

Université  
de Toulouse

# THÈSE

En vue de l'obtention du  
**DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE**

**Délivré par :**  
Institut National Polytechnique de Toulouse (INP Toulouse)

**Discipline ou spécialité :**  
Sciences et Génie des Matériaux

---

**Présentée et soutenue par :**  
Vincent Proton

**le :** jeudi 8 novembre 2012

**Titre :**  
Caractérisation et compréhension du comportement en corrosion de  
structures en alliage d'aluminium-cuivre-lithium 2050  
assemblées par Friction Stir Welding (FSW)

---

**Ecole doctorale :**  
Sciences de la Matière (SDM)

**Unité de recherche :**  
Institut Carnot CIRIMAT-UMR CNRS 5085

**Directeur(s) de Thèse :**  
BLANC Christine, Professeur INP Toulouse  
ALEXIS Joël, Maître de Conférences ENI de Tarbes

**Rapporteurs :**  
FREGONESE Marion, Professeur INSA de Lyon  
CREUS Juan, Professeur Université de La Rochelle

**Membre(s) du jury :**  
DESCHAMPS Alexis, Professeur INP Grenoble, Examinateur  
VIDAL Vanessa, Docteur-Maître assistant Mines d'Albi, Examinatrice  
ANDRIEU Eric, Professeur INP Toulouse, Invité  
DELFOSSÉ Jérôme, Docteur EADS IW, Invité  
HENON Christine, Ingénieur Recherche et Développement CONSTELLIUM, Invitée

## **REMERCIEMENTS**

Je souhaiterais adresser mes plus sincères remerciements à M Alexis Deschamps, Professeur à l'INP Grenoble, pour avoir accepté de présider mon jury de thèse et avoir apporté toutes ses connaissances sur les microstructures des alliages Al-Cu-Li ... fort complexes.

Je tiens à exprimer ma plus profonde gratitude à Mme Marion Fregonese, Professeur à l'INSA de Lyon et à M Juan Creus, Professeur à l'Université de La Rochelle, d'avoir accepté de juger ces travaux de thèse et d'avoir lu ces 283 pages. Je vous remercie aussi pour les discussions intéressantes lors de la soutenance. J'exprime aussi ma plus grande gratitude à Mme Vanessa Vidal, Docteur-Maître assistant aux Mines d'Albi, qui a accepté de participer à ce jury de thèse.

J'aimerais aussi remercier M Jérôme Delfosse de la société EADS IW ainsi que Mme Christine Hénon de la société CONSTELLIUM avec qui j'ai eu la chance de travailler durant ces 3 années et qui m'ont beaucoup apporté.

Je tiens à remercier les deux personnes sans qui je n'en serais pas là aujourd'hui à savoir Christine Blanc et Joël Alexis. Merci du fond du cœur, Christine, pour tout ce que tu m'as apporté tant d'un point de vue scientifique qu'humain durant ces 3 années. Merci Joël pour tous tes conseils, tes remarques avisées tout au long de cette thèse. Tu m'as fait progresser à tout point de vue.

Un grand merci à Eric Andrieu pour toute son aide, son implication, ses idées. Merci pour sa bonne humeur, sa gentillesse...

Bien évidemment, je ne pourrais oublier les personnes qui ont participé à ces travaux : merci à Marie-Christine Lafont pour les observations MET, à Ronan pour son soutien et son aide pour faire marcher la cellule de corrosion sous contrainte, à Alex pour ses conseils avisés et sa ZEN attitude, à Jean-Claude Salabura pour la conception de la cellule de corrosion sous contrainte. Cette cellule n'aurait pas fonctionné à 100% sans la précieuse aide de Landy Randriamampandry. Je remercie aussi Gregory Odemer pour son aide et son soutien durant ces 3 années. Je souhaiterais remercier pour son travail et son aide, Jérémie Graneix à l'ENI de Tarbes. J'en profite pour remercier l'ensemble du personnel du LGP qui m'a toujours

accueilli chaleureusement et toujours été d'une grande aide. J'aimerais remercier sincèrement Loïc Lacroix pour les mesures AFM-KFM et son aide tout au long de la thèse.

Enfin, il m'est impossible de ne pas remercier mes collègues, copains, amis doctorants, post-doctorants... Un grand merci à Martin « Grogator » Surand : change pas, Merci à Jon qui a su m'épauler et me soutenir et à Serge « Seleznouff » qui m'a toujours encouragé à lancer mes essais à 19h30 ... Je ne peux pas oublier Adrien « Chips, Rodrigo, Junior » pour ces 3 années. Grosse pensée pour Damien « Pépito Detox ». Bien évidemment je ne pourrais oublier le seigneur de Carcassonne Guillaume, Anne « 50 cent » Berthier Lepied pour son soutien, Emilie qui m'a toujours aidé et encouragé. Je n'oublie pas notre Belgio-Dominicain local à savoir Koenraad « Koni » qui m'a beaucoup soutenu. Merci aussi à Florian « Flog » pour ces 3 années de bonne humeur dans le bureau. Je remercie aussi Benoit pour son écoute et sa bonne humeur, Céline pour son aide et son soutien, Martin « Grotenberg », Sylvain, Pauline alias Paulin, Mathilde « Raiponce », Roxana, Christophe « CB », Guillaume K, M Boidot, BMAX, Aliou, Ronan « le colonel » Je pars du CIRIMAT non sans une pointe de tristesse mais ces trois années resteront inoubliables...

Je souhaite bonne chance et bon courage aux nouveaux doctorants... et si c'était à faire, je le referais sans hésiter !!!

Enfin, j'aimerais remercier toute ma famille qui ma soutenu durant ces trois années...Merci à vous ... tout ceci, je vous le dois...

## **RESUME**

A l'heure où les matériaux composites prennent une part toujours plus importante dans les structures aéronautiques, l'utilisation de l'alliage d'aluminium-lithium 2050 assemblé par Friction Stir Welding (FSW) est envisagé pour remplacer les structures rivetées en alliages d'aluminium traditionnels. L'objectif global de ce travail de thèse était d'étudier le comportement en corrosion et en corrosion sous contrainte de joints soudés FSW de l'alliage d'aluminium-lithium 2050 mais aussi l'influence d'un post-traitement thermique sur les comportements observés. Dans ce but, la microstructure, le comportement mécanique et le comportement en corrosion et en corrosion sous contrainte de l'alliage 2050 servant de matériau de base à l'élaboration des joints soudés FSW ont d'abord été analysés ; ensuite, nous nous sommes focalisés sur le comportement en corrosion et en corrosion sous contrainte des structures FSW proprement dites, en analysant bien entendu la microstructure complexe de ces joints soudés et les propriétés mécaniques résultantes. Les résultats obtenus montrent que l'alliage 2050, bien que sensible à certaines formes de corrosion, semble bien plus performant que les alliages d'aluminium traditionnellement utilisés en aéronautique. Sa sensibilité à la corrosion sous contrainte notamment est très faible. Les structures FSW, après traitement thermique post soudage, ont également un très bon comportement en corrosion et en corrosion sous contrainte. Les joints soudés FSW de l'alliage d'aluminium-lithium 2050 apparaissent donc comme une solution très prometteuse pour l'industrie aéronautique.



INTRODUCTION .....	11
CHAPITRE I : SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE .....	15
1. Introduction .....	17
2. Les alliages d'aluminium-lithium .....	18
2.1. Microstructures des alliages d'aluminium-lithium .....	19
2.1.1. Les alliages Al-Li .....	19
2.1.2. Les alliages Al-Cu-Li .....	20
2.1.3. Les alliages Al-Cu-Li-Mg .....	21
2.1.4. Rôle des éléments mineurs .....	22
2.1.5. Synthèse de la précipitation présente dans les alliages Al-Cu-Li-Mg-Mn-Ag-Zr .....	23
2.1.6. Influence des traitements thermomécaniques .....	25
2.2. Comportement mécanique .....	29
2.2.1. Effet des éléments d'alliages .....	29
2.2.2. Effet des traitements thermiques .....	32
2.3. Comportement en corrosion et corrosion sous contrainte des alliages aluminium-lithium ...	35
2.3.1. Corrosion de l'aluminium .....	35
2.3.2. Effet de l'ajout des éléments d'alliage .....	36
2.3.3. Influence des traitements thermiques .....	42
3. Joints soudés par Friction malaxage .....	49
3.1. Principe du procédé .....	49
3.2. Flux de matière .....	51
3.3. Flux de chaleur .....	51
3.4. Microstructure des joints soudés FSW .....	53
3.4.1. La zone affectée thermiquement .....	54
3.4.2. La zone affectée thermomécaniquement .....	55
3.4.3. Le noyau soudé .....	56
3.5. Comportement mécanique des joints soudés .....	58
3.5.1. Dureté .....	58
3.5.2. Comportement mécanique en traction .....	61
3.5.3. Contraintes résiduelles .....	68
3.6. Comportement en corrosion et corrosion sous contrainte .....	70
3.6.1. Comportement en corrosion du joint soudé dans sa globalité .....	70
3.6.2. Comportement en corrosion des différentes zones .....	76
3.6.3. Comportement en corrosion sous contrainte du joint soudé dans sa globalité .....	77

4.	Synthèse.....	78
CHAPITRE II : METHODES ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES .....		81
1	Introduction.....	83
2	Observations et analyses.....	84
2.1	Microscopie optique.....	84
2.2	Microscopie électronique à balayage (MEB) .....	85
2.3	Microscopie électronique en transmission (MET).....	85
2.4	Diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) .....	86
2.5	Microsonde électronique de Castaing (EPMA).....	87
3	Caractérisation des propriétés mécaniques .....	87
3.1	Dureté.....	87
3.2	Comportement en traction .....	88
3.3	Contraintes résiduelles .....	90
4	Comportement en corrosion.....	92
4.1	Test de corrosion accélérée Mastmaasis Wet Bottom .....	92
4.2	Essais électrochimiques .....	93
4.3	Essais conventionnels d'immersion .....	94
4.4	Comportement en corrosion sous contrainte.....	95
4.4.1	Description du banc d'essais .....	95
4.4.2	Préparation des éprouvettes.....	97
4.4.3	Méthodologie de l'essai .....	98
4.5	Microscopie à force atomique couplée au mode Kelvin .....	101
CHAPITRE III : MATERIAU DE BASE : ALLIAGE D'ALUMINIUM LITHIUM 2050.....		105
1.	Introduction.....	107
2.	Etat métallurgique T34.....	108
2.1.	Microstructure de l'alliage 2050-T34.....	108
2.1.1.	Taille et forme des grains.....	108
2.1.2.	Etat de la précipitation.....	108
2.2.	Comportement mécanique de l'alliage 2050-T34.....	112
2.3.	Comportement en corrosion de l'alliage 2050-T34.....	113
2.3.1.	Comportement électrochimique.....	113
2.3.2.	Mécanismes de la corrosion intergranulaire et intragranulaire.....	114
2.3.3.	Cinétiques de propagation des défauts de corrosion .....	115
2.3.4.	Abattement des propriétés mécaniques.....	118

---

2.3.5.	Comportement en corrosion sous contrainte.....	122
3.	Etat métallurgique T34 post traité (T34, PT) .....	126
3.1.	Microstructure de l'alliage 2050-T34, PT.....	126
3.1.1.	Etat de la précipitation.....	126
3.1.2.	Synthèse sur la précipitation.....	128
3.2.	Comportement mécanique de l'alliage 2050-T34, PT.....	128
3.3.	Comportement en corrosion de l'alliage 2050-T34, PT.....	130
3.3.1.	Comportement électrochimique.....	131
3.3.2.	Cinétiques de propagation des défauts de corrosion intragranulaire .....	133
3.3.3.	Abattement des propriétés mécaniques.....	134
3.3.4.	Comportement en corrosion sous contrainte.....	136
3.3.5.	Etude de la transition de la corrosion intergranulaire à intragranulaire .....	139
4.	Synthèse.....	146
CHAPITRE IV : COMPORTEMENT EN CORROSION DES JOINTS SOUDES PAR FRICTION STIR WELDING (FSW) .....		149
1	Introduction.....	151
2	Structures des joints soudés FSW .....	152
2.1	Présentation des joints soudés FSW étudiés .....	152
2.2	Macrostructure d'un joint soudé FSW .....	152
2.3	Microstructures dans les joints soudés .....	157
2.3.1	Effets du procédé de soudage – Joint soudé T34 OPT .....	157
2.3.2	Effets du post-traitement thermique – Joint soudé T34 OPT post traité.....	160
3	Propriétés mécaniques des joints soudés.....	164
3.1	Propriétés mécaniques du joint dans son ensemble .....	164
3.2	Propriétés mécaniques locales .....	167
3.2.1	Cartographies de dureté .....	167
3.2.2	Essais de microtraction .....	171
3.2.3	Contraintes résiduelles .....	174
4	Comportement en corrosion.....	176
4.1	Comportement en corrosion des joints soudés .....	176
4.2	Comportement en corrosion des zones prises individuellement .....	179
4.2.1	Comportement électrochimique.....	179
4.2.2	Alliages modèles.....	186
4.3	Comportement en corrosion du joint soudé : couplages galvaniques .....	191
4.3.1	Couplage MB/ZAT .....	192

---



---

4.3.2	Couplage NS/ZAT .....	194
4.3.3	Couplage MB/NS.....	196
4.3.4	Limitation du couplage galvanique .....	202
4.4	Comportement en corrosion sous contrainte des joints soudés.....	204
4.4.1	Comportement en corrosion sous contrainte du joint soudé T34 OPT.....	205
4.4.2	Comportement en corrosion sous contrainte du joint soudé post-traité .....	209
5	Synthèse.....	213
CHAPITRE V : COMPORTEMENT EN CORROSION DU NOYAU SOUDE .....		217
1.	Introduction .....	219
2.	Hétérogénéités de comportement en corrosion au sein du noyau soudé .....	219
2.1.	Hétérogénéités à l'échelle mésoscopique.....	219
2.1.1.	Comportement électrochimique dans l'épaisseur du noyau soudé .....	219
2.1.2.	Localisation de l'endommagement en corrosion sous forme de « bandes » .....	221
2.2.	Hétérogénéité à l'échelle microscopique : morphologie et cinétique d'endommagement du noyau soudé en fonction de son état métallurgique .....	225
3.	Éléments microstructuraux pouvant expliquer le comportement en corrosion du noyau soudé ..	230
3.1	Synthèse des hétérogénéités microstructurales aux différentes échelles .....	230
3.1.1	« Bandes » et texture .....	231
3.1.2	Taille de grain.....	233
3.1.3	Composition chimique .....	233
3.1.4	Etat de précipitation.....	234
3.1.5	Etats de contraintes .....	234
3.1.6	Conclusions.....	235
3.2	Hétérogénéités du comportement en corrosion à l'échelle microscopique .....	236
3.2.1	Comportement du noyau soudé T34 OPT .....	236
3.2.2	Comportement du noyau soudé T34 OPT post traité.....	238
3.2.	Hétérogénéités du comportement en corrosion à l'échelle mésoscopique .....	239
3.2.1.	Comportement électrochimique du noyau soudé dans l'épaisseur du joint.....	239
3.2.2.	Localisation de l'endommagement en corrosion sous forme de bandes .....	243
4.	Synthèse.....	254
CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES .....		257
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....		263
TABLE DES FIGURES.....		275

---





## **INTRODUCTION**

Dans l'industrie aéronautique, les alliages d'aluminium sont très largement utilisés du fait de leur faible densité et de leurs bonnes caractéristiques mécaniques. Si l'on considère l'Airbus A380, une proportion égale à 61% (en masse) de sa structure est composée d'alliages d'aluminium. Cependant, les avionneurs sont de plus en plus confrontés au problème de l'allègement des structures qui est devenu une problématique environnementale et économique majeure.

C'est dans cette optique qu'ont été introduits les alliages d'Aluminium-Lithium dits de troisième génération. Grâce à l'ajout du lithium aux alliages de la série 2000, on observe à la fois une diminution de la densité mais aussi une augmentation des caractéristiques mécaniques pour les alliages ainsi obtenus par rapport aux alliages de la série 2000. Pour comparaison, les alliages Al-Cu-Li possèdent une densité environ 5% plus faible que celle des alliages d'aluminium classiques. Par exemple, l'utilisation de l'alliage 2050 de notre étude en remplacement de l'alliage 7449 utilisé dans les nervures des ailes des avions civils peut générer un gain de 5% en masse si les nervures sont entièrement usinées dans la masse. Toutefois, en procédant ainsi, les pertes de matière sont importantes et l'utilisation de l'alliage 2050 perd ainsi de son intérêt en tenant compte du coût des pièces.

Une seconde solution envisagée par les avionneurs afin de réaliser un gain de masse notable, tout en gaspillant moins de matière, consiste à remplacer l'actuel assemblage par rivetage par du soudage. Cependant, les alliages d'aluminium sont très difficilement soudables. La solution retenue est donc d'utiliser le soudage par friction Stir Welding (FSW) qui a été mis au point et développé par The Welding Institute (TWI) en 1991. Cette technique de soudage consiste d'abord, généralement, à brider solidement deux tôles bord à bord ; on approche ensuite un outil constitué d'un épaulement et d'un pion en rotation qui va pénétrer dans les deux plaques au niveau de la jointure pour ensuite être déplacé le long de ces deux plaques pour permettre de les souder ensemble. Cette technique, qui n'entraîne pas de fusion du métal ni ne nécessite de métal d'apport, peut entraîner un gain de masse de 4% pour les nervures des ailes des avions civils si les plaques d'alliage d'aluminium 2050 sont assemblées par FSW plutôt que d'usiner ces mêmes nervures dans la masse d'un alliage d'aluminium 7449. Le gain de masse est donc un peu plus faible que lorsque l'on considère un usinage dans la masse des pièces en alliage d'aluminium 2050, mais les pertes de matière sont réduites ce qui est plus intéressant d'un point de vue économique.

A l'heure où les structures composites prennent de plus en plus d'importance dans les différents aéronefs du fait de leur légèreté, l'utilisation des alliages Al-Cu-Li couplée au procédé de soudage FSW semble donc être une solution très intéressante. Cependant, bien que ce procédé de soudage FSW présente des avantages certains pour ce qui concerne le gain de masse, il génère, du fait de l'échauffement et du malaxage de la matière, une microstructure complexe qui se traduit par la formation de différentes zones au sein de la soudure. Ces différentes zones, présentes au sein du joint soudé FSW, se caractérisent par des comportements mécaniques mais aussi des comportements en corrosion et en corrosion sous contrainte intrinsèquement différents. Les propriétés des joints soudés FSW résultent de cette microstructure complexe, au sein de laquelle, si l'on considère le comportement en corrosion de ces assemblages par exemple, les phénomènes de couplage galvanique entre zones différentes du joint soudé vont avoir une importance majeure. Il est donc très important de connaître le comportement de ce type de structure lorsqu'elles sont mises au contact d'un environnement agressif.

Cette problématique a été étudiée dans le cadre du Projet ANR MatetPro 2008 CORALIS (CORrosion of Aluminium LITHium Structures) piloté par le CIRIMAT et impliquant divers partenaires industriels et partenaires universitaires. Parmi les partenaires industriels, la société Constellium a fourni l'alliage d'aluminium-lithium 2050 (tâche 1 du projet) qui a été étudié durant cette thèse. Le deuxième partenaire industriel est la société EADS Innovation Works qui a réalisé les joints soudés (tâche 2), les expositions marines et enfin les tests de corrosion accélérée Mastmaasis Wet Bottom sur ces assemblages. Pour ce qui concerne les partenaires universitaires, il faut citer le SIMAP (Science et Ingénierie des Matériaux et Procédés) de Grenoble pour l'expertise métallurgique (Tâche 3) de l'alliage 2050 et des joints soudés, le laboratoire I2M (Institut de Mécanique et d'Ingénierie) de Bordeaux pour la modélisation de la corrosion intergranulaire dans le noyau de la soudure (tâche 5), le LGP (Laboratoire Génie de Production) de l'ENI de Tarbes qui a collaboré avec le laboratoire CIRIMAT (Centre Interuniversitaire de Recherche et d'Ingénierie des MATériaux) de Toulouse pour l'étude du comportement en corrosion et corrosion sous contrainte des joints soudés FSW (Tâche 4) en apportant son expertise en terme de caractérisation des propriétés mécaniques locales des matériaux, le CIRIMAT étant reconnu pour son expertise en corrosion. L'ensemble du projet vise à caractériser et comprendre le comportement en corrosion de structures en alliage d'aluminium-lithium 2050 assemblées par Friction Stir Welding. Cette thèse s'inscrit dans le cadre de la Tâche 4 du projet CORALIS. Elle a été réalisée sous la direction de Christine

Blanc du CIRIMAT et de Joël Alexis du LGP et a pour objectif de caractériser le comportement à la fois mécanique mais aussi en corrosion des structures assemblées par FSW. Le caractère innovant et ambitieux de ce travail de thèse repose en partie sur la volonté d'aller explorer les joints soudés à différentes échelles pour expliquer les propriétés macroscopiques observées.

Ce manuscrit de thèse va s'articuler autour de cinq chapitres. Le premier chapitre consiste en une étude bibliographique ; il est divisé en deux parties. La première est consacrée à l'étude de la microstructure, du comportement mécanique ainsi que du comportement en corrosion des alliages Al-Cu-Li. La seconde partie se focalise sur les structures FSW et, de manière analogue à la première partie, s'intéresse à la microstructure, au comportement mécanique et enfin au comportement en corrosion de ces joints soudés.

Le second chapitre présente les différentes techniques expérimentales qui ont été utilisées pour caractériser la microstructure mais aussi le comportement mécanique des joints soudés aux échelles pertinentes. Il présente aussi les techniques utilisées pour étudier le comportement en corrosion et corrosion sous contrainte des structures FSW.

Un troisième chapitre est consacré à la présentation des résultats acquis sur la microstructure, le comportement mécanique et le comportement en corrosion de l'alliage 2050 dans son état T34 ou revenu durant 30 h à 155 °C. Les résultats obtenus montrent que l'alliage 2050 n'est pas sensible à la même forme de corrosion selon son état métallurgique. Cette transition entre deux formes de corrosion fait l'objet d'une étude plus détaillée à la fin de ce chapitre.

Le quatrième chapitre porte sur l'étude des joints soudés FSW. Il présente la microstructure des joints soudés, à différentes échelles, avant et après le traitement thermique post-soudage de 30 h à 155 °C. Le comportement mécanique global mais aussi local des cordons de soudure est relié à la microstructure observée. Enfin, le comportement en corrosion est lui aussi étudié de manière globale mais aussi locale et des mécanismes de corrosion sont proposés pour expliquer les comportements observés.

Le dernier chapitre s'intéresse au comportement en corrosion fortement hétérogène du noyau soudé en analysant les hétérogénéités à l'échelle mésoscopique mais aussi à une échelle plus fine, dite « microscopique » en relation essentiellement avec les états de précipitation. L'objectif de ce dernier chapitre est d'identifier les éléments microstructuraux les plus pertinents pour expliquer le comportement en corrosion du noyau soudé.

Enfin une conclusion ainsi que des perspectives pour des futurs travaux sont proposées à la fin du manuscrit.



## CHAPITRE I : SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE

1.	Introduction .....	17
2.	Les alliages d'aluminium-lithium .....	18
2.1.	Microstructures des alliages d'aluminium-lithium .....	19
2.1.1.	Les alliages Al-Li .....	19
2.1.2.	Les alliages Al-Cu-Li .....	20
2.1.3.	Les alliages Al-Cu-Li-Mg .....	21
2.1.4.	Rôle des éléments mineurs .....	22
2.1.5.	Synthèse de la précipitation présente dans les alliages Al-Cu-Li-Mg-Mn-Ag-Zr .....	23
2.1.6.	Influence des traitements thermomécaniques .....	25
2.2.	Comportement mécanique .....	29
2.2.1.	Effet des éléments d'alliages .....	29
2.2.2.	Effet des traitements thermiques .....	32
2.3.	Comportement en corrosion et corrosion sous contrainte des alliages aluminium-lithium .....	35
2.3.1.	Corrosion de l'aluminium .....	35
2.3.2.	Effet de l'ajout des éléments d'alliage .....	36
2.3.3.	Influence des traitements thermiques .....	42
3.	Jointes soudés par Friction malaxage .....	49
3.1.	Principe du procédé .....	49
3.2.	Flux de matière .....	51
3.3.	Flux de chaleur .....	51
3.4.	Microstructure des jointes soudés FSW .....	53
3.4.1.	La zone affectée thermiquement .....	54
3.4.2.	La zone affectée thermomécaniquement .....	55
3.4.3.	Le noyau soudé .....	56
3.5.	Comportement mécanique des jointes soudés .....	58
3.5.1.	Dureté .....	58
3.5.2.	Comportement mécanique en traction .....	61
3.5.3.	Contraintes résiduelles .....	68
3.6.	Comportement en corrosion et corrosion sous contrainte .....	70
3.6.1.	Comportement en corrosion du joint soudé dans sa globalité .....	70
3.6.2.	Comportement en corrosion des différentes zones .....	76
3.6.3.	Comportement en corrosion sous contrainte du joint soudé dans sa globalité .....	77
4.	Synthèse .....	78





## 1. Introduction

Les alliages d'aluminium sont largement utilisés dans l'industrie aéronautique depuis les années 1920 en raison de leur faible masse volumique mais aussi de leurs bonnes propriétés mécaniques.

Le lithium étant l'élément métallique le plus léger, son ajout à hauteur de 1 % de lithium entraîne une diminution de la masse volumique d'environ 3% des alliages d'aluminium tout en conservant de bonnes propriétés mécaniques [1]. Cette famille d'alliages a donc été largement étudiée ce qui a donné lieu au développement de trois générations d'alliage d'aluminium contenant du lithium.

La première génération d'alliages aluminium contenant du lithium est apparue dans les années cinquante avec la mise sur le marché de l'alliage commercialisé aux Etats-Unis par Alcoa sous la dénomination X-2020. Cet alliage, dont la composition est donnée dans le Tableau I-1, a été utilisé au niveau des voilures d'un avion chasseur américain développé pour l'US NAVY. Cependant, bien que de nombreux avions aient été construits, leur production fut stoppée en raison du faible allongement à rupture et de la faible ténacité de l'alliage X-2020.

Une deuxième génération d'alliages d'aluminium-lithium a vu le jour dans le but de palier les faibles propriétés mécaniques de la génération précédente. Le Tableau I-1 présente la composition chimique de quelques alliages de cette 2<sup>ème</sup> génération. La teneur en lithium a été augmentée et celle en cuivre diminuée. De plus, d'autres éléments d'alliage ont été ajoutés tels que le magnésium, le manganèse et le zirconium. Grâce à ces différents ajouts, cette nouvelle génération présente un meilleur comportement mécanique que la précédente mais demeure toujours sujette à une grande anisotropie de propriétés ainsi que d'une faible résistance à la corrosion sous contrainte.

Afin d'améliorer ces propriétés, une troisième génération, dont fait partie l'alliage 2050 de notre étude, a été développée (Tableau I-1). Le rapport Li/Cu a été diminué par rapport à la 2<sup>ème</sup> génération. Outre une amélioration des propriétés mécaniques et du comportement en

corrosion, cette 3<sup>ème</sup> génération d'alliages d'aluminium-lithium présente également une meilleure tolérance aux dommages.

**Tableau I-1 : Synthèse des différentes compositions chimiques suivant les différentes générations d'alliages d'aluminium-lithium [2].**

Dénomination	Type	Eléments principaux (% massique)					
		Li	Cu	Mg	Mn	Zr	Ag
X-2020	1 <sup>ère</sup> génération	1,1	4,5		0,5	-	-
2090	2 <sup>ème</sup> génération	1,9-2,6	2,4-3,0	0,25	0,05	0,08-0,15	-
2091	2 <sup>ème</sup> génération	1,7-2,3	1,8-2,5	1,1-1,9	0,1	0,04-0,16	-
8090	2 <sup>ème</sup> génération	2,2-2,7	1,0-1,6	0,6-1,3	0,1	0,04-0,16	-
2095	3 <sup>ème</sup> génération	0,7-1,5	3,9-4,6	0,25-0,8	0,25	0,04-0,18	0,25-0,6
2195	3 <sup>ème</sup> génération	0,8-1,2	3,7-4,3	0,25-0,8	0,25	0,08-0,16	0,25-0,6
2199	3 <sup>ème</sup> génération	1,4 - 1,8	2,3-2,9	0,05-0,4	0,1-0,5	0,05-0,12	-
2050	3 <sup>ème</sup> génération	0,7-1,3	3,2-3,9	0,2-0,6	0,2-0,5	0,06-0,14	0,2-0,7

Dans la suite du chapitre, l'ensemble des compositions, sauf cas particuliers précisés, sera exprimé en pourcentage massique.

## 2. Les alliages d'aluminium-lithium

Les différentes générations d'alliage d'aluminium-lithium développées au cours du 20<sup>ème</sup> siècle diffèrent les unes des autres d'une part par la teneur en lithium mais aussi par leurs teneurs en cuivre et en magnésium.

Les alliages commerciaux contenant du lithium sont divisés en quatre catégories à savoir les alliages Al-Mg-Li, Al-Cu-Li, Al-Cu-Li-Mg et enfin les Al-Li-Cu-Mg [3]. La principale différence entre ces alliages est l'ajout ou non de Mg. Cet ajout va avoir des conséquences sur la précipitation de ces alliages. Nous allons tout d'abord nous intéresser à la microstructure des alliages Al-Li avant de voir l'influence de l'ajout de différents éléments chimiques sur les caractéristiques de la précipitation.

## 2.1. Microstructures des alliages d'aluminium-lithium

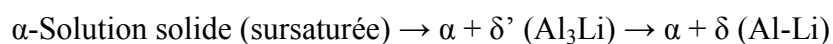
Les microstructures des alliages d'aluminium-lithium sont fortement dépendantes de la composition chimique mais aussi des traitements thermomécaniques. Ces microstructures seront décrites, dans un premier temps, en fonction des familles d'alliages déjà existantes (Al-Li, Al-Cu-Li et enfin Al-Cu-Li-Mg) et des éléments d'ajouts mineurs tels que le zirconium, l'argent et le manganèse. Dans un second temps, l'influence des traitements thermomécaniques sur les microstructures sera présentée.

### 2.1.1. Les alliages Al-Li

Les alliages Al-Li sont des alliages à durcissement structural. Ce durcissement consiste en la précipitation de phases durcissantes à partir des éléments d'alliage présents dans le matériau. Cette précipitation peut être favorisée par l'utilisation de procédés thermomécaniques ou simplement thermiques. Ces traitements thermiques se font suivant trois étapes principales :

- un traitement thermique à haute température, dit de mise en solution solide, afin de remettre en solution l'ensemble des précipités durcissants et les éléments chimiques,
- une trempe afin d'obtenir une solution solide sursaturée en éléments chimiques,
- un traitement de revenu ou maturation afin de décomposer cette solution solide afin de former les différents précipités avec une morphologie et une distribution contrôlées.

Suivant la composition de l'alliage, les séquences de précipitation vont être modifiées. Dans le cas des alliages Al-Li, la séquence de précipitation de la phase durcissante  $\delta'$  est la suivante [4] :



Les précipités  $\delta'$ , qui se présentent sous la forme de sphères, ont des structures de type cubique à faces centrées, ordonnées et cohérentes avec la matrice. Lors d'un revenu ou du vieillissement d'un alliage Al-Li, les précipités  $\delta'$  vont coalescer mais aussi donner naissance à la phase d'équilibre  $\delta$  qui apparaît sous forme de plaquettes. Cette phase  $\delta$  ne participe pas au durcissement structural. Les précipités  $\delta$  sont présents au niveau des joints de grains dans

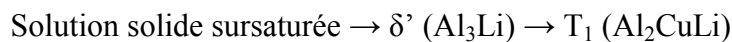
les alliages Al-Li. La dissolution des précipités  $\delta'$  au voisinage des joint de grains au profit de  $\delta$  va donner lieu à l'apparition d'une zone appauvrie en précipités « Precipitate Free Zone », notée PFZ par la suite, qui va avoir des conséquences néfastes sur le comportement mécanique puisqu'il va y avoir une localisation de la déformation dans cette zone [5].

### 2.1.2. Les alliages Al-Cu-Li

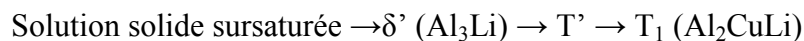
L'ajout de cuivre dans les alliages Al-Li a pour effet de diminuer la solubilité du lithium dans l'alliage et ainsi favoriser la précipitation des phases durcissantes  $\delta'$  qui ont été présentées dans le paragraphe précédent. En outre, le cuivre participe au durcissement structural par le biais des précipités durcissants  $T_1(\text{Al}_2\text{CuLi})$ .

La séquence de précipitation de cette phase varie suivant le rapport Li/Cu [6].

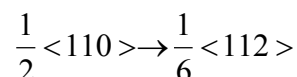
Si celui-ci est supérieur à 1,5, la séquence de précipitation de  $T_1$  est la suivante :



Si le rapport Li/Cu est inférieur à 1, la séquence de précipitation devient alors :



La phase  $T'$  (qui peut être désignée aussi par  $\theta'$  ou  $T'_B$  du fait de sa similitude avec les phases  $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$  ou  $T_B\text{-Al}_{7,5}\text{Cu}_4\text{Li}$ ) désigne une phase intermédiaire de formule  $\text{Al}_2\text{Cu}(\text{Li})$ , c'est-à-dire qui peut ou non contenir du lithium. Les précipités  $T_1$ , de formule  $\text{Al}_2\text{CuLi}$ , de structure hexagonale compacte, ont été initialement découverts par Hardy *et al.* [7]. Ces précipités germent principalement de manière hétérogène sur les dislocations, les sous joints de grains et les joints de grains suivant les plans  $\{111\}_{\text{Al}}$ . Le mécanisme de germination des  $T_1$  a été étudié par Cassada *et al.* [8]. Celui-ci consiste en un mécanisme de dissociation de dislocations de la matrice en dislocations partielles de Shockley :



En outre, le cuivre participe au durcissement structural par le biais des précipités  $\theta'$  selon la séquence suivante :

Solution solide sursaturée → Zone de Guinier Preston (GP) →  $\theta''$  ( $\text{Al}_2\text{Cu}$ ) →  $\theta'$  ( $\text{Al}_2\text{Cu}$ ) →  $\theta$  ( $\text{Al}_2\text{Cu}$ )

Hardy *et al.* [7] ont étudié l'influence de la teneur en lithium ainsi qu'en cuivre sur les domaines d'existence des précipités ; cette étude a permis de construire le diagramme présenté dans la Figure I-1.

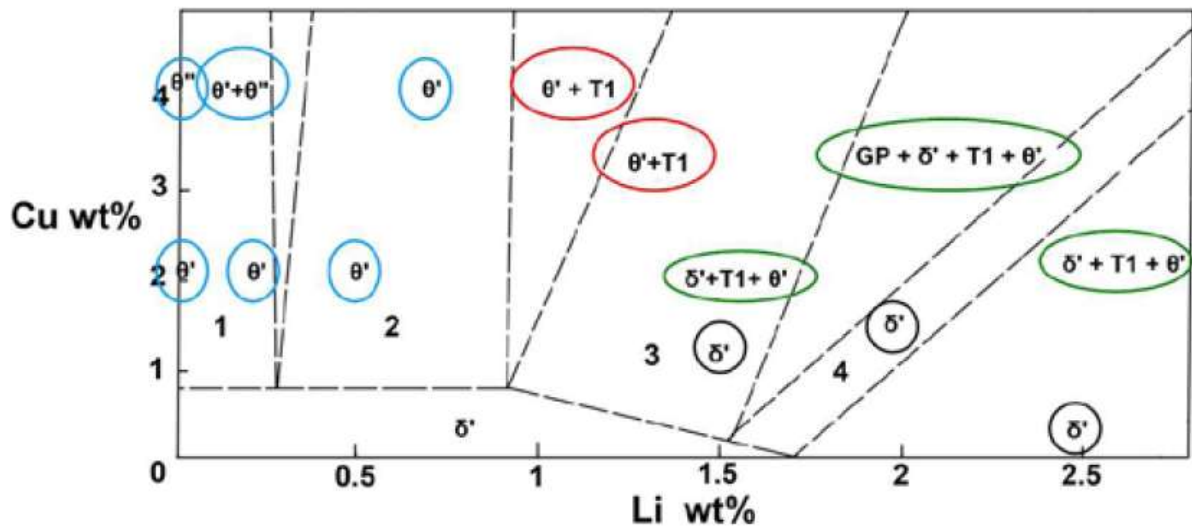


Figure I-1 : Ensemble des précipités observés par Hardy *et al.* dans différents alliages Al-Li-Cu pouvant être lus sur la coupe à 350°C du diagramme ternaire [7].

D'autres auteurs ont également étudié l'influence de la quantité de lithium ajoutée sur la nature des précipités. Huang *et al.* [9] ont analysé cette influence sur un alliage contenant 4% en masse de cuivre. Ils montrent que, pour des teneurs inférieures à 0,5 % massique de lithium, la phase  $\Omega$  ( $\text{Al}_2\text{Cu}$ ) est majoritaire, les précipités  $T_1$  sont peu présents et la phase  $\theta'$  est favorisée. Lorsque la teneur en lithium est comprise entre 0,5 % et 1,6 %, les précipités  $T_1$  sont prédominants au détriment de  $\theta'$ . Enfin, lorsque la quantité de lithium dépasse 1,6 % massique, la quantité de  $T_1$  diminue et la germination de  $\delta'$  est favorisée.

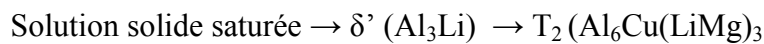
### 2.1.3. Les alliages Al-Cu-Li-Mg

Le magnésium ajouté aux alliages Al-Cu-Li participe de différentes manières au durcissement structural de l'alliage. Le magnésium va, de la même manière que le cuivre, diminuer la solubilité du lithium dans la matrice d'aluminium et ainsi favoriser la formation de précipités durcissants contenant du lithium [10].

Itoh *et al.* [11] ont étudié l'effet de l'ajout de magnésium sur la précipitation dans un alliage Al - 4 % Cu - 1,1 % Li - 0,2 % Zr - 0,38 % Mg et ont montré que cet ajout entraînait la formation de nouvelles zones GP sur le plan  $\{111\}_{Al}$  favorisant ainsi la germination de  $T_1$ .

Outre le fait que le magnésium va diminuer la solubilité du lithium dans la matrice d'aluminium, ce dernier va aussi participer au durcissement structural par le biais de précipités S ( $Al_2CuMg$ ) qui ont été observés par Mukhopadhyay *et al.* [12] dans un alliage Al - 5% Cu - 1,2 % Li - 0,5 % Mg - 0,5 % Ag.

L'ajout de magnésium aux alliages Al-Cu-Li va entraîner une séquence de précipitation différente de celle décrite précédemment :



Cette phase  $T_2$  précipite dans la matrice sans pour autant entraîner une augmentation de durcissement.

#### 2.1.4. Rôle des éléments mineurs

##### • Rôle du zirconium

L'ajout d'une faible quantité (0,2% - 0,3%) de zirconium dans les alliages Al-Li va entraîner la précipitation de dispersoïdes  $Al_3Zr$  ( $\beta'$ ) [13]. Leur faible incohérence avec la matrice ainsi que la faible solubilité du zirconium dans la matrice d'aluminium engendrent une grande stabilité de ces particules. Les précipités ainsi formés sont insolubles à la température d'homogénéisation (600°C). Comme pour d'autres éléments chimiques tels que le manganèse et le chrome, les particules formées avec le zirconium empêchent le phénomène de recristallisation.

##### • Rôle du manganèse

Le manganèse présent dans les alliages Al-Li entraîne la précipitation d'intermétalliques grossiers, insolubles à la température d'homogénéisation des alliages. De plus, parmi les intermétalliques que l'on rencontre dans les alliages Al-Li, les  $Al_6Mn$  sont des sites possibles pour la germination des phases  $\delta'$  [14]. Enfin, ces intermétalliques,  $Al_6Mn$  et  $Al_{20}Mn_3Cu_2$  contrôlent la taille de grains lors des phénomènes de recristallisation.

### • Rôle de l'argent

L'effet de la présence de traces d'argent dans les alliages Al-Cu-Li a été étudié par G. Itoh *et al.* [11]. Selon ces auteurs, l'argent seul ne joue pas de rôle significatif dans la précipitation dans les alliages Al-Li. En revanche, d'autres auteurs [15-16] ont montré que la présence combinée du magnésium et de l'argent entraînait une augmentation de la cinétique de précipitation des  $T_1$ .

### 2.1.5. Synthèse de la précipitation présente dans les alliages Al-Cu-Li-Mg-Mn-Ag-Zr

La Figure I-2 présente un schéma donnant la localisation et la nature des précipités rencontrés dans un alliage 2199 de 3<sup>ème</sup> génération dont la composition est donnée dans le Tableau I-1. Au niveau des joints de grains, on retrouve les précipités  $T_1$  et  $T_2$  ainsi que les intermétalliques de type  $Al_{20}Cu_2Mn_3$ . Au niveau des précipités intragranulaires, nous retrouvons les précipités durcissants  $T_1$ ,  $\theta'$  et  $\delta'$  mais aussi les dispersoïdes  $Al_3Zr$  [17].

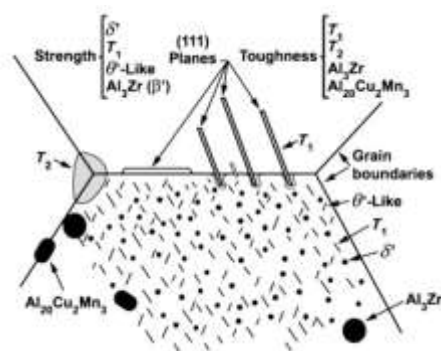


Figure I-2 : Schématisation de la précipitation présente dans un alliage 2199 [16].

Le Tableau I-2, donné par [6], résume les précipités durcissants potentiellement présents dans les alliages Al-Cu-Li-Mg-Mn-Ag-Zr.

En plus des précipités durcissants et des dispersoïdes cités précédemment, les alliages d'aluminium-lithium peuvent contenir des intermétalliques grossiers déjà évoqués plus haut. Le Tableau I-3 présente les phases grossières observées par différents auteurs dans des alliages Al-Cu-Li. Ces derniers ont noté la présence de nombreux précipités intermétalliques au sein des grains ayant chacun un rôle particulier.

Emilie Bousquet [18] a étudié la répartition en taille de ces différents précipités grossiers au sein de l'alliage 2050. Elle a pu noter que la majeure partie de ces précipités grossiers se trouvait sous la forme d'amas dont la taille était d'environ 5  $\mu m$ .



**Tableau I-2 : Phases durcissantes potentiellement observables dans un alliage Al-Cu-Li-Mg-Ag-Zr [6].**

Précipités	Paramètres cristallographiques	Epitaxie	Structure du précipité
Zones GP		Amas cohérents d'atomes	
$\delta'$ (Al <sub>3</sub> Li)	a=0,404 nm	Sphères cohérentes	Cubique à faces centrées
S' (Al <sub>2</sub> CuMg)	a=0,404 nm b=0,924 nm c=0,720 nm	Aiguilles parallèles à $\langle 100 \rangle_{Al}$	Orthorhombique
$\theta'$ ou T' ou T' <sub>B</sub> (Al <sub>2</sub> Cu(Li))	a=0,575 nm c=0,608 nm	Plaquettes	Quadratique
T <sub>1</sub> (Al <sub>2</sub> CuLi)	a=0,497 nm c=0,935 nm	Plaquettes (0001) <sub>T1</sub> //(111) <sub>Al</sub> [100] <sub>T1</sub> // [2 2 0] <sub>Al</sub>	Hexagonale
S (Al <sub>2</sub> CuMg)		Aiguilles parallèles à $\langle 100 \rangle_{Al}$	Orthorhombique
T <sub>2</sub> (Al <sub>6</sub> Cu(LiMg) <sub>3</sub> )		Cuboïdes ou bâtonnets	Quasi cristallin
T <sub>B</sub> (Al <sub>7,5</sub> Cu <sub>4</sub> Li)		Plan d'accolement {100}	

**Tableau I-3 : Synthèse des précipités grossiers présents dans les alliages Al-Cu-Li-Mg-Mn-Fe-Zr.**

Précipités	Localisation	Rôle	Références
Al <sub>3</sub> Zr	Intragranulaire	Contrôle les phénomènes de recristallisation	[2]
Al <sub>6</sub> Mn	Intragranulaire	Contrôle la taille de grains	[2]
Al <sub>20</sub> Cu <sub>2</sub> Mn <sub>3</sub>	Intragranulaire Intergranulaire	• Contrôle la taille de grains • Contrôle la texture	[2]
Al (Cu, Fe, Mn)	Intragranulaire	-	[19]

### 2.1.6. Influence des traitements thermomécaniques

Dans ce paragraphe, nous allons nous intéresser à l'influence des traitements thermomécaniques sur la microstructure des alliages Al-Cu-Li. Le tableau I-4 résume la désignation des différents traitements thermomécaniques applicables sur les alliages d'aluminium.

Tableau I-4 : Synthèse des différents traitements thermomécaniques mis en œuvre pour les alliages d'aluminium [20].

Désignation du traitement thermomécanique	Description du traitement thermomécanique
T1	Refroidi après transformation à chaud et mûri
T2	Refroidi après transformation à chaud, écroui et mûri
T3	Mis en solution, écroui et mûri
T4	Mis en solution et mûri
T5	Refroidi après transformation à chaud puis revenu
T6	Mis en solution puis revenu
T7	Mis en solution et sur-revenu/stabilisé
T8	Mis en solution, écroui puis revenu
T9	Mis en solution, revenu puis écroui

B. M. Gable *et al.* [22] ont étudié l'influence du taux de pré-déformation sur la germination des précipités durcissants au cours d'un maintien à 150°C durant 24 heures pour un alliage Al-Cu-Li. Une synthèse de leurs résultats est proposée à la Figure I-3. Ces auteurs ont constaté que l'écrouissage réalisé avant le vieillissement favorisait la germination des phases T<sub>1</sub> au détriment des précipités  $\theta''/\theta'$  et  $\delta'$ .

Cependant, à partir d'une déformation seuil, la déformation n'augmente plus la quantité de précipités T<sub>1</sub> comme le montre la Figure I-3.

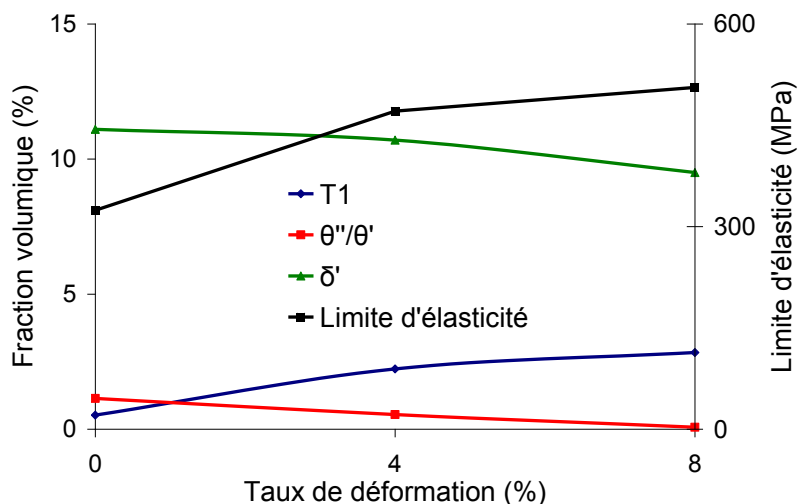


Figure I-3 : Evolution de la limite d'élasticité et de la fraction volumique des précipités  $T_1$ ,  $\theta''/\theta'$  et  $\delta'$  en fonction du taux de déformation plastique appliqué avant un maintien à 150°C durant 24 heures d'un alliage Al-2,7% Cu - 1,8% Li - 0,6% Zn - 0,3 Mg - 0,08% Zr [22].

Benjamin Decreus [23] a étudié l'évolution de l'intensité intégrée  $Q_0$  obtenue lors de mesures réalisées en SAXS (Small Angles X ray Scattering), grandeur qui peut être reliée à une fraction volumique de précipités  $T_1$ , pour un traitement de revenu à 155 °C sur un alliage 2198. L'évolution de cette intensité intégrée  $Q_0$  est reportée à la Figure I-4. Le maintien de l'alliage à 155 °C entraîne dans un premier temps une diminution de la fraction volumique des précipités présents dans l'alliage puis, à partir de 3 heures de maintien, la fraction volumique des précipités augmente rapidement.

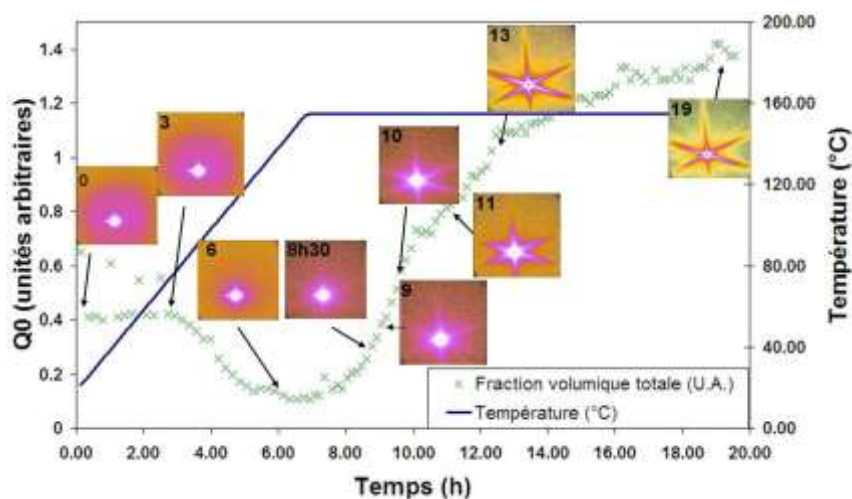


Figure I-4 : Evolution du signal diffusé. Les évolutions de la température et de l'intensité intégrée  $Q_0$ , correspondant ici à l'évolution de la fraction volumique totale de précipités présents dans la matrice, sont également données. Les résultats présentés ici ne correspondent qu'à une seule zone de mesure. Le temps total de mesure est rappelé sur chaque cliché de diffusion [23].

L'évolution de la microstructure au cours d'un revenu à 180°C sur un alliage Al -5,4 % Cu 1,64% Li - 0,4% Ag - 0,4% Mg - 0,16% Zr écroui ou non a été étudiée par Kumar *et al.* [24]. L'évolution correspondante de la dureté est reportée en Figure I-5 dans ces deux cas. La différence de dureté à l'instant initial entre l'alliage écroui ou pas est attribuée à l'absence ou à une plus faible densité de zones GP pour l'alliage écroui réalisé avant le traitement de revenu.

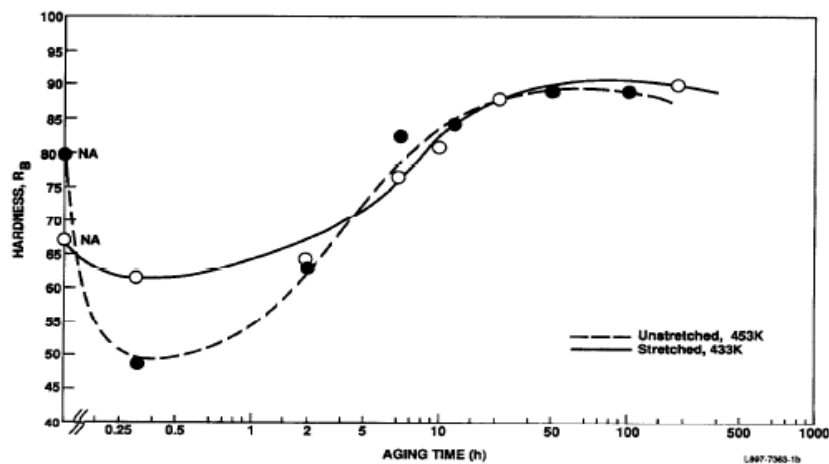
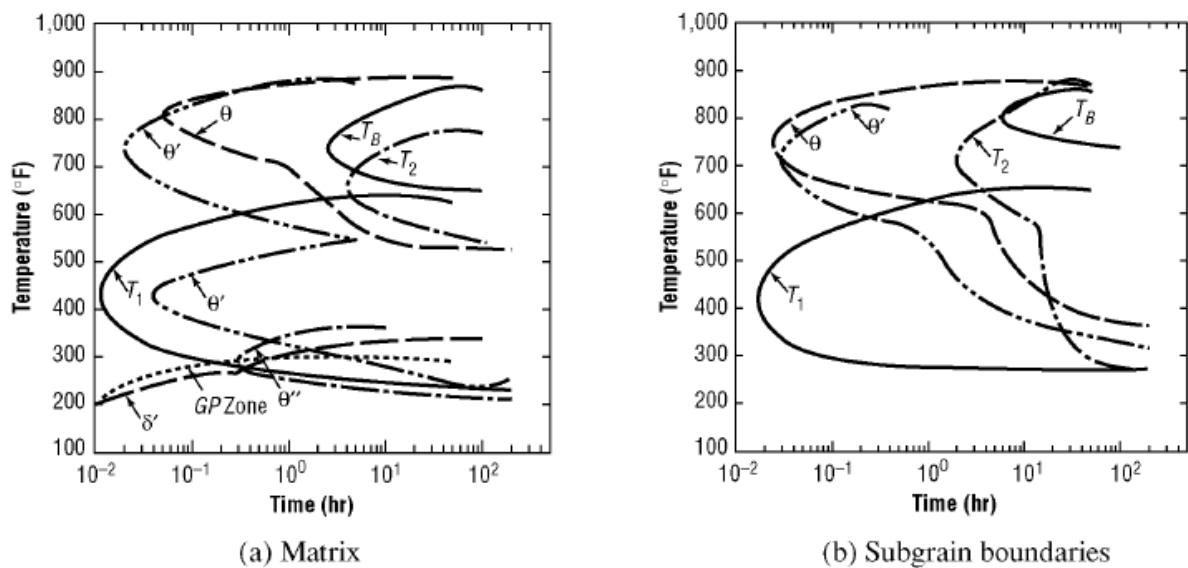


Figure I-5 : Evolution de la dureté au cours d'un revenu pour un alliage Al - 5,4% Cu - 1,64% Li en fonction de la durée du revenu et de l'écrouissage [24].

La chute de dureté observée au début du vieillissement, significative pour l'alliage non écroui, est due à la dissolution des zones GP et de certains précipités  $\delta'$  initialement présents dans les deux matériaux. Enfin, le maintien en température entraîne la précipitation des phases durcissantes telles que  $\theta'$  ( $\text{Al}_2\text{Cu}$ ),  $T_1$  ( $\text{Al}_2\text{CuLi}$ ) et  $S'$  ( $\text{Al}_2\text{CuMg}$ ). Après le vieillissement au pic, les précipités  $\theta'$  et  $\delta'$  se dissolvent ; il ne reste alors dans la matrice que les précipités  $T_1$  et  $S'$ .

Chen *et al.* [25] ont proposé un diagramme Transformation – Temps – Température sur un alliage 2195 déformé à 3%. Ils ont observé la formation de précipités à la fois au niveau de la matrice mais aussi au niveau des sous-joints de grains. Cette étude, dont le diagramme est reporté à la Figure I-6, montre qu'entre 138°C et 260°C, les précipités  $T_1$  constituent la phase prédominante, présente de façon préférentielle au niveau des sous-joints de grains. Dans la même gamme de température, les précipités  $\theta'$  et  $\theta''$  se forment dans la matrice au détriment des zones GP. Aux températures plus élevées, c'est-à-dire supérieures à 427°C, et pour un

maintien supérieur à 10 heures, les auteurs observent la présence de précipités de type  $T_B$  ( $Al_{7,5}LiCu_4$ ).



**Figure I-6 : Diagramme Transformation-Temps-Température d'un alliage 2195 (Al - 4% Cu - 1% Li) : (a) dans la matrice et (b) au niveau des sous joints de grains [25].**

De leur côté, Fragomeni *et al.* [26] ont étudié l'évolution à la fois de la taille mais aussi de la fraction volumique des précipités  $T_1$  et  $\delta'$  dans un alliage Al - 2,7% Cu - 1,8% Li. Afin d'accélérer la précipitation des phases durcissantes ( $T_1$  et  $\delta'$ ), l'alliage AF/C-458 a été maintenu à 150°C durant 24 h puis chauffé à 190°C durant 316 h. La quantification des différents types de précipités a été réalisée après 24 h à 150°C, 96 h et 316 h à 190°C. Les résultats concernant les fractions volumiques mais aussi les tailles des précipités  $T_1$  et  $\delta'$  sont reportés sur la Figure I-7.

On observe une augmentation rapide de la fraction volumique et de la taille des deux types de précipités  $T_1$  et  $\delta'$  durant le maintien à 150°C durant les 24 premières heures. Puis, durant le maintien à 190°C, la fraction volumique diminue après 96 h pour finalement augmenter de nouveau à l'issue des 316 h de maintien alors que la taille de ces précipités n'évolue que très peu.

Suivant la composition chimique des alliages et les traitements thermomécaniques réalisés, la microstructure des alliages Al-Cu-Li va donc être modifiée. La composition chimique mais aussi les traitements thermomécaniques ayant un impact sur les précipités durcissants, ces deux paramètres vont donc jouer un rôle majeur quant aux caractéristiques mécaniques des alliages Al-Cu-Li.

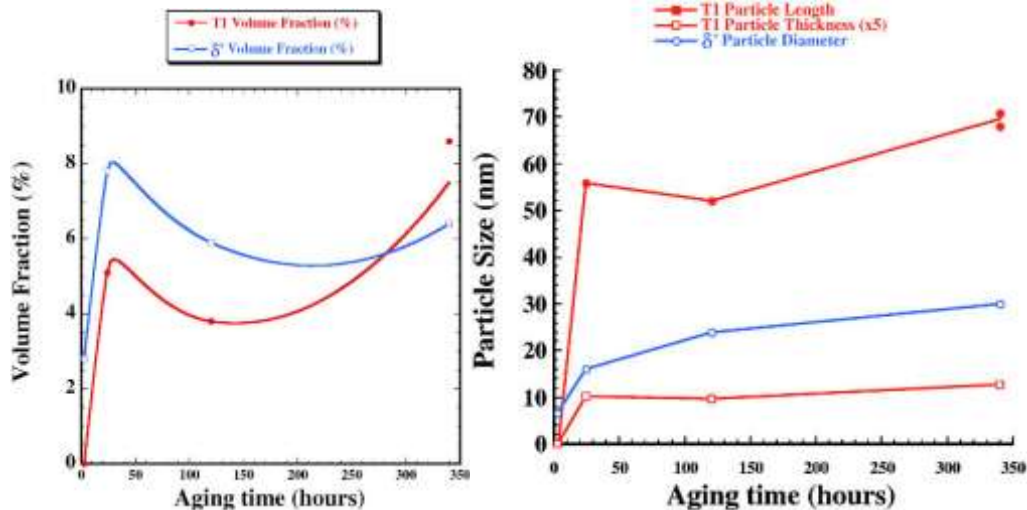


Figure I-7 : Evolution (a) de la fraction volumique et (b) de la taille et de l'épaisseur des précipités  $T_1$  et du rayon des précipités  $\delta'$  au cours d'un maintien de l'alliage AF/C-458 (Al 2,8 %Cu 1,8% Li) à 150°C durant 24 h puis 316 h à 190°C.

## 2.2. Comportement mécanique

### 2.2.1. Effet des éléments d'alliages

Comme énoncé précédemment, Meriç [1] a étudié l'influence de l'ajout de lithium sur les propriétés mécaniques d'un alliage d'aluminium Al-Cu-Mg 2024. La Figure I-8 présente l'évolution du module de Young en fonction de la quantité de lithium ajoutée. Ainsi, pour 1 % massique ajouté, le module d'élasticité augmente de 6%. De plus, pour cette même quantité de lithium ajouté, le module spécifique  $E/\rho$  augmente de 10%. Pour ce qui concerne la contrainte spécifique  $\sigma/\rho$ , elle reste inchangée.

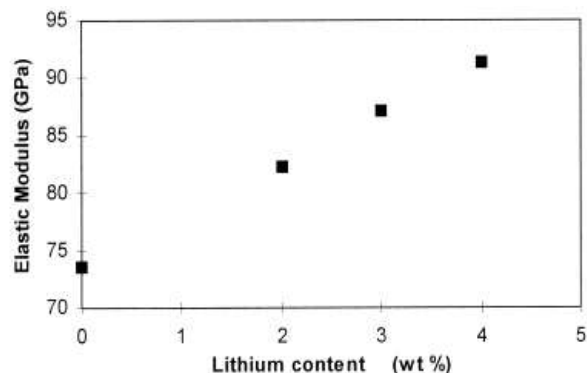


Figure I-8 : Evolution du module de Young de l'alliage 2024 en fonction de la quantité de lithium ajoutée [1].

De la même manière que Meriç, Noble *et al.* [27] ont étudié l'influence de l'ajout de lithium mais aussi de magnésium sur le module de Young de différents alliages ternaire à teneur variable en lithium et en magnésium. Ils retrouvent des résultats similaires à ceux de Meriç mais montrent que l'ajout de 1% at. de magnésium entraîne, dans le cas d'alliage ternaire Al - Li - Mg, une diminution de 0,5 GPa du module de Young.

Yang *et al.* [28] ont quant à eux étudié l'influence de l'ajout des éléments d'alliage à la fois sur les propriétés mécaniques d'un alliage Al-Li mais aussi sur l'anisotropie de ces dernières. De manière générale, il ressort de leur étude que la morphologie des grains a très peu d'effet sur l'anisotropie des propriétés mécaniques des alliages Al-Li contrairement à la texture cristallographique. De manière plus détaillée, et pour ce qui concerne le rôle des éléments d'alliage, les auteurs ont montré que le zirconium diminuait l'anisotropie des alliages Al-Li mais au contraire l'augmentait dans les alliages Al-Cu-Li-Mn. En l'absence de manganèse, l'ajout de zirconium diminue l'anisotropie de la limite d'élasticité de l'alliage avec une valeur de  $95 \pm 3$  MPa quelle que soit la direction de sollicitation. Cependant, en présence de manganèse, cet ajout tend à augmenter l'anisotropie puisque les auteurs constatent une chute de 50 MPa de la limite d'élasticité lors d'essais de traction à  $45^\circ$  par rapport à la direction de laminage. Concernant le manganèse, son ajout contribue à contrôler la recristallisation et à diminuer l'anisotropie. L'ajout de cuivre quant à lui entraîne une forte augmentation de la limite d'élasticité suivant la direction de laminage, cette grandeur passant de 85 MPa à 402 MPa après un ajout de 3% de cuivre. L'augmentation des caractéristiques mécaniques grâce à l'ajout de cuivre a été confirmée par Liu *et al.* [29] qui ont étudié 7 alliages Al-Li (2,5% Li, 0,17% Zr) contenant 0%, 1,00%, 2,03%, 2,88%, 3,89%, 5,03% et 6,00% de cuivre ; cette augmentation est liée, selon ces auteurs, à la formation des précipités  $T_1$ . Les propriétés mécaniques obtenues sont présentées sur la Figure I-9.

Les auteurs constatent que la contrainte maximale à rupture augmente avec l'ajout de cuivre jusqu'à atteindre une valeur maximale de 610 MPa pour une teneur en cuivre de 2,88%, puis rediminue. Concernant l'allongement à rupture, celui-ci décroît avec l'augmentation de la teneur en cuivre. L'effet de l'ajout de magnésium sur les propriétés mécaniques a été étudié par Kim *et al.* [30]; ils ont montré qu'un tel ajout entraînait une augmentation de la dureté pour des teneurs inférieures à 1,5 %. De la même manière, cet ajout de magnésium va entraîner une augmentation de la limite d'élasticité.

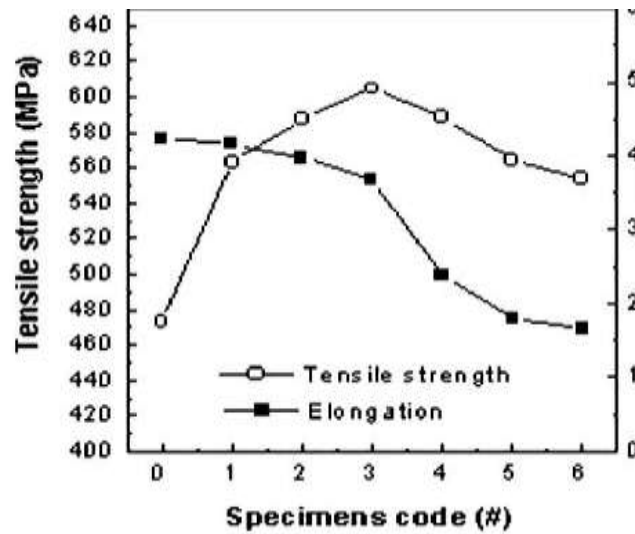


Figure I-9 : Evolution des propriétés mécaniques de l'alliage Al - 2,5% Li - 0,17 % Zr en fonction de la quantité de cuivre ajoutée. Code 0 = 0% de Cu ; 1=1,00 % de Cu ; 2=2,03 % de Cu ; 3=2,88 % de Cu ; 4=3,89 % de Cu ; 5=5,03 % de Cu et 6= 6,00 % de Cu [29].

Warner *et al.* [31] ont établi une cartographie donnant les évolutions des propriétés mécaniques des alliages Al-Cu-Li en fonction des teneurs en cuivre et en lithium (Figure I-10).

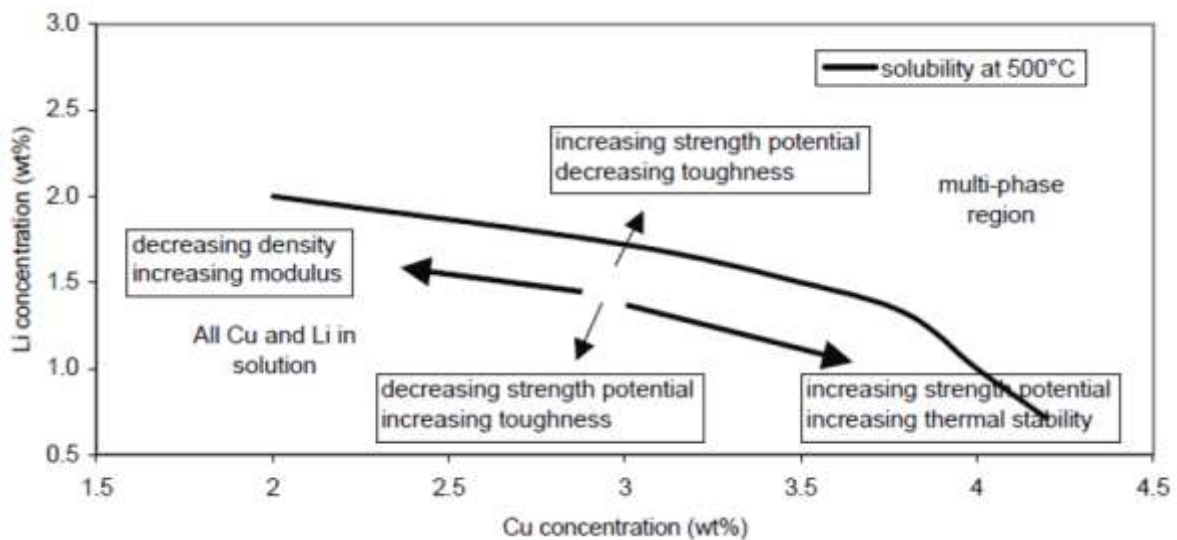


Figure I-10 : Influence de l'ajout de cuivre et de lithium sur les propriétés mécaniques des alliages Al-Cu-Li [31].

Pour une même quantité de lithium, l'augmentation de la teneur en cuivre peut entraîner une augmentation du durcissement grâce à la formation des précipités  $T_1$  et  $\theta'$ . Pour une même quantité de cuivre, une augmentation de la quantité de lithium va entraîner une diminution de la ductilité du fait de la présence des précipités  $\delta'$ .



### 2.2.2. Effet des traitements thermiques

Li *et al.* [32] ont étudié l'effet de la durée de maintien à 165°C sur la limite d'élasticité d'un alliage 3,7 %Cu- 1,5 %Li- 0,50 %Zn- 0,37 %Mg- 0,30 %Mn- 0,14 %Zr. L'évolution de la limite d'élasticité est reportée en Figure I-11.

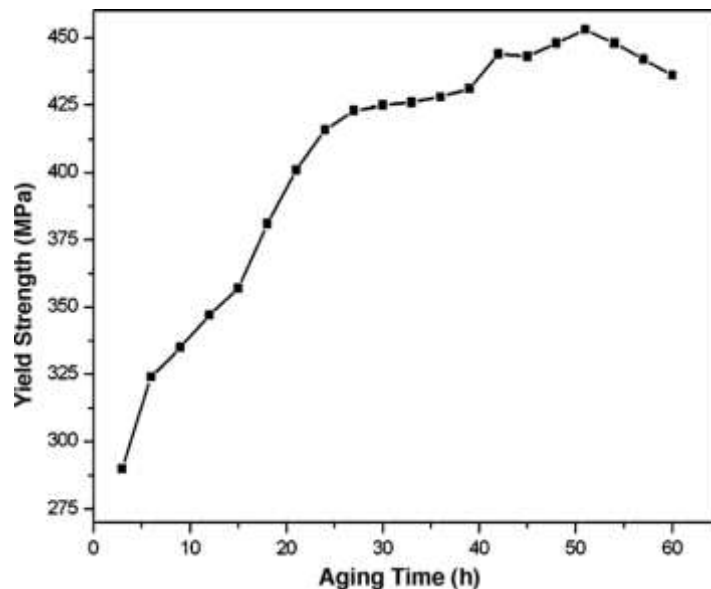


Figure I-11 : Evolution de la limite d'élasticité d'un alliage Al - 3,7% Cu - 1,5% Li en fonction de la durée du temps de maintien à 165°C [32] après une mise en solution.

La limite d'élasticité augmente avec la durée du temps de maintien, jusqu'à environ 55 h de traitement, ce qui est lié à la précipitation de phases durcissantes telles que les précipités  $T_1$ . Une fois le vieillissement au pic atteint, à savoir environ 55 h, les précipités  $\theta'$  coalescent et induisent une diminution de la limite d'élasticité de l'alliage. Gable *et al.* [22] ont étudié l'influence du taux de déformation ainsi que de la durée d'un traitement thermique sur la limite d'élasticité d'un alliage Al - 2,7 %Cu - 1,8 %Li (Figure I-12). Ils montrent que pour des durées de revenu identiques, le taux d'érouissage initial augmente la limite d'élasticité même si l'influence de ce dernier est limitée à partir de 4% pour des temps de revenu supérieurs à 48 heures.

Cette augmentation de la limite d'élasticité lors d'un revenu a été confirmée pour de nombreux alliages Al-Cu-Li ([34 - 35]). Dans ces études, les essais ont été réalisés suivant la direction de laminage. Cependant, il a été observé que les alliages Al-Cu-Li présentent une forte anisotropie [18, 37, 36].

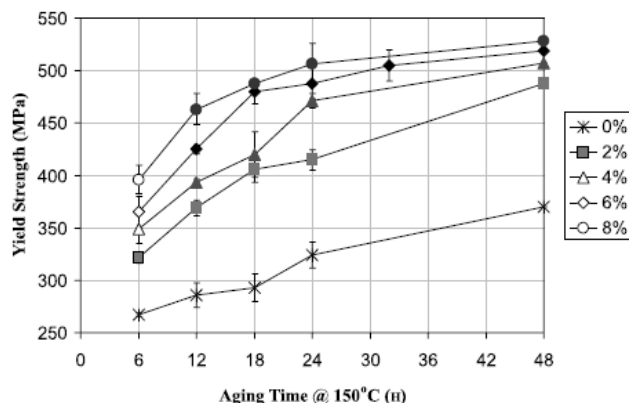


Figure I-12 : Influence de la déformation plastique initiale sur l'évolution de la limite d'élasticité d'un alliage Al - 2,7% Cu - 1, 8% Li lors d'un traitement thermique à 150°C [22].

Ainsi, Bairwa *et al.* [33] ont étudié l'influence de différents traitements thermiques sur l'anisotropie des propriétés mécaniques d'un alliage 1441 (Al 1,8% Li 1,8% Cu). La Figure I-13 présente les résultats obtenus pour des traitements thermiques de 1, 8 et 24 heures à des températures de -17°C, 25°C et 170°C pour des essais de traction réalisés suivant la direction de laminage. Dans ce cas-là, pour une même température, plus la durée du traitement est longue, plus la limite d'élasticité augmente. De plus, pour une même durée, plus la température est importante, plus la limite d'élasticité augmente. Concernant l'allongement à rupture, il diminue avec l'augmentation de la température du traitement thermique.

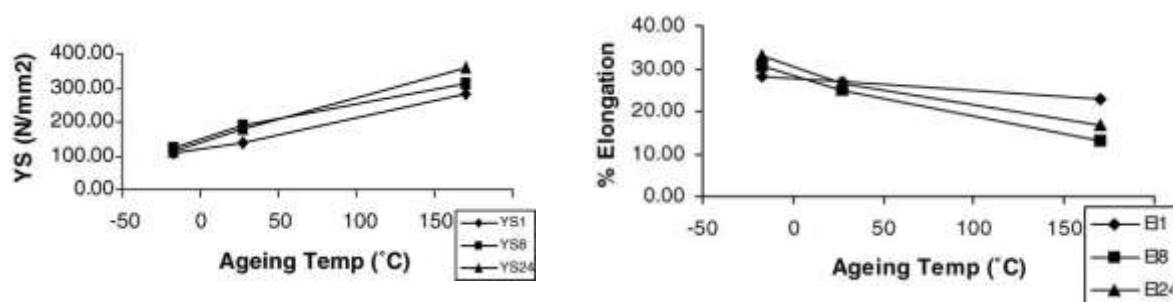


Figure I-13 : Evolution de la limite d'élasticité et de l'allongement à rupture selon la durée et la température du traitement thermique de l'alliage 1441 (Al 1,8% Li 1,8% Cu) [33].

Ces mêmes auteurs ont ensuite étudié ces différentes caractéristiques mécaniques suivant plusieurs directions. Une synthèse de leurs résultats est proposée à la Figure I-14. Les auteurs ont constaté que les caractéristiques mécaniques de la tôle d'alliage Al-Li étudiée ici diminuaient lorsque la direction de sollicitation était différente de la direction de laminage. Ainsi, les propriétés mécaniques de la tôle atteignent un minimum à 45° par rapport au sens de laminage. Notons cependant que les propriétés mécaniques mesurées dans la direction de

laminage et dans la direction perpendiculaire au sens de laminage ne semblent pas très différentes.

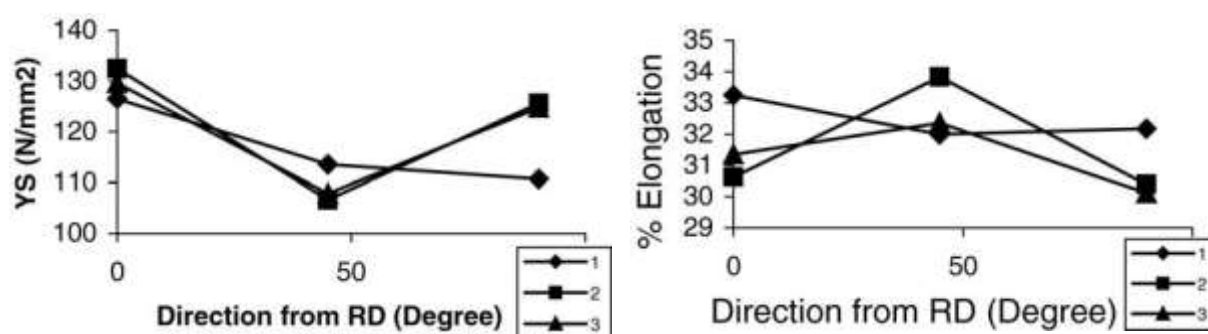


Figure I-14 : Evolution de la limite d'élasticité et de l'allongement à rupture en fonction de la direction de sollicitation par rapport au sens de laminage (en degrés) - (1) Mise en solution à 550 °C puis maintien à - 17 °C pendant 24 heures (2). Mise en solution à 550 °C puis maintien à - 17 °C pendant 8 heures (3) Mise en solution à 535 °C puis maintien à température ambiante durant 1 heure [33].

Ainsi, suivant leur état métallurgique, les alliages Al-Cu-Li ne possèdent pas les mêmes propriétés mécaniques. Différents auteurs se sont intéressés aux propriétés mécaniques de l'alliage 2050 de notre étude dans différents états métallurgiques. Les valeurs obtenues sont regroupées dans le Tableau I-5.

Tableau I-5 : Propriétés mécaniques de l'alliage 2050 en fonction des traitements thermomécaniques.

Source	Direction	Etat métallurgique	Rm (MPa)	Re (MPa)	Ductilité (%)
38	Laminage	T851 (160°C-15h)	540	520	
36	Laminage	T3		260	
36	90°	T3		246	12,7
36	Laminage	T351 – 2% détensionnement		275	14,2
36	90°	T351 – 2% détensionnement		247	13,6
36	Laminage	T351 – 4% détensionnement		295	15,9
36	90°	T351 – 4% détensionnement		265	10,7
36	Laminage	T851 – 4% détensionnement		503	5,4
36	90°	T851 – 4% détensionnement		461	5,2
39	Laminage	T84 – tôle de 25-38 mm		476	8
39	Laminage	T84 – tôle de 100-125 mm		455	5
39	90°	T84 – tôle de 100-125 mm		407	1,5

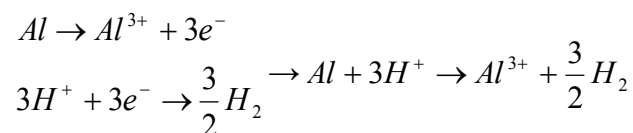
Les propriétés mécaniques des alliages Al-Cu-Li sont donc très dépendantes des traitements thermomécaniques mais aussi de la direction de sollicitation puisque les tôles présentent une forte anisotropie.

### **2.3. Comportement en corrosion et corrosion sous contrainte des alliages aluminium-lithium**

Comme nous l'avons vu dans les paragraphes précédents, l'ajout des éléments d'alliage entraîne l'apparition de différentes phases. Certains précipités participent au durcissement structural alors que d'autres, comme les particules intermétalliques grossières présentes dans le grain, n'ont que peu d'effet sur les propriétés mécaniques globales. Cependant, quelle que soit leur nature, ces phases vont avoir un impact sur le comportement en corrosion de l'alliage. Ainsi, l'influence de l'ajout de différents éléments d'alliage sur le comportement en corrosion des alliages d'aluminium-lithium va être discutée dans le paragraphe suivant.

#### **2.3.1. Corrosion de l'aluminium**

Le comportement en corrosion de l'aluminium dans un milieu aqueux peut être décrit en additionnant les demi-équations d'oxydation de l'aluminium et de réduction de l'hydrogène.



La Figure I-15 schématise les domaines de stabilité de l'aluminium pur immergé dans de l'eau pure.

Ce diagramme de Pourbaix illustre le caractère amphotère de l'aluminium qui se corrode à la fois en milieu basique et en milieu acide. Cependant, lorsque le pH de la solution se situe entre 4 et 9, l'aluminium se recouvre d'un film passif.

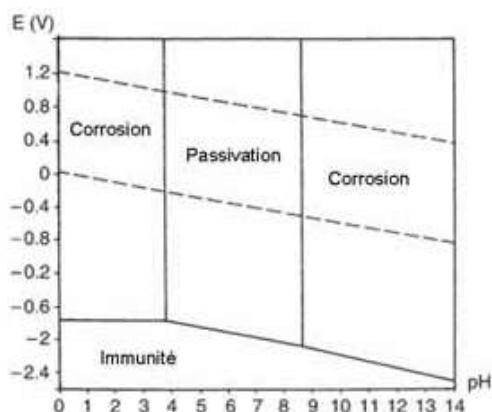


Figure I-15 : Diagramme de Pourbaix E-pH de l'aluminium dans l'eau chimiquement pure à 25°C [43].

### 2.3.2. Effet de l'ajout des éléments d'alliage

L'ajout de différents éléments d'alliage va avoir un impact sur le comportement en corrosion de l'aluminium. La Figure I-16 représente ainsi la variation du potentiel de corrosion d'alliages binaires à base aluminium en fonction de la teneur en éléments d'alliage. Il apparaît que, suivant la nature de l'élément ajouté, le potentiel de corrosion sera décalé vers les potentiels plus cathodiques (Mg et Zn) ou vers les potentiels plus anodiques (Mn, Cu et Si) dans une solution à 53 g.L<sup>-1</sup> de NaCl et 3 g.L<sup>-1</sup> de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> à 25°C [40].

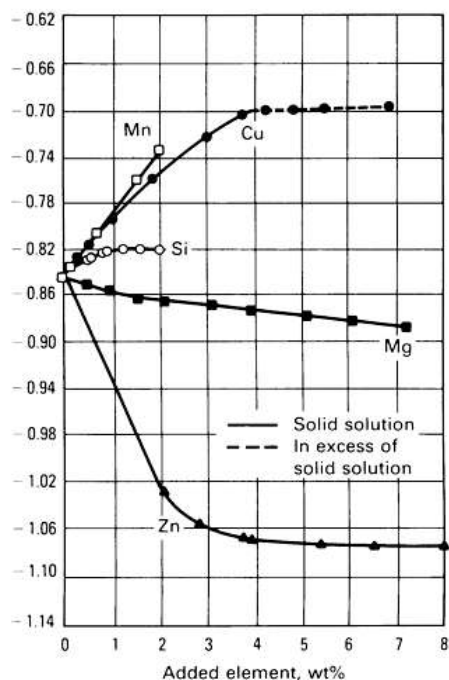


Figure I-16 : Effet de l'ajout d'éléments d'alliage sur le potentiel de corrosion de l'aluminium dans une solution à 53 g.L<sup>-1</sup> de NaCl et 3 g.L<sup>-1</sup>H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. [40].

L'influence de l'ajout de magnésium et de manganèse sur le potentiel libre d'alliages binaires Al-Li dans une solution à 3,5 % de NaCl a été étudiée par Niskanen *et al.* [41] (Tableau I-6). Ces alliages, contenant différents teneurs en manganèse ou en magnésium, ont été maintenus 15 minutes à 200°C puis leur potentiel libre a été mesuré dans une solution à 3,5 %NaCl. L'ajout de manganèse entraîne un décalage des potentiels libres des alliages Al-Li vers les potentiels plus anodiques comme cela est observé pour l'aluminium pur. Cependant, contrairement à ce qui est observé pour l'aluminium pur où l'ajout de magnésium entraîne un décalage des potentiels vers des potentiels plus cathodiques, l'influence de l'ajout de magnésium dans un alliage Al-Li est beaucoup plus complexe. Les auteurs constatent un décalage des potentiels vers des valeurs plus anodiques ou plus cathodiques selon l'ajout de magnésium.

**Tableau I-6 : Synthèse de l'évolution du potentiel libre de différents alliages d'aluminium-Lithium dans une solution à 3,5% de NaCl [41].**

Alliage	Durée du traitement à 200°C (h)	Potentiel libre (V/ECS)
Al Li 0,32 %Mn	0,25	-0,769
Al Li 1,26 % Mn	0,25	-0,739
Al - 2,3 % Li - 2 % Mg	0,25	-0,851
Al - 2,28 % Li - 3,5 % Mg	0,25	-0,811
Al - 2,33 % Li - 4,8 % Mg	0,25	-0,836

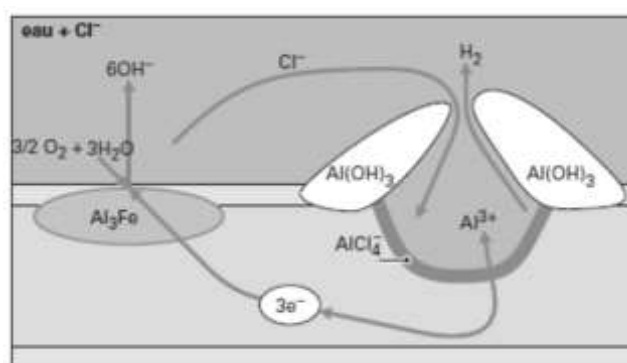
L'ajout des éléments d'alliage va donc avoir une influence sur le comportement en corrosion des alliages en modifiant le potentiel de corrosion de la matrice (passage de l'aluminium pur à une solution solide de teneur variable en soluté) mais également par la création de piles locales induites par la présence de précipités. Effectivement, outre leur présence en solution solide, les éléments d'alliage sont des éléments constitutifs de différentes phases. Ces dernières vont avoir un potentiel de corrosion différent de celui de la matrice. Birbilis *et al.* [42] ont ainsi étudié le comportement électrochimique de différentes phases présentes dans les alliages d'aluminium. Une partie des résultats, obtenus dans des solutions de concentration en NaCl de 0,01 M, 0,1 M et 0,6 M est reportée dans le Tableau I-7. Il ressort de ces essais que

les particules intermétalliques possèdent des potentiels de corrosion différents suivant leur composition chimique.

**Tableau I-7 : Synthèse des potentiels de corrosion obtenus par Birbilis *et al* pour différentes phases et dans différentes solutions [42].**

Phase	Potentiel de corrosion (V/ECS)		
	NaCl 0,01 M	NaCl 0,1 M	NaCl 0,6 M
Al <sub>3</sub> Fe	-0,493	-0,539	-0,566
Al <sub>2</sub> Cu	-0,592	-0,665	-0,695
Al <sub>3</sub> Zr	-0,752	-0,776	-0,801
Al <sub>6</sub> Mn	-0,839	-0,779	-0,913
Al <sub>2</sub> CuMg	-0,956	-0,883	-1,061
Al <sub>20</sub> Cu <sub>2</sub> Mn <sub>3</sub>	-0,550	-0,565	-0,617
Al (99%)	-0,679	-0,823	-0,849
Al-2% Cu	-0,813	-0,672	-0,744
Al-4% Cu	-0,750	-0,602	-0,642

Ces particules intermétalliques ont un rôle majeur dans certains mécanismes de corrosion. Ainsi, la corrosion par piqûres est directement liée à la présence d'intermétalliques dans les alliages. Effectivement, les particules intermétalliques ayant généralement un comportement électrochimique différent de celui de la matrice, des phénomènes de microcouplage galvanique vont conduire à la dissolution de la matrice ou du précipité. La Figure I-17 présente une schématisation du phénomène de corrosion par piqûres [43].



**Figure I-17 : Schématisation du phénomène de corrosion par piqûres dans les alliages d'aluminium [43].**

Ainsi, la présence d'intermétalliques, tels que les précipités  $Al_6Mn$ ,  $Al_{20}Mn_3Cu_2$  et  $Al_3Zr$ , dans la matrice des alliages Al-Cu-Li peut générer de la corrosion par piqûres. Scully *et al.* [44] ont étudié le comportement électrochimique des particules  $Al_3Zr$  par rapport à une matrice  $\alpha$  d'aluminium dans une solution à  $0,01 \text{ mol.L}^{-1}$  de NaCl. Ils ont montré que les précipités  $Al_3Zr$  avaient un potentiel plus anodique que la matrice ce qui favorisait la dissolution de la matrice autour de ces précipités. Viejo *et al.* [20] ont d'ailleurs étudié le potentiel Volta de ces intermétalliques et ont ainsi confirmé qu'il était plus anodique que celui de la matrice.

Les éléments d'alliage vont aussi donner lieu à de la précipitation au niveau des joints de grains ce qui peut accroître significativement la sensibilité des alliages à la corrosion intergranulaire. Une schématisation des deux types de corrosion intergranulaire pouvant être observés pour un alliage d'aluminium est présentée à la Figure I-18. Dans le type I, la zone appauvrie en précipités possède un potentiel plus cathodique que le précipité présent au joint de grains. Ainsi, se produira un phénomène de couplage galvanique qui va entraîner la dissolution de la zone appauvrie. Dans le type II, c'est le précipité qui a un comportement moins noble que le reste de la matrice. Il va donc se dissoudre. La sensibilité à la corrosion intergranulaire des matériaux, et des alliages d'aluminium en particulier, dépend donc très fortement du comportement électrochimique des différents précipités présents au niveau des joints de grains.

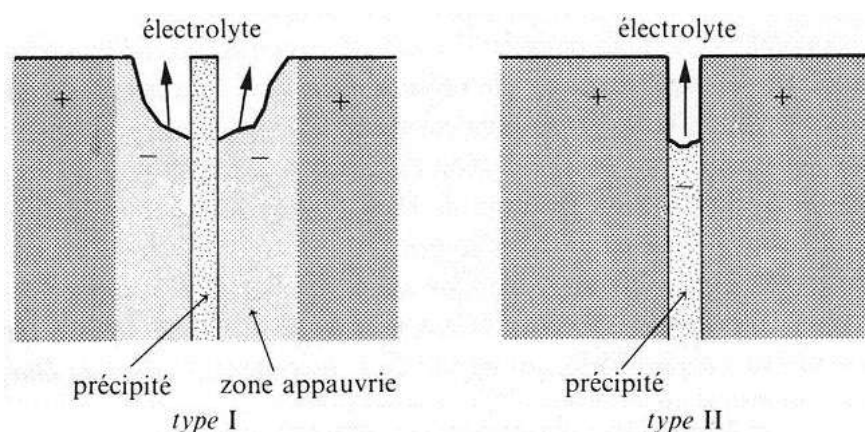


Figure I-18 : Schématisation des deux types de corrosion intergranulaire pouvant affecter un alliage d'aluminium [45].

L'alliage 2024 dans son état T3 présente une forte sensibilité à la corrosion intergranulaire qui a été très largement étudiée par différents auteurs [46-47]. Notons ici qu'il est intéressant de



comparer le comportement en corrosion des alliages d'aluminium-lithium riches en cuivre (c'est le cas de l'alliage 2050 étudié dans ces travaux) à celui de l'alliage 2024, traditionnellement utilisé dans l'aéronautique et qui pourrait être considéré comme l'alliage de départ pour le 2050 : on aurait diminué le taux de cuivre du 2024 pour ajouter du lithium. Cet alliage 2024 est donc sensible à la corrosion intergranulaire et il a été admis que cette sensibilité était étroitement liée à la présence de précipités aux joints de grains et à la déplétion en certains éléments d'alliage aux joints de grains. Par exemple, une déplétion en cuivre est souvent observée ; elle est intimement liée à la vitesse de refroidissement de l'alliage après les traitements thermiques de durcissement structural. Lorsque cette vitesse est trop lente, cela donne lieu à la formation au niveau des joints de grains de précipités  $\theta$  ( $\text{Al}_2\text{Cu}$ ) et/ou  $S$  ( $\text{Al}_2\text{CuMg}$ ). Cette précipitation induit une diminution de la teneur en cuivre dans une zone proche du joint de grains. Le joint de grains et la zone appauvrie en cuivre vont donc avoir un comportement électrochimique différent ce qui se traduit par des microcouplages galvaniques et favorise la propagation de la corrosion intergranulaire. Les alliages Al-Cu-Li peuvent quant à eux présenter des précipités  $T_1$  ou Al-Cu-Mn au niveau des joints de grains. Ces phases, possédant un potentiel électrochimique différent, vont rendre ces alliages sensibles à la corrosion intergranulaire. Certains auteurs ont aussi noté la présence de précipités de type  $T_2$  au niveau des joints de grains d'un alliage 2195 (Al - 4,0 % Cu - 1,0 % Li). Le comportement électrochimique des précipités  $T_1$  et  $T_2$  a été étudié par Li *et al.* [48] dans une solution à 3,5 % NaCl. Les précipités ont été synthétisés puis des essais de couplage galvanique matrice d'aluminium/précipités synthétisés ont été réalisés. Le courant de couplage mesuré au cours du temps est présenté à la Figure I-19. Un courant négatif indique la dissolution de la particule  $T_1$  ou  $T_2$ .

Ainsi, au début de l'immersion, les précipités  $T_1$  et  $T_2$  ont un potentiel cathodique par rapport à la matrice  $\alpha$ . Ensuite, leurs potentiels de corrosion évoluent au cours du temps pour devenir plus anodiques que celui de la matrice  $\alpha$ . Cependant, le potentiel de  $T_2$  semble de nouveau évoluer et devenir plus cathodique par rapport à la matrice après 60 heures d'immersion. Les auteurs expliquent ce changement de comportement par la dissolution préférentielle du lithium au début du processus. Les phases deviennent donc plus riches en cuivre et ont donc un comportement plus noble vis-à-vis de la matrice.

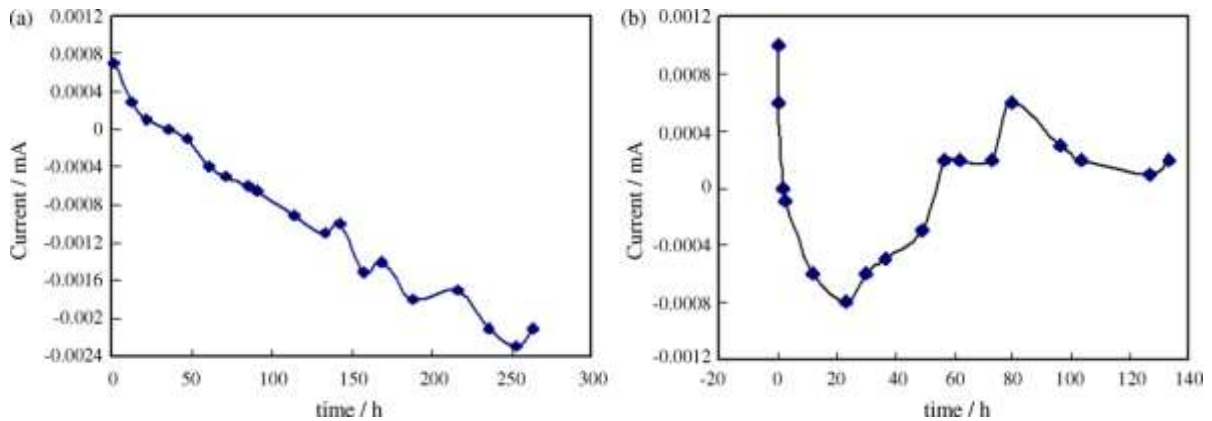


Figure I-19 : Couplage galvanique (a) entre la matrice  $\alpha$ -Al et les précipités  $T_1$  et (b) entre la matrice  $\alpha$ -Al et les précipités  $T_2$  [48].

De manière similaire, Li *et al.* [49] ont synthétisé des matériaux massifs simulant les précipités  $T_1$  et  $\theta'$ . Ils ont ensuite évalué leur comportement électrochimique en traçant des courbes de polarisation potentiocinétique dans un milieu à 4% de NaCl. Les courbes obtenues sont reportées à la Figure I-20.

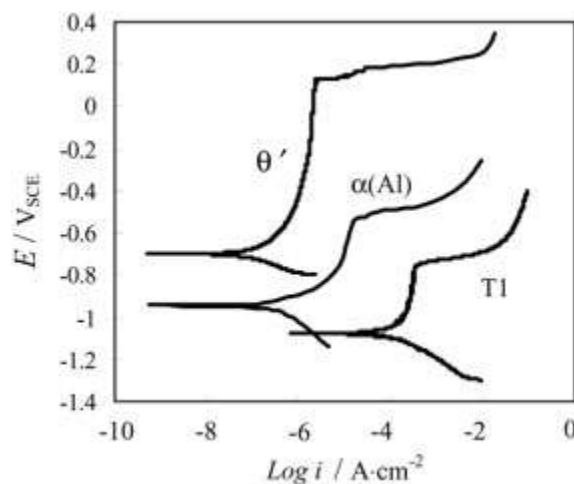


Figure I-20 : Courbes de polarisation potentiocinétique de la matrice  $\alpha$ -Al, des phases  $T_1$  et  $\theta'$  dans une solution à 4% de NaCl [49].

Les résultats obtenus ont montré que les précipités  $T_1$  possédaient un potentiel plus cathodique par rapport à la matrice. En revanche, les auteurs ont montré que les précipités  $\theta'$  avaient quant à eux un potentiel plus anodique que la matrice. Ainsi, lorsque l'alliage sera exposé à un environnement agressif, il y aura dissolution des précipités  $T_1$ .

Ainsi, la sensibilité des alliages Al-Li aux différents modes de corrosion est fortement liée à la microstructure de l'alliage. Or nous avons vu que cette dernière dépendait elle aussi des traitements thermomécaniques subis. La partie suivante traite donc de l'influence des traitements thermiques sur le comportement en corrosion des alliages Al-Cu-Li.

### 2.3.3. Influence des traitements thermiques

Niskanen *et al.* [41] ont étudié deux alliages binaires contenant différentes quantités de lithium : 0,91% Li et 2,85% Li. Ils ont mesuré à la fois le potentiel libre et le potentiel de corrosion de ces deux alliages en fonction du temps de maintien à 200°C ou 250°C. L'ensemble des résultats est synthétisé dans le Tableau I-8. Il ressort de cette étude que le traitement thermique entraîne une modification à la fois du potentiel de corrosion et du potentiel libre de l'alliage. Ces deux potentiels sont modifiés avec la durée du traitement thermique mais aussi avec la température de celui-ci.

**Tableau I-8 : Synthèse de l'évolution du potentiel libre et du potentiel de corrosion des alliages binaires Al -0,91% Li et Al - 2,85% Li dans une solution à 3,5% NaCl à température ambiante [41].**

Composition de l'alliage	Durée du maintien (h)	Potentiel libre (V/ECS)	Potentiel de corrosion (V/ECS)
Al - 0,91 % Li	0	-0,736	-0,727
Al - 2,85 % Li	0,25*	-0,739	-0,692
Al - 2,85 % Li	12*	-0,782	-0,725
Al - 2,85 % Li	24*	-,0762	-0,698
Al - 2,85 % Li	336*	-1,469	-
Al - 2,85 % Li	168†	-1,597	-0,755
Al - 2,85 % Li	336†	-1,347	-

\* : Maintien à la température de 200°C ; † : Maintien à 250°C.

Kertz *et al.* [50] ont réalisé un diagramme Temps - Température - Sensibilité à la corrosion pour un alliage Al - 1,8% Li - 2,70% Cu - 0,6% Mg - 0,3% Zn afin de reporter les sensibilités de l'alliage à la corrosion intergranulaire et/ou par piqûres suivant les températures et les temps de revenu subis par l'alliage (Figure I-21).

Ce diagramme délimite l'existence entre une sensibilité à la corrosion par piqûres uniquement et une sensibilité conjointe à la corrosion par piqûres et à la corrosion intergranulaire. Pour des températures supérieures à 450°C, l'alliage est uniquement sensible à de la corrosion par piqûres. Entre 300°C et 400°C, l'alliage est sensible à la corrosion par piqûres et devient sensible à la corrosion intergranulaire pour des durées de revenu très courtes. Enfin, pour des

températures inférieures, il faut des temps de revenu plus longs pour sensibiliser l'alliage à la corrosion intergranulaire.

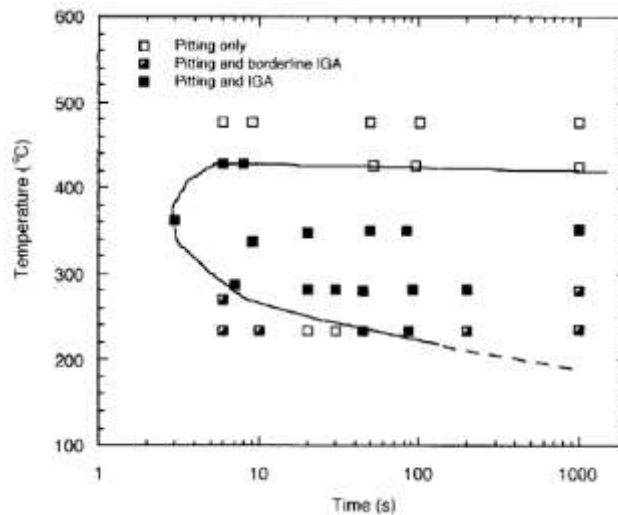


Figure I-21 : Modes d'endommagement en corrosion d'un alliage Al - 2,7% Cu - 1,8% Li en fonction des traitements thermiques [50].

Les auteurs relient la sensibilité de l'alliage à la corrosion intergranulaire à la présence de précipités  $T_1$  au niveau des joints de grains ainsi qu'à la présence d'une PFZ (Precipitate Free Zone) avec une déplétion en cuivre et en lithium. Ainsi, suivant l'état métallurgique, l'alliage Al - 1,8% Li - 2,70% Cu - 0,6%Mg - 0,3%Zn ne présente pas le même type de corrosion. Li *et al.* [51] se sont intéressés à la tenue à la corrosion feuilletante d'un alliage Al-Li selon son état métallurgique. Ils ont montré qu'à l'état T6 (Tableau I-4), l'alliage était sensible à la corrosion exfoliante alors qu'à l'état T8, sa sensibilité à ce type de corrosion diminuait. Les auteurs expliquent cette différence de comportement par la présence d'un plus grand nombre de précipités  $T_1$  ainsi que des précipités  $T_2$  au niveau des joints de grains à l'état T6 par rapport à l'état T8. De la même manière, Moran *et al.* [52] ont étudié l'influence de l'état métallurgique sur le comportement en corrosion exfoliante d'un alliage 2199 (Al 2,3% Cu - 1,4% Li.) (Figure I-22).

La dénomination « P » désigne le fait que l'alliage présente une faible sensibilité à la corrosion exfoliante alors que « ED » désigne une forte sensibilité à la corrosion exfoliante. Différents types d'essais de corrosion accélérée ont été réalisés à savoir une exposition de 4 années à l'air marin, une exposition au brouillard salin MASTMAASIS durant 2 ou 4 semaines, et enfin une exposition suivant les normes EXCO (immersion durant 2 ou 4 jours dans une solution NaCl/NO<sub>3</sub> à pH inférieur à 4) et ANCIT (solution EXCO avec AlCl<sub>3</sub> ;

6H<sub>2</sub>O). Il ressort que, selon les conditions d'exposition de l'alliage et son état métallurgique, la sensibilité à la corrosion exfoliante est très variable.

