

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

CARACTÉRISATION CINÉTIQUE ET FRACTOGRAPHIQUE DE LA RUPTURE
SOUS-CRITIQUE ASSISTÉE PAR L'HYDROGÈNE DANS L'ACIER
MARTENSITIQUE SAE 4135

ETIENNE VERNIQUET
DÉPARTEMENT DE MÉTALLURGIE ET DE GÉNIE DES MATÉRIAUX
ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

MÉMOIRE PRÉSENTÉ EN VUE DE L'OBTENTION
DU DIPLÔME DE MAÎTRISE ÈS SCIENCES APPLIQUÉES
(GÉNIE MÉTALLURGIQUE)
NOVEMBRE 1997



National Library
of Canada

Acquisitions and
Bibliographic Services

395 Wellington Street
Ottawa ON K1A 0N4
Canada

Bibliothèque nationale
du Canada

Acquisitions et
services bibliographiques

395, rue Wellington
Ottawa ON K1A 0N4
Canada

Your file Votre référence

Our file Notre référence

The author has granted a non-exclusive licence allowing the National Library of Canada to reproduce, loan, distribute or sell copies of this thesis in microform, paper or electronic formats.

The author retains ownership of the copyright in this thesis. Neither the thesis nor substantial extracts from it may be printed or otherwise reproduced without the author's permission.

L'auteur a accordé une licence non exclusive permettant à la Bibliothèque nationale du Canada de reproduire, prêter, distribuer ou vendre des copies de cette thèse sous la forme de microfiche/film, de reproduction sur papier ou sur format électronique.

L'auteur conserve la propriété du droit d'auteur qui protège cette thèse. Ni la thèse ni des extraits substantiels de celle-ci ne doivent être imprimés ou autrement reproduits sans son autorisation.

0-612-33193-8

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

Ce mémoire intitulé :

CARACTÉRISATION CINÉTIQUE ET FRACTOGRAPHIQUE DE LA RUPTURE
SOUS-CRITIQUE ASSISTÉE PAR L'HYDROGÈNE DANS L'ACIER
MARTENSITIQUE SAE 4135

Présenté par : VERNIQUET Etienne

en vue de l'obtention du diplôme de : Maîtrise ès sciences appliquées

a été accepté par le jury d'examen constitué de :

M. SAVADOGO Oumarou, Doctorat d'État., président

M. DICKSON John Ivan, Ph.D., membre et directeur de recherche

M. LANTEIGNE Jacques, D.Sc.A., membre et codirecteur de recherche

M. ROBERGE Réal, Ph.D., membre

REMERCIEMENTS

Je souhaite exprimer tout d'abord ma reconnaissance à l'ensemble du personnel de l'ancien service Technologie des Matériaux de l'Institut de Recherche d'Hydro-Québec, dirigé par le Dr. Raymond ROBERGE, pour m'avoir accueilli pendant la durée de ce projet. Mes remerciements s'adressent plus particulièrement au Dr. Réal ROBERGE pour la confiance et les responsabilités qu'il m'a accordées, son soutien financier, sa disponibilité et son support scientifique.

Je tiens également à remercier le Professeur J. Ivan DICKSON à l'École Polytechnique, mon directeur de recherche, et le Dr. Jacques LANTEIGNE, codirecteur à l'IREQ, pour l'enrichissement qu'il m'ont apporté en encadrant ces travaux.

Cette étude est le résultat d'une collaboration multiple. Je voudrais souligner à ce sujet l'assistance remarquable du personnel du département de métallurgie et de génie des matériaux de l'École Polytechnique. Mes remerciements vont également à mes collègues de l'IREQ que j'ai de nombreuses fois sollicités : Nancy MÉNARD, ingénieure, Serge LALONDE et Raphaël NADI, chercheurs, et Carlo BAILLARGEON, technicien.

Enfin, je tiens à remercier chaleureusement mes parents et ma famille pour leur soutien exceptionnel. La confiance qu'ils m'ont témoignée et leurs encouragements continuels m'ont été indispensables pour mener cette entreprise à son terme.

RÉSUMÉ

À l'Institut de Recherche d'Hydro-Québec (IREQ), le problème des ruptures prématurées de barre d'ancrage de pylône le long des lignes de transport à haute tension fait l'objet d'une attention soutenue depuis de nombreuses années. Quelques unes de ces défaillances ont été reliées à un phénomène de fragilisation par l'hydrogène. Cette étude a donc été entreprise pour caractériser la susceptibilité à la rupture assistée par l'hydrogène (HAC) de l'acier SAE 4135 trempé et revenu à résistance modérée. Nos efforts se sont concentrés sur la détermination de l'effet de l'hydrogène sur le comportement sous-critique des fissures sous charge constante et en fatigue. Les expériences se sont déroulées sous polarisation cathodique, en solution alcaline désaérée, sur des éprouvettes de mécanique de rupture préfissurées. Nous avons utilisé la microscopie électronique à balayage pour caractériser les modes de rupture.

Le chargement cathodique *in situ* a induit une rupture lente sous charge constante à des facteurs d'intensité de contrainte (K) plutôt faibles. Des seuils de propagation K_{IH} qui dépendent normalement de la température de revenu, existent. Cependant, nous avons trouvé qu'ils sont plutôt peu influencés par la variation de l'intensité de la polarisation sur l'intervalle considéré (de $-1,1 V_{ECS}$ à $-1,4 V_{ECS}$). À l'approche de la ténacité, une polarisation cathodique intense a occasionné le départ prématuré de l'instabilité. Les vitesses de fissuration ont été contrôlées sur un large intervalle de K intermédiaires, par

l'étape la plus lente du mécanisme physico-chimique de l'approvisionnement en hydrogène. À des potentiels aussi cathodiques que $-1,4$ V par rapport à l'électrode de calomel saturé (ECS), c'est le transport à travers la matrice métallique qui semble avoir été l'étape limitante. Cependant, l'évolution vers des valeurs de potentiel moins cathodique pourrait s'être accompagnée graduellement d'un changement de contrôle de cinétique assuré dès lors par les réactions de surface.

L'hydrogène cathodique a accéléré significativement les vitesses de propagation en fatigue aux faibles amplitudes de facteur d'intensité de contrainte (ΔK). L'accroissement du rapport de chargement et la diminution de la fréquence ont augmenté davantage les vitesses de fissuration. Cependant les seuils de fatigue n'ont pas été affectés par la polarisation cathodique. Pour des valeurs de ΔK intermédiaires, nous avons encore observé des régimes où la vitesse de propagation fut limitée à des taux instantanés comparables à ceux déterminés sous contrainte statique. Ces régimes n'ont pas semblé être sensibles ni au rapport de chargement ni à la fréquence.

Les observations MEB ont montré que les fissures se sont propagées dans la proximité des joints des anciens grains d'austénite et le long des interfaces des lattes de martensite. Nous avons trouvé de nombreux indices de microplasticité accompagnant le quasi clivage et la séparation intergranulaire. En fatigue-fragilisation, l'intensification de la déformation

plastique due à la variation cyclique des contraintes, n'a apparemment pas engendré de changement majeur dans le chemin de fissuration et la texture des faciès.

Enfin, nous avons discuté des résultats autour du mécanisme de fissuration responsable de la rupture HAC des aciers à résistance modérée. En se basant sur des interactions connues de l'hydrogène avec les réseaux métalliques, nous avons évalué la compatibilité des mesures cinétiques avec un mécanisme qui implique :

- i) le transport de l'hydrogène par les dislocations vers des sites d'accumulation,
- ii) l'amorçage gouverné par un critère de rupture de décohésion modifié, en avant du front de fissure, dans la zone de contrainte hydrostatique, aux sites de piégeage,
- iii) et en dernier lieu, la jonction entre les sites de piégeage par glissement localisé à faible intensité de contrainte, ou le déchirement ductile à forte intensité de contrainte.

ABSTRACT

At Hydro-Québec Research Institute (IREQ), anchor bars of high voltage transmission pylon failures have been being of great concern for many years. Some of them have been seen as the result of hydrogen embrittlement. This study was undertaken to characterize the susceptibility to hydrogen assisted cracking (HAC) of a medium strength SAE 4135 quenched-and-tempered steel. Emphasis was placed on the effects of hydrogen on the subcritical cracking behavior under sustained load and during fatigue. Experiments were carried out in an alkaline deaerated aqueous solution on pre-cracked specimens during *in situ* cathodic polarization. Fracture modes were investigated by means of scanning electron microscopy (SEM).

In situ charging induced slow cracking under sustained load at unexpected low stress intensity factors (K). Propagation thresholds were found to depend mainly upon the tempering temperature, and were quite insensitive to the cathodic potential in the range investigated. At the approach of the fracture toughness, intensive polarization promoted an early onset of the crack instability. Subcritical crack growth kinetics were found to be controlled over a broad range of intermediate K by the slowest elemental step in the process of hydrogen supply. At cathodic potentials as low as -1,4 V with respect to a saturated calomel electrode (SCE), transport of hydrogen through the bulk material was presumed to be the limiting step. However, the evolution of the applied potential

toward less cathodic values, is believed to result gradually in a change in the kinetics crack growth control. Under the $-1,4 V_{SCE}$ intensive polarization, bulk diffusion seems to be responsible for the limitation, while surface reactions may be the controlling step at $-1,1 V_{SCE}$, the lowest cathodic potential investigated.

Cathodic hydrogen strongly accelerated fatigue crack growth at low stress intensity factor amplitudes (ΔK). Increasing the stress ratio and decreasing the frequency caused crack propagation to be further enhanced. However the fatigue thresholds were not influenced by hydrogen. At medium ΔK values, the crack propagation curves displayed a crack propagation plateau where the instantaneous velocities da/dt agreed fairly well with the hydrogen-induced crack propagation velocities during static loading. No major influence of stress ratio and frequency were observed in that region.

SEM observations showed that cracks lied mainly along interlath and prior austenite grain boundaries. Detailed examinations provided also a great deal of evidence that quasi cleavage, as well as the intergranular separation, were accompanied by microplasticity. During fatigue-embrittlement, cracking modes were found to be apparently identical to those during the static tests despite massive cycling stress induced dislocation gliding.

Lastly, the results have been discussed qualitatively in terms of the mechanism responsible for the degradation of moderate strength steels. In conjunction with formerly

proposed hydrogen-lattice interactions, the consistence of the present kinetic measurements has been considered with a mechanism that involves:

- i) hydrogen transport by dislocations toward trapping sites,
- ii) initiation at trapping sites governed by a modified decohesion criterion, ahead the crack front in the hydrostatic stress zone,
- iii) and finally, propagation between initiation sites by localized gliding at low stress intensities, and by massive plastic tearing at high stress intensities.

TABLE DES MATIÈRES

REMERCIEMENTS.....	iv
RÉSUMÉ.....	v
ABSTRACT.....	viii
TABLE DES MATIÈRES	xi
LISTE DES TABLEAUX.....	xv
LISTE DES FIGURES	xvi
LISTE DES ANNEXES	xix
LISTE DES SIGLES ET DES ABRÉVIATIONS.....	xxi
AVANT-PROPOS	xxiv
 INTRODUCTION.....	 1
 1 CONTEXTE DES RUPTURES ET APPROCHE EXPÉRIMENTALE.....	 3
1.1 Problématique.....	3
1.1.1 Géométrie d'un pylône haubané.....	3
1.1.2 Les barres d'ancrage.....	5
1.1.3 Origines possibles de l'hydrogène	7
1.1.4 Rôle des défauts de surface	10
1.2 Fissuration assistée par l'environnement des aciers à haute résistance.....	14
1.2.1 Différents types de fragilisation par l'hydrogène.....	14
1.2.2 Évolution de l'hydrogène en surface et à l'intérieur d'un métal.....	18

1.3 Présentation des activités expérimentales.....	20
1.3.1 Recherche de solution au bris des barres d'ancrage.....	20
1.3.2 Choix des essais mécaniques	21
1.3.3 Choix d'un environnement de travail	24
 2 RUPTURE ASSISTÉE PAR L'HYDROGÈNE DANS LES ACIERS :	
MÉCANISMES ET SUSCEPTIBILITÉ	25
2.1 Mécanismes microscopiques.....	25
2.1.1 Historique des premières idées.....	25
2.1.2 La théorie de la décohésion.....	28
2.1.3 Plasticité facilitée par l'hydrogène.....	31
2.1.4 Les approches théoriques récentes de la rupture HAC.....	33
2.2 Rupture sous-critique des aciers à haute résistance.....	34
2.2.1 Environnements et aciers.....	34
2.2.2 Cinétique de fissuration.....	36
2.2.3 Morphologie de rupture.....	37
2.3 Effet de la limite d'élasticité.....	38
2.3.1 Comportement des aciers à résistance modérée	39
2.3.2 La chute de ductilité dans les aciers doux.....	39
2.4 Synthèse et positionnement de notre recherche	41
 3 MÉTHODOLOGIE ET CONCEPTION DE L'EXPÉRIMENTATION.....	43
3.1 Origine et caractérisation des matériaux.....	43
3.1.1 Matériau pour les essais de fissuration sous contrainte statique.....	43
3.1.2 Matériau pour les essais de fatigue	45
3.2 Choix et géométrie des éprouvettes de travail	47

3.2.1 Éprouvettes pour les essais statiques	47
3.2.2 Éprouvettes pour les essais de fatigue	49
3.3 Calibration, contrôle et mesure de la vitesse de fissuration	50
3.4 Dispositifs de polarisation cathodique	54
3.5 Procédure expérimentale	59
3.5.1 Essais WOL	59
3.5.2 Essais de fatigue	62
 4 RUPTURE ASSISTÉE PAR L'HYDROGÈNE SOUS CHARGE CONSTANTE	
DANS LE SAE 4135	64
4.1 Mesures de vitesses de fissuration da/dt	64
4.1.1 Profil général d'une courbe da/dt en fonction de K	64
4.1.2 Continuité et discontinuité de la propagation	65
4.1.3 Seuils et vitesses de plateau	68
4.1.4 Évolution vers l'instabilité	80
4.1.5 Contrôle de cinétique	84
4.2 Analyse fractographique de la rupture des éprouvettes WOL	89
4.2.1 Rupture en surcharge à l'air sans hydrogène	89
4.2.2 Aspects généraux de la rupture HAC	94
4.2.3 Détails microscopiques du quasi-clivage	97
4.2.4 Séparation intergranulaire dans le 4135TR480°C	99
4.2.5 Détails IG dans les 4135TR580°C et TR650°C	103
4.2.6 Faciès à l'approche de la rupture critique	105
4.2.7 Variation cyclique des contraintes	111

5 FATIGUE-PROPAGATION ASSISTÉE PAR L'HYDROGÈNE DANS LE SAE 4135	113
5.1 Mesures de vitesses de fissuration da/dN	113
5.1.1 Profil général	113
5.1.2 Effet de l'hydrogène sur le seuil de fatigue	118
5.1.3 Effet de l'hydrogène dans la Région I	118
5.1.4 Contrôle de cinétique dans la Région II	120
5.2 Caractérisation fractographique	122
 6 ÉBAUCHE D'UN MÉCANISME POUR LA RUPTURE ASSISTÉE PAR L'HYDROGÈNE DANS LE SAE 4135	 127
6.1 Tentative d'élaboration d'un critère de rupture	127
6.1.1 Étude fractographique : principales déductions	127
6.1.2 Choix d'un mécanisme de rupture	129
6.1.3 Critères de rupture et de propagation	132
6.2 Évolution qualitative de la cinétique de rupture	132
6.2.1 Autour du seuil d'intensité de contrainte statique	132
6.2.2 Évolution qualitative en fatigue-fragilisation	134
6.2.3 Contrôle dans le Stade II de la fragilisation par l'hydrogène	135
6.2.4 Instabilité plastique	137
 CONCLUSION	 138
RÉFÉRENCES	141
ANNEXES	152

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 3-1 : Composition chimique du SAE 4135.	46
Tableau 3-2 : Propriétés mécaniques et taille de grain du SAE 4135.....	47
Tableau 4-1 : Effet du potentiel sur le déclenchement de l'instabilité.....	83
Tableau 5-2 : Coefficient m dans l'intervalle de ΔK [8-15 MPa $\sqrt{m}$].....	119

LISTE DES FIGURES

Figure 1-1 : Configuration géométrique d'un pylône haubané.	4
Figure 1-2 : Diagrammes potentiel-pH du système zinc-eau.	9
Figure 1-3 : Fluctuations du potentiel de corrosion de l'acier galvanisé.....	10
Figure 1-4 : Schématisation de l'interface barre d'ancrage galvanisée/ciment.....	13
Figure 1-5 : Les principaux types de fragilisation par l'hydrogène.....	18
Figure 1-6 : Chargement en hydrogène de la zone plastique.....	20
Figure 3-1 : Fluctuations de la dureté Rockwell C dans le SAE 4135TR480°C.....	45
Figure 3-2 : Géométrie des éprouvettes pour les essais de fissuration.....	50
Figure 3-3 : Localisation des points de chargement sur une éprouvette WOL.....	53
Figure 3-4 : Circuit électrochimique.....	55
Figure 3-5 : Montage pour les essais de fissuration sous contrainte statique.	57
Figure 3-6 : Montage de fatigue en milieu électrochimique.....	58
Figure 3-7 : Séquence de chargement mécanique dans un essai WOL.....	62
Figure 4-1 : Les différents stades d'une courbe da/dt en fonction de K_I	65
Figure 4-2 : Profil de propagation sous charge constante.....	68
Figure 4-3 : Vitesse de propagation sous-critique dans le SAE 4135TR480°C.	72
Figure 4-4 : Vitesse de propagation sous-critique dans le SAE 4135TR580°C.	73

Figure 4-5 : Vitesse de propagation sous-critique dans le SAE 4135TR650°C.	74
Figure 4-6 : Vitesses de propagation sous-critique au potentiel de $-1.4 V_{ECS}$	77
Figure 4-7 : Vitesses de propagation sous-critique au potentiel de $-1.2 V_{ECS}$	78
Figure 4-8 : Vitesses de propagation sous-critique au potentiel de $-1,1 V_{ECS}$	79
Figure 4-9 : Effet de la polarisation à $-1,1 V_{ECS}$ sur la propagation de fissure.....	87
Figure 4-10 : Rupture en surcharge dans le SAE 4135TR580°C.....	92
Figure 4-11 : Rupture en surcharge dans le SAE 4135TR480°C.....	93
Figure 4-12 : Topographie HAC près de K_{IH} dans le SAE 4135TR480°C.....	96
Figure 4-13 : Topographie HAC près de K_{IH} dans le SAE 4135TR580°C.....	96
Figure 4-14 : Topographie HAC près de K_{IH} dans le SAE 4135TR650°C.....	97
Figure 4-15 : Détails microscopiques de la rupture du 4135TR480°C.	102
Figure 4-16 : Microplasticité aux anciens joints de grains d'austénite.....	104
Figure 4-17 : Déchirement ductile dans le domaine sous-critique à K_I élevé.....	109
Figure 4-18 : Transition ductile à fragile avec la vitesse de déformation.	110
Figure 4-19 : Chemin de fissuration en fatigue sous polarisation cathodique.....	112
Figure 5-1 : Vitesses de propagation en fatigue dans le 4135TR pour $R=0,1$	116
Figure 5-2 : Vitesses de propagation en fatigue dans le 4135TR pour $R=0,5$	117
Figure 5-3 : Effet de l'hydrogène sur da/dN dans la Région I.....	120
Figure 5-4 : Vitesses da/dt_{II} en fatigue et sous contrainte statique.....	122

Figure 5-5 : Rupture HAC transgranulaire dans le 4135TR commercial.....	125
Figure 5-6 : Microplasticité dans le 4135TR commercial.....	126

LISTE DES ANNEXES

Annexe I : Micrographies du SAE 4135TR480°C.	153
Annexe II : Micrographies du SAE 4135TR580°C.....	154
Annexe III : Micrographies du SAE 4135TR650°C.....	155
Annexe IV : Micrographies du SAE 4135TR pour les essais de fatigue.	156
Annexe V : Calibration des éprouvettes WOL.	157
Annexe VI : Vitesses da/dt dans le SAE 4135TR480°C / compilation.....	160
Annexe VII : Vitesses da/dt dans le SAE 4135TR480°C / -1,4 V_{ECS}	161
Annexe VIII : Vitesses da/dt dans le SAE 4135TR480°C / -1,2 V_{ECS}	162
Annexe IX : Vitesses da/dt dans le SAE 4135TR480°C / -1,1 V_{ECS}	163
Annexe X : Vitesses da/dt dans le SAE 4135TR580°C / compilation.....	164
Annexe XI : Vitesses da/dt dans le SAE 4135TR580°C / -1,4 V_{ECS}	165
Annexe XII : Vitesses da/dt dans le SAE 4135TR580°C / -1,2 V_{ECS}	166
Annexe XIII : Vitesses da/dt dans le SAE 4135TR580°C / -1,1 V_{ECS}	167
Annexe XIV : Vitesses da/dt dans le SAE 4135TR650°C / compilation.....	168
Annexe XV : Vitesses da/dt dans le SAE 4135TR650°C / -1,4 V_{ECS}	169
Annexe XVI : Vitesses da/dt dans le SAE 4135TR650°C / -1,2 V_{ECS}	170
Annexe XVII : Vitesses da/dt dans le SAE 4135TR650°C / -1,1 V_{ECS}	171
Annexe XVIII : Essais de ténacité dans le 4135TR480°C sur éprouvette WOL.	172

Annexe XIX : Essais de ténacité dans le 4135TR580°C sur éprouvette WOL.....	173
Annexe XX : Essais de ténacité dans le 4135TR650°C sur éprouvette WOL.....	174

LISTE DES SIGLES ET DES ABRÉVIATIONS

FPH :	Fragilisation par l'hydrogène.
CSC :	Corrosion sous contrainte.
HAC :	Rupture assistée par l'hydrogène (Hydrogen assisted cracking).
HELP :	Plasticité localisée facilitée par l'hydrogène (Hydrogen enhanced localised plasticity).
K_I :	Facteur d'intensité de contrainte en mode de déformation plane.
K_{IC} :	Ténacité en déformation plane.
K_{IH} :	Seuil d'intensité de contrainte en fragilisation par l'hydrogène.
K_Q :	Facteur d'intensité de contrainte de départ de rupture sous-critique dans un essai de ténacité.
K_{min} :	Facteur d'intensité de contrainte minimum au cours d'un cycle de fatigue.
K_{max} :	Facteur d'intensité de contrainte maximum au cours d'un cycle de fatigue, ou facteur d'intensité de contrainte maximum sous contrainte statique.
K_{eff} :	Facteur d'intensité de contrainte efficace.
R :	Rapport de chargement en fatigue.
ΔK_I :	Amplitude de facteur d'intensité de contrainte.
ΔK_{IS} :	Seuil de fatigue.
da/dt :	Vitesse instantanée de propagation de fissure.

da/dt_{II} :	Vitesse instantanée de propagation dans le Stade II contrôlé par l'approvisionnement en hydrogène.
da/dN :	Vitesse de propagation par cycle (en fatigue).
da/dN_{II} :	Vitesse de propagation par cycle dans la Région II de la fatigue fragilisation contrôlée par l'approvisionnement de l'hydrogène.
da/dN_I :	Vitesse de propagation par cycle dans la Région I de la fatigue-fragilisation contrôlée par l'amplitude de contrainte.
W :	Longueur de la plage de fissuration.
B :	Épaisseur de l'éprouvette.
a :	Longueur de fissure.
a/W :	Longueur de fissure adimensionnelle.
H_{ads} :	Atome d'hydrogène adsorbé en surface.
H_{abs} :	Atome d'hydrogène absorbé en volume.
WOL :	Wedge Opening Loading.
σ_{ys} :	Limite d'élasticité mesurée à 0,2 % de déformation.
σ_{uts} :	Résistance ultime.
ECS :	Électrode au Calomel Saturé.
HRC :	Unité de dureté Rockwell C.
$MPa\sqrt{m}$:	Unité de facteur d'intensité de contrainte.

TR	:	Trempé et revenu.
MEB	:	Microscopie électronique à balayage.
IG	:	Rupture intergranulaire.
QC	:	Quasi-clivage.
MVC	:	Coalescence de microvides (Microvoid coalescence).
SC	:	Rupture secondaire (Secondary cracking).
CrMo	:	Acier chrome-molybdène
NiCrMo	:	Acier Nickel-Chrome-Molybdène

AVANT-PROPOS

Les travaux de maîtrise présentés ici ont fait l'objet d'un contrat de service professionnel soumis par le Centre de Recherche d'Hydro-Québec (IREQ) au Centre de Développement Technologique (CDT) de l'École Polytechnique de Montréal. Le choix du sujet et les objectifs ont donc été déterminés en priorité en fonction des besoins d'Hydro-Québec. Ils s'inscrivent dans le cadre d'un projet de longue durée visant à améliorer la conception des ancrages des pylônes haubanés. Aussi, bien que les activités décrites dans le présent rapport aient un caractère purement scientifique, un effort a-t-il été fait pour situer les travaux et leur intérêt potentiel dans le contexte technologique.

INTRODUCTION

Dans les quinze dernières années un certain nombre de ruptures prématurées de barre d'ancrage de pylône haubané ont été constatées le long du réseau de transport d'Hydro-Québec. Ce type de pylône est surtout utilisé sur les lignes haute tension (735 kV) qui transportent le courant électrique depuis les sites éloignés de production dans le nord du Québec vers les lieux de consommation. Le problème retient l'attention des ingénieurs des divisions concernées car les conséquences de telles ruptures peuvent être catastrophiques. En effet la stabilité d'un pylône peut être gravement affectée par la défaillance d'un des ancrages. Une réparation urgente et coûteuse s'impose dans ce cas, afin d'éviter un affaissement total de la structure.

Les spécialistes de L'IREQ ont été consultés pour élucider les causes de la ruine prématurée de ces barres d'acier. Les premières analyses fractographiques ont révélé que certaines pièces avaient brisé de manière anormalement fragile (Nguyen Duy et collaborateurs 1980). Selon l'analyse de la configuration chimique et électrochimique de l'ancrage de pylône haubané, l'eau en contact avec la surface des barres peut se réduire en hydrogène. Or l'hydrogène est bien connu pour provoquer une perte de ductilité dans les aciers structuraux à haute résistance. À cause sa petite taille atomique il est capable de s'insinuer dans les réseaux métalliques. Le milieu ainsi pollué se montre beaucoup plus propice à l'amorçage et à la propagation de fissures fragiles. Par conséquent, le

phénomène communément appelé "fragilisation par l'hydrogène" (FPH) fut identifié comme une cause très probable aux bris des barres d'ancrage.

Cette conclusion a motivé le lancement d'un projet de recherche d'envergure visant à étudier la susceptibilité à la fragilisation par l'hydrogène de l'acier de fabrication. L'objectif initial était de quantifier la susceptibilité de manière à définir un critère de qualité sur la taille critique des défauts de surface capables d'amorcer des fissures fragiles. Puis, au fur et à mesure des développements expérimentaux, il est apparu que la compréhension précise de la façon dont se dégrade le matériau, pourrait servir utilement à l'élaboration de solutions efficaces au problème des barres d'ancrage. Par exemple, elle pourrait orienter efficacement le choix d'une nouvelle nuance d'acier ou d'un autre traitement thermique. Les objectifs se sont donc enrichis d'une caractérisation cinétique et fractographique de la fissuration assistée par l'hydrogène (fissuration HAC) et ont donné lieu à la définition du sujet de la présente maîtrise.

Nous présentons ici les résultats des activités de recherche menées dans le cadre de la collaboration entre l'IREQ et l'École Polytechnique de Montréal, pour :

1. déterminer le comportement cinétique de la fissuration HAC de l'acier SAE 4135,
2. caractériser ses modes de rupture,
3. et tenter de comprendre les mécanismes mis en jeu.

1 CONTEXTE DES RUPTURES ET APPROCHE EXPÉRIMENTALE

Ce premier chapitre a pour objet d'expliciter les raisons sous-jacentes au choix des activités expérimentales et des paramètres étudiés en fonction des objectifs poursuivis. En premier lieu, nous abordons la problématique de la rupture des barres d'ancrage (environnement, matériau, contraintes et défauts) pour cerner le contexte physico-chimique des ruptures. Ensuite, nous situons ce contexte dans le vaste domaine des ruptures assistées par l'hydrogène. Enfin, dans un dernier temps, nous tentons de justifier l'approche expérimentale choisie pour maximiser la portée technologique des résultats pour Hydro-Québec. Ce chapitre est aussi l'occasion de préciser quelques concepts de base de la fragilisation par l'hydrogène et quelques considérations techniques spécifiques aux barres d'ancrage qui sont utiles à la compréhension du reste du document.

1.1 Problématique

1.1.1 Géométrie d'un pylône haubané

Les pylônes haubanés dont il est question ici ont une géométrie en "V" et sont dotés d'une base articulée. Quatre haubans, amarrés au sol par des barres d'ancrage profondément enfouies et scellées dans un coulis de ciment, ont pour fonction de stabiliser la structure (Figure 1-1). Les haubans exercent des tensions dans le sens axial

des barres. De plus sous l'effet du vent le pylône peut adopter un mouvement d'oscillation qui se répercute au niveau des ancrages par des contraintes dynamiques. Les barres ont donc été proportionnées en fonction des caractéristiques de l'acier de fabrication pour résister à un certain niveau de contrainte nominal ainsi qu'à l'endommagement en fatigue. Il est aussi important de noter que le coulis ne remplit pas les trous de forage jusqu'au ras du sol. En effet selon les spécifications d'Hydro-Québec (Supino 1978) une portion de la barre d'ancrage doit dépasser du coulis, l'espace restant étant comblé avec du gravier.

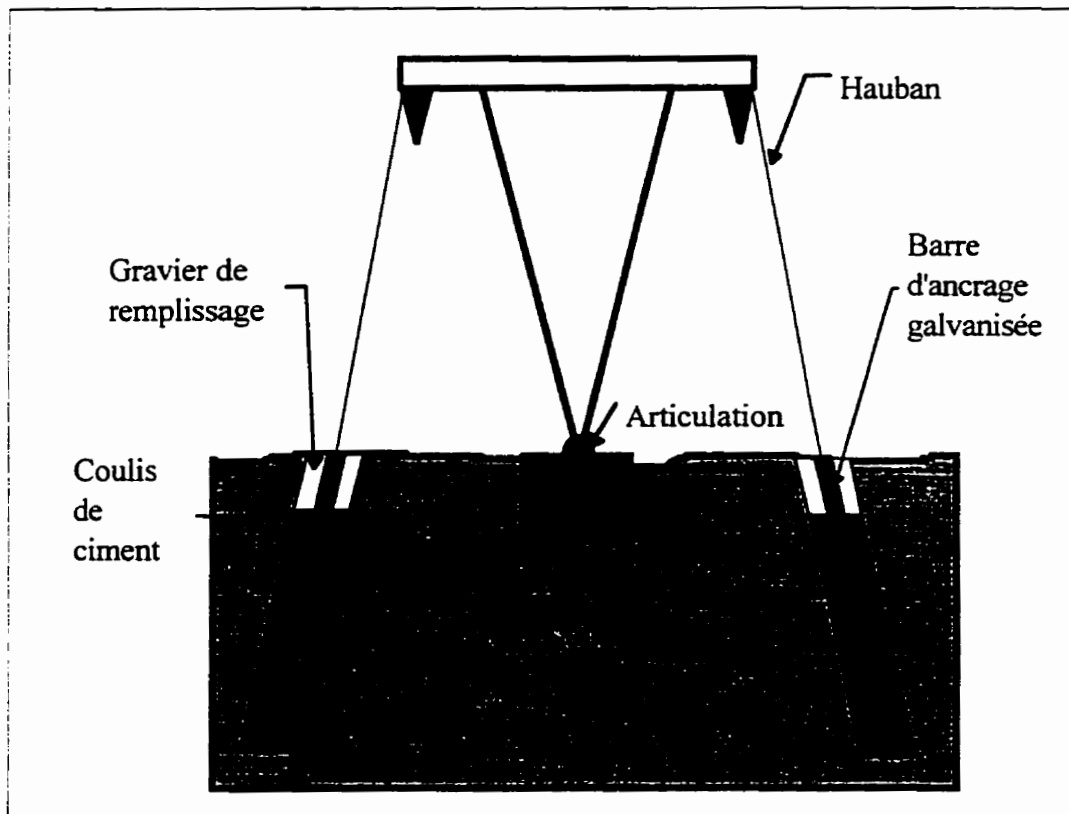


Figure 1-1 : Configuration géométrique d'un pylône haubané.

1.1.2 Les barres d'ancrage

Il existe trois catégories de barres d'ancrage : type A ($\varnothing 1\frac{1}{4} = 3,17$ cm), type B ($\varnothing 1\frac{1}{2} = 3,81$ cm), type C ($\varnothing 1\frac{3}{4} = 4,44$ cm). Leur longueur est de 20 pieds pour tous les types. Les extrémités sont filetées pour recevoir un manchon pour l'accouplement bout à bout de deux barres. Dans la réalité l'assemblage de trois barres d'une longueur totale de 20 m est courant.

Les barres sont produites à partir de billettes d'un acier "chrome-molybdène" (CrMo) qui répond à la spécification nord-américaine SAE 4135. Pour améliorer l'adhérence avec le ciment dans lequel elles sont destinées à être scellées, leur surface est hérissée de crénelures imprimées par forgeage. Par la suite une trempe de durcissement (à l'huile) leur est appliquée. Enfin les barres sont adoucies par un revenu à des températures avoisinant 600°C. La structure martensitique finale a typiquement une dureté d'environ 35 HRC. Le SAE 4135TR peut être qualifié d'acier à résistance modérée puisque sa limite élastique s'établit aux environs de 900 MPa et sa limite à la rupture autour de 1 200 MPa. Précisons qu'aucune recommandation précise concernant ni la dureté finale du matériau ni les paramètres de traitement thermique n'est spécifiée clairement dans les directives techniques (Spécification technique normalisée. SN-42.5 (juillet 1996). V.-p. Ingénierie et Services. Hydro-Québec). Aussi, peut-on s'attendre à ce que la structure

métallurgique du matériau, et par conséquent sa sensibilité à divers types de fragilisation dont la fragilisation par l'hydrogène, varie d'un lot de barres à l'autre.

Le recours à une couche de galvanisation est très discutable dans les applications où les pièces sont enrobées dans du ciment ou du béton. Pourtant la surface des barres d'ancrage est intégralement galvanisée. Le recours à la galvanisation est probablement justifié par le besoin de prémunir contre la corrosion atmosphérique et aqueuse, les quelques dizaines de centimètres émergents du sol de la première des barres de l'assemblage (cf. Figure 1-1). Peut-être y a-t-il aussi un intérêt à galvaniser les barres pour les protéger lors de l'entreposage. De toute évidence les inconvénients liés à l'interaction électrochimique du ciment avec le zinc n'a pas ici été prise en compte. Le traitement de galvanisation se déroule habituellement en trois étapes. Les pièces sont préalablement nettoyées chimiquement dans un bain d'acide sulfurique concentré. Les premières couches atomiques sont ainsi rapidement dissoutes au contact de l'acide éliminant du même coup toutes les souillures et autres graisses polluant les surfaces. Ensuite les barres sont apprêtées pour la galvanisation par un traitement de "fluxing" dont le rôle est d'améliorer l'adhérence du zinc sur le substrat métallique. Enfin la dernière étape consiste à immerger totalement les pièces dans un bain de zinc en fusion. À la sortie du bain, une couche de galvanisation se solidifie rapidement. Son épaisseur atteint en moyenne une centaine de microns.

1.1.3 Origines possibles de l'hydrogène

Deux des sources d'hydrogène les plus probables ont fait l'objet d'une attention particulière chez HYDRO-QUÉBEC. Il s'agit de l'introduction de H lors du décapage chimique précédant la galvanisation, et le dégagement cathodique d'hydrogène lors de la corrosion des couches de galvanisation dans les pâtes de ciment. Le détail de ces investigations dépasse évidemment le cadre de ce mémoire. Nous nous bornons donc dans la suite à justifier très brièvement l'origine électrochimique de l'hydrogène dans ces deux cas de figure.

Le décapage chimique précédant la galvanisation s'accompagne d'un très fort dégagement d'hydrogène. La réaction de dissolution métallique est équilibrée par la réduction du proton en hydrogène, très activée par l'acidité du milieu. Cette réaction produit sur l'ensemble de la surface un important dégagement d' H_2 . La concentration surfacique d'hydrogène est à cet instant maximale. Les conditions sont alors propices à la pénétration et à l'accumulation de l'hydrogène sous forme atomique dans le réseau métallique. Dès la sortie du bain d'acide, la dissolution métallique est arrêtée de même que la production d'hydrogène. Le sens de la diffusion s'inverse et H quitte progressivement le métal pour l'air où son potentiel chimique est plus négatif à température ambiante. Cette intrusion serait bénigne si la totalité de l'hydrogène ressortait du métal avant qu'il ne soit sollicité mécaniquement. Mais ce n'est peut être

pas le cas dans la réalité. En effet les défauts de structure tels que les joints de grains ou les interfaces entre la matrice métallique et les particules de seconde phase, constituent autant de pièges irréversibles pour l'hydrogène. Des travaux ont été menés à l'IREQ pour étudier en détail la diffusion de l'hydrogène et son piégeage dans le SAE 4135 trempé et revenu à plusieurs températures (Roberge et Zheng 1992). Les résultats ont montré que l'hydrogène diffusait massivement et rapidement vers l'extérieur des barres. Il fut conclu que la concentration d'hydrogène résiduelle était bien trop faible pour engendrer une rupture en service plusieurs années après le décapage chimique. Malgré tout, les pièces devraient être préférablement nettoyées au jet de sable plutôt qu'à l'acide.

Dès lors la présence persistante d'hydrogène ne peut s'expliquer que par un phénomène de corrosion qui affecte les couches de galvanisation en contact avec le coulis de ciment. Précisons que le ciment Portland de type X dans lequel sont noyées les barres galvanisées est un milieu fortement alcalin (pH 13-14). Dans ces conditions le zinc n'est plus aussi passif que dans les environnements neutres. Il est sujet à une lente ionisation sous forme de zincates comme le montrent les diagrammes potentiel-pH de la Figure 1-2. Cette réaction libère dans la barre des électrons qui, selon les lois de l'électrochimie, sont consommés sur des sites cathodiques par une réaction de réduction. Il s'avère que la réduction la plus probable dans un milieu alcalin exempt d'oxygène, comme l'est le sol en profondeur, est celle de l'eau en hydrogène. Nos mesures de laboratoire (Roberge et Zheng 1992) ont montré que le potentiel électrochimique de l'acier galvanisé, ou

potentiel de corrosion, se stabilise à des valeurs suffisamment négatives pour que le dégagement d'hydrogène soit favorisé (Figure 1-3).

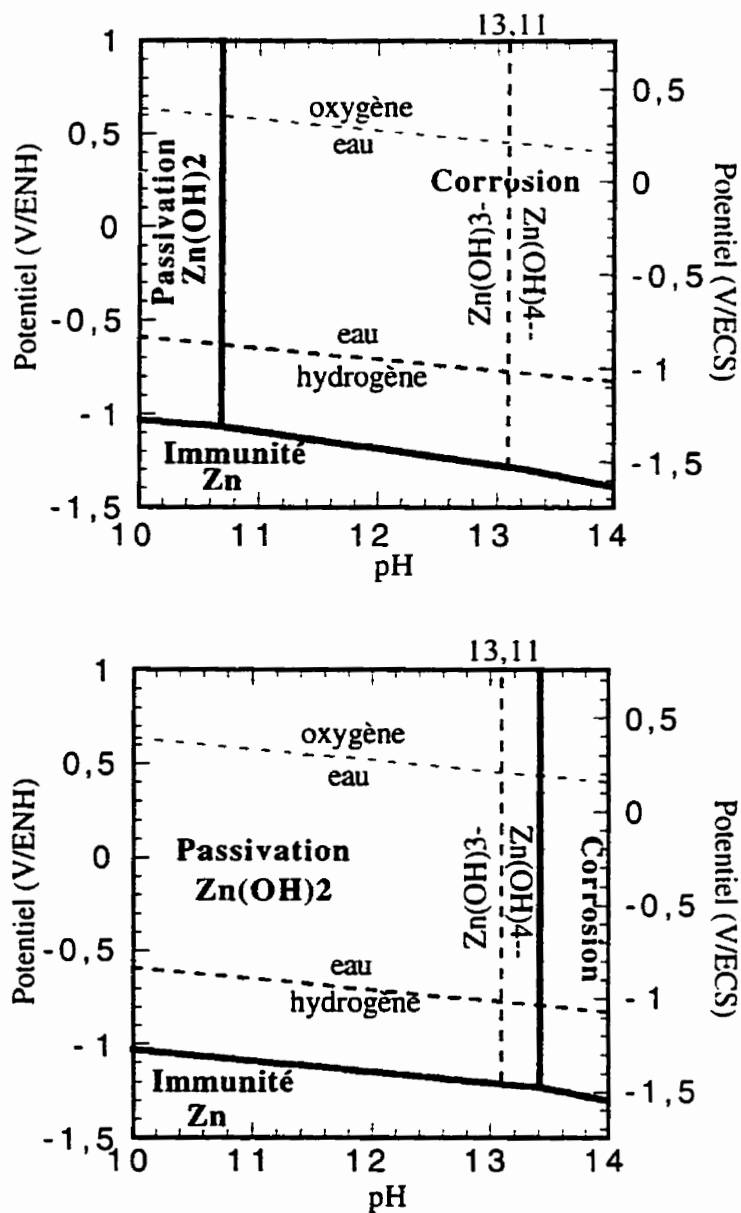


Figure 1-2 : Diagrammes potentiel-pH du système zinc-eau.

a) Pour une concentration faible de zincates. b) Pour une concentration importante de zincates.

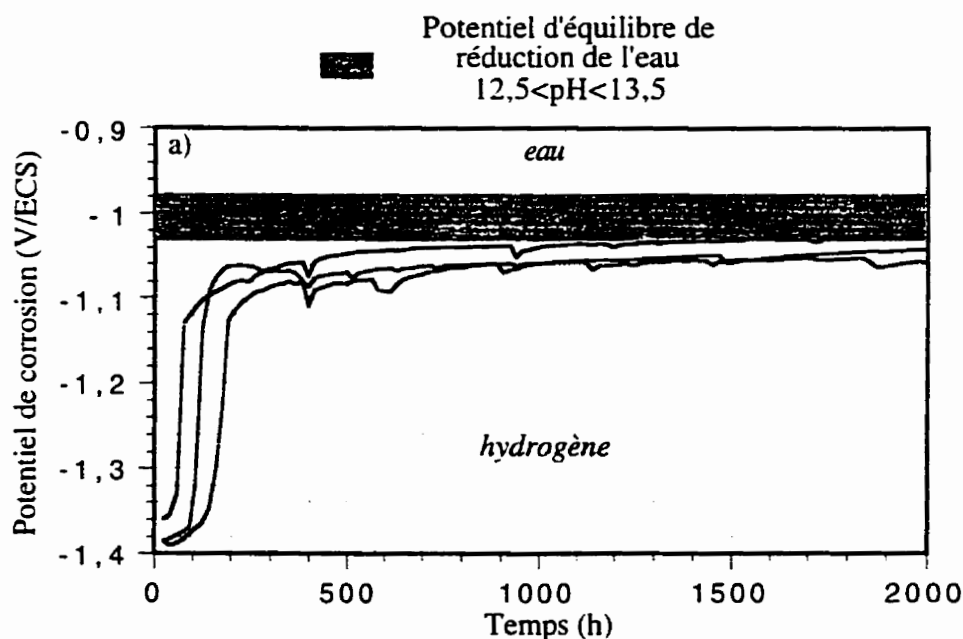


Figure 1-3 : Fluctuations du potentiel de corrosion de l'acier galvanisé.
Suivi en fonction du temps dans le ciment Portland type X fraîchement coulé, humidifié et désaéré.

1.1.4 Rôle des défauts de surface

Les barres d'ancrage lors de la manutention ne sont pas à l'abri de chocs causant rayures et impacts. Localement la galvanisation peut être suffisamment endommagée pour mettre à nu l'acier. Dans un milieu agressif, comme l'est le ciment, la couche de zinc agit telle une anode sacrificielle. Le zinc a tendance à se défaire beaucoup plus facilement de ses électrons périphériques comparativement au fer. Ainsi il s'ionise préférentiellement et se met en solution dans la phase liquide interstitielle du ciment selon la réaction simplifiée suivante :



Les surfaces galvanisées sont donc le siège d'une réaction anodique qui produit des électrons. En l'absence de toute source de courant extérieur ces électrons doivent être consommés par une réaction cathodique à un autre endroit de la surface. Et c'est particulièrement le cas au fond des défauts, là où l'acier est nu et en contact avec la solution interstitielle du ciment. Les électrons participent à la réduction de l'eau en hydrogène selon le bilan suivant :



On peut donc considérer la surface d'une barre d'ancrage comme polarisée. Les zones recouvertes de galvanisation jouent le rôle d'anode et le cœur des défauts de surface celui de cathode où se déroule le dégagement d'hydrogène. Cet effet de pile est schématisé à la Figure 1-4. La très faible dimension des surfaces cathodiques par rapport aux surfaces anodiques peut donner lieu à une densité de courant cathodique élevée se traduisant par un fort dégagement d'hydrogène sur l'acier nu. Ainsi, même si la vitesse de corrosion des couches de galvanisation est très faible, la quantité d'hydrogène au fond d'une rayure, par exemple, peut atteindre des valeurs très élevées conduisant à la fragilisation locale de l'acier.

D'autre part les défauts selon leur acuité et leur profondeur concentrent les contraintes. Localement le facteur d'intensité de contrainte, K_t , tout en restant inférieur à la ténacité du matériau, K_{Ic} , peut dépasser la valeur seuil, K_{IH} , pour la propagation sous-critique de

fissure dans le même matériau fragilisé par l'hydrogène. Les défauts de surface constituent ainsi des sites très probables pour l'amorçage de fissure.

En résumé le rôle des défauts de surface dans le bris des barres serait double. Ils pourraient à la fois concentrer les contraintes et le dégagement d'hydrogène. Les deux effets se cumuleraient localement occasionnant un risque accru de rupture. Selon cette analyse les présomptions quant à la responsabilité de l'hydrogène cathodique dans la défaillance des barres sont grandes. En tout cas elles le sont suffisamment pour justifier l'effort de recherche visant à caractériser la sensibilité de l'acier SAE 4135 dans sa structure de martensite revenue à un endommagement de type FPH.

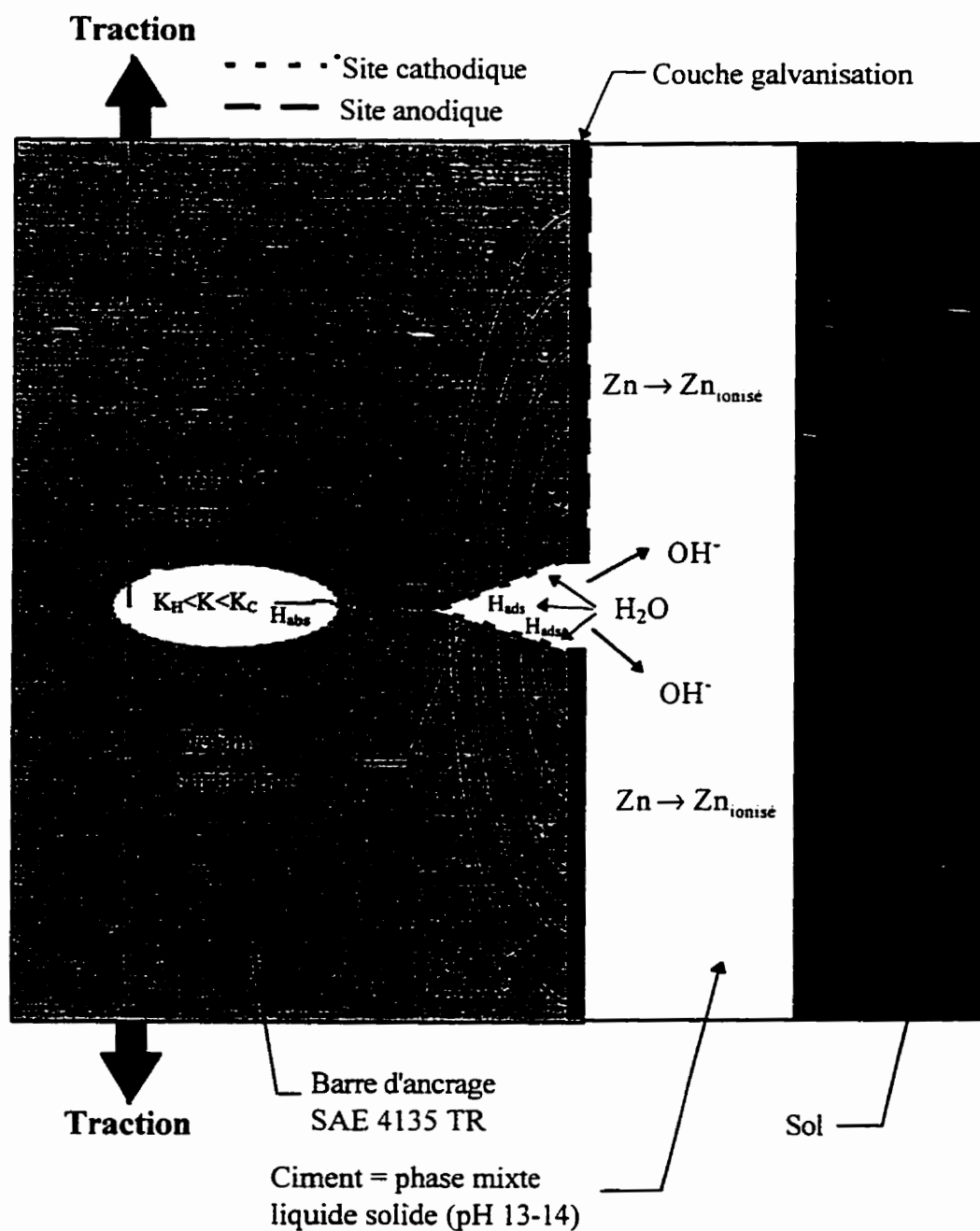


Figure 1-4 : Schématisation de l'interface barre d'ancrage galvanisée/ciment.

