

Interactions dissolution - plasticité dans les alliages CFC : Fluage du cuivre mono et polycristallin assisté par la dissolution anodique

Laurent TON-THAT

Thèse conduite à l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne
Centre SMS - Département MPI
UMR CNRS 5146

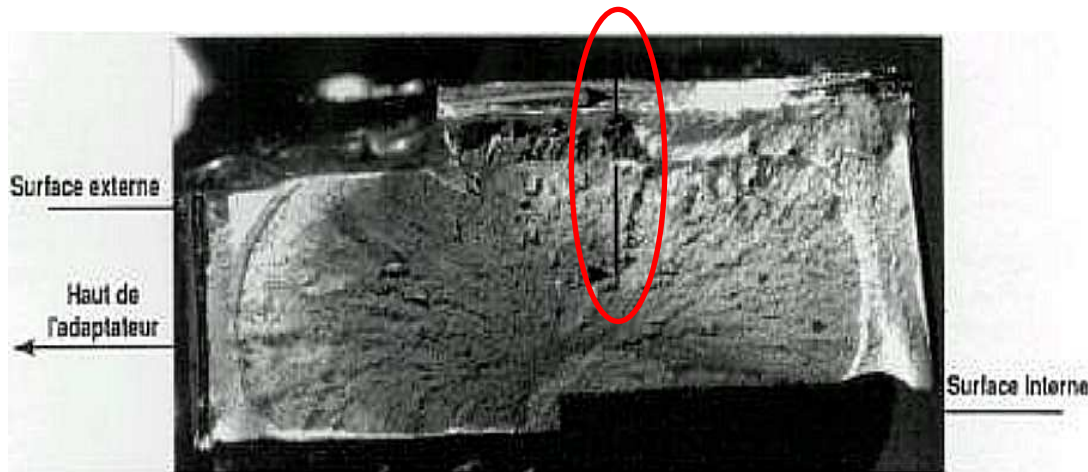
16 janvier 2009

Contexte

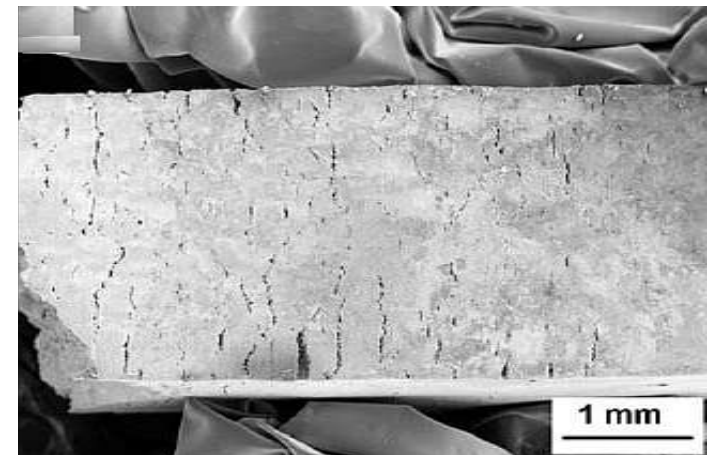
Corrosion sous contrainte:

Phénomène d'endommagement des matériaux en contact avec un milieu corrosif et soumis à des sollicitations mécaniques.

Deux exemples...



*Alliage 600 / milieu primaire REP
d'après Boursier*



*CuAl₉Ni₃Fe₂ / A3, P=-1050 mV/ECS
pH acide d'après Fonlupt*

Thèse S. Fonlupt (2004)

$\text{CuAl}_9\text{Ni}_3\text{Fe}_2$ en milieu A3:

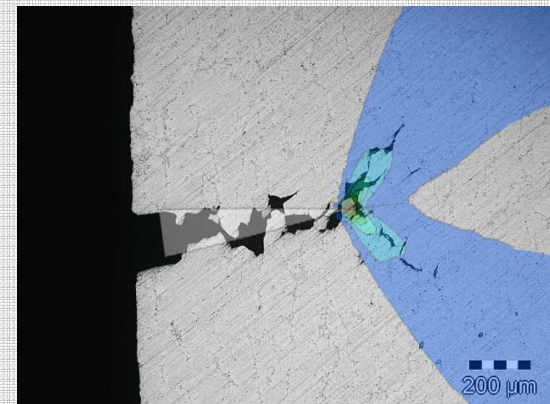
- Fissuration par mécanisme de dissolution
- Propagation seulement en présence d'une vitesse de déformation imposée
- Essais statiques sur éprouvettes WOL → $K_{\text{ISCC}} \approx 80 \% K_{\text{IC}}$

Thèse J.P. Tinnes (2006)

$\text{CuAl}_9\text{Ni}_3\text{Fe}_2$ en milieu A3:

Essais sur des éprouvettes micro-entaillées et simulations du branchement des fissures

- La fissuration passe par les chemins où la vitesse de déformation est la plus importante

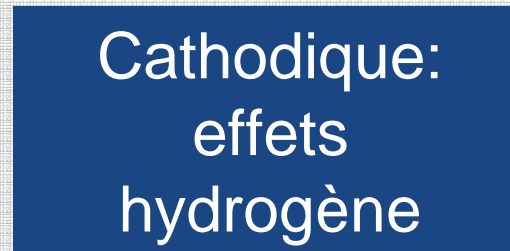
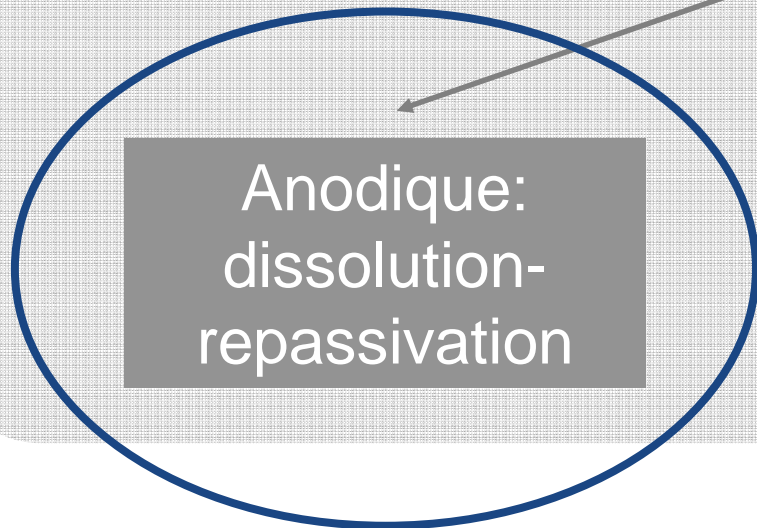


Représentation de la vitesse de déformation plastique équivalente d'après Tinnes

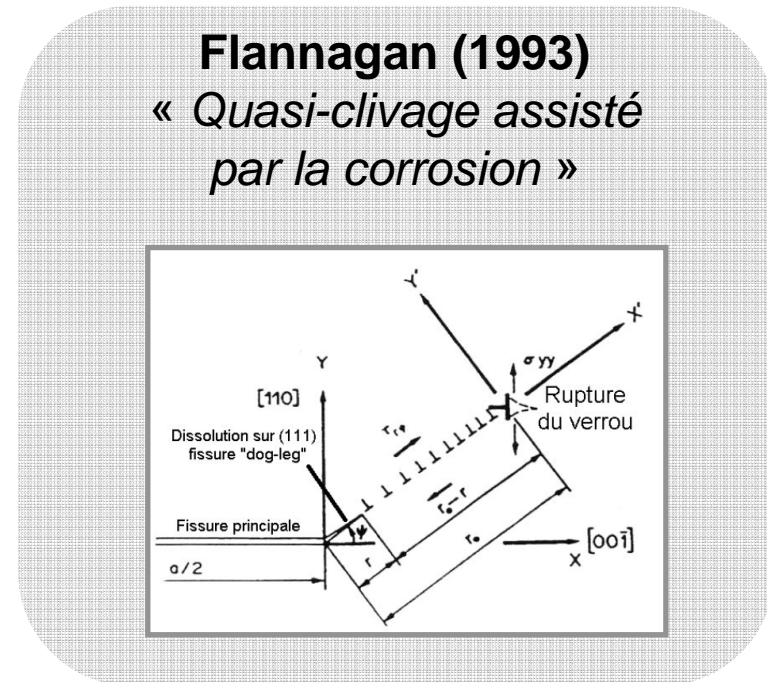
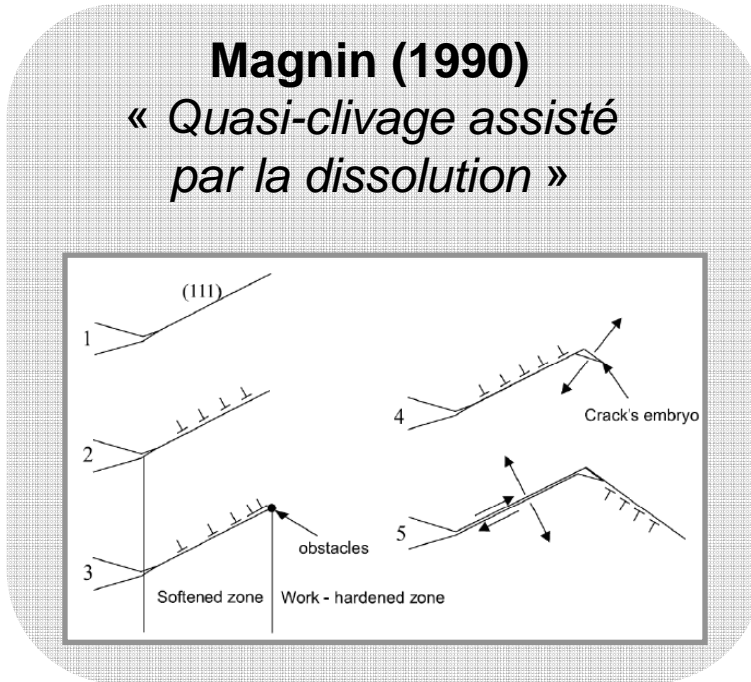
→ Importance des interactions
dissolution anodique ↔ déformation plastique

- ➔ Faits expérimentaux avérés
- ➔ Mécanismes élémentaires pas toujours clairement identifiés

Corrosion fait intervenir 2 types de réactions:



Il existe des modèles qui justifient la fragilisation par interactions dissolution - plasticité:



Modèles phénoménologiques - « qualitatifs »

- Difficile de séparer les différents effets entrant en jeu

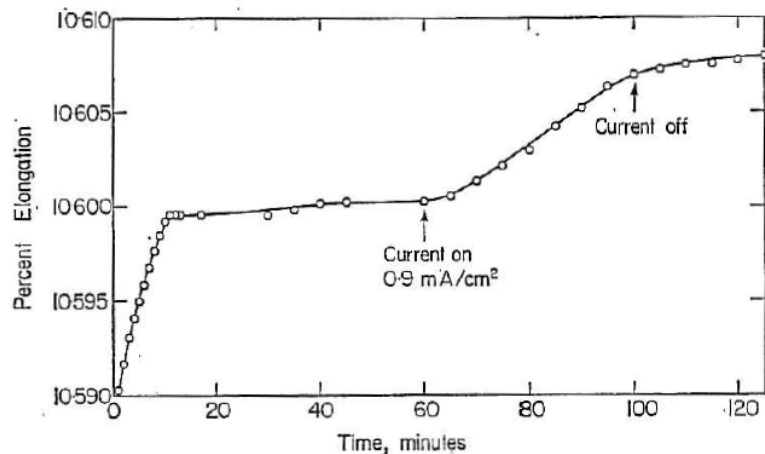
➔ Besoin d'essais spécifiques

Objectifs

- Comprendre les mécanismes élémentaires dissolution ↔ plasticité
- Quantifier ces phénomènes
- Valider ou invalider certaines hypothèses

➔ Etude d'une situation modèle:

Rôle de la dissolution anodique sur l'accélération du fluage du cuivre



[Revie, 1972]

3 hypothèses suscitent des discussions:

- Kramer : *couche détritique*
- Revie & Uhlig : *effet de diffusion de lacunes*
- Van Der Wekken : *effet de perte de section*

I. Couche déritique

KRAMER I.R. (1962)

« *The effect of surface removal on the plastic flow characteristics of metals* »

Systèmes étudiés:

- Au / Aqua Regia
- Al / CH₃OH – HNO₃



Existence d'une couche déritique dense en dislocations en surface / volume

- Dissolution de cette couche
- « Adoucissement » de l'éprouvette
- Accélération du fluage

II. Effet de diffusion de lacunes

UHLIG & REVIE (1974)

«*Effect of applied potential and surface dissolution on the creep behaviour of copper* »



Sursaturation de lacunes (bilacunes) en sous-couche

- Diffusion en volume
- Affaiblissement des jonctions en favorisant la mobilité des crans
- Diminution de l'écroissage
- Accélération du fluage

Retard de la réponse:

Annihilation des bilacunes par le mécanisme de montée des dislocations

III. Effet de la perte de section

VAN DER WEKKEN (1977)

« *The effect of surface dissolution on the creep rate of copper* »



Dissolution engendre perte de section

- augmentation de la contrainte
- accélération du fluage

Retard de la réponse:

Pas de mécanisme de diffusion

Transitoire entre deux régimes permanents de fluage

Mécanisme ne faisant pas intervenir d'effets de couplage

PLAN

- 1 Système étudié
- 2 Essais mécano-électrochimiques
- 3 Résultats de l'étude
- 4 Approche microscopique

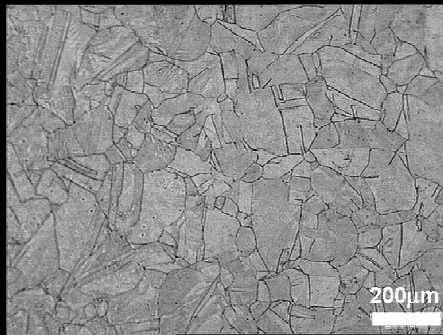
PLAN

- 1 Systeme étudié
 - Matériau
 - Polycristaux et monocristaux
 - Milieu et comportement électrochimique
- 2 Essais mécano-électrochimiques
- 3 Résultats de l'étude
- 4 Approche microscopique

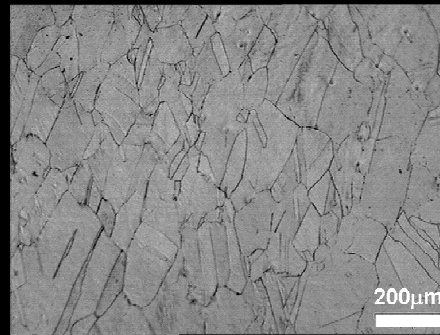
Cuivre OFHC (Oxygen Free High Conductivity)

Haute pureté : 99,99%

Sous forme de barres cylindriques ($\frac{3}{4}$ dur) 20 mm x 3 m



*Coupe transversale
de la barre*



*Coupe longitudinale
de la barre*

Etat brut de réception:

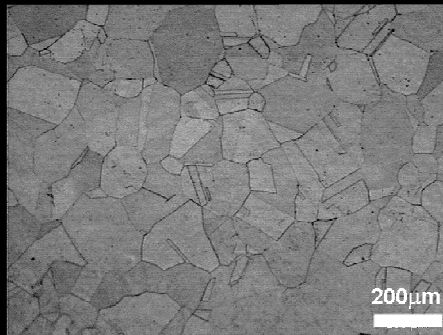
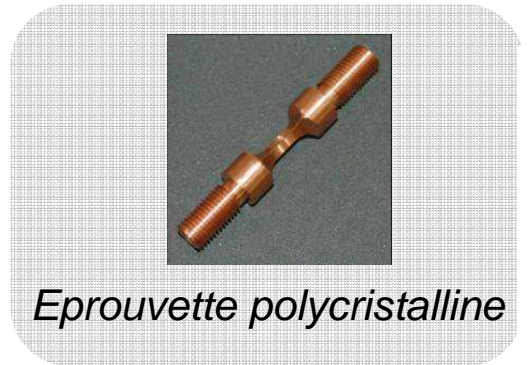
$\varnothing = 100 \mu\text{m}$