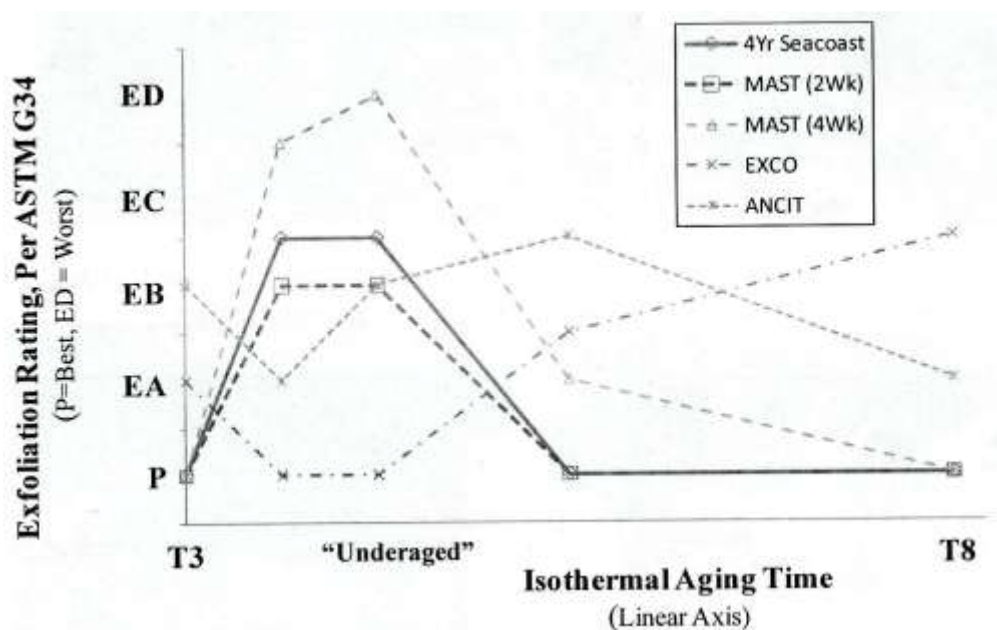


Figure I-22 : Comparaison du comportement en corrosion exfoliante de l'alliage 2199 lors de différents essais de corrosion accélérée, en fonction du temps de revenu, du T3 au T8 [52].

Si l'on considère une exposition marine qui semble être la plus représentative d'un endommagement réel et les états T3 et T8, utilisés à l'échelle industrielle, l'alliage 2199 est peu sensible à la corrosion exfoliante.

De la même manière, Jiang *et al.* [35] ont étudié la sensibilité d'un alliage Al-Cu-Li 2197 à la corrosion exfoliante par le biais d'essais de corrosion accélérée. Les résultats qu'ils ont obtenus sont regroupés dans le Tableau I-9.

On peut observer que lorsque l'alliage est traité à 175°C, les profondeurs moyenne et maximale atteintes par les défauts de corrosion sont supérieures à celles mesurées pour l'alliage maintenu à 160°C, et cela quelle que soit la durée de maintien à cette température.

De plus, pour une même température, plus le temps de maintien augmente, plus la sensibilité à la corrosion augmente. Les auteurs expliquent ces phénomènes en considérant qu'en augmentant la durée et/ou la température de revenu, la taille des T<sub>1</sub> augmente ainsi que la largeur de la PFZ.

**Tableau I-9 : Synthèse des profondeurs de propagation des défauts de corrosion intergranulaire suivant la durée de revenu [35].**

Température (°C)	Durée de revenu (h)	Profondeur moyenne (mm)	Profondeur maximale (mm)
175	18	0,133	0,186
175	40	0,153	0,200
175	56	0,169	0,212
160	10	0,042	0,055
160	32	0,052	0,064
160	80	0,082	0,103

Les alliages Al-Cu-Li présentent donc, comme l’alliage 2024 traditionnellement utilisé dans l’aéronautique, une certaine sensibilité à la corrosion intergranulaire. Pour l’alliage 2024, il a été montré par différents auteurs que l’application d’une contrainte mécanique modifiait la sensibilité de l’alliage à la corrosion intergranulaire. Ainsi, le comportement en corrosion sous contrainte de l’alliage 2024 a été étudié par Christel Augustin [53] qui a montré que l’alliage 2024 présentait une forte sensibilité à la corrosion sous contrainte puisque l’application d’une contrainte (quelle qu’elle soit), entraîne une augmentation de l’endommagement en corrosion de l’alliage tant du point de vue de la profondeur de propagation des défauts de corrosion que de leur densité. Des études sur le comportement en corrosion sous contrainte d’un alliage Al-2,5% Cu - 1,9% Li ont été réalisées en traction, avec des vitesses de déformation de  $10^{-5}$ ,  $10^{-6}$ ,  $10^{-7}$  et  $10^{-8}$  par Davo [54]. Les résultats obtenus ont montré, par contre, une faible sensibilité de l’alliage à la corrosion sous contrainte.

Connolly *et al.* [55] se sont intéressés à l’évolution de la sensibilité à la corrosion sous contrainte des alliages 2090 (Al – 2,56% Cu – 2,15% Li) et 2096 (Al – 2,84% Cu – 1,75% Li) en fonction du temps de revenu. Les auteurs ont réalisé des revenus à 160°C pour différentes durées de traitement thermique. Les essais de corrosion correspondent à une alternance de phases d’immersion et d’émersion dans une solution à 0,6 mol.L<sup>-1</sup> de NaCl ; pendant ces essais, les échantillons sont sollicités mécaniquement en traction, le déplacement étant imposé de façon à avoir une contrainte initiale de 100% à 110% de la limite d’élasticité du matériau testé. La durée totale de l’essai est de 60 jours. Le pourcentage d’échantillons ayant rompu

avant les 60 jours est reporté sur la Figure I-23. Sur la Figure I-23, T3 et T8 font référence aux états métallurgiques précédemment décrits dans le Tableau I-4.

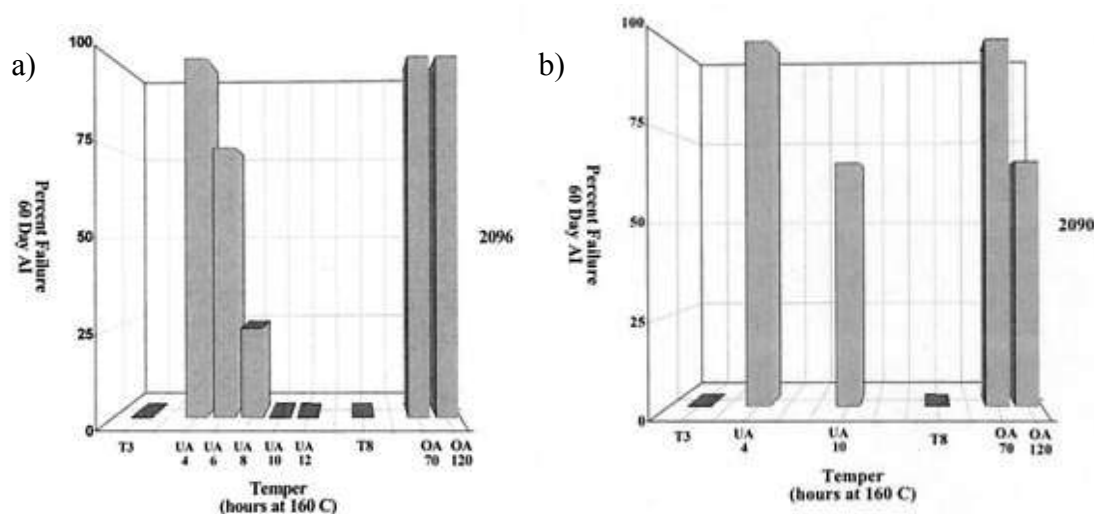


Figure I-23 : Pourcentage d'échantillons (a) de l'alliage 2096 et (b) de l'alliage 2090 ayant rompu avant les 60 jours d'essai [55].

Les notations UA4 et UA 10 désignent l'état sous-vieilli (durant 4 ou 10 heures) alors que la notation OA 70 et OA120 fait référence à un état survieilli (les notions de sur- et sous-vieillissement se réfèrent à l'état T8).

A l'issue des essais, les auteurs ont constaté qu'aucun des échantillons T3 et T8 n'avait rompu avant les 60 jours contrairement aux autres conditions. Les auteurs expliquent ce phénomène en considérant la forte réactivité des précipités  $T_1$  qui vont se dissoudre rapidement, ne permettant pas la propagation de fissures.

Une étude similaire réalisée par Moran *et al.* [52] a montré qu'à l'état métallurgique T8, l'alliage 2099 était très peu sensible à la corrosion sous contrainte après une exposition marine (Figure I-24). Cependant, contrairement à l'étude précédente, l'état T3 semble sensible à la corrosion sous contrainte puisqu'un grand nombre d'éprouvettes ont rompu rapidement. De plus, on note que plus la durée du revenu s'allonge à partir de l'état T3, plus la sensibilité à la corrosion sous contrainte diminue.

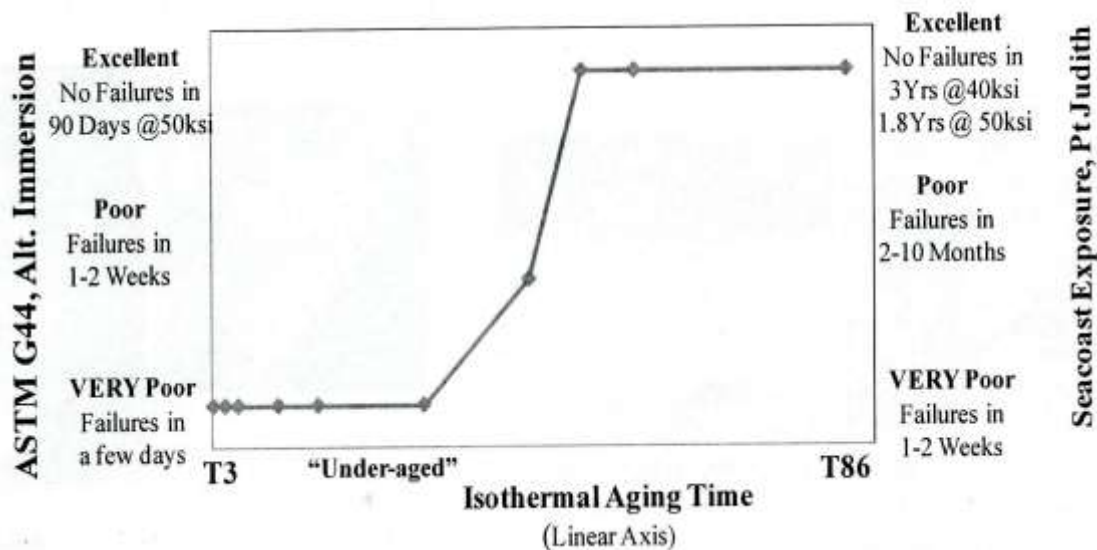


Figure I-24 : Synthèse de la sensibilité à la corrosion sous contrainte de l'alliage 2099 suivant son état métallurgique [52].

Les différences observées entre ces derniers résultats et ceux obtenus par Connolly *et al* [55] peuvent s'expliquer par des différences dans la composition chimique des alliages étudiés.

Li *et al.* [56] ont étudié le comportement en corrosion sous contrainte de l'alliage 2195 à l'état T3. Celui-ci a été immergé dans une solution à 3,5 % de NaCl et soumis à une contrainte de 490 MPa qui est très proche de sa limite d'élasticité. A l'issue de l'essai, les auteurs ont constaté que l'alliage était bien plus endommagé lors de l'application d'une contrainte. Lee *et al.* [57] ont travaillé sur le même alliage mais se sont intéressés à l'influence de la durée du revenu à 160°C sur cette sensibilité. Les résultats obtenus sont présentés sur la Figure I-25.

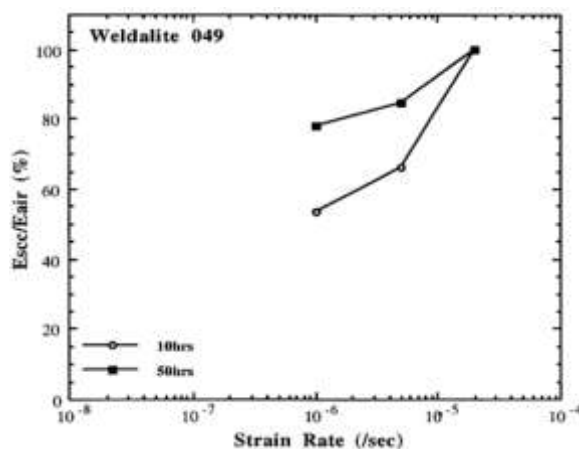


Figure I-25 : Rapport des allongements à rupture E (après corrosion sous contrainte) et E (à l'air) pour un alliage 2195 suivant la durée du revenu à 160°C [57].



A la vue des résultats, il ressort que la sensibilité de l'alliage 2195 à la corrosion sous contrainte diminue avec la durée du revenu. Ainsi, plus on s'approche de l'état « vieilli au pic », plus la sensibilité à la corrosion sous contrainte diminue.

L'ensemble des résultats décrits précédemment a montré que la microstructure et donc les propriétés mécaniques ainsi que le comportement en corrosion des alliages d'aluminium-lithium sont étroitement liées aux traitements thermomécaniques subis par l'alliage. Ainsi, il est évident que, lorsque deux tôles d'alliage d'aluminium seront soudées par FSW qui est un procédé d'assemblage thermomécanique, il y aura une forte modification de la microstructure ainsi que du comportement en corrosion du matériau au niveau du joint soudé.

### 3. Joints soudés par Friction malaxage

Le procédé de soudage par friction malaxage ou FSW (Friction Stir Welding) a été développé par The Welding Institute en 1991 [58]. Ce procédé de soudage permet d'assembler des matériaux sans apport de matière ni fusion du métal. Il peut donc s'appliquer à des matériaux jugés difficilement soudables comme les alliages d'aluminium des séries 2000, 6000 et 7000. Ce procédé d'assemblage, qui est arrivé à maturation depuis quelques années, présente un intérêt certain car une fois les paramètres de soudage fixés, la répétabilité est excellente. De plus, il permet une grande souplesse d'utilisation et très peu de risques puisque ce type de soudage ne nécessite pas de gaz de protection.

#### 3.1. Principe du procédé

Le principe du soudage consiste à assembler deux tôles qui sont bridées soit bord à bord, soit à une faible distance l'une de l'autre. L'outil est composé d'un épaulement et d'un pion. Il existe différentes géométries de pion (cylindrique, conique, fileté) dont les principales caractéristiques sont représentées à la Figure I-26 [59-60].







Tool	Cylindrical	Whorl™	MX triflute™	Flared triflute™	A-skew™	Re-stir™
Schematics						
Tool pin shape	Cylindrical with threads	Tapered with threads	Threaded, tapered with three flutes	Tri-flute with flute ends flared out	Inclined cylindrical with threads	Tapered with threads

Figure I-26 : Présentation des différentes géométries possibles d'outils [59-60].

La Figure I-27 résume les différentes étapes du soudage. L'outil est mis en rotation avec une vitesse comprise entre 400 et 1200 trs/min afin de plonger verticalement dans la matière (Figure I-27-a). Après une phase de stabilisation de la température, l'outil se déplace latéralement le long des deux plaques (Figure I-27-b). A la fin du cordon, l'outil remonte verticalement et termine ainsi la soudure (Figure I-27-c).

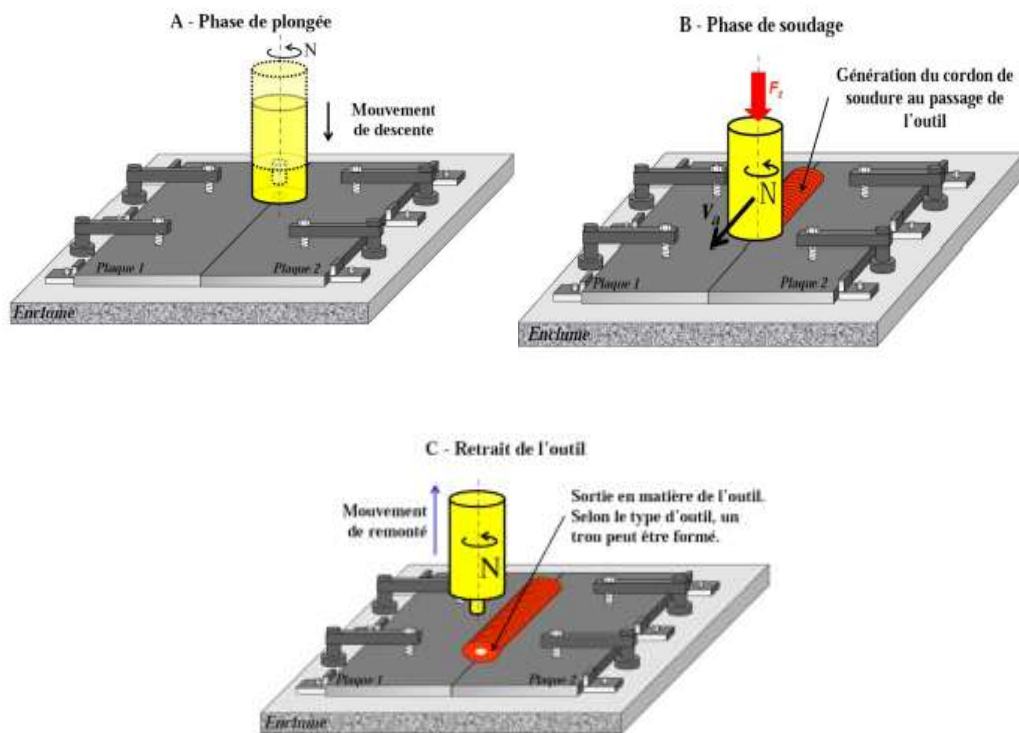


Figure I-27 : Schématisation des différentes étapes du soudage par FSW [61]

Les principaux paramètres de soudage sont :

- la vitesse d'avance du pion [59],
- la vitesse de rotation de l'outil [59],
- l'angle entre l'outil et la pièce [59] – [62],
- la géométrie de l'outil [59] – [62],
- l'état métallurgique de la pièce avant soudage [63].

Mishra *et al.* [59] précisent que les deux principaux paramètres du soudage FSW sont la vitesse de rotation (trs/min) et la vitesse de déplacement de l'outil le long du joint (mm/min). Plus la vitesse de rotation du pion sera importante, plus le phénomène de friction sera favorisé et donc la température augmentera.

Certains auteurs [59] et [62] précisent que l'angle formé entre les plaques et l'outil (noté « tilt ») est un paramètre important puisqu'il peut permettre à l'épaulement d'assurer un bon malaxage de la matière.

Les paramètres du procédé de soudage ont donc un impact très important sur la structure des joints car ils modifient le malaxage de la matière et la température induite par les phénomènes de friction. Ces deux aspects largement étudiés font l'objet des paragraphes suivants.

### 3.2. Flux de matière

Seidel *et al.* [64] ont utilisé un marqueur lors du soudage par FSW de deux plaques d'un alliage Al-Cu-Li 2195. Cette étude a montré que le flux de matière est à la fois dû à la rotation du pion ainsi qu'au déplacement de l'outil. Cependant, le flux de matière reste complexe. Guerra *et al.* [65] décrivent de manière plus précise le phénomène. Ainsi, le côté ADVANCING (côté où le pion pénètre dans la matière) subit une plus grande déformation que le côté RETREATING (côté où le pion chasse la matière derrière lui). Enfin, le vortex généré est principalement dû au filet présent sur le pion. Le flux de matière généré par l'ensemble épaulement/ pion est donc aussi très fortement lié à la géométrie du pion utilisé lors du soudage [63]. Schneider *et al.* [66] proposent donc de décomposer le flux de matière complexe suivant quatre principaux types de mouvement simple (Figure I-28).

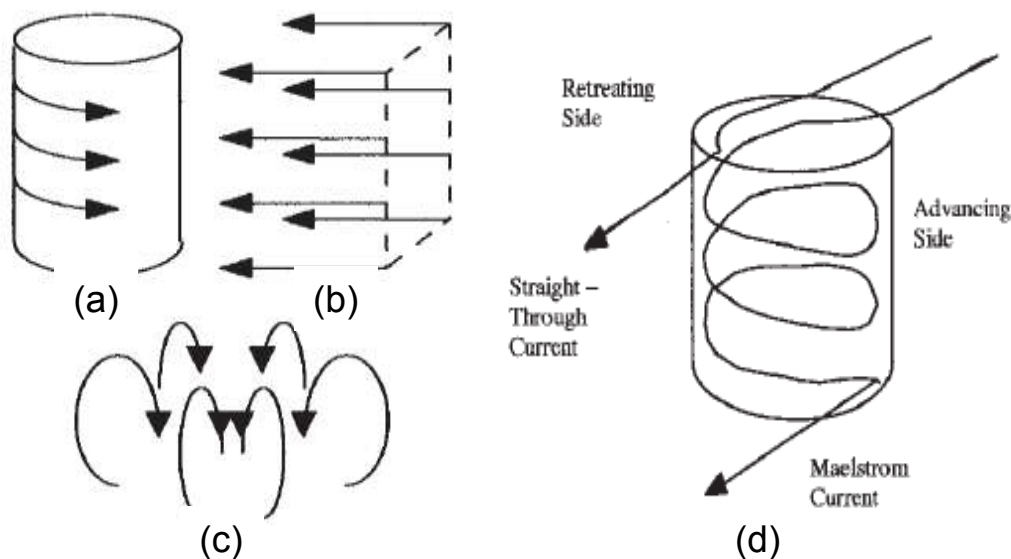


Figure I-28 : Différents types de malaxage rencontrés (a) Rotation pure (b) Translation uniforme (c) Vortex (d) Maelstrom [66].

### 3.3. Flux de chaleur

Différents auteurs ont mesuré les températures atteintes lors du soudage dans les différentes zones du joint. Jariyaboon *et al.* [67] mais aussi Hwang *et al.* [68], par exemple, ont mesuré les températures proches du centre de la soudure pour différentes conditions de soudage. Ces mesures sont reportées à la Figure I-29.

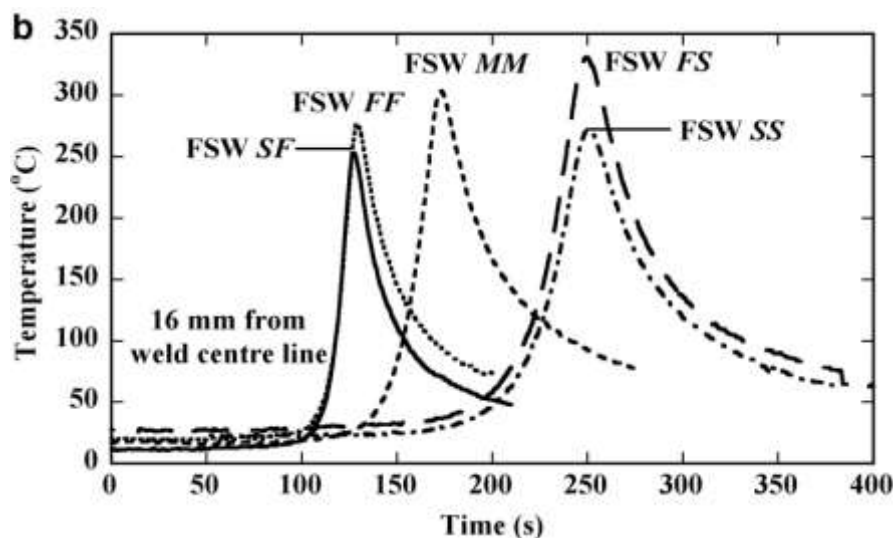


Figure I-29 : Profils thermiques obtenus lors du soudage d'un alliage 2024 en fonction de la vitesse de rotation (1<sup>er</sup> terme) et de translation (2<sup>ème</sup> terme) - FF = Fast Fast ; MM = Medium Medium ; SF = Slow Fast ; SS = Slow- Slow ; FS = Fast – Slow [67].

Pour une vitesse de translation donnée, plus la vitesse de rotation est grande, plus la température est élevée dans le joint. De plus, pour une même vitesse de rotation, plus la vitesse de déplacement est lente, plus la température augmente.

D'autres auteurs tels que Mahoney *et al.* [69] ont mesuré la répartition de la température du bord vers le centre de la soudure mais aussi dans l'épaisseur de la zone soudée (Figure I-30). Dans le cadre de leur étude, l'outil est constitué d'un épaulement simple ainsi que d'un pion.

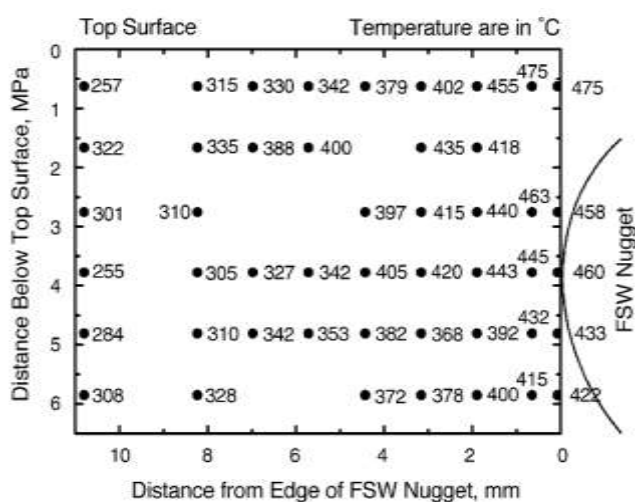


Figure I-30 : Cartographie de la température lors du soudage par FSW de deux tôles 7075-T651 [69].

Les auteurs constatent qu'il y a à la fois bien sûr des variations de température par rapport à la distance au centre de la soudure mais aussi dans l'épaisseur puisqu'ils notent une diminution de la température au fur et à mesure que l'on s'éloigne de la surface supérieure de la tôle.

Ces gradients de température ont été confirmés par différents auteurs soit expérimentalement soit par modélisation (Figure I-31) [70-71].

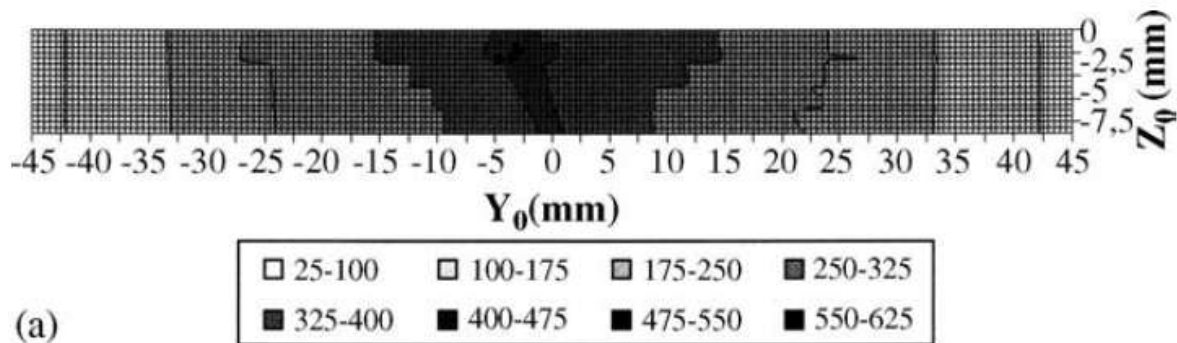


Figure I-31 : Températures calculées en degré Celsius lors d'un soudage FSW [70].

Le procédé FSW induit donc à la fois un échauffement mais aussi un flux de matière généré par une forte déformation qui vont donc donner lieu à l'apparition de différentes zones dans le joint soudé final. Ces zones sont décrites dans le paragraphe suivant.

### 3.4. Microstructure des joints soudés FSW

Un joint soudé FSW est classiquement constitué de trois zones affectées par le procédé de soudage. Le noyau soudé (noté NS par la suite) qui se trouve au centre de la soudure, une zone affectée thermomécaniquement (notée ZATM) et enfin une zone affectée thermiquement (ZAT). L'apparition de ces zones est liée aux gradients à la fois thermique mais aussi de déformation obtenus lors du soudage. A l'extérieur du joint soudé se trouve évidemment le métal de base qui n'est pas impacté par le soudage et qui a été présenté au paragraphe précédent

Une microstructure typique d'un joint soudé FSW est donnée en Figure I-32. La taille des différentes zones va dépendre de la géométrie du pion utilisé ainsi que des paramètres de soudage. Ainsi, Tang *et al.* [72] ont montré que la température atteinte lors de l'opération de soudage et par voie de conséquence la largeur de la ZAT augmentaient avec la vitesse de rotation de l'outil. L'influence des paramètres de soudage sur la thermique est visible à la Figure I-29 puisque, pour différents paramètres, la largeur des pics de température varie.

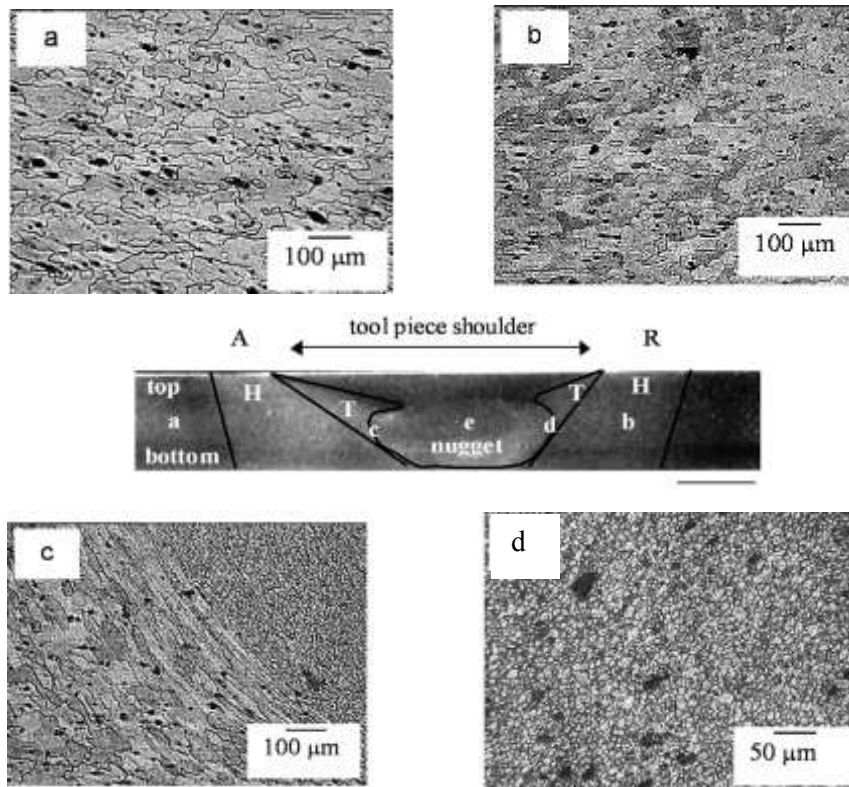


Figure I-32 : Observations après attaque Keller d'un joint soudé FSW (a) Matériau de base (b) ZAT (c) ZATM et (d) Noyau soudé [67].

La microstructure de chaque zone fait l'objet d'une description détaillée dans les paragraphes suivants.

### 3.4.1. La zone affectée thermiquement

La zone affectée thermiquement, comme son nom l'indique, voit une augmentation de la température lors du soudage par FSW. Cette augmentation de la température n'entraîne pas de modification de la taille et de la forme des grains initialement présents. Cependant, l'augmentation de la température peut entraîner une modification de la précipitation présente dans cette zone par rapport à ce qui est observé dans le métal de base.

Par exemple, Fonda *et al.* [73] ont étudié au MET la précipitation présente dans la ZAT d'un joint soudé obtenu à partir d'un alliage 2519-T87. Ils ont montré que, dans cette zone, les précipités  $\theta'$  initialement présents dans le matériau de base, coalesçaient et se transformaient en phase d'équilibre  $\theta$ .

### 3.4.2. La zone affectée thermomécaniquement

Lors de son déplacement le long des deux plaques, le pion va venir déformer les grains du matériau de base. Ces derniers dans la ZATM vont donc présenter une désorientation géométrique par rapport à la direction initiale des grains. De plus, différents auteurs ont mesuré des températures qui pouvaient atteindre 450°C lors du soudage. Fonda *et al.* [73] ont étudié la texture générée par la désorientation des grains lors du soudage-malaxage. Ils ont montré que les grains avaient subi une rotation de 57° par rapport aux grains du matériau de base (Figure I-33). En outre, une étude EBSD a montré une augmentation de la déformation au fur et à mesure que l'on se rapproche du noyau soudé [73].

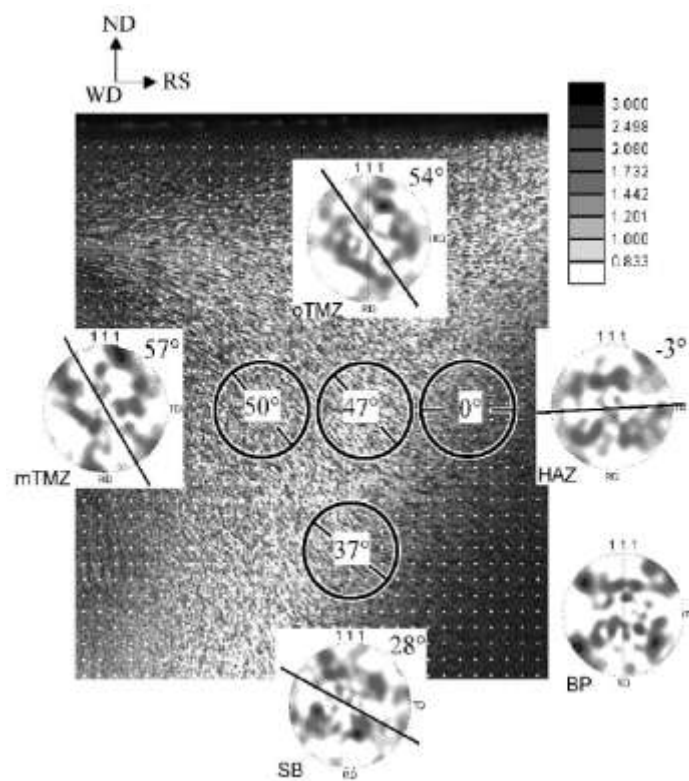


Figure I-33 : Désorientation géométrique des grains dans la ZATM [73].

Il est intéressant aussi de noter la présence de deux types de ZATM. La première nommée ZATM Advancing qui correspond au moment où le vecteur vitesse du pion est colinéaire à celui du vecteur déplacement de l'outil et la ZATM côté Retreating correspondant au côté où ces deux vecteurs sont anti-colinéaires. Ces deux côtés présentent tous les deux des grains déformés et une désorientation géométrique. Cependant, Wei *et al.* [74] constatent que, du côté Advancing, la désorientation géométrique des grains est beaucoup plus forte que du côté Retreating. En effet, l'angle formé entre la direction initiale des grains dans le métal de base



et celle caractéristique des grains dans la ZATM est plus important dans la ZATM coté Advancing que du côté Retreating. De plus, Adamowski *et al.* [75] ont constaté qu'il y avait aussi une différence entre ces deux côtés d'un point de vue thermique avec une température supérieure de 50°C du côté Advancing. Shukla *et al.* [76] ont observé que, dans cette zone, pour un alliage 2195 à l'état T8, il y avait la présence d'une zone appauvrie en précipité (notée PFZ) ainsi qu'une importante précipitation intergranulaire. Cette PFZ apparaît à cause de la dissolution de précipités  $\theta'$  et du survieillissement des précipités  $T_1$ .

### 3.4.3. Le noyau soudé

Le centre de la soudure voit à la fois une forte augmentation de la température mais aussi un fort taux de déformation. Jariyaboon *et al.* [67] et Mahoney *et al.* [69] ont mesuré une température au centre de la soudure respectivement de 481°C et 500°C lors d'un soudage d'un alliage d'aluminium 2024-T351. Concernant le taux de déformation au centre du noyau soudé, celui-ci dépend très fortement des conditions de soudage. De nombreux auteurs ont avancé différentes vitesses de déformation. Jata *et al.* [77] ont estimé une vitesse de déformation de 10 s<sup>-1</sup> alors que Masaki *et al.* [78] l'ont estimée à 2-3 s<sup>-1</sup>. Bien qu'il y ait des différences concernant la vitesse de déformation, la grande majorité des auteurs s'accordent à dire que la microstructure du noyau est obtenue lors d'un phénomène de recristallisation dynamique [77-78]. Cependant, Fonda *et al.* [79] ont étudié l'interaction outil-matière grâce à des analyses EBSD réalisées après des essais de soudage FSW interrompus, menés sur un alliage 2195. Ils ont montré que la forme et la taille des grains sont dues au cisaillement des grains en avant de l'outil selon les plans de cisaillement de la structure cubique face centrée caractéristique de l'aluminium. D'après ces auteurs, l'affinement de la taille de grains serait dû à la subdivision des grains induite par la déformation et à des processus de restauration dynamique et non à des mécanismes de recristallisation dynamique comme le proposent les auteurs précédents. Prangnell *et al.* [80] ont étudié la formation des grains équiaxes en utilisant un système pour geler la microstructure lors du soudage. Ils ont montré que la diminution de la taille de grains est gouvernée par la subdivision des grains et donc fortement dépendante de la déformation.

Le facteur principal gouvernant la taille de grains est la vitesse de rotation de l'outil. En effet, Jariyaboon *et al.* [67] ont montré qu'avec une même vitesse d'avance de l'outil, plus la vitesse de rotation du pion était importante, plus la taille de grains augmentait. Cette

constatation a été confirmée par d'autres auteurs [81-82]. En revanche, pour une même vitesse de rotation, la taille de grains ne varie quasiment pas avec la vitesse de déplacement de l'outil. Sutton *et al.* [83] ont aussi noté que la taille des grains diminuait du haut vers le bas du noyau soudé. Cette constatation a été corroborée par Pao *et al.* [84] sur un joint FSW réalisé sur un alliage 2519-T87 pour lequel la taille de grains était de 12  $\mu\text{m}$ , 8  $\mu\text{m}$  et 2  $\mu\text{m}$  respectivement en haut, au milieu et au bas du noyau. Cette différence de taille est attribuée au gradient de température que l'on retrouve dans le noyau lors du soudage induit notamment par le problème d'évacuation de la chaleur en haut du cordon par la présence de l'épaulement.

En fonction des conditions de soudage, la température atteinte dans le noyau peut entraîner la dissolution complète [76, 85] ou non des précipités  $T_1$  [86] présents initialement dans le matériau de base quand il s'agit d'un alliage d'aluminium-lithium. Certains auteurs ont d'ailleurs noté la formation de précipités  $T_B$  qui n'étaient pas présents initialement dans le matériau de base et qui sont donc apparus après le soudage [86].

Le malaxage de la matière présenté précédemment et le phénomène de recristallisation dynamique vont entraîner l'apparition de bandes présentant des textures particulières. Ces différentes bandes sont appelées « Onion rings ». Plusieurs auteurs ont montré que l'espace entre les bandes était lié à l'avancée de l'outil en une rotation [87-88]. Une explication sur la formation de ces Onion Rings est proposée à la Figure I-34 par Kumar *et al.* [89].

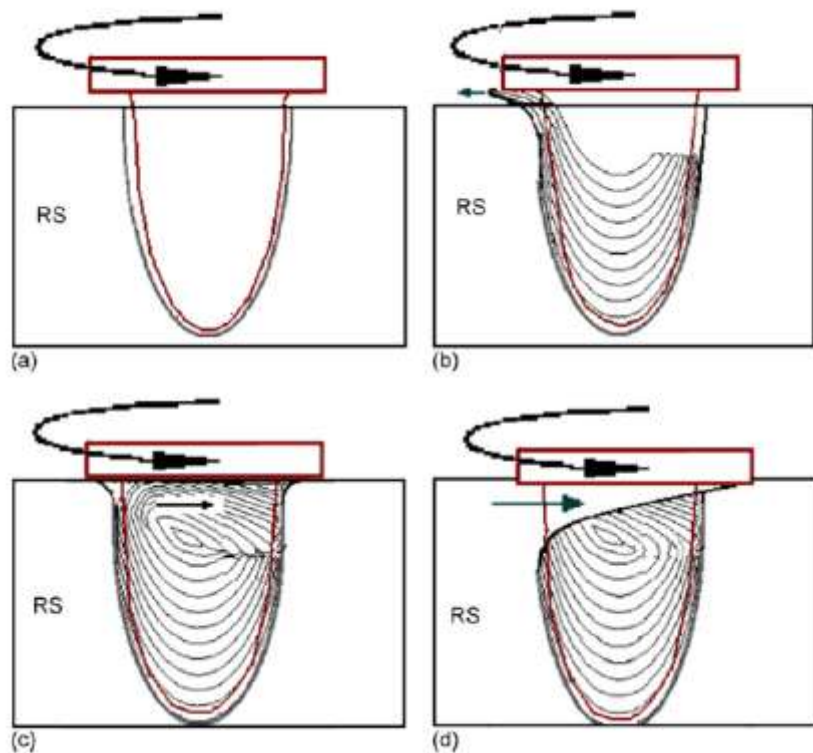


Figure I-34 : Schématisation de la création des Onion Rings [89].

Ils décrivent le mécanisme de formation des Onion rings de la façon suivante : création d'une cavité lors de l'introduction du pion, flux de matière généré par le pion, regroupement de la matière issue à la fois du malaxage du pion mais aussi de l'épaulement et extrusion du métal de base dans le noyau.

Chen *et al.* [90] et Krishnan *et al.* [87] ont montré que les bandes étaient dues aux différentes couches de matière cisailée, arrachée et forgée au cours du soudage. A l'intérieur de ces bandes, dans la direction de soudage, des évolutions microstructurales telles que des variations de taille de grains, de distributions de précipités ou de texture sont observées en fonction des paramètres du procédé FSW [83-84,91].

### **3.5. Comportement mécanique des joints soudés**

Les propriétés mécaniques des joints soudés sont classiquement étudiées grâce à des essais de dureté décrits dans une première partie. Le comportement en traction de joints FSW fera l'objet du paragraphe suivant.

#### **3.5.1. Dureté**

Les profils de microdureté réalisés dans une section perpendiculaire au cordon vont varier suivant l'état métallurgique de l'ensemble soudé, c'est-à-dire, si la tôle a été traitée thermiquement avant soudage ce qui conditionnera les interactions outils-matière ou bien si l'ensemble de la soudure a reçu un post-traitement thermomécanique.

De nombreuses études ont montré que la variation de dureté dans les joints soudés est différente dans le cas d'un alliage à durcissement structural ou dans le cas d'un alliage durci soit par solution solide soit par écrouissage induit par le soudage. Pour les alliages à durcissement structural, le soudage par FSW va induire un adoucissement dans la ZAT/ZATM et le noyau soudé. En effet, l'augmentation de la température dans ces différentes zones au cours du procédé de soudage provoque une coalescence voire une dissolution des précipités durcissants plus ou moins complète dans le noyau soudé [92]. Une schématisation de ce phénomène est proposée à la Figure I-35.

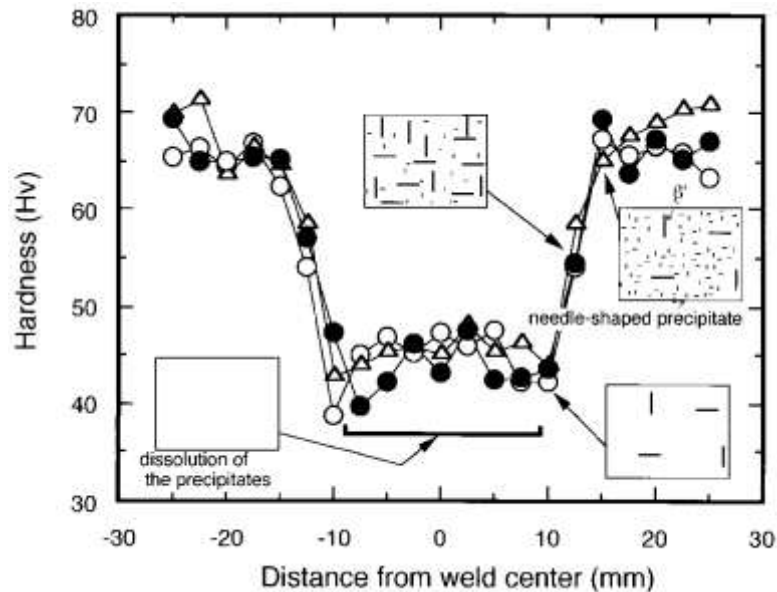
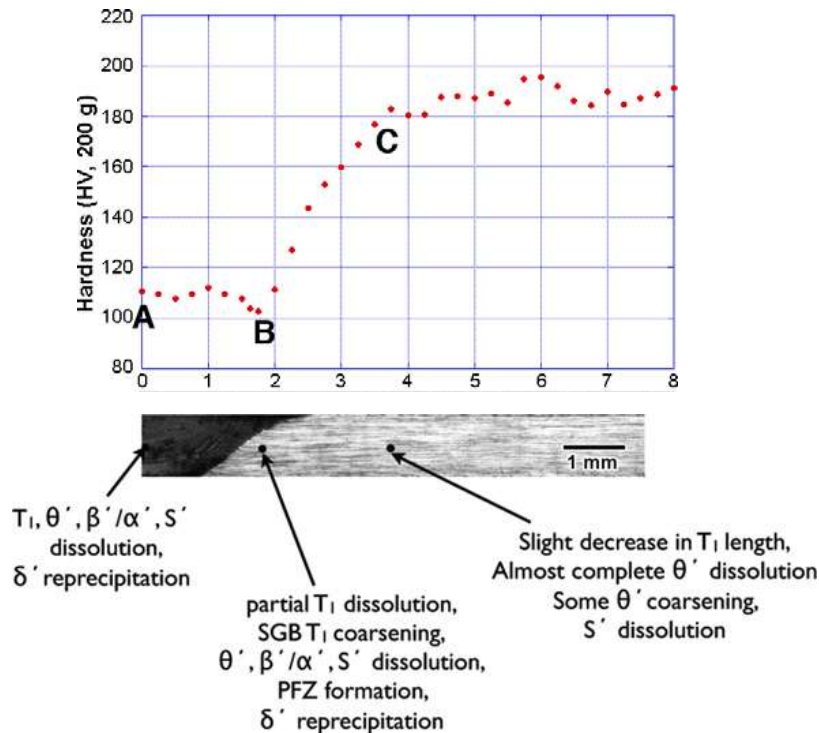


Figure I-35 : Evolution de la dureté dans une section transverse d'un cordon de soudure FSW d'un alliage 6063 - illustration de la diminution de la quantité de précipités durcissants expliquant la chute de dureté [92].

L'évolution de la dureté dans le cordon, pour les alliages à durcissement structural, et en particulier dans le noyau, semble donc être pilotée par la présence ou non des précipités durcissants et non par la diminution de la taille de grains. Shukla *et al.* [76] ont relié la variation de dureté dans un joint soudé FSW d'un alliage 2195 à l'état T8 à l'évolution de la précipitation dans le cordon comme le montre la Figure I-36.

Ces auteurs montrent que le matériau de base à l'état T8 présente une forte précipitation de  $T_1$ ,  $\theta'$  et  $S'$  dans le grain. Dans la ZAT, ils observent une diminution de la densité ainsi qu'une coalescence des précipités  $T_1$  et une dissolution complète des phases  $\theta'$  et  $S'$ . Enfin, dans le noyau soudé, ils notent une dissolution complète des précipités initialement présents dans le matériau de base et un début de précipitation de la phase  $\delta'$ . C'est cette diminution de la densité de précipités  $T_1$  et la disparition totale des phases  $\theta'$  dans la ZAT qui expliquent la chute de dureté observée dans cette zone. Ces phénomènes de dissolution et de coalescence des précipités ont aussi été observés par Fonda *et al* [73].



**Figure I-36 : Evolution de la dureté et de la précipitation dans une section transverse au joint soudé FSW d'un alliage 2195-T8 [76].**

Pour ce qui concerne les alliages non durcis par précipitation, le soudage FSW n'entraîne pas d'adoucissement [93-94]. Les auteurs n'observent généralement pas de variation de la dureté de sorte que, le long du cordon de soudure, celle-ci reste uniforme. Toutefois, Sato *et al.* [93] notent une légère augmentation de la dureté dans la ZATM et le Noyau soudé qu'ils attribuent à une densité de dislocations supérieure dans ces zones et non pas à un effet Hall Petch.

A l'issue du soudage par FSW, les cordons de soudure sont fréquemment post-traités thermiquement. Ce traitement va avoir une influence sur la précipitation durcissante et donc sur l'évolution de la dureté dans le cordon de soudure.

L'influence de ce post-traitement thermique a d'ailleurs été étudiée en partie par Pouget *et al.* [95] sur une soudure FSW réalisée à partir d'un alliage 2050-T851. La Figure I-37 présente l'évolution de la dureté dans une section perpendiculaire au joint juste après soudage (as welded) et après le post-traitement thermique (160°C durant 16 heures). Juste après soudage, les auteurs observent une évolution classique de la dureté avec une chute de celle-ci dans le NS. Après le post-traitement thermique, l'allure de la courbe prend une forme de « W ». La dureté dans le noyau soudé a augmenté après le post-traitement thermique. Ce profil de dureté est caractérisé par une augmentation de la dureté dans les deux ZATM. Ces zones, qui

subissent une forte déformation plastique lors du soudage, présentent donc une forte densité de dislocations. Ces dernières étant des sites de germination de précipités, vont donc favoriser la précipitation de ces derniers et donc l'augmentation de la dureté.

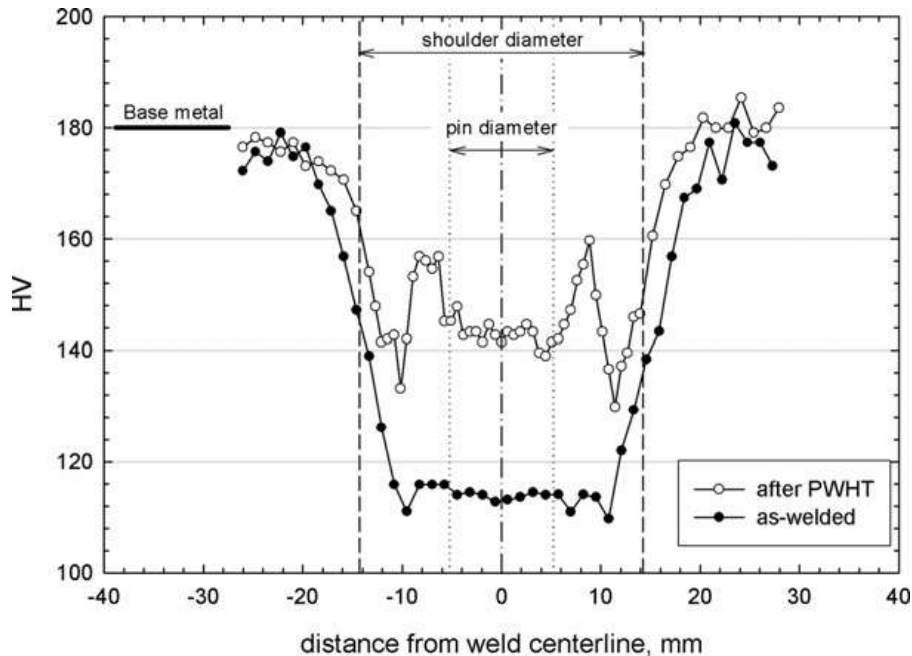


Figure I-37 : Evolution de la dureté dans une section perpendiculaire d'un cordon soudé, obtenue pour un alliage 2050-T851 avant et après le post-traitement thermique (160°C pendant 16 heures) [95].

Enfin, Fonda *et al.* [73] ont réalisé une cartographie de microdureté sur l'ensemble du noyau soudé d'une soudure FSW obtenue pour un alliage 2195 à l'état sous-revenu et ont constaté que la dureté diminuait du haut vers le bas alors que la taille de grain diminuait elle aussi. Cette diminution de la dureté ne peut donc s'expliquer par la loi de Hall Petch. Les auteurs attribuent donc cette baisse de dureté à la diminution de la densité de précipités durcissants. En bas du noyau, le refroidissement se faisant plus facilement qu'en haut, le temps nécessaire à la germination et à la croissance des précipités s'en trouve alors réduit, diminuant par la même le nombre de précipités.

### 3.5.2. Comportement mécanique en traction

Les propriétés mécaniques en traction des joints soudés sont généralement étudiées grâce à des essais de traction réalisés transversalement au cordon pour comparer uniquement leur tenue mécanique à celle des tôles assemblées, et cela en vue de dimensionner les structures. Certains auteurs couplent ces essais avec des systèmes de corrélation d'images afin de déterminer les propriétés mécaniques des zones « faibles » des cordons. Finalement, rares

sont les auteurs qui réalisent des tests de traction localisés dans chaque zone des joints précédemment décrites.

Comme nous l'avons vu précédemment, la microstructure dans un joint soudé FSW dépend fortement des paramètres de soudage utilisés. Ainsi, ces derniers vont logiquement avoir une influence sur les propriétés mécaniques des joints soudés.

Liu *et al.* [96] ont étudié le comportement mécanique d'un joint soudé FSW en alliage 2017-T351 obtenu avec différents paramètres de soudage en réalisant des essais de traction dans le sens transverse à la direction de soudage. Les résultats de leur étude sont reportés à la Figure I-38. Ces auteurs constatent que, pour des pas d'outil inférieurs à 0,13 mm/révolution, le noyau soudé ne présente pas de défauts. Au-delà de cette valeur, des défauts tels que des cavités apparaissent et entraînent une fragilisation du noyau et donc une chute des propriétés mécaniques du joint soudé.

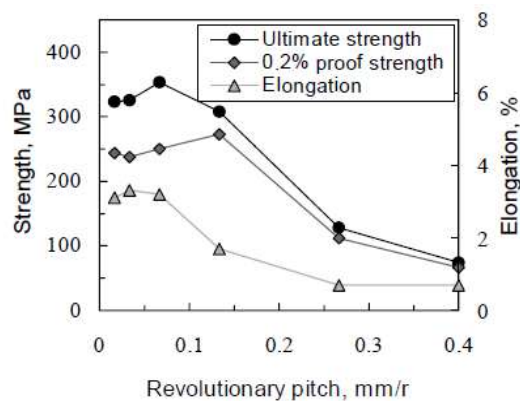


Figure I-38 : Evolution des caractéristiques mécaniques d'un joint soudé FSW d'un alliage 2017-T351 en fonction du pas de l'outil [96].

De leur côté, Liu *et al.* [97] ont étudié l'influence de la vitesse d'avance de l'outil sur la localisation de la rupture lors d'un essai de traction dans la direction transverse à la direction de soudage sur une soudure FSW d'un alliage 2219-T6 (Figure I-39). Pour les vitesses de 60 mm/min et 220 mm/min, la rupture a lieu du côté Retreating alors que, lorsque la vitesse dépasse 220 mm/min, la rupture est localisée du côté Advancing. En dessous de 220 mm/min, le joint obtenu est dépourvu de défauts. Le phénomène de friction et donc l'augmentation de la température entraînent un adoucissement de la ZAT du côté Retreating expliquant ainsi cette rupture. Concernant l'essai à une vitesse supérieure à 220 mm/min, les paramètres de soudage induisent l'apparition de défauts du côté Advancing, fragilisant alors cette zone.

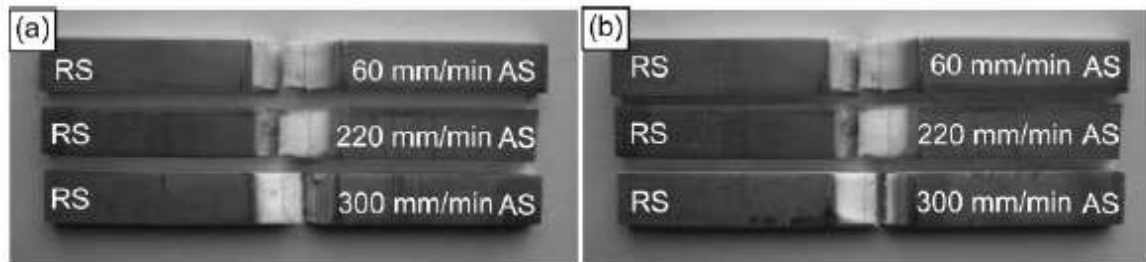


Figure I-39 : Influence de la vitesse de déplacement de l'outil sur la localisation de la rupture lors d'un essai de traction transverse (a) après soudage et (b) après un traitement thermique post soudage sur une soudure FSW d'un alliage 2219 [97].

Peel *et al.* [98] ont étudié le comportement mécanique des différentes zones d'une soudure FSW d'un alliage 5083. Les essais de traction ont été réalisés perpendiculairement à la soudure et les déformations ont été mesurées par interférométrie laser Speckle. La Figure I-40-a présente les déformations dans les différentes zones pour une contrainte donnée. Le trait vertical indique la zone de rupture à la fin de l'essai. La Figure I-40-b présente quant à elle les valeurs des limites d'élasticité des différentes zones pour différentes conditions de soudage.

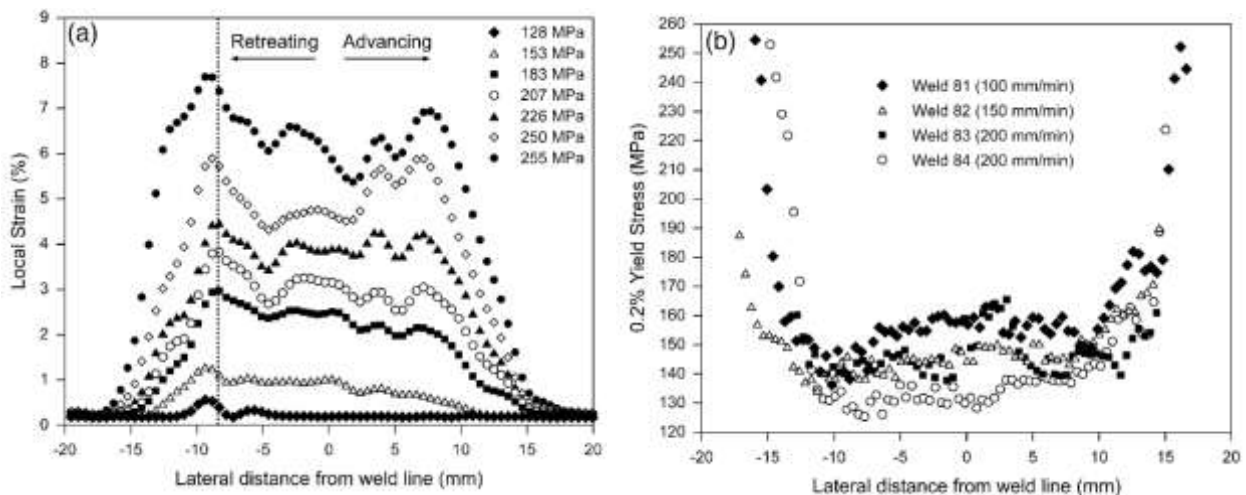


Figure I-40 : (a) Répartition de la déformation pour un état de contrainte donné lors d'un essai de traction (b) Limite d'élasticité des différentes zones en fonction de la vitesse d'avance de l'outil dans la direction transverse d'un joint soudé FSW en alliage 5083 [98].

Les auteurs ont donc montré que le maximum de déformation était localisé dans le joint soudé et que la rupture de l'éprouvette avait lieu à l'interface noyau-ZATM. Enfin, la limite d'élasticité chute à l'entrée de la soudure. De plus, cette dernière diminue avec l'augmentation de la vitesse de déplacement de l'outil. Les auteurs ont aussi constaté que, lors d'un essai de traction, la déformation plastique était confinée dans le noyau alors que le métal de base conserve un comportement élastique.



Dans la plupart des cas, les joints soudés FSW sont utilisés après un post-traitement thermique qui a pour objectif d'augmenter les propriétés mécaniques du cordon de soudure. Mahoney *et al.* [69] ont étudié les propriétés mécaniques d'un joint soudé obtenu à partir d'un alliage 7075-T651 perpendiculairement à la direction de soudage. Cette étude a consisté à s'intéresser aux propriétés mécaniques directement après soudage ou après un revenu à 121°C pendant 24 heures. Les caractéristiques mécaniques obtenues sont résumées dans le Tableau I-10. Comme nous l'avons vu précédemment, la microstructure dans un joint soudé FSW dépend fortement des paramètres de soudage utilisés. Ainsi, ces derniers vont logiquement avoir une influence sur les propriétés mécaniques des joints soudés. Les auteurs ont constaté que, comparativement au métal de base, le joint soudé présente des caractéristiques mécaniques beaucoup plus faibles. De plus le post-traitement thermique ne modifie pas la limite d'élasticité ni la contrainte à rupture du joint soudé mais diminue l'allongement à rupture.

**Tableau I-10 : Synthèse des caractéristiques mécaniques obtenues lors d'essais de traction réalisés perpendiculairement à la direction de soudage d'un joint FSW pour un alliage 7075-T651 [69].**

	Limite d'élasticité (MPa)	Contrainte à rupture (MPa)	Allongement à rupture (%)
Métal de base	571	622	14,5
Joint soudé sans post-traitement thermique	312	468	7,5
Joint soudé avec post-traitement thermique	312	447	3,5

Liu *et al.* [97] ont étudié, pour différentes vitesses d'avance de l'outil, l'influence d'un traitement thermique post soudage (18 heures à 165 °C) sur une soudure FSW d'un alliage 2219-T6 (Figure I-41).

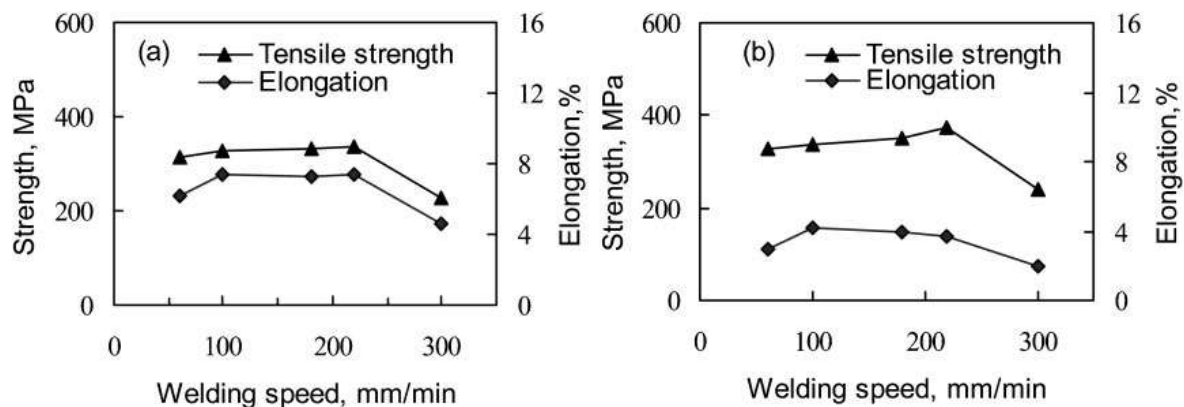


Figure I-41 : Evolution de l'allongement à rupture et de la contrainte maximale d'un joint FSW d'un alliage 2219-T6 en fonction de la vitesse d'avance de l'outil (a) après soudage et (b) après un traitement thermique post soudage [97].

Les auteurs constatent que le traitement thermique post soudage induit une augmentation de la contrainte maximale alors qu'au contraire, l'allongement à rupture diminue. En revanche, pour des conditions de soudage identiques, la rupture à lieu dans la même zone avec ou sans traitement thermique post soudage.

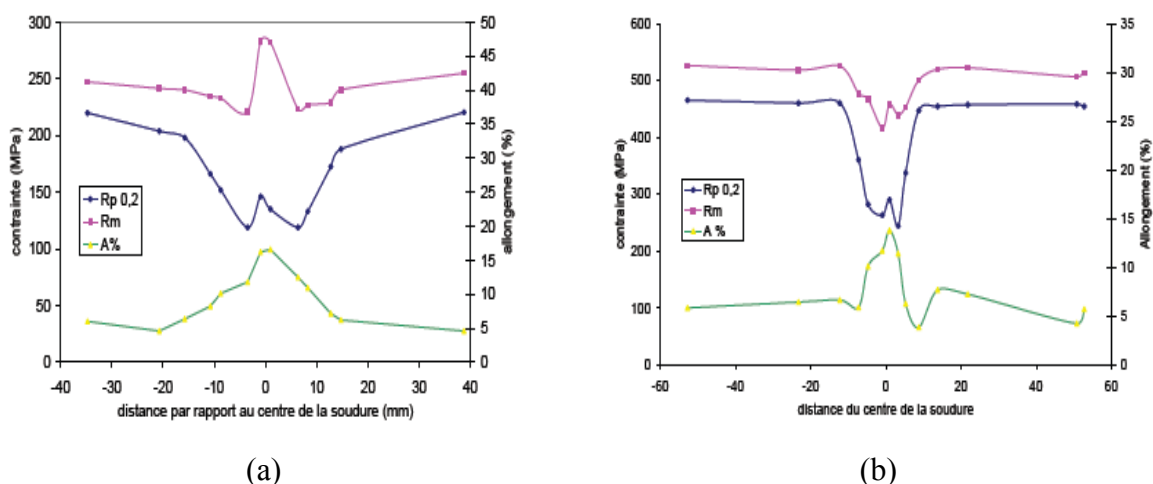
Pouget *et al.* [95] ont eux aussi étudié les propriétés mécaniques des différentes zones présentes dans un joint soudé FSW obtenu à partir d'un alliage 2050-T81. Des mesures ont été réalisées suivant la direction de soudage pour le matériau de base et le noyau soudé avant et après le post-traitement thermique. Pour les ZAT, les données ont été obtenues en réalisant des essais de traction suivant la direction transverse au soudage et en utilisant un système de corrélation d'images (CI) pour suivre les déformations. Les résultats avant et après soudage sont reportés dans le Tableau I-11. Les auteurs constatent que la limite d'élasticité des trois différentes zones augmente avec le traitement T8. A l'état T4, les limites d'élasticités à 0,2% de déformation plastique  $Re_{0,2}$  du matériau de base et du noyau soudé sollicités suivant la direction de laminage sont très proches. Après le traitement thermique, l'écart entre les deux valeurs se creuse.

En considérant la ZAT et le noyau soudé sollicités perpendiculairement à la direction de laminage, le traitement thermique entraîne un changement dans la zone dite « faible ». En l'absence de ce traitement thermique, le noyau soudé semble être la zone la plus faible alors qu'après ce traitement thermique, il s'agit de la ZAT.

**Tableau I-11 : Propriétés mécaniques des différentes zones de joints soudés FSW 2050 [95].**

	Limite d'élasticité $R_{p0,2}$ (MPa)	
	T4	T8
Matériau de base (Direction de laminage)	280	520
Noyau soudé (Direction de laminage)	250	430
Noyau soudé (CI) (Direction travers long)	215	400
ZAT (CI) (Direction travers long)	270	340

De la même manière, Genevois [99] a mesuré l'influence d'un post-traitement thermique sur les propriétés mécaniques d'une soudure FSW à partir d'un alliage 2024 T351. L'ensemble de ces résultats sont présentés à la Figure I-42. La Figure I-42-a présente les résultats des essais de microtraction réalisés sur une soudure FSW 2024 sans post-traitement thermique et la Figure I-42-b ceux des essais réalisés après le post-traitement thermique (10 heures à 190°C).



**Figure I-42 : Propriétés mécaniques locales obtenues à l'aide d'essais de microtraction (a) avant et (b) après un post-traitement thermique (10 heures à 190°C) sur une soudure FSW d'un alliage 2024-T351 [99].**

Les allures des courbes présentées à la Figure I-42-a et à la Figure I-42-b sont identiques. Le post-traitement thermique ne modifie pas l'allure générale des différentes courbes qui sont

translatées vers des valeurs de contrainte plus élevées. On note toutefois que le  $R_m$  du noyau soudé devient inférieur à la limite d'élasticité du métal de base après le post-traitement thermique. De plus, les variations des propriétés mécaniques se font de manière plus brutale après le traitement thermique. Les variations de la limite d'élasticité et de la contrainte maximale confirment les évolutions de dureté le long du cordon de soudure.

Mahoney *et al.* [69] ont étudié le comportement mécanique du noyau soudé d'un joint soudé d'un alliage 7075-T651 suivant la direction de soudage (Tableau I-12).

**Tableau I-12 : Synthèse des caractéristiques mécaniques obtenues lors d'essais de traction réalisés sur le noyau soudé parallèlement à la direction de soudage d'un joint FSW pour un alliage 7075-T651 [69].**

	Contrainte maximale (MPa)	Limite d'élasticité (MPa)	Allongement (%)
Métal de base	622	571	14,5
NS sans post- traitement thermique	525	365	15
NS avec post- traitement thermique	496	455	3,5

Après soudage, les résultats montrent que la limite d'élasticité du noyau soudé est plus faible que celle du métal de base. L'allongement à rupture lui est le même dans le métal de base et dans le noyau soudé. Le traitement thermique post soudage entraîne une augmentation de la limite d'élasticité qui se rapproche de celle du métal de base grâce à l'augmentation de la fraction volumique des précipités durcissants. Cette augmentation de la limite d'élasticité dans le noyau soudé après un traitement thermique post soudage a aussi été notée par Pouget *et al.* [95] (Tableau I-11). Cependant, avec le post traitement thermique, l'allongement à rupture diminue énormément, phénomène lié à la précipitation des phases durcissantes et à l'apparition d'une PFZ.

Concernant le noyau soudé, Sutton *et al.* [100] ont mis en évidence l'existence de bandes se caractérisant par une différence de comportement mécanique et dont l'espacement périodique était lié au pas de l'outil. La présence de ces bandes est liée aux Onion rings décrits

précédemment. Ces différentes bandes ne se déforment pas de la même manière selon la direction de soudage comme le montre la Figure I-43.

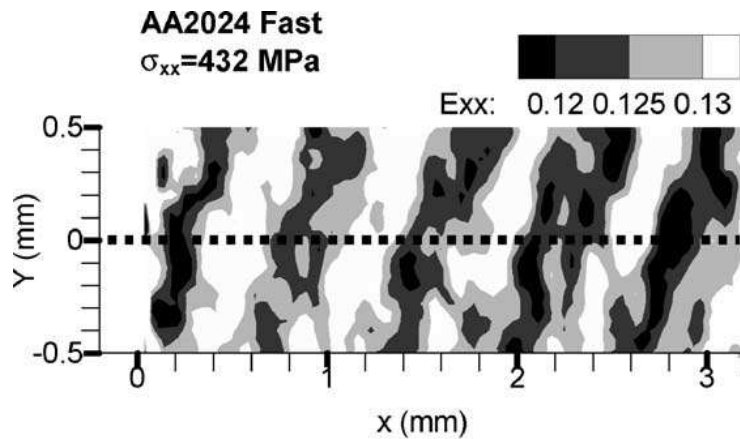


Figure I-43 : Gradient de déformations observé lors d'un essai de traction suivant la direction L d'une éprouvette de noyau soudé d'un joint soudé FSW d'un alliage 2024 [100].

### 3.5.3. Contraintes résiduelles

Lors du soudage avec des procédés faisant intervenir la fusion du métal, des contraintes résiduelles complexes d'origine thermomécanique se développent dans les cordons de soudure et dans les régions avoisinantes. Par conséquent, les contraintes résiduelles induites par ces procédés s'approchent souvent de la limite d'élasticité de l'alliage. Le procédé de soudage par FSW, ne passant pas par une phase de fusion du métal, génère beaucoup moins de contraintes résiduelles qui ne représentent dès lors que 20 à 50 % de la limite d'élasticité du métal de base [59]. Elles ont, pour principale origine, le bridage des tôles qui empêche la contraction du noyau et de la ZAT lors du refroidissement après le soudage.

Hatamleh *et al.* [101] ont étudié les contraintes résiduelles dans un joint soudé FSW obtenu à partir d'un alliage 2195. Elles ont été déterminées par diffraction des rayons X perpendiculairement au cordon dans le plan transverse et le plan longitudinal de la soudure. Il ressort de cette étude que l'ensemble de la soudure est soumis à des contraintes de compression alors que le matériau de base est soumis à des contraintes de traction. Cependant, il est à noter que ces contraintes sont très faibles (Figure I-44). Elles atteignent un maximum dans la zone de transition entre la zone entièrement recristallisée et la zone partiellement recristallisée.

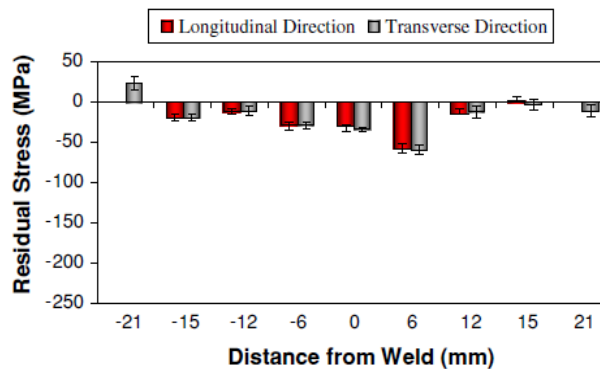


Figure I-44 : Répartition des contraintes résiduelles suivant la direction transverse et longitudinale d'un joint soudé FSW à partir d'un alliage 2195 [101].

Xu *et al.* [102] ont déterminé les contraintes résiduelles suivant la direction de soudage sur des joints soudés FSW obtenus avec différentes conditions de soudage pour un alliage 2219-T61. Ils retrouvent le profil classique en « M » pour les différentes conditions de soudage. Cette allure provient en partie du fait que les contraintes résiduelles sont plus importantes au niveau de la ZAT que dans le noyau soudé. De plus, les contraintes résiduelles diminuent avec l'augmentation de la vitesse de rotation du pion (Figure I- 45-a) et la diminution de la vitesse de déplacement de l'outil (Figure I- 45-b).

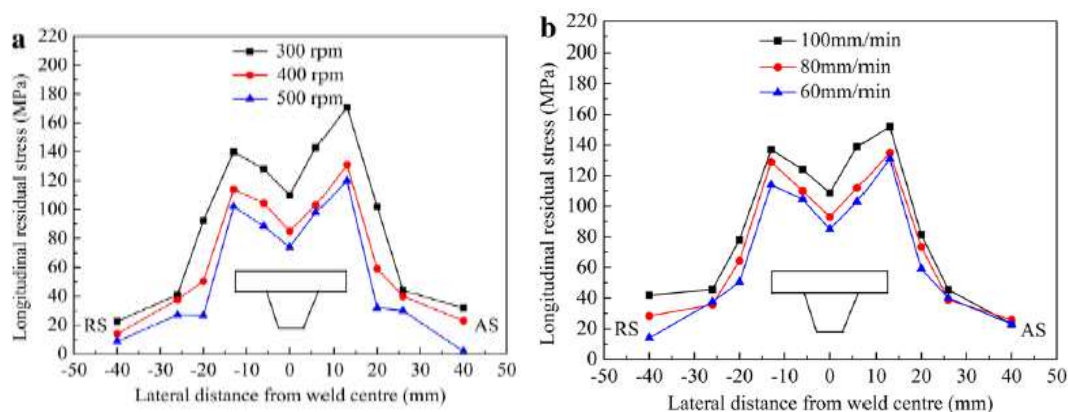


Figure I- 45: Contraintes résiduelles déterminées (a) pour différentes vitesses de rotation de l'outil et (b) pour différentes vitesses de déplacement de l'outil pour des soudures FSW sur un alliage 2219 [102].

Pouget *et al.* [95] ont quant à eux déterminé les contraintes résiduelles sur un joint soudé FSW obtenu à partir d'un alliage 2050-T81 par la méthode « cut compliance technique » dans le plan transverse avant et après un post-traitement thermique. Les résultats sont reportés à la Figure I-46. Contrairement à ce qui est avancé par Hatamleh *et al.* [101], les auteurs ont trouvé des contraintes de compression dans la ZAT qui deviennent des contraintes de traction

en entrant dans la ZATM. Enfin, le noyau semble soumis également à des contraintes de traction. En comparant les contraintes résiduelles mesurées avant et après le post-traitement thermique, il en ressort que ce dernier détensionne peu la soudure.

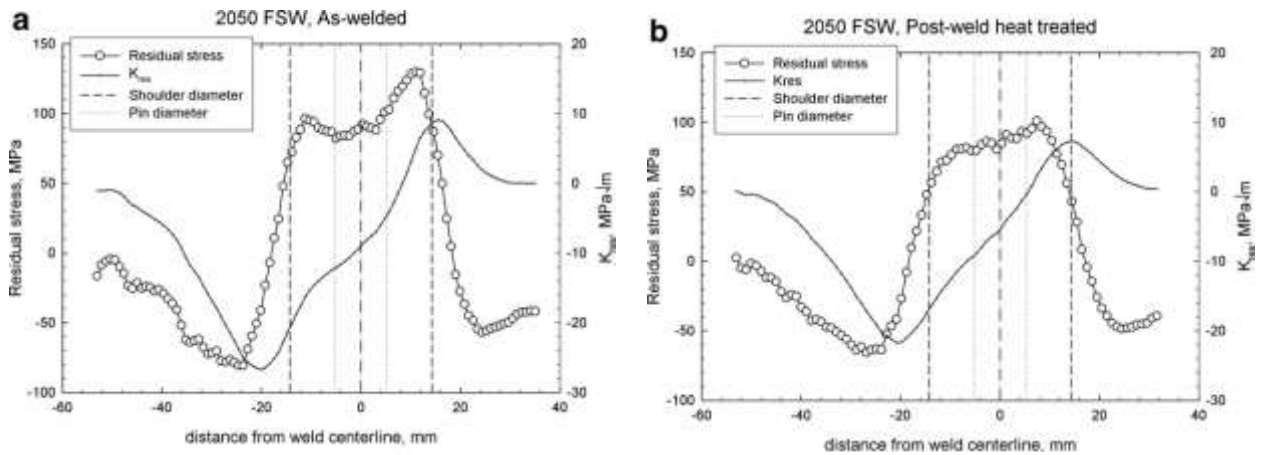


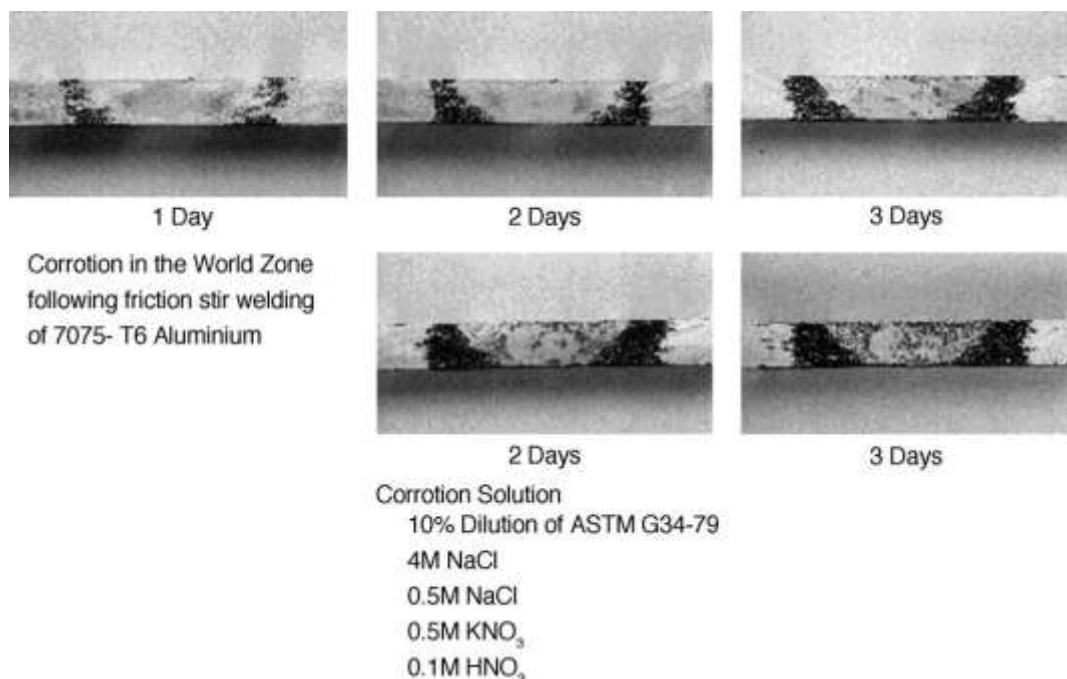
Figure I-46 : Contraintes résiduelles dans un joint soudé FSW d'un alliage 2050 (a) avant et (b) après un post-traitement thermique [95].

### 3.6. Comportement en corrosion et corrosion sous contrainte

#### 3.6.1. Comportement en corrosion du joint soudé dans sa globalité

Comme nous l'avons vu dans les paragraphes précédents, le joint soudé est constitué de différentes zones : Métal de base, ZAT, ZATM, Noyau soudé. A ces différentes zones qui se différencient par une taille et une orientation de grains différentes, s'ajoute un gradient de précipités à une échelle beaucoup plus locale à travers le cordon de soudure. Ces variations de microstructure vont avoir un impact sur le comportement en corrosion du joint.

De nombreux auteurs ont étudié le comportement en corrosion de tôles en alliage d'aluminium soudées par le procédé FSW. Leurs conclusions, de prime abord, semblent contradictoires puisque les zones corrodées diffèrent suivant les auteurs. Lumsden *et al.* [103], par exemple, ont réalisé des immersions de durées variables d'un joint soudé FSW en alliage 7075 dans une solution EXCO (Figure I-47). Les auteurs ont constaté qu'il y avait une attaque préférentielle des zones ZAT/ZATM alors que le métal de base et le noyau soudé semblaient non endommagés.



**Figure I-47 : Observations d'un joint soudé FSW d'un alliage 7075 après différents temps d'immersion dans une solution EXCO [103].**

Le comportement en corrosion d'un joint soudé FSW d'un alliage 7108 a été étudié par Wadson *et al.* [104]. Leurs conclusions rejoignent celles de Lumsden. Dans les mêmes conditions d'essais, ils ont noté que les zones ZAT/ZATM se corrodait de manière préférentielle et étaient sensibles à de la corrosion intergranulaire. Les auteurs expliquent cette sensibilité par le fait qu'il y a une distribution non uniforme de précipités MgZn<sub>2</sub> dans la ZATM. Paglia *et al.* [105] et Srinivasan *et al.* [106], qui ont travaillé sur une soudure FSW d'alliage 2219-T87, ont constaté que, dans un milieu à 3,5 % NaCl, le métal de base se corrodait et non la zone soudée. D'autre part, Corral *et al.* [107] ont réalisé des immersions de deux joints soudés FSW, l'un réalisé à partir d'un alliage 2195 et l'autre à partir d'un alliage 2024-T4. Ils ont immergé les cordons de soudure durant 20 heures et 25 jours dans une solution NaCl à 0,6 mol/L<sup>-1</sup>. L'observation des surfaces après les immersions a montré que les différentes zones du joint soudé se corrodait de la même manière que le matériau de base. Bousquet [18], qui a exposé des joints soudés FSW d'un alliage 2050-T3 post-traité ou non T8 à un brouillard salin, a montré que, suivant l'état métallurgique final du joint soudé, la zone dite « sensible » n'était pas la même. En l'absence de post-traitement thermique T8, le la soudure (ZAT et noyau soudé) se corrodent alors qu'après le post-traitement thermique, il s'agit principalement du métal de base.



Une analyse beaucoup plus fine de ces résultats montre que le comportement en corrosion du joint soudé, diffère en fonction des facteurs de premiers ordres que sont :

- la nature et l'état métallurgique de l'alliage avant soudage,
- les paramètres de soudage,
- le milieu de corrosion,
- et le post traitement thermique après soudage.

Une possible explication quant à l'endommagement préférentiel de certaines zones est l'existence d'un phénomène de couplage galvanique entre les zones induit notamment par des variations de précipitation d'une zone à l'autre.

Des mesures électrochimiques par Scanning Reference Electrode Technique ont été réalisées par Danford *et al.* [108] dans une solution à 3,5 % NaCl sur un joint soudé réalisé en 2195 après 2 h et 3 h d'immersion. La cartographie obtenue après 3 h d'immersion est reportée à la Figure I-48.

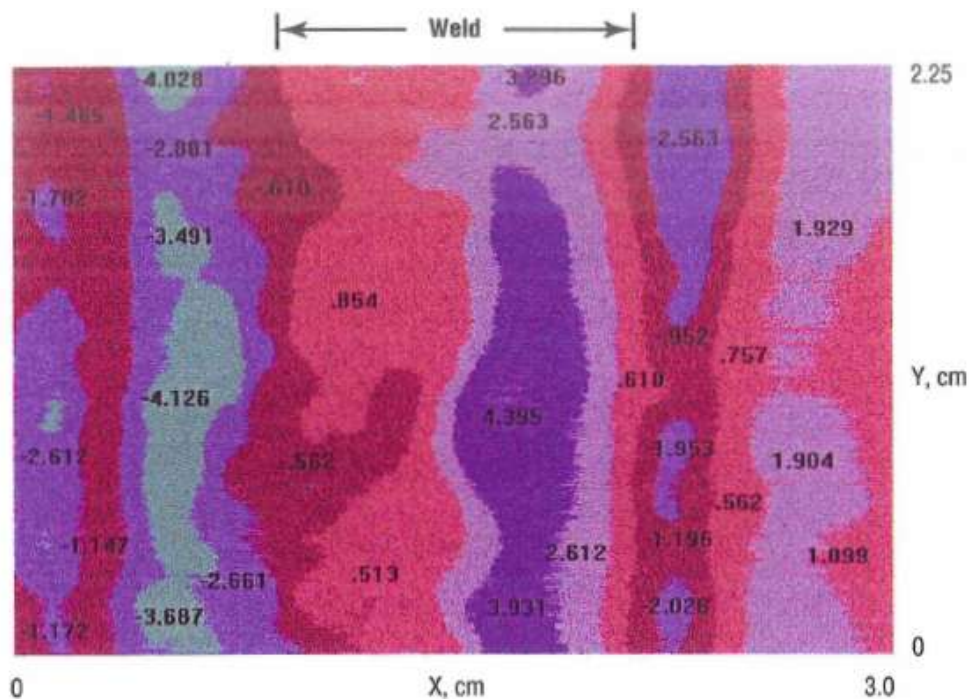


Figure I-48 : Cartographie en SRET d'un joint soudé FSW après 3h d'immersion dans une solution à 3,5 % NaCl [108].

La cartographie en potentiels obtenue montre, que dans le cas du joint soudé FSW réalisé à partir d'un alliage 2195, la ZAT et la ZATM possèdent un potentiel plus cathodique que le reste de la soudure et auront donc tendance à se corroder de manière préférentielle lorsque le joint soudé sera exposé à un environnement agressif.

D'autres auteurs tels que Field *et al.* [109] ont étudié l'influence de la texture cristallographique sur la sensibilité du cordon de soudure à la corrosion. Les auteurs ont étudié un joint soudé FSW d'un alliage 7075-T6. Les auteurs montrent que la texture est relativement faible dans les différentes zones et ne contribue pas à expliquer la distribution des piqûres observées. Le noyau soudé (au centre de la Figure I-49) présente moins de piqûres que les ZAT/ZATM qui sont situées de part et d'autre de celui-ci. De même, ces deux zones présentent quant à elles plus de piqûres que le métal de base de la soudure.

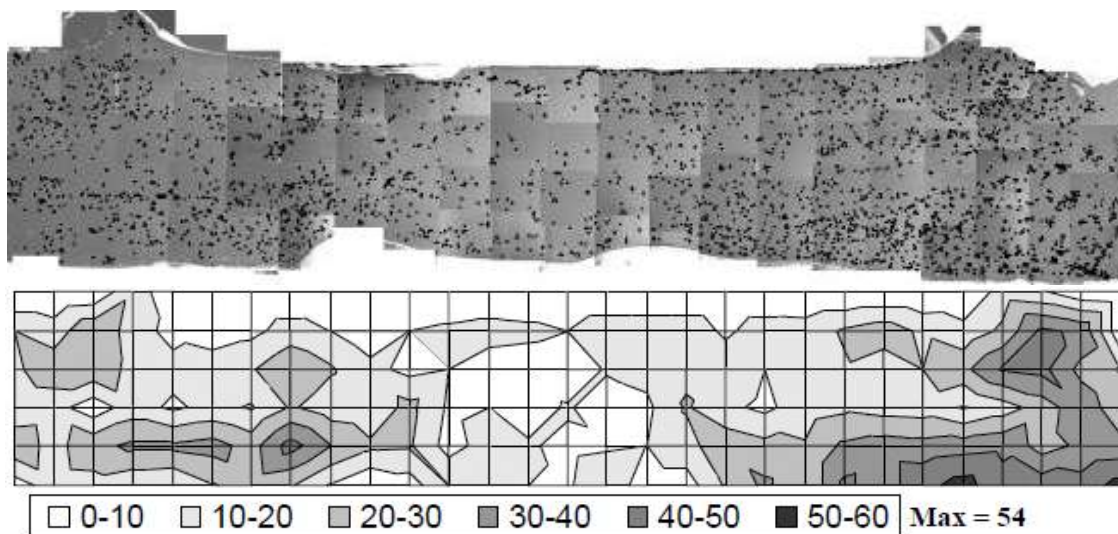


Figure I-49 : Observations au MEB mettant en évidence une plus forte densité de piqûres au centre, dans le noyau soudé, que dans la périphérie [109].

Comme nous l'avons vu au paragraphe précédent, la microstructure des joints soudés FSW est fortement dépendante des paramètres de soudage. Ainsi, il apparaît que ces derniers vont avoir une influence sur le comportement en corrosion des cordons de soudure. Jariyaboon *et al.* [67] ont étudié l'influence de ces paramètres de soudage sur le comportement en corrosion de joints soudés FSW d'un alliage 2024-T351. Afin de mettre en évidence les couplages galvaniques mis en jeu, ils ont utilisé un gel de visualisation qui change de couleur suivant si un phénomène de réduction ou d'oxydation a lieu (Figure I-50). Suivant les paramètres de soudage, la partie cathodique de la soudure (qui apparaît en vert) est soit localisée dans le métal de base soit dans le noyau soudé. De la même manière, la partie anodique (qui apparaît en orange) est soit localisée dans la soudure soit uniquement dans la ZAT/ZATM. Ces observations ont d'ailleurs été confirmées en réalisant des mesures électrochimiques sur les différentes zones prises individuellement. Les auteurs relient le comportement des différentes zones (Noyau soudé et/ou ZAT) à la présence de la phase S.

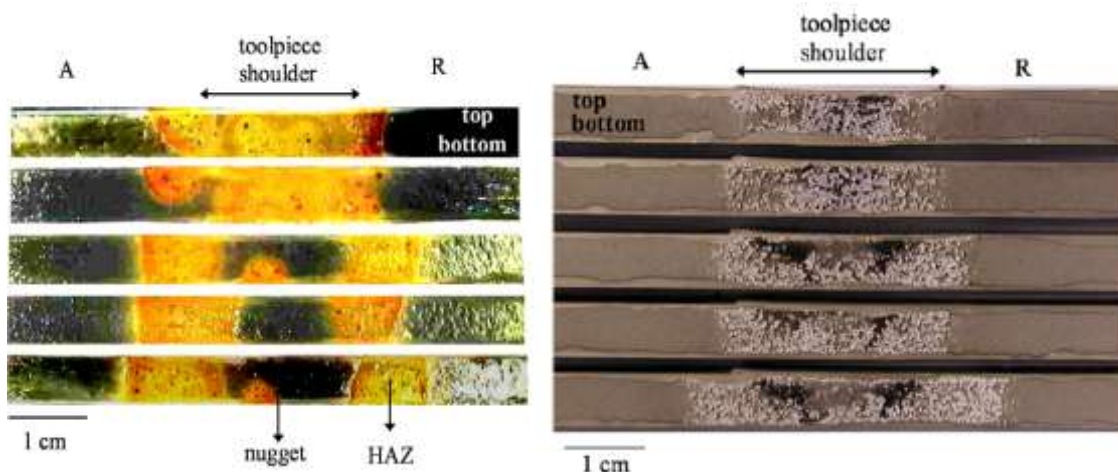


Figure I-50 : Observations en coupe transverse des joints soudés d'un alliage 2024-T351 après une mise en contact durant 24 h avec un gel de visualisation [67].

Bousquet [18] a réalisé des mesures locales de potentiel locales sur un joint soudé FSW d'un alliage 2050-T3 avant et après un post traitement T8 (Figure I-51). Elle constate qu'il y a bien une évolution de potentiel libre d'une zone à une autre quel que soit l'état métallurgique du joint soudé FSW. Toutefois, en l'absence de post traitement thermique, le métal de base possède un potentiel de corrosion plus anodique que les autres zones du cordon de soudure.

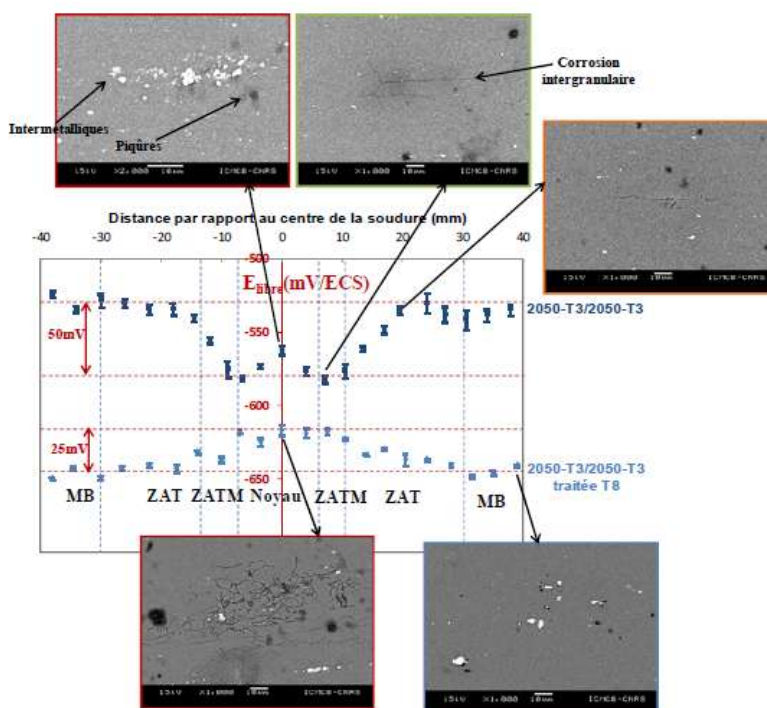


Figure I-51 : Evolution du potentiel libre dans la section à mi-épaisseur le long de la soudure FSW 2050-T3/2050-T3 brute de soudage et post-traitée thermiquement T8 (électrolyte = 3,5 g/L NaCl) [17].

A l'issue du post traitement thermique, c'est cette fois-ci le cordon de soudure qui possède un potentiel plus anodique que le métal de base. De plus, Bousquet montre que le type de sensibilité à la corrosion varie suivant les différentes zones. Ainsi, le noyau soudé et la ZAT sont sensibles à la corrosion intergranulaire avec quelques piqûres au niveau des intermétalliques et ce quel que soit leur état métallurgique. En revanche, le métal de base est sensible à la corrosion par piqûres avant et après post-soudage.

Dans un rapport publié pour l'Office on Naval Research [110], les auteurs se sont intéressés à l'influence de différents traitements thermiques post soudage sur le comportement en corrosion d'un joint soudé d'un alliage 7075-T7651. A l'issue du soudage, un traitement soit T6 (121 °C durant 24 heures), soit T73 (107 °C durant 7 heures puis 325 °C pendant 16 heures), soit T76 (121 °C durant 15 heures puis 163 °C pendant 16 heures) est appliqué. Ces différents cordons de soudure ont ensuite été immergés dans une solution EXCO durant 6 heures (Figure I-52).

Les résultats montrent que, selon les traitements thermiques, la localisation de l'endommagement et sa sévérité varient. Sans traitement thermique et après un traitement thermique T6, l'endommagement est très prononcé dans la soudure. Après un traitement thermique T73, la corrosion est localisée dans le noyau mais aussi dans le métal de base. Enfin, le traitement thermique T76 localise l'endommagement dans le noyau mais de manière moins prononcée que dans les cas précédents.

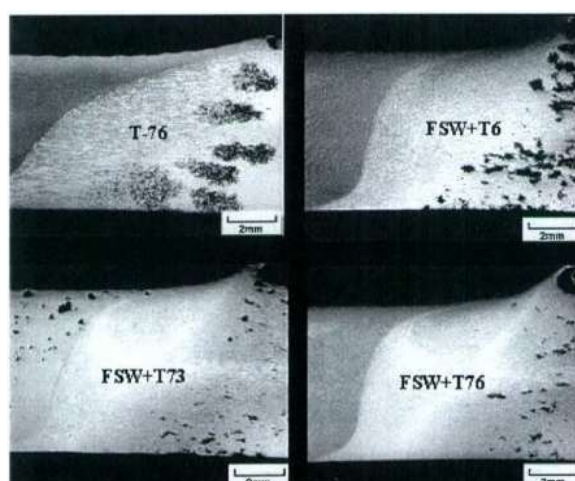


Figure I-52 : Après immersion durant 6 heures dans une solution EXCO modifiée (a) alliage 7075-T7651 soudé (b) 7075-T7651 soudé puis traité T6 (c) 7075-T7651 soudé puis traité T73 (d) 7075-T7651 soudé puis traité T76 [110].

### 3.6.2. Comportement en corrosion des différentes zones

Le comportement électrochimique des différentes zones prises individuellement a été étudié par Hu *et al.* [111]. Les auteurs ont réalisé des tracés de courbes de polarisation potentiocinétique sur les différentes zones prélevées dans une soudure FSW d'un alliage 2195 dans une solution NaCl à 3,5 %. Les zones de prélèvement sont indiquées sur le schéma de la Figure I-53 et les différents potentiels de corrosion obtenus ont été reportés dans le Tableau I-13.

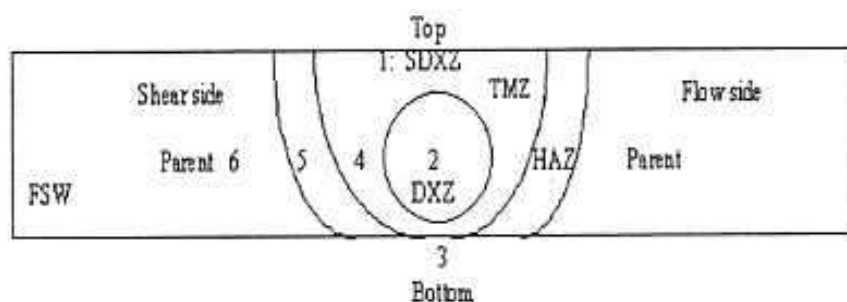


Figure I-53 : Localisation des différentes zones de prélèvement dans le joint soudé FSW d'un alliage 2195 [111].

Il en ressort que la ZATM possède le potentiel le plus cathodique par rapport aux autres zones, comme observé par Danford *et al.* [107].

Tableau I-13 : Potentiels de corrosion obtenus après une stabilisation de 30 minutes dans une solution à 3,5 % de NaCl [111].

Zone	1	2	3	4	5	6
Potentiel (V/ECS)	-1,027	-1,022	-1,0095	-1,10145	-1,0155	-1,002

De la même manière, Padgett *et al.* [112] ont étudié le comportement électrochimique des différentes zones d'un joint soudé FSW d'un alliage Al-Cu-Li (2,69% de Cu et 1,8% de Li) dans un milieu contenant 57 g. de NaCl et 10 mL de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> par litre. Leur étude met en évidence que le noyau soudé possède un potentiel de piqûre de  $-0,532 \pm 0,005$  V/ECS, la ZAT Advancing un potentiel de  $-0,522 \pm 0,015$  V/ECS alors que du côté Retreating, il est de  $-0,519 \pm 0,019$  V/ECS. Le métal de base possède le potentiel le plus anodique avec une valeur de  $-0,506 \pm 0,027$  V/ECS.

### 3.6.3. Comportement en corrosion sous contrainte du joint soudé dans sa globalité

Les variations de microstructure et des propriétés mécaniques vues aux paragraphes précédents peuvent induire une sensibilité du joint soudé FSW à la corrosion sous contrainte.

De nombreux auteurs rapportent la faible sensibilité à la corrosion sous contrainte des joints soudés FSW. Paglia *et al.* [105], par exemple, ont étudié le comportement en corrosion sous contrainte d'une soudure FSW d'un alliage 2219-T87 en imposant un allongement constant dans une solution NaCl à 3,5 %. Ces essais ont mis en évidence que la sensibilité à la corrosion sous contrainte des joints FSW était identique à celle du métal de base, à savoir une forte résistance à la corrosion sous contrainte. Bousquet [18] a aussi étudié le comportement en corrosion sous contrainte d'une soudure FSW post-traitée T8 d'un alliage 2050. Pour étudier ce comportement, des essais de traction lente à une vitesse de déformation de  $2 \cdot 10^{-7} \text{ s}^{-1}$  ont été réalisés dans une solution à  $35 \text{ g.L}^{-1}$  de NaCl. Ces essais ont montré que les propriétés mécaniques du joint soudé n'étaient pas modifiées par la présence de la solution.

Hu *et al.* [111] ont étudié le comportement en corrosion sous contrainte d'un joint soudé FSW d'un alliage 2195. Deux types d'essais ont été réalisés dans ce but. Le premier a consisté à réaliser des cycles d'immersion-émersion sans contrainte dans une solution à 3,5% de NaCl durant 1, 10 et 30 jours sur des éprouvettes de traction qui ont été ensuite sollicitées mécaniquement avec une vitesse de déformation de  $1,25 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ . Les auteurs ont pu mesurer une faible diminution des propriétés mécaniques après ces cyclages. Cependant, ce type d'essais n'étudie pas la synergie qui existe entre la contrainte et la corrosion, un deuxième type d'essai a été réalisé. Il a consisté à appliquer un chargement mécanique de 50%, 75% et 90% de la limite d'élasticité de la soudure lors d'essais de flexion quatre points. Ces échantillons ont ensuite subi des cycles d'immersion-émersion comme précédemment mais cette fois-ci durant 90 jours. A l'issue de ces essais, les auteurs constatent que la soudure n'est pas sensible à la corrosion sous contrainte. Meletis *et al.* [113] ont mesuré de la même manière que Hu *et al.* [111] les propriétés mécaniques d'un joint soudé FSW d'un alliage 2195. Les résultats obtenus par ces auteurs rejoignent ceux obtenus par Hu *et al.* [111] et sont présentés à la Figure I-54.