Effet de pile entre les défauts et la surface anodique avoisinante.

1.2 Fissuration assistée par l'environnement des aciers à haute résistance

1.2.1 Différents types de fragilisation par l'hydrogène

La résistance d'un matériau à la fissuration dépend en service de l'ensemble de ses propriétés mécaniques et physico-chimiques. Dans certains environnements, les matériaux peuvent se rompre à des contraintes bien inférieures à leur résistance à la traction ou encore en dessous de leur limite de résistance en fatigue, des paramètres calculés sur les bases d'un milieu inerte. Les environnements corrosifs, aqueux ou gazeux, font partie de ceux qui sont susceptibles d'affecter significativement les propriétés mécaniques intrinsèques des matériaux.

Les aciers pour les applications structurales, ayant des limites d'élasticité supérieures à 1 300 MPa, sont connus pour être sujets à la fragilisation par l'hydrogène. Ce terme regroupe en fait différents types d'interaction métal-environnement dont voici les plus courants :

1. L'appellation "corrosion sous contrainte" (CSC) fait référence d'habitude à la propagation de fissures dans les environnements aqueux lorsque le potentiel du métal est laissé libre de s'établir à la valeur du potentiel de corrosion en circuit ouvert. En général la dissolution métallique se localise en pointe de fissure sur les surfaces nouvellement créées, vierges d'oxydation, et par conséquent plus actives. En outre l'exiguïté d'un fond de fissure cause une augmentation importante de l'acidité par effet

d'aération différentielle. Même dans une solution neutre comme l'eau, un pH aussi acide que 2 est attendu au fond de la fissure. Dans ces conditions, la réaction cathodique qui consomme les électrons libérés par la dissolution est celle de la réduction de H^+ en hydrogène. Cette réaction se produit sur les surfaces adjacentes à la pointe de la fissure [Figure 1-5 (a)] et constitue une source d'hydrogène non négligeable. D'ailleurs, dans le cas des aciers à haute résistance, la contribution de l'environnement à l'avancée de la fissure est plus une question de fragilisation par l'hydrogène que de dissolution. Cependant on peut considérer que la sévérité de tels environnements est relativement faible, comparé aux cas suivants de fragilisation. En effet, le nombre d'électrons échangés dans le processus électrochimique ainsi que la quantité d'hydrogène introduite dans le matériau, sont faibles. Par conséquent l'intensité de la fragilisation est réduite.

2. Un autre cas de fragilisation par l'hydrogène très classique est celui où l'hydrogène provient d'une espèce gazeuse (FPH gazeux), typiquement H_2 ou H_2S . La réactivité des surfaces fraîchement créées par l'avancée de la fissure permet aux molécules gazeuses de s'adsorber massivement tout en se dissociant [Figure 1-5 (b)]. Aussi, la concentration d'hydrogène adsorbé, H_{ads} , atteint-elle des valeurs très supérieures à celles correspondant aux autres endroits de la surface. L'absorption subséquente de l'hydrogène sous forme atomique dissoute dépend ensuite en grande partie de la rapidité de la recombinaison en surface de H_{ads} . Certains aciers contiennent des

éléments d'alliage qui favorisent ou gênent la recombinaison moléculaire. Parfois, la composition du gaz influence la susceptibilité à la fragilisation par l'hydrogène. Par exemple le sulfure d'hydrogène (H_2S) est reconnu comme l'un des environnements les plus sévères car le soufre est favorise grandement la recombinaison. Notons que de manière assez évidente la sensibilité à la fragilisation par l'hydrogène est aussi fonction de la température et de la pression. À ce titre, dans l'hydrogène gazeux, des pressions supérieures à 1 atm (10^5 Pa) sont nécessaires pour que l'effet de l'environnement se fasse sentir.

3. L'hydrogène peut également provenir de l'intérieur même du matériau [Figure 1-5 (c)].

On parle alors de FPH interne. Lors de l'élaboration de l'acier, à l'étape de la fusion, des quantités non négligeables d'hydrogène peuvent être incorporées, dépendant du niveau d'hygrométrie de l'air dans lequel se déroule l'opération. Les procédés actuels comprennent des étapes de dégazage prolongé (circulation d'argon ou d'autre gaz inerte) pour limiter autant que possible la teneur en hydrogène résiduel. Mais des concentrations de quelques ppm sont suffisantes pour engendrer des problèmes lors de l'utilisation en service. En effet, pour un volume de matériau assez grand, la pièce agit tel un réservoir et des quantités importantes d'H peuvent être disponibles pour participer à un mécanisme de rupture assisté par l'hydrogène.

4. Enfin, nous pouvons aussi distinguer le cas particulier où l'hydrogène se dégage de manière cathodique sur la totalité ou une grande partie de la surface de la pièce [Figure 1-5 (d)]. L'opération nécessite que le matériau soit en contact avec un milieu aqueux, polarisé négativement par le biais d'un dispositif électrique extérieur (ex : protection par polarisation cathodique), ou encore par un couplage galvanique (ex : protection par anode sacrificielle). Cette configuration électrochimique est de loin la plus dangereuse, ceci pour deux raisons. D'abord parce que le potentiel est maintenu artificiellement très loin de l'équilibre de sorte que la concentration d'hydrogène adsorbé dépasse certainement, à la pointe exacte de la fissure, celle qui correspond aux cas précédemment décrits. D'autre part une polarisation totale entraîne une augmentation rapide de la teneur interne en hydrogène. Deux formes d'hydrogène, surfacique et volumique, sont alors disponibles pour prendre part au mécanisme de fissuration.

D'après l'analyse de la configuration électrochimique de la barre d'ancrage galvanisée faite à la section 1, le matériau de fabrication, l'acier SAE 4135 trempé et revenu, serait exposé à une fragilisation par de l'hydrogène d'origine cathodique. Le dégagement serait surtout concentré dans les défauts ou l'acier n'est plus protégé par le zinc. Notons que là où les défauts sont inexistants, le dégagement d'hydrogène peut aussi se faire à même la couche de galvanisation. Donc si le zinc, recouvert de ses produits de corrosion, est perméable à

H atomique, une pénétration de l'hydrogène vers le coeur des barres est aussi à prendre en compte.

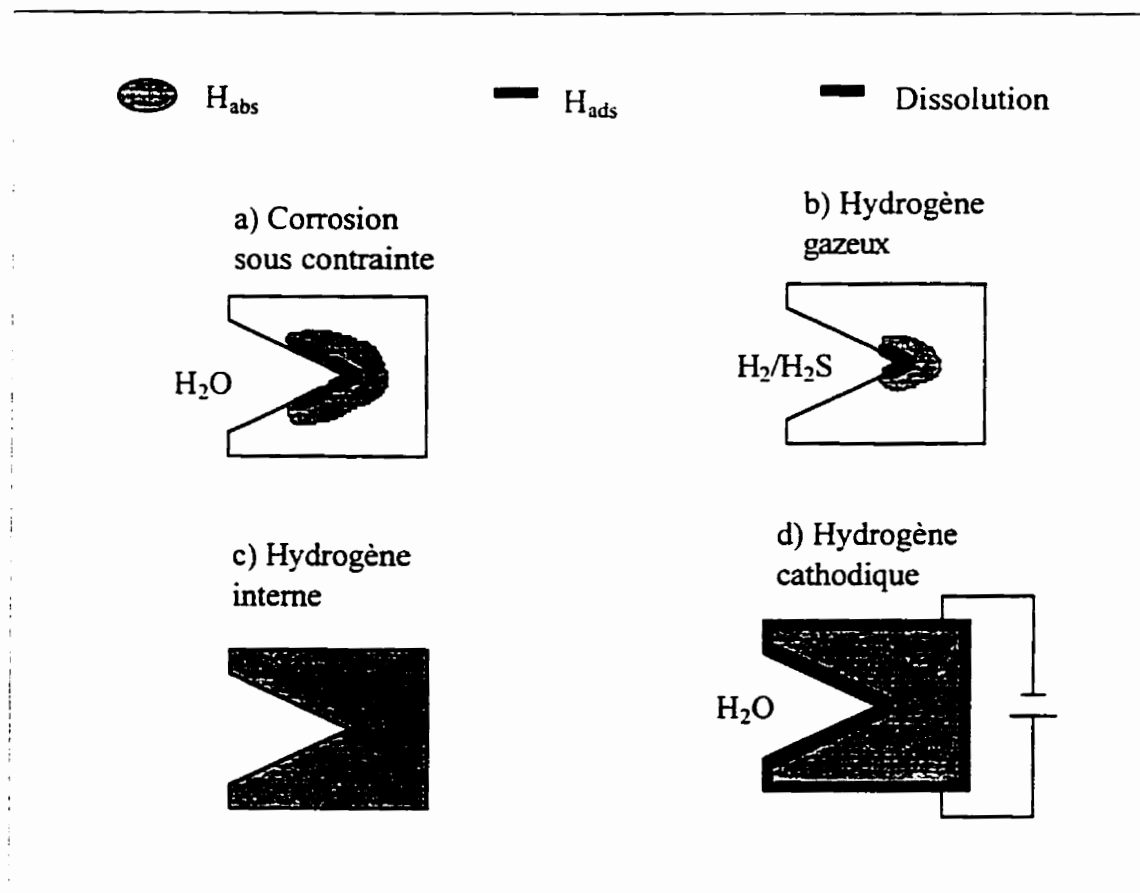


Figure 1-5 : Les principaux types de fragilisation par l'hydrogène.

1.2.2 Évolution de l'hydrogène en surface et à l'intérieur d'un métal

Pour simplifier, on peut voir la pénétration de l'hydrogène dans un métal se faisant en trois étapes réactionnelles. Il s'adsorbe dans un premier temps sous forme atomique en surface. Puis il se dissout dans la matrice métallique. Enfin il diffuse vers l'intérieur du matériau et en particulier vers les zones privilégiées, comme les défauts de structure, où

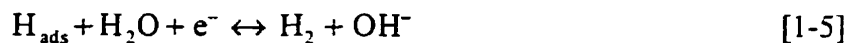
sa forme soluble est la plus stable. Le processus est schématisé à la Figure 1-6. Dans le métal sollicité mécaniquement apparaissent effectivement des zones où la concentration de défauts est très élevée. En effet la région de la pointe de la fissure subit une déformation plastique. Cette zone plastique est très riche en dislocations et par conséquent la solubilité de l'hydrogène y est très forte. Dans un troisième temps c'est donc vers cette zone qu'il va se diriger plus ou moins rapidement en fonction de la température, du coefficient de diffusion de cette espèce dans le métal, et aussi du niveau de contrainte. La séquence des réactions en milieu aqueux opère généralement de la manière suivante : d'abord, une réduction électrochimique des molécules d'eau,



suivie par une réaction de recombinaison de Tafel,



ou par une réaction de recombinaison électrochimique de Volmer-Heyrovsky,



ou encore, par la réaction d'absorption dans l'acier.



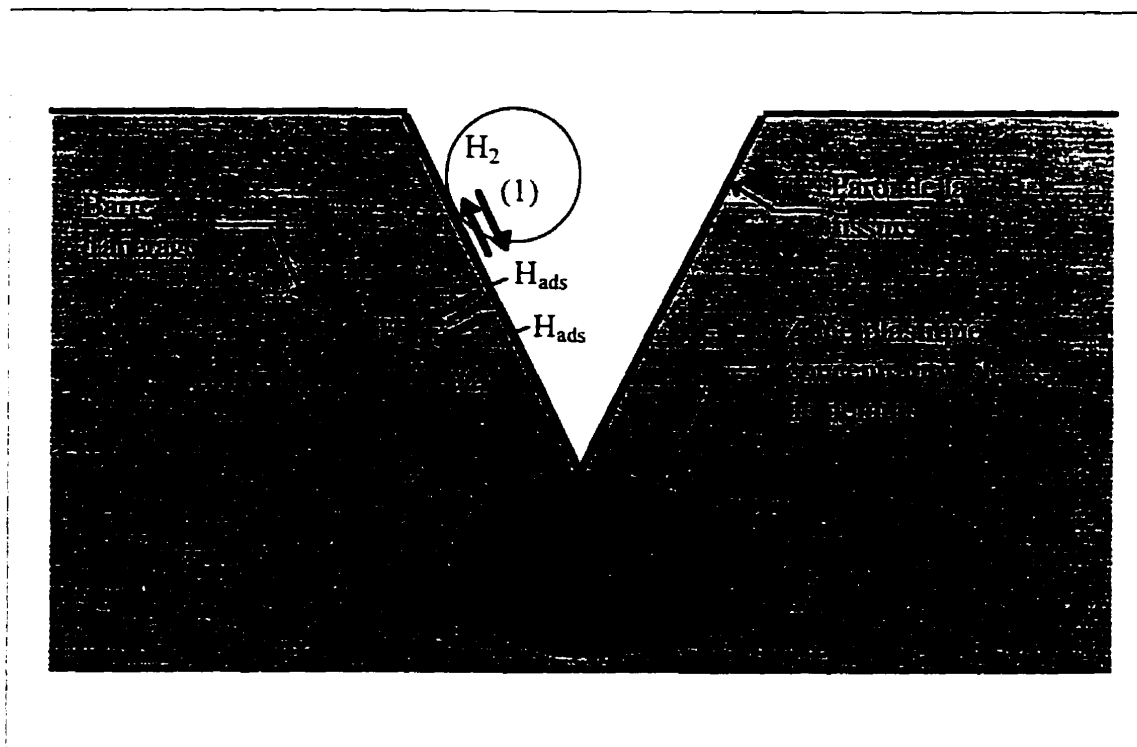


Figure 1-6 : Chargement en hydrogène de la zone plastique.

Principales étapes réactionnelles: adsorption suite à la croissance d'une bulle d' H_2 (1), Passage en solution dans le métal (2), Transport vers la zone plastique (3).

1.3 Présentation des activités expérimentales

1.3.1 Recherche de solution au bris des barres d'ancrage

Si l'hydrogène cathodique est la cause majeure du bris des barres d'ancrage, la solution la plus radicale passe par la suppression de la source d'hydrogène. Une première action pourrait donc viser à remettre en question l'utilité de la galvanisation. Une autre solution consisterait à utiliser un ciment dans lequel la corrosion du zinc ou/et la production d'hydrogène soient inhibées. Mais si aucune solution électrochimique viable à la fois techniquement et financièrement n'est trouvée, les efforts devraient être tournés vers les

modifications qu'il faut apporter au matériau (mise en forme, composition chimique, structure métallurgique). Dans cette optique, on peut penser à recommander un critère de qualité sur la profondeur maximale des défauts de surface, un traitement thermique approprié ou encore une autre nuance d'acier.

Les activités électrochimiques menées à l'IREQ ne laissent pas entrevoir pour l'instant de solution du côté d'un choix pertinent de composition de ciment.* Le ciment Portland de reste définitivement trop alcalin même lorsqu'il est enrichi d'additifs (fumée de silice, cendres volantes, laitiers) jusqu'à concurrence de plusieurs dizaine de pour-cent en poids. Aussi, la connaissance et la compréhension de la réponse du SAE 4135 à l'effet conjugué des contraintes et de l'environnement revêtent-elles dès lors un intérêt particulier dans la recherche d'une conception fiable de l'ancrage injecté de pylône haubané.

1.3.2 Choix des essais mécaniques

Un certain nombre d'essais mécaniques peuvent être entrepris pour caractériser la susceptibilité d'un matériau à la fragilisation par l'hydrogène. L'essai de traction lente est le premier auquel on pense dans ce genre d'étude. Il est rapide à mettre en place et fournit des informations plutôt de type qualitatif. Il a été appliqué au SAE 4135TR dans le cadre d'un précédent mandat de recherche (Roberge et Zheng 1992, 1993). Les

* Rapport interne IREQ en cours de rédaction.

résultats ont montré que l'acier des barres d'ancrage était particulièrement sensible lorsqu'il était revenu aux environs de 480°C. Par contre des essais de résilience ou de ténacité sont moins indiqués. En effet le phénomène de fragilisation est contrôlé dans le temps par des mécanismes de transport de l'hydrogène vers les sites où il exerce son action néfaste. Ainsi, tout essai qui sollicite rapidement le matériau, peut se révéler inefficace. Les essais de fissuration lente sont probablement plus appropriés. Ils donnent des informations quantitatives sur le degré de fragilisation et la cinétique de propagation de fissure qui ouvrent la porte à une discussion constructive des mécanismes de rupture en jeu.

Les travaux présentés dans ce document se focalisent sur l'aspect précis de la fissuration dans le SAE 4135 trempé et revenu. Deux activités expérimentales ont été proposées sur ce thème :

1. La première a trait à la fissuration sous contrainte statique. Elle est idéale pour traiter de la sensibilité à la FPH en fonction de la température de revenu. Elle permet de déterminer l'étendue, en termes d'intensité de contrainte, du domaine sous-critique (en dessous de la ténacité intrinsèque du matériau) dans lequel les fissures peuvent se propager sous le contrôle des processus physico-chimiques d'approvisionnement en hydrogène. La manipulation consiste à déterminer pour différents facteurs d'intensité de contrainte K , la vitesse de propagation de fissure et ainsi de déterminer la courbe

de fissuration da/dt en fonction de K . La connaissance du seuil d'intensité de contrainte que l'on extrait de ces courbes peut conduire à la détermination de la taille critique de défauts capables d'amorcer des fissures à la surface d'une barre. Pour cette étude des éprouvettes de mécanique de rupture ont directement été prélevées dans des barres d'ancrage. Un traitement thermique supplémentaire leur a été appliqué pour obtenir des martensites revenues sur un intervalle assez large de température qui a permis de faire varier leur résistance de haute à modérée.

2. La deuxième activité expérimentale a pour objet la détermination de l'effet de l'hydrogène sur la propagation de fissure longue en fatigue. Il s'agit de déterminer des courbes de vitesse de fissuration da/dN (avancée par cycle) en fonction de ΔK , l'amplitude d'intensité de contrainte, et de voir comment elles varient en fonction principalement des paramètres de fatigue. Pour simplifier le programme expérimental de cette activité, nous avons choisi de nous limiter à l'étude de la structure métallurgique finale de la barre d'ancrage. Les éprouvettes de rupture ont donc été usinées directement dans des barres et n'ont subi aucun autre traitement thermique.

Une étude fractographique en microscopie électronique à balayage a aussi été prévue afin de tenter de caractériser les mécanismes microscopiques de fissuration. Outre l'intérêt purement scientifique de l'ensemble de ces activités, des progrès dans la compréhension du processus d'endommagement pourraient avoir une utilité immédiate s'il fallait devoir choisir un nouveau matériau ou un nouveau traitement thermique.

1.3.3 Choix d'un environnement de travail

Le choix d'un environnement électrochimique pour les essais mécaniques s'est fait en tenant compte de la faisabilité expérimentale. Il est difficilement envisageable de travailler directement sur des éprouvettes d'acier galvanisé enrobées dans du ciment hydraté. Nous avons donc choisi d'opérer en milieu aqueux sur l'acier nu et sous contrôle potentiostatique, en faisant en sorte de simuler l'interface électrochimique d'une fissure dans une barre d'ancrage. Nous avons opté pour une solution aqueuse dont la composition et l'alcalinité s'apparentent à celles du liquide interstitiel d'un ciment Portland hydraté. Nous l'avons désaérée pour réduire la teneur en oxygène dissout de manière à simuler l'aération réduite d'un sol à plusieurs mètres de profondeur. Enfin les potentiels ont été ajustés aux valeurs cathodiques qui favorisent le dégagement d'hydrogène dans la gamme de potentiels de corrosion de l'acier galvanisé dans le ciment.

Un tel environnement est représentatif de la plus sévère configuration électrochimique qui puisse exister dans la réalité de l'ancrage injecté. En effet, on suscite un dégagement cathodique sur l'ensemble de la surface de l'éprouvette alors que selon l'analyse faite à la sous section 1.1.4 le dégagement devrait se concentrer principalement au cœur des défauts ou des fissures.

2 RUPTURE ASSISTÉE PAR L'HYDROGÈNE DANS LES ACIERS : MÉCANISMES ET SUSCEPTIBILITÉ

Le phénomène de fragilisation par l'hydrogène, connu aussi sous le terme plus générique de rupture assistée par l'hydrogène (HAC), fait l'objet d'une attention soutenue depuis une cinquantaine d'années. Beaucoup de théories de nature différente ont été proposées. Mais, en dépit d'un travail expérimental et des efforts de modélisation considérables, les interactions de l'hydrogène avec le métal au niveau microscopique sont encore de nos jours un sujet de controverse. Cependant, les divers effets de la fragilisation par l'hydrogène sont bien documentés pour de nombreux aciers et dans beaucoup d'environnement.

Dans ce chapitre, quelques sections sont d'abord consacrées à la description des principales théories, parfois contradictoires, qui traitent les interactions microscopiques de l'hydrogène avec le métal. Nous évoquons ensuite la susceptibilité des aciers en fonction de leur résistance.

2.1 Mécanismes microscopiques

2.1.1 Historique des premières idées

La première impulsion a été donnée en 1941 par Zapffe et Sims. Ils ont publié d'importants travaux concernant l'effet de l'hydrogène introduit pendant l'élaboration du

métal (à l'étape de la fusion), sur la rupture des aciers pour la construction navale. Ils ont suggéré que l'hydrogène dissout précipitait et se recombinaient dans les cavités du métal pour y exercer des pressions qui s'additionnent aux efforts transmis par la sollicitation extérieure. S'appuyant sur le fait que des teneurs internes élevées d'hydrogène atomique s'équilibrent avec des pressions gazeuses considérables, ils expliquent ainsi les défaillances prématurées constatées. Cependant, le mécanisme de Zapffe montra ses limites lorsque qu'il fallut expliquer la chute anormale de ductilité des aciers contenant une faible teneur en hydrogène résiduel.

Petch et Stables (1952) proposèrent alors, sur les bases de la théorie du verre d'Orowan, que l'adsorption de l'hydrogène sur les surfaces d'une fissure pouvait diminuer l'énergie surfacique, γ , qui intervient dans le critère de rupture de Griffith donnant la contrainte à la rupture :

$$\sigma_c = \sqrt{\frac{2E\gamma}{\pi c}} \quad [2-1]$$

où c est la demi longueur d'une fissure elliptique dans une plaque de dimension infinie et E le module d'Young. Cependant d'autres espèces peuvent s'adsorber massivement en surface pour en réduire l'énergie sans pour autant provoquer une fragilisation (par exemple O_2). Petch et Stables jugèrent opportun de considérer une des propriétés propres à l'atome H : sa capacité à s'introduire dans un réseau atomique. Leur théorie

prédit ainsi, sans le prouver, que l'hydrogène est attiré en pointe de fissure sous l'effet d'un gradient de contrainte pour y réduire l'énergie de surface. Un peu plus tard, Petch (1956) a formulé la baisse de la contrainte de rupture due à l'adsorption de l'hydrogène. Ses calculs développés sur les bases de l'équation thermodynamique de Gibbs et de la théorie de la rupture de Griffith se sont montrés en bon accord avec ses mesures expérimentales.

Troiano et ses collaborateurs ont marqué l'histoire à la fin des années cinquante en apportant des preuves expérimentales que c'est sous forme dissoute que l'hydrogène est dangereux (Frohberg, Morlet et Troiano 1955, Johnson, Morlet et Troiano 1958). Selon eux, l'hydrogène diffuse vers l'intérieur de la zone de contrainte triaxiale où le potentiel chimique de l'hydrogène est plus faible en raison de la distorsion du réseau. Puis, lorsque la concentration y atteint une valeur critique la rupture est initiée. Leur théorie prête à la diffusion de l'hydrogène à travers la matrice métallique un rôle fondamental. Elle explique les temps d'incubation pour l'amorçage de fissure, de même que la discontinuité de la propagation. Ils décrivent la séquence de rupture de la façon suivante. Dans un premier temps, l'hydrogène s'accumule en avant de la pointe de la fissure, attiré par la haute triaxialité des contraintes. Puis, lorsque la concentration critique est atteinte, la fissure se propage à travers la zone fragilisée. Finalement, la fissure s'arrête quand elle trouve du matériau non pollué par l'hydrogène. Le processus qui se répète de cette manière, explique le caractère intermittent de la rupture. Leurs

travaux sont résumés dans la célèbre "Edward De Mille Campbell Memorial Lecture" présentée en 1959 par Troiano devant la convention annuelle de l'American Society for Metals (Troiano 1960).

Les techniques expérimentales évoluant, la recherche s'orienta dans les années 70 vers les mécanismes de dégradation au niveau microscopique. C'est en 1972 que les deux principales théories, contradictoires, sont ébauchées : la théorie mécanistique de la décohésion d'Oriani, qui s'appuie sur un postulat, et le modèle de Beachem, basé sur une étude fractographique poussée, prônant la plasticité localisée facilitée par l'hydrogène (modèle HELP).

2.1.2 La théorie de la décohésion

Oriani (1972) a repris les idées de Troiano et avança une justification physique à la rupture des liens atomiques dans la zone de contrainte triaxiale impliquant le concept de diminution de l'énergie de surface de Petch et Stables. En considérant le bilan énergétique de la séparation réversible d'un cristal selon un plan atomique, il fut amené à postuler que l'hydrogène dissout réduit la force de cohésion entre les atomes d'un réseau. En effet, l'égalité entre le travail mécanique et le travail requis pour créer deux surfaces de rupture s'exprime de la manière suivante :

$$\int_{z_0}^{\infty} F(z) dz = \frac{2\gamma}{n} \quad [2-2]$$

où $F(z)$ désigne la force de cohésion qui est fonction de la distance interatomique z . z_0 la distance entre deux atomes à l'équilibre, n le nombre d'atomes par unité de surface, et γ l'énergie de surface. Si γ est effectivement abaissé par l'hydrogène adsorbé, on voit que l'égalité de [2-2] demande que la force moyenne de cohésion du réseau soit aussi diminuée par l'hydrogène. Sur ces bases, Oriani a énoncé son critère de rupture de la manière suivante : une fissure se propage lorsque la tension locale égale la force moyenne (F_m) de cohésion des liens atomiques réduite par l'hydrogène drainé dans le champ de contraintes triaxiales. Or la réduction de F_m dépend de la concentration d'hydrogène, qui elle-même est fonction de la tension locale, de la fugacité de l'hydrogène du milieu extérieur et de la vitesse de fissuration. La formulation débouche sur un système d'équations dont la résolution, en théorie, donne la vitesse de fissuration lente, en fonction de divers paramètres qui décrivent les propriétés plastiques du matériau et la sévérité de l'environnement extérieur. Cette résolution reste implicite car bon nombre de phénomènes qui interviennent dans le mécanisme sont difficilement quantifiables.

Néanmoins, le modèle prédit qualitativement pour un matériau et un milieu extérieur donnés, l'existence d'un seuil d'intensité de contrainte en dessous duquel la progression d'une fissure s'arrête. Les efforts d'Oriani en association avec Josephic (1974, 1976) se

sont concentrés dès lors à apporter une preuve expérimentale au modèle. Ils y sont parvenus en mesurant dans un acier type 4340 à très haute résistance (limite d'élasticité de 1 700 MPa), les pressions critiques d'hydrogène gazeux nécessaires à provoquer la reprise d'une propagation de fissure, et ce pour divers niveaux d'intensité de contrainte. Le traitement analytique des résultats expérimentaux dans une expression adéquate a, en outre produit des valeurs numériques de l'augmentation de la concentration d'hydrogène et de la diminution de la force de cohésion dans la zone de contrainte triaxiale.

Par la suite, le critère de base de la théorie de la décohésion qui stipule que la rupture résulte de l'effet conjugué des contraintes et d'une concentration critique d'hydrogène, a servi de base à des développements analytiques poussés. Les équations élaborées par Van Leeuwen (1974), Gao et Wei (1984, 1985), ou encore par Gerberich et collaborateurs (1975, 1988), s'attachèrent à modéliser la cinétique de fissuration en fonction de nombreux paramètres. Parmi ceux-ci, il y a la pression d'hydrogène (dans les environnements gazeux), la température et les énergies d'activation des processus d'approvisionnement des sites de rupture en hydrogène. Il y a enfin, les enthalpies de piégeage de l'hydrogène sur diverses particularités métallurgiques pour tenir compte de la diversité des chemins de fissuration rencontrés. Avec un choix approprié de valeurs numériques, Gao et Gerberich sont parvenus à modéliser de manière fidèle leurs résultats expérimentaux. La théorie de la décohésion s'est révélée être un outil puissant pour la modélisation de la cinétique de rupture des aciers à haute résistance.

2.1.3 Plasticité facilitée par l'hydrogène

Beachem, en 1972, a bâti son modèle à partir de faits expérimentaux en leur attribuant un poids considérable. Les récents progrès de la microscopie électronique autorisaient alors à mener des investigations de la morphologie de surface à plus petite échelle (Nutting 1972). En argumentant à partir d'observations fractographiques, Beachem conclut qu'une bonne façon d'interpréter ses résultats était de considérer que l'hydrogène stimulait une déformation plastique localisée.

Deux expériences révélatrices le firent parvenir à une telle conclusion. Il prit d'abord des éprouvettes préfissurées d'acier de type 4340 à haute résistance (environ 1 300 MPa), et y amorça des fissures par insertion d'un coin avant d'immerger le tout dans de l'eau distillée. Les fissures se propagèrent alors lentement sous l'effet de l'hydrogène produit par les réactions de corrosion, à K décroissant depuis la valeur de la ténacité à l'air. Au début de la propagation, la rupture fut associée à un déchirement ductile transgranulaire généralisé. Puis K diminuant, la plasticité s'est localisée d'abord à l'intérieur des anciens grains d'austénite et ensuite à leurs joints pour devenir ensuite indécélable par microscopie électronique aux environs du seuil. En définitive, Beachem observa des manifestations de déchirement ductile à tous les stades de la propagation sous-critique. Par conséquent, il en déduisit que c'était le mode de rupture le plus caractéristique de la fissuration assistée par l'hydrogène dans son acier à haute résistance.

D'autre part, Beachem a démontré par des essais en torsion que la déformation plastique piégeait de grandes quantités d'hydrogène et diminuait la contrainte d'écoulement macroscopique (flow stress). Beachem établit ainsi que l'hydrogène pouvait s'accumuler en avant d'une fissure et induire un écoulement de matériau dans les limites définies par la taille de la zone plastique. Il relia alors les changements de mode de rupture, observés dans le cadre de son autre activité expérimentale, à la réduction du volume de la zone plastique avec le facteur d'intensité de contrainte.

Le modèle HELP de la plasticité localisée a reçu le support expérimental d'autres auteurs au cours des deux dernières décennies. Lynch (1984, 1986) fit un parallèle surprenant entre les modes de rupture de la fragilisation par métal liquide (à température ambiante comme Hg et Li) et ceux de la fissuration assistée par l'hydrogène. Il en déduisit que les mécanismes de rupture étaient identiques. Mais comme les métaux liquides ne peuvent s'insinuer à l'intérieur des réseaux métalliques à cause de leur taille atomique, il suggéra donc que l'interaction néfaste se déroule en surface. Il proposa ainsi que l'hydrogène, pareil aux métaux adsorbés, facilite l'émission des dislocations en surface à l'extrême pointe de la fissure. Chu *et al* (1981) ont observé en microscopie optique à faible grossissement la déformation plastique en pointe de fissure sur des surfaces polies d'éprouvettes de rupture lors de la corrosion sous contrainte attribuée à l'hydrogène. Ils ont montré que l'écoulement plastique en avant de la fissure était concentré dans des bandes étroites et que la fissure se propageait le long de ces zones hautement déformées

et très localisées. Eastman et collaborateurs (1981), Robertson (1986), Tabata et Birnbaum (1984), ont caractérisé dans le nickel les effets de l'hydrogène sur le mouvement des dislocations en microscopie électronique à transmission. Ces études ont conclu que les vitesses des dislocations (vis et coin) sont accrues par l'hydrogène, que la déformation est localisée le long des plans de glissement mais que la rupture se produit par clivage local après l'écoulement plastique.

Côté théorique, certains auteurs se sont intéressés à formuler analytiquement les préceptes du modèle HELP. Les principales modélisations mathématiques ont été proposées par Nair et Tien (1985), Kameda (1986), et très récemment par Birnbaum et Sofronis (1994).

2.1.4 Les approches théoriques récentes de la rupture HAC

À la lumière des développements mathématiques récents (Sofronis et Birnbaum 1995, Gerberich *et al* 1991), la rupture assistée par l'hydrogène apparaît être le résultat d'un processus extrêmement complexe qui met en jeu le mouvement des dislocations, leurs interactions avec le réseau en présence d'hydrogène, et leur aptitude à concentrer les contraintes à travers des empilements. Les efforts de recherche consentis actuellement au niveau théorique ont désormais pour objet d'élucider la façon dont se complètent au niveau microscopique les mécanismes de décohésion et de déformation plastique localisée qui aboutissent à la rupture.

2.2 Rupture sous-critique des aciers à haute résistance

Les aciers dont la limite d'élasticité dépasse 1 200 MPa sont bien connus pour être extrêmement sensibles au phénomène de fragilisation par l'hydrogène. Cette susceptibilité se manifeste par une chute dramatique de ductilité à faible vitesse de déformation et un changement de mode de rupture de ductile à essentiellement fragile (Costa et Thompson 1981, McIntyre 1985). Elle s'explique en grande partie par la tendance des aciers à haute résistance à développer des propagations sous-critiques de fissure à des facteurs d'intensité de contrainte très inférieurs à la ténacité.

2.2.1 Environnements et aciers

Parmi les environnements gazeux dans lesquels la sensibilité à la rupture sous-critique des aciers à haute résistance a été le plus souvent étudiée, on retrouve :

- surtout l'hydrogène moléculaire, H_2 (Akhurst et Baker 1981, Bandyopadhyay *et al* 1983, Clark 1979, Gangloff et Wei 1977, Hudak et Wei 1976, Nelson *et al* 1971, Pyun et Lee 1990, Williams et Nelson 1970),
- le sulfure d'hydrogène, H_2S (Clark 1979, Lu *et al* 1981),
- et la vapeur d'eau (Symmons *et al* 1978).

En solution, les études de cinétique et les mesures de seuil ont été généralement réalisées au potentiel libre de corrosion :

- dans l'eau distillée (Chu et Wei 1990, Landes et Wei 1973, Ritchie *et al* 1978, Symmons *et al* 1978),
- dans l'eau salée (Chu et Wei 1990, Gonzalez 1996, Ritchie *et al* 1978, Sandoz 1971, Stavros et Paxton 1970),
- et parfois polarisés cathodiquement en milieu acide ou neutre (Chu et Liu 1981, Lucas et Robinson 1986, Sandoz 1971 et 1972).

Notons que Gerberich *et al* (1975 et 1988), sont parmi les seuls à avoir effectué des mesures dans des éprouvettes préchargées en hydrogène.

La nuance d'acier la plus largement étudiée est le 4340 (NiCrMo) dans une structure de martensite revenue (Akhurst et Baker 1981, Bandyopadhyay *et al* 1983, Chu et Liu 1981, Chu et Wei 1990, Clark 1979, Gerberich *et al* 1975, 1988, Landes et Wei 1973, Lu *et al* 1981, Pyun et Lee 1990, Ritchie *et al* 1978, Symmons *et al* 1978). Quelques études font état du comportement sous-critique d'aciers CrMo trempés revenus de types 4130 ou 4135 (Chu et Liu 1981, Gonzalez 1996, Nelson *et al* 1971, Williams et Nelson 1970). Enfin les aciers maraging durcis par précipitation lors de vieillissements thermiques, qui allient haute résistance et ténacité élevée, ont fait l'objet d'investigations à quelques reprises (Gangloff et Wei 1977, Hudak et Wei 1976, Stavros et Paxton 1970).

2.2.2 Cinétique de fissuration

En général, les vitesses de propagation sous-critique sont fortement influencées par la nature chimique de l'environnement et les conditions thermodynamiques (température, pression). Il existe notamment une température de transition qui dépend de la nature du matériau à partir de laquelle la sensibilité à la fragilisation par l'hydrogène disparaît. Pour donner un ordre de grandeur, elle est d'environ 80°C pour le 4130 en milieu NaCl (Chu et Wei 1990). Elles varient aussi avec la composition chimique du matériau et sa structure métallurgique et donc sa limite d'élasticité. À titre d'exemple, Ritchie et collaborateurs (1978) ont démontré que l'ajout de silicium et l'augmentation du pourcentage d'austénite résiduelle par traitement thermique diminuait la vitesse de propagation. Par contre, les seuils d'intensité de contrainte à partir desquels se propagent des fissures sous-critiques sont de l'ordre de $20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ dans beaucoup d'aciers dès que la limite d'élasticité dépasse 1 400 MPa et que la température chute en dessous de 20°C.

La cinétique de propagation HAC dans les aciers à haute résistance est contrôlée par l'étape la plus lente du processus multiréactionnel qui alimente les sites de rupture en hydrogène. Dépendant du couple matériau-environnement considéré, il peut s'agir du transport d'une espèce chimique ou gazeuse vers la pointe de la fissure, d'une réaction de surface, de la diffusion volumique de l'hydrogène atomique, ou encore d'une des interactions de l'hydrogène avec les défauts à l'intérieur du réseau cristallin. D'après les

références consultées pour le 4130 et le 4340, l'étape limitante dans les milieux où l'hydrogène est peu fugace est souvent identifiée parmi les réactions de surface (Chu et Wei 1990, Williams et Nelson 1970, Simmons *et al* 1978). Par contre, dans les environnements plus sévères, comme H₂S gazeux, le contrôle est plutôt attribué au transport dans la fissure ou en volume (Lu *et al* 1981).

2.2.3 Morphologie de rupture

À température ambiante, dans beaucoup d'environnements, le mode de rupture à faible intensité de contrainte est à dominante intergranulaire. La fracture se produit le long des anciens joints de grains d'austénite, avec une proportion de quasi-clivage qui diminue lorsque la limite d'élasticité augmente (Bandyopadhyay, 1983). Gao et Wei (1984) ont montré que la morphologie de la rupture opérait une transition vers la transgranularité totale à l'approche de la température au-delà de laquelle la fragilisation disparaît. Par contre, le faciès de rupture est très peu dépendant de l'environnement dans lequel est testé le matériau (Symmons, Pao et Wei 1978).

Une séparation intergranulaire est bien cohérente avec un mécanisme de rupture fragile qui procède par décohésion. Mais des indices de plasticité sont très souvent relevés sur les facettes. Ils distinguent ce mode de rupture des cas de pure fragilisation intergranulaire par ségrégation d'impuretés aux joints de grains. Le quasi-clivage est, par ailleurs, un mode de rupture largement assisté par la déformation plastique. Bien que la

théorie de la décohésion ne puisse justifier des détails fractrographiques qui témoignent d'une déformation plastique, elle demeure efficace pour modéliser la cinétique de fissuration. Par conséquent, il est vraisemblable que le mécanisme de rupture des aciers à haute résistance contienne une large part de décohésion. Ces diverses contributions ont amené certains à supposer que, typiquement, la rupture procède d'abord par décohésion fragile en avant du front de fissure le long des joints de grains et ensuite, qu'elle poursuit son avancée par déchirement ductile local ou quasi-clivage des zones plus résistantes à la décohésion initiale (Gerberich 1988, Oriani 1972).

2.3 Effet de la limite d'élasticité

Nous avons évoqué dans la section précédente la susceptibilité à la rupture HAC des aciers à haute résistance. Nous avons remarqué que le principal indice de cette susceptibilité, le seuil d'intensité de contrainte à partir duquel se propagent les fissures, restait relativement constant avec la limite d'élasticité. Il est aussi peu influencé par la nature chimique de l'environnement. Même des milieux qui produisent peu d'hydrogène (CSC, ou encore faibles pressions de H_2) sont capables d'induire des propagations sous-critiques à très faible intensité de contrainte. Mais il en est tout autrement lorsque la limite d'élasticité chute en dessous de 1 200 MPa (Gerberich et Chen 1975, Roberge et Verniquet 1997).

2.3.1 Comportement des aciers à résistance modérée

Notre revue de la littérature a montré que la capacité à développer une rupture sous-critique des aciers à résistance modérée (σ_{ys} entre 700 et 1 200 MPa), est considérablement diminuée dans les environnements où l'hydrogène a une faible fugacité. Dans l'hydrogène gazeux, la susceptibilité de l'acier maraging grade 250 (1 270 MPa) (Gangloff et Wei, 1977) et celle du 4340 (1 000-1 200 MPa) disparaît quand les pressions chutent en dessous de quelques atmosphères (Bandyopadhyay *et al* 1983, Clark 1979, Pyun *et al* 1990, Sandoz 1972). Les traitements thermiques qui diminuent les limites d'élasticité à environ 1 000 MPa rendent aussi les aciers NiCrMo et CrMo beaucoup moins sensibles à la corrosion sous contrainte (Chu *et al* 1981, Kerr *et al* 1987), et à la fragilisation par l'hydrogène interne (Gerberich *et al* 1975). Cette transition est souvent associée à un changement de chemin de fissuration qui devient en majorité du quasi-clivage transgranulaire avec très peu de rupture intergranulaire (Craig et Krauss 1980, Gonzales *et al* 1987).

2.3.2 La chute de ductilité dans les aciers doux

Dans les aciers doux d'une limite d'élasticité inférieure à 700 MPa, l'hydrogène cathodique induit une chute de ductilité dans un essai de traction conventionnel (Chang et Hirth 1985, Onyewuenyi et Hirth 1982, Oriani et Josephic 1982). L'effet est notamment bien marqué lorsque les éprouvettes sont chargées pendant la sollicitation

mécanique (Chang et Hirth, 1985). Contrairement au cas des aciers à haute et moyenne résistance, la chute de ductilité n'a été reliée à aucun changement dans la morphologie de rupture. La fracture se produit invariablement par nucléation, croissance et coalescence de vides à partir des particules de seconde phase, que le matériau soit chargé d'hydrogène ou non (Graber *et al* 1981, Oriani et Josephic 1970). Dans les aciers doux, on constate donc le départ de la striction pour un montant de déformation uniforme moins important qu'en milieu inerte. De telles chutes de ductilité n'ont pas été reportées, dans la littérature consultée, pour des conditions environnementales autres que la polarisation cathodique.

Cette accélération de la striction dans des éprouvettes chargées d'hydrogène se justifie généralement en faisant intervenir un transport de l'hydrogène par les dislocations mobiles. On attribue à celles-ci la propriété de transporter l'hydrogène dans le champ de déformation qui les entoure, et de le déverser sur les sites où il exerce son action néfaste (Graber *et al* 1981, Lee *et al* 1979). Mais les opinions divergent lorsqu'il faut expliquer la nature exacte de l'interaction de l'hydrogène avec le site qui conduit au développement prématuré de l'instabilité plastique. Certains suggèrent que l'hydrogène favorise la nucléation des cupules en facilitant la décohésion des interfaces entre la matrice métallique et les particules de seconde phase (Onyewuenyi et Hirth 1982, Oriani et Josephic 1982). Dans ce cas, les cupules peuvent être plus petites que celles rencontrées dans la rupture du même matériau sans hydrogène. Graber et collaborateurs (1981)

invoquent quant à eux le mécanisme de Zapffe en proposant que l'hydrogène se recombine à l'intérieur des cavités pour y exercer des pressions et qu'il aide la rupture ductile principalement à l'étape de la coalescence des cupules. Ce dernier mécanisme devrait produire des cupules plus grosses.

En résumé, le mécanisme d'endommagement des aciers à faible résistance, tel qu'il est proposé dans la littérature, procède d'abord par déformation plastique intense au cours de laquelle l'hydrogène s'accumule sur les sites. Ensuite une rupture ductile localisée survient d'autant plus rapidement qu'il y a eu d'hydrogène transporté. En outre, l'effet de l'hydrogène ne semble être significatif que sous des conditions de chargement sévères si l'on en croit les travaux de laboratoire publiés. Les quantités d'hydrogène impliquées dans le processus rupture sont donc en toute probabilité nettement plus élevées que celles qui le sont dans la rupture des aciers à haute résistance.

2.4 Synthèse et positionnement de notre recherche

Le dépouillement de la bibliographie a montré que l'action de l'hydrogène dans les réseaux métalliques était polyvalente. Effectivement, il peut non seulement réduire la force de cohésion du réseau mais aussi faciliter la déformation plastique. En général l'étude fractographique des surfaces de rupture permet de déterminer lequel des deux mécanismes est prédominant. Ainsi, la rupture très intergranulaire observée dans les aciers à haute résistance est attribuée essentiellement à de la décohésion. On s'accorde

dans ce cas à ne pas tenir compte des très rares indices de plasticité localisée. Par contre, l'hydrogène cathodique assiste dans les aciers doux un mécanisme de rupture ductile et cause le départ prématuré de l'instabilité plastique. Dans le dernier cas, on prête aux dislocations le rôle de transporter l'hydrogène vers les particules de seconde phase où il peut aider la nucléation et/ou la croissance des cupules ductiles.

Par ailleurs, il semble que la rupture sous-critique sous charge constante soit le propre des aciers à haute résistance. Mais la sensibilité à la rupture lente tend à disparaître lorsque la limite d'élasticité descend sous 1 200 MPa. Beaucoup d'aciers à moyenne résistance sont insensibles à la rupture sous-critique dans la plupart des environnements couramment étudiés (CSC en milieu aqueux et H_2 gazeux). Cette perte de sensibilité coïncide avec une augmentation de la plasticité qui accompagne la rupture assistée par l'hydrogène. L'ensemble de ces considérations indique que le mécanisme de rupture sous-critique est un mécanisme de pure décohésion.

Notre recherche s'intéresse à la rupture HAC des acier type 4135 de résistances modérées. La polarisation cathodique a été utilisée pour augmenter la concentration interne en hydrogène. Nous avons pu ainsi promouvoir des propagations sous-critiques dans un matériau nettement plus doux que ceux dans lesquels le phénomène est généralement observé. Couplées à une étude fractographique détaillée des surfaces de rupture, les mesures cinétiques se prêtent selon nous à une discussion autour du rôle de la déformation plastique dans la rupture lente assistée par l'hydrogène.

3 MÉTHODOLOGIE ET CONCEPTION DE L'EXPÉRIMENTATION

Dans ce chapitre, nous décrivons les moyens mis en oeuvre pour mesurer des vitesses de propagation de fissure da/dt et da/dN en fonction respectivement de K , essais statiques, et de ΔK , essais de fatigue. Les précisions concernent l'origine des matériaux, le choix des éprouvettes, le montage électrochimique de fragilisation *in situ*, et la procédure expérimentale.

3.1 Origine et caractérisation des matériaux

3.1.1 Matériau pour les essais de fissuration sous contrainte statique

L'acier pour les essais statiques a été prélevé dans des barres de catégorie B. Une analyse chimique a confirmé que sa composition se conformait à la spécification SAE 4135 (cf. Tableau 3-1 lignes 1 et 3). Avant l'usinage final en éprouvette de mécanique de rupture, le matériau a subi des traitements thermiques pour obtenir trois lots d'échantillons de duretés finales différentes. L'acier fut d'abord austénitisé 1,5 h à 880°C, puis trempé dans l'huile et enfin revenu pendant 30 min. Les trois températures de revenu retenues, 480°C, 580°C et 650°C, ont conduit à des duretés de 43, 37 et 32 HRC respectivement. En pratique la température de revenu des barres d'ancrage ne devrait pas excéder 650°C d'après les devis techniques, en plus de se situer largement au-dessus de 480°C pour

s'affranchir des problèmes de fragilité au revenu. Aussi l'intervalle de température de revenu choisi pour cette étude encadre-t-il donc très probablement celle à laquelle ont été revenues la plupart des barres que l'on retrouve le long des lignes de transport. Les propriétés mécaniques en fonction des traitements thermiques de chaque lot sont énumérées au Tableau 3-2 (lignes 1 à 3).

Les observations en microscopie optique menées sur des surfaces polies et attaquées (Nital 2%) ont confirmé que les structures métallurgiques obtenues étaient martensitiques, avec ça et là parsemées, des inclusions de sulfure de manganèse aux joints de grains. Un examen attentif a révélé que ces inclusions n'étaient pas distribuées de manière homogène à travers la section des barres. Des quantités importantes de MnS d'une forme oblongue étirée dans la direction axiale se retrouvent en effet dans la région centrale des barres. Selon toute probabilité, il semble que ces inclusions aient été solidifiées là durant le laminage. Nous avons corrélié cette région à des pertes locales de dureté de plusieurs points HRC dans cette région (Figure 3-1). Par ailleurs, le recours à une solution d'acide picrique enrichi d'une faible quantité de sulfonate de tridecylbenzene (Dreyer, Austin et Smith, 1964), utilisé comme agent mouillant, a permis d'attaquer préférentiellement les anciens joints de grains d'austénite. Une taille moyenne d'environ 25 μm a pu être mesurée par une méthode d'interception linéaire, et ceci pour les trois structures métallurgiques. Les micrographies sont regroupées en annexe (I, II et III).

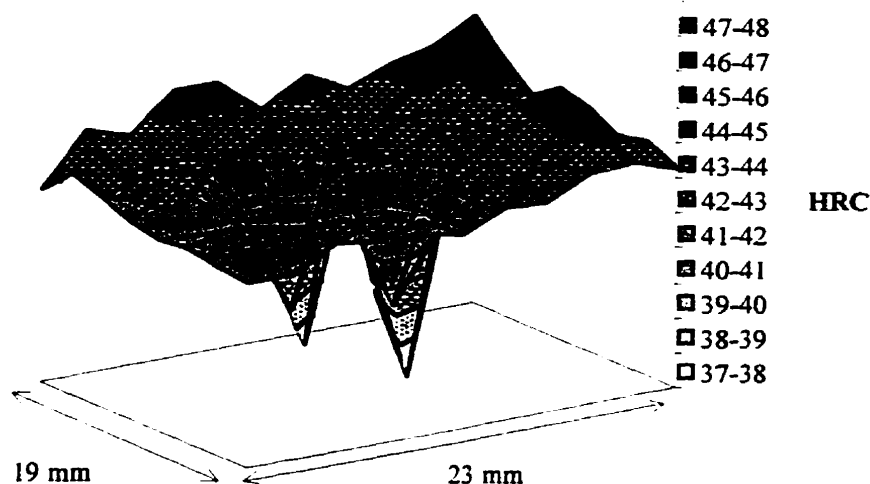


Figure 3-1 : Fluctuations de la dureté Rockwell C dans le SAE 4135TR480°C.
Section transversale à l'axe de la barre d'ancrage prélevée dans la région centrale.

