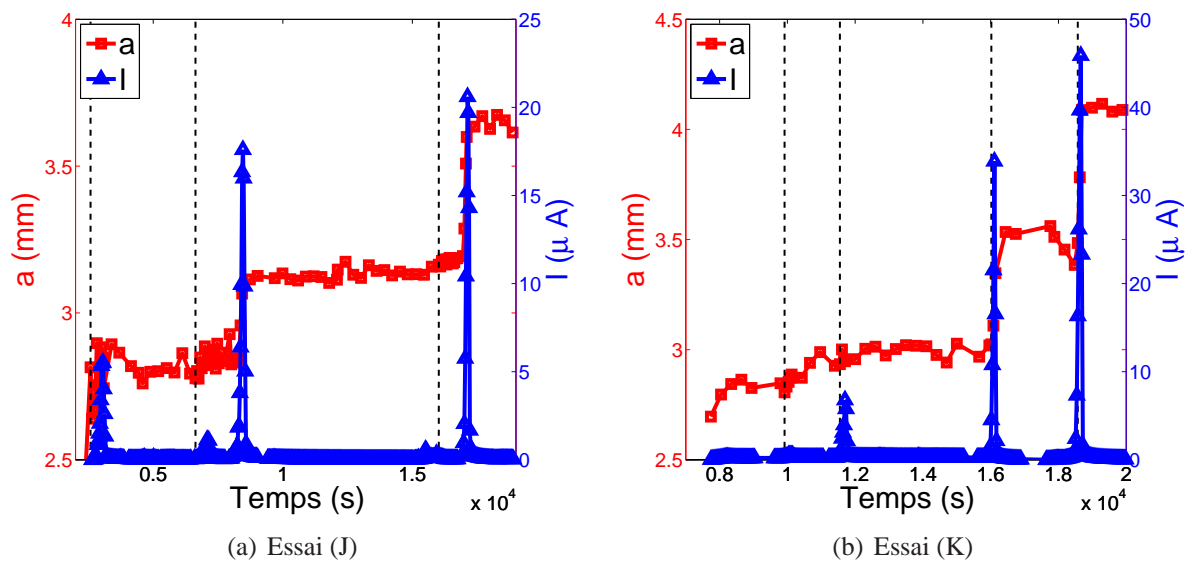


FIGURE 4.22: Confrontation des valeurs de a et I au cours du temps pour les essais de validation (J) et (K).

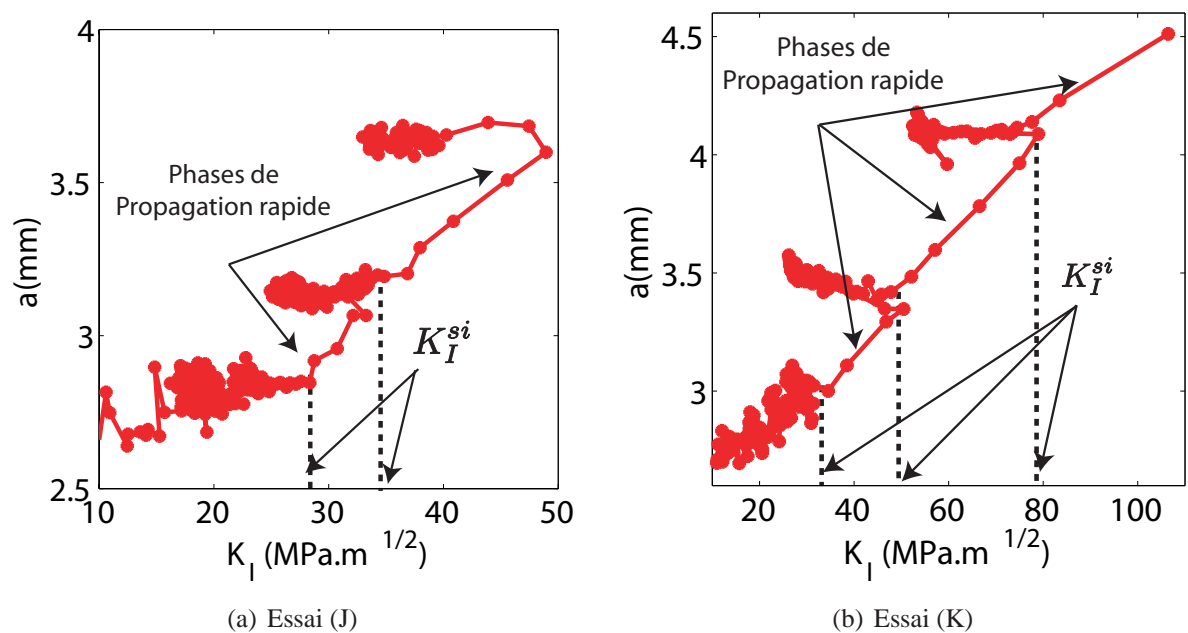


FIGURE 4.23: Évolution de la longueur de fissure en fonction de l'intensité des contraintes pour les essais de validation (J) et (K).

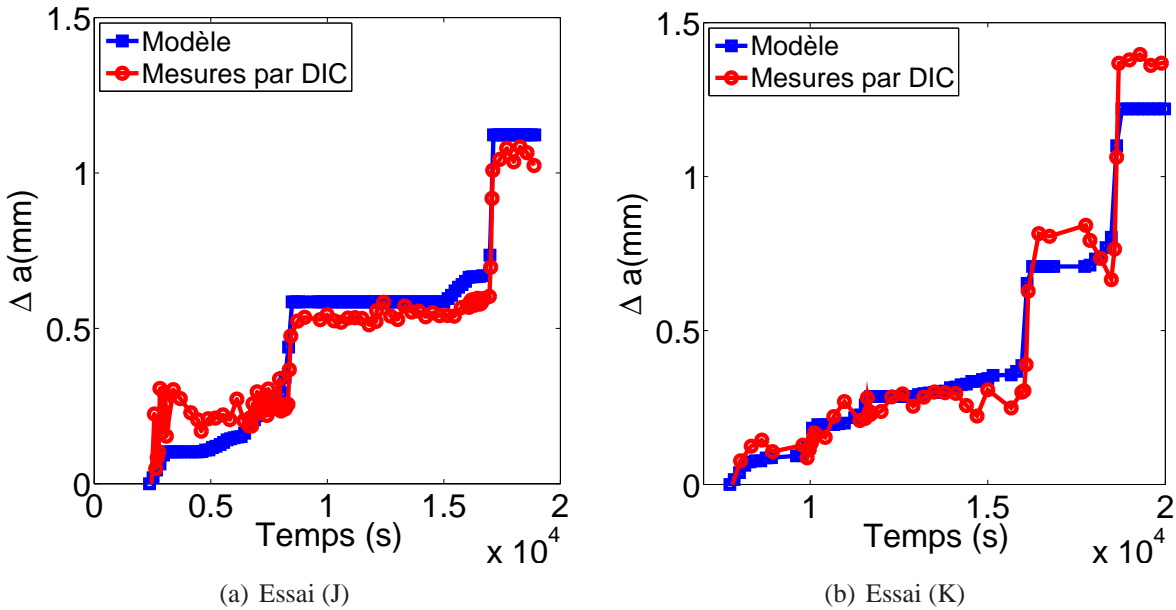


FIGURE 4.24: Vérification de la prédiction de a au cours du temps avec le modèle de propagation de fissure proposé pour les essais (J) et (K).

4.5.2.3 Mesure du courant anodique local : considérations électrochimiques et fractographiques

Sur les figures 4.21(a), 4.21(b), 4.22(a) et 4.22(b), nous avons observé des pics d'intensité de courant anodique (I) pour chaque franchissement de palier. Ainsi l'activité électrochimique joue vraisemblablement un rôle ici. La croissance d'une fissure d'un point de vue électrochimique est donnée par la grandeur Δa_χ qui peut être estimée en considérant que la hauteur de surface active reste constante au cours de la propagation à l'aide des équations 4.8 et 4.9 :

$$\Delta a_\chi = \frac{M}{4\rho F \cdot B} \cdot \frac{\int_{t=0}^t I \cdot dt}{h_\chi}. \quad (4.16)$$

L'intégration du courant I est obtenue par intégration numérique avec la méthode des trapèzes. Ici, Δa_χ est comparé à Δa (incrément de la longueur de fissure mesuré par *DIC*). Les figures 4.25(a) et 4.25(b) montrent qu'avec respectivement $h_\chi = 0,1\mu\text{m}$ et $h_\chi = 0,08\mu\text{m}$ pour les essais (J) et (K), l'estimation de Δa_χ est en bonne adéquation avec les mesures effectuées par corrélation d'images. On confirme donc que la dissolution reste ici localisée en pointe de fissure comme c'était le cas précédemment en charge constante en milieu *KBr*. Les valeurs de h_χ obtenues ici sont d'ailleurs du même ordre de grandeur que celle obtenue lors d'un essai à charge constante (Cf paragraphe 4.4.2, essai (I) avec $h_\chi = 0,06\mu\text{m}$). Cette analyse montre également, que les mesures des courants de dissolution sont dans les bons ordres de grandeur pour estimer que la propagation de fissure est gouvernée par la dissolution électrochimique et qu'elle contribue à la fragilisation en pointe de fissure.

Les analyses fractographiques (figure 4.26) permettent de confirmer l'absence de piqûres parasites et de corrosion prononcée sur le faciès de rupture (pré-entaille, pré-fissure et fissure de CSC).

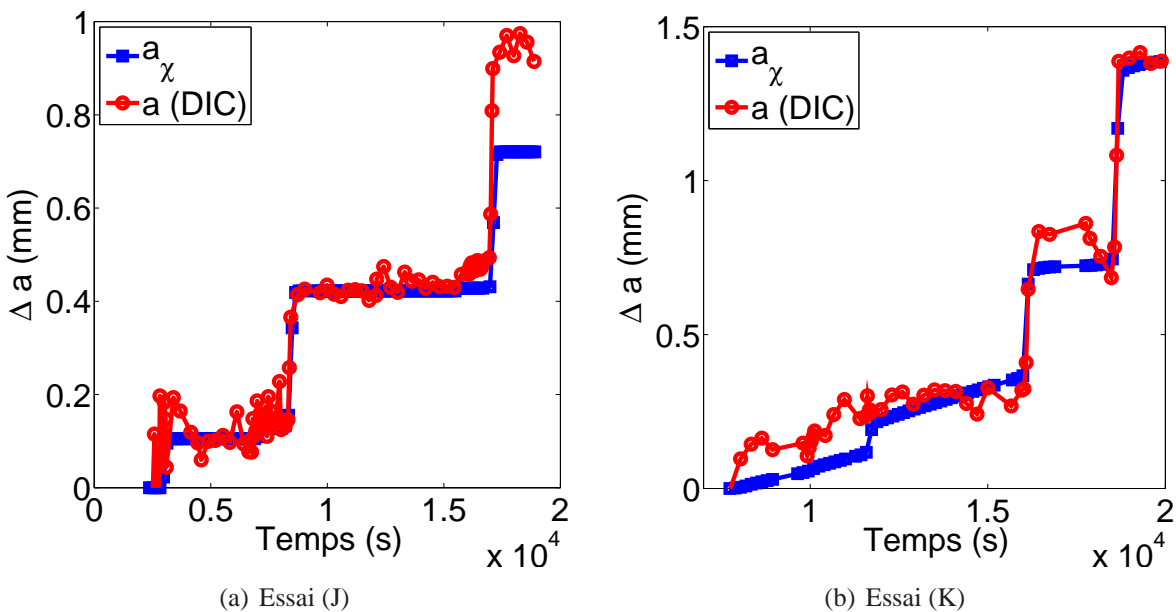


FIGURE 4.25: Quantification électrochimique de la propagation de fissure

Ceci confirme que la repassivation est très présente dans ce milieu. D'autre part, la rupture par CSC est de type fragile (figure 4.26(a)). Les faciès de rupture, comme pour les essais de traction lente, présentent des zones de rupture intergranulaire (en début de propagation) puis mixte transgranulaire-intergranulaire. Ceci est d'autant plus remarquable que pour ces essais, les échantillons sont restés beaucoup plus longtemps en contact avec la solution agressive (environ 7h ici contre 2h30 en traction lente et milieu NaCl sur la figure 4.11(a)). Les figures 4.26(b) et 4.26(c) donnent, avec un fort grossissement, des images de la rupture par CSC au niveau de l'amorçage. La rupture est d'abord du type intergranulaire. Des traces de rupture transgranulaire sont déjà présentes ici mais elles sont de plus en plus accentuées lorsque la fissure croît (figures 4.26(d) et 4.26(e)). Comme pour les travaux présentés dans la littérature [FAR 03] [FAR 04], la propagation transgranulaire apparaît donc comme le mode de fissuration principal de CSC surtout lorsque l'intensité des contraintes devient élevée. La dissolution vient ici fragiliser les liaisons atomiques et provoquer la rupture par clivage des grains.

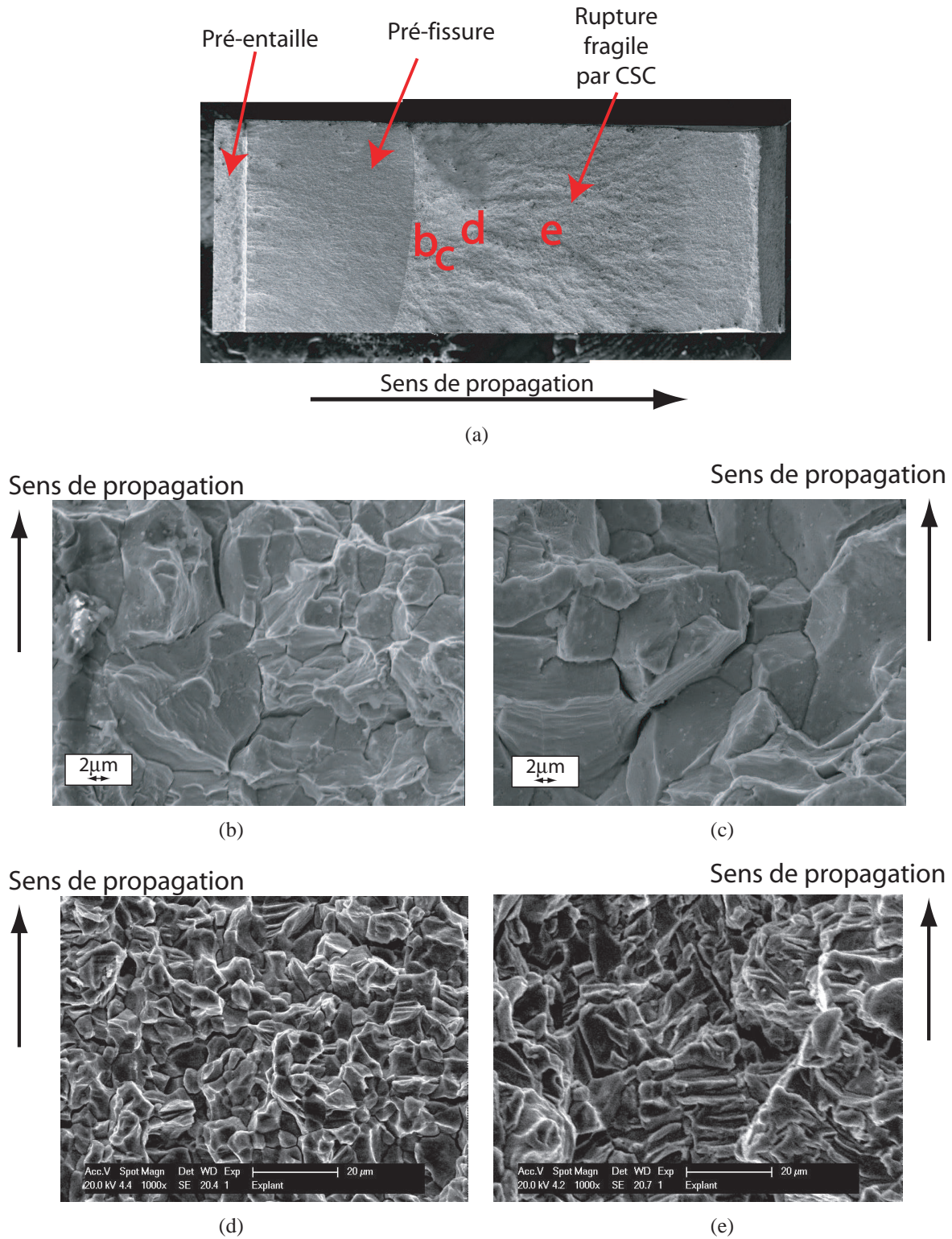


FIGURE 4.26: Observation d'un faciès de rupture de CSC pour un essai de validation réalisé en milieu *KBr* désaéré 0,5M (essai (J))

