

MECANISMES D'ENDOMMAGEMENT EN FATIGUE-CORROSION D'UN ACIER TRES HAUTE RESISTANCE

C. Rousseau ^{a,b,c}, M. El May ^a, A. Oudriss ^b, O. Devos ^a,

X. Feaugas ^b, N. Saintier ^a, B. Jarry ^c, L. Menut-Tournadre ^c

^a I2M (Arts et Métiers ParisTech), camille.rousseau@ensam.eu, mohamed.elmay@ensam.eu ;

^bLaSIE (Université de La Rochelle), abdelali.oudriss@univ-lr.fr ;

^cSafran Aircraft Engines (Site d'Evry-Corbeil), benjamin.jarry@safrangroup.com

Mots-clés : aciers, corrosion par piqûres, fatigue, fatigue-corrosion

Résumé

Pour répondre aux objectifs de performances et de réduction des émissions polluantes, un nouvel acier martensitique a été introduit sur les moteurs Safran Aircraft Engines. Ses très hautes propriétés mécaniques, obtenues grâce à sa métallurgie innovante, garantissent la fiabilité des structures sur de grandes durées de vie. Néanmoins, les structures aéronautiques peuvent évoluer dans un environnement susceptible de provoquer la corrosion par piqûres en cas de défauts de protection. Une caractérisation fine de la métallurgie, de sa tenue en fatigue et de sa sensibilité à l'environnement constitue la base de l'étude. Les premiers essais de fatigue en milieu aqueux ont confirmé que les piqûres de corrosion constituent des sites préférentiels d'amorçage de fissures. Cependant, afin d'améliorer la compréhension du mécanisme d'endommagement et la prise en compte de possibles effets de synergie entre état mécanique et environnement, il est nécessaire de s'appuyer sur des techniques expérimentales multi-échelles et innovantes.

1 Introduction

La fatigue-corrosion correspond à l'action combinée d'une contrainte cyclique et d'un environnement corrosif [1]. La corrosion, et plus particulièrement la corrosion localisée, peut fournir les conditions requises à l'amorçage d'une fissure en fatigue, notamment par la création d'un défaut de surface. Le processus d'endommagement peut alors être décrit par le modèle conceptuel proposé par Goswami et Hoepfner (Fig. 1) [2].

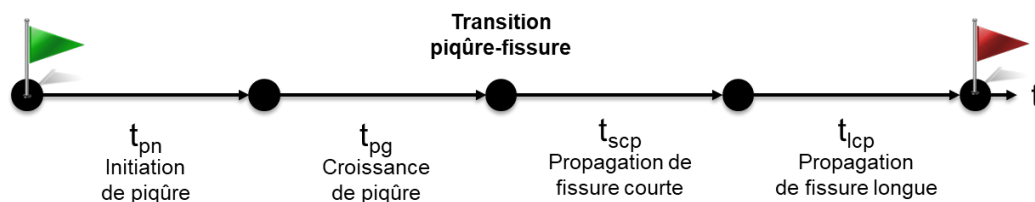


FIGURE 1 – Modèle conceptuel du mécanisme d'endommagement en fatigue-corrosion par piqûres [2]

Il est largement accepté que chacune des étapes du processus est influencée à la fois par des facteurs mécaniques, métallurgiques, physicochimiques et électrochimiques [3]. La contribution de chacun de ces facteurs peut être évaluée, avec plus ou moins d'incertitude, et intégrée dans des modèles prévisionnels. En effet, la littérature ressent de nombreux modèles analytiques, phénoménologiques et probabilistiques permettant de décrire et prévoir les cinétiques de chaque étape du processus d'endommagement [2, 3, 4, 5, 6].