3.1.2 Matériau pour les essais de fatigue

Pour les essais de fatigue nous avons travaillé directement avec l'acier dans sa structure commerciale. Le matériau fut prélevé dans des barres d'ancrage de plus gros diamètre (catégorie C). La composition chimique et les propriétés mécaniques de ce SAE 4135 sont aussi données respectivement au Tableau 3-1 (ligne 2) et au Tableau 3-2 (ligne 4). Avec une dureté d'environ 35 HRC et une limite d'élasticité autour de 900 MPa, cet acier semble avoir été revenu à un minimum de 600°C. On peut également qualifier sa résistance de modérée. Les clichés micrographiques de surfaces polies et attaquées (Annexe IV) montrent d'autre part que la taille des anciens joints de grains d'austénite est

approximativement 5 fois plus fine ($5\text{ }\mu\text{m}$) que celle du matériau destiné aux essais statiques. De plus les sulfures de manganèse apparaissent plus fins, beaucoup mieux distribués, conduisant à une structure plus homogène. De telles différences métallurgiques peuvent être attribuées à la provenance des lots parmi lesquelles ont été prélevées les barres pour cette étude. À propos des différences dans la taille des anciens joints de grain d'austénite, il est possible que le traitement d'austénitisation à 880°C (1,5 h) ait engendré une recristallisation du 4135 utilisé pour les essais statiques. Toutefois, à la température utilisée il est généralement rare d'observer une croissance des grains. Rappelons que les traitements thermiques ne sont régis par aucune directive rigoureuse concernant les températures et les durées de recuit. Dans ces conditions, la variabilité importante de structure métallurgique peut être le simple fait de l'utilisation de traitements thermiques différents chez les divers fournisseurs.

Tableau 3-1 : Composition chimique du SAE 4135.										
% en poids	C	Mn	P	S	Si	Cu	Ni	Cr	V	Mo
1. Barre d'ancrage Essais statiques	0,330	0,940	0,013	0,016	0,257	0,118	0,073	0,945	0,003	0,174
2. Barre d'ancrage Essais de fatigue	0,325	0,957	0,016	0,030	0,194	0,195	0,071	0,953	0,005	0,185
3. Spécification ASM min/max	0,33 0,38	0,70 0,90	0,035 max	0,04 max	0,15 0,35	-	-	0,8 1,10	-	0,15 0,25

Tableau 3-2 : Propriétés mécaniques et taille de grain du SAE 4135.

	Dureté HRC	Limite d'élasticité σ_{ys} , MPa	Limite ultime σ_{uts} , [†] MPa	Allongement à la rupture %	Réduction de section, RA [*] %	Taille de grain μm
1. 880°C/1h+TH +480°C/30min	43±1	1 260 [*]	1 390	13	46	25
2. 880°C/1h+TH +580°C/30min	37±1	950	1 140	15	62	25
3. 880°C/1h+TH +650°C/30min	32±1	867	1 050	17	70	25
4. Barre d'ancrage pour la fatigue	35±1	900	1 000	17	46	5
[†] Valeur convertie à partir des mesures de dureté selon la norme ASTM 370						
[*] R. Roberge et W. Zheng, rapport IREQ n°93-322 (1993)						
TH : pour "Trempe à l'Huile"						

3.2 Choix et géométrie des éprouvettes de travail

3.2.1 Éprouvettes pour les essais statiques

Une géométrie de type WOL (Wedge Opening Loading), originellement développée par Manjoine (1967), a été choisie pour la mesure de vitesse de fissuration selon le Mode I d'ouverture de la mécanique de la rupture. Cette géométrie est d'un usage courant en corrosion sous contrainte pour la détermination des K_{ISCC} ou K_{IH} , en fragilisation par l'hydrogène. Des échantillons de 53 mm de longueur, 38 mm de hauteur et 18 mm d'épaisseur, ont été prélevés selon l'orientation L-R, c'est-à-dire la direction transverse et

radiale à l'axe des barres. Ils ont également été entaillés à mi hauteur sur 30 mm (fond en "V") pour faciliter l'amorçage des fissures. De part et d'autre de cette encoche, les mâchoires ont été percées et taraudées pour faciliter le montage entre les mors d'une machine servohydraulique de traction. En mécanique de rupture on a l'habitude de décrire par W la longueur de la plage de fissuration depuis l'axe de chargement jusqu'à la face arrière de l'éprouvette. Ici le paramètre W est de 38 mm. La géométrie est reproduite à l'échelle à la Figure 3-2 (a).

Une rainure semi-circulaire de 1,8 mm de profondeur a été introduite sur les flancs de l'éprouvette le long de la plage de fissuration de manière à limiter la composante de contrainte plane à proximité des surfaces latérales. Une telle rainure permet aussi de guider la fracture dans un plan perpendiculaire à l'axe d'ouverture. À ce sujet, la norme ASTM E399 stipule que l'épaisseur de l'éprouvette ainsi que la taille des ligaments non brisé (i.e. $W-a$, où a est la longueur de la fissure) doivent être d'au moins $2,5(K/\sigma_{ys})^2$ pour pouvoir considérer le front de fissure comme sollicité dans l'état de déformation plane. Concrètement, sans tenir compte de l'effet des rainures latérales, des facteurs d'intensité de contrainte en fond de fissure dépassant $107 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, $81 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ et $73 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, ne sont plus garants de l'état de déformation plane respectivement pour les éprouvettes revenues à 480°C , 580°C et 650°C . L'effet des rainures sur l'extension du domaine de validité de la déformation plane n'est pas ici connu avec précision.

3.2.2 Éprouvettes pour les essais de fatigue

Pour l'activité de fatigue, nous avons préféré à la géométrie WOL une forme de barreau pour une sollicitation en flexion pure, i.e. "flexion 4 points". Nos éprouvettes WOL étaient plutôt déconseillées pour de la fatigue, entre autre parce qu'elles doivent être sollicitées par le biais de tiges filetées, des pièces trop sensibles à la rupture en fatigue. En outre, à la lumière de l'expérience acquise lors des premiers essais WOL, la configuration spatiale d'un montage en flexion est apparue plus adaptée à une expérimentation dans un environnement chimique. L'ouverture d'un barreau en flexion est toujours celle du Mode I.

Les dimensions des éprouvettes sont : 190 mm de longueur, 38 mm de hauteur (paramètre W) et 19 mm d'épaisseur. Pour localiser l'amorçage de la fissuration, le barreau a simplement été entaillé (front en V) à mi longueur sur une profondeur de 7 mm environ ($0,2W$) [cf. Figure 3-2 (b)].

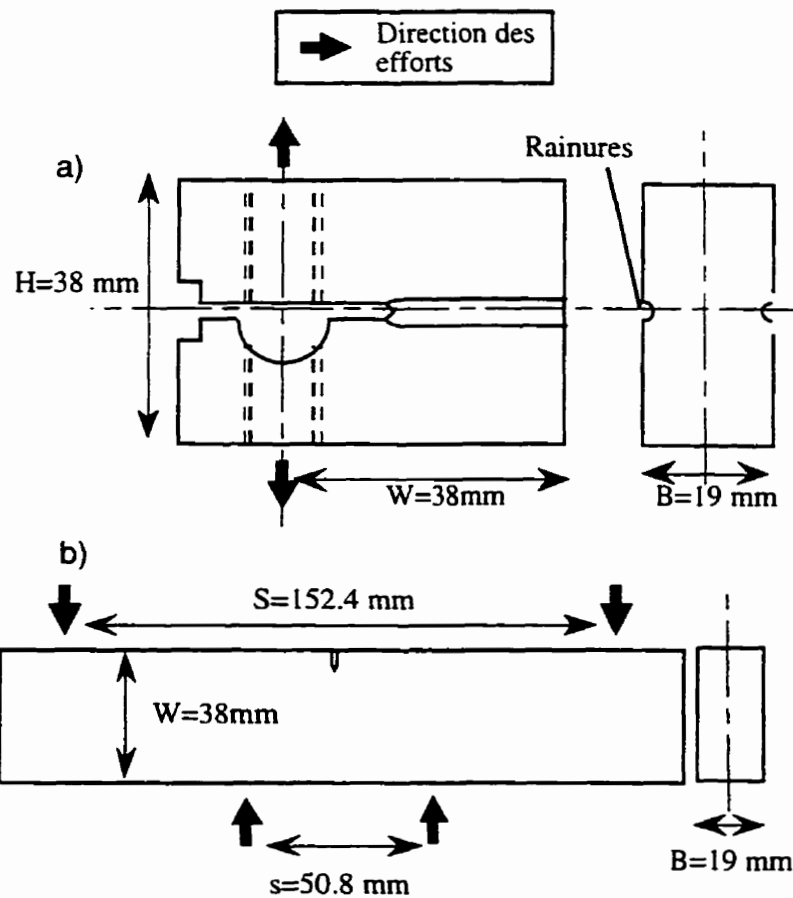


Figure 3-2 : Géométrie des éprouvettes pour les essais de fissuration.
a) Eprouvette WOL. b) Barreau de flexion 4 points.

3.3 Calibration, contrôle et mesure de la vitesse de fissuration

La principale difficulté dans la mesure de vitesse de fissuration réside dans l'estimation de longueur de fissure et son suivi dans le temps. Nous avons recensé trois méthodes : l'émission acoustique, la chute de potentiel et la méthode de la complaisance. Les deux premières ont été exclues parce qu'elles demandent des calibrations pointues spécialement adaptées à l'environnement étudié. La méthode mécanique dite de la

complaisance est plus simple à mettre en oeuvre. Elle est en outre normalisée (ASTM E399) pour certaines éprouvettes (CT, Flexion 3 points). La quantification de l'avancement des fissures dans les éprouvettes WOL et dans les barreaux de flexion a été faite ici par le biais de cette méthode.

La complaisance, C , s'exprime comme le rapport EBv/P dans lequel E désigne le module d'Young et v l'ouverture frontale des lèvres de la fissure (baillement). C est typiquement une fonction monotone de la longueur de fissure adimensionnelle a/W , qui dépend de la géométrie de l'éprouvette. En utilisant la formule inverse de cette fonction, il est possible d'estimer une longueur de fissure, connaissant P (cellule de charge) et le bâillement (extensomètre type "clip-gage"). D'autre part le facteur d'intensité de contrainte se calcule à l'aide d'une expression du type :

$$K = \frac{P\sqrt{a}}{BW} f(a/W) \quad [3-1]$$

où $f(a/W)$ est représentatif de la géométrie de l'éprouvette.

Ainsi, connaissant la réponse exacte d'une éprouvette à la sollicitation mécanique, les progressions de fissure peuvent être non seulement détectées mais aussi contrôlées par une action adéquate sur les efforts exercés. Dans cette étude, nous avons conduit tous les essais de fissuration (sous contrainte statique et fatigue) sur des bancs de traction/compression servohydrauliques. La gestion de l'acquisition des données et du contrôle des bancs en boucle fermée a été assurée par des moyens informatiques.

La calibration de la géométrie WOL pour une configuration autochargée (bolt loaded) a été bien établie par Novak et Rolfe (1969). Seulement ici, les éprouvettes WOL ont été dotées de prolongements pour le raccordement aux mors du banc d'essai. Cette modification déplace considérablement la localisation des points de chargement par rapport à l'utilisation conventionnelle (illustré à la Figure 3-3). De tels changements étant susceptibles d'affecter la complaisance de l'éprouvette, nous avons préféré établir notre propre calibration. Celle-ci a été réalisée expérimentalement sur la plage de fissuration 0,4W-0,8W (détails en Annexe V), conduisant aux expressions de la complaisance et du facteur d'intensité de contrainte en déformation plane suivantes :

$$\frac{EBv}{P} = \exp \left(-18,583 + 169,84 \frac{a}{W} - 533,38 \left(\frac{a}{W} \right)^2 + 867,14 \left(\frac{a}{W} \right)^3 - 715,99 \left(\frac{a}{W} \right)^4 + 242,4 \left(\frac{a}{W} \right)^5 \right) \quad [3-2]$$

$$K_I = \frac{P\sqrt{a}}{BW} \left(-478 + 4540 \frac{a}{W} - 16953 \left(\frac{a}{W} \right)^2 + 31467 \left(\frac{a}{W} \right)^3 - 29053 \left(\frac{a}{W} \right)^4 + 10746 \left(\frac{a}{W} \right)^5 \right) \quad [3-3]$$

Pour les barreaux de fatigue sollicités en flexion 4 points ou quasi pure, les formules de calibration s'établissent ainsi pour la complaisance entre 0,2 et 0,7W (Tada 1973):

$$\frac{EBv}{P} = 16(1 - \nu^2) \frac{a}{W} \left(0,8 - 1,7 \frac{a}{W} + 2,4 \left(\frac{a}{W} \right)^2 + \frac{0,66}{1 - \left(\frac{a}{W} \right)^2} \right) \quad [3-5]$$

où ν est le coefficient de Poisson, et pour le facteur d'intensité de contrainte :

$$\Delta K_I = \frac{3\Delta P(S-s)}{2BW^{3/2}} \frac{\left(1,99 - 2,15\frac{a}{W} + 6,08\left(\frac{a}{W}\right)^2 - 6,63\left(\frac{a}{W}\right)^3 + 2,7\left(\frac{a}{W}\right)^4\right)}{\left(1 + 2\frac{a}{W}\right)\left(1 - \frac{a}{W}\right)^{3/2}} \quad [3-6]$$

où $(S-s)$ représente la différence des distances entre les points d'application des charges comme défini à la Figure 3-2. Ici $(S-s)$ vaut 10,16 cm.

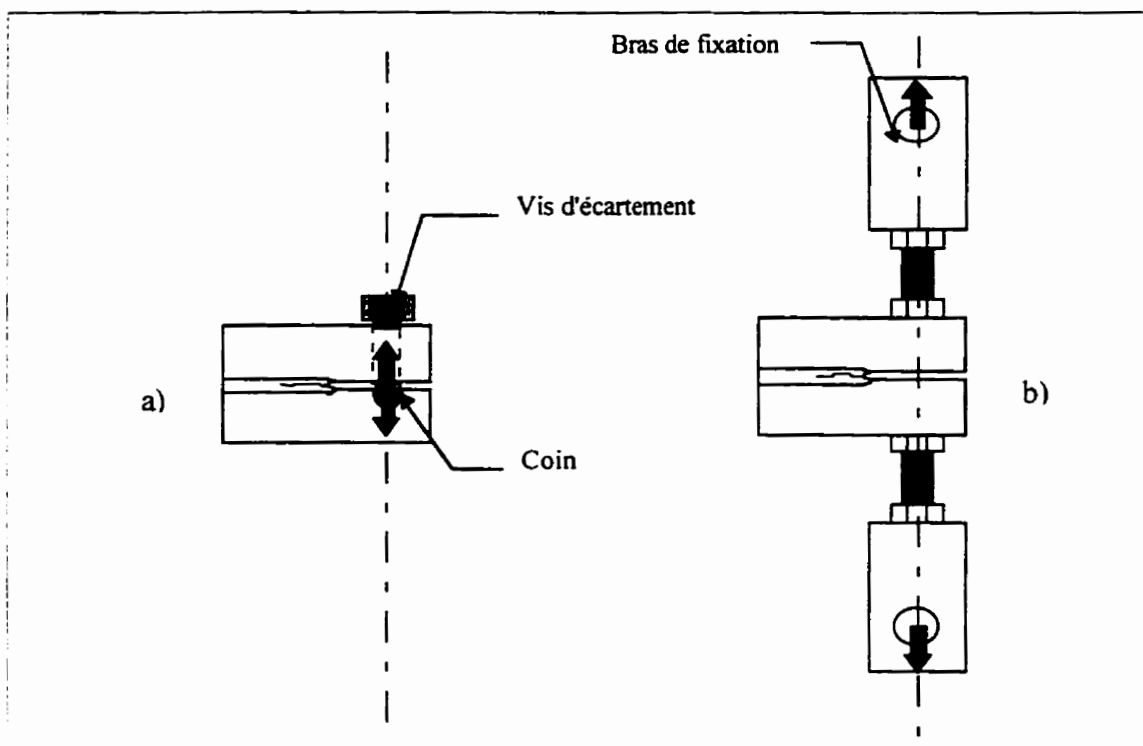


Figure 3-3 : Localisation des points de chargement sur une éprouvette WOL.

a) pour un chargement conventionnel avec une vis. b) pour un chargement sur notre banc d'essai.

3.4 Dispositifs de polarisation cathodique

La plupart des tests ont été conduits sous contrôle potentiostatique dans une solution aqueuse composée de $0,686 \text{ mol.l}^{-1}$ d'hydroxyde de potassium (KOH) et $0,114 \text{ mol.l}^{-1}$ d'hydroxyde de sodium (NaOH). Une telle solution simule la chimie du liquide interstitiel des pâtes de ciment hydratées, notamment dans son alcalinité (pH autour de 14) (Roberge et Zheng 1992). Les éprouvettes ont été utilisées comme électrodes de travail. Des électrodes au calomel saturé ont servi de référence pour la mesure de potentiel. Des fils de platine bobinés (contre électrodes) et positionnés en regard des plages de fissuration ont permis de fermer le circuit électrochimique sur le potentiostat. L'hydrogène fut ainsi produit directement à la surface des éprouvettes en imposant à l'électrode de travail une surtension négative. Ceci déplace le potentiel dans le domaine de dégagement cathodique. Le principe est schématisé à la Figure 3-4. Typiquement les essais ont été entrepris à trois potentiels : $-1,1 V_{ECS}$, $-1,2 V_{ECS}$ et $-1,4 V_{ECS}$. Ces valeurs sont comprises dans l'intervalle dans lequel le potentiel de corrosion de l'acier galvanisé dans le coulis de ciment est susceptible d'évoluer (Figure 1-3). D'autre part, cet intervalle correspond à un domaine où le courant cathodique dépend fortement du potentiel. Les balayages potentiodynamiques entrepris sur le SAE 4135 ont montré que le courant gagne plusieurs ordres de grandeur alors que le potentiel chute de $-1,1 V_{ECS}$ à $-1,4 V_{ECS}$ (Roberge et Zheng 1992). On dispose ainsi d'un dispositif qui permet de faire varier

significativement l'activité électrochimique de l'hydrogène surfacique et. par conséquent, la teneur interne en hydrogène atomique.

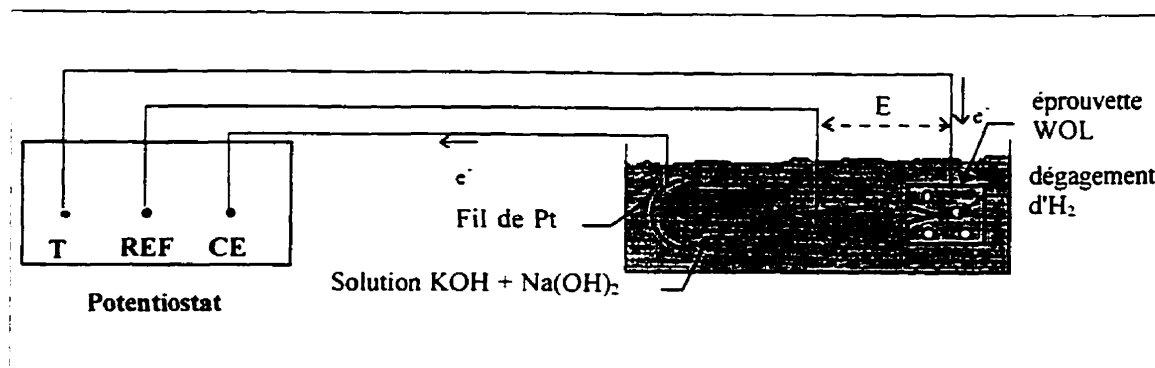


Figure 3-4 : Circuit électrochimique.

La solution, confinée dans des cellules en acrylique, fut continuellement désoxygénée par une circulation d'argon ultra pur pour simuler un milieu pauvre en oxygène (cf. 1.3.3). D'autre part la désaération permet de minimiser les risques d'oxydation des surfaces qui, d'après Oriani et Josephic (1974), est de nature à altérer les vitesses sous-critiques de propagation. Hancock et Jonhson (1966) ont été parmi les premiers à s'intéresser de près à ce problème et ont suggéré que des barrières d'oxyde puissent gêner l'adsorption de l'hydrogène à l'extrême pointe de la fissure. Cette idée a reçu un peu plus tard le support de Lucas and Robinson (1986) qui ont trouvé que la désaération augmentait significativement les quantités d'hydrogène adsorbé. Les cellules ont été positionnées de façon à faire baigner uniquement les parties des éprouvettes dans lesquelles se propagent les fissures. L'étanchéité entre les éprouvettes et les cellules fut assurée au moyen d'une pâte de polyuréthane de la compagnie SIKA (SIKAFLEX 1A) dont l'adhérence sur le

métal est à l'épreuve de plusieurs semaines de contact avec notre solution. Le montage pour les essais WOL sous contrainte statique est schématisé à la Figure 3-5.

Les photographies de la Figure 3-6 donne une idée de la configuration expérimentale pour les essais de fatigue. Précisons que dans ce montage, une pompe a fait circuler la solution entre un réservoir où se déroulait la désaération, et la cellule.

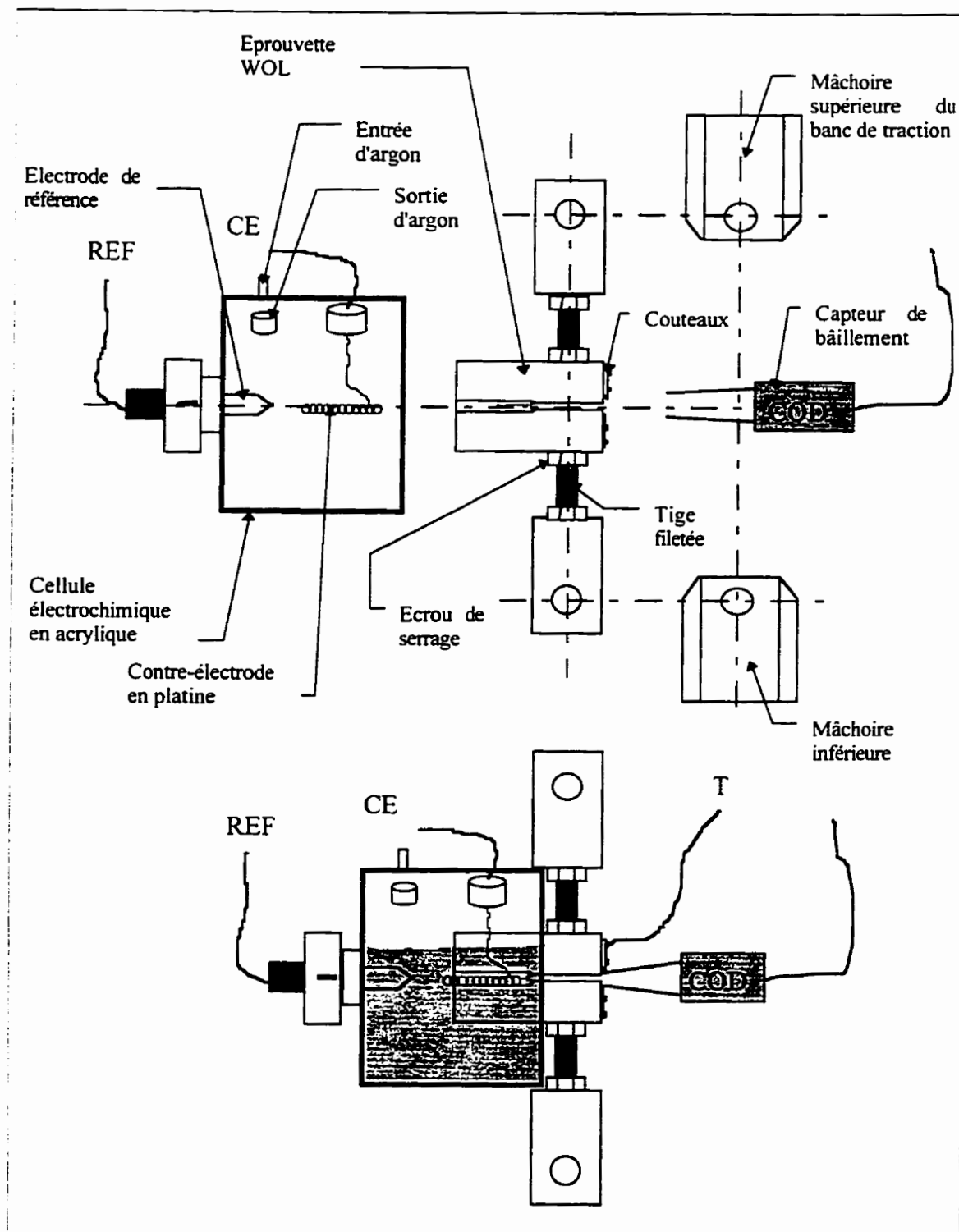


Figure 3-5 : Montage pour les essais de fissuration sous contrainte statique.

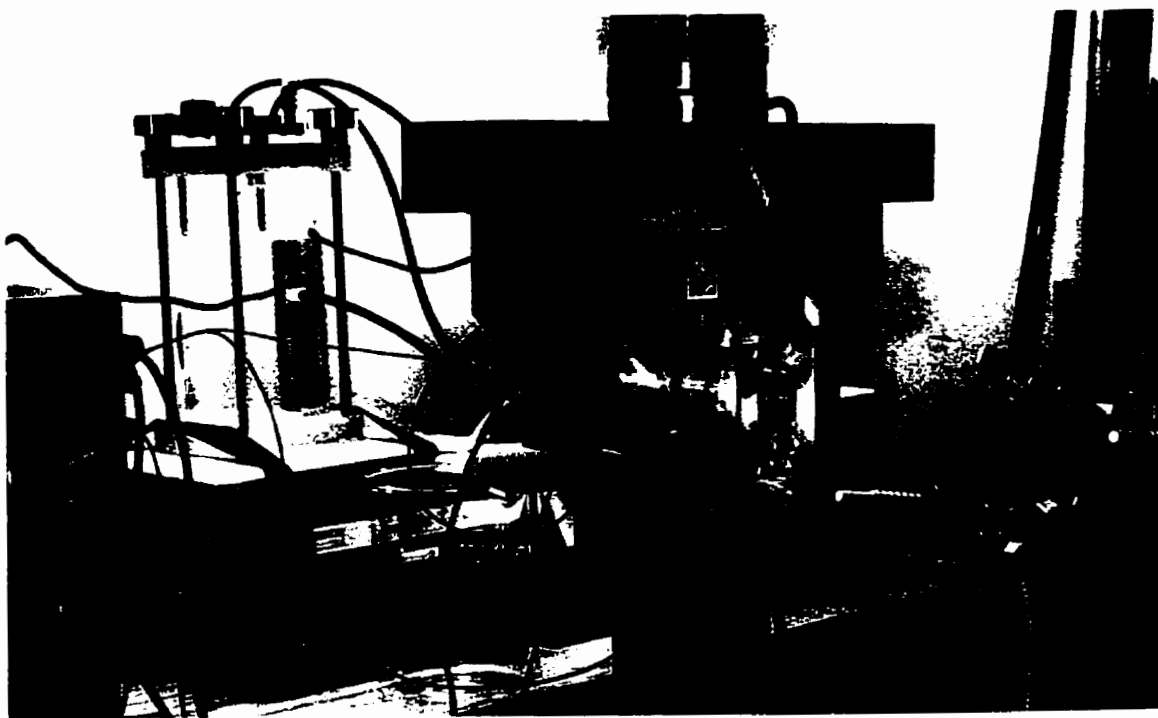
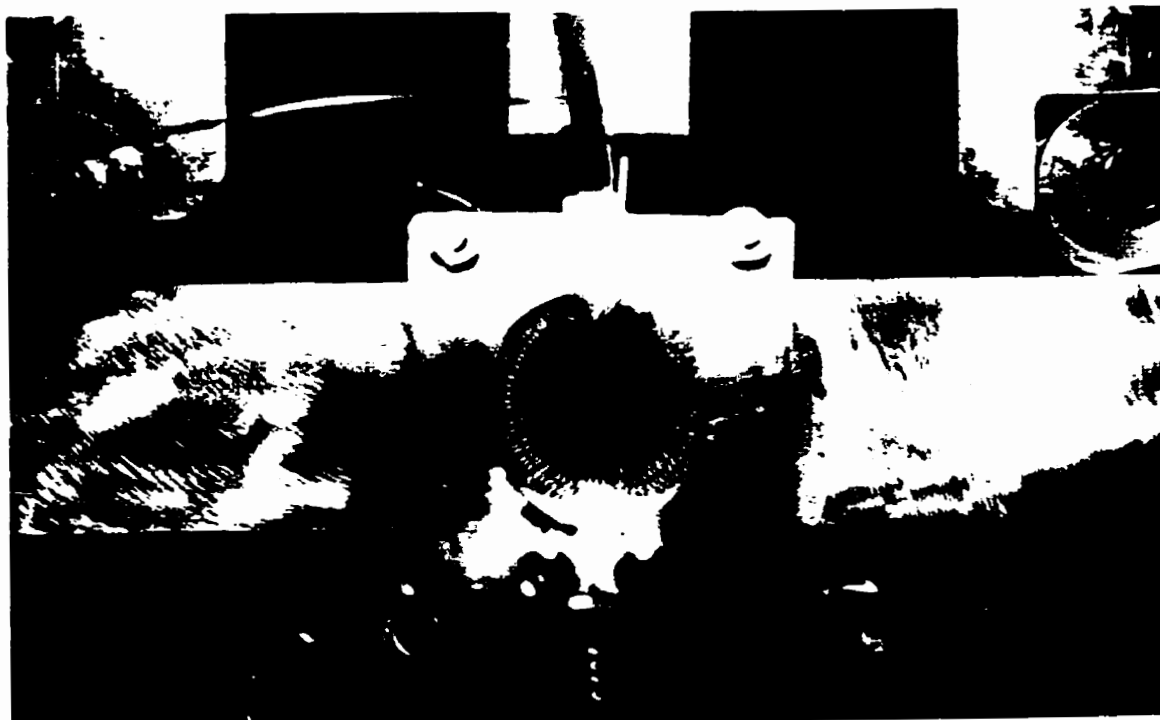


Figure 3-6 : Montage de fatigue en milieu électrochimique.

3.5 Procédure expérimentale

3.5.1 Essais WOL

La totalité des essais ont été entrepris à la température ambiante. La rouille et autres oxydes, ainsi que les rayures d'usinage ont été soigneusement éliminés par un polissage au papier sablé (jusqu'à P600). Au fond des rainures latérales, où les fissures sont guidées, le polissage a été affiné (P4000). Chaque éprouvette WOL a ensuite été préfissurée par fatigue (5 Hz et ΔK_I de 22 MPa $\sqrt{m}$) sur 3 mm de profondeur, à l'air du laboratoire. Les charges furent ajustées durant la procédure de préfissuration pour que le $K_{I_{max}}$ ne dépasse pas 25 MPa $\sqrt{m}$. Par la suite la cellule a été installée en regard de la plage de fissuration et remplie de solution. Par après, la polarisation et la désaération ont été rapidement activées.

Les tests ont été conduits à K croissant après une semaine de préchargement, le temps que l'hydrogène atomique se distribue uniformément et que la concentration se stabilise à une valeur d'équilibre. Le coefficient effectif de diffusion pour notre acier est d'environ $5 \cdot 10^{-7} \text{ cm}^2/\text{s}$, une valeur trouvée pratiquement indépendante de la température de revenu (Roberge et Zheng 1993). Ce coefficient est aussi en accord avec d'autres valeurs reportées pour des aciers de composition similaire (Brass *et al* 1994, Wilde et Chattoraj 1992). Un calcul de diffusion rapide, utilisant ce coefficient de diffusion, a montré que la concentration à mi-épaisseur d'une plaque infinie après 7 jours de chargement atteint

environ 80% de la concentration surfacique. Puisque les éprouvettes n'étaient pas seulement polarisées sur leurs flancs, mais sur la quasi-totalité de leur surface, il est vraisemblable que la concentration après 7 jours était supérieure à 80%. Finalement, pour éviter d'allonger inutilement la procédure expérimentale, nous avons jugé cette période d'une semaine de préexposition comme largement suffisante.

Les seuils d'intensité de contraintes furent déterminés par une procédure sollicitant pour commencer le fond des préfissures en dessous des valeurs présumées de K_{IH} . La charge fut augmentée périodiquement, toutes les 24 h, pour augmenter K_I par incréments de $1 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, et ce jusqu'à ce qu'une progression significative de la fissure soit détectée. Les fissures qui n'ont pas progressé en deçà de 24 h furent considérées comme statiques. Des rampes de chargement ($0,1 \text{ kN/s}$) se sont avérées nécessaires pour réaliser une estimation précise des longueurs de fissure et, par conséquent, stresser le front à la valeur la plus proche possible de l'intensité de contrainte spécifiée. L'exécution de ces rampes a demandé que les éprouvettes soient périodiquement déchargées.

Certains auteurs ont pointé les problèmes d'amorçage reliés à l'historique de l'amplitude de contrainte en pointe de fissure (Carter 1972, Dull et Raymond 1972, Landes et Wei 1973, Macdonald et Chung 1985). Nous sommes donc conscients que l'émoussement du front de fissure résultant des charges et décharges répétées, est susceptible d'affecter notamment la durée des temps d'incubation où la fissure est temporairement arrêtée

avant d'amorcer sa progression. Bien que les méthodes à K-croissant minimisent l'effet de "l'historique de contrainte" (Stavros et Paxton 1970), les K_{IH} déterminés dans cette étude doivent être considérés, tel qu'il l'a été fait dans le passé (Gangloff et Wei 1977) comme des seuils d'intensité de contrainte apparents correspondant à des temps d'incubation supérieurs à 24 h.

Au-dessus du seuil d'intensité de contrainte, la variation de la longueur de fissure a été enregistrée en fonction du temps, donnant accès par régression linéaire à la vitesse da/dt . De plus, les enregistrements ont fourni des informations sur le caractère sporadique des propagations et aussi sur les temps d'incubation. Les progressions ont eu lieu sous charge constante. Périodiquement les charges ont été réajustées pour balayer l'intervalle de K_I depuis le seuil jusqu'à la ténacité. La Figure 3-7 résume la procédure de chargement mécanique d'une éprouvette WOL pour la détermination point par point de la courbe " da/dt vs K_I ". La procédure a été pilotée par un logiciel informatique d'acquisition et de contrôle spécialement développé pour cette étude.

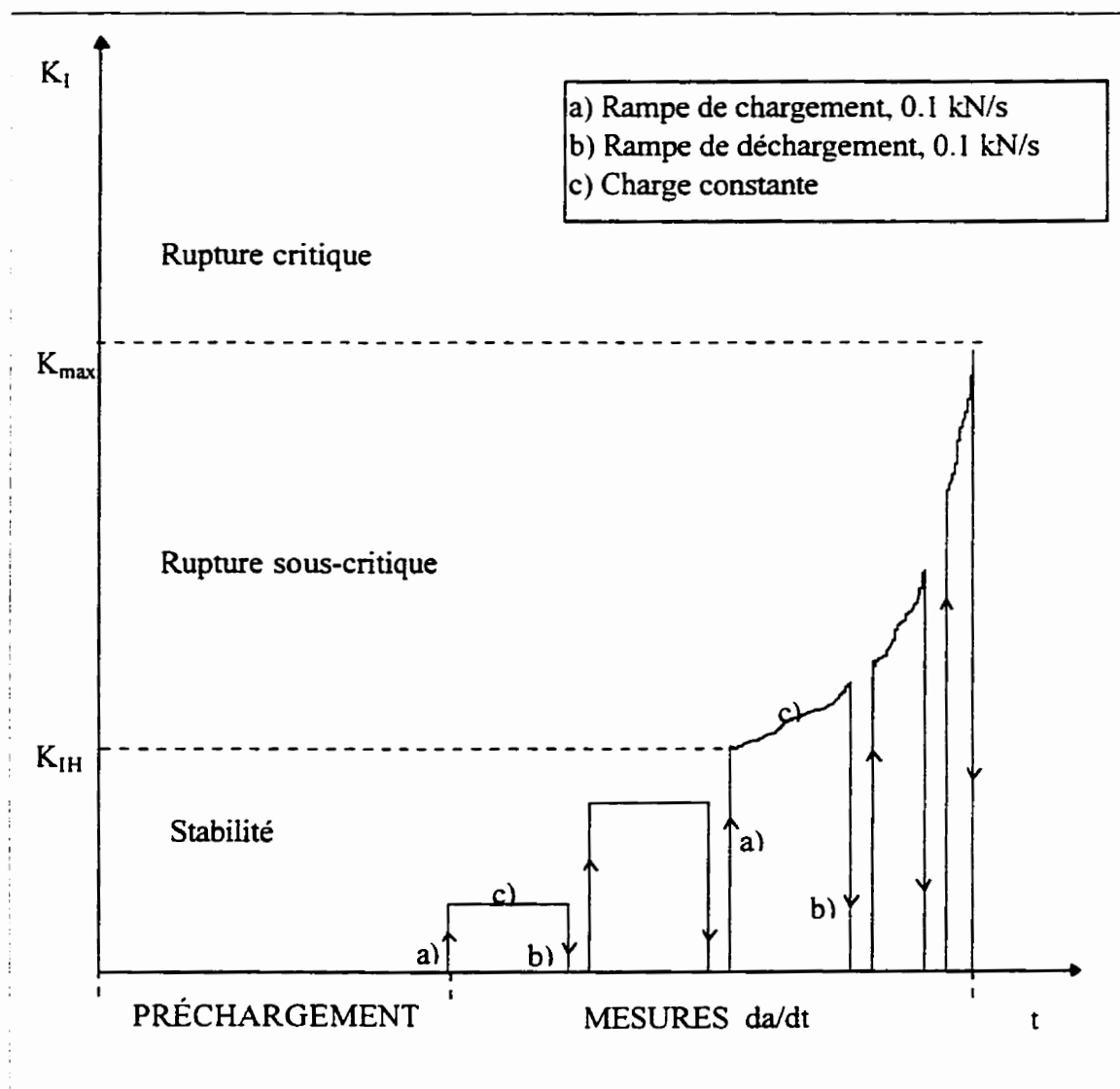


Figure 3-7 : Séquence de chargement mécanique dans un essai WOL.

3.5.2 Essais de fatigue

Les barreaux de flexion pour la fatigue ont été polis au diamant ($1 \mu\text{m}$) et préfiessurés à l'air (ΔK décroissant de $20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ à $10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, 10 Hz), polis avant d'être testés dans

l'environnement. Nous avons aussi respecté un temps de préchargement électrochimique d'une semaine avant de procéder aux mesures de vitesse de fissuration. La détermination complète des courbes " da/dN vs ΔK_I " s'est faite au moyen d'une succession de phases élémentaires de propagation à ΔK constant pendant lesquelles la vitesse de fissuration correspondante a été calculée. Typiquement nous avons procédé en deux temps : en commençant d'abord par la recherche du seuil de fatigue par décroissance des ΔK puis en poursuivant l'investigation du reste du domaine sous-critique à ΔK croissant. Nous avons eu recours cette fois à un programme commercial de la compagnie INSTRON pour contrôler notre banc d'essai.

En fatigue, la propagation de fissure est très sensible aux variations d'amplitude de charge. Pour réduire le risque d'arrêt de fissure dans la région des seuils, nous avons donc pris garde de ne pas diminuer le ΔK de plus de 5% de sa valeur entre chaque phase de propagation élémentaire. De plus, pour chaque ΔK , les vitesses de propagation ont été réalisées après que les fissures eurent dépassé la zone déformée par la phase de propagation précédente.

4 RUPTURE ASSISTÉE PAR L'HYDROGÈNE SOUS CHARGE CONSTANTE DANS LE SAE 4135

4.1 Mesures de vitesses de fissuration da/dt

4.1.1 Profil général d'une courbe da/dt en fonction de K

Les courbes de vitesse de propagation de fissure en fonction du facteur d'intensité de contrainte présentent habituellement trois régions distinctes de propagation sous-critique que l'on dénomme : Stade I, II et III. Aux faibles intensités de contrainte, le Stade I est le domaine où la vitesse da/dt augmente très rapidement avec K_I . Il débute au seuil d'intensité de contrainte en dessous duquel les fissures ne peuvent croître et prend fin lorsque la vitesse s'infléchit de façon caractéristique. En tout et pour tout, il ne s'étend sur guère plus d'une dizaine de $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$. Ensuite, da/dt progresse plus lentement ou peu avec l'augmentation de l'intensité de contrainte : c'est le Stade II caractérisé par le taux moyen de propagation da/dt_{II} . La longueur de ce plateau est variable, mais dans la plupart des cas elle se chiffre en plusieurs dizaines de $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$. Pour finir, dans le Stade III, la propagation de fissure s'accélère de nouveau alors que le facteur d'intensité de contrainte s'approche de la ténacité, valeur à laquelle la rupture devient critique en déformation plane. Dans les deux stades qui dépendent le plus de K_I (I et III), les taux de propagation sont vraisemblablement contrôlés par une force motrice d'origine

mécanique. Par contre, il est généralement accepté que le Stade II reflète un contrôle cinétique par un ou plusieurs processus physico-chimiques d'approvisionnement en hydrogène des sites où se localise la rupture (cf. 2.2.2). L'allure typique d'une courbe da/dt en fonction de K_I est donnée à la Figure 4-1. Toutes les courbes obtenues dans cette étude pour l'acier 4135 trempé et revenu, polarisé cathodiquement, se conforment à ce profil général.

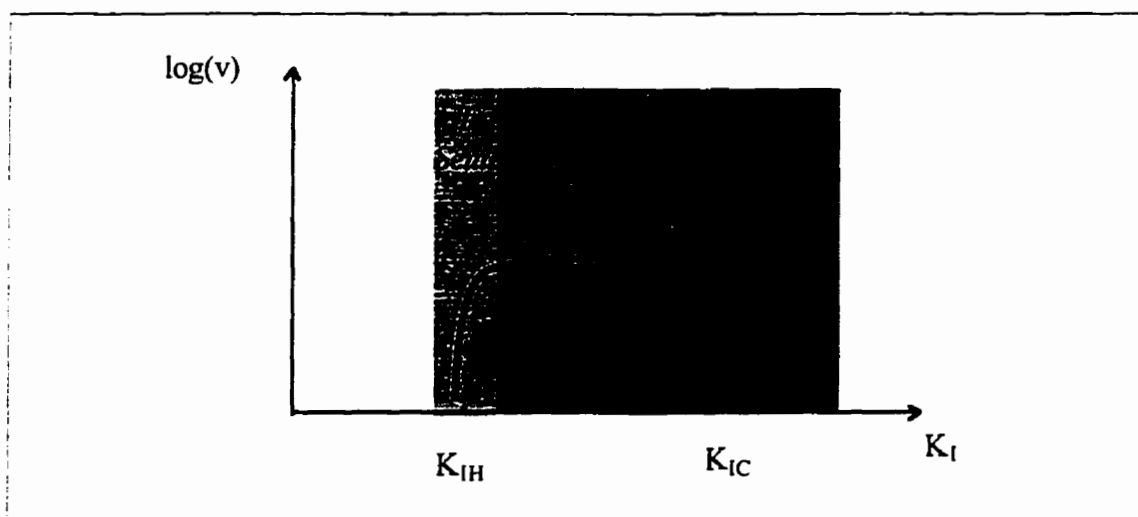


Figure 4-1 : Les différents stades d'une courbe da/dt en fonction de K_I .

4.1.2 Continuité et discontinuité de la propagation

La procédure expérimentale suivie nous a permis sur chaque éprouvette WOL de balayer l'ensemble du domaine sous-critique. Nous avons pu également caractériser le comportement des fissures dans chacun des trois stades mentionnés précédemment, grâce aux enregistrements des variations de longueur de fissure en fonction du temps.

Nous avons dégagé de l'analyse des résultats recueillis sur une trentaine d'éprouvettes, quatre profils de propagation typiques, indépendants apparemment de la structure métallurgique (température de revenu) ou de l'intensité de la polarisation (Figure 4-2) :

1. À des intensités de contrainte juste inférieures à K_{IH} , de faibles montants de propagation d'au plus 100 μm , suivis d'arrêts prolongés excédant nos 24 h d'attente, ont été observés à l'issue des rampes initiales de chargement [Figure 4-2 (a)]. Parfois nous avons patienté plusieurs journées pour voir si la propagation allait se réamorcer avec le temps, mais jamais une fissure arrêtée depuis plus de 24 h n'a repris sa progression.
2. Au début du Stade I, les faibles vitesses de propagation (jusqu'à 10^{-4} mm/s) ont été presque systématiquement associées à des variations discontinues de la complaisance des éprouvettes. Cette discontinuité traduit des changements brutaux de vitesse de propagation occasionnant des sauts d'environ 100 μm suivis par des arrêts de quelques heures [Figure 4-2 (b)]. Cependant, soulignons que la complaisance est représentative du comportement global du front de fissure sur la largeur de l'éprouvette, et par conséquent, que ses variations doivent s'interpréter dans des termes macroscopiques. Il est possible qu'une fissure résiste à l'ouverture sous l'effet de ligaments en arrière de la ligne moyenne du front. Ainsi, les avancées locales de la fissure peuvent rester indécélables par la variation du bâillement tant qu'elles

n'affectent pas une proportion majeure du front. La méthode de la complaisance, employée dans cette étude, nous informe seulement que la propagation "macroscopique" de la fissure est discontinue pour les faibles vitesses. Discuter d'une éventuelle discontinuité au niveau microscopique nécessiterait le recours aux méthodes basées sur l'émission acoustique ou sur la chute de potentiel.

3. Les propagations aux vitesses supérieures à 10^{-4} mm/s se sont révélées largement plus régulières. En particulier dans le Stade II, des profils d'une linéarité quasi parfaite ont été enregistrés au taux rapide d'acquisition d'une estimation de longueur de fissure toutes les deux secondes [Figure 4-2 (c)]. Cette linéarité reflète le contrôle de la cinétique de fissuration par un phénomène indépendant de K_I , et plus précisément par le mécanisme de transport de l'hydrogène vers les sites de rupture.
4. Finalement dans le Stade III, les progressions s'accéléraient de façon exponentielle, la rupture critique devenant de plus en plus imminente [Figure 4-2 (d)].

Des propagations "irrégulières" semblables à celles que nous avons enregistrées aux environs du seuil ont été reportées par le passé par Akhurst et Baker (1981) dans le 4340 modifié avec du vanadium testé selon une procédure à K croissant dans l'hydrogène gazeux (307 kPa).

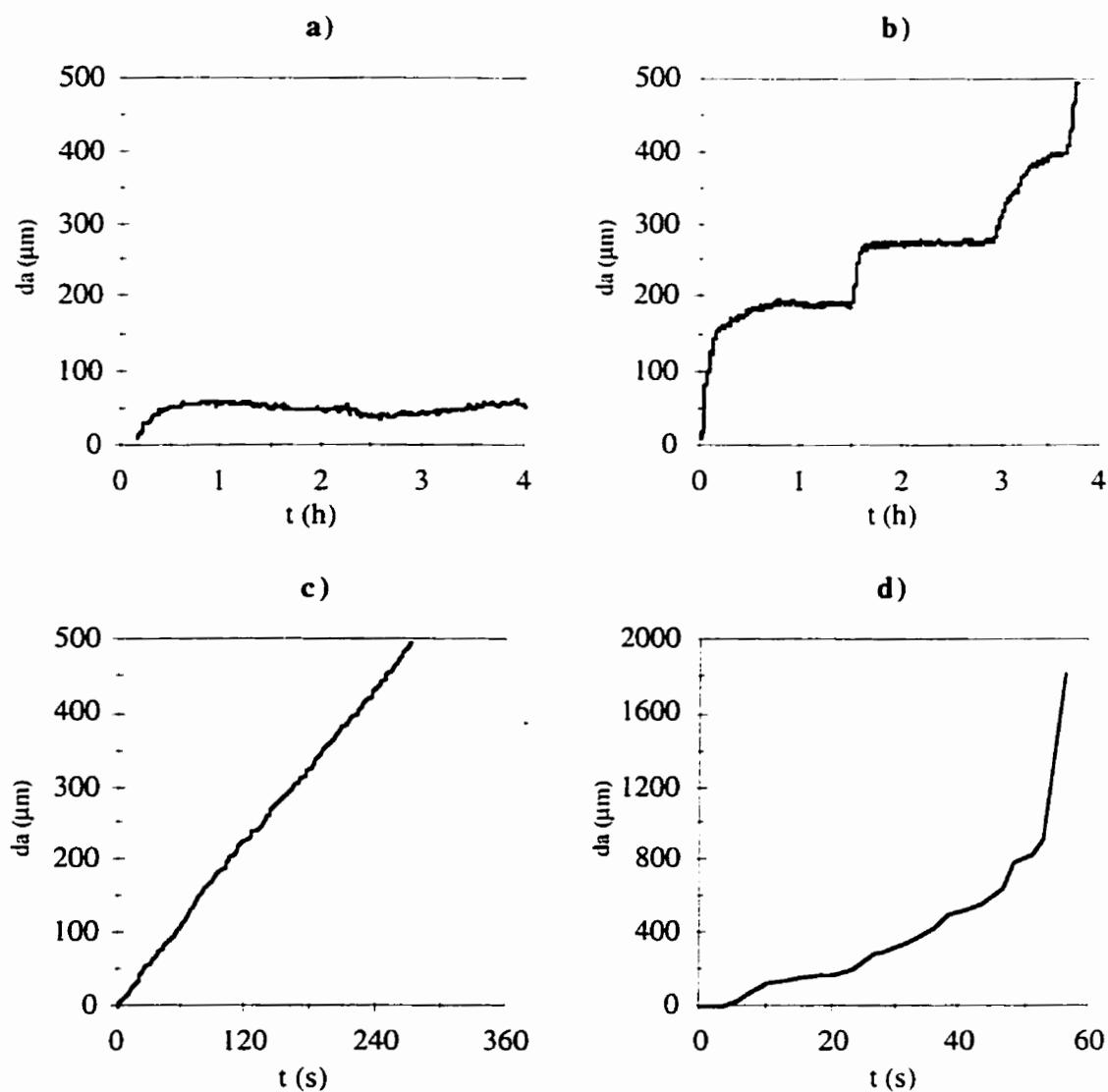


Figure 4-2 : Profil de propagation sous charge constante.