4.6 Discussion des résultats expérimentaux obtenus

La plupart des études relatives à la fissuration par CSC présentées dans la littérature (Cf chapitre 1), proposent d'évaluer la vitesse de propagation de fissure (da/dt) en fonction de K_I avec un ensemble de sollicitations mécaniques conventionnelles (déformation imposée, charge constante ou traction lente) [COX 73] [WIN 05] [COX 90] [IBR 08] [SHI 08]. En revanche l'histoire de chargement liée à la pré-fissuration par fatigue n'est que très peu étudiée [HIR 85], tout comme des chargements directement liés à K_I ou à sa variation (\dot{K}_I). La démarche expérimentale proposée ici, se veut originale puisque nous avons été capables de maîtriser avec une bonne précision la commande en facteur d'intensité des contraintes en mode I. Nous avons ainsi pu étudier l'évolution de da/dt en fonction de K_I et montrer que la variation de l'état de contrainte local en pointe de fissure, estimée par \dot{K}_I , gouverne les vitesses de fissuration par CSC. Il reste, toutefois, quelques améliorations possibles à apporter à cette démarche expérimentale du point de vue des sollicitations mécaniques, car l'inertie de la propagation de la fissure est encore difficilement maîtrisable surtout pour les régimes 2 ou 3 de propagation (essais de validation (J) et (K)). Pour obtenir un chemin de chargement égal au chemin visé, il faudrait améliorer les paramètres d'asservissement des essais de CSC en tenant compte de l'inertie des cinétiques de propagation des fissures.

Face à l'ensemble des données bibliographiques énoncées dans le premier chapitre, cette étude expérimentale de la fissuration par CSC du Zircaloy-4 en milieu aqueux halogéné, a permis de répondre à un certain nombre de questions. Une estimation *in-situ* des grandeurs mécaniques au cours du temps, permet déjà de s'assurer que nous assistons bien à la propagation d'une fissure unique de CSC en mode I. De plus, cette caractérisation permet de renforcer les observations globales qui avaient pu être réalisées pour ce système [FAR 03] [FAR 04] sur le caractère fragile de la fissuration mais aussi en termes de mesures précises et instantanées des vitesses de propagation. L'avantage de notre approche est qu'elle permet de s'affranchir des mesures globales des vitesses de sollicitation, telles qu'elles ont pu être présentées par Farina *et al* [FAR 03] avec le taux de déformation ($\dot{\epsilon}$). Nous utilisons alors dK_I/dt qui quantifie directement les variations locales de l'état de contrainte en pointe de fissure selon lesquelles différents régimes de propagation sont obtenus. Nos résultats sont difficilement comparables d'un point de vue quantitatif avec ceux donnés par Farina *et al* puisque ces derniers donnent l'évolution moyenne de da/dt en fonction du taux de déformation global ($\dot{\epsilon}$). Il faudrait alors évaluer une relation entre $\dot{\epsilon}$ issu du dispositif expérimental utilisé dans la littérature [FAR 03] (Hounsfield tensometer) et la variation locale de l'état de contrainte en pointe de fissure (\dot{K}_I).

La plupart des résultats de propagation de fissure par CSC présentés dans la littérature (Cf chapitre 1) font intervenir une dépendance de da/dt en fonction de K_I . On obtient alors plusieurs régimes de propagation avec plusieurs vitesses de propagation. L'évolution de da/dt en fonction de K_I montre la présence d'un plateau (Cf chapitre 1 paragraphe 1.2.4) que l'on peut expliquer à travers nos essais par la dépendance directe de da/dt en fonction de dK_I/dt . Ce plateau est donc présent lorsque la variation de l'intensité des contraintes (dK_I/dt) reste sensiblement constante. L'avantage de cette approche est qu'elle permet d'inclure directement les cinétiques de sollicitation (charge constante, déformation constante, traction lente) par l'intermédiaire du paramètre dK_I/dt . Nous avons ainsi montré que la variation de l'état de contrainte en pointe de fissure est le paramètre gouvernant la vitesse de propagation de fissure même s'il faut atteindre un niveau d'intensité des contraintes suffisant (K_I^s) pour

créer des dislocations au voisinage de la pointe de fissure. Dans notre modèle la dépendance en K_I intervient alors uniquement sous la forme d'un seuil. Les vitesses de propagation obtenues dans les régimes de propagation rapides sont similaires à celles obtenues en méthanol iodé ($da/dt \geq 10^{-7} m.s^{-1}$) [SER 08]. En revanche, les seuils de facteur d'intensité des contraintes obtenus ($K_I^s \simeq 7MPa.\sqrt{m}$) sont supérieurs dans notre étude. Il est à noter que dans notre cas, l'effet de l'histoire de chargement issu de la pré-fissuration par fatigue a une influence directe sur K_I^s . Toutefois, on peut estimer en milieu $NaCl$ que $K_I^s = 25MPa.\sqrt{m}$ alors qu'en milieu KBr , K_I^s reste inférieur à $10MPa.\sqrt{m}$. Ce dernier milieu semble donc présenter une susceptibilité équivalente au méthanol iodé pour le Zircaloy-4 puisqu'il favorise une propagation de fissure en CSC avec des valeurs de da/dt et K_I^s équivalentes.

La confrontation aux mesures des courants de dissolution permet de corréliser les effets mécaniques et électrochimiques. Ainsi cette étude confirme que plasticité et dissolution sont très liées lors de la fissuration par CSC puisque la dissolution gouverne la fissuration une fois qu'il y a émergence de nouvelles dislocations. Nous rejoignons ici les modèles d'interaction plasticité-corrosion de Magnin *et al* [MAG 96] qui montrent que la mobilité des dislocations peut être favorisée par les activités de dissolution en pointe de fissure, elle-même favorisées par les dislocations.

Enfin, nous interprétons l'influence de la variation de l'état de contrainte en pointe de fissure (\dot{K}_I) sur les cinétiques de propagation, par la compétition entre dépassivation et repassivation qui gouverne le maintien d'une activité de dissolution permanente en pointe de fissure. Nous nous appuyons ici sur les modèles de dissolution anodique qui montrent que les cycles de rupture du film passif sont liés à la variation de l'état mécanique en pointe fissure défini dans la littérature par la variation de la déformation en pointe de fissure [FOR 90] [HAL 08a] [SHO 10] [LU 06] et que nous relierons à \dot{K}_I dans notre cas. Les courants de dissolution relevés dans les essais coïncident avec les variations de longueur de fissure mesurés. C'est donc la dissolution électrochimique qui tend à fragiliser le matériau soit directement par la quantité de métal dissous soit par des espèces issues des réactions chimiques venant fragiliser le matériau par adsorption en pointe de fissure.

4.7 Conclusions

Dans ce chapitre, nous avons étudié la fissuration par corrosion sous contrainte d'un point de vue expérimental dans le but d'identifier les synergies entre les aspects mécaniques et électrochimiques et d'en déduire une loi de propagation de fissure. Le dispositif expérimental ainsi que les pré-requis nécessaires aux essais de CSC ont permis de réaliser des essais sur des éprouvettes pré-fissurées et pré-oxydées autorisant donc la localisation de la dissolution en pointe d'une fissure unique de CSC. L'étude de ces différents facteurs a été réalisée à l'aide de l'estimation des courants de dissolution électrochimique et des champs de déplacement pour en extraire les facteurs d'intensité des contraintes et la taille de la fissure de CSC.

Dans un premier temps, l'étude effectuée dans le milieu $NaCl$, a permis de mettre en évidence la fragilisation de la propagation d'une fissure dès lors qu'on applique une polarisation à un potentiel supérieur au potentiel de piqûre. En l'absence de polarisation anodique, le mode de rupture redevient ductile comme en milieu inerte. On observe deux régimes de propagation décrits par deux vitesses de fissuration (\dot{a}_1 et \dot{a}_2). Le régime de fissuration rapide (\dot{a}_2) est obtenu pour des valeurs élevées de K_I ($K_I \geq 25MPa.\sqrt{m}$) et de \dot{K}_I (solicitation en traction lente). Le régime de fissuration lent (\dot{a}_1)

est, quant à lui, observé pour des valeurs faibles de K_I et lorsque la vitesse de sollicitation reste faible (sollicitation à charge constante ou K_I constant). Les courants de dissolution mesurés ici sont très élevés et les analyses fractographiques viennent confirmer que la repassivation est limitée par la présence d'ions Cl^- contribuant ainsi à la dissolution prononcée des surfaces libres créées en amont de la pointe de la fissure.

L'étude réalisée dans le milieu KBr permet de confirmer ce comportement à rupture de type fragile gouverné par deux régimes de fissuration. Toutefois le régime 2 est atteint pour des valeurs plus faibles de K_I ($10 - 25 MPa \cdot \sqrt{m}$) et conduit à des vitesses de propagation (\dot{a}_2) plus élevées. Les faibles déformations mesurées par corrélation d'images confirment ici que la fissuration par CSC est encore plus fragile. Ce milieu a également pour avantage de fournir des mesures de courants de dissolution plus locales. On vérifie ici, avec une approche électrochimique, que les surfaces actives en pointe de fissure sont très localisées et donc que la repassivation des surfaces libres créées par la propagation de la fissure, est quasiment immédiate. Pour ces deux milieux, les analyses fractographiques confirment d'une part, que la rupture est de type fragile transgranulaire et mixte intergranulaire-transgranulaire respectivement pour les milieux $NaCl$ et KBr . D'autre part les faciès de rupture confirment que la repassivation est beaucoup plus présente en milieu KBr , ce qui contribue à la localisation de la dissolution en pointe de fissure.

L'analyse, sur l'ensemble des essais, de la dépendance de la vitesse de propagation (da/dt) en fonction de la variation de l'état de contrainte en pointe de fissure (\dot{K}_I) met clairement en évidence l'existence de trois régimes de propagation gouvernés par des lois puissances. On introduit alors un régime 3 qui correspond à la transition entre les régimes 1 et 2, qui apparaît lorsque K_I dépasse une valeur seuil (K_I^s) dépendant de l'histoire de chargement et donc de l'état de contrainte plastique en pointe de fissure. La propagation de fissure se produit donc avec la création de nouvelles dislocations en pointe de fissure favorisant alors les activités de dissolution électrochimiques.

Sur la base de ces observations, nous avons alors proposé un modèle phénoménologique de propagation de fissure définissant ces trois régimes de propagation par des lois puissance en \dot{K}_I . Pour vérifier sa pertinence sur un domaine d'application plus étendue, des essais spécifiques ont été réalisés en utilisant une commande en K_I issue des mesures en temps réel par corrélation d'images. On montre ainsi que la propagation rapide (régime 3 ou 2) en CSC est obtenue une fois que K_I dépasse K_I^s , correspondant à la valeur maximale de K_I précédemment atteinte, et lorsque la vitesse de sollicitation en pointe de fissure est suffisante ($\dot{K}_I \geq \dot{K}_I^s$).

La dissolution électrochimique se produit lors des phases de propagation de fissure rapide en CSC (régime 2 et 3). La propagation de fissure de type fragile s'explique certainement par la dissolution électrochimique puisqu'on est capable de quantifier à l'aide d'une approche électrochimique, traduisant le calcul du volume dissous, l'accroissement de la taille de la fissure.

Il apparaît donc que la fissuration par CSC du Zircaloy-4 en milieux aqueux halogéné est de type fragile dès lors que le potentiel de polarisation appliqué est supérieur au potentiel de piqûre et que l'état de contrainte est suffisant en pointe de fissure pour générer l'apport de dislocations favorisant une dissolution sélective. De plus la variation de l'état de contrainte en pointe de fissure doit être suffisamment élevée pour empêcher la repassivation de stopper la propagation de la fissure.

Conclusion générale et perspectives

La corrosion sous contrainte est un phénomène de rupture fragile qui, bien qu'ayant été étudié depuis de nombreuses années, est encore mal connu puisque de nombreux facteurs mécaniques, chimiques et métallurgiques rentrent en ligne de compte. De plus, la nature synergique des interactions entre les différents paramètres rend difficile l'élaboration de modèles et d'expérimentations permettant une meilleure compréhension du phénomène. D'autre part, la complexité de la CSC repose sur sa forte sensibilité au système d'étude (métal + milieu). Nous avons choisi d'étudier la propagation de fissures de CSC sur un système donné : le Zircaloy-4 en milieu aqueux halogéné désaéré (KBr ou $NaCl$). La synthèse bibliographique présentée dans le premier chapitre a montré que ce système possède une forte susceptibilité à la CSC dès lors que le potentiel de polarisation appliqué est supérieur au potentiel de piqûre. Plusieurs modes de fissuration fragile (transgranulaire et intergranulaire) sont observés. La propagation d'une fissure de CSC, définie par sa vitesse de propagation (da/dt), dépend à priori des activités électrochimiques de dissolution en pointe de fissure, comme le montrent les modèles de dissolution anodique, mais également de l'état de contrainte local en pointe de fissure (plasticité) comme le montrent les modèles d'interaction plasticité-corrosion. Nous avons alors choisi dans cette étude de nous focaliser sur l'étude de la propagation d'une fissure en nous affranchissant des effets d'amorçage en réalisant une pré-fissure de fatigue en milieu inerte. Le mode de fissuration fragile observé généralement en CSC, nous montre que l'échelle macroscopique de la mécanique de la rupture avec l'utilisation des facteurs d'intensité des contraintes (K_I), est représentative pour décrire la propagation d'une fissure. De plus, la variation de l'état de contrainte en pointe de fissure (\dot{K}_I) est également un facteur à prendre en compte puisqu'il gouverne les cinétiques de dépassivation/repassivation et donc la vulnérabilité des surfaces vis-à-vis de la dissolution électrochimique.

Nous avons alors proposé une méthodologie d'étude reposant sur le développement d'un protocole expérimental spécifique pour étudier le couplage mécano-électrochimique en pointe d'une fissure de CSC. Les mesures mécaniques (a , da/dt , K_I et \dot{K}_I) s'appuient sur l'utilisation des techniques de corrélation d'images qui présentent comme intérêt de ne pas nécessiter la mise en place d'un appareillage en contact direct avec l'échantillon à étudier. Ainsi, nous pouvons effectuer des mesures sans perturber le système d'étude. Cette outil donne un ensemble d'informations extrêmement riches car il s'appuie sur l'extraction d'une mesure de champ de déplacements. Nous avons alors utilisé les fortes potentialités de cette méthode en l'adaptant à un problème de mécanique de la rupture. Une base de fonction de déplacements reposant sur le formalisme des séries de Williams permet d'extraire K_I et la position de la pointe de fissure avec une bonne précision. Un algorithme optimisé a alors été développé autorisant ainsi une utilisation en temps réel pour commander des essais de propagation de fissure en fatigue ou en CSC. Dans un premier temps, nous avons utilisé cette technique pour pro-

duire des pré-fissures par fatigue en maîtrisant K_I . Ceci nous a donc permis d'obtenir une pré-fissure amorcée en milieu inerte avec un état de contrainte plastique en pointe de fissure maîtrisé. D'un point de vue électrochimique, il a été montré dans la littérature que, pour ce système d'étude, la CSC est observée à condition que le potentiel de polarisation soit supérieur au potentiel de piqûre. Nous avons alors identifié les potentiels de piqûre pour un état de surface oxydé thermiquement ou brut. Nous avons observé que l'oxydation protège électrochimiquement les surfaces en augmentant le potentiel de piqûre, la résistance électrochimique et donc le pouvoir isolant de l'interface métal/milieu. En utilisant une éprouvette pré-fissurée puis pré-oxydée, on contribue à protéger ses surfaces, à concentrer l'apparition de piqûres et donc l'activité électrochimique exclusivement en pointe de fissure.

