



HAL
open science

Corrosion feuilletante d'aluminium pour aéronautique : étude en vue de la caractérisation 3D

Gilles Blanc

► **To cite this version:**

Gilles Blanc. Corrosion feuilletante d'aluminium pour aéronautique : étude en vue de la caractérisation 3D. Matériaux. 2011. dumas-00579866

HAL Id: dumas-00579866

<https://dumas.ccsd.cnrs.fr/dumas-00579866>

Submitted on 25 Mar 2011

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

CONSERVATOIRE NATIONAL DES ARTS ET MÉTIERS

CENTRE RÉGIONAL ASSOCIÉ DE RHÔNE- ALPES

CENTRE D'ENSEIGNEMENT DE SAINT-ÉTIENNE

24, rue Robinson

F-42100 SAINT-ÉTIENNE

MÉMOIRE

en vue de l'obtention du

DIPLÔME d'INGÉNIEUR CNAM

FILIÈRE MATÉRIAUX - OPTION MATÉRIAUX MÉTALLIQUES

Présenté par

GILLES BLANC

Le 17 février 2011

CORROSION FEUILLETANTE D'ALUMINIUM POUR AÉRONAUTIQUE : ÉTUDE EN VUE DE LA CARACTÉRISATION 3D

Jury

Président :

M. CHEVALIER

Professeur titulaire de la chaire Matériaux industriels,
métalliques et céramiques
Responsable de la filière Matériaux du CNAM Paris.

Membres :

Mme FRACZKIEWICZ

Directeur de recherche - École Nationale Supérieure des Mines
de Saint-Etienne. Responsable de la filière Matériaux du CE de
Saint-Étienne.

Mme HENON

Ingénieur de recherche - Responsable du Laboratoire de
Corrosion "Produits techniques et aéronautiques" - ALCAN -
Voreppe.

M. DELAFOSSE

Professeur - Directeur du centre "Sciences des Matériaux et
des Structures" - École Nationale Supérieure des Mines de
Saint-Étienne.

M. MOLEGNANA

Responsable pédagogique du CE de Saint-Étienne.

Participation aux connaissances relatives à la trajectoire de la corrosion localisée et susceptibilité à la corrosion feuilletante dans le cadre du contrat du nom de

« *Simulation de la Corrosion Structurale des Alliages d'Aluminium* ».

Mémoire d'ingénieur C.N.A.M - 2011 Saint-Étienne.

Le sujet du mémoire ciblant la caractérisation de la corrosion feuilletante et la compréhension des paramètres morphologiques de la microstructure dans la sensibilité à la corrosion dans des alliages d'aluminium s'inscrit dans le cadre du projet SICORAL (Simulation de la Corrosion Structurale des Alliages d'Aluminium).

Financé par l'ANR (*Agence Nationale de la Recherche*), ce projet vise l'élaboration d'une approche prédictive sur la corrosion structurale des alliages d'aluminium récemment développés, à savoir : ALi et 7xxx à haute teneur en Zn.

L'objectif est de mettre au point une modélisation de la corrosion structurale des alliages pour disposer d'outils capables de prédire les modes de corrosion et leurs cinétiques de propagation en service. Les recherches consistent à établir les effets couplés du milieu environnant de la microstructure des alliages sur le mode d'amorçage et de la propagation de la corrosion intergranulaire et feuilletante.

L'objet principal de cette étude est d'acquérir des connaissances sur la trajectoire de la corrosion - localisée dans trois alliages d'aluminium - par la méthode de la microscopie optique. Les trois alliages ont été produits par l'entreprise ALCAN et exposés pendant des durées moyennes à longues sur des sites d'exposition marine.

L'approche macroscopique et microscopique nous a permis d'instaurer une méthode de caractérisation innovante propre à décrire les différents défauts exfoliants dans les alliages susmentionnés, et de les reconstituer en 3D suivant les paramètres requis.

Par la mise au point d'un outil d'abrasion contrôlé, nous sommes parvenus à suivre la propagation et l'évolution des "blisters" et la corrosion intergranulaire dans un alliage modèle "2198 FSW", après exposition marine. La reconstitution en 3D nous a permis d'envisager l'endommagement de l'alliage pour une certaine durée d'exposition marine. Par l'étude métallographique, nous avons pu confirmer l'hypothèse de l'influence du rapport d'éclatement de la microstructure sur le développement de la corrosion feuilletante d'un alliage 2198 FSW.

Mots clés :

Corrosion feuilletante - Exposition Marine - Paramètres morphologiques - Cinétique - Sensibilité.

Keywords:

Exfoliation corrosion - navy exposure - morphological parameters - kinetics - susceptibility.

CONSERVATOIRE NATIONAL
DES ARTS ET MÉTIERS

CENTRE RÉGIONAL ASSOCIÉ DE RHÔNE- ALPES

CENTRE D'ENSEIGNEMENT DE SAINT-ÉTIENNE
24, rue Robinson
F-42100 SAINT-ÉTIENNE

MÉMOIRE

en vue de l'obtention du
DIPLÔME d'INGÉNIEUR C.N.A.M

FILIÈRE MATÉRIAUX - OPTION MATÉRIAUX MÉTALLIQUES

par

GILLES BLANC

Mémoire intégré au contrat **SICORAL**
(Simulation de la Corrosion Structurale des Alliages d'Aluminium).

Partenaires industriels
EADS - ALCAN - INSTITUT DE LA CORROSION - INPG - ONERA

Les travaux du présent mémoire ont été effectués dans le Service Métallographie à l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne. Les échantillons des différents alliages provenaient de trois sites d'expositions marines : l'Île du Pilier pour la société EADS, le site de Brest pour l'Institut de la Corrosion et les Salins de Girault pour la compagnie ALCAN.

REMERCIEMENTS

Après des années d'effort et de pugnacité, voici le dénouement ! Une partie de ma vie touche à sa fin dans l'honorable institution du Conservatoire National des Arts et Métiers.

L'amélioration des connaissances n'est pas chose facile. Au CNAM, cela se construit pas à pas, l'essentiel étant de ... durer ! Au fil de ces quinze dernières années, j'ai vu grandir mon fils bien-aimé, la lumière de ma vie. Il a suivi mon parcours, s'étonnant parfois de mes absences le soir ou le samedi matin, puis m'encourageant lorsqu'il comprit le sens de ma quête. Il n'y a pas pour moi plus belle récompense.

Je tiens à remercier chaleureusement David Delafosse, l'un des protagonistes majeurs de cet ouvrage. David a eu l'heureuse idée de me proposer ce sujet – un sujet si titanesque a priori, mais tellement captivant a posteriori. David fut également le premier "correcteur" de mon mémoire où son remarquable esprit de synthèse a fait merveille. Un immense merci pour cette relecture impeccable, de même que pour la confiance que tu as placée en moi dès le départ.

Mes vifs remerciements vont de même à ma chère tutrice dite « industrielle » : Christine Henon. Éminente ingénieure de la compagnie Alcan Tinto, Christine a eu la gentillesse – malgré ses attributions et ses responsabilités managériales et techniques – d'accepter de suivre mes travaux, me faisant profiter avec pragmatisme et pédagogie de son expertise, m'orientant dans un esprit critique et constructif et ne cessant surtout de m'encourager. Son support fut absolument essentiel.

Je ne saurai passer sous silence ici les conseils avisés, ainsi que les encouragements sincères, de Philippe Bridot - ingénieur dans la société Alcan -Tinto.

Comment ne pas citer le support stimulant de Brahim Malki, dont les larges connaissances et l'expérience approfondie dans le domaine concerné m'ont conduit sur des pistes qui m'eurent certainement échappées.

A l'Institut de la Corrosion, j'ai pu compter de même sur l'assistance sans faille de Nathalie Le Bozec dont j'ai apprécié les solides compétences et la confiance témoignée à mes travaux, qu'elle me propose de publier.

Des remerciements tout particuliers vont à Jérôme Delfosse, "patron" du contrat Sicoral et collaborateur précieux de la société EADS, ainsi qu'à Roland Oltra dont la notoriété dans ce domaine scientifique n'est plus à faire. J'ai été honoré que Monsieur Oltra assiste à mes différents exposés et m'encourage à poursuivre.

A Anna Frackiewicz, responsable de la filière Matériaux du CNAM, qui a accepté ce sujet et m'a soutenu dans ma démarche vers le diplôme d'ingénieur.

A tous nos partenaires du contrat SICORAL - EADS - l'INPG - l'ONERA - l'Institut de la corrosion - qui ont accueilli si convivialement le Béotien que j'étais... et que je suis encore !

Je ne saurai négliger le rôle des débats passionnés et brillants conseils de Jean-Marc Auger, Ingénieur de l'École des Mines de Saint-Étienne et brillant chercheur. Des moments de grâce ...

A Romain Quey, excellentissime chercheur savoyard qui partage avec moi l'amour de la montagne, des sommets. Son assistance indéfectible fut plus que précieuse pour la programmation en 'C++'.

A Alexi Bacha, mon Centralien préféré, ex-thésard de l'École des Mines, d'une intelligence et d'une humanité rares. Je n'eus pu faire sans ses conseils en mécanique des milieux continus.

A Michael Savel, ingénieur CNAM, pour son support rigoureux en reconstruction 3D.

J'adresse également des remerciements à ma collègue Prisca Levêque dont la disponibilité, notamment pour des compléments de mesures métallographiques, fut un support de plus.

Durant toutes ces années de labeur et d'abnégation, j'ai eu la chance d'avoir à mes côtés une supportrice d'excellence : mon épouse. Son amour, son soutien moral dans les moments de doute et de faiblesse furent absolument prépondérants pour la finalisation de cette entreprise ... un peu folle. Sans sa force indomptable, en particulier lorsque de maudits nuages sont venus assombrir mon travail, j'eus certainement tout lâché. Je lui redis ici tout mon amour, toute ma tendresse !