Bien que cela améliore l'estimation des durées de vie, les connaissances actuelles ne permettent pas de prévoir la rupture d'une structure en fatigue-corrosion en se basant sur une compréhension des phénomènes physiques et la modélisation de ceux-ci. En effet, il n'existe pas de modèle permettant de prendre en compte l'ensemble du processus d'endommagement. D'autre part, l'action simultanée d'un

environnement corrosif et d'un chargement de fatigue peut être plus préjudiciable que la somme de chacun des mécanismes agissant séparément [8]. La synergie des différents facteurs d'influence n'est pas négligeable, et pourtant pas ou très peu considérée dans les modèles prévisionnels.

D'un point de vue industriel, les pièces de structures auxquelles ce type de matériau peut être destiné, ne sont généralement pas accessibles sans de lourdes opérations de maintenance. Ainsi, ces pièces sont dimensionnées en « durée de vie sûre ». Autrement dit, l'amorçage de fissures en fatigue n'est pas toléré. De plus, dans le cas des aciers à très haute résistance, l'amorçage de fissures en fatigue constitue généralement la plus grande partie de la durée de vie [7]. Au regard du modèle conceptuel décrivant le processus d'endommagement en fatigue-corrosion, l'amorçage comprend les étapes de nucléation et propagation de piqûres, de transition piqûres-fissures et éventuellement de propagation de fissures courtes. L'étude se concentrera donc sur la compréhension de ces aspects du mécanisme d'endommagement. La première partie de ce travail présente une caractérisation du matériau, de sa tenue en fatigue et de sa sensibilité à l'environnement. Puis, en se basant sur la littérature et les premiers résultats, une méthodologie est proposée afin d'étudier les différents aspects du mécanisme d'endommagement et les effets de synergie entre les différents facteurs d'influence.

2 Matériau d'étude

Le matériau d'étude, l'acier maraging X23NiCoCrMoAl 13-6-3 (Table 1), a été caractérisé à différentes échelles, selon une procédure décrite en détail par Frappart [9]. Sa microstructure martensitique est composée de lattes, organisées en paquets et blocs (Fig. 2). La taille des anciens grains austénitiques est de l'ordre de 25 à 40 μm , et la largeur des lattes d'environ 200 nm .

TABLE 1 – Composition chimique de l'acier X23NiCoCrMoAl 13-6-3 (% massique)

Ni	Co	Cr	Mo	Al	V	C	Fe
12,9	5,8	3,3	1,6	1,5	0,24	0,23	bal.

L'acier est durci par co-précipitation de carbures type M_2C d'environ 45 nm et d'intermétalliques NiAl supposés de 2 à 3 nm . Il présente également des inclusions de type nitrure d'aluminium AlN d'environ 5 μm . Les résultats sont en accord avec l'étude présentée par Abdesselam *et al.* [10].