L'étude expérimentale de la propagation d'une fissure par CSC a ainsi pu être menée pour deux milieux aqueux halogénés désaérés $NaCl$ et KBr et révèle l'importance de choisir un système favorisant les synergies entre la mécanique de la rupture et l'électrochimie. C'est ainsi que le milieu KBr se révèle être le plus propice à l'étude des couplages mécano-électrochimiques puisqu'on y observe des vitesses de propagation plus élevées avec des activités de dissolution électrochimiques plus faibles. Une analyse fractographique associée à des mesures de champ de déformations, confirment ici que la rupture par CSC est du type fragile intergranulaire et transgranulaire alors qu'à l'air libre le matériau rompt de façon totalement ductile. Nous avons pu analyser le comportement à rupture du matériau avec l'extraction par corrélation d'images de da/dt en fonction de K_I et \dot{K}_I . Nous montrons ainsi l'existence de plusieurs régimes de propagation principalement gouvernés par la variation de l'état de contrainte local en pointe de fissure (\dot{K}_I). Les régimes de propagation de fissure rapide se produisent une fois qu'un seuil en facteur d'intensité des contraintes est atteint (K_I^s). Celui-ci évolue en fonction des contraintes maximales atteintes au cours de l'histoire de chargement et agit donc comme une variable de mémoire de l'état de contrainte en pointe de fissure. Les courants de dissolution mesurés associés à une modélisation de la propagation de fissure par dissolution électrochimique, montrent que la dissolution gouverne cette propagation. Nous avons ainsi mis en évidence l'interaction entre l'état de contrainte en pointe de fissure et la dissolution électrochimique. L'influence de la variation de l'état de contrainte en pointe de fissure sur les vitesses de propagation montrent que l'apport de nouvelles dislocations doit être plus rapide que les cinétiques de repassivation et permettre à la dissolution en pointe de fissure, qui est l'élément moteur de la fissuration fragile par CSC, de se produire. Les synergies mécano-électrochimiques de la fissuration par CSC du Zircaloy-4 en milieu aqueux halogéné ont été identifiées comme la définition d'un état de mécanique suffisamment intense en pointe de fissure pour que la dissolution électrochimique se produise et entraîne une rupture fragile du matériau.

Perspectives de travail

Sur la base de ces résultats, nous pouvons proposer plusieurs perspectives à ces travaux de thèse :

- Tout d'abord, le dispositif expérimental développé peut encore être amélioré. Nous avons prouvé qu'il était possible d'imposer une commande directement liée au facteur d'intensité des contraintes estimé par les techniques de corrélation d'images en temps réel. L'algorithme de corrélation d'images présenté dans cette thèse est déjà très performant mais on pourrait encore améliorer sa rapidité en utilisant un langage de programmation plus optimal (*i.e.* Langage C++), bien que l'utilisation conjointe de Labview et de Matlab nous a séduit par sa convivialité lors des développements successifs que nous avons du effectuer.

- Cette technique nous a permis d’asservir la propagation d’une fissure en fonction de K_I . Pour les essais de fatigue, nous avons ainsi réussi à bien maîtriser cet asservissement. En revanche, lors des essais de CSC, les profils de chargement en K_I visés ont été moins bien respectés car l’inertie de la propagation des fissures est plus élevée. Il faudrait donc tenir compte des régimes de propagation identifiés en CSC pour les réglages de l’asservissement en fonction de l’ensemble des paramètres de toute la chaîne d’acquisition et d’action du dispositif expérimental.
- L’étude de l’amorçage d’une fissure en CSC est un challenge qui intéresse fortement le milieu industriel puisque sa maîtrise permet de garantir l’intégrité d’une structure métallique. Ce type d’étude mérite encore de nombreux développements car elle est très complexe de par les nombreux phénomènes mécaniques mis en jeu. Elle nécessite de faire le pont entre la modélisation d’un matériau sain et continu à un matériau endommagé et discontinu présentant une ou plusieurs fissures. Il faut donc ici utiliser une approche permettant de décrire la fissuration à partir de la théorie de l’endommagement.
- La fissuration par CSC génère bien souvent un réseau de plusieurs fissures. L’étude de la multifissuration appliquée à la CSC permettrait alors de comprendre comment les fissures peuvent interagir entre elles et donc quantifier leur propagation respective. Il faudrait ici adapter la technique de mesure de champ que nous avons développée pour prendre en compte plusieurs discontinuités au sein du matériau.
- Une étude à l’échelle de la microstructure à l’aide d’observations au Microscope Électronique à Transmission est également envisageable pour mieux comprendre l’effet des dislocations dans la propagation des fissures en CSC. Les interactions mutuelles entre mobilité des dislocations, dissolution et adsorption d’une espèce réactionnelle intermédiaire, sont encore peu étudiées et permettraient sans doute de comprendre de façon plus approfondie les mécanismes mis en jeu à l’échelle micro-mécanique.
- La mise en place d’un système permettant de découpler la sollicitation et la mesure électrochimique serait une perspective intéressante à l’étude de la CSC. Il faudrait pour cela faire l’étude dans un système pour lequel la CSC se produit d’elle-même. On pourrait alors utiliser la technique du bruit électrochimique qui améliorerait les possibilités d’étude électrochimique car on pourrait faire corrélérer les mesures de potentiels et de courants électrochimiques.
- Une quantification plus fine des effets électrochimiques permettrait enfin de mieux comprendre l’importance des différentes réactions qui se produisent en pointe de fissure. On pourrait alors quantifier le rôle éventuel de la dissolution ou de l’adsorption sur la fragilisation du matériau.

Annexe A

Détail de l'interface *Labview* utilisée durant la technique du *Load-Shedding*

A.1 Introduction

Cette partie présente les outils développés dans le logiciel Labview qui ont permis de mettre en place la technique expérimentale du *Load-Shedding*. La programme Labview a pour intérêt de faciliter la création d'une interface qui peut être facilement utilisable. Ici nous avons développé un environnement permettant à la fois de contrôler l'acquisition d'images numériques, d'utiliser les techniques de corrélation d'images développées dans le paragraphe 2.4 et enfin de communiquer avec le contrôleur de la machine d'essai.

A.2 Présentation de la structure du programme.

La structure d'un programme Labview est très visuelle car elle se présente sous la forme de diagrammes. On introduit alors des blocs qui correspondent à des sous-fonctions. Dans notre cas, on peut distinguer trois principaux blocs :

- Acquisition d'images
- Corrélation d'images
- Communication des données.

La figure A.1 donne ainsi l'architecture de la programmation sous forme de diagramme dans Labview. Chacun des blocs évolue de manière séquentielle, c'est à dire que les fonctions successives sont exécutées uniquement lorsque la fonction précédente est complètement réalisée. Chaque bloc peut être décomposé en sous-blocs :

1. Le bloc d'acquisition d'image comporte l'ensemble des fonctions permettant de commander la caméra numérique. C'est ici que le temps d'exposition, le mode d'enclenchement (trigger, périodique) et le gain sont réglés.
2. Le bloc de corrélation d'images comporte l'algorithme permettant l'utilisation des techniques de corrélation d'images dédiées à l'extraction de K_I et de a en temps réel (Cf paragraphe 2.4).

Celui-ci a été développé dans le langage de programmation Matlab. Dans Labview un compilateur Matlab est intégré, ce qui permet d'inclure directement le programme dans une sous-fonction interprétant ce langage de programmation.

3. Le bloc de communication permet de transmettre les informations issues des calculs de corrélation d'images vers un contrôleur. C'est grâce à ce bloc que la technique du *Load-Shedding* va pouvoir être utilisée pour réguler l'effort de commande de la machine de traction et imposer une sollicitation en K_I . Ici en fonction des grandeurs K_I et a , ce bloc calcule le paramètre de modulation de l'effort (α_n). Cette valeur numérique est ensuite convertie en un signal analogique de type tension (0 – 10V) à l'aide d'un boîtier de conversion *National – Instrument* et peut ainsi être traité par le contrôleur MTS commandant la machine de traction hydraulique MTS.

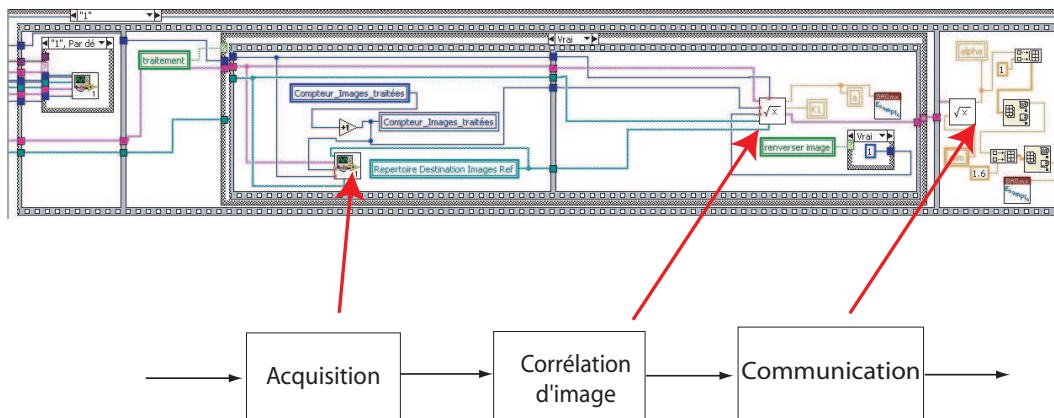


FIGURE A.1: Présentation des diagrammes dans Labview

A.3 Présentation de l'interface Labview

L'interface Labview est également appelée face-avant du programme. Cette interface est facilement utilisable puisqu'elle est générée dans un auto-exécutable. Elle permet de donner les valeurs aux paramètres d'entrée (figure A.2). Une partie de l'interface inclut l'ensemble des réglages relatifs à l'acquisition d'images (temps d'exposition, mode d'enclenchement, etc...). Une autre partie inclut l'ensemble des réglages relatifs à la technique du *Load-Shedding*. Ainsi, le facteur d'intensité des contraintes cible K_I^t , la longueur de la pré-fissure souhaitée et les propriétés élastiques du matériau (E et ν) y sont réglables.

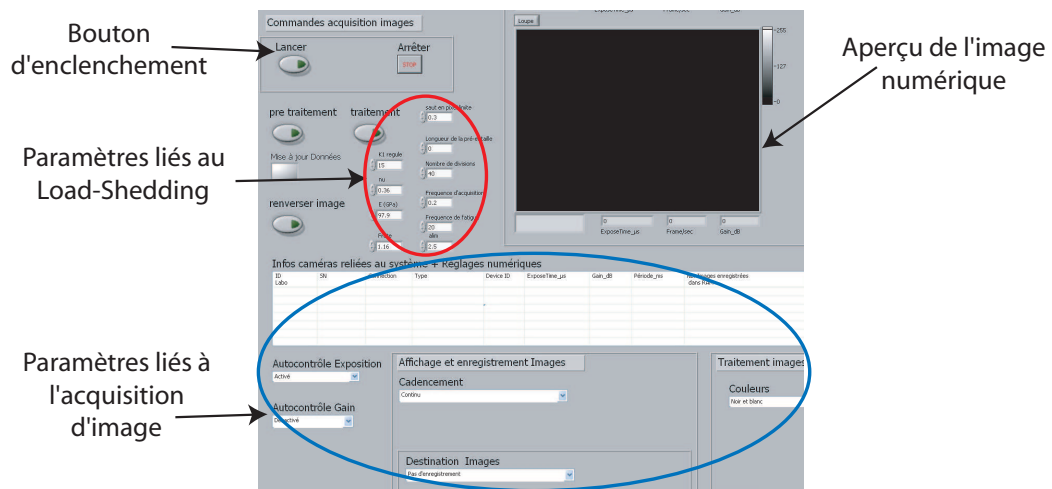


FIGURE A.2: Présentation de l'interface Labview

Annexe B

Estimation des erreurs de mesures à travers un dioptre

B.1 Estimations des dilatations artificielles dues à la présence d'un dioptre

B.1.1 Présentation du problème

Les mesures par corrélation d'images in-situ en CSC nécessitent de réaliser une acquisition d'images à travers un électrolyte et une fenêtre, puis d'en extraire des mesures des déplacements. La présence d'une succession de milieux présentant des indices de réfraction différents induit la présence d'un ou plusieurs dioptres. A chaque dioptre est associée une réfraction qui correspond à la déviation des rayons optiques. Dans notre cas, les différents milieux sont respectivement la solution électrolytique (solution aqueuse), la paroi vitrée et l'air pour lesquels on associe respectivement un indice de réfraction n_1 , n_2 et n_3 .

Lorsqu'au moins un de ces dioptres n'est pas parfaitement perpendiculaire à l'axe optique, une déviation des rayons optiques est observée (figure B.1). Sutton [SUT 00] propose une méthode pour estimer les déformations provoquées par la présence d'un dioptre eau/air. L'utilisation d'une vitre présentant des faces parfaitement parallèles n'entraîne pas de déviation et seul le dioptre eau/air intervient. On note α_2 l'inclinaison de la vitre, donc du dioptre, par rapport à l'axe vertical.

On considère un objet AB de longueur L_1 . Dans un premier temps en ne tenant pas compte des dioptres, on détermine les rayons (fictifs) permettant de construire l'image $A'B'$ de AB . Ici les rayons ne sont pas déviés mais subissent tout de même le grandissement optique associé à l'objectif optique représenté ici par une lentille convergente de grandissement connu γ . La taille de l'image $A'B'$ est alors égale à γL_1 .