SOMMAIRE

I. PRÉSENTATION CONTEXTE.....	8
II. SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE	10
II.1 GENERALITES.....	10
II.2 CORROSION FEUILLETANTE OU EXFOLIANTE DES ALLIAGES D'ALUMINIUM	11
II.3 MESURE DE LA SENSIBILITE DES ALLIAGES AERONAUTIQUES PAR LE TEST EXCO - NORME ASTM-G34.....	19
II.5 MICROSCOPIE QUANTITATIVE	22
II.5.1 Introduction	22
II.5.2 La méthode des intercepts	22
II.5.3 Loi normale et courbe de Gauss	24
II.5.4 Ajustement d'une courbe.....	25
II.5.5 Méthode des moindres carrés.....	26
II.5.6 Fonction solveur	27
II.5.7 Visualisation périodique par la corrélation du signal	27
II.5.8 Microscopie optique et analyse d'images	28
II.7 DISCUSSION	31
III. CARACTERISTIQUES METALLURGIQUES DES ALLIAGES	32
III.1 LA COMPOSITION DES ALLIAGES.....	32
III.2 ÉTAT RHEOLOGIQUE DES ALLIAGES	33
III.3 LA MORPHOLOGIE DES ALLIAGES	35
III.4 CARACTERISATION MICROSTRUCTURALE DES ALLIAGES	35
III.4.1 Processus de quantification surfacique des paramètres	37
III.4.2 Résultats sur tous les alliages référentiels de brut	39
III.4.3 L'exposition et les caractéristiques dimensionnelles des échantillons en exposition marine	41
III.4.4 Résultats des observations	43
III.5 DISCUSSION	50
IV. CARACTERISATION DE LA CORROSION FEUILLETANTE	51
IV.1 LE DEVELOPPEMENT GENERAL DE LA TECHNIQUE : ANALYSE D'IMAGES.....	51
IV.2 APPROCHE DE LA METHODE	52
IV.3 DISCUSSION	66
IV.3.1 Résumé du cheminement 1	67
V. APPLICATION ET RESULTATS.....	67
V.1 SENSIBILITE : COURBES "SIGMA=F(NOMBRE FEUILLETS)"	68
VI. PASSAGE 2D LOCAL EN 3D	70
VI.1 VISUALISATION DES DEFAUTS DE TYPE "BLISTER"	70
VI.1.1 Résumé du cheminement 2.....	79
VI.2 ÉTUDE CINÉTIQUE DE LA CORROSION EXFOLIANTE.....	79
VII. PASSAGE DE 2D EN 3D SURFACIQUE GÉNÉRALISÉE.....	82

VII.1 APPROCHE	82
VII.2 APPROCHE QUANTITATIVE DES COTATIONS DE LA NORME G34	89
VII.2.1 Résumé du cheminement 3.....	100
VII.3 DISCUSSION.....	101
VIII. ABRASION CONTROLEE ET RECONSTITUTION EN 3D DE LA CORROSION INTERGRANULAIRE ET "BLISTANTE"	103
VIII.1 OBJECTIFS.....	103
VIII.2 DESCRIPTION DE LA TECHNIQUE DE CARACTERISATION 3D	105
VIII.3 DESCRIPTION DE LA METHODE	108
VIII.4 RESULTATS 2D & 3D	111
VIII.5 DISCUSSION.....	114
VIII.5.1 Résumé du cheminement 4.....	115
IX. CONCLUSIONS GENERALES	115
X. PERSPECTIVES	118
XI. RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES	119
XII. INDEX FIGURES.....	121
XIII. INDEX TABLEAUX	127
XIV. PROGRAMMES INFORMATIQUES	130
XIV. 1 TRANSPOSITION DES DONNEES EN C++.....	130
XIV. 2 AMPLIFICATION DU SIGNAL PAR TRANSLATION DES DONNEES.....	131
XIV. 3 DEPLACEMENT DU CADRE D'ANALYSE D'IMAGE EN C++.....	132
XIV. 4 FENETRE GLISSANTE D'ANALYSE D'IMAGE EN C++.....	134
XIV. 5 GENERALISATION DES DEFAUTS EN 3D EN C++	136
XIV. 6 GENERALISATION DES DEFAUTS PIQRANTS EN 3D EN C++.....	141
XIV. 7 SCRIPTS GNU PLOT 2D 3D "APPROCHE DE LA NORME G34"	145
XV. ANNEXES.....	148
XVI. LEXIQUE	152
XVII. RÉSUMÉ BILINGUE.....	160

I. PRÉSENTATION CONTEXTE

L'exposition répétée des structures aéronautiques à des environnements agressifs génère une altération des systèmes de protection, laquelle conduit progressivement à un endommagement en corrosion de la structure des avions. Cette dégradation peut venir affecter la tenue mécanique de la structure et menacer son intégrité.

Sans la maîtrise de l'évolution et de la nocivité du défaut de corrosion, la structure fait l'objet d'une maintenance d'envergure en vertu du principe de précaution. Les défauts alors détectés doivent être impérativement éliminés.

Mais cette approche est particulièrement onéreuse. Dans le secteur aéronautique, la corrosion représente encore plus de 20 % des charges de maintenance, et 60 % des coûts de réparation et remplacement des pièces, et ce en dépit des travaux d'optimisation des alliages, des gammes de protection de conception des assemblages visant à combattre la corrosion.

L'incapacité à anticiper la corrosion implique des opérations d'entretien non planifiées susceptibles d'atteindre jusqu'à 50 % des charges totales de maintenance.

La mise au point d'une approche inédite de la corrosion - suivant un concept de tolérance aux dommages de corrosion par la maîtrise des défauts, via la surveillance, l'anticipation, la prévision, le mode et la vitesse de propagation, la prédiction de la nocivité et la caractérisation des défauts - peut optimiser efficacement cette problématique.

Ce type de corrosion s'initiant en corrosion intergranulaire et se propageant en corrosion "intergranulaire" ou en corrosion "feuilletante" est extrêmement redouté en service. Difficilement détectable et réparable, une telle corrosion a fait l'objet de nombre d'études phénoménologiques. Cependant, la quantification et la modélisation cinétique de cet endommagement restent à faire en raison de la complexité des microstructures concernées et, probablement, d'effets de synergie entre plusieurs mécanismes élémentaires. C'est la forme de corrosion la plus répandue en service.

Deux thématiques distinctes sont mises en œuvre.

La première est l'allègement des structures aéronautiques par le truchement d'alliages Al Cu Li pour la peau du fuselage, et d'alliages 7xxx à forte teneur en zinc pour certains composants de la voilure.

La maîtrise des mécanismes de corrosion permet de valider les modifications envisagées aujourd'hui dans l'usage de ces alliages. On prévoit en effet d'exploiter les alliages AlCuLi sans protection cathodique par placage. De même, l'utilisation d'alliages 7xxx plus résistants en corrosion doit pouvoir s'accompagner d'un assouplissement des degrés d'exigence concernant le niveau de protection du traitement de surface - ce qui impliquerait un allègement des mesures protectrices.

La seconde thématique du projet est la simulation numérique des matériaux pour aboutir à une approche rationnelle des phénomènes de corrosion par le développement d'outils numériques. Ceux-ci seraient capables de « prédire » le comportement d'alliages d'aluminium au regard des modes d'amorçage et de propagation, comme de la cinétique de propagation.

Dans le cadre de l'étude suivante, nous nous sommes efforcés d'analyser et d'acquérir des connaissances relatives à l'amorçage, la trajectoire et la morphologie de la corrosion feuilletante.

Nous avons donc travaillé sur trois alliages d'aluminium fournis par la société ALCAN : *primo* un alliage Al-Li nouvelle génération, *secundo* un alliage 7xxx à haute teneur en Zn, et *tertio* l'alliage 2024, matériau de référence largement présent depuis 30 ans dans les structures aéronautiques en raison de son appréciable résistance en fatigue.

Ces alliages ont été testés sur plusieurs sites d'exposition marine. Il s'agissait de visualiser macroscopiquement et microscopiquement leur sensibilité aux corrosions feuilletante et intergranulaire. Nous avons complété notre étude par des essais sur des éprouvettes soumises à l'immersion dans une solution aqueuse selon **la norme ASTM G34**.

La méthode d'évaluation de la susceptibilité à la corrosion feuilletante passe par des photographies suivant la norme G34 - c'est-à-dire une cotation visuelle dépendante de l'opérateur. Il nous a alors paru intéressant d'implémenter une procédure de caractérisation pour extrapoler le défaut en 2D puis en 3D, cette procédure étant moins fortement soumise à la subjectivité de l'opérateur : une alternative à la quantification de la corrosion feuilletante.

On trouvera dans ce mémoire une synthèse bibliographique permettant d'introduire des notions générales sur les alliages d'aluminium et la corrosion feuilletante.

Un chapitre sera dédié à l'aspect métallurgique et métallographique des alliages concernés en évoquant différents types de traitement thermique et les analyses relatives à l'aspect morphologique.

Nous entrerons dans le vif du sujet en décrivant une méthode de caractérisation des défauts de type " blister " : méthode locale à extrapoler en méthode générale " les caractéristiques et le développement de l'abrasion 3D et reconstruction d'images ".

Un chapitre sera enfin dédié aux résultats, conclusions et perspectives.

II. Synthèse bibliographique

Il s'agit d'introduire en l'occurrence un certain nombre de notions générales nécessaires à la compréhension du manuscrit, et de résumer l'état actuel des connaissances sur les alliages d'aluminium et de leur corrosion feuilletante.

II.1 Généralités

L'aluminium est un élément chimique de symbole Al et de numéro 13 dans le tableau de la classification périodique des éléments. C'est le troisième élément le plus abondant de la croûte terrestre (8 % de la masse), après l'oxygène et le silicium. Il est léger, sa masse volumique étant égale à 2700 kg.m^{-3} (fer = 7874 kg.m^{-3} .)