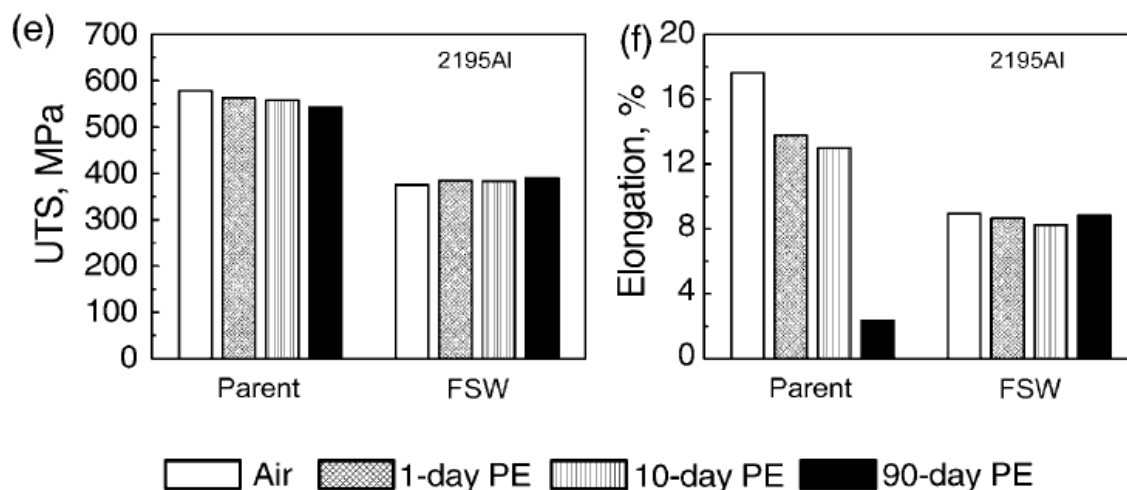


Figure I-54 : Synthèse des essais de traction du métal de base et du joint soudé FSW après immersion durant 1 jour, 10 jours et 90 jours dans une solution NaCl à 3,5 % [113].

Très peu d'auteurs ont étudié le comportement en corrosion sous contrainte des parties du joint soudé FSW prises de manière individuelle. Padgett *et al.* [112] ont prélevé des éprouvettes cylindriques dans les différentes zones d'un joint soudé FSW d'un alliage Al-Cu-Li. L'essai de corrosion sous contrainte a consisté en une immersion dans une solution à  $0,01 \text{ mol.L}^{-1}$  de NaCl d'une éprouvette de traction sur laquelle un allongement constant est appliqué au cours du temps. A l'issue de l'immersion, les éprouvettes sont tractionnées à l'air. Le noyau soudé présente la plus forte chute de ductilité par rapport aux autres zones étudiées (Métal de base, ZAT Advancing et ZAT Retreating).

## 4. Synthèse

Les éléments d'alliage comme les traitements thermomécaniques ont un rôle prépondérant sur la microstructure des alliages d'aluminium-cuivre-lithium. Les propriétés mécaniques d'un alliage sont intimement liées à sa microstructure, à sa chimie, à la texture générées par les traitements thermomécaniques qu'a subis l'alliage. De la même manière, le comportement en corrosion de l'alliage est aussi très lié à ces paramètres puisque celui-ci dépend en partie de la nature des phases présentes dans l'alliage.

Le joint soudé FSW présente des hétérogénéités à différentes échelles. A l'échelle du joint lui-même puisque le procédé induit l'apparition de différentes zones (NS, ZAT, ZATM)

facilement discernables en microscopie optique de par la morphologie ainsi que la taille des grains. De plus le soudage par FSW introduit aussi une différence de précipitation d'une zone à une autre avec des phénomènes de coalescence ou de dissolution des précipités. Finalement, tout ceci va avoir des conséquences directes sur le comportement mécanique du joint soudé, tant d'un point de vue global mais aussi du point de vue des différentes zones. Ces dernières présentant des morphologies de grains ainsi que des états de précipitation différents, elles vont donc avoir des comportements électrochimiques mais aussi des sensibilités à la corrosion bien différentes au sein du joint soudé.

L'étude du comportement à la fois mécanique mais aussi en corrosion d'un joint soudé FSW est donc très complexe et nécessite une analyse à différentes échelles. Elle doit passer par l'étude du joint soudé dans sa globalité pour ensuite concerner chaque zone prise individuellement. Enfin, afin de comprendre le comportement d'une zone, l'étude de la microstructure à différentes échelles est donc nécessaire.

Toutes ces modifications aux différentes échelles, générées au cours du soudage FSW ou du post traitement thermique vont avoir des conséquences directes sur le comportement mécanique, électrochimique et la sensibilité à la corrosion du joint global et des différentes zones qui le constituent, prises individuellement.





## CHAPITRE II : METHODES ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES

1	Introduction.....	83
2	Observations et analyses .....	84
2.1	Microscopie optique.....	84
2.2	Microscopie électronique à balayage (MEB).....	85
2.3	Microscopie électronique en transmission (MET).....	85
2.4	Diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD).....	86
2.5	Microsonde électronique de Castaing (EPMA).....	87
3	Caractérisation des propriétés mécaniques.....	87
3.1	Dureté.....	87
3.2	Comportement en traction.....	88
3.3	Contraintes résiduelles .....	90
4	Comportement en corrosion .....	92
4.1	Test de corrosion accélérée Mastmaasis Wet Bottom.....	92
4.2	Essais électrochimiques.....	93
4.3	Essais conventionnels d'immersion .....	94
4.4	Comportement en corrosion sous contrainte.....	95
4.4.1	Description du banc d'essais .....	95
4.4.2	Préparation des éprouvettes.....	97
4.4.3	Méthodologie de l'essai.....	98
4.5	Microscopie à force atomique couplée au mode Kelvin .....	101



## **1 Introduction**

La revue bibliographique précédente a mis en évidence les fortes hétérogénéités des joints soudés par Friction Stir Welding (FSW) tant d'un point de vue de la microstructure que du point de vue du comportement mécanique et du comportement en corrosion.

La microstructure étant un paramètre majeur pour ce qui concerne le comportement en corrosion et les propriétés mécaniques des matériaux, une étude de la microstructure des joints soudés FSW a été menée aux différentes échelles pertinentes. Cette analyse a donc consisté à étudier les joints soudés en microscopie optique, en microscopie électronique à balayage et enfin pour caractériser plus finement la précipitation, des observations en microscopie électronique en transmission ont également été réalisées. Le noyau soudé présentant une forte texture, des analyses complémentaires en EBSD ont été effectuées dans cette zone particulière du joint soudé. Enfin, pour compléter cette caractérisation du noyau soudé, des analyses physico-chimiques à l'aide d'une microsonde électronique de Castaing ont été réalisées afin d'étudier les éventuels gradients de composition chimique.

Une démarche similaire a été adoptée quant à la caractérisation mécanique des joints soudés. Des essais de traction macroscopiques, sollicitant l'ensemble du joint soudé, ont été réalisés. Pour confirmer les comportements mécaniques observés, une campagne de caractérisation des différentes zones du joint a été lancée, mettant en œuvre des essais de microtraction. En plus de permettre une compréhension du comportement mécanique des joints soudés, ces campagnes d'essais ont permis d'obtenir les caractéristiques mécaniques nécessaires à la réalisation des essais de corrosion sous contrainte. En complément, des mesures de nanoindentation ainsi que des analyses de contraintes résiduelles ont été menées sur les joints soudés.

Le comportement en corrosion a été étudié par le biais d'essais de corrosion accélérée de type Mastmaasis Wet Bottom et des essais conventionnels d'immersion. De plus, différents outils électrochimiques ont été mis en œuvre afin de caractériser globalement les joints soudés mais aussi les différentes zones qui le constituent. Pour finir, des essais de corrosion sous contrainte ont été réalisés au moyen d'un banc d'essai développé spécifiquement durant cette étude. Toutes les méthodologies ainsi que les moyens mis en œuvre au cours de ces travaux sont présentés et leur utilisation justifiée dans ce chapitre.

## 2 Observations et analyses

Ce paragraphe vise à présenter les différentes techniques expérimentales qui ont été utilisées durant cette étude afin de caractériser la microstructure des joints soudés aux différentes échelles. La description des moyens sera menée en considérant des échelles d'observation de plus en plus fines.

### 2.1 Microscopie optique

Comme indiqué au chapitre I, le procédé de soudage par Friction Stir Welding entraîne l'apparition de différentes zones dont la taille est de l'ordre de plusieurs millimètres. Ainsi, la microscopie optique, couplée ou non à des attaques chimiques, a été utilisée afin de caractériser à la fois la structure du joint mais aussi la microstructure des différentes zones. C'est aussi à l'aide de la microscopie optique que le mode d'endommagement par corrosion du matériau a été caractérisé. L'équipement mis en oeuvre est un microscope optique de type Olympus PMG3 numérisé.

Pour caractériser la microstructure des joints soudés et identifier les différentes zones, une attaque au réactif de Keller a été réalisée. Avant attaque, l'échantillon doit être poli mécaniquement à l'état poli miroir. L'attaque métallographique consiste à immerger l'échantillon durant 30 secondes dans une solution contenant 1 mL d'acide fluorhydrique à 40 % massique, 1,5 mL d'acide chlorhydrique à 35% massique, 2,5 mL d'acide nitrique à 68% massique et 95 mL d'eau distillée.

Un second type d'attaque a été effectué pour révéler la microstructure ainsi que l'orientation cristallographique. Il s'agit d'une attaque électrochimique qui consiste à imposer une différence de potentiel de 20 V entre l'échantillon et le béccher métallique contenant la solution d'attaque composée de 96,5 mL d'H<sub>2</sub>O et de 3,5 mL d'HF<sub>4</sub>. L'échantillon est immergé une première fois durant 40 secondes puis sorti et ensuite replongé durant 40 secondes dans le réactif. Cette attaque provoque la croissance d'une couche d'oxyde en surface des grains dont l'épaisseur varie en fonction de l'orientation cristallographique. Ainsi, l'observation au microscope optique en lumière polarisée permet de visualiser les différences d'orientation cristallographique.

Que cela soit pour observer des échantillons attaqués ou pour observer des défauts de corrosion après un essai conventionnel d'immersion, la préparation des échantillons a toujours

été la même. Ils ont été polis mécaniquement à l'aide de papiers au carbure de silicium jusqu'au grade 4000 puis ont été ensuite polis à la pâte diamantée (3  $\mu\text{m}$  et 1  $\mu\text{m}$ ) sur des draps. Pour les observations en coupe, dans le but de faciliter le polissage, les échantillons sont enrobés dans de la résine avant d'être polis.

## **2.2 Microscopie électronique à balayage (MEB)**

Les observations au microscope électronique à balayage ont été réalisées d'une part afin de compléter les observations en microscopie optique et d'autre part, pour étudier les faciès de rupture après les essais de traction pour apprécier le comportement mécanique des matériaux testés. Enfin, de par les grossissements accessibles, la microscopie électronique à balayage a permis d'étudier plus précisément les défauts de corrosion générés lors des différents essais menés durant cette étude.

Toutes ces observations ont été faites sur un appareil de type LEO-435-VP ou un MEB FEG JEOL 7000F. Un polissage au micron des échantillons est indispensable lorsqu'une surface plane est observée. Dans le cas de l'étude des faciès de rupture, l'échantillon est observé sans préparation particulière.

## **2.3 Microscopie électronique en transmission (MET)**

Pour caractériser plus précisément l'état de précipitation présent au sein des différentes zones, des observations en microscopie électronique en transmission ont été effectuées. Comme énoncé lors du chapitre I, le comportement mécanique mais aussi en corrosion des alliages Al-Cu-Li est très fortement dépendant de la présence des précipités durcissants ou de particules grossières intergranulaires ou intragranulaires. La connaissance de cette précipitation est donc primordiale pour comprendre à la fois le comportement mécanique mais aussi en corrosion des différentes zones du joint soudé.

Afin de localiser précisément ces différentes zones avant de prélever les lames qui seront analysées au MET, un polissage mécanique de l'ensemble du joint soudé à l'aide de papiers SiC jusqu'au grade 4000 est nécessaire. A l'issue de ce polissage, le noyau de la soudure est visible à l'œil nu. Il est donc possible de venir prélever une lame dans le noyau soudé. Pour s'assurer d'être dans la Zone Affectée Thermiquement, les lames correspondantes ont été prélevées à environ 1 à 2 mm au maximum du noyau soudé coté Advancing.

Le microscope électronique à transmission utilisé est le JEOL-JEM-2010 situé dans les laboratoires de l'Université Paul Sabatier (service commun TEMSCAN). Ce microscope est équipé d'un analyseur EDX dont la taille de spot varie de 1,5 à 30 nm.

Pour être observables en microscopie électronique en transmission, les échantillons doivent être transparents aux électrons. La première étape consiste donc à les polir mécaniquement sur des papiers SiC (jusqu'au grade de 1200) de manière à atteindre une épaisseur finale de 100 µm qui est l'épaisseur minimale que l'on puisse atteindre ainsi sous peine de voir l'échantillon se déformer. Les échantillons sont ensuite amincis ioniquement dans un PIPS (Precision Ion Polishing System) dans le but de les rendre transparents aux électrons sans les polluer (contrairement à un polissage électrolytique). Le PIPS est composé de deux canons à ions miniatures à angle variable (+/- 10°) qui permettent l'abrasion des parties supérieure et inférieure de l'échantillon.

## **2.4 Diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD)**

La bibliographie montre que le noyau soudé d'un joint soudé FSW présente une forte texture. Dans le but d'étudier celle-ci, des analyses EBSD (Electron Back Scattered Diffraction) ont été réalisées sur le noyau soudé. Le principe de fonctionnement de l'EBSD repose sur la diffraction électronique aux grands angles. Un cliché de diffraction obtenu par cette technique consiste en des bandes de Kikuchi qui vont servir à obtenir l'orientation cristallographique du grain étudié, c'est-à-dire celui qui a diffracté les électrons. Cette analyse est répétée pour tous les grains présents sur l'échantillon. A la fin des mesures, une cartographie présentant les différentes orientations cristallographiques de l'échantillon est obtenue.

Une grande attention doit être portée à la préparation de surface des échantillons qui vont être analysés en EBSD afin d'éviter que la surface ne soit trop rugueuse et écaillée.

La gamme de polissage utilisée dans cette étude pour les échantillons EBSD est la suivante :

- Polissage au papier carbure de silicium de grain 1200 à 150 tr/mn et sous une force de 5 N durant 10 min.
- Polissage au papier carbure de silicium de grain 4000 à 150 tr/mn et sous une force de 5 N durant 5 min.
- Polissage avec un drap MD-mol à la suspension diamantée 3 microns à 150 tr/ mn et sous une force de 5 N durant 15 mn.
- Polissage avec un drap MD dur avec de l'OPS à 100 tr/mn et sous une force de 5 N durant 15 mn.

- Polissage avec un drap MD nap avec de l'OPS à 100 tr/mn et sous une force de 2 N durant 5 mn.

## **2.5 Microsonde électronique de Castaing (EPMA)**

Afin d'étudier les possibles gradients de composition chimique dans le noyau soudé, des analyses à l'aide d'une microsonde électronique de Castaing (EPMA) ont été réalisées au laboratoire GET (Géosciences Environnement Toulouse).

Cet appareil est constitué d'une microsonde SX50 de marque CAMECA et est équipé de trois spectromètres en longueur d'onde (WDS). L'utilisation d'un tel appareillage permet de réaliser des mesures quantitatives fiables.

## **3 Caractérisation des propriétés mécaniques**

Afin de caractériser le gradient de propriétés mécaniques du cordon de soudure directement après soudage ou après les post traitements thermiques mis en œuvre, plusieurs types d'essais mécaniques, plus ou moins spécifiques, ont été effectués à des échelles diverses. Ainsi, pour pouvoir établir notamment une comparaison avec des données bibliographiques existantes, la dureté et les propriétés mécaniques en traction de l'alliage 2050 et du cordon ont été déterminées à l'état T34 ou après un revenu à 155°C. De plus, afin d'identifier le comportement mécanique de chaque zone du joint soudé pour pouvoir réaliser et interpréter les essais de corrosion sous contrainte de cette étude, il s'est avéré nécessaire d'effectuer des essais de traction assistés par des moyens de corrélation d'images voire des essais de microtraction dans chaque zone. Enfin, les contraintes résiduelles dans les cordons ont été caractérisées par diffraction de rayons X. Tous ces essais sont décrits dans les paragraphes suivants.

### **3.1 Dureté**

Des essais de dureté instrumentée ont été réalisés sur un macroduromètre Zwick avec une charge de 1 kg. Des cartographies de plusieurs centaines d'indentations ont été effectuées afin d'identifier les variations de dureté dans les joints soudés dans le plan TL-TC.

Des mesures de nanodureté instrumentée complémentaires ont été accomplies sur un nanoindenteur XP (Scientec) à une échelle beaucoup plus fine. Pour ces mesures-là, ce sont les courbes chargement – déchargement obtenues pour chaque mesure (Figure II-1) qui sont exploitées afin de calculer les modules de rigidité et les valeurs de dureté locaux. Ces essais



ont été menés en mode dynamique ; la profondeur maximale atteinte lors d'une mesure est de 2 microns et le calcul de dureté est réalisé sur la partie de la courbe correspondant à une profondeur testée comprise entre 500 et 1800 nm.

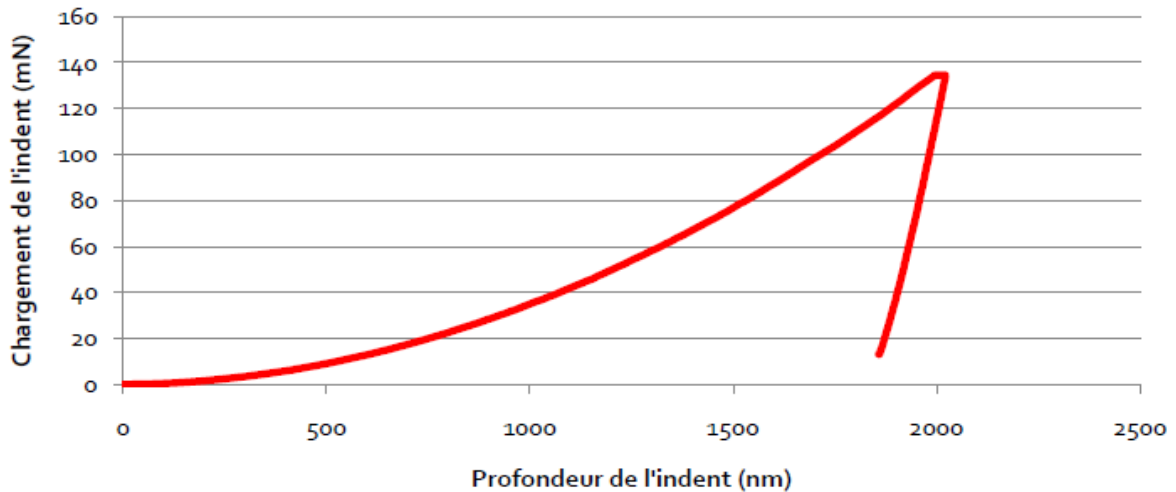


Figure II-1 : Illustration d'une courbe de chargement/déchargement lors des essais de nanoindentation.

### 3.2 Comportement en traction

Dans le but de caractériser le comportement mécanique du joint soudé dans sa globalité et de pouvoir le comparer au comportement du métal de base, des éprouvettes de traction ont été prélevées dans le plan TL-TC de la tôle et ont été sollicitées suivant la direction TL (Figure II-2). Ce type d'éprouvette présente une zone utile de longueur 110 mm, de largeur 12 mm et d'épaisseur 2,5 mm. Afin de déterminer la déformation de chacune des zones, un suivi des déplacements par corrélation d'images a été réalisé. Le système de corrélation d'images est composé d'une source laser, d'une caméra CCD capable de récupérer la réflexion du signal laser sur la pièce revêtue d'un mouchetis. Les conditions de prise de vue correspondent à une image toutes les 15 secondes avec un mouchetis noir sur fond blanc englobant les différentes zones du cordon.

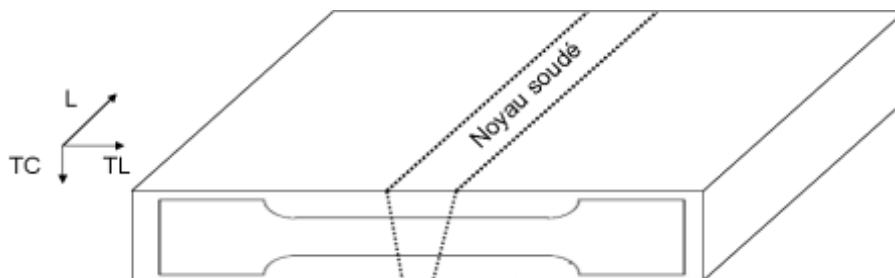


Figure II-2 : Schématisation de la zone de prélèvement des éprouvettes de traction pour tester le joint soudé global.

Les essais de traction réalisés sur ces éprouvettes ont été menés sur une machine de traction électromécanique Instron 5500 R possédant une cellule de force de 100 kN. Une vitesse de déplacement de  $0,5 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$  a été imposée dans le domaine élastique de l'échantillon puis cette vitesse a été fixée à  $2 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$  dans le domaine plastique.

Des essais de traction ont également été réalisés sur des éprouvettes prélevées suivant la direction de laminage dans le métal de base et dans le noyau soudé pris séparément. La dimension des éprouvettes est donnée à la Figure II-3. La vitesse de déformation a été fixée à  $\varepsilon = 10^{-3}\text{s}^{-1}$ . Ces essais ont été réalisés sur une machine d'essai mécanique Instron avec une cellule de force de 30 kN. La déformation est mesurée grâce à un extensomètre.

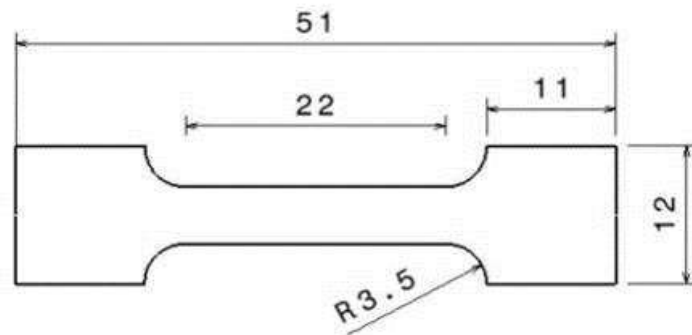


Figure II-3 : Schéma des éprouvettes utilisées pour les essais mécaniques.

Afin de caractériser plus localement le comportement mécanique de chacune de ces zones du joint soudé, des essais de microtraction ont été effectués à l'aide d'une platine de microtraction DEBEN (Figure II-4-a) qui possède une cellule de force de 5 kN. Les caractéristiques des éprouvettes sont présentées sur la Figure II-4-c. La Figure II-4-b présente une schématisation du prélèvement de ces éprouvettes dans le cordon de soudure, tous les millimètres suivant la direction TL. Ces éprouvettes sont polies à l'aide d'un papier de polissage SiC jusqu'au grade 1200. Les essais de microtraction sur ces éprouvettes sont réalisés à une vitesse de déplacement de  $0,5 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$ .

Pour chaque essai, les propriétés mécaniques suivantes ont été déterminées :

- La résistance mécanique maximale, notée par la suite  $R_m$ , à partir du capteur de force de la platine,
- La limite d'élasticité à 0,2 %, notée  $R_{p0,2}$ , toujours à partir du capteur de force de la platine
- l'allongement à rupture à partir du capteur de déplacement de la platine.

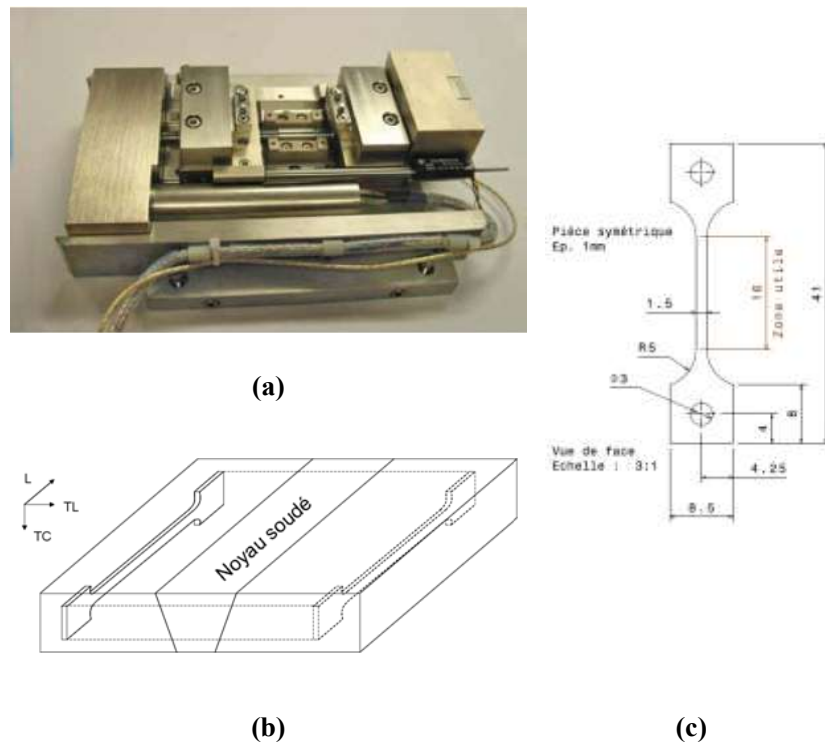


Figure II-4 : (a) Platine de microtraction DEBEN équipée d'une cellule de force de 5 kN (b) Schématisation du prélèvement des éprouvettes de microtraction dans les joints soudés (c) Dimensions des éprouvettes de microtraction.

### 3.3 Contraintes résiduelles

L'étude bibliographique a montré qu'un gradient de contraintes résiduelles, même faible, induit notamment par le bridage des tôles lors du soudage, existait dans le cordon. Les contraintes résiduelles générées par le procédé de soudage ont donc été déterminées par diffraction des rayons X au cours de cette étude. La mesure de la distance interréticulaire  $d_{hkl}$  d'une famille de plans cristallins est utilisée afin de déterminer la distorsion du réseau. En effet, sous l'action d'une contrainte, cette distance varie d'une valeur  $\Delta d$ . Le calcul de la déformation  $\varepsilon$  découle de la dérivée de la loi de Bragg où  $d_0$  désigne la distance interréticulaire du plan cristallin en l'absence de contraintes résiduelles :

$$\varepsilon = \frac{\Delta d}{d_0} = -\frac{1}{2} \cot \theta \cdot \Delta 2\theta$$

Trois ordres de contraintes existent. Les contraintes du premier ordre résultent des déformations à l'échelle de plusieurs grains et celles du 2<sup>ème</sup> et 3<sup>ème</sup> ordre des déformations au sein même d'un grain [115].

Dans cette étude, seules les contraintes du premier ordre ont été étudiées. Ces contraintes génèrent un décalage du pic de diffraction du plan étudié, illustré à la Figure II-5-a. Une fois

la déformation calculée, les contraintes résiduelles sont déterminées à l'aide des relations de la mécanique des milieux continus.

$$2\theta_{\phi\psi} = 2\theta_0 + \frac{1}{K_1} \left[ \langle \sigma_{11}^\phi - \sigma_{33}^\phi \rangle \sin^2 \psi + \langle \sigma_{13}^\phi \rangle \sin 2\psi + \langle \sigma_{33}^\phi \rangle \right] + \frac{1}{K_2} \langle \sigma_{kk}^\phi \rangle$$

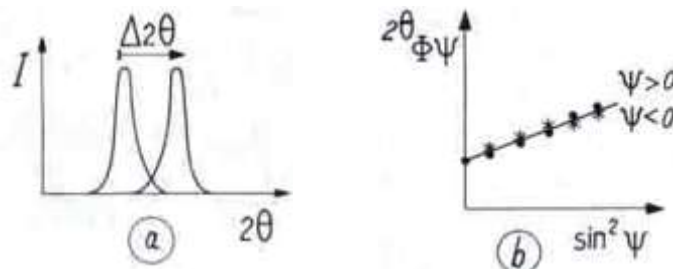
$$\langle \sigma_{kk}^\phi \rangle = \langle \sigma_{11}^\phi \rangle + \langle \sigma_{22}^\phi \rangle + \langle \sigma_{33}^\phi \rangle$$

$$K_1 = -\frac{\pi}{360} \cot \theta_0 \cdot \frac{2}{S_2}$$

$$\text{Avec } K_2 = -\frac{\pi}{360} \cot \theta_0 \cdot \frac{1}{S_1}$$

$$\frac{1}{2} S_2 = \left( \frac{1+\nu}{E} \right)_{hkl} ; S_1 = \left( -\frac{\nu}{E} \right)_{hkl}$$

Ainsi, pour une valeur de  $\psi$ , on mesure une valeur de  $2\theta_{\phi\psi}$ . En traçant  $2\theta_{\phi\psi}$  en fonction des  $\sin^2 \psi$  et en réalisant une régression linéaire, les valeurs des différentes contraintes peuvent être déterminées (Figure II-5-b).



**Figure II-5 : (a) Schématisation du décalage d'un pic induit par la présence de macrocontraintes (b) Méthode dite des  $\sin^2\psi$  pour déterminer les contraintes résiduelles dans un matériau [115].**

Le plan cristallin utilisé dans le cadre de notre étude pour déterminer les contraintes résiduelles est le plan (331), qui correspond à un angle de diffraction de  $112,16^\circ$ .

Les paramètres de mesure sont :

- Appareil : X'Pert
- Puissance de tube 40 kV et 50 mA
- Durée d'acquisition : 16 mn 45 s par  $\psi$  pour un pas de 0,0116633°
- Tube anticathode : cuivre en mode foyer ponctuel
- Filtre nickel au primaire
- Angles  $\psi$  :  $-60^\circ$ ,  $-47,87^\circ$ ,  $-36,27^\circ$ ,  $-22,79^\circ$ ,  $0^\circ$ ,  $18,43^\circ$ ,  $33,21^\circ$ ,  $45^\circ$ ,  $56,79^\circ$
- Détecteur PSD en mode statique.

## 4 Comportement en corrosion

Le chapitre I précédent a montré que peu d'études portaient sur le comportement en corrosion et corrosion sous contrainte des joints soudés FSW et encore moins sur les différentes zones du joint soudé prises de manière individuelle. De plus, le comportement en corrosion de l'alliage 2050, récemment développé, demeure méconnu pour ses différents états métallurgiques. Le comportement en corrosion de l'alliage 2050 dans ses différents états métallurgiques mais aussi celui des différents types de joints soudés du projet, a donc été étudié en mettant en œuvre, en sus des essais industriels Mastmaasis Wet Bottom, non seulement des essais conventionnels d'immersion mais également des essais dédiés de corrosion sous contrainte développés au cours de cette étude ainsi que divers essais originaux à différentes échelles.

### 4.1 Test de corrosion accélérée Mastmaasis Wet Bottom

Les essais Mastmaasis Wet Bottom (ASTMG85) ont été réalisés par EADS Innovation Works. Ces essais consistent à soumettre alternativement un échantillon à des phases d'aspersion d'une solution saline acétique et de maintien dans une atmosphère humide (Figure II-6).

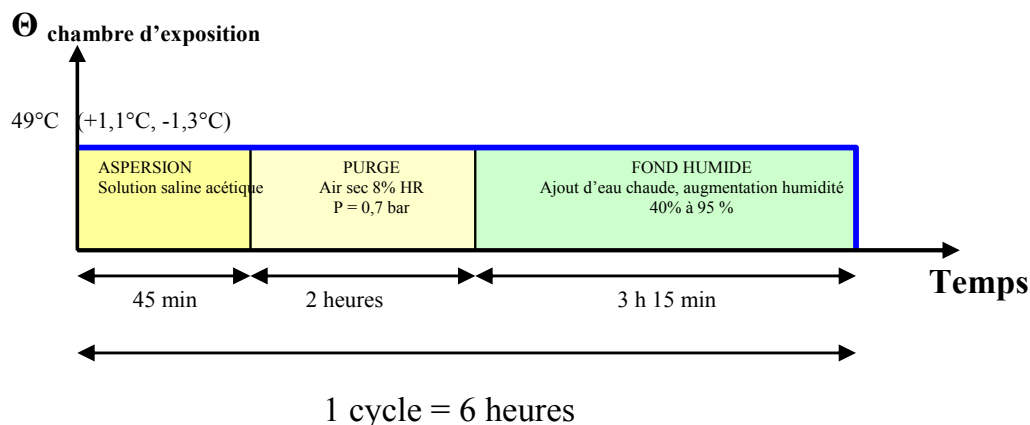


Figure II-6 : Description du test Mastmaasis Wet Bottom.

La solution saline acétique est composée de  $42 \text{ g.L}^{-1}$  de NaCl et est acidifiée à l'aide d'acide acétique à un pH voisin de 3,0 - 3,1. La durée du cycle est de 6 heures. Les échantillons ont été retirés après 750 heures comme indiqué dans la norme.

## 4.2 Essais électrochimiques

Les essais électrochimiques ont été réalisés au CIRIMAT dans des solutions corrosives de chlorure de sodium 0,7 M et 1 M (pH respectivement de 7,2 et 6,2), aérées préparées à partir de sel NaCl de marque Normapur VWR. Un montage électrochimique à trois électrodes a été utilisé avec une électrode de référence au calomel saturée en KCl, une contre électrode de platine et enfin une électrode de travail constituée de la zone de matière à étudier. Tous les potentiels mentionnés au cours de ces travaux seront relatifs à l'électrode au calomel saturée.

Les électrodes de travail ont été réalisées en prélevant des échantillons dans les différentes zones des joints soudés fournis par EADS. La partie exposée à l'électrolyte correspond au plan L-TL de la tôle. La zone de prélèvement se situe à 1,5 mm sous la surface et à mi-épaisseur, c'est-à-dire à 7,5 mm sous la surface. Pour préparer les électrodes, un fil de cuivre est fixé à l'aide de colle argentée sur la face de l'échantillon non exposée à l'électrolyte puis l'ensemble est enrobé dans de la résine à froid. Pour toutes les mesures électrochimiques, les électrodes sont préalablement polies sur papier SiC puis à la pâte diamantée 1 micron. Afin de pouvoir comparer le comportement des différents échantillons étudiés et de limiter les effets de la préparation de surface sur les résultats obtenus, toutes les étapes de polissage sont réalisées avec de l'eau déminéralisée comme lubrifiant.

Trois types d'essais électrochimiques ont été réalisés à savoir des mesures de potentiel libre, des essais de polarisation potentiocinétique et enfin des essais de couplage galvanique :

- Pour les mesures de potentiel libre (OCP), les électrodes de travail sont immergées dans l'électrolyte et les mesures de potentiel sont réalisées dès l'immersion et cela pendant 2 heures avec un enregistrement de la valeur du potentiel libre toutes les 10 ou 15 secondes.
- Pour ce qui concerne le tracé des courbes de polarisation potentiocinétique des différentes zones du joint soudé, une fois l'électrode de travail placée dans la cellule, l'essai consiste en un balayage du potentiel à une vitesse de 500 mV/h depuis les potentiels cathodiques vers les potentiels anodiques (-1,1 V/ECS à -0,3 V/ECS). Le balayage en potentiel débute dès l'immersion de l'électrode de travail dans la cellule électrochimique.

- Pour les essais de couplage galvanique entre deux zones du joint soudé, le potentiostat est utilisé en mode ZRA (Zero Resistance Ammeter). Une des deux zones du joint soudé est connectée à la borne correspondant à l'électrode de travail alors que l'autre joue le rôle de contre électrode.

L'ensemble de ces mesures électrochimiques a été réalisé grâce à un Potentiostat / Galvanostat Biologic relié à un système d'acquisition des données. Les données sont ensuite traitées à l'aide du logiciel fourni.

### **4.3 Essais conventionnels d'immersion**

Des essais d'immersion d'échantillons du métal de base dans ses différents états métallurgiques ainsi que du noyau soudé brut ou post-traité ont été effectués pour des durées variables dans une solution NaCl à 0,7 M thermostatée à 25°C (Figure II-7). Les échantillons immergés sont de forme cubique avec uniquement le plan L-TL exposé à l'électrolyte, les autres faces étant protégées par du vernis (Figure II-8).

Avant l'immersion, les échantillons sont polis mécaniquement au papier carbure de silicium du grade 600 au grade 4000. Un polissage à la pâte diamantée 1 µm est réalisé juste avant d'immerger l'échantillon. Lors des différentes étapes de polissage, le lubrifiant utilisé est de l'eau désionisée.



**Figure II-7 : Essai conventionnel d'immersion.**

Après polissage, l'ensemble (échantillon + solution) est placé dans un bain thermostaté à l'aide d'un système thermostat / cryostat à la température constante de 25°C ( $\pm 1^\circ\text{C}$ ). A la fin de l'immersion, les échantillons sont nettoyés à l'éthanol et à l'eau désionisée. Ils sont ensuite découpés parallèlement au plan L-TC (Figure II-8). En moyenne, cinq coupes sont réalisées sur chaque échantillon afin d'observer les défauts de corrosion au microscope optique et de quantifier l'endommagement de manière statistique.

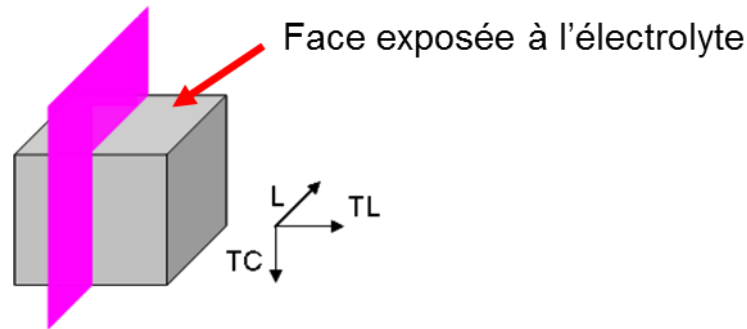


Figure II-8 : Illustration de la découpe des échantillons après les essais conventionnels d'immersion pour quantifier l'endommagement en corrosion.

#### **4.4 Comportement en corrosion sous contrainte**

La bibliographie présente très peu d'études concernant le comportement en corrosion sous contrainte (CSC) des joints soudés FSW et encore moins concernant le comportement en corrosion sous contrainte des zones du joint soudé prises de manière individuelle. Ce sont ces raisons notamment qui justifient l'étude réalisée ici pour ce qui concerne le comportement en corrosion sous contrainte du joint soudé et des parties qui le constituent.

Ainsi, afin d'étudier le comportement en corrosion sous contrainte de l'alliage 2050 et des joints soudés, un banc d'essais dédié a été développé. Ce banc d'essais a permis de suivre simultanément l'évolution de l'OCP du matériau soumis à une sollicitation mécanique ainsi que la déformation de l'éprouvette tout en réglant la température de l'électrolyte.

##### **4.4.1 Description du banc d'essais**

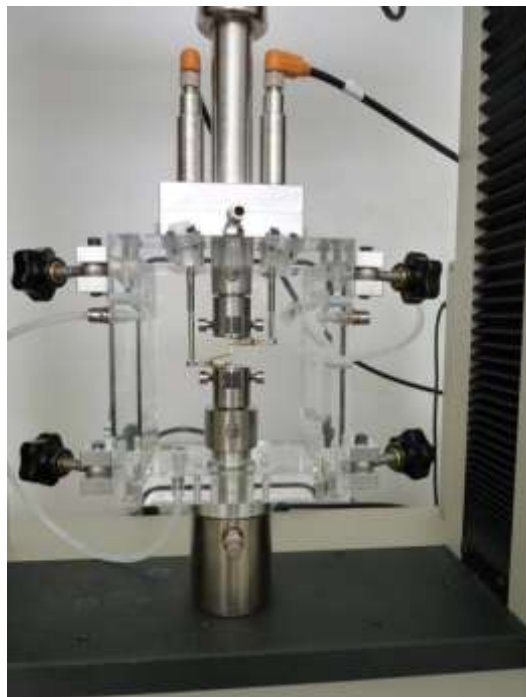
Ce banc d'essais a été conçu par J-C. SALABURA. Il a ensuite été mis en place lors du stage de M<sup>elle</sup> Landy RANDRIAMAMPANDRY, stagiaire de 3<sup>ème</sup> année de licence Ingénierie du Diagnostic, de l'Instrumentation et de la Mesure (Figure II-9).

Le montage complet est constitué de la cuve en PMMA (Poly Méthacrylate de Méthyle) dans laquelle est placée l'éprouvette de CSC, d'un échangeur thermique à double paroi en verre réalisé par l'entreprise Avitec et d'un système de circulation de l'électrolyte qui est schématisé à la Figure II-10. Le choix du matériau constitutif de la cuve s'est porté sur le PMMA pour deux raisons. D'une part, il fallait que l'enceinte soit transparente pour voir le niveau d'électrolyte à l'intérieur et d'autre part il fallait un matériau qui ne soit pas sensible à la corrosion puisqu'il sera continuellement exposé à la solution corrosive. De plus, il ne doit pas y avoir de couplage galvanique entre la cuve et le reste de la machine. La cuve en PMMA



est montée sur une machine d'essais électromécanique MTS bi-colonne équipée d'une cellule de force de 10 kN (Figure II-9).

Un soin tout particulier a été porté sur la réalisation des mors qui ont été utilisés lors des essais de corrosion sous contrainte et fixés sur la machine de traction. Ces mors devaient remplir deux conditions importantes pour les essais. La première est de bien évidemment avoir une résistance mécanique suffisante pour à la fois résister aux contraintes appliquées et éviter tout glissement de l'éprouvette. La deuxième condition à remplir, et non la moindre, est de réussir à isoler électriquement la surface des mors de l'éprouvette testée. En effet, quand ceux-ci sont plaqués contre la surface de l'éprouvette, tout contact électrique doit être évité entre l'éprouvette et le mors afin de ne pas induire de phénomènes de couplage galvanique et fausser les mesures électrochimiques. L'alliage 2050 revenu 30 h à 155 °C a été utilisé pour l'usinage des mors. Ceux-ci ont ensuite été anodisés afin de développer une couche d'alumine compacte, adhérente et surtout isolante. Pour s'assurer d'une complète isolation, du vernis est aussi appliqué sur ces mors. Avant chaque essai, une mesure de résistivité est faite entre le bâti de la machine de traction et l'éprouvette pour vérifier l'isolation du système.



**Figure II-9 : Cellule de corrosion sous contrainte montée sur un bâti de traction MTS®.**

Le renouvellement de l'électrolyte dans la cellule est assuré par une pompe extérieure placée après l'échangeur. Le but est de réguler également la température de l'électrolyte par le biais de l'échangeur.

La partie supérieure de la cellule possède quatre orifices qui permettent d'introduire une électrode au calomel saturée, une contre électrode de platine, le fil électrique relié à l'éprouvette qui constitue l'électrode de travail et enfin le dernier trou permet soit de faire passer une sonde pour mesurer le pH de la solution ou bien un thermocouple pour mesurer la température de l'électrolyte.

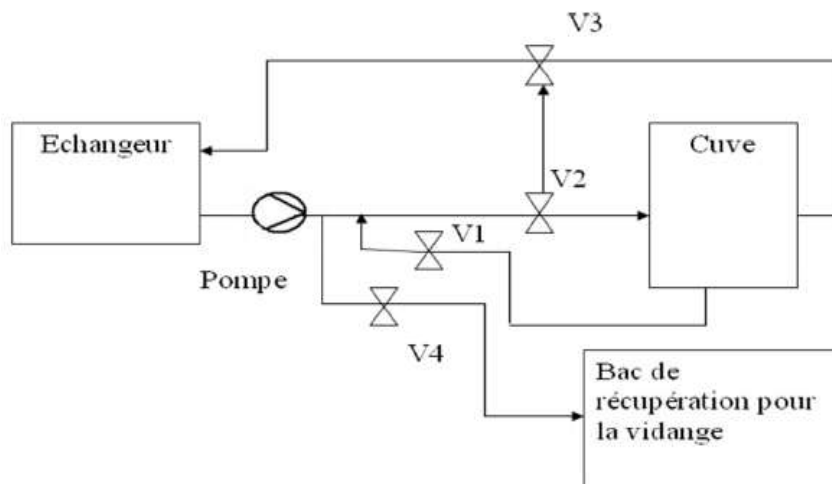


Figure II-10 : Schématisation du système de circulation de l'électrolyte entre l'échangeur et la cuve.

#### 4.4.2 Préparation des éprouvettes

Deux types d'éprouvettes ont été usinés pour étudier le comportement en corrosion sous contrainte du joint soudé et des zones qui le constituent.

Les éprouvettes utilisées pour étudier le comportement en corrosion sous contrainte du joint soudé possèdent une géométrie particulière présentée à la Figure II-11. A la base, il s'agit d'éprouvettes classiques mais qui ont été recoupées dans le sens de la longueur, permettant l'obtention de deux « demi » éprouvettes. La partie utile de l'éprouvette obtenue est constituée du noyau soudé, de la ZAT et du métal de base. Ces éprouvettes possèdent une largeur de 2,5 mm et une épaisseur de 1,5 mm dans la zone utile. Seule la partie correspondant au plan L-TL est exposée à l'électrolyte.

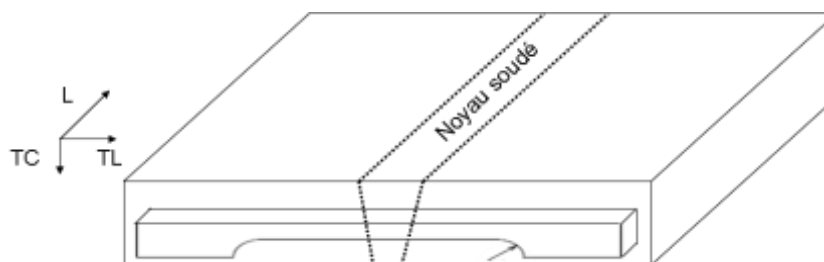


Figure II-11 : Schématisation du prélèvement des éprouvettes de corrosion sous contrainte de joint soudé.

Des éprouvettes de métal de base et de noyau soudé ont également été prélevées dans les zones correspondantes du joint soudé afin de tester ces différentes zones de manière individuelle. Les dimensions des éprouvettes utilisées pour réaliser ces essais de corrosion sous contrainte sont les mêmes que celles qui sont présentées à la Figure II-3.

Dans le but de mesurer le potentiel libre de l'éprouvette lors d'un essai de CSC, un fil de cuivre gainé est collé dans un trou situé dans la tête de l'éprouvette au niveau du mors inférieur. Le tout est ensuite recouvert de vernis pour empêcher l'électrolyte de pénétrer.

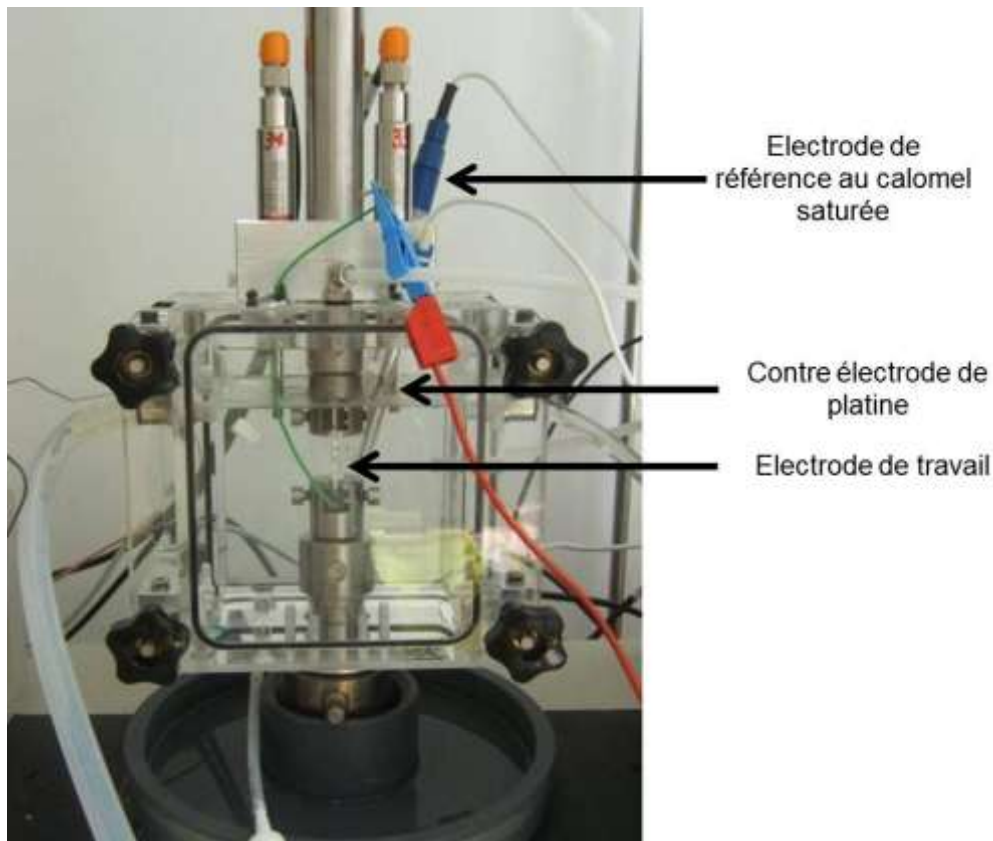
La préparation de l'éprouvette se termine par l'application du vernis sur les deux têtes de l'éprouvette ainsi que sur les tranches de l'éprouvette. Une méthodologie d'essai a été mise en place et validée au cours de cette étude. Les principales étapes de celles-ci sont décrites dans le paragraphe suivant.

#### **4.4.3 Méthodologie de l'essai**

La Figure II-12 présente le montage final sur la machine de traction instrumentée des électrodes de référence et de platine. Le matériau à tester constitue l'électrode de travail de ce montage.

Une fois l'éprouvette mise en place et son isolation électrique par rapport au reste du montage vérifiée, la vanne V2 (Figure II-10) est ouverte et laisse pénétrer l'électrolyte dans la cuve. L'électrolyte circule ainsi entre l'échangeur et la cuve.

Lorsque l'électrolyte atteint un niveau donné dans la cuve, l'essai démarre. Le fonctionnement de la machine d'essais mécaniques MTS et du potentiostat Biologic a été synchronisé afin que les deux appareils disposent de la même base de temps. Il est donc possible de corréler l'application du chargement mécanique à une éventuelle variation d'OCP. Dans un premier temps, aucune contrainte n'est appliquée afin de vérifier si l'isolation électrique entre l'éprouvette et le fil fixé sur celle-ci est correcte. L'isolation conditionne une bonne mesure d'OCP ; par conséquent, pour pouvoir la vérifier, l'OCP de l'échantillon est mesurée durant 10 minutes et la valeur obtenue est comparée à la valeur d'OCP mesurée lors des essais d'OCP « classiques » décrits précédemment dans ce chapitre.



**Figure II-12 : Montage à trois électrodes pour le suivi électrochimique lors d'un essai de corrosion sous contrainte.**

Une fois l'isolation électrique de l'éprouvette vérifiée, l'essai de corrosion sous contrainte à proprement parler peut débuter. Il consiste à imposer à l'éprouvette un déplacement constant correspondant à une contrainte initiale égale à 80% de la limite d'élasticité du matériau ou de la zone testée. L'ensemble est maintenu à déplacement constant par blocage de la traverse.

Par ailleurs, l'étude bibliographique a montré que le comportement en corrosion sous contrainte d'un matériau dépendait non seulement du niveau de contrainte appliquée mais également du type de chargement. Afin d'étudier le comportement en corrosion sous contrainte en compression de l'alliage 2050 et des joints soudés, un montage de flexion 4 points a été mis au point et utilisé au cours de cette étude. Les essais de flexion 4 points permettent de mettre un échantillon en compression avec une contrainte répartie de manière homogène sur l'ensemble de la surface située entre les deux appuis internes. Le principe d'un essai de flexion 4 points est présenté à la Figure II-13. Les paramètres  $e$  et  $b$  sont respectivement l'épaisseur et la largeur de l'éprouvette étudiée.

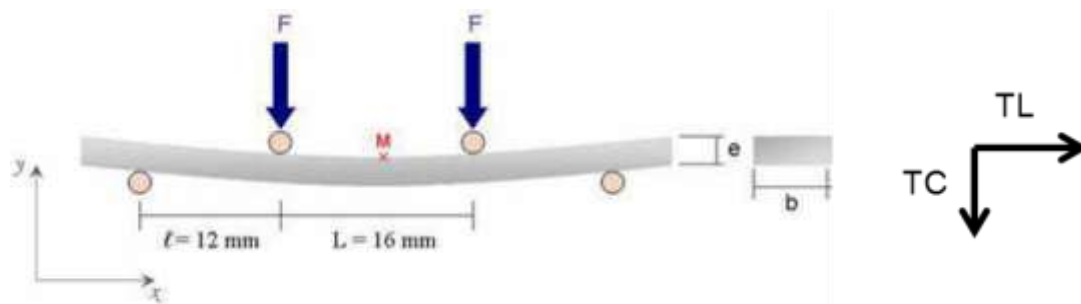


Figure II-13 : Illustration d'un essai de flexion 4 points.

Les formulaires de résistance des matériaux donnent [114] :

$$F = \frac{2\sigma(x_M)I}{eL} \quad \text{Équation 1}$$

Dans cette expression, I représente le moment quadratique d'une poutre. L'expression de ce dernier moment est donnée par  $I = \frac{be^3}{12}$ .

Ainsi grâce à cette relation, il est possible de calculer la force à appliquer à l'aide de la machine de traction MTS pour obtenir une contrainte correspondant à 80% de la limite d'élasticité du matériau testé. Le bâti de flexion 4 points est donc placé dans la cuve décrite précédemment (Figure II-14). Le mors supérieur est remplacé par un cylindre de compression en PMMA qui vient appuyer sur une autre pièce en PMMA qui vient elle-même appuyer sur les deux barreaux supérieurs du bâti de flexion. Les 4 points d'appui du bâti de flexion sont réalisés en alumine afin d'éviter tout couplage galvanique entre l'échantillon et le support en PMMA. Grâce à ce système, un chargement mécanique est donc appliqué à l'échantillon. Une fois la force choisie atteinte, la traverse de la machine MTS est bloquée afin de maintenir un déplacement constant. La procédure de mise en place de l'essai est la même que celle décrite précédemment pour les essais réalisés avec une contrainte de traction.

A l'issue des différents types d'essais de corrosion sous contrainte, les éprouvettes sont découpées suivant la direction L et les coupes (correspondant au plan L-TC) sont observées au microscope optique afin de quantifier l'endommagement induit par les phénomènes de corrosion générés en présence d'une contrainte.

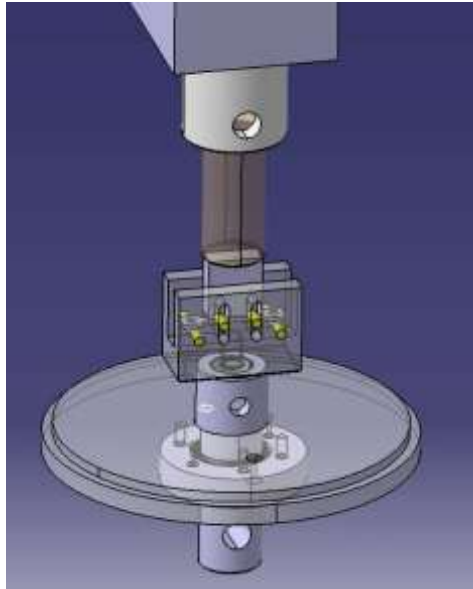


Figure II-14 : Ensemble du montage de flexion 4 points pour les essais de corrosion sous contrainte en compression.

#### **4.5 Microscopie à force atomique couplée au mode Kelvin**

La microscopie à force atomique couplée au mode Kelvin permet d'étudier des comportements électrochimiques de manière très locale. Effectivement, il a été montré que l'on pouvait établir une relation entre le potentiel Volta mesuré à l'air sur une zone restreinte d'un échantillon métallique et le potentiel de corrosion correspondant mesuré en solution [116]. Ainsi, il est possible de réaliser des mesures de Potentiel Volta très locales sur différentes zones d'un échantillon métallique et d'en déduire des valeurs locales de potentiel de corrosion pour les zones testées. Bien entendu, les valeurs de Potentiel Volta obtenues ne sont que des valeurs comparatives. Elles permettent toutefois d'identifier si une zone précise d'un échantillon a un comportement plus cathodique ou plus anodique qu'une autre. Etant donné que les différentes zones obtenues lors du soudage par FSW, et plus particulièrement le noyau soudé, semblent présenter des hétérogénéités de comportement à l'échelle locale, la microscopie à force atomique couplée au mode Kelvin a semblé être une technique très intéressante pour l'étude de ce type d'hétérogénéités.

Le microscope à force atomique (AFM) a été mis au point par Binnig, Quate et Gerber [117]. Ce type d'instrument est composé d'une pointe au bout d'un bras de levier, dénommé cantilever. Suivant le mode d'acquisition, cette pointe balaye la surface de l'échantillon à une dizaine de nanomètres au dessus de la surface et permet donc d'obtenir une topographie en

trois dimensions de la surface étudiée. La résolution d'un tel système est de l'ordre de l'angström pour les mesures verticales et de quelques nanomètres pour la résolution latérale.

Lors de l'utilisation de l'AFM couplée au mode kelvin, l'acquisition se fait en deux temps. Dans un premier temps, l'appareil réalise un balayage afin de mesurer la topographie de la surface de l'échantillon à analyser. Dans un second temps, la pointe va se placer à une distance donnée de la surface de l'échantillon, hauteur appelée Lift qui peut varier de quelques dizaines à plusieurs centaines de nanomètres suivant le type d'analyses à effectuer. Dans le cas de notre étude, cette distance a été arbitrairement fixée à 100 nm.

La pointe va ensuite se déplacer au dessus de l'échantillon tout en reproduisant la topographie obtenue lors de la première étape. La pointe est alors soumise à des forces répulsives ou attractives provenant de la surface du matériau. Ces forces font vibrer la pointe au dessus de l'échantillon. Grâce à une boucle d'asservissement, un potentiel est appliqué afin d'annuler ces forces. Lorsque la pointe n'oscille plus, le potentiel de celle-ci est alors égal à celui de l'échantillon. A l'issue de l'essai, une cartographie en potentiel Volta est ainsi obtenue. La Figure II-15 présente une illustration d'une cartographie AFM couplée au mode Kelvin obtenue pour un alliage 2024 par Loïc Lacroix [118]. Cet outil a permis de repérer des particules intermétalliques grossières présentes dans l'alliage 2024 et d'étudier leur comportement électrochimique comparativement à celui de la matrice d'aluminium.

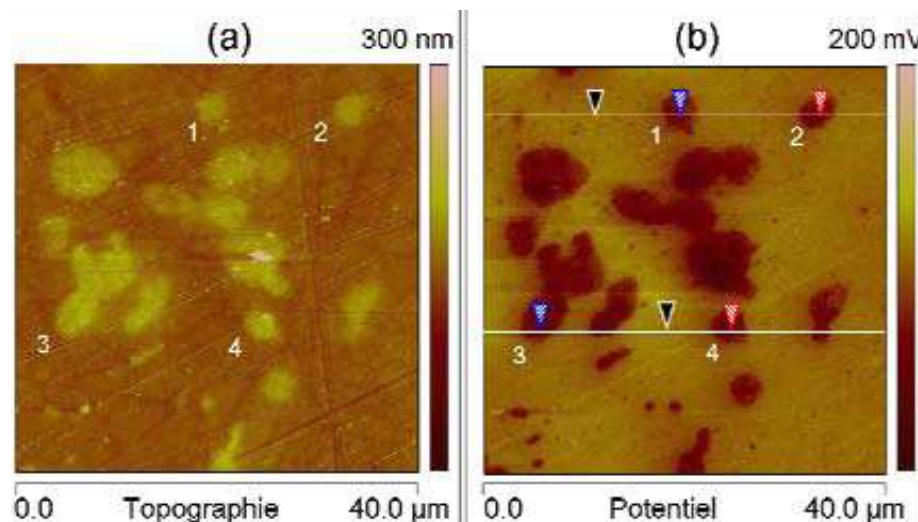


Figure II-15 : Exemple de mesures réalisées à l'aide d'un AFM en mode KFM sur un alliage 2024 - (a) Image en topographie (a) et cartographie de potentiel (b). Quatre particules de phase S sont désignées de 1 à 4 [118].







## CHAPITRE III : MATERIAU DE BASE : ALLIAGE D'ALUMINIUM LITHIUM 2050

1. Introduction .....	107
2. Etat métallurgique T34.....	108
2.1. Microstructure de l'alliage 2050-T34.....	108
2.1.1. Taille et forme des grains .....	108
2.1.2. Etat de la précipitation.....	108
2.2. Comportement mécanique de l'alliage 2050-T34 .....	112
2.3. Comportement en corrosion de l'alliage 2050-T34.....	113
2.3.1. Comportement électrochimique .....	113
2.3.2. Mécanismes de la corrosion intergranulaire et intragranulaire.....	114
2.3.3. Cinétiques de propagation des défauts de corrosion.....	115
2.3.4. Abattement des propriétés mécaniques .....	118
2.3.5. Comportement en corrosion sous contrainte .....	122
3. Etat métallurgique T34 post traité (T34, PT) .....	126
3.1. Microstructure de l'alliage 2050-T34, PT .....	126
3.1.1. Etat de la précipitation.....	126
3.1.2. Synthèse sur la précipitation.....	128
3.2. Comportement mécanique de l'alliage 2050-T34, PT.....	128
3.3. Comportement en corrosion de l'alliage 2050-T34, PT .....	130
3.3.1. Comportement électrochimique .....	131
3.3.2. Cinétiques de propagation des défauts de corrosion intragranulaire .....	133
3.3.3. Abattement des propriétés mécaniques .....	134
3.3.4. Comportement en corrosion sous contrainte .....	136
3.3.5. Etude de la transition de la corrosion intergranulaire à intragranulaire.....	139
4. Synthèse.....	146



## 1. Introduction

Le matériau étudié est un alliage d'aluminium-cuivre-lithium de 3<sup>ème</sup> génération, l'alliage 2050. Sa composition chimique, pour ce qui concerne les éléments d'alliage principaux, est reportée dans le Tableau III-1. Ce matériau a été fourni par Constellium® sous la forme de tôles laminées, de référence 2760062 - CRV/ALT/CH/09.168, qui ont ensuite été utilisées par EADS IW pour réaliser des soudures par friction malaxage (FSW). Les tôles, d'épaisseur initiale de 20 mm, ont été surfacées de chaque côté avant soudage ; leur épaisseur finale est de 15 mm.

**Tableau III-1 : Composition chimique (% massique) de l'alliage étudié.**

Eléments	Al	Cu	Li	Mg
% (en masse)	Base	3,47	0,98	<0,6

Dans le cadre de cette thèse, la tôle a été étudiée dans deux états métallurgiques : l'état T34 qui correspond à l'état de réception de la tôle et l'état T34 suivi d'un post-traitement thermique « T34, PT » correspondant au traitement réalisé généralement après soudage FSW. L'état qualifié de T34 consiste en la séquence d'opérations thermomécaniques suivante : mise en solution, trempe fraîche, écrouissage, maturation à l'ambiante. La trempe qui suit le traitement thermique de mise en solution introduit des contraintes internes non négligeables qui peuvent nuire à certaines applications ; les produits sont donc détensionnés par traction. Dans notre cas, il s'agit plus précisément d'un traitement T34 : le détensionnement appliqué après la trempe est réalisé à la fois par traction et par compression. Le deuxième état métallurgique, noté « T34, PT », correspond à l'état métallurgique T34 suivi d'un maintien à 155°C durant 30 heures.

Afin de comprendre le comportement en corrosion et corrosion sous contrainte de cet alliage dans ces deux états métallurgiques, une caractérisation microstructurale et mécanique aux échelles pertinentes est nécessaire. Les résultats obtenus, dans ce cadre, pour chaque état métallurgique, feront donc l'objet d'une description détaillée avant la présentation et l'analyse des résultats des essais de corrosion.

## 2. Etat métallurgique T34

### 2.1. Microstructure de l'alliage 2050-T34

#### 2.1.1. Taille et forme des grains

L'observation en microscopie optique en lumière polarisée après attaque électrochimique dans une solution à 3,5 % d'acide tétrafluoroborique et 96,5 % d'H<sub>2</sub>O met en évidence la forte anisotropie de taille de grains dans la tôle. Du fait du laminage, les grains ont une morphologie allongée suivant la direction de laminage (L). Une étude statistique de la taille de grains suivant les différentes directions caractéristiques de la tôle a été menée ; les résultats sont reportés au Tableau III-2 Cette étude statistique confirme la forte anisotropie de la tôle. En effet, la dimension des grains dans la direction de laminage est respectivement deux fois et quinze fois plus importante que dans les directions travers long (TL) et travers court (TC).

Tableau III-2 : Synthèse de la taille de grains de l'alliage 2050-T34 suivant les directions L, TL et TC.

Direction	L	TL	TC
Taille (µm)	620 ± 60	310 ± 45	40 ± 20

#### 2.1.2. Etat de la précipitation

##### 2.1.2.1. Précipitation intragranulaire

Comme vu dans le chapitre I, de par la présence de nombreux éléments chimiques, les alliages AlCuLi présentent de nombreux précipités. Il existe des précipités grossiers dont la taille est de l'ordre de quelques microns mais aussi des précipités durcissants dont la taille est plutôt de l'ordre de la centaine de nanomètres. Afin d'étudier ces différents types de précipités, des observations en microscopie optique et en MET ont été réalisées.

Une observation du plan TL-TC de la tôle au microscope optique après attaque au réactif de Keller est présentée à la Figure III-1. Les autres plans ont aussi été observés mais aucune différence notable en termes de précipitation grossière n'a été relevée ; seuls les grains diffèrent par leur taille et leur forme comme présenté précédemment.

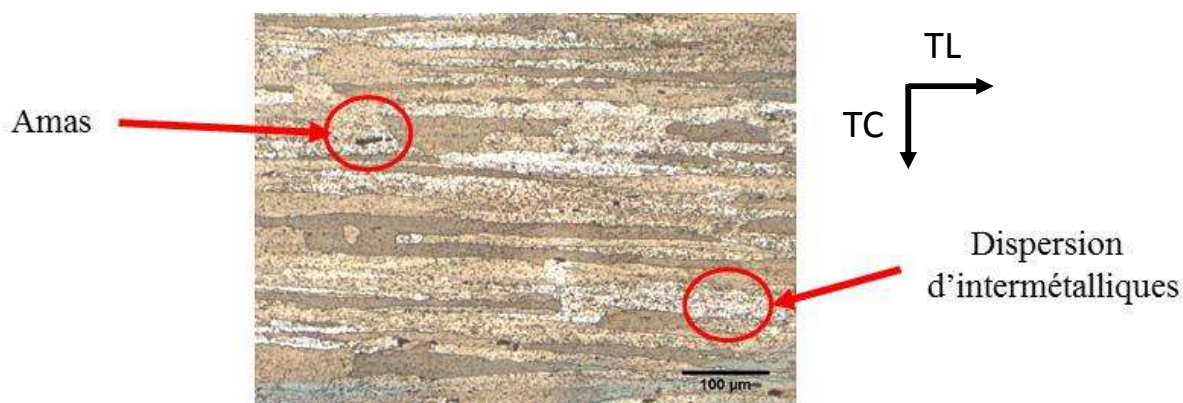


Figure III-1 : Observation au microscope optique au centre de la tôle du plan TL-TC de l'alliage 2050-T34 après une attaque au réactif de Keller.

De nombreuses particules intermétalliques grossières (apparaissant en noir sur la Figure III-1) sont ainsi observables dans l'alliage 2050-T34. Deux populations d'intermétalliques grossiers sont identifiées. La première correspond en fait à des amas de précipités grossiers, dont la taille est de l'ordre de 10-15 µm (grosses tâches noires sur la Figure III-1). La deuxième population correspond à une dispersion de petits intermétalliques dont la taille n'a pas pu être mesurée mais qui sont repartis de manière homogène dans l'ensemble des grains. Ces précipités sont visibles à la Figure III-1 sous la forme de petites tâches sombres. Des observations en microscopie électronique à balayage ont été aussi réalisées. Elles permettent de visualiser ces particules grossières ; les analyses EDS réalisées ont confirmé la présence de différents types d'intermétalliques.

Afin de caractériser plus finement l'état de précipitation dans la tôle, des lames MET ont été prélevées dans le plan L-TL. Dans la suite du chapitre, et pour toutes les analyses EDS, les compositions chimiques seront données en pourcentage atomique. De plus, il est important de rappeler que ce type d'analyse ne permet pas de détecter le lithium. La Figure III-2-a montre la présence de précipités de type AlCuMnFe (58% Al, 29% Cu, 11% Fe, 2% Mn) dont la taille atteint 2 à 3 µm. La densité de ce type de précipité est faible dans l'alliage 2050-T34. D'autres particules intermétalliques sont présentes dans l'alliage. Les précipités présents sous forme de baguette (Figure III-2-b) ont une composition chimique voisine de 70 % Al, 23 % Cu et 3% Mn ; leurs dimensions sont d'environ 800 nm de long et 100 nm de diamètre. La Figure III-2-c montre une autre population plus marginale de précipités intragranulaires moins riches en cuivre et en manganèse que les précédents et de type Al<sub>20</sub>Cu<sub>2</sub>Mn<sub>3</sub>. Ces précipités permettent de limiter les phénomènes de recristallisation et de contrôler la taille de grain [18].

Enfin l'alliage 2050-T34 présente aussi des précipités cette fois-ci plus riches en manganèse et de composition chimique 75% Al, 10% Cu et 15 % Mn (Figure III-2-d), dont la taille est d'environ 2  $\mu\text{m}$ . Des précipités durcissants de taille nanométrique (environ 35 nm de long) ont aussi été observés mais en très faible quantité (Figure III-2-e). Les précipités étant trop petits, environ 35 nm, une analyse physicochimique par EDX ne nous a pas permis de les identifier précisément. Cependant, il semble que ce soient des précipités durcissants de type  $T_1$ . Enfin, de nombreux réseaux de dislocations sont présents dans les grains. Une illustration est donnée à la Figure III-2-f. Ces dislocations ont pour origine le traitement thermomécanique T34 appliqué lors de la fabrication des plaques de 2050 qui comprend une phase de détensionnement.

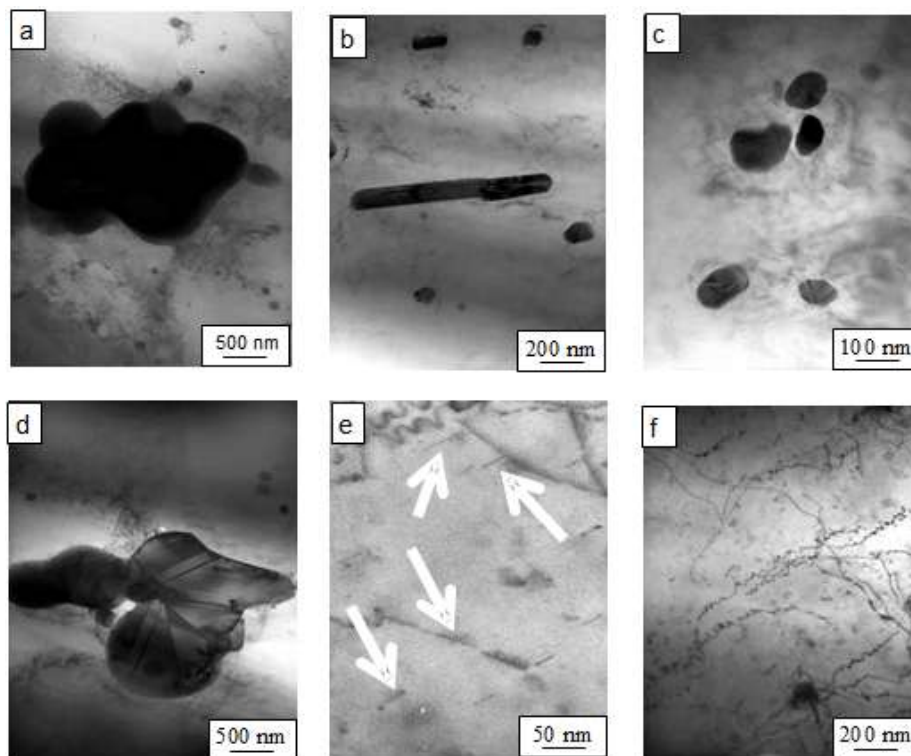


Figure III-2 : Observations MET de la précipitation intragranulaire de l'alliage 2050 à l'état T34 - (a) précipité de type AlCuMnFe (b) précipité de type AlCuMn (c) précipités de type  $\text{Al}_{20}\text{Cu}_2\text{Mn}_3$  (d) précipité de type AlMnCu (e) petits précipités  $T_1$  (f) boucles de dislocations et précipités nanométriques.

### 2.1.2.2. Précipitation intergranulaire

Les observations au MET menées sur l'alliage 2050-T34 ont montré qu'il y avait très peu de précipités au niveau des joints de grains. Seuls quelques joints semblent être décorés comme le montre la Figure III-3. Des analyses EDX ont été réalisées suivant des filiations perpendiculaires aux joints de grains. La teneur en cuivre dans le grain est de 2% et augmente

jusqu'à atteindre une valeur de 3,5% au niveau des précipités du joint de grains. La taille, la forme de ces précipités et l'augmentation de la teneur en cuivre dans cette zone nous amènent à penser que ce sont des précipités  $T_1$  comme l'ont montré Li *et al* [51].

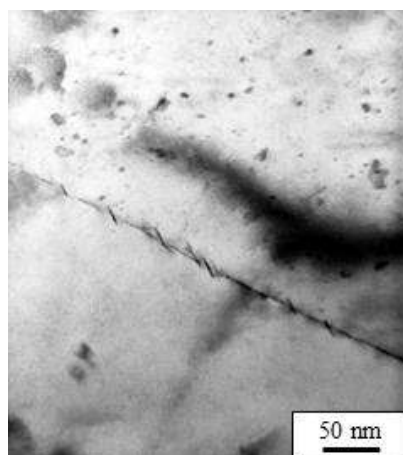


Figure III-3 : Observation MET de la précipitation intergranulaire dans l'alliage 2050 à l'état T34.

L'alliage 2050 dans son état T34 présente donc une précipitation à la fois intragranulaire et intergranulaire. La présence de ces différentes phases devrait avoir un impact à la fois sur le comportement mécanique mais surtout sur le comportement en corrosion de l'alliage 2050-T34.

Le tableau III-3 dresse un bilan de l'ensemble des précipités observés dans l'alliage 2050 dans son état métallurgique T34.

Tableau III-3 : Synthèse de l'ensemble des précipités observés dans l'alliage 2050-T34

Nature (% atomique)	Localisation	Forme	Taille
AlCuMnFe (58%Al, 29%Cu, 11%Fe, 2%Mn)	Intragranulaires	Agglomérats	2 - 3 $\mu\text{m}$
AlCuMn (70%Al, 23%Cu, 3%Mn)	Intragranulaires	Baguettes	800 nm de long 100 nm de large
AlCuMn (88%Al, 5%Cu, 6%Mn)	Intragranulaires	Sphériques	100 à 300 nm
AlMnCu (73%Al, 10%Cu, 15%Mn)	Intragranulaires	Agglomérats	Environ 2 $\mu\text{m}$
Al <sub>2</sub> CuLi	Intergranulaires	Plaquettes	Environ 35 nm



## 2.2. Comportement mécanique de l'alliage 2050-T34

Le comportement mécanique en traction du métal de base à l'état T34 a été caractérisé dans la direction de laminage afin d'établir les propriétés mécaniques de référence pour pouvoir étudier par la suite le comportement en corrosion sous contrainte dans la même direction de sollicitation. Plusieurs essais de traction ont donc été réalisés sur des éprouvettes prélevées dans la tôle. La reproductibilité de ces essais est très bonne ; par conséquent, dans un souci de lisibilité, une seule courbe de traction est présentée à la Figure III-4-a. L'alliage 2050 a un comportement élastoplastique écrouissable.

Les propriétés mécaniques déterminées à partir de ces essais sont synthétisées dans le Tableau III-4. Ces données sont complétées par le résultat d'essais de dureté réalisés sur cet alliage avec une charge de 1 kilogramme. Les caractéristiques mécaniques obtenues lors de ces différents essais mécaniques sont tout à fait comparables à celles obtenues par Contrepois pour le même alliage dans le même état métallurgique [36].

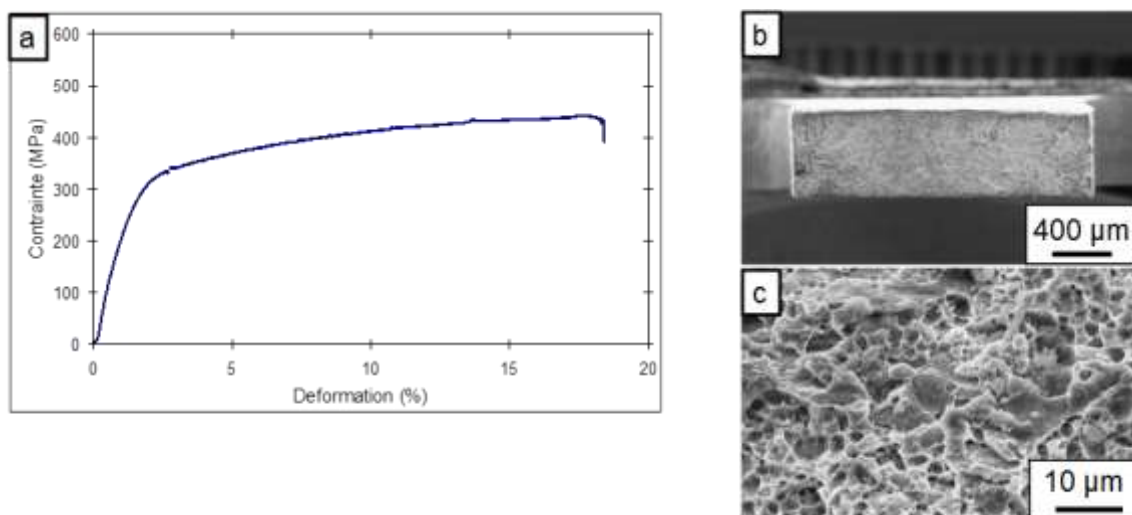


Figure III-4 : (a) Courbe de traction conventionnelle pour un échantillon d'alliage 2050-T34 sollicité suivant la direction L (b) Micrographie MEB représentant une vue d'ensemble du faciès de rupture après l'essai de traction (c) Micrographie MEB d'une zone du faciès de rupture à plus fort grandissement.

Les faciès de rupture obtenus ont été observés au MEB (Figure III-4-b et Figure III-4-c). Une vue d'ensemble de l'éprouvette après rupture est visible en Figure III-4-b. Le phénomène de striction est très peu visible comme observé sur la courbe de traction (Figure III-4-a). Une observation à plus fort grandissement de la zone de rupture (Figure III-4-c) met en évidence un mode de rupture ductile à cupules. La présence de ces cupules est liée à la présence d'intermétalliques grossiers (AlCuMn, AlCuMnFe) au sein du matériau.

Tableau III-4 : Synthèse des caractéristiques mécaniques de l'alliage 2050-T34.

	Re (MPa)	Rm (MPa)	A (%)	Hv <sub>1</sub>
Alliage 2050-T34	290 ± 10	420 ± 15	18,4 ± 3	95 ± 8

### 2.3. Comportement en corrosion de l'alliage 2050-T34

L'étude du comportement en corrosion de l'alliage 2050-T34 va porter dans un premier temps sur la détermination de la morphologie de l'endommagement induit par les phénomènes de corrosion. Dans un second temps, afin d'évaluer la cinétique de corrosion, une étude statistique sur la taille des défauts a été réalisée pour différentes durées d'immersion à partir d'observations de coupes d'échantillons corrodés. Cette étude a été complétée par des mesures de l'abattement des propriétés mécaniques résiduelles d'échantillons corrodés selon la méthode TpC développée au laboratoire [53] et rappelée au paragraphe 2.3.4. Enfin, l'influence d'une contrainte sur la cinétique d'endommagement a été étudiée. Dans tous les essais de corrosion qui seront réalisés par la suite, seul le plan L-TL sera exposé à l'électrolyte.

#### 2.3.1. Comportement électrochimique

Plusieurs tracés de courbes de polarisation potentiocinétique de l'alliage 2050-T34 ont été réalisés. Les allures des courbes obtenues lors de ces essais sont reproductibles. Ainsi, afin de simplifier le graphique, seule une courbe de polarisation potentiocinétique de l'alliage 2050-T34, tracée dans un milieu NaCl 0,7 M à une température de 25 °C, est reportée dans la Figure III-5-a. Cette courbe ne présente qu'un seul potentiel de rupture qui correspond dans notre cas au potentiel de corrosion  $E_{\text{corr}} = -0,580 \text{ V/ECS}$ . Dans le domaine cathodique, la courbe présente un plateau correspondant à la réduction de l'oxygène avec une valeur de densité de courant de l'ordre de  $-5.10^{-5} \text{ A.cm}^{-2}$ . Après le potentiel de corrosion, la densité de courant anodique augmente rapidement jusqu'à atteindre une valeur d'environ  $5.10^{-2} \text{ A.cm}^{-2}$ . L'absence de plateau de passivité indique que, dans les conditions étudiées, l'alliage 2050-T34 est sensible à la corrosion à son potentiel de corrosion. L'observation de la surface de l'échantillon (plan L-TL) après cet essai révèle la présence de corrosion intergranulaire mais aussi de corrosion par piqûres (Figure III-5-b). Cette sensibilité à la corrosion intergranulaire des alliages Al-Cu-Li dans leur état T3 a aussi été montrée par Kertz *et al* [50]. La présence de piqûres est liée à la dissolution de la matrice au niveau des intermétalliques

AlCuMn et AlCuMnFe présentés précédemment (Figure III-5-b). Le comportement électrochimique de ces phases a d'ailleurs été étudié par Viejo *et al* [4]. Ces auteurs ont mis en évidence que ces particules avaient un potentiel volta plus anodique que la matrice provoquant ainsi la dissolution de cette dernière. Les observations en coupe dans le plan L-TC (Figure III-5-c) confirment bien le mode d'endommagement par corrosion intergranulaire qui se propage dans l'épaisseur de la tôle ; on observe également un faible endommagement par corrosion intragranulaire. Cette corrosion intragranulaire est liée en partie à la présence des précipités  $T_1$  dans le grain (Figure III-2-e et Figure III-2-f).

Ainsi, l'alliage 2050-T34 est sensible à la corrosion lorsqu'il est abandonné à son potentiel de corrosion. Afin de préciser les mécanismes mis en jeu, l'influence de la durée d'immersion sur l'endommagement en corrosion de l'alliage 2050-T34 en solution NaCl 0,7 M a été analysée.

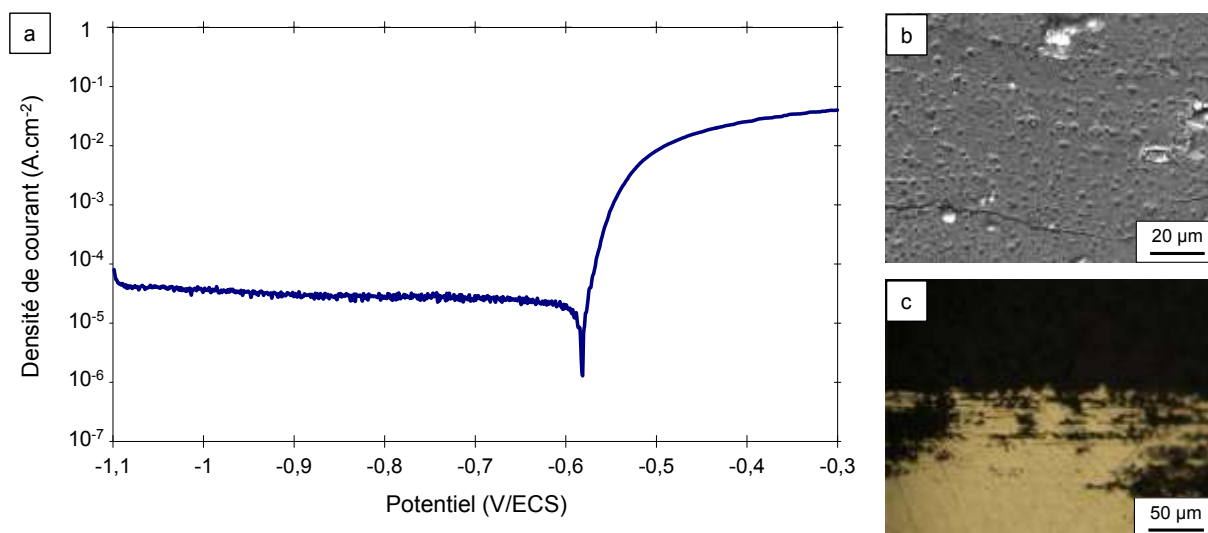


Figure III-5 : (a) Courbe de polarisation potentiocinétique de l'alliage 2050-T34 prélevé au centre de la tôle dans NaCl 0,7 M thermostatée à 25 °C – vitesse de balayage en potentiel = 500 mV.h<sup>-1</sup>. Observations de l'éprouvette testée (b) dans le plan L-TL exposé (c) dans le plan L-TC.

### 2.3.2. Mécanismes de la corrosion intergranulaire et intragranulaire

Comme vu dans le paragraphe précédent, l'alliage 2050-T34 est principalement sensible à la corrosion intergranulaire. Ce comportement peut s'expliquer en considérant la précipitation présente au niveau des joints de grains dans cet alliage, à savoir les précipités  $T_1$ , de composition différente de celle de la matrice. Dans la littérature, Li *et al* [51], par exemple, attribuent la sensibilité à la corrosion exfoliante de leur alliage Al-Cu-Li à la présence des précipités  $T_1$  au niveau des joints de grains et, en particulier, au comportement électrochimique de ces phases. En effet, ces mêmes auteurs [49] montrent que le potentiel

libre de ces précipités dans une solution NaCl 0,6 M est de -1,076 V/ECS alors que dans la même solution, la matrice d'aluminium a un potentiel de -0,8548 V/ECS. Un couplage galvanique apparaît donc entre ces précipités et la matrice provoquant ainsi la dissolution préférentielle des précipités  $T_1$ .

De manière analogue, la sensibilité à la corrosion intragranulaire peut s'expliquer par le couplage qui peut apparaître entre les précipités  $T_1$  présents dans les grains et la matrice aluminium. Il ne faut pas oublier non plus l'évolution de la composition chimique de la solution solide d'aluminium, notamment de sa teneur en cuivre, qui est, bien entendu, corrélée à la formation des précipités  $T_1$ . Effectivement, plus la densité de  $T_1$  est importante, plus le taux de cuivre dans la solution solide d'aluminium diminue ce qui se traduit par une sensibilité accrue du grain à la corrosion.

### 2.3.3. Cinétiques de propagation des défauts de corrosion

Comme vu dans le paragraphe précédent, l'alliage 2050-T34 est essentiellement sensible à la corrosion intergranulaire. Cette partie est consacrée à l'évolution de l'endommagement en fonction de la durée d'immersion au potentiel de corrosion de l'alliage dans une solution contenant 0,7 M de NaCl à 25 °C. Le plan L-TL de la tôle a été exposé à la solution saline pendant des durées égales à 2 heures, 1 jour, 3 jours et 7 jours. Les valeurs moyennes d'OCP mesurées durant 2 heures après les durées des expositions mentionnées précédemment sont reportées à la Figure III-6-a. Le potentiel libre de l'alliage 2050-T34 reste relativement constant pour les durées d'immersion testées, la précision sur les valeurs de potentiel étant considérée égale à  $\pm 5$  mV. Au début de l'immersion, le potentiel libre de l'alliage 2050-T34 est égal à -0,615 V/ECS. Après 1 jour d'immersion continue dans une solution NaCl 0,7 M, la valeur de ce dernier reste la même pour finalement diminuer faiblement jusqu'à -0,618 V/ECS et -0,628 V/ECS pour des durées d'immersion respectivement égales à 3 et 7 jours. Les figures III-6(b) et (c) montrent des défauts de corrosion intergranulaire développés dans l'alliage après 3 jours d'exposition au milieu NaCl 0,7M.

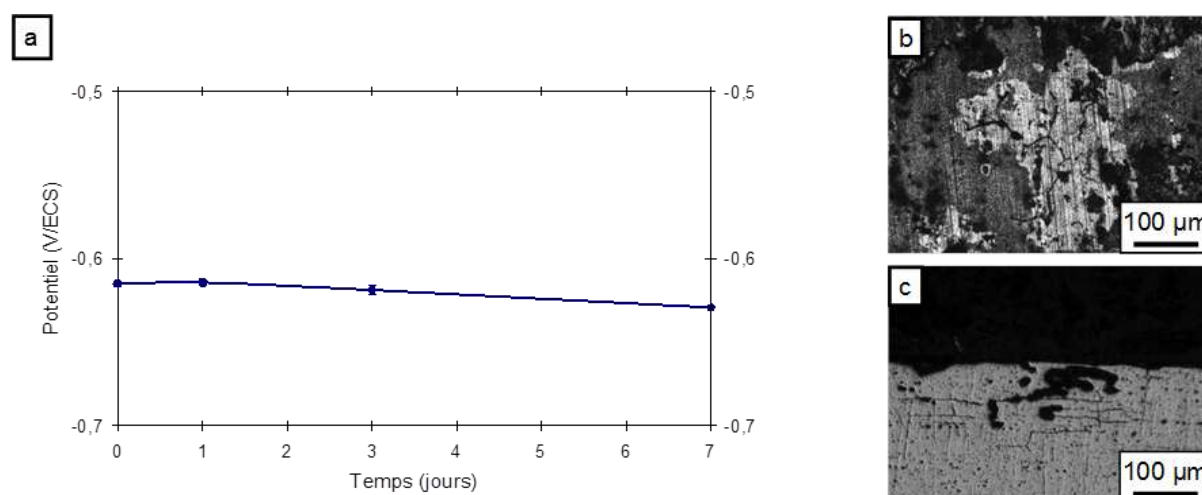


Figure III-6 : Essais réalisés dans une solution NaCl 0,7 M à 25 °C (a) Evolution de l'OCP de l'alliage 2050-T34 prélevé au centre de la tôle au cours du temps d'immersion (b) Observation du plan L-TL de l'alliage 2050 après 3 jours d'immersion (c) Observation du plan L-TC de l'alliage 2050-T34 après 3 jours d'immersion.

Afin d'étudier la cinétique de propagation de la corrosion intergranulaire, l'endommagement en corrosion a été quantifié pour des immersions de 1, 3 et 7 jours en milieu NaCl 0,7M. Effectivement, après deux heures d'immersion, très peu de défauts sont observables en surface et encore moins dans l'épaisseur de la tôle. La Figure III-7 schématise l'endommagement du métal de base T34, sur la base des observations présentées sur la Figure III-6, de façon à montrer comment cet endommagement a été quantifié. Les échantillons corrodés sont observés en coupe (plan L-TC) au microscope optique et les défauts de corrosion intergranulaire sont repérés. Trois critères ont été définis. La Figure III-7-a montre comment est évaluée la profondeur moyenne atteinte par les défauts de corrosion intergranulaire. La Figure III-7-b porte sur la profondeur maximale atteinte par ces défauts de corrosion et enfin la Figure III-7-c concerne la longueur cumulée de joints de grains corrodés, évaluée en tenant compte de la longueur d'échantillon observée. L'ensemble de ces grandeurs est obtenue par une analyse statistique réalisée sur un grand nombre de défauts de corrosion intergranulaire, en relation avec une longueur d'échantillon observée en coupe voisine de 6 cm. Pour ce qui concerne le cas particulier des échantillons exposés pendant 7 jours à la solution NaCl 0,7 M, la profondeur atteinte par les défauts de corrosion est calculée à partir de l'analyse de l'abatement des propriétés mécaniques. En effet, lorsque les coupes ont été observées, celles-ci ne présentaient que quelques défauts de corrosion intergranulaire. Nous avons supposé que, lors de la découpe, les parties fragilisées par la corrosion ont été arrachées et ne sont donc plus visibles.

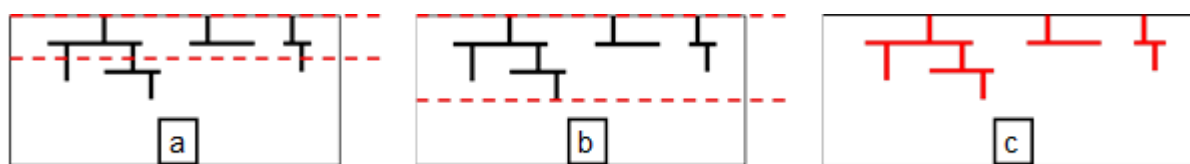


Figure III-7 : Schématisation de la quantification de l'endommagement en corrosion intergranulaire (a) profondeur moyenne atteinte par les défauts de corrosion (b) profondeur maximale atteinte par les défauts de corrosion (c) longueur cumulée des joints de grains corrodés.

La synthèse de l'ensemble de ces mesures est présentée sous la forme d'histogramme à la Figure III-8. Les résultats montrent que, dans la limite des essais réalisés, la profondeur moyenne des défauts de corrosion n'augmente quasiment pas avec la durée d'immersion, passant de 75  $\mu\text{m}$  après 1 jour d'immersion à 85  $\mu\text{m}$  à peine après 7 jours d'exposition à la solution saline.

En revanche, la profondeur maximale et la longueur cumulée de joints de grains corrodés augmentent avec la durée d'immersion, passant respectivement de 78  $\mu\text{m}$  au bout de 24 h d'immersion à 129  $\mu\text{m}$  après 72 h d'immersion pour la première grandeur et de 150  $\mu\text{m}$  à 280  $\mu\text{m}$  pour la seconde.

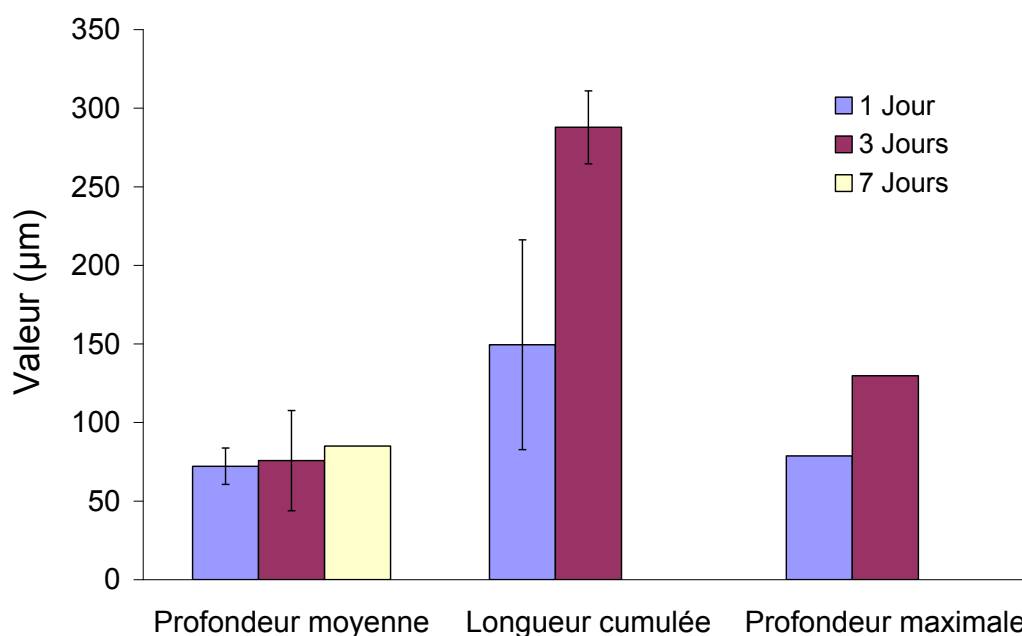


Figure III-8 : Grandeurs caractéristiques associées à l'endommagement en corrosion intergranulaire de l'alliage 2050-T34 prélevé au centre de la tôle après 1 jour, 3 jours et 7 jours d'immersion dans une solution NaCl 0,7 M thermostatée à 25°C.

Le fait que la profondeur moyenne atteinte n'évolue quasiment pas avec la durée d'immersion s'explique en considérant le plan d'exposition. Effectivement, le plan exposé est le plan L-TL ; or, les défauts de corrosion, initiés en surface, semblent se propager préférentiellement dans l'épaisseur, dans un premier temps, suivant la direction TC (Figure III-6-c). Ensuite, ces défauts de corrosion intergranulaire se propagent suivant la direction L, direction la plus favorable.

### 2.3.4. Abattement des propriétés mécaniques

Pour compléter cette analyse, le protocole Traction Pour corrosion (TpC) développé au CIRIMAT lors de la thèse de C. Augustin [53] puis amélioré au cours de la thèse de C. Larignon [119], a été utilisé. Ce protocole consiste à mesurer l'abattement des propriétés mécaniques d'un matériau lié à l'endommagement en corrosion induit par une immersion dans une solution corrosive. Il permet d'avoir accès à une épaisseur de matériau affecté par la corrosion. Le principe de ce protocole est présenté brièvement ci-dessous (Figure III-9). La mesure des propriétés mécaniques résiduelles après essai de corrosion permet d'estimer une profondeur corrodée qui correspond, par hypothèse, à une zone non portante mécaniquement.

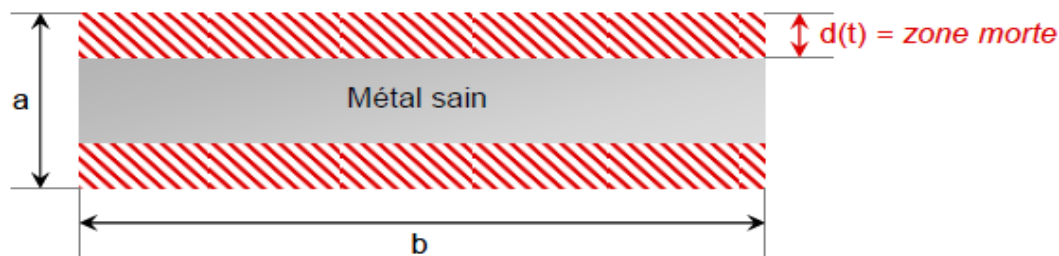


Figure III-9 : Section d'une éprouvette de traction corrodée. Les zones hachurées correspondent aux zones corrodées ou zones mortes (l'épaisseur  $d(t)$  de cette zone varie avec le temps d'immersion) [53].

Augustin [53] relie ainsi l'épaisseur corrodée  $d(t)$  aux dimensions initiales de l'éprouvette  $i$  et  $c$  (largeur et épaisseur de l'éprouvette), grâce à la relation :

$$d(t) = \left( 1 - \frac{F_{rupture}(t)}{F_{rupture}} \times \frac{ba}{ic} \right) \frac{c}{2} \quad (1)$$

Dans le but de mesurer uniquement la propagation de la corrosion depuis le plan d'exposition L-TL, le plan L-TC, situé sur le côté de l'éprouvette, a été protégé par du vernis lors des

essais d'immersion. Après avoir été immergées durant 1 jour, 3 jours et 7 jours dans une solution NaCl 0,7 M thermostatée à 25 °C, les éprouvettes (deux pour chaque durée d'exposition au milieu salin) ont été tractionnées suivant la direction L. Les courbes de traction obtenues lors de ces essais sont présentées à la Figure III-10. Pour les immersions de 1 jour et 3 jours, l'allure générale de la courbe est identique à celle obtenue pour un échantillon sain. Le comportement du matériau reste identique à savoir élastoplastique écrouissable. Toutefois, l'allongement à rupture du matériau diminue avec l'immersion. La courbe de traction obtenue après 7 jours d'immersion présente elle aussi la même allure que les précédentes, avec un comportement élastoplastique écrouissable. Cependant, bien que l'allure soit identique, un décalage significatif de la courbe vers des valeurs de contrainte plus faibles est observé.

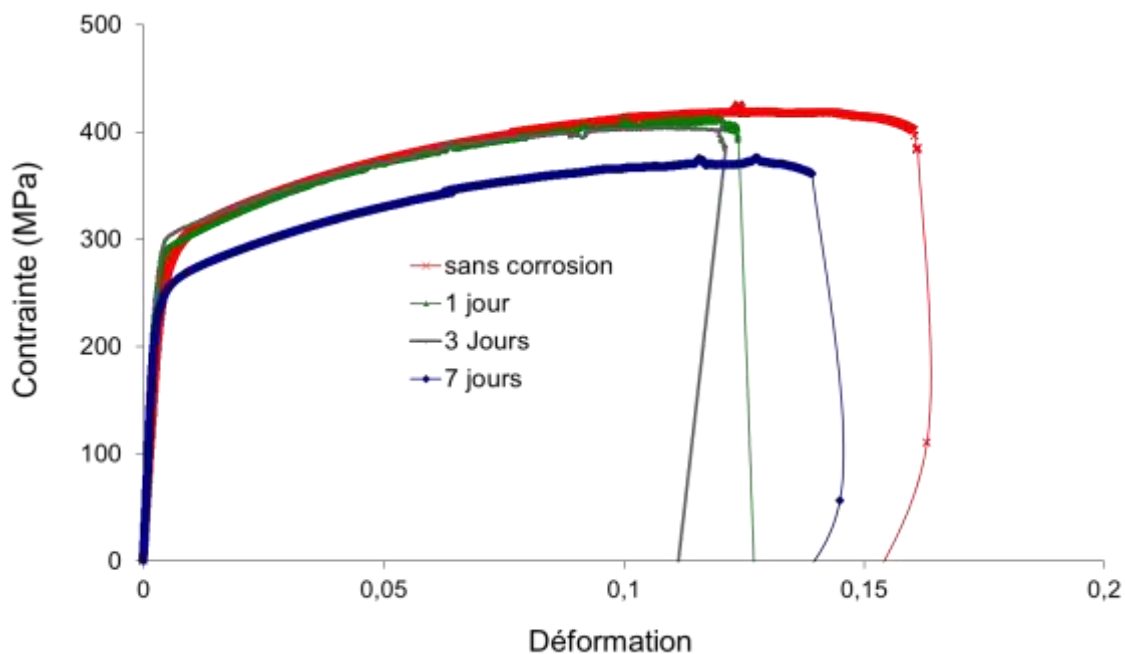


Figure III-10 : Courbes de traction conventionnelles tracées pour l'alliage 2050-T34 sain et après 1 jour, 3 jours et 7 jours d'immersion dans une solution NaCl à 0,7 M thermostatée à 25 °C.

La Figure III-11 regroupe les caractéristiques mécaniques mesurées suite aux différents essais réalisés. Pour ce qui concerne les durées d'immersion de 1 jour et 3 jours, l'endommagement par corrosion ne semble pas modifier les valeurs de limite d'élasticité et de contrainte maximale. En revanche, une diminution de l'allongement à rupture provoquée par l'apparition des défauts de corrosion en surface du matériau est relevée. Pour ce qui concerne les essais de traction après une immersion de 7 jours, on note un abattement à la fois de la limite



d'élasticité, qui passe de 290 MPa à 250 MPa, et de la contrainte maximale, qui diminue de 420 MPa à 375 MPa. Cependant, l'allongement à rupture reste plus ou moins inchangé par rapport au matériau non corrodé avec une valeur moyenne de  $15,8\% \pm 2,5$ . Cette valeur est très supérieure à l'allongement à rupture mesuré après des immersions de 1 et 3 jours. On remarque aussi que l'écart type sur les grandeurs mesurées est plus important pour les éprouvettes corrodées que pour les éprouvettes non corrodées. Malgré le fait que cet écart-type ne soit calculé que sur 2 valeurs uniquement, il semble raisonnable de considérer que cette augmentation traduit une plus grande dispersion des résultats en relation avec la dispersion classiquement observée sur des endommagements en corrosion.