On considère à présent l'image $A''B''$ de AB lorsque les rayons sont déviés par les dioptres. La figure B.1 permet d'illustrer la construction de $A''B''$ de longueur γL_2 . La dilatation artificielle due à la présence des dioptres peut s'écrire de la façon suivante :

$$\varepsilon_{opt} = \frac{\gamma L_2 - \gamma L_1}{\gamma L_1} = \frac{L_2 - L_1}{L_1} \quad (\text{B.1})$$

La figure B.1 montre que :

$$L_2 = L_1 + \Delta S_B - \Delta S_A \quad (\text{B.2})$$

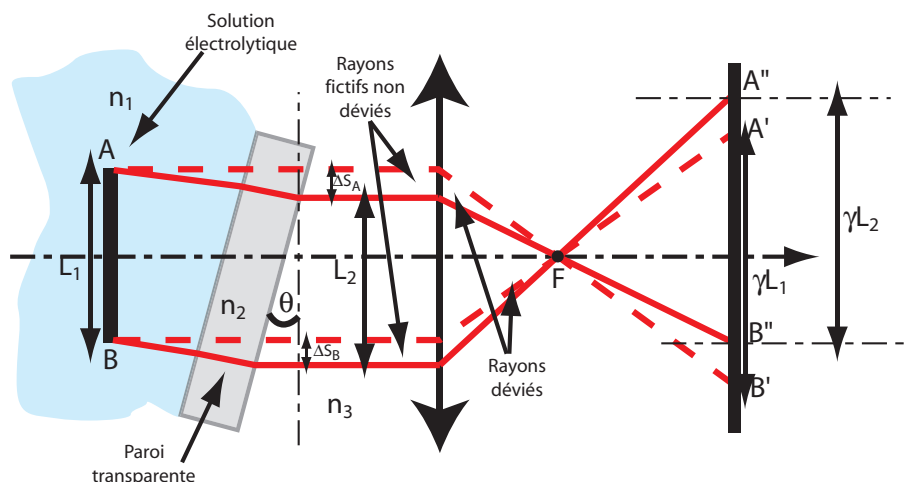


FIGURE B.1: Illustration d'un mauvais positionnement axial du dioptre air-eau [SUT 00]

B.1.2 Introduction d'une vitre non parfaite

Sutton *et al* [SUT 00] étudient les déformations induites par la présence de dioptres dus à un liquide (eau) et une vitre parfaite (paroi parallèle). Ici on se propose d'étudier le cas d'une vitre avec un léger défaut de parallélisme. Une déviation optique supplémentaire intervient alors. On désigne respectivement α_1 et α_2 , les angles d'inclinaison des faces d'entrée et de sortie de la vitre et on pose $\Delta\alpha = \alpha_2 - \alpha_1$. La figure B.2 permet de donner les différentes notations du problème avec les angles de déviation successifs.

On écrit alors les lois de Snell-Descartes sur chacun des dioptres :

$$\begin{cases} n_1 \sin(\theta_1) = n_2 \sin(\theta_2) \\ n_2 \sin(\theta_3) = n_3 \sin(\alpha_2) \end{cases} \quad (\text{B.3})$$

On peut trouver une relation géométrique entre les angles θ_2 , θ_3 et $\Delta\alpha$ en se plaçant dans le triangle $I_1 I_2 O$:

$$\theta_3 - \theta_2 = \Delta\alpha \quad (\text{B.4})$$

Ainsi en combinant les équations B.3 et B.4, on obtient :

$$\theta_1 = \sin^{-1} \left[\frac{n_2}{n_1} \sin \left(\sin^{-1} \left(\frac{n_3}{n_2} \sin(\Delta\alpha + \alpha_1) \right) - \Delta\alpha \right) \right] \quad (\text{B.5})$$

retenues ici, on obtient,

$$\Delta S_{1B} - \Delta S_{1A} = L_1 \frac{-\tan(\alpha_1) \cos(\alpha_1) \sin(\alpha_1 - \theta_1)}{\cos(\theta_1)} = L_1 \cdot f(\alpha_1, \theta_1) \quad (\text{B.7})$$

On a introduit ici la grandeur $f(\alpha_1, \theta_1)$. Lorsque la vitre ne possède pas de défaut de parallélisme, $\Delta S_{2B} - \Delta S_{2A}$ est nulle et on obtient alors l'expression de la déformation optique avec les équations B.7 et B.6 :

$$\varepsilon_{opt}^0 = \frac{-\tan(\alpha_1) \cdot \cos(\alpha_1) \sin(\alpha_1 - \theta_1)}{\cos(\theta_1)} = f(\alpha_1, \theta_1) \quad (\text{B.8})$$

Avec une vitre présentant un défaut de parallélisme, la différence $\Delta S_{2B} - \Delta S_{2A}$ est non nulle.

$$\begin{cases} \Delta S_{2A} = h_A \sin(\alpha_1 - \theta_2) \\ \Delta S_{2B} = h_B \sin(\alpha_1 - \theta_2) \end{cases} \quad (\text{B.9})$$

On peut exprimer le théorème de Thalès dans le triangle formé en prolongeant les arêtes de la vitre.

$$\frac{h_B}{h_A} = \frac{L_B}{L_A} = \frac{h'_B}{h'_A} \quad (\text{B.10})$$

D'où

$$h_B - h_A = \frac{h_A}{L_A} (L_B - L_A) \quad (\text{B.11})$$

et

$$L_B - L_A = \frac{(L_1 + \Delta S_{1B} - \Delta S_{1A})}{\cos(\alpha_1)} \quad (\text{B.12})$$

De plus, dans $I_1 I_2 I'_2$:

$$h'_A = h_A \frac{\cos(\theta_3)}{\cos(\Delta\alpha)}. \quad (\text{B.13})$$

et dans $O I_1 I'_2$:

$$\frac{h'_A}{L_A} = \tan(\Delta\alpha). \quad (\text{B.14})$$

En combinant B.11, B.12, B.13 et B.14, on en déduit :

$$\Delta S_{2B} - \Delta S_{2A} = \frac{L_1 \sin(\Delta\alpha)}{\cos(\theta_3) \cos(\alpha_1)} [1 + f(\alpha_1, \theta_1)] \sin(\alpha_1 - \theta_2). \quad (\text{B.15})$$

Avec les équations B.8 et B.6, on obtient l'expression de la déformation optique ε_{opt} :

$$\varepsilon_{opt} = \frac{\sin(\Delta\alpha)}{\cos(\theta_3) \cos(\alpha_1)} [1 + f(\alpha_1, \theta_1)] \sin(\alpha_1 - \theta_2) + \varepsilon_{opt}^0. \quad (\text{B.16})$$

Finalement, ε_{opt} est obtenue en tenant compte du défaut de parallélisme de la vitre ($\Delta\alpha$), de l'inclinaison de la vitre par rapport à l'objet (α_1) et de l'angle d'incidence (θ_1) qui est connu à l'aide de l'expression B.5 :

$$\varepsilon_{opt} = \frac{\sin(\Delta\alpha)}{\cos\left(\sin^{-1}\left(\frac{n_1}{n_2}\sin(\theta_1)\right) - \Delta\alpha\right)\cos(\alpha_1)} \left[1 + f(\alpha_1, \theta_1)\right] \sin\left(\alpha_1 - \sin^{-1}\left(\frac{n_1}{n_2}\sin(\theta_1)\right)\right) + \varepsilon_{opt}^0. \quad (\text{B.17})$$

L'indice de l'air n_3 est pris égal à 1 et l'indice de l'eau n_1 est pris égal à 1,34 qui est une valeur relativement stable mesurée pour l'eau même pour différents niveaux de salinité [COP 02]. Les figures B.3(a) et B.3(a) donnent l'évolution de ε_{opt} en fonction de l'angle d'inclinaison du dioptre (face d'entrée de la vitre) α_1 . Différents cas de défauts de parallélisme ($\Delta\alpha$) sont considérés. On note que les déformations optiques (ε_{opt}) sont accentuées avec le défaut de parallélisme (augmentation de $\Delta\alpha$) et l'augmentation de α_1 . La première figure donne le cas où il n'y a pas de présence de liquide ($n_1 = n_3$) alors que la deuxième figure donne le cas de la présence du liquide.

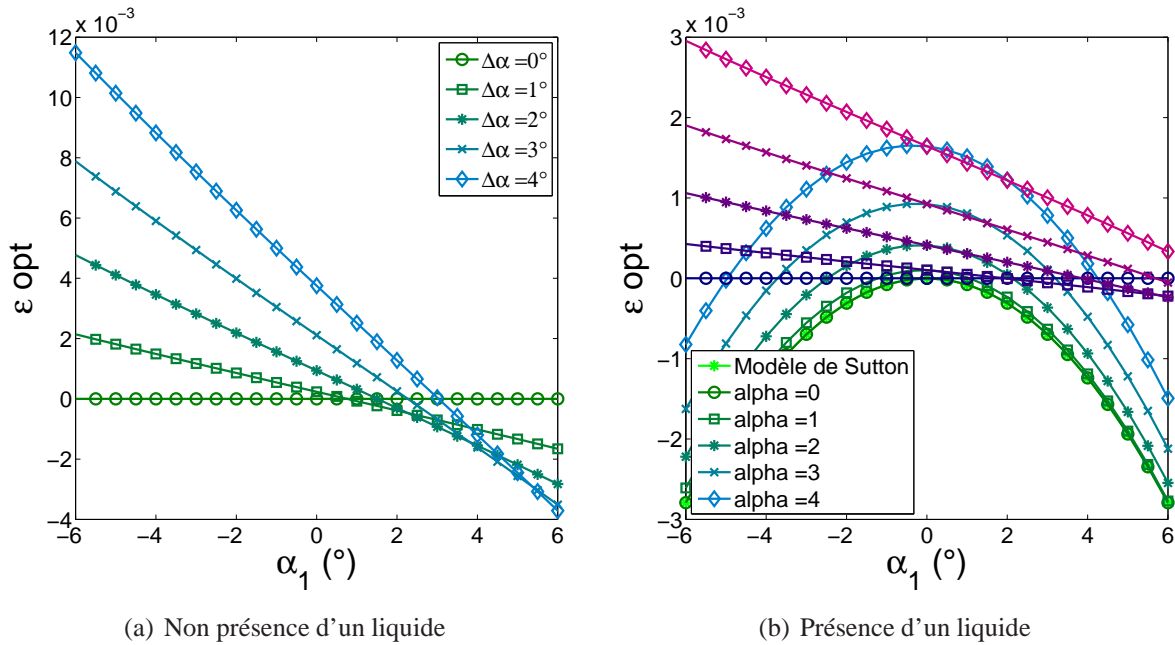


FIGURE B.3: Estimation des dilatations optiques ε_{opt} en fonction de l'angle d'incidence α_1

Cette étude montre que la mesure de déformation au travers de dioptres génère des déformations optiques artificielles. Celles-ci peuvent principalement être dues à un défaut de parallélisme entre la paroi séparant le milieu liquide et l'air (α_1) ou bien un défaut propre à la paroi ($\Delta\alpha$). Tout le raisonnement précédent a été réalisé en considérant une inclinaison de la vitre suivant une seule direction (α_1). Lorsqu'une inclinaison quelconque existe (inclinaison de la paroi vitrée autour de l'axe x ou y en figure B.4), des déformations anisotropes optiques peuvent apparaître.

Nous basons toute notre approche expérimentale relative à l'utilisation de la technique de corrélation d'images sur l'utilisation de deux images (non déformée et déformée) en présence d'un liquide.

Il nous faut donc vérifier que les déplacements mesurés ne sont que très peu perturbés pas la présence de dioptrés. Nous nous proposons ainsi dans la section suivante de mesurer les déformations optiques dues à la présence d'un liquide.

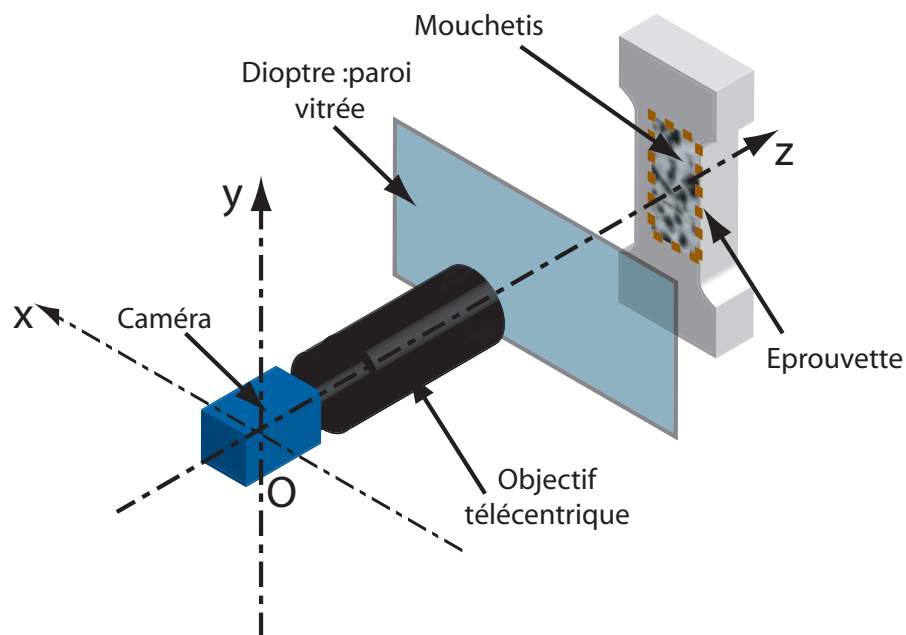


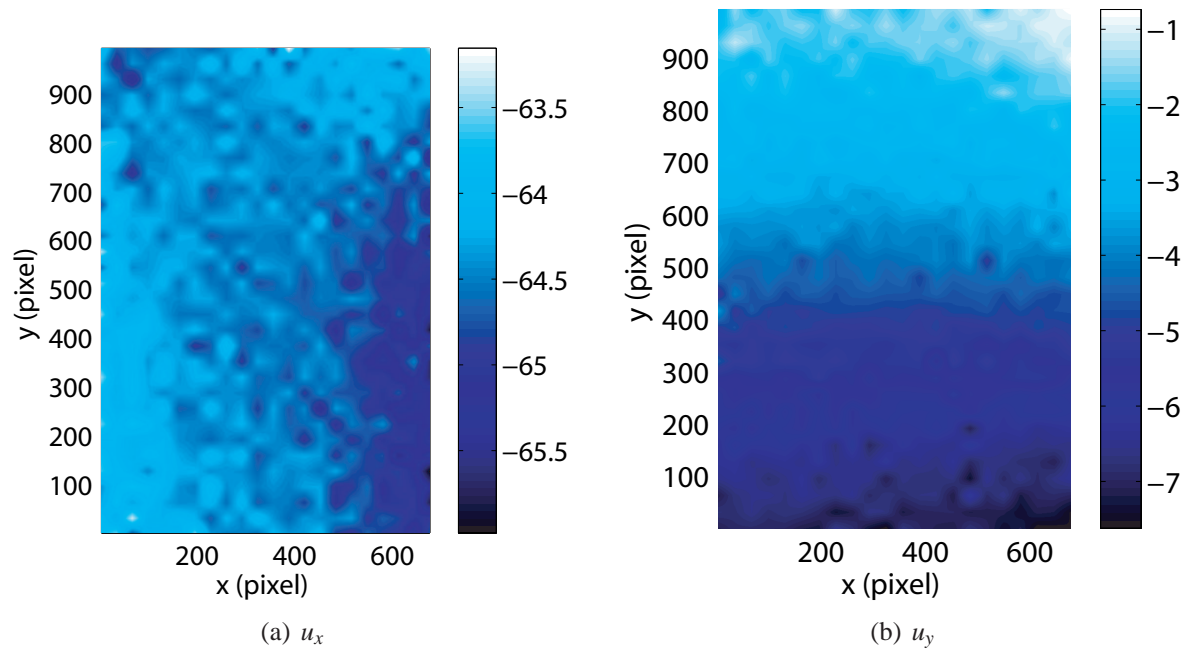
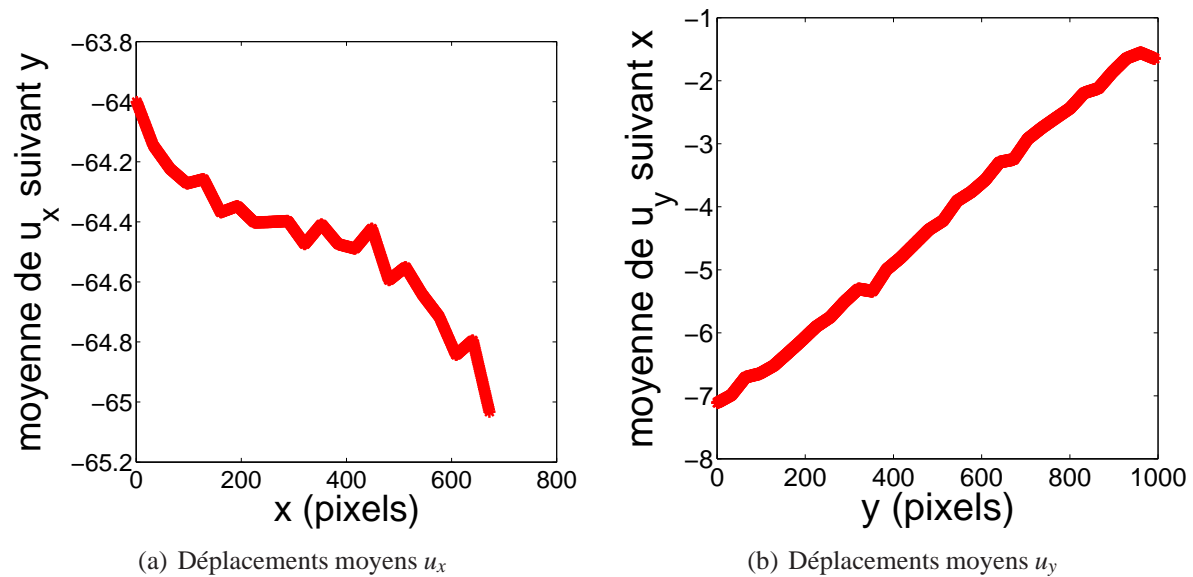
FIGURE B.4: Illustration d'un mauvais positionnement axial du dioptre air-eau

B.2 Estimation des déplacements induits par corrélation d'images

Afin d'estimer les différentes déformations induites par la présence de dioptrés, on utilise la méthode de corrélation d'images avec une base de champ de déplacements de type éléments finis (Cf partie 2.3.2). L'image de référence correspond à la non-présence d'un liquide entre l'objet et le système optique alors que l'image "déformée" est obtenue après avoir mis en place un liquide entre l'objet et la paroi vitrée (figure B.4).