Sa température de fusion étant égale à $660,3 \text{ }^\circ\text{C}$, ce ci lui confère une aptitude non négligeable au recyclage. L'aluminium est présent sous forme d'oxyde dans un minerai (la bauxite) qui contient de l'alumine - Al_2O_3 -. Son extraction est réalisée par électrolyse.

La production d'une tonne d'aluminium requiert quatre à cinq tonnes de bauxite. Elle nécessite entre 13 000 et 17 000 kWh. Le recyclage d'une (1) tonne d'aluminium permet d'économiser quatre (4) tonnes de bauxite. La production mondiale d'aluminium secondaire à partir du recyclage a atteint 7,6 Mt en 2005, soit 20 % de sa production totale. En 2006, les producteurs leaders du marché étaient Rio Tinto Alcan, Rusal, Alcoa, Hydro Al, Chalco.

Les principales applications de l'aluminium sont le transport (25 %), le bâtiment (21 %), l'emballage (21 %), l'équipement électrique (9 %) et mécanique (7 %). Le choix des matériaux résulte habituellement d'un compromis de propriétés.

La résistance à la corrosion est une propriété prépondérante dans le cas des aluminiums. Pour les alliages aéronautiques, d'autres paramètres interviennent tels la densité, le module de Young et la tenue en fatigue.

Il n'en demeure pas moins que la bonne résistance à la corrosion de l'aluminium est un paramètre apprécié dans la plupart des applications.

II.2 Corrosion feuilletante ou exfoliante des alliages d'aluminium

S'il ne s'agit pas pour nous de décrire l'ensemble des mécanismes variés des types de corrosion de l'aluminium, il s'agit bien plutôt de synthétiser les caractéristiques majeures du matériau face à des milieux supposés agressifs.

L'aluminium est un métal très oxydable. Le potentiel du couple Al^{3+}/Al par rapport à l'Electrode Normale à Hydrogène (ENH) est de -1,66V. Le diagramme d'Ellingham nous révèle la forte réactivité de l'aluminium au contact de l'oxygène au travers de son enthalpie libre de réaction (cf. Fig. 1). Dans un milieu oxydant, un film passif recouvre instantanément la surface du métal.

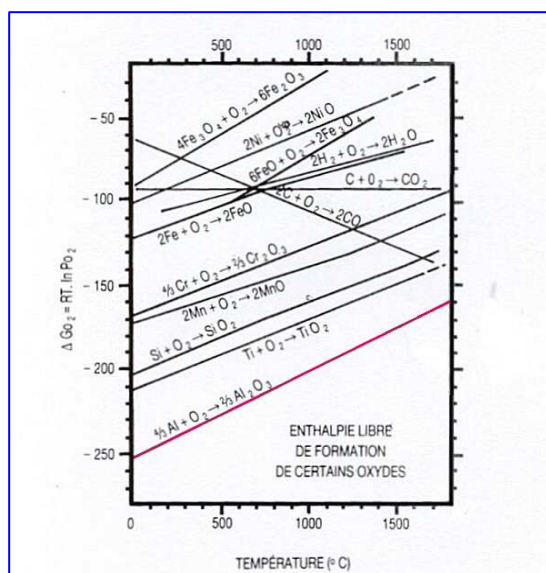


Figure 1 - Enthalpie libre de formation de certains oxydes. [15]

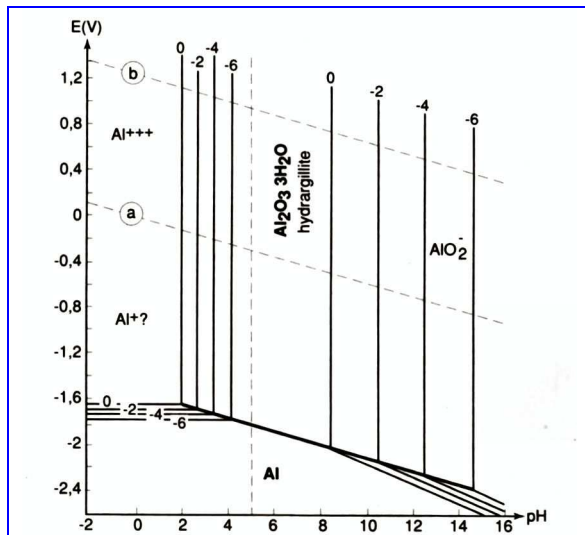


Figure 2 - Diagramme de Pourbaix du système Al - H₂O à 25°C. [16]

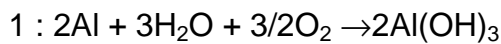
Ce film est composé de types d'oxydes très divers, suivant le pH et la nature de l'électrolyte. La couche interne est composée d'oxyde anhydre Al₂O₃ très compact, elle est peu conductrice. L'épaisseur est de l'ordre du nanomètre et dépend de la température.

La couche externe est composée d'oxydes hydratés Al(OH)₃, Al₂O₃α, Bœhmite Al₂O₃.H₂O, Bayérite, Hydrargillite, Al₂O₃.H₂O. Cette couche poreuse se développant en milieu humide, elle permet de réaliser un "colmatage".

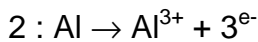
La Figure 2 présente le diagramme d'équilibre potentiel pH de l'aluminium en milieu humide (eau) à 25°C.

Le diagramme potentiel pH nous montre que le film passif est stable en solution aqueuse dans une fourchette de pH entre 4 et 9, domaine de passivation et d'immunité de l'aluminium. Par contre, elle se dissout en milieu acide pH<4 pour donner des ions Al³⁺, et dans les milieux alcalins pH>9 pour donner des ions aluminates AlO₂⁻. La description du mécanisme de corrosion par piqûre est très complexe. Cependant, il est généralement admis que le mécanisme comprend deux étapes. Le déclenchement de la corrosion par piqûre est souvent lié à la présence de défauts locaux sur la surface du métal, comme des fissures dans l'oxyde ou des chlorures présents dans l'environnement. Il s'agit d'une destruction locale de la couche passive après attaque par les Cl⁻. En solution aqueuse chlorurée, les ions métalliques d'aluminium Al³⁺ réagissent comme indiqué ci-dessous.

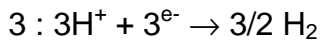
La formule globale de la réaction est :



Le passage des ions Al^{3+} en solution (oxydation) suivant la réaction :

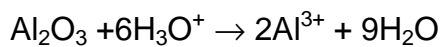


La réduction de l'hydrogène :

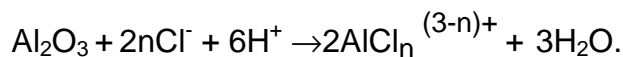


La réaction 1 est la somme des deux demi-réactions 2 & 3.

Dans le cas d'un pH acide inférieur à 4, le film d'hydroxydes amphotères se dissout selon la réaction générale :



Le matériau est mis à nu, il est sensible à la corrosion. La présence d'ions chlorures dans le milieu favorise la destruction du film passif et facilite la corrosion de l'aluminium pour des pH entre 4 et 9. Ce phénomène est caractérisé par la réaction



n étant un paramètre dépendant de la concentration en chlorures et du pH.

Les cations Al^{3+} et Cl^- forment généralement une espèce chimique intermédiaire AlCl^+ . La dissolution locale du film passif peut entraîner l'amorçage d'une piqûration (cf. Fig. 3) près des sites où le film est le plus fragile et le moins épais. L'état de surface du matériau et la présence d'impuretés jouent en l'occurrence un rôle fondamental. C'est ainsi que la présence d'un précipité intermétallique plus noble que l'aluminium génère une discontinuité du film passif. Celle-ci est propice à la mise à nu de la matrice, et peut activer un mécanisme de corrosion où le précipité joue le rôle de site cathodique (cf. Fig. 4).

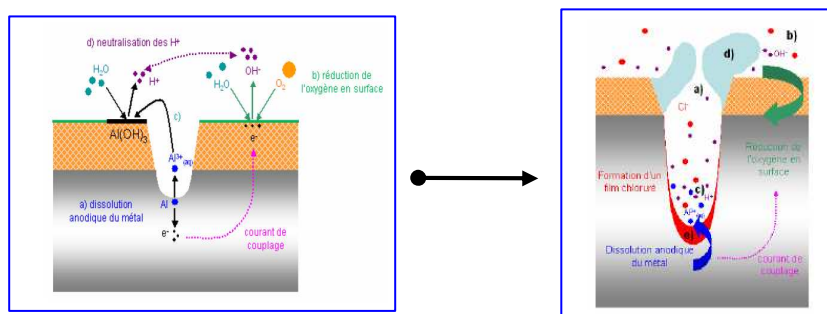


Figure 3 - Formation et propagation d'une piqûre dans un milieu Cl^- . [7]

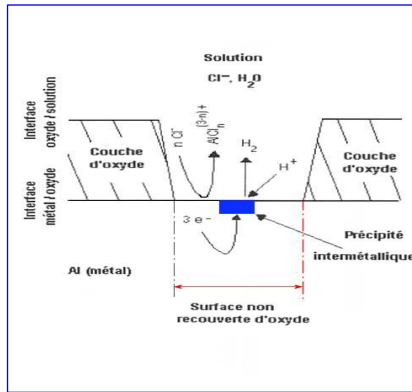


Figure 4 - Phénomène de corrosion localisée de l'aluminium en milieu chloruré en présence d'un précipité. [2]

La corrosion structurale est un mode de corrosion qui se propage dans le métal en consommant les joints de grains ou leurs zones adjacentes. Cette forme de corrosion découle de la présence aux joints de grains d'une zone anodique par rapport à la matrice en continu, généralement des précipités Al_3Mg_2 dans des alliages Al-Mg 5000. La **corrosion intergranulaire** résulte d'un couplage galvanique entre le cœur du grain et la zone anodique. Elle apparaît lorsque la différence de potentiel entre les deux phases est supérieure à 100 mV. Si le potentiel de l'échantillon est supérieur à celui de la phase la plus noble, il y a coexistence des phénomènes de corrosion intergranulaire et piqûrante (cf. Fig. 5).