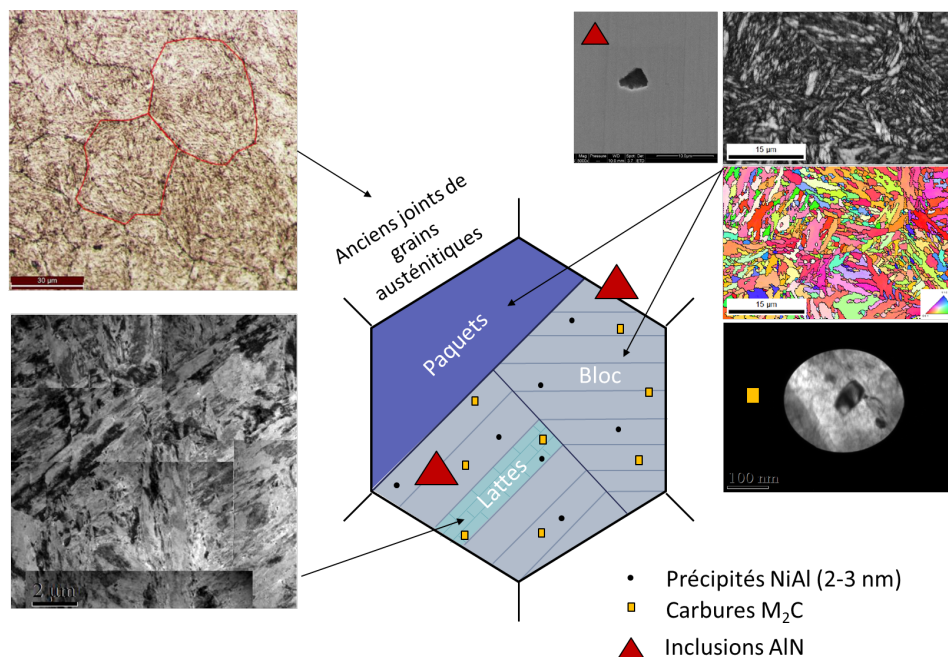


FIGURE 2 – Analyse microstructurale multi-échelle de l'acier étudié

3 Tenue en fatigue et en corrosion

3.1 Comportement mécanique sous chargement cyclique

L'acier étudié dispose de très hautes propriétés mécaniques ($R_m = 2200MPa$, $R_{p0,2} = 1800MPa$), stables jusqu'à $400^\circ C$. Sa tenue en fatigue, pour des chargements cycliques en traction, à rapport de charge nul, a été étudiée à l'air à température ambiante [10]. Le matériau présente une courbe S-N avec un point d'inflexion, ou plateau, entre les domaines à grand nombre de cycle (HCF) et très grand nombre de cycles (VHCF).

Il présente une importante sensibilité aux défauts, se traduisant par une forte variabilité des durées de vie mesurées expérimentalement. Cependant, deux scénarios de rupture peuvent être distingués à partir de l'initiation de fissures sur une inclusion AlN en surface (HCF), ou en interne (VHCF). Les résultats de cette étude [10] ainsi que des essais complémentaires de fatigue et d'écroutissage cyclique à l'air seront une base de comparaison pour l'étude en fatigue-corrosion.

3.2 Sensibilité à l'environnement

L'environnement vu par une structure aéronautique est varié et donc difficile à évaluer précisément. Il a donc été choisi de se placer dans un premier temps dans un milieu modèle favorisant la corrosion par piqûres, et à température ambiante. Le milieu choisi est une solution aqueuse contenant 5 g/L de NaCl (aérée, pH neutre, $20^\circ C$). D'après les résultats des premiers essais d'immersion à potentiel libre et imposé (Fig. 3), le métal est susceptible de développer une couche d'oxyde ou d'hydroxyde en milieu aqueux neutre, le protégeant de la corrosion uniforme. Néanmoins, la rupture locale de cette couche d'oxyde entraîne l'initiation de piqûres de corrosion. Par ailleurs, les nombreuses hétérogénéités microstructurales de cet acier pourraient, par couplage galvanique local, initier une autre forme de corrosion localisée, assimilable visuellement aux piqûres de corrosion par rupture de film passif. Les conditions d'initiation et de propagation de ces défauts de corrosion localisée, en présence ou non d'une contrainte, doivent être évaluées plus précisément.