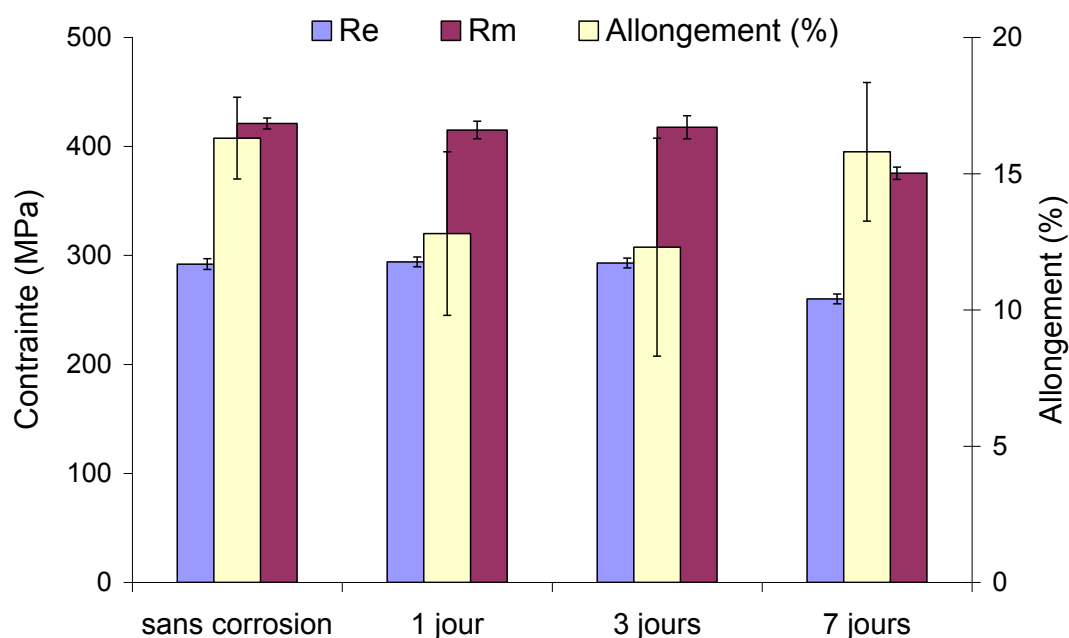


Figure III-11 : Propriétés mécaniques de l'alliage 2050-T34. Matériau sain et matériau corrodé suite à des immersions de 1 jour, 3 jours et 7 jours dans une solution NaCl à 0,7 M à 25 °C.

Les faciès de rupture associés à ces éprouvettes rompues avant et après endommagement par corrosion ont été observés (Figure III-12). Ils présentent peu de striction comme l'ont montré les courbes de traction décrites précédemment (Figure III-10). Tous ont la même morphologie globale : il s'agit de faciès ductiles transgranulaires excepté en bord de pièce où est localisé un endommagement intergranulaire induit par les phénomènes de corrosion lors des immersions (Figure III-12-b, Figure III-12-d et Figure III-12-f).

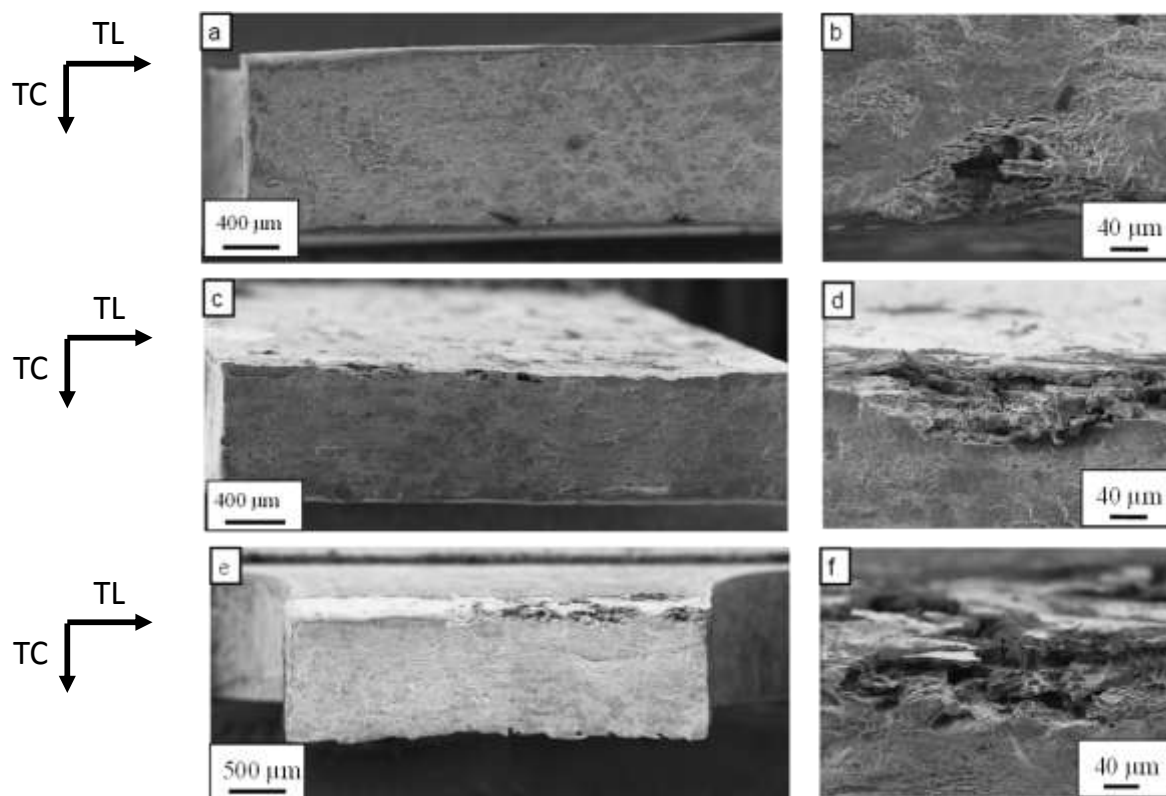


Figure III-12 : Observations des faciès de rupture après immersion durant (a, b) 1 jour (c, d) 3 jours et enfin (e, f) 7 jours dans une solution NaCl 0,7 M thermostatée à 25°C.

Cet endommagement intergranulaire semble se propager principalement suivant la direction TL et non la direction TC. En effet, si l'on considère la vue d'ensemble obtenue après 7 jours d'immersion (Figure III-12-e), on note que les défauts de corrosion se sont propagés sur une profondeur moyenne d'environ 75 µm, profondeur moyenne qui correspond à celle atteinte par les défauts générés lors des immersions de 1 jour et 3 jours. L'augmentation de la durée d'immersion se traduit donc par une propagation des défauts de corrosion dans une couche superficielle de l'éprouvette et non dans l'épaisseur compte tenu du plan d'exposition des éprouvettes et de l'anisotropie de la forme des grains en fonction des directions de la tôle. Après 1 et 3 jours d'immersion, la faible propagation des défauts dans l'épaisseur de l'éprouvette mais surtout le faible nombre de défauts observés permettent d'expliquer que la limite d'élasticité ainsi que la résistance à rupture du matériau demeurent quasiment constantes. En effet, il est difficile dans ce cas-là de définir réellement une zone non portante, d'un point de vue mécanique, liée à la corrosion. En revanche, au bout de 7 jours (Figure III-12-e) d'immersion, les défauts de corrosion se sont propagés sur presque toute la largeur de l'éprouvette ce qui génère, cette fois-ci, une zone non portante responsable de la diminution des propriétés mécaniques. A l'aide de la relation (1), la profondeur moyenne atteinte par les

défauts de corrosion après 7 jours d'immersion a été déterminée. Cette profondeur moyenne, issue du calcul, est égale à 85  $\mu\text{m}$ . Elle correspond bien à l'épaisseur, mesurable sur les observations des faciès de rupture, des zones où sont présents les endommagements intergranulaires : cette épaisseur est voisine de 75  $\mu\text{m}$ .

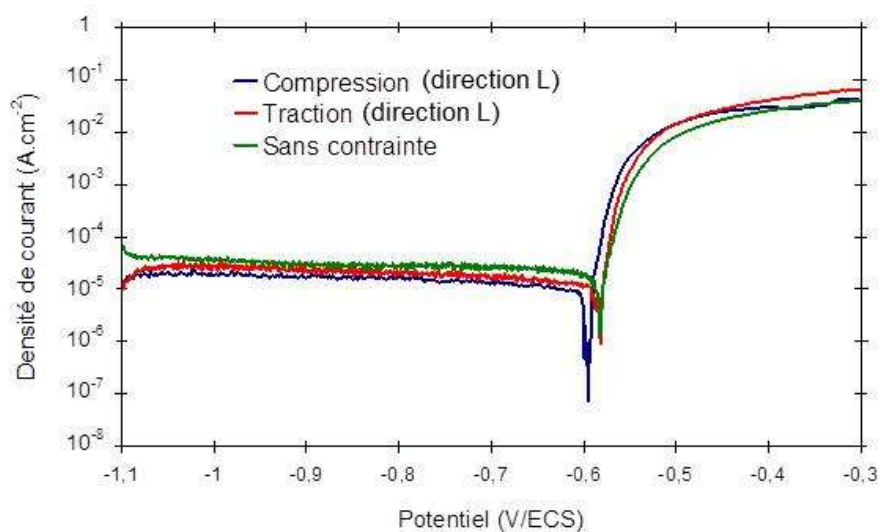
### **2.3.5. Comportement en corrosion sous contrainte**

Dans ce paragraphe, l'influence d'une contrainte à la fois sur le comportement électrochimique mais aussi sur la cinétique d'endommagement en corrosion de l'alliage 2050-T34 est étudiée. La contrainte appliquée est soit une contrainte de traction soit une contrainte de compression. Quel que soit le type de contrainte appliquée, celle-ci est toujours égale à 80% de la limite d'élasticité du matériau sain. Le choix de cette valeur est motivé par la volonté de rester dans le domaine élastique (en considérant un matériau sain) tout en ayant une contrainte la plus élevée possible.

#### **2.3.5.1. Influence d'une contrainte sur le comportement électrochimique de l'alliage 2050-T34**

L'influence d'une sollicitation mécanique sur le potentiel de corrosion ( $E_{\text{corr}}$ ) mesuré lors d'un essai de polarisation potentiocinétique et sur les valeurs d'OCP a été étudiée. Pour ce qui concerne les courbes  $E=f(I)$ , les résultats obtenus sont reportés à la Figure III-13. Nous pouvons noter que, quelle que soit la nature de la contrainte, l'allure des différentes courbes obtenues est identique. Les trois courbes présentent un seul potentiel de rupture correspondant au potentiel de corrosion. Il vaut -0,594 V/ECS dans le cas d'une contrainte de compression, -0,584V/ECS dans le cas d'une contrainte de traction et enfin -0,581V/ECS sans contrainte appliquée.

Pour ce qui concerne la partie cathodique, toutes les courbes présentent le même plateau correspondant à la réduction de l'oxygène. La densité de courant mesurée vaut  $-5 \cdot 10^{-5} \text{ A}\cdot\text{cm}^{-2}$ . Enfin, la densité de courant anodique augmente rapidement dans les trois cas pour atteindre une valeur d'environ  $5 \cdot 10^{-2} \text{ A}\cdot\text{cm}^{-2}$ . Augustin [53] a montré qu'une contrainte de traction ou de compression entraînait un décalage du potentiel de corrosion dans le cas de l'alliage 2024-T351. Les résultats obtenus ici montrent que, dans le cas de l'alliage 2050-T34, l'application d'une contrainte n'a aucune influence sur l'allure des courbes  $E = f(I)$  et sur les grandeurs électrochimiques caractéristiques relevées sur ces courbes.



**Figure III-13 : Courbes de polarisation potentiocinétique de l'alliage 2050-T34 prélevé au centre de la tôle dans un milieu NaCl 0,7M à 25°C avec une contrainte de traction, de compression et sans contrainte. Vitesse de balayage = 500 mV.h<sup>-1</sup>**

Afin de compléter les résultats obtenus en traçant des courbes de polarisation potentiocinétique, des mesures d'OCP sur l'alliage 2050-T34 sollicité en traction ou en compression ont été réalisées. Ces dernières ont mis en évidence qu'effectivement, dans nos conditions d'immersion, il n'y a pas d'influence d'une contrainte externe sur le comportement électrochimique. En effet, les valeurs d'OCP mesurées en présence et en l'absence de contrainte sont identiques et voisines de  $-0,616$  V/ECS. A l'issue des essais, des observations en coupe ont été réalisées. En présence ou en l'absence de contrainte mécanique externe, le métal de base dans son état métallurgique T34 est uniquement sensible à la corrosion intergranulaire.

### **2.3.5.2. Influence d'une contrainte sur la cinétique d'endommagement de l'alliage 2050-T34**

Comme en l'absence de contrainte, l'alliage 2050-T34 sollicité en traction ou en compression reste sensible à la corrosion intergranulaire. Ainsi, les deux indicateurs que sont la profondeur moyenne et la profondeur maximale des défauts de corrosion intergranulaire peuvent être utilisés pour décrire et quantifier l'endommagement de l'alliage 2050-T34 lorsqu'il est sollicité mécaniquement en milieu corrosif. L'influence d'une contrainte mécanique externe sur les cinétiques de propagation de la corrosion intergranulaire pour l'alliage 2050-T34 a été étudiée en comparant les différents indicateurs listés précédemment et obtenus sur des éprouvettes immergées pendant 72 h en milieu NaCl 0,7 M avec ou sans sollicitation

mécanique. Cette durée d'immersion a été retenue car le nombre de défauts de corrosion intergranulaire en l'absence de contrainte est suffisant pour être étudié. Les résultats obtenus sont reportés à la Figure III-14. On observe que, lorsque l'alliage 2050-T34 est soumis à une contrainte de compression, la propagation de la corrosion dans l'épaisseur est plus faible que dans le cas d'une contrainte de traction, sachant que, dans ce dernier cas, les valeurs obtenues en termes de profondeurs moyenne et maximale des défauts de corrosion sont comparables à celles relevées en l'absence de contrainte mécanique. Ainsi, lorsque le matériau est sollicité en compression, la profondeur moyenne des défauts de corrosion intergranulaire est égale à 40  $\mu\text{m}$  alors qu'en l'absence de contrainte, elle est de 75  $\mu\text{m}$ . De la même manière, dans le cas d'un matériau sollicité en compression, la profondeur maximale des défauts de corrosion a fortement diminué, atteignant 72  $\mu\text{m}$  alors qu'en l'absence de contrainte, elle parvient à atteindre 125  $\mu\text{m}$ . Il est pertinent de supposer que, lorsqu'une contrainte de compression est appliquée, la propagation de la corrosion suivant la direction TC peut être ralentie par la contrainte qui tend à refermer les défauts générés, limitant ainsi la propagation de l'endommagement. Comme cela a été dit précédemment, dans les conditions utilisées dans cette étude, la contrainte de traction n'a pas d'influence sur l'endommagement mesuré par les indicateurs utilisés. En effet, la profondeur moyenne atteinte reste égale à 75  $\mu\text{m}$  avec et sans contrainte mécanique externe et la profondeur maximale atteint dans les deux cas une valeur de 125  $\mu\text{m}$ . Il faut enfin noter que la longueur cumulée de joints de grains corrodés semble diminuer avec la contrainte. Ceci montre la limite de la méthode utilisée.

Les résultats obtenus montrent donc que l'application d'une contrainte n'accroît pas l'endommagement, dans la limite des essais qui ont été réalisés. Ceci peut s'expliquer en considérant le plan d'exposition du matériau. En effet, le plan exposé est le plan L-TL et la corrosion se propage d'abord suivant la direction TC. Bien entendu, la corrosion va avoir tendance à ensuite se propager suivant la direction L, plus favorable en termes de morphologie des grains. Toutefois, la contrainte appliquée étant dans la même direction, elle ne favorise pas l'ouverture des défauts de corrosion et n'aurait donc pas d'influence sur la cinétique de propagation de la corrosion. Il serait intéressant de compléter cette analyse en considérant d'autres directions de sollicitation en lien avec des plans d'exposition au milieu agressif différents également. Il faut cependant noter que différents auteurs ont constaté qu'à l'état T3 les alliages Al-Cu-Li sont peu sensibles à la corrosion sous contrainte lorsque la contrainte est appliquée suivant la direction L [55]. Ainsi, Connolly *et al* ont réalisé des essais de corrosion sous contrainte, à déplacement constant et en traction, sur un alliage Al-Cu-Li

dans son état T34 et ont montré que le matériau n'était pas sensible à cette forme de corrosion [55]. Ces auteurs considèrent une compétition entre dissolution des précipités  $T_1$  et propagation des fissures de corrosion sous contrainte. Dans les conditions fixées pour leur étude, la dissolution des précipités  $T_1$  est le phénomène prépondérant.

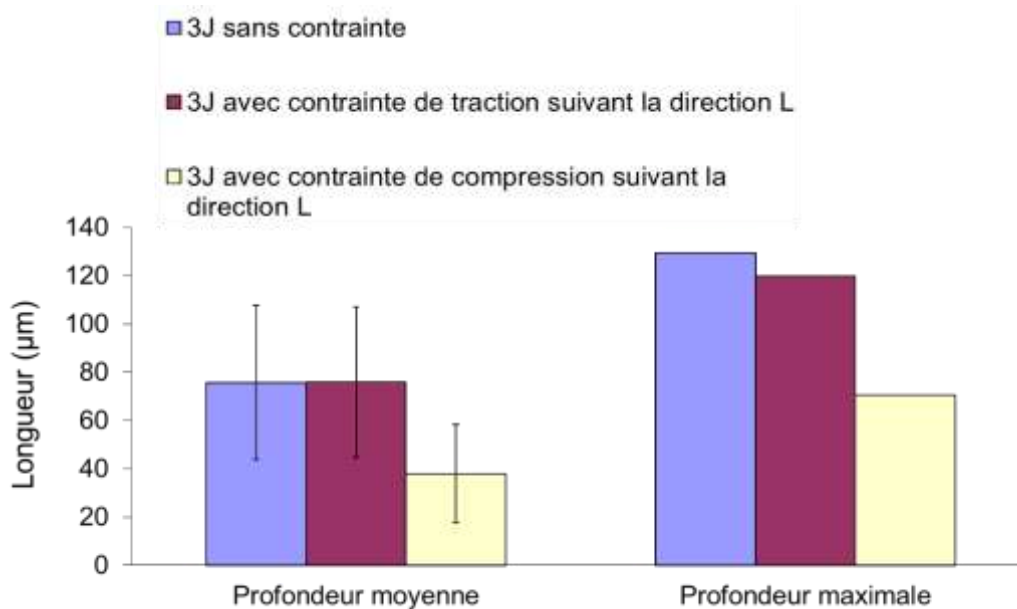


Figure III-14 : Comparaison des profondeurs moyenne et maximale atteintes par les défauts de corrosion intergranulaire pour l'alliage 2050-T34 prélevé au centre de la tôle après une immersion de 3 jours dans une solution NaCl 0,7 M thermostatée à 25°C en présence ou en l'absence de contrainte mécanique de traction ou de compression.

Pour conclure, l'alliage 2050 dans son état métallurgique T34 présente une microstructure hétérogène avec différents types de précipités : AlCuMn, AlCuMnFe, et  $Al_2CuLi$ . Ces derniers précipités intragranulaires, présents en faibles quantités, vont avoir un effet durcissant sur l'alliage. Ils sont également présents au niveau des joints de grains ce qui va avoir des conséquences sur le comportement en corrosion du matériau en le sensibilisant à la corrosion intergranulaire. Dans la limite des essais réalisés, il a été montré que cette corrosion intergranulaire, qui s'initie en surface du plan L-TL du matériau, va se propager dans l'épaisseur suivant la direction TC pour ensuite se propager suivant la direction L. L'application d'une contrainte mécanique de traction suivant la direction L n'entraîne pas d'augmentation de l'endommagement en corrosion de l'alliage.

Cependant, l'alliage 2050, une fois soudé, est soumis à un post traitement qui correspond à un maintien à 155°C pendant 30 heures. L'étude de l'alliage 2050 dans ce nouvel état métallurgique fait l'objet de la deuxième partie de ce chapitre.

### 3. Etat métallurgique T34 post traité (T34, PT)

#### 3.1. Microstructure de l'alliage 2050-T34, PT

L'état métallurgique T34, PT est obtenu suite à un revenu de 30 h à 155°C appliqué à l'état T34. Il se différencie donc de l'état métallurgique T34 de par la précipitation durcissante à une échelle nanométrique. Bien entendu, la taille et la forme des précipités grossiers et des grains ne sont pas modifiées par le revenu ; ainsi, les observations en microscopie optique et au MEB ne sont pas détaillées dans cette partie.

#### 3.1.1. Etat de la précipitation

##### 3.1.1.1. Précipitation intragranulaire

L'ensemble des observations des précipités présents dans les grains de l'alliage 2050 à l'état T34, PT, est reporté à la Figure III-15. La Figure III-15-a présente des précipités sous forme de baguette de type AlCuMn comme observé pour ce même alliage à l'état métallurgique T34. La Figure III-15-b, quant à elle, met en évidence la présence de différents types de précipités sphériques dans le grain. Une analyse EDX a été réalisée sur le précipité sphérique signalé par une flèche (Figure III-15-b). Les résultats indiquent que ce type de précipité a la composition chimique suivante 89% Al, 3% Cu et 8% Zr (pourcentage atomique). Une analyse diffractométrique a été réalisée sur ces précipités et a permis de déterminer qu'ils étaient de type Al<sub>3</sub>Zr. Ces précipités ont un rôle comparable à celui des phases Al<sub>20</sub>Cu<sub>2</sub>Mn<sub>3</sub> à savoir contrôler la taille de grain lors des phénomènes de recristallisation.

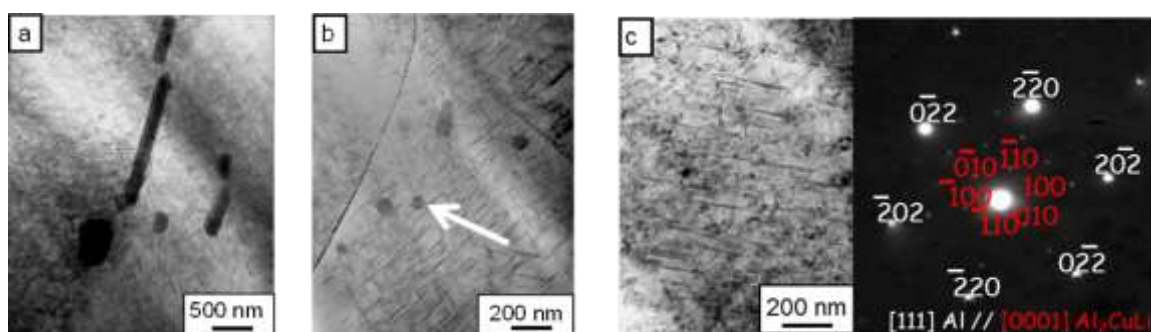


Figure III-15 : Observations MET de l'alliage 2050 à l'état T34, PT.

Par ailleurs, une analyse par diffraction électronique a été faite au centre du grain afin de déterminer la nature des nombreux précipités présents sous forme de plaquettes (Figure III-15-c) suivant la direction [111]. Les résultats obtenus indiquent qu'il s'agit de précipités T<sub>1</sub>, à

savoir la phase  $\text{Al}_2\text{CuLi}$ . En outre, cette analyse diffractométrique permet de retrouver le fait que la direction  $[0001]$  des précipités  $T_1$  est parallèle à la direction  $[111]$  de la matrice en aluminium.

Comparativement à l'état T34, l'état métallurgique T34, PT présente une densité de précipités  $T_1$  beaucoup plus importante (Figure III-2-e et Figure III-15-c). Cette augmentation du nombre de ces précipités est liée au revenu comme le montre Deceus [23] qui s'est intéressé à l'augmentation de la fraction volumique de  $T_1$  avec la durée de maintien à  $155^\circ\text{C}$ .

### 3.1.1.2. Précipitation intergranulaire

Les observations de la précipitation au niveau des joints de grains de l'alliage 2050 dans son état T34, PT sont présentées à la Figure III-16. Une précipitation continue apparaît au niveau des joints de grains tandis qu'une zone dépourvue de précipités de part et d'autre du joint de grains se dessine. Des mesures par spectrométrie à dispersion d'énergie X ont été réalisées au niveau des zones 1 et 2 (Figure III-16-a). La zone 1 présente une composition chimique égale à 95% Al et 5% Cu alors que la zone 2 possède une composition de 98% Al et 2% Cu. Ainsi, le joint de grains est plus riche en cuivre que la matrice présente autour en accord avec la présence de précipités riches en cuivre aux joints de grains. Il s'agit certainement de précipités  $T_1$ . Effectivement, le diagramme Temps-Température réalisé par P.S. Chen et B.N. Bhat [25] pour un alliage 2195 proche de notre alliage 2050 et présenté à la Figure I- 6 (page 28 de ce manuscrit) montre qu'il est tout à fait pertinent de considérer qu'un maintien à  $155^\circ\text{C}$  de l'alliage 2050-T34, pendant les durées fixées pour cette étude, permet la précipitation des  $T_1$  au niveau des grains ainsi qu'au niveau des sous joints de grains.

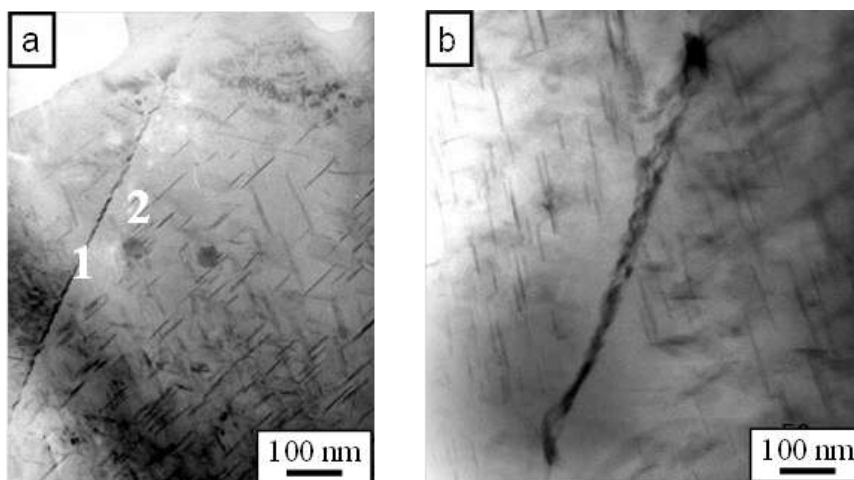


Figure III-16 : Observations MET de la précipitation intergranulaire dans l'alliage 2050 à l'état T34, PT.



### 3.1.2. Synthèse sur la précipitation

Le Tableau III-5 fait une synthèse de l'ensemble des précipités observés dans l'alliage 2050 dans son état métallurgique T34, PT.

**Tableau III-5 : Synthèse de l'ensemble des précipités observés dans l'alliage 2050 à l'état T34, PT.**

Nature	Localisation	Forme	Taille
AlCuMnFe	Intragranulaire	Agglomérats	2 - 3 $\mu\text{m}$
Al <sub>3</sub> Zr (89% Al, 3%Cu, 8%Zr)	Intragranulaire	Sphériques	Environ 100 nm
AlMnCu (73% Al, 10% Cu, 15% Mn)	Intragranulaire	Agglomérats	Environ 2 $\mu\text{m}$
Al <sub>2</sub> CuLi (T <sub>1</sub> )	Intragranulaire	Plaquettes	Environ 200 nm de long Environ 40 nm de large
Al <sub>2</sub> CuLi (T <sub>1</sub> )	Intergranulaire	Plaquettes	Environ 200 nm de long Environ 20 nm de large

### 3.2. Comportement mécanique de l'alliage 2050-T34, PT

De la même manière que pour l'état métallurgique T34, le comportement mécanique de l'alliage 2050-T34, PT a été étudié suivant la direction longitudinale. Plusieurs essais ont été réalisés mais, dans un souci de lisibilité, une seule courbe de traction est présentée à la Figure III-17-a dans la mesure où les courbes obtenues étaient tout à fait comparables les unes aux autres. Dans son état T34, PT, l'alliage présente le même comportement mécanique qu'à l'état T34 à savoir un comportement élastoplastique écrouissable. Cependant, les valeurs de limite d'élasticité et de contrainte maximale ont augmenté de manière conséquente par rapport à celles déterminées à l'état T34. Une synthèse des propriétés mécaniques à l'état T34, PT est proposée au Tableau III-6. La limite d'élasticité passe de 290 MPa pour l'état T34 à 490 MPa après le traitement thermique T34, PT tandis que la résistance maximale augmente de 420 MPa pour l'état T34 à 515 MPa après ce même traitement de revenu. Les valeurs obtenues lors de ces essais de traction sont tout à fait comparables à celles obtenues par Contrepois [36] et Pouget *et al* [95]. Cette augmentation des propriétés mécaniques est principalement liée à la précipitation de la phase T<sub>1</sub> et également à la phase  $\theta'$  comme l'ont montré plusieurs auteurs (Gable *et al* [22], Contrepois [36] et Decreus [23]). On note, en revanche, que l'allongement à

rupture diminue avec la précipitation des phases  $T_1$ , celui-ci passant de 18,4 % à 10,5 % quand on applique le post traitement à l'alliage 2050 à partir d'un état T34.

Le faciès de rupture des éprouvettes rompues a été observé au MEB (Figure III-17-b et Figure III-17-c). Il est tout à fait différent après un post traitement thermique T34, PT de celui observé pour les éprouvettes à l'état T34. Effectivement, la topographie du faciès semble beaucoup plus perturbée après le post traitement ; l'anisotropie de taille de grains semble plus marquée. L'analyse MET présentée dans le chapitre précédent a montré que le post-traitement T34, PT avait pour effet de modifier l'état de précipitation intergranulaire (apparition de précipités intergranulaires  $T_1$  et d'une zone appauvrie en précipités autour des joints de grains) et intragranulaire (précipitation de la phase  $T_1$  également).

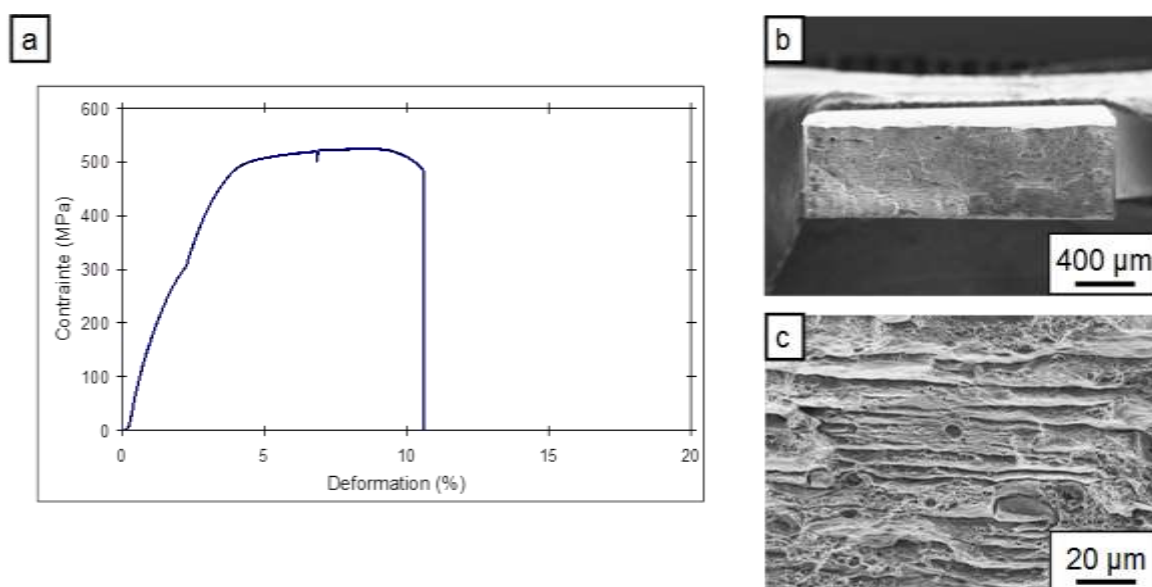


Figure III-17 : (a) Courbe de traction conventionnelle pour un échantillon de l'alliage 2050-T34, PT sollicité suivant la direction L (b) Micrographie MEB représentant la section rompue de l'éprouvette après l'essai de traction (c) Micrographie MEB d'une zone du faciès de rupture à fort grandissement.

Ainsi, l'alliage 2050-T34, PT, du fait de la présence d'une densité importante de précipités inter et intragranulaires, se comporte très différemment d'un point de vue mécanique lors d'un essai de traction. En effet, la déformation plastique développée durant l'essai conduit toujours à un mode de rupture ductile à fines cupules dans les grains jusqu'à ce que les joints de grains, quant à eux décorés de précipités  $T_1$  et entourés d'une PFZ, ne supportent plus mécaniquement cette déformation et « cèdent » de façon brutale (bandes fines lisses entourant les grains rompus ductilement). La rupture serait donc liée à un gradient de propriétés mécaniques entre le grain, la PFZ et le joint de grains. Au final, la forme générale des grains

allongés dans le sens TL apparait du fait de cette forte différence d'aptitude à la déformation entre grains et joints de grains.

Parallèlement aux essais de traction, des mesures de dureté avec une charge de 1 kg ont été réalisées sur l'alliage 2050-T34, PT. La dureté mesurée est de  $175 \pm 8$  Hv<sub>1</sub>, qui est une valeur également très supérieure à celle mesurée pour le même alliage à l'état T34 (HV<sub>1</sub> =  $95 \pm 8$ ). Cette augmentation de dureté est, comme énoncé précédemment, liée à la précipitation des phases durcissantes T<sub>1</sub>.

**Tableau III-6 : Synthèse des propriétés mécaniques de l'alliage 2050 dans son état métallurgique T34 et T34, PT.**

	Re (MPa)	Rm (MPa)	A (%)	Hv <sub>1</sub>
Alliage 2050-T34	$290 \pm 10$	$420 \pm 15$	$18,4 \pm 3$	$95 \pm 8$
Alliage 2050-T34, PT	$490 \pm 10$	$515 \pm 15$	$10,5 \pm 2,5$	$175 \pm 8$

Les caractéristiques mécaniques obtenues pour l'alliage 2050-T34, PT sont tout à fait comparables à celle obtenues sur ce même alliage et dans un état métallurgique comparable par Contrepois [36] et Lequeu [39].

### **3.3. Comportement en corrosion de l'alliage 2050-T34, PT**

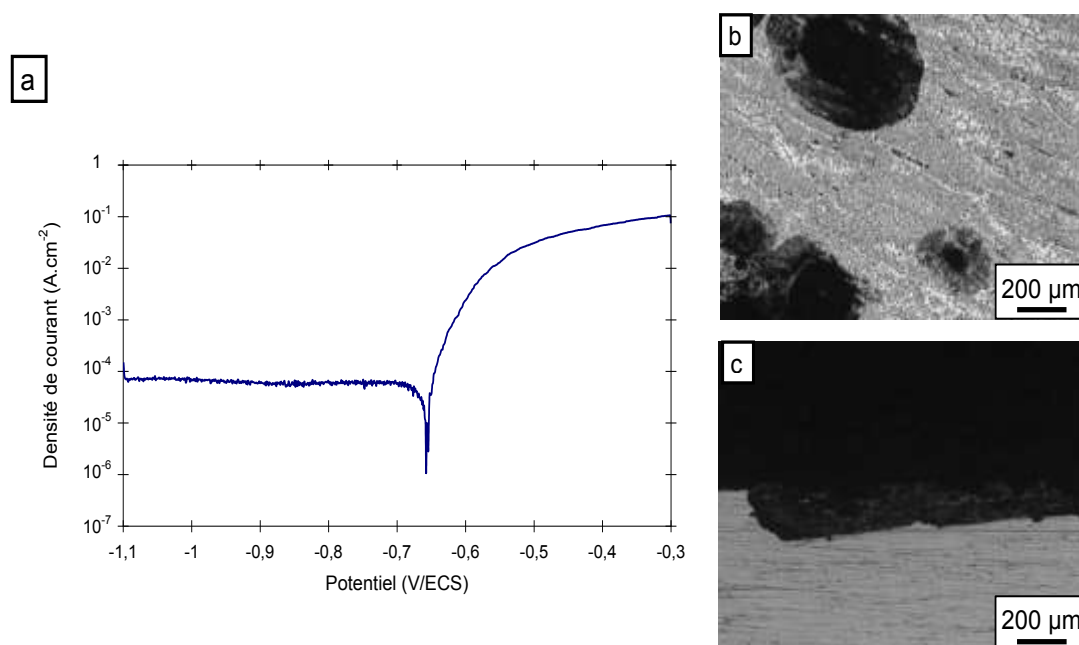
Le comportement en corrosion de l'alliage 2050-T34, PT a été étudié en suivant une démarche analogue à celle utilisée pour ce même alliage à l'état T34. Dans un premier temps, le comportement électrochimique de l'alliage 2050-T34, PT a été étudié par le biais de tracés de courbes de polarisation potentiocinétique et de mesures de potentiel libre (OCP) au cours du temps dans un milieu NaCl 0,7 M à 25°C. Ensuite, dans le but d'évaluer la cinétique de corrosion de l'alliage, une étude statistique des défauts a été réalisée pour différentes durées d'immersion. Des essais de traction après corrosion ont été aussi menés afin de mesurer l'abattement des propriétés mécaniques induit par l'endommagement en corrosion. Pour finir, l'influence d'une contrainte mécanique sur la cinétique d'endommagement en corrosion a été étudiée.

### 3.3.1. Comportement électrochimique

La Figure III-18 présente une courbe de polarisation potentiocinétique représentative du comportement électrochimique de l'alliage 2050-T34, PT dans un milieu NaCl 0,7 M et à une température de 25 °C. Cette courbe ne présente qu'un seul potentiel de rupture qui correspond au potentiel de corrosion  $E_{\text{corr}}$  qui est égal à -0,658 V/ECS. Le potentiel de corrosion de l'alliage à l'état T34 était égal à -0,580 V/ECS. La précipitation abondante, dans le grain comme aux joints de grains, de la phase  $T_1$  induite par le traitement thermique T34, PT provoque donc un décalage du potentiel de corrosion de l'alliage 2050 vers des potentiels plus cathodiques. Ce résultat est en accord avec les travaux de Li *et al* [49] qui ont étudié le comportement électrochimique de la phase  $T_1$ . Ces auteurs montrent que ces précipités présentent un potentiel de -1,076 V/ECS dans une solution de NaCl à 0,6 M alors que la matrice d'aluminium a un potentiel plus anodique et égal à -0,855 V/ECS dans cette même solution. Par ailleurs, plus la phase  $T_1$  précipite, plus la teneur en cuivre de la solution solide diminue ce qui induit un décalage du potentiel de corrosion de la solution solide vers des valeurs plus cathodiques. Ainsi, compte tenu de l'ensemble des évolutions microstructurales liées au post traitement, à savoir une dense précipitation de la phase  $T_1$ , dans le grain et aux joints de grains, corrélée à un appauvrissement en cuivre de la solution solide, l'évolution du potentiel de corrosion de l'alliage 2050 s'explique aisément.

Par ailleurs, dans le domaine cathodique, la courbe  $E=f(I)$  tracée pour l'alliage 2050-T34, PT présente un plateau correspondant à la réduction de l'oxygène avec une valeur de densité de courant égale à environ  $-8.10^{-5}$  A.cm<sup>-2</sup>. Après le potentiel de corrosion, la densité de courant anodique augmente rapidement jusqu'à atteindre une valeur d'environ  $8.10^{-2}$ A.cm<sup>-2</sup>. L'absence de plateau de passivité indique que, dans les conditions étudiées, l'alliage 2050-T34, PT est sensible à la corrosion. L'observation des échantillons à l'issue des essais de polarisation révèle une forte sensibilité de l'alliage 2050-T34, PT à la corrosion intragranulaire (Figure III-18-b et Figure III-18-c) ce qui s'explique en tenant compte des évolutions microstructurales générées par le post-traitement.

En effet, la phase  $T_1$  possédant un potentiel plus cathodique que la matrice d'aluminium dans une solution à 4% de NaCl, des phénomènes de micro-couplage galvanique se produisent entre les phases  $T_1$  et la matrice conduisant à la dissolution des précipités au profit de la matrice.



**Figure III-18 : (a) Courbe de polarisation potentiocinétique de l'alliage 2050-T34, PT prélevé au centre de la tôle dans NaCl 0,7 M (b) Observation du plan L-TL de l'alliage 2050-T34, PT après essai de polarisation (c) Observation en coupe du plan L-TC de l'alliage 2050-T34, PT après essai de polarisation - Vitesse de balayage = 500 mV.h<sup>-1</sup>**

Le post-traitement ayant conduit à une forte densité de précipités  $T_1$  dans le grain, ces processus de micro-couplage galvanique se produisent sur l'ensemble du grain ce qui conduit à un endommagement homogènement réparti dans le grain. De plus, du fait de sa plus faible teneur en cuivre, la solution solide, dont le potentiel de corrosion est supposé resté plus anodique que celui des précipités  $T_1$ , est également plus sensible à la corrosion que la solution solide de l'alliage 2050-T34 ce qui contribue à favoriser une dissolution homogène du grain. Enfin, la différence entre le potentiel de corrosion du grain, qui est décalé vers des potentiels plus cathodiques pour les raisons expliquées précédemment, et le potentiel des joints de grains au sens large (en tenant compte des précipités intergranulaires et de la PFZ) est réduite ce qui limite la sensibilité de l'alliage 2050-T34,PT à la corrosion intergranulaire. Pour terminer, il faut noter que l'on observe pour l'alliage 2050-T34, PT, comme dans le cas de l'alliage 2050-T34, une dissolution des intermétalliques grossiers présents dans l'alliage, phénomène à l'origine de l'apparition des petites piqûres visibles sur la Figure III-18-b.

### 3.3.2. Cinétiques de propagation des défauts de corrosion intragranulaire

Dans le but d'étudier la cinétique de propagation des défauts de corrosion intragranulaire, des essais d'immersion dans un milieu NaCl 0,7 M à 25 °C ont été réalisés sur des durées de 1 jour, 3 jours et 7 jours. Ces conditions d'essais sont identiques à celles fixées pour les tests réalisés sur l'alliage à l'état T34 afin de pouvoir établir une comparaison du comportement en corrosion en fonction des états métallurgiques. Ces immersions sont couplées à des mesures d'OCP au cours du temps. Les valeurs moyennes des OCP sont reportées à la Figure III-19-a. Elles restent quasiment constantes pour les durées de nos essais puisqu'elles varient, à peine, de - 0,727 V/ECS au début de l'immersion, à - 0,731 V/ECS après 7 jours d'immersion. Ce comportement est comparable à celui observé pour l'alliage à l'état T34. Les figures III-19-b, c permettent de visualiser les défauts de corrosion intragranulaire développés après ces essais d'immersion.

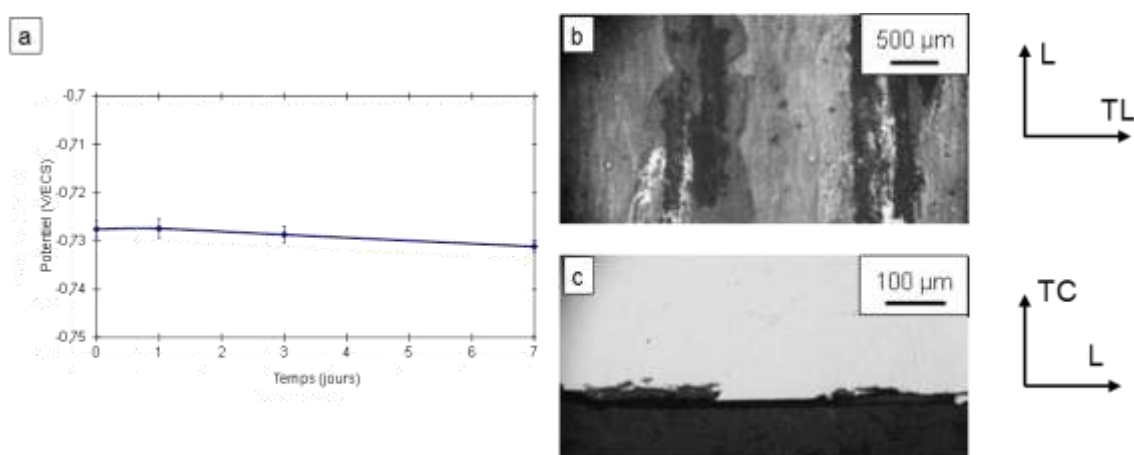


Figure III-19 : (a) Evolution de l'OCP de l'alliage 2050-T34, PT prélevé au centre de la tôle en fonction du temps d'immersion dans une solution NaCl 0,7 M à 25 °C. Observation après 3 jours d'immersion dans une solution NaCl 0,7M à 25°C (b) du plan L-TL de la tôle (c) du plan L-TC.

Comme précédemment, pour quantifier l'endommagement du métal de base, deux indicateurs ont été utilisés. Le premier consiste à mesurer la profondeur moyenne des défauts de corrosion intragranulaire et le deuxième leur profondeur maximale. La Figure III-20 permet de visualiser comment ces deux paramètres sont calculés sur la base de l'observation de tous les défauts de corrosion intragranulaire présents sur une longueur de coupe d'environ 6 cm. L'ensemble des résultats concernant les immersions de 1 jour, 3 jours et 7 jours est synthétisé à la Figure III-21.

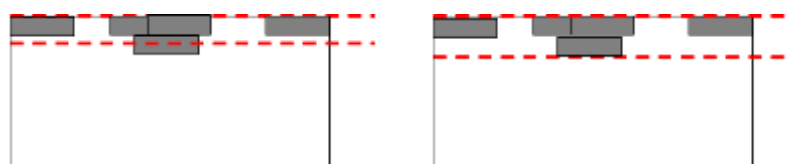


Figure III-20 : Schématisation de la quantification de l'endommagement induit par des phénomènes de corrosion de l'alliage 2050-T34, PT dans une solution NaCl 0,7M (a) profondeur moyenne atteinte par la corrosion intragranulaire (b) profondeur maximale atteinte par la corrosion intragranulaire.

Les résultats montrent que les profondeurs moyenne et maximale atteintes par les défauts de corrosion intragranulaire augmentent avec le temps d'immersion en milieu NaCl. La profondeur moyenne des défauts de corrosion passe de 25  $\mu\text{m}$  après 1 jour d'immersion à 44  $\mu\text{m}$  après 7 jours d'immersion dans une solution NaCl 0,7 M thermostatée à 25 °C. De la même manière, la profondeur maximale augmente de 36  $\mu\text{m}$  au bout d'un jour jusqu'à 61  $\mu\text{m}$  après 7 jours d'immersion. Il faut noter que, globalement, la zone affectée par la corrosion intragranulaire pour l'alliage 2050-T34, PT est moins épaisse que la zone affectée par la corrosion intergranulaire dans le cas de l'alliage à l'état T34.

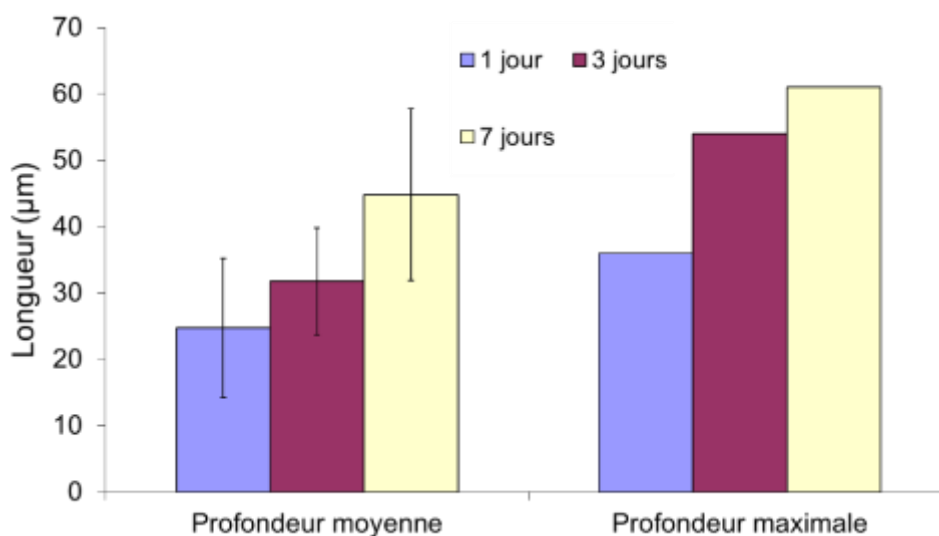


Figure III-21 : Quantification de l'endommagement en corrosion du métal de base T34, PT prélevé au centre de la tôle après 1 jour, 3 jours et 7 jours d'immersion dans une solution de NaCl 0,7 M à 25°C.

### 3.3.3. Abattement des propriétés mécaniques

Pour compléter cette étude, l'abattement des propriétés mécaniques de l'alliage 2050-T34, PT suite aux essais d'immersion en milieu NaCl a été quantifié. Les caractéristiques mécaniques résiduelles obtenues sont reportées à la Figure III-22. Les résultats montrent qu'il y a très peu d'influence de la corrosion sur les propriétés mécaniques de l'alliage 2050-T34, PT. La diminution de la résistance maximale, de l'ordre de 22 MPa après 7 jours d'immersion, ne

peut pas être considérée comme significative car elle est dans l'erreur de mesure, de l'ordre de 20 MPa, qui peut être faite lors de la mesure de l'épaisseur des éprouvettes. La diminution de l'allongement à rupture semble plus conséquente même si l'écart type sur ce critère mécanique est très important. Les faibles profondeurs affectées par la corrosion déterminées précédemment au cours de l'étude statistique expliquent cet abattement très faible des propriétés mécaniques. En considérant les profondeurs moyennes mesurées lors des essais conventionnels d'immersion et en appliquant le protocole TpC, l'abattement concernant le Rm devrait être de 20 MPa après 1 jour d'immersion, de 22 MPa après 3 jours d'immersion et enfin de 25 MPa à l'issue des 7 jours d'immersion. Ces valeurs sont en accord avec celles mesurées à partir des essais de traction après immersion. Cependant, comme cela a été dit précédemment, ces variations de Rm sont dans l'erreur de mesure qui peut être faite dans l'analyse des résultats des essais de traction. Par ailleurs, on peut noter que la valeur de Re n'est pas modifiée par l'exposition à la solution NaCl, la corrosion n'est pas uniformément répartie.

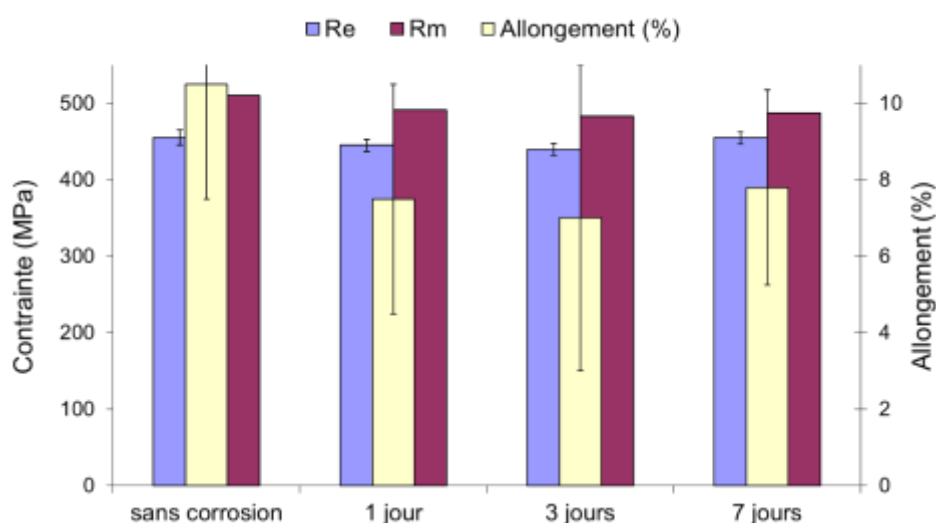


Figure III-22 : Propriétés mécaniques résiduelles de l'alliage 2050-T34, PT après différentes durées d'immersion dans une solution NaCl 0,7 M thermostatée à 25°C.

Il est intéressant de remarquer que la faible influence de l'endommagement en corrosion sur les propriétés mécaniques pour un alliage 2050-T34, PT avait déjà été relevée par Bousquet [18]. Cette auteure a étudié l'influence d'une exposition au brouillard salin durant 750 heures sur les propriétés mécaniques résiduelles d'un alliage 2050 à l'état T34, PT. Elle a montré que cette pré-exposition n'avait pas d'influence sur les propriétés mécaniques de l'alliage.



Les faciès de rupture associés à ces échantillons pré-corrodés sont reportés à la Figure III-23. Les faciès présentent très peu de striction et sont comparables à ceux observés en l'absence de corrosion. Ils se présentent sous forme « d'escalier » induit, semblerait-il, par une différence de ductilité entre le cœur et les joints de grains comme expliqué précédemment (Figure III-23-a et b).

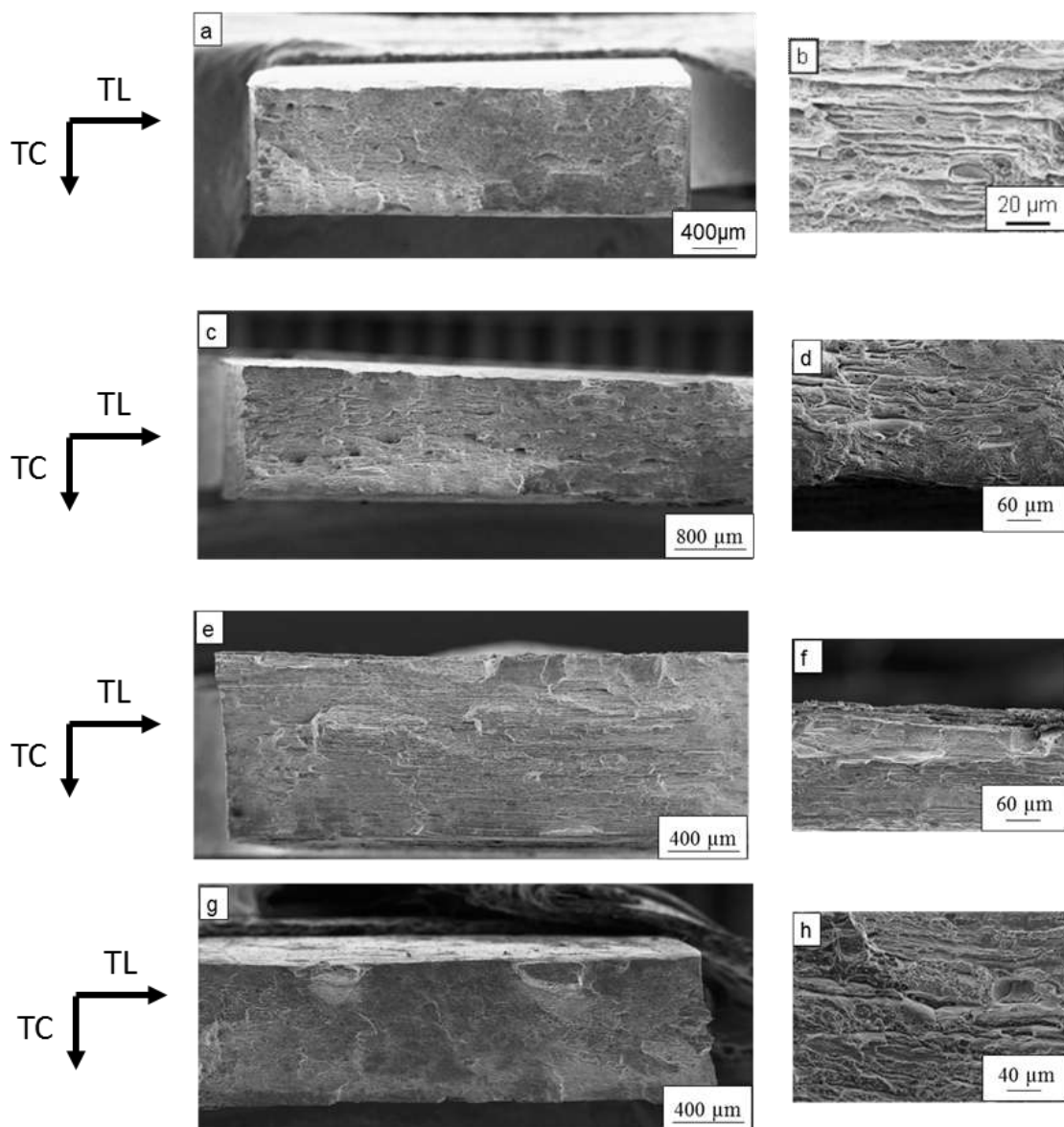


Figure III-23 : Observations au MEB des faciès de rupture de l'alliage 2050-T34, PT obtenus après des essais de traction réalisés sur des échantillons non corrodés (a,b) et pré-corrodés pendant 1 jour (c,d) 3 jours (e,f) et 7 jours (g,h) d'immersion dans une solution de NaCl 0,7M thermostagée à 25°C.

### 3.3.4. Comportement en corrosion sous contrainte

Dans ce paragraphe, nous allons nous intéresser à l'influence d'une contrainte à la fois sur le comportement électrochimique et sur la cinétique d'endommagement de l'alliage

2050-T34, PT. La contrainte appliquée est soit une contrainte de traction soit une contrainte de compression. Quel que soit le type de contrainte appliquée, celle-ci est toujours égale à 80% de la limite d'élasticité du matériau. De la même manière que pour l'étude de la sensibilité à la corrosion sous contrainte de l'alliage 2050 à l'état T34, ce choix est motivé par la volonté de rester dans le domaine élastique correspondant à un échantillon non corrodé tout en appliquant une contrainte la plus élevée possible.

### **3.3.4.1. Influence d'une contrainte sur le comportement électrochimique de l'alliage 2050-T34, PT**

La Figure III-24 présente des courbes de polarisation potentiocinétique de l'alliage 2050-T34, PT représentatives des trois cas étudiés, c'est-à-dire une éprouvette non sollicitée mécaniquement, une éprouvette sollicitée en traction et une autre en compression. Les trois courbes obtenues présentent la même allure à savoir un seul potentiel de rupture qui correspond au potentiel de corrosion. Celui-ci n'est pas modifié par la présence de la contrainte quelle qu'elle soit. En effet, le potentiel de corrosion de l'alliage non sollicité mécaniquement est de - 0,657 V/ECS tandis qu'il vaut - 0,665 V/ECS et - 0,675 V/ECS respectivement pour l'alliage soumis à une contrainte de compression et de traction. Par ailleurs, sur la branche cathodique, on note la présence d'un plateau lié à la réduction de l'oxygène. La densité de courant associée est similaire dans les trois cas étudiés et vaut environ  $-5.10^{-5}$  A.cm<sup>-2</sup>. Pour ce qui concerne la branche anodique, après le potentiel de corrosion, la densité de courant augmente rapidement pour atteindre une valeur de  $8.10^{-2}$  A.cm<sup>-2</sup>, dans les 3 cas étudiés. Dans les conditions de cette étude, il semble donc ne pas y avoir d'influence de la contrainte sur le comportement électrochimique de l'alliage 2050 à l'état métallurgique T34, PT comme à l'état T34 précédemment présenté.

Pour compléter cette étude, de la même manière que pour l'alliage 2050-T34, des mesures d'OCP ont été réalisées afin de confirmer ou d'infirmer l'absence d'effet de la contrainte sur le comportement électrochimique de l'alliage 2050-T34, PT. Les résultats ont montré qu'en présence ou non d'une contrainte, l'OCP de l'alliage 2050 reste identique, avec une valeur de - 0,727 V/ECS après 7 jours d'immersion.

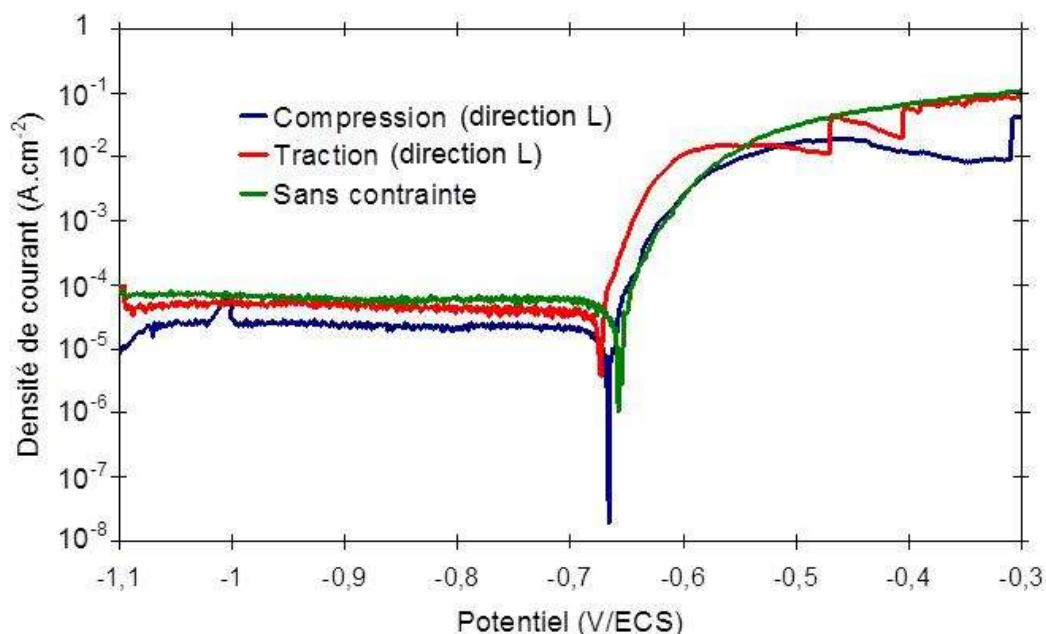


Figure III-24 : Courbes de polarisation potentiocinétique de l'alliage 2050-T34, PT prélevé au centre de la tôle dans un milieu NaCl 0,7 M à 25 °C pour des éprouvettes soumises ou non à une contrainte de traction ou de compression. Vitesse de balayage en potentiel = 500 mV.h<sup>-1</sup>.

### 3.3.4.2. Influence d'une contrainte sur la cinétique d'endommagement de l'alliage 2050-T34, PT

De façon à compléter les analyses précédentes, l'influence d'une contrainte de traction ou de compression sur la cinétique d'endommagement de l'alliage 2050-T34, PT est étudiée pour une durée d'immersion de 3 jours. Les mêmes indicateurs que ceux utilisés précédemment, à savoir les profondeurs maximale et moyenne atteintes par les défauts de corrosion intragranulaire ont été utilisés pour quantifier l'endommagement. Les résultats sont présentés à la Figure III-25.

Les résultats obtenus montrent que, pour les conditions étudiées, à savoir le milieu, la direction et le niveau de sollicitation ainsi que le plan exposé, profondeurs moyenne et maximale des défauts de corrosion intragranulaire sont identiques que l'échantillon soit ou pas sollicité mécaniquement ; ainsi, la contrainte n'a pas d'influence sur la cinétique d'endommagement, et ce quelle que soit la nature de celle-ci. Le fait qu'une contrainte de traction n'entraîne pas d'augmentation de l'endommagement est corroboré par Connolly *et al.* [55] qui ont montré qu'à l'état T34, PT, un alliage Al-Cu-Li ne présente pas de sensibilité à la corrosion sous contrainte. Cela peut s'expliquer par le fait que, l'alliage 2050-T34, PT étant sensible à de la corrosion intragranulaire, la contrainte ne va pas ouvrir ou fermer ce type de défauts et donc ne va pas accentuer ou limiter l'endommagement du matériau comme cela

peut être le cas lorsque les matériaux sont sensibles à de la corrosion intergranulaire par exemple.

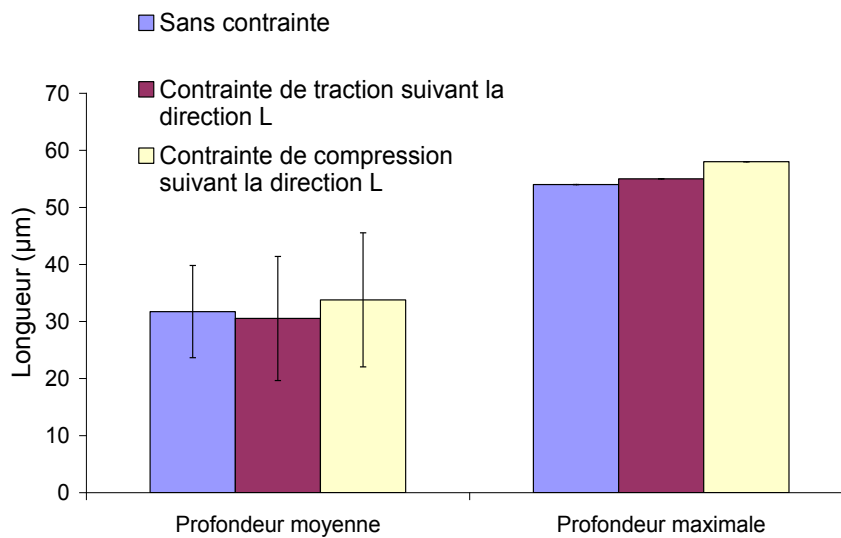


Figure III-25 : Comparaison des profondeurs moyenne et maximale atteintes par les défauts de corrosion intragranulaire pour l'alliage 2050-T34, PT prélevé au centre de la tôle en présence ou en l'absence de contrainte mécanique externe de traction ou de compression après une immersion de 3 jours dans une solution NaCl 0,7 M thermostatée à 25 °C.

### 3.3.5. Etude de la transition de la corrosion intergranulaire à intragranulaire

Les résultats présentés dans les paragraphes précédents ont montré que, suivant son état métallurgique, l'alliage 2050 ne présente pas le même type d'endommagement en corrosion. Il est sensible à de la corrosion intergranulaire lorsqu'il est dans son état métallurgique T34 et présente une sensibilité à la corrosion intragranulaire à l'état T34, PT. Le présent paragraphe a pour but d'étudier, de manière plus approfondie, cette transition entre la corrosion intergranulaire et la corrosion intragranulaire. Dans cette optique, différents traitements thermiques ont été appliqués à des échantillons d'alliage 2050-T34. Ces traitements thermiques correspondent à des revenus à 155°C sur des durées plus courtes que celle fixée pour l'état post traité soit 30 h. Bien entendu, les paramètres caractéristiques du post traitement ont été conservés. Une fois la température de 155 °C atteinte, les échantillons sont retirés du four après des durées de maintien d'une heure, de deux heures, de trois heures, de cinq heures et enfin de neuf heures. Afin de faciliter la lecture des résultats, le Tableau III-7 présente les différents traitements appliqués à l'alliage 2050-T34 ainsi que la dénomination utilisée par la suite pour les désigner.

**Tableau III-7: Synthèse des différents traitements thermiques réalisés sur un alliage 2050-T34.**

Durée du maintien à 155°C	T34	Après rampe	1 heure	2 heures	3 heures	5 heures	9 heures	18 heures	30 heures
Dénomination	T34	0H	1H	2H	3H	5H	9H	T34, PT'	T34, PT

A l'issue de ces traitements thermiques, des mesures d'OCP ont été réalisées sur chacun des échantillons durant deux heures dans une solution de NaCl 0,7 M thermostatée à 25°C. Des mesures de dureté Vickers avec une charge de 500 g ont été également effectuées. L'ensemble des résultats obtenus est reporté sur la Figure III-26.

Les valeurs de l'OCP de l'alliage 2050 chutent dès le début du traitement thermique (rampe de montée en température comprise) à 155 °C et continuent à diminuer au fur et à mesure que la durée du maintien à 155 °C augmente. On note également qu'après une durée de revenu de 9 heures (soit 10,5 heures de traitement), la valeur de l'OCP diminue moins rapidement qu'au début. L'allure de cette courbe pourrait être reliée, d'une part, à la cinétique de précipitation de la phase  $T_1$  et, d'autre part, à l'évolution de la teneur en cuivre de la solution solide, reliée bien entendu à la précipitation de la phase  $T_1$ . Effectivement, en accord avec ce qui a été dit précédemment pour expliquer la différence de comportement en corrosion de l'alliage 2050 dans les états T34 et T34, PT, et conformément aux résultats concernant le potentiel de corrosion des phases  $T_1$  [49] comparé à celui de la matrice ou encore le potentiel de corrosion de la matrice en fonction de sa teneur en cuivre, il est raisonnable de considérer qu'un maintien prolongé de l'alliage 2050-T34 à 155 °C va se traduire par une précipitation de la phase  $T_1$  de plus en plus importante, corrélée à un appauvrissement en cuivre de la solution solide, et donc un décalage du potentiel du matériau vers des potentiels de plus en plus cathodiques. D'ailleurs, ces variations de l'OCP avec la durée de revenu à 155 °C sont parfaitement corrélées avec l'évolution de la dureté de l'alliage au cours du revenu (Figure III-26) ce qui semble corroborer cette hypothèse. Effectivement, l'augmentation de la dureté de l'alliage quand la durée de revenu augmente est en accord avec la formation de précipités  $T_1$ . De plus, une durée seuil de 9 h est également visible sur la courbe montrant l'évolution de la dureté avec la durée de revenu, suggérant aussi une modification de la cinétique de précipitation de la phase  $T_1$  au bout d'une certaine durée de revenu.

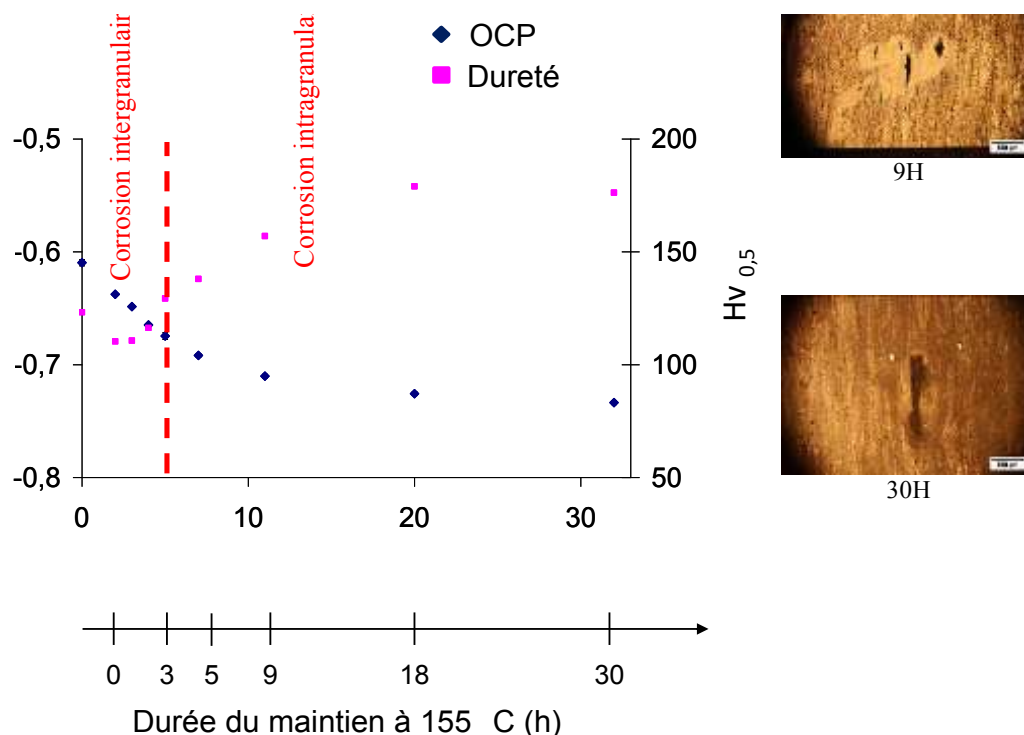


Figure III-26 : Evolution de la valeur de l'OCP (mesurée en milieu NaCl 0,7 M) et de la dureté Vickers (sous une charge de 500 g) en fonction de la durée du traitement thermique à 155 °C pour des échantillons d'alliage 2050-T34. Cette durée comprend le temps de montée à 155 °C et le temps de maintien à cette température. Micrographies montrant l'endommagement en corrosion observé après les essais de corrosion.

Afin de corroborer ces hypothèses quant aux évolutions microstructurales de l'alliage 2050 en fonction de la durée de revenu à 155 °C, des observations au MET ont été réalisées sur les échantillons d'alliage 2050 à l'état T34 et à l'état T34 revenu à 155°C pour des durées de revenu égales à 3 heures, 9 heures et enfin 30 heures (état T34, PT) ; elles sont présentées à la Figure III-27. On observe que l'augmentation de la durée de revenu à 155 °C entraîne une augmentation de la précipitation de phase T<sub>1</sub> à la fois intergranulaire et intragranulaire ce qui est en accord avec le diagramme TTT proposé par Chen et Bhat [25]. De façon à avoir une idée plus précise de ces modifications microstructurales, l'évolution de la taille des précipités T<sub>1</sub> observés avec la durée de revenu a été estimée. Il faut ici attirer l'attention du lecteur sur le

fait qu'il s'agit bien d'une estimation obtenue en faisant de l'analyse d'images sur des clichés MET. Certes, un nombre important de clichés a été analysé pour obtenir des valeurs représentatives en termes de taille de précipités. Toutefois, la démarche adoptée est telle que tous les précipités analysés n'étaient pas orientés de la même façon. L'erreur sur les résultats peut donc être importante.

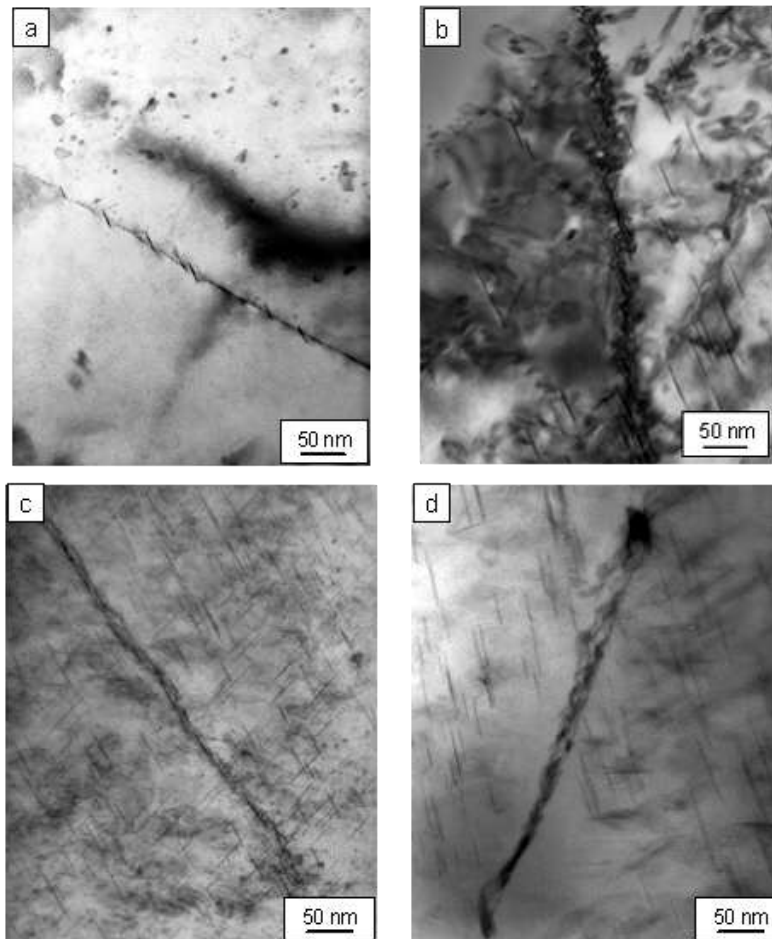


Figure III-27 : Observations MET de l'alliage 2050 à l'état (a) T34 (b) T34 revenu pendant 3 heures à 155 °C (c) T34 revenu pendant 9 heures à 155 °C (d) T34, PT (revenu pendant 30 heures à 155 °C).

Toutefois, la Figure III-28 permet d'estimer la répartition de la taille des précipités  $T_1$  en fonction de la durée de maintien à 155 °C, la taille moyenne de ces précipités augmentant avec la durée de maintien. En effet, elle passe de 40 nm, après 3 heures, à 70 nm, après 9 heures, et enfin à 90 nm, après 30 heures. On note aussi une plus grande dispersion de la taille des précipités avec l'augmentation de la durée de maintien à 155 °C (Figure III-28). Une quantification, approximative elle aussi, du nombre de précipités présents dans l'alliage 2050 a été réalisée, toujours en appliquant un logiciel d'analyse d'images aux clichés MET. Les

valeurs indiquées pour les densités de précipités doivent donc être considérées les unes par rapport aux autres uniquement. Il s'agit ici de densité surfacique. En considérant que l'épaisseur de la lame MET est constante, ces valeurs pourraient aisément être traduites en densité volumique en introduisant un facteur correctif. Pour l'état métallurgique T34, une densité de 18 précipités /  $\mu\text{m}^2$  a été mesurée. Après 3 heures, 342 précipités/  $\mu\text{m}^2$  sont présents et une densité de 495 précipités /  $\mu\text{m}^2$  est atteinte après 9 heures de maintien à 155°C. A l'état T34, PT, cette valeur vaut 530 précipités /  $\mu\text{m}^2$ .

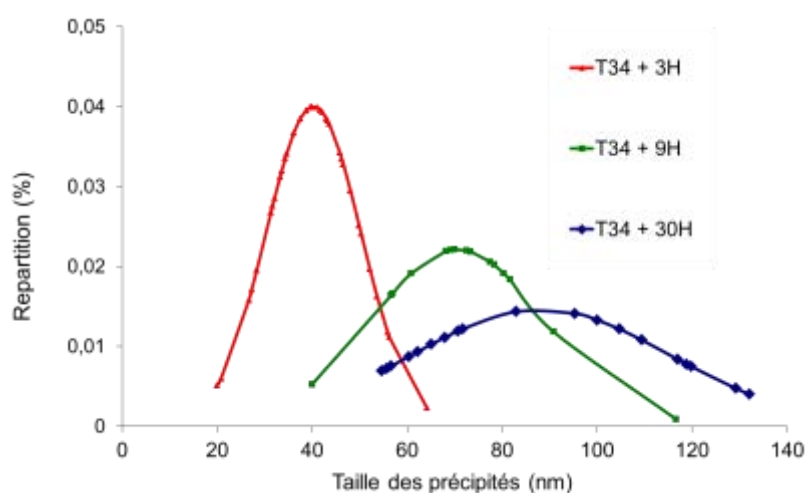


Figure III-28 : Répartition de la taille des précipités T<sub>1</sub> présents dans l'alliage 2050 pour différentes durées de revenu à 155 °C.

Pour faciliter la lecture des résultats, les modifications microstructurales mises en évidence pour l'alliage 2050 au cours du revenu à 155 °C ont été mises en regard des évolutions de comportement électrochimique observées. Ainsi, sur la Figure III-29, sont reportées les évolutions de l'OCP et du nombre de précipités T<sub>1</sub> intragranulaire par  $\mu\text{m}^2$  en fonction de la durée de revenu à 155 °C. On peut aisément remarquer que les allures des deux courbes correspondantes mettent en évidence un lien évident entre ces deux grandeurs. Effectivement, durant les 9 premières heures de revenu, le nombre de précipités intragranulaires augmente et cette augmentation s'accompagne d'une chute brutale de l'OCP de l'alliage 2050. A partir de 9 heures de maintien, le nombre de précipités T<sub>1</sub> continue d'augmenter mais plus lentement jusqu'à 30 heures de maintien ; cette faible évolution est aussi visible sur les valeurs de l'OCP de l'alliage qui se décalent toujours vers des potentiels plus cathodiques mais plus lentement également. Bien entendu, l'évolution de la dureté (Figure III-26) est, elle aussi, liée à la précipitation de la phase T<sub>1</sub> corrélée, comme dit précédemment, à la variation de la teneur en cuivre de la solution solide. Ainsi, entre le début et la fin de la rampe à 155 °C, se produit un



appauvrissement de la solution solide en soluté ce qui se traduit par une diminution de la dureté qui atteint une valeur voisine de 110. La dureté reste ensuite constante à cause de la faible précipitation de  $T_1$ , ces précipités n'étant pas encore assez nombreux pour durcir le matériau. Enfin, après une heure de maintien à 155 °C, la dureté augmente du fait d'une augmentation de la cinétique de précipitation intragranulaire de  $T_1$ .

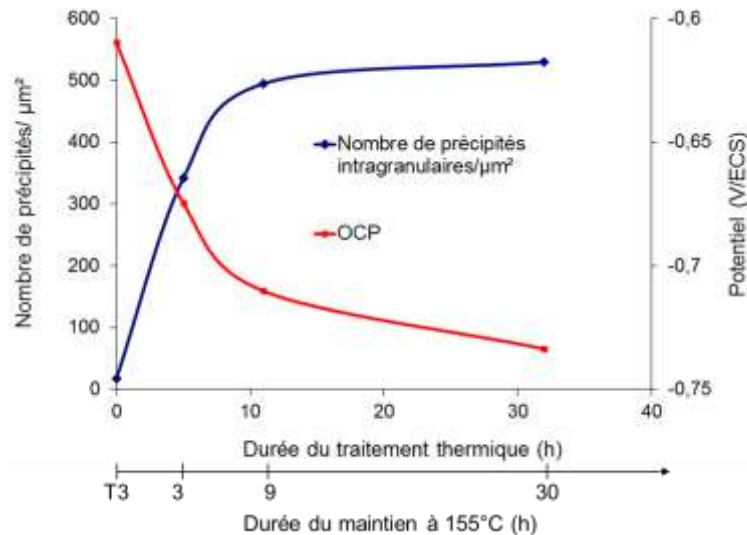
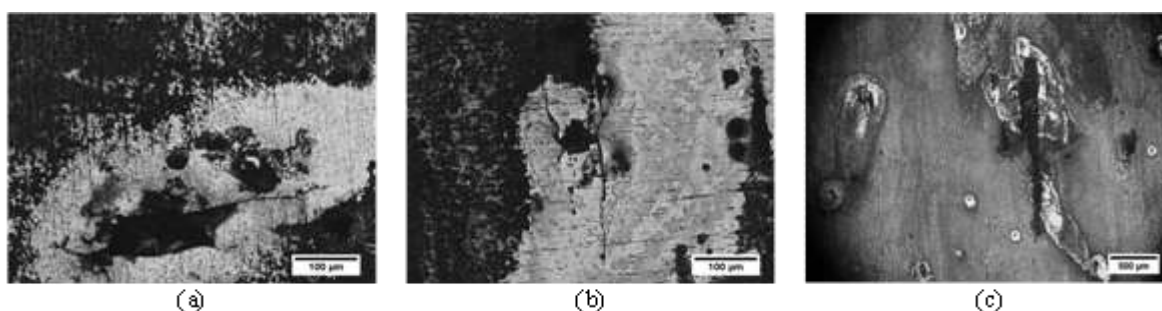


Figure III-29 : Evolution de l'OCP de l'alliage 2050 en milieu NaCl 0,7 M et du nombre de précipités  $T_1$  intragranulaires/ $\mu\text{m}^2$  en fonction de la durée du traitement thermique à 155 °C pour des échantillons d'alliage 2050-T34. Cette durée comprend le temps de montée à 155 °C et le temps de maintien à cette température.

Ainsi, pour résumer, dès le début du chauffage à 155°C, des évolutions microstructurales se produisent au sein de l'alliage 2050. La précipitation de la phase  $T_1$  commence et la solution solide s'appauvrit alors en cuivre. Cela se traduit par une chute de la dureté car la quantité de précipités  $T_1$  n'est pas suffisante pour compenser l'appauvrissement en cuivre de la solution solide. L'OCP commence à chuter, les deux processus cités ci-dessus conférant au grain un potentiel plus cathodique. Après 1 heure de revenu à 155 °C, la dureté augmente car la quantité de précipités  $T_1$  devient suffisante pour compenser l'appauvrissement en cuivre de la matrice et l'OCP continue à diminuer. Au bout de 9 heures de revenu, la cinétique de précipitation de la phase  $T_1$  ralentit : la dureté de l'alliage et son OCP évoluent alors plus lentement.

Ces évolutions de l'OCP et de la dureté de l'alliage 2050 avec la durée de revenu, caractérisées notamment par une durée seuil de 9 h au-delà de laquelle la diminution de l'OCP et l'augmentation de dureté sont ralenties, sont parfaitement corrélées aux résultats obtenus pour ce qui concerne l'endommagement en corrosion. Effectivement, alors que les

échantillons 0H, 1H, 2H et 3H présentent une sensibilité à la corrosion intergranulaire, l'échantillon 9H lui présente uniquement une sensibilité à la corrosion intragranulaire (Figure III-26). Outre cette différence concernant le mode d'endommagement, il semblerait que les cinétiques de propagation de la corrosion ne soient pas les mêmes. En effet, à l'issue des deux heures de mesure d'OCP, l'échantillon 9H présente de nombreux défauts de corrosion intragranulaire alors que les autres échantillons ne présentent quasiment pas de défauts de corrosion intergranulaire. En revanche, on a pu observer dans les deux parties précédentes qu'après plus d'1 jour d'immersion en milieu contenant des ions chlorures, la zone affectée par la corrosion intergranulaire pour des échantillons d'alliage 2050-T34 était plus profonde que celle affectée par la corrosion intragranulaire. Ces deux formes de corrosion se propagent donc avec des cinétiques très différentes. Afin de confirmer le changement de mode d'endommagement, ces échantillons ont été immergés dans une solution de NaCl à 0,7 M à 25°C sur une durée plus longue soit 24 heures. La Figure III-30 présente les observations de ces échantillons à l'issue de ces immersions.



**Figure III-30 : Observations au microscope optique après une immersion de 24 h dans une solution NaCl 0,7 M des échantillons (a) 0H (b) 3H (c) et 9H.**

Ces observations confirment qu'il y a effectivement un changement dans le mode d'endommagement entre l'échantillon 3H et l'échantillon 9H. Afin d'expliquer cette transition d'une sensibilité de l'alliage 2050 à la corrosion intergranulaire vers une sensibilité à la corrosion intragranulaire, une schématisation de la distribution des potentiels de corrosion propres aux différents éléments microstructuraux caractéristiques de l'alliage 2050 est proposée à la Figure III-31. Lorsque l'alliage 2050 est à l'état T34, le potentiel du joint de grains est plus cathodique que celui de la matrice (Figure III-31-a) du fait de la présence de précipités  $T_1$  intergranulaires alors qu'aucun ou très peu de précipités  $T_1$  sont observés dans le grain. Lorsque l'alliage est exposé à un environnement agressif, il y a donc corrosion au niveau du joint de grains : l'alliage est sensible à la corrosion intergranulaire. Lorsqu'un

traitement de revenu à 155°C est appliqué à l'alliage 2050 T34, les précipités  $T_1$  germent dans le grain. Il va donc y avoir apparition de zones ayant un comportement anodique au sein du grain (zones schématisées en gris foncé en Figure III-31-b) comme aux joints de grains. Effectivement, la teneur en cuivre de la solution solide diminue ce qui entraîne un décalage du potentiel de corrosion de la solution solide vers des potentiels plus cathodiques ; toutefois, le potentiel de corrosion de la solution solide reste plus anodique que celui des précipités  $T_1$ . Ainsi, lorsque l'alliage est exposé à un électrolyte, le grain est sensible à la corrosion au niveau des précipités  $T_1$  mais, d'un point de vue global, l'alliage reste sensible à la corrosion intergranulaire (alliage T34 + 3 heures). En revanche, lorsque la durée du revenu est prolongée (échantillon revenu pendant 9 heures à 155°C), la densité de précipités  $T_1$  et la teneur en cuivre de la solution solide sont telles qu'il y a en quelque sorte une homogénéisation du potentiel de corrosion du grain, dans son ensemble, vers des potentiels plus cathodiques (Figure III-31-c). La différence de potentiel de corrosion entre le grain et le joint de grains est certainement très faible : l'alliage est maintenant sensible à la corrosion intragranulaire.

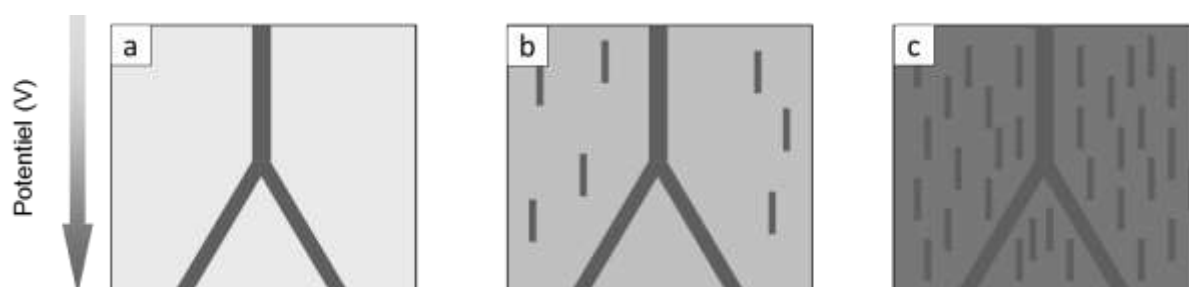


Figure III-31 : Schématisation de l'évolution de la distribution de potentiels de corrosion propres aux différents éléments microstructuraux caractéristiques de l'alliage 2050 au cours du revenu à 155°C (a) Etat T34 (b) Echantillon 3H et (c) Echantillon 9H.

## 4. Synthèse

Ce chapitre a été consacré à la caractérisation de la microstructure, des propriétés mécaniques et du comportement en corrosion, de l'alliage 2050 dans deux états métallurgiques, les états T34 et T34, PT. L'état T34 correspond à l'état de réception des tôles avant soudage et l'état T34, PT correspond à l'état métallurgique après le traitement thermique post soudage.

Dans son état métallurgique T34, l'alliage 2050 présente très peu de précipités durcissants dans le grain. Ceci se traduit par des propriétés mécaniques assez faibles. Pour ce qui concerne le comportement en corrosion, la présence de précipités  $T_1$  au niveau des joints de

grains de l'alliage 2050-T34 le rend sensible à la corrosion intergranulaire. L'exposition du plan L-TL de la tôle au milieu NaCl limite l'effet de cette corrosion intergranulaire. En effet, la corrosion intergranulaire se propage très peu dans l'épaisseur avant de s'étendre plus largement suivant la direction L, ce qui limite l'épaisseur affectée par la corrosion. L'application d'une contrainte de traction, dans la direction L de la tôle, lorsque l'alliage est immergé dans une solution agressive, n'a pas d'influence sur la morphologie de la corrosion observée et sur les cinétiques par comparaison à ce qui est observé en l'absence de sollicitation mécanique. En revanche, une contrainte de compression semble, quant à elle, ralentir la propagation de la corrosion intergranulaire. Il faut noter cependant que ces résultats ne concernent que les essais réalisés en exposant le plan L-TL, plan qui ne constitue pas le plan d'exposition le plus néfaste pour la corrosion sous contrainte.

Dans son état métallurgique T34, PT, l'alliage 2050 présente une forte densité de précipités  $T_1$  dans le grain comme aux joints de grains. La forte précipitation intragranulaire se traduit par une augmentation des caractéristiques mécaniques de l'alliage par rapport aux propriétés mesurées à l'état T34. Bien entendu, les modifications microstructurales liées au post traitement ont aussi un impact sur le comportement en corrosion de l'alliage 2050. La phase  $T_1$  est électrochimiquement très active. Lorsqu'à partir d'un état T34, on augmente la densité de précipités  $T_1$  dans le grain du fait du maintien de l'alliage à une température de 155°C, la teneur en cuivre de la solution solide est abaissée. Ces deux processus – modification de la teneur en cuivre et augmentation de la densité de précipités  $T_1$  – entraînent un déplacement du potentiel de corrosion du grain vers des potentiels plus cathodiques et une plus grande sensibilité du grain à la corrosion. La différence de potentiel de corrosion entre le grain et les joints de grains étant réduite et la sensibilité à la corrosion du grain accrue, l'alliage 2050-T34 devient sensible à la corrosion intragranulaire. On observe donc une durée de revenu seuil, égale à 9 heures de maintien à 155 °C, à partir de laquelle l'alliage 2050-T34 perd sa sensibilité à la corrosion intergranulaire pour devenir sensible à la corrosion intragranulaire. Cette forme de corrosion se propage suivant la direction TC mais aussi suivant la direction L au cours du temps. L'application d'une contrainte mécanique, que ce soit de traction ou de compression, n'entraîne pas de changement de morphologie de corrosion et ne favorise ni ne freine la propagation de la corrosion dans l'épaisseur.

Dans tous les cas, on retiendra que l'alliage 2050, à l'état T34, PT, qui est l'état métallurgique dans lequel l'alliage 2050 sera utilisé, n'est sensible qu'à la corrosion intragranulaire et que les profondeurs affectées par cette forme de corrosion restent faibles.



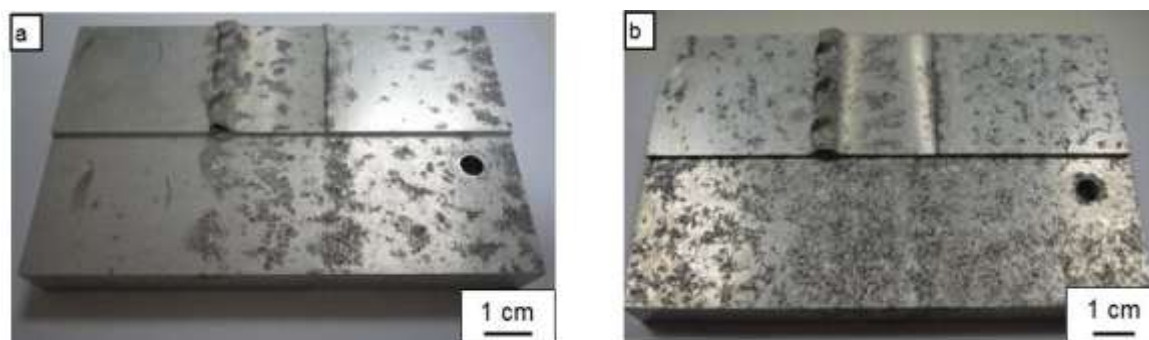
## CHAPITRE IV : COMPORTEMENT EN CORROSION DES JOINTS SOUDÉS PAR FRICTION STIR WELDING (FSW)

1	Introduction .....	151
2	Structures des joints soudés FSW .....	152
2.1	Présentation des joints soudés FSW étudiés .....	152
2.2	Macrostructure d'un joint soudé FSW .....	152
2.3	Microstructures dans les joints soudés .....	157
2.3.1	Effets du procédé de soudage – Joint soudé T34 OPT .....	157
2.3.2	Effets du post-traitement thermique – Joint soudé T34 OPT post traité .....	160
3	Propriétés mécaniques des joints soudés .....	164
3.1	Propriétés mécaniques du joint dans son ensemble .....	164
3.2	Propriétés mécaniques locales .....	167
3.2.1	Cartographies de dureté .....	167
3.2.2	Essais de microtraction .....	171
3.2.3	Contraintes résiduelles .....	174
4	Comportement en corrosion .....	176
4.1	Comportement en corrosion des joints soudés .....	176
4.2	Comportement en corrosion des zones prises individuellement .....	179
4.2.1	Comportement électrochimique .....	179
4.2.2	Alliages modèles .....	186
4.3	Comportement en corrosion du joint soudé : couplages galvaniques .....	191
4.3.1	Couplage MB/ZAT .....	192
4.3.2	Couplage NS/ZAT .....	194
4.3.3	Couplage MB/NS .....	196
4.3.4	Limitation du couplage galvanique .....	202
4.4	Comportement en corrosion sous contrainte des joints soudés .....	204
4.4.1	Comportement en corrosion sous contrainte du joint soudé T34 OPT .....	205
4.4.2	Comportement en corrosion sous contrainte du joint soudé post-traité .....	209
5	Synthèse .....	213



## 1 Introduction

Ce chapitre est consacré à l'étude du comportement en corrosion des joints soudés obtenus par Friction Stir Welding (FSW) pour un alliage 2050-T34. Deux types d'assemblages soudés sont présentés : le joint soudé de tôles 2050 à l'état T34 et ce même joint post traité à 155 °C pendant 30 heures. Pour étudier le comportement en corrosion de ces joints, un test de corrosion accélérée classiquement utilisé dans le milieu industriel a été mis en œuvre dans un premier temps. Ce test, appelé test Mastmaasis Wet Bottom, consiste à exposer les pièces à un brouillard acétique ; il a été appliqué aux deux types de joints soudés par EADS Innovation Works – Suresnes, partenaire du programme de recherche dans le cadre duquel s'inscrit cette thèse. Des plaques soudées ont été exposées à ce brouillard avant et après avoir été rectifiées afin d'estimer l'influence du bourrelet présent sur la surface supérieure du joint soudé sur le résultat du test. A l'issue de ces essais, des observations macroscopiques ont été réalisées ; les résultats sont présentés à la Figure IV-1



**Figure IV-1 : Observations de la partie supérieure (côté épaulement) des joints soudés par FSW de l'alliage d'aluminium-lithium 2050-T34 après 750 h d'exposition en brouillard salin acétique de type Mastmaasis Wet Bottom. Essais réalisés par EADS Innovation Works. (a) Joint soudé sans post-traitement thermique (b) Joint soudé avec post-traitement thermique de 30 h à 155 °C**

Dans le cas d'un joint soudé 2050-T34 non post-traité thermiquement (Figure IV-1-a), une forte localisation de l'endommagement est observée au niveau de l'épaulement, c'est-à-dire dans la ZAT/ZATM. En revanche, après le post-traitement thermique, la corrosion semble généralisée sur l'ensemble du cordon de soudure (Figure IV-1-b). Ainsi, le comportement en corrosion des tôles assemblées par FSW diffère non seulement en fonction des zones (différentes zones du cordon soudé et métal de base) mais également en fonction du traitement thermique post soudage. Le but du présent chapitre est donc d'étudier l'influence



du procédé de soudage et du post-traitement thermique sur la microstructure, les propriétés mécaniques et le comportement en corrosion des assemblages soudés FSW.

## **2 Structures des joints soudés FSW**

Cette partie est consacrée d'une part aux conséquences du soudage sur la microstructure de l'alliage 2050-T34 pour générer le joint soudé et d'autre part à l'influence du traitement thermique post-soudage sur la microstructure du joint obtenu.

### **2.1 Présentation des joints soudés FSW étudiés**

Les joints soudés étudiés ici ont été préparés par EADS IW qui dispose d'un banc de soudage FSW. Les tôles utilisées pour réaliser les assemblages soudés sont celles étudiées dans le chapitre III de ce manuscrit c'est-à-dire des tôles d'alliage d'aluminium-lithium 2050 à l'état T34, obtenues par laminage. Lors du soudage, deux tôles sont accolées l'une à l'autre, bord à bord, et l'outil est déplacé le long de l'axe de jointure entre les deux tôles sur le plan L-TL des tôles. La soudure est faite parallèlement à la direction de laminage des tôles. Par souci de confidentialité, les conditions de soudage utilisées ne peuvent pas être précisées. Elles ont été fixées après de nombreuses études réalisées au sein d'EADS IW visant à déterminer l'influence des paramètres de soudage sur les propriétés en fatigue des assemblages soudés. Ces conditions sont dites optimisées. Comme dit dans l'introduction, deux types de joints soudés ont été étudiés : des joints soudés obtenus directement par soudage FSW des tôles d'alliage 2050-T34 et des joints soudés obtenus après post-traitement de 30 h à 155 °C des joints précédents. Dans la suite du chapitre, par souci de lisibilité, ces joint soudés seront respectivement désignés sous la forme T34 OPT (le terme OPT désignant les conditions de soudage dites optimisées) et T34 OPT post-traité. Pour les joints T34 OPT post traités, le maintien à 155°C est précédé d'une rampe de montée en température depuis l'ambiante . Pour les deux types de joints soudés, l'épaisseur est celle des tôles soit une épaisseur finale de 15 mm : dans le cadre de l'étude, les joints soudés ne sont pas rectifiés après soudage.

### **2.2 Macrostructure d'un joint soudé FSW**

Les joints soudés obtenus par FSW, avec et sans post-traitement, présentent différentes zones plus ou moins discernables. La Figure IV-2-a présente une vue globale d'un joint soudé T34 OPT post traité obtenue par observation au microscope optique dans le plan TL-TC des tôles assemblées. A cette échelle-là, les mêmes observations peuvent être faites pour le joint

soudé T34 OPT. La présence et les caractéristiques microstructurales de chacune des zones observées sur les joints soudés sont une conséquence directe du procédé de soudage. En effet, lors du processus de friction-malaxage, l'augmentation de la température et la déformation de la matière engendrées par la rotation et l'avancée du pion entraînent, au sein du joint, des modifications de la microstructure initiale de la tôle (celle du métal de base) d'autant plus marquées que l'on se rapproche du centre de la soudure. C'est ce gradient de modifications microstructurales, depuis le centre de la soudure jusqu'au bord des tôles assemblées, qui est à l'origine des différentes zones observables sur un joint soudé FSW.