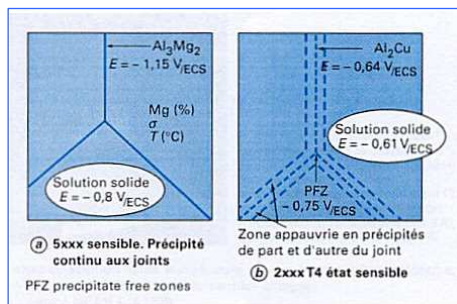


Figure 5 - Corrosion intergranulaire. [3]

La **corrosion feuilletante**, objet de notre étude, est une forme de corrosion qui envahit une multitude de plans parallèles à la surface de la pièce, ces plans d'attaque étant séparés par des feuillants de métal.

Les feuillets sont poussés hors du métal par le gonflement des produits de corrosion. Le mode de propagation de la corrosion selon ces plans parallèles à la surface séparés par des fins feuillets métalliques est intergranulaire. Les produits de corrosion formés sont plus volumineux que le métal initialement corrodé. En effet, ils déforment les feuillets et font apparaître des cloques en surface (cf. Fig. 6). Le mécanisme est généralement décrit comme une corrosion intergranulaire dirigée préférentiellement par les contraintes dues aux produits de corrosion. Nous vérifions que le phénomène se propage sous une forme intergranulaire, suivant des grains morphologiquement très allongés (cf. Fig. 7 & 9).

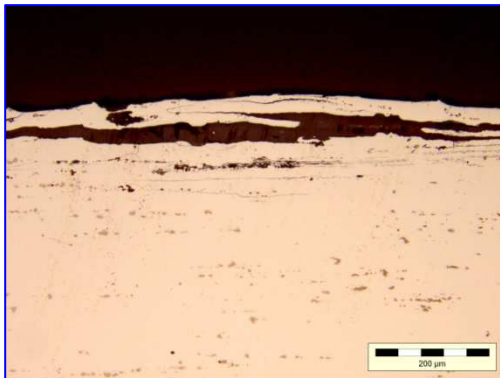


Figure 6 - Alliage 2024T3 avec un début de feuilletteuse - 1 mois d'exposition marine.

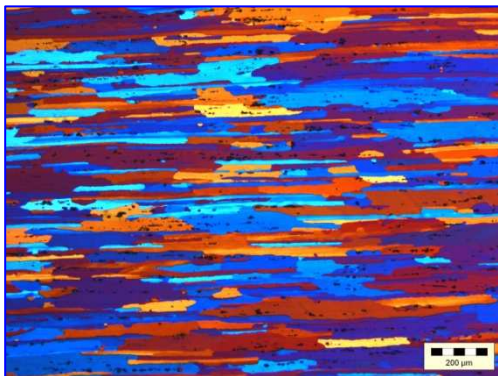


Figure 7 - Alliage 2024T3 - 1 mois d'exposition marine - structure de base en lumière polarisée.

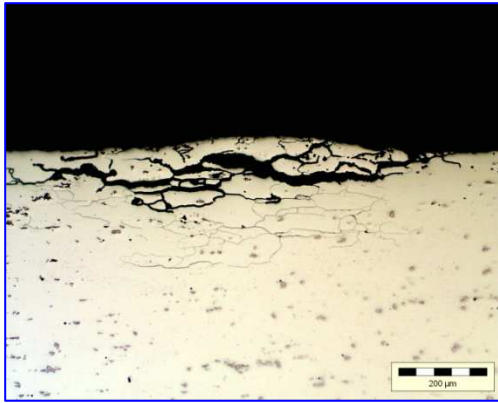


Figure 8 - Alliage 2024T3 - 6 mois d'exposition marine.

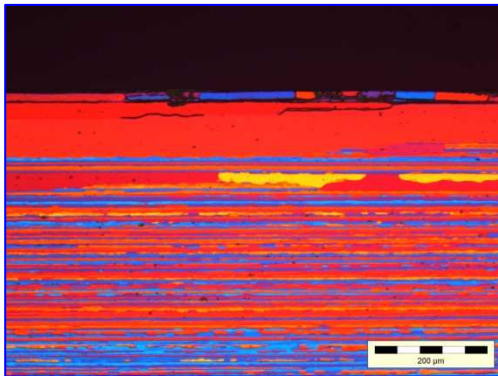


Figure 9 - Alliage 2198T3 - 1 mois d'exposition marine.

L'influence de la morphologie sur le développement de la corrosion feuilletante a été démontrée par **J. Robinson** [1]. Ce dernier a notamment montré que le rapport de la longueur des grains sur leur épaisseur est une composante déterminante. En effet, plus ce ratio (cf. Fig. 10) est élevé, plus les forces de pression exercées par les produits de corrosion sont aptes à déformer l'alliage en surface.

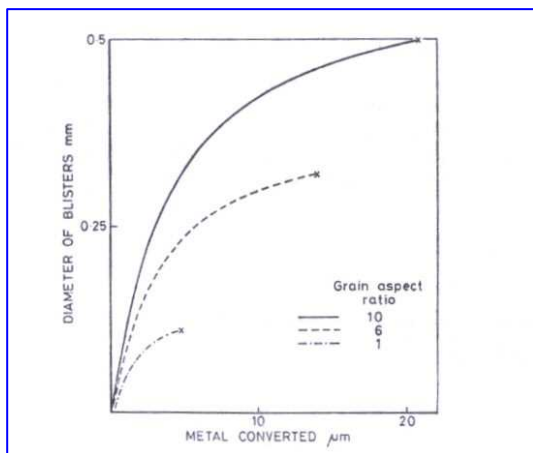


Figure 10 - Influence de la morphologie (ratio d'élongement des grains) sur la sensibilité à l'exfoliation. [1]

L'influence de la morphologie des grains de l'alliage 2198T8 (soudé par "Friction Stir Welding") sur le caractère feuilletant du métal de base par rapport au noyau soudé recristallisé est très significative (cf. Fig. 11). La structure équiaxe présente un rapport d'élongement de 1,5, celle du métal de base étant de 5. Les résultats vont dans le sens des travaux de **Robinson** [1].

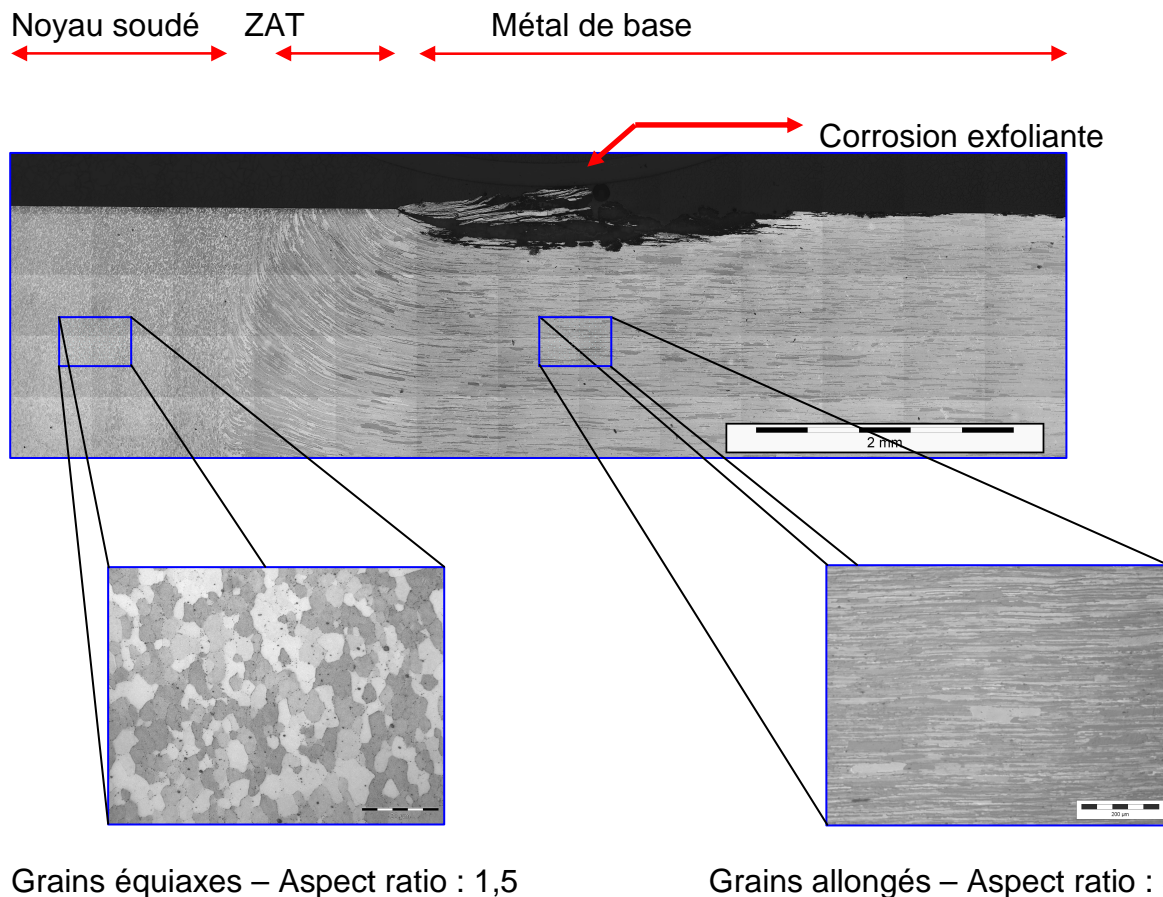


Figure 11 - Influence de la morphologie (ratio des grains) sur la sensibilité à l'exfoliation. Alliage 2198FSW 12 mois EM - EADS "Friction Stir Welding"

Selon **F. Bellanger** [2] et **M. Reboul** [3], il existe dans les alliages - à un certain stade de la cristallisation - une zone de "déplétion" en Cu proche du joint de grain (cf. Fig. 12). La déplétion provient de la précipitation consécutive de Cu. La zone appauvrie constitue une zone moins noble que la matrice, qui, en corrosion libre, se trouve polarisée anodiquement par la matrice. Ceci entraîne une corrosion accélérée de ces zones continues appauvries voisines des joints de grains, phénomène se manifestant donc comme une corrosion intergranulaire. La sensibilité à la corrosion feuilletante des alliages Al-Li-Cu-Mg et de ceux appartenant à la série 2XXX est attribuée à l'existence de cet appauvrissement en Cu.