Dans le 4135TR480°C, $-1.2 V_{SCE}$: a) juste en dessous du seuil apparent ; b) au début du Stade I ; c) dans le Stade II ; d) dans le Stade III.

4.1.3 Seuils et vitesses de plateau

Les mesures da/dt entreprises sous polarisation cathodique, dans le SAE 4135 trempé et revenu à 480°C, 580°C et 650°C sont compilées respectivement aux Figures 4-3, 4-4 et

4-5. Sur ces graphiques, les points positionnés arbitrairement dans la décade de vitesse 10^{-8} - 10^{-7} mm/s correspondent à des K_I dont les intensités ont été insuffisantes pour engendrer une propagation significative, c'est à dire pour nous, une propagation inférieure à 100 μ m. Nous avons associé à ces faibles propagations des taux da/dt nuls. Mais nous avons tenu à les faire figurer sur les graphiques car ils soulignent les facteurs d'intensités de contrainte testés qui ont été insuffisants pour amorcer et entretenir une progression. Parmi ces points, ceux considérés comme les seuils apparents de propagation, K_{IH} , sont repérés par une flèche qui pointe vers le bas. Ils indiquent les limites au-dessus desquelles des propagations sous-critiques significatives ont commencé à être observées. Par ailleurs, la résolution de notre système d'acquisition n'a pas permis de caractériser avec précision le phénomène instable de l'accélération des fissures dans le Stade III. Cependant, nous avons pu identifier les intensités de contrainte, K_{max} , auxquelles les ruptures sont devenues critiques. Sur nos courbes, les K_{max} sont repérés avec une flèche pointant vers le haut.

Considérant que les échantillons, usinés à partir d'un matériau d'origine commerciale, étaient susceptibles de contenir des quantités très aléatoires d'inclusions pouvant altérer la propagation de fissures (cf. 3.1.1), nous avons dû dupliquer toutes les courbes pour chaque température de revenu et pour chaque potentiel. Parfois, devant une dispersion trop grande, une troisième courbe s'est avérée nécessaire, surtout dans les conditions de polarisation les moins intenses ($-1,1 V_{ECS}$). Dans un souci de lisibilité, nous présentons

sur les graphiques uniquement les courbes les plus significatives. Les résultats complets sont présentés en annexe (Annexes VI à XVII).

Les faisceaux de courbes obtenus en faisant varier le potentiel électrochimique dans l'intervalle considéré, fusionnent dans leur partie inférieure et plongent vers des seuils autour de $20 \pm 2 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ pour le 4135 revenu à 480°C , et respectivement $30 \pm 3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ et $45 \pm 5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ pour les revenus à 580°C et 650°C . La polarisation cathodique n'eut qu'un effet très léger sur les valeurs de K_{IH} . Pour chaque structure métallurgique, il semble que le seuil le plus élevé corresponde au potentiel le moins cathodique : $-1,1 \text{ V}_{\text{ECS}}$. Une telle dépendance d'un seuil avec la polarisation cathodique a déjà été observée par Jones *et al* (1985) dans le fer pur en milieu acide. Cependant, ici, l'amplitude des variations avec le potentiel est de l'ordre de la variabilité constatée d'une éprouvette à l'autre d'un même matériau testé dans des conditions électrochimiques identiques. Aussi, la faible évolution de K_{IH} dans l'intervalle de potentiel étudié est-elle peu significative à nos yeux.

L'effet du potentiel est beaucoup plus net dans le Stade II. Malgré la dispersion des mesures, les résultats indiquent clairement que la vitesse de plateau augmente lorsque que le potentiel évolue vers des valeurs négatives. En effet, les taux da/dt_{II} sont facilement d'un ordre de grandeur plus élevés à $-1,4 \text{ V}_{\text{ECS}}$ qu'à $-1,1 \text{ V}_{\text{ECS}}$, et ceci pour les trois températures de revenu. Précisons qu'au potentiel de $-1,1 \text{ V}_{\text{ECS}}$, les progressions,

entre autre dans la région du plateau, ont fréquemment été perturbées et sujettes à des arrêts nécessitant une augmentation substantielle de l'intensité de contrainte pour les réamorcer. Par exemple, pour le 4135TR480°C à ce potentiel imposé, la vitesse de plateau est capable de varier d'un ordre de grandeur entre deux essais (cf. Figure 4-3). Ces observations, valables pour chacun des revenus, nous laissent présumer que $-1,1 V_{ECS}$ est un potentiel limite pour la croissance sous-critique de fissure.

Dans le but de confirmer cette hypothèse nous avons testé une éprouvette revenue à 580°C au potentiel de $-1,0 V_{ECS}$. Les charges ont été progressivement augmentées jusqu'à développer $60 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ au fond de la préfissure, sans pour autant engendrer de propagation. Cette valeur se situe déjà $30 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ au-dessus du seuil mesuré à des potentiels légèrement plus cathodiques ($-1,1 V_{ECS}$). Hélas, la préfissure n'étant pas assez longue, nous n'avons pu poursuivre notre recherche du seuil au delà de ce facteur d'intensité de contrainte. Par conséquent, si il existe un seuil à ce potentiel imposé, celui-ci est certainement supérieur à $60 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Il semblerait donc que K_{IH} augmente rapidement dès que le potentiel approche la valeur de la tension d'équilibre de la réduction de l'eau en hydrogène qui est proche de $-1,0 V_{ECS}$. Une conclusion plus affirmative nécessiterait davantage de mesures dans ce domaine de potentiel et pour les trois structures métallurgique.

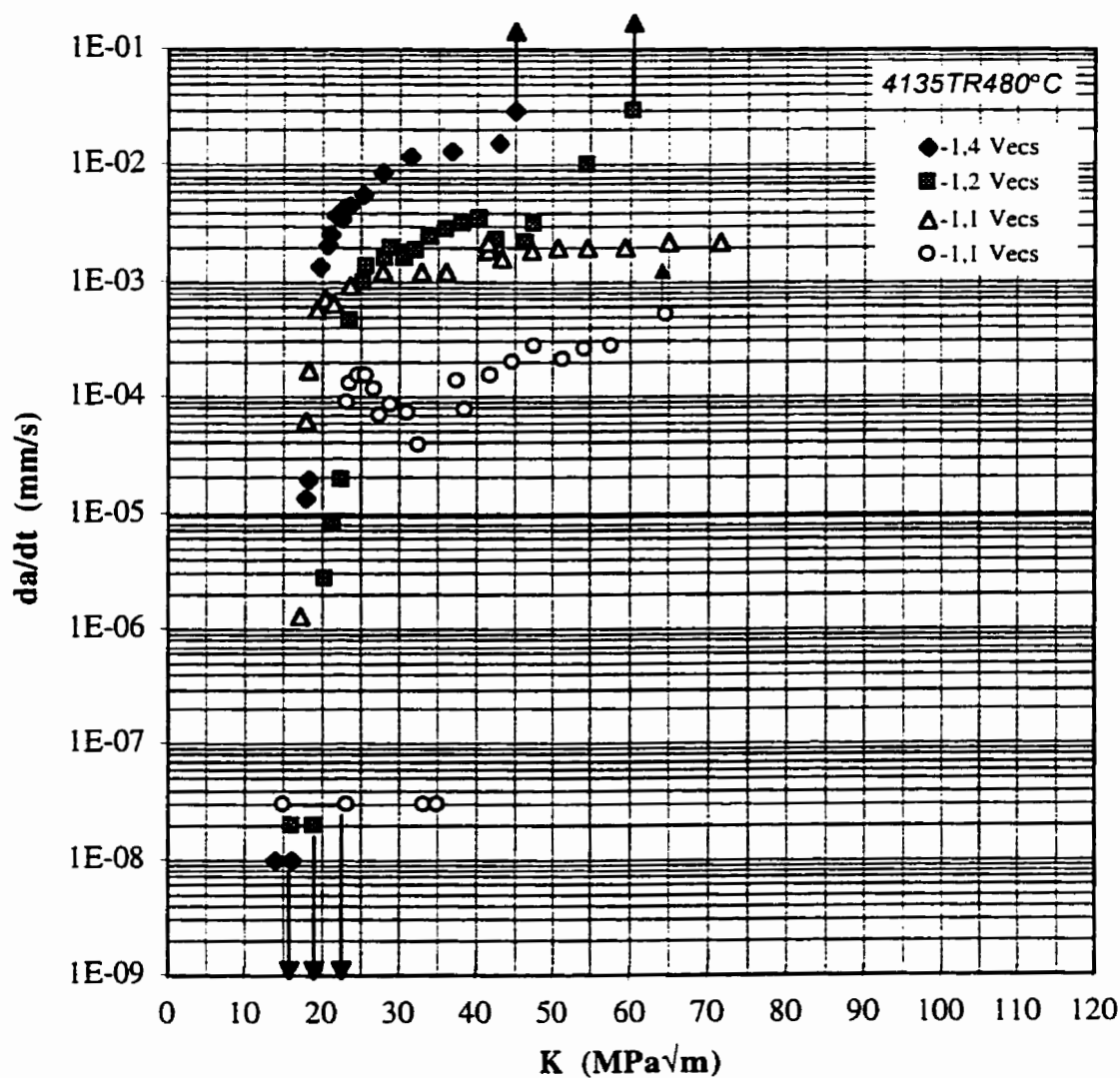


Figure 4-3 : Vitesse de propagation sous-critique dans le SAE 4135TR480°C.
Effet de la polarisation cathodique sur les profils de propagation da/dt vs K, en solution aqueuse alcaline désaérée (0,686 M KOH + 0,114 M NaOH).

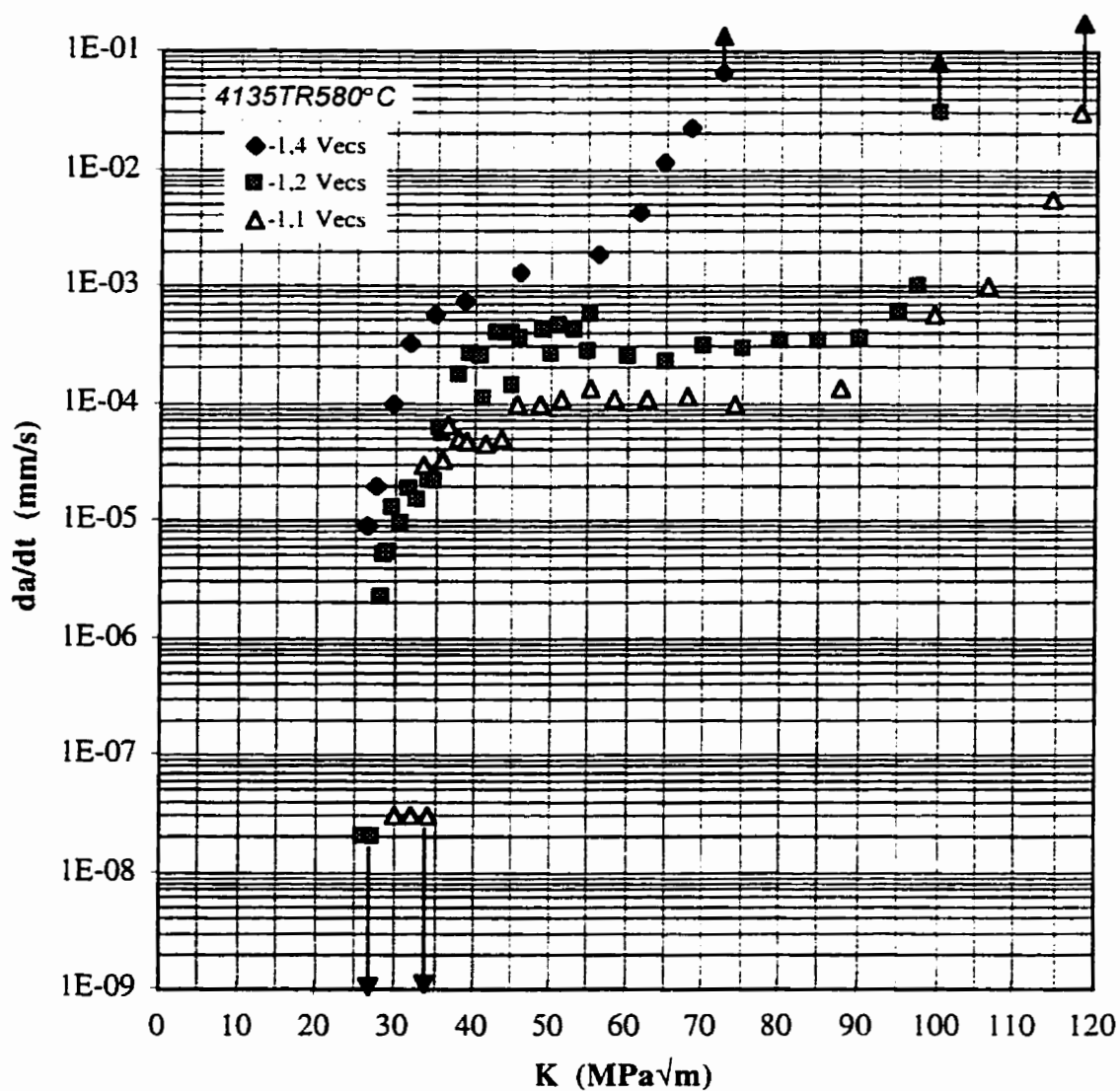


Figure 4-4 : Vitesse de propagation sous-critique dans le SAE 4135TR580°C.
 Effet de la polarisation cathodique sur les profils de propagation da/dt vs K , en solution aqueuse alcaline désaérée (0,686 M KOH + 0,114 M NaOH).

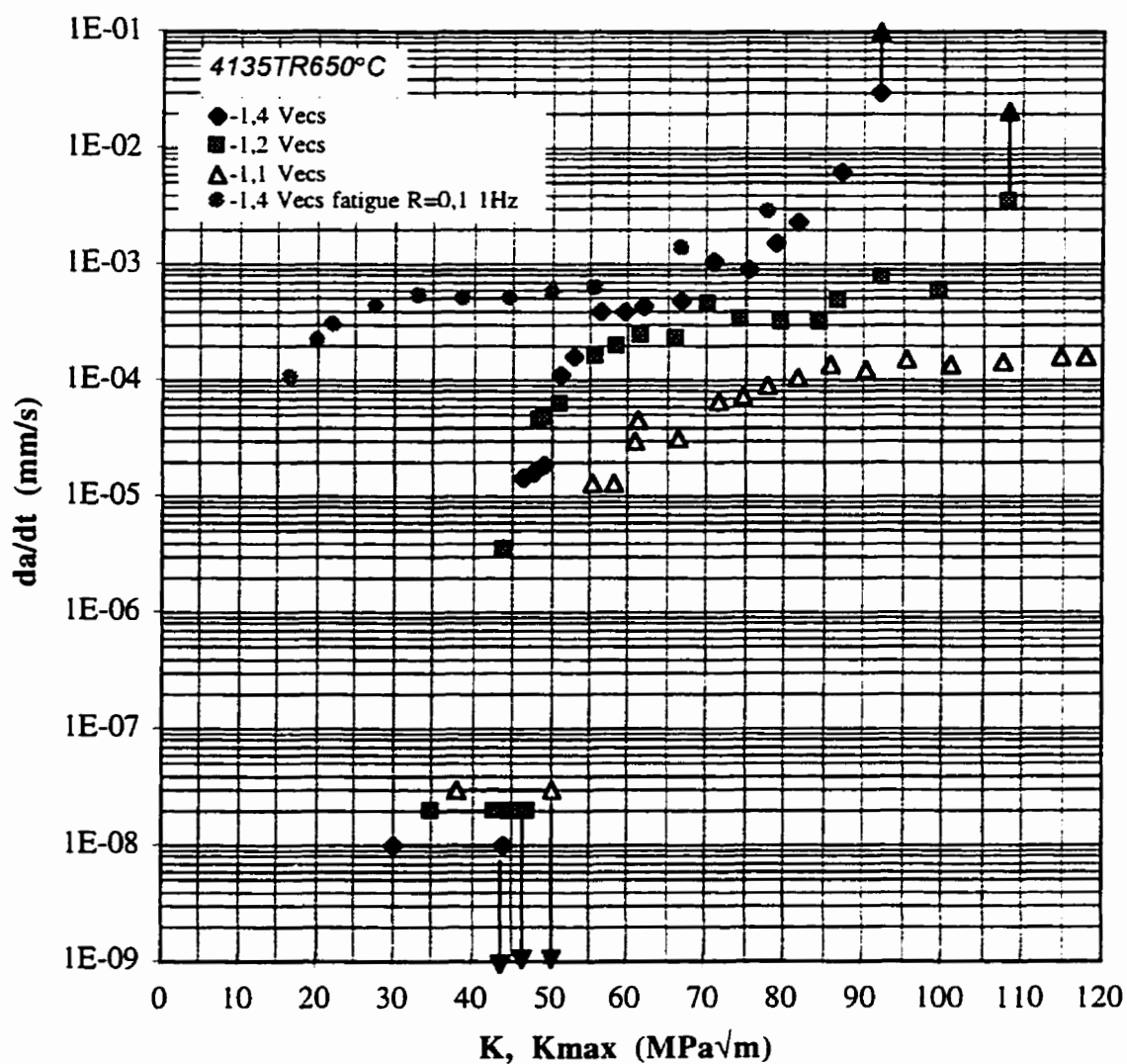


Figure 4-5 : Vitesse de propagation sous-critique dans le SAE 4135TR650°C.
Effet de la polarisation cathodique sur les profils de propagation da/dt vs K , en solution aqueuse alcaline désaérée (0,686 M KOH + 0,114 M NaOH). Comparaison avec le comportement en fatigue au potentiel de -1,4 V_{ECS}.

Considérant l'ensemble des mesures cinétiques, la diminution de σ_{ys} de 1 260 MPa à 867 MPa avec l'augmentation de la température de revenu de 480°C à 650°C, a entraîné un accroissement de K_{IH} de l'ordre 25 MPa $\sqrt{m}$. L'augmentation de la température de revenu de 480°C à 580°C a été associée à une diminution de da/dt_{II} d'un facteur 10. Par contre, les vitesses moyennes de plateau sont très comparables dans le cas des revenus à 580°C et 650°C. Une telle évolution de K_{IH} et da/dt_{II} reflète de manière générale, comme Gonzalez *et al* (1996) l'ont souligné, l'amélioration de la résistance à la fragilisation par l'hydrogène de l'acier 4135 par le traitement thermique. L'effet de la température de revenu sur le comportement HAC du SAE 4135 peut être visualisé aux Figures 4-6, 4-7 et 4-8, aux potentiels de -1,4 V_{ECS}, -1,2 V_{ECS}, et -1,1 V_{ECS} respectivement.

Les valeurs de K_{IH} , reportées ici pour le 4135TR480°C, se comparent bien avec d'autres valeurs de seuil disponibles dans la littérature pour les aciers NiCrMo et CrMo, trempés et revenus, et dont la résistance est comprise entre 1 250 et 1 350 MPa. À titre d'exemple, Gonzalez *et al* (1996) ont trouvé des seuils de l'ordre de 20 MPa $\sqrt{m}$ dans un 4135 de 1 300 MPa et testé dans l'eau salée (3,5% NaCl). Dans le 4340 d'une résistance de 1 350 MPa, Simmons, Pao et Wei (1978) dans l'eau distillée, ainsi que Gerberich *et al* (1975) en fragilisation par l'hydrogène interne, ont mesuré des seuils semblables. Nos valeurs de vitesse de propagation sous-critique dans le Stade II qui oscillent entre 10^{-3} et 10^{-2} mm/s selon l'intensité de la polarisation cathodique, concordent aussi assez bien

avec les valeurs publiées dans les études mentionnées ci-dessus. Cependant, les vitesses de Gonzalez qui a travaillé en CSC, sont approximativement d'un ordre de grandeur en dessous. Ceci se rapproche d'un de nos essais à $-1,1 V_{ECS}$. Dans le cas de Gonzalez, le fond de préfissure est aussi probablement près du potentiel d'équilibre de dégagement de H_2 . En tout cas, la comparaison avec les mesures de Gonzalez illustre la différence entre la fragilisation par l'hydrogène cathodique et la corrosion sous contrainte, en ce qui a trait à la quantité d'hydrogène disponible pour le mécanisme de rupture (cf. 1.2.1). Quoi qu'il en soit, le comportement de notre 4135TR480°C est très typique de la fragilisation par l'hydrogène des aciers de haute résistance.

Par contre, il existe relativement peu de données de cinétique pour les aciers de moyenne résistance. Aussi est-il plus difficile de comparer les réponses à la fragilisation par l'hydrogène cathodique des 4135TR580°C et 4135TR650°C. Il semble néanmoins que $45 MPa\sqrt{m}$ soit une valeur de K_{IH} faible et plutôt inattendue pour un acier traité pour une limite d'élasticité de 850 MPa, si on considère les travaux de Kerr *et al* (1987) ou de Chu et collaborateurs (1981) dans les environnements aqueux au potentiel de corrosion. En effet, ces derniers ont mis en évidence une augmentation très de K_{IH} lorsque la limite élastique approche environ 1 000 MPa. Une fois encore, c'est dans la sévérité du chargement *in situ* en hydrogène par voie cathodique qu'on doit chercher une explication à cette persistance de la susceptibilité à des résistances moyennes.

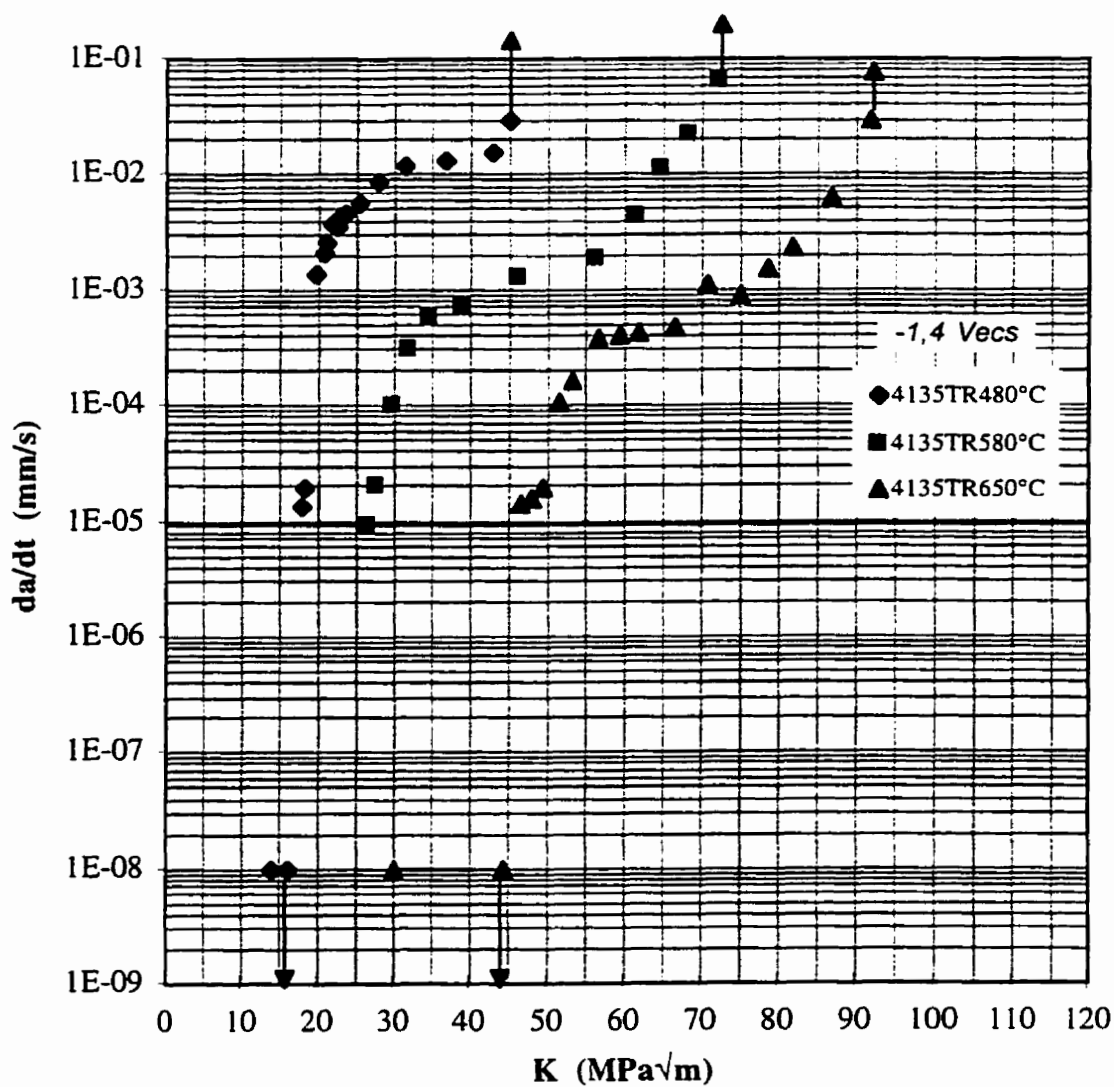


Figure 4-6 : Vitesses de propagation sous-critique au potentiel de $-1,4 V_{ECS}$.
Effet de la température de revenu du SAE 4135 sur les profils de propagation da/dt vs K , en solution aqueuse alcaline désaérée (0,686 M KOH + 0,114 M NaOH).

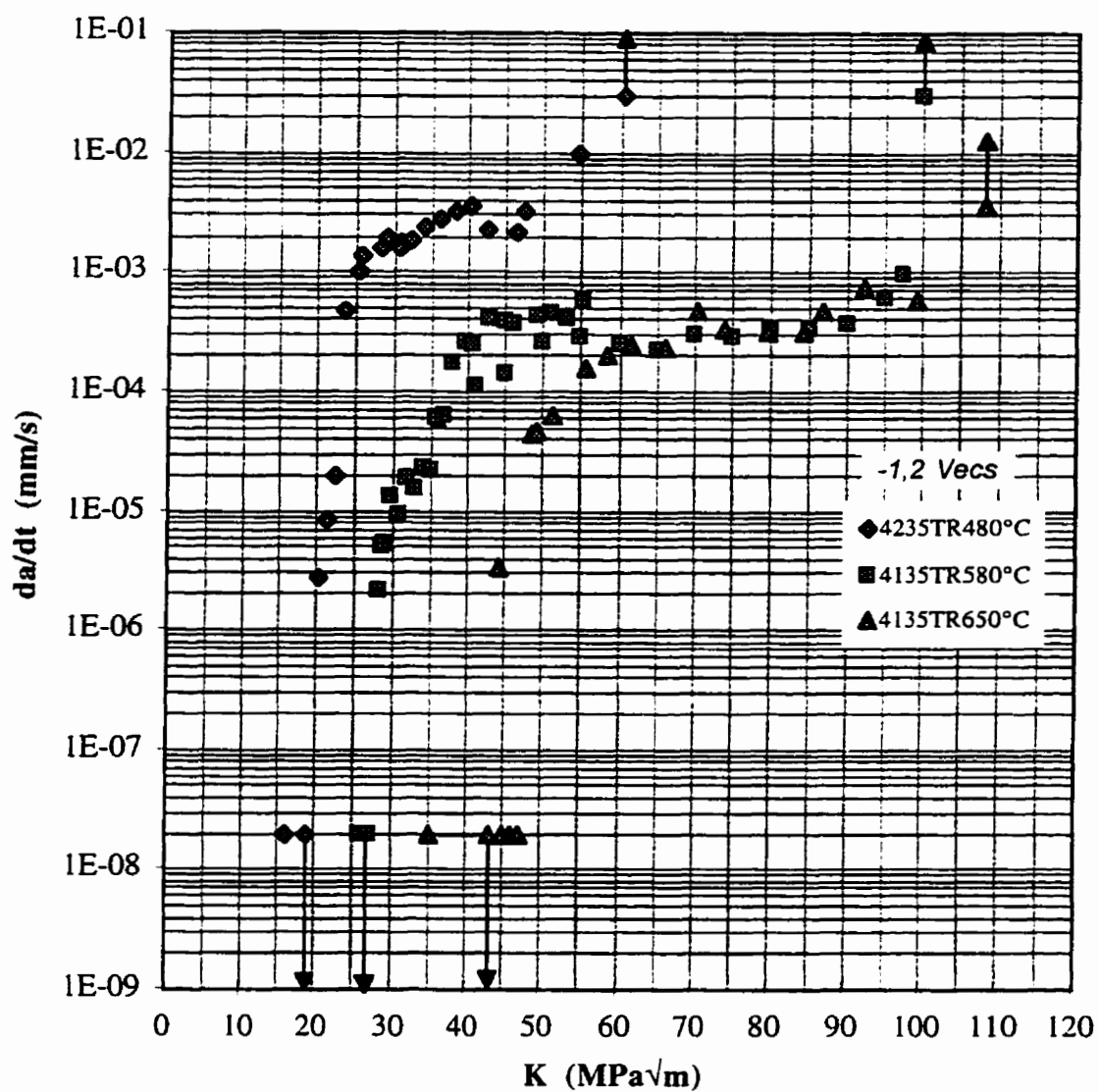


Figure 4-7 : Vitesses de propagation sous-critique au potentiel de $-1,2 V_{\text{ECS}}$.
Effet de la température de revenu du SAE 4135 sur les profils de propagation da/dt vs K , en solution aqueuse alcaline désaérée (0,686 M KOH + 0,114 M NaOH).

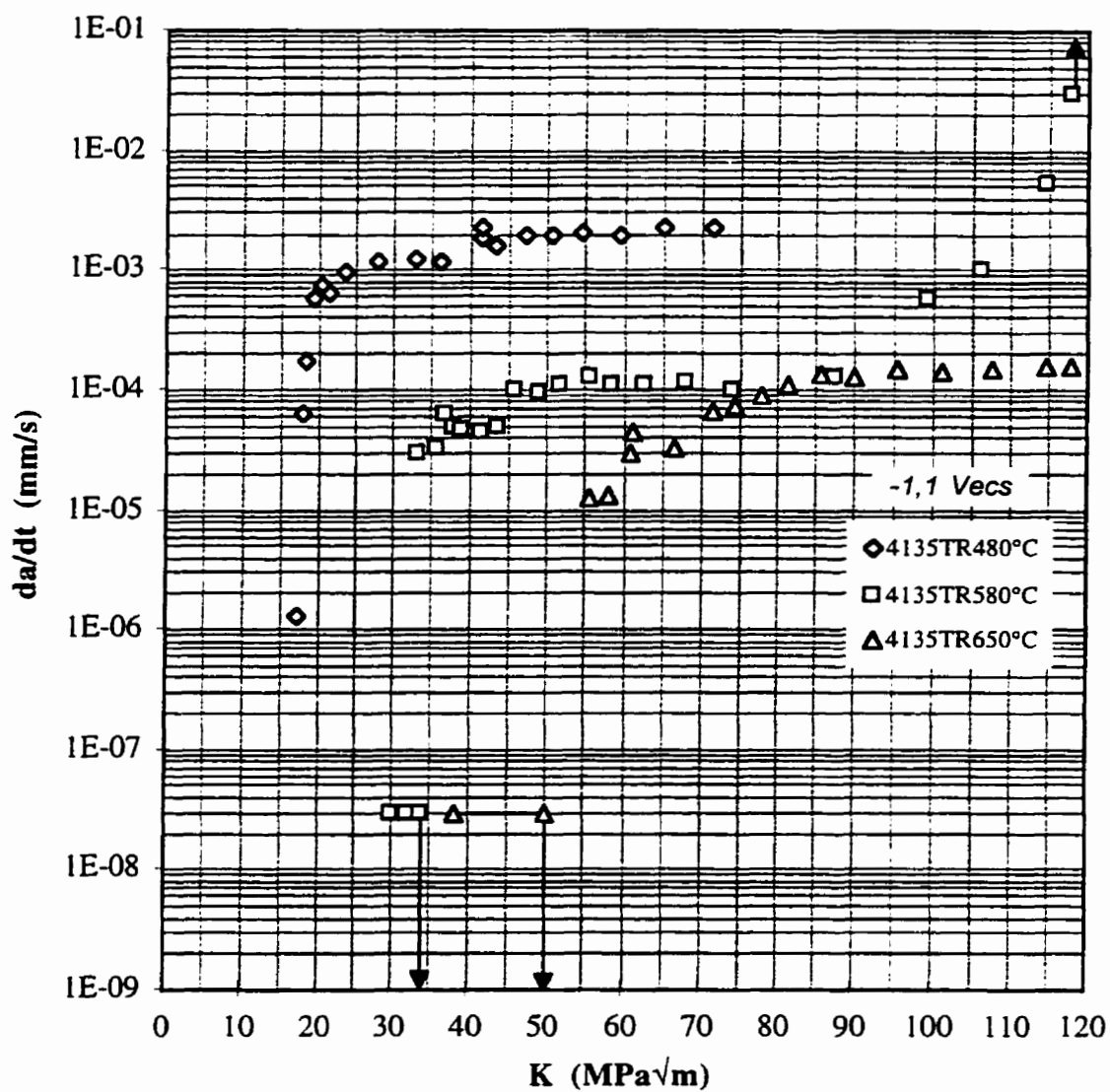


Figure 4-8 : Vitesses de propagation sous-critique au potentiel de $-1,1 V_{ecs}$.
Effet de la température de revenu du SAE 4135 sur les profils de propagation da/dt vs K , en solution aqueuse alcaline désaérée (0,686 M KOH + 0,114 M NaOH).

4.1.4 Évolution vers l'instabilité

Le départ du Stade III et l'intensité de contrainte maximale qu'est capable de soutenir une éprouvette chargée d'hydrogène, méritent un examen attentif. Nos mesures de vitesse suggèrent en effet qu'une polarisation cathodique intense de $-1,4 V_{ECS}$ a promu une rupture critique précoce. Ce phénomène est très évident pour le 4135 revenu à $580^{\circ}C$ dont le comportement cinétique est représenté par la Figure 4-4. En prenant soin de dupliquer les résultats, nous avons eu la confirmation que le départ du Stade III a bien été déclenché autour de $60 MPa\sqrt{m}$ à $-1,4 V_{ECS}$, comparé à $90 MPa\sqrt{m}$ à $-1,1 V_{ECS}$. Les intensités de contrainte critiques, K_{max} , apparaissent aussi avoir été fortement affectées par la chute du potentiel vers les valeurs cathodiques. Une tendance similaire a été également observée pour les deux autres traitements thermiques.

Dans le but de comparer les intensités de contrainte pour le départ de la rupture instable en fragilisation par l'hydrogène par rapport à celles en milieu inerte, des mesures de ténacité ont été entreprises. Nous avons sollicité rapidement ($1 kN/s$) des éprouvettes WOL préalablement préfissurées. La procédure suivie a été calquée sur celle décrite dans la norme ASTM E399. Cependant, pour rendre la comparaison plus facile, nous avons préfissuré les éprouvettes jusqu'à $0,7W$, car c'est en effet en fin de plage de fissuration que les Stades III étaient généralement atteints. Trois éprouvettes de chaque revenu ont été ainsi brisées. Selon les spécifications de la norme ASTM E399 et pour en reprendre

les notations, K_Q peut être comparé aux facteurs d'intensité de contrainte de début du Stade III en fragilisation par l'hydrogène. En effet, dans les deux cas il s'agit des intensités de contraintes auxquelles une instabilité sous-critique est déclenchée et qui mène rapidement vers la rupture rapide. Pour les structures métallurgiques revenues aux deux plus hautes températures (580°C et 650°C), des montants de propagation sous-critique importants précédant la rupture critique ont été relevés. De tels montants de rupture sous-critique proviennent probablement d'une sollicitation au moins partielle du front de fissure dans l'état des contraintes planes. Pour en juger, on peut consulter en annexe les évolutions de la charge en fonction de l'ouverture de la fissure (P vs COD) enregistrées pendant la sollicitation dynamique (Annexes XVIII, XIX et XX). Les valeurs de K_Q obtenues ici ne doivent pas être considérées comme des K_{IC} valides. Cependant, au vu de l'ensemble des résultats, résumés au Tableau 4-1, les conclusions suivantes s'imposent :

1. Tout d'abord au potentiel le plus cathodique ($-1,4 V_{ECS}$), le Stade III semble s'être déclenché bien plus tôt que la ténacité en environnement inerte. On peut certainement y voir une contribution de la teneur en hydrogène dissout, importante à cette polarisation.
2. D'autre part, dans les conditions électrochimiques les moins sévères, une tendance plutôt contraire est observée. À $-1,1 V_{ECS}$, pour les deux revenus à 480°C et 650°C, le

Stade II s'est prolongé très au delà de la valeur à laquelle l'instabilité en milieu inerte est susceptible de se développer. Cette fois, c'est peut-être du côté de la vitesse de déformation qu'il faut chercher une explication à ce curieux résultat. En effet, la vitesse de déformation dans un essai de fragilisation par l'hydrogène sous charge constante est certainement largement inférieure à celle générée par la rampe de mise en charge (1 kN/s) utilisée pour mesurer K_Q . Ce dernier paramètre pourrait dépendre de la vitesse de déformation. Hélas, l'évolution de K_Q avec la vitesse d'application de la charge n'a pas été étudiée dans cette étude. Il faut cependant être prudent ici puisque des effets de microramification de la pointe de fissure pourraient conduire à surestimer K , et par conséquent, le facteur d'intensité de contrainte pour le début du Stade III.

3. Enfin, dans le cas des revenus aux deux plus hautes températures, il est probable qu'une partie de la rupture sous-critique dans le Stade III en fragilisation par l'hydrogène, soit due à une sollicitation partielle du front de fissure dans l'état des contraintes planes. Par contre, pour le 4135TR480°C, un revenu fragile à l'ambiante, l'hydrogène semble être le seul responsable des extensions sous-critiques dans Stade III. En effet, d'après l'enregistrement de l'Annexe R, ce matériau à l'air est peu sensible à la rupture sous-critique.

Tableau 4-1 : Effet du potentiel sur le déclenchement de l'instabilité.				
	K au début du Stade III (MPa√m)			K _Q (MPa√m)
	-1,4 V _{ECS}	-1,2 V _{ECS}	-1,1 V _{ECS}	air
4135TR480°C	40	45	>75	55±10
4135TR580°C	60	90	90	90±2
4135TR650°C	75	100	>120	86±2

La revue de la littérature a révélé un grand manque d'information à propos de l'effet précis de l'hydrogène sur la ténacité intrinsèque d'un matériau, ainsi que sur le comportement cinétique des fissures dans le Stade III. Mis à part les travaux de Sandoz (1972) qui évoquent une faible réduction de K_{IC} attribuée à l'hydrogène à faible vitesse de déformation, nous n'avons trouvé aucune étude qui puisse aider à clarifier ce point. En effet, dans beaucoup d'études cinétiques d'acier dépassant 1 300 MPa de limite d'élasticité, les mesures de vitesse de propagation ont été stoppées avant même que le Stade III soit atteint (Gangloff et Wei 1977, Chu et Wei 1990), ou alors ce dernier est simplement inexistant (Ritchie et al 1978) (cas d'un plateau qui se prolonge jusqu'à K_{IC}).

Carter (1971) et Mostovoy *et al* (1971) ont néanmoins noté une augmentation des vitesses da/dt à l'approche de la ténacité dans des aciers à haute résistance 4340 et maraging. Gerberich, Chen et St John (1975) ont eux aussi observé des Stades III dans des 4340 préchargés en hydrogène. Selon les résultats de ces derniers, l'augmentation de

da/dt dans le Stade III est d'autant plus lente que la limite élasticité est faible (particulièrement en dessous de 1 200 MPa). Mais, malheureusement, aucune tentative n'a été faite pour comparer la ténacité à la fin du Stade III avec la valeur de K_{IC} à l'air. Remarquons que nos résultats sont dans la continuité de ceux de Gerberich *et al* (1975). Effectivement, nous avons travaillé avec un acier de composition assez proche mais plus doux. Notre 4135 a été aussi sévèrement chargé d'hydrogène par le recours à une polarisation continue, alors que Gerberich a travaillé avec un matériau seulement préchargé. Dans nos conditions, les Stades III sont tout aussi évidents, mais également de plus en plus précoces. Il est possible que les importantes quantités d'hydrogène introduites par voie cathodique aient davantage influencé le comportement sous-critique à l'approche de la rupture instable.

4.1.5 Contrôle de cinétique

Quelques mesures de vitesse de propagation en fatigue ont été entreprises dans le 4135 revenu à 650°C et polarisé à -1,4 V_{ECS} . L'éprouvette a été sollicitée (1 Hz, $R=0,1$) en variant les amplitudes de facteur d'intensité de contrainte, ΔK_I , depuis 10 MPa $\sqrt{m}$ jusqu'à la ténacité. Pour faciliter la comparaison avec le comportement cinétique sous contrainte statique, les vitesses, converties en valeurs instantanées par la multiplication de da/dN avec la fréquence, ont été portées en fonction du K_{max} au cours du cyclique, sur le graphique de la Figure 4-5. La courbe obtenue ébauche non seulement un plateau

de vitesse quasi constante qui coïncide avec la valeur da/dt_{II} à $-1,4 V_{ECS}$, mais aussi le départ d'un Stade III à un niveau de contrainte comparable (au K_I d'environ $65 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$).

La fusion des courbes statique et dynamique revêt un intérêt particulier autour du facteur d'intensité de contrainte de $55 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. À ce K_I , les taux de propagation furent limités à la même valeur, ce qui suggère que la cinétique en fatigue et sous contrainte statique fut contrôlée par la même étape réactionnelle. Cette observation tend à exclure le transport de l'hydrogène par les dislocations comme étape limitante dans la région des plateaux. En effet, la mobilité et la densité des dislocations largement stimulées par l'oscillation des contraintes n'ont eut peu d'effet sur les vitesses de propagation dans les régions des plateaux. Si les dislocations ne sont pas en jeu dans l'étape limitante, elles sont par contre certainement impliquées dans le mécanisme de rupture en fatigue à faible intensité de contrainte. C'est un point qui est davantage discuté dans le dernier chapitre de ce mémoire (Ébauche d'un mécanisme pour la rupture assistée par l'hydrogène dans le SAE 4135). Notons aussi que ce raisonnement s'applique ici que pour le potentiel cathodique le plus bas soit $-1,4 V_{ECS}$. Cependant, nous présentons dans le chapitre suivant (Fatigue-propagation assistée par l'hydrogène dans le SAE 4135) des résultats de même nature au potentiel de $-1,1 V_{ECS}$.

Par ailleurs, certaines éprouvettes, partiellement fissurées, furent retirées de la cellule électrochimique après quelques semaines d'expérimentation et rincées sommairement.

Puis, elles furent de nouveau rapidement sollicitées à l'air du laboratoire pour poursuivre une procédure de mesure de vitesse da/dt sous contrainte statique. Au potentiel de $-1,4 V_{ECS}$, les fissures contraintes à des K_I intermédiaires se sont propagées aux mêmes vitesses de plateau que celles mesurées dans des conditions de polarisation *in situ*. L'occurrence d'une telle rupture sous-critique dans les trois structures métallurgiques, nous incite à penser qu'à ce potentiel la cinétique de rupture est contrôlée par le transport de l'hydrogène vers les sites de rupture, d'une part, et que l'éprouvette agit comme un réservoir d'hydrogène, d'autre part.

Par contre, au potentiel le moins cathodique, c'est à dire $-1,1 V_{ECS}$, nous avons constaté l'incapacité du 4135TR650°C à soutenir une rupture sous-critique hors de la solution. L'enregistrement de la Figure 4-9 illustre la nécessité de maintenir la polarisation pour entretenir la fissuration. En effet, après une faible progression engendrée par la rampe initiale de mise en charge, le signal servant à détecter l'avancée de la fissure resta désespérément plat jusqu'à ce que l'ajout de solution et la mise en route de la polarisation ($-1,1 V_{ECS}$) réamorce la propagation. Malheureusement, la vérification de cette propriété dans le 4135 revenu à plus basse température n'a pas été entreprise. Néanmoins, nous pouvons supposer que dans le 4135 revenu à 650°C, les quantités d'hydrogène introduites dans la matrice à ce potentiel ne suffisent pas à alimenter le processus de fissuration. Ainsi, la rupture ne peut être entretenue sur de grandes distances qu'au prix d'un continuel approvisionnement des surfaces en hydrogène. Par conséquent, nous

estimons que les réactions de surface contrôlent la cinétique à ce potentiel peu cathodique (cf. 1.2.2).

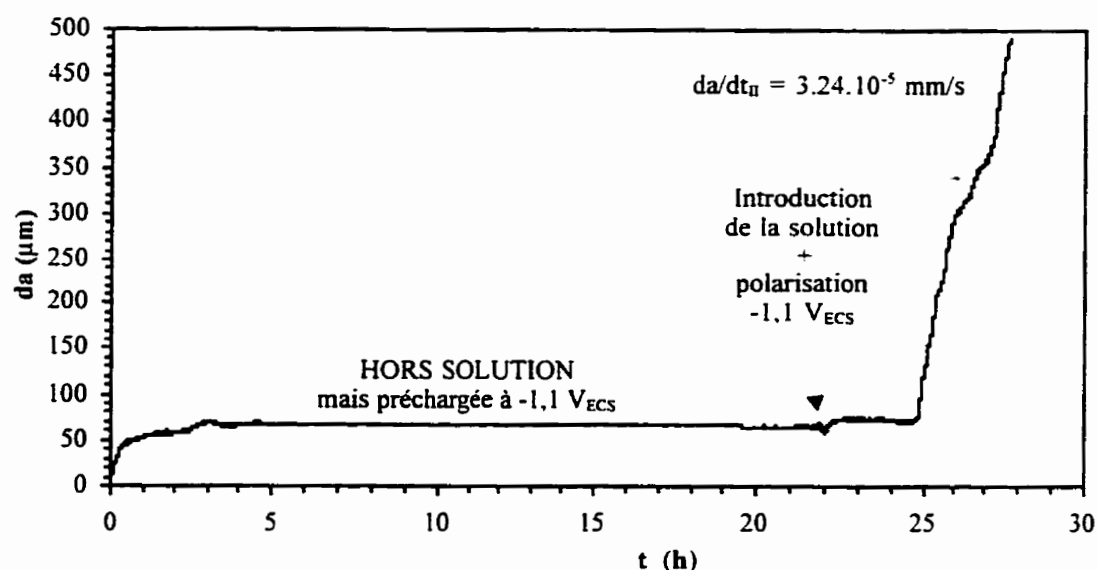


Figure 4-9 : Effet de la polarisation à $-1,1 V_{ECS}$ sur la propagation de fissure.
 Profil de propagation sous charge constante ($18,60 \text{ kN } 65 < K_I < 68 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$) dans le 4135TR650°C.

De plus, en considérant de nouveau le profil de propagation de la Figure 4-9, on s'aperçoit que la progression a repris relativement rapidement après le retour de la polarisation. Et ces quelques heures n'ont laissé le temps à l'hydrogène que de diffuser sur de courtes distances. Aussi est-il très probable que l'alimentation se fasse par la pointe de la fissure, à l'endroit où la surface polarisée est la plus proche des sites de rupture à l'intérieur de la zone plastique. Dans ces conditions, si pour une raison ou pour une autre l'hydrogène vient à manquer à la surface de la fissure (dépôt de corrosion), la

progression est susceptible d'être ralentie voire arrêtée. Cet argument peut aussi être utilisé afin d'interpréter les propagations souvent erratiques à $-1.1 V_{ECS}$ (cf. 4.1.3).

Qualitativement, ces résultats sont assez en accord avec la littérature parue à ce sujet (Gao et Wei 1985, Lu *et al* 1981, Simmons *et al* 1978). En effet, les références consultées nous ont appris qu'en atmosphère gazeuse, l'étape qui contrôle la cinétique pouvait être différente selon les teneurs en hydrogène de surface en équilibre avec le milieu extérieur. Par exemple, dans les atmosphères très sévères de H_2S gazeux où l'hydrogène s'adsorbe massivement à la pointe des fissures, la cinétique est plutôt contrôlée par la diffusion volumique dans la matrice métallique. Alors que dans H_2 gazeux à la pression atmosphérique, un milieu où l'hydrogène se recombine plus facilement sous forme moléculaire, elle l'est par les réactions de surface. Ici, nous observerions donc une transition dans le contrôle en diminuant la concentration d'hydrogène adsorbé par une baisse de l'intensité du chargement cathodique.

En conclusion l'ensemble de ces manipulations expérimentales complémentaires suggèrent fortement que le mécanisme de fissuration HAC met en jeu de grandes quantités d'hydrogène et qu'il est contrôlé :

- par une étape de transport qui ne dépend pas de la densité de dislocation au potentiel le plus cathodique ($-1,4 V_{ECS}$),

- par les réactions de surface en fond de fissure au potentiel le moins cathodique ($-1,1 V_{ECS}$).

4.2 Analyse fractographique de la rupture des éprouvettes WOL

4.2.1 Rupture en surcharge à l'air sans hydrogène

Les surfaces de rupture des éprouvettes WOL utilisées dans les essais de ténacité (cf. 4.1.4) ont été examinées avec l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB). La Figure 4-10 illustre la rupture entièrement ductile rencontrée dans le 4135 revenu aux deux plus hautes températures, soient 580°C et 650°C. D'après notre revue de la littérature (Lynch 1974, Nelson *et al* 1971, Simmons *et al* 1978), ce genre de morphologie est apparemment très classique des aciers trempés et revenus. À mi-épaisseur des éprouvettes, la fissuration semble avoir alternée sur les plans de scission maximale de déformation plane qui se situent à 45° du plan moyen de rupture perpendiculaire à l'axe de chargement [Figure 4-10 (a)]. Beachem et Yoder (1973) ont décrit cette rupture typique des aciers sales comme le résultat d'une croissance et coalescence de cupules équiaxes de deux tailles différentes. Les plus petites ont été trouvées le long des plans de scission, tandis que les plus grandes étaient souvent présentes aux endroits où la fissure a dévié d'un plan à un autre. Un examen attentif des petites cupules à fort grossissement, a montré que leur taille ne dépasse guère 5 microns [Figure 4-10 (b)].