Légèrement allongé sens long

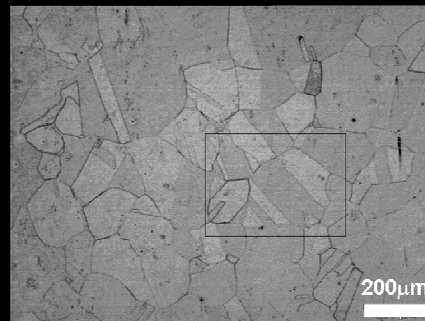
Polycristaux - Préparation et microstructure

Préparation des éprouvettes:

- Polissage mécanique
- Traitement thermique 800°C / 1h sous ampoule
 - restaurer
 - recristalliser
 - libérer contraintes d'usinage
- Polissage électrolytique (électrolyte D2 Struers sous 20V pendant 20s)



Coupe transversale



Coupe longitudinale

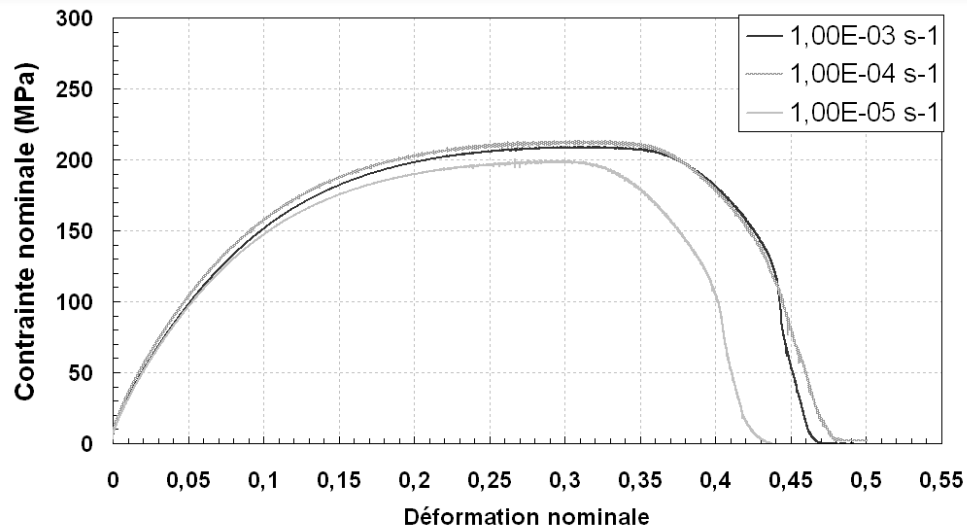
Etat recuit:

$\varnothing = 200 \mu\text{m}$

Grains équiaxes

Macles $\rightarrow \Gamma = 45 \text{ mJ.m}^{-2}$

Polycristaux - Propriétés mécaniques



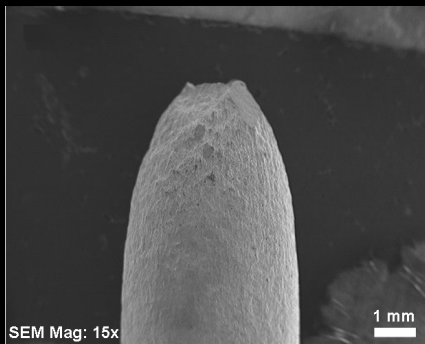
Traction à l'air, 20°C

- $R_{p0.2} = 10 \text{ MPa}$
- $E = 118 \text{ GPa}$
- $\nu = 0.34$

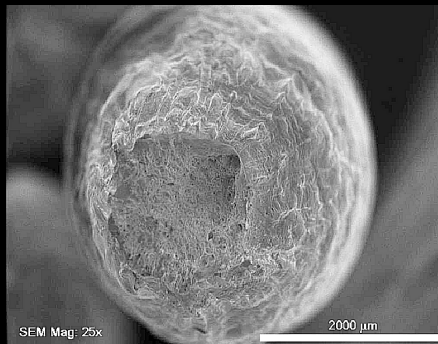


Matériau ductile

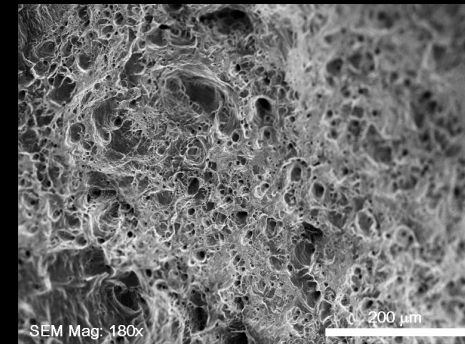
Clichés MEB facies de rupture de l'éprouvette



Fût



Coupelle



Cupules

Monocristaux - Orientations

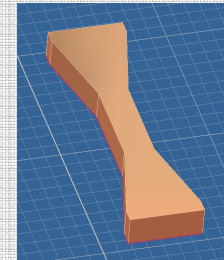
- Matériau modèle - Maîtrise conditions de glissement
- Influence de ce paramètre en CSC

3 orientations choisies

- $\langle 011 \rangle$ glissement multiple
- $\langle 149 \rangle$ glissement simple
- $\langle 153 \rangle$ glissement simple

Découpe des éprouvettes par électro-érosion
Même préparation que polycristaux
Traitement thermique \neq

Elaboration par solidification dirigée en nacelle horizontale

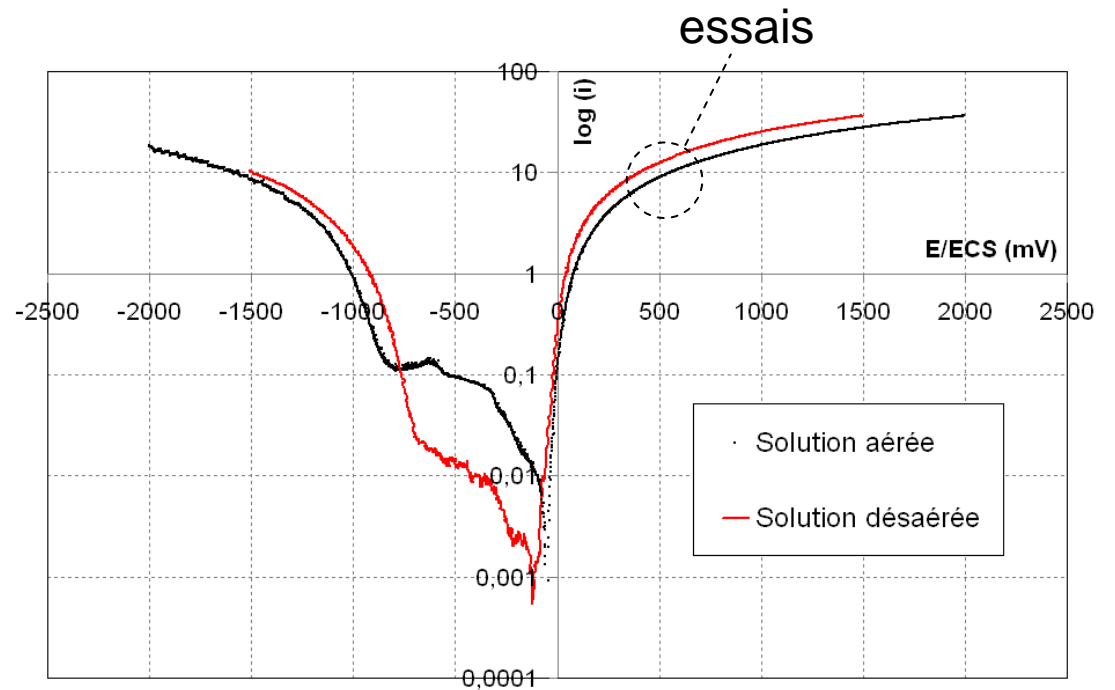
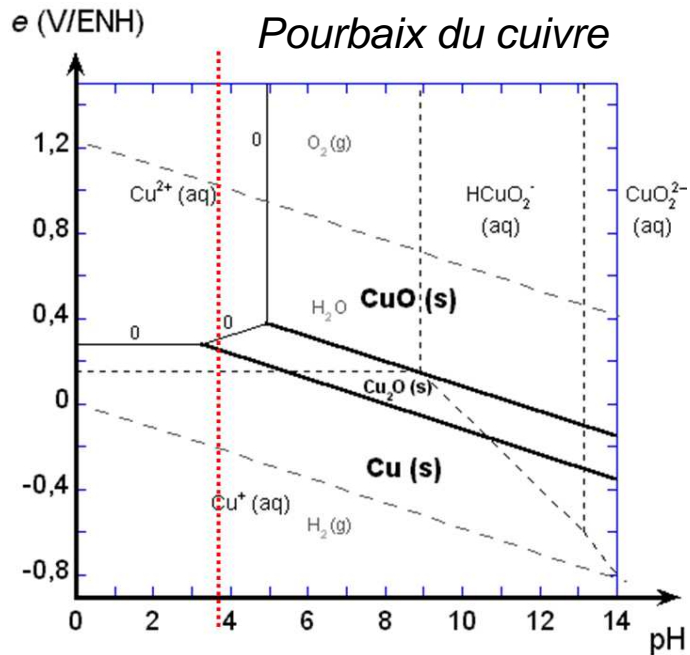


Eprouvette monocristalline

Milieu et comportement électrochimique

Milieu:

Tampon acide acétique (0.45M) – acétate de sodium (0.05M) à pH=3.7



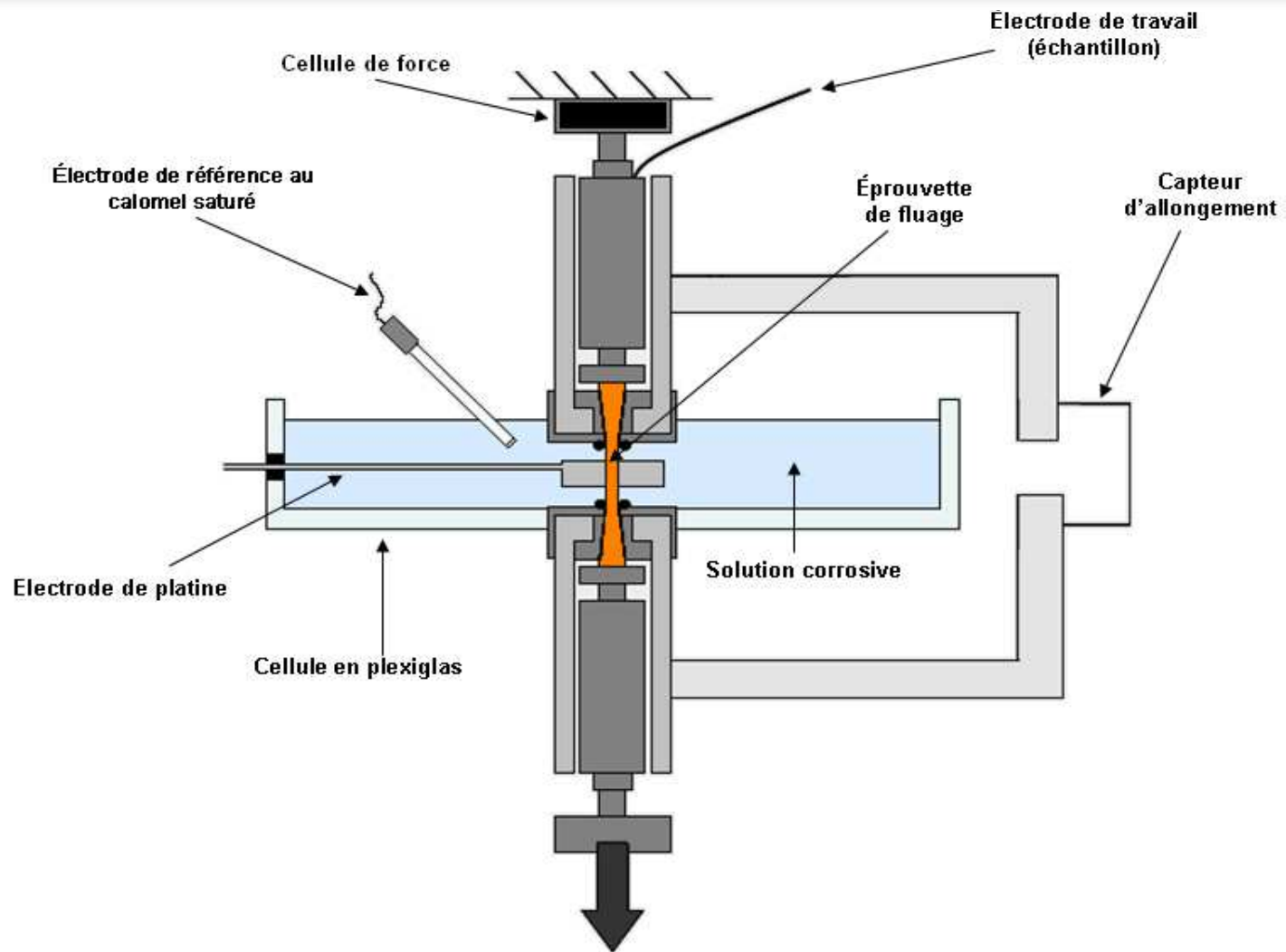
➔ Pas de film passif

Courbes de polarisation Cu dans milieu

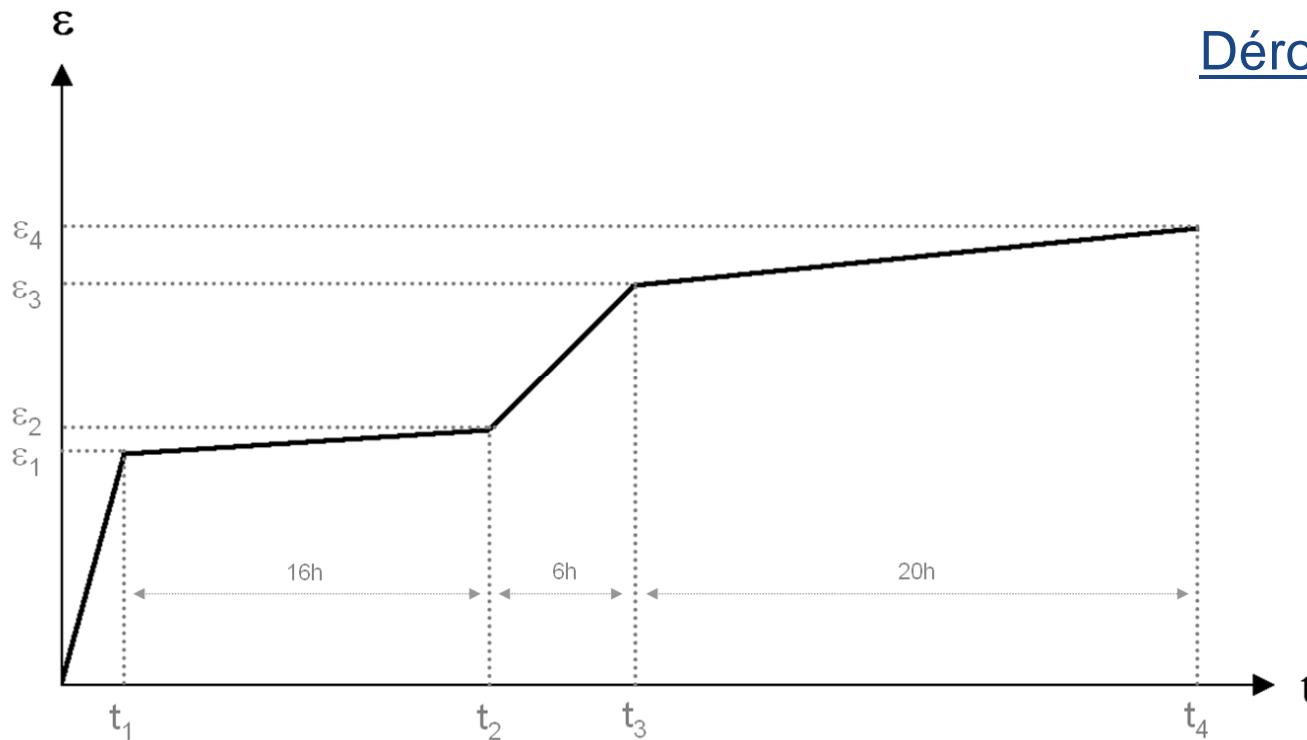
PLAN

- 1 Système étudié
- 2 Essais mécano-électrochimiques
 - Montage expérimental
 - Essais de fluage en milieu
 - Essais de simulation de perte de section
- 3 Résultats de l'étude
- 4 Approche microscopique