Le modèle de propagation de la corrosion feuilletante par la présence d'une phase anodique est repris par d'autres auteurs, tels **Posada** [11]. Le rôle de la fragilisation de l'hydrogène par la formation d'hydrures de magnésium pourrait être également un facteur déterminant dans la propagation de ce type de corrosion d'après **E.Charitidou** [14].

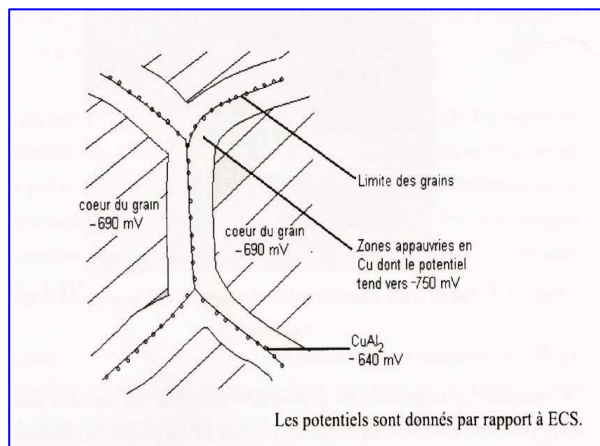


Figure 12 - Zone anodique due à une déplétion en cuivre dans une zone joint triple d'un alliage 2024. [2]

La composition des alliages et la séquence des traitements thermomécaniques permettent d'obtenir une large gamme de résistance mécanique (cf. Fig. 13). Cependant, les traitements thermiques appliqués pour améliorer les propriétés mécaniques réduisent en général la résistance à la corrosion, et notamment à la corrosion structurale d'après **Kuntz-Laguerre** [6].

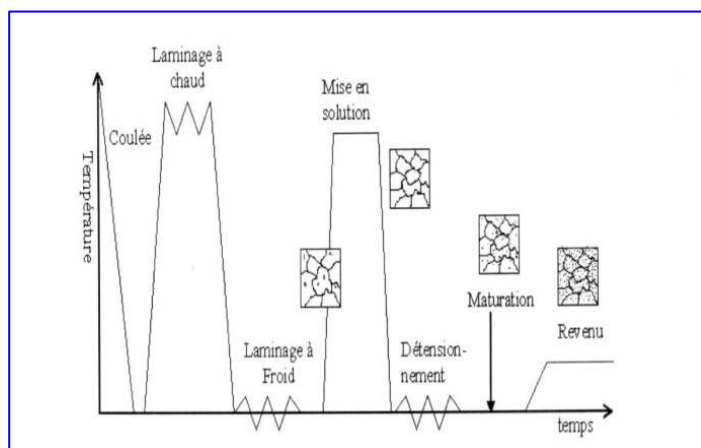


Figure 13 - Exemple de séquence de traitement thermomécanique. [5]

Suivant les états métallurgiques, désignés par la lettre T suivie d'un nombre indiquant le temps et les températures de revenu, la résistance à la corrosion structurale en sera affectée. Pendant le revenu, la dureté passe par un pic pour l'état T6 qui correspond au maximum des caractéristiques mécaniques. Les états T7 et T8 sont dénommés "sur-revenu", T3 et TAF correspondant à un état "sous-revenu". En règle générale, les alliages 2198T3, T8 - 2024T3 - 7449TAF, T7 objets de notre étude, se comportent en termes de sensibilité à la corrosion structurale, comme représenté par **T. Marlaud** [5] (cf. Fig. 14).

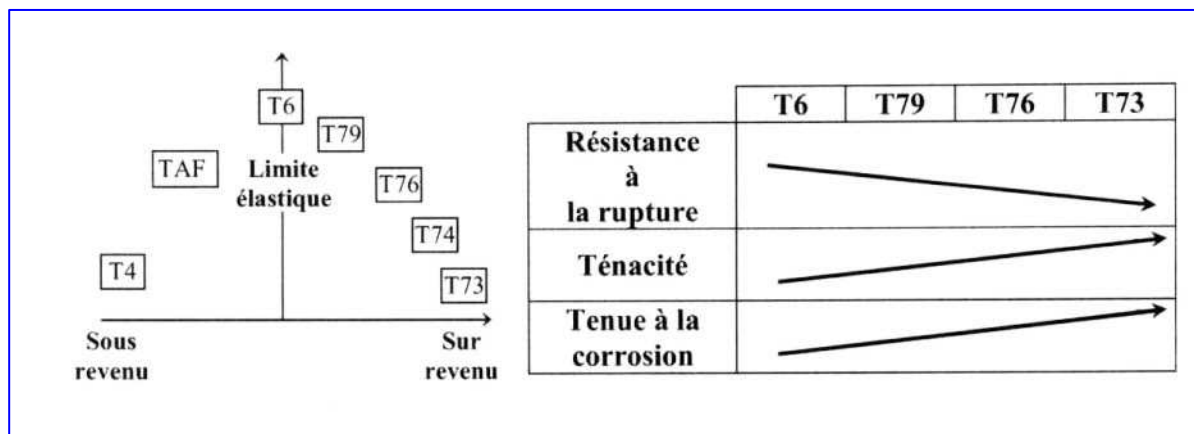


Figure 14 - Évolution classique de quelques propriétés d'alliage à durcissement structural au cours des différents traitements thermiques. [5]

II.3 Mesure de la sensibilité des alliages aéronautiques par le test EXCO - norme ASTM-G34

Pour déterminer la sensibilité des alliages d'aluminium aéronautiques à la corrosion exfoliante, des tests sont réalisés en milieu naturel (exposition marine) ou en situation artificielle accélérée en laboratoire. Les expositions en atmosphère marine constituent le test le plus proche des conditions de service, mais la durée de ces expositions doit être de plusieurs mois. Un chapitre du présent mémoire est consacré à la description des infrastructures des sites utilisées dans cette étude, et de l'instrumentation nécessaire.

En raison du coût et de la durée de ces expositions, la caractérisation de la sensibilité des matériaux se fait fréquemment par les tests accélérés en laboratoire - dont les plus usités sont les suivants :

- MASTMAASIS (*Modified Acetic Salt Intermittent Spray, ASTM G85*)
- Test EXCO (*Exfoliation Corrosion Suceptibility in 2XXX and 7XXX Serie Aluminium Alloys, ASTM G34*)

La norme G34 est la méthode standard généralisée pour tester la susceptibilité des alliages de la série 2000 et 7000 à la corrosion feuilletante. On peut l'appliquer sur un échantillon de forme quelconque susceptible d'être immergé dans la solution test, l'essai ayant lieu en paillasse sous sorbonne. Les échantillons peuvent être de formes et de tailles variées. Des dimensions de 50 par 100 mm sont néanmoins conseillées.

Cette procédure génère une corrosion exfoliante accélérée sur les échantillons d'alliage d'aluminium des séries 2000 et 7000. Elle consiste en une immersion des échantillons dans une solution contenant 4 M de chlorure de sodium, 0,5 M de nitrate de potassium et 0,1 M d'acide nitrique à 25°C. Avec les masses molaires correspondantes, ceci correspond à : 234 g de NaCl, 50 g de KNO₃ et 6,3 ml de HNO₃ (70 % en poids) dans un litre d'eau. Le pH de la solution est de 0,4.

La susceptibilité à l'exfoliation est déterminée par un examen visuel, avec une notation de la performance établie par comparaison avec des références photographiques données par la norme montrant la piquuration (cf. Fig. 15) et les quatre degrés de sévérité dans le sens exfoliant L, TL (cf. Fig. 16).

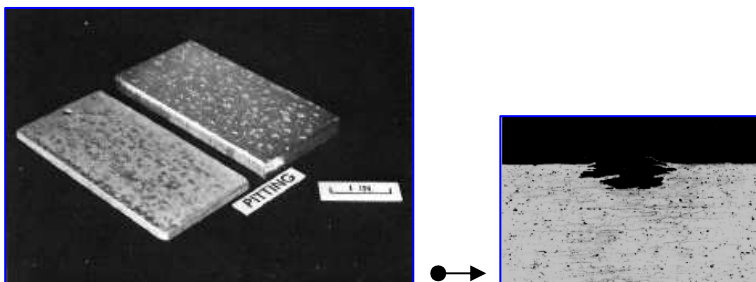


Figure 15 - Exemple de corrosion par piquûre. [5]