Le 4135TR480°C a lui rompu d'une manière plutôt fragile dans les mêmes conditions de surcharge. La morphologie de la rupture [Figure 4-11 (a)], est principalement intergranulaire avec ça et là quelques plages de clivage et de déchirement ductile. À plus fort grossissement, aucune particularité topographique n'a été trouvée sur les facettes des anciens grains d'austénite, suggérant que la fissuration s'est produite par décohésion le long des joints de grains avec un minimum de déformation plastique. Au vu de l'épaisseur très réduite des lèvres de cisaillement, on peut aussi supposer que les éprouvettes de 4135TR480°C ont rompu dans les conditions quasi totales de déformation plane. Par contre, dans les éprouvettes revenues à plus hautes températures, la rupture a certainement été influencée par une composante de contrainte plane sur les bords de l'éprouvette. Cependant, à mi-épaisseur, là où toutes les fractographies ont été prises, il est très probable que la sollicitation du front de fissure ait été de type déformation plane dans le cas des deux matériaux les moins durs. Par conséquent, il est peu vraisemblable qu'un changement partiel de l'état des contraintes soit responsable d'une transition d'un mode très fragile à un mode entièrement ductile.

L'origine de la fragilité du SAE 4135 pourrait plutôt être attribuable au phénomène de fragilisation induite par ségrégation intergranulaire pendant le revenu à 480°C (30 mn). Hélas, parmi les références consultées, aucune ne fait spécifiquement état de la sensibilité du SAE 4135. Toutefois, de fortes présomptions quant à sa susceptibilité se

dégagent de la revue bibliographique (non exhaustive) que nous avons menée sur ce sujet. Banerji, Briant et leurs collaborateurs (1978), entre autres, ont relié la susceptibilité à la fragilisation au revenu de certaines structures martensitiques à leur teneur en impuretés. Ce phénomène qui conduit à une rupture partiellement ou totalement intergranulaire suite à la ségrégation des impuretés aux joints de grains, est aussi limité à une gamme étroite de température de revenu qui peut varier d'une nuance d'acier à l'autre. À titre d'exemple, la fragilisation au revenu des alliages Fe-Ni est restreinte à l'intervalle de température 300°C-400°C (Briant et Banerji 1978). Mulford *et al* (1976) ont démontré que la susceptibilité semble renforcée par la présence de Ni et Cr qui peuvent promouvoir, à travers divers mécanismes, la ségrégation aux joints de grains d'impuretés tels l'antimoine, le phosphore ou l'étain. Selon ces auteurs, l'absence de nickel réduit le degré de sensibilité en diminuant le pourcentage de rupture intergranulaire. Cependant, Mulford a démontré que la seule présence du Cr (à hauteur de 1,7%) pouvait induire une fragilisation dans un acier à haute teneur en carbone (0,4% de C) trempé revenu, durant un long vieillissement à 480°C. Ceci renforce donc nos doutes concernant les conséquences d'un revenu à 480°C sur la fragilité d'un 4135 commercial, sans nickel mais contenant près de 1% de chrome. Des analyses Auger de la composition chimique des joints de grains s'avèraient néanmoins nécessaires pour en apporter la preuve.

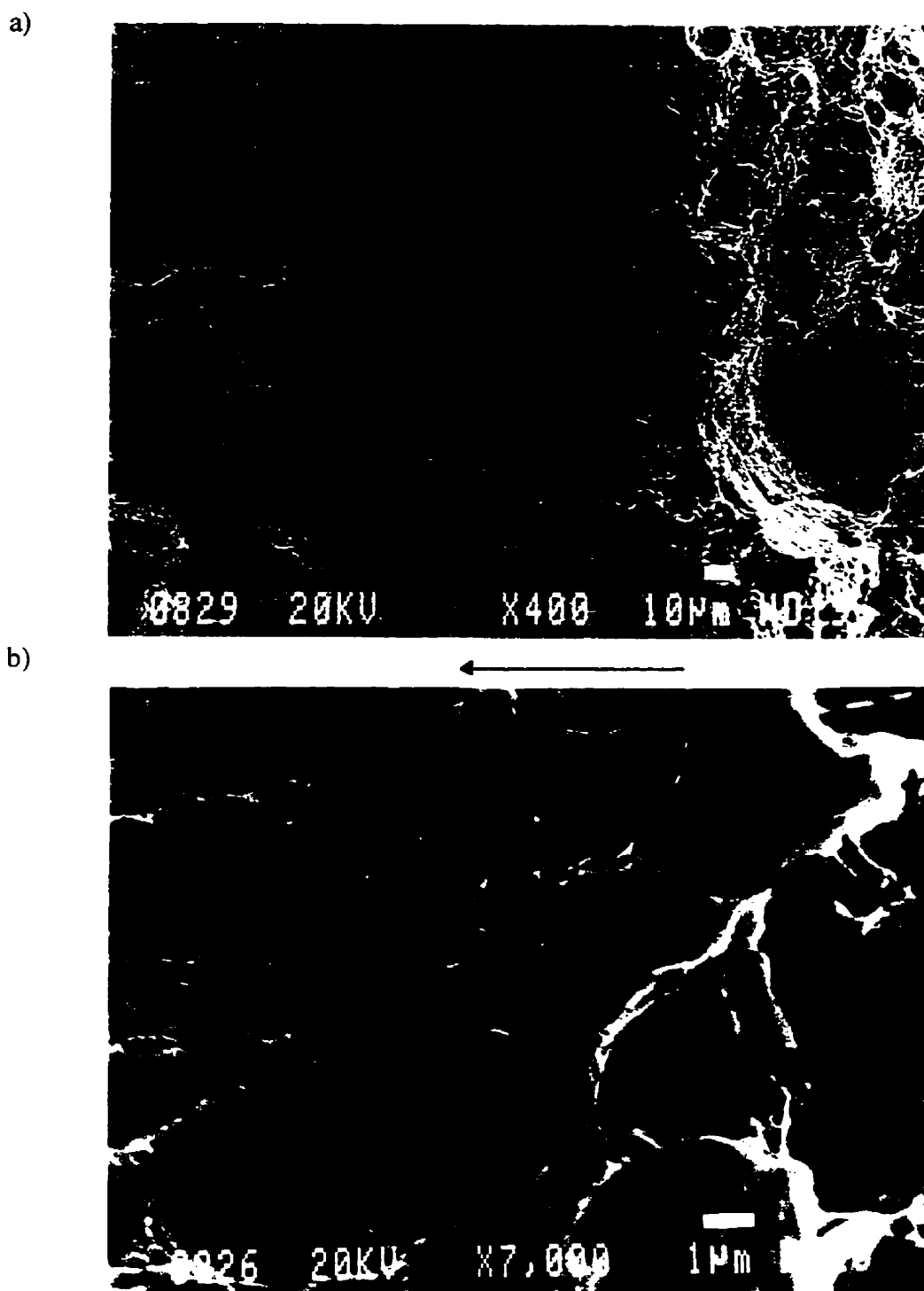
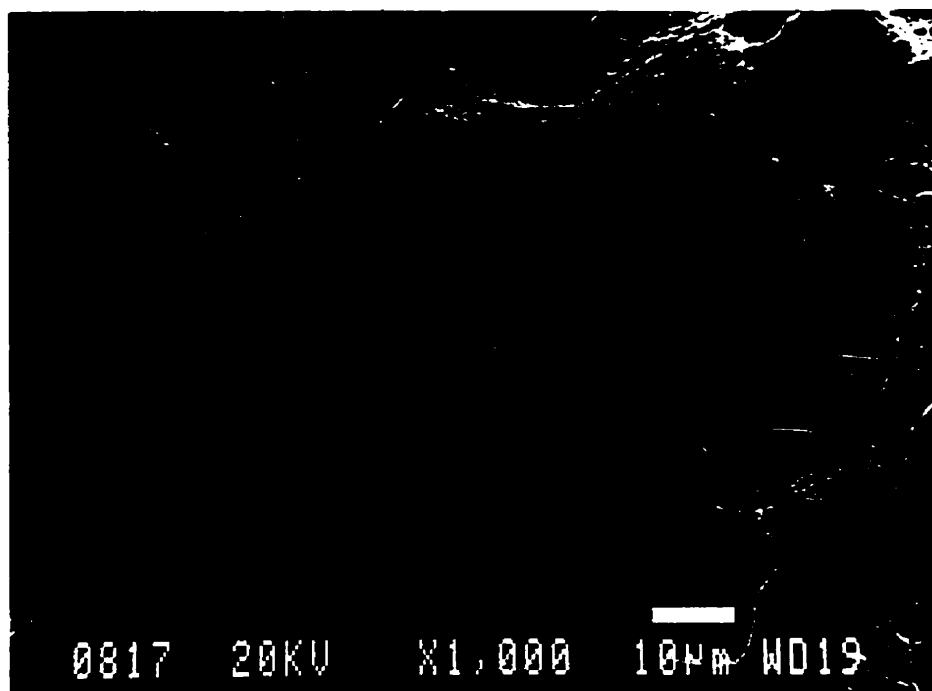


Figure 4-10 : Rupture en surcharge dans le SAE 4135TR580°C.

a) Topographie générale à faible grossissement; b) Petites cupules sur les plans de scission maximale à plus fort grossissement. La flèche indique la direction de propagation macroscopique.

a)



b)

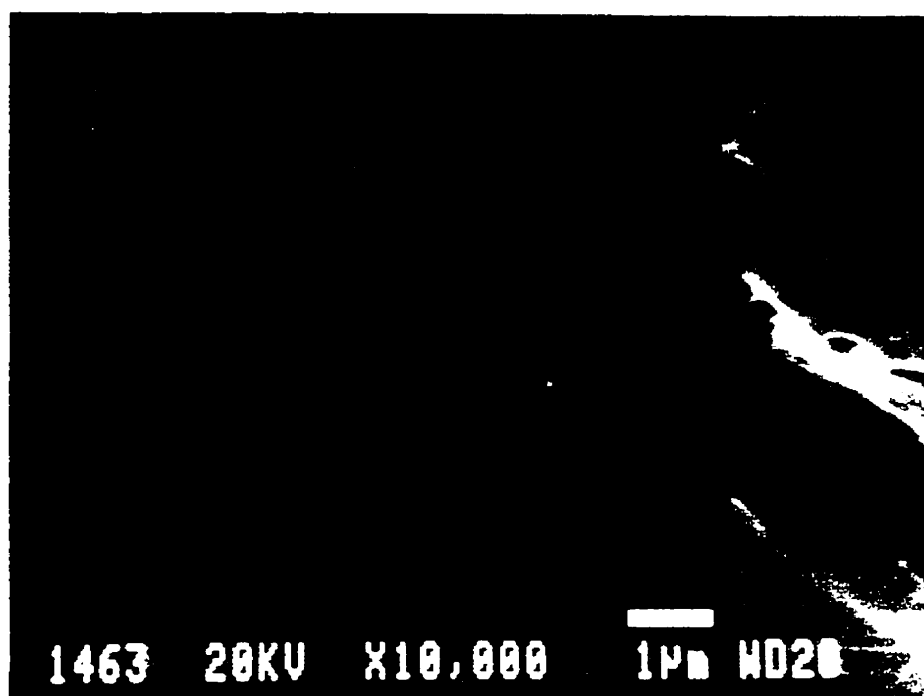


Figure 4-11 : Rupture en surcharge dans le SAE 4135TR480°C.
a) Faciès fragile à faible grossissement; d) Facette intergranulaire à fort grossissement. La flèche indique les sens de propagation macroscopique.

4.2.2 Aspects généraux de la rupture HAC

En accord avec de nombreuses études antérieures (Gao *et al* 1984, Gerberich *et al* 1988, Lynch 1984, Simmons *et al* 1972), la morphologie de la rupture assistée par l'hydrogène des trois 4135 trempés et revenus a été identifiée comme un mélange des quatre composantes suivantes : i) de la séparation intergranulaire le long des anciens joints de grains d'austénite (IG); ii) du quasi-clivage transgranulaire (QC) s'étendant parfois sur plusieurs grains ; iii) de la coalescence transgranulaire de microvides (MVC) ; iv) et de la fissuration secondaire hors du plan moyen de fissuration orthogonal à l'axe de traction (SC). Les faciès typiques de chacune de ces composantes ont été examinées au MEB, surtout dans la région centrale des surfaces correspondant à la mi-épaisseur des éprouvettes, c'est-à-dire, là où la fissuration eu lieu en majorité dans l'état de déformation plane. Les résultats de cette investigation fractographique sont présentés ici en fonction du facteur d'intensité de contrainte. Dans le souci de simplifier la rédaction, les remarques suivantes s'appliquent aux trois structures métallurgiques et pour les trois potentiels électrochimiques, à moins qu'il en soit spécifié autrement.

La Figure 4-12 représente les caractéristiques typiques du faciès dans l'acier revenu à 480°C dans la région du seuil (Stade I). L'aspect fractographique est approximativement constitué pour moitié de séparation intergranulaire et pour le reste principalement de quasi-clivage. Le déchirement ductile et la fissuration secondaire pour ce revenu furent

plus rares. La proportion de rupture IG a été remplacée par du quasi-clivage avec l'augmentation de la température de revenu. Le revenu à 580°C correspond environ à 20% d'IG (Figure 4-13), alors que dans l'acier 4135 revenu à 650°C, le pourcentage de rupture intergranulaire descend au dessous de 10% (Figure 4-14). Cette transition est très cohérente avec le changement de fissuration associé généralement à la diminution de la limite d'élasticité dans la gamme 1 200-700 MPa (Bandyopadhyay 1993, Gonzalez 1996). Par ailleurs, une fissuration secondaire beaucoup plus fréquente et plus ouverte fut observée dans le 4135TR650°C. Nous avons aussi identifié les inclusions de MnS comme des sites très probables d'amorçage de fissuration en avant du front de la fissure. Toutes ces observations sont finalement très classiques de la rupture assistée par l'hydrogène. En outre, les faciès de rupture ne semblent pas avoir été altérés ni par l'augmentation de K_I le long du Stade I et d'une grande partie du Stade II, ni par l'intensité de la polarisation cathodique. Seul l'aspect plutôt cristallographique du quasi-clivage près du seuil pour le 4135TR480°C (Figure 4-12) disparaît assez rapidement avec l'augmentation des contraintes pour devenir plus plastique (cf. section suivante).

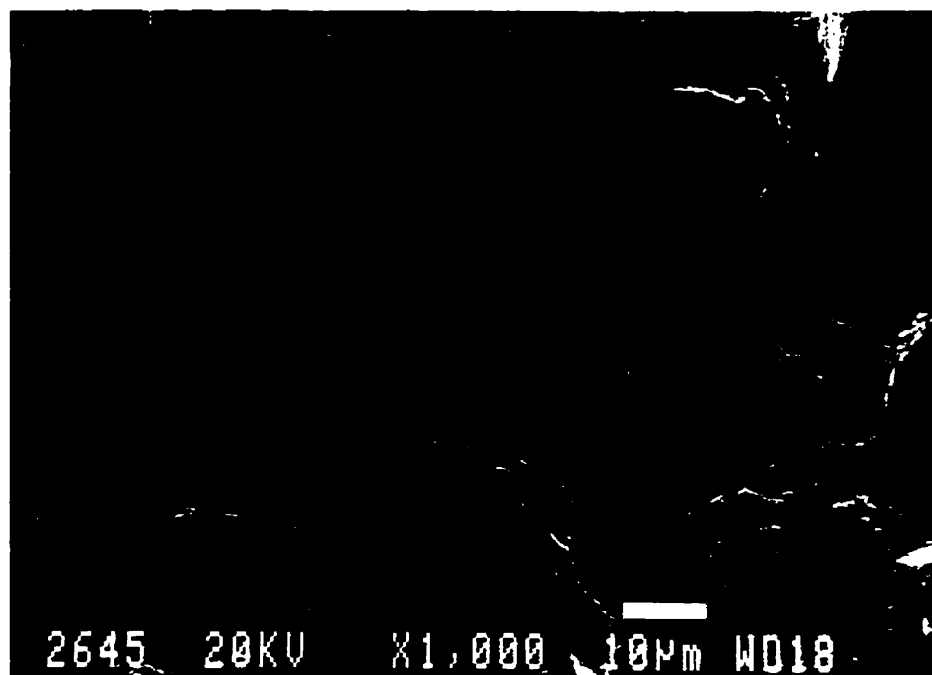


Figure 4-12 : Topographie HAC près de K_{IH} dans le SAE 4135TR480°C.
Potentiel = -1,4V_{ECS} ; K_I = 20 MPa√m.

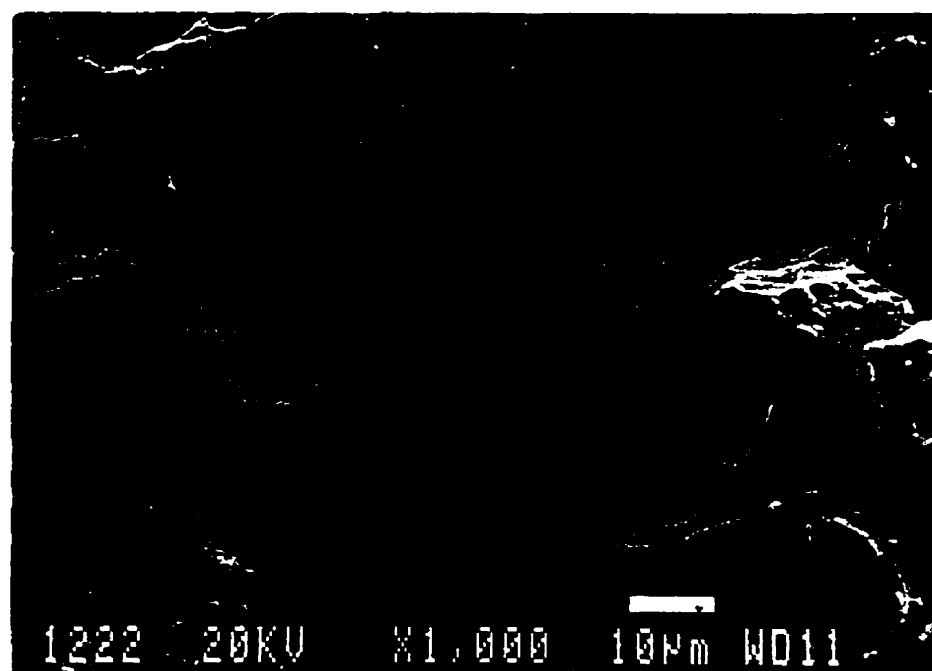


Figure 4-13 : Topographie HAC près de K_{IH} dans le SAE 4135TR580°C.
Potentiel = -1,4 V_{ECS} ; K_I = 30 MPa√m.

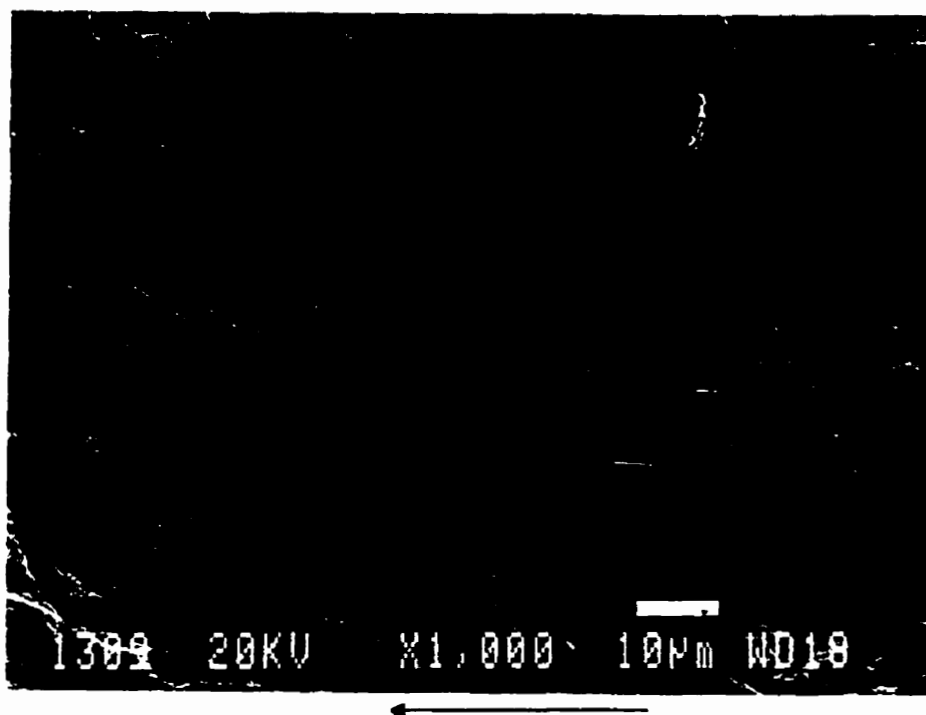


Figure 4-14 : Topographie HAC près de K_{IH} dans le SAE 4135TR650°C.
 Potentiel = -1,4 V_{ECS} ; K_I = 45 MPa√m.

4.2.3 Détails microscopiques du quasi-clivage

Pour les trois températures de revenu, la texture du quasi-clivage est à dominante plastique, un aspect très classique des aciers de résistance modérée (Costa et Thompson 1981, Takeda et MacMahon 1981). Un exemple de cette texture est donné par la microphotographie de la Figure 4-15 (a) montrant une région clivée entourée de rupture intergranulaire. En effet, des lignes de déchirement et des cupules partiellement développées indiquent clairement que le mode QC est caractérisé par un montant important de déformation plastique. Outre cela, la Figure 4-15 (a) est un cliché très similaire à ceux discutés par Gerberich *et al* (1988) dans leur étude fractographique de la

rupture du 4340 (1 350 MPa) assistée par l'hydrogène interne. Une telle configuration suggère, d'après eux, que la rupture aux joints de grains précède la rupture finale transgranulaire. Autrement dit, la propagation dont le sens macroscopique va de la droite vers la gauche du cliché, a contourné le grain central qui résistait à la rupture, puis lorsque le front a dépassé cette zone le ligament fut coupé de façon transgranulaire.

La caractérisation de l'origine topographique du quasi-clivage est aussi un thème récurrent dans bon nombre d'études. À cet égard, il semble assez bien admis que la rupture suit les interfaces entre les lattes de martensite (Costa et Thompson 1981, Gao *et al* 1984, Lynch 1984, Simmons *et al* 1978). Dans le but de vérifier si dans le 4135 le quasi-clivage est lié de la même façon à la microstructure, des coupes transversales de surface de rupture, dans le sens de la propagation, ont été préparées. Les surfaces de coupe, orthogonales au plan moyen de fracture, ont été polies puis attaquées par un réactif chimique (Nital 2%) révélant les interfaces des lattes de martensite. La Figure 4-15 (b) est une photographie du coin (90°) entre, la surface de rupture dans une région QC (à droite), et la surface attaquée (à gauche). Elle met clairement en évidence une amorce de rupture secondaire et transgranulaire suivant l'interface entre deux lattes de martensite. Cette observation confirme donc l'interprétation usuelle de la morphologie du quasi-clivage.

4.2.4 Séparation intergranulaire dans le 4135TR480°C

Selon nous, la Figure 4-15 (a) illustre également la microplasticité qui caractérise la fissuration intergranulaire dans le 4135 revenu à 480°C. Deux types de marques de déformation, rencontrées régulièrement le long des surfaces de rupture, sont présentes sur cette photographie. D'abord dans la partie droite du cliché, des lignes de déchirement sont bien visibles, certaines d'entre elles rayonnant depuis des orifices de très faible diamètre. Ensuite, dans le coin supérieur gauche de la photographie, on peut examiner une série d'une dizaine de très fines lignes parallèles qui traversent un joint de grains. Remarquons que mises à part ces marques, le reste des facettes intergranulaires apparaît lisse dans les limites de la résolution permise par la microscopie électronique. Beaucoup de publications font mention d'une texture intergranulaire déformée ou rugueuse. Toutefois, devant les formes diverses que ces irrégularités topographiques peuvent prendre, les interprétations quant à leurs origines éventuelles divergent. Dans des alliages de type Fe-Ni, Wayman et Smith (1970) ont observé des marques assez cristallographiques aux joints des anciens grains d'austénite, et les ont associées à l'empiétement des lattes de martensites. Cette idée a été reprise plus tard par Gerberich et coauteurs (1988) pour justifier une striation régulière qui hérissait les facettes d'un 4340. Cette striation est vue comme le résultat des tentatives avortées de la fissure de prendre un chemin transgranulaire aux endroits où les lattes de martensite interceptent les joints de grains. Dans le nickel monocristallin, Lynch (1986) a démontré que le front

de fissure était parallèle à l'intersection des plans de glissement avec le plan de fissuration. Il en a déduit que les lignes visibles sur des facettes intergranulaires de nickel polycristallin correspondaient aux positions successives du front de fissure, marquées par un montant de glissement à chaque arrêt. Enfin plusieurs auteurs ont relevé la présence de lignes de déchirement courbées, et parfois rayonnantes autour de petites cupules initiées sur des particules microscopiques de seconde phase qui piègent l'hydrogène.

La particularité du système de lignes observées à la Figure 4-15 (a) concerne sa continuité à travers deux grains consécutifs, c'est à dire entre deux réseaux désorientés. Pour cette raison, nos marques peuvent difficilement s'interpréter comme des intersections de lattes de martensite avec les joints de grains dont les orientations varient d'un réseau à l'autre. À nos yeux, il reste deux autres explications envisageables, et les deux font intervenir du glissement très localisé. Nos marques rectilignes et continues peuvent correspondre :

1. soit à des arrêts du front de fissure pendant lesquels le glissement crée le relief topographique (cf. Lynch ci-dessus),
2. soit à des lignes de rivière microscopiques associées à du déchirement.

Dans le premier cas, la fissuration se serait amorcée au joint du grain central, en avant de la fissure principale. Dans le second cas, la fissuration se serait produite de front sur des

plans parallèles laissant derrière eux des ligaments qui auraient rompu ultérieurement par déchirement ductile. Toutefois, quelque soit l'origine de ces marques, il est peut probable que la rupture IG se soit localisée dans les quelques rangées atomiques qui constituent un joint de grains. Les lignes de rivière ou les arrêts du front de fissure auraient une épaisseur bien plus fine, indiscernable avec un MEB conventionnel comme nous avons utilisé. Plus vraisemblablement, ces marques témoignent d'une propagation par succession de glissement localisé dans la proximité des joints de grains.

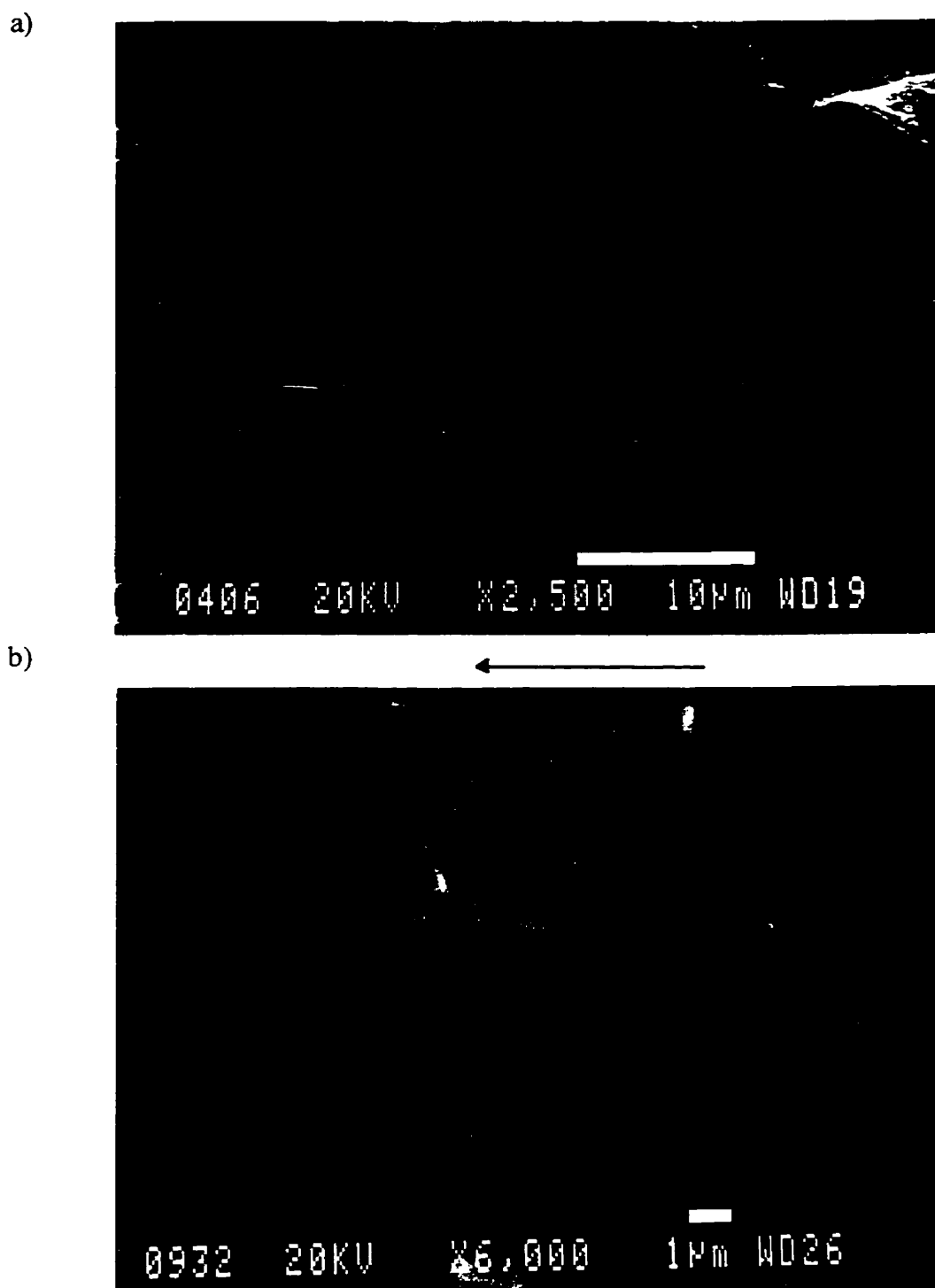


Figure 4-15 : Détails microscopiques de la rupture du 4135TR480°C.

À faible K_{IH} : a) microplasticité de la rupture intergranulaire et quasi-clivage partiellement déformé ; b) Quasi-clivage le long des interfaces de latte de martensite.

4.2.5 Détails IG dans les 4135TR580°C et TR650°C

Le morphologie microscopique des facettes intergranulaires a changé brutalement avec l'augmentation de la température de revenu pour devenir plus rugueuse. Un examen à fort grossissement des surfaces des anciens grains d'austénite a révélé la présence d'un relief microscopique dans les deux 4135 revenus à 580°C et 650°C (Figure 4-16). Des textures assez semblables ont été reportées par Lynch (1984) dans un acier D6ac, de composition voisine du 4135 mais avec plus de carbone (0,46% en poids), et aussi très récemment par Symons et Thompson (1996) dans un superalliage de nickel. Elle a été reliée à la présence de carbures aux joints de grains. Gonzalez (1996) a d'ailleurs souligné qu'une croissance de particules de seconde phase était favorisée lors des traitements thermiques de revenu à haute température. Cependant, l'acier de type 4135 ne présenterait de durcissement secondaire qu'à des températures avoisinant 700°C. Par conséquent, les températures de revenu utilisées dans cette étude seraient un peu basses pour engendrer la précipitation de seconde phase aux joints de grains. Toutefois, une autre explication à ce relief microscopique pourrait être avancée. Il pourrait avoir résulté d'une alternance de la propagation dans la proximité des joints de grains ainsi que nous l'avons déjà suggéré. Les limites d'élasticité étant plus faibles pour les deux températures de revenu les plus élevées, le glissement se serait éloigné davantage des joints de grains causant une topographie plus accentuée que dans le 4135TR480°C. Ceci expliquerait aussi que la rugosité des facettes IG augmente avec la baisse de σ_{ys} .

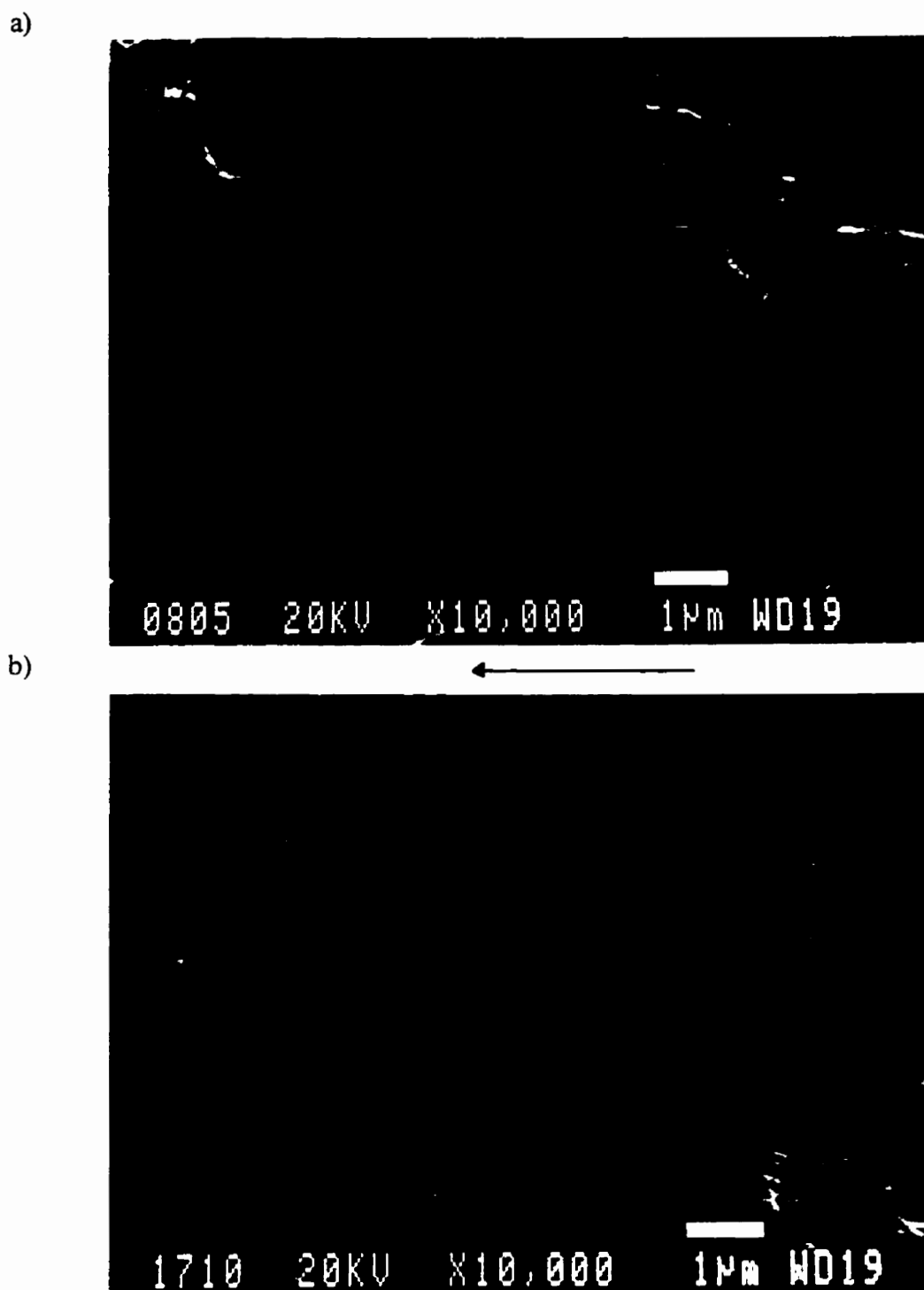


Figure 4-16 : Microplasticité aux anciens joints de grains d'austénite.
a) 4135 trempé et revenu à 580°C (950 MPa); b) 4135 trempé et revenu à 650°C (867 MPa).
Augmentation de la rugosité de surface avec la baisse de la limite d'élasticité.

4.2.6 Faciès à l'approche de la rupture critique

Vers la fin du Stade II, le relief des surfaces de rupture s'est accentué avec l'augmentation du facteur d'intensité de contrainte. Les fissures semblent avoir quitté le plan principal de fissuration, localement le long du front, produisant des lignes de rivière macroscopiques (dans la direction moyenne de fissuration) mais aussi des falaises parallèles au front de fissure. Les observations au MEB suggèrent que la rupture fut plutôt un mélange de IG + QC dans les régions perpendiculaires à l'axe de chargement, et que les régions accidentées cédèrent par le mécanisme MVC [Figure 4-17(a)]. Une justification possible du développement de la rugosité macroscopique avec K_I , est basée sur l'idée proposée originellement par Troiano et ses collaborateurs, maintenant bien admise, que la nucléation de microfissures a lieu continuellement en avant du front, à l'intérieur de la zone plastique. Effectivement, l'élargissement de l'enclave déformée avec l'augmentation du facteur d'intensité de contrainte a pu favoriser une initiation de microfissures à des sites de plus en plus éloignés du front et de plus en plus dispersés dans les trois dimensions de l'espace. Ainsi, des fissures IG/QC auraient eu la possibilité de s'étendre sur des régions d'une superficie dépassant plusieurs fois celle d'un grain, avant de fusionner avec la fissure principale.

Le passage du Stade II au Stade III a été corrélé avec succès pour chaque température de revenu, à une transition du mode de rupture mixte IG+QC+MVC vers une séparation

transgranulaire opérant essentiellement par coalescence de cupules de petit diamètre et peu profondes. Désormais, il n'est plus permis d'associer directement les cupules à la rupture des ligaments comme précédemment à cause de la planéité macroscopique de certaines régions ductiles. En accord avec Simmons, Pao et Wei (1978), ces quantités considérables de déchirement ductile à K élevé sont plus vraisemblablement reliées à un fluage généralisé du front de fissure menant à la rupture critique. D'autre part, sachant que le Stade III est influencé par la polarisation cathodique (cf. 4.1.4), nous avons été poussés à examiner avec attention les surfaces de rupture pour tenter d'isoler des indices fractographiques qui puissent témoigner de la nature de l'action de l'hydrogène. Nous avons donc concentré nos efforts sur la caractérisation des cupules dans le but de déterminer à quelle étape (nucléation, croissance, ou coalescence) l'hydrogène exerce son effet.

Les observations à fort grossissement ont montré que les plus grosses cupules (quelques microns de diamètre) se sont amorcées sur des particules de seconde phase, probablement des carbures [Figure 4-17 (b)]. Notons que la taille des cratères, qui est très largement supérieure à la taille des particules, traduit une intensité soutenue de la déformation plastique pendant la rupture. La coalescence entre les cupules de cette première population s'est ensuite opérée, semble-t-il, par une croissance de microvides de taille submicronique. À cause de leur forme équiaxe et leur profondeur, les cupules HAC sont très semblables à celles rencontrées le long des plans de scission maximale sur

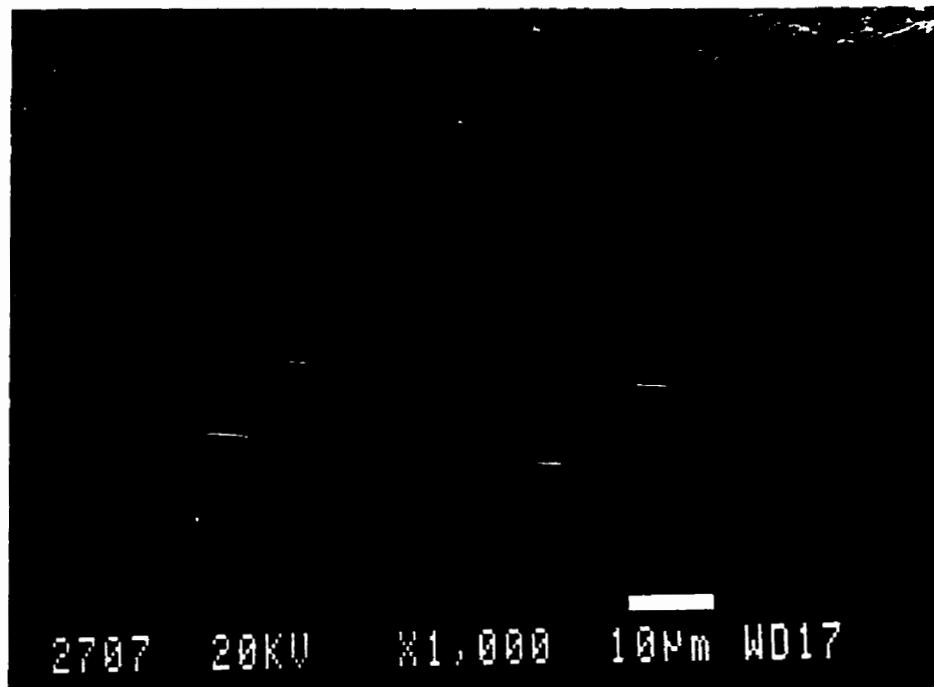
les surfaces de rupture du 4135 revenu à haute température et non fragilisé (comparer Figure 4-10 (b) et Figure 4-17 (b)). On peut donc se permettre d'avancer que ces cupules ont été formées sous l'effet d'une déformation plastique intense. Par contre, nous ne pouvons exclure par une telle observation les possibilités que leur croissance ou leur nucléation aient été accélérées par l'hydrogène.

Les faciès dans les Stade II se distinguent de la morphologie d'une rupture classique d'un acier sale à l'air par des cratères de grande dimension ($>10\text{ }\mu\text{m}$) plus rares et l'absence d'alternance sur les plans de scission maximale [Figure 4-18 (a)]. Un faciès composé uniquement de petites cupules paraît assez cohérent avec les morphologies MVC caractérisées par Lynch (1984) dans l'hydrogène gazeux. Dans le développement de sa discussion, il a suggéré que le déchirement ductile transgranulaire était localisé aux interfaces des lattes de martensites, c'est à dire aux endroits de la microstructure où l'hydrogène se piège préférentiellement. La rupture MVC serait alors canalisée à l'intérieur d'un chemin de forte concentration d'hydrogène où sa diffusion est orientée. Adopter la proposition de Lynch établit donc un lien de cause à effet entre l'hydrogène et la déformation plastique qui engendre la croissance et la coalescence de cupules. De plus, elle procure aussi une justification plausible au fait que la fracture ne s'oriente pas sur les plans de scission maximale. Cependant, soulignons que l'absence d'alternance sur les plans de scission peut s'expliquer aussi par un front de fissure qui n'est pas

suffisamment rectiligne pour induire des conditions de déformation plane (Beachem et Yolder 1973).

En tout dernier lieu, nous avons examiné, la rupture critique après le Stade III. Pour les deux températures de revenu 580°C et 650°C, les fissures non coplanaires se sont rejointes, et localement la fissure principale a eu tendance à alterner de nouveau sur des plans de scission maximale. Dans le matériau revenu à 480°C, une transition vers un faciès fragile semblable à celui de la rupture en surcharge sans hydrogène, a été observée alors que la propagation s'accélérait. Cette transition est illustrée à la Figure 4-18 (b). Ainsi, la fissuration ductile assistée par l'hydrogène semble fortement influencée par la vitesse de déformation.

a)



b)

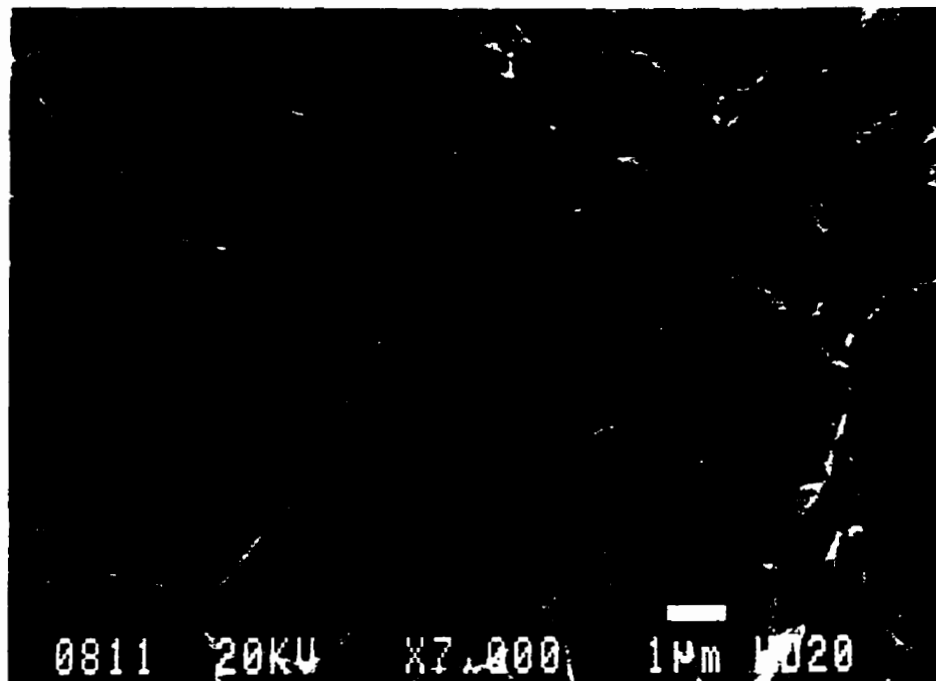
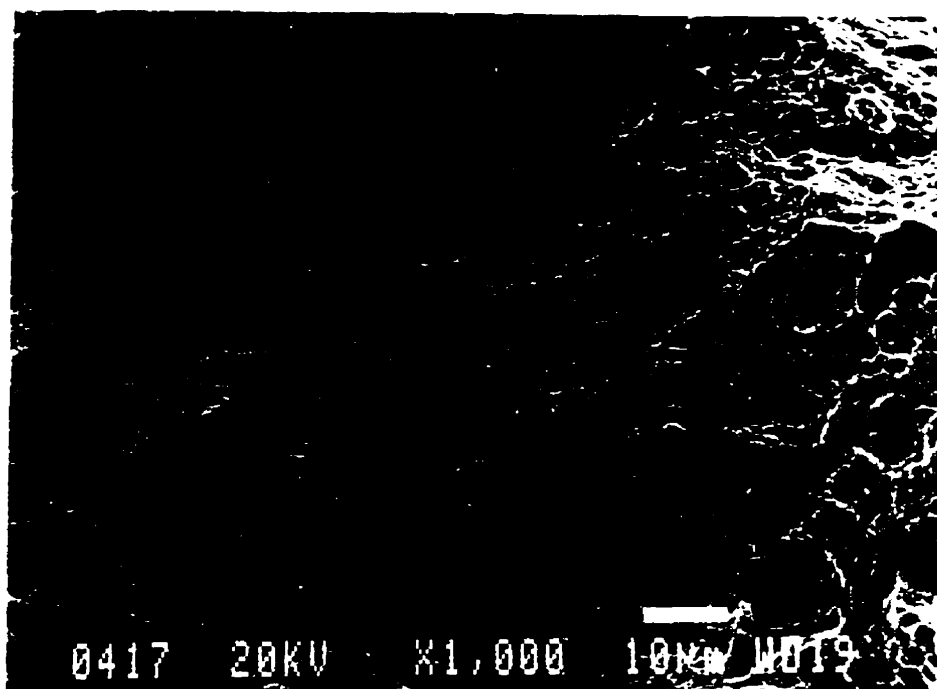


Figure 4-17 : Déchirement ductile dans le domaine sous-critique à K_I élevé.
 a) A la fin du Stade II, IG et cupules ; b) Dans le Stade III nucléation de cupules sur des particules de seconde phase.

a)



b)

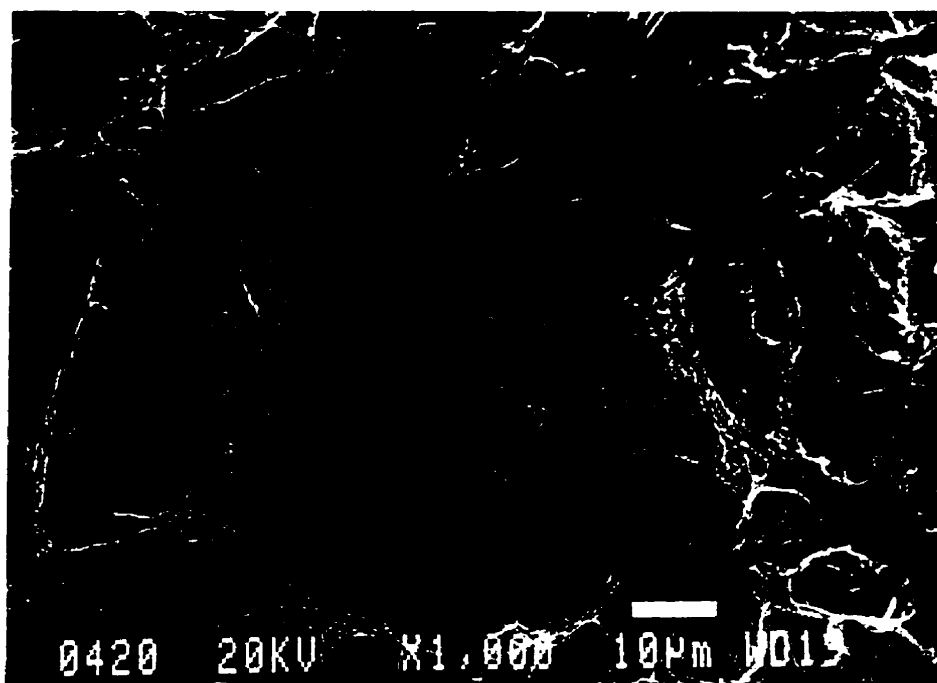
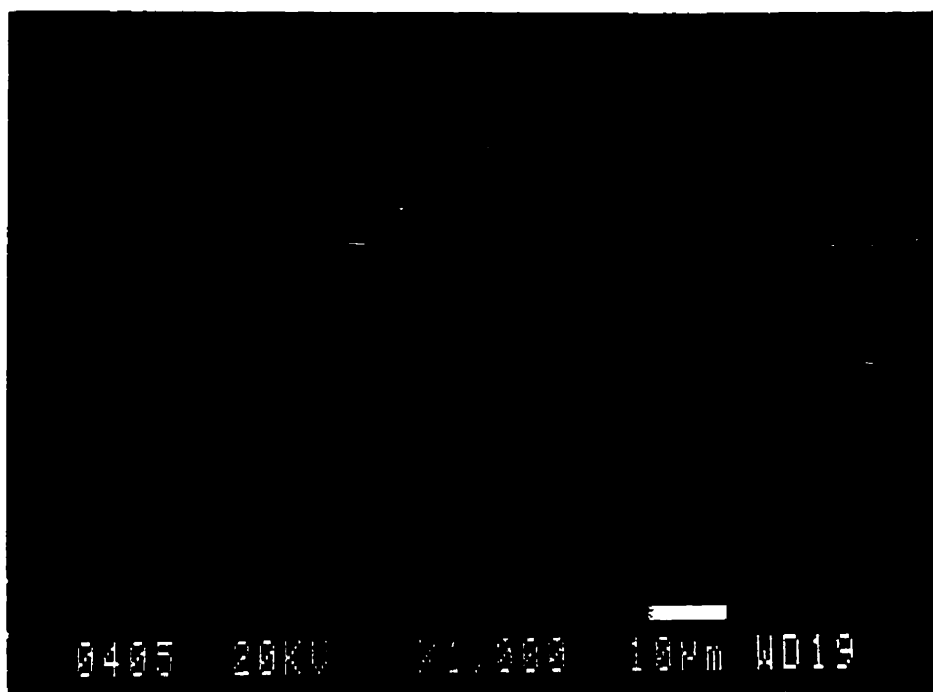


Figure 4-18 : Transition ductile à fragile avec la vitesse de déformation.
 Dans le 4135 préchargé à $-1,4 V_{ECS}$: a) faciès cupulaire dans le Stade III, vitesse de déformation lente ; b) faciès fragile à haute vitesse de déformation.