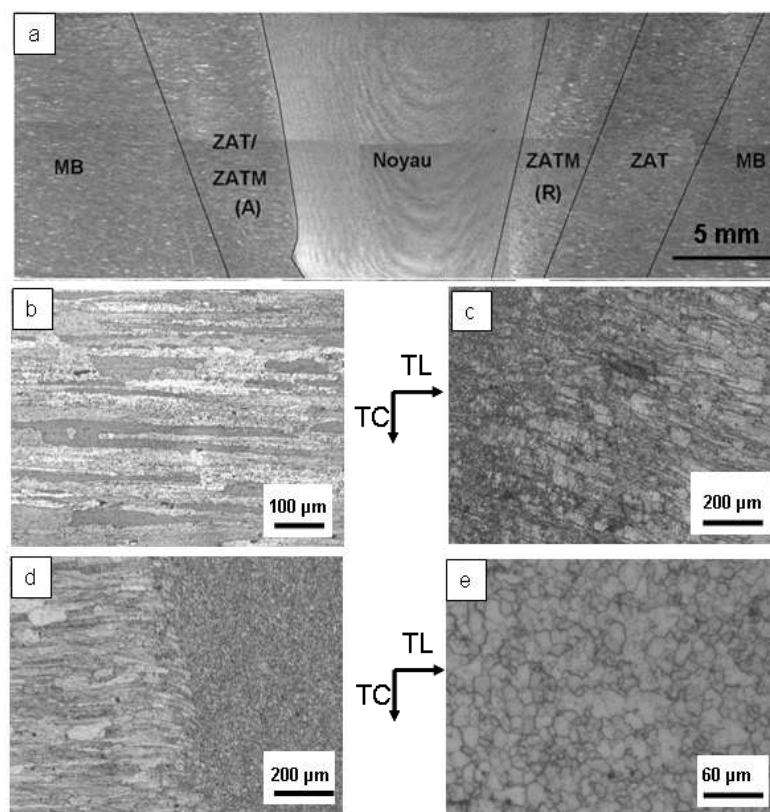


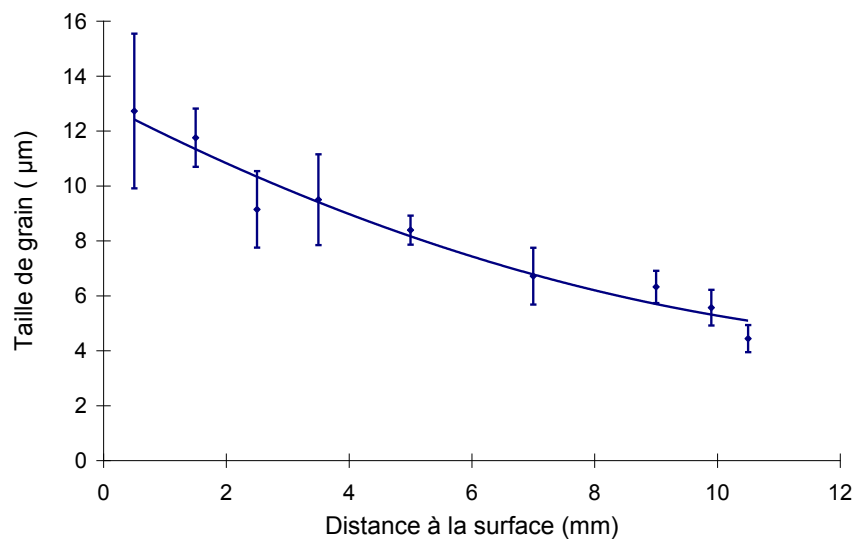
Figure IV-2 : Micrographies du joint soudé T34 OPT post-traité après attaque au réactif de Keller (a) vue globale dans le plan TL-TC, (b) MB (c) ZATM côté retreating (d) ZAT/ZATM côté advancing (e) Noyau soudé dans le plan TL-TC.

Ainsi, très loin du cordon de soudure, on retrouve le métal de base, désigné par la suite MB, qui présente une anisotropie de forme et de taille de grains induite par le procédé de laminage des tôles (Figure IV-2-b). Pour rappel, les tailles de grains mesurées dans les différentes directions de la tôle par la méthode des intercepts sont synthétisées dans le Tableau III-2 du chapitre précédent. La microstructure de cette zone n'est pas affectée, à l'échelle de la Figure

IV-2-b soit celle du microscope optique, par le procédé de soudage par rapport à la microstructure caractéristique de la tôle utilisée.

Après le métal de base, la première zone rencontrée en périphérie externe du joint du côté Retreating (côté où le pion « chasse » la matière et crée un bourrelet) est une zone qui n'a été affectée que thermiquement par le procédé de soudage et qui est usuellement appelée ZAT-R (Zone Affectée Thermiquement côté Retreating). Jariyaboon *et al* [67] ont montré que, dans cette zone, la température peut atteindre un pic situé entre 250 °C et 350 °C (Figure I-29) lors du soudage du fait de la déformation mais aussi à cause du phénomène de friction. Cependant, il est impossible, à l'échelle du microscope optique, de distinguer cette zone du métal de base ; effectivement, les changements microstructuraux induits par l'élévation de température dans cette zone lors du soudage concernent l'état de précipitation du métal, ce qui n'est repérable qu'à des échelles beaucoup plus fines. Ensuite, en se rapprochant du centre du cordon de soudure, une nouvelle zone affectée à la fois thermiquement et mécaniquement par le mouvement du pion apparaît. Cette zone est dénommée ZATM-R (Zone Affectée Thermomécaniquement côté Retreating). Elle est aisément identifiable de par la forme de ses grains qui sont très fortement écrouis (Figure IV-2-c) et semble s'étaler sur une largeur d'environ 2 mm. Il est toutefois difficile de localiser précisément la transition entre la ZAT et la ZATM. Du côté Advancing, cette distinction ZATM-A (Zone Affectée Thermo mécaniquement côté Advancing) et ZAT-A (Zone Affectée Thermiquement côté Advancing) est encore plus difficile du fait de la faible taille de la ZATM qui ne semble s'étendre que sur 200-300 µm environ (Figure IV-2-d). Au vu des observations micrographiques (Figure IV-2-c et d), il apparaît que la désorientation géométrique, c'est-à-dire l'angle formé par les grains dans la ZATM et ceux présents dans le MB, est la même du côté Advancing et du côté Retreating ; effectivement, l'angle formé entre les grains présents dans la ZATM et la direction TL du métal de base vaut environ  $25^\circ \pm 5$  côté Advancing comme côté Retreating.

Pour terminer la description de ce joint soudé, il s'agit d'observer le centre de la soudure, appelé noyau soudé (NS), qui a, quant à lui, subi une très forte déformation et vu simultanément une température relativement élevée lors du passage du pion. Ces deux effets engendrés par le phénomène de friction-malaxage conduisent à un processus de recristallisation dynamique qui génère l'apparition dans le noyau soudé de nouveaux grains équiaxes (Figure IV-2-e). Leur taille, déterminée par la méthode des intercepts, varie de 17 µm près de la face supérieure de la tôle (plan L-TL) à environ 4 µm sur la face opposée (Figure IV-3), pour le joint soudé T34 OPT comme pour le joint soudé T34 OPT post traité.



**Figure IV-3 : Evolution de la taille de grains en fonction de la distance à la surface supérieure de la tôle (plan de laminage des tôles c'est-à-dire plan L-TL) dans le noyau soudé T34 OPT post traité.**

La taille de grains dans le noyau soudé diminue donc de la face supérieure à la face inférieure du joint, donc selon une direction perpendiculaire au plan de soudage. Ce résultat a déjà été mentionné par différents auteurs pour des alliages d'aluminium soudés par FSW [83, 84]. Cette diminution de la taille de grains est induite par un gradient de température entre le haut et le bas du noyau soudé généré par le frottement de l'épaulement du pion qui empêche notamment l'évacuation de la chaleur. Ainsi, ces résultats suggèrent que la microstructure du noyau soudé est relativement complexe et hétérogène ce qui est certainement dû aux mouvements de matière autour du pion lors du soudage. Cette microstructure fera l'objet d'une description détaillée au chapitre V. Toutefois, quelques précisions sont déjà apportées ici. Par exemple, une observation des trois plans caractéristiques du noyau soudé est présentée à la Figure IV-4. Bien entendu, chacun des plans caractéristiques du joint soudé correspond aux mêmes plans caractéristiques des deux tôles assemblées.

La Figure IV-4 correspond à une observation en lumière polarisée au microscope optique d'un échantillon du noyau soudé T34 OPT après attaque électrochimique dans une solution de  $\text{HBF}_4$ . Cette attaque combinée à ce mode d'observation permet de révéler l'orientation cristallographique des grains et par là même des évolutions de texture si elles existent. Les mêmes observations ont été réalisées pour le noyau soudé T34 OPT post traité.

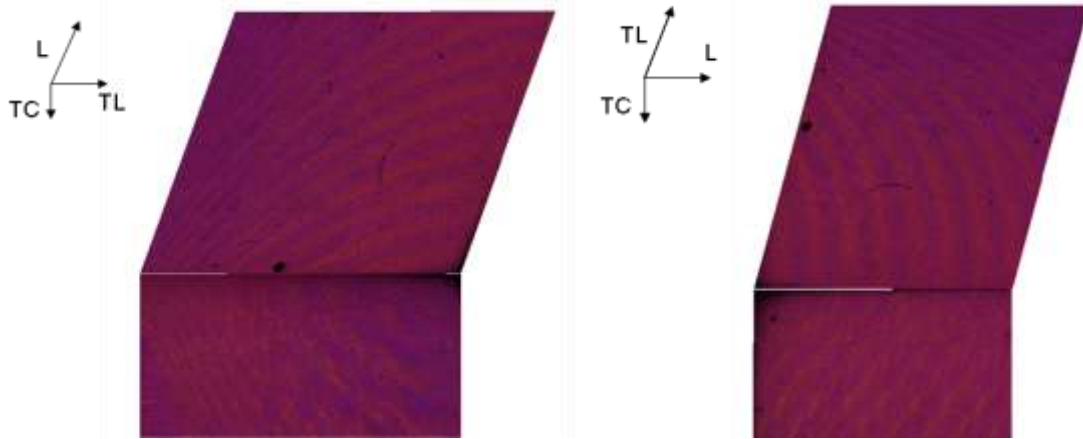


Figure IV-4 : Observations au microscope optique en lumière polarisée des différents plans L-TL, L-TC et TL-TC du NS T34 OPT après attaque électrochimique dans une solution  $\text{HBF}_4$

La Figure IV-4 met en évidence la présence, dans le noyau soudé, de bandes communément appelées Onion Rings. Ce sont, en réalité, des enveloppes à trois dimensions. Dans les plans TL-TC et L-TL, ces onion rings apparaissent comme des arcs de cercle. En revanche, lorsqu'on les observe dans le plan L-TC, ils sont sous la forme de « bandes » à  $45^\circ$  par rapport à la direction de soudage. D'après Kumar [89], ces bandes proviendraient de la prise de passe de l'outil qui « arrache » une partie de la matière en un tour puis la replace derrière le pion. Ces résultats révèlent donc l'existence de bandes de textures différentes qui doivent correspondre au pas de l'outil si l'on se réfère aux travaux de Kumar. Effectivement, la distance inter-bandes mesurée sur les clichés obtenus en microscopie optique est égale à  $500 \mu\text{m}$  ce qui est tout à fait cohérent avec le pas de l'outil.

Ces premières observations par microscopie optique ont permis d'identifier et de localiser les grandes zones des cordons de soudure et le métal de base. Toutefois, à cette échelle-là, comme cela a été dit précédemment, il est très difficile de distinguer la ZAT du métal de base puisque l'élévation de la température lors du soudage dans la ZAT ne va impacter que l'état de précipitation dans cette zone comparativement à ce qui peut être observé dans le métal de base. Des observations à des échelles plus fines sont donc nécessaires pour compléter la caractérisation microstructurale de ces joints soudés.

## 2.3 Microstructures dans les joints soudés

### 2.3.1 Effets du procédé de soudage – Joint soudé T34 OPT

Les états de précipitation dans chaque zone du joint soudé T34 OPT (donc sans post traitement thermique) ont été caractérisés par microscopie électronique en transmission (MET) afin d'analyser les changements microstructuraux générés par les transformations thermiques et mécaniques liées au soudage. Pour mieux appréhender ces évolutions microstructurales, quelques résultats obtenus pour la tôle d'alliage 2050 à l'état T34 sont rappelés pour comparaison. Il est important de noter ici que les clichés MET obtenus sur cette tôle sont comparables à ceux obtenus sur la partie métal de base du joint soudé T34 OPT. Le soudage n'a donc pas induit de modification de la précipitation loin du cordon de soudure. On ne commentera donc pas davantage la microstructure de la partie métal de base du joint soudé, toutes les informations utiles ayant déjà été données dans le chapitre III.

Ainsi, la première zone du joint soudé analysée est la ZAT. Les mêmes résultats ont été obtenus côtés advancing et retreating. De plus, compte-tenu des difficultés relevées pour distinguer ZAT et ZATM d'une part et ZAT et MB d'autre part, les lames minces observées au MET ont été prélevées assez près du noyau soudé pour éviter d'effectuer un prélèvement dans le métal de base, mais sur des grains à priori non écrouis pour ne pas faire de prélèvement dans la ZATM. Par ailleurs, vu ces difficultés, la ZATM n'a pas été étudiée au MET. Ces précautions étant prises, l'ensemble des observations réalisées au MET pour ce qui concerne la précipitation intragranulaire et intergranulaire présente dans la ZAT est donnée à la Figure IV-5 avec pour comparaison des clichés réalisés dans le métal de base à l'état T34 avant soudage. La comparaison des clichés correspondant respectivement au métal de base (Figure IV-5-a) et à la ZAT (Figure IV-5-b) montre que l'augmentation de la température causée par le phénomène de friction lors du soudage entraîne, dans la ZAT, la formation de précipités durcissants de type  $T_1$  ( $Al_2CuLi$ ) intragranulaires dont la densité reste néanmoins assez faible mais toutefois bien supérieure à celle observée dans le métal de base. De plus, la taille des précipités  $T_1$  observés dans la ZAT est plus importante que celle des mêmes précipités présents dans le métal de base. Dans le métal de base à l'état T34, la longueur des précipités est d'environ  $32 \pm 5$  nm alors que dans la ZAT, ces précipités atteignent une longueur d'environ  $180 \pm 60$  nm.

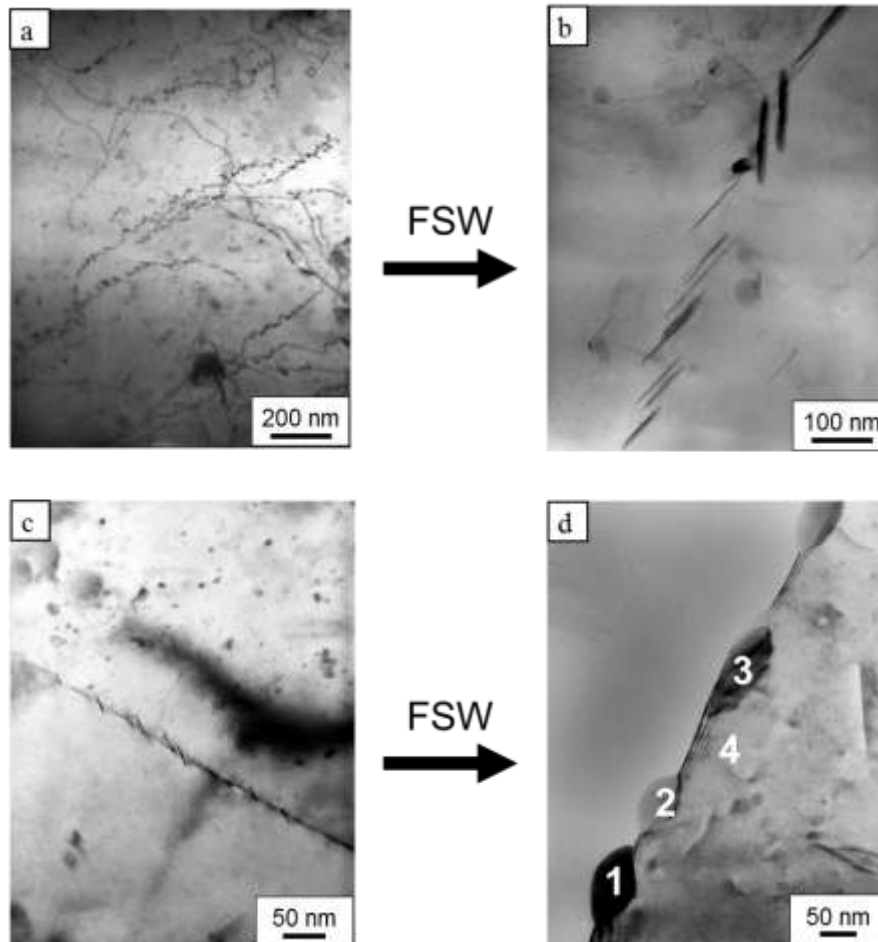


Figure IV-5 : Observations MET de la précipitation intragranulaire (a) dans le métal de base à l'état T34 avant soudage (b) dans la ZAT formée lors du soudage - de la précipitation intergranulaire (c) dans le métal de base à l'état T34 avant soudage (d) dans la ZAT formée lors du soudage.

Le précipité sphérique visible sur la Figure IV-5-b a été analysé par EDX. La composition chimique de cette phase est, en pourcentage atomique, 95% Al, 2% Cu, 3% Zr et 0,3% Ag. Il s'agit donc des précipités  $Al_3Zr$  déjà observés dans le métal de base. D'après le diagramme binaire Al-Zr, la température de solubilité de la phase  $Al_3Zr$  est de  $1019^{\circ}C$  [120], température très supérieure à la température atteinte dans la ZAT. Par ailleurs, au niveau des joints de grains, l'augmentation de la température dans la ZAT du fait du soudage entraîne la formation de nombreux précipités qui ont été analysés par EDX. Les précipités 1 et 2 (Figure IV-5-d) présentent une composition chimique (pourcentage atomique) correspondant à 80% Al, 11% Cu, 5% Mg, 2,5% Ag et 0,7% Si pour le premier et 77% Al, 13% Cu, 6% Mg et 0,8% Si pour le deuxième. Le précipité dénommé 3 sur le cliché est légèrement différent puisqu'il ne contient pas de magnésium. Sa composition chimique est 87% Al, 13% Cu et 0,2% Ag. Les joints de grains de la ZAT du joint soudé T34 OPT sont donc décorés de nombreux précipités

riches en cuivre. De plus, une analyse EDX en bordure du joint de grains (pointé 4) a été effectuée et révèle un appauvrissement en cuivre dans cette zone avec une composition correspondant à 98% Al, 1,6% Cu et 0,3% Ag. Cet appauvrissement en cuivre le long du joint de grains corrélé à cette précipitation intergranulaire peut d'ores et déjà laisser présager une relative sensibilité à la corrosion intergranulaire de la ZAT dans le joint T34 OPT. En effet, un couplage galvanique entre le joint de grains riche en précipités et la zone appauvrie en cuivre peut apparaître.

Pour ce qui concerne le centre de la soudure, c'est-à-dire le noyau soudé, qui voit à la fois une élévation de la température mais aussi une forte déformation, il est, comme décrit précédemment, le siège de transformation structurale importante des grains induite par un phénomène de recristallisation dynamique. Toutefois, toujours par rapport au métal de base T34, aucune différence notable semble apparaître pour ce qui concerne les précipités durcissants comme le montrent les micrographies de la Figure IV-6-a. De rares précipités durcissants  $T_1$  intragranulaires sont observés dans le métal de base comme dans le noyau soudé. Seules des boucles de dislocations, observées dans le noyau soudé (Figure IV-6-b) à l'issue du soudage, semblent distinguer métal de base et noyau soudé pour ce qui concerne les grains. Par ailleurs, en termes de précipitation intergranulaire, les fins précipités  $T_1$  observés au niveau des joints de grains du métal de base (Figure IV-6-c) ont laissé place à des précipités de formes différentes (Figure IV-6-d). Une analyse EDX de ces derniers montre qu'ils sont riches en cuivre avec une composition voisine de 93% Al-7% Cu, 89% Al-11% Cu et 82%Al-18% Cu, pour les précipités repérés 1, 2 et 3 respectivement. La présence de ces précipités aux joints de grains du noyau soudé devrait avoir des conséquences sur le comportement en corrosion de cette zone ce qui sera analysé plus en détail dans le chapitre V. Ces résultats montrent donc que la température atteinte dans le noyau soudé lors du soudage, de l'ordre de 480 °C selon Jariyaboon *et al* [67] pour leurs conditions de soudage, n'est pas suffisante pour remettre en solution les intermétalliques présents dans le métal de base.



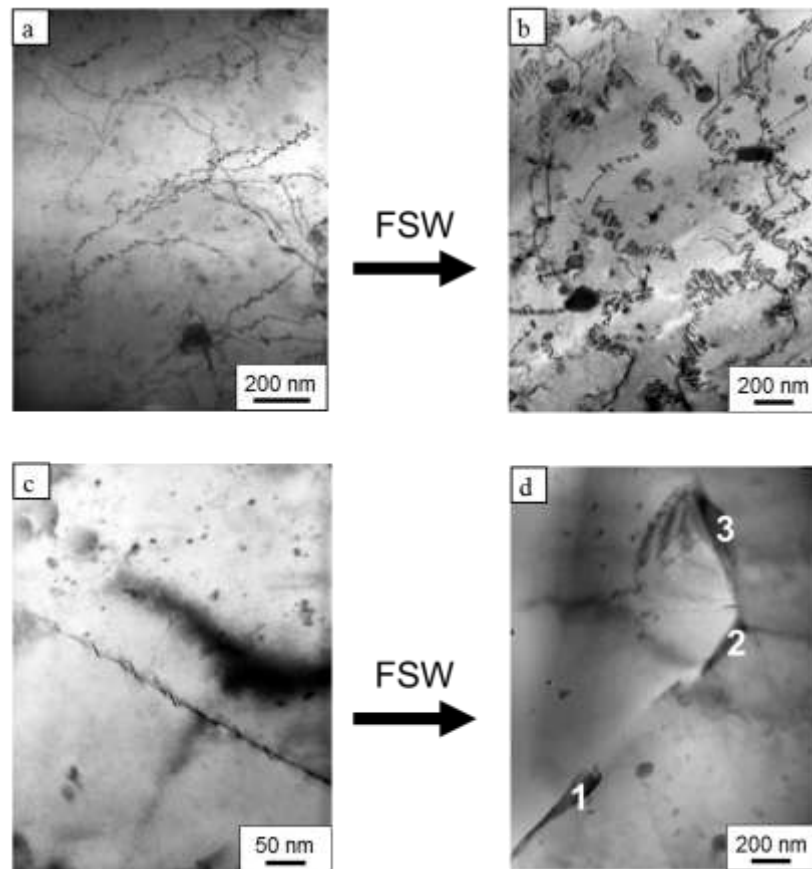


Figure IV-6 : Observations MET de la précipitation intragranulaire (a) dans le métal de base à l'état T34 avant soudage (b) dans le noyau soudé après soudage - de la précipitation intergranulaire (c) dans le métal de base à l'état T34 avant soudage (d) dans le noyau soudé après soudage.

### 2.3.2 Effets du post-traitement thermique – Joint soudé T34 OPT post traité

Comme nous l'avons montré en introduction de ce chapitre, les joints soudés post-traités présentent un comportement en corrosion différent de celui des joints non traités thermiquement après soudage. Cela suggère donc que le traitement thermique post soudage a un impact sur la microstructure du joint soudé. C'est dans le but de comprendre cette différence de comportement en corrosion notamment que des observations MET ont été réalisées dans la ZAT et le noyau soudé du joint soudé T34 OPT post traité. Comme pour le métal de base du joint soudé T34 OPT, les observations au MET du métal de base du joint soudé T34 OPT post traité sont comparables à celles réalisées sur la tôle d'alliage 2050-T34, PT ; les résultats obtenus ne sont donc par rappelés ici et le lecteur peut se reporter au chapitre III pour mémoire.

Les observations au MET de la ZAT du joint soudé T34 OPT post traité sont présentées à la Figure IV-7. Des clichés obtenus pour le joint soudé T34 OPT sont reportés pour

comparaison. Le post-traitement thermique entraîne une précipitation plus importante à la fois dans les grains (Figure IV-7-b) et au niveau des joints de grains (Figure IV-7-d). Ainsi, la quantité de précipités  $T_1$  présents dans les grains de la ZAT est bien plus importante après le post traitement thermique ; toutefois, la comparaison avec la Figure III-15 montre que la densité de précipités  $T_1$  intragranulaires dans la ZAT du joint soudé T34 OPT post traité est plus faible que celle observée dans le métal de base de ce même joint. Ceci dit, il existe, dans la ZAT, une zone adjacente aux joints de grains présentant une densité de précipités plus faible, c'est-à-dire une PFZ. La présence de cette dernière peut donc laisser supposer une sensibilité à la corrosion intergranulaire pour la ZAT du joint soudé T34 OPT post traité.

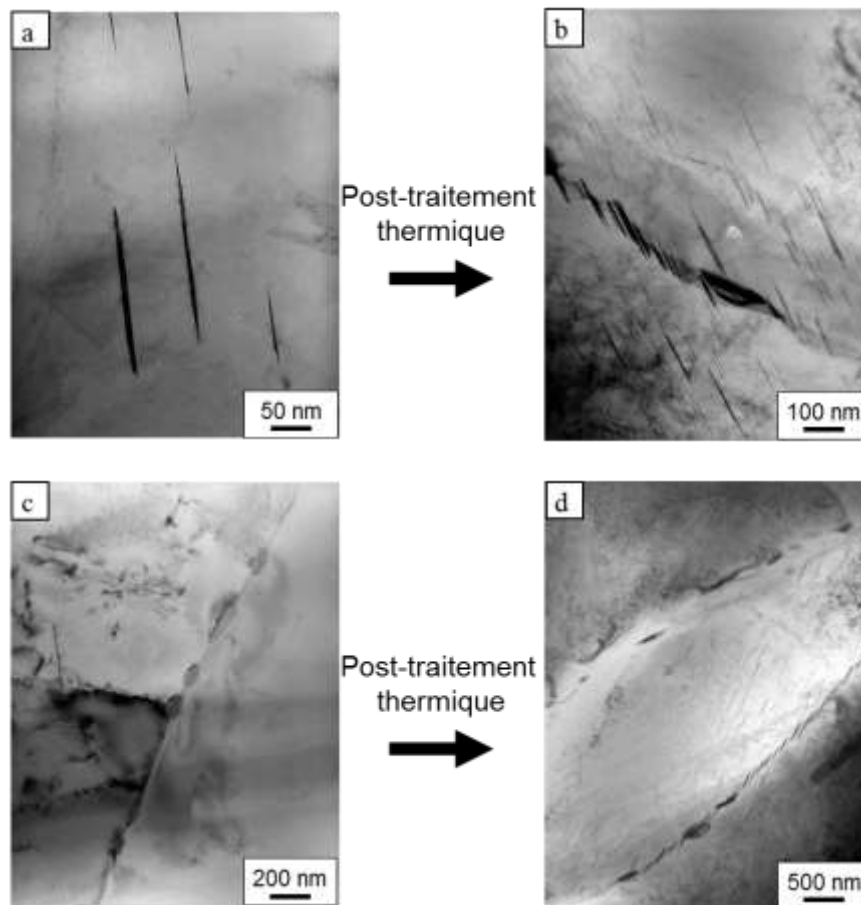
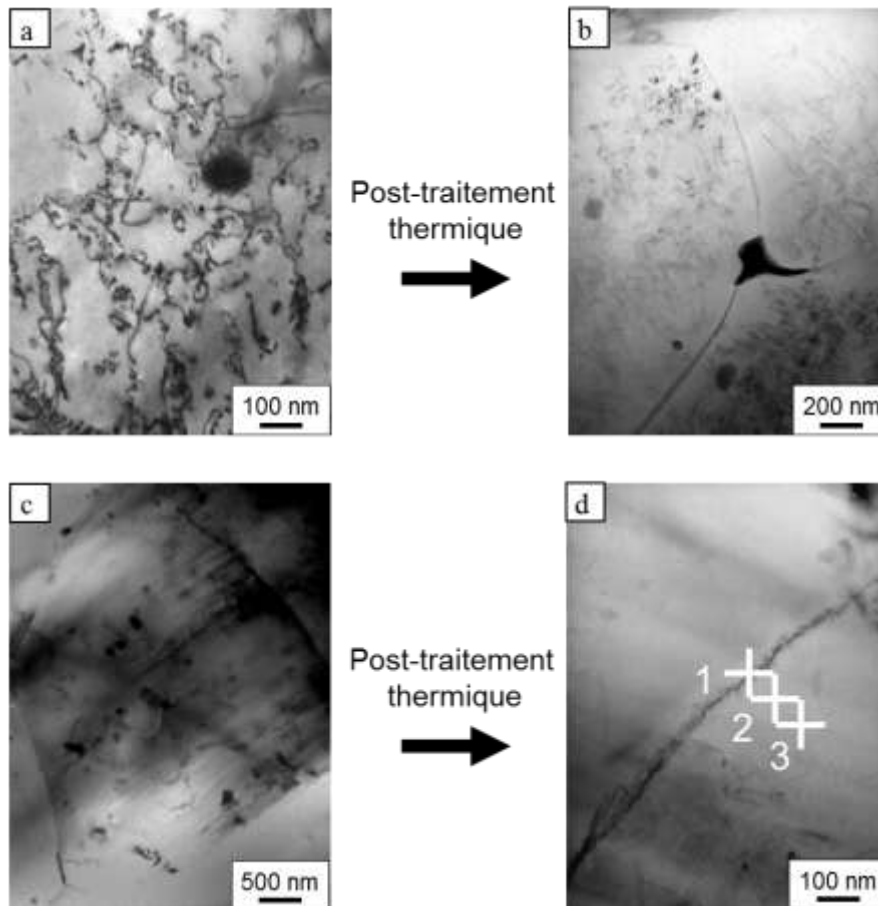


Figure IV-7 : Observations MET - de la précipitation intragranulaire (a) dans la ZAT du joint soudé T34 OPT (b) dans la ZAT du joint soudé T34 OPT post traité - de la précipitation intergranulaire (c) dans la ZAT du joint soudé T34 OPT (d) dans la ZAT du joint soudé T34 OPT post traité.

La Figure IV-8 présente l'influence du post-traitement thermique sur la microstructure du noyau soudé. Comme nous pouvons le constater sur la Figure IV-8-b, les réseaux de dislocations initialement présents dans le noyau soudé du joint T34 OPT (Figure IV-8-a) ont

disparu, laissant place à un grand nombre de précipités  $T_1$  qui, selon Cassada *et al* [7], précipitent de manière préférentielle sur les dislocations.



**Figure IV-8 : Observations MET de la précipitation intragranulaire (a) dans le noyau soudé du joint soudé T34 OPT (b) et dans le noyau soudé du joint soudé T34 OPT post traité - de la précipitation intergranulaire (c) dans le noyau soudé du joint soudé T34 OPT (d) et dans le noyau soudé du joint soudé T34 OPT post traité.**

Cette précipitation intragranulaire s'accompagne aussi d'une précipitation intergranulaire (Figure IV-8-b et Figure IV-8-d). La formation de précipités aux joints de grains du noyau soudé entraîne l'apparition d'une PFZ pour le joint T34 OPT post traité comme le montrent les analyses chimiques EDX locales réalisées (pointés repérés sur la Figure IV-8-d). Effectivement, un appauvrissement en cuivre de la zone adjacente aux joints de grains est observé avec des teneurs en cuivre de 6.5% pour le pointé 1, 0.65% pour le pointé 2 et 1.35% pour le pointé 3. La présence de cette PFZ risque d'entraîner une sensibilité à la corrosion intergranulaire du noyau soudé du joint T34 OPT post traité.

Pour compléter ces analyses et observations, il est intéressant de faire référence aux résultats obtenus par le SIMAP à Grenoble dans le cadre du projet ANR CORALIS. Effectivement, afin de cartographier la précipitation sur l'ensemble du joint soudé T34 OPT post-traité, ce partenaire a réalisé des mesures SAXS (Small Angles X Ray Scattering). Les résultats obtenus à l'aide de cette technique sont présentés à la Figure IV-9. Ce type de cartographie permet de quantifier la quantité de précipités  $T_1$  et  $\theta'$  présents dans le cordon de soudure. Les résultats montrent que le métal de base du joint soudé T34 OPT post traité possède une densité de précipités plus importante que la soudure (ZAT, ZATM, noyau soudé). Effectivement, la densité de précipités diminue dans la ZAT ce qui est lié à la coalescence de ces particules, leur taille étant plus importante dans cette zone comme cela a été dit précédemment. La plus faible densité de précipités durcissants est atteinte dans le noyau soudé, la diminution de la densité de précipitation dans cette zone étant attribuée à un retard à la précipitation des phases  $T_1$ .

Il existe donc un gradient en terme de densité de précipités  $T_1$  et  $\theta'$  entre les différentes zones du joint soudé T34 OPT post traité. De plus, il faut noter que le noyau soudé présente lui aussi un gradient de densité de précipitation. En effet, la partie haute du noyau soudé présente une plus grande quantité de précipités durcissants que la partie basse.

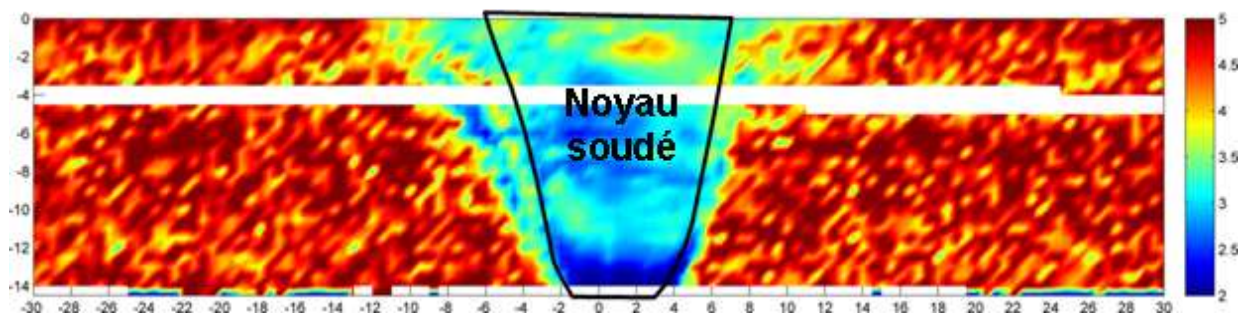


Figure IV-9 : Cartographie SAXS de la densité de précipitation des phases  $T_1$  et  $\theta'$  dans le joint soudé T34 OPT post-traité thermiquement [121].

Pour résumer, ce paragraphe a montré que les joints soudés, post-traités ou non, présentaient des microstructures hétérogènes, tant à l'échelle mésoscopique avec la présence de différentes zones, c'est-à-dire les MB, ZAT, ZATM et NS, qu'à l'échelle microscopique avec une forte précipitation intergranulaire et intragranulaire. Bien entendu, la présence de ces différentes zones mais aussi d'un gradient de précipitation d'une zone à une autre va entraîner des comportements mécaniques et en corrosion hétérogènes selon les zones des joints soudés.

### 3 Propriétés mécaniques des joints soudés

#### 3.1 Propriétés mécaniques du joint dans son ensemble

Les propriétés mécaniques globales des joints soudés FSW T34 OPT et T34 OPT post-traité ont été étudiées par le biais d'essais de traction en les comparant à celles du MB, dans l'état métallurgique correspondant, dans le plan TL-TC, c'est-à-dire dans la direction transverse par rapport à la direction de soudage *i.e.* la direction TL. Un schéma du plan de prélèvement des éprouvettes de traction est donné à la Figure IV-10.

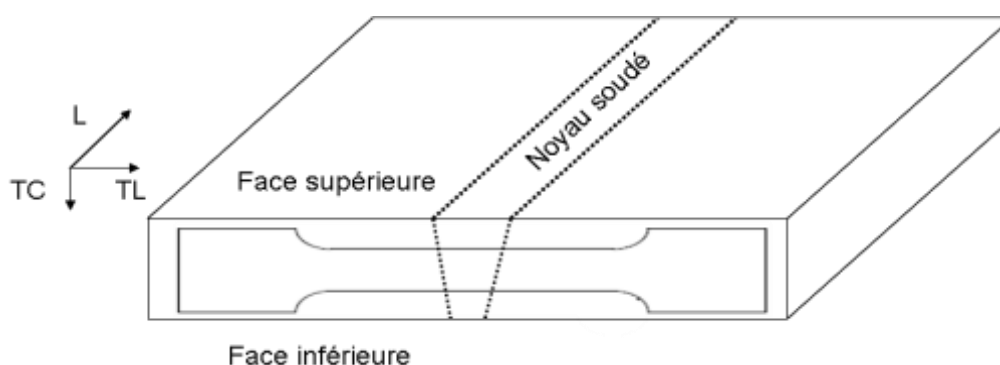


Figure IV-10 : Schématisation du prélèvement des éprouvettes de traction pour étudier le comportement mécanique du joint soudé dans sa globalité.

Ce type d'essai va donc solliciter mécaniquement le métal de base, la ZAT-ZATM et le noyau soudé. Lors de ces essais, un suivi du champ des déplacements par corrélation d'images a été réalisé dans l'ensemble du joint soudé en fonction de l'effort imposé. Une courbe de traction et les cartographies des déformations tracées, sur une demi-éprouvette, pour divers cas de chargement repérés sur la courbe de traction, sont proposées à la Figure IV-11 pour le joint soudé T34 OPT. Sur la droite de la courbe de traction globale, une illustration du fût de l'éprouvette avec le mouchetis utilisé est présentée. Les cartographies de champ de déformation montrent tout d'abord de faibles gradients de déformation à l'intérieur de chacune des zones sollicitées du joint (MB, ZAT-ZATM, NS) ainsi que depuis la surface supérieure vers la surface inférieure du joint. Pour ce qui concerne le gradient de déformation entre les deux faces du joint, il peut être attribué à la géométrie de ce dernier (forme en V) et aux gradients de taille de grains relevés (Figure IV-3). Ensuite, de manière plus globale, on relève que la déformation n'est pas uniformément répartie dans l'ensemble du joint soudé. Ainsi, au cours du chargement mécanique, la déformation maximale semble se localiser dans la ZAT-ZATM côté face inférieure. Pour la charge maximale imposée, juste avant rupture

(état 4 sur la courbe de traction), la ZATM présente la plus forte déformation, avec un taux de déformation de 11,5 %, alors que le taux de déformation du métal de base n'est que de 6 %. Il s'agit ici de noter que la contrainte maximale du joint soudé non post-traité est de 350 MPa, alors que celle du métal de base est de 420 MPa. De plus, la limite d'élasticité du métal de base étant de 290 MPa, il se trouve dans son domaine plastique au moment de la rupture de l'éprouvette. Par conséquent, lorsque la rupture se produit dans la ZAT-ZATM, le métal de base est déformé plastiquement.

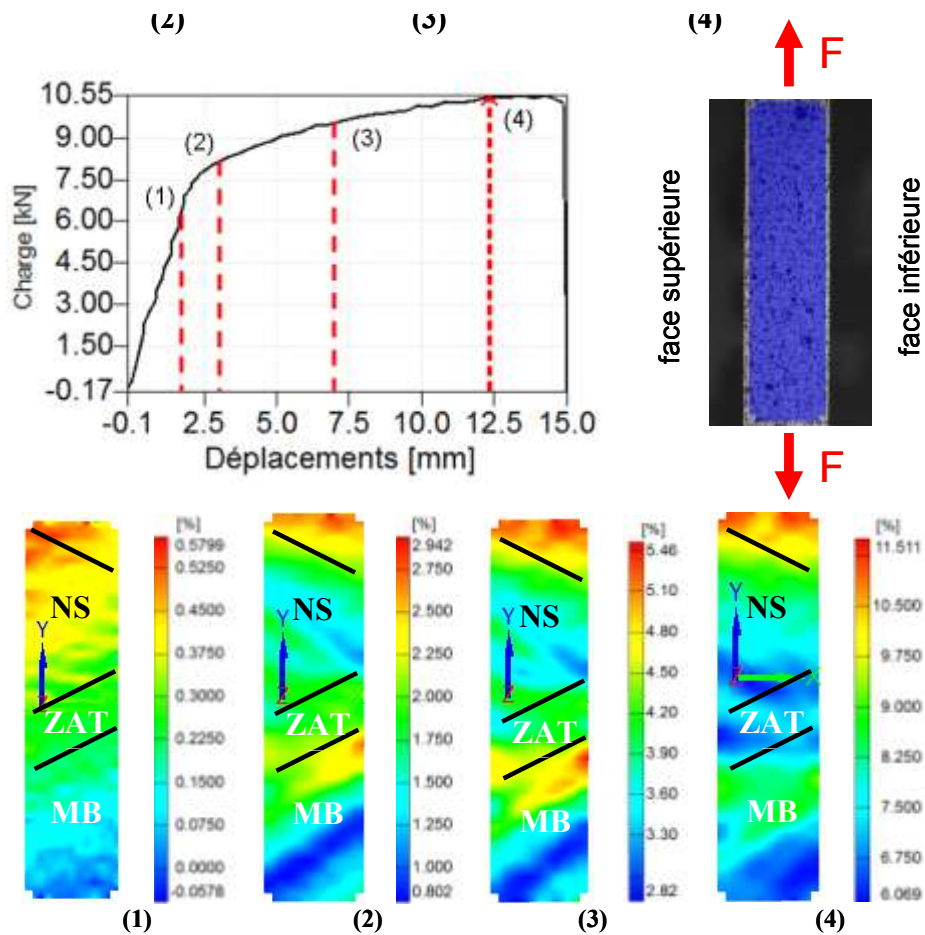


Figure IV-11 : Courbe de traction obtenue pour un joint soudé T34 OPT. Fût de l'éprouvette avec son mouchetis. Cartographies des champs de déformation, tracées sur une demi-éprouvette, pour différents états de chargement mécanique repérés sur la courbe de traction. Sur ces cartographies, les différentes zones du joint soudé sont repérées. Remarque : l'échelle de couleur varie d'une figure à l'autre.

Le post-traitement thermique, comme nous l'avons vu dans le paragraphe précédent, induit des modifications dans la précipitation au niveau des différentes zones du cordon de soudure. Ces évolutions microstructurales ne vont pas être sans conséquence sur les propriétés mécaniques du joint soudé post traité. Ainsi, comme pour le joint soudé T34 OPT, les

propriétés mécaniques du joint soudé T34 OPT post traité ont été étudiées. La Figure IV-12 montre une courbe de traction obtenue pour ce joint soudé ainsi qu'une image du fût de l'éprouvette avec son mouchetis. Des cartographies de déformation pour différents niveaux de chargement repérés sur la courbe de traction ont été réalisées dans le joint post traité et sont représentées pour une demi-éprouvette.

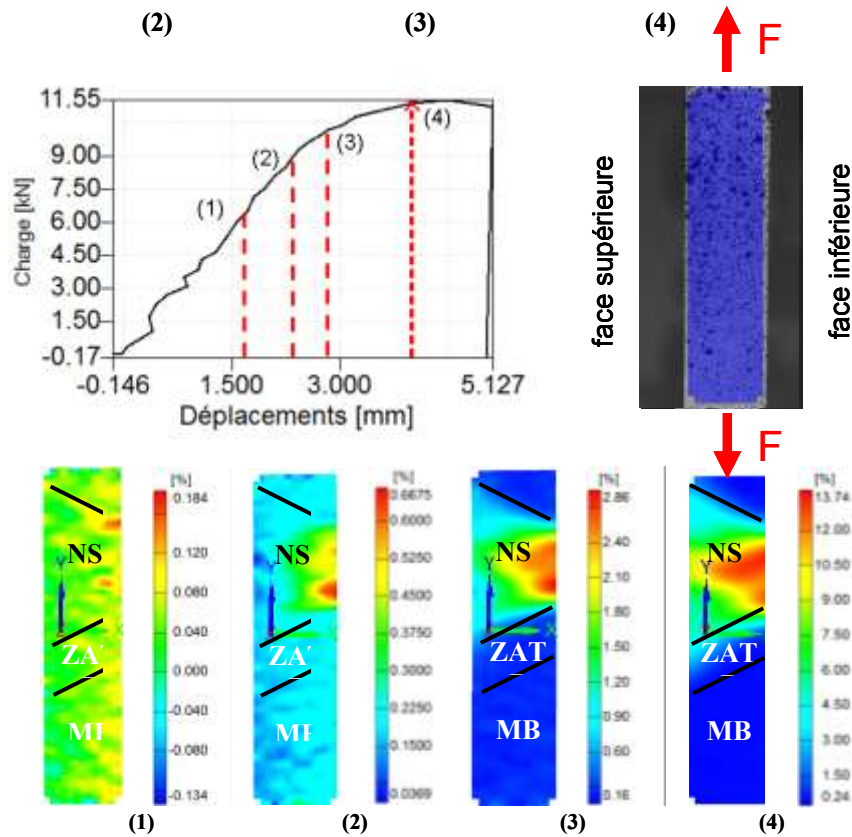


Figure IV-12 : Courbe de traction obtenue pour un joint soudé T34 OPT post traité. Fût de l'éprouvette avec son mouchetis. Cartographies des champs de déformation, tracées sur une demi-éprouvette, pour différents états de chargement mécanique repérés sur la courbe de traction. Sur ces cartographies, les différentes zones du joint soudé sont repérées. Remarque : l'échelle de couleur varie d'une figure à l'autre.

Comme pour le joint soudé T34 OPT, la déformation n'est pas répartie de manière homogène sur l'ensemble du joint. De plus, on peut relever que le gradient de déformation est beaucoup plus important, pour le joint soudé T34 OPT post traité par rapport au joint T34 OPT, entre les différentes zones du joint et entre la face supérieure et la face inférieure de celui-ci. La déformation est principalement localisée dans le noyau soudé ; elle se localise dès les premiers instants de chargement dans le NS sur la face inférieure du joint pour s'étendre ensuite dans tout le NS. On peut noter ici que le gradient de déformation dans le noyau soudé entre faces inférieure et supérieure pourrait être attribué à la géométrie du joint et à la

variation de taille de grains entre les deux faces comme pour le joint soudé T34 OPT. Toutefois, ce gradient est ici plus marqué et cela est certainement dû au gradient de précipitation mis en évidence par le SIMAP (Figure IV-9). Pour terminer, on peut noter que, juste avant rupture, la déformation maximale dans le noyau est voisine de 14 % alors qu'elle est de l'ordre de 0,2 % dans le métal de base. Ce dernier se trouve donc déformé dans le domaine élastique lorsque le joint se rompt.

Les résultats obtenus ont mis en évidence de fortes différences de comportement mécanique d'une zone à une autre, pour les deux types de joint, avec, toutefois, une hétérogénéité de comportement plus forte pour le joint T34 OPT post traité. Pour compléter cette analyse, il semble donc important d'étudier les propriétés mécaniques de chaque zone des joints soudés T34 OPT et T34 OPT post traité.

### **3.2 Propriétés mécaniques locales**

Dans le but de caractériser plus précisément le comportement mécanique des différentes zones présentes dans les joints soudés, des essais d'indentation instrumentée à différentes échelles et des essais de microtraction ont été réalisés pour les deux joints soudés FSW, c'est-à-dire les joints T34 OPT et T34 OPT post traité.

#### **3.2.1 Cartographies de dureté**

La dureté des différentes zones des joints soudés sans ou avec post traitement thermique a été déterminée. Pour cela, des cartographies d'indentation instrumentée ont été réalisées à l'aide d'une machine Zwick ZHU250 dans le plan TL-TC des joints ; environ 400 essais Vickers HV<sub>0.2</sub> (sous une charge de 200 g) ont été effectués pour chaque joint, l'espace inter-indentants étant respectivement de 1 mm et 2 mm suivant les directions TL et TC. Les cartographies sont présentées à la Figure IV-13.

La cartographie de dureté du joint T34 OPT (Figure IV-13-a) ne met pas en évidence de gradient marqué dans et entre les différentes zones. Ces mesures sont donc en adéquation avec les observations MET qui ont montré qu'il y avait trop peu de précipités durcissants de type T<sub>1</sub> dans les différentes zones du joint soudé pour induire un changement de dureté d'une zone à une autre. En revanche, la cartographie du joint post traité (Figure IV-13-b) montre un fort gradient de dureté entre les différentes zones du joint soudé. Cela confirme le fort gradient de propriétés mécaniques dans les différentes zones observé précédemment (Figure IV-12). La dureté du noyau soudé est très inférieure à celle du métal de base ce qui peut s'expliquer par



le fait que la densité de précipités  $T_1$  est plus faible dans le noyau soudé. De plus, on observe une dureté plus faible en bas du noyau soudé par rapport à la partie supérieure du noyau soudé ce qui peut être corrélé aux variations de densités de précipités  $T_1$  à l'intérieur du noyau soudé mises en évidence par le SIMAP (Figure IV-9). Une évolution de la taille de grains dans le noyau soudé avait aussi été relevée avec un grain plus petit dans la partie inférieure du noyau ce qui aurait pu conduire à une augmentation de la dureté de cette zone, en référence à la loi de Hall-Petch. Les résultats montrent donc que les propriétés mécaniques des différentes zones du joint semblent principalement pilotées par la présence ou l'absence de précipités  $T_1$  et non par exemple par la taille de grains.

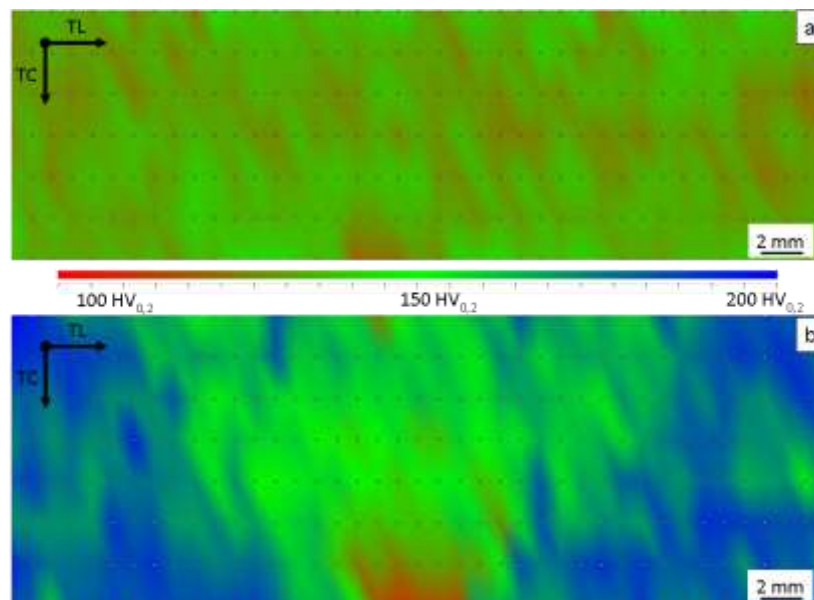


Figure IV-13 : (a) Cartographie de dureté du joint soudé T34 OPT (b) cartographie de dureté du joint soudé T34 OPT post-traité

Des mesures de dureté complémentaires, à plus faible charge (déplacement imposé de 2  $\mu$ m dans l'épaisseur) ont été réalisées afin de confirmer ces évolutions de propriétés mécaniques dans les joints en relation avec des états de précipitation différents. La Figure IV-14 montre l'évolution de la dureté dans le plan TL-TC du joint soudé T34 OPT pour différentes positions dans l'épaisseur de la tôle soudée. La filiation qualifiée de haut se situe à une distance de 1,5 mm sous la surface supérieure (côté épaulement), celle qualifiée de milieu concerne une filiation réalisée au centre de la tôle et enfin la filiation dénommée bas concerne les mesures réalisées à 2 mm au-dessus de la surface inférieure. Quelle que soit la zone de la tôle analysée, l'allure des trois courbes est identique. La dureté est constante dans l'ensemble du joint soudé ce qui confirme les résultats obtenus précédemment

Pour le joint soudé T34 OPT post traité (Figure IV-15), le profil de dureté dans la direction TL du joint est très différent avec une dureté qui diminue depuis le métal de base jusqu'au noyau soudé pour atteindre sa valeur minimale dans cette dernière zone. Dans le métal de base, la formation de précipités durcissants de type  $T_1$  permet d'expliquer l'augmentation de la dureté de cette zone par rapport à la valeur de dureté mesurée pour cette même zone dans le joint sans post traitement thermique.

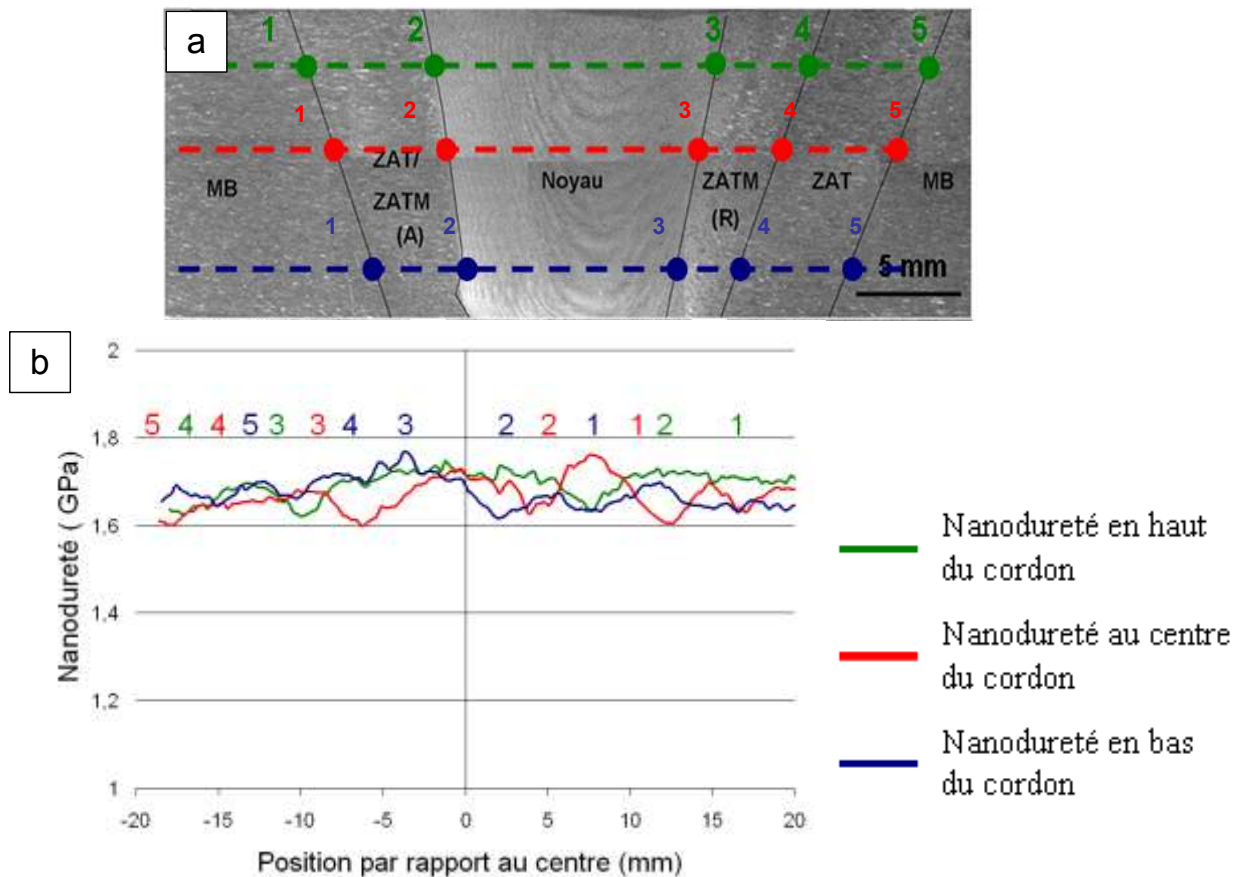


Figure IV-14 : (a) Observation en microscopie optique du joint soudé T34 OPT. Repérage des zones de mesures de dureté. (b) Profils de dureté selon la direction TL pour le joint soudé T34 OPT. Les profils ont été tracés pour différentes positions dans l'épaisseur du joint (plan TL-TC).

Pour le joint soudé T34 OPT post traité, la dureté chute au niveau de la ZAT, tout en restant supérieure à la dureté de la même zone du joint T34 OPT. Ceci est dû à une fraction volumique plus faible de précipités durcissants  $T_1$  dans la ZAT par rapport à ce qui est observé dans le métal de base du même joint. En revanche, le post traitement thermique ayant induit la formation de précipités  $T_1$  dans la ZAT, celle-ci est plus dure que la ZAT du joint T34 OPT. Enfin, comme dit précédemment, la dureté du joint soudé T34 OPT post traité atteint sa valeur minimale dans le noyau soudé avec une valeur égale en moyenne à ce qui est

mesuré pour la même zone du joint T34 OPT. Ceci s'explique par la faible précipitation de  $T_1$  dans le noyau soudé suite au post traitement thermique. Toutefois, alors que la dureté du noyau soudé non post traité est homogène et de l'ordre de 1,6 GPa, celle du joint post traité thermiquement augmente de 1,6 GPa sur la face inférieure à 1,9 GPa sur la face supérieure. Comme cela avait été remarqué précédemment, cette évolution de dureté ne peut pas être expliquée par un effet de taille de grains selon la loi de Hall Petch puisque la taille de grains diminue au contraire du haut (17  $\mu\text{m}$ ) vers le bas (4  $\mu\text{m}$ ) dans le noyau soudé post traité. Elle ne peut s'expliquer que par un gradient de précipitation comme l'ont montré les cartographies réalisées par SAXS (Figure IV-9) au SIMAP dans le cadre du programme CORALIS.

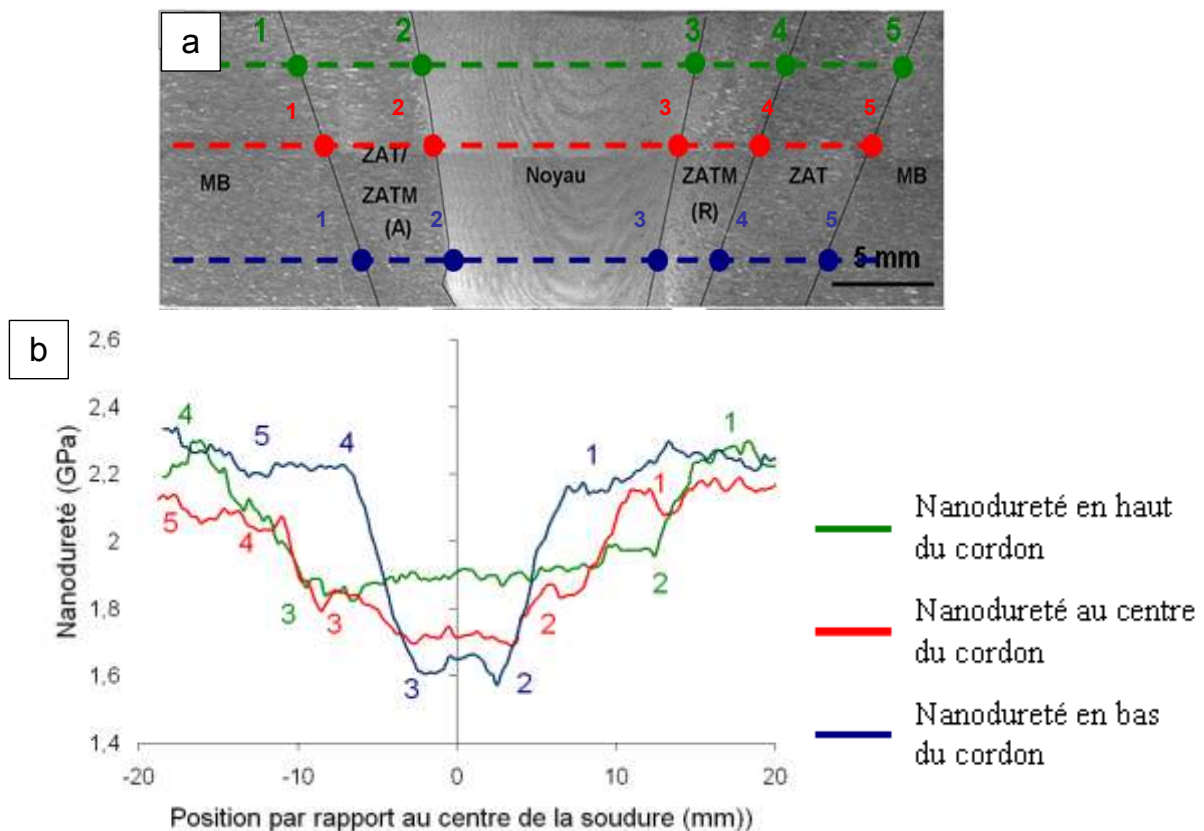


Figure IV-15 : (a) Observation en microscopie optique du joint soudé T34 OPT post traité. Repérage des zones de mesures de dureté. (b) Profils de dureté selon la direction TL pour le joint soudé T34 OPT post traité. Les profils ont été tracés pour différentes positions dans l'épaisseur du joint (plan TL-TC).

Tous les résultats obtenus précédemment pour ce qui concerne les propriétés mécaniques des joints soudés convergent donc et mettent en évidence une forte influence de l'état de précipitation sur les propriétés des différentes zones du joint, avec en particulier le rôle des précipités  $T_1$  intragranulaires. Pour terminer cette analyse, des essais de microtraction ont été

réalisés dans chaque zone des joints soudés afin de préciser leur comportement mécanique en traction et d'estimer quantitativement les grandeurs caractéristiques des propriétés mécaniques en traction de chacune de ces zones.

### 3.2.2 Essais de microtraction

Les essais de microtraction ont été réalisés à l'aide d'une platine de traction microtest 5000 W de chez DEBEN dans les différentes zones du joint soudé et dans le métal de base. Le sens de prélèvement des éprouvettes et leur géométrie sont précisés à la Figure IV-16.

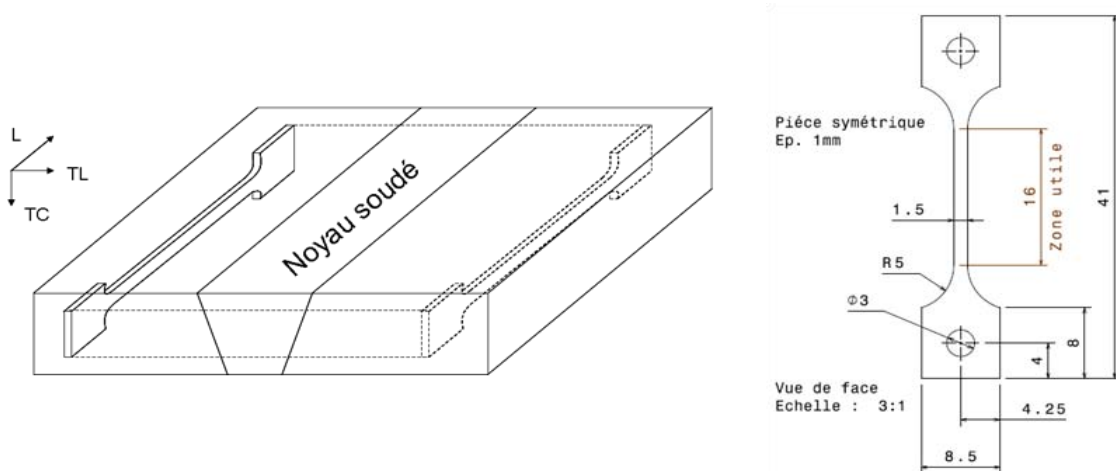


Figure IV-16 : Schématisation du sens de prélèvement et géométrie des éprouvettes de microtraction.

Pour les deux types de joint soudé, les évolutions de la limite d'élasticité, de la résistance maximale et enfin de l'allongement à rupture en fonction de la position par rapport au centre de la soudure ont été déterminées (Figure IV-17 et Figure IV-18).

Les résultats concernant le joint T34 OPT sont présentés à la Figure IV-17. On peut observer que les courbes concernant l'évolution de la limite d'élasticité et de la résistance maximale ont une allure similaire. Elles présentent toutes les deux un minimum au même endroit, situé à l'interface ZATM/NS coté advancing ce qui permet d'expliquer d'une part la légère concentration de déformation observée dès les premiers instants de chargement dans cette zone et la rupture à cette interface lors de l'essai de traction réalisé sur le joint soudé dans sa globalité (Figure IV-11). Par ailleurs, les faibles variations observées pour ces deux grandeurs entre les différentes zones du joint soudé sont en accord avec les cartographies et les profils de dureté réalisés (Figure IV-13-a et Figure IV-14).

La comparaison des Figure IV-17 et Figure IV-18 montre que le post traitement thermique modifie les propriétés mécaniques de chaque zone, et en particulier la résistance maximale et la limite d'élasticité, de manière plus ou moins marquée. Ainsi, la résistance maximale ainsi

que la limite d'élasticité augmentent largement dans le métal de base post traité, par comparaison au métal de base sans post traitement, pour atteindre respectivement 510 MPa et 465 MPa.

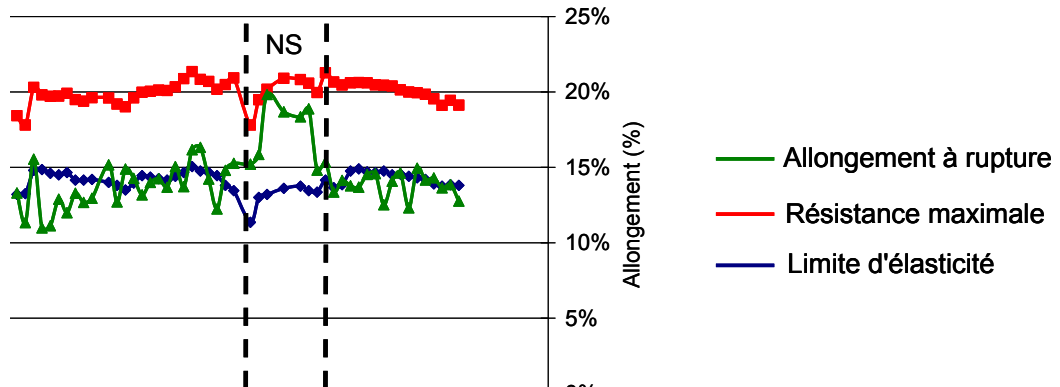


Figure IV-17 : Evolution de la limite d'élasticité, de la résistance maximale et de l'allongement à rupture en fonction de la position par rapport au centre de la soudure pour le joint soudé T34 OPT.

Ceci est en accord avec les résultats de dureté et les observations au MET et doit être mis en relation avec la formation des précipités  $T_1$  lors du post traitement. L'évolution des propriétés mécaniques avec le post-traitement est plus complexe pour le noyau soudé puisque sa contrainte maximale reste quasiment constante alors que sa limite d'élasticité augmente légèrement jusqu'à 313 MPa, par rapport aux valeurs mesurées pour le noyau soudé sans post-traitement thermique. L'absence d'évolution de la contrainte maximale peut être imputée au mécanisme de rupture du noyau soudé qui lui n'est pas impacté par le traitement thermique post soudage contrairement à la limite d'élasticité qui dépend fortement de l'état de précipitation et du niveau de contraintes internes. Par ailleurs, on peut observer, pour le joint soudé T34 OPT post traité (Figure IV-18), que la résistance maximale et la limite d'élasticité chutent quand on se déplace du métal de base vers le noyau soudé en accord avec tous les résultats obtenus précédemment pour ce qui concerne les propriétés mécaniques.

Cependant, il est intéressant de noter que la résistance maximale du noyau soudé est inférieure à la limite d'élasticité du MB. La déformation plastique est donc localisée dans le joint et le MB ne fait que transmettre l'effort.

Pour ce qui concerne l'allongement à rupture, dans le joint soudé T34 OPT, il est intéressant de noter qu'il reste constant quand on se déplace du métal de base vers la ZAT. En revanche,

il augmente fortement dans le noyau soudé. Ce résultat peut s'expliquer en partie par la morphologie des grains, équiaxes dans le noyau soudé et très fortement élançés dans la direction de laminage des tôles pour le métal de base et la ZAT. De plus, on peut avancer que la forte déformation du noyau induite par le procédé de soudage a pu induire une fragmentation des plus grosses inclusions retardant ainsi la rupture ductile. On observe la même évolution de l'allongement à rupture le long du joint soudé T34 OPT post traité mais, de manière générale, les valeurs mesurées sont plus basses quelle que soit la zone considérée. La diminution des valeurs des allongements à rupture avec le post traitement peut s'expliquer en faisant référence à l'augmentation de la limite d'élasticité de l'alliage quelle que soit la zone considérée en relation avec la précipitation de la phase  $T_1$  (Figure IV-8-b et Figure IV-8-d). De plus, compte-tenu du fait que la limite d'élasticité augmente moins dans le noyau soudé comparativement aux deux autres zones, du fait d'un retard à la précipitation de  $T_1$  dans le noyau, on observe logiquement une chute moins importante de l'allongement à rupture dans cette dernière zone.

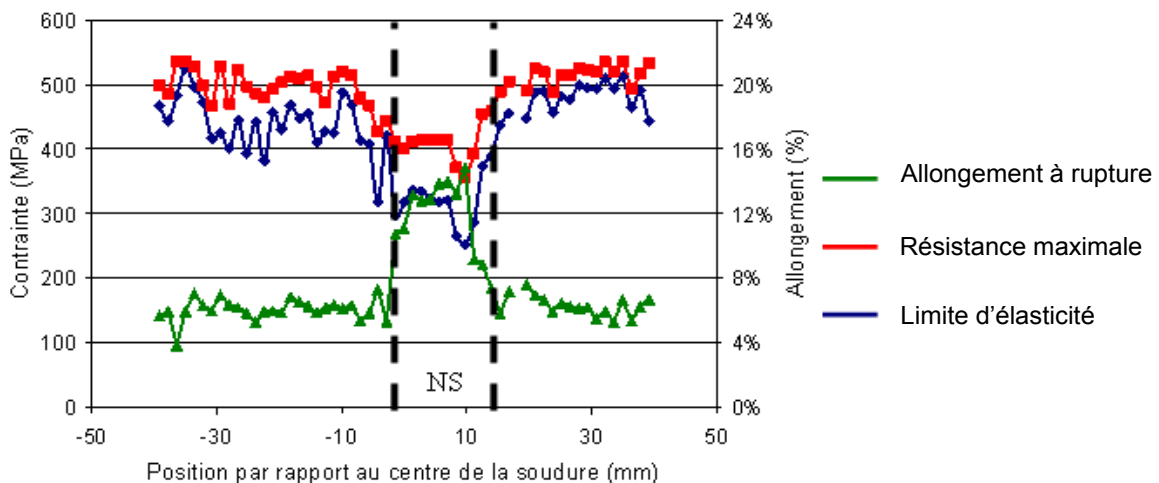


Figure IV-18 : Evolution de la limite d'élasticité, de la résistance maximale et de l'allongement à rupture en fonction de la position par rapport au centre de la soudure pour le joint soudé T34 OPT post traité

Le Tableau IV-1 donne une synthèse des propriétés mécaniques du métal de base et du noyau soudé pour les joints T34 OPT et T34 OPT post traité.

Bien entendu, le comportement mécanique propre à chaque zone permet d'expliquer le comportement du joint dans sa globalité lors d'un essai de traction suivant la direction TL. Ainsi, lors du chargement mécanique du joint, le métal de base reste dans son domaine élastique alors que le noyau soudé est déjà sollicité dans son domaine plastique.

**Tableau IV-1 : Synthèse des propriétés mécaniques mesurées dans le métal de base et le noyau soudé des joints soudés T34 OPT et T34 OPT post-traité.**

	Rm MB (MPa)	Re <sub>0,2</sub> MB (MPa)	Allongement MB (%)	Rm mini NS (MPa)	Rm moyen NS (MPa)	Re <sub>0,2</sub> NS (MPa)	Allongement NS (%)
T34 OPT	394±13	284±9	13,5±1,1	356	383±3	250±4	17±2,5
T34 OPT post traité	509±19	464±35	6,1±0,7	356	406±16	313±25	13±0,8

### 3.2.3 Contraintes résiduelles

Afin de compléter l'analyse de l'influence du traitement thermique post soudage sur les propriétés mécaniques des joints soudés, les contraintes résiduelles ont été déterminées par diffraction de rayons X dans différentes zones (MB, ZAT, ZATM, NS) localisées à mi-épaisseur des joints soudés T34 et T34 OPT post traité comme indiqué à la Figure IV- 19a.

Les variations de distance interréticulaire entre les plans (331) de la solution solide  $\alpha$  riche en aluminium ont servi de base pour calculer ces contraintes en prenant comme paramètres  $\frac{1}{2} S_2 = 19,00$  1/TPa et  $S_1 = -4,87$  1/TPa.

Les variations de contraintes résiduelles suivant les directions TL et TC dans le plan TL-TC sont respectivement présentées dans les Figure IV- 19-b et Figure IV- 19-c. D'un point de vue global et ce, quelle que soit la zone analysée, les contraintes résiduelles dans ce plan sont de compression. Leurs valeurs, comprises entre - 30 et - 170 MPa, sont relativement faibles [101-102-45]. Comme le soulignent Mishra *et al* [59], elles ne représentent que 20 à 50 % de la limite d'élasticité du métal de base. On remarquera que les contraintes les plus élevées se situent dans la zone de transition ZAT-ZATM. Cette dernière observation est conforme à ce que montrent toutes les études concernant la répartition des contraintes résiduelles dans les joints FSW.

Pour ce qui concerne plus particulièrement les contraintes résiduelles calculées dans le joint T34 OPT post traité, leurs valeurs sont très proches de celles calculées pour le joint T34 OPT. Seules les valeurs des contraintes correspondant à la direction TC dans la ZAT sont plus élevées. Cette augmentation très significative de la contrainte selon la direction TC dans la

ZAT, à la suite du traitement thermique post soudage, est difficilement explicable. Elle révèle tout au plus des fluctuations de contraintes résiduelles au sein du joint soudé.

L'ensemble de nos résultats est en accord avec ceux de Pouget *et al* [95] qui ont montré que le traitement thermique post-soudage n'entraînait qu'une légère diminution des contraintes résiduelles présentes dans le joint soudé.

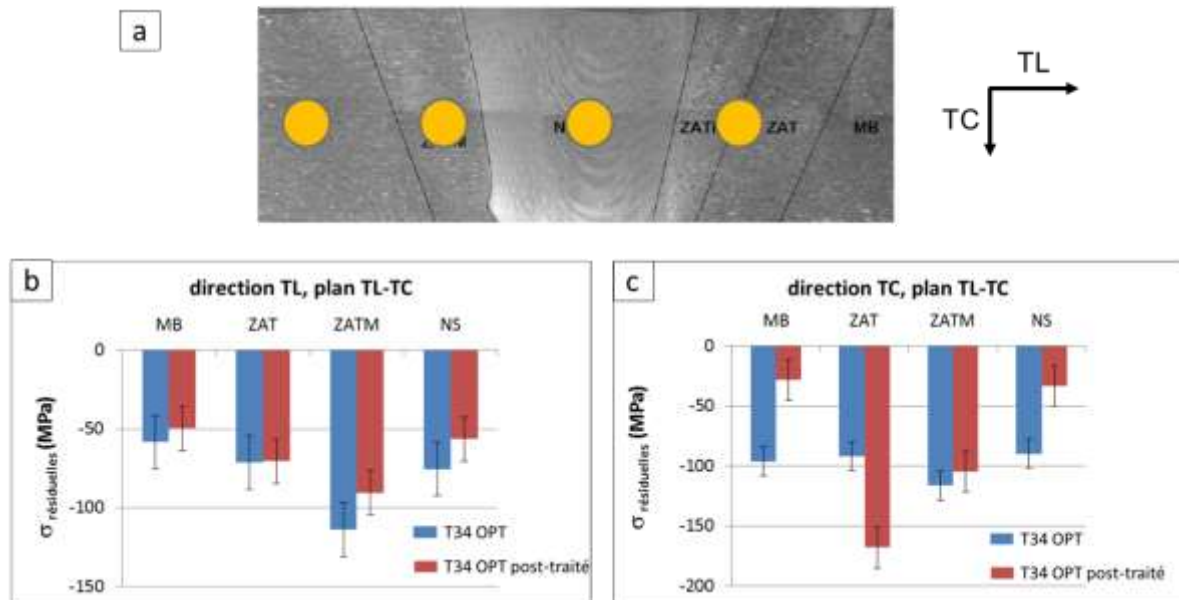


Figure IV- 19: (a) Localisation des mesures de diffraction X réalisées dans les joints soudés T34 OPT et T34 OPT post traité ; (b) évolution des contraintes résiduelles suivant la direction TL dans le plan (TL-TC) ; (c) évolution des contraintes résiduelles suivant la direction TC dans le plan (TL-TC).

Des analyses complémentaires ont été réalisées dans le joint T34 OPT post traité pour évaluer les contraintes selon la direction L en réalisant une série de pointés suivant la direction TL dans le plan L-TL (Figure IV-20). Les résultats obtenus confirment les résultats des analyses précédentes. En effet, le niveau des contraintes demeure très faible dans le noyau, de l'ordre de  $-40$  MPa et semble plus élevé dans les zones ZAT-ZATM. On remarquera la dissymétrie de la distribution des contraintes résiduelles entre le côté advancing et le coté retreating que Xu *et al* [102] attribuent à la différence de gradient thermique entre ces deux zones lors de l'opération de soudage.





Figure IV-20 : Répartition des contraintes résiduelles suivant la direction L mesurées en réalisant une série de pointés selon la direction TL dans le plan L-TL du joint T34 OPT post traité.

## 4 Comportement en corrosion

### 4.1 Comportement en corrosion des joints soudés

Comme cela a été montré dans l'introduction (Figure IV-1), les deux joints soudés, l'un post-traité thermiquement (Figure IV-1-b) et l'autre non (Figure IV-1-a), ne se corrodent pas de manière identique lors des essais de corrosion accélérée Mastmaasis Wet Bottom réalisés par EADS IW. En effet, le joint soudé sans post-traitement thermique présente une forte corrosion localisée au niveau de la ZAT et du noyau soudé contrairement au joint post traité pour lequel l'endommagement en corrosion est réparti de manière plus homogène. Après ces essais, des observations en coupe du plan TL-TC des deux joints soudés ont été effectuées. Les mesures de dureté réalisées sur le joint soudé T34 OPT post traité ont permis de localiser les différentes zones des joints soudés et d'observer ainsi l'endommagement en corrosion caractéristique de chacune des zones. La Figure IV-21 synthétise l'ensemble des observations faites sur une coupe du joint soudé T34 OPT.

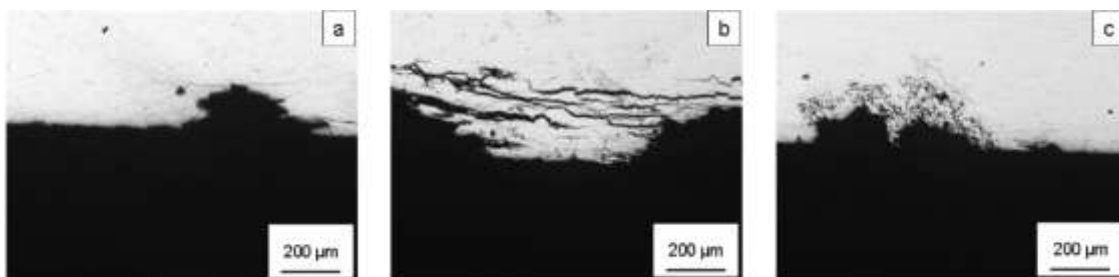
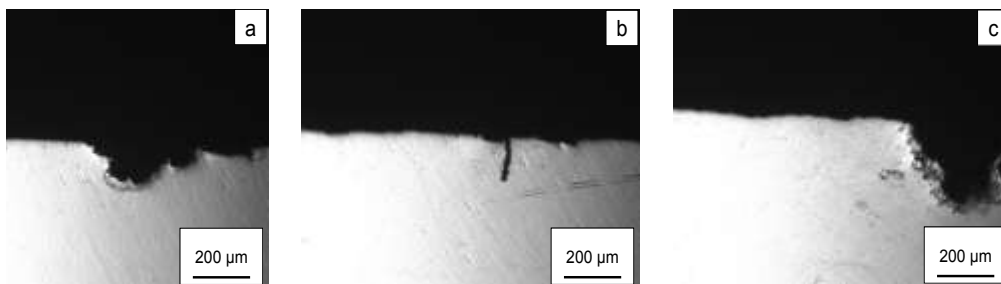


Figure IV-21 : Observations en coupe du plan TL-TC (a) du MB, (b) de la ZAT et (c) du NS du joint soudé T34 OPT à l'issue du test Mastmaasis Wet Bottom.

La Figure IV-21-a correspond au MB, la Figure IV-21-b à la ZAT et enfin la Figure IV-21-c au NS. Ainsi, comme observé précédemment dans le chapitre III lors des immersions en milieu NaCl 0,7 M du métal de base seul, le MB près du joint soudé est sensible à la corrosion intergranulaire. Cette forme de corrosion se propage sous la surface et entraîne un décrochement des grains, donnant lieu à l'apparition de trous comme on peut le voir sur la Figure IV-21-a. La ZAT et le NS sont sensibles à la corrosion intergranulaire. On note que la ZAT est très endommagée ; c'est la zone la plus endommagée des trois.

La Figure IV- 22 synthétise l'ensemble des observations réalisées sur une coupe du joint soudé post-traité. Le MB près du joint soudé est sensible à la corrosion intragranulaire comme vu précédemment dans le chapitre III pour le métal de base considéré individuellement. La ZAT est à peine corrodée : en effet, l'observation au microscope optique de cette coupe ne révèle la présence que d'un seul et unique défaut de corrosion intergranulaire (Figure IV- 22-b). Ce résultat a été confirmé par l'observation de plusieurs coupes réalisées sur le même échantillon et sur d'autres échantillons similaires. Le NS quant à lui est sensible à la corrosion intergranulaire et intragranulaire (Figure IV- 22-c).



**Figure IV- 22: Vue en coupe du plan TL-TC du MB (a), de la ZAT (b) et du NS (c) du joint soudé T34 OPT post-traité à l'issue du test Mastmaasis Wet Bottom.**

Ainsi, il apparaît clairement à l'issue de ces essais Mastmaasis Wet Bottom que les différentes zones des joints soudés n'ont pas la même sensibilité à la corrosion. Les formes de corrosion sont variables d'une zone à l'autre ainsi que le niveau d'endommagement. Le post traitement thermique a aussi un effet sur les endommagements en corrosion observés. Par ailleurs, comme cela a été vu dans le paragraphe sur la microstructure, ces zones observables dans les joints soudés se distinguent les unes des autres par leur microstructure à l'échelle macroscopique tant par la taille mais aussi par la forme des grains présents dans celles-ci. De grandes différences de microstructure sont également observables d'une zone à l'autre à des échelles plus fines. Il apparaît donc raisonnable de supposer que ces différentes zones vont

avoir un comportement électrochimique intrinsèque différent. A partir de là, il est aussi pertinent de supposer que des phénomènes de couplage galvanique entre les zones vont se produire à l'intérieur des joints soudés. Afin de confirmer cette hypothèse, un gel de visualisation [122] a été utilisé sur les deux types de joint soudé. Ce gel a été préparé en ajoutant 3 grammes de gélifiant Agar-Agar sous forme de poudre à une solution de NaCl 0,7 M. L'ensemble a été chauffé à 80°C pour faciliter la dissolution de la poudre puis refroidi. Un indicateur de pH dit 'universel' a été ajouté au mélange. Ce gel est appliqué sur les joints soudés pendant 24 h. Les échantillons sont alors observés au microscope optique. Une concentration en NaCl de 0,7 M a été choisie car elle correspond à la teneur en NaCl utilisée pour les essais Mastmaasis Wet Bottom.

La Figure IV-23 présente les résultats de ces essais après 24 heures d'exposition des échantillons au gel de visualisation. La photographie de la Figure IV-23-a illustre l'aspect du gel révélateur après 24h d'exposition sur le joint soudé T34 OPT alors que la Figure IV-23-b concerne le joint soudé T34 OPT post-traité. Les zones apparaissant en jaune/orange correspondent aux régions présentant un pH acide. Ce caractère acide résulte de la dissolution de l'aluminium suivant les réactions (1) et (2). Ainsi, ces régions au pH acide correspondent aux régions ayant un comportement anodique. Les zones de couleur verte présentent un pH plus basique qui résulte de la réaction de réduction de l'oxygène (Equation (3)). Ces régions ont donc un comportement cathodique.

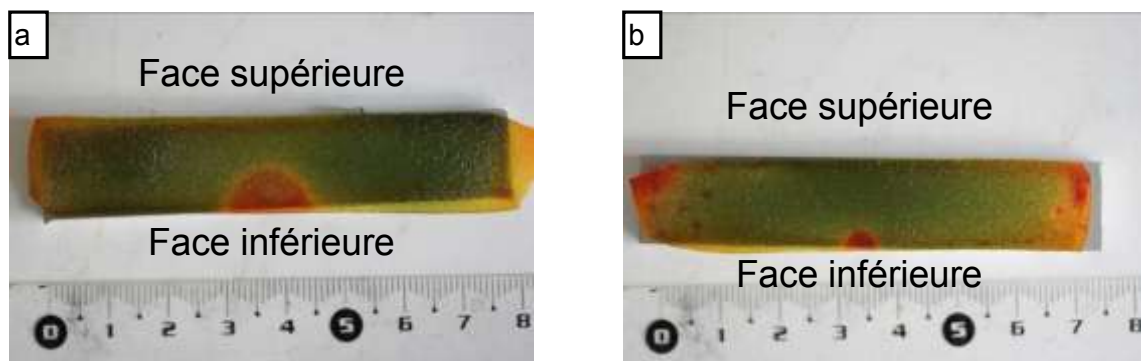
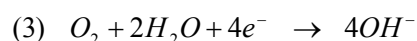
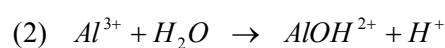
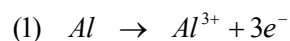


Figure IV-23 : Observations (a) du joint soudé T34 OPT (b) du joint soudé T34 OPT post traité après exposition au gel révélateur pendant 24 heures.

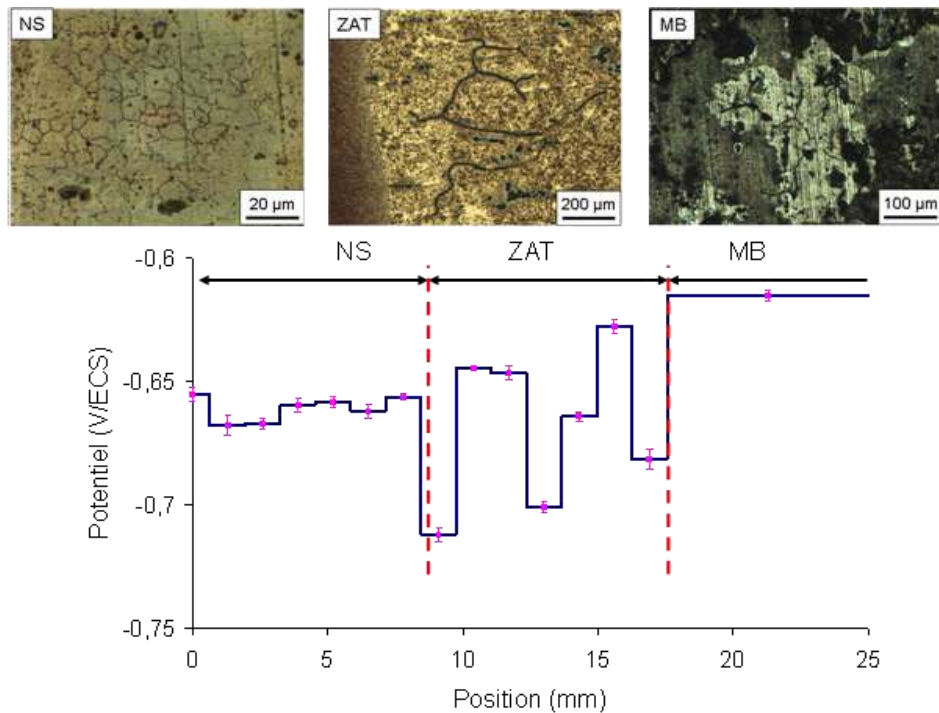
La Figure IV-23 confirme donc que les différentes zones des joints soudés ont des comportements électrochimiques différents à l'intérieur des joints soudés et que ces comportements électrochimiques dépendent de l'état métallurgique considéré. Effectivement, en l'absence de post-traitement thermique, le noyau soudé et la ZAT-ZATM (Figure IV-23-a) constituent la zone anodique du joint soudé alors que le métal de base constitue la zone cathodique. Il est donc logique d'observer, après les essais Mastmaasis Wet Bottom un fort endommagement en corrosion dans le noyau soudé et la ZAT (Figure IV-21). Après le post-traitement thermique, les comportements électrochimiques s'inversent. La ZAT-ZATM et le noyau soudé (à l'exception du bas du noyau, résultat sur lequel nous reviendrons dans le chapitre V) constituent la zone cathodique du joint soudé alors que le métal de base constitue la zone anodique en accord avec les endommagements en corrosion observés après les essais Mastmaasis Wet Bottom (Figure IV- 22).

## **4.2 Comportement en corrosion des zones prises individuellement**

### **4.2.1 Comportement électrochimique**

Afin d'expliquer les résultats décrits dans le paragraphe 4.1., le comportement électrochimique intrinsèque des différentes zones des joints soudés a été étudié. Tout d'abord, les essais ont été réalisés en travaillant sur le joint soudé entier et en isolant chacune des zones à analyser. Ainsi, des mesures d'OCP dans le plan L-TL des joints soudés ont été effectuées. Les essais ont été menés en masquant avec du vernis toute la surface du joint soudé à l'exception de la zone à analyser de 1,5 mm de large. La répétition d'une telle procédure expérimentale a permis de mesurer le potentiel libre caractéristique de chaque zone du joint soudé. La Figure IV-24 donne les résultats obtenus pour le joint soudé T34 OPT avec, d'abord, des observations représentatives des différentes zones après les mesures d'OCP et, ensuite, un profil d'OCP dans le plan L-TL des joints soudés, selon la direction TL.

Il apparaît clairement que les différentes zones présentes dans le cordon de soudure possèdent un potentiel de corrosion différent. Avec un potentiel stable dans toute la zone et égal à -0,615 V/ECS, le métal de base possède un potentiel de corrosion bien plus anodique par rapport aux autres zones. L'évolution de l'OCP dans la ZAT est plus chaotique avec de fortes variations au sein même de cette zone.



**Figure IV-24 :** En haut : observations des échantillons après les mesures de potentiel libre (OCP) réalisées dans une solution NaCl 0,7 M à 25 °C. En bas : évolution du potentiel libre dans le joint soudé T34 OPT à 1,5 mm sous la surface supérieure.

Cependant, le potentiel de corrosion moyen de cette zone est plus cathodique que celui du métal de base. Le noyau soudé quant à lui possède un potentiel de corrosion relativement plus stable avec une valeur moyenne autour de  $-0,675 \pm 4$  V/ECS, plus anodique que celle de la ZAT mais plus cathodique que celle du métal de base. Ces résultats suggèrent donc l'existence de phénomènes de couplage galvanique entre les différentes zones du joint soudé et sont tout à fait cohérents avec les résultats obtenus précédemment suite aux essais Mastmaasis Wet Bottom et aux essais réalisés avec le gel de visualisation. De plus, à l'issue de ces essais d'OCP (Figure IV-24, en haut), l'observation de la ZAT révèle une forte sensibilité à la corrosion intergranulaire ; toutefois, l'endommagement observé après les essais Mastmaasis Wet Bottom était beaucoup plus important ce qui confirme un fort effet de couplage galvanique, la ZAT ayant été polarisée anodiquement par le contact avec le métal de base. La même forme de corrosion, à savoir de la corrosion intergranulaire, est observée pour le noyau soudé et le métal de base. Ainsi, que l'on considère les zones du joint soudé prises individuellement ou dans le joint soudé, avec les éventuels phénomènes de couplage galvanique, les formes de corrosion observées ne sont pas modifiées.

Les résultats concernant le joint soudé T34 OPT post traités sont présentés à la Figure IV-25. Comme pour le joint soudé T34 OPT, les potentiels de corrosion ont été mesurés pour chaque

zone du joint soudé individuellement en milieu NaCl 0,7M en travaillant avec un vernis. Cela permet d'obtenir un profil de potentiel de corrosion dans la direction TL du joint soudé pour le plan L-TL. Ce profil est sensiblement différent de celui tracé pour le joint T34 OPT. En effet, le noyau soudé du joint T34 OPT post traité présente un potentiel plus anodique que les autres zones avec une valeur moyenne de  $-0,710 \pm 5$  V/ECS. Le potentiel libre de la ZAT est plus cathodique et celui du métal de base l'est davantage avec une valeur de  $-0,725 \pm 4$  V/ECS. Une fois de plus, ces résultats sont en accord avec ceux des essais Mastmaasis Wet Bottom et des essais avec le gel de visualisation. Pour ce qui concerne l'endommagement en corrosion observé pour chacune des zones exposées individuellement au milieu NaCl à leurs OCP respectives, on observe que le noyau soudé du joint soudé T34 OPT est sensible à la corrosion intergranulaire et devient sensible à la fois à la corrosion intergranulaire et à la corrosion intragranulaire lorsqu'il est soumis au traitement thermique post soudage. Cette évolution de la sensibilité à la corrosion du noyau soudé avec le traitement thermique post soudage peut s'expliquer en considérant les premières observations MET réalisées et qui sont présentées à la Figure IV-8. En effet, le post traitement thermique conduit à la formation de précipités intragranulaires  $T_1$  qui, comme énoncé au chapitre III, possèdent un potentiel plus cathodique que la matrice. Couplé à l'appauvrissement en cuivre de la matrice, ce phénomène génère une sensibilité à la corrosion intragranulaire. De plus, au niveau des joints de grains, des précipités riches en cuivre ont été observés ; ces particules intermétalliques vont donc sensibiliser le noyau soudé à la corrosion intergranulaire. Pour ce qui concerne la ZAT, des explications analogues peuvent être données pour expliquer les formes de corrosion observées en relation avec les observations réalisées au MET (Figure IV-7). Il faut ici relever que la ZAT après le traitement thermique post soudage est donc intrinsèquement sensible à la corrosion intergranulaire et intragranulaire. Or, après les essais Mastmaasis Wet Bottom, la ZAT n'était quasiment pas corrodée. Ces résultats confirment le fort effet de couplage galvanique déjà mis en évidence pour le joint soudé T34 OPT. Ici, après le post traitement, la ZAT, dans le joint soudé, est, du fait du contact avec le métal de base, polarisée cathodiquement et est donc protégée de la corrosion. Enfin, pour ce qui concerne le métal de base, l'endommagement en corrosion intragranulaire observé, quand le métal de base est laissé à son potentiel libre, est conforme aux résultats obtenus dans le chapitre III. Pour finir, comme pour le joint soudé T34 OPT, on observe que les endommagements en corrosion observés dans chacune des zones sont les mêmes que la zone soit considérée individuellement ou qu'elle soit exposée au milieu en étant incluse dans le joint soudé. Ainsi, même si des

phénomènes de couplage galvanique sont à considérer, ils ne modifient pas la morphologie de la corrosion des différentes zones des joints soudés par rapport à leur sensibilité intrinsèque à la corrosion.

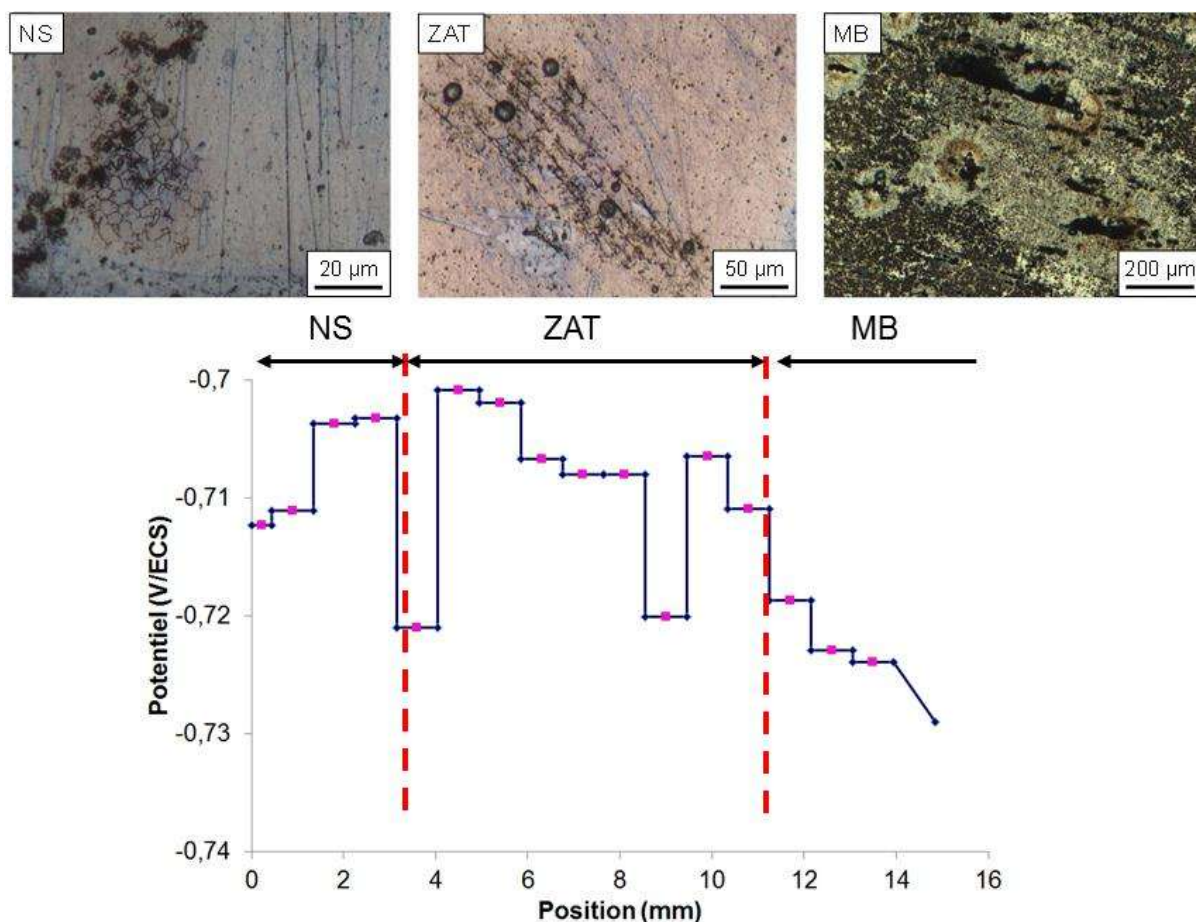


Figure IV-25 : En haut : observations des échantillons après les mesures de potentiel libre (OCP) réalisées dans une solution NaCl 0,7 M à 25 °C. En bas : évolution du potentiel libre dans le joint soudé T34 OPT post traité à 1,5 mm sous la surface supérieure.

Afin de compléter l'étude du comportement en corrosion intrinsèque des différentes zones des joints soudés, des électrodes ont été prélevées dans chacune des zones afin de faciliter les mesures. Le comportement électrochimique individuel de chaque zone a été étudié via le tracé de courbes de polarisation potentiocinétique ; dans cette partie, l'électrolyte est une solution NaCl 1 M à 22°C. Des mesures d'OCP ont été également réalisées dans cette solution pour confirmer les résultats obtenus précédemment en milieu NaCl 0,7 M.

La Figure IV-26 présente les résultats de ces essais réalisés sur les différentes zones constitutives du joint soudé T34 OPT.

On peut observer que l'allure générale des courbes est la même. Elles présentent toutes un palier dans le domaine cathodique correspondant à la réduction de l'oxygène, puis un

potentiel de rupture, correspondant au potentiel de corrosion, et enfin une augmentation des densités de courant anodique. Aucune de ces trois courbes ne présente de palier de passivité ce qui traduit une sensibilité à la corrosion des trois zones du joint soudé lorsqu'elles sont exposées individuellement à un milieu corrosif ; ces résultats confirment les observations réalisées après les mesures d'OCP en milieu NaCl 0,7 M (Figure IV-24).

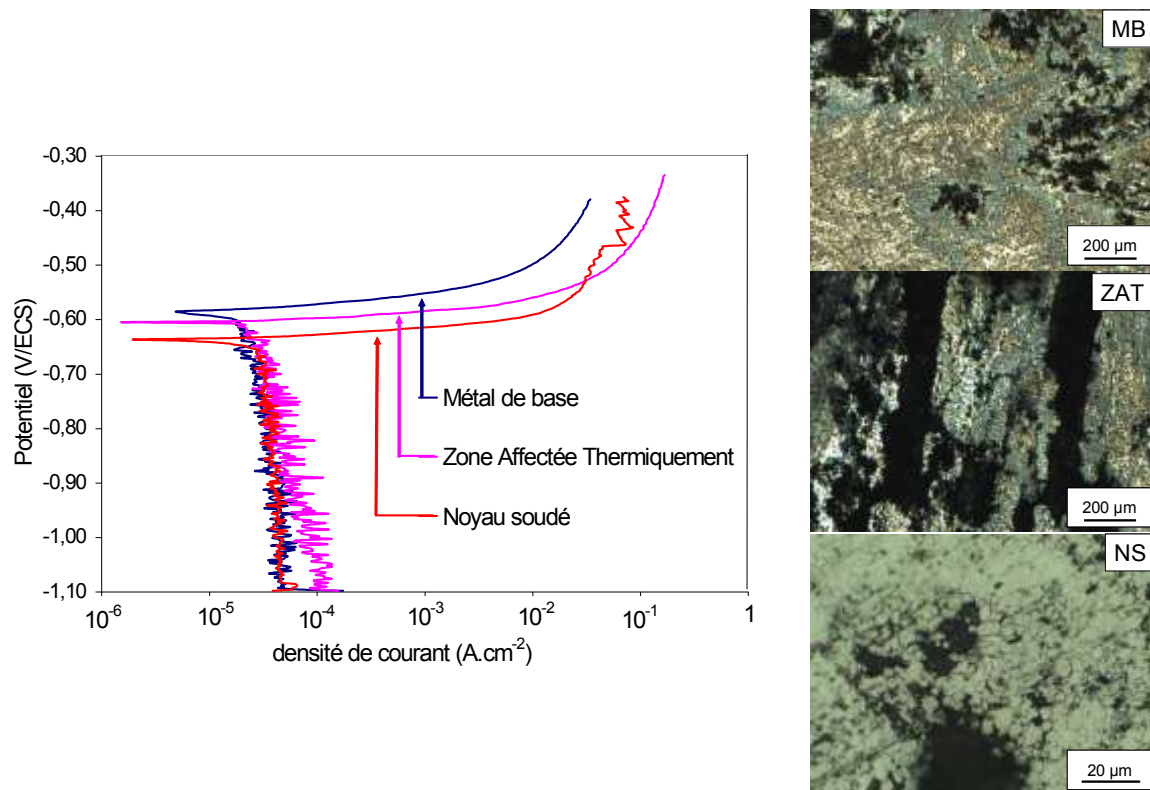


Figure IV-26 : Courbes de polarisation potentiocinétique du MB, de la ZAT et du NS du joint soudé T34 OPT prélevés à mi épaisseur dans le joint soudé dans un milieu NaCl 1 M à 22 °C - Micrographies du MB, de la ZAT et du NS après essai.