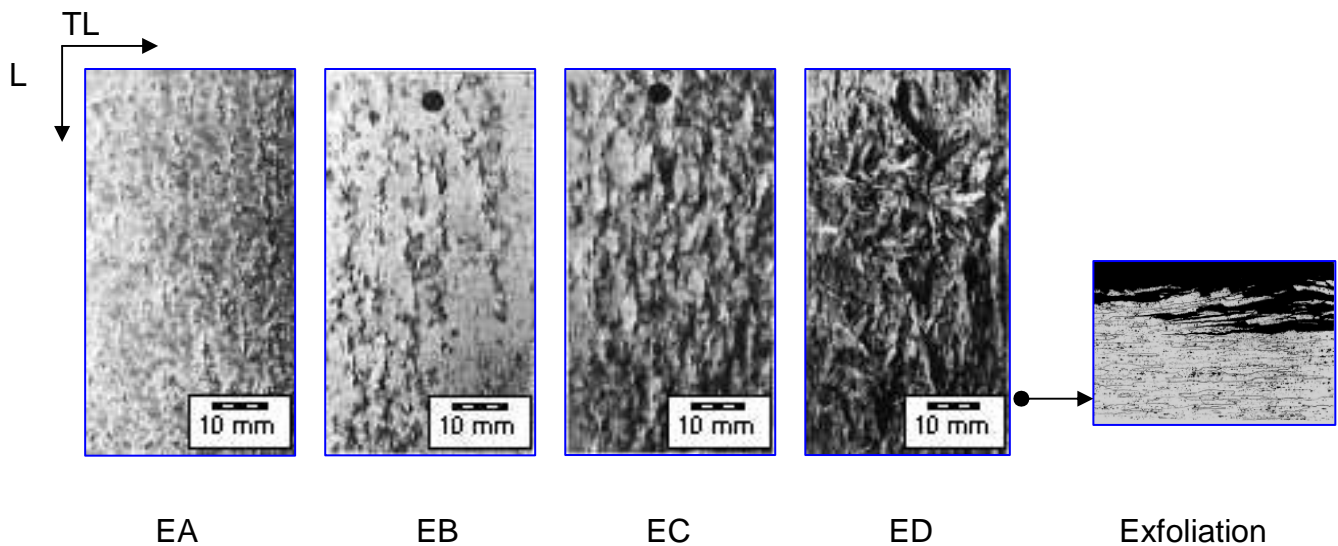


Figure 16 - Quatre degrés de sévérité de la corrosion exfoliante en surface. [5]

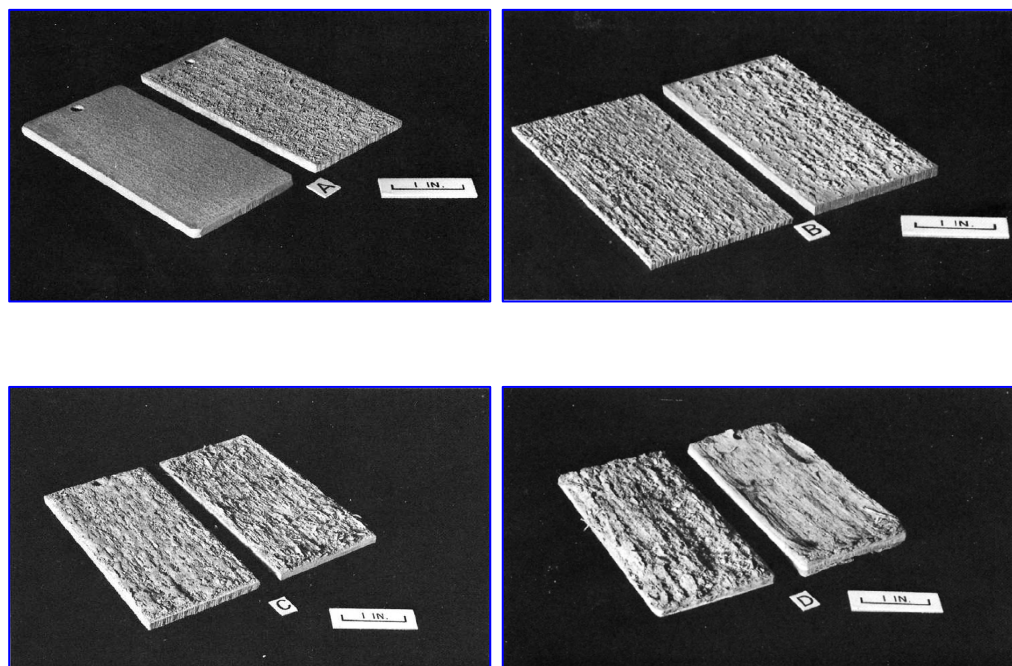


Figure 17 – Macrographies montrant les quatre degrés de sévérité dans l'épaisseur. [5]

La solution du test est très corrosive et représente les types d'environnement les plus sévères susceptibles d'être rencontrés en service, dans les zones confinées par exemple, à l'exclusion des produits inhabituels impossibles à rencontrer en milieu naturel.

On se sert de codes et classifications donnés par le tableau 1 pour la notation visuelle des spécimens corrodés (cf. Tab. 1).

Classification	Code
Pas d'attaque	N
Piqûre	P
Exfoliation	EA jusqu'à ED

Tableau 1 - Tableau des codes pour classification des alliages. [5]

On peut déclarer en conclusion de ce chapitre que le test EXCO - réalisé par observations visuelles et comparaisons avec des images tests de qualité moyenne - demeure une méthode subjective. Une alternative plus quantitative et non basée sur l'appréciation de l'opérateur est souhaitable : elle fournirait des éléments chiffrés mesurables sur l'étendue et la sévérité de la corrosion exfoliante.

II.5 Microscopie quantitative

II.5.1 Introduction

Notre caractérisation paramétrique pour le suivi de la corrosion exfoliante repose sur des outils mathématiques de description morphologique de cette corrosion. Dans ce chapitre, nous allons passer en revue ces éléments et en faire la description. Celle-ci permettra d'introduire les éléments de compréhension d'un chapitre consécutif intitulé "Principe de la méthode de caractérisation".

II.5.2 La méthode des intercepts

La méthode des intercepts en analyse d'image est une technique fondée sur la numérisation d'une image par un dispositif numérique dont les pixels sont répartis fréquemment en trame carrée suivant un axe orthonormé N_{ij} . Les objets, préalablement binarisés (couleur jaune - cf. Fig. 18), sont traversés par des lignes horizontales, verticales ou inclinées suivant un angle d'orientation. Chaque ligne se trouve à une distance identique de la suivante pour intercepter de manière régulière les objets considérés.

Les intercepts sont comptés le long des lignes d'analyse qui explorent l'image de 0 à 180°, chaque fois qu'une ligne sort de la phase analysée (cf. Fig. 18).

Selon le nombre d'intercepts et la longueur des lignes, on parvient à définir le nombre d'objets et leur taille moyenne. Cette technique est fréquemment utilisée pour la détermination de la taille de grains. Dans le cadre de notre étude, nous avons employé un module algorithmique d'intercept avec lequel nous sommes parvenus à récupérer les coordonnées des points d'intersection (intercepts) et les nombres de feuillets interceptés. Les défauts ont fait l'objet d'un seuillage visant à favoriser la détection. C'est avec ces coordonnées que nous pouvons représenter sous forme de courbe le défaut exfoliant mono-feuillet (cf. Fig. 19) et multi-feuillets (cf. Fig. 20).

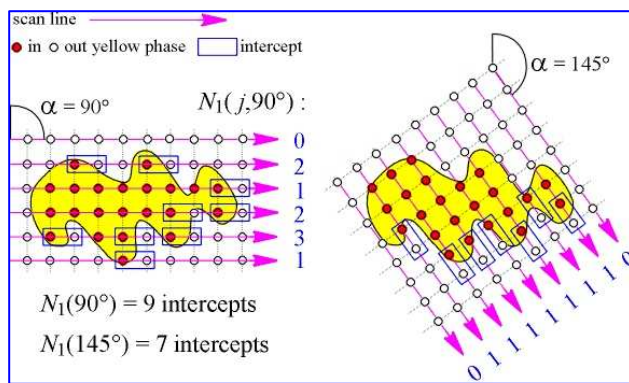


Figure 18 - Méthode des intercepts.

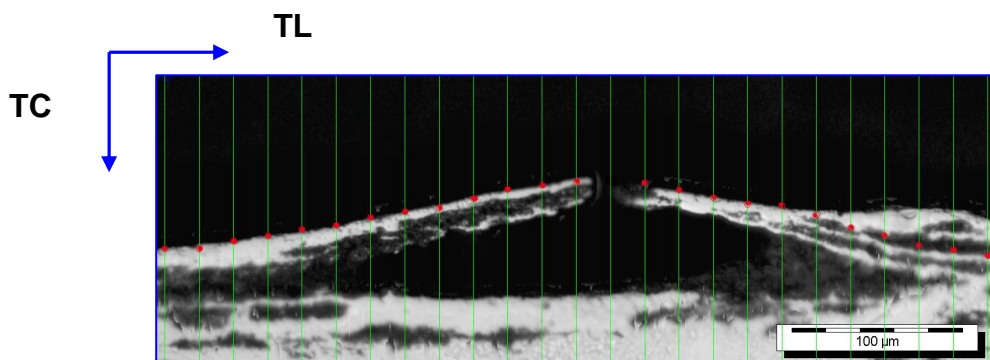


Figure 19 - Alliage 2198T8 6 mois exposition marine EADS - Île du Pilier. Intercept sur mono-feuillet

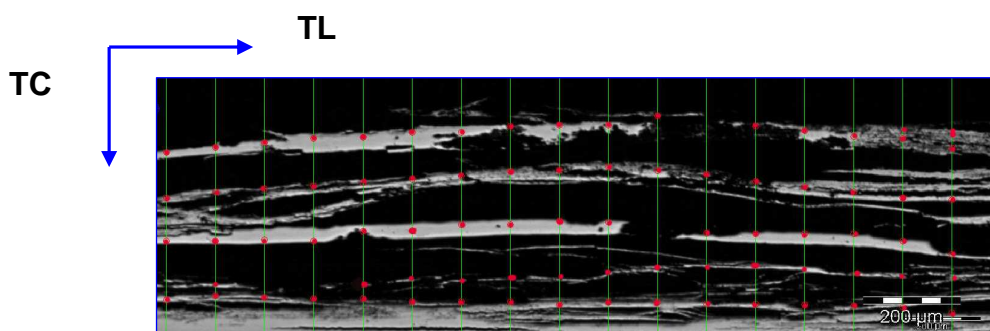


Figure 20 - Alliage 2198T3 6 mois exposition marine EADS - Île du Pilier. Intercept sur multi-feuillets.