4.2.7 Variation cyclique des contraintes

Les surfaces de rupture de certaines éprouvettes fatiguées en solution ont été caractérisées au MEB. La variation dynamique des contraintes a permis d'entretenir artificiellement un mouvement de dislocations en tête de fissure. Une attention particulière a été portée à l'observation des ruptures produites sous les seuils d'intensités de contrainte mesurés sous contrainte statique (Figure 4-19). Les chemins de fissuration se sont révélés assez semblables à ceux produits sous contrainte statique. Ils sont en effet composés d'un mélange de séparation intergranulaire et de quasi-clivage dans les proportions caractéristiques de chaque température de revenu. À première vue, les textures intergranulaires, faiblement déformées (revenu à 480°C) et plus rugueuses (revenus à 580°C et à 650°C) apparaissent également similaires [comparer Figure 4-17 (a) et Figure 4-12 (a), ainsi que Figure 4-17 (b) et Figure 4-14]. Le quasi-clivage exhibe encore une texture déformée bien que la variation cyclique des contraintes ait apparemment engendré une striation orientée. Par ailleurs, précisons que les ruptures présentées à la Figure 4-19 sont de toute évidence bien différentes d'une fatigue normale à l'air qui est totalement transgranulaire. À la lumière de ces remarques, nous pouvons présumer que la rupture en fatigue, sous forte polarisation cathodique, s'est produite selon le même mécanisme de fissuration HAC que sous contrainte statique.

a)



b)

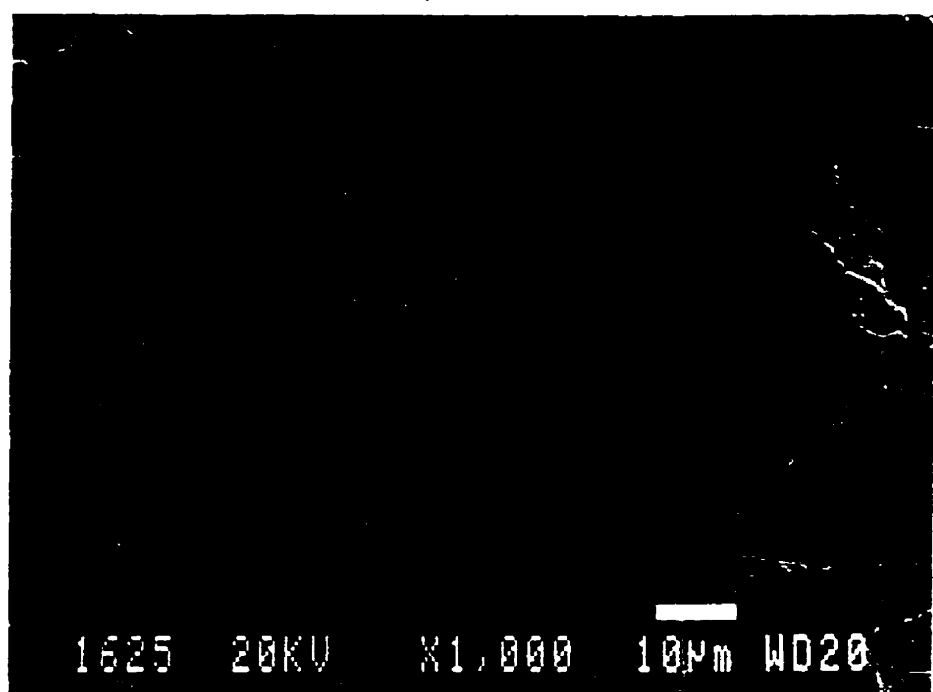


Figure 4-19 : Chemin de fissuration en fatigue sous polarisation cathodique.

Potentiel imposé : -1.4 V_{SCE}. Cycle : $\Delta K_I = 13,5 \text{ MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$, $R = 0,1$, fréquence = 1Hz. a) 4135TR480°C, b) 4135TR650°C.

5 FATIGUE-PROPAGATION ASSISTÉE PAR L'HYDROGÈNE DANS LE SAE 4135

Nous abordons dans ce chapitre une description plus détaillée du comportement sous-critique des fissures lorsque le mouvement des dislocations est favorisé par une variation cyclique du facteur d'intensité de contrainte. L'acier 4135 a ici été étudié, rappelons-le, dans son état métallurgique d'origine trempé et revenu tel que reçu du fournisseur. Ce matériau est assez comparable au 4135TR650°C quoique plus résistant. Sa structure martensitique est cependant plus fine avec une taille de grain austénitiques de l'ordre de 5 μm contre 25 μm pour les autres matériaux testés sous contrainte statique (cf. 3.1). Dans cette étude en fatigue, nous avons examiné l'effet de trois paramètres, le potentiel cathodique pour faire varier l'intensité de la fragilisation, la fréquence pour accélérer la déformation plastique et le rapport R de chargement, i.e. $K_{\min}/K_{\max}$, pour faire varier le niveau de contrainte triaxiale à l'avant de la fissure.

5.1 Mesures de vitesses de fissuration da/dN

5.1.1 Profil général

Les vitesses de propagation de fissure da/dN , sont tracées en fonction de l'amplitude de facteur d'intensité de contrainte selon une échelle logarithmique aux Figure 5-1 et 5-2 respectivement pour les ratios de 0,1 et 0,5. Chacun de ces graphiques est composé de

quatre courbes qui caractérisent les réponses du SAE 4135 dans les conditions suivantes :

1. à l'air du laboratoire à la fréquence de 5 Hz,
2. sous polarisation cathodique de $-1,4 V_{ECS}$ et à la fréquence de 1 Hz,
3. sous polarisation cathodique de $-1,4 V_{ECS}$ et à la fréquence de 0,1 Hz,
4. et sous polarisation cathodique de $-1,1 V_{ECS}$ et à la fréquence de 1 Hz.

À l'air, les progressions se sont développées à partir d'un seuil d'amplitude de contrainte ΔK_{IS} d'environ $5 \pm 1 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Aux facteurs d'intensité de contraintes élevés, le domaine sous-critique est limité par la ténacité (de l'ordre de $100 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$). L'augmentation de niveau de contrainte moyen par le biais de l'augmentation du rapport R , semble avoir engendré une légère diminution de ΔK_{IS} d'environ de $1 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Le comportement en fatigue du 4135 suit de manière typique la loi de Paris (Stade II de la fatigue) :

$$\frac{da}{dN} = C(\Delta K_I)^m \quad [4-1]$$

où C est une constante et m un coefficient sans dimension d'une valeur d'environ 3.

L'effet de l'hydrogène se manifeste sur un large intervalle de ΔK dans le Stade II, par une accélération notable de la propagation par rapport à la fatigue-normale (i.e. à l'air). Les

courbes de propagation en fatigue-fragilisation exhibent trois domaines distincts que nous avons désignés Régions I, II et III, par analogie avec la fragilisation par l'hydrogène. Aux faibles intensités de contraintes, les vitesses de propagation suivent d'abord une loi de type Paris caractérisée par un coefficient m élevé : c'est la Région I qui est vraisemblablement sous le contrôle d'une force motrice d'origine mécanique avec un effet évident de la polarisation cathodique. Ce domaine prend fin lorsque la vitesse da/dN passe sous le contrôle chimique de l'approvisionnement en hydrogène, comme en fragilisation par l'hydrogène. Dans la Région II, la vitesse plafonne à une valeur quasi constante da/dN_{II} et l'accélération due à l'hydrogène diminue graduellement avec l'augmentation de l'amplitude de contrainte. Le plateau se termine au ΔK où le taux de propagation à l'air égale celui sous polarisation cathodique. Passé cette amplitude de contrainte, l'effet de l'hydrogène sur da/dN n'est plus perceptible. La courbe de fatigue-fragilisation fusionne alors avec la courbe de fatigue-normale jusqu'à l'instabilité (Région III).

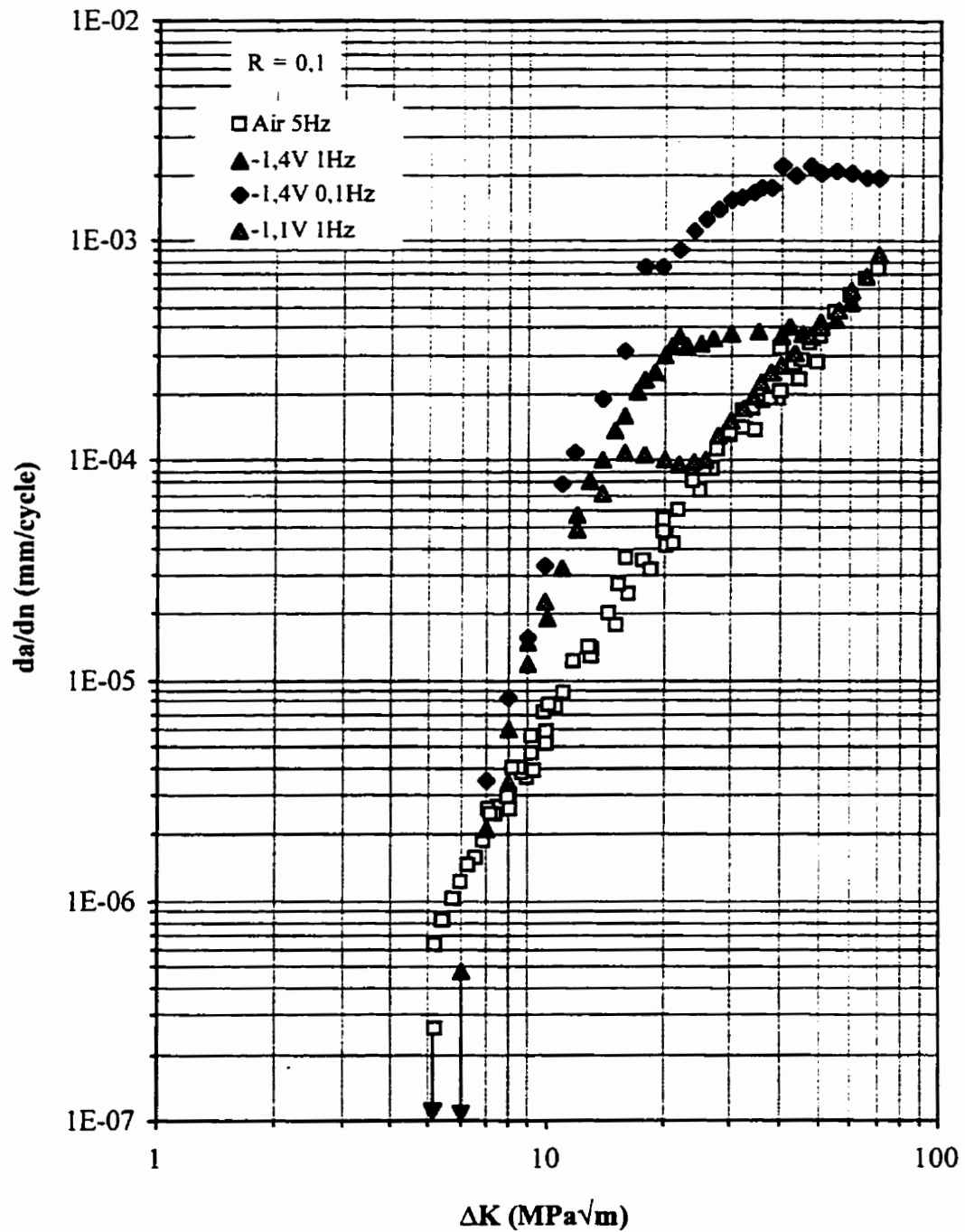


Figure 5-1 : Vitesses de propagation en fatigue dans le 4135TR pour $R=0,1$.
Effet de la fréquence de sollicitation au potentiel de -1,4 V_{ECS} . Effet de la polarisation cathodique à la fréquence de 1 Hz.

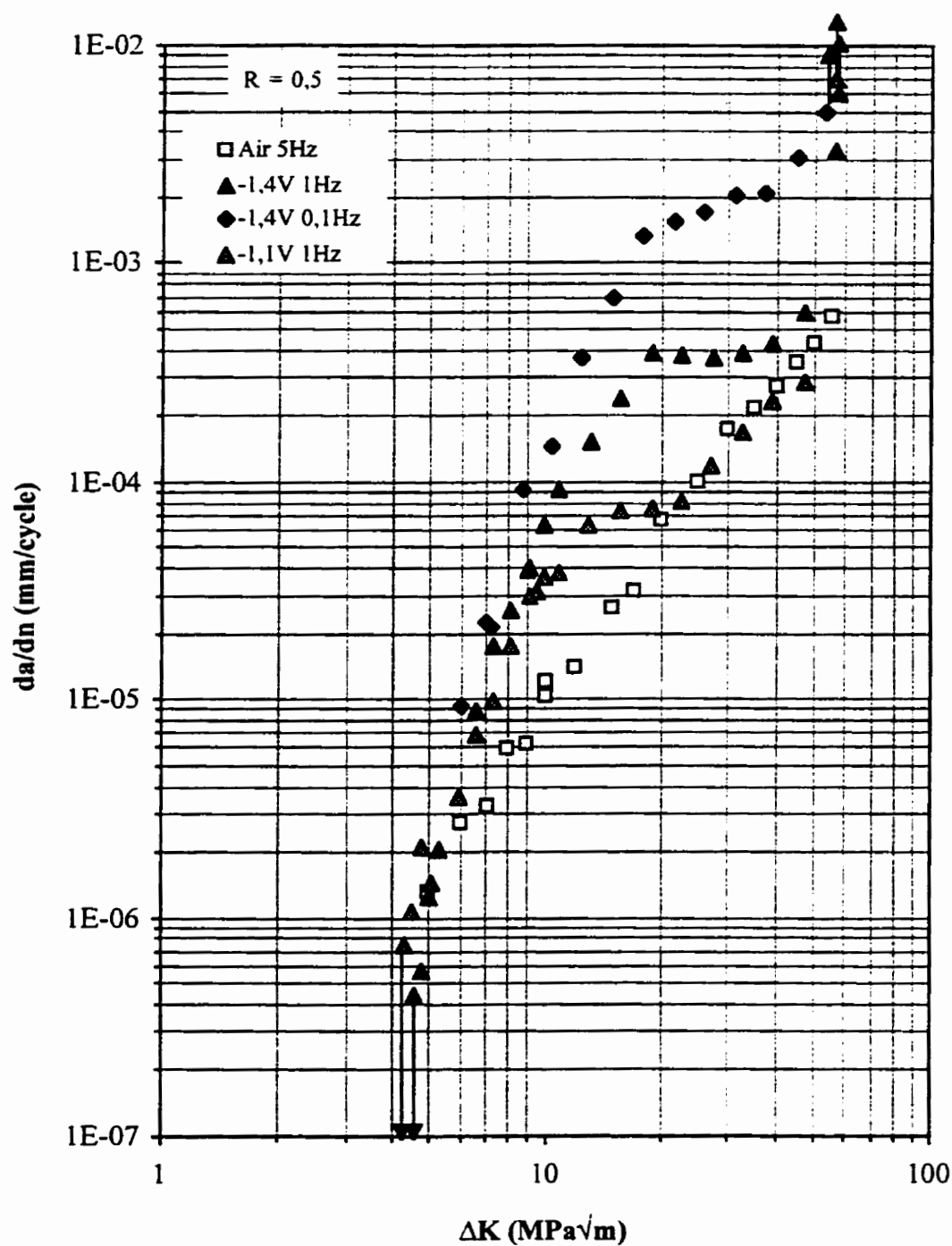


Figure 5-2 : Vitesses de propagation en fatigue dans le 4135TR pour $R=0,5$.
Effet de la fréquence de sollicitation au potentiel de -1,4 V_{ECS} . Effet de la polarisation cathodique à la fréquence de 1 Hz.

5.1.2 Effet de l'hydrogène sur le seuil de fatigue

La région du seuil de fatigue apparaît très peu influencée par l'hydrogène. Au rapport de charge moins élevé ($R=0,1$) on remarque tout de même une tendance très légère à l'augmentation de ΔK_{IS} lorsque le matériau est polarisé cathodiquement à $-1,4 V_{ECS}$ entraînant l'intersection des courbes à l'air et en fragilisation pour un ΔK de $7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. La fermeture due à la rugosité de surface pourrait interpréter cette augmentation du seuil, assez courant en fatigue-corrosion. D'ailleurs quand on réduit les effets de fermeture par augmentation du rapport, la tendance à l'intersection des courbes de fragilisation avec la courbe à l'air disparaît. Cependant la différence notée pour $R=0,1$ demeure de l'ordre de la dispersion expérimentale. Nous concluons donc que l'hydrogène n'a pas d'effet significatif sur le seuil de fatigue.

5.1.3 Effet de l'hydrogène dans la Région I

Dans la Région I, l'évolution des vitesses de propagation est très marquée par l'hydrogène. $\text{Log}(da/dN)$ croît linéairement avec $\text{log}(\Delta K)$ en suivant des pentes (coefficients m de la loi de Paris) d'environ de 3,5 à 5,5 unités logarithmiques par décade, tandis que dans l'air dans le même intervalle cette pente n'est que de 2,4 à 3 unités logarithmiques par décade. Pour comparaison, nous mentionnerons les travaux de Vosikovsky (1975) qui a relevé des coefficients m de l'ordre de 6 en fatigue-fragilisation dans un acier à haute résistance. À la fréquence de 0,1 Hz les pentes semblent un peu

plus accentuées qu'à 1 Hz. Les valeurs de m sont données au Tableau 5-2 en fonction des différentes conditions expérimentales.

Tableau 5-2 : Coefficient m dans l'intervalle de ΔK [8-15 MPa $\sqrt{m}$].				
$m (\pm 0,5)$	air	-1,1 V_{ECS} 1Hz	-1,4 V_{ECS} 1Hz	-1,4 V_{ECS} 0,1 Hz
R=0,1	3,0	4,2	4,5	5,4
R=0,5	2,4	3,6	3,6	4,0

Les effets des paramètres d'essai sur da/dN sont illustrés à la Figure 5-3 qui rassemble les résultats obtenus aux ΔK_I de 8 et 15 MPa $\sqrt{m}$. Précisons que les K_{max} pour ces deux amplitudes de contraintes et pour les deux ratios R , sont inférieurs au seuil d'intensité de contrainte statique K_{IH} , que nous avons évalué à 45 ± 5 MPa $\sqrt{m}$ dans le 4135 utilisé pour les essais de fatigue. De manière générale, on remarque que pour un ΔK_I donné, par conséquent pour un même montant de déformation, le passage de -1,1 V_{ECS} à -1,4 V_{ECS} entraîne une légère diminution de la vitesse de propagation. Par contre, l'augmentation du rapport de chargement et la diminution de la fréquence causent un accroissement marqué de da/dN . En d'autres termes, plus on étale la déformation plastique dans le temps et plus le niveau de contrainte moyen est élevé, plus la propagation est rapide.

L'évolution dans son ensemble tend donc à suggérer que le mécanisme de rupture assisté par l'hydrogène dans la Région I en fatigue :

- est fonction de la durée de maintien (effet de la fréquence) d'un niveau de contrainte (effet de R) en avant de la fissure,
- met en jeu un montant de déformation plastique pour permettre à des fissures de se développer en dessous de K_{IH} .

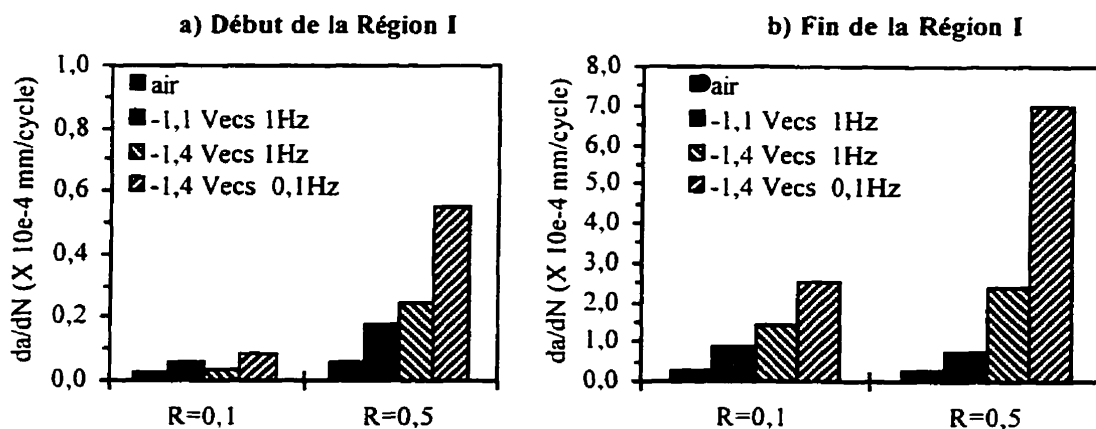


Figure 5-3 : Effet de l'hydrogène sur da/dN dans la Région I.
a) Au début de la Région I, $\Delta K_I = 8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. b) Fin de la Région I, $\Delta K_I = 15 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.

5.1.4 Contrôle de cinétique dans la Région II

Dans la Région II, les vitesses de plateau obtenues en fatigue ont été converties en vitesses instantanées en multipliant da/dN_{II} avec la fréquence. La proximité des comportements mécaniques de l'acier 4135 trempé et revenu à 650°C utilisé dans les essais WOL et du 4135 dans sa structure métallurgique commerciale, autorise une comparaison entre les vitesses da/dt_{II} déterminées sous contrainte statique ($R=1$) et sous contraintes cycliques (Figure 5-4). À la fréquence de 1 Hz, les taux de propagation sont semblables et ceci aux deux surtensions cathodiques : 10^{-4} mm/s et 4.10^{-4} mm/s

respectivement pour les potentiels de $-1,1 V_{ECS}$ et $-1,4 V_{ECS}$. Lorsque la fréquence est diminuée à 0,1 Hz, la vitesse instantanée au potentiel de $-1,4 V_{ECS}$ tombe à 2.10^{-4} mm/s pour $R=0,1$. Au rapport de 0,5, la courbe de vitesse de propagation s'infléchit également aux environs de la vitesse de 2.10^{-4} mm/s. Il est probable que cette diminution ne soit pas significative, car elle est de l'ordre de la dispersion expérimentale.

À chacun des potentiels cathodiques, la cinétique de rupture doit ainsi être contrôlée par la même étape du processus réactionnel qui alimente les sites de rupture en hydrogène. Il est peu probable qu'il s'agisse d'une réaction qui mette en jeu les dislocations comme le transport d'hydrogène par les dislocations ou la diffusion le long des dislocations. En effet l'augmentation de ΔK_I , qui accroît à la fois la densité de dislocation et la vitesse, devrait intensifier le transport. Or les plateaux exhibent une indépendance totale vis-à-vis de l'amplitude de contrainte. C'est pourquoi nous suggérons que la cinétique de rupture dans la Région II soit contrôlée par une réaction de transport de volume dans la matrice non stressée, ou bien par une des réactions de surface. L'une ou l'autre des possibilités est qualitativement en accord avec l'augmentation de da/dN_{II} avec la diminution de la fréquence. En effet, plus le cycle dure longtemps, plus la quantité d'hydrogène disponible pour la rupture est grande, plus la fissure peut s'agrandir.

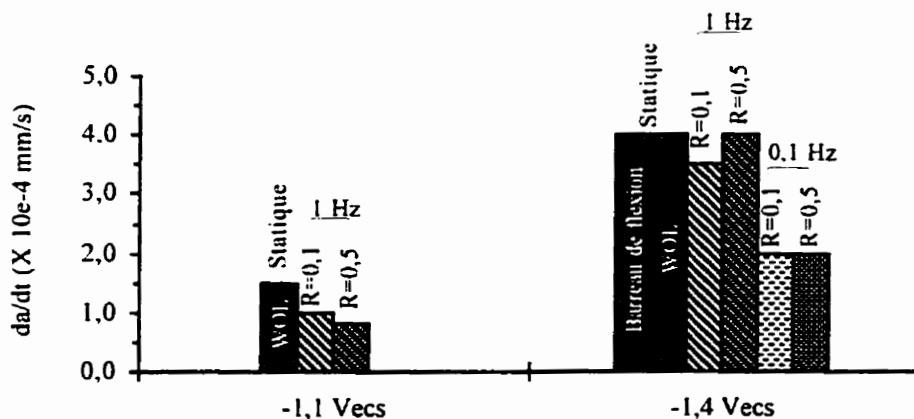


Figure 5-4 : Vitesses da/dt_{II} en fatigue et sous contrainte statique.

5.2 Caractérisation fractographique

Les observations MEB menées sur les surfaces d'éprouvettes WOL ont montré que la rupture en fatigue dans le 4135TR650°C polarisé cathodiquement, procédait selon le même mécanisme de rupture assistée par l'hydrogène que sous contrainte statique (cf. 4.2.7). La caractérisation fractographique de la rupture du 4135 dans sa structure commerciale non modifiée a conduit à la même conclusion. Nous avons examiné des surfaces d'éprouvettes fatiguées au potentiel de -1,4 V_{ECS} et les avons comparées aux surfaces d'un barreau de flexion rompu sous charge constante dans les mêmes conditions électrochimiques. Les faciès sont remarquablement similaires à faible grossissement même si la fatigue semble avoir produit, par endroit, une striation orientée (Figure 5-5).

Cependant, la rupture du 4135TR commercial est quasiment 100% transgranulaire, en fatigue comme en statique, contrairement à celle du 4135TR650°C qui renferme une

proportion d'environ 10% d'IG [comparer Figure 4-14 et Figure 5-5 (b)]. Peut-être faut-il y voir un effet de la taille des grains qui est nettement plus petite ($5\text{ }\mu\text{m}$) dans l'acier utilisé pour les essais de fatigue. Un examen attentif à plus fort grossissement a toutefois permis de détecter quelques traces de rupture intergranulaire autour des plus gros grains [Figure 5-6 (a)]. La texture granuleuse des facettes est assez semblable à celle observée le long des joints de grains des 4135 revenu à haute température et témoigne de la microplasticité qui a accompagné la séparation des grains. La rupture transgranulaire présente également beaucoup d'indices de déformation plastique sous forme de lignes de déchirement. Parfois, celles-ci rayonnent à partir d'un même point indiquant que la rupture s'est initiée fréquemment en avant du front principal de la fissure, probablement sur une particule de seconde phase [Figure 5-6 (b)]. Cependant, d'autres caractéristiques, comme des feuillets aux bords dentelés, attestent d'une rupture plus cristallographique [Figure 5-6 (b) coin supérieur droit]. Les fissurations en fatigue et sous contrainte statique restent difficilement discernables l'une de l'autre même au niveau microscopique.

Macroscopiquement, l'aspect de la rupture sous contrainte statique est un peu plus rugueux qu'en fatigue. Ce n'est pas vraiment surprenant pour un mécanisme qui procède pour beaucoup par déformation plastique localisée. En effet, la variation cyclique des contraintes contribue à faire alterner le glissement sur des plans de différentes orientations. Il est plus facile ainsi à la fissure de rester dans la proximité du plan moyen

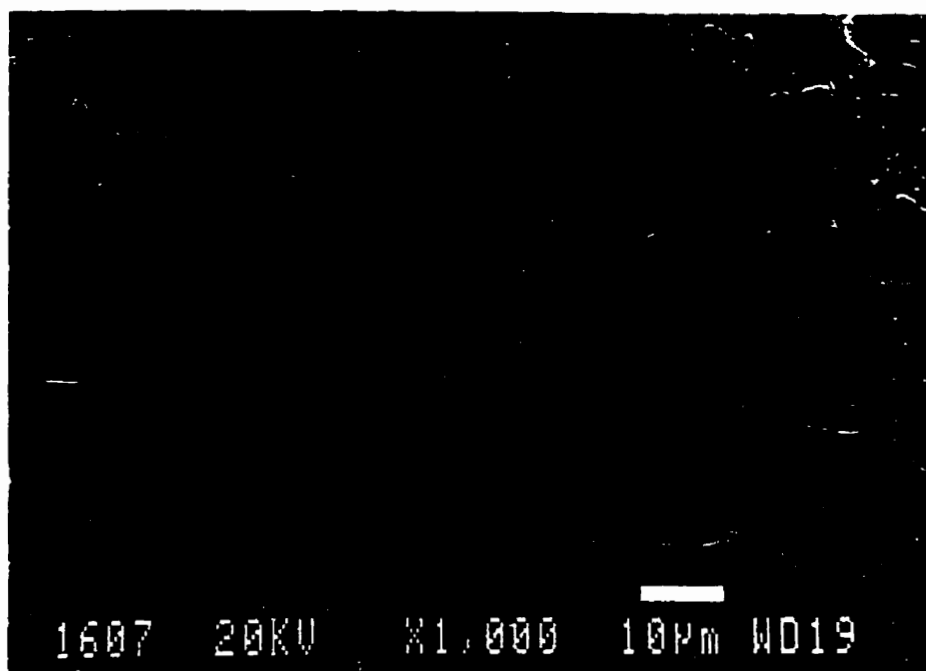
de rupture. Nous avons aussi constaté que la rugosité macroscopique augmentait lorsque $K_{\max}$ augmentait avec le rapport de chargement ou avec le ΔK_I .

Lors du passage vers la Région III non affecté par l'hydrogène, la topographie a changé pour un aspect typique de la fatigue à l'air aux vitesses de propagation élevées caractérisé par : des stries espacées, des saignées et des lignes de rivières macroscopiques. Les indices de multiamorçage deviennent plus rares, les lignes de rivières de plus en plus orientées dans le sens de la propagation. Il est assez facile de distinguer pour les vitesses de fissuration, qui excèdent 10^{-4} mm/cycle, avant la Région III, un faciès de fatigue normale (stries bien visibles) d'un faciès de fatigue-fragilisation (amorçage en avant du front de fissure). Par contre, nous avons éprouvé des difficultés à faire une telle distinction pour les propagations lentes ($< 10^{-5}$ mm/cycle). En effet, à ces vitesses, la fissuration en fatigue à l'air devient également aidée par un amorçage continu en avant du front, probablement sous l'effet de l'hydrogène adsorbé en pointe de fissure suite à la condensation de la vapeur d'eau. Les stries sont aussi moins marquées.

Pour conclure, nous retiendrons de cet examen fractographique :

- que la fatigue-fragilisation du 4135TR dans sa structure commerciale se produit selon le même mécanisme de fissuration HAC que sous contrainte statique,
- que la rupture presque purement transgranulaire peut être difficile à distinguer de celle d'une fatigue normale aux faibles amplitudes de contrainte.

a)



b)

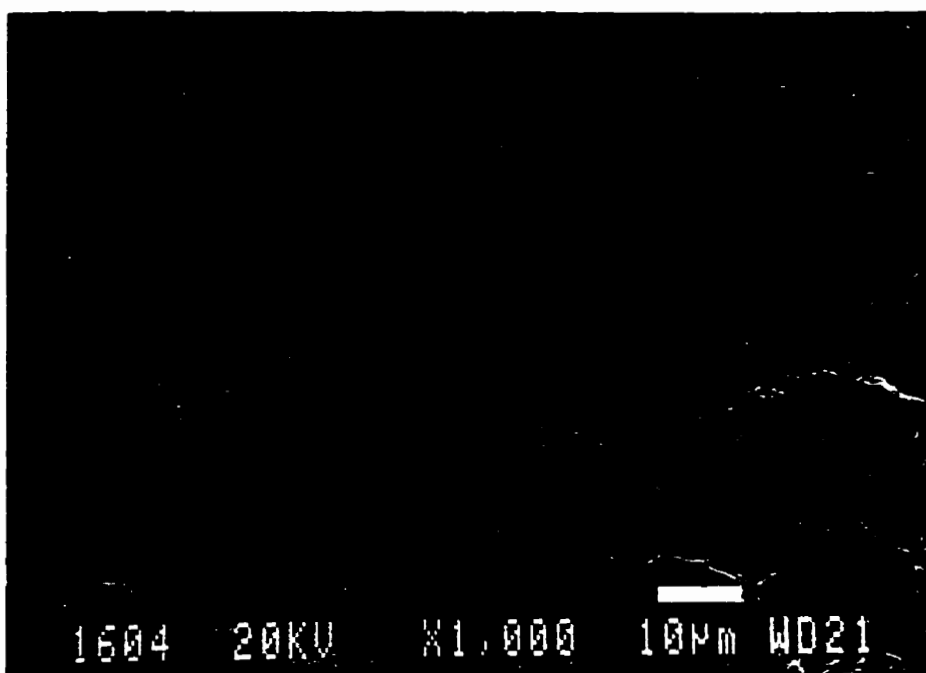


Figure 5-5 : Rupture HAC transgranulaire dans le 4135TR commercial.
Potentiel = -1,4 V_{ECS}. a) En fatigue, $R=0,5$, 1 Hz, $K_{max}=45 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, striation orientée dans le coin supérieur droit. b) Sous contrainte statique, $K_I=45 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.

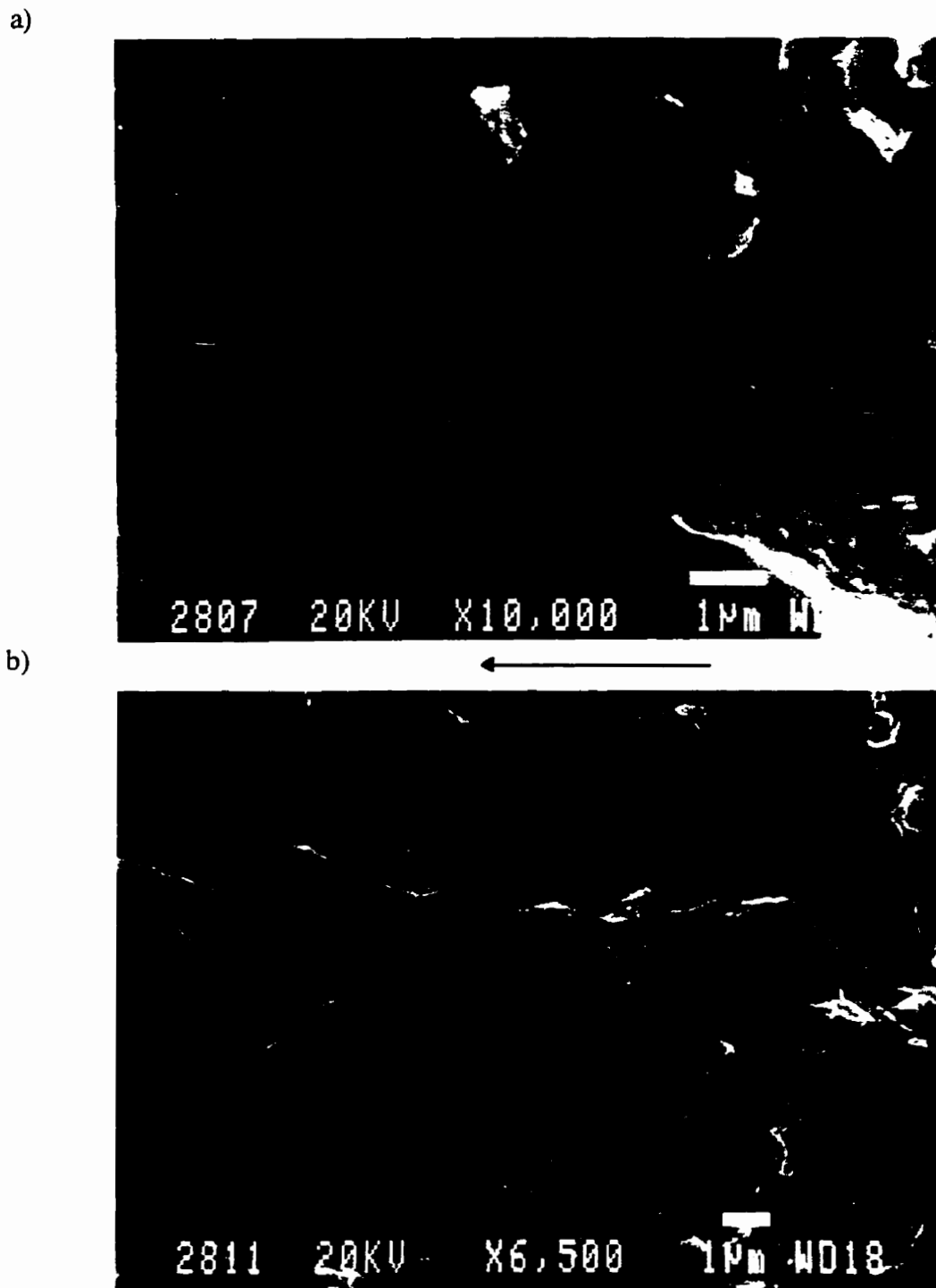


Figure 5-6 : Microplasticité dans le 4135TR commercial.

Fatigue 1 Hz, -1,4 V_{ECS} , $R=0,1$: a) Détails intergranulaires. b) Rupture transgranulaire QC : site d'amorçage en étoile et feuillets cristallins dentelés dans le coin supérieur droit.

6 ÉBAUCHE D'UN MÉCANISME POUR LA RUPTURE ASSISTÉE PAR L'HYDROGÈNE DANS LE SAE 4135

Ce dernier chapitre a pour objet d'interpréter qualitativement la réponse de l'acier SAE 4135 à la rupture sous-critique assistée par l'hydrogène en fatigue et sous contrainte statique. Il s'agit surtout de justifier de l'influence de la limite d'élasticité et de la teneur en hydrogène interne sur les paramètres qui caractérisent la sensibilité à la rupture HAC, à savoir : le seuil d'intensité de contrainte K_{IH} , le taux de propagation da/dt_{II} et le facteur d'intensité de contrainte pour le départ de l'instabilité plastique.

Les investigations menées dans cette étude au niveau cinétique et fractographique ne permettent évidemment pas de développer un modèle spécifiquement adapté à la rupture HAC des aciers à résistance modérée. Nous nous bornons donc à évaluer la compatibilité des résultats recueillis ici avec les mécanismes proposés dans la littérature qui nous semblent les plus appropriés pour décrire la rupture HAC du 4135.

6.1 Tentative d'élaboration d'un critère de rupture

6.1.1 Étude fractographique : principales déductions

Les observations fractographiques entreprises ici ont révélé que la microplasticité était omniprésente dans la rupture HAC sous contrainte statique du 4135 à résistance modérée polarisé cathodiquement. Cette microplasticité se manifeste surtout dans la

texture déformée du quasi-clivage qui est le mode de rupture majoritaire. Mais l'examen à fort grossissement des facettes intergranulaires a montré que la séparation aux anciens joints de grains d'austénite n'était pas de la décohesion pure. En effet, de nombreuses marques microscopiques (lignes de déchirement, lignes d'arrêt ou cupules) indiquent que la fissuration est certes localisée dans la proximité des joints de grains, mais pas exactement à l'interface entre deux grains. Par conséquent, la séparation intergranulaire, souvent associée à de la décohesion dans les aciers à haute résistance, est ici plutôt vue comme une rupture "quasi-intergranulaire" assistée par la microplasticité.

D'autre part, la fatigue a été utilisée afin de favoriser la déformation plastique localisée. Ce qui a pour effet d'engendrer des ruptures sous-critiques à des niveaux de contrainte très faibles, et par conséquent inférieurs à K_{IH} . D'un autre côté, une telle manipulation tend à défavoriser la rupture par décohesion puisqu'on réduit le niveau de contrainte triaxiale à l'avant de la fissure. Nous avons alors constaté que les faciès de rupture en fatigue étaient comparables aux faciès sous contrainte statique tant dans leur proportion IG/QC que dans leur texture microscopique. Par conséquent, nous en avons déduit que les mécanismes de rupture étaient les mêmes. Le recours à la fatigue a donc permis de démontrer que la microplasticité localisée a un rôle capital dans la rupture HAC du 4135 à résistance modérée.

Pourtant la morphologie, de rupture est loin d'être caractéristique d'un déchirement purement ductile qui ne met en jeu que du glissement localisé. Dans le 4135TR480°C les facettes intergranulaires présentent des régions sur lesquelles nous n'avons pas réussi à observer de marques de déformation. D'autre part, les faciès en fragilisation par l'hydrogène ont, macroscopiquement, un aspect fragile puisqu'ils sont composés de quasi-clivage et de rupture intergranulaire. Toutes ces caractéristiques topographiques témoignent d'une participation non négligeable d'un mécanisme fragile dans la rupture.

Par ailleurs nous avons souvent observé que l'amorçage se produisait en avant du front de la fissure principale. C'est une caractéristique fondamentale de la rupture HAC des aciers à haute résistance. Elle indique que l'hydrogène s'accumule à des sites métallurgiques particuliers pour y exercer une action néfaste (interfaces de lattes de martensite, joints de grains, particules de seconde phase, inclusions).

Les observations fractographiques dans leur ensemble montrent que le mécanisme de la rupture assistée par l'hydrogène du 4135 allie plasticité et décohésion fragile. Toutefois, il est évident que la microplasticité joue un rôle très important dans la fissuration.

6.1.2 Choix d'un mécanisme de rupture

L'amorçage en avant de la fissure peut se justifier par un critère de décohésion : la rupture des liens atomiques à un site donné a lieu lorsque la concentration d'hydrogène

atteint une valeur critique qui est fonction du niveau de contrainte triaxiale. Plus les contraintes triaxiales sont élevées, moins il faut d'hydrogène.

Dans le cas de ces alliages à haute limite d'élasticité, la moindre sollicitation de tension élève le niveau de contrainte triaxiale en avant de la fissure. La concentration critique requise pour la rupture est donc faible, si faible qu'elle peut être générée par une simple diffusion sous l'effet du gradient de contrainte dans la zone plastique. On sait, en effet, que la distorsion du réseau en avant de la fissure diminue le potentiel chimique de l'hydrogène en solution métallique. Il peut donc s'accumuler plus d'hydrogène dans la zone de contrainte triaxiale que dans la même matrice non sollicitée.

Cependant, le niveau de contrainte hydrostatique est plus modéré dans un acier à résistance moyenne. Aussi faut-il, en théorie, une concentration critique plus grande pour qu'il y ait rupture. De plus l'enrichissement par simple diffusion induite par la distorsion diminue avec le niveau de contrainte triaxiale. On peut donc concevoir qu'il faille augmenter notablement K pour engendrer la rupture HAC lorsque la limite d'élasticité diminue, à moins qu'un autre mécanisme de transport d'hydrogène entre en jeu.

Or d'après le mécanisme de rupture ductile des aciers doux chargés cathodiquement, il semble que les dislocations soient capables de véhiculer de grandes quantités d'hydrogène vers des sites métallurgiques particuliers. Un tel transport est logiquement

de plus en plus favorisé à mesure que la limite d'élasticité diminue. Appliqué aux aciers à moyenne résistance, ce concept fournit un moyen plausible d'accroître "artificiellement" la teneur en hydrogène pour atteindre la concentration critique nécessaire à la décohésion locale.

Selon ce mécanisme, l'amorçage en avant de la fissure procède essentiellement par décohésion même s'il est conditionné à un certain montant d'écoulement plastique responsable de la concentration d'hydrogène. Il ne peut donc expliquer la microplasticité observée. C'est pourquoi, à nos yeux, l'origine de la microplasticité est plutôt attribuable à une rupture procédant par succession de glissement localisé entre les amorçages de fissure le long des joints de grains et des interfaces de lattes de martensite.

En résumé, voici les étapes du processus proposé pour décrire la rupture du SAE 4135 polarisé cathodiquement :

- Étape 1 : Transport de l'hydrogène par l'écoulement plastique et accumulation sur des sites de piégeage préférentiel.
- Étape 2 : Amorçage de microfissures en avant du front de fissure sous l'effet combiné des contraintes triaxiales et de l'hydrogène.
- Étape 3 : Rupture entre les sites d'amorçage, à K faible, par glissement localisé dans la proximité des joints de grains ou des lattes de martensite, ou, à K élevé, par croissance et coalescence de cavités.

6.1.3 Critères de rupture et de propagation

Dans le cadre du mécanisme adopté, la rupture survient si le flux d'hydrogène engendré par la déformation plastique localisée est suffisamment intense pour enrichir le site à la hauteur de la concentration critique fixée par l'intensité des contraintes. Ceci nous amène à formuler un critère de rupture très proche de celui de la théorie de la décohésion : pour chaque niveau de contrainte triaxiale, il existe un flux critique d'hydrogène (absolu : flux entrant - flux sortant) qui provoque la rupture.

Ensuite, la condition pour qu'une fissure se propage réside dans la capacité à maintenir une certaine intensité de flux de déformation plastique à la pointe de fissure. Sous charge constante, la régénération du flux peut provenir de l'avancée de la fissure elle-même. En effet, l'augmentation du facteur d'intensité de contrainte au cours de la progression constitue une force motrice pour l'entretien du fluage en fond de fissure. En fatigue, le flux peut atteindre un niveau élevé par une variation cyclique des contraintes.

6.2 Évolution qualitative de la cinétique de rupture

6.2.1 Autour du seuil d'intensité de contrainte statique

Selon la procédure d'essai suivie, la rampe de mise en charge d'une éprouvette WOL procure un flux initial de déformation plastique donc un flux initial d'hydrogène.

L'intensité de ce flux est fixé par les caractéristiques de la rampe : amplitude, facteur d'intensité de contrainte final et peut-être aussi vitesse d'application de la charge. En toute rigueur il est aussi fonction de la concentration d'hydrogène environnante et donc du potentiel cathodique appliqué. Deux cas peuvent être maintenant envisagés :

1. Si le flux initial s'amortit plus vite qu'il ne gagne d'intensité avec l'augmentation de K_I , alors la fissure s'arrête rapidement faute de maintenir le fluage requis pour la progression. Très proche du seuil, on peut même concevoir que la fissure avance significativement avant que le mouvement des dislocations arrête. C'est une justification possible aux profils de propagation enregistrés à l'approche de K_{IH} [Figure 4-2 (a)].
2. Si le flux initial cause une propagation suffisante, alors l'augmentation du facteur d'intensité de contrainte accélère le fluage. En outre, l'accroissement de K_I augmente le niveau de contrainte triaxiale. Donc, d'après le critère de rupture adopté, le flux critique diminue. Par conséquent, le comportement cinétique devient instable. Ainsi la propagation s'emballe-t-elle rapidement avec l'élévation de K_I jusqu'à ce que l'approvisionnement en hydrogène contrôle le processus de rupture.

Pour un potentiel cathodique et un K donnés, le flux critique de déformation plastique dépend du niveau de contrainte triaxiale qui augmente avec la limite d'élasticité. Le flux

critique sera d'autant plus élevé que σ_{ys} est faible. On peut ainsi expliquer la dépendance du seuil avec la température de revenu qui modifie la limite d'élasticité.

Pour un matériau donné, il est plus difficile de justifier la faible dépendance de K_{IH} avec le potentiel cathodique. Très rigoureusement, le flux d'hydrogène à un site est fonction du flux de déformation et de la concentration d'hydrogène que les dislocations véhiculent. Cette dernière est dans une certaine mesure reliée à la concentration d'hydrogène environnante, donc au potentiel. Ainsi le critère de rupture doit varier avec les conditions électrochimiques. Remarquons tout de même que tel que nous l'avons reformulé, il est avant tout un critère de plasticité lorsque l'environnement est capable de fournir les quantités d'hydrogène nécessaires au processus de rupture. Par conséquent, la faible dépendance du seuil avec le potentiel tend à indiquer que K_{IH} est plus influencé par les propriétés plastiques du matériau que par la sévérité de l'environnement.

6.2.2 Évolution qualitative en fatigue-fragilisation

Le mécanisme HAC adopté permet aussi d'interpréter qualitativement le comportement dans le Région I de la fatigue-fragilisation où la fissuration est contrôlée par une force motrice mécanique. Nous avons remarqué que les taux de fissuration, da/dN_I sont sensibles au rapport de chargement et à la fréquence de sollicitation. En effet, pour un même flux de déformation (même ΔK), plus les intensités de contraintes sont élevées et

plus la durée du cycle est long, plus la fissuration est rapide. En d'autres termes, da/dN est fonction en partie du temps passé à un niveau de contrainte triaxiale donné.