Montage expérimental



Essai de fluage (charge constante) en milieu



Déroulement d'un essai:

- Montée en charge
- Maintien en force
- Application courant
- Coupure courant
- Maintien en force

Perte de section pendant les essais galvanostatiques

La perte de masse est :

$$\delta = m_f - m_i$$

Le volume de matière dissout est :

$$V = \delta / \rho$$

L'épaisseur dissoute est :

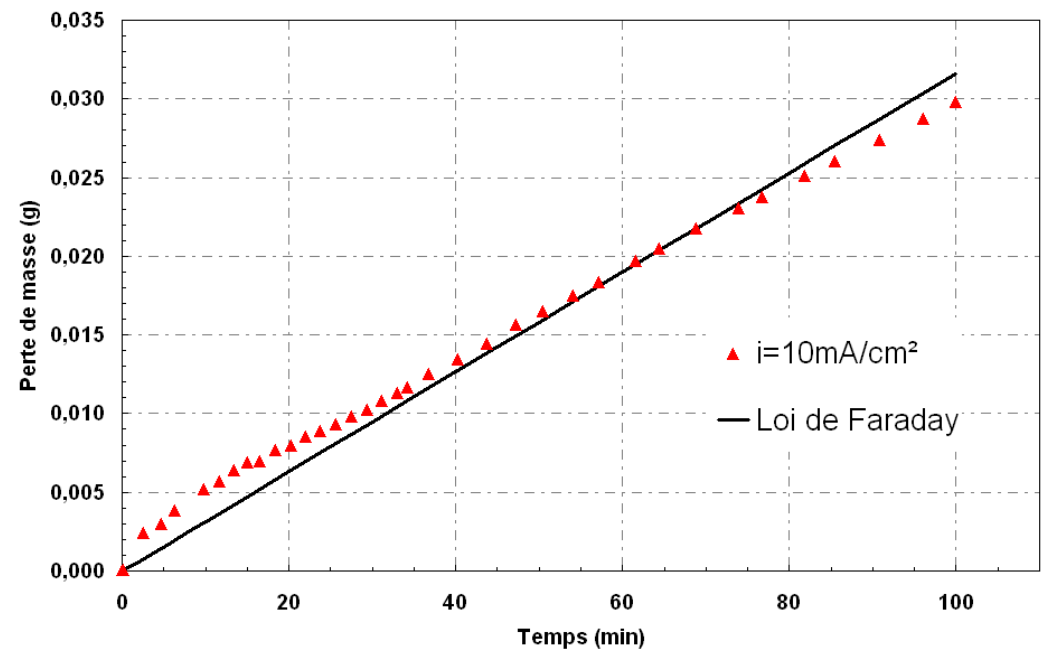
$$e = V/S$$

La section dissoute est :

$$s = 4.e.a$$

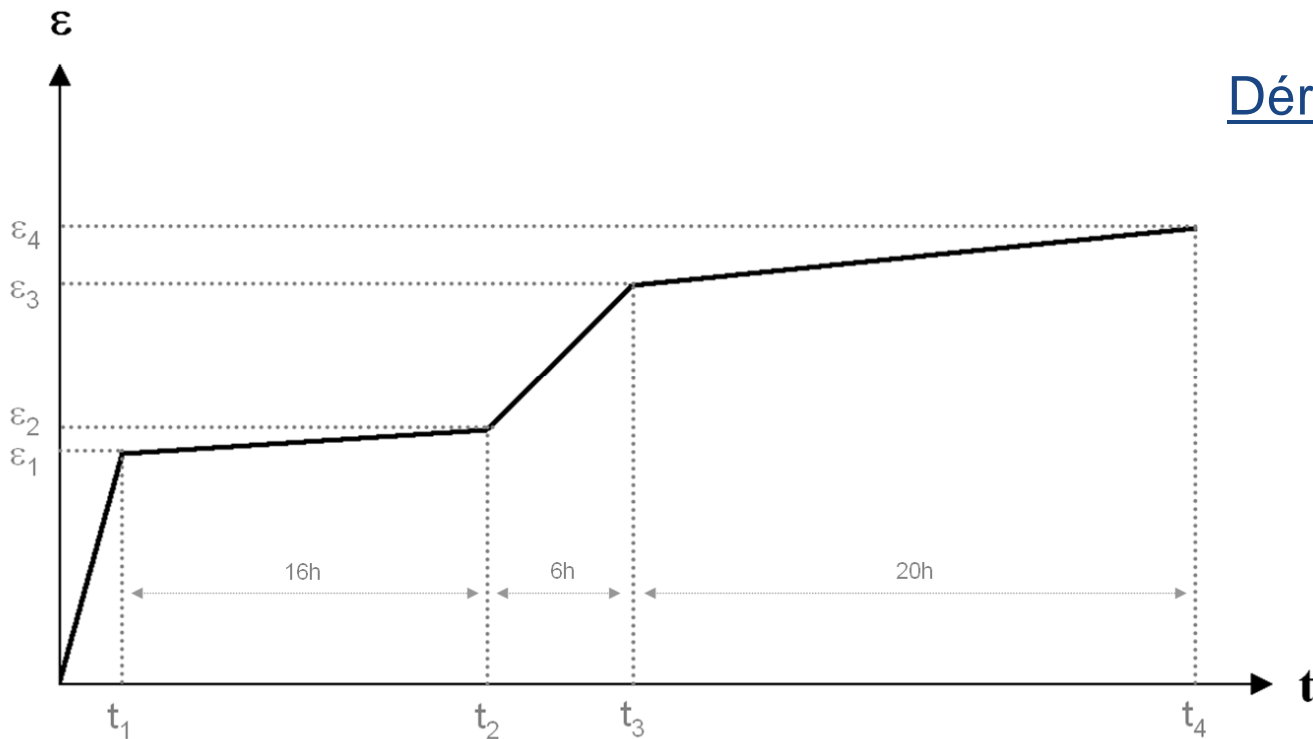
→ % augmentation de σ

Vitesse de dissolution du cuivre dans le milieu



➔ Perte de masse linéaire dans le temps (loi de Faraday)

Essais de simulation à l'air de perte de section



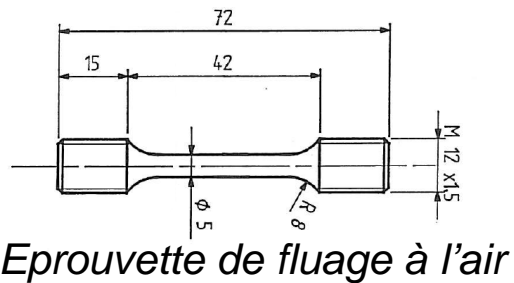
Déroulement d'un essai:

- Montée en charge
- Maintien en force
- Application rampe en contrainte
- Fin rampe en contrainte
- Maintien en force

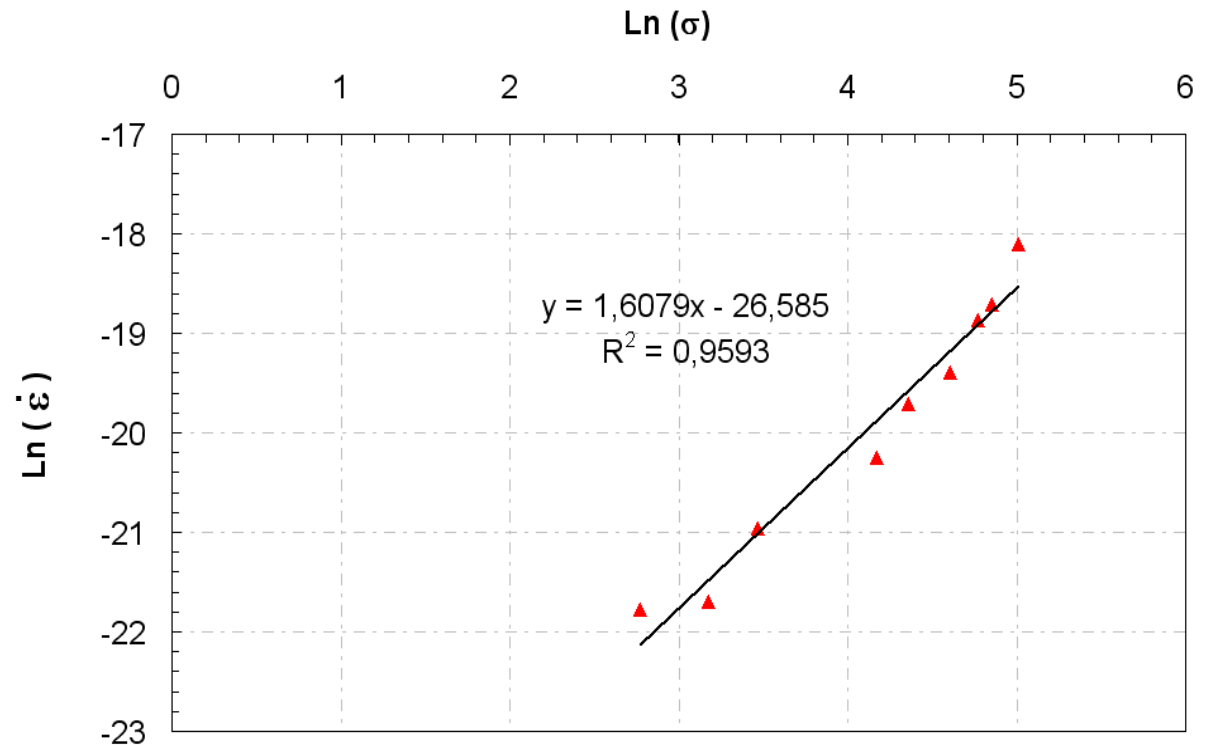
PLAN

- 1 Système étudié
- 2 Essais mécano-électrochimiques
- 3 Résultats de l'étude
 - Cuivre polycristallin
 - Loi de fluage
 - Influence de σ et j
 - Cuivre monocristallin
- 4 Approche microscopique

Loi de comportement



- Fluage à l'air 50h
- Cuivre polycristallin
- Température ambiante
- Essais à charge constante

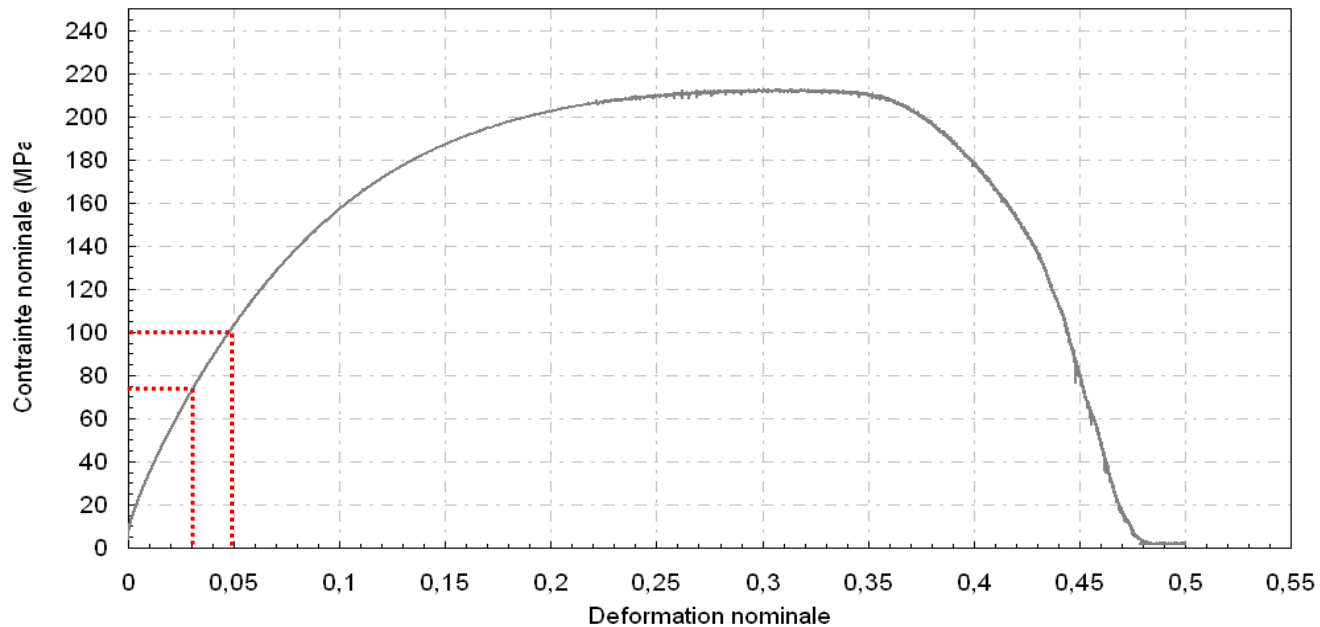


Loi de comportement $\dot{\epsilon} = \sigma^n f(T)$ avec $n=1.6$

Cuivre polycristallin

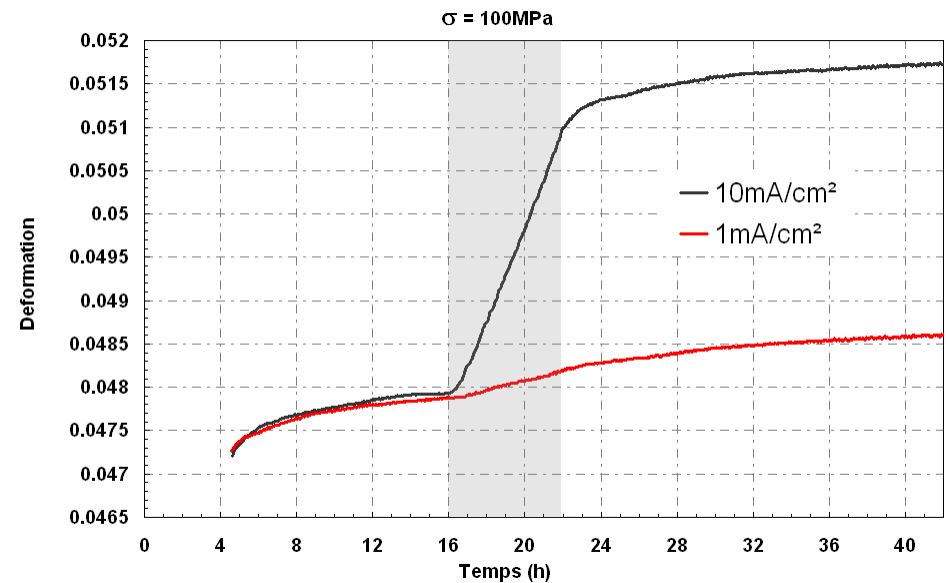
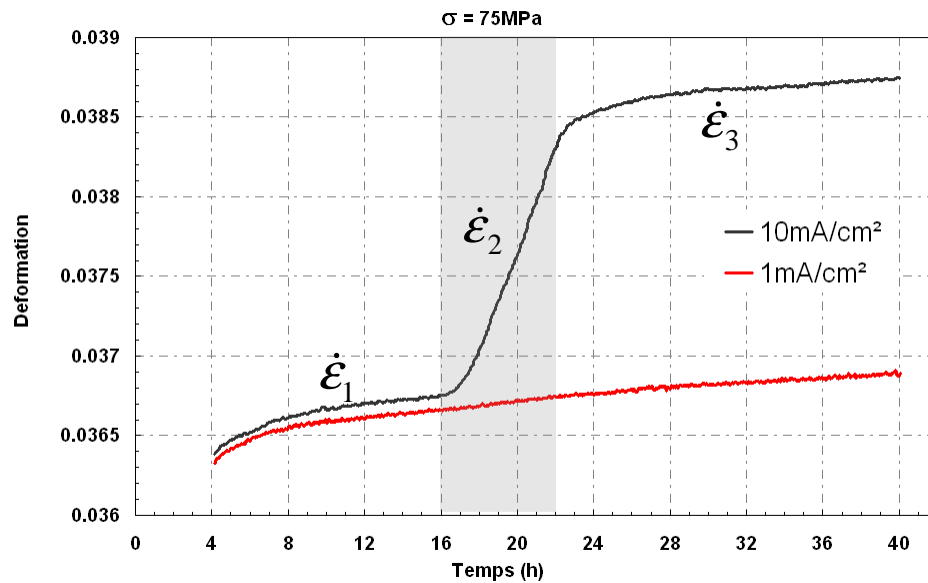
Influence de la contrainte et la densité de courant:

- 4 essais :
- $\sigma = 75 \text{ MPa} - j = 1 \text{ mA/cm}^2$ et $j = 10 \text{ mA/cm}^2$
 - $\sigma = 100 \text{ MPa} - j = 1 \text{ mA/cm}^2$ et $j = 10 \text{ mA/cm}^2$



Courbe de traction du cuivre polycristallin

Influence de σ et j



σ (MPa)	ε_0	i (mA/cm ²)	$\dot{\varepsilon}_1$ (s ⁻¹) $\times 10^{-9}$	$\dot{\varepsilon}_2$ (s ⁻¹) $\times 10^{-9}$	$\dot{\varepsilon}_3$ (s ⁻¹) $\times 10^{-9}$	$f_2 = \frac{\dot{\varepsilon}_2}{\dot{\varepsilon}_3}$	$f_1 = \frac{\dot{\varepsilon}_2}{\dot{\varepsilon}_1}$	$\Delta\varepsilon$	θ_1	θ_2
75	0.036	1	3.39	4.06	1.93	1.2	2.1	0.0001	-	-
		10	3.25	85.3	2.43	26.2	35.1	0.0015	45	90

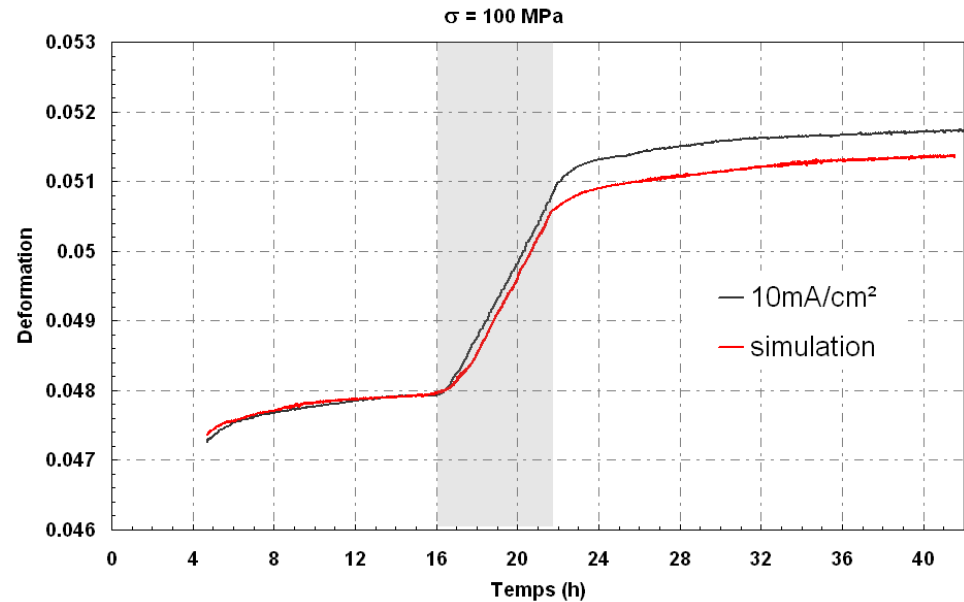
Essai à l'air de simulation de perte de section

Essai en milieu $j=10\text{mA/cm}^2$ (6h)

- Perte de section : 8.5%

Essai à l'air

- Augmentation contrainte : 8.5%



σ (MPa)	ε_0	i (mA/cm ²)	$\dot{\varepsilon}_1$ (s ⁻¹) $\times 10^{-9}$	$\dot{\varepsilon}_2$ (s ⁻¹) $\times 10^{-9}$	$\dot{\varepsilon}_3$ (s ⁻¹) $\times 10^{-9}$	$f_1 = \frac{\dot{\varepsilon}_2}{\dot{\varepsilon}_1}$	$f_2 = \frac{\dot{\varepsilon}_2}{\dot{\varepsilon}_3}$	$\Delta\varepsilon$	θ_1	θ_2	
100	0.047	10	5.11	152	4.36	29.7	34.8	0.0029	27	45	(a)
		Simulation	5.56	148	4.17	26.7	35.5	0.0027	35	70	(b)
		(b) (a)	1.09	0.97	0.96	0.90	1.02	0.93	1.30	1.56	

Explication des temps de retard

Modèle de calcul sur la réponse du fluage lors de la dissolution anodique:

Approche phénoménologique (Lichtman)

$$d\sigma = \lambda d\varepsilon + \eta d\dot{\varepsilon} - \kappa dt$$

A contrainte constante (fluage)

$$\lambda d\varepsilon + \eta d\dot{\varepsilon} - \kappa dt = 0$$

$$\Rightarrow \varepsilon = \dot{\varepsilon}_1 t + \theta(\dot{\varepsilon}_0 - \dot{\varepsilon}_1) \cdot \left(1 - \exp\left(-\frac{t}{\theta}\right)\right)$$

En combinant:

$$\lambda d\varepsilon + \eta d\dot{\varepsilon} - (\kappa + ci)dt = 0$$

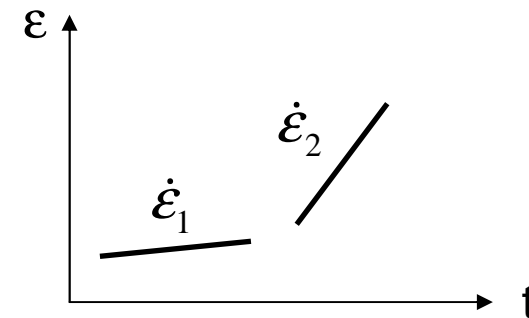
$$\Rightarrow \varepsilon = \varepsilon_1 + \dot{\varepsilon}_2(t - t_1) + \theta(\dot{\varepsilon}_1 - \dot{\varepsilon}_2) \cdot \left[1 - \exp\left(-\frac{t - t_1}{\theta}\right)\right]$$

En comparant les 2 vitesses de fluage secondaire

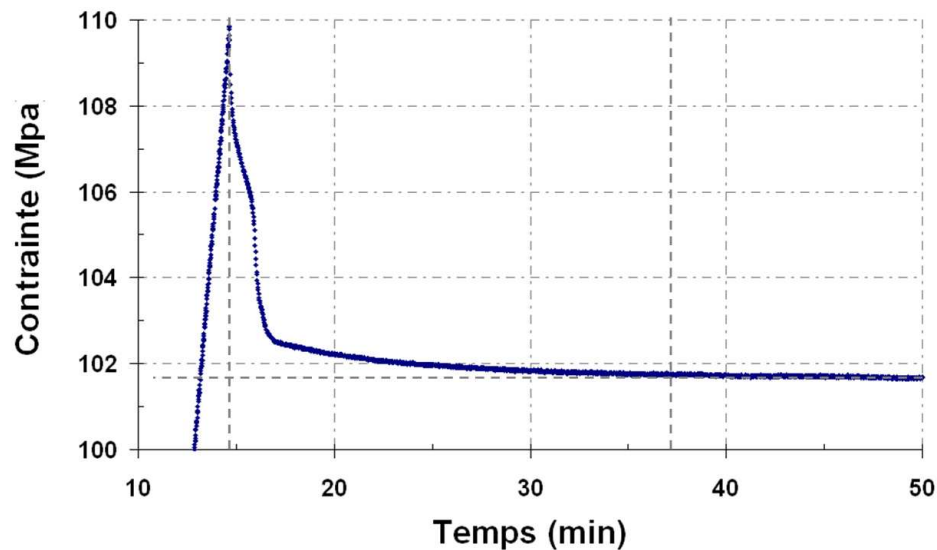
$$\dot{\varepsilon}_2 = \frac{\kappa + ci}{\lambda} = f \cdot \dot{\varepsilon}_1 \quad \text{avec} \quad f = \frac{\kappa + ci}{\kappa}$$

Dans les conditions de dissolution anodique, $d\sigma$ due à la perte de section:

$$d\sigma = c \cdot i \cdot dt \quad \text{avec} \quad c = \frac{2\sigma}{r} \cdot \frac{V_m}{zF}$$



Essai de relaxation 110 MPa



Le temps de retard observé correspond à la durée du régime transitoire nécessaire pour passer d'un mode fluage stationnaire à un autre

Hypothèse de Revie & Uhlig:

- Envisager un effet d'affaiblissement des jonctions n'est pas nécessaire
- Distance diffusion : $0,75 \mu\text{m}$ à $2,5 \mu\text{m}$
→ Mécanisme surfacique

Résumé

→ Vitesses de fluage à potentiel libre cohérentes avec essais à l'air (10^{-9} s^{-1})

→ Plus la contrainte et la densité de courant sont élevées plus l'accélération du fluage est importante

→ Courbes en milieu et à l'air quasi-identiques

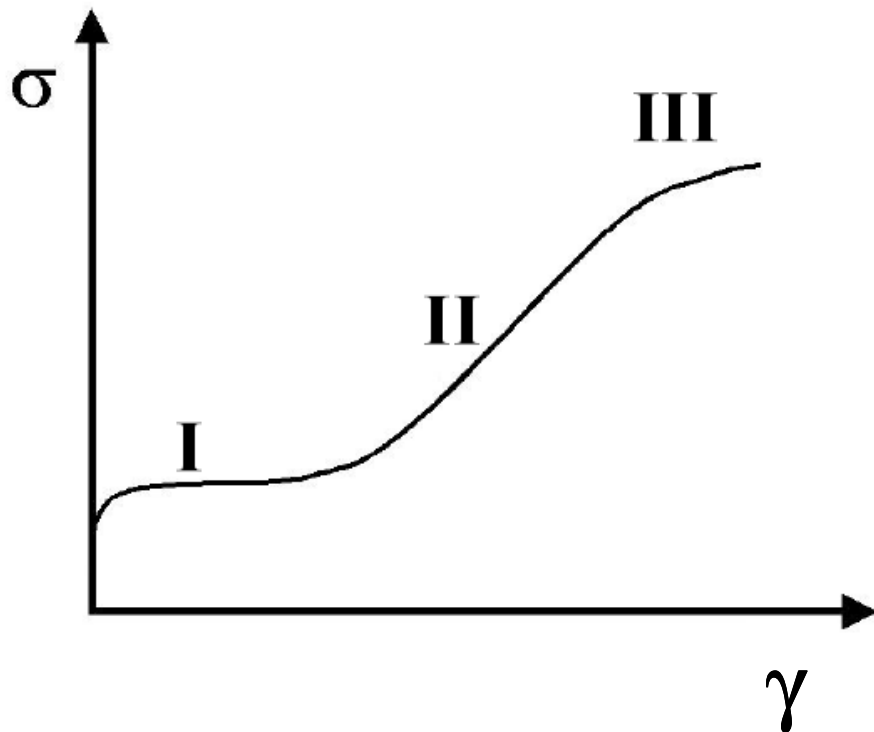
→ L'effet de perte de section prédomine largement sur un autre effet possible

→ Hypothèse de Van Der Wekken valide – éprouvettes massives polycristallines

PLAN

- 1 Système étudié
- 2 Essais mécano-électrochimiques
- 3 Résultats de l'étude
 - Cuivre polycristallin
 - Cuivre monocristallin
 - Glissement multiple
 - Glissement simple
- 4 Approche microscopique

Courbe de traction d'un monocristal



Stade I : Glissement simple

→ Un unique système de glissement est activé

Stade II : Durcissement Linéaire

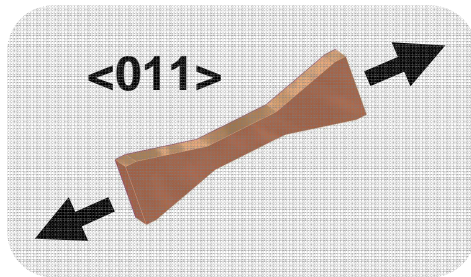
→ Activation des systèmes de glissement secondaire et formation de jonctions

Stade III : Durcissement parabolique

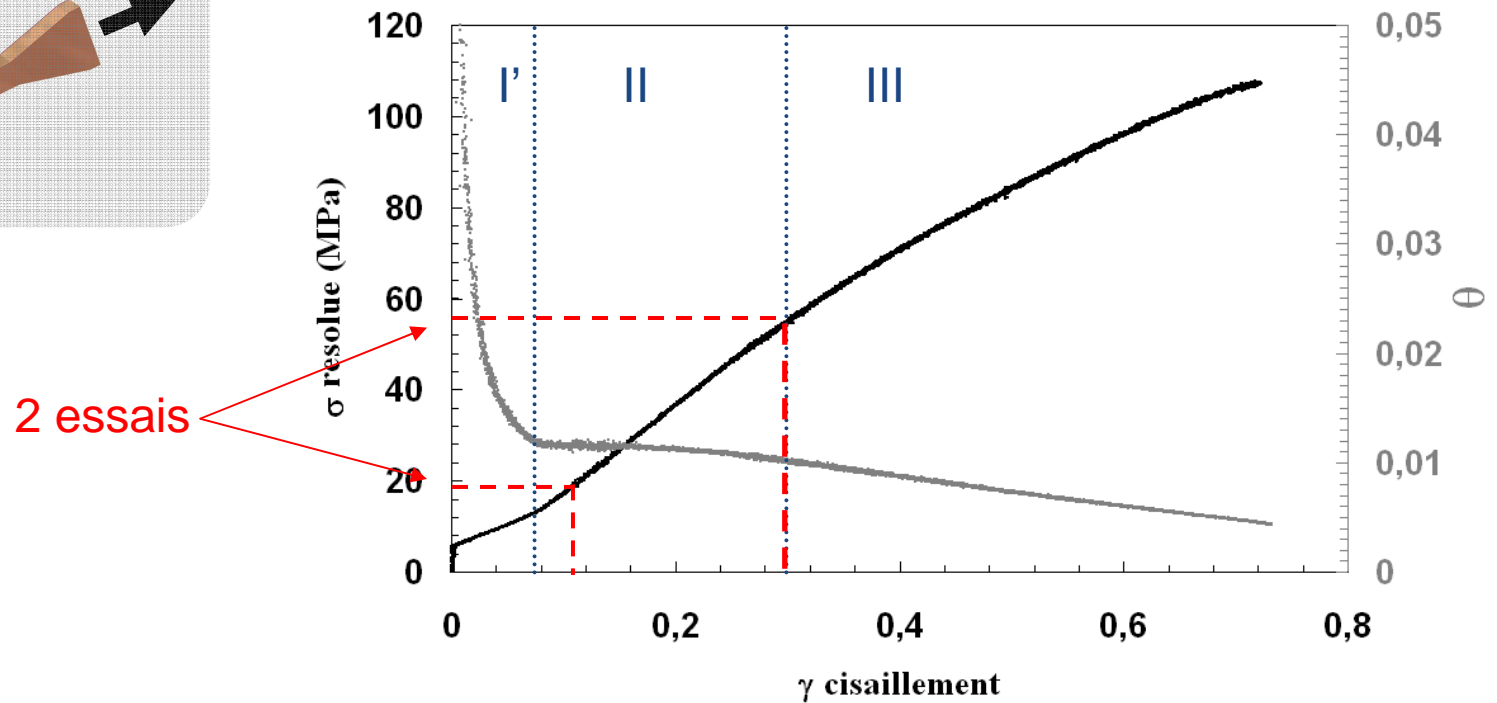
→ Jonctions sont détruites au profit de cellules de dislocations