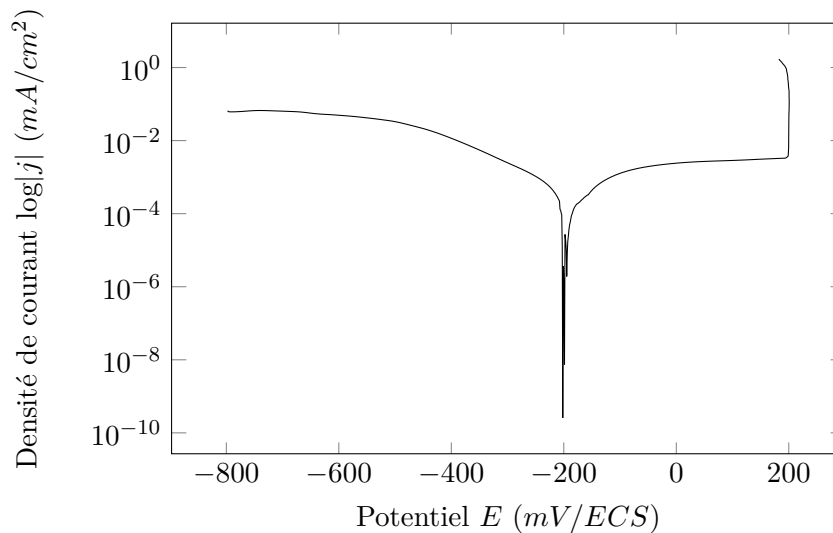


FIGURE 3 – Courbe de polarisation après polarisation cathodique et balayage depuis $-800mV$ à $1mV/s$ en milieu neutre aérée contenant 0,5% NaCl

D'autre part, la corrosion du métal n'est possible qu'en présence d'une réaction cathodique, la réduction du milieu. En milieu aqueux, celle-ci peut conduire à la formation d'hydrogène et par diffusion et piégeage dans le métal, à des phénomènes de fragilisation par hydrogène. Dans le cas du matériau d'étude, les essais de chargement cathodique puis dosage par thermo désorption, montrent qu'une dizaine de ppm d'hydrogène est susceptible de diffuser et de se piéger au sein du métal. Pour aller plus

loin et estimer la contribution de l'hydrogène à l'endommagement, son effet sur la tenue mécanique doit être étudié.

L'environnement, et plus particulièrement la corrosion par piqûres, peut donc interagir avec l'endommagement en fatigue sur plusieurs points : générer un défaut alors site préférentiel pour l'amorçage de fissure, assister la propagation par dissolution en pointe de fissure, et fragiliser le métal par l'hydrogène produit par la réaction cathodique.

4 Endommagement en fatigue-corrosion

L'étude de l'endommagement en fatigue-corrosion se situe à l'interface entre l'étude du matériau et de sa microstructure, sa réponse aux sollicitations mécaniques externes auxquelles il est soumis et l'environnement dans lequel il évolue. Des essais mécaniques en milieu aqueux doivent donc être mis en place afin d'observer la synergie des phénomènes physiques mis en jeu. Néanmoins, pour aller plus loin dans la compréhension, il est nécessaire de les coupler à des observations optiques et à un suivi des réactions électrochimiques. En se basant sur l'étude indépendante des phénomènes et les premiers essais mécaniques réalisés en milieu, plusieurs pistes de travail ont été identifiées. Chacun des paragraphes suivants détaille donc la méthode expérimentale adoptée, les premiers résultats et perspectives de ces différentes pistes d'étude.

4.1 Amorçage de fissures sur piqûres de corrosion

Des éprouvettes cylindriques ($R_a < 0,1\mu m$) d'une section $20mm^2$ sont testées en milieu aqueux, à rapport de charge nul et à une fréquence de $10Hz$, selon un dispositif inspiré des travaux de El May [3] (Fig. 4). Les niveaux de contraintes appliqués se situent, en comparaison, dans les domaines HCF et VHCF pour des essais de fatigue à l'air [10]. L'analyse des éprouvettes après essai et des faciès de rupture (site d'initiation, taille de fissure, mode de rupture) apportent des éléments de compréhension au mécanisme d'endommagement en fatigue-corrosion.