Par ailleurs, on peut relever que les potentiels de corrosion des trois zones sont sensiblement différents les uns des autres. En effet, on trouve un potentiel de corrosion de -0,590 V/ECS pour le MB, de -0,620 V/ECS pour la ZAT et de - 0,645 V/ECS pour le NS ce qui est en parfaite adéquation avec les mesures d'OCP réalisées en milieu NaCl 0,7M (Figure IV-24). Il est aussi intéressant de noter que la densité de courant anodique pour la ZAT est beaucoup plus importante que celle des autres zones, ce que confirme le sévère endommagement de corrosion intergranulaire visible sur la micrographie de la Figure IV-26. Lorsqu'elle est polarisée anodiquement, la ZAT est donc très sensible à la corrosion intergranulaire ce qui est en accord avec le fort endommagement observé après les essais Mastmaasis Wet Bottom ; la



ZAT, polarisée anodiquement du fait du contact avec le métal de base dans le joint soudé, était très fortement endommagée.

Après les essais de polarisation potentiocinétique, un endommagement par corrosion intergranulaire et une dissolution de la matrice autour des intermétalliques sont observés sur le métal de base et de la corrosion intergranulaire est visualisée sur le NS. Nous retrouvons donc les différents modes d'endommagement par corrosion rencontrés lors du test Mastmaasis.

La Figure IV-27 présente les résultats des essais de polarisation potentiocinétique réalisés sur les différentes zones constitutives du joint soudé T34 OPT post-traité.

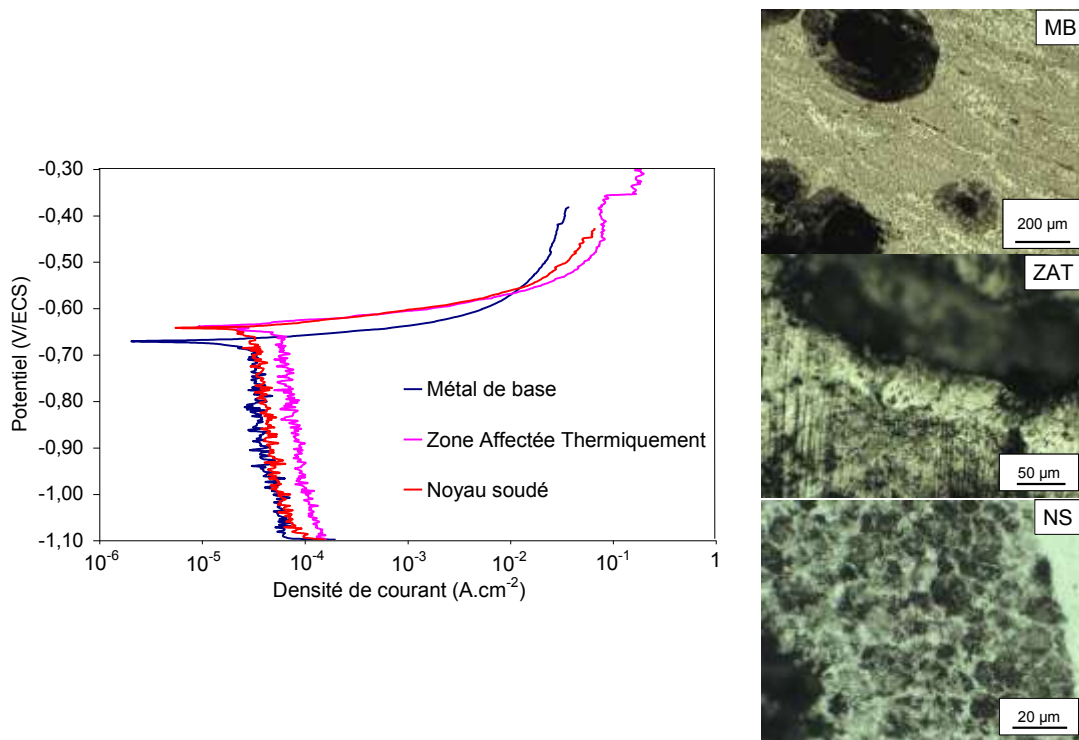


Figure IV-27 : Courbes de polarisation potentiocinétique du MB, de la ZAT et du NS du joint soudé T34 OPT post-traité prélevés à mi épaisseur dans le joint soudé dans NaCl 1 M à 22 °C - Micrographies du MB, de la ZAT et du NS après essai.

Les trois courbes présentent la même allure que dans le cas du joint soudé sans post-traitement. On observe que les potentiels de corrosion des différentes zones ont été modifiés par le traitement thermique post soudage. En effet, les potentiels de corrosion valent - 680 mV/ECS, - 650 mV/ECS et - 645 mV/ECS pour le MB, le NS et la ZAT respectivement. Ainsi, l'un des principaux effets du traitement thermique post soudage est de décaler le potentiel de corrosion du MB vers les potentiels plus cathodiques. Après ce traitement

thermique, c'est le métal de base qui est le moins noble et qui pourrait donc se comporter comme une anode sacrificielle lors du couplage galvanique de ces différentes zones. C'est effectivement ce qui est observé après les essais Mastmaasis Wet Bottom comme après les essais avec le gel de visualisation. D'ailleurs, comme pour le joint soudé T34 OPT, la densité de courant anodique mesurée après le potentiel de corrosion est un peu plus importante pour la ZAT que pour les autres zones du joint soudé T34 OPT post traité. Ceci montre donc que la ZAT du joint soudé T34 OPT post traité est intrinséquement très sensible à la corrosion intergranulaire et intragranulaire comme cela apparaît sur les micrographies après essais de polarisation potentiocinétique (Figure IV-27). Ceci est en accord avec les observations réalisées après les mesures d'OCP en milieu NaCl 0,7 M (Figure IV-25). Le fait que cette zone ne soit pas endommagée après les essais Mastmaasis Wet Bottom (Figure IV-22) confirme bien les effets liés au couplage galvanique avec le métal de base dans le joint soudé. Pour terminer, nous retrouvons une sensibilité à la corrosion par piqûres et à la corrosion intragranulaire pour le MB ainsi qu'une sensibilité à la corrosion intergranulaire pour le NS comme le montrent les observations de la Figure IV-27.

Afin de valider la hiérarchie électrochimique en termes de potentiels de corrosion de chacune des zones les unes par rapport aux autres en milieu NaCl 1 M, des mesures d'OCP ont été réalisées sur chacune d'elles. Une mesure d'OCP du joint soudé dans sa globalité a été réalisée également dans ce même milieu. La Figure IV-28-a regroupe les résultats obtenus pour les trois zones (MB, ZAT et NS) ainsi que la mesure d'OCP du joint soudé (JS) T34 OPT. La Figure IV-28-b présente les résultats obtenus pour le joint post-traité.

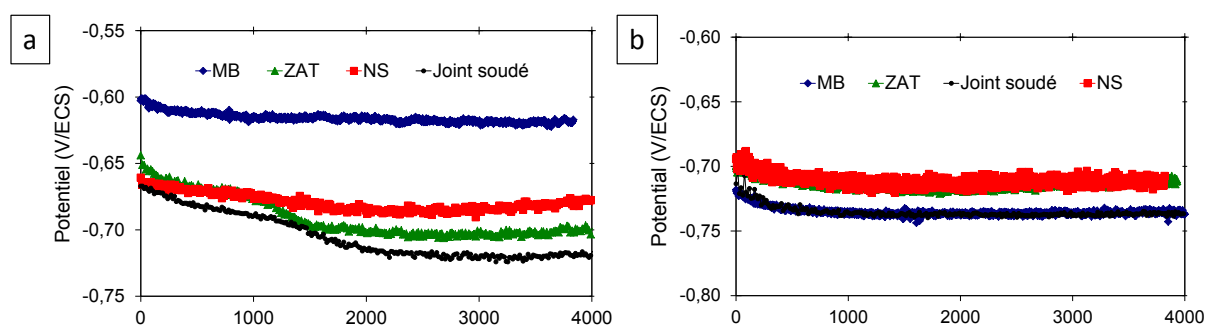


Figure IV-28 : Mesures d'OCP réalisées pour les différentes zones (MB, ZAT et NS) prélevées à mi-épaisseur dans les joints soudés (a) T34 OPT et (b) T34 OPT post traité. Les mesures d'OCP réalisées pour le joint soudé (JS) dans sa globalité sont également reportées sur les figures correspondantes. Solution NaCl 1 M à 22 °C

On peut observer que la hiérarchisation des potentiels libres des différentes zones est la même que celle obtenue pour les potentiels de corrosion déterminés à partir des essais de polarisation potentiocinétique. Les résultats sont aussi en accord avec les mesures de potentiel libre réalisées en milieu NaCl 0,7 M. Il est à noter que le potentiel du joint soudé T34 OPT, est plus cathodique que celui des différentes zones prises individuellement après plus d'1 heure d'essai. Or, on aurait pu s'attendre à ce qu'il soit compris entre les potentiels de ces trois zones. Ceci est certainement lié à une évolution de la surface des différentes zones du joint soudé différente de l'évolution observée sur ces mêmes zones lorsqu'elles sont immergées individuellement. Cela confirme une fois de plus l'existence d'un fort effet de couplage galvanique. Le Tableau IV-2 regroupe les valeurs des OCP mesurées pour les différentes zones. La comparaison de ces différentes valeurs montre que le traitement thermique post soudage modifie surtout l'OCP du métal de base, décalant cette valeur vers des potentiels plus cathodiques. Le MB, dans le joint soudé T34 OPT post traité, a alors tendance à se comporter comme une anode sacrificielle vis-à-vis des autres zones pour lesquelles le potentiel de corrosion, comme le potentiel libre, n'est que peu modifié par le post-traitement thermique.

Tableau IV-2 : Récapitulatif des valeurs des OCP mesurées pour les différentes zones des joints soudés T34 OPT et T34 OPT post-traité en milieu NaCl 1 M et 0,7 M à 22 °C.

Zones	OCP (mV/ECS)			
	T34 OPT (0,7 M)	T34 OPT (1 M)	T34 OPT post-traité (0,7 M)	T34 OPT post-traité (1 M)
MB	-610	-615	-725	-733
ZAT	-670	-680	-710	-712
NS	-650	-670	-710	-710

#### 4.2.2 Alliages modèles

Les résultats obtenus précédemment sur des échantillons prélevés dans les différentes zones des joints soudés ont été confirmés en réalisant des essais électrochimiques sur des matériaux modèles synthétisés par le SIMAP à l'aide d'une Gleeble à l'INSA de Lyon. La machine Gleeble permet de réaliser des traitements thermomécaniques complexes afin d'essayer de simuler à la fois la Zone Affectée Thermiquement (ZAT), la Zone Affectée Thermo

Mécaniquement (ZATM) et le noyau soudé du joint soudé T34 OPT. A cet effet, différents traitements thermo-mécaniques ont été réalisés sur des éprouvettes prélevées dans la tôle d'alliage 2050-T34. Ces traitements correspondent à un maintien de ces éprouvettes à une température fixée, couplé ou pas à une déformation. Les différents essais sont notés 450 °C+10%, 450 °C, 350 °C+10%, 350 °C, 250 °C+10% et 250 °C. Dans cette notation, la température correspond à la température à laquelle le matériau a été maintenu ; la notation x% désigne une déformation de x% imposée au matériau pendant le maintien en température.

Avec l'aide des simulations thermiques réalisées par Baptiste Guérin lors des étapes de soudage FSW sur un alliage 2050 mais avec un outil différent [123], une localisation assez précise des zones simulées par rapport au joint soudé T34 OPT est possible (Figure IV-29).

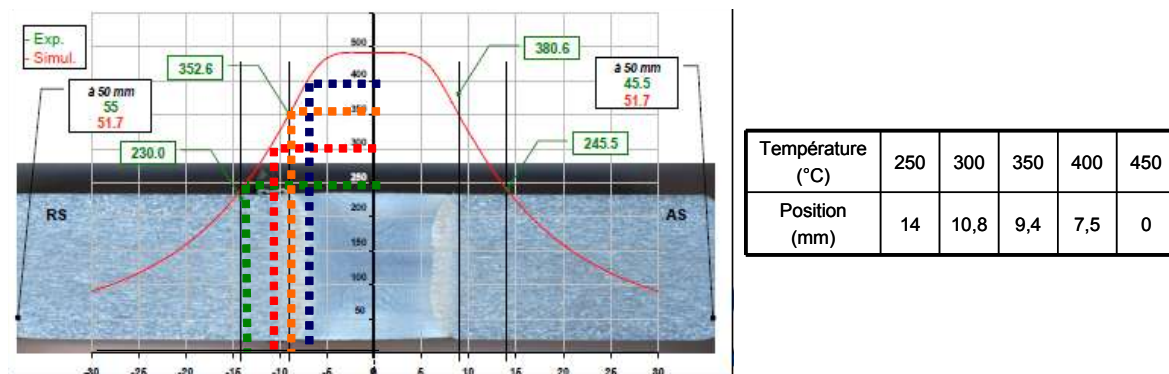


Figure IV-29 : (a) Simulation thermique dans un joint soudé T34 OPT réalisé avec un outil « Bobbin Tool » [123] (b) – Positionnement des différentes zones simulées grâce à la Gleeble par rapport au centre de la soudure.

Avec l'aide de cette simulation et donc du positionnement précis des alliages modèles sur le joint soudé réel, une comparaison entre les matériaux modèles synthétisés et les zones « réelles » a pu être réalisée. Cette comparaison est basée sur des mesures d'OCP effectuées durant 2 h en milieu NaCl 0,7 M et suivies d'une observation du matériau afin de caractériser l'endommagement en corrosion.

La Figure IV-30-a présente les valeurs des OCP mesurées sur les matériaux modèles et comparées aux valeurs des OCP des différentes zones prises sur le joint soudé réel. On peut observer qu'il y a une très bonne adéquation entre les valeurs d'OCP des matériaux modèles et celles des zones du joint réel. Ainsi, les matériaux modèles simulent bien, en termes d'OCP, un joint réel. Il existe juste un léger décalage en termes d'OCP pour la simulation du noyau soudé T34 OPT. On peut expliquer ce décalage de différentes façons. D'une part, le matériau synthétisé ne présente pas de grains recristallisés équiaxes mais des grains très

allongés comme ceux de la tôle initiale : on a donc une forme de grain différente. D'autre part, la déformation imposée lors de la synthèse des échantillons est trop faible pour simuler le noyau soudé, ce qui explique d'ailleurs la forme des grains. En effet, plusieurs auteurs donnent des déformations de l'ordre de 200% pour le noyau soudé alors que, dans notre étude, la déformation imposée aux éprouvettes pour simuler le noyau soudé n'est que de 10%. Il n'en reste pas moins que l'endommagement observé après les mesures d'OCP sur les échantillons modèles est comparable à celui observé sur les échantillons réels comme on peut le voir, par exemple, pour les échantillons modèles de la ZAT (Figure IV-30-b).

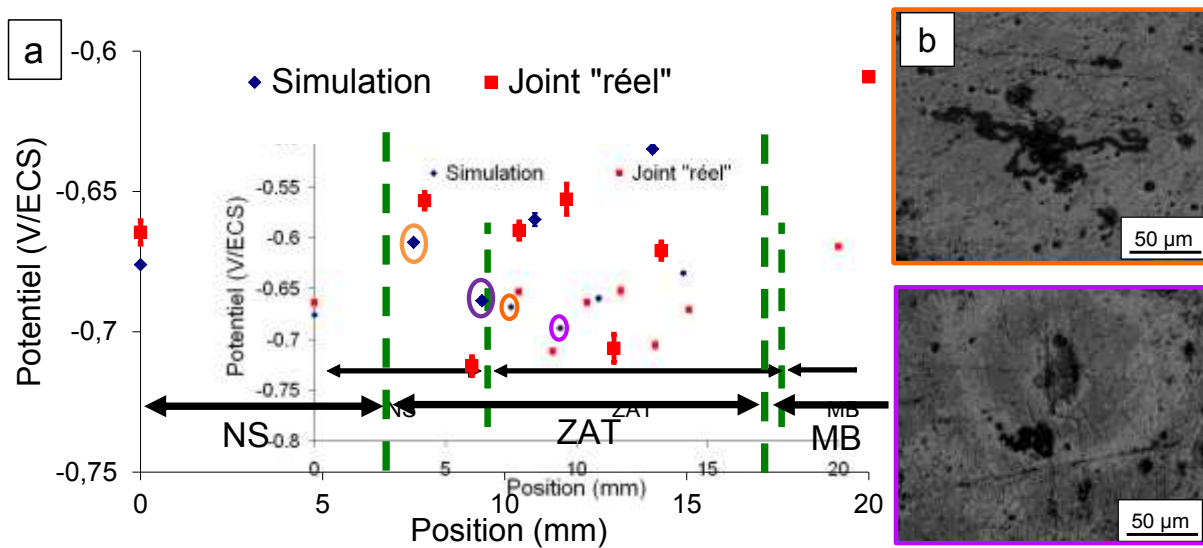


Figure IV-30 : (a) Comparaison des valeurs d'OCP mesurées pour les matériaux modèles et les différentes zones du joint réel T34 OPT dans une solution de NaCl 0,7 M à 25 °C (b) Observations en microscopie optique après une mesure d'OCP de 2 h des échantillons repérés sur la figure (a) par un cercle de même couleur que le cadre de la micrographie.

Pour simuler les différentes zones du joint soudé T34 OPT post traité, les échantillons précédemment synthétisés ont subi l'équivalent d'un traitement thermique post soudage, à savoir un maintien à 155 °C pendant 30 heures. Les mesures d'OCP ont été réalisées de la même manière que précédemment et les résultats obtenus sont reportés à la Figure IV-31.

Comme précédemment, on peut observer que les valeurs d'OCP mesurées sur les matériaux modèles sont globalement en bonne adéquation avec celles obtenues dans le joint soudé réel. Cependant, il existe un décalage au niveau du noyau soudé non seulement en termes de valeurs d'OCP mais aussi de morphologie de corrosion. Ceci peut s'expliquer, comme pour le joint soudé T34 OPT, par le faible taux de déformation imposé aux échantillons modèles par comparaison au taux de déformation réel.

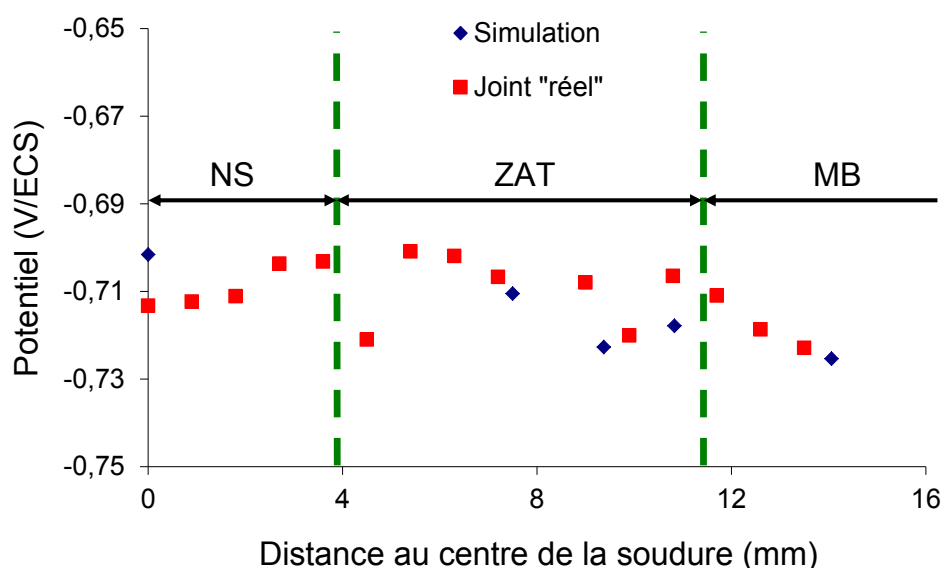


Figure IV-31 : Comparaison des valeurs d'OCP mesurées pour les matériaux modèles et les différentes zones du joint réel T34 OPT post traité dans une solution de NaCl 0,7 M à 25 °C

Pour étudier plus en détail l'effet du taux de déformation sur le comportement en corrosion du matériau, des échantillons de métal de base à l'état T34 ont été laminés en imposant un taux de déformation de 250% ; ils ont ensuite été maintenus pendant 1 minute à 400 °C afin de faire recristalliser les grains. A l'issue du traitement thermomécanique appliqué, les échantillons présentent effectivement des grains équiaxes (Figure IV-32). La taille des grains obtenus a été mesurée à l'aide de la méthode des intercepts. La valeur moyenne calculée est de  $35 \pm 10 \mu\text{m}$ .



Figure IV-32 : Observation au microscope optique et en lumière polarisée après attaque électrochimique avec  $\text{HBF}_4$  du métal de base AA 2050-T34 après laminage (taux de déformation de 250%) et traitement thermique (maintien de 1 minute à 400 °C).

Comme précédemment, certains de ces échantillons ont ensuite été traités thermiquement durant 30 heures à 155 °C. Des mesures d'OCP ont alors été réalisées sur les deux types de « noyau soudé ». Les résultats des mesures d'OCP ainsi que les observations des électrodes après les deux heures de mesure sont présentés à la Figure IV-33.

Tout d'abord, il est intéressant de noter que les deux noyaux soudés synthétisés ont des OCP quasiment identiques à celles des noyaux soudés réels correspondants. A l'issue de l'essai, le noyau soudé, simulant le noyau soudé T34 OPT, présente une sensibilité à la corrosion intergranulaire comme le montre l'observation de sa surface après l'essai (Figure IV-33). L'observation de la surface du noyau soudé, simulant le noyau soudé T34 OPT post-traité, révèle qu'il présente une sensibilité à la fois à la corrosion intergranulaire mais aussi à la corrosion intragranulaire. Ces deux matériaux modèles synthétisés présentent donc le même type d'endommagement en corrosion que les deux noyaux soudés réels mais aussi le même comportement électrochimique. Ces résultats mettent donc en évidence le rôle majeur des paramètres du procédé de soudage, à savoir la température mais aussi les taux de déformation imposés à la matière, sur la microstructure d'une part du matériau ainsi sollicité mais aussi, par voie de conséquence, sur son comportement en corrosion. Cela est certainement lié au fait que les précipités  $T_1$  jouent un rôle important sur le comportement en corrosion de l'alliage 2050. Selon la quantité de précipités  $T_1$  présents dans le grain notamment, on peut observer une sensibilité à la corrosion intragranulaire ou pas. Or, l'on sait que les dislocations sont des sites préférentiels pour la germination de ces précipités. Ainsi, si le taux de déformation au niveau du noyau soudé est trop faible, il est possible que la quantité de précipités  $T_1$  qui se forment dans le grain, lors du traitement thermique post soudage, soit trop faible pour que l'on puisse observer de la corrosion intragranulaire

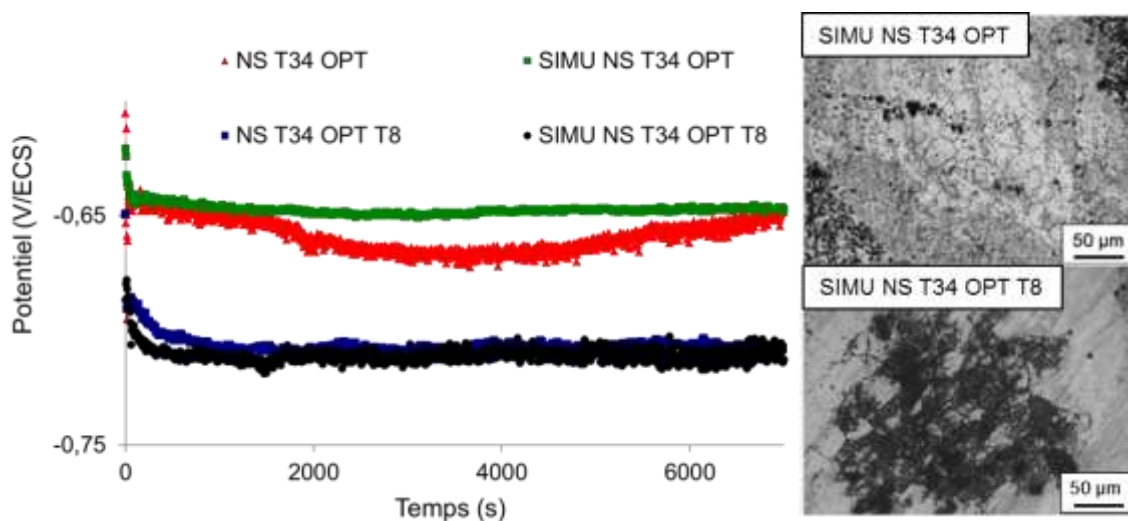


Figure IV-33 : Comparaison des OCP des NS T34 OPT et T34 OPT post-traité par rapport aux NS synthétisés - Observations des deux NS synthétisés après immersion durant 2 h dans une solution NaCl à 0,7 M à 25 °C

### **4.3 Comportement en corrosion du joint soudé : couplages galvaniques**

Comme nous l'avons vu précédemment à l'issue de l'essai Mastmaasis Wet Bottom, la ZAT du joint soudé T34 OPT est la zone la plus sensible à la corrosion lorsque le joint est exposé à un environnement agressif. Ce constat est cohérent avec les comportements électrochimiques des différentes zones mis en évidence lors des essais de polarisation et d'OCP et grâce auxquels il a été montré que la ZAT du joint soudé T34 OPT avait le comportement le moins noble par comparaison avec le métal de base et le noyau soudé. On peut donc s'attendre légitimement à ce que la ZAT joue le rôle d'anode sacrificielle dans le joint soudé complet et protège les deux autres zones ce qui en terme de durée de vie n'est pas optimal puisque le joint soudé s'en trouve fortement endommagé au final. Le fort endommagement observé pour la ZAT après les essais Mastmaasis, par comparaison à l'endommagement observé pour cette zone quand elle est exposée à un milieu agressif individuellement, va dans ce sens.

Au contraire, il a été montré, qu'après le traitement thermique post soudage, c'est le métal de base du joint soudé T34 OPT post-traité qui présente le potentiel de corrosion le moins noble des trois zones. Ainsi, lorsque le joint sera soumis à un environnement corrosif, on peut s'attendre à ce que, cette fois-ci, ce soit le métal de base qui se comporte comme une anode sacrificielle en étant sensible à la corrosion intragranulaire. Celui-ci devrait donc protéger au final la ZAT et le noyau soudé d'une corrosion intergranulaire toujours très néfaste. C'est bien ce qui a été observé alors que la ZAT, seule, présente une forte sensibilité à la corrosion intergranulaire. Des phénomènes de couplage galvanique efficaces se produisent donc dans les joints soudés.

C'est dans le but de quantifier l'importance de ces couplages galvaniques que nous avons réalisé des essais de couplage entre les différentes zones en milieu NaCl 1 M. Les couples suivants, pour les deux types de joints soudés (T34 OPT et T34 OPT post-traité), ont donc été considérés : couples MB/ZAT, NS/ZAT et MB/NS. Pour ces différents essais, la surface de métal de base est 6 fois supérieure à celle de la ZAT et à celle du noyau dans les couples MB/ZAT et MB/NS de façon à reproduire la situation d'un joint soudé réel. En revanche, toujours pour avoir un couple représentatif d'un joint soudé réel, les mêmes surfaces de ZAT et de noyau soudé ont été exposées pour le couple ZAT/NS. On peut aussi noter que, vu la géométrie du joint soudé, ce sont les phénomènes de couplage MB/ZAT et ZAT/NS qui seront les plus efficaces. Toutefois, le couplage MB/NS a quand même été considéré.



### 4.3.1 Couplage MB/ZAT

La Figure IV-34 présente les résultats de l'essai de couplage réalisé entre le MB et la ZAT prélevés dans le joint soudé T34 OPT. Compte-tenu des branchements électriques réalisés, un courant négatif correspond à un phénomène de réduction sur le MB. Lors de l'essai, le potentiel individuel de chacune des zones est mesuré avant et après le couplage durant 10 à 15 minutes. Au début de l'essai, comme le montre la Figure IV-34, les deux électrodes prennent chacune leur potentiel de corrosion respectif à savoir -620 mV/ECS pour le MB et -670 mV/ECS pour la ZAT. Au bout de 15 minutes, les deux électrodes sont connectées électriquement. Elles prennent donc un potentiel commun de -660 mV/ECS compris entre les deux potentiels initiaux. A partir du moment où les deux électrodes sont connectées, on mesure alors un courant entre les deux électrodes. Ce courant mesuré est de signe négatif, dès le début de la mesure, ce qui signifie qu'un phénomène de réduction au niveau du MB et un phénomène d'oxydation au niveau de la ZAT se produisent. La densité de courant mesurée sur l'anode, donc la ZAT, augmente (en valeur absolue) jusqu'à une valeur de  $120 \mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$ . Puis, les deux électrodes sont déconnectées et une mesure du potentiel de chacune des deux électrodes est réalisée. Il est intéressant de voir que le potentiel libre du MB n'a pas changé, à l'issue des 2 heures de l'essai, mais qu'au contraire celui de la ZAT a été modifié et vaut désormais -840 mV/ECS

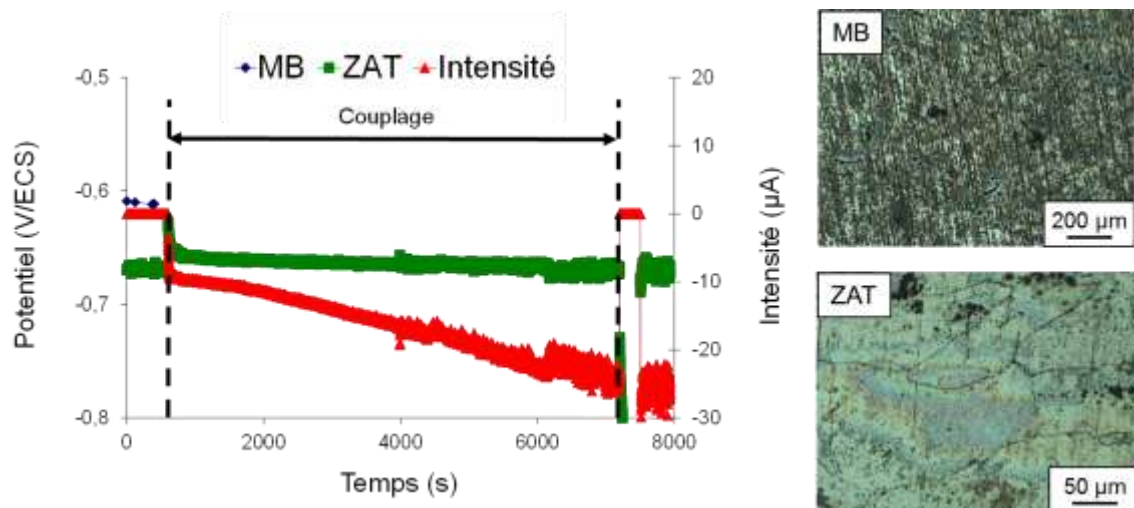


Figure IV-34 : Mesure du courant de couplage galvanique entre le MB et la ZAT du joint soudé T34 OPT prélevés à mi- épaisseur dans une solution NaCl 1M à 22 °C - Micrographies des électrodes du MB et de la ZAT à l'issue de l'essai de couplage.

Ceci s'explique par l'observation des deux électrodes à l'issue du couplage (Figure IV-34). L'électrode de MB, où avait majoritairement lieu un phénomène de réduction, est très peu

endommagée et ne présente que quelques piqûres. En revanche, la ZAT, qui s'est corrodée durant l'essai de couplage, présente de la corrosion intergranulaire. Ainsi, il est probable que la modification du potentiel libre de la ZAT soit due à cette propagation de la corrosion intergranulaire qui entraînerait une évolution de la réactivité de la surface en lien direct avec la valeur du potentiel libre.

La Figure IV-35 présente les résultats obtenus suite à l'essai de couplage galvanique réalisé entre le MB et la ZAT provenant du joint soudé T34 OPT post-traité.

Au moment où les deux électrodes sont connectées électriquement, un courant de signe positif est mesuré. Ce signe signifie donc qu'il y a un phénomène de corrosion du MB. La valeur de la densité de courant mesurée sur l'anode, donc le MB, est d'environ  $3 \mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$ , valeur bien inférieure à celle mesurée précédemment sur la ZAT du joint soudé T34 OPT A l'issue du couplage, nous retrouvons les mêmes potentiels libres qu'en début d'essai, pour le MB comme pour la ZAT. En observant les deux électrodes après essai, on remarque que le MB s'est corrodé et présente des piqûres alors que la ZAT ne présente que très peu de piqûres et pas d'endommagement en corrosion intergranulaire ; l'endommagement observé est donc cohérent avec le signe du courant de couplage. Il apparaît donc que, bien que le MB ait été corrodé, son OCP n'a pas évolué au cours de l'essai. Ceci suggère que, lorsqu'un matériau est sensible à de la corrosion par piqûres, sa réactivité de surface, donc la valeur de son OCP, n'est que très peu modifiée par ce type de corrosion.

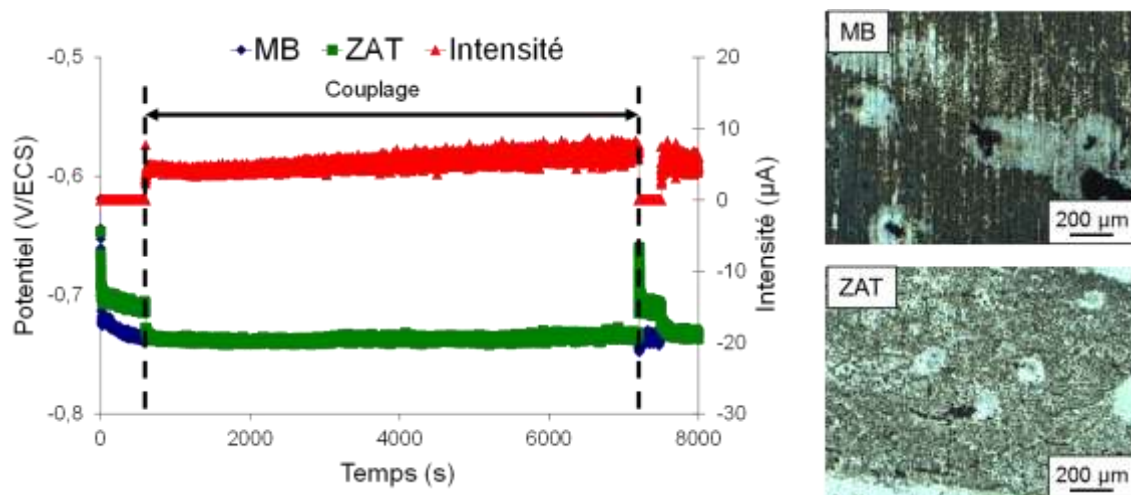


Figure IV-35: Mesure du courant de couplage galvanique entre le MB et la ZAT du joint soudé T34 OPT post-traité prélevés à mi- épaisseur dans une solution NaCl 1M à 22°C - Micrographies des électrodes de MB et de ZAT à l'issue de l'essai de couplage.

Par ailleurs, on montre que la densité de courant mesurée sur l'anode lors du couplage MB/ZAT dans le cas du joint T34 OPT est 40 fois plus importante que dans le cas du joint soudé T34 OPT post-traité. L'inversion de polarité observée quand on passe du couple caractéristique du joint T34 OPT à celui représentatif du joint T34 OPT post traité et une densité de courant de couplage plus importante pour le couple des zones T34 OPT permet donc de mieux comprendre l'endommagement plus important de la ZAT du joint soudé T34 OPT lors du test de corrosion accélérée Mastmaasis Wet Bottom présenté précédemment. Tous les résultats obtenus sont donc en parfaite adéquation les uns avec les autres et montrent l'importance de ces phénomènes de couplage galvanique pour ce qui concerne le comportement en corrosion des joints soudés.

### **4.3.2 Couplage NS/ZAT**

Les mêmes essais que ceux décrits précédemment ont été réalisés mais en s'intéressant cette fois-ci au couple NS/ZAT. La Figure IV-36 présente les résultats obtenus suite à l'essai de couplage entre la ZAT et le NS du joint soudé T34 OPT. Comme précédemment, le potentiel libre de chacune des deux zones est d'abord mesuré puis au bout de 10 minutes, les deux électrodes sont connectées électriquement. Le courant mesuré est négatif en début d'essai puis devient positif en fin d'essai de couplage ce qui signifie, compte-tenu des branchements électriques réalisés, qu'il y a successivement corrosion de la ZAT puis du NS. A l'issue des 110 minutes de couplage, les deux électrodes sont déconnectées et leur potentiel de corrosion est à nouveau mesuré. On montre que les potentiels de corrosion de chacune des 2 électrodes sont modifiés à l'issue de l'essai par rapport aux potentiels initialement mesurés. En observant les deux électrodes après le couplage, les deux zones présentent de la corrosion intergranulaire. Il est donc pertinent de supposer que la réactivité de surface a évolué au cours de l'essai avec la propagation de la corrosion intergranulaire ce qui explique la modification du potentiel libre des deux électrodes. Ce résultat est cohérent avec l'évolution du potentiel libre de la ZAT lors de l'essai de couplage MB/ZAT du joint soudé T34 OPT. Lors du couplage de la ZAT et du NS du joint T34 OPT, la densité de courant mesurée en fin d'essai sur l'anode est d'environ  $20 \mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$ .

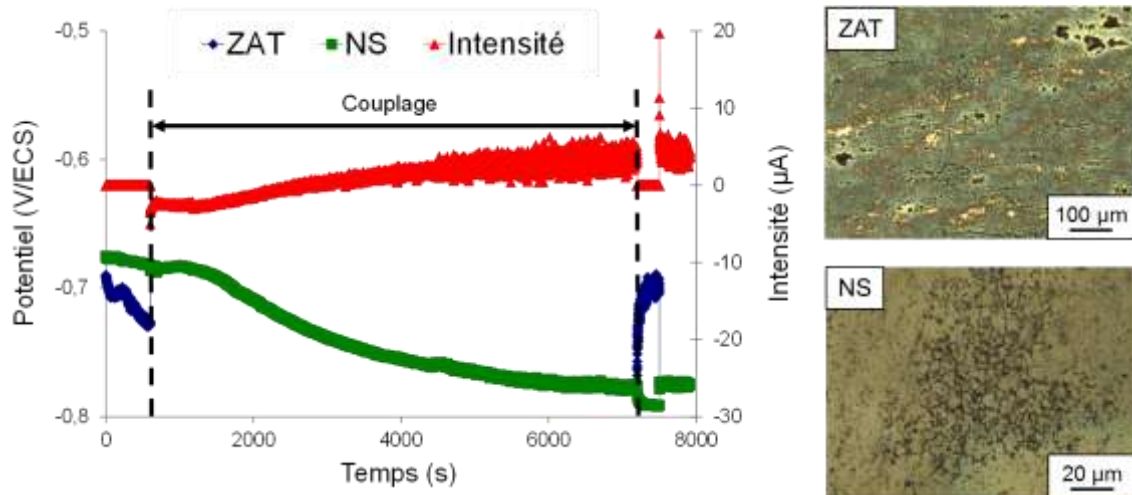


Figure IV-36 : Mesure du courant de couplage galvanique entre le NS et la ZAT du joint soudé T34 OPT prélevés à mi- épaisseur dans une solution NaCl 1M à 22 °C -Micrographies des électrodes de NS et de ZAT à l'issue de l'essai de couplage.

La Figure IV-37 présente les résultats de l'essai de couplage galvanique entre la ZAT et le NS du joint soudé T34 OPT post-traité. Au moment du couplage, l'intensité mesurée est positive ce qui traduit le fait que le NS se corrode.

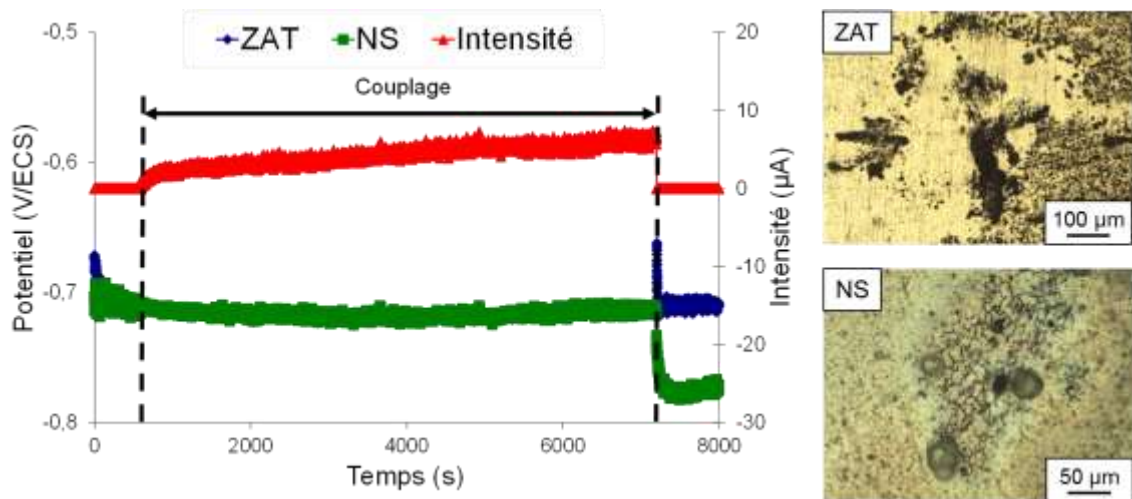


Figure IV-37 : Mesure du courant de couplage galvanique entre le NS et la ZAT du joint soudé T34 OPT post-traité prélevés à mi- épaisseur dans une solution NaCl 1M à 22 °C - Micrographies des électrodes de NS et de ZAT à l'issue de l'essai de couplage.

A l'issue du couplage, le potentiel libre des deux zones est de nouveau mesuré. Seul celui du NS a changé. En observant les électrodes, nous remarquons que la ZAT semble très peu endommagée alors que le NS présente de la corrosion intergranulaire conduisant à une modification de sa réactivité de surface donc de son OCP, en accord avec les résultats

précédents. Lors du couplage des deux zones, la densité de courant mesurée sur l'anode en fin d'essai est d'environ  $24 \mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$ .

### 4.3.3 Couplage MB/NS

Comme cela a été dit précédemment, même si le métal de base et le noyau soudé sont assez éloignés l'un de l'autre dans le joint soudé, des essais de couplage ont été réalisés entre ces deux zones pour tenir compte du fait que l'OCP du joint soudé global est très différente de celles de chacune des zones du joint prises individuellement (Figure IV-28). La Figure IV-38 présente donc les résultats de l'essai de couplage galvanique entre le MB et le NS du joint soudé T34 OPT.

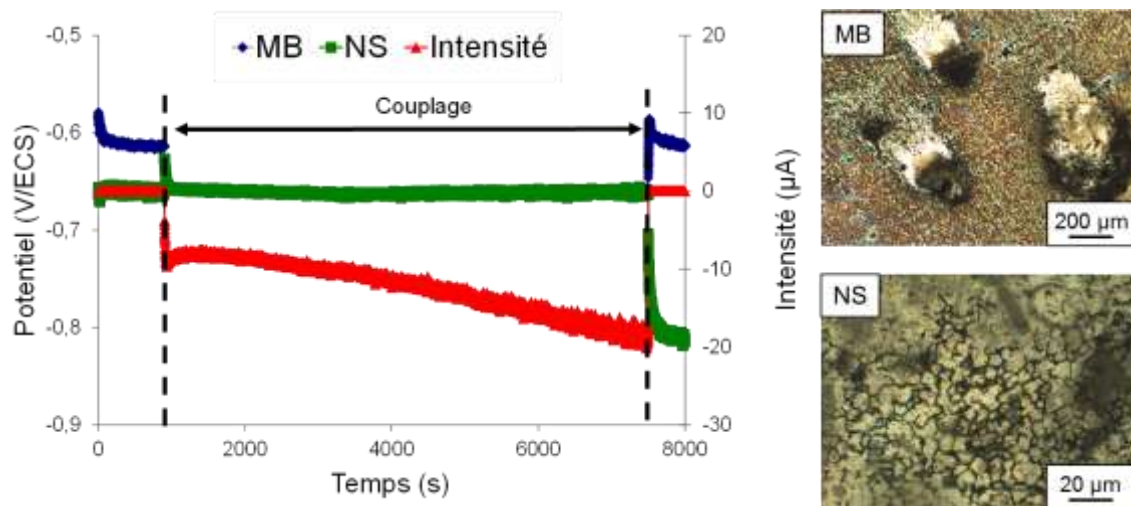


Figure IV-38 : Mesure du courant de couplage galvanique entre le MB et le NS du joint soudé T34 OPT prélevés à mi- épaisseur dans une solution NaCl 1M à 22 °C - Micrographies des électrodes de NS et de ZAT à l'issue de l'essai de couplage.

Avant la connexion électrique des deux électrodes, les valeurs des OCP mesurées pour les deux électrodes sont identiques à celles mesurées lors des essais précédemment réalisés sur les zones individuelles. Lorsque les deux électrodes sont reliées, le courant mesuré est négatif ce qui traduit une oxydation du NS lors du couplage. A la fin de l'essai, la densité de courant mesurée sur l'anode du couple, donc le NS, a atteint une valeur de  $120 \mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$ , valeur comparable à celle mesurée lors du couplage MB/ZAT du joint soudé T34 OPT. Une fois le couplage terminé, les OCP des deux zones sont mesurées individuellement. L'OCP du NS a été modifiée alors que celle du MB n'a pas changé. Ce changement d'OCP peut être imputé, comme précédemment, au type d'endommagement en corrosion subi par les différentes zones. En effet, le NS, qui s'est corrodé, présente de la corrosion intergranulaire sur sa surface

ce qui génère un changement de réactivité de la surface et donc un changement de potentiel libre.

Dans le but de quantifier l'influence du phénomène de couplage galvanique sur l'endommagement en corrosion des différentes zones, les essais de couplage ont été prolongés sur 24 heures afin de réaliser une comparaison pertinente de l'endommagement en corrosion avec et sans couplage. Il faut noter ici que ces essais ont été réalisés en milieu NaCl 0,7 M ; cela ne change en rien les conclusions. La Figure IV-39 présente les valeurs de profondeur moyenne des défauts de corrosion, de longueurs maximale et cumulée de ces défauts développés sur le métal de base du joint soudé T34 OPT lorsque cette zone est soit couplée au noyau soudé, soit immergée seule durant un jour.

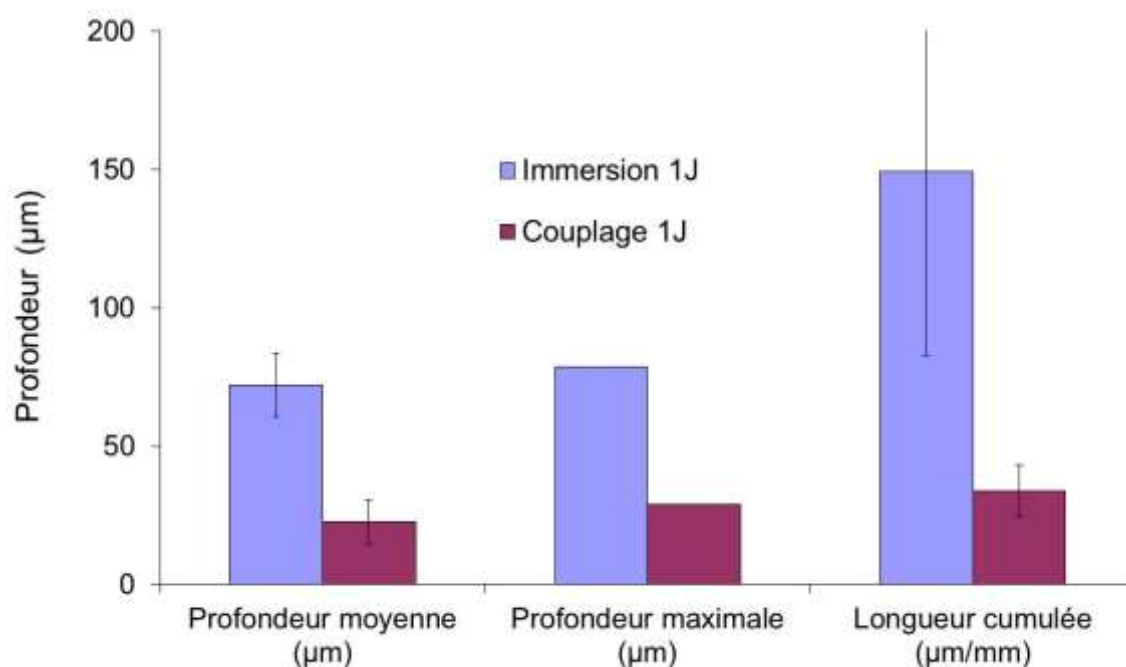


Figure IV-39 : Quantification de l'endommagement du métal de base du joint soudé T34 OPT après un jour d'immersion dans une solution NaCl 0,7 M. Le métal de base est soit immergé individuellement dans l'électrolyte soit couplé avec le noyau soudé du joint T34 OPT.

A l'issue des essais, les trois indicateurs montrent que l'endommagement en corrosion du métal de base est moins important lorsqu'il est couplé au noyau soudé que lorsqu'il est immergé seul. En effet, en l'absence de couplage, la profondeur moyenne atteinte par les défauts de corrosion est de 72 µm alors que lorsque le MB est couplé au noyau soudé, celle-ci est réduite à 23 µm. De la même manière, la profondeur maximale des défauts de corrosion est fortement réduite lors du couplage MB/NS puisqu'elle passe de 78 µm sans couplage à seulement 30 µm lors du couplage. Enfin, la longueur cumulée de joints de grains corrodés

diminue aussi avec le couplage, passant de 150  $\mu\text{m}$  à 35  $\mu\text{m}$  sans et avec couplage galvanique respectivement. Parallèlement à cela, le noyau soudé quant à lui est plus endommagé quand il est couplé au métal de base comme le montre la Figure IV- 40. La profondeur moyenne atteinte par les défauts de corrosion en l'absence de couplage est de 36  $\mu\text{m}$  alors que le phénomène de couplage galvanique entraîne une forte augmentation de cet indicateur jusqu'à une valeur de 58  $\mu\text{m}$ . La profondeur maximale atteinte par ces défauts de corrosion est elle aussi fortement accrue puisqu'elle passe de 57  $\mu\text{m}$  à 92  $\mu\text{m}$  dans le cas d'un couplage galvanique. Il faut noter ici qu'un nouvel indicateur de l'endommagement est utilisé. Celui-ci consiste à estimer le pourcentage de joints de grains corrodés par rapport au nombre total de joints de grains qui peuvent potentiellement se corroder dans la mesure où la forme de corrosion observée est de la corrosion intergranulaire. On remarque qu'en présence d'un couplage entre le noyau soudé et le métal de base, le pourcentage de joints de grains corrodés dans le noyau soudé est de 25,9 % alors que, lorsque le noyau soudé est immergé seul en milieu corrosif, ce pourcentage ne vaut que 5,1 %.

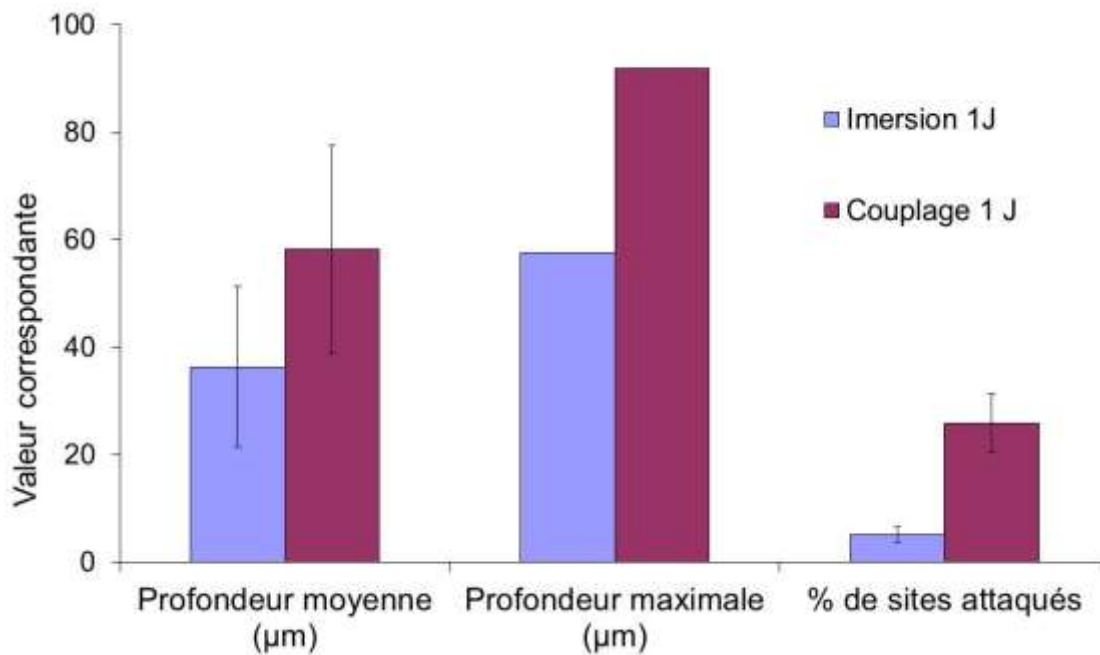


Figure IV- 40 : Quantification de l'endommagement du noyau soudé du joint soudé T34 OPT après un jour d'immersion dans une solution NaCl 0,7 M. Le noyau soudé est soit immergé individuellement dans l'électrolyte soit couplé avec le métal de base du joint T34 OPT.

Ainsi, l'ensemble de ces mesures met en évidence un véritable phénomène de couplage galvanique entre le métal de base et le noyau soudé du joint T34 OPT. Ce phénomène est responsable d'une forte augmentation de l'endommagement du noyau soudé par comparaison

à ce qui est observé lorsque cette zone est immergée individuellement. En parallèle, le métal de base est quant à lui beaucoup moins endommagé quand le phénomène de couplage galvanique est pris en compte.

La Figure IV-41 présente les résultats des essais de couplage entre le MB et le NS du joint soudé T34 OPT post-traité. Lors du couplage, une intensité positive est mesurée, traduisant la corrosion préférentielle du MB. On note toutefois que cette densité de courant mesurée sur l'anode du couple, donc le MB, lors du couplage est très faible par rapport au cas du joint soudé T34 OPT, avec une valeur de  $3 \mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$ . A l'issue de l'essai de couplage, les OCP mesurées pour le MB et le NS sont les mêmes que celles mesurées avant couplage. L'examen des surfaces des électrodes après essai montre que le MB présente de la corrosion par piqûre et de la corrosion intragranulaire et le NS de la corrosion intergranulaire et quelques piqûres. La corrosion intergranulaire observée sur le NS ne semble pas suffisante pour modifier l'OCP de cette électrode à l'issue de l'essai de couplage ce qui est en accord avec les faibles valeurs de densité de courant de couplage.

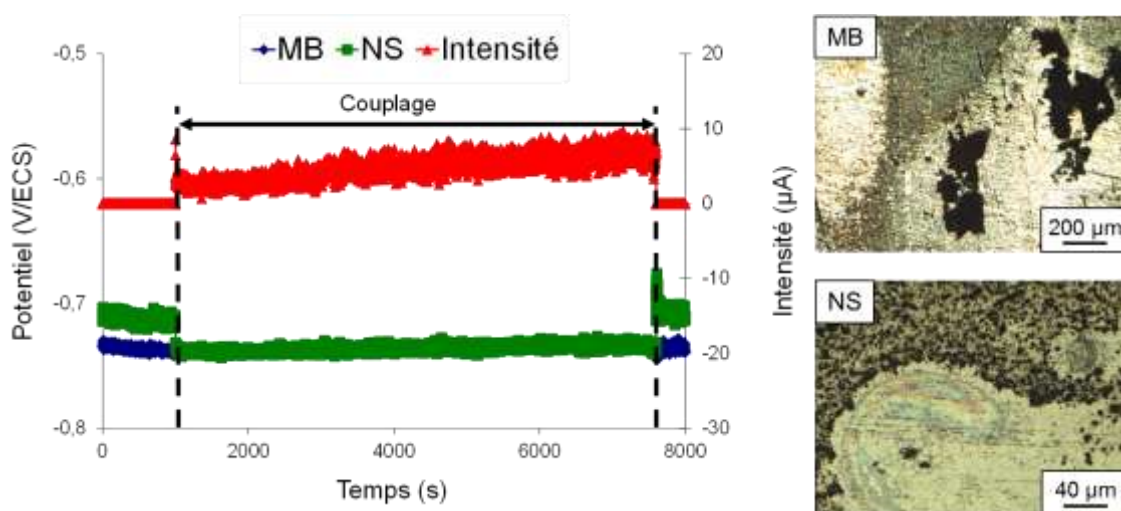
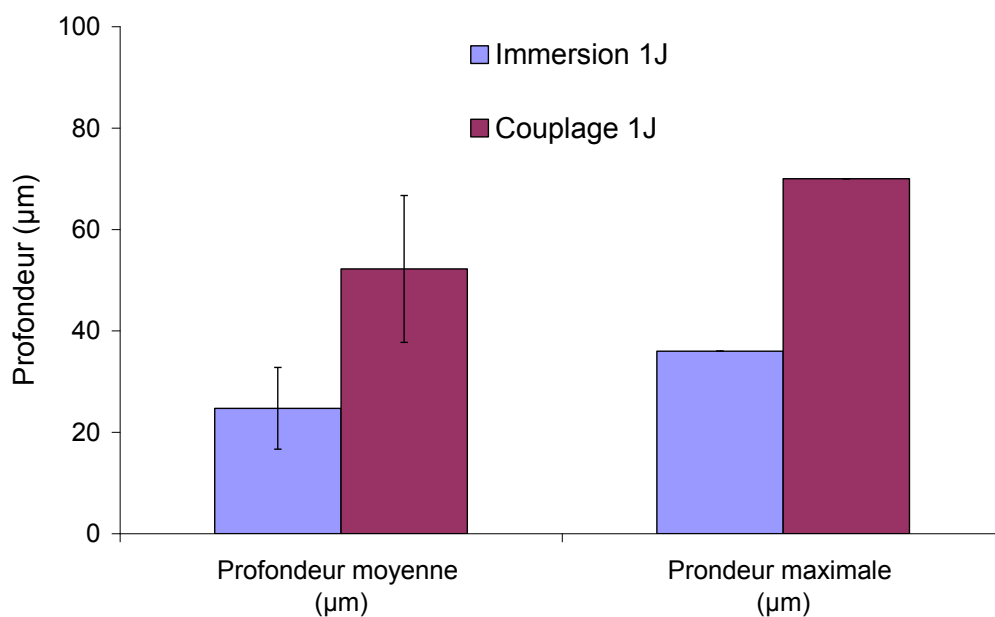


Figure IV-41 : Mesure du courant de couplage galvanique entre le MB et le NS du joint soudé T34 OPT post-traité prélevés à mi- épaisseur dans une solution NaCl 1M à 22 °C - Micrographies des électrodes de NS et de ZAT à l'issue de l'essai de couplage.

Comme cela a été fait pour le joint soudé T34 OPT, l'endommagement en corrosion du métal de base et du noyau soudé du joint T34 OPT post traité après un essai de couplage galvanique d'une durée d'un jour a été quantifié pour évaluer l'importance du phénomène de couplage galvanique. Ici aussi, ces essais supplémentaires ont été réalisés en milieu NaCl 0,7M : les conclusions sont valables pour un milieu NaCl 1M, milieu utilisé pour les essais de couplage



plus courts. La Figure IV-42 présente les résultats obtenus pour ce qui concerne la quantification de l'endommagement en corrosion du métal de base avec et sans couplage. Les résultats montrent que les profondeurs moyenne et maximale atteintes par les défauts de corrosion intragranulaire développés dans le métal de base augmentent lorsque celui-ci est couplé au noyau soudé. La profondeur moyenne passe d'une valeur de 25  $\mu\text{m}$  à 52  $\mu\text{m}$  en l'absence et en présence du couplage respectivement. De plus, la profondeur maximale passe de 36  $\mu\text{m}$  à 70  $\mu\text{m}$  en l'absence et en présence du couplage respectivement. Ces indicateurs traduisent donc bien le fait que le métal de base sert d'anode sacrificielle dans le joint soudé T34 OPT post traité.



**Figure IV-42 : Quantification de l'endommagement du métal de base du joint soudé T34 OPT post traité après un jour d'immersion dans une solution NaCl 0,7 M. Le métal de base est soit immergé individuellement dans l'électrolyte soit couplé avec le noyau soudé du joint T34 OPT post traité.**

La Figure IV- 43 présente les résultats obtenus en termes de quantification de l'endommagement en corrosion du noyau soudé du joint T34 OPT post-traité avec et sans couplage galvanique avec le métal de base du même joint. On peut observer que la profondeur moyenne atteinte par les défauts de corrosion intergranulaire mais aussi intragranulaire développés dans le noyau soudé diminue avec le couplage, passant de 24  $\mu\text{m}$  à 17  $\mu\text{m}$  sans et avec couplage respectivement. La profondeur maximale des défauts de corrosion ne semble pas impactée par le phénomène de couplage galvanique. De la même façon, le pourcentage de sites corrodés ne varie quasiment pas que l'on considère ou pas le phénomène de couplage galvanique. En effet, le pourcentage de sites attaqués en l'absence de couplage galvanique est

de 8 % alors qu'en présence d'un couplage galvanique, cette valeur devient égale à 6,5 %. Il y a donc très peu d'influence du couplage sur le pourcentage de sites corrodés. Cependant, ce résultat n'est pas surprenant. Durant les immersions du noyau soudé en milieu contenant des ions chlorures, que cette zone soit couplée ou non au métal de base, la corrosion ne se développe pas de manière uniforme mais préférentiellement selon des bandes parallèles les unes aux autres ce qui suggère que la corrosion est contrôlée par un autre facteur. Cette 'localisation' de l'endommagement en corrosion du noyau soudé fera l'objet d'un paragraphe dans le chapitre V.

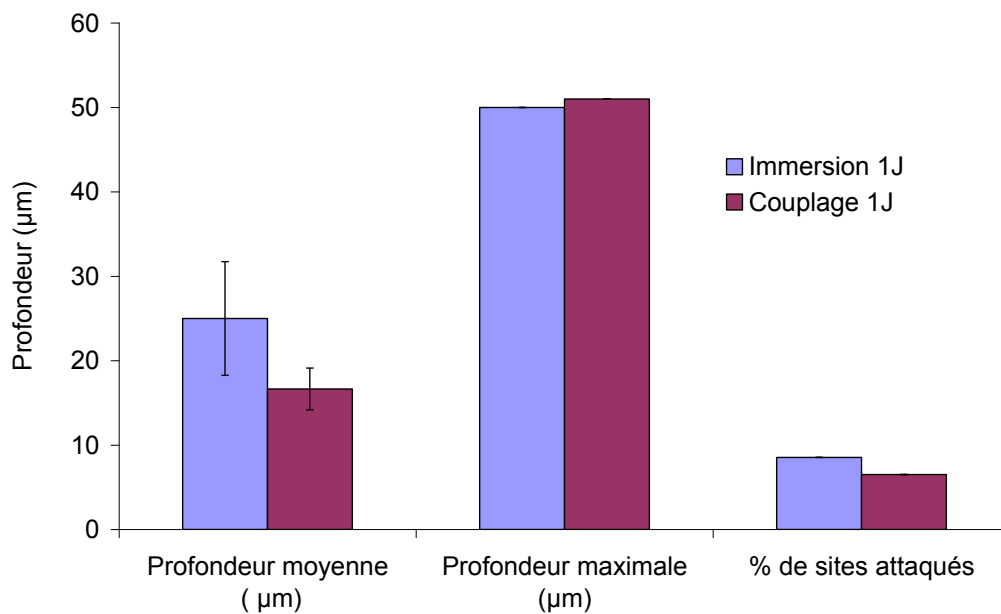


Figure IV- 43 : Quantification de l'endommagement du noyau soudé du joint soudé T34 OPT post traité après un jour d'immersion dans une solution NaCl 0,7 M. Le noyau soudé est soit immergé individuellement dans l'électrolyte soit couplé avec le métal de base du joint T34 OPT post traité.

Ainsi, ce paragraphe a mis en évidence l'existence de phénomènes de couplage galvanique entre les différentes zones du joint soudé. Les valeurs des densités de courant mesurées lors des essais de couplage sont reportées au Tableau IV-3. On observe que les couplages galvaniques existant dans le joint soudé T34 OPT entre MB et ZAT d'une part et MB et NS d'autre part induisent une corrosion préférentielle de la ZAT et du NS. Les densités de courant mesurées traduisent un couplage important. Pour ce qui est du joint soudé T34 OPT post-traité, ZAT et NS ne se corrodent que peu et le MB, qui sert d'anode sacrificielle, ne présente que de la corrosion par piqûres. De plus, la densité de courant mesurée sur l'anode dans le cas du couplage galvanique entre le MB et la ZAT du joint T34 OPT est 40 fois plus importante que dans le cas du joint T34 OPT post-traité. Ces différents essais de couplage

galvanique permettent donc d'expliquer les résultats obtenus lors de l'essai Mastmaasis Wet Bottom. En effet dans cet essai, la ZAT et le NS sont les deux zones les plus endommagées dans le cas du joint soudé T34 OPT tandis que, dans le cas du joint soudé T34 OPT post-traité, la ZAT est protégée par le MB.

Le comportement en corrosion des joints soudés est donc, en grande partie, contrôlé par des effets de pile à l'échelle globale entre les différentes zones du joint soudé. Toutefois, il est évident que les effets de microcouplage galvanique à l'échelle plus locale de la microstructure propre à chacune des zones des joints soudés ne peuvent pas être négligés.

**Tableau IV-3 : Récapitulatif des différentes densités de courant de couplage galvanique mesurées sur l'anode du couple pour les essais de couplage galvanique entre les différentes zones des joints soudés pour les joints soudés T34 OPT et T34 OPT post-traité. Milieu NaCl 1M à 22 °C.**

Couple étudié	Densité de courant de couplage ( $\mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$ ). Valeur absolue.	
	T34 OPT	T34 OPT post-traité
MB/ZAT	120	3
NS/ZAT	20	24
MB/NS	120	3

#### 4.3.4 Limitation du couplage galvanique

Compte-tenu des résultats précédents qui ont montré l'importance des phénomènes de couplage galvanique sur le comportement en corrosion des joints soudés, un essai supplémentaire a été réalisé pour déterminer s'il était possible de limiter ces phénomènes de couplage. Cet essai a porté sur le couple MB/NS. En partant du principe qu'à la base des processus de couplage galvanique, il y a une différence de potentiel de corrosion entre les deux éléments du couple, il a été tenté de réduire cette différence de potentiel. Les résultats obtenus dans le chapitre III ont montré que le potentiel de corrosion du métal de base, initialement à l'état T34, diminue quand le matériau est traité à 155 °C et cela d'autant plus que le traitement thermique est long. Un traitement thermique à 155 °C d'une durée de 5 heures, soit une durée inférieure à celle du traitement post soudage, a donc été appliqué au noyau soudé du joint soudé T34 OPT pour faire évoluer la microstructure de cette zone et donc son potentiel de corrosion. Des mesures d'OCP en milieu NaCl 0,7 M ont été réalisées

sur cet échantillon, la valeur moyenne obtenue étant donnée sur la Figure IV- 44. Sur cette figure sont reportées les valeurs d'OCP du noyau soudé du joint T34 OPT et du joint T34 OPT post traité. Sont également reportées les valeurs d'OCP du métal de base en fonction de la durée de traitement à 155°C (Figure III-26).

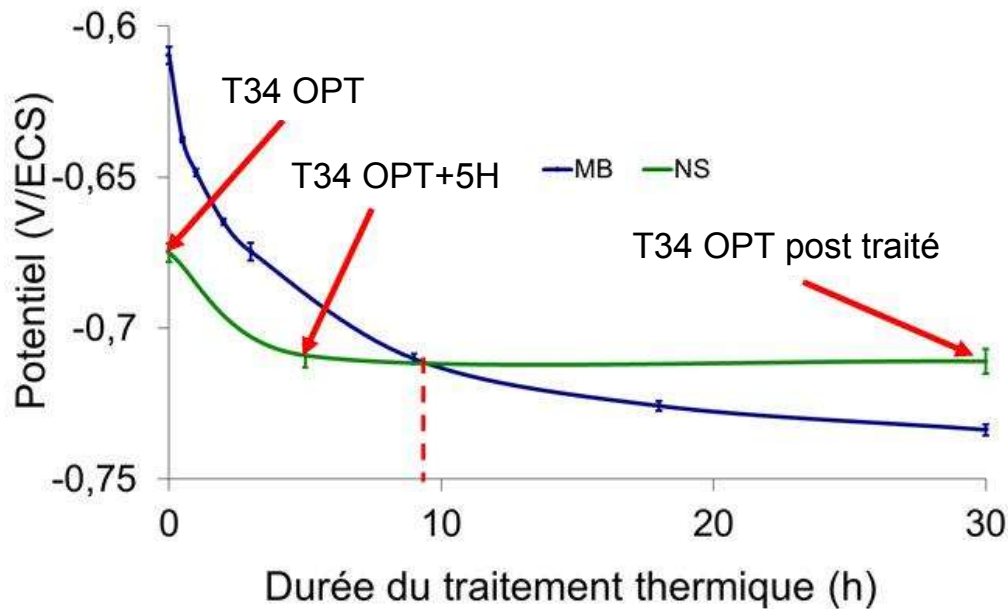


Figure IV- 44: Evolution de l'OCP du NS et du MB du joint soudé T34 OPT en fonction de la durée de maintien à 155 °C. Les valeurs d'OCP sont mesurées en milieu NaCl 0,7 M

Les résultats montrent que le NS et le MB ont des potentiels de corrosion identiques en milieu NaCl 0,7 M après un traitement thermique de 9 h à 155°C. Ce potentiel commun est égal à -0,710 V/ECS. En se basant sur ces résultats, un joint soudé T34 OPT a été traité durant 9 heures à 155 °C afin d'obtenir une OCP identique pour le NS et le MB du joint soudé et ainsi limiter les effets du couplage galvanique. A l'issue du traitement thermique, le joint soudé a été immergé durant 7 jours dans une solution NaCl 0,7 M à 25 °C afin d'observer l'effet de ce traitement thermique. Deux joints soudés T34 OPT et T34 OPT post-traité ont aussi été immergés dans la même solution et pendant la même durée afin de servir de comparaison. Les observations réalisées à l'issue des 7 jours d'essai sont regroupées à la Figure IV-45.

Les observations montrent qu'après 7 jours d'immersion en milieu NaCl 0,7M, la ZAT du joint soudé T34 OPT est fortement endommagée, ce qui corrobore les résultats obtenus précédemment. Après le post-traitement thermique classique, la ZAT est protégée et le MB plus corrodé, ce qui est toujours en adéquation avec les résultats des essais précédents. Le joint soudé T34 OPT + 9 heures à 155°C présente un aspect intéressant.

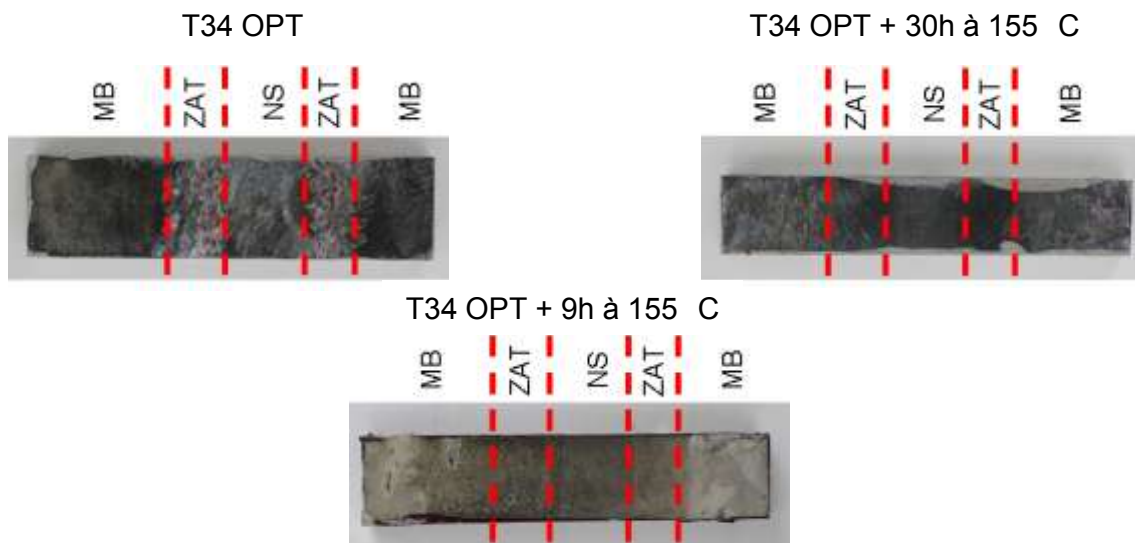


Figure IV-45 : Observations des plan L-TL des joints soudés T34 OPT, T34 OPT post-traité et T34 OPT + 9 h à 155 °C après 7 jours d'immersion dans une solution NaCl à 0,7 M thermostatée à 25 °C.

En effet, le NS et la ZAT ne sont pas particulièrement corrodés (comparativement au joint soudé T34 OPT). De plus, le MB présente toujours de la corrosion intragranulaire mais cette fois-ci, en moins grande quantité que dans le cas du joint soudé T34 OPT post-traité où un grand nombre de grains étaient corrodés. Ainsi, ce joint soudé est globalement peu sensible à la corrosion. Si les propriétés mécaniques de ce joint soudé sont intéressantes, cela pourrait offrir une voie d'amélioration des propriétés d'usage des joints soudés FSW même si le joint soudé T34 OPT post traité est déjà très résistant à la corrosion ! Dans tous les cas, ces derniers essais confirment le rôle majeur des phénomènes de couplage galvanique entre les différentes zones des joints soudés sur le comportement en corrosion de ces assemblages.

#### 4.4 Comportement en corrosion sous contrainte des joints soudés

Compte-tenu des sollicitations en service des joints soudés, des essais de corrosion sous contrainte (CSC) ont aussi été réalisés pour les joints soudés T34 OPT et T34 OPT post traité. Le chargement mécanique a été appliqué suivant la direction TL des joints soudés ; l'électrolyte utilisé est une solution de NaCl 0,7M thermostatée à 25°C. De plus, le noyau soudé présent dans les deux soudures a été étudié de manière individuelle afin de mieux comprendre le comportement global en CSC des joints soudés sachant que le comportement en corrosion sous contrainte du métal de base a déjà été étudié au chapitre III et qu'il était par ailleurs quasiment impossible d'extraire des éprouvettes de corrosion sous contrainte dans la ZAT.

Pour tous les essais, l'OCP avec et sans contrainte, le déplacement imposé à l'éprouvette pour obtenir une contrainte égale à 80% de la limite d'élasticité du matériau ainsi que la force mesurée au cours du temps sont reportés sur les figures correspondantes. Les essais sont réalisés à déplacement imposé, constant durant tout l'essai.

#### 4.4.1 Comportement en corrosion sous contrainte du joint soudé T34 OPT

La Figure IV-46 présente les résultats d'un essai de corrosion sous contrainte représentatif du joint soudé T34 OPT dans sa globalité sur les deux premières heures d'essai. On peut observer tout d'abord que l'application d'une contrainte sur le joint soudé T34 OPT n'entraîne pas de modification de l'OCP du joint par rapport aux valeurs mesurées sans sollicitation mécanique, pour une durée d'essai de 2 heures.

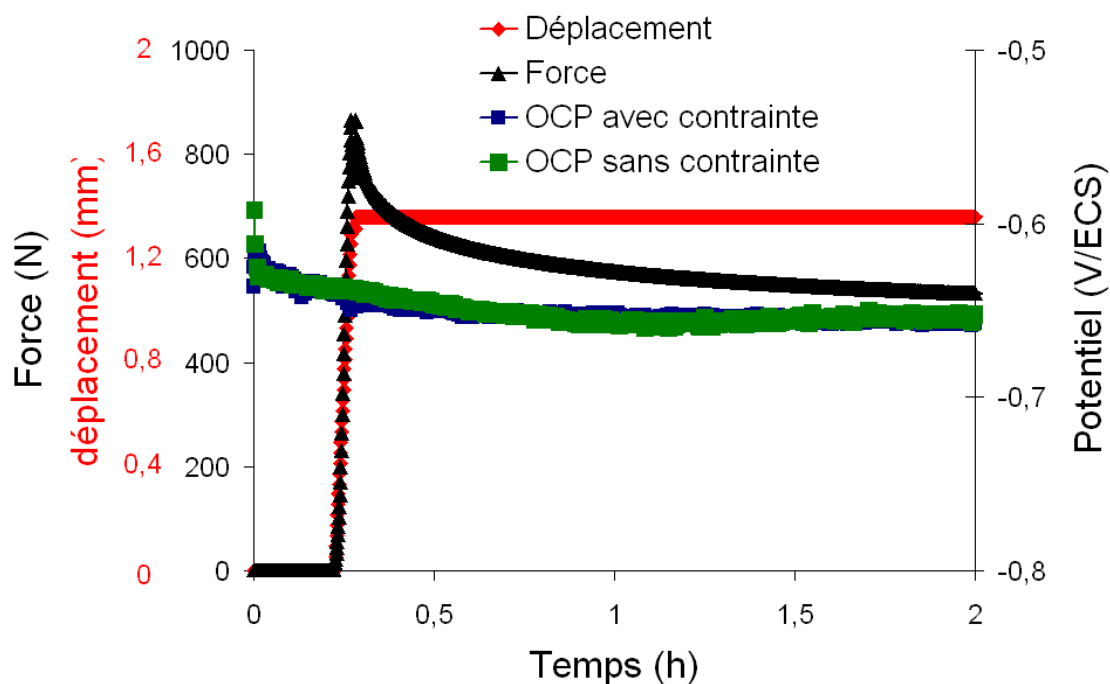


Figure IV-46 : Essai de corrosion sous contrainte du joint soudé T34 OPT dans une solution NaCl à 0,7 M thermostatée à 25°C. La surface exposée se situe à 1,5 mm sous la surface initiale.

De plus, un phénomène de relaxation est constaté lors de l'essai de corrosion sous contrainte. Afin d'expliquer ce phénomène, des essais complémentaires ont été menés. Ainsi, des essais de relaxation à l'air libre ont été réalisés sur le métal de base dans la cellule sans liquide corrosif d'abord puis sur une autre machine possédant des mors différents. Un même phénomène de relaxation est observé ce qui montre que la diminution de la force observée lors des différents essais de corrosion sous contrainte n'est pas due à un paramètre de la

machine utilisée et peut bien être en partie attribuée au comportement mécanique même du matériau testé. Cependant, ce phénomène de relaxation semble plus important en présence de l'électrolyte qu'en l'absence de celui-ci puisque la chute relative de la force appliquée est de 4% pour le joint soudé T34 OPT testé dans la cellule sans électrolyte alors qu'elle vaut 36% après deux heures d'exposition du joint soudé à la solution contenant des ions chlorures. Cette relaxation est donc aussi due aux phénomènes de corrosion affectant le joint soudé. Dans tous les cas, bien que la relaxation soit importante, le joint soudé reste cependant soumis à une contrainte égale à 50% de sa limite d'élasticité (à savoir celle du NS T34 OPT) même quand l'essai de corrosion sous contrainte est prolongé pendant 3 jours.

A l'issue d'un essai de corrosion sous contrainte de 3 jours, les différentes zones du cordon de soudure sont toutes les trois corrodées et présentent le même type de corrosion qu'en l'absence de contrainte externe. Le métal de base reste donc sensible à la corrosion intergranulaire (Figure IV-47-a) de même que la ZAT (Figure IV-47-b) et le noyau soudé (Figure IV-47-c).



**Figure IV-47: Observations au microscope optique dans le plan L-TL (a) du métal de base, (b) de la ZAT et (c) du noyau soudé du joint soudé T34 OPT après un essai de corrosion sous contrainte réalisé sur le joint soudé complet durant 3 jours dans une solution à 0,7 M de NaCl thermostatée à 25 °C.**

La Figure IV-48 montre l'aspect d'une éprouvette de corrosion sous contrainte de joint soudé T34 OPT à l'issue des 3 jours d'essai. La ZAT ainsi que le noyau soudé sont fortement endommagés. En revanche, le métal de base semble quant à lui très peu endommagé. Ces observations semblent montrer que la contrainte n'a pas changé l'ordre des potentiels de corrosion ; il n'y aurait donc pas d'inversion dans les couplages galvaniques du fait de la contrainte. Ce résultat est cohérent avec le fait que l'OCP du joint soudé est la même en l'absence et en présence d'une contrainte externe. Ces résultats sont aussi cohérents avec ceux obtenus pour ce qui concerne le comportement en corrosion sous contrainte du métal de base

présenté dans le chapitre III. Ainsi, lorsque le joint soudé n'est pas soumis à une contrainte mécanique, la ZAT présente le potentiel le plus cathodique (-0,712 V/ECS) et s'endommage de manière préférentielle. Ce phénomène est aussi observé dans le cas des essais de corrosion sous contrainte où la ZAT est plus endommagée que les autres zones. De plus, à l'issue de l'essai de corrosion sous contrainte, la profondeur maximale atteinte par les défauts de corrosion intergranulaire dans la ZAT est d'environ 190  $\mu\text{m}$  alors qu'en l'absence de contrainte, cette profondeur n'est que de 120  $\mu\text{m}$ . Ainsi, la contrainte externe semble avoir pour effet d'accroître l'endommagement de la ZAT sans entraîner de modification de l'OCP du joint soudé.

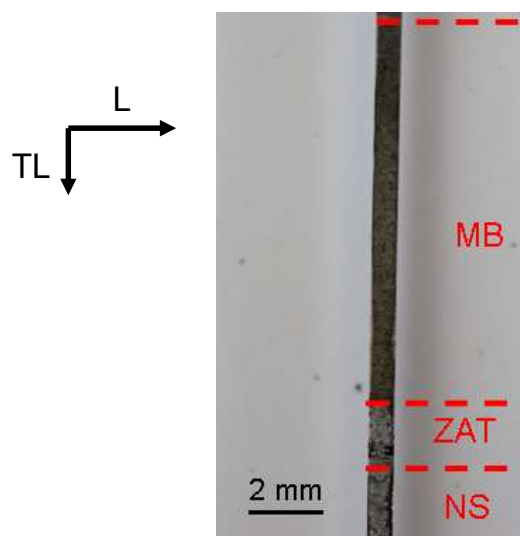


Figure IV-48 : Observation du plan L-TL du joint soudé T34 OPT après un essai de corrosion sous contrainte dans une solution NaCl à 0,7 M thermostatée à 25°C durant 3 jours.

Afin de confirmer cette hypothèse, l'influence de la contrainte sur l'OCP du noyau soudé T34 OPT pris individuellement a été étudiée, cette zone étant plus facile à tester que la ZAT et sachant que le comportement en corrosion sous contrainte du métal de base a déjà été étudié (chapitre III). La Figure IV-49 présente donc les résultats obtenus pour le noyau soudé T34 OPT pendant les deux premières heures de l'essai de corrosion sous contrainte. Tout d'abord, un phénomène de relaxation est observé comme pour l'essai réalisé sur le joint soudé complet. Afin d'expliquer si la relaxation est imputable en partie ou en totalité à la corrosion, un essai de relaxation à l'air a été réalisé pour le NS T34 OPT. Les résultats ont montré que le NS relaxait moins à l'air libre. Ainsi, dans le même laps de temps, la perte relative de force en l'absence de liquide corrosif est de 8 % alors qu'en présence de l'électrolyte, cette perte est de 25%. On peut donc en déduire que ce phénomène de relaxation observé à la Figure IV-49 est à la fois dû au matériau qui relaxe naturellement mais aussi à l'endommagement en corrosion.



Dans tous les cas, bien que la force diminue durant l'essai de corrosion sous contrainte, après 1 jour d'immersion en milieu NaCl, la contrainte appliquée à l'échantillon est toujours égale à 55% de la limite d'élasticité du matériau. On remarque ensuite que l'application d'une contrainte n'entraîne pas de décalage de l'OCP pendant les deux premières heures de l'essai. En effet, avec ou sans contrainte, les valeurs de l'OCP sont pratiquement identiques et voisines de  $-0,640$  V/ECS. Seules des oscillations sont à noter en présence d'une contrainte mais la valeur moyenne reste identique à celle de l'OCP du noyau soudé sans contrainte. La présence de ces oscillations peut être due au débit entrant de l'électrolyte dans la cellule de corrosion qui peut varier de temps en temps ou à un mauvais contact du fil de cuivre sur l'éprouvette. Ces résultats rejoignent donc ceux obtenus sur le métal de base T34 présentés au chapitre III. Cependant, on notera qu'après 1 jour d'essai de corrosion sous contrainte, l'OCP mesurée pour le noyau soudé est de  $-0,760$  V/ECS alors qu'en absence de contrainte, celle-ci est de  $-0,650$  V/ECS. Cette différence peut être attribuée au fait que la contrainte augmente la cinétique d'endommagement en corrosion du noyau soudé. Effectivement, le noyau soudé T34 OPT étant sensible à la corrosion intergranulaire, la contrainte peut favoriser l'ouverture des défauts de corrosion présents et ainsi favoriser la propagation de la corrosion intergranulaire dans l'épaisseur. Ces résultats seront commentés plus en détail dans le chapitre V.

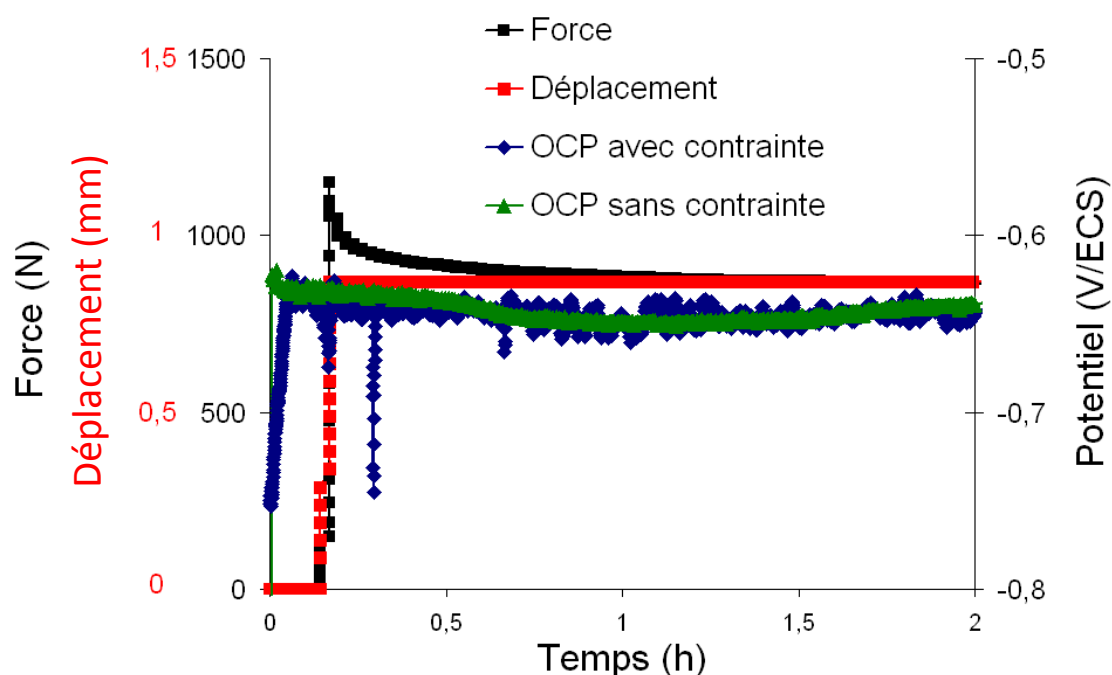


Figure IV-49 : Essai de corrosion sous contrainte mené pour le NS T34 OPT situé à 1,5 mm sous la surface dans une solution NaCl à 0,7 M thermostatée à 25°C.

Ainsi, dans les premières heures de l'essai de corrosion sous contrainte, on n'observe pas d'effet de la contrainte sur l'OCP du noyau soudé du joint T34 OPT. De la même manière, il avait été montré dans le chapitre III que la contrainte ne modifiait pas l'OCP du métal de base à l'état T34. On fera donc ici l'hypothèse que l'OCP de la ZAT ne sera pas modifiée par la contrainte, au moins pendant les premiers temps d'un essai de corrosion sous contrainte. Ainsi, lorsque le joint soudé T34 OPT est soumis à une contrainte de traction, il n'y a pas de modification du couplage galvanique entre les différentes zones, l'ordre des OCP est conservé. La zone affectée thermiquement ainsi que le noyau soudé seront donc les deux zones les plus endommagées par rapport au métal de base qui lui sera protégé.

#### 4.4.2 Comportement en corrosion sous contrainte du joint soudé post-traité

L'influence du traitement thermique post soudage sur le comportement en corrosion sous contrainte du joint soudé a ensuite été étudiée. La Figure IV-50 présente les résultats obtenus lors d'un essai de corrosion sous contrainte représentatif mené sur le joint soudé T34 OPT post-traité, pendant les deux premières heures de l'essai.

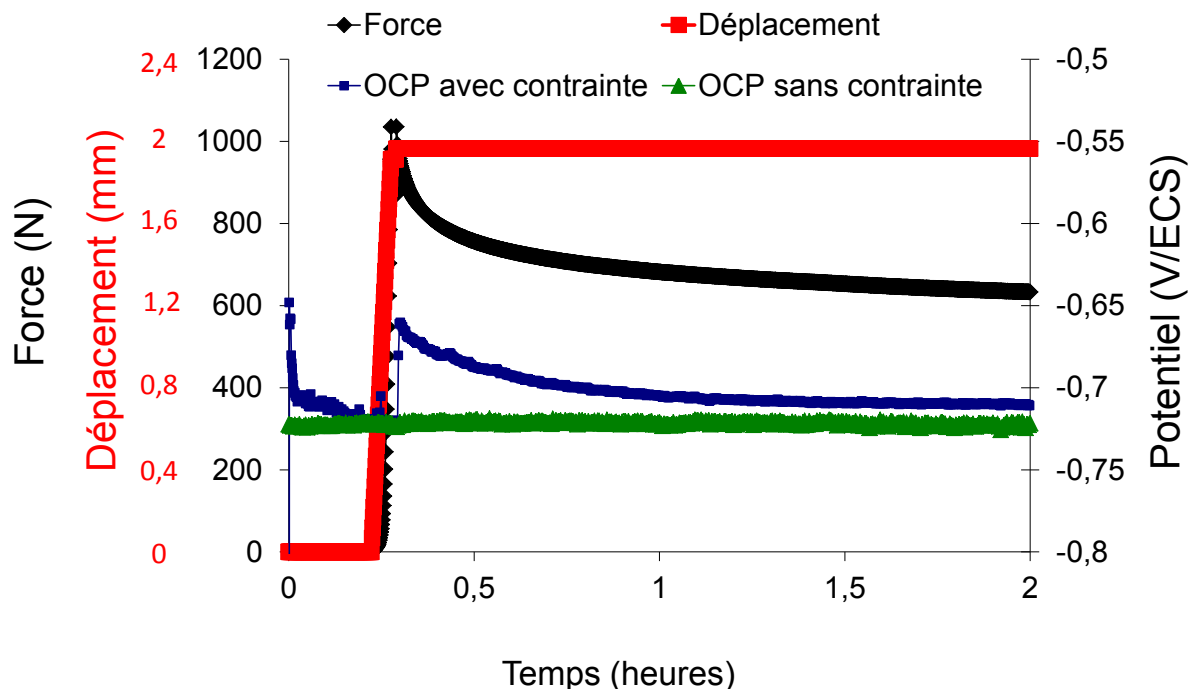


Figure IV-50 : Essai de corrosion sous contrainte du joint soudé T34 OPT post-traité dans une solution NaCl à 0,7 M thermostatée à 25°C. La surface exposée se situe à 1,5 mm sous la surface initiale.

Il est très intéressant de noter que la contrainte semble avoir une influence sur l'OCP du joint soudé post traité, contrairement à ce qui a été observé pour le joint soudé T34 OPT. En effet, lorsque la contrainte est appliquée, l'OCP du joint soudé se décale de 70 mV vers les potentiels plus anodiques au début de l'essai. Ensuite, l'OCP du joint soudé décroît jusqu'à se stabiliser à des valeurs égales à -710 mV/ECS, valeurs qui sont 15 à 20 mV plus anodiques par rapport à l'OCP du joint soudé sans contrainte. Cette modification de l'OCP du joint soudé avec la contrainte va entraîner une plus forte polarisation du métal de base dans le joint soudé lorsqu'une contrainte est appliquée. En effet, il avait été montré dans le chapitre III que, lorsqu'une contrainte était appliquée au métal de base seul, cela n'entraînait pas de décalage de l'OCP de celui-ci. Une telle modification de l'OCP d'un matériau par l'application d'une contrainte a été constatée par C. Augustin sur un alliage 2024-T351 [53].

Toutefois, on peut observer qu'après 3 jours d'essai de corrosion sous contrainte, les différentes zones du joint soudé présentent le même type d'endommagement qu'en l'absence de contrainte. Le métal de base reste sensible à la corrosion intragranulaire (Figure IV- 51-a), alors que la ZAT et le noyau soudé présentent à la fois de la corrosion intergranulaire et de la corrosion intragranulaire (Figure IV- 51-b et Figure IV- 51-c).



Figure IV- 51: Observations du plan L-TL (a) du métal de base, (b) de la ZAT et (c) du Noyau soudé du joint soudé T34 OPT Post-traité après un essai de corrosion sous contrainte durant 3 jours dans une solution à 0,7 M de NaCl thermostatée à 25 °C.

La Figure IV-52 présente l'endommagement d'une éprouvette de joint soudé à l'issue d'une immersion de 3 jours en présence d'une contrainte mécanique externe. Les observations montrent que le métal de base a été fortement corrodé puisqu'une épaisseur de presque 500 µm a été perdue de chaque côté de l'éprouvette. La profondeur atteinte par l'endommagement dans la partie métal de base est donc beaucoup plus importante que lorsque le métal de base n'est pas sollicité mécaniquement. En effet, en l'absence de contrainte, après 3 jours d'immersion, la profondeur moyenne atteinte par les défauts de

corrosion développés dans le métal de base, immergé seul, n'est que de  $32 \mu\text{m}$ . Par ailleurs, les essais de couplage galvanique MB/NS et la quantification de l'endommagement associée avaient montré que, couplé ou pas au noyau soudé, le métal de base ne présentait pas de défauts de corrosion plus profonds que  $100 \mu\text{m}$  sans contrainte mécanique appliquée. Ce résultat est parfaitement cohérent avec la variation d'OCP enregistré pour le joint soudé lorsqu'une contrainte est appliquée (Figure IV-50), cette évolution de l'OCP du joint soudé ayant pour effet de polariser davantage le métal de base dans le joint soudé quand il est sollicité mécaniquement.

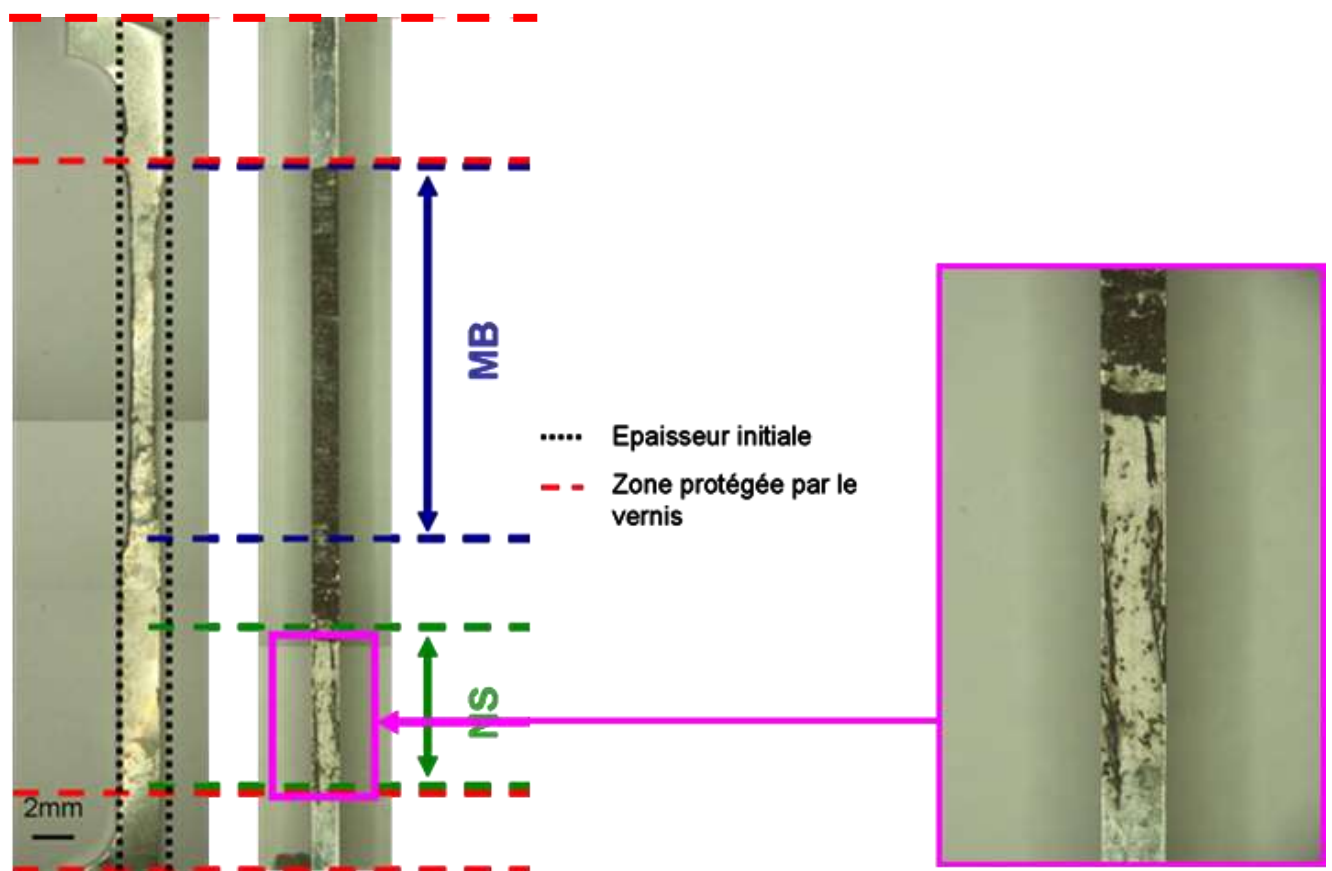


Figure IV-52 : Observation du plan TL-TC (gauche) et L-TL (droite) du joint soudé T34 OPT post traité après un essai de corrosion sous contrainte dans une solution NaCl à 0,7 M thermostatée à 25 °C durant 3 jours.

Pour ce qui concerne le NS, il ne semble quant à lui pas plus endommagé en présence d'une contrainte mécanique qu'en l'absence de contrainte. Pour comprendre ce phénomène, le NS a été étudié individuellement en corrosion sous contrainte (Figure IV- 53). Tout d'abord, un phénomène de relaxation est là aussi observé. De la même manière que précédemment, la diminution relative de la force est de 4% à l'air et de 24% dans la solution après 2 heures

d'essai. Ainsi, la diminution de la force observée lors de l'essai est pour une part imputable au matériau et pour une autre part à l'endommagement en corrosion observé. Par ailleurs, les résultats montrent que l'application d'une contrainte mécanique semble ne pas entraîner de modification de l'OCP du noyau soudé, comme cela a été observé pour le métal de base, du moins pendant les deux premières heures de l'essai. Effectivement, la valeur d'OCP obtenue après 3 jours d'essai en corrosion sous contrainte est de  $-0,720 \pm 5$  V/ECS alors qu'en l'absence de cette contrainte, la valeur est égale à  $-0,710 \pm 5$  V/ECS. Il y a donc, après 3 jours d'essai, une faible différence de l'OCP du noyau soudé selon qu'il est ou pas sollicité mécaniquement. Cette différence a, comme pour le noyau soudé T34 OPT, était attribuée à l'influence de la contrainte sur la cinétique de propagation des défauts de corrosion ce qui sera détaillé au chapitre V. De plus, à l'issue de l'essai de corrosion sous contrainte, le NS T34 OPT post-traité présente une forte localisation de l'endommagement suivant des bandes parallèles (Figure IV-52). Ce résultat sera également commenté plus en détail dans le chapitre V.

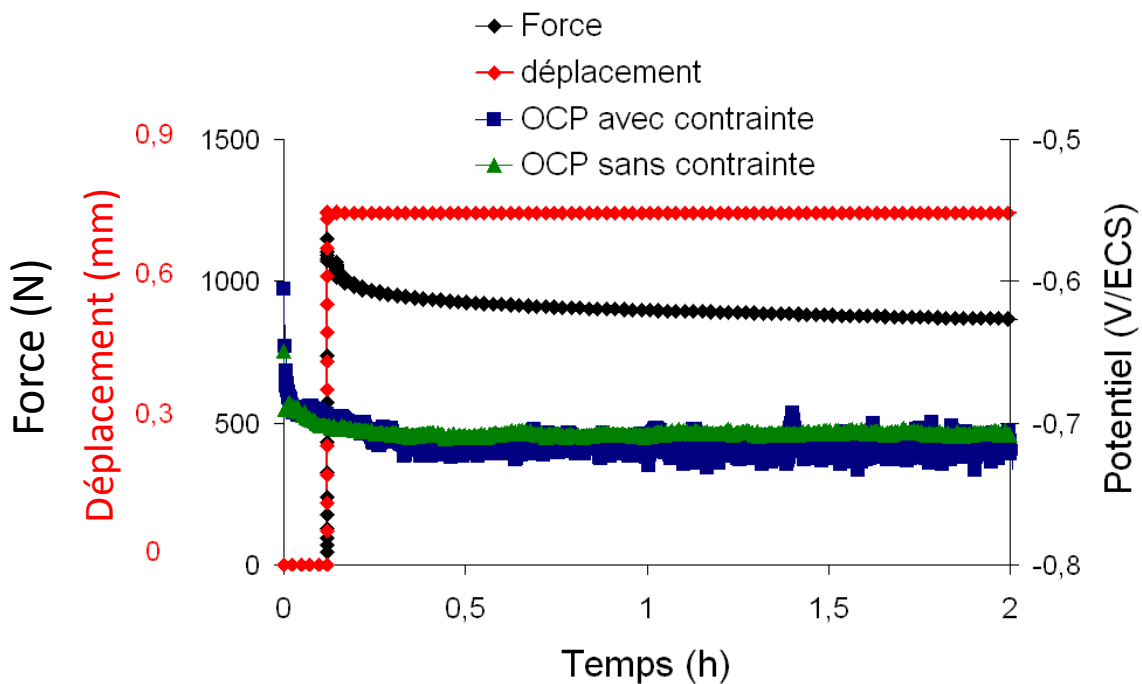


Figure IV- 53: Essai de corrosion sous contrainte du NS T34 OPT post-traité à 1,5 mm sous la surface dans une solution NaCl à 0,7 M thermostatée à 25 °C.