Les figures B.5(a) et B.5(b) donnent les cartes des déplacements obtenues respectivement suivant les directions x et y et montrent que des déformations non négligeables sont présentes avec la mise en place d'un liquide. A l'aide des figures B.6(a) et B.6(b) qui donnent respectivement les déplacements moyens sur la direction x pour le déplacement U_y et moyens sur la direction y pour le déplacement U_x , on note que ces déplacements obtenus sont bien linéaires. Ainsi on obtient des déformations homogènes suivant les directions x et y qui semblent montrer que celles-ci sont principalement dues à la dilatation optique.

On choisit alors d'utiliser une base de champ de déplacements simplifiées permettant d'obtenir directement les mouvements de corps rigides et les déformations homogènes :


FIGURE B.5: Carte des déplacements optiques "air-eau"

FIGURE B.6: Déplacement moyens

- translations u_{tx} et u_{ty} .
- rotation γ_z .
- déformations ϵ_{xx} et ϵ_{yy} .

$$\underline{u} = \begin{bmatrix} u_x \\ u_y \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 1 & 0 & -y & 0 & x \\ 0 & 1 & x & y & 0 \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} u_{tx} \\ u_{ty} \\ \gamma_z \\ \epsilon_{yy} \\ \epsilon_{xx} \end{bmatrix} \quad (\text{B.18})$$

Les valeurs des différents degrés de liberté obtenus sont listées dans le tableau B.1.

TABLEAU B.1: Identification des degrés de liberté pour l'estimation des déformations induites par un dioptre

Degrés de liberté	u_{tx} (pixel)	u_{ty} (pixel)	γ_z	ϵ_x (%)	ϵ_y (%)
Valeurs estimées	-0.62	-0.07	-0.003	0.13	-0.57

On note que les déformations suivant les axes x et y (ϵ_x et ϵ_y) sont différentes et de l'ordre de quelque %. Ainsi cette configuration expérimentale produit des déformations artificielles optiques (ϵ_{opt}) anisotropes. Il reste maintenant à vérifier que l'erreur sur l'estimation des déplacements lorsque l'acquisition de l'image de référence (éprouvette non sollicitée) et de l'image de l'éprouvette déformée sont réalisées en présence d'un liquide, reste négligeable.

B.3 Estimation des mouvements de corps rigides

La première approche pour cette étude est d'estimer les mouvements de corps rigides en présence ou non d'un liquide. Pour réaliser ces mesures, on utilise une éprouvette de traction dont la géométrie a été décrite dans la partie 2.2.3. On applique alors des déplacements de corps rigides relatifs entre l'éprouvette et le système optique dans le plan orthogonal à l'axe optique (plan Oxy en figure B.4) :

- Translation suivant l'axe x (U_x)
- Translation suivant l'axe y (U_y)

La méthode de mesure de champs par corrélation d'images est utilisée pour identifier les mouvements de corps rigides u_{tx} et u_{ty} (Cf partie précédente). On applique donc des déplacements de corps rigides relatifs entre le système optique et l'éprouvette. Les figures B.7(a) et B.7(b) comparent les déplacements mesurés lorsque la paire d'images nécessaires à l'identification est prise en présence ou non de liquide. On observe très peu de différences entre les deux estimations ce qui semble montrer que pour l'identification des mouvements de corps rigides, les déformations artificielles optiques (ϵ_{opt}) ont très peu d'influence. Il reste maintenant à vérifier que les mesures des facteurs d'intensité des contraintes lors des essais de CSC ne sont pas perturbées

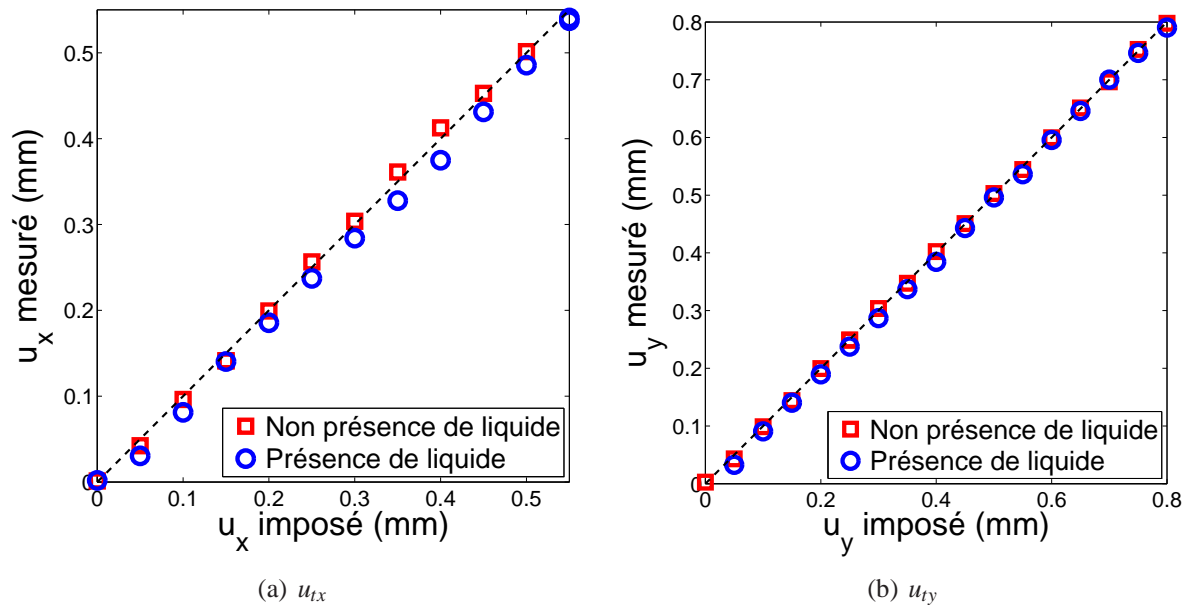


FIGURE B.7: Estimation des mouvements de corps rigides

B.4 Influence sur la mesure des facteurs d'intensité des contraintes

Nous nous proposons dans cette partie de mesurer l'erreur induite par la présence de déformations optiques dues à la présence d'un liquide sur l'estimation des facteurs d'intensité des contraintes. Durant les essais de CSC, K_I est estimé par la technique de corrélation d'images réalisée sur une paire d'images prises en présence de la solution agressive. Nous avons vu précédemment que la mise en place d'un liquide génère une déformation anisotrope que nous avons pu quantifier. Ici nous considérons un essai de propagation de fissure qui a été réalisé sans présence de dioptre entre l'objet (éprouvette) et l'image (capteur CCD). Les résultats de cet essai de propagation sont présentés dans la partie 3.3.2. La sensibilité aux déformations optiques artificielles est étudiée en venant polluer les images (référence et déformée) à partir des champs de déplacements mesurés entre présence ou non d'un liquide (figures B.5(a) et B.5(b)). Les figures B.8(a) et B.8(b) montrent l'image de référence prise dans l'air et l'image déformée artificiellement à l'aide d'un champ de déplacement type extrait de l'étude effectuée en partie B.2. La figure B.9(a) donne la comparaison sur l'estimation de K_I en considérant d'une part des paires d'images brutes et des paires d'images déformées artificiellement. On ne note que peu d'écart entre les deux estimations. La figure B.9(b) montre que l'on produit une erreur relative maximale sur l'estimation de K_I de l'ordre de 2%. Ainsi le fait de prendre l'ensemble des images en présence du liquide limite l'erreur d'estimation de K_I .

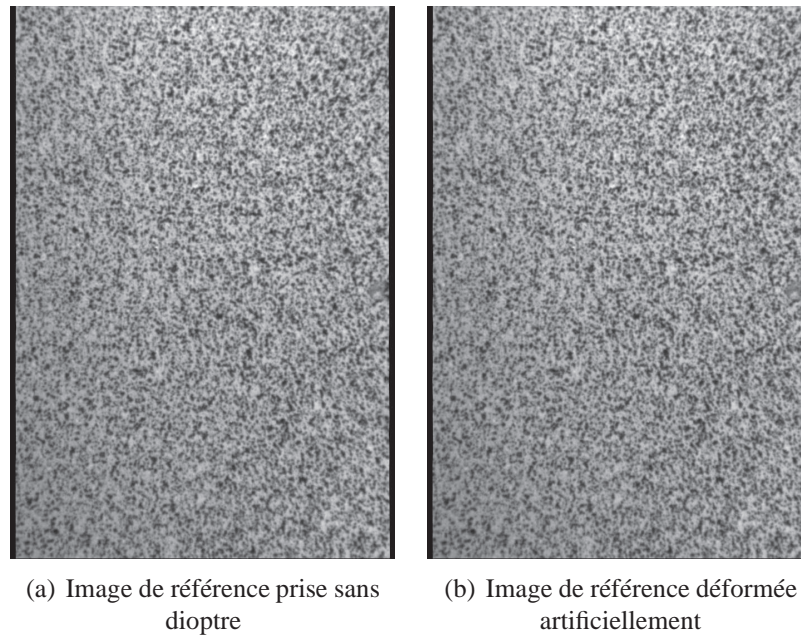


FIGURE B.8: Image de référence initiale et déformée artificiellement pour simuler la présence d'un dioptre

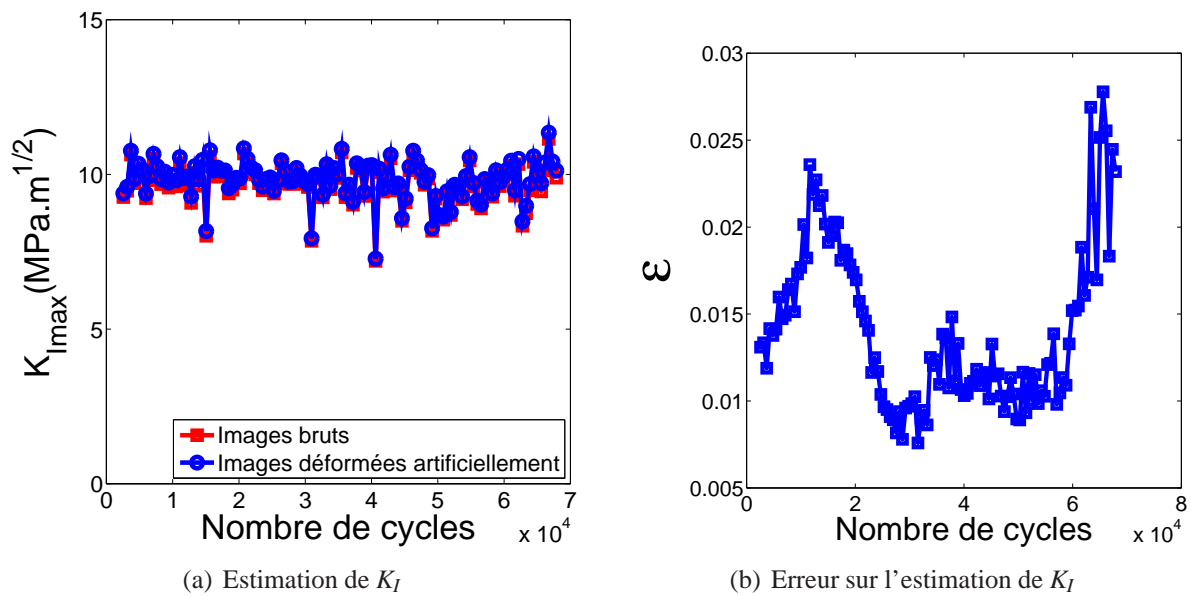


FIGURE B.9: Estimation de l'erreur induite par la présence d'un dioptre

Annexe C

Identification des propriétés mécaniques

Les propriétés d'élasticité linéaire doivent être identifiées pour utiliser les formalismes de la mécanique de la rupture fragile. Des essais de traction lente sont réalisés avec une vitesse conventionnelle de déformation de $\dot{\tilde{\epsilon}}_0 = u_0/L = 2.85 \cdot 10^{-6} s^{-1}$. La géométrie des éprouvette a été présentée dans le paragraphe 2.2.3. Elles sont plates et ne présentent ici pas d'entaille. La figure C.1(a) montre la courbe de traction donnant la contrainte estimée par la cellule d'effort ($\sigma = F/S_0$, F valeur de l'effort et S_0 section utile de l'éprouvette) en fonction de l'allongement donné par la machine ($\tilde{\epsilon} = u/L_0$). La direction des sollicitations correspond à la direction transverse de laminage.

Pour identifier précisément les propriétés élastiques, il convient d'utiliser des mesures locales des déformations. La méthode de corrélation d'images (présentée en partie 1.5) est utilisée pour réaliser ces mesures. La figure C.1(b) définit la zone d'intérêt permettant d'appliquer la méthode. Les directions x et y sont également définies. Une base simple de champ de déplacements est utilisée pour extraire facilement les déformations suivant les directions x et y . Le champ de déplacements est alors décomposé en utilisant les cinématiques représentatives d'un chargement uni-axial suivant la direction y . Ainsi cette décomposition permet d'identifier les mouvements de corps rigides comme les translations suivant les directions x et y (U_{tx} et U_{ty}), et la rotation autour de la direction z (γ_z). La cinématique des déformations pour le cas d'un chargement uni-axial suivant la direction y induit une elongation suivant les axes x et y respectivement proportionnelle aux coordonnées x et y ($x\epsilon_{xx}$ et $y\epsilon_{yy}$). L'équation C.1 donne l'expression de la décomposition du champ de déplacements choisie :

$$\underline{u} = \begin{bmatrix} u_x \\ u_y \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 1 & 0 & -y & 0 & x \\ 0 & 1 & x & y & 0 \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} u_{tx} \\ u_{ty} \\ \gamma_z \\ \epsilon_{yy} \\ \epsilon_{xx} \end{bmatrix} \quad (C.1)$$

Cette base de champs de déplacements est implémentée dans la méthode de corrélation d'images ce qui permet d'extraire directement les différents degrés de liberté (U_{tx} , U_{ty} , γ_z , ϵ_{xx} et ϵ_{yy}). On désigne cette méthode de corrélation d'images utilisant une base simple de champ de déplacements (*S-DIC*). Au cours de l'essai de traction, on réalise plusieurs acquisitions d'images successives correspondant chacune à une contrainte donnée.