II.5.3 Loi normale et courbe de Gauss

La loi normale est l'une des principales distributions de probabilité. Introduite en 1733 par le mathématicien Abraham de Moivre, elle fut appliquée pour approcher des probabilités liées à des variables aléatoires binomiales présentant un paramètre n très grand. Gauss la mit en évidence au XIXème siècle, la loi normale permettant de modéliser quantité d'études biométriques. La courbe décrivant sa densité de probabilité est dite "courbe en cloche" ou encore "courbe de Gauss" (cf. Fig. 21). La fonction gaussienne est une fonction en exponentielle de l'opposé du carré de l'abscisse. La fonction dont nous userons est définie par la formule suivante :

$$f(x) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{(x-\mu)^2}{2\sigma^2}}$$

Équation (1)

Où : μ = espérance ou paramètre de positionnement

σ = écart -type

La largeur à mi-hauteur H est égale :

$$H = \left(2\sqrt{2\ln(2)}\right)\sigma \simeq 2,3548\sigma$$

Équation (2)

La demi-largeur à mi-hauteur vaut :

$$\frac{H}{2} \simeq 1,178\sigma$$

Équation (3)

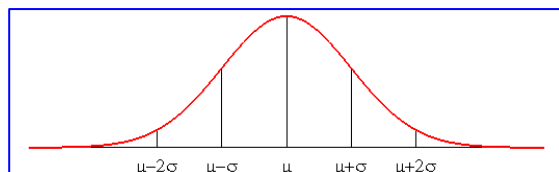


Figure 21 - Forme caractéristique de la courbe de Gauss.

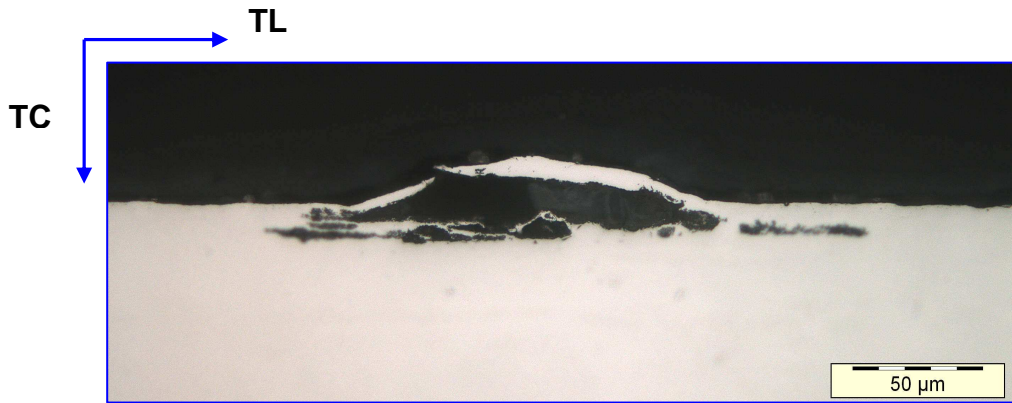


Figure 22 - Alliage 2198T8 1 mois exposition marine Brest - Institut de la corrosion.

La loi normale de distribution ne nous intéresse pas ici en tant que loi de probabilité. En revanche, sa forme en cloche rappelle les blisters exfoliants que nous exploiterons (cf. Fig. 22). Comme nous le constatons dans son expression analytique, cette fonction est définie par deux paramètres constants : μ et σ . La variation du paramètre sigma influe sur le profil de la courbe et contribue à caractériser la forme du défaut. Le paramètre μ sert à centrer la courbe sur des coordonnées préalablement fixées par analyse d'image : elles correspondront au siège des points d'amorçage de la corrosion feuilletante. Ces deux paramètres vont jouer un rôle crucial dans la suite de nos travaux. L'évolution de ces paramètres va permettre d'une part de suivre l'évolution de la corrosion feuilletante en fonction des alliages, d'autre part de reconstruire des profils de "blisters" selon des valeurs expérimentales fixées à partir des expositions marines.

Un troisième paramètre capital sera le facteur d'ajustement "s", permettant de s'affranchir de la limite posée par la valeur de l'intégrale égale à 1.

II.5.4 Ajustement d'une courbe

Dans le paragraphe précédent, nous avons examiné l'expression de la courbe gaussienne "en forme de cloche". Nous avons évoqué également sa ressemblance avec des défauts "blistériens". L'idée générale vise à ajuster la courbe du défaut feuilletant définie par la méthode des intercepts par une loi normale de distribution (courbe évoquée au chapitre II.5.3).

La régression de courbe est une technique d'analyse d'une courbe expérimentale visant à sélectionner une fonction mathématique de forme a priori similaire à l'expérience, et d'ajuster les paramètres de cette fonction pour se rapprocher de la courbe mesurée. L'aspect morphologique des défauts initiaux sur l'alliage d'aluminium 2198T8 approchant la forme en cloche, nous avons adopté l'idée du "fitting". Nous nous sommes servis de la méthode classique, ce qui veut dire que nous avons une fonction f avec n paramètre p^1, p^2, \dots, P^n reliant l'abscisse x à l'ordonnée y , comme suit :

$y = f(p^1, p^2, \dots, P^n, x)$ que l'on compare aux points m expérimentaux $[(x_1, y_1^{\text{exp}}), (x_2, y_2^{\text{exp}}), \dots, (x_m, y_m^{\text{exp}})]$. L'écart entre les points de la fonction théorique et les points expérimentaux est réduit par la méthode des moindres carrés et optimisé par la fonction solveur d'Excel Microsoft.

II.5.5 Méthode des moindres carrés

La méthode des moindres carrés à laquelle nous aurons recours permet de comparer des données expérimentales avec un modèle mathématique, lequel doit décrire ces données. Dans notre étude, il s'agira de la courbe de Gauss.

Le but est de minimiser l'écart des mesures expérimentales et des points caractérisant la courbe de Gauss. Cette procédure consiste en une prescription selon laquelle la fonction $f(x, \theta)$ - qui décrit les données de façon optimale - est celle qui minimise la somme quadratique des déviations des mesures aux prédictions de $f(x, \theta)$. Si nous disposons de N mesures $(y_i)_{i=1, N}$, les paramètres θ optimaux, au sens de la méthode des moindres carrés, sont ceux qui minimisent la quantité.

$$S(\theta) = \sum_{i=1}^N (y_i - f(x_i; \theta))^2 = \sum_{i=1}^N r_i^2(\theta)$$

Équation (4)

où les $r_i(\theta)$ sont les résidus du modèle, à savoir les écarts entre les points de mesures y_i le modèle $f(x, \theta)$. $S(\theta)$ pouvant être considéré comme une mesure de la norme entre les données expérimentales et le modèle théorique prédisant ces données.

II.5.6 Fonction solveur

Pour optimiser les écarts entre les points de mesures y_i et le modèle $f(x,\theta)$, c'est-à-dire entre la courbe représentant les blisters et la gaussienne, nous emploierons la fonction *Solveur* du logiciel Excel de Microsoft. Cette fonction est un outil d'optimisation algorithmique qui réduit l'écart entre les ordonnées de la courbe et la fonction d'ajustement, en lui prêtant des contraintes sur des cellules variables, à l'image de celles qui somment les valeurs des moindres carrés. En agissant par itération sur σ , caractérisant la forme de la courbe et μ son positionnement, pour minimiser la somme des moindres carrés, elle réduit l'écart entre le profil des "blisters" et la gaussienne. Cette fonction très puissante est l'action finale de notre optimisation.

II.5.7 Visualisation périodique par la corrélation du signal

Pour décrire la méthode de caractérisation des défauts suivant TL/TC, nous montrons la possibilité de déterminer un pas d'abrasion suivant le sens de laminage, à partir d'un balayage surfacique de la tôle au moyen d'un cadre d'analyse dans la direction L/TL - sens de la flèche - (cf. Fig. 24).

L'acquisition surfacique et la détermination des coordonnées des défauts s'effectuent par seuillage. On peut tracer la courbe "pourcentage surfacique=f(distance du bord)". Afin d'accentuer l'amplitude du pourcentage surfacique, nous avons usé de la technique de "superposition de signaux". La position est caractérisée par le cadre fictif se déplaçant sur l'échantillon. Le paramètre "valeur" incarne le pourcentage surfacique de la corrosion définie par seuillage (cf. Tab. 2).

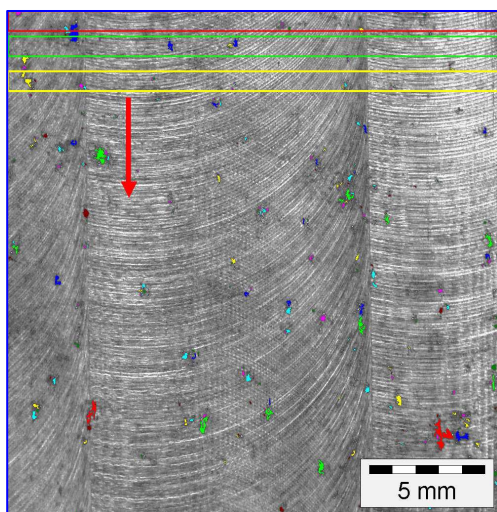


Figure 24 - Tôle d'aluminium 2198T8 1 mois Exposition Marine - Île du Pilier.

Un exemple sous forme de tableau est présenté à la fin de ce paragraphe. La cellule "position" donne la position de la valeur, tandis que la cellule valeur décalée prend la valeur de la position (X+1). On réalise le produit de la valeur et de la valeur décalée pour tous les N, en vue de sommer subséquemment la valeur des points suivant l'expression :

$$I = f(d) = \sum_{x=0}^{N-1} y(x) \times y(x+1)$$

Équation (5)

où

x = position

y(x) = valeur

y(x+1) = valeur décalée

On constate une amplification de l'altitude de la période (cf. Fig. 23).