→ Relaxations des micro-contraintes et diminution du taux d'écroûissage

Cuivre monocristallin – Glissement multiple



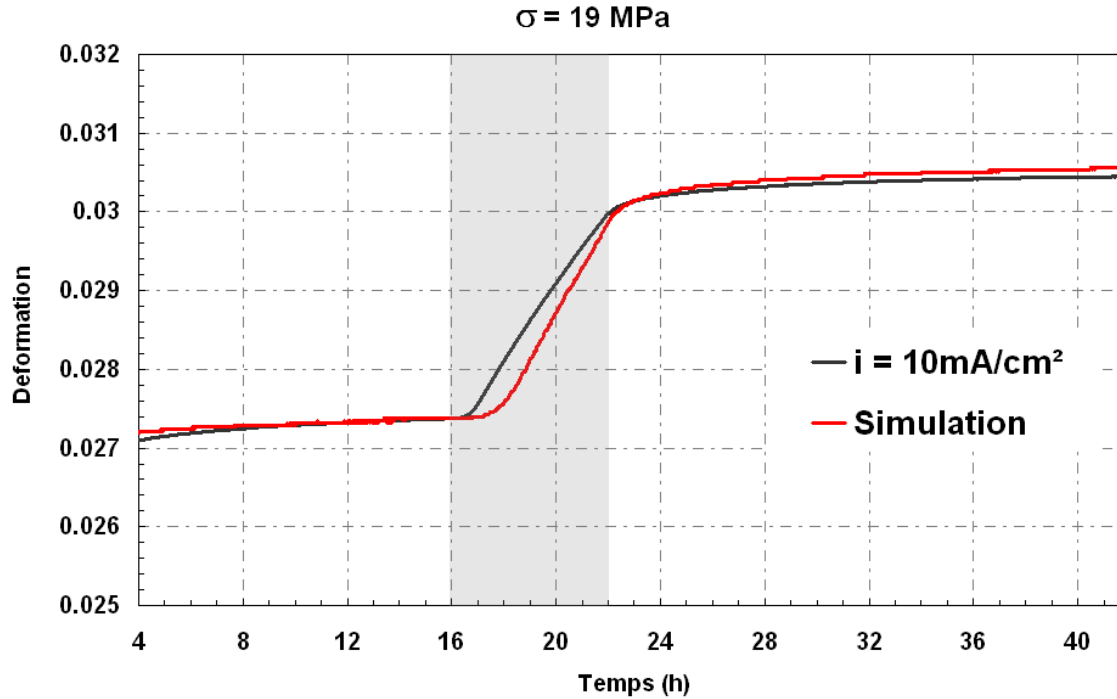
Courbe de traction Cu $\langle 011 \rangle$ à l'air, 20°C



➔ **2 essais au stade II : (début et fin)**

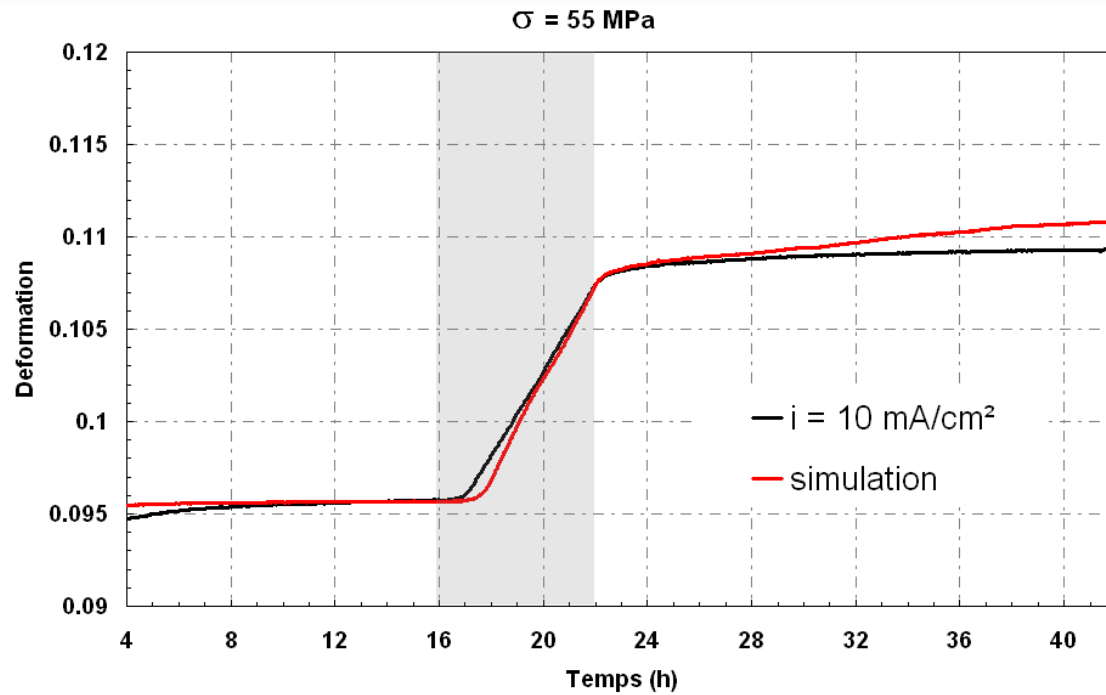
Déterminer la présence ou non d'un effet d'affaiblissement des jonctions par la diffusion de lacunes

<011> début stade II



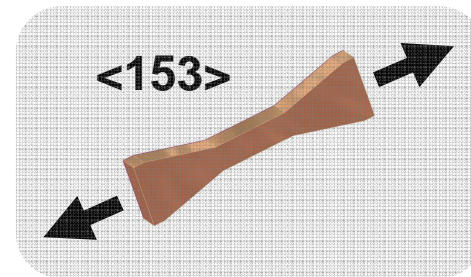
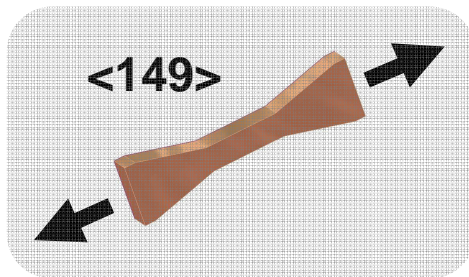
$\sigma \text{ (MPa)}$	ε_0	$i \text{ (mA/cm}^2\text{)}$	$\dot{\varepsilon}_1 \text{ (s}^{-1}\text{)} \times 10^{-9}$	$\dot{\varepsilon}_2 \text{ (s}^{-1}\text{)} \times 10^{-9}$	$\dot{\varepsilon}_3 \text{ (s}^{-1}\text{)} \times 10^{-9}$	$f_1 = \frac{\dot{\varepsilon}_2}{\dot{\varepsilon}_1}$	$f_2 = \frac{\dot{\varepsilon}_2}{\dot{\varepsilon}_3}$	$\Delta\varepsilon$	θ_1	θ_2
19	0.027	10	3.24	134	2.02	41.4	66.3	0.0026	23	100
		Simulation	4.07	161	4.25	39.6	37.9	0.0025	55	100

<011> fin stade II



$\sigma \text{ (MPa)}$	ε_0	$i \text{ (mA/cm}^2\text{)}$	$\dot{\varepsilon}_1 \text{ (s}^{-1}\text{)} \times 10^{-9}$	$\dot{\varepsilon}_2 \text{ (s}^{-1}\text{)} \times 10^{-9}$	$\dot{\varepsilon}_3 \text{ (s}^{-1}\text{)} \times 10^{-9}$	$f_1 = \frac{\dot{\varepsilon}_2}{\dot{\varepsilon}_1}$	$f_2 = \frac{\dot{\varepsilon}_2}{\dot{\varepsilon}_3}$	$\Delta\varepsilon$	θ_1	θ_2
55	0.095	10	10.6	644	6.86	60.7	93.8	0.0116	37	64
		Simulation	5.35	691	31.3	129.1	22	0.0117	56	37

Cuivre monocristallin – Glissement simple

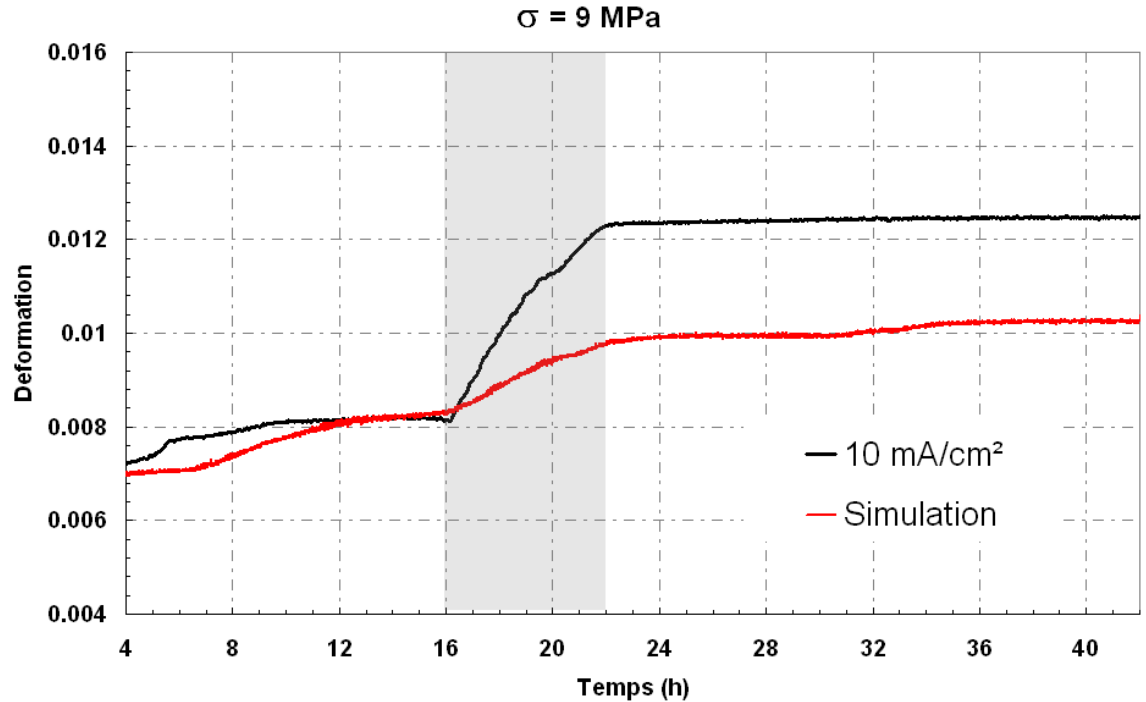
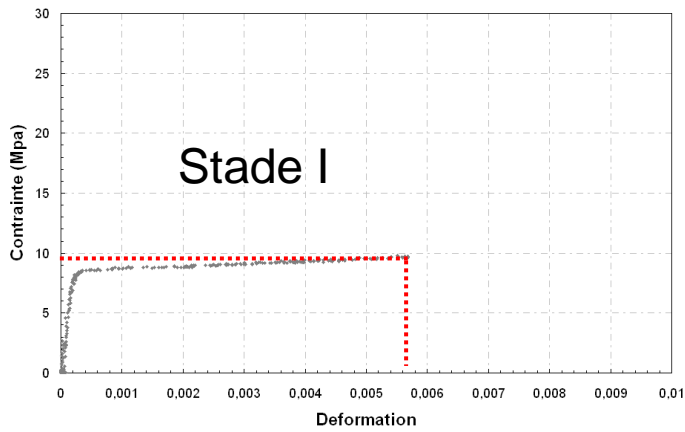


Essais de fluage au stade I de déformation

- 1 système de glissement actif
- Déformation contrôlée par la multiplication des dislocations
- Si on a un effet de la dissolution, mécanisme de multiplication supplémentaire

<149> stade I

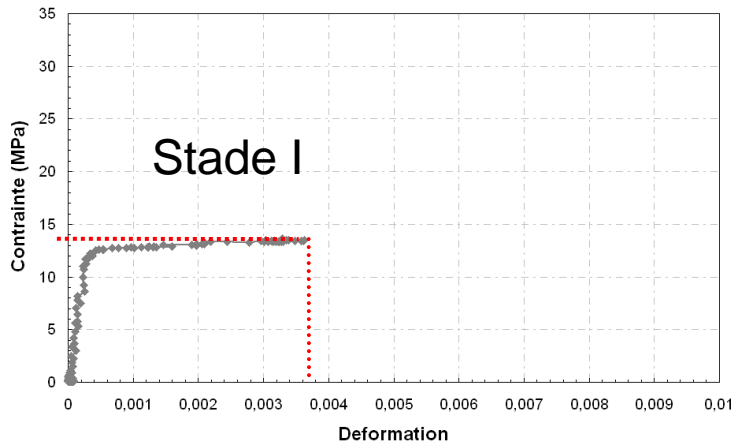
Courbe de pré-déformation Cu <149>



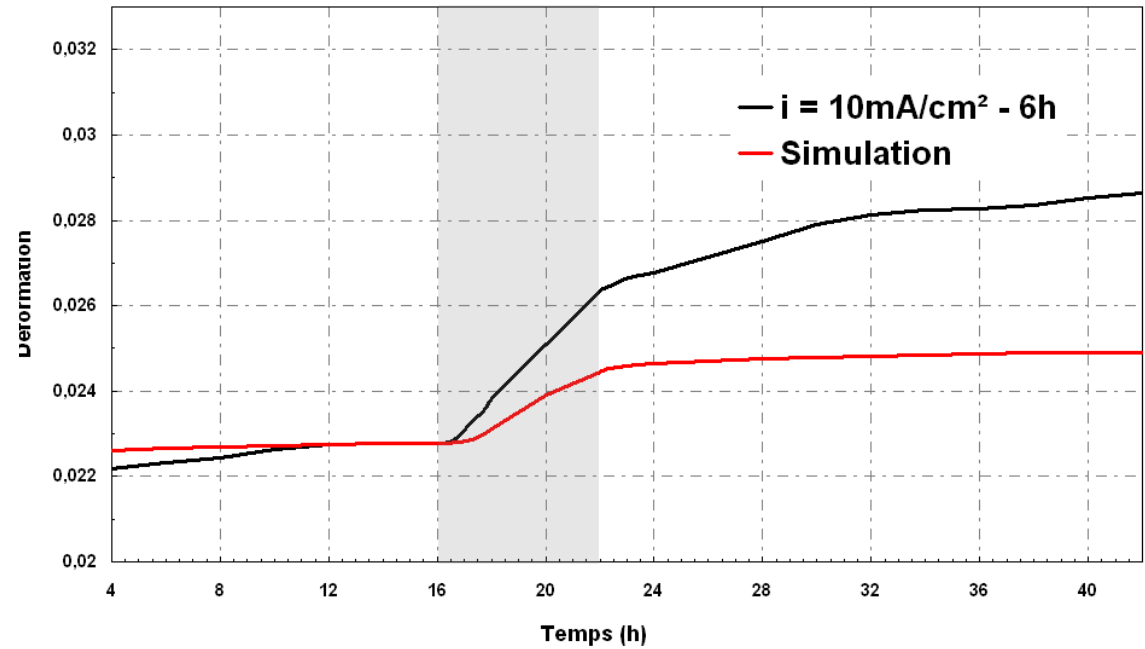
σ (MPa)	ε_0	i (mA/cm ²)	$\dot{\varepsilon}_1$ (s ⁻¹) $\times 10^{-9}$	$\dot{\varepsilon}_2$ (s ⁻¹) $\times 10^{-9}$	$\dot{\varepsilon}_3$ (s ⁻¹) $\times 10^{-9}$	$f_1 = \frac{\dot{\varepsilon}_2}{\dot{\varepsilon}_1}$	$f_2 = \frac{\dot{\varepsilon}_2}{\dot{\varepsilon}_3}$	$\Delta\sigma$	θ_1	θ_2
9	0.007	10	3.41	174	0.87	51	200	0.0041	12	12
		Simulation	13.4	68.1	1.6	5	42.6	0.0015	23	70