Supposons que le flux de déformation plastique engendré par la variation cyclique des contraintes soit uniquement fonction de ΔK , donc relativement indépendant de la fréquence et du rapport de chargement. Ce flux est associé à un niveau de contrainte triaxiale et donc à un facteur d'intensité de contrainte efficace, K_{eff} , à partir duquel la rupture HAC a lieu. Donc seule la portion entre K_{eff} et K_{max} contribue à l'accélération de la progression. L'augmentation de R entraîne une augmentation de K_{max} mais pas de K_{eff} pour une amplitude de contrainte constante. La portion efficace du cycle s'agrandit donc avec le rapport de chargement. De même si la fréquence diminue, la contribution de rupture HAC est maintenue plus longtemps au cours d'un cycle, donc accroît encore plus da/dN .

6.2.3 Contrôle dans le Stade II de la fragilisation par l'hydrogène

Nous avons déjà discuté du contrôle de la cinétique dans le Stade II. Les résultats obtenus, tant sous contrainte statique que sous contrainte dynamique, tendent à indiquer que le mécanisme de rupture est limité par la vitesse de transport de l'hydrogène à travers la matrice au potentiel le plus cathodique ($-1,4 V_{ECS}$). Par contre, au potentiel le moins cathodique ($-1,1 V_{ECS}$), la cinétique serait contrôlée par les réactions de surface à la pointe de la fissure. Cependant, nos déductions restent assez hypothétiques bien

qu'étant qualitativement en accord avec la littérature (cf. 4.1.5). La détermination des énergies d'activation pour chaque potentiel cathodique s'avère nécessaire pour confirmer nos suppositions.

Quoi qu'il en soit, le flux d'hydrogène sur le site est contrôlé dans le Stade II, ou bien par un flux de diffusion volumique, ou bien par le flux de pénétration en surface. Le premier est fonction du gradient de concentration interne en hydrogène dans la matrice, tandis que le second dépend de la concentration surfacique d'hydrogène adsorbé. Dans les deux cas, ils tendent à s'accroître lorsque la polarisation est faite plus négative. Ce raisonnement constitue une explication plausible à la diminution des vitesses de plateau avec l'augmentation du potentiel.

Par contre expliquer l'effet du traitement thermique sur da/dt_{II} est plus délicat. Rappelons que la vitesse de plateau chute d'un facteur 10 lorsque la limite d'élasticité passe de 1 260 MPa (revenu à 480°C) à 950 MPa (revenu à 580°C). Par contre il n'y a pas de différence significative entre les revenus à 650°C (867 MPa) et 580°C (950 MPa). Interpréter ces résultats nécessite probablement la prise en considération des phénomènes de piégeage réversibles et irréversibles avec la structure métallurgique (Peyssoure 1980). C'est une entreprise ambitieuse dans le cas d'une structure métallurgique commerciale aussi homogène que notre SAE 4135 (inclusions). En tout cas, elle dépasse le cadre de cette maîtrise.

6.2.4 Instabilité plastique

On peut justifier ce phénomène en s'aidant des arguments qui expliquent la striction rapide des aciers doux chargés cathodiquement (Chang et Hirth 1985, Onyewuenyi et Hirth 1982, Oriani et Josephic 1982). En effet, à K élevé, l'hydrogène qui s'accumule en grande quantité à cause de la déformation plastique intense, peut initier et/ou aider la croissance de microcavités. Cette assistance contribuerait à réduire le facteur d'intensité de contrainte pour le départ de l'instabilité plastique. De plus, l'augmentation de la concentration interne d'hydrogène, par l'intensification de la polarisation, augmenterait les quantités d'hydrogène disponibles pour le mécanisme. La diminution de K_Q serait donc accentuée par la diminution du potentiel.

CONCLUSION

Les travaux entrepris dans cette maîtrise ont mis en évidence l'existence d'un large domaine sous-critique HAC pour l'acier SAE 4135 de résistance modérée et polarisé cathodiquement. Nous avons en effet observé des propagations de fissure à des intensités de contraintes jusqu'à $60 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ sous la ténacité du matériau. Pourtant, en corrosion sous contrainte ou dans les environnements gazeux à la pression atmosphérique, de tels domaines sont habituellement propres aux aciers de plus haute résistance mécanique. D'après les références consultées, la capacité des aciers à soutenir une rupture sous-critique est considérablement réduite dans beaucoup d'environnements lorsque la limite d'élasticité est inférieure à $1\,000 \text{ MPa}$. Nos mesures de cinétiques révèlent donc une propriété des structures matensitiques adoucies rarement caractérisée. C'est probablement à polarisation cathodique appliquée aux éprouvettes qu'il faut attribuer ce phénomène. Ces conditions électrochimiques contribuent à augmenter significativement la teneur en hydrogène interne. Des quantités importantes d'hydrogène sont alors disponibles pour entretenir le mécanisme de rupture.

La similitude entre les ruptures sous-critiques en fatigue et sous contrainte statique a permis d'établir assez clairement que le mécanisme HAC met en jeu de la déformation plastique localisée. Pour rendre compte de cette microplasticité, nous avons fait appel à des phénomènes physico-chimiques connus, à savoir : le transport de l'hydrogène par les

dislocations, la décohésion aux sites d'accumulation et le déchirement ductile. Le mécanisme proposé se révèle qualitativement cohérent avec l'ensemble des résultats cinétiques et fractographiques, en fatigue comme sous charge constante.

Par contre, discuter du rôle de l'hydrogène au niveau atomique dépasse largement la portée de cette étude. Cependant, nous avons remarqué que le seuil de fatigue n'était pas affecté par la polarisation cathodique. Cette constatation tend donc à indiquer que l'hydrogène a un effet mineur sur le déplacement des dislocations aux faibles intensités de contrainte. Mais d'autre part, l'hydrogène cathodique est capable d'induire un déchirement ductile généralisé dans le Stade III d'un matériau qui rompt de manière plutôt fragile en milieu inerte (4135TR480°C). Un tel résultat suggère que l'hydrogène aide l'écoulement plastique aux fortes intensités de contrainte. Ces remarques ont de quoi alimenter la controverse actuelle sur l'interaction ou les interactions de l'hydrogène au niveau atomique avec les dislocations.

Les travaux présentés dans ce mémoire ont permis de caractériser la susceptibilité de l'acier SAE 4135 des barres d'ancrage conformément aux objectifs initiaux. L'étude cinétique de la fissuration HAC a permis de déterminer les seuils apparents d'intensité de contraintes pour diverses températures de revenu. La connaissance de ces seuils pour des martensites de diverses duretés va permettre d'évaluer la taille critique des défauts capables d'amorcer des fissures à divers endroits de la surface des barres. Cette

détermination requiert une analyse de contrainte par élément finis détaillée sur la géométrie d'une barre.

Enfin, les diverses morphologies de rupture associées à la fissuration assistée par l'hydrogène dans le SAE 4135 ont été caractérisées en détail. L'effet de plusieurs paramètres ont été étudiés : le traitement thermique, l'intensité de contrainte, le potentiel cathodique, la taille de grain, et le type de contrainte, dynamique ou statique. Les informations fractographiques recueillies dans ce document pourraient se révéler d'une aide appréciable au diagnostic d'autres défaillances en service pour déterminer si l'hydrogène est en cause. Par exemple, nos observations suggèrent que la fatigue normale aux faibles vitesses de fissuration et la rupture HAC dans les structures à fine taille de grain peuvent être confondues à faible grossissement. Faire la différence nécessite un examen microscopique poussé de la texture transgranulaire et de l'amorçage en avant de fissure.

En conclusion, ce mémoire de maîtrise a abordé de nombreux aspects de la propagation sous-critique de fissure assistée par l'hydrogène de l'acier des barres d'ancrage. Cependant, l'effet de l'hydrogène sur l'amorçage et la propagation de fissures courtes en fatigue n'a pas été abordé. Or la durée de vie des barres pourraient en dépendre fortement. Nous suggérons que ces considérations retiennent l'attention des responsables concernés dans le cadre d'un prochain développement de ce projet de recherche.

RÉFÉRENCES

- AKHURST, K.N. et BAKER, T.J. (1981). The threshold stress intensity for hydrogen-induced crack growth. Met. Trans. A, 12A, 1059-1070.
- BANDYOPADHYAY, N., KAMEDA, J. et McMAHON, C.J. Jr. (1983). Hydrogen-induced cracking in 4340-type steel: effects of composition, yield strength, and H₂ pressure. Met. Trans. A, 14A, 1983, 881-888.
- BANERJI, S.K., McMAHON, C.J.Jr. et FENG, H.C. (1978). Intergranular fracture in 4340-type steels-Effect of impurities and hydrogen. Met. Trans. A, 9A, 237-247.
- BEACHEM, C.D. (1972). A new model for hydrogen-assisted cracking (hydrogen "embrittlement"). Met. Trans., 3, 437-451.
- BEACHEM, C.D. et YODER, G.R. (1973). Elastic-plastic fracture by homogeneous microvoid coalescence tearing along alternative shear planes. Met. Trans. A, 4, 1145-1153.
- BIRNBAUM, H.K. et SOFRONIS, P. (1994). Hydrogen-enhanced localized plasticity-a mechanism for hydrogen-related fracture. Mater. Sci. Engng., A176, 191-202.
- BRASS, A.M., CHÊNE, J.M. et GONZALEZ, J. (1994). Tritium distribution at the crack tip of high-strength steels submitted to stress corrosion cracking. Met. Trans. A, 25A, 1159.

BRIANT, C.L., FENG, H.C. et McMAHON, C.J.Jr. (1978). Embrittlement of a 5 pct nickel high strength steel by impurities and their effects on hydrogen induced cracking. Met. Trans. A, 9A, 625-633.

BRIANT, C.L. et BANERJI, S.K. (1978). Intergranular failure in steel: the role of grain boundary composition. International Metals Reviews, 232, n°4, 164-199.

CARTER, C.S. (1971). Stress corrosion crack branching in high strength steels. Eng. Fract. Mech., 3, 1-13

CARTER, C.S. (1972). Effect of prestressing on the stress corrosion resistance of two high strength steels. Met. Trans., 3, 584-586.

CHANG, S.C. et HIRTH, J.P. (1985). Hydrogen degradation of spheroidized AISI 1090 steel. Met. Trans. A, 16A, 1417-1425.

CHEN, X. et GERBERICH, W.W. (1991). The kinetics and micromechanics of hydrogen-assisted cracking in Fe-3 pct Si single cristal. Met. Trans. A, 22A, 59-70.

CHU, W.Y., LI, S.Q., HSIAO, C.M. et JU, S.Y. (1981). Effect of the apparent yield stress-Research on the cause of hydrogen induced delayed plasticity. Corrosion, 37, n°9, 514-521.

CHU, W.Y., LIU, T.H., HSIAO, C.M. et Li, S.Q. (1981). Mechanism of stress corrosion cracking of low alloy steel in water. Corrosion, 37, n°6, 320-327.

CHU, H.C. et WEI, R.P. (1990). Stress corrosion cracking of high-strength steels in aqueous environments. Corrosion, 46, n°6, 1990, 468-476.

CLARK, W.G., Jr. (1979). Effect of temperature and pressure on hydrogen cracking in high strength type 4340 steel. J. Mat. Energ. Sys., 1, 1979, 33-40.

COSTA, J.E. et THOMPSON, A.W. (1981). Effect of hydrogen on fracture behavior of a quenched and tempered medium-carbon steel. Met. Trans. A, 12A, 761-771.

CRAIG, B.D. et KRAUSS, G. (1980). The structure of tempered martensite and its susceptibility to hydrogen stress cracking. Met. Trans. A, 11A, 1980, 1799-1807.

DREYER, A., AUSTIN, D.E. et SMITH, W.D. (1964). Met. Prog., 86, 116-117.

DULL, D.L. et RAYMOND, L. (1972). Stress history effect on incubation time for stress corrosion crack growth in AISI 4340 steel. Met. Trans., 3, 2943-2947.

DUNEGAN, H.L. et TETELMAN, A.S. (1971). Non-destructive characterization of hydrogen-embrittlement cracking by acoustic emission techniques. Eng. Frac. Mech., 2, 387-402.

EASTMAN, J., MATSUMO, T., NARITA, N., HEUBAUM, F. et BIRNBAUM, H.K. (1981). Hydrogen effects in nickel-Embrittlement or enhanced ductility ? Hydrogen Effects in Metals. I.M Berstein, A.W. Thompson Editors. Conference Proceedings. The Metallurgical Society of AIME. 397-405.

FROHMBERG, R.P., BARNETT, W.J., et TROIANO, A.R. (1955). Delayed failure and hydrogen embrittlement in steel. Trans. ASM., 47, 892-925.

GAO, M., LU, M. et WEI, R.P. (1984). Crack paths and hydrogen-assisted crack growth response in AISI 4340 steel. Met. Trans. A., 15A, 735-746.

- GAO, M. et WEI, R.P. (1985). A "hydrogen partitioning" model for hydrogen assisted crack growth. Met. Trans. A, 16A, 2039-2050.
- GANGLOFF, R.P. et WEI, R.P. (1977). Gaseous hydrogen embrittlement of high strength steels. Met. Trans., 8A, 1977, 1043-1053.
- GERBERICH, W.W. et CHEN, Y.T. (1975). Hydrogen -controlled cracking-An approach to threshold stress intensity. Met. Trans. A, 6A, 271-278.
- GERBERICH, W.W., CHEN, Y.T. et ST JOHN, C. (1975). A short-time diffusion correlation for hydrogen-induced crack growth kinetics. Met. Trans. A, 6A, 1485-1498.
- GERBERICH, W.W., LIVNE, T., CHEN, X.-F et KACZOROWSKI, M. (1988). Crack growth from internal hydrogen-Temperature and microstructural effects in 4340 steel. Met. Trans. A, 19A, 1319-1334.
- GERBERICH, W.W., ORIANI, R.A., LII, M.-J., CHEN X. et FOECKE, T. (1991). The necessity of both plasticity and brittleness. Phil. Mag., 63, n°2, 1990, 363-376.
- GONZALEZ, J., GUTIERREZ-SOLANA, F. et VARONA, J.M. (1996). The effects of microstructure, strength level, and propagation mode on stress corrosion cracking behavior of 4135 steel. Met. and Mat. Trans. A, 27A, 1996, 281-290.
- GRABER, R., BERNSTEIN, I.M. et THOMPSON, A.W. (1981). Hydrogen assisted ductile fracture of spheroidized carbon steels. Met. Trans. A, 12A, 225-234.
- HANCOCK, G.G. et JOHNSON, H.H. (1966). Hydrogen, oxygen, and subcritical crack growth in a high strength steel. Trans. Met. Soc. AIME, 236, 513-516.

- HUDAK, S.J Jr. et WEI, R.P. (1976). Hydrogen enhanced crack growth in 18 Ni maraging steels. Met. Trans. A, 7A, 1976, 235-241.
- IRWIN, G.R. et KIES, J.A. (1954). Welding Research Supplement, 1935-85.
- JOHNSON, H.H., MORLET, J.G. et TROIANO, A.R. (1958). Hydrogen crack initiation and delayed failure in steel. Trans. AIME, 212, 528-536.
- JONES, R.H., THOMAS, M.T. et BAER, D.R. (1985). Subcritical intergranular crack growth and thresholds of Fe et Fe+Sb. Met. Trans. A, 16A, 123-131.
- KAMEDA, J. (1986). A microscopic model of hydrogen-induced intergranular cracking. Part I and II. Acta Metall., 34, n°5, 1986, pp. 867-889.
- KERR, R., SOLANA, F., BERNSTEIN, I.M. et THOMPSON, A.W. (1987). Microstructural effects on the stress corrosion cracking of medium and high strength steels. Met. Trans. A, 18A, 1011-1022.
- KIM, Y.H. et MORRIS, J.W. Jr. (1983). The nature of quasicleavage fracture in tempered 5.5Ni steel after hydrogen charging. Met. Trans. A, 14A, 1983, 1883-1888.
- LANDES, J.D. et WEI, R.P. (1973). The kinetics of subcritical crack growth under sustained loading. Int. Journ. of Fracture, 9, n°3, 277-293.
- LEE, T.D., GOLDENBERG, T. et HIRTH, J.P. (1979). Effect of hydrogen on fracture of U-notched bend specimens of spheroidized AISI 1065 steel. Met. Trans. A, 10A, 199-208.

- LYNCH, S.P. (1984). A fractographic study of gaseous hydrogen embrittlement. Acta Metall., 32, 79-90.
- LYNCH, S.P. (1986). A fractographic study of hydrogen-assisted cracking and liquid-metal embrittlement in nickel. Journal of Materials Science, 21, 692-704.
- LU, M., PAO, P.S., WEIR, T.W., SIMMONS, G.W. et WEI, R.P. (1981). Rate controlling processes for crack growth in hydrogen sulfide for an AISI 4340 steel. Met. Trans. A, 12A, 1981, 805-811.
- LUCAS, K.A. et ROBINSON, M.J. (1986). The influence of lattice hydrogen content on the hydrogen-assisted cracking of high strength steel. Corrosion Science, 26, n°9, 705-717.
- MACDONALD, D. D. et CHUNG, H.H. (1985). A study of transient crack growth in AISI 4340 steel in NaCl solution. Corrosion, 41, n°3, 151-159.
- MANJOINE, M.J. (1967). Discussion. Plane Strain Crack Toughness Testing of High Strength Metallic Materials, ASTM STP 410, Philadelphia, 66-70.
- McINTYRE, P. (1985). Hydrogen effects in high strength steels. Hydrogen Degradation of Ferrous Alloys, R. A. Oriani, J. P. Hirth, and M. Smialowsky. eds., Noyes Publications, Park Ridge, NJ, 763-798.
- MOSTOVOY, S., SMITH, H.R., LINGWALL, R.G., RIPLING, R.J. (1971). A note on stress corrosion cracking rates. Eng. Fract. Mech., 3, 1971, 291-299

- MULFORD, R.A., McMAHON, C.J.Jr., POPE, D.P., et FENG, H.C. (1976). Temper embrittlement of Ni-Cr steels by phosphorus. Met. Trans. A, 7A, 1183-1195.
- MULFORD, R.A., McMAHON, C.J.Jr., POPE, D.P., et FENG, H.C. (1976). Temper embrittlement of Ni-Cr steel by antimony: II. Effects of Ni et Cr. Met. Trans. A, 7A, 1269-1274.
- NAIR, S.V. et TIEN, J.K. (1985). A plastic flow induced fracture theory for K_{ISCC} . Met. Trans. A, 16A, 2333-2340.
- NELSON, H.G., WILLIAMS, D.P. et TETELMAN, A.S. (1971). Embrittlement of a ferrous alloy in a partially dissociated hydrogen environment. Met. Trans., 2, 953-959.
- NGUYEN-DUY, P. (1980). Analyse de la rupture de la barre d'ancrage du pylône haubané de la ligne 735 kV #7026 Baie James-Saguenay. Rapport IREQ n°8RT3910C.
- NOVAK, S.R. et ROLFE, S.T. (1969). Modified WOL specimen for KISCC environmental testing. J. Mater., 4, n°3, 701-728.
- NUTTING, J. (1972). Electron metallography: some recollections of early developments in the United Kingdom. J. Less-Common Metals, 28, 29-35.
- ONYEWUENYI, O.A. et HIRTH, J.P. (1982). Plastic instability in U-notched bend specimen of spheroidized AISI 1090 steel. Met. Trans. A, 14A, 259-269.
- ORIANI, R.A. (1972). A mechanistic theory of hydrogen embrittlement of steels. Ber. Bunsenges. Phy. Chem., 76, 848-857.

ORIANI, R.A. et JOSEPHIC, P.H., (1974). Equilibrium aspects of hydrogen-induced cracking of steels. Acta Metall., 22, 1065-1074.

ORIANI, R.A. et JOSEPHIC, P.H. (1977). Equilibrium and kinetic studies of the hydrogen-assisted cracking of steel. Acta Metall., 25, 979-988.

ORIANI, R.A. et JOSEPHIC, P.H. (1979). Hydrogen-enhanced nucleation of microcavities in AISI 1045 steel. Scripta Met., 13, 1979, 469-471.

PETCH, N.J. (1956). The lowering of fracture-stress due to surface adsorption. Philos. Mag. (ser. 8), 1, n°4, 331-337.

PETCH, N.J. et STABLES, P. (1952). Delayed Fracture of metals under static load. Nature, 169, 842-843.

PRESSOUYRE, G.M. (1980). Trap theory of hydrogen embrittlement. Acta Met., 28, 895-911.

PYUN, S.-I. et LEE, H.-K (1990). Effect of threshold stress intensity on fracture mode transitions for hydrogen-assisted cracking in AISI 4340 steel. Met. Trans A, 21A, 2577-2583.

RITCHIE, R.O., CASTRO CEDENO, M.H., ZACKAY, V.F. et PARKER, E.R. (1978). Effects of silicon additions and retained austenite on stress corrosion cracking in ultrahigh strength steels. Met. Trans. A, 9A, 35-40.

ROBERGE, R. et VERNIQUET, E. (1997). Détermination des intensités de contrainte critique et des vitesses de propagation de fissure fragile dans une barre d'ancrage trempée revenue. Rapport IREQ-97-038.

ROBERGE, R. et ZHENG, W. (1992). Influence des décapages chimiques et de la corrosion en service sur la fragilisation par l'hydrogène des barres d'ancrage du réseau d'Hydro-Québec. Rapport IREQ-92-232.

ROBERGE, R. et ZHENG, W. (1993). Fragilisation par l'hydrogène des barres d'ancrage: analyse d'hydrogène dans l'acier SAE 4135 et corrosion en service. Rapport IREQ-93-322

ROBERGE, R. et ZHENG, W. (1993). Hydrogen embrittlement susceptibility of galvanized 4135 steel in cement environment. Corrosion Science, 35, n°1-4, 507-514.

ROBERTSON, I.M. et BIRNBAUM, H.K. (1986). An HVEM study of hydrogen effects on the deformation and fracture of nickel. Acta. Metall., 34, n°3, 353-366.

SANDOZ, G. (1971). The effects of alloying elements on the susceptibility to stress-corrosion cracking of martensitic steels in salt water. Met. Trans., 2, 1971, 1055-1063.

SANDOZ, G. (1972). A unified theory for some effects of hydrogen source, alloying elements, and potential on crack growth in martensitic AISI 4340 steel. Met. Trans., 3, 1169-1176.

SIMMONS, G.W., PAO, P.S. et WEI, R.P. (1978). Fracture mechanics and surface chemistry studies of subcritical crack growth in AISI 4340 steel. Met. Trans., 9A, 1147-1158.

SOFRONIS, P. ET BIRNBAUM, H.K. (1995). Mechanics of the hydrogen-dislocation-impurity interactions-I. Increasing shear modulus. J. Mech. Phys. Solids, 43, n°1, 49-90.

STAVROS, A.J. et PAXTON, H.W. (1970). Stress-corrosion cracking behavior of an 18 pct Ni maraging steel. Met. Trans., 1, 1970, 3049-3055.

SYMONS, D.G. et THOMPSON, A.W. (1996). The effect of hydrogen on the fracture of alloy X-750. Met. Trans. A, 27A, 101-110.

SUPINO, M. (1978). Caractéristiques générales des lignes à 735 kV sur pylônes haubanés : Réseau de transport de la Baie James. Directive technique d'Hydro-Québec, Direction Projets de Lignes de Transport. Isn : 26240. Cote : RI-0003.

TABATA, T. et BIRNBAUM, H.K. (1984). Direct observations of hydrogen enhanced crack propagation in iron. Scripta Met., 18, 231-236.

TADA, H., PARIS, P.C. et IRWIN, G.R. (1973). The Stress Analysis of Cracks Handbook, Del Research Corporation, Hellertown, Pennsylvania, 1973.

TAKEDA, Y. et McMAHON, C.J.Jr. (1981). Strain controlled vs stress controlled hydrogen induced fracture in a quenched and tempered steel. Met. Trans. A, 12A, 1255-1266.

- TROIANO A.R. (1960). The role of hydrogen and other interstitials in the mechanical behavior of metals. Trans. ASM, 52, 54-80.
- VAN LEEUWEN, H.P. (1974). The kinetics of hydrogen embrittlement a quantitative diffusion model. Eng. Fract. Mech., 6, 141-161.
- VOSIKOVSKY, O. (1975). Fatigue-crack growth in an X-65 line-pipe steel at low cyclic frequencies in aqueous environments. Journal of Engineering Materials and Technology. Transactions of ASME. 298-304.
- WAYMAN, M.L. et SMITH, G.C. (1970). The hydrogen embrittlement of Fe-Ni martensites. Met. Trans., 1, 1189-1193.
- WILLIAMS, D.P. et NELSON, H.G. (1970). Embrittlement of 4130 steel by low-pressure gaseous hydrogen. Met. Trans., 1, pp. 63-68.
- WILDE, B.E. et CHATTORAJ, I. (1992). The effect of shot peening on hydrogen absorption and hydrogen permeation through AISI 4130 steels. Scripta Metallurgica et Materiala, 26, 627.
- ZAPFFE, C.A. et SIMS, C.E. (1941). Hydrogen embrittlement, internal stress and defects in steel. Trans. Met. Soc. AIME, 145, 225-271.
- ZHENG, W. et ROBERGE, R. (1994). Life Prediction of Corrodible Structures, Proc. 3rd NACE Int. Management Committee Symp., R.N. Parkins ed., NACE, Houston, Texas, 2, 1257.

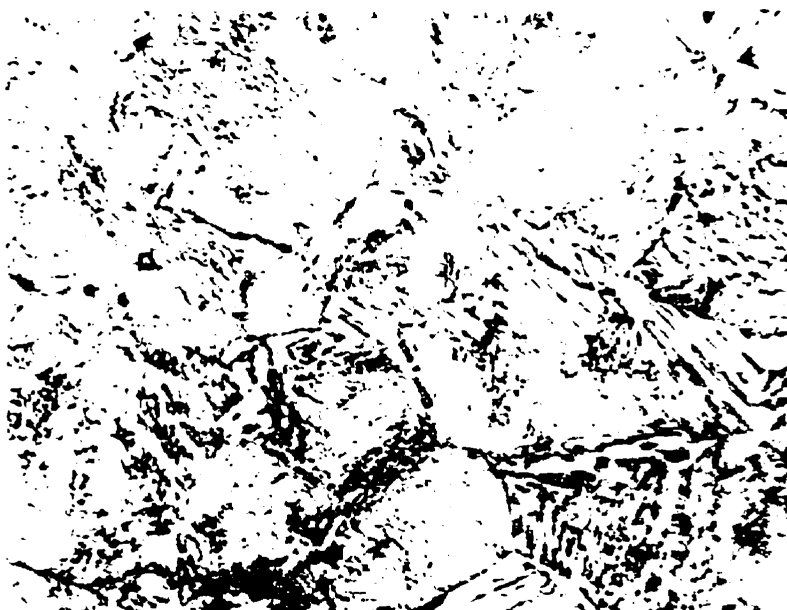
ANNEXES

Annexe I : Micrographies du SAE 4135TR480°C.

a) Attaque au nital : X1000



b) Attaque à l'acide picrique + agent mouillant (sulfonate de tridecylbenzene) X1000

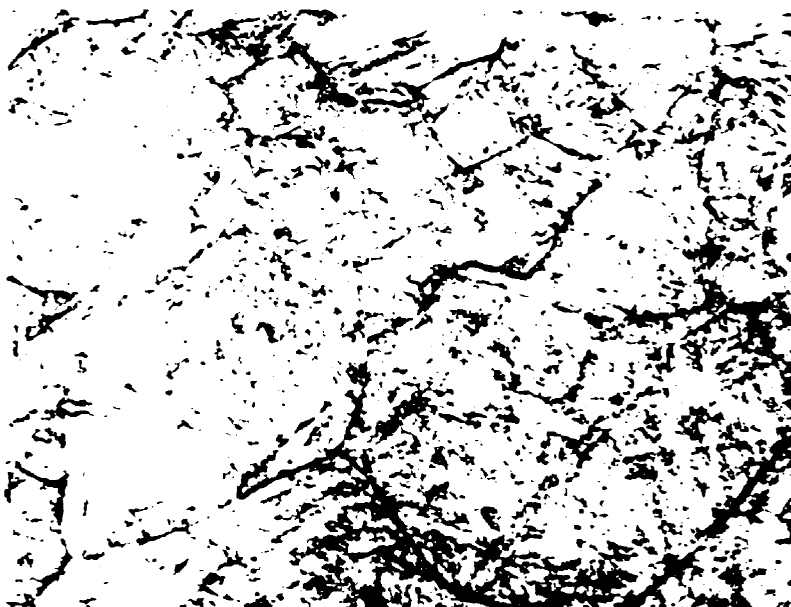


Annexe II : Micrographies du SAE 4135TR580°C.

a) Attaque au nital : X1000



b) Attaque à l'acide picrique + agent mouillant (sulfonate de tridecylbenzene) X1000

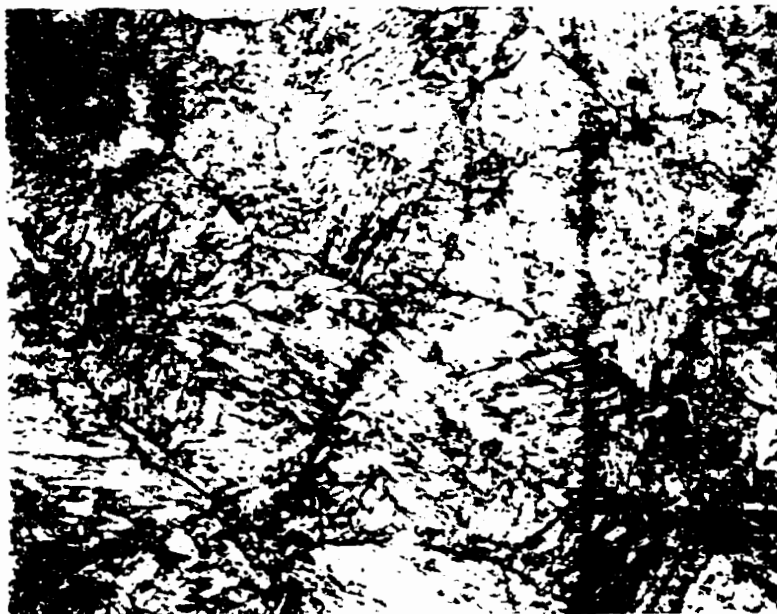


Annexe III : Micrographies du SAE 4135TR650°C.

a) Attaque au nital : X1000



b) Attaque à l'acide picrique + agent mouillant (sulfonate de tridecylbenzene) X1000



Annexe IV : Micrographies du SAE 4135TR pour les essais de fatigue.

a) Attaque au nital : X1000



b) Attaque à l'acide picrique + agent mouillant (sulfonate de tridecylbenzene) X1000



Annexe V : Calibration des éprouvettes WOL.

La complaisance de l'éprouvette WOL, $C=EBv/P$, a été déterminée en fonction de la longueur de fissure pour des valeurs de a/W comprises entre 0.4 et 0.8 W. La fissure fut étendue progressivement par fatigue le long de cette plage. Tous les 500 μm environ nous avons procédé à :

- la mesure de la longueur de fissure optiquement sur les deux surfaces de l'éprouvette à l'intérieur des rainures latérales,
- l'estimation de la complaisance par le calcul de la pente de la courbe COD vs P le long d'une rampe de charge.

Les résultats sont reportés à la Figure E-1 (a). La régression polynomiale pratiquée sur ces données a conduit à l'expression [3-2].

La calibration du facteur d'intensité de contrainte se fait à partir de celle de la complaisance, en utilisant la relation de Irwin-Kies (1954), selon la procédure suivante :

$$G = \frac{P^2}{2B} \frac{d}{da} \left(\frac{v_{LL}}{P} \right) \quad [A-1]$$

où v_{LL} est le déplacement des lèvres de la fissure pris sur l'axe de chargement.

Le rapport v_{LL}/P est lié à C par :

$$\frac{v_{LL}}{P} = \frac{a}{(a + \alpha)} \frac{C}{EB} \quad [A-2]$$

où α représente la distance entre l'endroit où est mesuré le bâillement, à l'avant de l'éprouvette et l'axe de chargement. Par ailleurs, le facteur d'intensité de contrainte en déformation plane est relié à G à travers l'expression suivante, dans laquelle ν est le coefficient de Poisson :

$$K_I^2 (1 - \nu^2) = EG \quad [A-3]$$

En combinant A-1, A-2, and A-3 on obtient :

$$K_I = \left(\frac{P^2}{2B^2(1 - \nu^2)} \frac{d}{da} \left(\frac{Ca}{a + \alpha} \right) \right)^{1/2} \quad [A-4]$$

Un traitement informatique de la relation [A-4] a permis la détermination de la relation [3-3]. La Figure E-1 (b) compare la présente calibration du facteur d'intensité de contrainte avec celle de Novak et Rolfe par le biais de leurs facteurs géométriques $f(a/W)$ défini par la relation [3-1]. Les courbes sont relativement proches. Cependant dans l'intervalle $0.6W$ - $0.8W$ on remarque une légère déviation. Pour une longueur de fissure de $0.7W$ l'écart est d'environ 10%. Dans notre configuration expérimentale, travailler avec les formules de calibration de l'éprouvette WOL autochargée revient à surestimer par endroit le facteur d'intensité de contrainte de 10%. Nous avons donc décidé de faire

usage de notre propre calibration dans tous les calculs d'intensité de contrainte et de longueur de fissure.

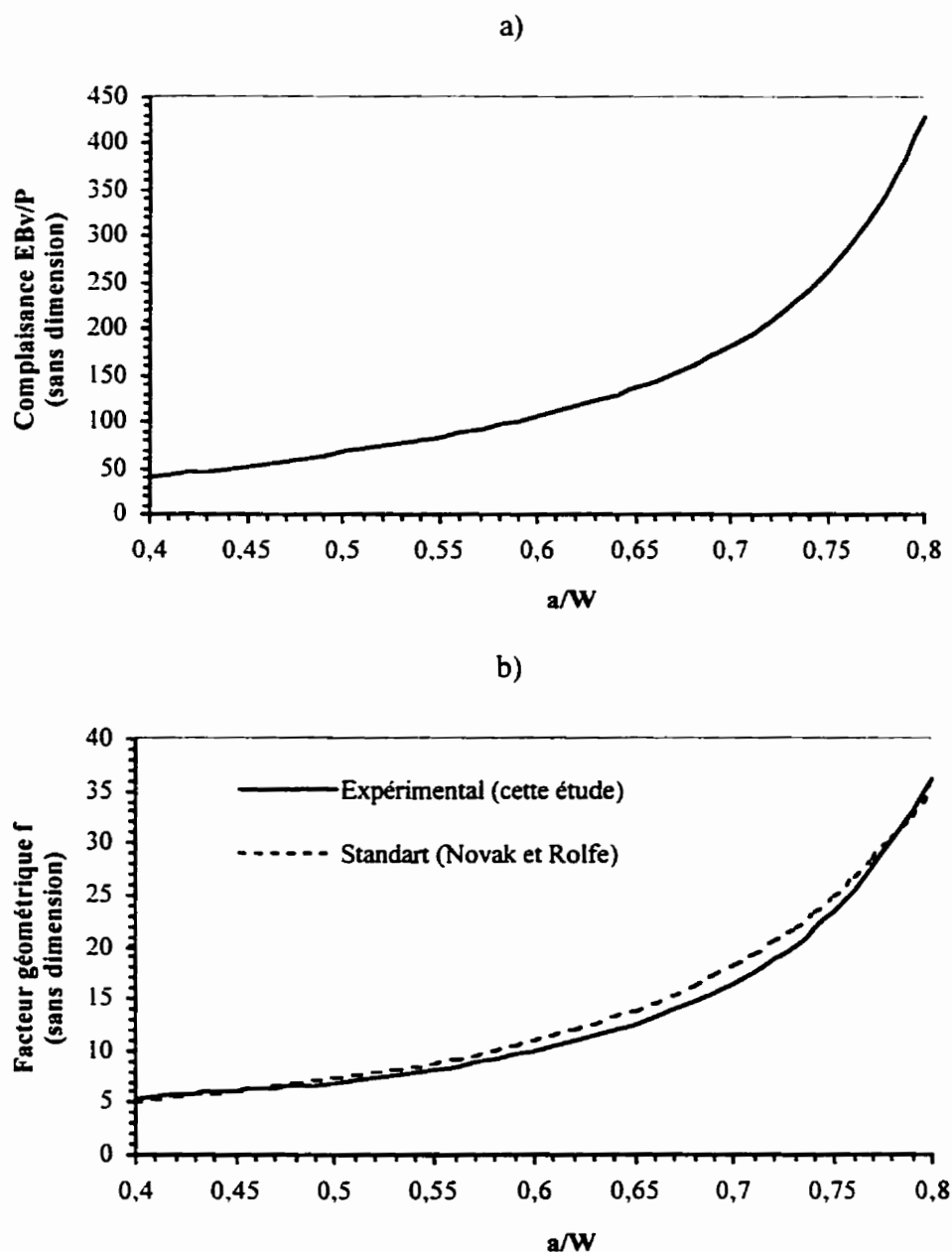
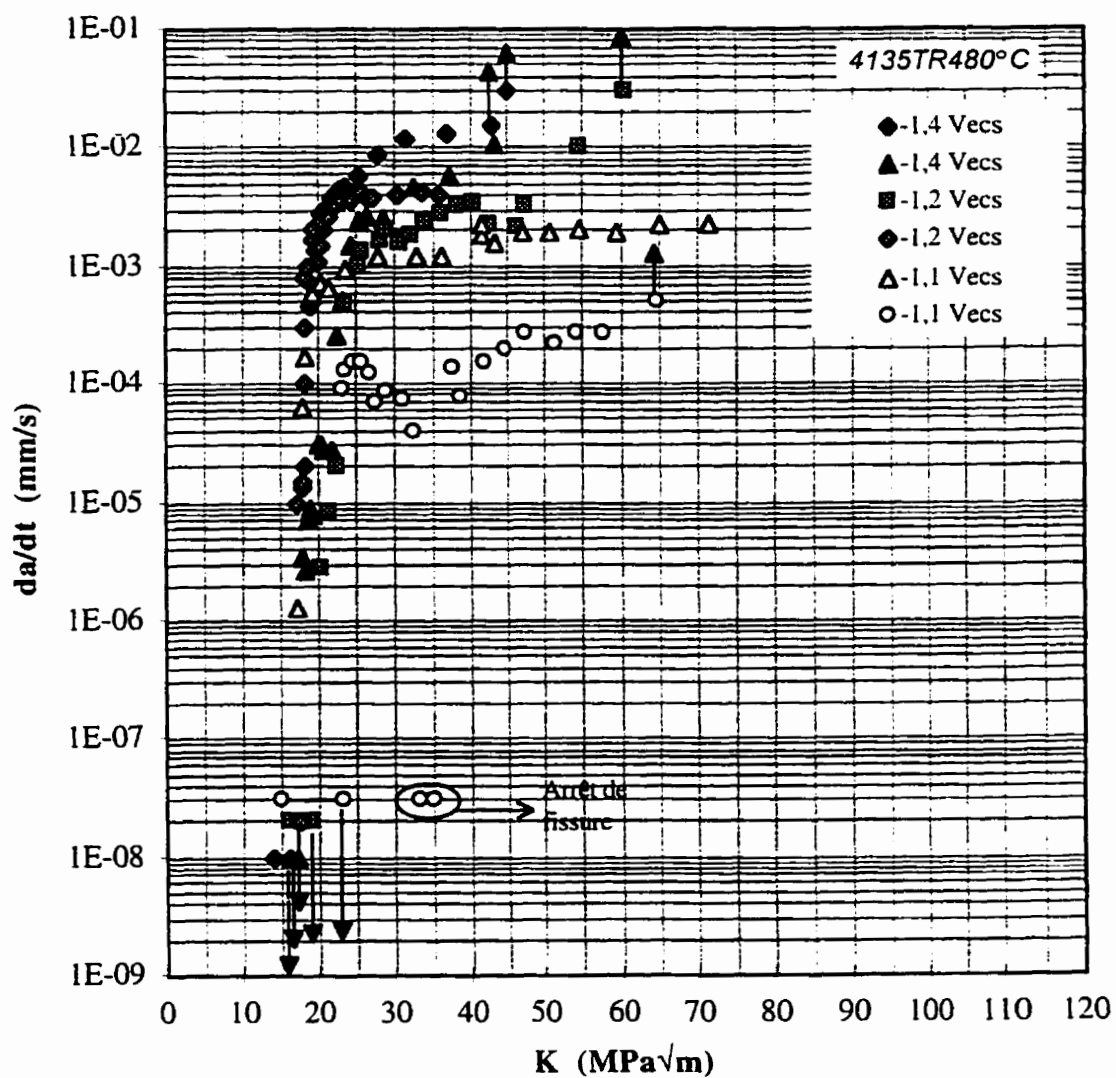
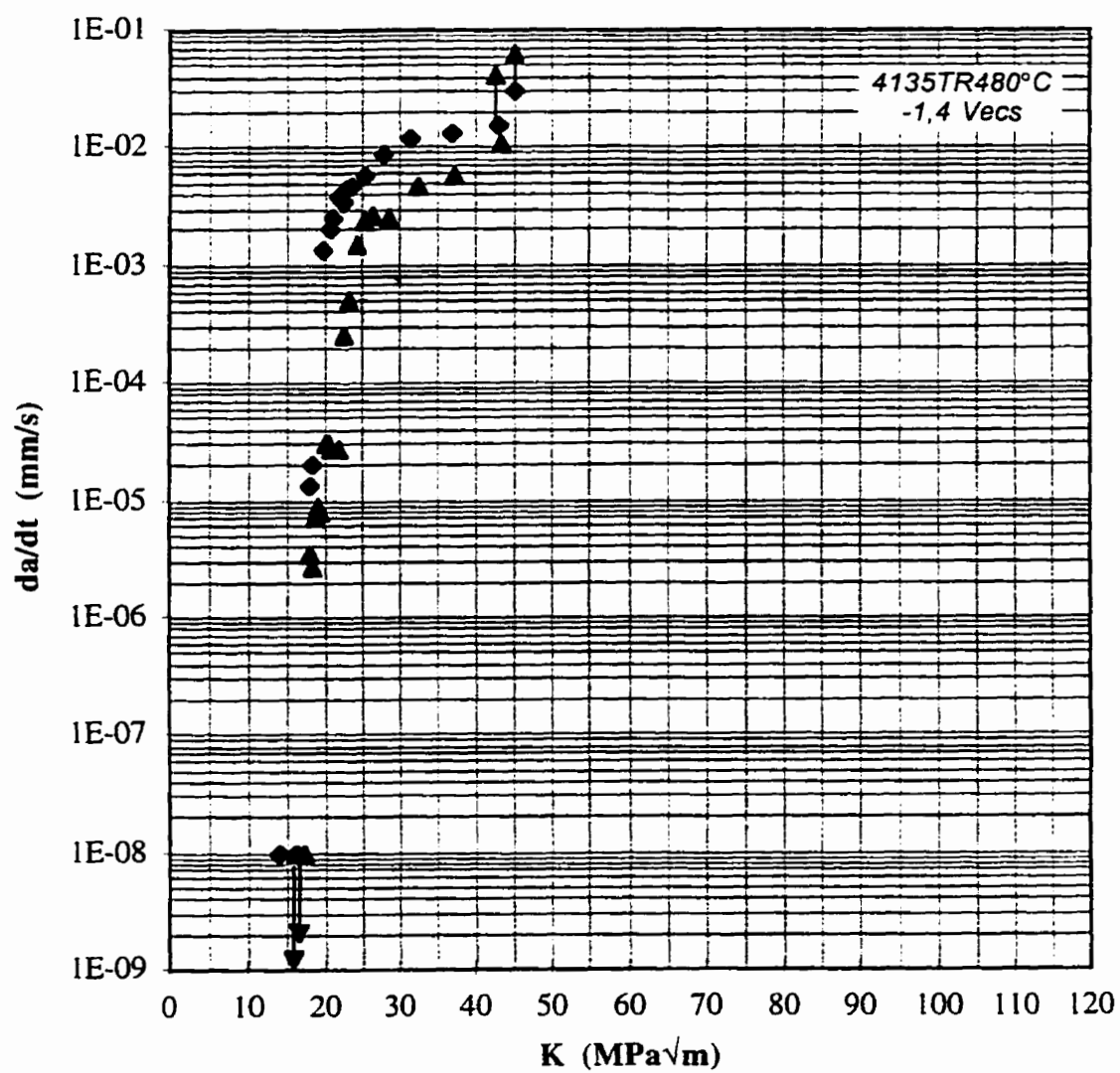


Figure E-1 : Calibration de la géométrie WOL.

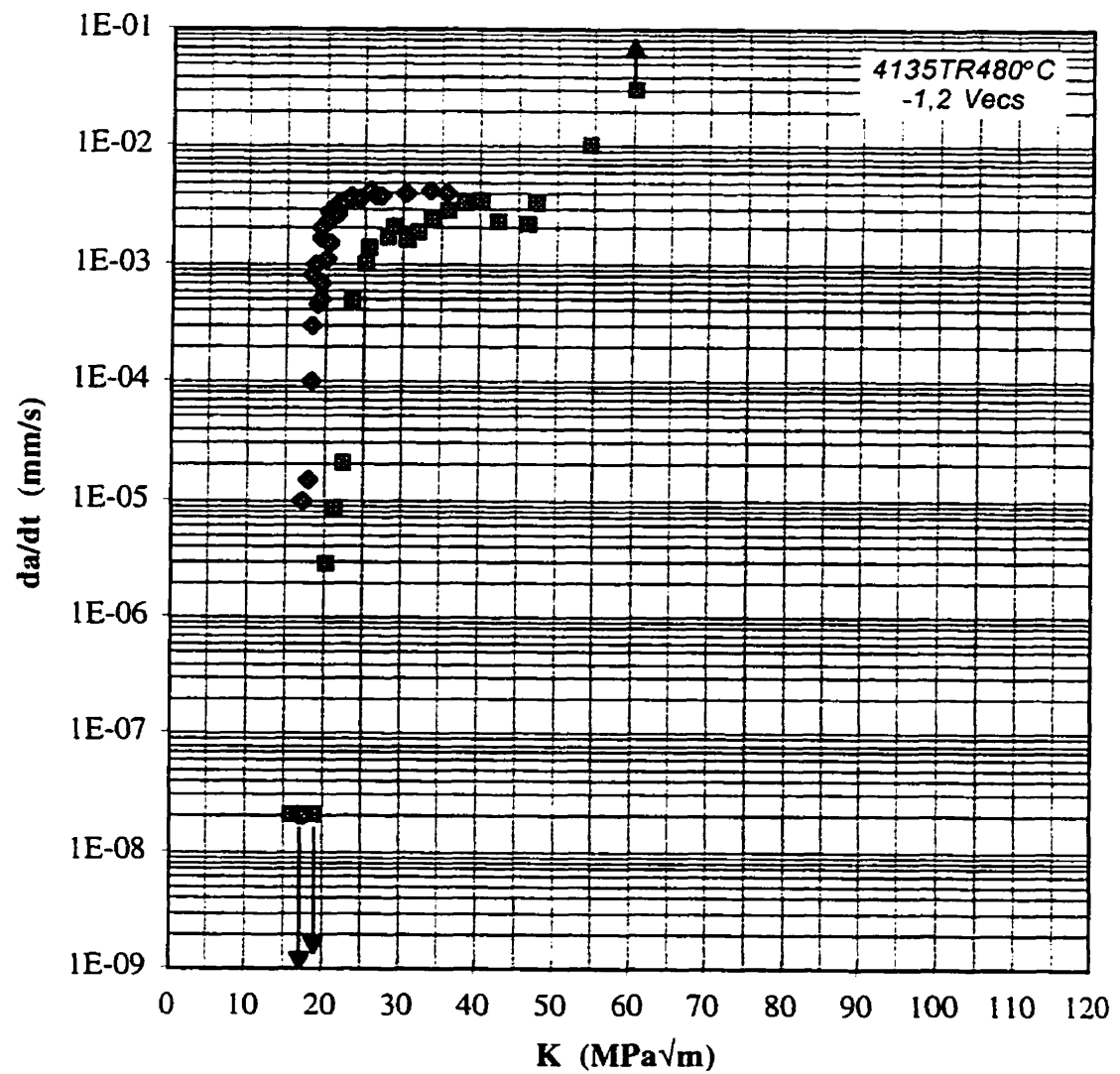
a) Variation de la complaisance pour la configuration de chargement de cette étude avec la longueur de fissure. b) Comparaison des facteurs géométriques f .