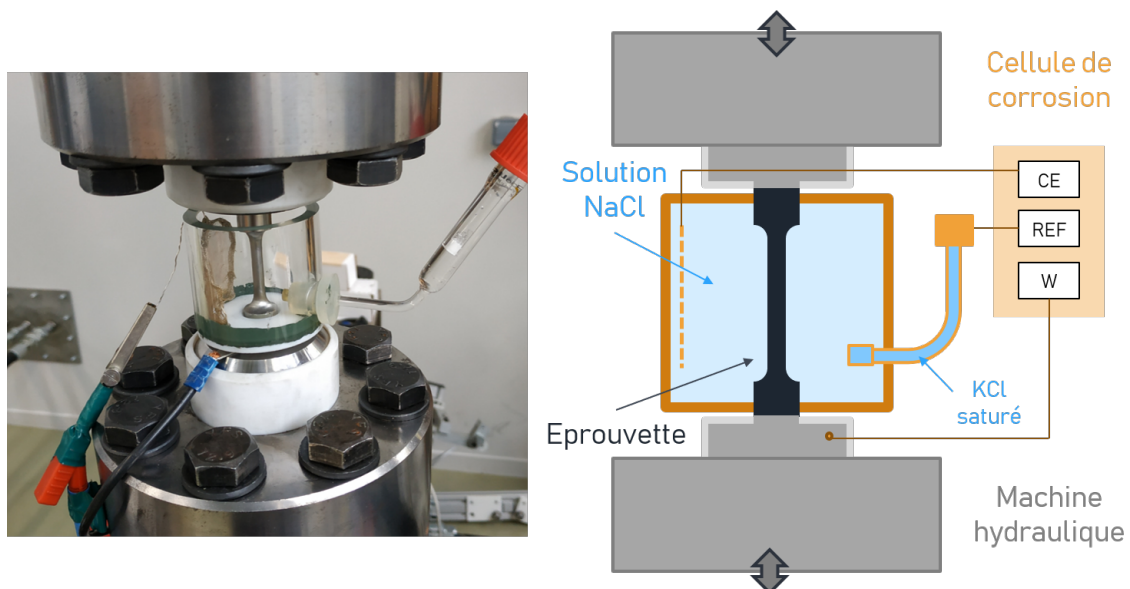


FIGURE 4 – Dispositif d'essais en fatigue-corrosion

Pour un niveau de contrainte se situant à l'air dans le domaine VHCF, les premiers essais montrent que l'amorçage de fissures s'effectue en milieu modèle sur une piqûre de corrosion d'environ $50\mu m$. Aucune inclusion n'a pu pour l'instant être identifiée à proximité. La fissure principale se propage ensuite de façon intergranulaire fragile jusqu'à atteindre un diamètre critique, correspondant à la ténacité du matériau à l'air et conduisant à la rupture finale ductile. Du fait du transfert de l'amorçage interne vers la surface, la durée de vie totale est abattue. Ces essais seront poursuivis à différents niveaux de

contraintes afin d'extraire les conditions spécifiques à l'amorçage et à la propagation de fissures jusqu'à rupture de l'éprouvette.

4.2 Effet de la mécanique sur la corrosion

Tout au long de l'essai de fatigue-corrosion, l'éprouvette est à potentiel libre. Néanmoins, grâce à un système à 3 électrodes (éprouvette en tant qu'électrode de travail, référence au calomel saturée et contre-électrode de platine) relié à un potentiostat, des mesures d'impédance (EIS) à haute fréquence ($0,1 - 1\text{Hz}$ à 10kHz , amplitude de 10mV), considérées non destructrices, sont réalisées toutes les 20 à 60 minutes afin d'évaluer l'évolution de la réactivité électrochimique de surface en situation de chargement. A titre comparatif, des immersions d'échantillons à potentiel libre avec des mesures EIS similaires sont réalisées sur des échantillons non sollicités, sur une durée équivalente à celle d'un essai de fatigue-corrosion.