<153> stade I

Courbe de pré-déformation Cu <149>



$\sigma = 13 \text{ MPa}$



$\sigma \text{ (MPa)}$	ε_0	$i \text{ (mA/cm}^2\text{)}$	$\dot{\varepsilon}_1 \text{ (s}^{-1}\text{)} \times 10^{-9}$	$\dot{\varepsilon}_2 \text{ (s}^{-1}\text{)} \times 10^{-9}$	$\dot{\varepsilon}_3 \text{ (s}^{-1}\text{)} \times 10^{-9}$	$f_1 = \frac{\dot{\varepsilon}_2}{\dot{\varepsilon}_1}$	$f_2 = \frac{\dot{\varepsilon}_2}{\dot{\varepsilon}_3}$	$\Delta \varepsilon$	θ_1	θ_2
13	0.022	10	2.99	176	20.7	58.9	8.5	0.0035	25	30
		Simulation	1.89	91.3	1.39	48.3	65.7	0.0016	54	65

Résumé

Glissement multiple

- ➔ Plus la contrainte est élevée plus l'accélération du fluage est importante
- ➔ La perte de section explique l'accélération du fluage
- ➔ Hypothèse de Van Der Wekken valide – éprouvettes massives monocristallines sollicitées au stade II

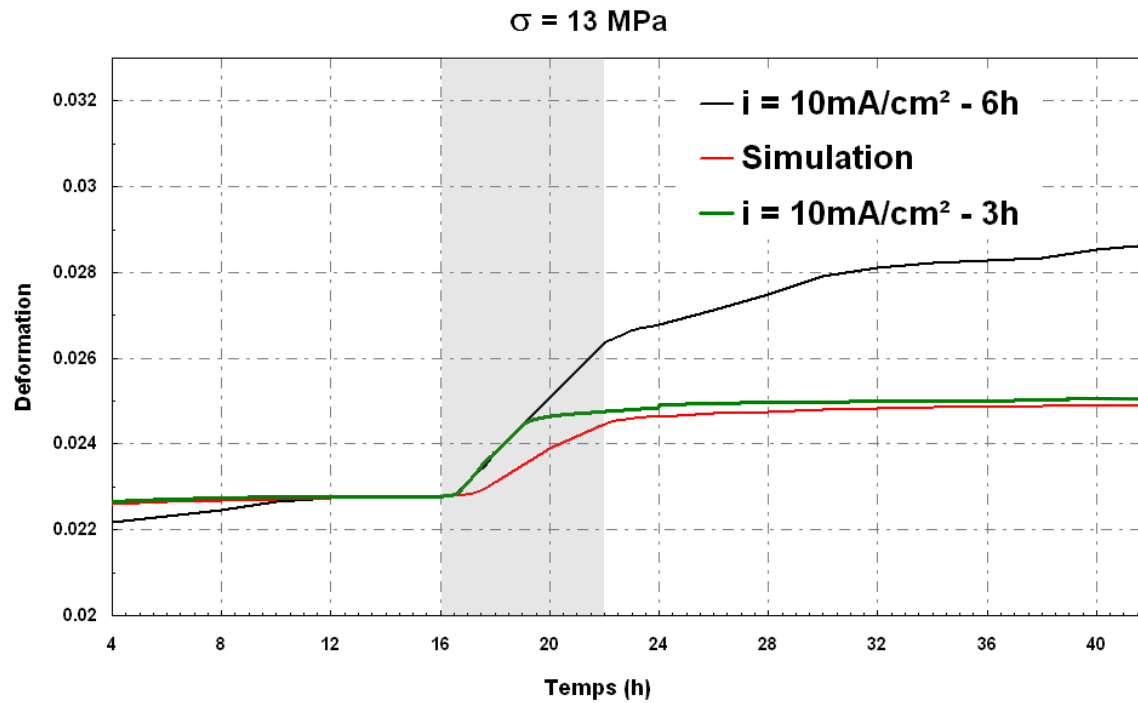
Glissement Simple

- ➔ La perte de section n'explique pas totalement l'accélération du fluage (50% de l'effet)
- ➔ Dans ce cas particulier, d'autres effets d'interactions entrent en jeu

PLAN

- 1 Système étudié
- 2 Essais mécano-électrochimiques
- 3 Résultats de l'étude
- 4 Approche microscopique
 - **Caractéristiques des bandes de glissement (AFM)**
 - **Microstructure de déformation (MET)**
 - **Discussion**

Essai à même σ et ε



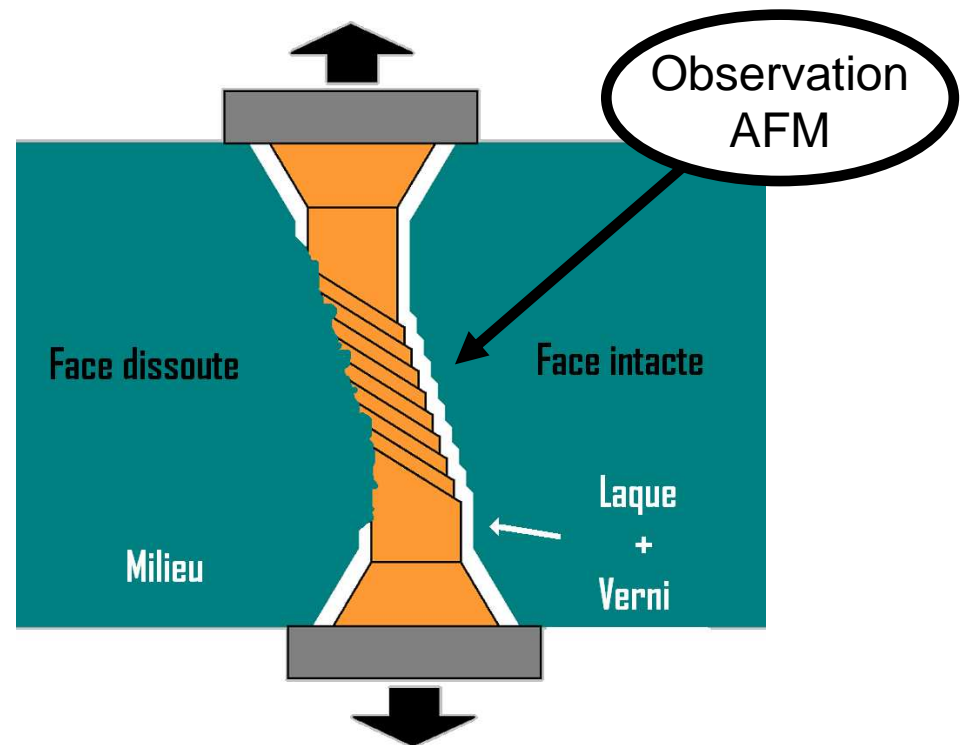
σ (MPa)	ε_0	i (mA/cm ²)	$\dot{\varepsilon}_1$ (s ⁻¹) $\times 10^{-9}$	$\dot{\varepsilon}_2$ (s ⁻¹) $\times 10^{-9}$	$\dot{\varepsilon}_3$ (s ⁻¹) $\times 10^{-9}$	$f_1 = \frac{\dot{\varepsilon}_2}{\dot{\varepsilon}_1}$	$f_2 = \frac{\dot{\varepsilon}_2}{\dot{\varepsilon}_3}$	$\Delta\varepsilon$	θ_1	θ_2
13	0.022	10 (6h)	2.99	176	20.7	58.9	8.5	0.0035	25	30
		Simulation	1.89	91.3	1.39	48.3	65.7	0.0016	54	65
		10 (3h)	3.14	180	3.73	57.3	48.3	0.0016	25	50

Préparation préalable des éprouvettes

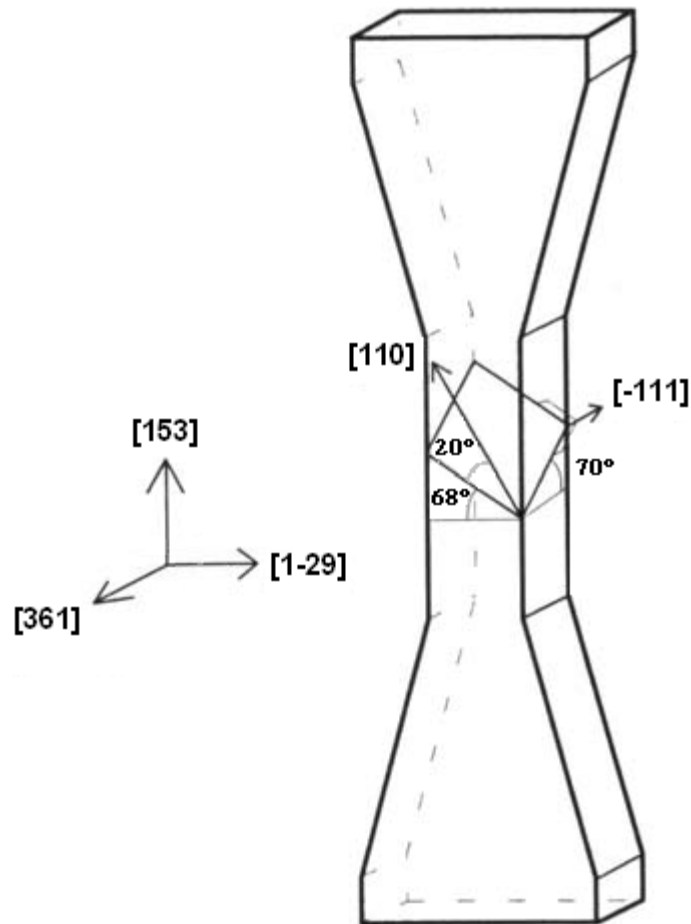
Comparaison nombre, hauteur, répartition bandes de glissement
Essais à l'air et en milieu - monocristaux $\langle 153 \rangle$ sollicités au stade I

Essai en milieu:

- Protection de deux des quatre faces par un verni
- ➔ Afferanchissement des dégâts causés par la dissolution



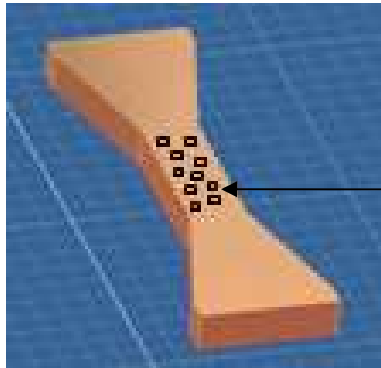
Cristallographie du système



Mesures des profils sur faces (361)

Système actif stade I : $(-111)[110]$

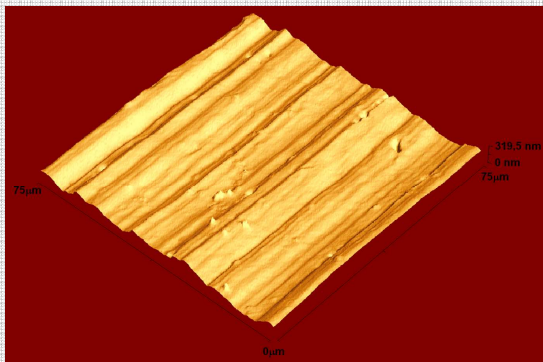
- $\alpha = \{ (-111) \hat{ (361) } \} = 70^\circ$
- $\beta = \{ [110] \hat{ (361) } \} = 20.23^\circ$



Dizaine de zones sur le fût

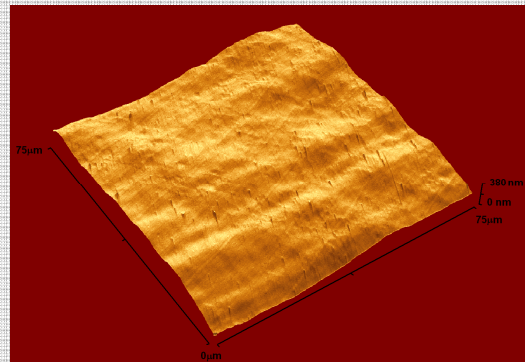
- 100 x 100 μm
- 50 x 50 μm
- 20 x 20 μm

**Dissolution
anodique 6h**



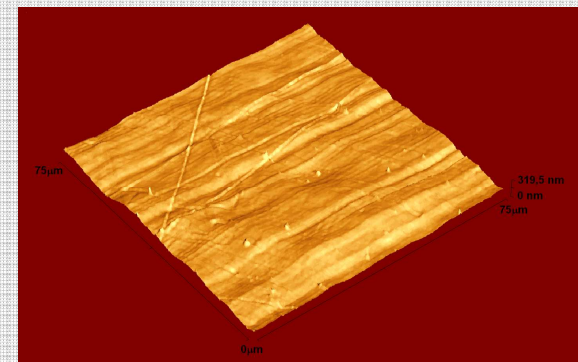
$$\epsilon_{\text{cumulée}} = 0.35 \%$$

**Dissolution
anodique 3h**



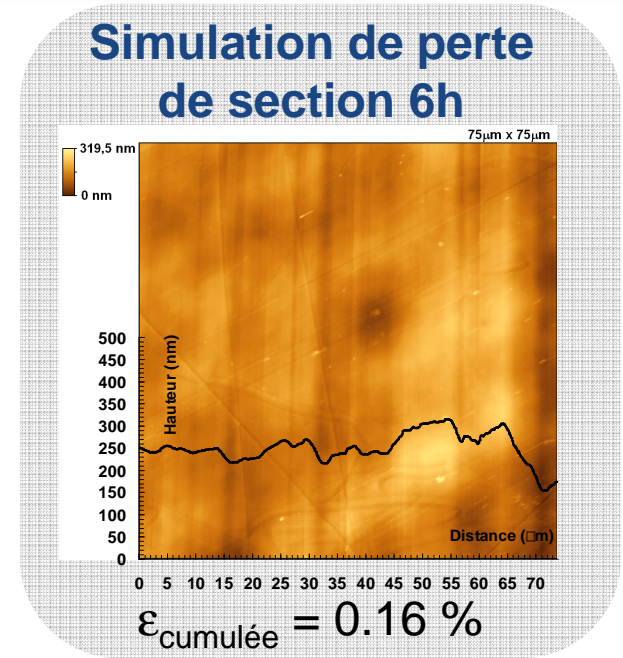
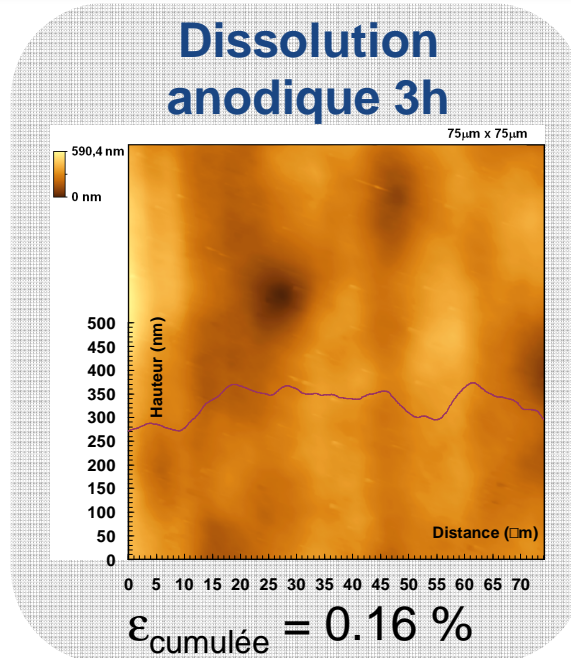
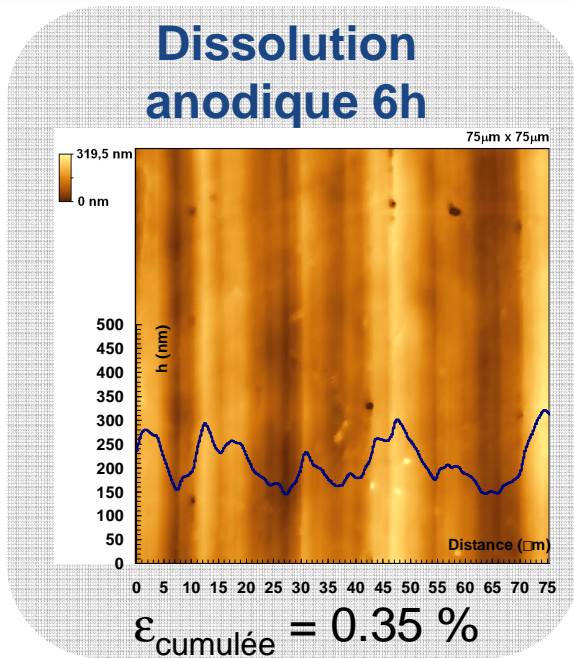
$$\epsilon_{\text{cumulée}} = 0.16 \%$$