La figure C.2(a) donne la courbe de traction dans le domaine élastique déterminée à partir des

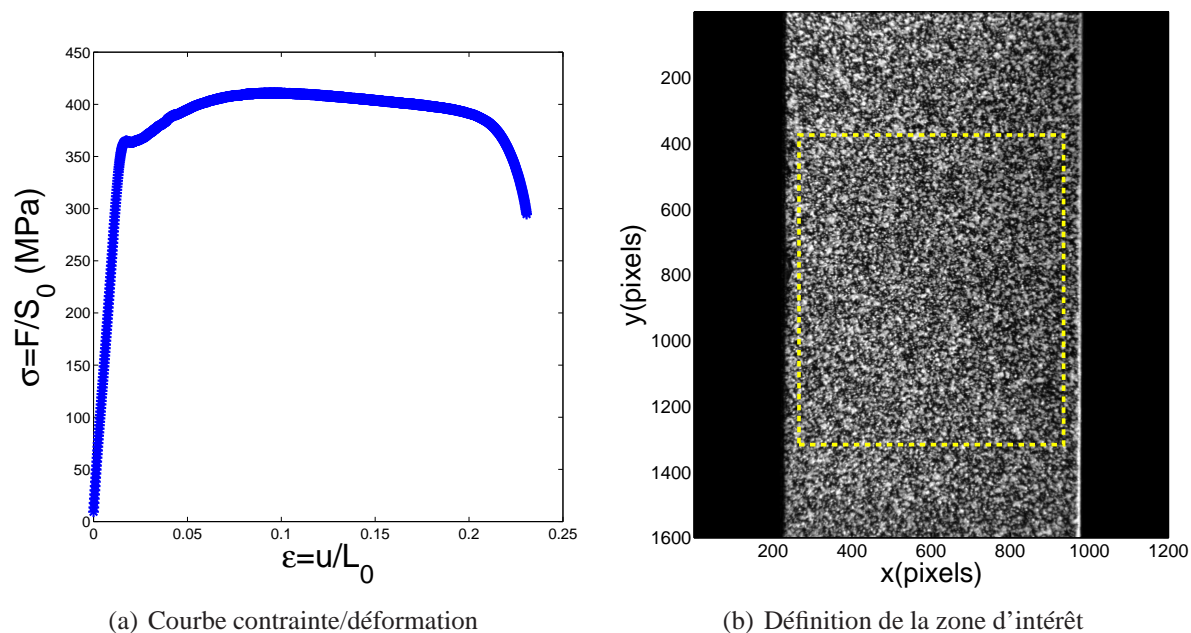


FIGURE C.1: Mise en place des mesures de corrélation d'image pour un essai de traction lente

mesures locales des déformations. La contrainte $\sigma = F/S_0$ est déduite de la valeur d'effort délivrée par la cellule de force. On note que les déformations sont bien moins importantes que celles données par une approche globale. L'intérêt de cette méthode est de s'affranchir des mesures de la rigidité de la machine de traction et des effets néfastes des glissements des éprouvettes dans les mors. On note une dépendance linéaire entre σ et ϵ_{xx} pour des valeurs des déformations inférieures à $2.5 \cdot 10^{-3}$. Pour des déformations plus élevées les non-linéarités plastiques commencent à apparaître. Le module d'élasticité est estimé en effectuant une régression linéaire de cette courbe pour des déformations comprises entre : $1.0 \cdot 10^{-3} \geq \tilde{\epsilon}_0 \geq 2.5 \cdot 10^{-3}$.

Pour chaque image, on détermine ϵ_{xx} en fonction de ϵ_{yy} . La figure C.2(b) donne l'évolution de la déformation ϵ_{xx} en fonction de ϵ_{yy} permettant l'identification du coefficient de Poisson. Le coefficient de poisson (ν) est identifié en effectuant une régression linéaire de cette courbe pour des déformations comprise entre : $1,0 \cdot 10^{-3} \geq \epsilon = u/L_0 \geq 2,5 \cdot 10^{-3}$.

Toutefois cette méthode peut être sensible au bruit notamment pour des niveaux de déformations assez faibles. Une méthode mixte entre calcul mécanique et calcul de corrélation d'images peut être utilisée pour réduire cette sensibilité [LEC 09] [RÉT 10a]. Cette méthode, appelée *MIC* (Mechanical Image Correlation), se base sur la minimisation d'une fonction coût permettant d'extraire directement les paramètres de la loi de comportement mécanique à identifier reposant sur différents paramètres Λ . L'équation C.2 définit le problème de minimisation avec cette méthode,

$$\Lambda = \underset{\Lambda}{\text{Argmin}} \int_{\Omega} [f(\underline{x}) - g(\underline{x} + \underline{u}(x_p))]^2 d\Omega. \quad (\text{C.2})$$

Dans cette formulation, le déplacement \underline{u} est celui estimé par un calcul mécanique utilisant une loi de comportement paramétrée par les coefficients Λ (ici élasticité linéaire isotrope). Un calcul éléments finis en contraintes planes est mis en place sur un maillage de quadrangles de 12×20 éléments (figure

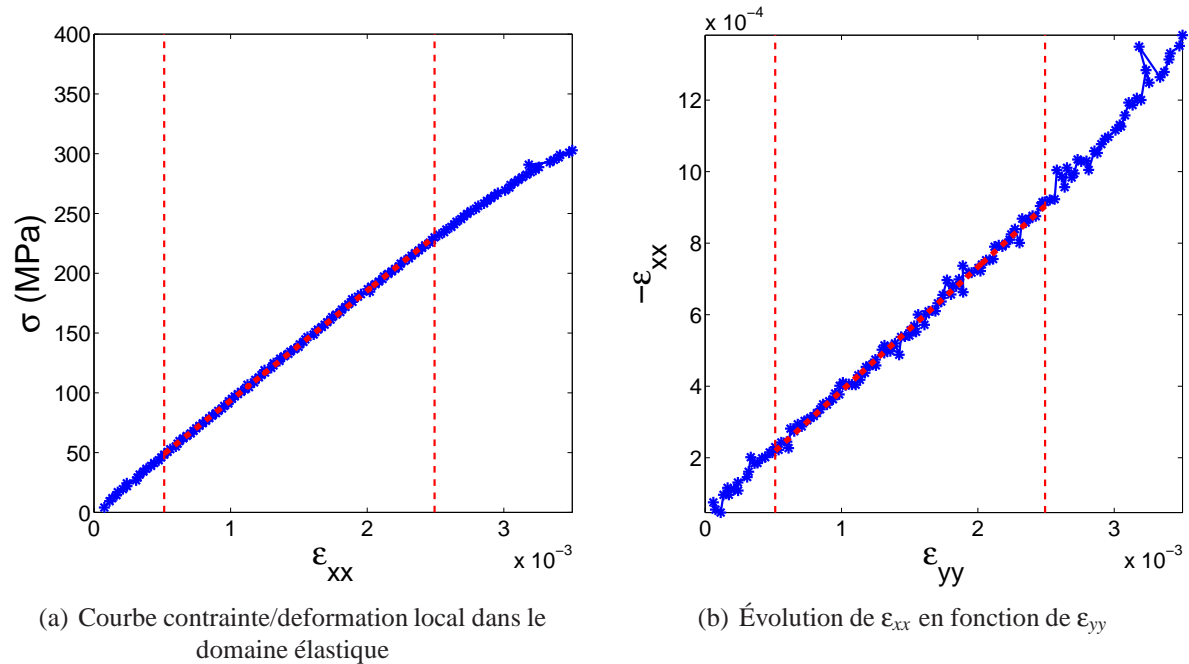


FIGURE C.2: Identification de la loi de comportement linéaire élastique à partir des mesures locales de déformation sur un essai de traction lente

C.3).

Les grandeurs estimées à l'aide de ces deux méthodes (*S-DIC* et *MIC*) sont données dans le tableau C.1 avec les écarts types correspondant à chaque méthode. On voit que les valeurs obtenues sont assez proches selon la méthode utilisée et la méthode régularisée *MIC* permet de limiter les incertitudes d'identification.

TABLEAU C.1: Identification des paramètres matériaux élastiques linéaires du Zircaloy-4 dans la direction transverse

Méthode	E (GPa)	ν
S-DIC ($\pm 0,69$ GPa)	93,36	0,35
MIC ($\pm 0,01$)	92,55	0,37

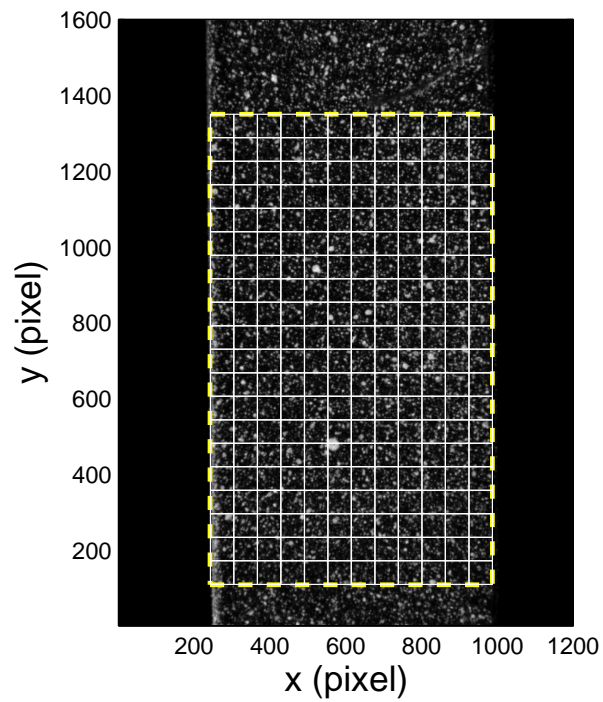


FIGURE C.3: Définition du maillage et de la zone d'intérêt pour l'identification utilisant la méthode *MIC*

Bibliographie

- [AFN 99] AFNOR
Comite Europeen de Normalisation : Protection contre la corrosion : Terminologie essais de corrosion et protection cathodique Volume 1. AFNOR CEFRACOR, 1999.
- [ARI 87] ARIAS D., PALACIOS T., TURRILLO C.
Composition of Precipitates Present in Zircaloy 2 and 4. *J. Nucl. Mater.*, vol.148, n.2, p.227–229, 1987.
- [ARM 04] ARMAS A., HERENU S., BOLMARO R., ALVAREZ-ARMAS I.
Cyclic softening mechanisms of Zircaloy-4. *Journal of nuclear materials*, vol.326, n.2, p.195–200, 2004.
- [AST 95] ASTM
E647-95, in “1995 ASTM Annual Book of Standards,”. *ASTM*, vol.3, p.578, 1995.
- [AST 96] ASTM
Standard Specification for Zirconium and Zirconium Alloy Ingots for Nuclear Application. *ASTM*, vol.B350/B350M, 1996.
- [AVR 08] AVRIL S., BONNET M., BRETTELLE A., GREDIAC M., HILD F., IENNY P., LATOURTE F., LEMOSSE D., PAGANO S., PAGNACCO E. et al.
Overview of identification methods of mechanical parameters based on full-field measurements. *Experimental Mechanics*, vol.48, n.4, p.381–402, 2008.
- [BAR 08] BARNES A., SENIOR N., NEWMAN R.
Revisiting the film-induced cleavage model of SCC. *elsevier*, p.47–57, 2008.
- [BAT 80] BATHIAS C., PINEAU A.
La fatigue des matériaux et des structures. *Maloine*, , 1980.
- [BAY 96] BAYOUMI M.
The mechanics and mechanisms of fracture in stress corrosion cracking of aluminium alloys. *Engineering fracture mechanics*, vol.54, n.6, p.879–889, 1996.
- [BER 02] BERANGER G., MAZILLE H.
Corrosion des métaux et alliages–mécanismes et phénomènes. *Hermès, Lavoisier, Paris*, , 2002.
- [BER 06] BERRADJA A., DÉFORGE D., NOGUEIRA R., PONTTHIAUX P., WENGER F., CELIS J.
An electrochemical noise study of tribocorrosion processes of AISI 304 L in Cl⁻ and media. *Journal of Physics D : Applied Physics*, vol.39, p.3184–3192, 2006.

- [BES 06] BESNARD G., HILD F., ROUX S.
“Finite-Element” Displacement Fields Analysis from Digital Images : Application to Portevin–Le Châtelier Bands. *Experimental Mechanics*, vol.46, n.6, p.789–803, 2006.
- [BOL 04] BOLMARO R., SIGNORELLI J., BROKMEIER H., ARMAS A., HEREÑÚ S., ALVAREZ-ARMAS I.
Cyclic softening mechanisms of Zry-4 at room temperature : the unlikely influence of texture variations. *Scripta materialia*, vol.51, n.6, p.617–621, 2004.
- [BOS 05] BOSCH R.
Electrochemical impedance spectroscopy for the detection of stress corrosion cracks in aqueous corrosion systems at ambient and high temperature. *Corrosion science*, vol.47, n.1, p.125–143, 2005.
- [BUI 06] BUI H.
Fracture mechanics : inverse problems and solutions. *springer*, vol.139, p.1-377, 2006.
- [CAS 90] CASSAGNE T.
Le modèle du clivage induit par le film. *EDP Science*, p.373–396, 1990.
- [COP 02] COPIN-MONTÉGUT G.
Propriétés physiques de l’eau de mer. , 2002.
- [COT 01] COTTIS R.
Interpretation of electrochemical noise data. *Corrosion*, vol.57, n.03, p.265-285, 2001.
- [COX 73] COX B.
Stress corrosion cracking of Zircaloy-2 in neutral aqueous chloride solutions at 25°C. *Corrosion*, vol.29, n.4, p.157–166, 1973.
- [COX 90] COX B.
Environmentally-induced cracking of zirconium alloys—A review. *Journal of Nuclear Materials*, vol.170, n.1, p.1–23, 1990.
- [CRA 78] CRAGNOLINO G., GALVELE J.
Anodic Behavior and Pitting of Zirconium and Zircaloy-4 in Aqueous Solutions of Sodium Chloride. *Passivity of Metals, The Electrochemical Soc. Inc., New Jersey*, p.1053–1058, 1978.
- [CZI 06] CZICHOS H., SAITO T., SMITH L.
Springer Handbook of Materials Measurement Methods. *Springer Handbook of Materials Measurement Methods, by H. Czychos, T. Saito, and L. Smith. Berlin : Springer, 2006.*, p.611-684, 2006.
- [DEL 57] DELTOMBE E., MARAGHINI M., VAN RYSSELBERGHE P., DELTOMBE E., DE ZOUBOV N., POURBAIX M.
Comportement électrochimique du zirconium. vol.9, p. 92, 1957.
- [DEL 85] DELORENZI H.
Energy release rate calculations by the finite element method. *Engineering Fracture Mechanics*, vol.21, n.1, p.129–143, 1985.
- [DEL 01] DELAFOSSE D., MAGNIN T.
Hydrogen induced plasticity in stress corrosion cracking of engineering systems. *Engineering Fracture Mechanics*, vol.68, n.6, p.693–729, 2001.