Les premiers résultats montrent que des échantillons poli 2400 SiC puis immergés en milieu modèle 20h à potentiel libre ne présentent pas de corrosion. Leur potentiel libre augmente et la réactivité de leur surface diminue continuellement. Les résultats sont identiques sur des éprouvettes non sollicitées. Or, lors des essais de fatigue-corrosion (temps d'essais $< 20\text{h}$), des piqûres de corrosion sont visibles dès les premiers cycles. Il est donc nécessaire d'une part d'approfondir l'analyse des suivis électrochimiques lors des essais de fatigue, et d'autre part, de réaliser des essais avec suivi optique 2D ou 3D sur éprouvettes lisses ou cylindriques afin de quantifier l'impact d'un chargement mécanique statique et cyclique sur la probabilité d'apparition de piqûres et leur évolution.

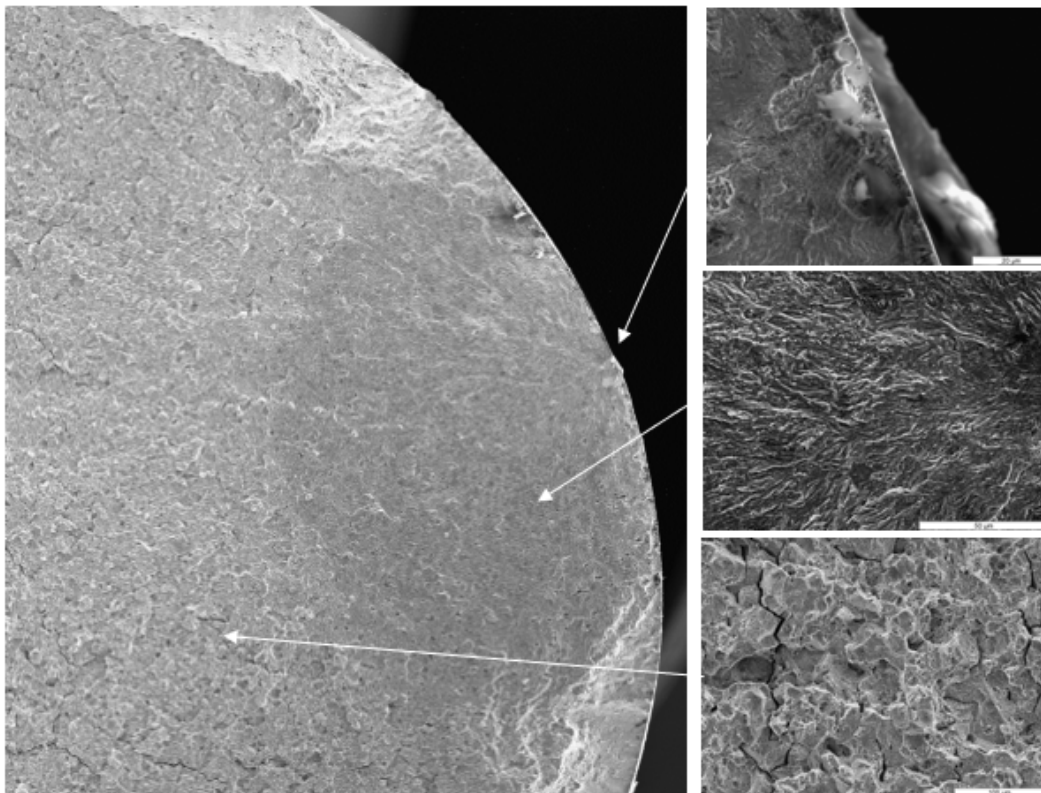


FIGURE 5 – Faciès de rupture après essai de fatigue en milieu aqueux

4.3 Effets de synergie

Afin d'identifier les paramètres prépondérants et de souligner les effets de synergie des processus, des essais de fatigue dans les mêmes conditions de chargement sont réalisés à l'air sur des éprouvettes pré-corrodées ou contenant un défaut similaire à une piqûre de corrosion et des éprouvettes

préchargées en hydrogène. L'objectif est de développer un plan d'expérience permettant de découpler les phénomènes. Une analyse optique fine des éprouvettes et des faciès de rupture doit permettre une meilleure compréhension de la contribution des différents facteurs d'influence dans le mécanisme d'endommagement.