**Simulation de perte
de section 6h**



$$\epsilon_{\text{cumulée}} = 0.16 \%$$

Nombre d'émergences

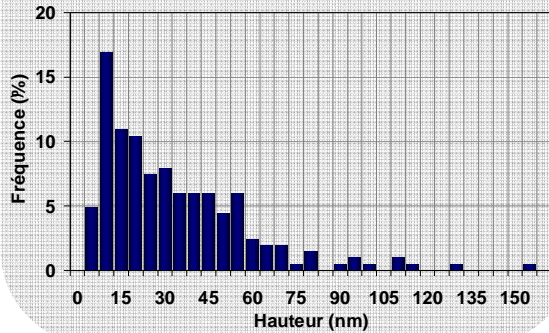


Essai	Nombre de bandes de déformation (par face)
Dissolution anodique 6h	4280 ± 90
Simulation de perte de section	3520 ± 60
Dissolution anodique 3h	2040 ± 110

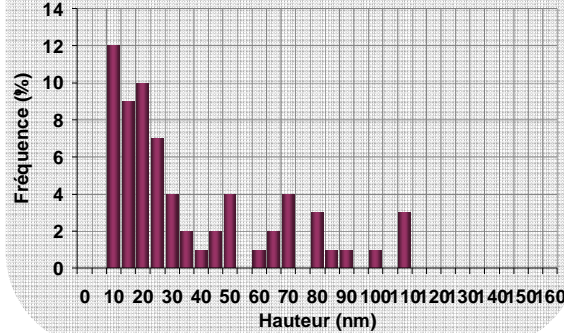
➔ La dissolution anodique engendre des émergences plus nombreuses

Hauteurs des émergences

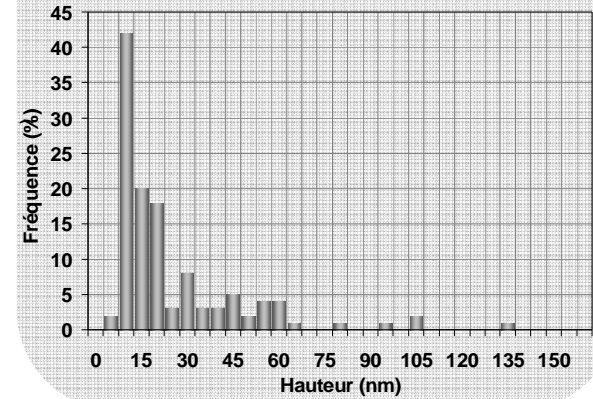
Dissolution anodique 6h



Dissolution anodique 3h



Simulation de perte de section 6h



Type d'essai	$\langle h_{app} \rangle$ (nm)	Ecart type (nm)	$\langle h_r \rangle$ (nm)	$\langle n_d \rangle$
Dissolution anodique 6h	33	25	35	145
Simulation de perte de section	20	14	21	87
Dissolution anodique 3h	34	28	36	150

➔ La dissolution anodique engendre des émergences plus hautes

Nombre de dislocations par face:

Type d'essai	n_d	n_e	N_d
Dissolution anodique 6h	145	~ 4280	~ 620600
Simulation de perte de section	87	~ 3520	~ 306240
Dissolution anodique 3h	150	~ 2040	~ 306000

- Essais à même $\epsilon_{cumulée}$:

Même nombre de dislocations → répartie sur moins de bandes pour essai en milieu

➔ Localisation de la déformation

Résumé

Essais à même σ

- La dissolution anodique engendre des émergences plus nombreuses
→ Création de nouvelles sources de dislocations
- La dissolution anodique engendre des émergences plus hautes
→ Les sources existantes produisent plus de dislocations

Essais à même σ et ε

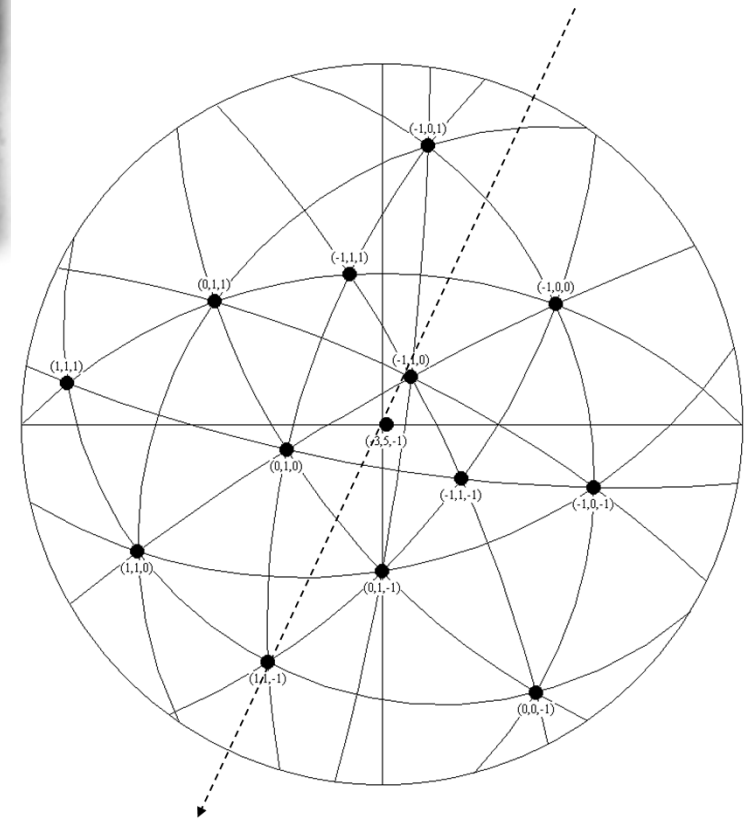
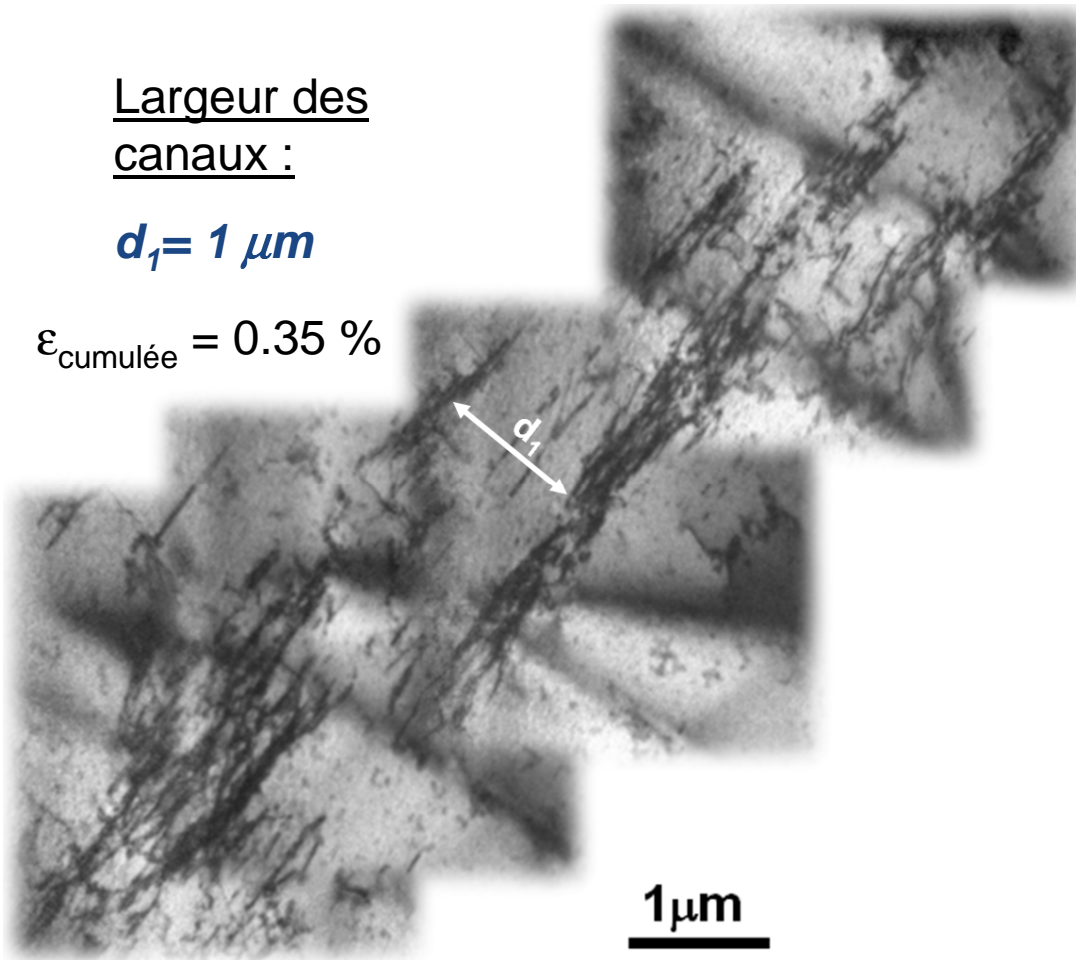
- La dissolution anodique engendre une localisation de la déformation

Essais à en milieu 6h

Largeur des canaux :

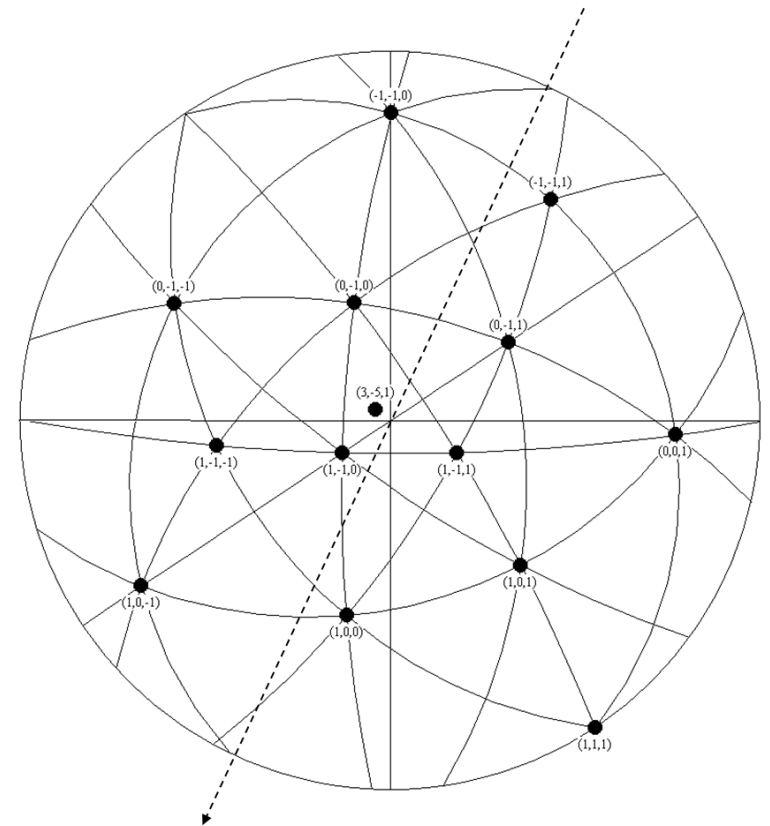
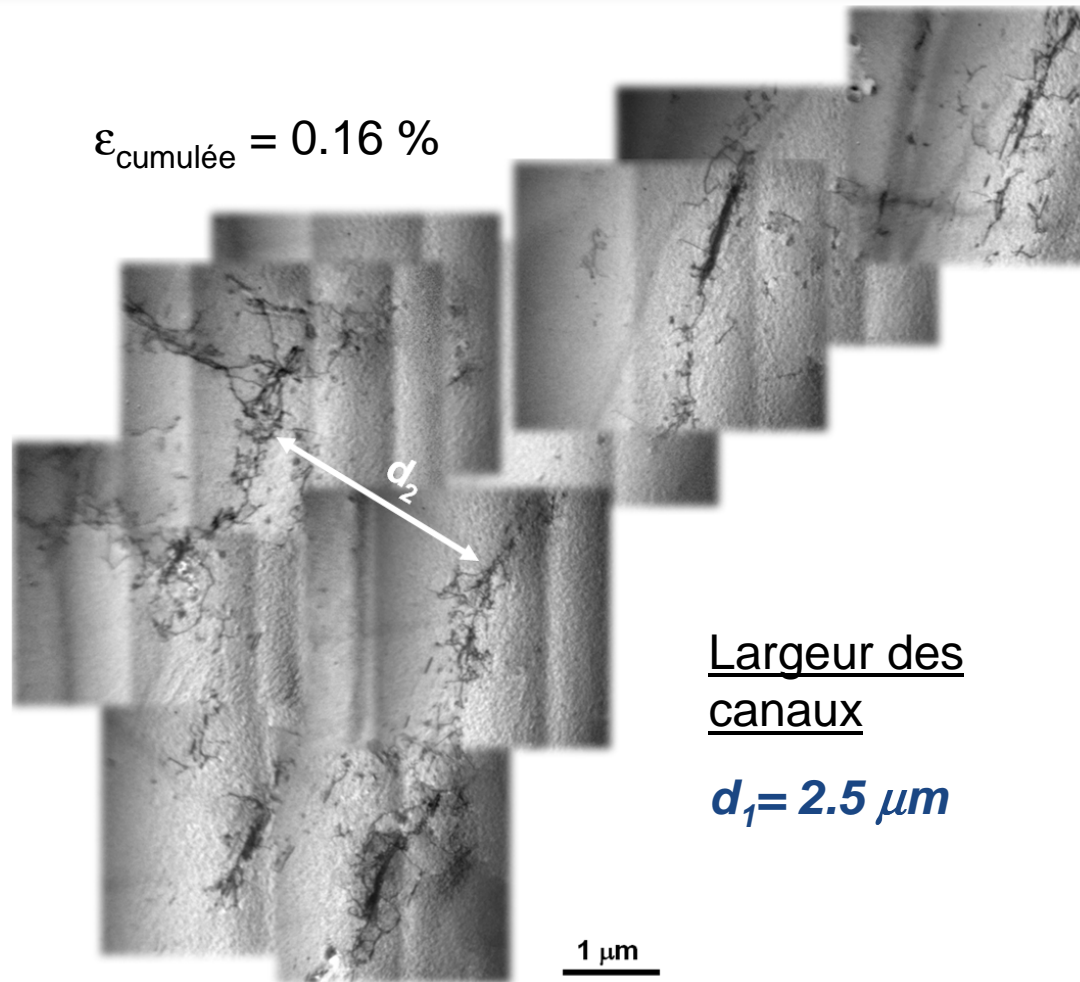
$$d_1 = 1 \mu\text{m}$$