- [DER 80] DEREK J., IBRAHIM S., ROUBY R., FANTOZZI G.
Deformation behaviour of zircaloy-4 between 77 and 900 K. *Acta Metallurgica*, vol.28, n.5, p.607–619, 1980.
- [DES 90] DESJARDINS D., OLTRA R.
Corrosion sous contrainte. phénoménologie et mécanismes. *EDP Science*, p.1-17, 1990.
- [DIA 04] DIAZ F., PATTERSON E., TOMLINSON R., YATES J.
Measuring stress intensity factors during fatigue crack growth using thermoelasticity. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, vol.27, n.7, p.571–583, 2004.
- [DON 90] DONALDSON A.
Growth in Zircaloy-4 Fuel Clad Arising from Oxidation at Temperatures in the Range 623 to 723 K. *Zirconium in the nuclear industry : ninth international symposium*, p.177–197, 1990.
- [ENG 99] ENGELHARDT G., MACDONALD D., URQUIDI-MACDONALD M.
Development of fast algorithms for estimating stress corrosion crack growth rate. *Corrosion science*, vol.41, n.12, p.2267–2302, 1999.
- [FAR 03] FARINA S., DUFFO G., GALVELE J.
Stress corrosion cracking of zirconium and Zircaloy-4 in halide aqueous solutions. *Corrosion Science*, vol.45, n.11, p.2497–2512, 2003.
- [FAR 04] FARINA S., DUFFÓ G.
Intergranular to transgranular transition in the stress corrosion cracking of Zircaloy-4. *Corrosion Science*, vol.46, n.9, p.2255–2264, 2004.
- [FEA 07] FEAGAS X., CREUS J., SABOT R., EL ALAMI H., LARGE D., SAHAL M., SAVALL C., HUVIER C.
Influence d'un état mécanique sur la réactivité de surface en milieux aqueux des métaux cfc. *EDP Sciences : PlastOx 2007*, p.221–236, 2007.
- [FOR 90] FORD F.
Slip dissolution model dans "Corrosion sous contrainte. phénoménologie et mécanismes.". *EDP Science*, p.307-344, 1990.
- [FRA 11] FRANÇON V.
Corrosion sous contrainte par l'iode des alliages de zirconium : étude des paramètres critiques pour l'amorçage intergranulaire et la transition inter/transgranulaire. Thèse de doctorat, Science et Génie des Matériaux-INSA de Lyon, 2011.
- [FRA 12] FRANCON V., FREGONESE M., ABE H., WATANABE Y.
Iodine-Induced Stress Corrosion Cracking of Zircaloy-4 : Identification of Critical Parameters Involved in Intergranular to Transgranular Crack Propagation. *Solid State Phenomena*, vol.183, p.49–56, 2012.
- [FRE 97] FREGONESE M.
Mécanismes de corrosion sous contrainte par l'iode dans le zirconium et le zircaloy-4. Transition aux conditions d'interaction pastille-gaine dans les réacteurs à eau pressurisée. Thèse de doctorat, Science et Génie des Matériaux : Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 1997.

- [FRE 08] FREGONESE M., OLAGNON C., GODIN N., HAMEL A., DOUILLARD T.
Strain-hardening influence on iodine induced stress corrosion cracking of Zircaloy-4. *Journal of Nuclear Materials*, vol.373, n.1-3, p.59–70, 2008.
- [GAL 87] GALVELE J.
A stress corrosion cracking mechanism based on surface mobility. *Corrosion science*, vol.27, n.1, p.1–33, 1987.
- [GAL 90] GALVELE J., TORRESI R., CARRANZA R.
Passivity breakdown, its relation to pitting and stress-corrosion-cracking processes. *Corrosion science*, vol.31, p.563–571, 1990.
- [GAL 94] GALVELE J.
Comments on "notes on the surface mobility mechanism of stress-corrosion cracking", by K. Sieradzki and F. J. Friedersdorf. *Corrosion Science*, vol.36, n.5, p.901–910, 1994.
- [GAL 96] GALVELE J.
Application of the surface-mobility stress corrosion cracking mechanism to nuclear materials. *Journal of nuclear materials*, vol.229, p.139–148, 1996.
- [GAL 00] GALVELE J.
Recent developments in the surface-mobility stress-corrosion-cracking mechanism. *Electrochimica Acta*, vol.45, n.21, p.3537–3541, 2000.
- [GAL 05] GALVELE J.
Tafel's law in pitting corrosion and crevice corrosion susceptibility. *Corrosion science*, vol.47, n.12, p.3053–3067, 2005.
- [GAR 81] GARDIAZABAL I., SCHREBLER R., CORDOVA R.
The potentiodynamic behaviour of zirconium and zircalloy-4 in chloride acid media. *Journal of Electroanalytical Chemistry*, vol.119, n.2, p.389–394, 1981.
- [GAR 88] GARDIAZABAL I., CORDOVA R., GOMEZ H., SCHREBLER R.
The electrochemical behaviour of Zircaloy-4 electrodes in acid iodide solution. *Journal of electroanalytical chemistry and interfacial electrochemistry*, vol.240, n.1-2, p.299–308, 1988.
- [GAV 03] GAVRILOV S.
Finite element simulation of stress corrosion cracking in an aqueous environment. Thèse de doctorat, Vrije Universiteit Brussel, 2003.
- [GAV 07] GAVRILOV S., VANKEERBERGHEN M., NELISSEN G., DECONINCK J.
Finite element calculation of crack propagation in type 304 stainless steel in diluted sulphuric acid solutions. *Corrosion Science*, vol.49, n.3, p.980–999, 2007.
- [GEY 99] GEYER P.
Comportement élasto-viscoplastique de tubes en Zircaloy-4 : approche expérimentale et modélisation micromécanique. Thèse de doctorat, 1999.
- [GOS 01] GOSMAIN L., VALOT C., CIOSMAK D., SICARDY O.
Study of stress effects in the oxidation of Zircaloy-4. *Solid State Ionics*, vol.141, p.633–640, 2001.
- [GRE 08] GREGOIRE D.
Initiation, propagation, arrêt et redémarrage de fissures sous impact. Thèse de doctorat, mécanique MEGA - INSA de LYON, 2008.

- [GRI 21] GRIFFITH A.
The phenomena of rupture and flow in solids. *Philosophical transactions of the royal society of london. Series A, containing papers of a mathematical or physical character*, vol.221, p.163–198, 1921.
- [GUT 94] GUTMAN E.
Mechanochemistry of solid surfaces. World Scientific Pub Co Inc, 1994.
- [GUT 03] GUTMAN E.
Notes on the discussion concerning the "surface mobility mechanism" of stress corrosion cracking. *Corrosion Science*, vol.45, n.9, p.2105–2117, 2003.
- [GUT 07] GUTMAN E.
An inconsistency in "film rupture model" of stress corrosion cracking. *Corrosion Science*, vol.49, n.5, p.2289–2302, 2007.
- [HAL 08a] HALL M.
Crack tip strain rate equation with application to crack tip embrittlement and active path dissolution models of stress corrosion cracking. p.59–68, 2008.
- [HAL 08b] HALL JR M.
An alternative to the Shoji crack tip strain rate equation. *Corrosion Science*, vol.50, n.10, p.2902–2905, 2008.
- [HAM 07] HAMAM R., HILD F., ROUX S.
Stress intensity factor gauging by digital image correlation : Application in cyclic fatigue. *Strain*, vol.43, n.3, p.181–192, 2007.
- [HEN 10] HENNINGER C., ROUX S., HILD F.
Enriched kinematic fields of cracked structures. *International Journal of Solids and Structures*, vol.473, n.24, p.3305–3316, 2010.
- [HIL 06a] HILD F., ROUX S.
Digital Image Correlation : from Displacement Measurement to Identification of Elastic Properties- a Review. *Strain*, vol.42, n.2, p.69–80, 2006.
- [HIL 06b] HILD F., ROUX S.
Measuring stress intensity factors with a camera : Integrated digital image correlation (I-DIC). *Comptes rendus-Mécanique*, vol.334, n.1, p.8–12, 2006.
- [HIR 85] HIRANO K., ISHIZAKI S., KOBAYASHI H., NAKAZAWA H.
Determination of threshold stress corrosion cracking characteristics using rising load KI-scc testing based on ultrasonic method. *Journal of testing and evaluation*, vol.13, n.2, p.162–168, 1985.
- [HOR 81] HORN B., SCHUNCK B.
Determining optical flow. *Artificial intelligence*, vol.17, n.1-3, p.185–203, 1981.
- [HOR 88] HORNKJØL S.
Pitting corrosion of zirconium and hafnium. *Electrochimica Acta*, vol.33, n.2, p.289–292, 1988.
- [HWA 89] HWANG S.K. HAN H.
Anisotropic surface energy reduction of Zr by chemisorption. *Journal of Nuclear Materials*, vol.161, n.2, p.175–181, 1989.

- [HWA 92] HWANG I.
A multi-frequency AC potential drop technique for the detection of small cracks. *Measurement Science and Technology*, vol.3, p.62–74, 1992.
- [IBR 08] IBRAHIM R., RIHAN R., RAMAN R.
Validity of a new fracture mechanics technique for the determination of the threshold stress intensity factor for stress corrosion cracking (KISCC) and crack growth rate of engineering materials. *Engineering fracture mechanics*, vol.75, n.6, p.1623–1634, 2008.
- [IRW 57] IRWIN G.
Analysis of stresses and strains near the end of a crack traversing a plate. *Journal of Applied Mechanics*, p.361–364, 1957.
- [IRW 60] IRWIN G.
Plastic zone near a crack and fracture toughness. *Proceedings of the 7th Sagamore Army Materials Research Conference*, p.4–63, 1960.
- [ISO 87] ISO
Corrosion des métaux et alliages - Essais de corrosion sous contrainte, Partie 1 : Guide général des méthodes d'essai. vol.7539-1, 1987.
- [JAM 03] JAMES M., PACEY M., WEI L., PATTERSON E.
Characterisation of plasticity-induced closure–crack flank contact force versus plastic enclave. *Engineering fracture mechanics*, vol.70, n.17, p.2473–2487, 2003.
- [JOH 65] JOHNSON H.
Calibrating the electric potential method for studying slow crack growth (Calibration of electric potential technique to study slow or steady crack growth in high strength materials). *Materials Research and Standards*, vol.5, p.442–445, 1965.
- [JON 85] JONES D.
A unified mechanism of stress corrosion and corrosion fatigue cracking. *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol.16, n.6, p.1133–1141, 1985.
- [JOR 07] JORCIN J.
Spectroscopie d'impédance électrochimique locale : caractérisation de la délamination des peintures et de la corrosion des alliages Al-Cu. Thèse de doctorat, Génie des matériaux : Institut National Polytechnique de Toulouse, 2007.
- [KNI 82] KNITTEL D., MAGUIRE M.
The Effect of Surface Treatments and Electrochemical Methods on the Pitting Potentials of Zirconium in Chloride Solutions. *Corrosion*, vol.38, n.5, p.265–273, 1982.
- [KOV 10] KOVAC J., ALAUX C., MARROW T., GOVEKAR E., LEGAT A.
Correlations of electrochemical noise, acoustic emission and complementary monitoring techniques during intergranular stress-corrosion cracking of austenitic stainless steel. *Corrosion Science*, vol.52, n.6, p.2015–2025, 2010.
- [KUB 85] KUBO T., WAKASHIMA Y., IMAHASHI H., NAGAI M.
Effects of intermetallic particles on the SCC initiation of zirconium alloys. *Journal of Nuclear Materials*, vol.132, n.2, p.126–136, 1985.

- [LAG 09] LAGHOUTARIS P.
Corrosion sous contrainte de l'alliage 600 en milieu primaire des réacteurs à eau sous pression : apport à la compréhension des mécanismes. Thèse de doctorat, Ecole doctorale sciences des métiers de l'ingénieur : science et génie des matériaux, Mines Paris Tech, 2009.
- [LAN 91] LANDOW M., MARSCHALL C.
Experience in using direct current electric potential to monitor crack growth in ductile metals. *Elastic-plastic fracture test methods : the user's experience (second volume)*, p.1-163, 1991.
- [LAR 07] LARGE D., SABOT R., FEAUGAS X.
Influence of stress-strain field on the dissolution process of polycrystalline nickel in H₂SO₄ solution : An original in situ method. *Electrochimica Acta*, vol.52, n.27, p.7746-7753, 2007.
- [LAV 09] LAVIGNE O.
Caractérisation des films passifs pour la définition de nouveaux matériaux. Thèse de doctorat, Science et Génie des Matériaux-INSA de Lyon, 2009.
- [LAW 99] LAWSON L., CHEN E., MESHII M.
Near-threshold fatigue : a review. *International journal of fatigue*, vol.21, p.15-34, 1999.
- [LEC 06] LECOMPTE D., SMITS A., BOSSUYT S., SOL H., VANTOMME J., VAN HEMELRIJCK D., HABRAKEN A.
Quality assessment of speckle patterns for digital image correlation. *Optics and lasers in Engineering*, vol.44, n.11, p.1132-1145, 2006.
- [LEC 09] LECLERC H., PÉRIÉ J., ROUX S., HILD F.
Integrated digital image correlation for the identification of mechanical Properties. *Computer Vision/Computer Graphics Collaboration Techniques*, p.161-171, 2009.
- [LEM 90] LEMAÎTRE C.
Corrosion sous contrainte : méthode d'essai dans "Corrosion sous contrainte. phénoménologie et mécanismes.". *EDP Science*, p.467-487, 1990.
- [LEM 94] LEMAIGNAN C. MOTTA A.
Zirconium alloys in Nuclear Applications. *Materials Science and Technology*, vol.10B, p.1-51, 1994.
- [LEP 10] LEPLAY P., RÉTHORÉ J., MEILLE S., BAIETTO M.
Damage law identification of a quasi brittle ceramic from a bending test using Digital Image Correlation. *Journal of the European Ceramic Society*, vol.30, n.13, p.2715-2725, 2010.
- [LEP 11] LEPLAY P.
Identification de comportements mécaniques et à rupture par corrélation d'images 2D et 3D - Application aux filtres à particules Diesel à base de titanate d'aluminium. Thèse de doctorat, mécanique MEGA - INSA de LYON, 2011.
- [LI 03] LI E., TIEU A., YUEN W.
Application of digital image correlation technique to dynamic measurement of the velocity field in the deformation zone in cold rolling. *Optics and lasers in engineering*, vol.39, n.4, p.479-488, 2003.

- [LIN 98] LIN X., HAICHENG G.
High cycle fatigue properties and microstructure of zirconium and zircaloy-4 under reversal bending. *Materials Science and Engineering : A*, vol.252, n.2, p.166–173, 1998.
- [LIN 06] LINGA MURTY K., CHARIT I.
Texture development and anisotropic deformation of zircalloys. *Progress in Nuclear Energy*, vol.48, n.4, p.325–359, 2006.
- [LIU 07] LIU X., FRANKEL G., ZHOOFAN B., ROKHLIN S.
In-situ observation of intergranular stress corrosion cracking in AA2024-T3 under constant load conditions. *Corrosion science*, vol.49, n.1, p.139–148, 2007.
- [LU 06] LU Z., SHOJI T.
Unified interpretation of crack growth rates of Ni-base alloys in LWR environments. *Journal of pressure vessel technology*, vol.128, n.3, p.318–327, 2006.
- [LYN 88] LYNCH S.
Environmentally assisted cracking : overview of evidence for an adsorption-induced localised-slip process. *Acta Metallurgica*, vol.36, n.10, p.2639–2661, 1988.
- [LYO 96] LYONS J., LIU J., SUTTON M.
High-temperature deformation measurements using digital-image correlation. *Experimental mechanics*, vol.36, n.1, p.64–70, 1996.
- [MAC 91] MACDONALD D., URQUIDI-MACDONALD M.
A coupled environment model for stress corrosion cracking in sensitized type 304 stainless steel in LWR environments. *Corrosion Science*, vol.32, n.1, p.51–81, 1991.
- [MAG 90] MAGNIN T.
Modèles liés à la plasticité pour la rupture fragile de matériaux ductiles en corrosion sous contrainte dans "Corrosion sous contrainte. phénoménologie et mécanismes.". *EDP Science*, p.345-371, 1990.
- [MAG 96] MAGNIN T., CHAMBREUIL A., BAYLE B.
The corrosion-enhanced plasticity model for stress corrosion cracking in ductile fcc alloys. *Acta Materialia*, vol.44, n.4, p.1457–1470, 1996.
- [MAN 07] MANN T., HARKEGAARD G., STARK K.
Short fatigue crack growth in aluminium alloy 6082-T6. *International Journal of Fatigue*, vol.29, n.9-11, p.1820–1826, 2007.
- [MAR 08] MARDON J.
Matériaux des tubes de gainage pour réacteurs à eau pressurisée [en ligne]. *Techniques de l'Ingénieur; traité Matériaux pour le nucléaire*, vol.B3700, p.1–8, 2008.
- [MCC 10] MCCAFFERTY E.
Introduction to corrosion science. Springer Verlag, 2010.
- [MCN 87] MCNEILL S., PETERS W., SUTTON M.
Estimation of stress intensity factor by digital image correlation. *Engineering fracture mechanics*, vol.28, n.1, p.101–112, 1987.