5 Conclusion

Le matériau d'étude présente une microstructure complexe et très hétérogène, lui permettant d'atteindre de hautes performances mécaniques. Les propriétés et les mécanismes d'endommagement en fatigue à l'air sont similaires à ceux retrouvés généralement sur les aciers haute résistance, avec une durée de vie étroitement liée à la distribution inclusionnaire. Bien qu'il ne dispose pas de la chimie d'un acier inoxydable, l'acier maraging montre un comportement passif en milieu neutre contenant une faible quantité de NaCl et à température ambiante. Néanmoins, il présente une sensibilité importante à la corrosion par piqûres et à l'introduction d'hydrogène dans ce milieu. Ceci pourrait en partie être attribué au grand nombre d'hétérogénéités microstructurale.

Le mécanisme d'endommagement en fatigue-corrosion semble, d'après les premiers résultats, bien décrit par le modèle conceptuel de Goswami et Hoepfner [2]. Tout comme à l'air, une grande variabilité des durées de vie est observée pour un même chargement en milieu. Les piqûres à l'origine de l'amorçage semblent cependant avoir des dimensions caractéristiques, et suggèrent qu'une approche de mécanique linéaire de la rupture est cohérente. Néanmoins, pour mieux estimer la durée de vie du matériau en fatigue-corrosion, il est nécessaire d'évaluer et de prendre en compte les effets de synergie observés, tels que l'effet de la mécanique sur les mécanismes et la cinétique de corrosion par piqûres. La démarche expérimentale doit donc être poursuivie en ce sens.

Remerciements

Les auteurs tiennent à remercier Safran Aircraft Engines pour leur soutien financier et l'investissement de ses équipes dans ce projet de recherche.

Références

- [1] D.J. McAdam. Stress-strain relationships and the corrosion-fatigue of metals *Proc. ASTM*, 26 (1926) 224–254.
- [2] D.W. Hoepfner and T.K. Goswami. Pitting corrosion fatigue of aircraft materials - A review *USAF*, San Antonio, 1993.
- [3] M. El May, N. Saintier, T. Palin-Luc, O. Devos and O. Brucelle. Modelling of corrosion fatigue crack initiation on martensitic stainless steel in high cycle fatigue regime *Corros. Sci.*, 133 (2018) 397–405.
- [4] P. Shi and S. Mahadevan. Damage tolerance approach for probabilistic pitting corrosion fatigue life prediction *Eng. Fract. Mech.*, 68 (2011) 1493–1507.
- [5] E. Arzaghi, R. Abbassi, V. Garaniya, J. Binns, C. Chin, N. Khakzad and G. Reniers. Developing a dynamic model for pitting and corrosion-fatigue damage of subsea pipelines *Ocean Eng.*, 150 (2018) 391–396.
- [6] Y. Kondo. Prediction of fatigue crack initiation life based on pit growth *Corrosion*, 45 (1989) 7–11.
- [7] R. Pelloux and J.M. Genkin. *Fatigue of Materials and Structures : Fundamentals Wiley Library*, 2013.
- [8] T. Magnin et J. Stolarz. Mécanismes d'endommagement en fatigue-corrosion *J. Phys. IV*, 8 (1998) 105-114.
- [9] S. Frappart, X. Feaugas, J. Creus, F. Thebault, L. Delattre and H. Marchebois. Study of hydrogen diffusion and segregation into Fe-C-Co martensitic HSLA steel using electrochemical permeation test *J. Physics and Chem Sol*, 71 (2010) 1467-1479.
- [10] H. Abdesselam, J. Crepin, A. Pineau, A.L. Rouffie, P. Gaborit, L. Menut-Tournadre and T.F. Morgeneyer. On the crystallographic, stage I-like, character of fine granular area formation in internal fish-eye fatigue cracks *Int. J. Fatigue*, 106 (2018) 132-142.