$$\epsilon_{\text{cumulée}} = 0.35 \%$$



*Projection stéréographique
du plan de la lame*

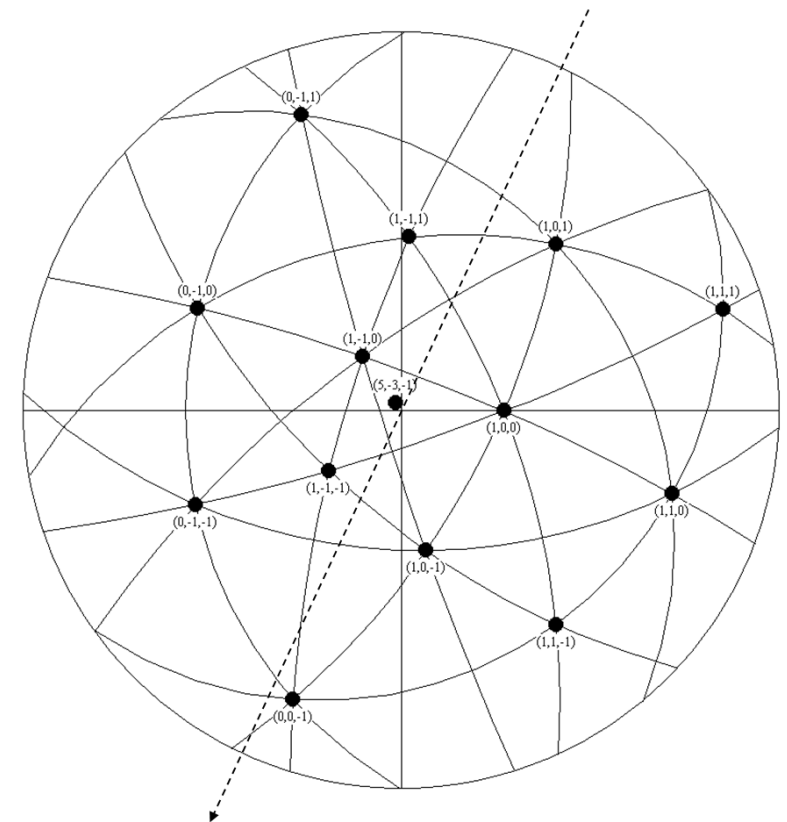
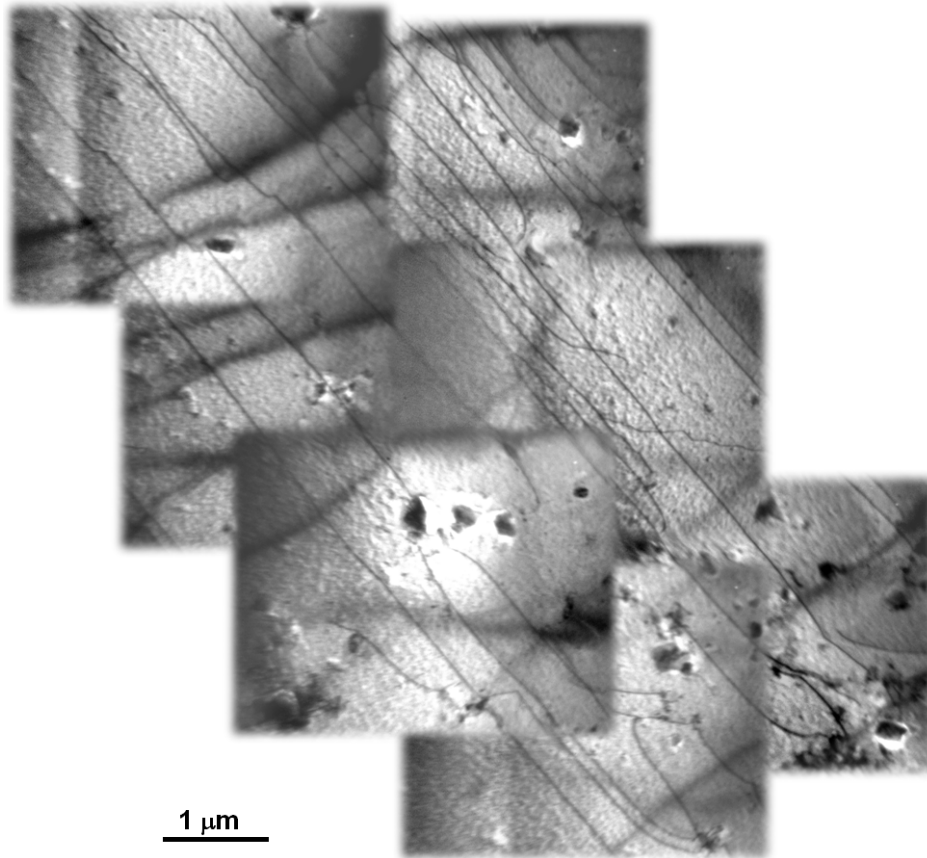
Essais à l'air



*Projection stéréographique
du plan de la lame*

Essais en milieu 3h

$\epsilon_{\text{cumulée}} = 0.16 \%$



*Projection stéréographique
 du plan de la lame*



Retard de la formation de la structure
 matrice-veines

Résumé

Essais de 6h

- La microstructure de déformation est sous forme matrice-veines
- La largeur des canaux est plus faible pour les essais en milieu

Essais à même $\epsilon_{\text{cumulée}}$

- La dissolution anodique retarde la formation de la structure matrice-veines

Multiplication des dislocations

- La dissolution anodique → effet marqué sur mécanismes de déformation des monocristaux glissement simple sollicités en fluage au stade I

Au stade I : déformation contrôlée par la multiplication des dislocations

→ Mécanisme de multiplication supplémentaire

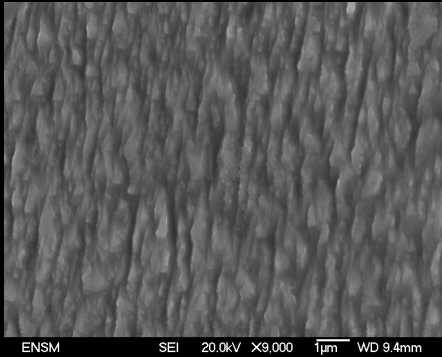
- Monocristal de Cu, bien recuit : peu de défauts, peu de sources en volume
Multiplication significative en surface, associée à la création de défauts de surface (marches, crans)

→ Mécanisme surfacique

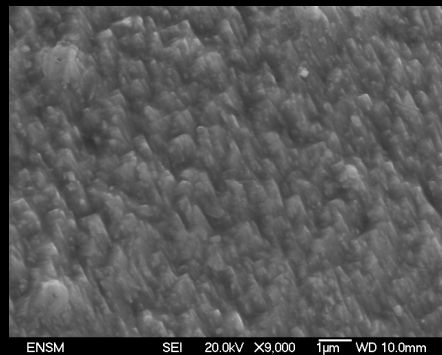
- Ces marches, crans, vont être des sites propices à la concentration de σ

Concentration de contraintes

Clichés FEG des surfaces actives



Face (361) après
 10 min de dissolution



Face (1-29) après
 10 min de dissolution

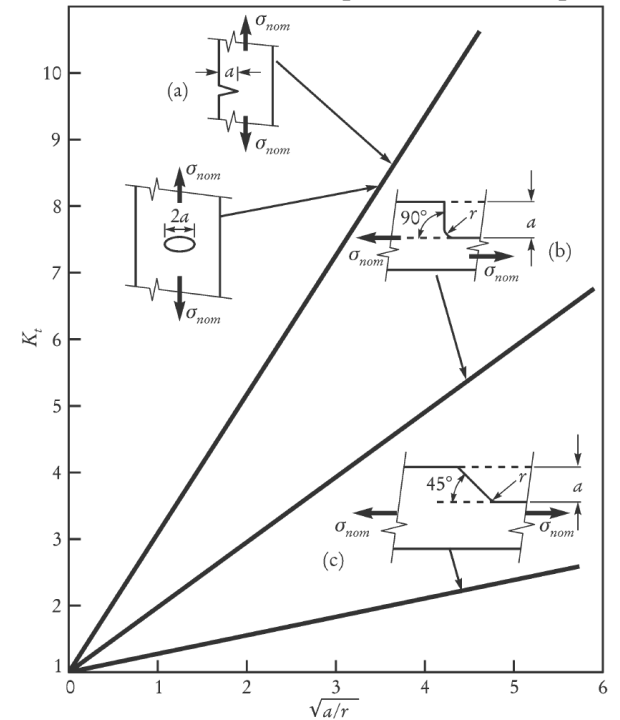
Dissolution selon plan de bas indices

- Formation de motifs géométriques

Contraintes locales plus élevées au bord trou, marche, etc.

➔ Concentration de contraintes

[Bailon, 2002]



Facteur de concentration de contraintes:

➔ Facteur multiplicatif

Mobilité des dislocations

Loi d'Orowan : $\dot{\epsilon} = \rho_m bv$

Pour notre étude les vitesses s'écrivent :

$\dot{\epsilon}_1 = \rho_{m1} bv_1$ essais de fluage en condition de dissolution anodique pendant 6h

$\dot{\epsilon}_2 = \rho_{m2} bv_2$ essais de simulation de perte de section

$\dot{\epsilon}_3 = \rho_{m3} bv_3$ essais de fluage en condition de dissolution anodique pendant 3h

D'après les résultats précédents :

$$\frac{\dot{\epsilon}_1}{\dot{\epsilon}_2} = \frac{\rho_{m1} v_1}{\rho_{m2} v_2} = \frac{N_{d1} v_1}{N_{d2} v_2} \Leftrightarrow \frac{2.99 \times 10^{-9}}{1.89 \times 10^{-9}} = \frac{620600}{306240} \times \frac{v_1}{v_2} \Leftrightarrow v_1 = 0.78 v_2$$

De la même manière :

$$v_1 = 0.47 v_3$$

et

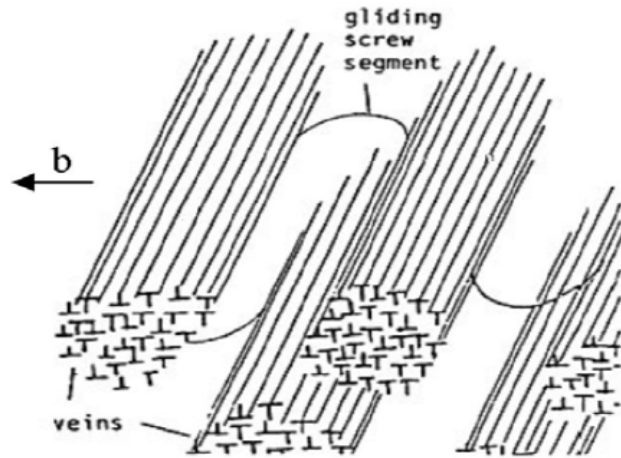
$$v_2 = 0.60 v_3$$



$$v_1 < v_2 < v_3$$

Structure matrice-veines

[Mughrabi, 1978]



$$v_1 < v_2$$

Dislocations se déplacent entre les veines
 Plus rapprochées pour essai en milieu qu'à l'air
 Les veines vont être des obstacles pour le déplacement des dislocations

$$T = \frac{1}{d} \text{ va donc être plus élevée}$$

Dislocations vont se déplacer moins rapidement

$$v_2 < v_3$$

Essai de dissolution 3h :

Microstructure : longues dislocations rectilignes parsemées

Les sources actives émettent plus de dislocations pour former des marches plus hautes

ρ_{mc} pour former des veines n'est pas atteinte au bout de 3h

Peu d'obstacles au déplacement des dislocations → vitesse plus élevée

Résumé



Le mécanisme de déformation supplémentaire est un mécanisme de multiplication en surface



Morphologie géométrique lors de la dissolution
→ Concentration de contraintes



Les rapports entre les vitesses des dislocations pour les différents types d'essais sont en accord avec les observations microscopiques

Polycristaux et monocristaux glissement multiple

- ➔ L'effet d'accélération du fluage lors de la dissolution anodique est essentiellement dû à un effet de perte de section
 - ➔ Plus la contrainte et la densité de courant sont élevées, plus l'accélération du fluage sera importante
 - ➔ Le retard de la réponse est expliqué par la rhéologie du matériau
-
- ➔ Pas d'effet d'affaiblissement des jonctions par les lacunes

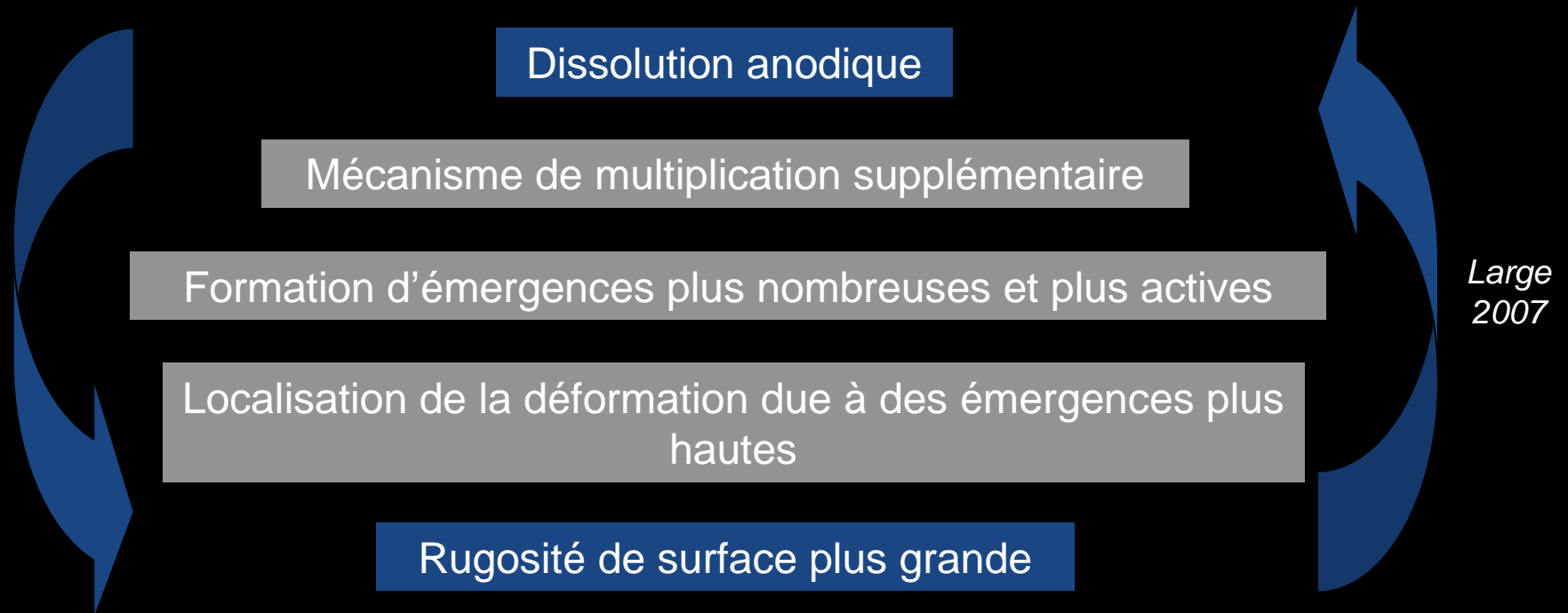
→ Existence d'un effet autre que la perte de section (50%)

La dissolution a 3 effets principaux

→ Activer la surface en contact avec le milieu, facilitant génération de boucles de dislocations depuis une surface non passivée

→ Former des marches, lieux propices à la concentration de contraintes alimentant un mécanisme de multiplication supplémentaire

→ Engendrer un retard dans la formation de structures de dislocations matrice-veines, et indirectement augmenter la mobilité des dislocations



En pointe de fissure :

Après dépassivation, la déformation va être amplifiée par ces phénomènes

- Création de zones de micro-ductilité
- Emission de dislocations facilitée

Méthodologie efficace pour étudier l'accélération du fluage lors de la dissolution anodique

Pour le même système matériau – milieu :

- ➔ Caractériser finement la microstructure de déformation, pour différents niveaux de déformation
- ➔ Etudier l'influence du rapport surface / volume

Méthodologie applicable à d'autres couples matériaux – milieux :
CuZn en solution acide acétique - acétate de sodium + NaCl
→ dissolution sélective

En pointe de fissure, les densités de courant sont mal connues.
La modélisation et les simulations à l'échelle du premier grain en fond de fissure s'avèrent nécessaires pour progresser dans la compréhension de ces mécanismes, en dehors de systèmes modèles.

Interactions dissolution - plasticité
dans les alliages CFC :
Fluage du cuivre mono et polycristallin assisté
par la dissolution anodique

Merci de votre attention ...