Ainsi, lorsque les deux zones, MB et NS, sont considérées individuellement, l'application d'une contrainte mécanique n'entraîne pas ou très peu de modification des valeurs des OCP de chacune des zones. A partir de ces résultats, on peut faire l'hypothèse que l'OCP de la ZAT ne sera pas davantage modifiée par l'application d'une contrainte mécanique. De ce fait,

lorsque le joint soudé sera étudié dans sa globalité, aucune modification dans le couplage galvanique ne devrait être observée par rapport aux résultats obtenus lors de l'étude sans contrainte. Cependant, comme l'OCP du joint soudé T34 OPT post-traité est modifiée par l'application d'une contrainte externe, la surtension anodique appliquée au MB dans le joint soudé sollicité mécaniquement est plus forte que celle appliquée en l'absence de contrainte. Le MB du joint soudé est donc plus corrodé en présence plutôt qu'en l'absence d'une contrainte.

## **5 Synthèse**

Ce chapitre IV a mis en exergue les fortes hétérogénéités présentes au sein d'un cordon de soudure tant d'un point de vue microstructural que du point de vue du comportement mécanique et du comportement en corrosion de cet assemblage.

Le phénomène de friction et de malaxage induit la formation d'une ZAT/ZATM ainsi que d'un noyau soudé plus ou moins observables, selon les zones considérées, en microscopie optique. Des hétérogénéités de microstructure entre les différentes zones du joint soudé sont donc observables à l'échelle du microscope optique mais cette hétérogénéité microstructurale est aussi visualisable à une échelle plus fine. Le traitement thermique post soudage ne modifie pas la microstructure du joint soudé à l'échelle du microscope optique. En revanche, à une échelle plus fine, il est à l'origine d'une forte précipitation de phases durcissantes  $T_1$  ainsi que de la formation d'une PFZ, ces évolutions variant d'une zone à l'autre du joint soudé. Dans tous les cas, le traitement thermique post soudage a des conséquences significatives sur le comportement à la fois mécanique mais aussi en corrosion du joint soudé.

Effectivement, le comportement mécanique des joints soudés FSW a été caractérisé dans ce chapitre. Les résultats montrent que, comme on pouvait le supposer au vu des différences de microstructure d'une zone à l'autre des joints soudés, ces dernières ont des comportements mécaniques très différents. Lors d'essais de traction réalisés sur un joint soudé, dans la direction transverse par rapport à la direction de soudage, la déformation n'est pas uniformément répartie. La position de la zone de rupture du cordon de soudure varie suivant l'état métallurgique de celui-ci. Après le soudage, elle se situe dans la ZAT alors qu'à la suite du post-traitement thermique, elle se situe dans le noyau soudé. Des essais de microtraction ont permis de confirmer ces résultats.

Le comportement en corrosion des deux joints soudés FSW dans leur globalité ainsi que des différentes zones prises individuellement a ensuite été étudié. Suivant l'état métallurgique du joint soudé, la localisation de la zone qui se corrode préférentiellement évolue. A l'état brut de soudage, la ZAT est la zone la plus endommagée alors qu'après le traitement thermique post soudage, c'est le métal de base qui supporte la majorité de l'endommagement en corrosion. L'endommagement en corrosion du joint soudé, quel que soit son état métallurgique, s'explique en grande partie, par des phénomènes de couplage galvanique entre les différentes zones du joint soudé, phénomènes liés à des différences de comportement électrochimique d'une zone à une autre. De plus, on observe que le type de corrosion caractéristique de chaque zone diffère selon l'état métallurgique du joint soudé. En effet, la ZAT et le noyau soudé présentent une sensibilité à la corrosion intergranulaire dans le joint soudé brut de soudage alors qu'après le traitement thermique post soudage, le noyau soudé est sensible à deux formes de corrosion - corrosion intergranulaire et corrosion intragranulaire -, la ZAT restant globalement sensible à la corrosion intergranulaire. Le métal de base lui est sensible à la corrosion intergranulaire à l'état brut de soudage et devient sensible à la corrosion intragranulaire après le traitement thermique post soudage. Ces comportements électrochimiques sont fortement liés à la présence ou non des précipités durcissants  $T_1$ .

L'application d'une contrainte mécanique n'entraîne pas de modification significative du type d'endommagement dans les différentes zones du joint soudé, quel que soit son état métallurgique. On observe, tout au plus, une augmentation des cinétiques d'endommagement en corrosion.

En bref, comme pour le métal de base, le comportement en corrosion du joint soudé FSW en alliage 2050 est considérablement amélioré par le traitement thermique post soudage et l'on n'observe pas vraiment de sensibilité à la corrosion sous contrainte.







## CHAPITRE V : COMPORTEMENT EN CORROSION DU NOYAU

### SOUDE

1. Introduction .....	219
2. Hétérogénéités de comportement en corrosion au sein du noyau soudé .....	219
2.1. Hétérogénéités à l'échelle mésoscopique .....	219
2.1.1. Comportement électrochimique dans l'épaisseur du noyau soudé.....	219
2.1.2. Localisation de l'endommagement en corrosion sous forme de « bandes » .....	221
2.2. Hétérogénéité à l'échelle microscopique : morphologie et cinétique d'endommagement du noyau soudé en fonction de son état métallurgique.....	225
3. Eléments microstructuraux pouvant expliquer le comportement en corrosion du noyau soudé .	230
3.1 Synthèse des hétérogénéités microstructurales aux différentes échelles .....	230
3.1.1 « Bandes » et texture .....	231
3.1.2 Taille de grain.....	233
3.1.3 Composition chimique.....	233
3.1.4 Etat de précipitation.....	234
3.1.5 Etats de contraintes.....	234
3.1.6 Conclusions .....	235
3.2 Hétérogénéités du comportement en corrosion à l'échelle microscopique .....	236
3.2.1 Comportement du noyau soudé T34 OPT .....	236
3.2.2 Comportement du noyau soudé T34 OPT post traité .....	238
3.2. Hétérogénéités du comportement en corrosion à l'échelle mésoscopique .....	239
3.2.1. Comportement électrochimique du noyau soudé dans l'épaisseur du joint .....	239
3.2.2. Localisation de l'endommagement en corrosion sous forme de bandes .....	243
4. Synthèse.....	254



## 1. Introduction

L'étude du comportement en corrosion et en corrosion sous contrainte des joints soudés post traités ou non a montré que les deux noyaux soudés présentaient des comportements en corrosion et corrosion sous contrainte particuliers comparativement aux autres zones constitutives des joints soudés. Effectivement, l'utilisation du gel de visualisation a permis de mettre en exergue une différence de comportement entre la partie haute et la partie basse des deux noyaux soudés ce qui n'est pas observé pour les autres zones des joints soudés. De plus, en présence comme en l'absence d'une contrainte mécanique, le noyau soudé du joint post traité ne se corrode pas de manière uniforme, l'endommagement en corrosion se localisant dans des bandes parallèles les unes aux autres. Ce phénomène n'est pas observé pour le noyau soudé du joint soudé T34 OPT. Outre cette différence relative à la distribution de l'endommagement en corrosion, les modes de corrosion des deux noyaux soudés sont différents : le noyau du joint T34 OPT présente de la corrosion intergranulaire alors que le noyau post traité est sensible à la corrosion intergranulaire et à la corrosion intragranulaire.

Le présent chapitre vise donc à approfondir la compréhension de ces résultats présentés dans le chapitre IV. Dans la première partie de ce chapitre, les résultats obtenus seront rappelés ; l'accent sera mis sur les hétérogénéités spécifiques au comportement en corrosion des noyaux soudés. Dans la deuxième partie, une discussion sera menée sur l'origine des hétérogénéités de comportement en corrosion observées pour les noyaux soudés, sous tendue par une analyse détaillée des caractéristiques métallurgiques de cette zone du joint soudé pour les deux états métallurgiques, T34 OPT et T34 OPT post traité.

## 2. Hétérogénéités de comportement en corrosion au sein du noyau soudé

### 2.1. Hétérogénéités à l'échelle mésoscopique

#### 2.1.1. Comportement électrochimique dans l'épaisseur du noyau soudé

Les résultats des essais réalisés avec un gel de visualisation et présentés dans le chapitre IV sont rappelés ici à la Figure V- 1; ils ont mis en évidence que les zones constitutives du joint

soudé présentent des comportements électrochimiques différents. De plus, une analyse plus détaillée des observations réalisées montre aussi des différences de comportement électrochimique entre la partie haute et la partie basse des noyaux soudés, ce qui n'est pas observé dans les autres zones des joints soudés. Effectivement, pour le joint soudé T34 OPT, la ZAT et le noyau soudé constituent des zones anodiques, le gel ayant pris une coloration variant du jaune pâle au orange soutenu dans ces zones ce qui résulte de la réaction d'oxydation de l'aluminium qui entraîne une acidification locale dans ces zones. A l'opposé, le métal de base a un comportement cathodique que traduit la couleur verte très foncée du gel. Cependant, on peut observer un gradient de couleur dans le noyau soudé avec la partie basse du noyau qui semble présenter un comportement beaucoup plus anodique que la partie haute de ce même noyau. Le traitement de revenu de 30 heures à 155°C réalisé après le soudage a pour effet d'inverser les « polarités électrochimiques » à l'échelle du joint soudé : le métal de base devient l'anode du joint et, globalement la ZAT et le noyau soudé ont un comportement cathodique. Toutefois, on peut observer, à l'échelle du noyau, que l'effet de pile observé pour le joint soudé T34 OPT subsiste ; effectivement, la Figure V- 1-b montre que la partie inférieure du noyau soudé du joint soudé T34 OPT post traité présente un comportement plus anodique que la partie haute de ce noyau. On relève toutefois que cette zone très anodique du joint soudé est bien plus restreinte pour le noyau soudé T34 OPT post traité que pour le noyau soudé T34 OPT. Ainsi, globalement le noyau soudé du joint soudé T34 OPT post traité a un comportement plus cathodique que celui du métal de base correspondant. Ceci dit, la question qui se pose et à laquelle il s'agira d'apporter des éléments de réponse est la suivante : quelle est l'origine de cette différence de comportement électrochimique entre les parties supérieure et inférieure du noyau soudé ? A quelle échelle faut-il observer le noyau soudé pour trouver la réponse à cette question ?

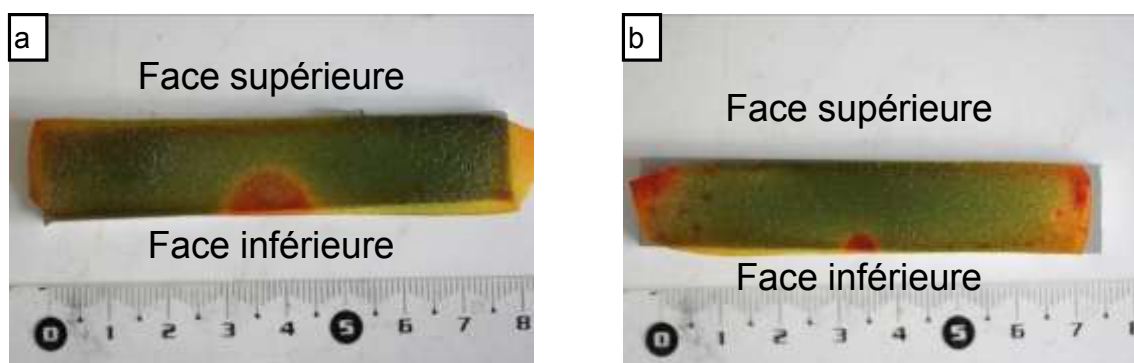
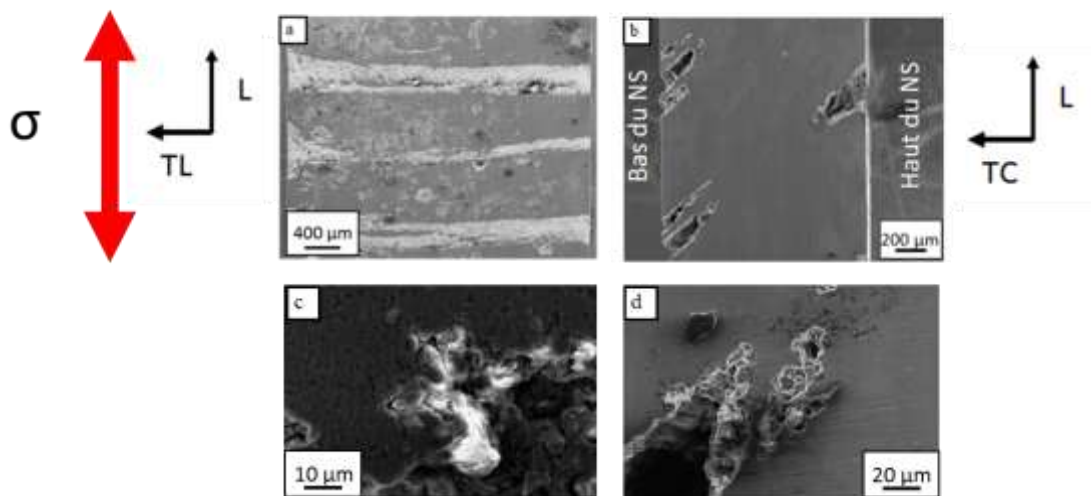


Figure V- 1 : Observations du joint soudé (a) T34 OPT et (b) T34 OPT post traité (30 heures à 155 °C) après exposition pendant 24 heures au gel révélateur.

### **2.1.2. Localisation de l'endommagement en corrosion sous forme de « bandes »**

Les essais de corrosion sous contrainte présentés dans le chapitre IV ont montré que le noyau soudé se comportait différemment selon qu'il avait subi ou pas le traitement thermique post soudage. Effectivement, si l'on s'intéresse uniquement à l'endommagement en corrosion du noyau soudé en dehors de toutes considérations concernant l'endommagement en corrosion des autres zones du joint soudé, on observe que l'endommagement en corrosion du noyau soudé T34 OPT est réparti de manière uniforme après un essai de corrosion sous contrainte. A l'opposé, pour le noyau T34 OPT post traité, les zones corrodées sont localisées dans des bandes parallèles les unes aux autres, le reste de la surface du noyau étant très peu corrodé. Pour plus de détails sur ces observations, la Figure V- 2 présente l'endommagement en corrosion du noyau soudé T34 OPT post traité après un essai de corrosion sous contrainte d'une durée de 2 jours, sous une contrainte de 200 MPa, suivant la direction L, tout en exposant le plan L-TL à l'électrolyte. Cette éprouvette a été prélevée dans la direction de soudage et est constituée uniquement de noyau soudé. Ses dimensions sont les mêmes que celles présentées à la Figure II-3. La Figure V- 2-a illustre l'aspect du plan L-TL de l'éprouvette à l'issue de l'essai. On peut observer que les défauts de corrosion sont localisés dans des bandes parallèles à la direction TL de la tôle ; ces bandes sont distribuées de manière périodique tout le long du fût de l'éprouvette et sont séparées les unes des autres d'une distance d'environ 1 mm. Une observation en coupe au centre de cette éprouvette Figure V- 2-b) montre que les défauts de corrosion initiés en surface sur le plan L-TL se propagent à 45 ° par rapport à la direction de soudage dans le plan L-TC ; on retrouve bien entendu la périodicité précédemment observée pour ce qui concerne la distribution de l'endommagement en corrosion avec des bandes corrodées séparées de 1 mm environ les unes des autres. Un examen à plus fort grossissement des défauts de corrosion montre qu'il s'agit de corrosion intergranulaire et de corrosion intragranulaire (Figure V- 2-c et Figure V- 2-d ).



**Figure V- 2: Observations au MEB (a) et (c) du plan L-TL et (b) et (d) du plan L-TC du noyau soudé T34 OPT post traité après un essai de corrosion sous contrainte suivant la direction L dans une solution NaCl à 0,7 M thermostatée à 25 °C durant 2 jours.**

Afin de vérifier si cette distribution particulière de l'endommagement en corrosion sous contrainte du noyau soudé T34 OPT post traité était liée à la microstructure même du noyau et non pas au mode de chargement lors des essais de CSC, des essais complémentaires ont été menés en imposant une contrainte dans la direction TL du joint. Dans ce cas, les éprouvettes ont toujours les mêmes dimensions que précédemment mais elles sont constituées du noyau soudé, de la ZAT et du métal base. Pour éviter les couplages galvaniques, seul le noyau soudé est exposé à l'électrolyte, le reste de l'éprouvette étant recouvert d'un vernis. De plus, pour confirmer l'influence du traitement thermique post soudage, les essais ont été faits sur les deux types de joints soudés. La Figure V- 3 regroupe les observations des surfaces des noyaux soudés T34 OPT et T34 OPT post traité après un essai de corrosion sous contrainte suivant la direction TL d'une durée de 3 jours dans une solution NaCl à 0,7 M thermostatée à 25 °C. Les résultats montrent que, bien que la direction d'application de la contrainte ait été modifiée, la typologie des défauts de corrosion est la même que celle observée précédemment. Le noyau soudé T34 OPT présente un endommagement en corrosion uniformément réparti sur toute sa surface et constitué de défauts de corrosion intergranulaire. Les zones noires visibles sur la Figure V- 3-a sont des cavités créées par le décrochement de certains grains du fait de la dissolution des joints de grains. A l'opposé, pour le noyau soudé post traité, l'endommagement en corrosion est principalement localisé dans des bandes qui sont espacées les unes des autres d'environ 1 mm même si, ponctuellement, quelques défauts de corrosion sont également visibles à d'autres endroits sur la surface. Il s'agit, pour ce noyau soudé, de

défauts de corrosion intergranulaire et de corrosion intragranulaire. En conclusion, il semble donc que la distribution de l'endommagement en corrosion dans le noyau soudé T34 OPT post traité soit liée à la microstructure même du noyau soudé et non pas à la direction de chargement lors des essais de CSC.

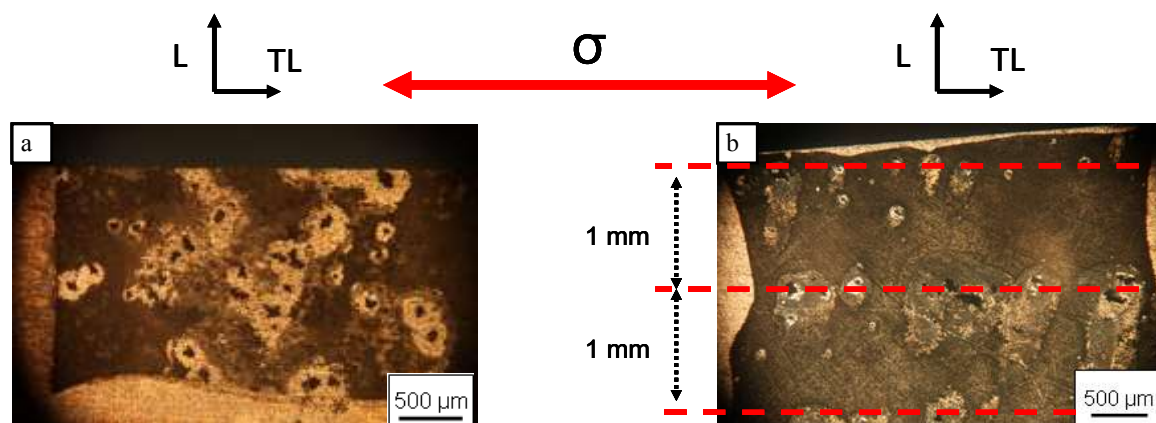


Figure V- 3 : Observations au microscope optique des noyaux soudés T34 OPT (a) et T34 OPT post traité (b) après un essai de corrosion sous contrainte durant 3 jours d'immersion dans une solution à 0,7 M de NaCl thermostatée à 25 °C.

Ainsi, afin de vérifier si le noyau soudé T34 OPT post traité est intrinsèquement sensible à cette hétérogénéité de distribution de l'endommagement en corrosion, des essais de polarisation potentiocinétique ont été réalisés dans un milieu NaCl 0,7 M de -1,1 V/ECS à -0,3V/ECS sans appliquer de chargement mécanique aux éprouvettes testées. Les essais ont été réalisés pour les noyaux T34 OPT et T34 OPT post traité ; la surface exposée à l'électrolyte correspond au plan L-TC des noyaux. Plutôt que de faire des essais d'immersion, on a choisi de réaliser des essais de polarisation afin d'accélérer les phénomènes de corrosion. Les observations en microscopie optique des éprouvettes après essai sont présentées à la Figure V- 4. La Figure V- 4-a présente une observation du noyau soudé T34 OPT alors que la Figure V- 4-b concerne le noyau soudé T34 OPT post-traité.

Après les essais de polarisation, le noyau soudé T34 OPT présente une corrosion intergranulaire uniformément répartie sur l'ensemble de la surface de l'électrode (Figure V- 4-a, c). En revanche, le noyau soudé T34 OPT post traité présente une localisation de l'endommagement en corrosion dans des bandes inclinées selon deux directions. Le premier type de bandes, dans la zone proche de la face supérieure du noyau, consiste en des bandes faisant un angle de 45° par rapport à la direction de soudage ; le deuxième type de bandes, dans la zone inférieure du noyau, regroupe des bandes faisant un angle de 90° par rapport à la direction de soudage (Figure V- 4-b).



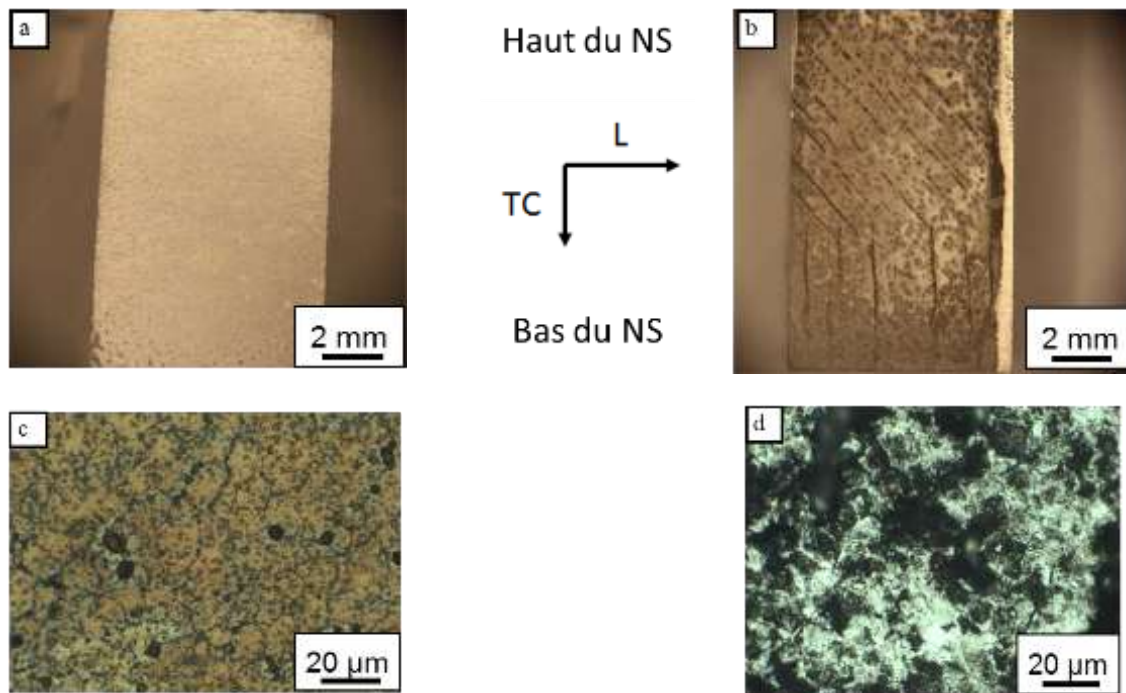


Figure V- 4: Observation du plan L-TC des éprouvettes après essais de polarisation potentiocinétique (a, c) noyau soudé T34 OPT et (b, d) noyau T34 OPT post traité.

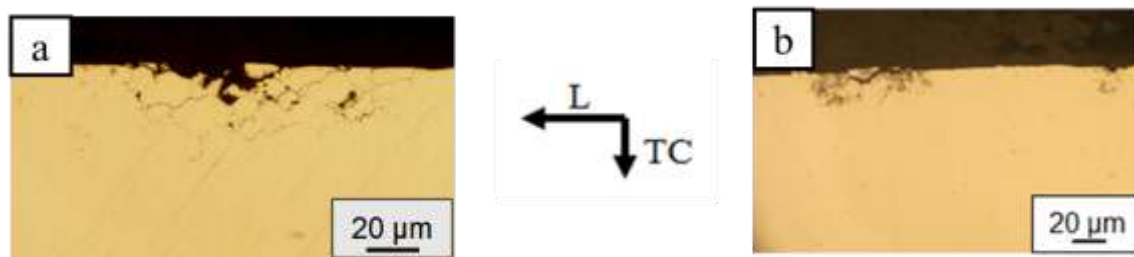
L'observation détaillée de ces bandes qui ont été corrodées de manière préférentielle révèle des défauts de corrosion intergranulaire mais aussi de corrosion intragranulaire (Figure V- 4- d). Ces essais confirment donc que l'application d'une contrainte mécanique n'est pas à l'origine de la localisation de l'endommagement en corrosion observée pour le noyau soudé T34 OPT post traité. On remarque toutefois que l'application d'un chargement mécanique semble amplifier l'endommagement en corrosion, en accord avec les résultats du chapitre IV. Il est donc raisonnable de penser que le noyau soudé T34 OPT post traité présente une sensibilité à la corrosion variable d'une zone à l'autre. Ainsi, en plus des hétérogénéités de comportement entre le haut et le bas du noyau soudé, il s'agit d'investiguer aussi des hétérogénéités dans l'ensemble du noyau soudé, à l'échelle du mm (échelle des bandes). Or, il est raisonnable de supposer que ces hétérogénéités-là intègrent, au moins pour partie, les hétérogénéités mises en évidence à l'échelle microscopique.

## **2.2. Hétérogénéité à l'échelle microscopique : morphologie et cinétique d'endommagement du noyau soudé en fonction de son état métallurgique**

Il a été montré, dans le chapitre IV, que le noyau soudé est intrinsèquement sensible à deux formes de corrosion, la corrosion intergranulaire et la corrosion intragranulaire. Un tel comportement en corrosion s'explique en faisant référence aux hétérogénéités microstructurales à l'échelle microscopique voire à une échelle encore plus fine. D'ailleurs, il a aussi été noté, dans le chapitre IV, que le comportement en corrosion du noyau soudé dépendait fortement de son état microstructural et, en particulier, de la durée du traitement thermique post-soudage à 155 °C (Figure IV-43). Il s'agira donc d'identifier quels sont les éléments microstructuraux à prendre en compte pour expliquer le comportement en corrosion du noyau soudé. A cette échelle-là, on pense à la nature, à la taille et à la distribution des précipités ainsi qu'à la composition chimique de la solution solide. Toutefois, avant de discuter plus en détail de cette problématique, il est proposé ici de faire le point sur les résultats déjà obtenus à ce sujet et de compléter l'analyse concernant les hétérogénéités à l'échelle microscopique en étudiant les résultats de quelques essais complémentaires.

Suivant son état métallurgique, le noyau soudé ne présente pas le même type d'endommagement. Comme cela a été présenté au chapitre IV, le noyau soudé T34 OPT est sensible à la corrosion intergranulaire (Figure V- 5-a). En revanche, après un maintien de 30 heures à 155 °C, son mode d'endommagement évolue : le noyau soudé T34 OPT post traité est sensible à la corrosion intergranulaire mais aussi à la corrosion intragranulaire (Figure V- 5-b).

Comme dit dans l'introduction, la sensibilité à la corrosion intergranulaire du noyau soudé T34 OPT s'explique en tenant compte des hétérogénéités microstructurales présentes dans cette zone du joint soudé à l'échelle du micromètre voire même à une échelle plus fine. Les éléments microstructuraux à prendre en compte sont essentiellement la nature, la taille et la distribution des particules intermétalliques présentes dans ce matériau et la composition chimique, avec notamment la teneur en cuivre de la matrice. La sensibilisation du noyau soudé à la corrosion intragranulaire avec le traitement thermique post-soudage doit traduire des évolutions pour ce qui concerne ces éléments microstructuraux critiques.



**Figure V- 5: Observation en coupe du plan L-TC (a) du Noyau soudé T34 OPT et (b) du Noyau soudé T34 OPT post traité après 3 jours d'immersion dans une solution de NaCl 0,7 M à 25 °C.**

De façon à apprécier précisément l'influence du traitement thermique post soudage sur le comportement en corrosion du noyau soudé, quelques essais supplémentaires ont été réalisés pour prendre en compte le facteur temps dans l'endommagement en corrosion du noyau soudé. Ainsi, la cinétique de propagation des défauts de corrosion suivant la direction TC a été évaluée pour les deux joints soudés. Pour cela, l'endommagement en corrosion a été quantifié en fonction du temps d'immersion dans une solution NaCl 0,7 M en évaluant de manière statistique la profondeur moyenne et la profondeur maximale atteinte par les défauts de corrosion pour les deux types de noyaux soudés. Dans les deux cas, la longueur d'échantillon analysée est d'environ 5 cm, L'ensemble des résultats est regroupé à la Figure V- 6.

La comparaison des différents indicateurs pour le NS T34 OPT (Figure V- 6-a) montre que l'endommagement induit par les phénomènes de corrosion augmente avec la durée d'immersion. La profondeur moyenne augmente de 34  $\mu\text{m}$  après 1 jour d'immersion à 64  $\mu\text{m}$  après 3 jours. Cette grandeur tend à se stabiliser puisqu'après 7 jours d'immersion, elle atteint une valeur de 66  $\mu\text{m}$ . La profondeur maximale atteinte par les défauts de corrosion augmente elle aussi, de 56  $\mu\text{m}$  après 1 jour à 96  $\mu\text{m}$  après 3 jours d'immersion. En revanche, les observations réalisées après 7 jours d'immersion n'ont pu mettre en évidence qu'une profondeur maximale de 82  $\mu\text{m}$ . Ceci est certainement à attribuer au caractère aléatoire de l'endommagement en corrosion lié au fait qu'une longueur analysée de 5 cm n'est peut-être pas suffisante pour obtenir des résultats parfaitement représentatifs de l'endommagement.

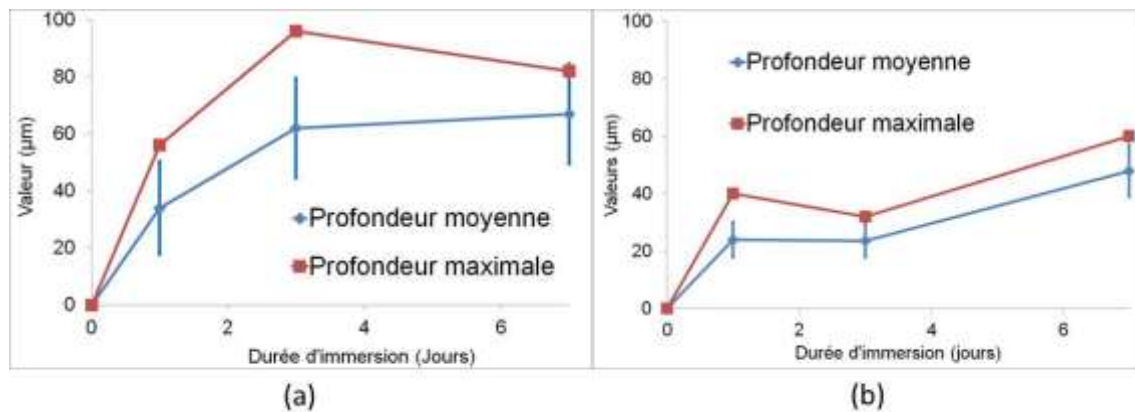
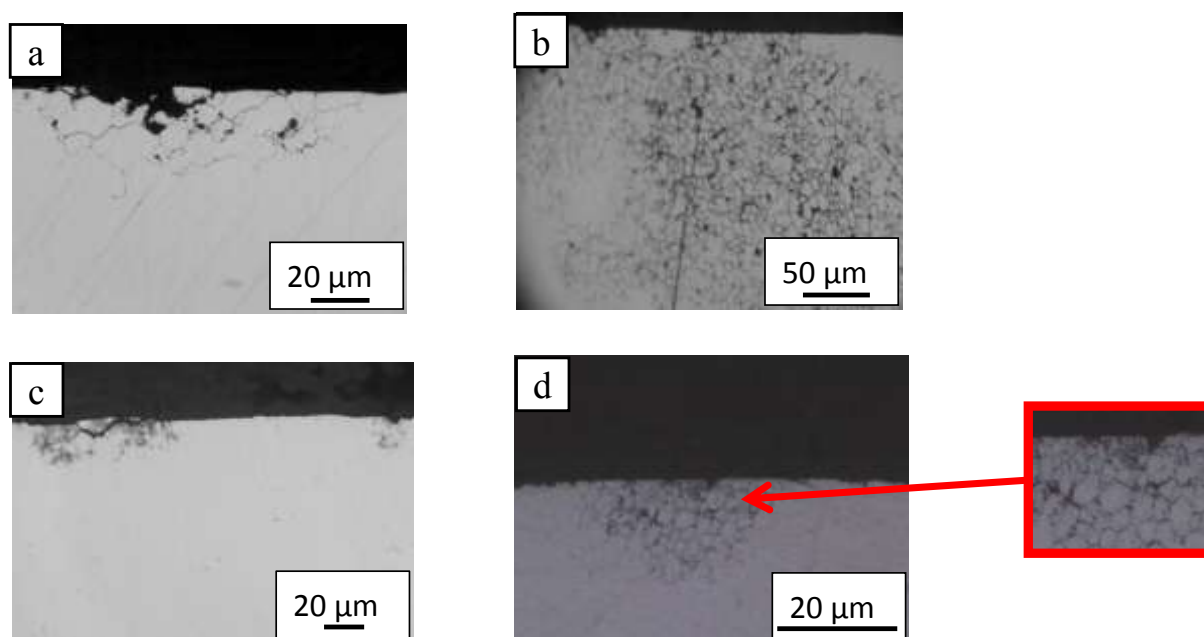


Figure V- 6: Grandeurs caractéristiques associées à l'endommagement en corrosion (a) du NS-T34 OPT et (b) du NS T34 OPT Post traité après 1 jour, 3 jours et 7 jours d'immersion dans une solution NaCl 0,7 M thermostatée à 25 °C.

La Figure V- 6-b regroupe les résultats des mesures réalisées pour le noyau soudé T34 OPT post traité. On observe que la profondeur moyenne et la profondeur maximale des défauts de corrosion augmentent avec la durée d'immersion. La profondeur moyenne d'une valeur de 24 µm après 1 jour d'immersion atteint une valeur de 48 µm après 7 jours. De même, la profondeur maximale des défauts de corrosion augmente de 39 µm après 1 jour d'immersion à 60 µm après 7 jours d'exposition à la solution NaCl 0,7 M.

La comparaison des résultats obtenus pour les deux joints soudés montre que la profondeur moyenne atteinte par les défauts de corrosion est toujours plus grande dans le cas du NS T34 OPT que dans le cas du NS T34 OPT post traité. Cette différence peut s'expliquer en considérant les formes de corrosion affectant les deux noyaux soudés. En effet, on peut avancer que c'est le fait que la corrosion se propage aussi bien de façon intragranulaire qu'intergranulaire dans le cas du NS T34 OPT post traité alors qu'elle se propage uniquement de façon intergranulaire dans le cas du NS T34 OPT qui explique que les profondeurs corrodées soient plus importantes pour le noyau soudé T34 OPT. Effectivement, si l'on se réfère aux résultats des essais de polarisation potentiocinétique (Figure IV-26 et Figure IV-27), on peut observer que, pour une surtension anodique équivalente, la densité de courant anodique est plus élevée pour le noyau soudé T34 OPT post traité que pour le noyau soudé T34 OPT. Ainsi, c'est bien le fait qu'il y ait une sensibilisation à la corrosion intragranulaire pour le noyau soudé T34 OPT post traité qui explique l'apparent « ralentissement » de la propagation de la corrosion. La question essentielle est donc toujours : quels sont les éléments microstructuraux expliquant cette transition d'une corrosion intergranulaire pure vers une corrosion mixte intergranulaire-intragranulaire ?

Toujours dans l'esprit d'évaluer l'importance du facteur « microstructure à l'échelle microscopique » sur le comportement en corrosion du noyau soudé, les essais de corrosion sous contrainte réalisés sur le noyau soudé pris individuellement et présentés dans le chapitre IV ont été exploités plus en détail. Les conditions d'essai sont donc celles détaillées dans le chapitre IV c'est-à-dire que le noyau soudé a été soumis à une contrainte égale à 80% de sa limite d'élasticité. Les courbes obtenues suite à ces essais de corrosion sous contrainte ont été présentées aux Figures IV-49 et Figure IV-53. Il a été montré précédemment que l'application d'une contrainte mécanique ne modifie pas la morphologie de l'endommagement en corrosion. Après trois jours d'exposition au milieu NaCl 0,7M en présence ou non d'une contrainte, de nombreux défauts de corrosion intergranulaire sont observés sur le noyau soudé T3 OPT (Figure V- 7-a et Figure V- 7-b). Pour le noyau soudé T34 post traité, en l'absence (Figure V- 7-c) ou en présence (Figure V- 7-d) d'une contrainte, des défauts de corrosion intergranulaire mais aussi de corrosion intragranulaire sont observés.



**Figure V- 7: Observations en coupe des plans L-TC du noyau soudé T34 OPT, en absence (a) et en présence (b) d'une contrainte mécanique externe suivant la direction TL après 3 jours d'immersion dans une solution de NaCl 0,7 M thermostatée à 25 °C. Les résultats obtenus pour le noyau soudé T34 OPT post traité en absence (c) et en présence (d) d'une contrainte mécanique externe sont également donnés.**

Toutefois, ces observations en coupe semblent montrer que l'endommagement en corrosion se propage plus profondément dans les deux noyaux soudés en présence d'une contrainte mécanique externe. Afin de confirmer ce résultat, l'endommagement en corrosion développé sur les deux types de noyau soudé a été quantifié en travaillant sur plusieurs coupes prélevées

sur des échantillons corrodés après 1 et 3 jours d'immersion en milieu NaCl 0,7 M en présence et en l'absence d'une contrainte appliquée (Figure V- 8 et Figure V- 9). Les profondeurs moyenne et maximale des défauts de corrosion ont été déterminées. Ces deux indicateurs montrent que la contrainte entraîne une augmentation de l'endommagement dans le noyau soudé T34 OPT. En l'absence de contrainte la profondeur moyenne après 3 jours d'immersion est d'environ 62  $\mu\text{m}$  alors qu'elle est de 200  $\mu\text{m}$  en présence d'une contrainte. La profondeur maximale quant à elle passe de 96  $\mu\text{m}$  en l'absence de contrainte à 512  $\mu\text{m}$  en présence d'une contrainte.

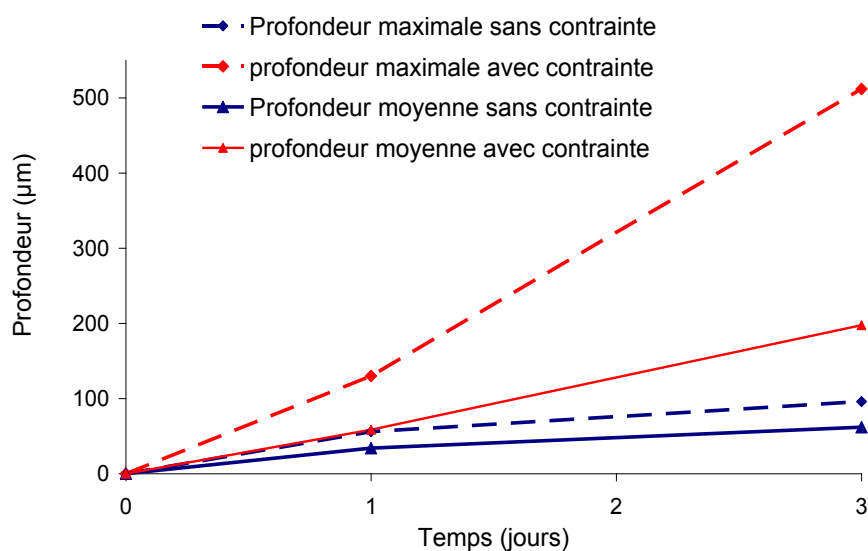


Figure V- 8 : Evolution des profondeurs moyenne et maximale des défauts de corrosion en fonction de la durée d'immersion en milieu NaCl 0,7 M pour le noyau soudé T34 OPT en présence ou non d'une contrainte de traction suivant la direction TL.

De la même manière, pour le noyau soudé T34 OPT post traité, l'application d'une contrainte mécanique induit une plus forte propagation des défauts de corrosion dans l'épaisseur du noyau soudé par comparaison à ce qui est observé en l'absence de contrainte. Ainsi, la profondeur moyenne des défauts de corrosion augmente de 24  $\mu\text{m}$  en l'absence de contrainte à 82  $\mu\text{m}$  avec une contrainte imposée. De même, la profondeur maximale croît de 32  $\mu\text{m}$  à 140  $\mu\text{m}$ , respectivement en l'absence et en présence d'une contrainte.

Ces résultats confirment donc que le comportement en corrosion du noyau soudé dépend essentiellement de facteurs microstructuraux. Une contrainte mécanique externe ne fait qu'augmenter la propagation de la corrosion en favorisant l'ouverture des défauts de

corrosion intergranulaire. A ce propos, pour le noyau soudé T34 OPT post traité, il semblerait que la proportion défauts de corrosion intragranulaire/défauts de corrosion intergranulaire soit réduite en présence d'une contrainte mécanique. Ceci s'expliquerait également en tenant compte du rôle de la contrainte sur l'ouverture des défauts localisés aux joints de grains alors qu'à priori aucun ou peu d'effet de la contrainte ne peut être suspecté quant à la propagation de la corrosion intragranulaire. Mais dans tous les cas, les facteurs majeurs contrôlant le comportement en corrosion du joint soudé sont des paramètres microstructuraux.

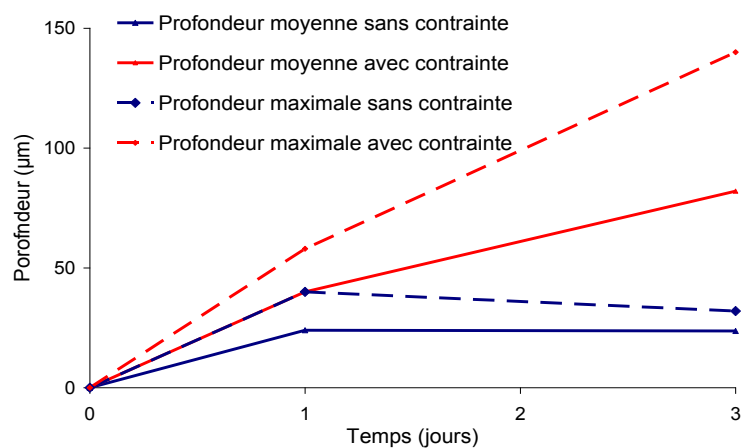


Figure V- 9: Evolution des profondeurs moyenne et maximale des défauts de corrosion en fonction de la durée d'immersion en milieu NaCl 0,7 M pour le noyau soudé T34 OPT post traité en présence ou non d'une contrainte de traction suivant la direction TL.

### 3. Eléments microstructuraux pouvant expliquer le comportement en corrosion du noyau soudé

#### 3.1 Synthèse des hétérogénéités microstructurales aux différentes échelles

Compte-tenu des résultats rappelés et commentés en détail dans la partie 2 de ce chapitre, il apparaît nécessaire, à ce stade de l'étude, de dresser une liste de l'ensemble des éléments microstructuraux susceptibles d'affecter le comportement en corrosion des noyaux soudés T34 OPT et T34 OPT post traité et d'essayer d'évaluer leur importance pour ce qui concerne cette problématique.

### 3.1.1 « Bandes » et texture

Au chapitre IV, l'observation d'échantillons des noyaux soudés T34 OPT et T34 OPT post traité après attaque électrochimique avec une solution de  $\text{HBF}_4$  a permis de mettre en évidence la présence, dans les deux noyaux, de bandes de textures différentes. La Figure V-10-a et la Figure V-10-b présentent d'autres observations réalisées dans les mêmes conditions sur le plan L-TC des noyaux soudés T34 OPT et T34 OPT post traité.

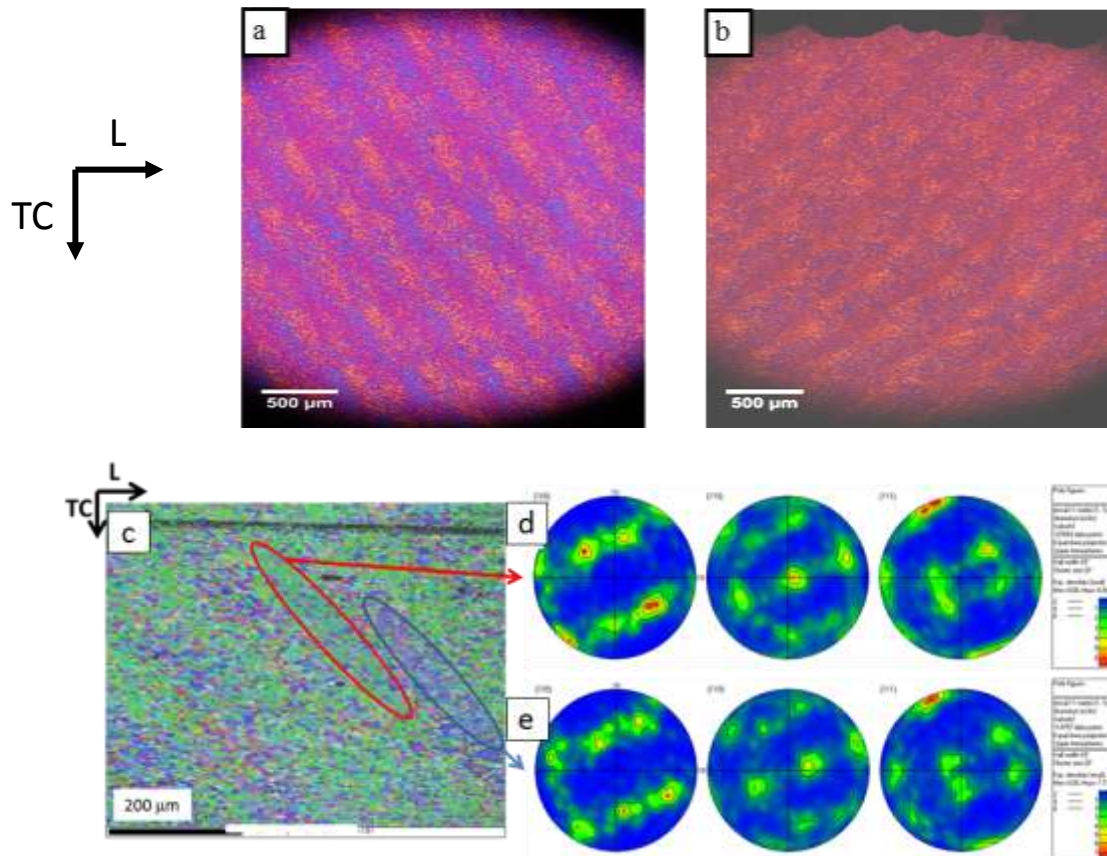


Figure V- 10: (a, b) Observations au microscope optique en lumière polarisée après attaque avec une solution de  $\text{HBF}_4$  du noyau soudé T34 OPT (a) et du noyau soudé T34 OPT post traité (b). (c) Cartographie EBSD (IPF Z0) d'une section au centre du noyau T34 OPT post traité selon le plan L-TC ; (d, e) figures de pôle associées à chaque bande repérée sur la cartographie.  $X_0$  = direction L et  $Y_0$  = direction TC.

Pour les deux noyaux, les observations sont identiques. On observe des bandes de textures différentes de périodicité égale à 500 μm. Ces bandes sont elles-mêmes divisées en trois sous-bandes (orange, magenta et bleu sur la Figure V- 10-a) qui ont toutes les trois la même largeur et au niveau desquelles on retrouve bien entendu la même périodicité. L'existence de ces bandes de textures différentes et de ces sous-bandes s'explique par la géométrie de l'outil utilisé et par les paramètres de soudage tels que l'avance et la vitesse de rotation de l'outil.



Effectivement, le pas de l'outil est de 500  $\mu\text{m}$  et le pion présente trois nervures. Des analyses EBSD ont été réalisées dans les noyaux soudés pour confirmer ces différences de texture. La Figure V- 10-c présente une cartographie EBSD d'une section du noyau soudé T34 OPT post traité réalisée à mi-hauteur dans le plan L-TC. Les figures de pôles associées (Figure V- 10-d et Figure V- 10-e) montrent que chaque sous bande présente une orientation préférentielle des grains. Les deux types de sous bandes semblent se distinguer de par le niveau de désorientation de la famille de plans (110) qu'elles contiennent par rapport à la direction TC de la tôle. Dans la sous bande correspondant à la figure de pôle de la Figure V- 10-d, la direction [110] des cristallites est parallèle à la direction TL. Or, comme cela a été mentionné dans le chapitre I, l'orientation cristallographique d'un grain peut avoir un impact sur son potentiel de corrosion. Davis [124], qui a étudié l'influence de l'orientation cristallographique des grains sur le potentiel de corrosion de l'aluminium pur, a montré que le plan (100) présentait un potentiel plus cathodique que le plan (110), lui-même plus cathodique que le plan (111) (Figure V- 11).

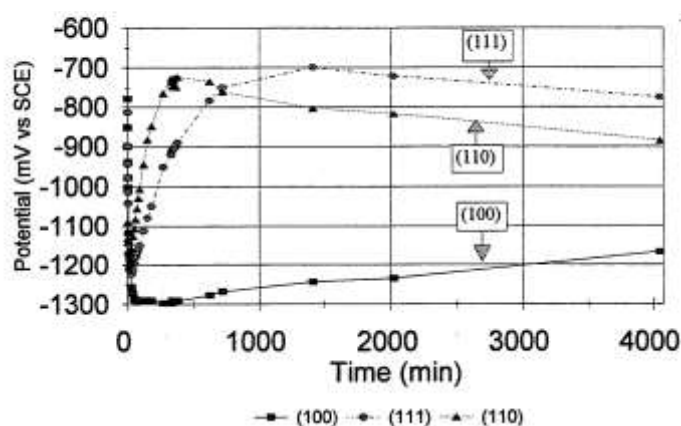


Figure V- 11: évolution de l'OCP d'un monocristal d'aluminium en fonction de l'orientation cristallographique des grains exposés à l'électrolyte pour une solution de NaCl à 3,5 % [124].

D'ailleurs, le simple fait qu'une attaque de la surface avec un réactif permette de visualiser ces bandes de textures différentes traduit le fait qu'elles ont une réactivité différente. De plus, cela n'est pas sans rappeler le fait que, pour le noyau soudé T34 OPT post traité, les défauts de corrosion se localisent dans des bandes distantes de 1 mm. Il est donc tout à fait envisageable que ces différences de texture et donc ces différentes orientations cristallographiques des grains puissent participer au phénomène de localisation de la corrosion dans le noyau soudé T34 OPT post traité. Il sera donc nécessaire de vérifier s'il y a superposition des bandes de « localisation » de l'endommagement en corrosion avec certaines bandes de texture.

### 3.1.2 Taille de grain

Les deux types de noyau soudé présentent des grains recristallisés équiaxes. Cependant, les mesures de taille de grains moyenne réalisées par la méthode des intercepts (Figure IV-3) ont montré que la taille de grains diminue entre la partie haute, c'est-à-dire coté épaulement, et la partie basse du noyau soudé, pour les deux types de noyau soudé. Ainsi, la taille de ces grains varie de 15  $\mu\text{m}$  (dans la partie haute) à 4  $\mu\text{m}$  (dans la partie basse). Peu d'auteurs se sont intéressés à l'influence de la taille de grains sur le comportement en corrosion d'un matériau. Di Schino et Kenny [125] ont mesuré l'évolution du potentiel de piqûre d'un acier inoxydable austénitique pour différentes tailles de grains et ont montré que le potentiel de piqûre de ce matériau se décalait vers les potentiels plus cathodiques quand la taille de grain augmentait. Cependant, une évolution de taille de grains est souvent corrélée à une évolution des états de précipitation, notamment au niveau des joints de grains. C'est sur la base de ces considérations que Ralston *et al* [126] ont montré que la taille de grains n'avait aucune influence sur le potentiel de piqûre de l'aluminium pur. Il n'en reste pas moins que la variation de la taille de grains observée dans l'épaisseur (Figure IV-3) des deux noyaux soudés ne semble pas anodine quand on se réfère aux différences de comportement électrochimique entre le haut et le bas de ces deux noyaux soudés (Figure V- 1) et pourrait expliquer ces résultats.

### 3.1.3 Composition chimique

Il est bien connu que de très faibles variations de la composition chimique d'un matériau peuvent conduire à des différences très significatives de son comportement en corrosion. Comme cela a déjà été mentionné au chapitre I, de nombreux auteurs ont montré que l'ajout d'éléments d'alliage va impacter le potentiel de corrosion du matériau en question. Pour l'aluminium, des ajouts de Zn et Mg entraînent un décalage du potentiel de corrosion vers des potentiels plus cathodiques tandis que des ajouts de Mn, Cu et Si se traduisent par un décalage du potentiel de corrosion de l'aluminium vers des potentiels plus anodiques [40]. Or, lors du soudage, du fait de l'échauffement et du malaxage de la matière au niveau du noyau soudé, il est possible qu'il y ait une redistribution des éléments d'alliage dans le noyau. On pourrait alors envisager que les bandes de textures différentes aient aussi une composition chimique différente ce qui pourrait expliquer qu'elles aient une réactivité différente. Cela permettrait d'expliquer en partie les résultats obtenus pour le noyau soudé T34 OPT post traité. Dans tous les cas, il reste à vérifier d'abord que les bandes dans lesquelles se localisent les défauts de

corrosion pour le noyau soudé T34 OPT post traité correspondent à certaines bandes de texture puis qu'elles ont une composition chimique différente par rapport à des bandes de texture différente. On pourrait d'ailleurs envisager aussi que les éventuelles hétérogénéités de composition chimique ne correspondent pas à la disposition des bandes de textures différentes. Enfin, il est important de mentionner que, comme le procédé de soudage par friction malaxage n'entraîne pas de transition par l'état liquide, une ségrégation des éléments chimiques est peu probable dans le noyau soudé. Malgré tout, l'hypothèse concernant d'éventuelles hétérogénéités de composition chimique d'une bande de texture à une autre devra être vérifiée.

### 3.1.4 Etat de précipitation

Li *et al* [49] ont étudié le comportement électrochimique de différents types de précipités, par exemple les précipités  $T_1$  ( $Al_2CuLi$ ) et  $T_2$  ( $Al_6CuLi_3$ ). Du fait de leur nature chimique et de leurs structures cristallographiques différentes, ces précipités ont des potentiels de corrosion différents. Ainsi, les hétérogénéités de comportement en corrosion observées entre le haut et le bas des noyaux soudés T34 OPT et T34 OPT post traités d'une part, et la localisation des défauts de corrosion dans des bandes distantes de 1 mm pour le noyau soudé T34 OPT post traité pourraient s'expliquer au moins en partie par des variations des états de précipitation, en termes de nature même des précipités. Il faut noter aussi que des variations de densité de précipités, pour un type de précipité donné, peuvent être à l'origine de fortes différences de comportement en corrosion. Ce dernier point mérite d'être considéré sérieusement compte tenu des résultats obtenus par le SIMAP (Figure IV-9) et pourrait contribuer à expliquer les différences de comportement électrochimique entre le haut et le bas du noyau, quel que soit son état métallurgique.

### 3.1.5 Etats de contraintes

Enfin, dans certains cas, l'application d'une contrainte de traction ou de compression peut modifier le potentiel de corrosion d'un alliage (Augustin [53]). Ainsi, un gradient de contraintes résiduelles dans le joint soudé FSW pourrait également être à l'origine des hétérogénéités de comportement en corrosion observées dans le noyau soudé. Cependant, les contraintes résiduelles générées par le procédé FSW sont relativement faibles par rapport aux procédés de soudage classique qui font intervenir des transformations liquide-solide. De plus, comme décrit au paragraphe 3-2-3 du chapitre IV, le post traitement thermique à 155 °C a

tendance à diminuer encore plus le niveau de contraintes résiduelles. Ainsi, ce facteur-là ne semble pas vraiment pertinent pour expliquer les résultats obtenus et ne sera pas considéré dans la suite.

### 3.1.6 Conclusions

A partir des éléments de discussion présentés précédemment, le Tableau V- 1 présente une synthèse de tous les éléments microstructuraux susceptibles d'expliquer les différentes hétérogénéités de comportement en corrosion du noyau soudé rappelées dans la première partie de ce chapitre.

**Tableau V- 1: Synthèse des éléments microstructuraux susceptibles de contribuer à expliquer les différentes hétérogénéités de comportement en corrosion observées dans le NS.**

Eléments microstructuraux	Type d'hétérogénéité	Présence dans le NS	Effet avéré sur la réactivité électrochimique
Taille de grains	Mésoscopique (du haut vers le bas)	Oui. T34 OPT et T34 OPT post traité	[125-126]
Onion rings / texture	Mésoscopique (périodicité de 500 $\mu\text{m}$ )	Oui. T34 OPT et T34 OPT post traité	[86-87-88 ; 124]
Composition chimique	mésoscopique	Pas d'information	[40-41]
Différence de précipitation	microscopique	Oui. T34 OPT post traité (variation de densité de précipités entre le haut et le bas du noyau)	[49]
Précipitation intergranulaire	microscopique	Oui. T34 OPT et T34 OPT post traité	[45-46-47]
Précipitation intragranulaire	microscopique	Oui. faible pour T34 OPT et plus marquée pour le T34 OPT post traité.	

## 3.2 Hétérogénéités du comportement en corrosion à l'échelle microscopique

### 3.2.1 Comportement du noyau soudé T34 OPT

Comme le montre la Figure V- 5-a, le noyau soudé T34 OPT présente une forte sensibilité à la corrosion intergranulaire. Les premières observations réalisées au MET, et présentées dans le chapitre IV, ont montré la présence de très rares précipités durcissants de type  $T_1$  dans le grain. De plus, des précipités riches en cuivre ont été observés aux joints de grains (Figure IV-6). Les observations complémentaires réalisées au MET confirment la présence de précipités riches en cuivre au niveau des joints de grains dans le noyau soudé T34 OPT (

Figure V-12). Effectivement, des analyses EDX ont été réalisées pour identifier ces précipités. Par exemple, des mesures ont été réalisées le long d'une ligne perpendiculaire au précipité visible à la

Figure V-12-a ; les résultats sont reportés dans le Tableau V-2. Ils mettent en évidence une plus forte teneur en cuivre dans le précipité par rapport au reste de la matrice adjacente avec une teneur de 85% at d'Al et 15% at de Cu dans le précipité alors que la matrice présente une composition chimique de l'ordre de 97,5% at d'Al et 2,5% at de Cu.

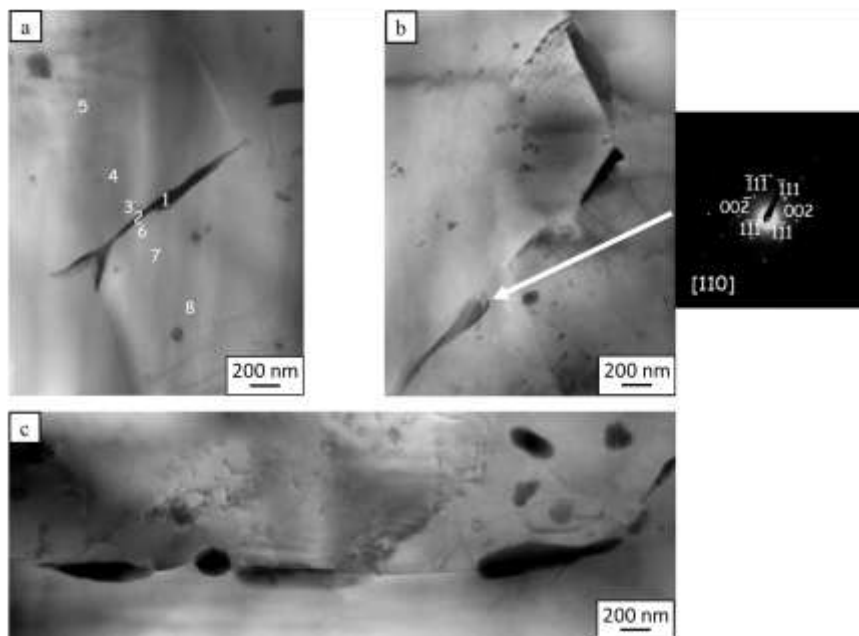


Figure V-12 : Observations au MET de la précipitation intergranulaire présente dans le noyau soudé T34 OPT.

**Tableau V-2 : Composition chimique en certains points repérés sur la figure V-12 relative au noyau soudé T34 OPT. Les analyses ont été réalisées par EDX.**

	1	2	3	4	5	6	7	8
% at Al	85	85	97,8	97,5	97,6	96,7	97,5	97,5
% at Cu	15	15	2,2	2,5	2,4	3,3	2,5	2,5

**Une analyse de la structure des précipités par diffraction des électrons a été réalisée sur un précipité similaire visible à la**

Figure V-12-b. Le cliché de diffraction électronique obtenu révèle que les précipités présents aux joints de grains du noyau soudé T34 OPT sont certainement du type  $Al_7Cu_4Li$  ( $T_B$ ). Ce type de précipité peut être rencontré dans les alliages Al-Cu-Li qui ont subi un traitement de revenu à température relativement élevée [25]. Compte tenu des températures atteintes dans le noyau soudé au cours du soudage, la présence aux joints de grains du noyau soudé T34 OPT de ces précipités  $T_B$ , qui ont une structure cubique face centrée et qui classiquement précipitent sur les plans  $\{311\}$  [127], est donc une hypothèse raisonnable. Toutefois, il pourrait également s'agir de précipités du type  $\theta'$ . La difficulté qui se pose alors est que, selon qu'il s'agit de l'un ou l'autre de ces deux types de précipités, les mécanismes de corrosion mis en jeu ne sont pas les mêmes. Effectivement, pour ce qui concerne les précipités  $T_B$ , ils sont plus riches en cuivre que les précipités  $T_1$  ( $Al_2CuLi$ ), et, bien que leur potentiel de corrosion n'ait pas été étudié dans la littérature, de par leur teneur en cuivre, il est raisonnable de supposer que leur potentiel de corrosion est plus anodique que celui des  $T_1$ . On supposera toutefois que le potentiel de corrosion de ces précipités  $T_B$  reste toujours plus cathodique que celui de la matrice. En effet, les potentiels de corrosion de la matrice et de la phase  $T_1$  ont été étudiés par Li *et al* [49] dans une solution à 4,0 % de NaCl. Ces auteurs ont montré que les précipités  $T_1$  possèdent un potentiel de -1,076 V/ECS alors que la matrice  $\alpha$  de leur étude possède un potentiel de -0,855 V/ECS. Ainsi, des phénomènes de micro-couplage galvanique matrice-précipités  $T_B$  vont conduire à la dissolution de ces précipités ce qui expliquerait la sensibilité à la corrosion intergranulaire du noyau soudé 2050 T34 OPT. Toutefois, s'il s'agit de précipités  $\theta'$ , ils sont plus nobles que la matrice [49]. Le Tableau V-2 ne permet pas de mettre en évidence l'existence d'une zone située autour des joints de grains et ayant une composition chimique différente de celle du grain. Cependant, par analogie avec le comportement en corrosion intergranulaire d'alliages d'aluminium riches en cuivre, comme

l'alliage 2024, il est raisonnable de supposer que cette zone appauvrie en cuivre de part et d'autre des joints de grains existe. Ceci impliquerait qu'il existe des phénomènes de micro-couplage galvanique entre ces précipités riches en cuivre, donc plus nobles que la matrice, et la matrice mais aussi probablement entre ces précipités, la zone appauvrie en cuivre, possédant un potentiel très cathodique, et la matrice. Ces phénomènes conduisent à la dissolution préférentielle de la zone appauvrie en cuivre donc à un phénomène de corrosion pseudo-intergranulaire. Aujourd'hui, il nous est difficile de statuer quant à la nature réelle des précipités présents aux joints de grains du noyau soudé T34 OPT et au mécanisme à avancer pour expliquer la sensibilité à la corrosion intergranulaire de ce matériau.

### **3.2.2 Comportement du noyau soudé T34 OPT post traité**

Comme l'illustre la Figure V- 5, le noyau soudé T34 OPT post traité est sensible à la fois à la corrosion intergranulaire et à la corrosion intragranulaire. Les premières observations réalisées au MET (Figure IV-8) ont montré la présence de nombreux précipités  $T_1$  intragranulaires ainsi que la présence de précipités riches en cuivre aux joints de grains qui sont bordés d'une PFZ. Les observations complémentaires réalisées au MET (Figure V-13) confirment ces observations. De plus, les analyses EDX réalisées et surtout les clichés de diffraction électronique obtenus semblent montrer que, pour le noyau soudé T34 OPT post traité, les précipités intergranulaires sont de type  $T_1$ . Cela peut s'expliquer en faisant référence aux travaux de Gable *et al* [22] qui ont montré qu'un traitement thermique postérieur à une déformation favorisait la formation des précipités  $T_1$  au détriment des précipités  $T_B$ ,  $\theta''$  et  $\theta'$ . Comme cela a été dit précédemment, ces précipités ayant un comportement plus anodique que la matrice, ils vont se dissoudre préférentiellement lors d'une exposition du noyau soudé à la solution corrosive ce qui explique en partie la sensibilité du noyau soudé T34 OPT post traité à la corrosion intergranulaire. En effet, les phénomènes de micro-couplage galvanique doivent aussi être étendus à la PFZ appauvrie en cuivre donc avec un potentiel très cathodique ; on aura donc deux piles, la première entre les précipités  $T_1$  et la PFZ et la seconde entre la PFZ et la matrice. De plus, compte-tenu de la formation de nombreux précipités  $T_1$  intragranulaires, la teneur en cuivre de la solution solide, dans le grain, est réduite ce qui sensibilise le grain à la corrosion et explique la sensibilité du noyau soudé T34 OPT post traité à la corrosion intragranulaire. Pour cette dernière forme de corrosion, il ne faut pas oublier aussi de faire référence, comme cela a été dit au chapitre III pour le métal de base T34, PT, aux micro-

couplages galvaniques existant les précipités  $T_1$  intragranulaires et la solution solide qui contribuent à sensibiliser le grain à la corrosion.

Pour terminer ce paragraphe, on insistera sur le fait que ces interprétations ont été données à partir d'observations MET réalisées sur des lames minces prélevées dans les bandes au sein desquelles se localise la corrosion (Figure V- 2). Les analyses MET concernant le deuxième type de bandes seront détaillées ultérieurement dans ce chapitre.

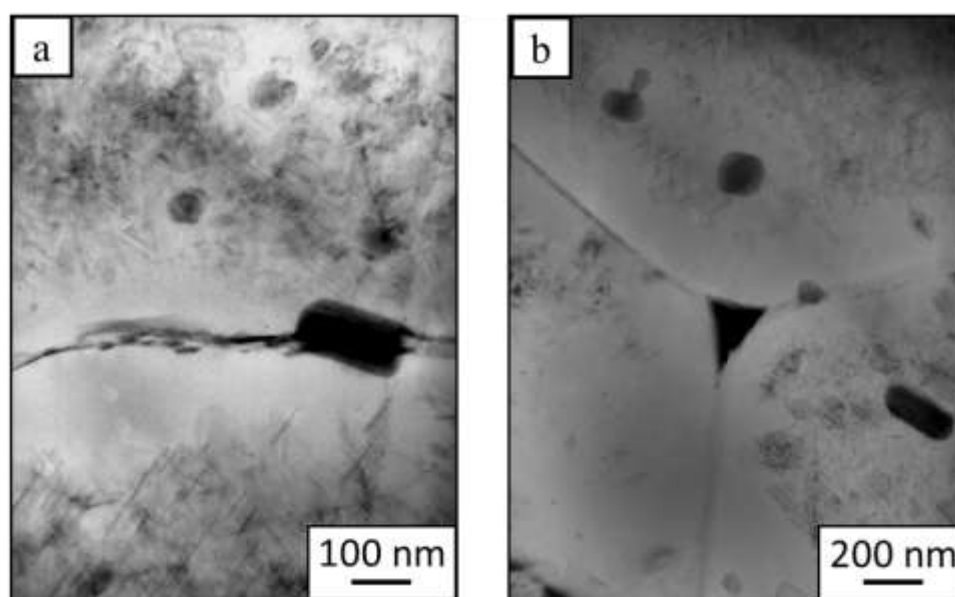


Figure V-13 : Observations au MET de la précipitation présente dans le noyau soudé T34 OPT post traité (bandes corrodées).

## 3.2. Hétérogénéités du comportement en corrosion à l'échelle mésoscopique

### 3.2.1. Comportement électrochimique du noyau soudé dans l'épaisseur du joint

Les observations réalisées à l'aide du gel de visualisation, rappelées à la Figure V- 1, ont mis en évidence une différence de comportement électrochimique entre le haut et le bas du noyau soudé, quel que soit son état métallurgique. Afin de confirmer ces observations, des mesures d'OCP dans l'épaisseur des noyaux soudés T34 OPT et T34 OPT post traité (direction TC) ont été réalisées. Pour les deux noyaux soudés, afin de toujours exposer le plan L-TL à l'électrolyte, ces mesures ont été réalisées en commençant par la partie basse du noyau soudé ; ensuite, un polissage incrémental est réalisé en respectant un pas voisin de 1,3 mm et,



après chaque étape de polissage, une nouvelle mesure d'OCP est faite durant deux heures en milieu NaCl 0,7M. Ainsi, en répétant ce protocole expérimental sur toute l'épaisseur du noyau soudé, la variation de l'OCP dans toute l'épaisseur du noyau soudé a pu être mesurée. La Figure V-14 synthétise les résultats obtenus pour ce qui concerne la variation d'OCP et de taille de grains dans le noyau soudé T34 OPT. On retrouve que l'OCP du noyau soudé est toujours plus cathodique que celle du métal de base T34 ce qui explique que globalement, pour ce joint soudé, le noyau soudé a un comportement anodique. Cependant, on peut observer que l'OCP du noyau soudé n'est pas uniforme dans l'épaisseur du joint et devient de plus en plus cathodique quand on passe de la partie supérieure à la partie inférieure du noyau soudé. Effectivement, la valeur moyenne de l'OCP dans la partie supérieure du noyau soudé est de -0,635 V/ECS. Elle va ensuite décroître dans l'épaisseur du noyau soudé jusqu'à atteindre une valeur minimale égale à -0,665 V/ECS dans la partie inférieure du noyau soudé. De plus, on observe que la variation de l'OCP n'est pas linéaire en fonction de l'épaisseur comme le souligne la courbe de tendance proposée. Il est intéressant de constater qu'il y a une chute brutale de l'OCP dans les 4-5 derniers millimètres de la surface inférieure. Ces résultats sont parfaitement cohérents avec ceux obtenus grâce au gel de visualisation puisque la zone ayant le comportement le plus anodique du noyau soudé, mise en évidence par une coloration orange soutenu du gel, a une dimension similaire, à savoir de l'ordre de 5 mm. Par ailleurs, la comparaison des variations respectives de l'OCP et de la taille de grains du noyau soudé T34 OPT dans l'épaisseur du joint montre que ces deux grandeurs sont bien corrélées : plus la taille de grain diminue et plus l'OCP du noyau soudé se décale vers des potentiels cathodiques.

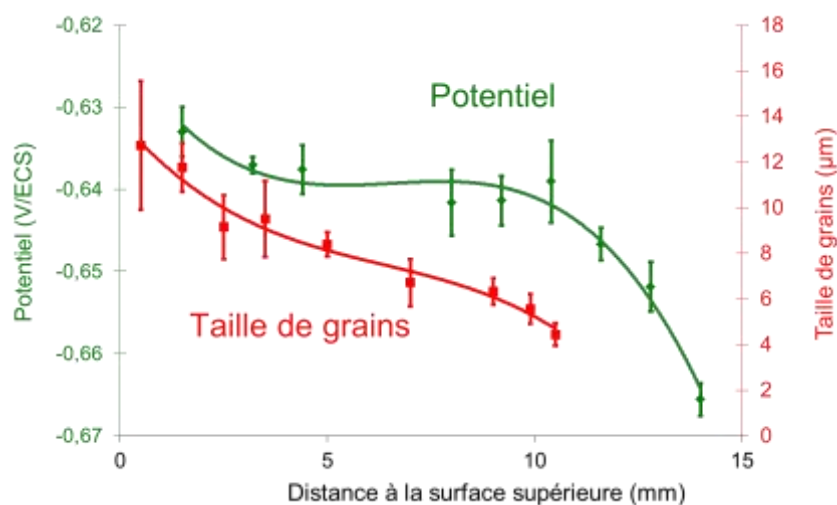


Figure V-14 : Evolution de l'OCP mesuré en milieu NaCl 0,7 M et de la taille de grains en fonction de la distance à la surface supérieure du joint soudé dans le noyau soudé T34 OPT.

Pour ce qui concerne le noyau soudé T34 OPT post traité, il a été montré dans le chapitre IV que globalement son OCP est plus anodique que celle du métal de base T34, PT ce qui explique que globalement le noyau soudé a un comportement cathodique. Toutefois, comme pour le noyau soudé T34 OPT, l'OCP du noyau soudé T34 OPT post traité n'est pas uniforme dans l'épaisseur du joint si bien que ce noyau soudé présente lui aussi une zone ayant un comportement anodique dans sa partie basse mais sur une épaisseur beaucoup plus faible (Figure V- 1). Cette petite zone anodique résulte de phénomènes de couplage galvanique internes au noyau soudé lui-même. Effectivement, la Figure V-15 montre que, comme pour le noyau soudé T34 OPT, l'OCP du noyau soudé T34 OPT post traité décroît du haut vers le bas du noyau, avec une valeur de -0,700 V/ECS à quelques millimètres sous la surface supérieure à comparer à un potentiel moyen de -0,726 V/ECS proche de la face inférieure. Comme dans le cas du noyau T34 OPT, cette évolution n'est pas linéaire en fonction de la profondeur dans la direction TC et on observe une chute plus importante de l'OCP du noyau soudé T34 OPT post traité sur les derniers 1 à 2 millimètres de la face inférieure du noyau ce qui correspond bien à la taille de la petite zone anodique révélée par le gel. Par ailleurs, comme pour le noyau soudé T34 OPT, on observe une bonne corrélation entre les variations d'OCP et la taille de grains dans l'épaisseur du noyau soudé. Ces différents résultats suggèrent donc une forte influence de la taille de grains sur le comportement en corrosion du noyau soudé et il est raisonnable de considérer que les hétérogénéités de comportement électrochimique observées entre le haut et le bas du noyau soudé s'expliquent au moins en partie par les hétérogénéités de taille de grains.

Par ailleurs, dans le cadre du programme CORALIS, le SIMAP de Grenoble a réalisé une cartographie de densité de précipités  $T_1$  et  $\theta'$  dans le joint soudé T34 OPT post traité (Figure IV-9) grâce à la technique SAXS. Cette cartographie met en évidence un gradient de densité de précipités entre la face supérieure et la face inférieure du noyau soudé post traité, avec une plus forte densité de  $T_1$  dans la partie haute du noyau soudé par rapport à la partie basse du noyau soudé. De plus, comme cela a été observé pour les évolutions d'OCP, il semblerait que l'évolution de la densité de précipités entre le haut et le bas du noyau ne soit pas linéaire. Compte-tenu des remarques faites précédemment pour ce qui concerne le comportement électrochimique des précipités de type  $T_1$ , si la densité de précipités  $T_1$  contrôlait le comportement électrochimique local du noyau soudé, alors l'OCP du noyau soudé devrait être plus cathodique dans les zones contenant le plus de précipités  $T_1$  donc dans la partie haute du noyau. De plus, comme les précipités  $T_1$  sont riches en cuivre, leur forte précipitation va

entraîner un appauvrissement de la matrice en cet élément ce qui va rendre son potentiel moins noble ce qui devrait donc décaler encore plus le potentiel local du noyau soudé vers des potentiels cathodiques. Or, c'est le phénomène inverse qui est observé.

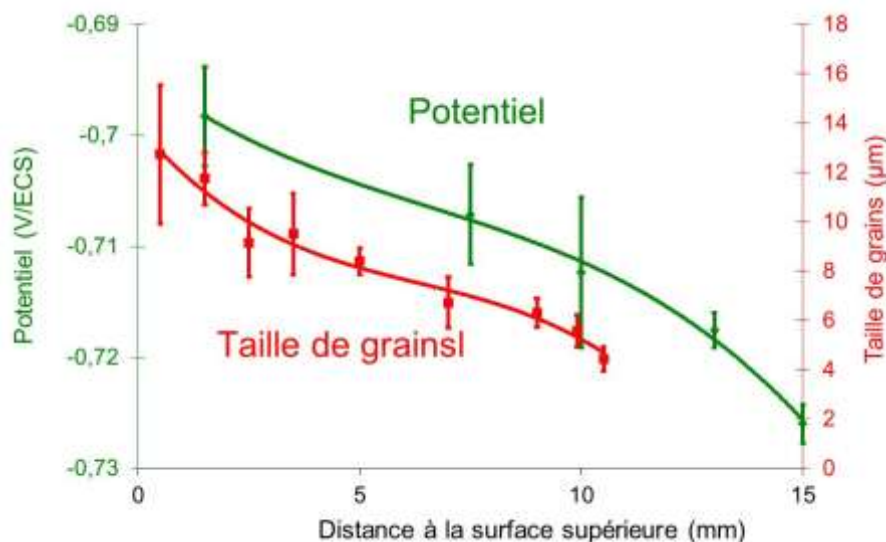


Figure V-15 : Evolution de l'OCP mesuré en milieu NaCl 0,7 M et de la taille de grains en fonction de la distance à la surface supérieure du joint soudé dans le noyau soudé T34 OPT post traité.

Ces résultats confirment donc que ce sont les variations de taille de grains du haut vers le bas du noyau soudé qui expliquent les hétérogénéités de comportement électrochimique observées entre parties haute et basse du noyau. On peut toutefois se demander si l'état de précipitation n'a pas une influence quelconque sur la répartition des potentiels locaux dans les deux noyaux soudés. Pour répondre à cette question, les variations d'OCP dans l'épaisseur des deux noyaux soudés ont été reportées à la Figure V-16. On observe tout d'abord que, quel que soit le positionnement dans l'épaisseur, le potentiel de corrosion du noyau soudé T34 OPT post-traité est toujours plus cathodique que celui du noyau soudé T34 OPT. Cette différence s'explique très bien en faisant référence à la présence des précipités  $T_1$  en grande quantité dans le noyau soudé T34 OPT post traité. En revanche, il semblerait que les deux courbes ne soient pas complètement parallèles. En se plaçant à une distance de 1,5 mm sous la surface supérieure, l'écart de potentiel (en valeur absolue) mesuré entre les deux noyaux soudés est de 0,070 V/ECS. A 14 mm sous la surface supérieure, cette différence de potentiel n'est plus que de 0,060 V/ECS (toujours en valeur absolue). Ainsi, l'écart de potentiel de corrosion entre les deux noyaux soudés est maximal lorsque la densité de précipités  $T_1$  est la plus importante et, à inverse, cet écart est minimal quand la densité de précipités  $T_1$  est la plus faible. Ainsi, l'état de précipitation joue un rôle non négligeable pour ce qui concerne le comportement

électrochimique des noyaux soudés même si, comme dit précédemment, ce sont les variations de taille de grains entre le haut et le bas du noyau qui expliquent les différences de comportement en corrosion à cette échelle-là.

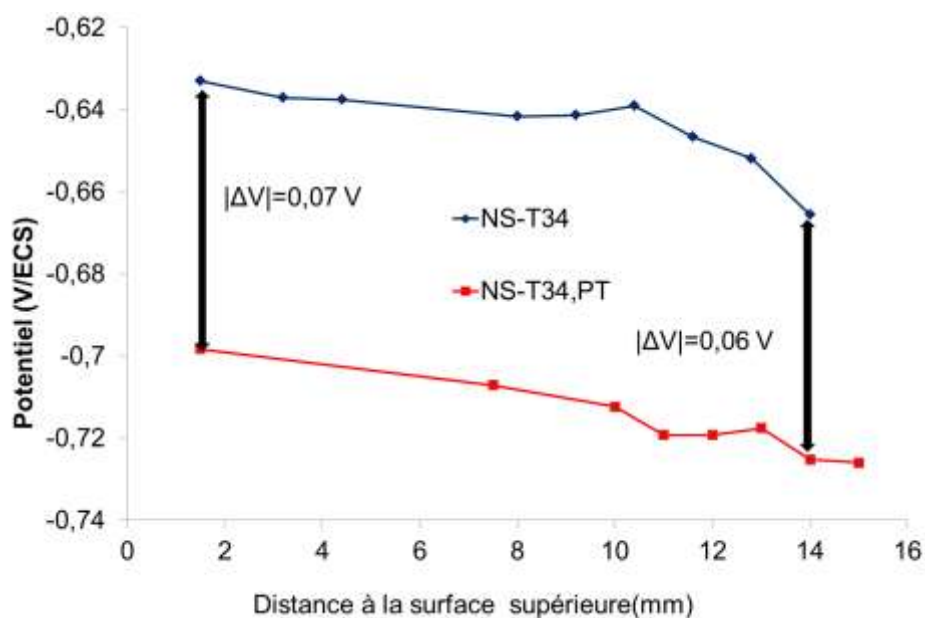
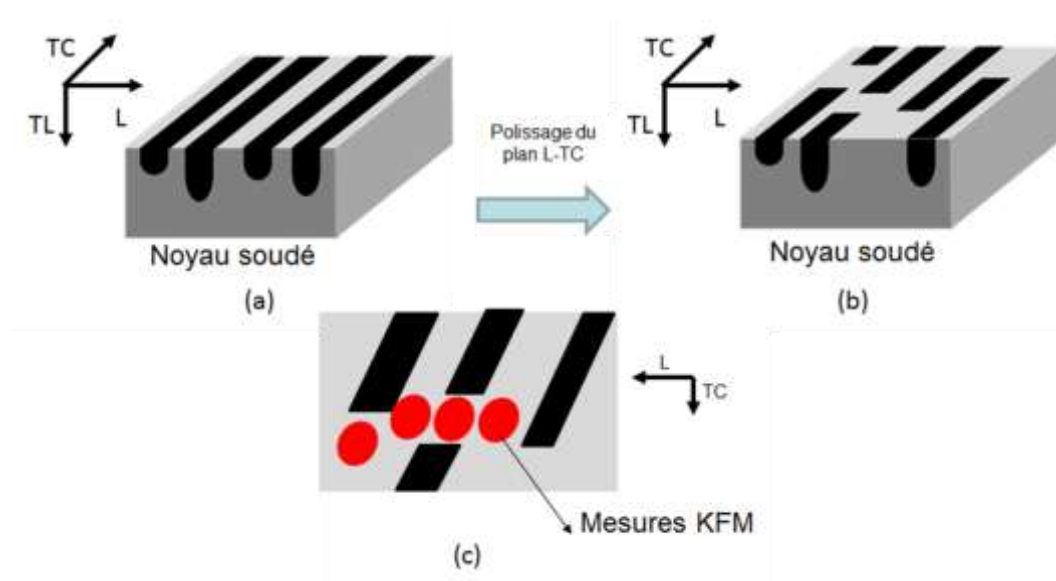


Figure V-16 : Evolution comparée de l'OCP en fonction de la distance à la surface supérieure des noyaux soudés T34 OPT et T34 OPT post traité.

### 3.2.2. Localisation de l'endommagement en corrosion sous forme de bandes

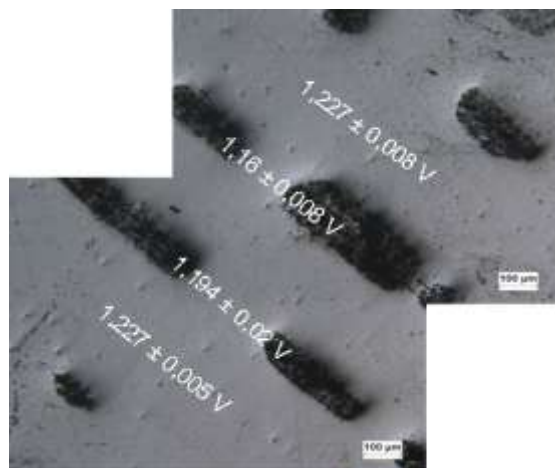
La première partie du chapitre a montré que, pour le noyau soudé T34 OPT post traité, l'endommagement en corrosion était localisé dans des bandes de matière réparties régulièrement dans le noyau, rappelant les bandes appelées « Onion Ring » déjà présentées au chapitre IV. Ces résultats suggèrent fortement que les bandes de matière qui se corrodent de manière préférentielle ont véritablement un comportement électrochimique différent de celui des bandes qui ne se corrodent pas ou très peu. On souhaite vérifier ici que l'on peut attribuer des caractéristiques électrochimiques propres aux deux types de bandes de matière ; on essaiera ensuite d'identifier les éléments microstructuraux contrôlant ces caractéristiques électrochimiques. Ainsi, afin de confirmer la 1<sup>ère</sup> hypothèse, des mesures KFM ont été réalisées dans chaque type de bande. Une procédure d'essai a été mise en place pour ces mesures. Les bandes de matière ont d'abord été repérées en réalisant un essai de polarisation potentiocinétique de -1,1 V/ECS à -0,3 V/ECS en milieu NaCl 0,7 M en se basant sur le fait que l'on générera un endommagement localisé analogue à celui observé à la Figure V- 4. Cet

endommagement en corrosion est schématisé par les bandes noires visibles à la Figure V-17-a. Un polissage incrémental a ensuite été effectué pour effacer partiellement les défauts de corrosion situés dans les bandes préférentiellement corrodées (Figure V-17-b). Enfin, des mesures KFM ont été réalisées sur une surface de  $20\ \mu\text{m}$  par  $20\ \mu\text{m}$  pour chaque type de bandes de matière. Les mesures ont été répétées trois fois pour chacune des bandes. Ces pointés sont matérialisés par les points rouges à la Figure V-17-c. Pour ce qui concerne les bandes préférentiellement corrodées, les mesures ont été faites dans les zones au niveau desquelles les défauts de corrosion avaient été supprimés par polissage.



**Figure V-17 : Schématisation de la technique utilisée pour mesurer les potentiel Volta dans les différentes bandes de matière du noyau soudé T34 OPT post traité. Etat de l'éprouvette (a) après un essai de polarisation potentiocinétique de  $-1,1\text{V/ECS}$  à  $-0,3\ \text{V/ECS}$  dans une solution de NaCl à  $0,7\ \text{M}$  (b) après polissage incrémental pour enlever une partie des défauts de corrosion. (c) Schématisation de la localisation des mesures KFM.**

Les résultats des mesures de potentiel Volta réalisées grâce au KFM sont présentés à la Figure V-18; ils montrent que les bandes qui se corrodent de manière préférentielle possèdent un potentiel Volta de  $1,175\ \text{V}$  alors que les bandes qui ne se corrodent pas ont un potentiel Volta de  $1,23\ \text{V}$ . Cette différence de potentiel Volta traduit donc une différence de comportement électrochimique d'une bande à une autre. Comme cela a déjà été mentionné dans ce chapitre, cette localisation des défauts de corrosion dans des bandes de matière parallèles les unes aux autres n'est pas sans rappeler les bandes de texture présentées à la Figure V- 10. Il s'agit maintenant d'étudier ce dernier point plus en détail.



**Figure V-18 : Mesures de potentiels Volta dans le plan L-TC du noyau soudé T34 OPT post traité. Les bandes de matière corrodées apparaissent en noir.**

### 3.2.2.1. Rôle de la texture

Afin de vérifier s'il y a véritablement un lien entre la localisation de l'endommagement en corrosion dans le noyau soudé T34 OPT post traité et les bandes de textures différentes observées, un essai de polarisation potentiocinétique en milieu NaCl 0,7 M a été réalisé sur un échantillon du noyau soudé T34 OPT post traité, la surface exposée à l'électrolyte correspondant au plan L-TC. Avant essai, une partie de l'échantillon a été masquée à l'aide d'un vernis (visible sur partie basse de l'échantillon de la Figure V-19-a). Une fois l'essai de corrosion terminé, le vernis a été retiré et la surface de l'échantillon a subi une attaque électrochimique à l'aide d'une solution  $\text{HBF}_4$  afin de révéler la texture de l'échantillon par microscopie optique en lumière polarisée (Figure V-19-b). La partie supérieure de la micrographie visible à la Figure V-19-b montre l'endommagement en corrosion qui est, comme attendu, localisé suivant des « bandes » de matière parallèles les unes aux autres. De plus, dans le prolongement de ces défauts de corrosion, on retrouve les bandes de textures différentes. La localisation des défauts de corrosion dans des bandes parallèles les unes aux autres pour le noyau soudé T34 OPT post traité est donc directement lié à la présence de bandes de textures différentes.

Cependant, la texture ne peut pas tout expliquer. En effet, alors que les deux noyaux soudés présentent des bandes de textures différentes (Figure V- 10) ce phénomène de localisation de l'endommagement en corrosion dans certaines bandes de texture donnée n'est observé que pour le noyau soudé T34 OPT post traité (Figure V- 4). Ainsi, la texture joue certainement un rôle pour ce qui concerne la localisation de l'endommagement en corrosion ; toutefois, ce n'est pas l'élément microstructural critique dans ce cas. Il est donc maintenant nécessaire de

rechercher des éléments microstructuraux, à l'échelle des bandes bien entendu, qui puissent expliquer les résultats observés. Le 1<sup>er</sup> élément microstructural, à l'échelle des bandes, auquel on puisse penser est la taille de grains.

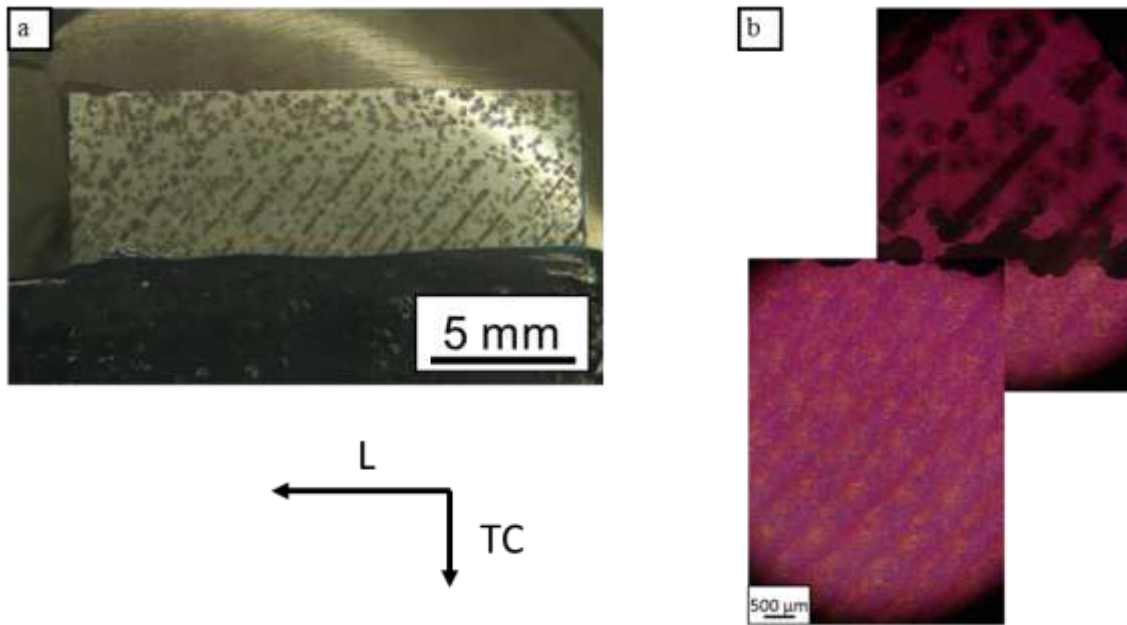


Figure V-19 : (a) Observation du plan L-TC du Noyau soudé T34 OPT post traité après un essai de polarisation potentiocinétique dans une solution de NaCl à 0,7 M. Avant l'essai de corrosion, une partie de l'échantillon a été masquée par un vernis. (b) observation au microscope optique en lumière polarisée, après attaque avec une solution HBF<sub>4</sub>, de l'échantillon. Le vernis a été retiré avant attaque.

### 3.2.2.2. Rôle de la taille de grain

En effet, parmi les éléments microstructuraux pouvant expliquer la différence de réactivité électrochimique d'une bande de texture à une autre, on peut citer la taille de grains qui s'est avérée être l'élément critique pour expliquer les hétérogénéités entre le haut et le bas du noyau. Les tailles de grains ont donc été mesurées dans les différentes bandes de texture à partir des analyses EBSD présentées à la Figure V- 10 ; aucune variation notable de taille de grains d'une bande de texture à une autre n'a pu être mise en évidence. En outre, si la taille de grains était un facteur du premier ordre ici, cette localisation de l'endommagement en corrosion « dans des bandes de matière » serait également observée dans le noyau T34 OPT dans la mesure où la taille de grains dans les noyaux est liée aux phénomènes de recristallisation ou de restauration dynamique au cours du procédé de soudage et non au traitement thermique post soudage.

### 3.2.2.3. Rôle de la composition chimique

Bien que peu probable, l'existence d'une différence de composition chimique entre des bandes de textures différentes qui ont des réactivités électrochimiques différentes pourrait justement expliquer leur différence de comportement électrochimique. Pour étudier ces éventuelles variations de composition chimique, le plan L-TC du noyau soudé post traité a été analysé à l'aide d'une microsonde CAMECA SX 50 située au laboratoire GET (Géosciences Environnement Toulouse). Ce type d'analyse permet une mesure quantitative précise des éléments chimiques présents dans un petit volume de matière. Dans le but de mettre en évidence d'éventuelles variations de composition chimique avec une certaine périodicité (celle des bandes de texture à priori), une filiation d'analyses de surface moyenne de 2  $\mu\text{m}$  par 2  $\mu\text{m}$  a été réalisée tous les 50  $\mu\text{m}$  sur une distance d'au moins 1 mm ; cela a été fait dans les directions TC et L. Un pas de 50  $\mu\text{m}$  a été choisi en raison des dimensions des bandes et des sous-bandes (Figure V- 10). En effet, les plus petites sous bandes ont une largeur de l'ordre de 100  $\mu\text{m}$  alors que la distance qui les sépare est de 500  $\mu\text{m}$ . Ainsi, en démarrant la filiation en un point choisi aléatoirement, et grâce au pas de mesure de 50  $\mu\text{m}$ , il est certain qu'au moins un spot analysera une bande de 100  $\mu\text{m}$ . Enfin, les filiations ont toujours été faites sur une distance d'au moins 1 millimètre afin de voir sans aucun doute les fluctuations de composition chimique périodiques si elles existent.

Une première analyse, matérialisée par un trait plein noir sur le schéma de la Figure V-20, a été effectuée dans la partie supérieure du noyau soudé suivant la direction TC. Les résultats sont présentés dans le graphique correspondant (un même code couleur est utilisé pour repérer la ligne d'analyse et identifier la figure donnant les résultats pour la ligne en question). Mise à part une fluctuation de la teneur en aluminium pour deux points distincts en début de profil, cette première analyse n'a pas mis en évidence de différence de composition chimique entre les bandes. D'ailleurs, cette fluctuation de composition chimique est certainement due à la présence d'intermétalliques. Une deuxième analyse a été réalisée cette fois-ci suivant la direction L et au centre du noyau soudé sur une distance de 2 mm afin d'être certain d'analyser plusieurs bandes. Cette analyse est symbolisée par un trait en pointillés fin gris sur le schéma. Comme pour la première analyse, cette seconde analyse ne révèle pas de fluctuation de composition chimique. Une troisième et dernière analyse a été menée dans la direction L toujours mais un peu plus bas dans le noyau soudé et sur 1,5 mm. Une fois de plus, cette analyse ne met pas en évidence de variation de composition chimique dans le noyau soudé T34 OPT post traité.



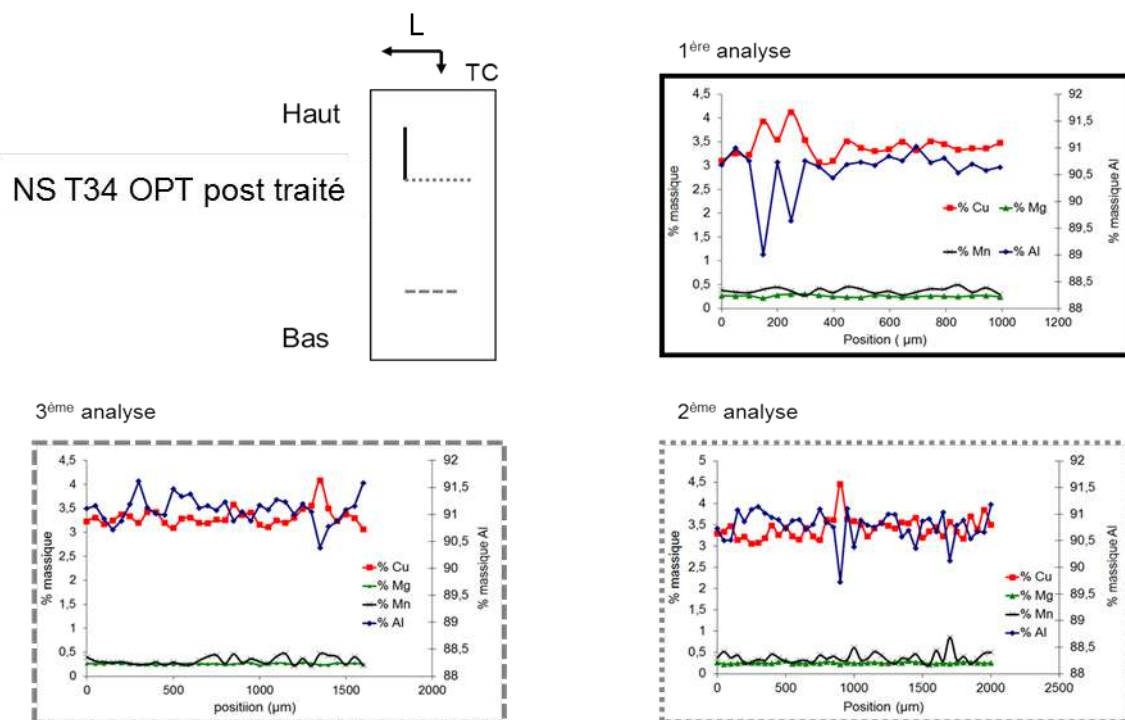


Figure V-20 : Schématisation de la localisation des lignes d’analyses réalisées à la microsonde et résultats obtenus pour chaque ligne d’analyses. Noyau soudé T34 OPT post traité. Plan L-TC.

Ces analyses ont donc montré que la composition chimique du noyau soudé T34 OPT post traité était homogène. Il faut donc chercher ailleurs l’origine de la localisation de l’endommagement en corrosion suivant les bandes de textures différentes.

### 3.2.2.4. Différence dans l’état de précipitation

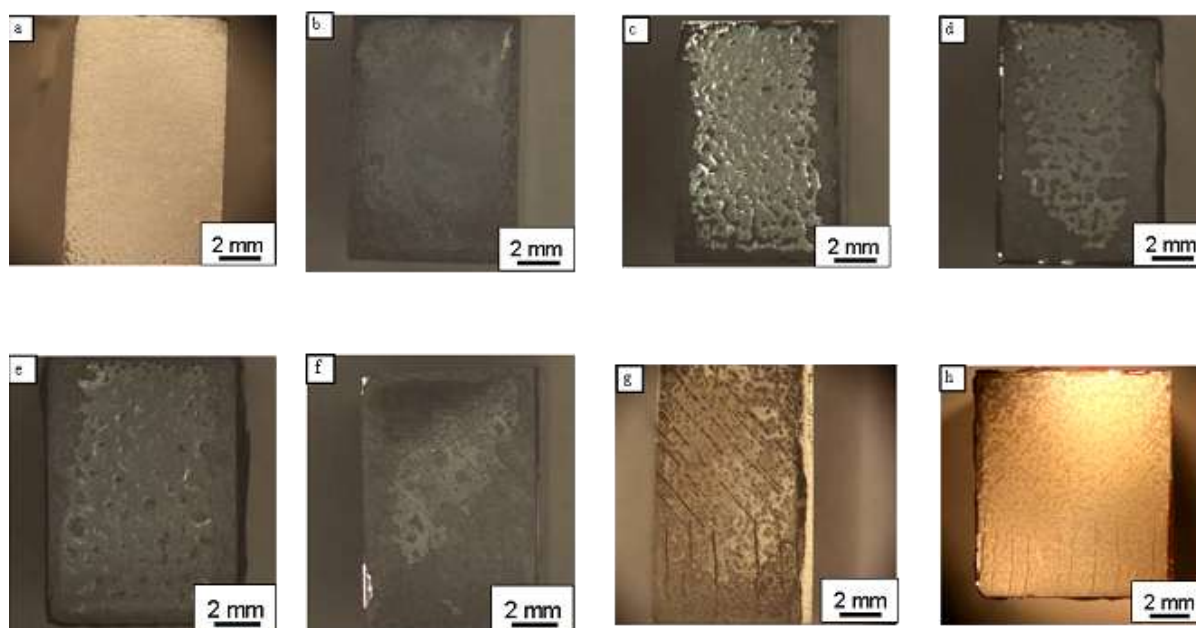
Le dernier élément microstructural à étudier est l’état de précipitation. Une caractérisation détaillée de l’état de précipitation du noyau soudé T34 OPT post traité a déjà été présentée, pour ce qui concerne les bandes de texture qui se corrodent (paragraphe 3.2.2). Initialement, aucune différence pour ce qui concerne l’état de précipitation d’une bande de texture à une autre n’avait été suspectée. A ce stade de l’étude, vu les résultats obtenus, il semble qu’il soit nécessaire de pousser davantage les investigations dans cette direction. Ainsi, plusieurs démarches expérimentales ont été mises en œuvre pour étudier les éventuelles variations dans l’état de précipitation du noyau soudé T34 OPT post traité suivant les bandes de textures différentes. A partir des connaissances acquises sur le matériau de base et plus précisément sur la nature de l’état de précipitation en fonction des temps de revenu à 155 °C, il a été décidé, dans un premier temps, de mettre en évidence une éventuelle différence d’état de précipitation entre bandes de textures différentes, en réalisant différents traitements

thermiques à 155 °C sur le noyau soudé T34 OPT. Différents échantillons ont donc été synthétisés et, à l'issue de ces traitements thermiques, un essai de polarisation potentiocinétique a été réalisé sur chacun afin d'accélérer son endommagement en corrosion. La surface exposée à la solution NaCl 0,7 M correspond au plan L-TC. L'ensemble des traitements thermiques réalisés et leur dénomination respective sont présentés dans le Tableau V-3.