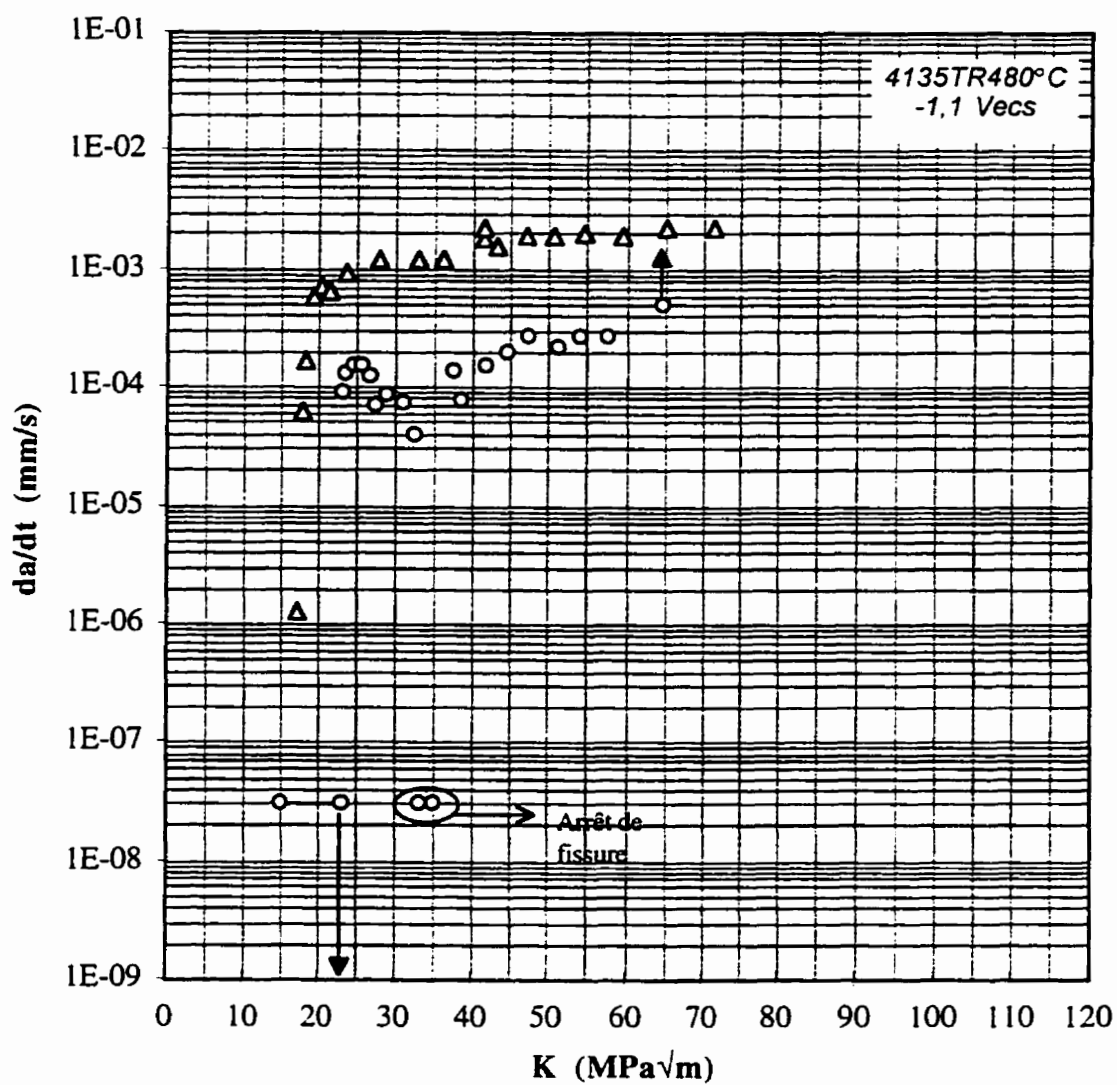
Annexe VI : Vitesses da/dt dans le SAE 4135TR480°C / compilation.



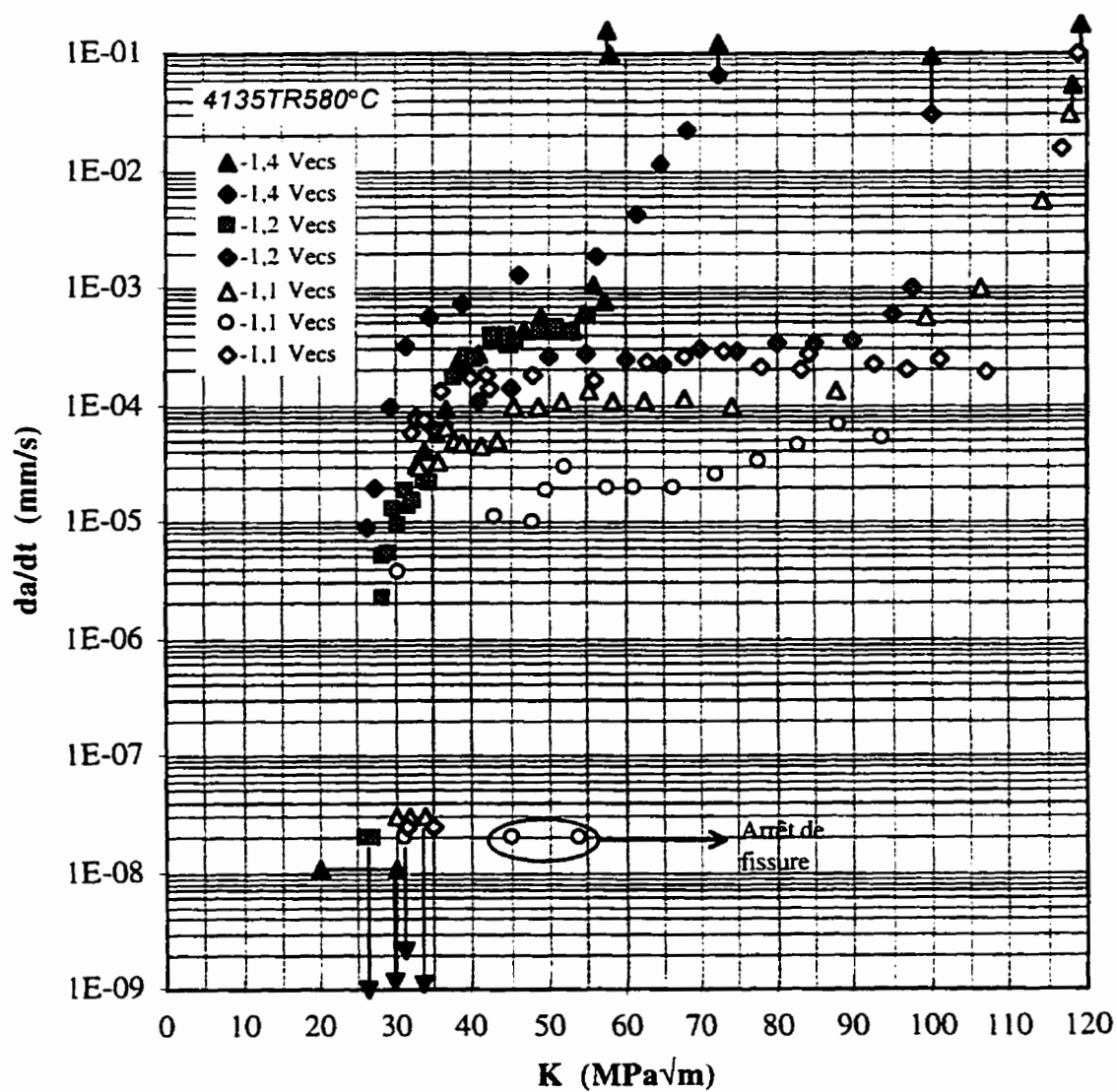
Annexe VII : Vitesses da/dt dans le SAE 4135TR480°C / -1,4 V_{ECS} .

Annexe VIII : Vitesses da/dt dans le SAE 4135TR480°C / -1,2 V_{ECS} .

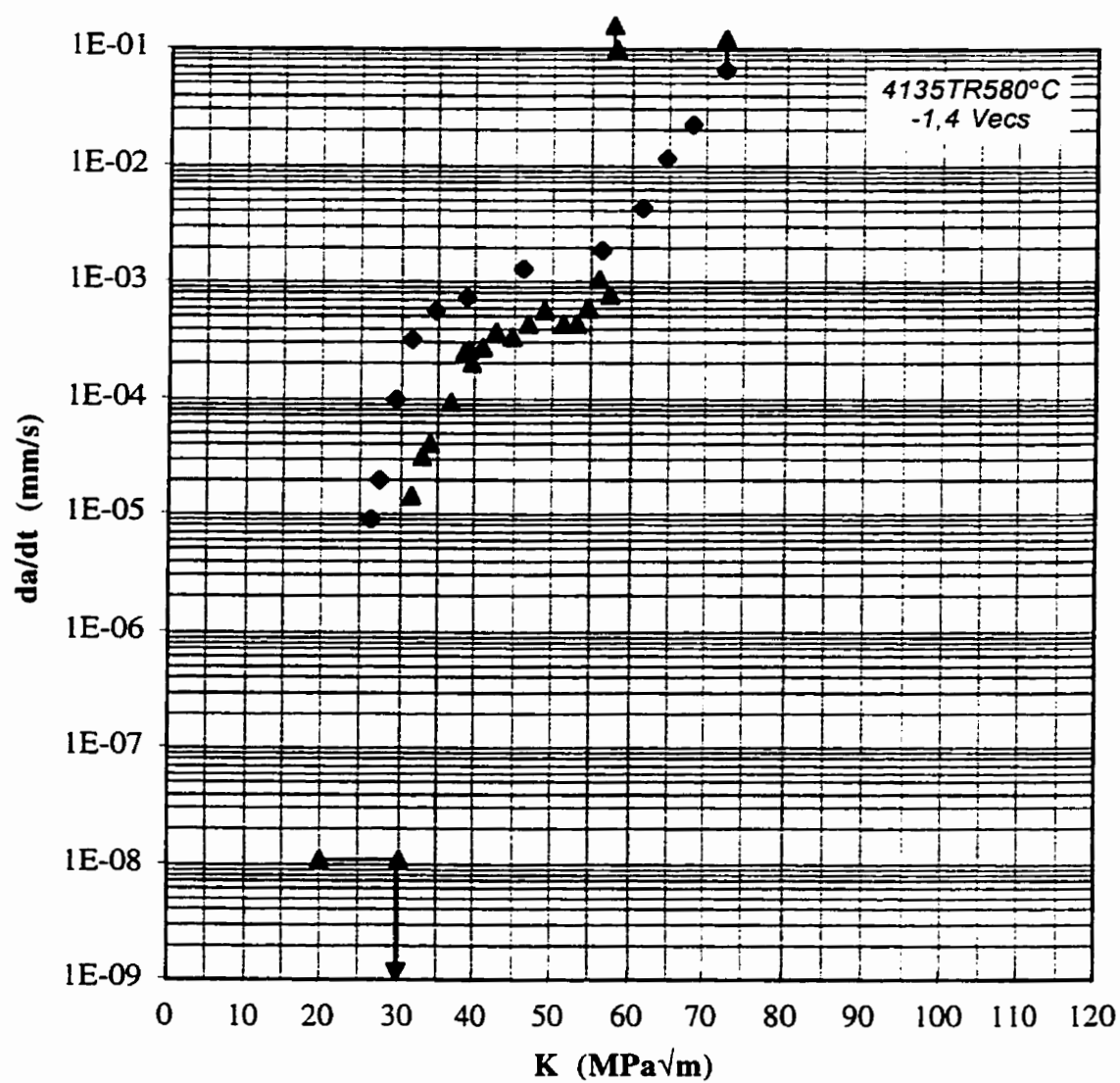


Annexe IX : Vitesses da/dt dans le SAE 4135TR480°C / -1,1 V_{ECS}.

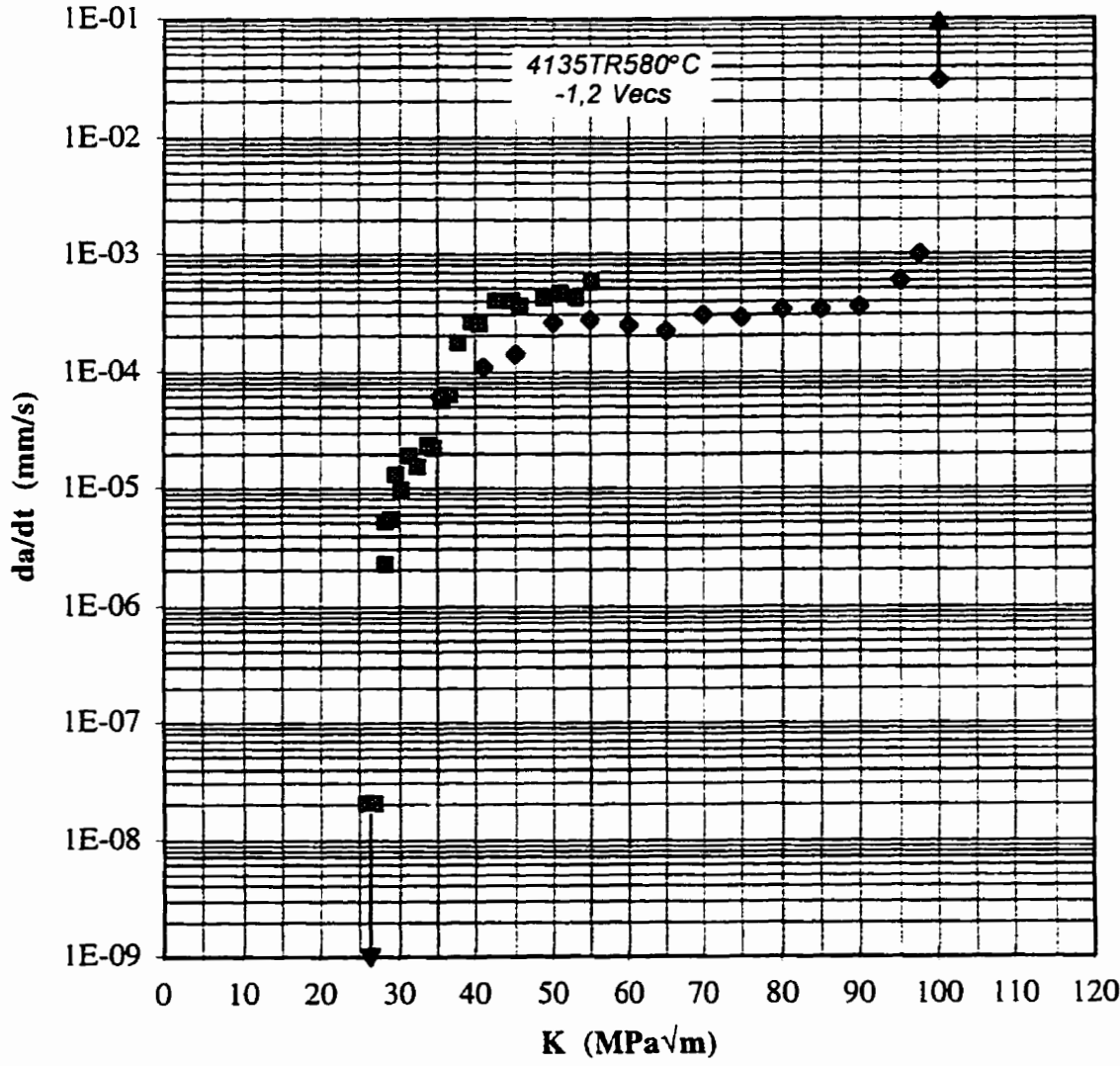
Annexe X : Vitesses da/dt dans le SAE 4135TR580°C / compilation.

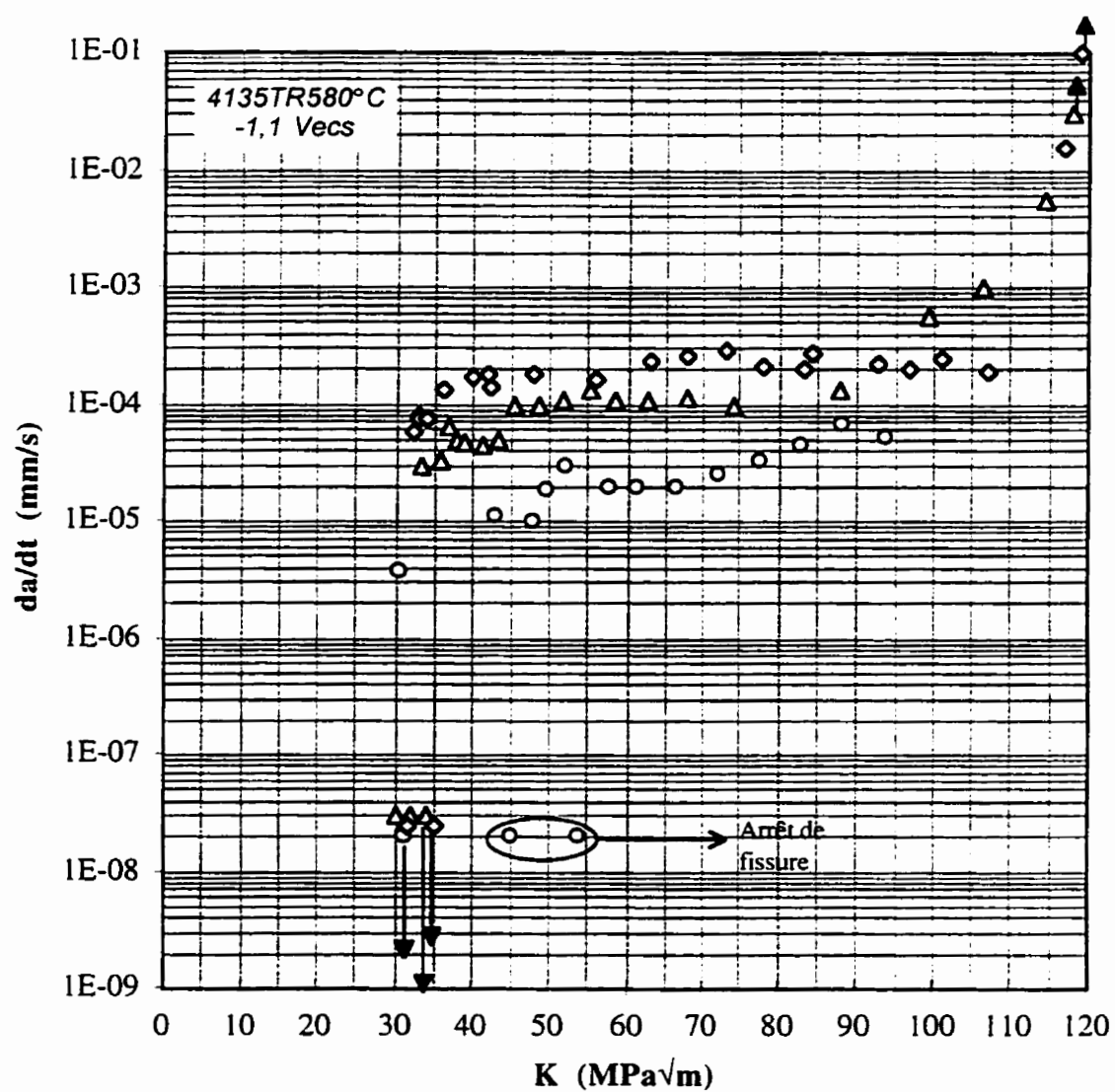


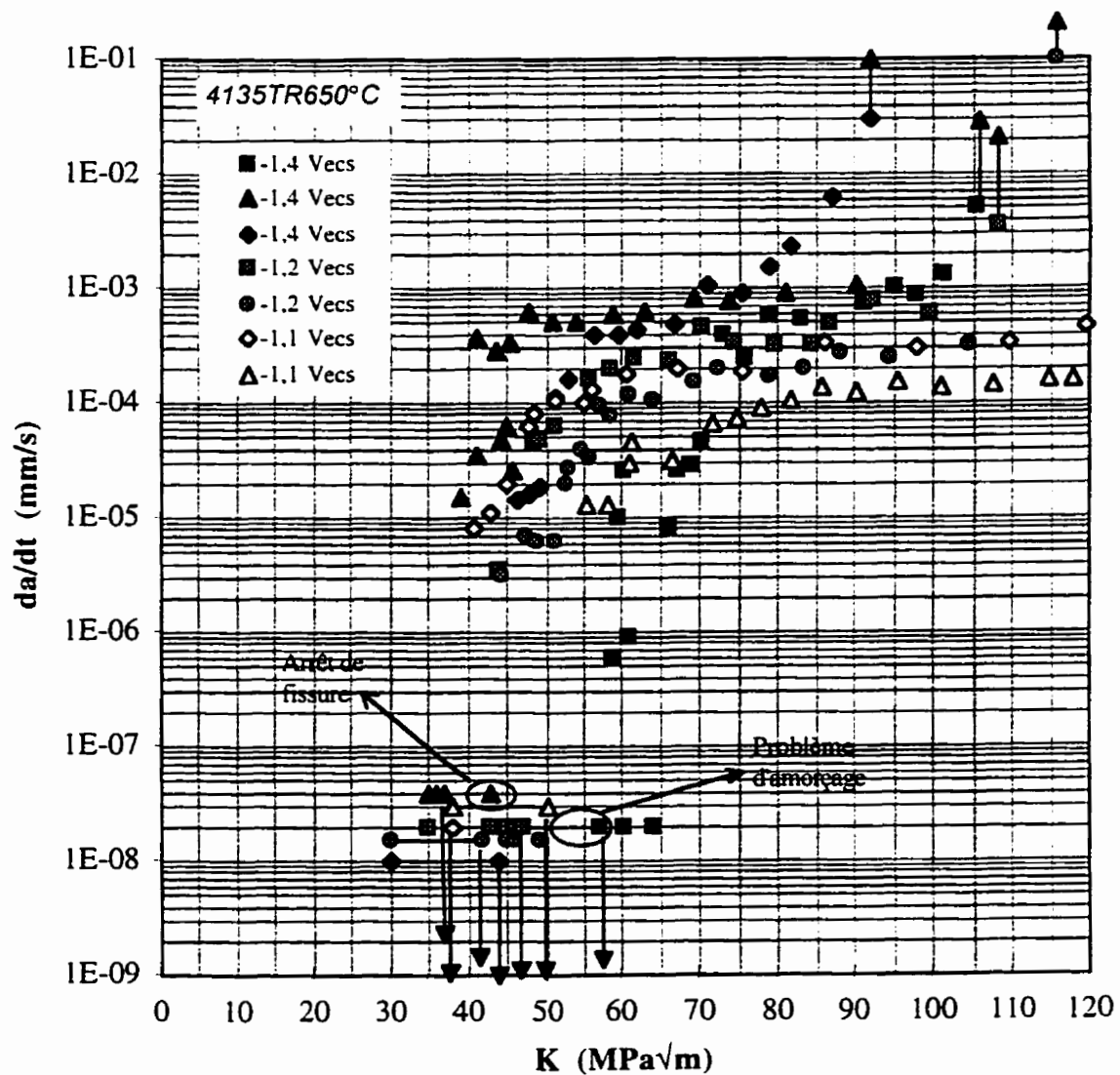
Annexe XI : Vitesses da/dt dans le SAE 4135TR580°C / -1,4 V_{ECS} .

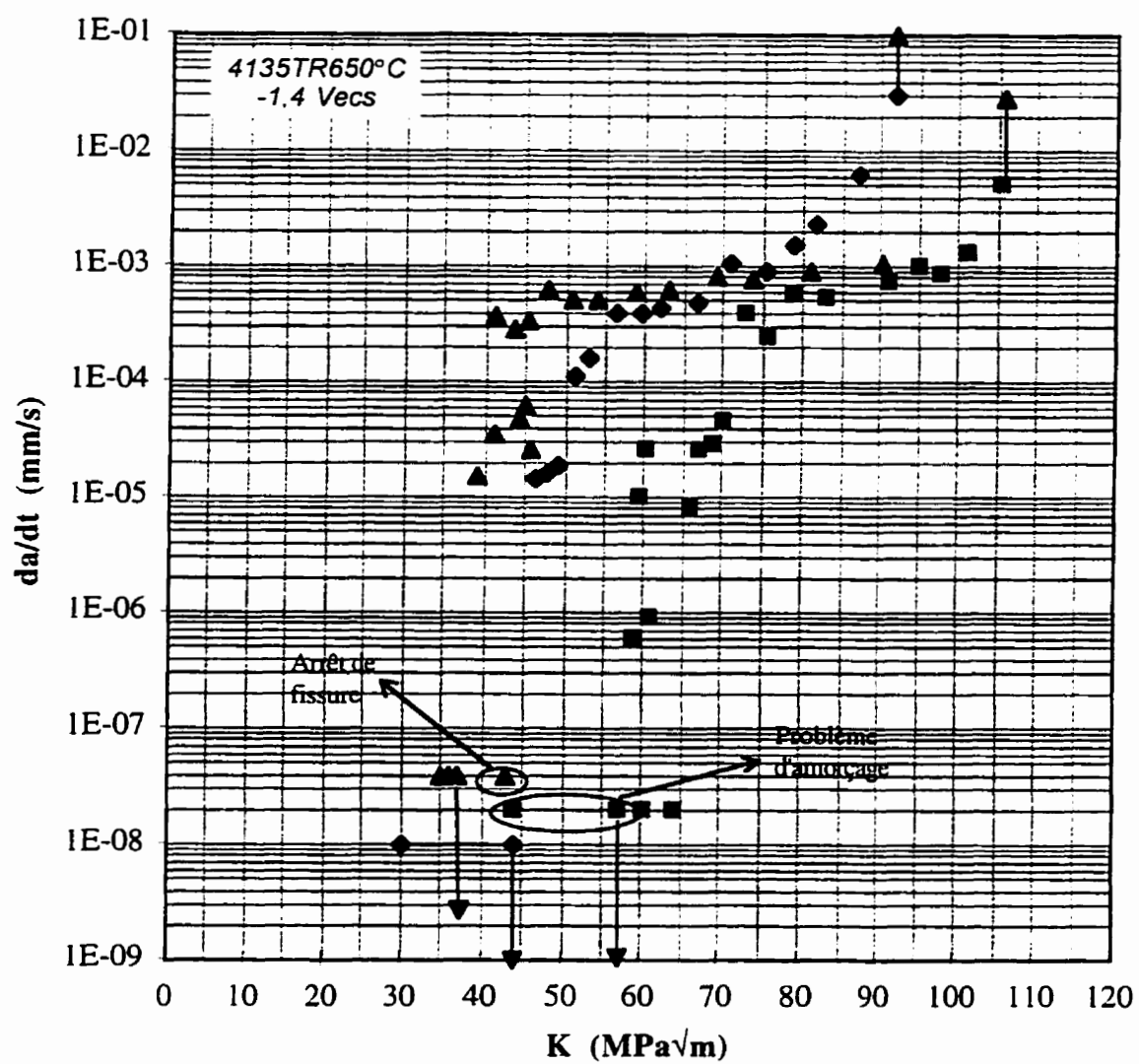


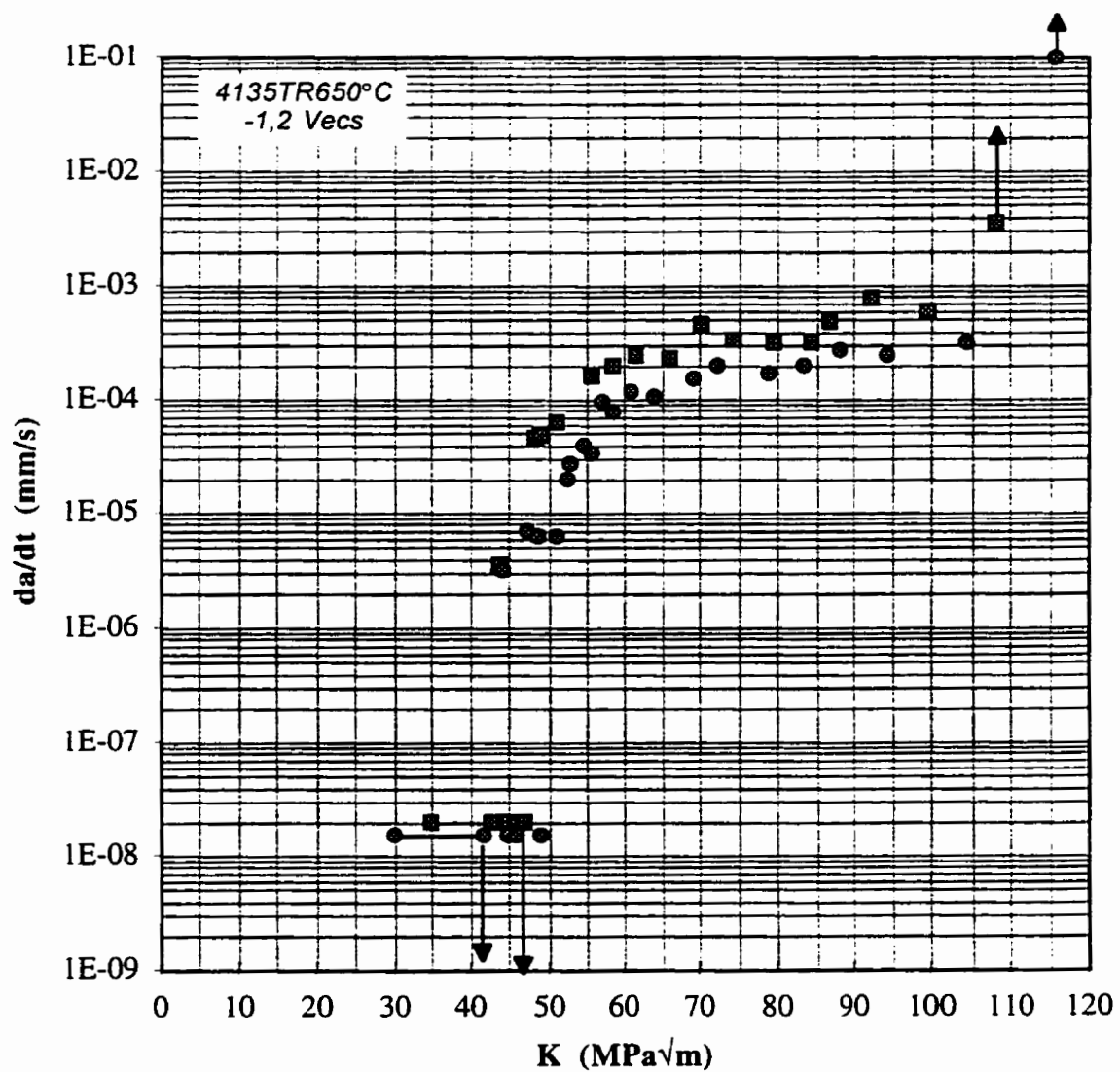
Annexe XII : Vitesses da/dt dans le SAE 4135TR580°C / -1,2 V_{ECS}.



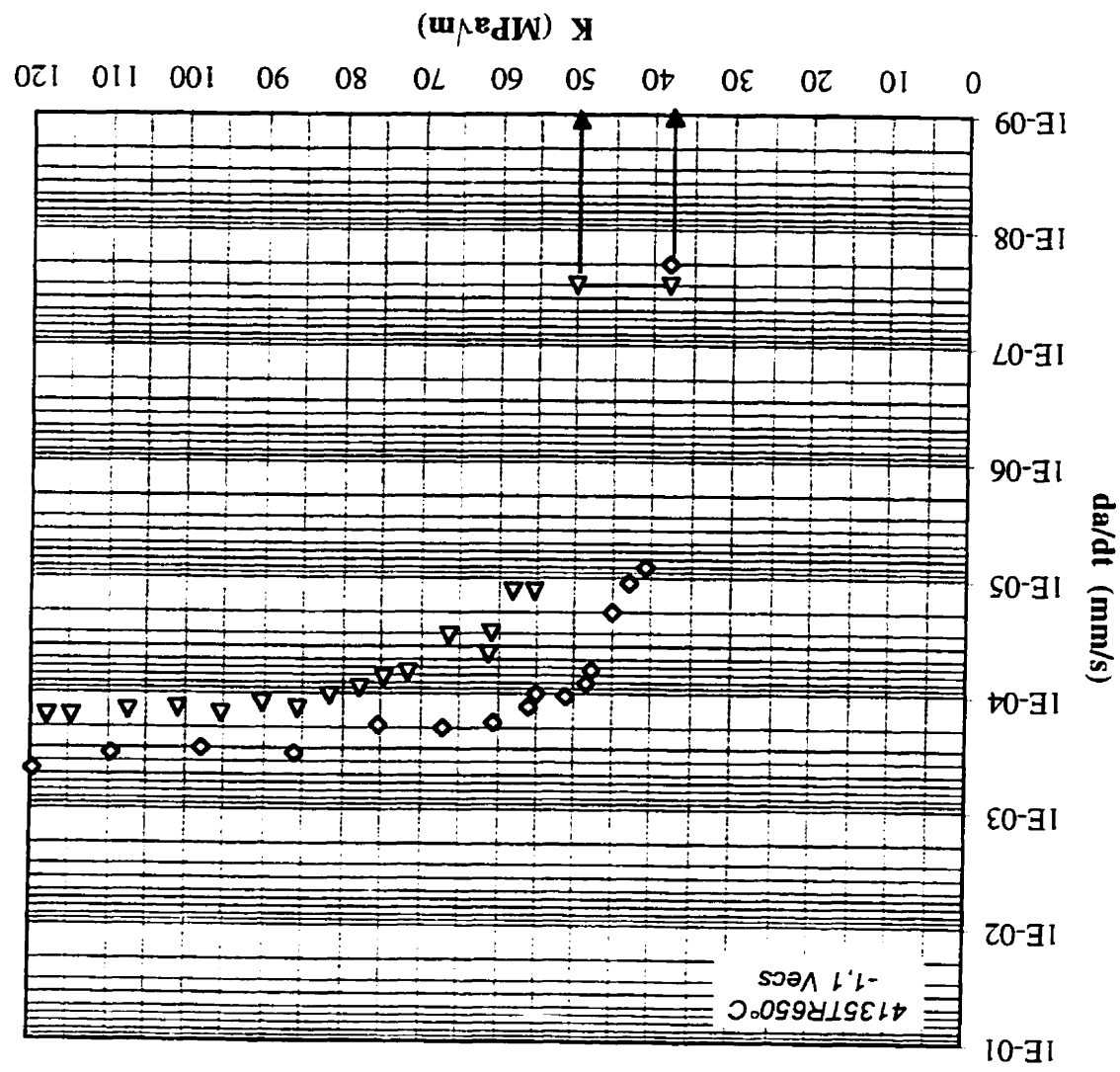
Annexe XIII : Vitesses da/dt dans le SAE 4135TR580°C / -1,1 V_{ECS} .

Annexe XIV : Vitesses da/dt dans le SAE 4135TR650°C / compilation.

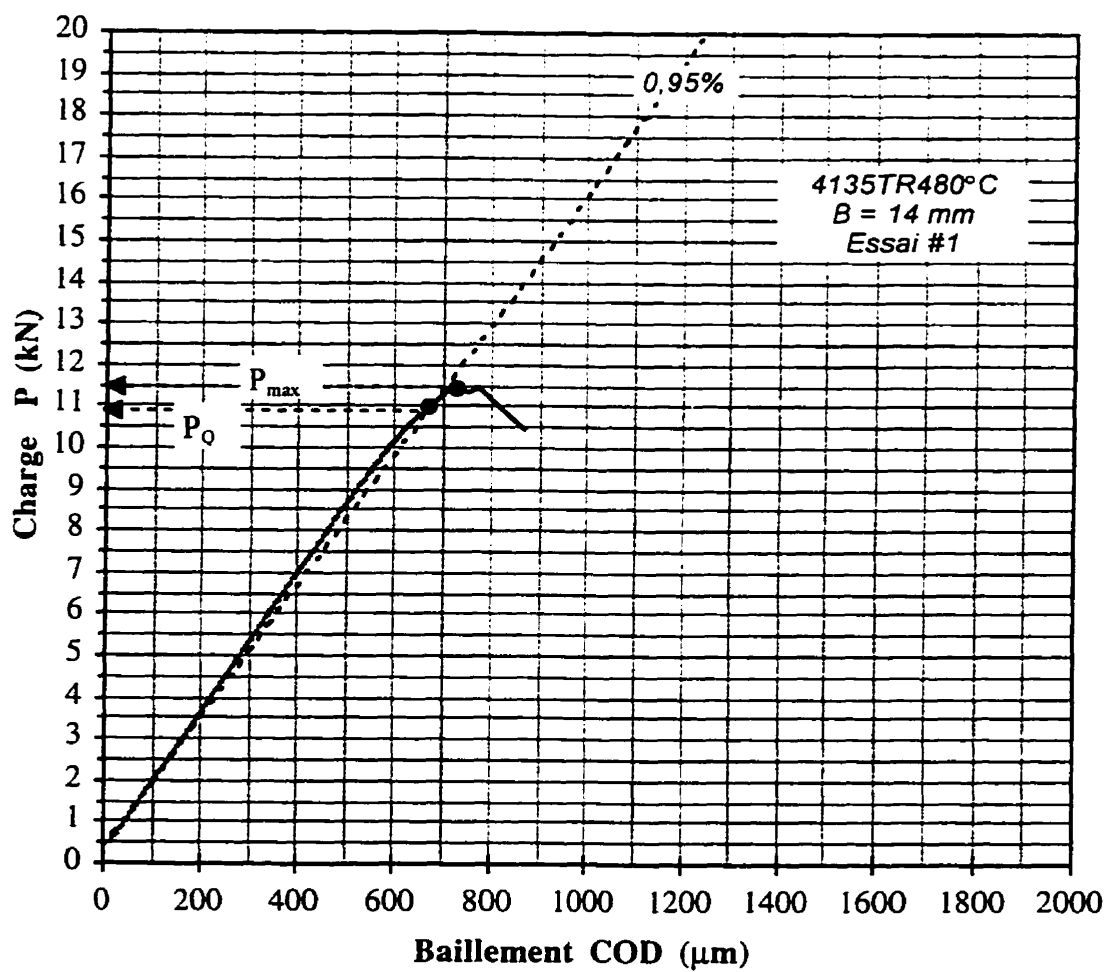
Annexe XV : Vitesses da/dt dans le SAE 4135TR650°C / -1,4 V_{ECS}.

Annexe XVI : Vitesses da/dt dans le SAE 4135TR650°C / -1,2 V_{ECS}.

Annexe XVII : Vitesses da/dt dans le SAE 4135TR650°C / -1,1 Vecs.

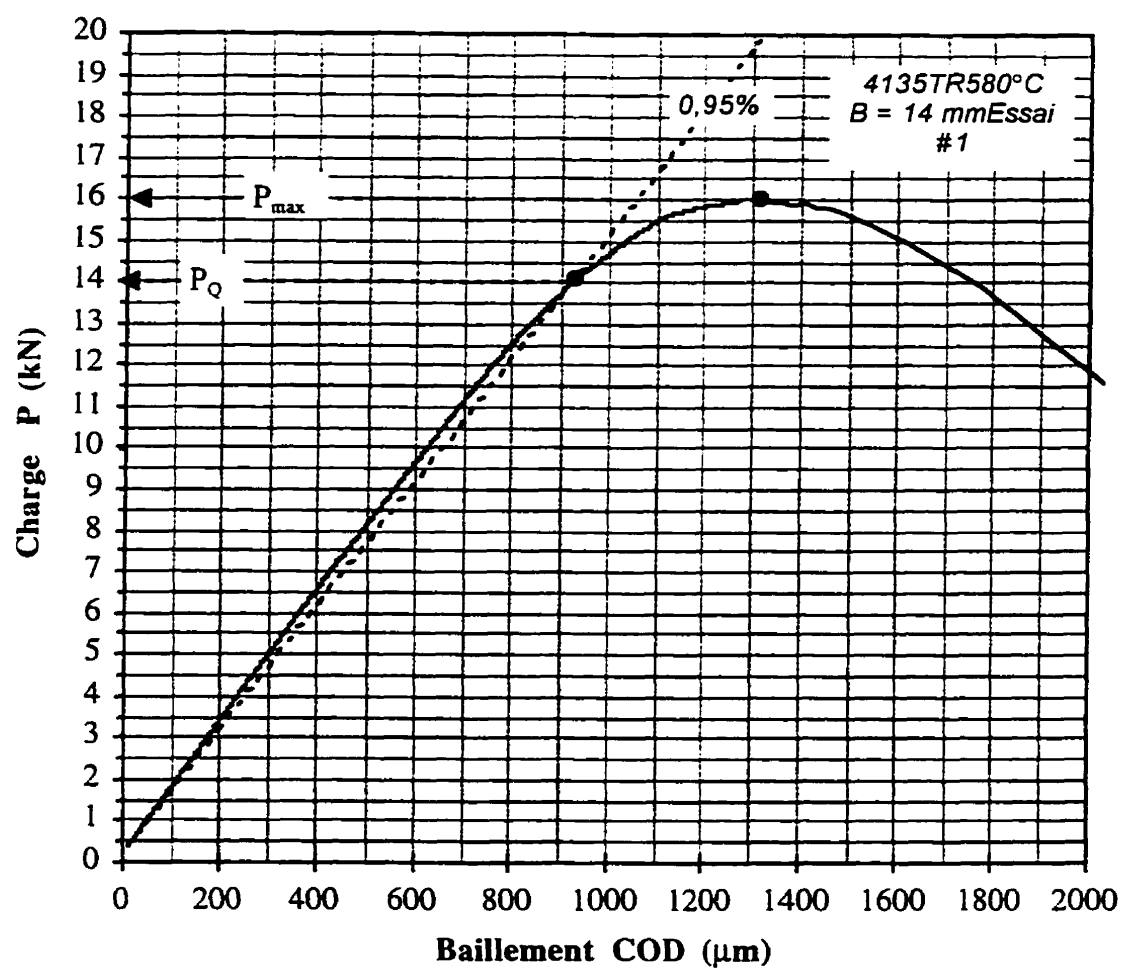


Annexe XVIII : Essais de ténacité dans le 4135TR480°C sur éprouvette WOL.



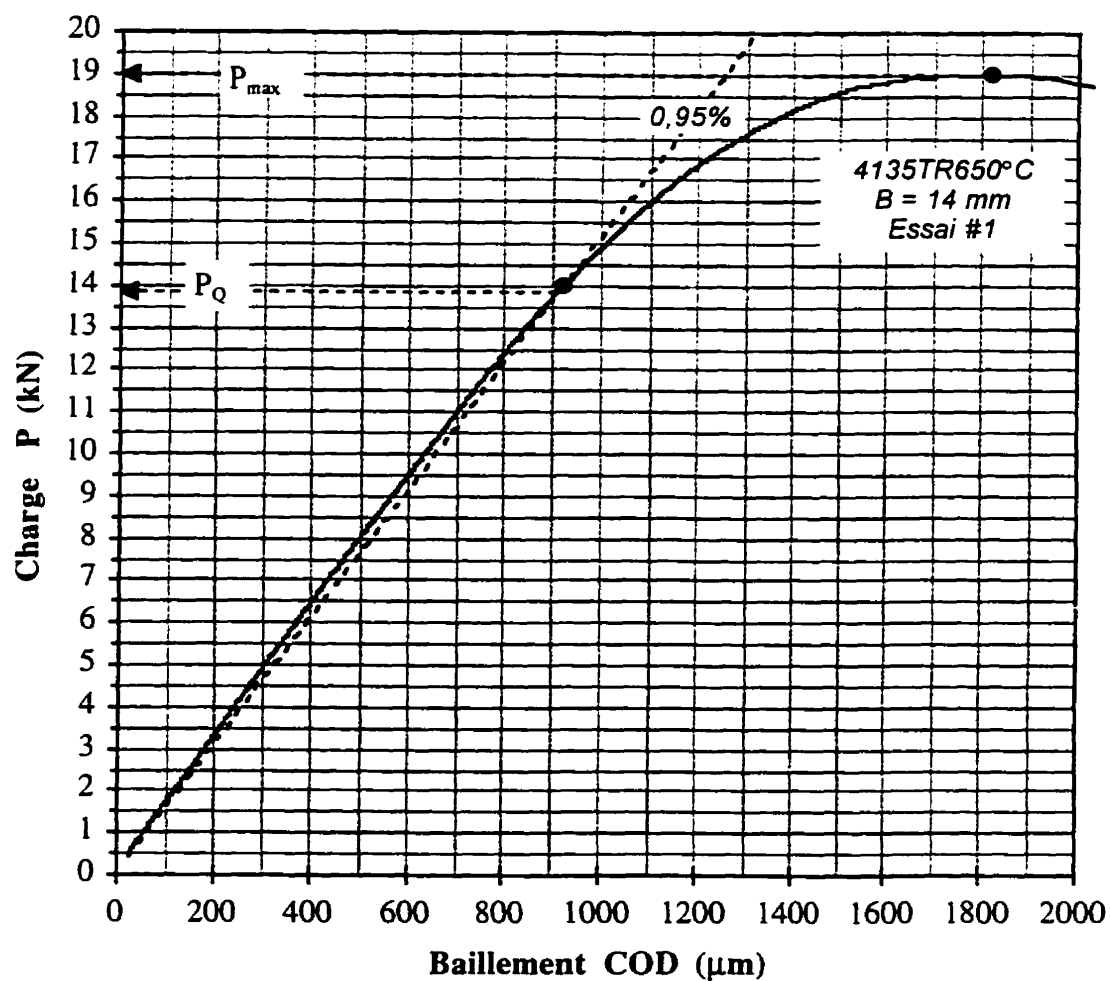
	σ_y (MPa)	a/W	a (mm)	P_{max} (kN)	P_0 (kN)	P_{max}/P_0	K_{max} (MPa $\sqrt{\text{m}}$)	K_0 (MPa $\sqrt{\text{m}}$)	$2,5(K_0/\sigma_y)^2$ (mm)
#1	1260	0,6937	26,36	11,49	10,80	1,06	68,83	64,70	6,59
#2	1260	0,6937	26,36	8,15	8,10	1,01	48,83	48,52	3,71
#3	1260	0,6937	26,36	7,70	7,50	1,03	46,13	44,93	3,18
#4	1260	0,708	26,92	9,88	9,72	1,02	64,15	63,11	6,27
							56,98	55,31	

Annexe XIX : Essais de ténacité dans le 4135TR580°C sur éprouvette WOL.



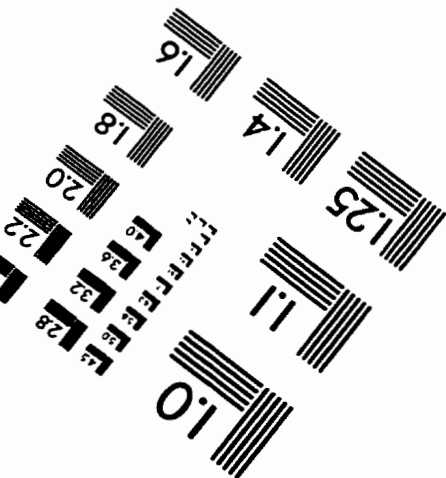
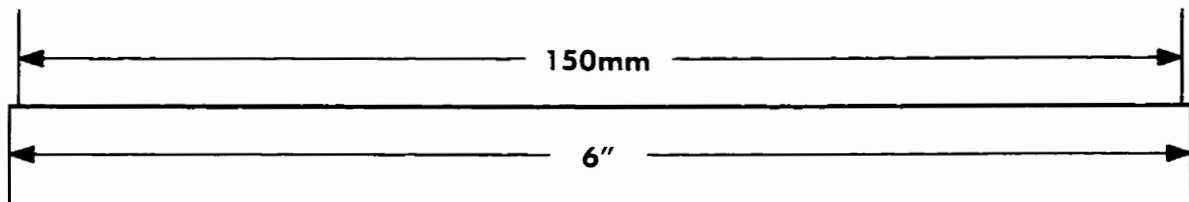
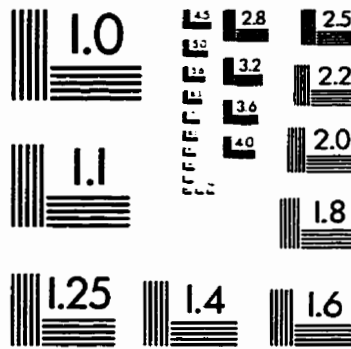
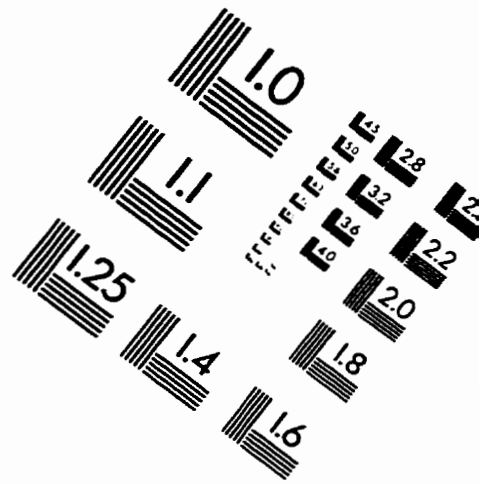
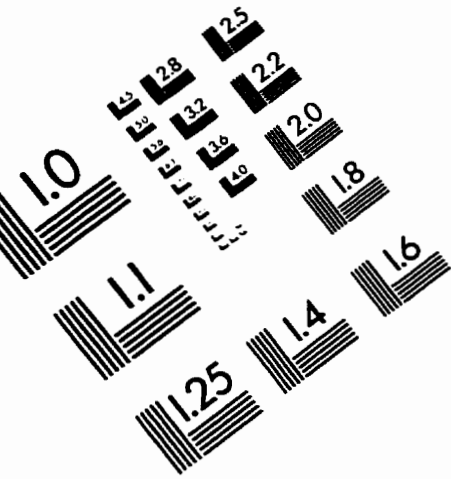
	σ_y (MPa)	a/W	a(mm)	P_{max} (kN)	P_Q (kN)	P_{max}/P_Q	K_{max} (MPa $\sqrt{m}$)	K_Q (MPa $\sqrt{m}$)	$2,5(K_Q/\sigma_y)^2$ (mm)
#1	950	0,7042	26,76	16,03	14,00	1,15	101,68	88,80	21,84
#2	950	0,7042	26,76	18,29	14,11	1,30	116,01	89,50	22,19
#3	950	0,7000	26,60	17,91	14,80	1,21	110,99	91,72	23,30
							75,67	60,41	

Annexe XX : Essais de ténacité dans le 4135TR650°C sur éprouvette WOL.



	σ_{ys} (MPa)	a/W	a (mm)	$P_{\max}$ (kN)	P_Q (kN)	$P_{\max}/P_Q$	$K_{\max}$ (MPa $\sqrt{\text{m}}$)	K_Q (MPa $\sqrt{\text{m}}$)	$2,5(K_Q/\sigma_{ys})^2$ (mm)
#1	867	0,7000	26,60	19,01	13,88	1,37	117,81	86,02	24,61
#2	867	0,7053	26,80	19,09	13,88	1,38	121,84	88,59	26,10
#3	867	0,6964	26,46	19,28	13,88	1,39	117,17	84,35	23,66
							118,94	86,32	

IMAGE EVALUATION TEST TARGET (QA-3)



APPLIED IMAGE, Inc
1653 East Main Street
Rochester, NY 14609 USA
Phone: 716/482-0300
Fax: 716/288-5989

© 1993, Applied Image, Inc., All Rights Reserved