- [MEL 96] MELENK J., BABUŠKA I.
The partition of unity finite element method : Basic theory and applications. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, vol.139, n.1-4, p.289–314, 1996.
- [MEN 07] MENOUILLARD T.
Dynamique explicite pour la simulation numérique de propagation de fissure par la méthode des éléments finis étendus. Thèse de doctorat, mécanique MEGA - INSA de LYON, 2007.
- [NAK 81] NAKATSUKA M.
Elastic anisotropy of zirconium alloy fuel cladding. *Nuclear Engineering and Design*, vol.65, n.1, p.103–112, 1981.
- [NEW 07] NEWMAN R., HEALEY C.
Stability, validity, and sensitivity to input parameters of the slip-dissolution model for stress-corrosion cracking. *Corrosion Science*, vol.49, n.10, p.4040–4050, 2007.
- [NIK 05] NIKULIN S., ROZHNOV A.
Corrosion Cracking of Zirconium Cladding Tubes (A Review). I. Methods of Study and Mechanisms of Fracture. *Metal science and heat treatment*, vol.47, n.1, p.71–79, 2005.
- [NOR 75] NORTHWOOD D., LONDON I., B
"AHEN L.
Elastic constants of zirconium alloys. *Journal of Nuclear Materials*, vol.55, n.3, p.299–310, 1975.
- [PAL 78] PALIT G., ELAYAPERUMAL K.
Passivity and pitting of corrosion resistant pure metals Ta, Nb, Ti, Zr, Cr and Al in chloride solutions. *Corrosion Science*, vol.18, n.2, p.169–179, 1978.
- [PAR 75] PARKINS R.
Environmental effects in crack growth. *The Journal of Strain Analysis for Engineering Design*, vol.10, n.4, p.251–257, 1975.
- [PEN 04] PENG Q., KWON J., SHOJI T.
Development of a fundamental crack tip strain rate equation and its application to quantitative prediction of stress corrosion cracking of stainless steels in high temperature oxygenated water. *Journal of Nuclear Materials*, vol.324, n.1, p.52–61, 2004.
- [PET 82] PETERS W., RANSON W.
Digital imaging techniques in experimental stress analysis. *Optical Engineering*, vol.21, n.3, 1982.
- [PET 00] PETIGNY N., BARBERIS P., LEMAIGNAN C., VALOT C., LALLEMANT M.
In situ XRD analysis of the oxide layers formed by oxidation at 743 K on Zircaloy 4 and Zr–1NbO. *Journal of Nuclear Materials*, vol.280, n.3, p.318–330, 2000.
- [POU 70] POURBAIX M.
Significance of protection potential in pitting and intergranular corrosion. *Corrosion*, vol.26, n.10, p.431–37, 1970.
- [PUJ 94] PUJOL C.
Étude des mécanismes de déformation en traction et fluage du Zr alpha entre 20 et 300°C. Thèse de doctorat, Sciences et Génie des Matériaux, Evry, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1994.

- [RÉT 05a] RÉTHORÉ J.
Méthode éléments finis étendus en espace et en temps : application à la propagation dynamique des fissures. Thèse de doctorat, mécanique MEGA - INSA de LYON, 2005.
- [RÉT 05b] RÉTHORÉ J., GRAVOUIL A., MORESTIN F., COMBESURE A.
Estimation of mixed-mode stress intensity factors using digital image correlation and an interaction integral. *International Journal of Fracture*, vol.132, n.1, p.65–79, 2005.
- [RET 07] RETHORE J., ROUX S., HILD F.
From pictures to extended finite elements : Extended digital image correlation (X-DIC). *Comptes rendus-Mécanique*, vol.335, n.3, p.131–137, 2007.
- [RÉT 08] RÉTHORÉ J., HILD F., ROUX S.
Extended digital image correlation with crack shape optimization. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, vol.73, n.2, p.248–272, 2008.
- [RÉT 10a] RÉTHORÉ J.
A fully integrated noise robust strategy for the identification of constitutive laws from digital images. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, vol.84, n.6, p.631–660, 2010.
- [RÉT 10b] RÉTHORÉ J., ROUX S., HILD F.
Hybrid analytical and extended finite element method (HAX-FEM) : A new enrichment procedure for cracked solids. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, vol.81, n.3, p.269–285, 2010.
- [RIT 99] RITCHIE R., BOYCE B., CAMPBELL J., RODER O., THOMPSON A., MILLIGAN W.
Thresholds for high-cycle fatigue in a turbine engine Ti-6Al-4V alloy. *International journal of fatigue*, vol.21, n.7, p.653–662, 1999.
- [ROU 06] ROUX S., HILD F.
Stress intensity factor measurements from digital image correlation : post-processing and integrated approaches. *International Journal of Fracture*, vol.140, n.1, p.141–157, 2006.
- [ROU 09] ROUX S., RÉTHORÉ J., HILD F.
Digital image correlation and fracture. *Journal of Physics D : Applied Physics*, vol.42, p.214004-214024, 2009.
- [SAH 06] SAHAL M., CREUS J., SABOT R., FEAUGAS X.
The effects of dislocation patterns on the dissolution process of polycrystalline nickel. *Acta materialia*, vol.54, n.8, p.2157–2167, 2006.
- [SAI 01] SAITO K., KUNIYA J.
Mechanochemical model to predict stress corrosion crack growth of stainless steel in high temperature water. *Corrosion science*, vol.43, n.9, p.1751–1766, 2001.
- [SAT 05] SATPATI A., PHADNIS S., SUNDARESAN R.
Electrochemical and XPS studies and the potential scan rate dependent pitting corrosion behavior of Zircaloy-2 in 5% NaCl solution. *Corrosion Science*, vol.47, n.6, p.1445–1458, 2005.
- [SER 08] SERRES A.
Corrosion sous contrainte par l'iode du Zircaloy-4 : cinétiques de fissuration et influence de l'irradiation sur l'amorçage. Thèse de doctorat, Science et Génie des Matériaux-INSA de Lyon, 2008.

- [SER 10] SERRES A., FOURNIER L., FRÉGONÈSE M., AUZOUX Q., LEBOULCH D.
The effect of iodine content and specimen orientation on stress corrosion crack growth rate in Zircaloy-4. *Corrosion Science*, vol.52, n.6, p.2001–2009, 2010.
- [SHI 08] SHIPILOV S. A.
Stress Corrosion Cracking and corrosion fatigue a record of progress, 1873-1973, in : S.A. Shipilov, R.H. Jones, J.M. Olive, R.B. Rebak (Eds.), *Environment-Induced Cracking of Materials*. Elsevier, p.507-557, 2008.
- [SHO 10] SHOJI T., LU Z., MURAKAMI H.
Formulating stress corrosion cracking growth rates by combination of crack tip mechanics and crack tip oxidation kinetics. *Corrosion Science*, vol.52, n.3, p.769–779, 2010.
- [SHY 06] SHYAM A., LARA-CURZIO E.
The double-torsion testing technique for determination of fracture toughness and slow crack growth behavior of materials : A review. *Journal of materials science*, vol.41, n.13, p.4093–4104, 2006.
- [SID 98] SIDKY P.
Iodine stress corrosion cracking of Zircaloy reactor cladding : iodine chemistry (a review). *Journal of nuclear materials*, vol.256, n.1, p.1–17, 1998.
- [SIE 85] SIERADZKI K., NEWMAN R.
Brittle behaviour of ductile metals during stress-corrosion cracking. *Philosophical magazine. A. Physics of condensed matter. Defects and mechanical properties*, vol.51, n.1, p.95–132, 1985.
- [SIE 94] SIERADZKI K., FRIEDERSDORF F.
Notes on the surface mobility mechanism of stress-corrosion cracking. *Corrosion science*, vol.36, n.4, p.669–675, 1994.
- [SUN 05] SUN Y., PANG J., WONG C., SU F.
Finite element formulation for a digital image correlation method. *Applied optics*, vol.44, n.34, p.7357–7363, 2005.
- [SUT 83] SUTTON M., WOLTERS W., PETERS W., RANSON W., MCNEILL S.
Determination of displacements using an improved digital correlation method. *Image and Vision Computing*, vol.1, n.3, p.133–139, 1983.
- [SUT 00] SUTTON M., MCFADDEN C.
Development of a methodology for non-contacting strain measurements in fluid environments using computer vision. *Optics and Lasers in Engineering*, vol.32, n.4, p.367–377, 2000.
- [TAD 00] TADA H., PARIS P., IRWIN G.
The stress analysis of cracks handbook 3rd ed. *ASME press New York*, vol.130, 2000.
- [TAY 95] TAY T., YAP C., TAY C.
Crack tip and notch tip plastic zone size measurement by the laser speckle technique. *Engineering fracture mechanics*, vol.52, n.5, p.879–885, 1995.
- [THO 92] THOMPSON D., DICKINS A., THORP J.
The dielectric properties of zirconia. *Journal of materials science*, vol.27, n.8, p.2267–2271, 1992.

- [TOF 08] TOFFOLON C.
Phase diagrams (includes Zr-H and Zr-O) and control of microstructure (in Zy and Zr-Nb). *Metalurgy and properties of Zr alloys for nuclear applications, 21-25 avril 2008, INSTN, Gif-sur-Yvette, France, , 2008.*
- [TOR 04] TORIBIO J., KHARIN V.
Role of crack tip mechanics in stress corrosion cracking of high-strength steels. *International journal of fracture*, vol.126, n.3, p.57–63, 2004.
- [TSA 00] TSAI W., CHEN M.
Stress corrosion cracking behavior of 2205 duplex stainless steel in concentrated NaCl solution. *Corrosion science*, vol.42, n.3, p.545–559, 2000.
- [TUR 93] TURNBULL A.
Modelling of environment assisted cracking. *Corrosion science*, vol.34, n.6, p.921–960, 1993.
- [UNE 79] UNE K.
Influences of cesium and cesium oxide on iodine stress corrosion cracking of Zircaloy-2 in out-of-pile and in-pile conditions. *Journal of Nuclear Materials*, vol.87, n.1, p.207–210, 1979.
- [UNE 84] UNE K.
Threshold values characterizing iodine-induced SCC of Zircaloys. *Resistance Mechanica*, vol.12, n.3, p.161-188, 1984.
- [VAN 09] VANKEERBERGHEN M., WEYNS G., GAVRILOV S., MARTENS B., DECONINCK J.
Crack propagation rate modelling for 316SS exposed to PWR-relevant conditions. *Journal of Nuclear Materials*, vol.384, n.3, p.274–285, 2009.
- [WIL 57] WILLIAMS M.
On the stress distribution at the base of a stationary crack. *ASME Journal of Applied Mechanics*, vol.24, p.109-114, 1957.
- [WIN 05] WINZER N., ATRENS A., SONG G., GHALI E., DIETZEL W., KAINER K., HORT N., BLAWERT C.
A critical review of the stress corrosion cracking (SCC) of magnesium alloys. *Advanced Engineering Materials*, vol.7, n.8, p.659–693, 2005.
- [XU 97] XU T., BEA R.
Load shedding of fatigue fracture in ship structures. *Marine Structures*, vol.10, n.1, p.49–80, 1997.
- [YAU 92] YAU T.
Stress-corrosion cracking of zirconium alloys. *Stress-corrosion cracking- Materials performance and evaluation(A 95-14726 02-26)*, *Materials Park, OH, ASM International, 1992., p.299–328, 1992.*

FOLIO ADMINISTRATIF

Thèse soutenue devant l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon

NOM : DURIF

DATE de SOUTENANCE : 2 mai 2012

PRENOM : Emilien

TITRE : Caractérisation du couplage mécano-électrochimique en pointe de fissure lors de la Fissuration assistée par Corrosion Sous Contrainte - cas du Zircaloy-4 en milieu aqueux halogéné

NATURE : Doctorat

ÉCOLE DOCTORALE : Mécanique, Énergétique, Génie Civil, Acoustique

SPECIALITÉ : Mécanique, Génie Mécanique, Génie Civil

COTE B.I.U. - Lyon :

Numéro D'ordre : 2012ISAL0035

RÉSUMÉ : La corrosion sous contrainte (CSC) est un phénomène synergique d'endommagement qui résulte d'un processus de corrosion (dissolution, adsorption) et d'une rupture mécanique (fissuration). Les mécanismes de couplage mécano-électrochimique en pointe de fissure nécessaires à la compréhension du phénomène sont encore mal connus puisqu'ils dépendent du système d'étude (métal/milieu agressif) et font intervenir de nombreux facteurs mécaniques et électrochimiques. Dans cette thèse, nous nous proposons d'étudier les interactions réciproques entre la dissolution et l'état de contrainte mécanique en pointe de fissure (facteurs d'intensité des contraintes) pour le cas du Zircaloy-4 en milieu aqueux halogéné. Un protocole expérimental spécifique est mis en place afin d'étudier précisément la propagation de fissures par CSC en maîtrisant l'histoire de chargement et la vitesse de sollicitation mécanique. Des techniques de corrélations d'images sont développées dans le but d'identifier les facteurs d'intensité des contraintes et d'estimer la longueur de fissure en temps réel. Ainsi des essais originaux de CSC, permettant d'imposer les facteurs d'intensité en pointe de fissure, sont conduits et les résultats montrent alors clairement les effets synergiques entre l'évolution des mesures mécaniques et des courants de dissolution. D'autre part, l'existence d'un facteur d'intensité des contraintes seuil de propagation en CSC, présentant une forte dépendance à l'histoire de chargement et à la variation de l'état de contrainte locale en pointe de fissure (variation des facteurs d'intensité des contraintes), est mise en évidence. Enfin sur la base des résultats expérimentaux, un modèle de loi de propagation de fissure en CSC est proposé.

MOTS-CLÉS : Corrosion Sous Contrainte, Zircaloy-4, Corrélation d'images, Séries de Williams, Mesure de courants de dissolution, loi de propagation, pré-fissuration par fatigue, Load-Shedding.

LABORATOIRES DE RECHERCHE : Université de Lyon

LaMCoS - UMR CNRS 5259 - INSA de Lyon

MATEIS - UMR CNRS 5510 - INSA de Lyon

18-20 rue des Sciences, 69621 Villeurbanne Cedex, France

DIRECTEUR DE THÈSE : Alain Combescure

CO-ENCADRANTS DE THÈSE : Julien Réthoré, Marion Fregonese

PRÉSIDENT DU JURY :

COMPOSITION DU JURY : Eric ANDRIEU
Véronique DOQUET
Christine SARRAZIN-BAUDOUX
Bernard NORMAND

Jean DESQUINES
Julien RETHORE
Marion FREGONESE