**Tableau V-3 : Synthèse des différents traitements thermiques réalisés sur un noyau T34 OPT.**

Durée du revenu à 155°C	T34	Après rampe	3 heures	5 heures	9 heures	18 heures	30 heures	96 heures
Dénomination	T34	PT, 0 h	PT, 3 h	PT, 5 h	PT, 9 h	PT, 18 h	PT, 30 h	PT, 96 h

Les observations des électrodes par microscopie optique après les essais de polarisation potentiocinétique sont présentées à la Figure V-21.



**Figure V-21 : Observations optiques du noyau soudé (a) T34 (b) PT, 0h (c) PT, 3h (d) PT, 5h (e) PT, 9h (f) PT, 18h (g) PT, 30h (h) PT, 96h après les essais de polarisation potentiocinétique en milieu NaCl 0,7M.**

On peut observer que, pour des durées de traitement thermique inférieures à 9 heures, aucune localisation de l'endommagement en corrosion n'est constatée. Les différents noyaux soudés présentent tous de la corrosion intergranulaire répartie sur l'ensemble de la surface de

l'électrode. A partir de 9 h de maintien à 155°C, un début de localisation des défauts de corrosion dans certaines bandes de matière se devine comme le montre la Figure V-21-e. Cette localisation de l'endommagement en corrosion est de plus en plus visible quand la durée de maintien à 155°C augmente. Après 96 heures de maintien à 155°C, ce phénomène est toujours visible (Figure V-21-h).

Dans la mesure où un traitement thermique à 155°C n'a aucune influence sur la texture mais impacte en revanche de manière significative les états de précipitation, l'hypothèse d'une différence dans les états de précipitation d'une bande à une autre semble donc très raisonnable.

Dans le but de confirmer cette hypothèse, des observations MET complémentaires ont été réalisées pour caractériser la précipitation présente dans les deux types de bandes, celles qui se corrodent et celles qui ne se corrodent pas. Deux lames MET ont été prélevées dans le plan L-TC du noyau soudé post-traité 30 heures à 155°C (noyau soudé T34 OPT post traité), l'une dans une bande qui se corrode et l'autre dans une bande qui ne se corrode pas. Les observations MET réalisées sont présentées à la Figure V- 22.

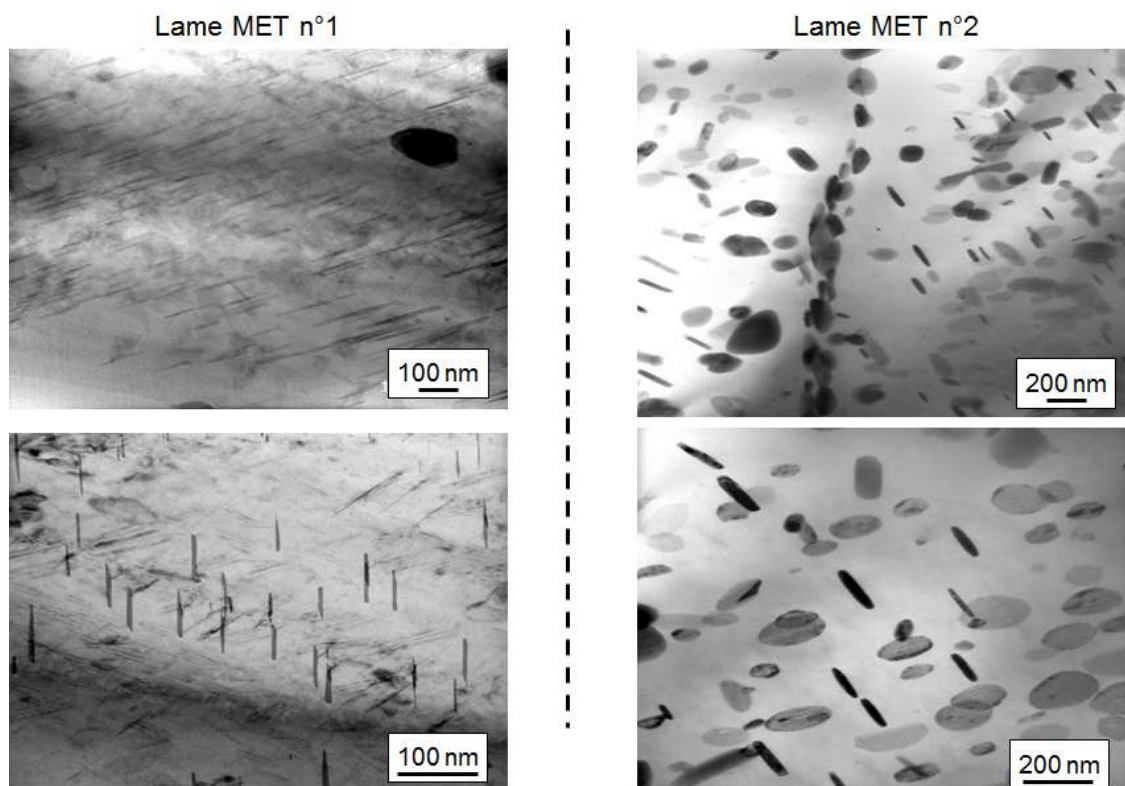


Figure V- 22: Observations au MET des deux lames prélevées dans les deux bandes du NS-T34 OPT post traité. Lame 1 = lame prélevée dans une bande qui se corrode. Lame 2 = lame prélevée dans une bande qui ne se corrode pas.

Les résultats montrent que, d'un point de vue morphologique, les précipités présents dans les deux lames prélevées sont complètement différents. La lame 1, prélevée dans une bande qui se corrode, met en évidence la présence de précipités intragranulaires en forme de plaquettes, de type  $T_1$ . Leur longueur est de l'ordre de 100 nm pour quelques nanomètres de largeur. Des précipités intergranulaires du même type sont également observés. En revanche, les précipités intragranulaires, et intergranulaires, présents dans la lame 2, prélevée dans une bande qui ne se corrode pas, ont une morphologie complètement différente. Ils sont de forme cylindrique avec un rayon d'environ 200 nm pour 50 nm d'épaisseur. Pour s'assurer de la validité de ces observations, les lames prélevées ont été orientées dans toutes les directions possibles afin de caractériser au mieux la précipitation présente. Des analyses par diffraction électronique ont ensuite été réalisées sur les différents précipités cylindriques présents dans la lame 2 afin de les caractériser de manière précise. Les résultats de ces analyses sont présentés à la Figure V-23. L'indexation des clichés de diffraction obtenus montre qu'il s'agit de précipités de type  $T_B$  ( $Al_7Cu_4Li$ ). D'autres lames minces ont été préparées par FIB ce qui a permis de confirmer les résultats obtenus.

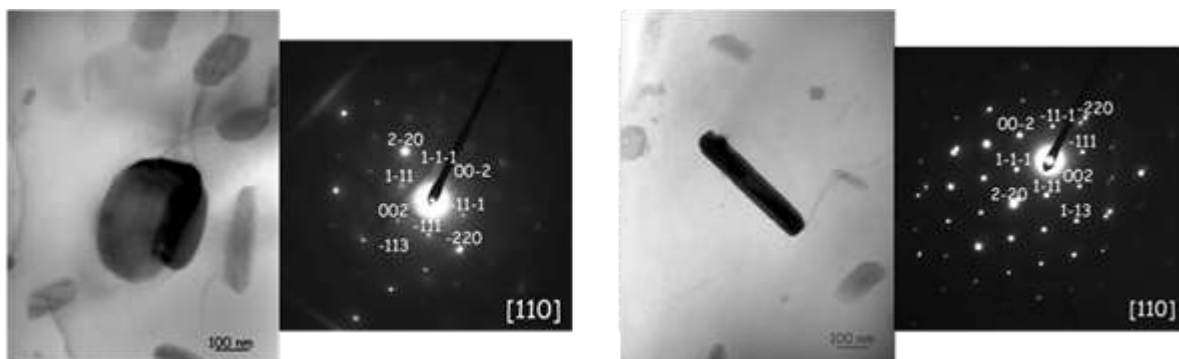


Figure V-23 : Observations au MET et clichés de diffraction associés relatifs aux précipités présents dans la lame 2 prélevée dans le noyau soudé T34 OPT post traité.

Ainsi, c'est la différence dans les états de précipitation d'une bande à l'autre (présence des précipités  $T_B$  dans les bandes qui ne se corrodent pas et de précipités  $T_1$  dans les autres) qui semble expliquer les différences de comportement électrochimique d'une bande à une autre.

Afin de confirmer l'influence de l'état de précipitation sur la localisation de l'endommagement en corrosion suivant les bandes de textures différentes et surtout de préciser le rôle de la phase  $T_B$ , un traitement thermique visant à précipiter uniquement cette dernière phase dans le noyau soudé a été réalisé. Pour ce faire, le diagramme Transformation

Temps-Température d'un alliage 2195 dont la composition chimique est proche de celle de notre alliage 2050 a été utilisé. Ce diagramme a été obtenu par Chen *et al* [25]. Il montre qu'un maintien à 430°C durant une durée de 15 heures devrait entrainer la précipitation de précipités  $T_B$  à la fois intragranulaires et intergranulaires. Ce traitement thermique a donc été réalisé sur le noyau soudé T34 OPT. Des observations MET ont été réalisées sur les échantillons obtenus ; les résultats sont présentés à la Figure V-24.

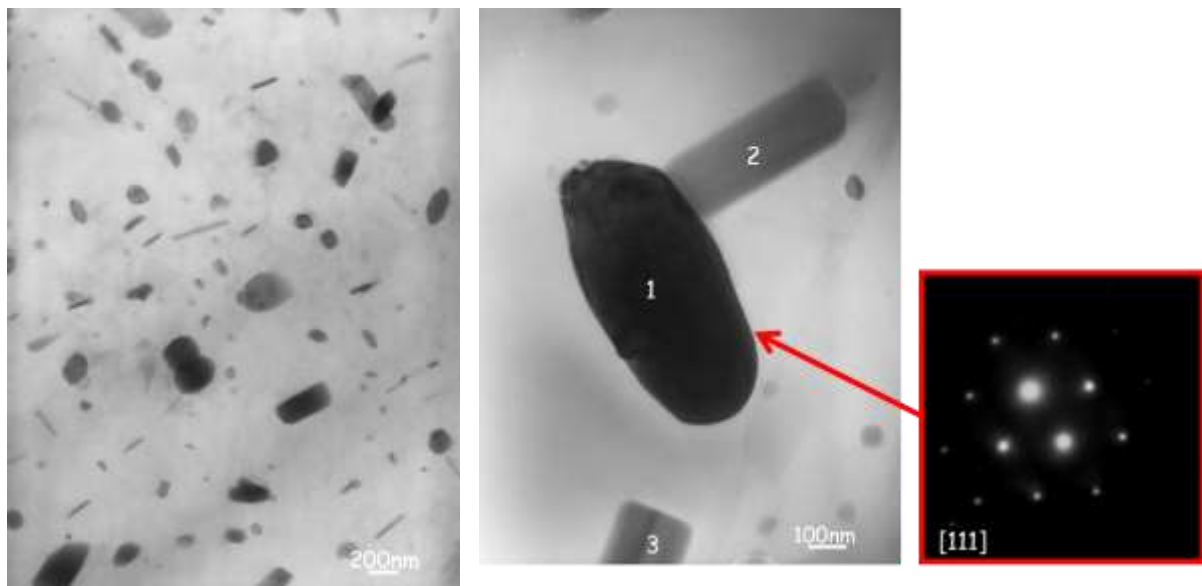
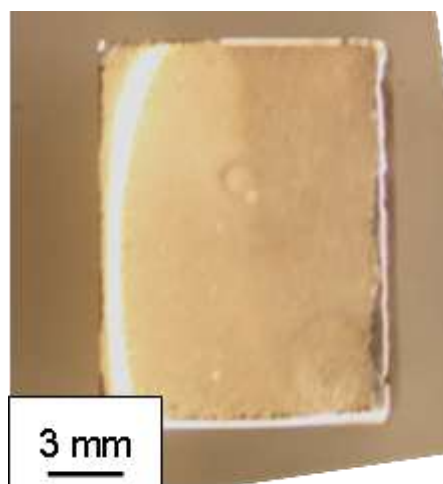


Figure V-24 : Observation au MET de la précipitation présente dans le NS T34 OPT traité pendant 15 heures à 430 °C.

On peut observer que la morphologie des précipités présents dans cette lame MET est très proche de celle des précipités présents dans la lame MET n°2 (Figure V- 22). Effectivement, les clichés de diffraction électronique obtenus permettent de montrer qu'en grande majorité les précipités observés sont des précipités de type  $T_B$  ( $Al_7Cu_4Li$ ). Cependant, d'autres analyses par diffraction électronique ont été réalisées sur d'autres précipités et ont mis en évidence la présence de précipités  $\theta''$  et  $\theta'$ .

Une fois le traitement thermique effectué, un essai de polarisation potentiocinétique a été réalisé sur l'échantillon du noyau soudé T34 OPT traité pendant 15 h à 430 °C, dans les mêmes conditions que celles décrites précédemment. La surface exposée à la solution NaCl 0,7 M correspond au plan L-TC. L'échantillon est polarisé afin d'accroître l'endommagement en corrosion pour pouvoir observer facilement l'apparition d'une éventuelle localisation de

l'endommagement en corrosion. Les résultats obtenus suite à l'observation de la surface de l'échantillon après cet essai de polarisation potentiocinétique sont présentés à la Figure V-25.



**Figure V-25 : Observation, après l'essai de polarisation potentiocinétique dans une solution NaCl à 0,7 M, du plan L-TC du noyau T34 OPT ayant subi un post traitement thermique de 15 heures à 430 °C.**

On peut observer que les défauts de corrosion sont répartis de manière très uniforme sur toute la surface de l'échantillon qui présente une sensibilité à la corrosion intergranulaire. Ces résultats suggèrent donc que même les bandes de texture, qui présentent des précipités intragranulaires  $T_B$ , sont intrinsèquement sensibles à la corrosion intergranulaire et que ce sont des phénomènes de micro-couplage galvanique entre bandes de textures différentes mais surtout d'états de précipitation différents qui expliquent la localisation de l'endommagement dans certaines bandes de matière pour le noyau soudé T34 OPT post traité. Effectivement, qu'elles contiennent des précipités de type  $T_1$  ou  $T_B$ , les bandes de matière sont toutes intrinsèquement sensibles à la corrosion intergranulaire en particulier. Toutefois, le potentiel de corrosion des précipités  $T_1$  étant plus cathodique que celui des précipités  $T_B$ , les bandes de texture contenant des précipités  $T_1$  ont un potentiel de corrosion plus cathodique que celui des bandes contenant des précipités  $T_B$ . Ce sont donc les bandes de texture contenant les précipités  $T_1$  qui jouent le rôle d'anode sacrificielle et se corrodent préférentiellement dans le noyau soudé T34 OPT post traité.

On peut donc conclure que l'état de précipitation est l'élément microstructural critique pour expliquer la localisation des défauts de corrosion dans certaines bandes de matière pour le noyau soudé T34 OPT post traité. Cependant, à la vue du diagramme proposé par Chen *et al* [25], la présence des précipités  $T_B$  dans le NS-T34 OPT post traité après seulement un

maintien à 155°C durant 30 heures est étonnante puisqu'à priori, ces précipités ne se forment pas en dessous de 350 °C. On peut alors supposer que le diagramme TTT proposé par Chen *et al* sera certainement modifié si le matériau est pré-déformé avant le traitement de revenu. C'est donc la déformation introduite pendant l'opération de soudage qui permettrait aux précipités  $T_B$  de se former après le traitement thermique post-soudage. Il reste alors à expliquer l'existence des deux types de bandes d'états de précipitation différents. Il est là-aussi raisonnable de supposer que ces bandes de textures différentes peuvent être associées à des taux de déformation différents. Le taux de déformation critique permettant la formation des précipités  $T_B$ , lors du traitement thermique post soudage, ne serait atteinte que dans certaines bandes de matière. On pourrait aussi supposer que la différence d'état de précipitation d'une bande à une autre traduise des chemins thermiques différents. Ces résultats montrent donc que la texture est, au final, un élément microstructural de premier ordre. En bref, tout est dans tout et réciproquement !

## 4. Synthèse

Ce chapitre a permis d'étudier de manière approfondie le comportement en corrosion du noyau soudé et d'expliquer les fortes hétérogénéités de comportement en corrosion observées dans cette zone du joint soudé. Ainsi, des éléments microstructuraux critiques ont été identifiés. Tout d'abord, le noyau soudé est intrinsèquement sensible à la corrosion intergranulaire. A l'état T34 OPT, sa sensibilité à la corrosion intergranulaire s'explique par la présence de précipités  $T_B$ - $Al_7Cu_4Li$  au niveau des joints de grains. Pour ce qui concerne le noyau soudé T34 OPT post traité, sa sensibilité à la corrosion intergranulaire, dans certaines bandes de matière, s'explique par la présence de précipités  $T_1$  aux joints de grains et sa sensibilité à la corrosion intragranulaire provient de la présence des précipités  $T_1$  intragranulaires associés à un appauvrissement en cuivre de la solution solide.

La différence de comportement en corrosion entre la partie haute et la partie basse du noyau soudé, quel que soit son état métallurgique, peut être imputée au gradient de taille de grains généré par le soudage entre le haut et le bas du noyau soudé. L'état de précipitation participe aussi à expliquer les comportements en corrosion observés.

La localisation en « bandes » de l'endommagement en corrosion du noyau soudé T34 OPT post traité trouve son origine dans une différence d'état de précipitation qui est induite par le traitement thermique post soudage et liée aux orientations cristallographiques des grains.

Ainsi, dans certaines bandes de matière, ce sont principalement des précipités  $T_B$  inter- et intragranulaires qui sont observés alors que dans les autres bandes, celles qui se corrodent, seuls des précipités  $T_1$  sont observés.

Mais, dans tous les cas, le comportement en corrosion du noyau soudé T34 OPT post traité est bien meilleur que celui du noyau soudé T34 OPT.





## **CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES**

L'étude présentée dans ce manuscrit a été réalisée dans le cadre du projet CORALIS, financé par l'Agence National de la Recherche sous la référence ANR-08-MAPR-0020-05. Les travaux ont été menés conjointement au CIRIMAT et au LGP sous la direction, respectivement de Christine Blanc et Joël Alexis. L'objectif global de ce travail de thèse était d'étudier le comportement en corrosion et en corrosion sous contrainte de joints soudés FSW de l'alliage d'aluminium-lithium 2050 mais aussi l'influence d'un post-traitement thermique sur les comportements observés. Dans ce but, la microstructure, le comportement mécanique et le comportement en corrosion et en corrosion sous contrainte de l'alliage 2050 servant de matériau de base à l'élaboration des joints soudés FSW ont d'abord été analysés ; ensuite, nous nous sommes focalisés sur le comportement en corrosion et en corrosion sous contrainte des structures FSW proprement dites, en analysant bien entendu la microstructure complexe de ces joints soudés et les propriétés mécaniques résultantes.

Pour ce qui concerne le matériau de base des structures FSW, à savoir l'alliage 2050, nous avons montré qu'il présentait une sensibilité à la corrosion intergranulaire voire intragranulaire, l'observation de telle ou telle autre morphologie de corrosion dépendant de l'état microstructural du matériau. Les éléments microstructuraux les plus critiques sont les précipités durcissants  $T_1$  qui jouent un rôle majeur sur les propriétés mécaniques et sur le comportement en corrosion de l'alliage 2050. Ces précipités, peu présents lorsque l'alliage est à l'état T34, état de réception du matériau avant soudage, apparaissent en grande quantité dans la matrice après un post traitement à 155°C, revenu correspondant à celui appliqué après l'opération de soudage. Ils sont effectivement responsables de l'augmentation des propriétés mécaniques de l'alliage 2050 lorsque celui-ci subit un traitement thermique à 155°C mais ont aussi un impact sur la morphologie de la corrosion puisqu'ils sont électrochimiquement très actifs. Ainsi, à l'état T34, l'alliage 2050 est sensible à la corrosion intergranulaire ce qui s'explique essentiellement par la présence de précipités  $T_1$  aux joints de grains, comme le montrent les observations réalisées en Microscopie Electronique en Transmission (MET). Lorsque l'alliage est soumis à un revenu à 155°C, sa sensibilité à la corrosion va évoluer : l'alliage 2050 perd progressivement sa sensibilité à la corrosion intergranulaire lorsque la durée de revenu augmente pour devenir sensible à la corrosion intragranulaire. De nouveau, ce sont les observations réalisées au MET qui ont permis d'expliquer cette modification du

comportement en corrosion de l'alliage en mettant en évidence le rôle prépondérant des précipités durcissants  $T_1$ . En effet, la densité de précipités  $T_1$  augmente avec la durée du revenu à 155°C, aux joints de grains comme dans le grain ; ce phénomène de précipitation va rendre le matériau quasiment homogène d'un point de vue électrochimique et entraîner une disparition de la sensibilité de celui-ci à la corrosion intergranulaire, l'alliage devenant sensible à la corrosion intragranulaire du fait de la forte réactivité électrochimique des précipités  $T_1$ . Cette évolution de la morphologie de la corrosion observée pour l'alliage 2050 en fonction de la durée de revenu s'explique également par l'appauvrissement en cuivre de la matrice, qui se produit conjointement à la formation des précipités  $T_1$  dans le grain. Parallèlement à ce changement de sensibilité à la corrosion, le potentiel de corrosion de l'alliage 2050 évolue lorsque la durée de revenu à 155°C augmente ; il se décale vers des potentiels plus cathodiques, jusqu'à une valeur seuil, en accord avec l'augmentation de la densité de précipités  $T_1$  qui ont un potentiel plus cathodique que celui de la matrice. Ce décalage est en outre accentué par l'appauvrissement en cuivre de la matrice qui a aussi pour conséquence d'abaisser le potentiel de corrosion du matériau. Enfin, l'étude réalisée n'a pas mis en évidence une sensibilité à la corrosion sous contrainte de l'alliage 2050 que ce soit à l'état T34 ou à l'état T34 post traité.

Il faut noter ici que l'utilisation de techniques d'analyse locale, comme la microscopie à force atomique couplée au mode Kelvin (KFM), pourrait permettre de compléter efficacement l'étude de la transition de la corrosion intergranulaire vers la corrosion intragranulaire de l'alliage 2050 en fonction de la durée de revenu à 155°C. Des analyses KFM pourraient permettre de mettre en évidence les hétérogénéités de potentiels KFM, reliés aux potentiels de corrosion, présentes entre le joint de grains d'une part et la matrice d'autre part, ainsi que leur évolution en fonction de la durée du revenu à 155°C. Ces mesures locales pourraient aussi permettre d'expliquer le lien entre l'augmentation de la densité de précipités  $T_1$ , l'appauvrissement en cuivre de la matrice et la diminution du potentiel de corrosion du matériau. Des observations et analyses au MET complémentaires, notamment pour ce qui concerne la densité de précipités  $T_1$ , pourraient aussi compléter ces travaux. L'étude du comportement en corrosion sous contrainte de l'alliage 2050-T34, PT en fonction de la durée du revenu à 155°C pourrait aussi être intéressante.

Le procédé de soudage par FSW, par le biais des phénomènes de friction et de malaxage, va induire une forte modification de la microstructure du matériau de base et entraîner la formation de différentes zones caractéristiques du joint soudé que l'on peut

discerner en microscopie optique. Il s'agit d'une Zone affectée Thermiquement (ZAT), d'une Zone Affectée ThermoMécaniquement (ZATM) et enfin d'un noyau soudé. L'augmentation de la température dans la zone soudée, lors du soudage, est à l'origine d'une modification de la précipitation durcissante dans les différentes zones, comparativement à ce qui est observé dans l'alliage 2050-T34. De plus, le malaxage modifie quant à lui à la fois la taille et la morphologie des grains. Ainsi, les résultats obtenus en combinant plusieurs outils de microscopie permettant de travailler à des échelles très variables montrent clairement que le joint soudé FSW présente une forte hétérogénéité de microstructure tant d'un point de vue de la forme et de la taille des grains que du point de vue des états de précipitation intergranulaire et intragranulaire. Ceci a pour conséquence de générer des différences fortes de comportement tant mécanique qu'en corrosion d'une zone à une autre. Ainsi, nous avons montré, lors d'essais de traction réalisés dans le joint soudé dans la direction transverse par rapport à la direction de soudage, que la déformation n'est pas uniformément répartie dans le joint soudé. Cette hétérogénéité de comportement mécanique est liée à la précipitation durcissante et est donc fortement impactée par le traitement thermique post-soudage qui va modifier la distribution de la déformation ainsi que la position de la zone de rupture du joint soudé. Ces mesures ont été confirmées par des essais de microtraction qui ont donné des résultats similaires. De plus, de par leurs microstructures, les différentes zones présentes dans le joint soudé n'ont pas le même comportement en corrosion, celui-ci dépendant aussi de l'état métallurgique du joint soudé. Avant le traitement thermique post-soudage, le métal de base est sensible à la corrosion intergranulaire comme la ZAT et le noyau soudé. Après ce traitement thermique, la ZAT reste globalement sensible à la corrosion intergranulaire, le noyau soudé montre des défauts de corrosion intergranulaire mais aussi intragranulaire et le métal de base est sensible à la corrosion intragranulaire. De plus, la localisation de la zone qui se corrode préférentiellement dans le joint soudé évolue avec le traitement thermique post soudage. A l'issue du soudage, la ZAT correspond à la zone la plus corrodée alors qu'après le traitement thermique post-soudage, c'est le métal de base qui est le plus endommagé. L'existence de phénomènes de couplage galvanique entre les différentes zones du joint soudé a été fortement soupçonné. Des essais de couplage galvanique ont été réalisés ; ils ont permis de confirmer cette hypothèse, de quantifier l'importance de ces phénomènes et de montrer que l'anode sacrificielle du joint soudé correspond à la ZAT avant le traitement thermique post-soudage et au métal de base après ce même traitement. Ainsi, ces essais ont permis d'expliquer le comportement en corrosion du joint soudé suivant son état métallurgique. Lors

des essais de corrosion sous contrainte, l'application d'une contrainte mécanique externe ne va modifier ni la morphologie de la corrosion, ni le potentiel de corrosion des zones constitutives du joint soudé et donc les phénomènes de couplage galvanique ne sont pas modifiés.

Un embryon de solution a été proposé pour diminuer l'effet du couplage galvanique entre les différentes zones à la fin du chapitre IV ; cette piste mérite d'être étudiée plus encore à la vue des premiers résultats obtenus. Des matériaux modèles ont été également synthétisés et étudiés dans le cadre de ce travail ; les résultats obtenus ont montré que l'on pouvait modéliser ainsi la ZAT présente dans le joint soudé. Il serait donc pertinent d'étudier des couples modèles réalisés à partir de ces matériaux pour mieux appréhender les phénomènes de couplage galvanique.

Le manuscrit s'achève, dans le cadre du chapitre V, avec une étude approfondie du comportement en corrosion du noyau soudé. De manière générale, comme cela a été dit précédemment, la sensibilité à la corrosion du noyau soudé dépend de son état métallurgique. Il est sensible à la corrosion intergranulaire sans post-traitement thermique et devient sensible à la fois à la corrosion intergranulaire et à la corrosion intragranulaire après le traitement thermique post-soudage. La présence de précipités riches en cuivre au niveau des joints de grains dans le noyau soudé avant et après traitement thermique post soudage suffit à expliquer la corrosion intergranulaire. De plus, lorsque le noyau soudé est soumis à un traitement thermique post soudage, de nombreux précipités intragranulaires  $T_1$  se forment en même temps que la matrice s'appauvrit en cuivre ce qui sensibilise le noyau soudé à la corrosion intragranulaire. Par ailleurs, quel que soit son état métallurgique, le noyau soudé présente un comportement en corrosion fortement hétérogène, et cela à différentes échelles d'observation. Ainsi, quel que soit son état métallurgique, le noyau soudé présente des comportements électrochimiques différents entre sa partie haute et sa partie basse. Cette différence s'explique d'une part par la variation de la taille de grains entre le haut et le bas du noyau soudé et d'autre part par la présence d'un gradient de densité de précipitation des phases  $T_1$  entre parties haute et basse du noyau. Par ailleurs, nous avons montré qu'après le traitement thermique post soudage, les défauts de corrosion se localisaient dans des bandes parallèles les unes aux autres, et correspondant à certaines orientations des grains. Grâce à des mesures de potentiel Volta à l'aide d'un microscope à force atomique couplé au mode Kelvin, des différences de potentiel électrochimique ont pu être mises en évidence entre bandes corrodées et bandes saines, expliquant ainsi la localisation de l'endommagement par un phénomène de

couplage galvanique entre les deux types de bandes. L'origine de ces différences de comportement électrochimique a été étudiée de manière précise ; les résultats obtenus ont permis de montrer que la texture et la composition chimique n'étaient pas les éléments microstructuraux les plus critiques. L'existence d'états de précipitation différents entre bandes corrodées et bandes saines a été mise en évidence grâce à des observations au MET ; l'état de précipitation a été considéré comme l'élément microstructural critique ici.

Ainsi, bien que de nombreux éléments de réponse aient été proposés pour expliquer le comportement en corrosion hétérogène du noyau soudé, des études complémentaires sont nécessaires. Il a été montré que la précipitation jouait un rôle majeur quant à la localisation de l'endommagement ; il serait donc intéressant d'étudier plus précisément les origines de cette différence de précipitation. En effet, la nature des précipités présents dans le noyau soudé, et de manière plus précise dans chacun des deux types de bandes (corrodées et saines), est fortement liée à la déformation et donc à la texture. Il s'agirait donc d'étudier plus précisément le couplage déformation lors du soudage/précipitation/comportement en corrosion. En outre, bien que cette localisation de l'endommagement en corrosion soit un phénomène intéressant à étudier, il serait bon d'évaluer son impact sur une structure FSW et de préciser si son occurrence est nocive ou non.

Pour conclure, cette étude montre que l'alliage 2050, bien que sensible à certaines formes de corrosion, semble bien plus performant que les alliages d'aluminium traditionnellement utilisés en aéronautique. Sa sensibilité à la corrosion sous contrainte notamment est très faible. Les structures FSW, après traitement thermique post soudage, ont également un très bon comportement en corrosion et en corrosion sous contrainte. Les joints soudés FSW de l'alliage d'aluminium-lithium 2050 apparaissent donc comme une solution très prometteuse pour remplacer les structures rivetées utilisées avec les alliages 7XXX ou 2XXX classiquement utilisés.



## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] C. Meriç: Physical and mechanical properties of cast under vacuum aluminum alloy 2024 containing lithium additions. *Materials Research Bulletin*, 35, 1479-1494, 2000.
- [18] R.J. Rioja et J. Liu: The evolution of Al-Li base products for aerospace and space applications. *Metallurgical and materials transactions A*, DOI: 10.1007/s11661-012-1155-z, 2012.
- [3] A. Kostrivas et J. C. Lippold: Weldability of Li-bearing aluminium alloys. *International materials reviews*, 44, 217-237, 1999.
- [4] B. Noble et G. E. Thompson: Precipitation Characteristics of Aluminium-Lithium Alloys, *Metal Science Journal*, 5, 114-120, 1971.
- [5] A. K. Vasudevan et R. D. Doherty: Grain boundary ductile fracture in precipitation hardened aluminum alloys. *Acta metallurgica*, 35, 1193-1219, 1987.
- [6] B. Dubost et P. Sainfort: Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium. *Les Techniques de l'Ingénieur*, M240, Editions T.I., 1991.
- [7] H. K. Hardy et J. M. Silcock: The phase sections at 500°C and 350°C of aluminium rich aluminium-copper-lithium alloys. *Journal of the Institute of Metals*, 84, 423-428, 1955-1956.
- [8] W.A. Cassada, G.J. Shiflet et E.A. Starke: Mechanism of Al<sub>2</sub>CuLi (T<sub>1</sub>) nucleation and growth. *Metallurgical transactions A*, 22A, 287-297, 1991.
- [9] B.P. Huang et Z.Q. Zheng: Effects of Li content on precipitation in Al-Cu-(Li)-Mg-Ag-Zr. *Scripta Materialia*, 38, 357-362, 1998.
- [10] J.M Silcock,: The structural ageing characteristics of aluminum-copper-lithium alloys. *Journal of Institute of Metals*, 88, 357-364, 1959.
- [11] G. Itoh, Q. Cui et M. Kanno: Effects of a small addition of magnesium and silver on the precipitation of T1 phase in an Al - 4% Cu - 1.1% Li - 0.2% Zr alloy. *Materials Science and Engineering*, A211, 128-137, 1996.
- [12] A. K. Mukhopadhyay et V. V. Rama Rao: Characterization of S (Al<sub>2</sub>CuMg) phase particles present in as-cast and annealed Al-Cu-Mg(-Li)-Ag alloys. *Materials Science and Engineering*, A268, 8-14, 1999.
- [13] H. Flower et P. Gregson: Solid state phase transformations in aluminum alloys containing lithium. *Materials Science Technology*, 3, 81-90, 1987.



- [14] A.K. Vasudevan, E. A. Ludwiczak et S. F. Baumann: Fracture behavior in Al-Li alloys: role of grain boundary [ $\delta$ ]. *Materials Science and Engineering*, 72, 25-30, 1985.
- [15] Z. Chen, Z. Zheng, H. Yi: Effects of Trace Silver and Magnesium on the Microstructure and Mechanical Properties of Al-Cu-Li Alloys. *Journal of Wuhan University of Technology*, 20, 9-12, 2005.
- [16] B. P. Huang et Z. Q. Zheng: Independent and combined roles of trace Mg and Ag additions in properties precipitation process and precipitation kinetics of Al-Cu-Li-(Mg)-(Ag)-Zr-Ti alloys. *Acta Materialia*, 46, 4381-4393, 1998.
- [17] C. Giummarra, B. Thomas et R. J. Rioja1, New Aluminum Lithium Alloys For Aerospace applications. *Proceedings of the Light Metals Technology Conference*, 2007.
- [18] E. Bousquet: *Durabilité des assemblages soudés par friction stir welding*. Thèse de Doctorat. Université de Bordeaux, 2011.
- [19] F. Viejo, A.E. Coy, F.J. Garcia-Garcia, Z. Liu, P. Skeldon et G. E. Thompson : Relationship between microstructure and corrosion performance of AA2050-T8 aluminium alloy after excimer laser surface melting. *Corrosion Science*, 52, 2179-2187, 2010.
- [20] M. Stucky: Traitements thermiques des alliages d'aluminium - Matériels et recommandations. *les Techniques de l'Ingénieur*, M 290v2.
- [21] W. A. Cassada, G. J. Shiflet et E. A. Starke Jr : The effect of plastic deformation on Al<sub>2</sub>CuLi (T1) precipitation. *Metallurgical Transactions A*, 22A, 299-306, 1991.
- [22] B.M. Gable, A.W. Zhu, A.A. Csontos et E.A. Starke Jr: The role of plastic deformation on the competitive microstructural evolution and mechanical properties of a novel Al-Li-Cu-X alloy. *Journal of Light Metals*, 1, 1-14, 2001.
- [23] B. Decreus: *Etude de la précipitation dans les alliages Al-Li-Cu de troisième génération – Relations entre microstructures et propriétés mécaniques*. Thèse de doctorat, Université de Grenoble, 2010.
- [24] K. S. Kumar, S. A. Brown et J. R. Pickens: Microstructural evolution during aging of an Al-Cu-Li-Ag-Mg-Zr alloy. *Acta Materialia*, 44, 1899-1915, 1996.
- [25] P.S Chen et B.N. Bhat: Time-Temperature-Precipitation Behavior in Al-Li Alloy 2195. NASA technical report, 2002.
- [26] J. Fragomeni, R. Wheeler et K.V. Jata: Effect of Single and Duplex Aging on Precipitation Response, Microstructure, and Fatigue Crack Behavior in Al-Li-Cu Alloy AF/C-458. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 14, 18-27, 2005.

- [27] B. Noble, S. J. Harris et K. Dinsdale: The elastic modulus of aluminium-lithium alloys. *Journal of materials science*, 17, 461-468, 1982.
- [28] S.J. Yang, S. L. Dai, B. Su et M. G. Yan: Influence of alloying elements on the mechanical properties of Al-Li plates. *Transactions of non ferrous metals society of China*, 14, 321-324, 2004.
- [29] Q. Liu, C. Z. Chen et J. Z. Cui: Effect of copper content on mechanical properties and fracture behaviors of Al-Li-Cu alloy. *Metallurgical and materials transactions A*, 36A, 1389-1394, 2005.
- [30] J. M. Kim, K. D. Seon, J. H. Jun, K. Shin, K. T. Kim et W. J. Jung: Microstructural characteristics and mechanical properties of Al - 2.5 wt% Li - 1.2 wt% Cu - xMg alloys. *Journal of alloys and Compounds*, 434-435, 324-326, 2007.
- [31] T. Warner: Recently-developed aluminium solutions for aerospace applications. *Materials Science Forum*, 519-521, 271-278, 2006.
- [32] H. Li, Y. Tang, Z. Zeng, Z. Zheng et F. Zheng: Effect of ageing time on strength and microstructures of an Al-Cu-Li-Zn-Mg-Mn-Zr alloy. *Materials Science and Engineering A* 498, 314-320, 2008.
- [33] M. L. Bairwa et P. P. Date: Effect of heat treatment on the tensile properties of Al-Li alloys. *Journal of Materials Processing Technology*, 153-154, 603-607, 2004.
- [34] Z. Ziquia et H. Biping: Effect of heat treatments on tensile properties and microstructure of 2195 alloy. *Journal of central south university of technology*, 5, 14-17, 1998.
- [35] N. Jiang, J. F. Li et Z. Q. Zheng: Effect of aging on mechanical properties and localized corrosion behaviors of Al-Cu-Li alloy. *Transactions of non ferrous metals society of China*, 15, 23-29, 2005
- [36] Q. Contrepois : Texture et anisotropie du comportement mécanique après laminage a chaud d'un alliage léger aluminium cuivre lithium pour l'aéronautique. *Thèse de doctorat*, Mines de Saint Etienne, 2010.
- [37] K. V. Jata, S. Panchanadeeswaran et A. K. Vasudevan : Evolution of texture, microstructure and mechanical property anisotropy in an al-Li-Cu. *Materials Science and Engineering*, A257, 37-46, 1998.
- [38] G. Pouget et A.P. Reynolds: Residual stress and microstructure effects on fatigue crack growth in AA2050 friction stir welds. *International Journal of Fatigue*, 30, 463-472, 2008.

- [39] Ph. Lequeu, K.P. Smith et A. Daniélou: Aluminum-Copper-Lithium Alloy 2050 Developed for Medium to Thick Plate. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 19, 841-847, 2009.
- [40] ASM, *Metals handbook. Vol. 13 - Corrosion*. Vol. 13, ASM International, 1987.
- [41] P. Niskanen, T. H. Sanders, J. G. Rinker et M. Marek: Corrosion of aluminium alloys containing lithium. *Corrosion science*, 22, 283-304, 1982.
- [42] N. Birbilis et R.G. Buchheit: Electrochemical Characteristics of intermetallic phases in aluminum alloys. *Journal of the Electrochemical Society*, 152, B140-B151, 2005.
- [43] M. Reboul et R. Develay : Corrosion des alliages d'aluminium. *Les Techniques de l'Ingénieur*, COR325. Editions T.I., 2005.
- [44] R. Scully, T. O. Knight, R. G. Buchheit et D. E. Peebles : Electrochemical characteristics of  $Al_2Cu$  ,  $Al_3Ta$  and intermetallics phases and their relevancy to the localized corrosion of Al. *Corrosion Science*, 35, 185-195, 1993.
- [45] D. Landolt : Corrosion et chimie de surface des métaux. *Traité des Matériaux, ed. D. Landolt.*: Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, 1993.
- [46] V. Guillaumin, G. Mankowski: Localized corrosion of 2024-T3 aluminium alloy in chloride media. *Corrosion Science*, 30, 421-438, 1999.
- [47] C. Augustin, E. Andrieu, C. Blanc, G. Mankowski, J. Delfosse: Intergranular Corrosion of 2024 Alloy in Chloride solutions. *Journal of The Electrochemical Society*, 154, 637-644, 2007.
- [48] J.F. Li, C.X. Li, Z.W. Peng, W.J. Chen et Z.Q. Zheng: Corrosion mechanism associated with T1 and T2 precipitates of Al-Cu-Li alloys in NaCl solution. *Journal of Alloys and Compounds*, 460, 688-693, 2008.
- [49] J. F. Li, Z. Q. Zheng, N. Jiang et S. C. Li: Study on localized corrosion mechanism of 2195 Al-Li alloy in 4.0% NaCl solution (pH 6.5) using a three-electrode coupling system, *Materials and Corrosion*, 56, 192-196, 2005.
- [50] J.E Kertz, P.I Gouma et R.G. Bucheit: Localized Corrosion Susceptibility of Al-Li-Cu-Mg-Zn Alloy AF/C458 due to Interrupted Quenching from Solutionizing Temperatures. *Metallurgical and Material Transactions A*, 33, 2561-2573, 2001.
- [51] H. Y. Li, Y. Tang, Z. D. Zeng et F. Zheng: Exfoliation corrosion of T6- and T8-aged  $AlxCu_yLi_z$  alloy. *Transaction of Non Ferrous Materials Society of China*, 18, 778-783, 2008.
- [52] J. P. Moran, F. S. Bovard, J. D. Chrzan, R. J. Rioja et E. L. Colvin : Improvements in corrosion resistance offered by newer generation 2x99 aluminium-lithium alloy for aerospace

applications. *Proceeding of the 12<sup>th</sup> International Conference on Aluminium alloys*, September 5-9, Yokohama, Japon, 2010.

[53] C. Augustin: *Prévision des cinétiques de propagation des défauts de corrosion affectant les structures en alliage d'aluminium 2024*. Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse, 2008.

[54] B. Davo, A. Conde, J. De Damborene: Stress corrosion cracking of B13, a new high strength aluminium lithium alloy. *Corrosion Science*, 48, 4113-4126, 2006.

[55] B. J. Connolly et J. R. Scully, Corrosion cracking susceptibility in Al-Li-Cu alloys 2090 and 2096 as a function of isothermal aging time. *Scripta Materialia*, 42, 1039-1045, 2000.

[56] J-F. Li, W -J. Chen, X -S. Zhao, W -D. Ren et Z- G. Zheng: Corrosion behavior of 2195 and 1420 Al-Li alloys in neutral 3.5% NaCl solution under tensile stress. *Transaction of Non Ferrous Materials Society of China*, 16, 1171-1177, 2006.

[57] C.S. Lee, Y. Choi ety I. G. Park : Stress corrosion cracking behavior of al-Cu-Li-Mg-Zr-(Ag). *Metal and materials international*, 8, 191-196, 2002.

[58] W. M. Thomas, E. D. Nicholas, J. C. Needham, M. G. Murch, P . Templesmith et C. J. Dawes, Friction Stir Butt Welding. *U.S. Patent No. 5 460317*. 1991.

[59] R.S. Mishra et Z.Y. Ma : Friction stir welding and processing. *Materials Science and Engineering R*, 50, 1–78, 2005

[60] W. M. Thomas, K. I. Johnson, and C. S. Wiesner. Friction stir welding-recent developments in tool and process technologies. *Advanced Engineering Materials*, 5, 485–490, 2003.

[61] S. Zimmer: *Contribution à l'industrialisation du soudage par friction malaxage*. Thèse de doctorat. Ecole Nationale des Arts et Métiers, 2009.

[62] G. Buffa, J. Hua, R. Shivpuri et L. Fratini : Design of the friction stir welding tool using the continuum based FEM model. *Materials Science and Engineering A*, 419, 381–388, 2006.

[63] Y. Chen, H. Liu et J. Feng: Friction stir welding characteristics of different heat-treated-state 2219 aluminum alloy plates. *Materials Science and engineering A*, 420, 21–25, 2006.

[64] T. U. Seidel et A.P. Reynolds, Visualization of the material flow in AA2195 friction stir welds using a marker technique, *Metallurgical and materials transactions A*, 32, 2879-2884, 2001.

[65] M. Guerra, C. Schmidt, J.C. McClure, L.E. Murr, A.C. Nunes, Flow patterns during friction stir welding, *Materials Characterization*, 49, 95– 101, 2003.

- [66] J.A. Schneider et A.C. Nunes Jr.: Characterization of Plastic Flow and Resulting Microtextures in a Friction Stir Weld, *Metallurgical and materials transactions B*, 35, 777-783, 2004.
- [67] M. Jariyaboon, A.J. Davenport, R. Ambat, B.J. Connolly, S.W. Williams, D.A. Price: The effect of welding parameters on the corrosion behaviour of friction stir welded AA2024–T351. *Corrosion Science*, 49, 877–909, 2007.
- [68] Y. M. Hwang, Z. W. Kang, Y. C. Chiou, H. H. Hsu: Experimental study on temperature distributions within the workpiece during friction stir welding of aluminum alloys. *International Journal of Machine Tools & Manufacture*, 48, 778–787, 2008.
- [69] M.W. Mahoney, C.G. Rhodes, J.G. Flintoff, R.A. Spurling et W.H. Bingel: Properties of friction-stir-welded 7075 T651 aluminum. *Metallurgical and materials transactions A*, 29, 1965-1964, 1998.
- [70] P. Heurtier, M.J. Jones, C. Desrayaud, J.H. Driver, F. Montheillet et D. Allehaux: Mechanical and thermal modelling of Friction Stir Welding. *Journal of Materials Processing Technology*, 171, 348–357, 2006.
- [71] H.B. Schmidt, J.H. Hattel: Thermal modeling of friction stir welding. *Scripta Materialia*, 58, 332–337, 2008.
- [72] W. Tang, X. Guo, J.C. McClure, L.E. Murr: Heat Input and Temperature Distribution in Friction Stir Welding. *Journal of Materials Processing and Manufacturing Science*, 37, 163-172, 1998.
- [73] R.W. Fonda, J.F. Bingert: Microstructural Evolution in the Heat-Affected Zone of a Friction Stir Weld. *Metallurgical and materials transactions A*, 35, 1487-1499-2004.
- [74] S. Wei, C. Hao et J. Chen : Study of friction stir welding of 01420 aluminum-lithium alloy. *Materials Science and engineering*, 452-453, 170-177, 2007.
- [75] J. Adamowski, C. Gambaro, E. Lertora, M. Ponte et M. Szkodo: Analysis of FSW welds made of aluminium alloy AW6082-T6. *Materials Science and engineering*, 28, 453-460, 2007.
- [76] A.K. Shukla, W.A. Baeslack: Study of microstructural evolution in friction-stir welded thin-sheet Al–Cu–Li alloy using transmission-electron microscopy. *Scripta Materialia*, 56, 513-516, 2007.
- [77] K.V. Jata, S.L. Semiatin: Continuous dynamic recrystallization during friction stir welding of high strength aluminum alloys. *Scripta Materialia*, 43, 743-749, 2000.

- [78] K. Masaki, Y.S. Sato, M. Maedab et H. Kokawaa: Experimental simulation of recrystallized microstructure in friction stir welded Al alloy using a plane-strain compression test, *Scripta Materialia*, 58, 355–360, 2008.
- [79] R.W. Fonda, K.E. Knipling et J. F. Bingert: Microstructural evolution ahead of the tool in aluminum friction stir welds, *Scripta Materialia*, 58, 343–348, 2007.
- [80] P.B. Prangnell, C.P. Heason: Grain structure formation during friction stir welding observed by the ‘stop action technique’. *Acta Materialia*, 53, 3179–3192, 2005.
- [81] Y. Li, L.E. Murr et J.C. McClure: Flow visualization and residual microstructures associated with the friction-stir welding of 2024 aluminum to 6061 aluminum. *Materials Science and Engineering A*, 271, 213–223, 1999.
- [82] Y.J. Kwon, N. Saito, I. Shigematsu: Friction stir process as a new manufacturing technique of ultrafine grained aluminum alloy. *Journal of Materials Science Letters*, 21, 1473–1476, 2002.
- [83] M.A. Sutton, B. Yang, A.P. Reynolds, R. Taylor: Microstructural studies of friction stir welds in 2024-T3 aluminum. *Materials Science and Engineering A*, 323, 160–166, 2002.
- [84] P.S. Pao, E. Lee, C.R. Feng, H.N. Jones, D.W. Moon, in: K.V. Jata, M.W. Mahoney, R.S. Mishra, S.L. Semiatin, T.Lienert (Eds.), *Friction Stir Welding and Processing II*, TMS, Warrendale, PA, USA, ,113, 2003
- [85] G. Oertelt, S.S. Babu, S.A. David et E.A. Kenik: Effect of Thermal Cycling on Friction Stir Welds of 2195 Aluminum Alloy. *Welding research supplement*, 80, 71s–79s, 2001.
- [86] J. A. Schneider, A. C. Nunes Jr., P. S. Chen et G. Steele: TEM study of the FSW nugget in AA2195-T81. *Journal of Materials Science*, 40, 4341–4345, 2005.
- [87] K.N. Krishnan: On the formation of onion rings in friction stir welds. *Materials Science and Engineering A*, 327, 246–251, 2002.
- [88] G.R. Cui, Z.Y. Ma et S.X. L: Periodical plastic flow pattern in friction stir processed Al–Mg alloy. *Scripta Materialia*, 58, 1082–1085, 2008.
- [89] K. Kumar et S. V. Kailas: The role of friction stir welding tool on material flow and weld formation. *Materials Science and Engineering A*, 485, 367–374, 2008.
- [90] Z.W. Chen et S. Cui: On the forming mechanism of banded structures in aluminum alloy friction stir welds. *Scripta Materialia*, 58, 417–420, 2008.
- [91] R.W. Fonda et J.F. Bingert: Precipitation and Grain Refinement in a 2195 Al Friction Stir Weld. *Metallurgical and materials Transactions A*, 37, 3593–3604, 2006.

- [92] Y. S. Sato, H. Kokawa, M. Enomoto et S. Jogan: Microstructural Evolution of 6063 Aluminum during Friction-Stir Welding. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 30, 2429-2437, 1999.
- [93] Y.S. Sato, S.H.C. Park et H. Kokawa: Distribution of tensile property and microstructure in friction stir weld of 6063 aluminum. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 32, 3023-3031, 2001.
- [94] L.E. Svesson, L. Karlsson, H. Larsson, B. Karlsson, M. Fazzini, Karlsson: Microstructure and mechanical properties of friction stir welded aluminium alloys with special reference to AA 5083 and AA 6082. *Science and Technology of Welding and Joining*, 5, 285-296, 2000.
- [95] G. Pouget, A.P. Reynolds: Residual stress and microstructure effects on fatigue crack growth in AA2050 friction stir welds. *International Journal of Fatigue*, 30, 463-472, 2008.
- [96] H.J. Liu, H. Fujii, M. Maeda, K. Nogi: Tensile properties and fracture locations of friction-stir-welded joints of 2017-T351 aluminum alloy. *Journal of Materials Processing Technology*, 142, 692–696, 2003.
- [97] H. J. Liu, Y. C. Chen et J. C. Feng : Effect of heat treatment on tensile properties of friction stir welded joints of 2219-T6 aluminium alloy. *Materials Science and Technology*, 22, 237-241, 2006.
- [98] M. Peel, A. Steuwer, M. Preuss, P.J. Withers: Microstructure, mechanical properties and residual stresses as a function of welding speed in aluminium AA5083 friction stir welds. *Acta Materialia*, 5, 4791–4801, 2003.
- [99] C. Genevois : Genèse des microstructures lors du soudage par friction malaxage d'alliages d'aluminium de la série 2000 & 5000 et comportement mécanique résultant. *Thèse de doctorat*. Université de Grenoble, 2004.
- [100] M. A. Sutton, B. Yang, A. P. Reynolds, J. Yan: Banded microstructure in 2024-T351 and 2524-T351 aluminum friction stir welds Part II. Mechanical characterization. *Materials Science and Engineering*, A364, 66–74, 2004.
- [1001] O. Hatamleh, P. M. Singh, H. Garmestani: Stress Corrosion Cracking Behavior of Peened Friction Stir Welded 2195 Aluminum Alloy Joints. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 18, 406-413, 2009.
- [102] W. Xu, J. Liu et H. Zhu: Analysis of residual stresses in thick aluminum friction stir welded butt joints *Materials and Design*, 32, 2000–2005, 2011.

- [103] J.B. Lumsden, M.W. Mahoney, G. Pollock, C.G. Rhodes: Intergranular Corrosion Following Friction Stir Welding of Aluminum Alloy 7075-T651. *Corrosion*, 55, 1127 - 1136, 1999.
- [104] D.A. Wadson, X. Zhou, G.E. Thompson, P. Skeldon, L. Djapic Oosterkamp, G. Scamans: Corrosion behaviour of friction stir welded AA7108 T79 aluminium alloy. *Corrosion Science*, 48, 887–897, 2006.
- [105] C.S. Paglia, R. G. Buchheit: Microstructure, microchemistry and environmental cracking susceptibility of friction stir welded 2219-T87. *Materials Science and Engineering A*, 429, 107-114, 2006.
- [106] P. B. Srinivasan, K. S. Arora, W. Dietze, S. Pandey, M. K. Schaper : Characterisation of microstructure, mechanical properties and corrosion behaviour of an AA2219 friction stir weldment. *Journal of Alloys and Compounds* , 492, 631-637, 2010.
- [107] J. Corral, E. A. Trillo, Y. Li et L. E. Murr: Corrosion of friction-stir welded aluminum alloys 2024 and 2195. *Journal of Materials Science Letters*, 19, 2117 – 2122, 2000.
- [108] M. D. Danford, R. J. Ding: A Study of Friction Stir Welded 2195A1-Li Alloy by the Scanning Reference Electrode Technique. NASA Technical report, 207399, 1998.
- [109] D. P. Field, T. W. Nelson, Y. Hovanski, D. F. Bahr: Texture effects on corrosion behavior of friction stir welded 7075 aluminum. *Friction Stir Welding and Processing*, 83–91, 2001.
- [110] Rockwell Scientific CO Thousand Oaks CA, Final Report 2002-2004: Corrective Measures to Restore Corrosion Resistance Following Friction Stir Welding, Office on Naval Research, access number : ADA432085
- [111] W. Hu et E. Meletis: Corrosion and environment assisted cracking behaviour of friction stir welded Al 2195 and Al 2219 alloys. *Materials Science Forum*, 331-337, 1683-1688, 2000.
- [112] B. N. Padgett, C. Paglia et R. G. Buchheit: Characterization of Corrosion Behavior in Friction Stir Weld Al-Li-Cu AF/C458 Alloy, The Minerals, Metals & Materials Society, 2003.
- [113] E.I. Meletis, P. Gupta, F. Nave, in: K.V. Jata, M.W. Mahoney, R.S. Mishra, S.L. Semiatin, T. Lienert (Eds.), *Friction Stir Welding and Processing II*, TMS, Warrendale, PA, USA, p. 107., 2003.
- [114] J. Courbon et J.-N. Theillout : Résistance des matériaux (Formulaire). *Dans Les Techniques de l'Ingénieur*, volume C 2 060. Editions T.I., 1987



- [115] C. Lahanier, P. Parnère et G. Maeder : Caractérisation de solides cristallisés par diffraction des rayons X. Dans les techniques de l'ingénieur, volume p1080. Editions T. I.
- [116] P. Schmutz et G. S. Franckel : Characterization of AA2024-T3 by Scanning Kelvin Probe Force Microscopy. *Journal of the Electrochemical Society*, 145(7), 2285, 1998.
- [117] G. Binnig, C. F. Quate et c. Gerber. *Physical review letters*. 56, 930, 1986
- [118] L. Lacroix : *Mécanismes de corrosion localisée de l'alliage 2024. Apport de la microscopie à force atomique (AFM) couplée au mode Kelvin (KFM) et des alliages modèles*. Thèse de doctorat. Université de Toulouse, 2008.
- [119] C. Larignon : *Mécanismes d'endommagement par corrosion et vieillissement microstructural d'éléments de structure d'aéronefs en alliage d'aluminium 2024-T351*. Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse, 2011.
- [120] H. Okamoto: Al-Zr (Aluminum-Zirconium). *Journal of Phase Equilibria*, 23, 455-456, 2002.
- [121] F. De Geuser, B. Malard and A. Deschamps : SAXS mapping of the microstructure in a friction-stir welded Al-Li-Cu alloy, In /*Thermec*/, 2011.
- [122] H.S. Isaacs, G. Adzic et C.S. Jeffcoate: Visualizing Corrosion, *Corrosion*, 56, 971-978, 2000.
- [123] B. Guérin : *Soudage d'alliages d'aluminium par la technologie Friction Stir Welding Bobbin Tool*. Thèse de doctorat. Ecole des mines de Saint-Etienne, 2010.
- [124] B. W. Davis : the influence of the crystal orientation on the corrosion behavior of aluminum, USNA Trident Scholar project report n°245, US NAVAL Academy, Anapolis,USA, 1997.
- [125] A. Di Schino et J. M. Kenny: Effects of the grain size on the corrosion behavior of refined AISI 304 austenitic stainless steels. *Journal of materials science letters*, 21, 1631-1634, 2001.
- [126] K.D. Ralston, D. Fabijanica et N. Birbilis: Effect of grain size on corrosion of high purity aluminium. *Electrochimica Acta*, 56, 1729-1736, 2011.
- [127] E.A. Ludwiczak et R. J. Rioja: Tb Precipitates in an Al-Cu-Li Alloy. *Scripta Metallurgica et Materialia*, 25, 1415-1419, 1991.





## TABLE DES FIGURES

### Chapitre I

Figure I-1 : Ensemble des précipités observés par Hardy <i>et al.</i> dans différents alliages Al-Li-Cu pouvant être lus sur la coupe à 350°C du diagramme ternaire [7].	21
Figure I-2 : Schématisation de la précipitation présente dans un alliage 2199 [16].	23
Figure I-3 : Evolution de la limite d'élasticité et de la fraction volumique des précipités $T_1$ , $\theta''/\theta'$ et $\delta'$ en fonction du taux de déformation plastique appliqué avant un maintien à 150°C durant 24 heures d'un alliage Al-2,7% Cu - 1,8% Li - 0,6% Zn - 0,3 Mg - 0,08% Zr [22].	26
Figure I-4 : Evolution du signal diffusé. Les évolutions de la température et de l'intensité intégrée $Q_0$ , correspondant ici à l'évolution de la fraction volumique totale de précipités présents dans la matrice, sont également données. Les résultats présentés ici ne correspondent qu'à une seule zone de mesure. Le temps total de mesure est rappelé sur chaque cliché de diffusion [23].	26
Figure I-5 : Evolution de la dureté au cours d'un revenu pour un alliage Al - 5,4% Cu - 1,64% Li en fonction de la durée du revenu et de l'écroutissage [24].	27
Figure I-6 : Diagramme Transformation-Temps-Température d'un alliage 2195 (Al - 4% Cu - 1% Li) : (a) dans la matrice et (b) au niveau des sous joints de grains [25].	28
Figure I-7 : Evolution (a) de la fraction volumique et (b) de la taille et de l'épaisseur des précipités $T_1$ et du rayon des précipités $\delta'$ au cours d'un maintien de l'alliage AF/C-458 (Al 2,8 %Cu 1,8% Li) à 150°C durant 24 h puis 316 h à 190°C.	29
Figure I-8 : Evolution du module de Young de l'alliage 2024 en fonction de la quantité de lithium ajoutée [1].	29
Figure I-9 : Evolution des propriétés mécaniques de l'alliage Al - 2,5% Li - 0,17 % Zr en fonction de la quantité de cuivre ajoutée. Code 0 = 0% de Cu ; 1=1,00 % de Cu ; 2=2,03 % de Cu ; 3=2,88 % de Cu ; 4=3,89 % de Cu ; 5=5,03 % de Cu et 6= 6,00 % de Cu [29].	31
Figure I-10 : Influence de l'ajout de cuivre et de lithium sur les propriétés mécaniques des alliages Al-Cu-Li [31].	31
Figure I-11 : Evolution de la limite d'élasticité d'un alliage Al - 3,7% Cu - 1,5% Li en fonction de la durée du temps de maintien à 165°C [32] après une mise en solution.	32
Figure I-12 : Influence de la déformation plastique initiale sur l'évolution de la limite d'élasticité d'un alliage Al - 2,7% Cu - 1,8% Li lors d'un traitement thermique à 150°C [22].	33
Figure I-13 : Evolution de la limite d'élasticité et de l'allongement à rupture selon la durée et la température du traitement thermique de l'alliage 1441 (Al 1,8% Li 1,8% Cu) [33].	33
Figure I-14 : Evolution de la limite d'élasticité et de l'allongement à rupture en fonction de la direction de sollicitation par rapport au sens de laminage (en degrés) - (1) Mise en solution à 550 °C puis maintien à - 17 °C pendant 24 heures (2). Mise en solution à 550 °C puis maintien à - 17 °C pendant 8 heures (3) Mise en solution à 535 °C puis maintien à température ambiante durant 1 heure [33].	34
Figure I-15 : Diagramme de Pourbaix E-pH de l'aluminium dans l'eau chimiquement pure à 25°C [43].	36
Figure I-16 : Effet de l'ajout d'éléments d'alliage sur le potentiel de corrosion de l'aluminium dans une solution à 53 g.L <sup>-1</sup> de NaCl et 3 g.L <sup>-1</sup> H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> . [40].	36
Figure I-17 : Schématisation du phénomène de corrosion par piqûres dans les alliages d'aluminium [43].	38

Figure I-18 : Schématisation des deux types de corrosion intergranulaire pouvant affecter un alliage d'aluminium [45].	39
Figure I-19 : Couplage galvanique (a) entre la matrice $\alpha$ -Al et les précipités $T_1$ et (b) entre la matrice $\alpha$ -Al et les précipités $T_2$ [48].	41
Figure I-20 : Courbes de polarisation potentiocinétique de la matrice $\alpha$ -Al, des phases $T_1$ et $\theta'$ dans une solution à 4% de NaCl [49].	41
Figure I-21 : Modes d'endommagement en corrosion d'un alliage Al - 2,7% Cu - 1,8% Li en fonction des traitements thermiques [50].	43
Figure I-22 : Comparaison du comportement en corrosion exfoliante de l'alliage 2199 lors de différents essais de corrosion accélérée, en fonction du temps de revenu, du T3 au T8 [52].	44
Figure I-23 : Pourcentage d'échantillons (a) de l'alliage 2096 et (b) de l'alliage 2090 ayant rompu avant les 60 jours d'essai [55].	46
Figure I-24 : Synthèse de la sensibilité à la corrosion sous contrainte de l'alliage 2099 suivant son état métallurgique [52].	47
Figure I-25 : Rapport des allongements à rupture E (après corrosion sous contrainte) et E (à l'air) pour un alliage 2195 suivant la durée du revenu à 160°C [57].	47
Figure I-26 : Présentation des différentes géométries possibles d'outils [59-60].	49
Figure I-27 : Schématisation des différentes étapes du soudage par FSW [61].	50
Figure I-28 : Différents types de malaxage rencontrés (a) Rotation pure (b) Translation uniforme (c) Vortex (d) Malestrom [66].	51
Figure I-29 : Profils thermiques obtenus lors du soudage d'un alliage 2024 en fonction de la vitesse de rotation (1 <sup>er</sup> terme) et de translation (2 <sup>ème</sup> terme) - FF = Fast Fast ; MM = Medium Medium ; SF = Slow Fast ; SS = Slow- Slow ; FS = Fast – Slow [67].	52
Figure I-30 : Cartographie de la température lors du soudage par FSW de deux tôles 7075-T651 [69].	52
Figure I-31 : Températures calculées en degré Celsius lors d'un soudage FSW [70].	53
Figure I-32 : Observations après attaque Keller d'un joint soudé FSW (a) Matériau de base (b) ZAT (c) ZATM et (d) Noyau soudé [67].	54
Figure I-33 : Désorientation géométrique des grains dans la ZATM [73].	55
Figure I-34 : Schématisation de la création des Onion Rings [89].	57
Figure I-35 : Evolution de la dureté dans une section transverse d'un cordon de soudure FSW d'un alliage 6063 - illustration de la diminution de la quantité de précipités durcissants expliquant la chute de dureté [92].	59
Figure I-36 : Evolution de la dureté et de la précipitation dans une section transverse au joint soudé FSW d'un alliage 2195-T8 [76].	60
Figure I-37 : Evolution de la dureté dans une section perpendiculaire d'un cordon soudé, obtenue pour un alliage 2050-T851 avant et après le post-traitement thermique (160°C pendant 16 heures) [95].	61
Figure I-38 : Evolution des caractéristiques mécaniques d'un joint soudé FSW d'un alliage 2017-T351 en fonction du pas de l'outil [96].	62
Figure I-39 : Influence de la vitesse de déplacement de l'outil sur la localisation de la rupture lors d'un essai de traction transverse (a) après soudage et (b) après un traitement thermique post soudage sur une soudure FSW d'un alliage 2219 [97].	63
Figure I-40 : (a) Répartition de la déformation pour un état de contrainte donné lors d'un essai de traction (b) Limite d'élasticité des différentes zones en fonction de la vitesse d'avance de l'outil dans la direction transverse d'un joint soudé FSW en alliage 5083 [98].	63
Figure I-41 : Evolution de l'allongement à rupture et de la contrainte maximale d'un joint FSW d'un alliage 2219-T6 en fonction de la vitesse d'avance de l'outil (a) après soudage et (b) après un traitement thermique post soudage [97].	65

Figure I-42 : Propriétés mécaniques locales obtenues à l'aide d'essais de microtraction (a) avant et (b) après un post-traitement thermique (10 heures à 190°C) sur une soudure FSW d'un alliage 2024-T351 [99].	66
Figure I-43 : Gradient de déformations observé lors d'un essai de traction suivant la direction L d'une éprouvette de noyau soudé d'un joint soudé FSW d'un alliage 2024 [100].	68
Figure I-44 : Répartition des contraintes résiduelles suivant la direction transverse et longitudinale d'un joint soudé FSW à partir d'un alliage 2195 [101].	69
Figure I-45: Contraintes résiduelles déterminées (a) pour différentes vitesses de rotation de l'outil et (b) pour différentes vitesses de déplacement de l'outil pour des soudures FSW sur un alliage 2219 [102].	69
Figure I-46 : Contraintes résiduelles dans un joint soudé FSW d'un alliage 2050 (a) avant et (b) après un post-traitement thermique [95].	70
Figure I-47 : Observations d'un joint soudé FSW d'un alliage 7075 après différents temps d'immersion dans une solution EXCO [103].	71
Figure I-48 : Cartographie en SRET d'un joint soudé FSW après 3h d'immersion dans une solution à 3,5 % NaCl [108].	72
Figure I-49 : Observations au MEB mettant en évidence une plus forte densité de piqûres au centre, dans le noyau soudé, que dans la périphérie [109].	73
Figure I-50 : Observations en coupe transverse des joints soudés d'un alliage 2024-T351 après une mise en contact durant 24 h avec un gel de visualisation [67].	74
Figure I-51 : Evolution du potentiel libre dans la section à mi- épaisseur le long de la soudure FSW 2050-T3/2050-T3 brute de soudage et post-traitée thermiquement T8 (électrolyte = 3,5 g/L NaCl) [17].	74
Figure I-52 : Après immersion durant 6 heures dans une solution EXCO modifiée (a) alliage 7075-T7651 soudé (b) 7075-T7651 soudé puis traité T6 (c) 7075-T7651 soudé puis traité T73 (d) 7075-T7651 soudé puis traité T76 [110].	75
Figure I-53 : Localisation des différentes zones de prélèvement dans le joint soudé FSW d'un alliage 2195 [111].	76
Figure I-54 : Synthèse des essais de traction du métal de base et du joint soudé FSW après immersion durant 1 jour, 10 jours et 90 jours dans une solution NaCl à 3,5 % [113].	78
Tableau I-1 : Synthèse des différentes compositions chimiques suivant les différentes générations d'alliages d'aluminium-lithium [2].	18
Tableau I-2 : Phases durcissantes potentiellement observables dans un alliage Al-Cu-Li-Mg-Ag-Zr [6].	24
Tableau I-3 : Synthèse des précipités grossiers présents dans les alliages Al-Cu-Li-Mg-Mn-Fe-Zr.	24
Tableau I-4 : Synthèse des différents traitements thermomécaniques mis en œuvre pour les alliages d'aluminium [20].	25
Tableau I-5 : Propriétés mécaniques de l'alliage 2050 en fonction des traitements thermomécaniques.	34
Tableau I-6 : Synthèse de l'évolution du potentiel libre de différents alliages d'aluminium-Lithium dans une solution à 3,5% de NaCl [41].	37
Tableau I-7 : Synthèse des potentiels de corrosion obtenus par Birbilis <i>et al</i> pour différentes phases et dans différentes solutions [42].	38
Tableau I-8 : Synthèse de l'évolution du potentiel libre et du potentiel de corrosion des alliages binaires Al -0,91% Li et Al - 2,85% Li dans une solution à 3,5% NaCl à température ambiante [41].	42

Tableau I-9 : Synthèse des profondeurs de propagation des défauts de corrosion intergranulaire suivant la durée de revenu [35].	45
Tableau I-10 : Synthèse des caractéristiques mécaniques obtenues lors d'essais de traction réalisés perpendiculairement à la direction de soudage d'un joint FSW pour un alliage 7075-T651 [69].	64
Tableau I-11 : Propriétés mécaniques des différentes zones de joints soudés FSW 2050 [95].	66
Tableau I-12 : Synthèse des caractéristiques mécaniques obtenues lors d'essais de traction réalisés sur le noyau soudé parallèlement à la direction de soudage d'un joint FSW pour un alliage 7075-T651 [69].	67
Tableau I-13 : Potentiels de corrosion obtenus après une stabilisation de 30 minutes dans une solution à 3,5 % de NaCl [111].	76

## Chapitre II

Figure II-1 : Illustration d'une courbe de chargement/déchargement lors des essais de nanoindentation.	88
Figure II-2 : Schématisation de la zone de prélèvement des éprouvettes de traction pour tester le joint soudé global.	88
Figure II-3 : Schéma des éprouvettes utilisées pour les essais mécaniques.	89
Figure II-4 : (a) Platine de microtraction DEBEN équipée d'une cellule de force de 5 kN (b) Schématisation du prélèvement des éprouvettes de microtraction dans les joints soudés (c) Dimensions des éprouvettes de microtraction.	90
Figure II-5 : (a) Schématisation du décalage d'un pic induit par la présence de macrocontraintes (b) Méthode dite des $\sin^2\psi$ pour déterminer les contraintes résiduelles dans un matériau [115].	91
Figure II-6 : Description du test Mastmaasis Wet Bottom.	92
Figure II-7 : Essai conventionnel d'immersion.	94
Figure II-8 : Illustration de la découpe des échantillons après les essais conventionnels d'immersion pour quantifier l'endommagement en corrosion.	95
Figure II-9 : Cellule de corrosion sous contrainte montée sur un bâti de traction MTS®.	96
Figure II-10 : Schématisation du système de circulation de l'électrolyte entre l'échangeur et la cuve.	97
Figure II-11 : Schématisation du prélèvement des éprouvettes de corrosion sous contrainte de joint soudé.	97
Figure II-12 : Montage à trois électrodes pour le suivi électrochimique lors d'un essai de corrosion sous contrainte.	99
Figure II-13 : Illustration d'un essai de flexion 4 points.	100
Figure II-14 : Ensemble du montage de flexion 4 points pour les essais de corrosion sous contrainte en compression.	101
Figure II-15 : Exemple de mesures réalisées à l'aide d'un AFM en mode KFM sur un alliage 2024 - (a) Image en topographie (a) et cartographie de potentiel (b). Quatre particules de phase S sont désignées de 1 à 4 [118].	102

## Chapitre III

Figure III-1 : Observation au microscope optique au centre de la tôle du plan TL-TC de l'alliage 2050-T34 après une attaque au réactif de Keller.	109
---	-----

Figure III-2 : Observations MET de la précipitation intragranulaire de l'alliage 2050 à l'état T34 - (a) précipité de type AlCuMnFe (b) précipité de type AlCuMn (c) précipités de type Al <sub>20</sub> Cu <sub>2</sub> Mn <sub>3</sub> (d) précipité de type AlMnCu (e) petits précipités T <sub>1</sub> (f) boucles de dislocations et précipités nanométriques. ....	110
Figure III-3 : Observation MET de la précipitation intergranulaire dans l'alliage 2050 à l'état T34. ....	111
Figure III-4 : (a) Courbe de traction conventionnelle pour un échantillon d'alliage 2050-T34 sollicité suivant la direction L (b) Micrographie MEB représentant une vue d'ensemble du faciès de rupture après l'essai de traction (c) Micrographie MEB d'une zone du faciès de rupture à plus fort grossissement. ....	112
Figure III-5 : (a) Courbe de polarisation potentiocinétique de l'alliage 2050-T34 prélevé au centre de la tôle dans NaCl 0,7 M thermostatée à 25 °C – vitesse de balayage en potentiel = 500 mV.h <sup>-1</sup> . Observations de l'éprouvette testée (b) dans le plan L-TL exposé (c) dans le plan L-TC. ....	114
Figure III-6 : Essais réalisés dans une solution NaCl 0,7 M à 25 °C (a) Evolution de l'OCP de l'alliage 2050-T34 prélevé au centre de la tôle au cours du temps d'immersion (b) Observation du plan L-TL de l'alliage 2050 après 3 jours d'immersion (c) Observation du plan L-TC de l'alliage 2050-T34 après 3 jours d'immersion. ....	116
Figure III-7 : Schématisation de la quantification de l'endommagement en corrosion intergranulaire (a) profondeur moyenne atteinte par les défauts de corrosion (b) profondeur maximale atteinte par les défauts de corrosion (c) longueur cumulée des joints de grains corrodés. ....	117
Figure III-8 : Grandeurs caractéristiques associées à l'endommagement en corrosion intergranulaire de l'alliage 2050-T34 prélevé au centre de la tôle après 1 jour, 3 jours et 7 jours d'immersion dans une solution NaCl 0,7 M thermostatée à 25°C. ....	117
Figure III-9 : Section d'une éprouvette de traction corrodée. Les zones hachurées correspondent aux zones corrodées ou zones mortes (l'épaisseur d(t) de cette zone varie avec le temps d'immersion) [53]. ....	118
Figure III-10 : Courbes de traction conventionnelles tracées pour l'alliage 2050-T34 sain et après 1 jour, 3 jours et 7 jours d'immersion dans une solution NaCl à 0,7 M thermostatée à 25 °C. ....	119
Figure III-11 : Propriétés mécaniques de l'alliage 2050-T34. Matériau sain et matériau corrodé suite à des immersions de 1 jour, 3 jours et 7 jours dans une solution NaCl à 0,7 M à 25 °C. ....	120
Figure III-12 : Observations des faciès de rupture après immersion durant (a, b) 1 jour (c, d) 3 jours et enfin (e, f) 7 jours dans une solution NaCl 0,7 M thermostatée à 25°C. ....	121
Figure III-13 : Courbes de polarisation potentiocinétique de l'alliage 2050-T34 prélevé au centre de la tôle dans un milieu NaCl 0,7M à 25°C avec une contrainte de traction, de compression et sans contrainte. Vitesse de balayage = 500 mV.h <sup>-1</sup> . ....	123
Figure III-14 : Comparaison des profondeurs moyenne et maximale atteintes par les défauts de corrosion intergranulaire pour l'alliage 2050-T34 prélevé au centre de la tôle après une immersion de 3 jours dans une solution NaCl 0,7 M thermostatée à 25°C en présence ou en l'absence de contrainte mécanique de traction ou de compression. ....	125
Figure III-15 : Observations MET de l'alliage 2050 à l'état T34, PT. ....	126
Figure III-16 : Observations MET de la précipitation intergranulaire dans l'alliage 2050 à l'état T34, PT. ....	127
Figure III-17 : (a) Courbe de traction conventionnelle pour un échantillon de l'alliage 2050-T34, PT sollicité suivant la direction L (b) Micrographie MEB représentant la section rompue	



de l'éprouvette après l'essai de traction (c) Micrographie MEB d'une zone du faciès de rupture à fort grandissement.....	129
Figure III-18 : (a) Courbe de polarisation potentiocinétique de l'alliage 2050-T34, PT prélevé au centre de la tôle dans NaCl 0,7 M (b) Observation du plan L-TL de l'alliage 2050-T34, PT après essai de polarisation (c) Observation en coupe du plan L-TC de l'alliage 2050-T34, PT après essai de polarisation - Vitesse de balayage = 500 mV.h <sup>-1</sup> .....	132
Figure III-19 : (a) Evolution de l'OCP de l'alliage 2050-T34, PT prélevé au centre de la tôle en fonction du temps d'immersion dans une solution NaCl 0,7 M à 25 °C. Observation après 3 jours d'immersion dans une solution NaCl 0,7M à 25°C (b) du plan L-TL de la tôle (c) du plan L-TC.....	133
Figure III-20 : Schématisation de la quantification de l'endommagement induit par des phénomènes de corrosion de l'alliage 2050-T34, PT dans une solution NaCl 0,7M (a) profondeur moyenne atteinte par la corrosion intragranulaire (b) profondeur maximale atteinte par la corrosion intragranulaire .....	134
Figure III-21 : Quantification de l'endommagement en corrosion du métal de base T34, PT prélevé au centre de la tôle après 1 jour, 3 jours et 7 jours d'immersion dans une solution de NaCl 0,7 M à 25°C.....	134
Figure III-22 : Propriétés mécaniques résiduelles de l'alliage 2050-T34, PT après différentes durées d'immersion dans une solution NaCl 0,7 M thermostatée à 25°C.....	135
Figure III-23 : Observations au MEB des faciès de rupture de l'alliage 2050-T34, PT obtenus après des essais de traction réalisés sur des échantillons non corrodés (a,b) et pré-corrodés pendant 1 jour (c,d) 3 jours (e,f) et 7 jours (g,h) d'immersion dans une solution de NaCl 0,7M thermostatée à 25°C. ....	136
Figure III-24 : Courbes de polarisation potentiocinétique de l'alliage 2050-T34, PT prélevé au centre de la tôle dans un milieu NaCl 0,7 M à 25 °C pour des éprouvettes soumises ou non à une contrainte de traction ou de compression. Vitesse de balayage en potentiel = 500 mV.h <sup>-1</sup> .....	138
Figure III-25 : Comparaison des profondeurs moyenne et maximale atteintes par les défauts de corrosion intragranulaire pour l'alliage 2050-T34, PT prélevé au centre de la tôle en présence ou en l'absence de contrainte mécanique externe de traction ou de compression après une immersion de 3 jours dans une solution NaCl 0,7 M thermostatée à 25 °C.....	139
Figure III-26 : Evolution de la valeur de l'OCP (mesurée en milieu NaCl 0,7 M) et de la dureté Vickers (sous une charge de 500 g) en fonction de la durée du traitement thermique à 155 °C pour des échantillons d'alliage 2050-T34. Cette durée comprend le temps de montée à 155 °C et le temps de maintien à cette température. Micrographies montrant l'endommagement en corrosion observé après les essais de corrosion. ....	141
Figure III-27 : Observations MET de l'alliage 2050 à l'état (a) T34 (b) T34 revenu pendant 3 heures à 155 °C (c) T34 revenu pendant 9 heures à 155 °C (d) T34, PT (revenu pendant 30 heures à 155 °C). ....	142
Figure III-28 : Répartition de la taille des précipités T <sub>1</sub> présents dans l'alliage 2050 pour différentes durées de revenu à 155 °C.....	143
Figure III-29 : Evolution de l'OCP de l'alliage 2050 en milieu NaCl 0,7 M et du nombre de précipités T <sub>1</sub> intragranulaires/μm <sup>2</sup> en fonction de la durée du traitement thermique à 155 °C pour des échantillons d'alliage 2050-T34. Cette durée comprend le temps de montée à 155 °C et le temps de maintien à cette température. ....	144
Figure III-30 : Observations au microscope optique après une immersion de 24 h dans une solution NaCl 0,7 M des échantillons (a) 0H (b) 3H (c) et 9H. ....	145

Figure III-31 : Schématisation de l'évolution de la distribution de potentiels de corrosion propres aux différents éléments microstructuraux caractéristiques de l'alliage 2050 au cours du revenu à 155°C (a) Etat T34 (b) Echantillon 3H et (c) Echantillon 9H.....	146
Tableau III-1 : Composition chimique (% massique) de l'alliage étudié. ....	107
Tableau III-2 : Synthèse de la taille de grains de l'alliage 2050-T34 suivant les directions L, TL et TC.....	108
Tableau III-3 : Synthèse de l'ensemble des précipités observés dans l'alliage 2050-T34.....	111
Tableau III-4 : Synthèse des caractéristiques mécaniques de l'alliage 2050-T34.....	113
Tableau III-5 : Synthèse de l'ensemble des précipités observés dans l'alliage 2050 à l'état T34, PT.....	128
Tableau III-6 : Synthèse des propriétés mécaniques de l'alliage 2050 dans son état métallurgique T34 et T34, PT.....	130
Tableau III-7: Synthèse des différents traitements thermiques réalisés sur un alliage 2050-T34.....	140

## Chapitre IV

Figure IV-1 : Observations de la partie supérieure (côté épaulement) des joints soudés par FSW de l'alliage d'aluminium-lithium 2050-T34 après 750 h d'exposition en brouillard salin acétique de type Mastmaasis Wet Bottom. Essais réalisés par EADS Innovation Works. (a) Joint soudé sans post traitement thermique (b) Joint soudé avec post-traitement thermique de 30 h à 155 °C.....	151
Figure IV-2 : Micrographies du joint soudé T34 OPT post-traité après attaque au réactif de Keller (a) vue globale dans le plan TL-TC, (b) MB (c) ZATM côté retreating (d) ZAT/ZATM côté advancing (e) Noyau soudé dans le plan TL-TC.....	153
Figure IV-3 : Evolution de la taille de grains en fonction de la distance à la surface supérieure de la tôle (plan de laminage des tôles c'est-à-dire plan L-TL) dans le noyau soudé T34 OPT post traité.....	155
Figure IV-4 : Observations au microscope optique en lumière polarisée des différents plans L-TL, L-TC et TL-TC du NS T34 OPT après attaque électrochimique dans une solution HBF <sub>4</sub> .....	156
Figure IV-5 : Observations MET de la précipitation intragranulaire (a) dans le métal de base à l'état T34 avant soudage (b) dans la ZAT formée lors du soudage - de la précipitation intergranulaire (c) dans le métal de base à l'état T34 avant soudage (d) dans la ZAT formée lors du soudage.....	158
Figure IV-6 : Observations MET de la précipitation intragranulaire (a) dans le métal de base à l'état T34 avant soudage (b) dans le noyau soudé après soudage - de la précipitation intergranulaire (c) dans le métal de base à l'état T34 avant soudage (d) dans le noyau soudé après soudage.....	160
Figure IV-7 : Observations MET - de la précipitation intragranulaire (a) dans la ZAT du joint soudé T34 OPT (b) dans la ZAT du joint soudé T34 OPT post traité - de la précipitation intergranulaire (c) dans la ZAT du joint soudé T34 OPT (d) dans la ZAT du joint soudé T34 OPT post traité.....	161
Figure IV-8 : Observations MET de la précipitation intragranulaire (a) dans le noyau soudé du joint soudé T34 OPT (b) et dans le noyau soudé du joint soudé T34 OPT post traité - de la précipitation intergranulaire (c) dans le noyau soudé du joint soudé T34 OPT (d) et dans le noyau soudé du joint soudé T34 OPT post traité.....	162

Figure IV-9 : Cartographie SAXS de la densité de précipitation des phases $T_1$ et $\theta'$ dans le joint soudé T34 OPT post-traité thermiquement [121].	163
Figure IV-10 : Schématisation du prélèvement des éprouvettes de traction pour étudier le comportement mécanique du joint soudé dans sa globalité.	164
Figure IV-11 : Courbe de traction obtenue pour un joint soudé T34 OPT. Fût de l'éprouvette avec son mouchetis. Cartographies des champs de déformation, tracées sur une demi-éprouvette, pour différents états de chargement mécanique repérés sur la courbe de traction. Sur ces cartographies, les différentes zones du joint soudé sont repérées.	165
Figure IV-12 : Courbe de traction obtenue pour un joint soudé T34 OPT post traité. Fût de l'éprouvette avec son mouchetis. Cartographies des champs de déformation, tracées sur une demi-éprouvette, pour différents états de chargement mécanique repérés sur la courbe de traction. Sur ces cartographies, les différentes zones du joint soudé sont repérées.	166
Figure IV-13 : (a) Cartographie de dureté du joint soudé T34 OPT (b) cartographie de dureté du joint soudé T34 OPT post-traité	168
Figure IV-14 : (a) Observation en microscopie optique du joint soudé T34 OPT. Repérage des zones de mesures de dureté. (b) Profils de dureté selon la direction TL pour le joint soudé T34 OPT. Les profils ont été tracés pour différentes positions dans l'épaisseur du joint (plan TL-TC).	169
Figure IV-15 : (a) Observation en microscopie optique du joint soudé T34 OPT post traité. Repérage des zones de mesures de dureté. (b) Profils de dureté selon la direction TL pour le joint soudé T34 OPT post traité. Les profils ont été tracés pour différentes positions dans l'épaisseur du joint (plan TL-TC).	170
Figure IV-16 : Schématisation du sens de prélèvement et géométrie des éprouvettes de microtraction.	171
Figure IV-17 : Evolution de la limite d'élasticité, de la résistance maximale et de l'allongement à rupture en fonction de la position par rapport au centre de la soudure pour le joint soudé T34 OPT.	172
Figure IV-18 : Evolution de la limite d'élasticité, de la résistance maximale et de l'allongement à rupture en fonction de la position par rapport au centre de la soudure pour le joint soudé T34 OPT post traité	173
Figure IV- 19: (a) Localisation des mesures de diffraction X réalisées dans les joints soudés T34 OPT et T34 OPT post traité ; (b) évolution des contraintes résiduelles suivant la direction TL dans le plan (TL-TC) ; (c) évolution des contraintes résiduelles suivant la direction TC dans le plan (TL-TC).	175
Figure IV-20 : Répartition des contraintes résiduelles suivant la direction L mesurées en réalisant une série de pointés selon la direction TL dans le plan L-TL du joint T34 OPT post traité.	176
Figure IV-21 : Observations en coupe du plan TL-TC (a) du MB, (b) de la ZAT et (c) du NS du joint soudé T34 OPT à l'issue du test Mastmaasis Wet Bottom.	176
Figure IV- 22: Vue en coupe du plan TL-TC du MB (a), de la ZAT (b) et du NS (c) du joint soudé T34 OPT post-traité à l'issue du test Mastmaasis Wet Bottom.	177
Figure IV-23 : Observations (a) du joint soudé T34 OPT (b) du joint soudé T34 OPT post traité après exposition au gel révélateur pendant 24 heures.	178
Figure IV-24 : En haut : observations des échantillons après les mesures de potentiel libre (OCP) réalisées dans une solution NaCl 0,7 M à 25 °C. En bas : évolution du potentiel libre dans le joint soudé T34 OPT à 1,5 mm sous la surface supérieure.	180
Figure IV-25 : En haut : observations des échantillons après les mesures de potentiel libre (OCP) réalisées dans une solution NaCl 0,7 M à 25 °C. En bas : évolution du potentiel libre dans le joint soudé T34 OPT post traité à 1,5 mm sous la surface supérieure.	182

Figure IV-26 : Courbes de polarisation potentiocinétique du MB, de la ZAT et du NS du joint soudé T34 OPT prélevés à mi épaisseur dans le joint soudé dans un milieu NaCl 1 M à 22 °C - Micrographies du MB, de la ZAT et du NS après essai. ....	183
Figure IV-27 : Courbes de polarisation potentiocinétique du MB, de la ZAT et du NS du joint soudé T34 OPT post-traité prélevés à mi épaisseur dans le joint soudé dans NaCl 1 M à 22 °C - Micrographies du MB, de la ZAT et du NS après essai. ....	184
Figure IV-28 : Mesures d'OCP réalisées pour les différentes zones (MB, ZAT et NS) prélevées à mi épaisseur dans les joints soudés (a) T34 OPT et (b) T34 OPT post traité. Les mesures d'OCP réalisées pour le joint soudé (JS) dans sa globalité sont également reportées sur les figures correspondantes. Solution NaCl 1 M à 22 °C.....	185
Figure IV-29 : (a) Simulation thermique dans un joint soudé T34 OPT réalisé avec un outil « Bobbin Tool »[123] (b) – Positionnement des différentes zones simulées grâce à la Gleeble par rapport au centre de la soudure. ....	187
Figure IV-30 : (a) Comparaison des valeurs d'OCP mesurées pour les matériaux modèles et les différentes zones du joint réel T34 OPT dans une solution de NaCl 0,7 M à 25 °C (b) Observations en microscopie optique après une mesure d'OCP de 2 h des échantillons repérés sur la figure (a) par un cercle de même couleur que le cadre de la micrographie.....	188
Figure IV-31 : Comparaison des valeurs d'OCP mesurées pour les matériaux modèles et les différentes zones du joint réel T34 OPT post traité dans une solution de NaCl 0,7 M à 25 °C .....	189
Figure IV-32 : Observation au microscope optique et en lumière polarisée après attaque électrochimique avec HBF <sub>4</sub> du métal de base AA 2050-T34 après laminage (taux de déformation de 250%) et traitement thermique (maintien de 1minute à 400 °C).....	189
Figure IV-33 : Comparaison des OCP des NS T34 OPT et T34 OPT post-traité par rapport aux NS synthétisés - Observations des deux NS synthétisés après immersion durant 2 h dans une solution NaCl à 0,7 M à 25 °C .....	190
Figure IV-34 : Mesure du courant de couplage galvanique entre le MB et la ZAT du joint soudé T34 OPT prélevés à mi- épaisseur dans une solution NaCl 1M à 22 °C - Micrographies des électrodes du MB et de la ZAT à l'issue de l'essai de couplage. ....	192
Figure IV-35: Mesure du courant de couplage galvanique entre le MB et la ZAT du joint soudé T34 OPT post-traité prélevés à mi- épaisseur dans une solution NaCl 1M à 22°C - Micrographies des électrodes de MB et de ZAT à l'issue de l'essai de couplage.....	193
Figure IV-36 : Mesure du courant de couplage galvanique entre le NS et la ZAT du joint soudé T34 OPT prélevés à mi- épaisseur dans une solution NaCl 1M à 22 °C -Micrographies des électrodes de NS et de ZAT à l'issue de l'essai de couplage. ....	195
Figure IV-37 : Mesure du courant de couplage galvanique entre le NS et la ZAT du joint soudé T34 OPT post-traité prélevés à mi- épaisseur dans une solution NaCl 1M à 22 °C - Micrographies des électrodes de NS et de ZAT à l'issue de l'essai de couplage.....	195
Figure IV-38 : Mesure du courant de couplage galvanique entre le MB et le NS du joint soudé T34 OPT prélevés à mi- épaisseur dans une solution NaCl 1M à 22 °C - Micrographies des électrodes de NS et de ZAT à l'issue de l'essai de couplage.....	196
Figure IV-39 : Quantification de l'endommagement du métal de base du joint soudé T34 OPT après un jour d'immersion dans une solution NaCl 0,7 M. Le métal de base est soit immergé individuellement dans l'électrolyte soit couplé avec le noyau soudé du joint T34 OPT. ....	197
Figure IV- 40 : Quantification de l'endommagement du noyau soudé du joint soudé T34 OPT après un jour d'immersion dans une solution NaCl 0,7 M. Le noyau soudé est soit immergé individuellement dans l'électrolyte soit couplé avec le métal de base du joint T34 OPT. ....	198

---

Figure IV-41 : Mesure du courant de couplage galvanique entre le MB et le NS du joint soudé T34 OPT post-traité prélevés à mi- épaisseur dans une solution NaCl 1M à 22 °C - Micrographies des électrodes de NS et de ZAT à l'issue de l'essai de couplage.....	199
Figure IV-42 : Quantification de l'endommagement du métal de base du joint soudé T34 OPT post traité après un jour d'immersion dans une solution NaCl 0,7 M. Le métal de base est soit immergé individuellement dans l'électrolyte soit couplé avec le noyau soudé du joint T34 OPT post traité. ....	200
Figure IV- 43 : Quantification de l'endommagement du noyau soudé du joint soudé T34 OPT post traité après un jour d'immersion dans une solution NaCl 0,7 M. Le noyau soudé est soit immergé individuellement dans l'électrolyte soit couplé avec le métal de base du joint T34 OPT post traité. ....	201
Figure IV- 44: Evolution de l'OCP du NS et du MB du joint soudé T34 OPT en fonction de la durée de maintien à 155 °C. Les valeurs d'OCP sont mesurées en milieu NaCl 0,7 M .....	203
Figure IV-45 : Observations des plan L-TL des joints soudés T34 OPT, T34 OPT post-traité et T34 OPT + 9 h à 155 °C après 7 jours d'immersion dans une solution NaCl à 0,7 M thermostatée à 25 °C. ....	204
Figure IV-46 : Essai de corrosion sous contrainte du joint soudé T34 OPT dans une solution NaCl à 0,7 M thermostatée à 25°C. La surface exposée se situe à 1,5 mm sous la surface initiale.....	205
Figure IV-47: Observations au microscope optique dans le plan L-TL (a) du métal de base, (b) de la ZAT et (c) du noyau soudé du joint soudé T34 OPT après un essai de corrosion sous contrainte réalisé sur le joint soudé complet durant 3 jours dans une solution à 0,7 M de NaCl thermostatée à 25 °C. ....	206
Figure IV-48 : Observation du plan L-TL du joint soudé T34 OPT après un essai de corrosion sous contrainte dans une solution NaCl à 0,7 M thermostatée à 25°C durant 3 jours. ....	207
Figure IV-49 : Essai de corrosion sous contrainte mené pour le NS T34 OPT situé à 1,5 mm sous la surface dans une solution NaCl à 0,7 M thermostatée à 25°C. ....	208
Figure IV-50 : Essai de corrosion sous contrainte du joint soudé T34 OPT post-traité dans une solution NaCl à 0,7 M thermostatée à 25°C. La surface exposée se situe à 1,5 mm sous la surface initiale. ....	209
Figure IV- 51: Observations du plan L-TL (a) du métal de base, (b) de la ZAT et (c) du Noyau soudé du joint soudé T34 OPT Post-traité après un essai de corrosion sous contrainte durant 3 jours dans une solution à 0,7 M de NaCl thermostatée à 25 °C.....	210
Figure IV-52 : Observation du plan TL-TC (gauche) et L-TL (droite) du joint soudé T34 OPT post traité après un essai de corrosion sous contrainte dans une solution NaCl à 0,7 M thermostatée à 25 °C durant 3 jours. ....	211
Figure IV- 53: Essai de corrosion sous contrainte du NS T34 OPT post-traité à 1,5 mm sous la surface dans une solution NaCl à 0,7 M thermostatée à 25 °C. ....	212
Tableau IV-1 : Synthèse des propriétés mécaniques mesurées dans le métal de base et le noyau soudé des joints soudés T34 OPT et T34 OPT post-traité.....	174
Tableau IV-2 : Récapitulatif des valeurs des OCP mesurées pour les différentes zones des joints soudés T34 OPT et T34 OPT post-traité en milieu NaCl 1 M et 0,7 M à 22 °C. ....	186
Tableau IV-3 : Récapitulatif des différentes densités de courant de couplage galvanique mesurées sur l'anode du couple pour les essais de couplage galvanique entre les différentes zones des joints soudés pour les joints soudés T34 OPT et T34 OPT post-traité. Milieu NaCl 1M à 22 °C. ....	202

---

## Chapitre V

Figure V- 1 : Observations du joint soudé (a) T34 OPT et (b) T34 OPT post traité (30 heures à 155 °C) après exposition pendant 24 heures au gel révélateur. ....	220
Figure V- 2: Observations au MEB (a) et (c) du plan L-TL et (b) et (d) du plan L-TC du noyau soudé T34 OPT post traité après un essai de corrosion sous contrainte suivant la direction L dans une solution NaCl à 0,7 M thermostatée à 25 °C durant 2 jours.....	222
Figure V- 3 : Observations au microscope optique des noyaux soudés T34 OPT (a) et T34 OPT post traité (b) après un essai de corrosion sous contrainte durant 3 jours d’immersion dans une solution à 0,7 M de NaCl thermostatée à 25 °C.....	223
Figure V- 4: Observation du plan L-TC des éprouvettes après essais de polarisation potentiocinétique (a, c) noyau soudé T34 OPT et (b, d) noyau T34 OPT post traité.....	224
Figure V- 5: Observation en coupe du plan L-TC (a) du Noyau soudé T34 OPT et (b) du Noyau soudé T34 OPT post traité après 3 jours d’immersion dans une solution de NaCl 0,7 M à 25 °C.....	226
Figure V- 6: Grandeurs caractéristiques associées à l’endommagement en corrosion (a) du NS-T34 OPT et (b) du NS T34 OPT Post traité après 1 jour, 3 jours et 7 jours d’immersion dans une solution NaCl 0,7 M thermostatée à 25 °C. ....	227
Figure V- 7: Observations en coupe des plans L-TC du noyau soudé T34 OPT, en absence (a) et en présence (b) d’une contrainte mécanique externe suivant la direction TL après 3 jours d’immersion dans une solution de NaCl 0,7 M thermostatée à 25 °C. Les résultats obtenus pour le noyau soudé T34 OPT post traité en absence (c) et en présence (d) d’une contrainte mécanique externe sont également donnés. ....	228
Figure V- 8 : Evolution des profondeurs moyenne et maximale des défauts de corrosion en fonction de la durée d’immersion en milieu NaCl 0,7 M pour le noyau soudé T34 OPT en présence ou non d’une contrainte de traction suivant la direction TL. ....	229
Figure V- 9: Evolution des profondeurs moyenne et maximale des défauts de corrosion en fonction de la durée d’immersion en milieu NaCl 0,7 M pour le noyau soudé T34 OPT post traité en présence ou non d’une contrainte de traction suivant la direction TL. ....	230
Figure V- 10: (a, b) Observations au microscope optique en lumière polarisée après attaque avec une solution de HBF <sub>4</sub> du noyau soudé T34 OPT (a) et du noyau soudé T34 OPT post traité (b). (c) Cartographie EBSD (IPF Z0) d’une section au centre du noyau T34 OPT post traité selon le plan L-TC ; (d, e) figures de pôle associées à chaque bande repérée sur la cartographie. X0 = direction L et Y0 = direction TC.....	231
Figure V- 11: évolution de l’OCP d’un monocristal d’aluminium en fonction de l’orientation cristallographique des grains exposés à l’électrolyte pour une solution de NaCl à 3,5 % [124]. ....	232
Figure V-12 : Observations au MET de la précipitation intergranulaire présente dans le noyau soudé T34 OPT.....	236
Figure V-13 : Observations au MET de la précipitation présente dans le noyau soudé T34 OPT post traité (bandes corrodées). ....	239
Figure V-14 : Evolution de l'OCP mesuré en milieu NaCl 0,7 M et de la taille de grains en fonction de la distance à la surface supérieure du joint soudé dans le noyau soudé T34 OPT. ....	240
Figure V-15 : Evolution de l'OCP mesuré en milieu NaCl 0,7 M et de la taille de grains en fonction de la distance à la surface supérieure du joint soudé dans le noyau soudé T34 OPT post traité. ....	242
Figure V-16 : Evolution comparée de l'OCP en fonction de la distance à la surface supérieure des noyaux soudés T34 OPT et T34 OPT post traité. ....	243

Figure V-17 : Schématisation de la technique utilisée pour mesurer les potentiel Volta dans les différentes bandes de matière du noyau soudé T34 OPT post traité. Etat de l'éprouvette (a) après un essai de polarisation potentiocinétique de -1,1V/ECS à -0,3 V/ECS dans une solution de NaCl à 0,7 M (b) après polissage incrémental pour enlever une partie des défauts de corrosion. (c) Schématisation de la localisation des mesures KFM.....	244
Figure V-18 : Mesures de potentiels Volta dans le plan L-TC du noyau soudé T34 OPT post traité. Les bandes de matière corrodées apparaissent en noir. ....	245
Figure V-19 : (a) Observation du plan L-TC du Noyau soudé T34 OPT post traité après un essai de polarisation potentiocinétique dans une solution de NaCl à 0,7 M. Avant l'essai de corrosion, une partie de l'échantillon a été masquée par un vernis. (b) observation au microscope optique en lumière polarisée, après attaque avec une solution HBF <sub>4</sub> , de l'échantillon. Le vernis a été retiré avant attaque.....	246
Figure V-20 : Schématisation de la localisation des lignes d'analyses réalisées à la microsonde et résultats obtenus pour chaque ligne d'analyses. Noyau soudé T34 OPT post traité. Plan L-TC.....	248
Figure V-21 : Observations optiques du noyau soudé (a) T34 (b) PT, 0h (c) PT, 3h (d) PT, 5h (e) PT, 9h (f) PT, 18h (g) PT, 30h (h) PT, 96h après les essais de polarisation potentiocinétique en milieu NaCl 0,7M. ....	249
Figure V- 22: Observations au MET des deux lames prélevées dans les deux bandes du NS-T34 OPT post traité. Lame 1 = lame prélevée dans une bande qui se corrode. Lame 2 = lame prélevée dans une bande qui ne se corrode pas. ....	250
Figure V-23 : Observations au MET et clichés de diffraction associés relatifs aux précipités présents dans la lame 2 prélevée dans le noyau soudé T34 OPT post traité. ....	251
Figure V-24 : Observation au MET de la précipitation présente dans le NS T34 OPT traité pendant 15 heures à 430 °C.....	252
Figure V-25 : Observation, après l'essai de polarisation potentiocinétique dans une solution NaCl à 0,7 M, du plan L-TC du noyau T34 OPT ayant subi un post traitement thermique de 15 heures à 430 °C. ....	253
Tableau V- 1: Synthèse des éléments microstructuraux susceptibles de contribuer à expliquer les différentes hétérogénéités de comportement en corrosion observées dans le NS. ....	235
Tableau V-2 : Composition chimique en certains points repérés sur la figure V-12 relative au noyau soudé T34 OPT. Les analyses ont été réalisées par EDX.....	237
Tableau V-3 : Synthèse des différents traitements thermiques réalisés sur un noyau T34 OPT. ....	249