Position	Valeur	Valeur décalée	Produit
0	1	2	2
1	2	1	2
2	1	1	1
3	1	3	3
4	3	1	3
5	1	1	1
6	1	2	2
7	2	1	2
8	1	1	1
9	1	3	3
10	3	1	3
11	1	1	1
12	1	2	2
13	2	1	2
14	1	1	1
15	1	3	3
16	3	1	3
17	1	1	1
Somme			36

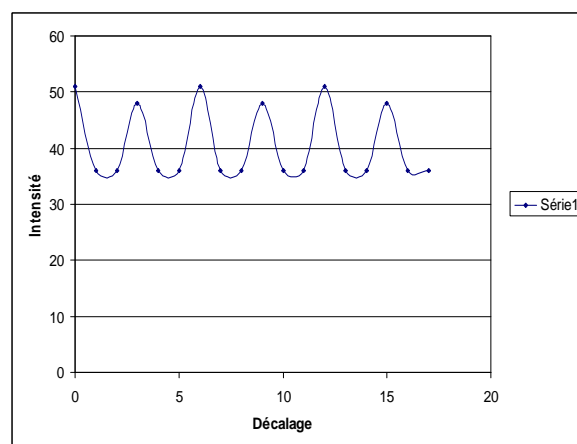


Tableau 2 - Valeurs corrélation du signal. **Figure 23** - Courbe I=f(d).

Cette technique nous permettra de maximiser les zones de défauts afin de nous autoriser à fixer un pas d'abrasion du sens L/TL.

II.5.8 Microscopie optique et analyse d'images

La microscopie optique a été retenue pour l'observation et l'acquisition des défauts, l'analyse d'image pour la caractérisation de la corrosion intergranulaire et feuilletante.

Le champ d'observation d'un microscope est défini par :

$$D = \frac{IC}{G}$$

où IC = indice de champ

G = grossissement,

ce qui correspond à des champs d'observation dans l'oculaire (cf. Tab. 3).

Grossissement des objectifs	Ø du champ d'observation en mm	Profondeur de champ en µm
X5	5,3	12,22
X10	2,7	3,06
X20	1,3	1,30
X50	0,53	0,43
X100	0,27	0,30

Tableau 3 - Caractéristiques du microscope.

Le pouvoir séparateur est donné par :

$$\varepsilon = 0,61 \times \frac{\lambda}{N.A}$$

Équation (6)

Avec

$$N.A = n \times \sin \theta$$

Où

N.A = ouverture numérique

n = indice du milieu

θ = demi-angle au sommet du cône d'observation

Pour un objectif x100, une ouverture numérique N.A = 0.95 et une longueur d'onde $\lambda = 0,55 \mu\text{m}$, le pouvoir séparateur vaut $0,35 \mu\text{m}$.

Sur un alliage 2198T3, le défaut moyen est de $190 \mu\text{m}^2$ en surface et $300 \mu\text{m}$ de diamètre moyen après un mois d'exposition marine. La taille de ces défauts est compatible avec le dispositif d'observation. De même pour la corrosion intergranulaire où la profondeur maximale atteint $300 \mu\text{m}$. Pour des stades de corrosion feuilletante plus avancés, présentant des défauts millimétriques, nous avons procédé à des reconstitutions d'images au moyen d'une platine motorisée - comme nous l'étudierons dans un chapitre ultérieur.

Toute la quantification surfacique des paramètres peut ainsi être réalisée sur des surfaces d'envergure, de l'ordre de 300 mm². L'intérêt est de pouvoir récolter des informations surfaciques (*densité, position des piqûres d'amorçage de la corrosion, pourcentages surfaciques*), ainsi que des mesures interactives en général via la technique d'analyse d'images.

La métallographie est un moyen de visualiser de manière optimale les défauts de la corrosion feuilletante, la plupart des travaux cités dans ce mémoire se référant à des acquisitions métallographiques par microscopie. Si certaines études sur la corrosion se sont servies de coupes métallographiques et de la microscopie optique pour tenter de caractériser la profondeur des défauts exfoliants, il n'a jamais été proposé de passer de la 2D à la 3D à partir des micrographies. La tomographie X à haute résolution permet une caractérisation 3D "directe". Cette technique combine un très grand nombre de radiographies, chacune étant réalisée pour un angle différent de l'échantillon par rapport aux rayons X et à un détecteur fixe. Sa résolution spatiale est de l'ordre de 1 µm. Pour une seule image 3D, il faut acquérir un nombre de radiosopies de l'ordre du millier, ce qui implique l'observation d'un nombre réduit d'échantillons. L'infrastructure du dispositif est lourde et coûteuse, à la différence d'un microscope optique. Le volume d'observation reste faible et le temps d'acquisition standard n'excède pas 30 minutes pour une taille de faisceau de 1x1,5 mm. Il est très difficile de dissocier la matrice des joints de grains.

Des méthodes d'analyses d'images réalisées par l'équipe **J.W.J Silva** [12] ont démontré le caractère morphologique des piqûrations sur le 2024T3 en milieu Cl⁻. Ces défauts ont fait l'objet d'une procédure de traitements morphologiques spécifiques avec des filtres de convolutions et binaires, mais ladite équipe n'a pas employé cette procédure pour décrire la corrosion feuilletante. **E. Charidou** [14] identifie quatre types de piège à hydrogène dans l'alliage 2024, dans la solution de type EXCO. Cette hydrogénation dépend de la durée d'exposition dans la solution corrodante. Selon l'auteur, la présence d'hydrogène peut faciliter la corrosion intergranulaire et la corrosion exfoliante par formation d'hydrures de magnésium. Il n'évoque pourtant pas l'influence sur la morphologie de l'exfoliation. L'équipe de **J. W. M. Spicer** [13] montre les possibilités obtenues à partir de la technique d'évaluation non destructive **thermographique**.

Elle présente les résultats atteints "en termes de zones de chaleur " sur un alliage 2024T3 exposé à la solution de la norme G34, pour un alliage corrodé "avec et sans produits de corrosion" et un alliage jamais corrodé. La technique paraît attractive pour détecter les zones suspectes en surface, bien que la variation des flux de chaleur ne permette pas de reconstituer la morphologie du défaut en 3D.

Chez Alcan-Rio Tinto, une technique de mesure de la corrosion par piqûre repose sur le rayonnement X et l'analyse d'image. Une cale-étalon à gradins placée près de l'échantillon piqûré est photographiée par rayonnement X. On calibre le niveau de gris de la couleur des tâches en épaisseur équivalente de métal pour mesurer la profondeur des piqûres. On procède ensuite à un calibrage préliminaire de la couleur des tâches avec une cale à gradins du même alliage et de la même épaisseur que l'échantillon. L'image de la cale à gradins sert à réaliser une courbe d'étalonnage en niveaux de gris et en épaisseur équivalente, les profondeurs de piqûres étant mesurées à l'aide de cette courbe d'étalonnage. Cette technique se limite cependant aux mesures sur feuilles minces de 0,3 à 5 mm. Pour les produits plus épais ou des formes d'échantillons plus complexes, on a toujours recours à la microscopie optique. D'autres techniques sont mises en œuvre, telles la spectroscopie d'impédance électrochimique et la mesure du bruit électrochimique - chacune ayant ses limites. Si la spectroscopie d'impédance ne permet pas de différencier la corrosion intergranulaire de la corrosion feuilletante, la mesure du bruit électrochimique parvient à caractériser les processus de corrosion sans fournir de cartographie du phénomène.

II.7 Discussion

Nous pouvons constater dans ce chapitre bibliographique qu'il existe peu de travaux traitant de la caractérisation de la seule corrosion feuilletante. Des procédures de détermination de la profondeur de corrosion par piqûre ont été développées par ALCAN. Elles donnent des résultats probants sur des tôles de faible épaisseur, mais ne caractérisent pas la corrosion feuilletante. Des méthodes d'analyses d'images [12] ont révélé le caractère morphologique de la piqûration sur le 2024T3 en milieu Cl⁻. La procédure de traitements morphologiques [13] spécifiques avec des filtres de convolutions et des filtres binaires n'a pas été employée pour décrire la corrosion feuilletante.

Des techniques d'évaluation thermographique permettent de détecter des zones suspectes, mais on ne peut pas les reconstituer en 3D. Des processus électrochimiques ou par rayonnement X impliquent des techniques relativement lourdes, avec des résultats moins visuels que la microscopie optique. Seules les coupes micrographiques permettent de décrire avec fiabilité le mode de corrosion développé. Cependant, cette méthode ne fixe pas la profondeur maximale de corrosion et ne rend pas compte de la surface entière du matériau [6]. Il serait donc intéressant de mettre au point une méthode de quantification à la fois moins subjective que l'observation visuelle (test G34) et moins locale qu'un examen micrographique. Tel est l'objet de ce travail.

A partir d'échantillons d'alliages d'aluminium exposés en atmosphère marine, nous nous sommes efforcés de perfectionner la technique d'observation optique. Nous avons développé une méthode qui s'applique à la surface globale, la tranche des échantillons et leur densité de piqûration (stade initial de la corrosion feuilletante). Puis, de la représentation locale, nous sommes passés à la représentation générale. Avant de décrire cette méthode et les résultats obtenus, nous décrivons dans le chapitre suivant les caractéristiques des alliages examinés.

III. Caractéristiques métallurgiques des alliages

III.1 La composition des alliages

Les alliages de notre étude ont été fournis par ALCAN, trois références spécifiques étant mises à notre disposition :

- 2024 T351 (brut de trempe et détensionné), considéré comme alliage de référence dans cette étude en raison de sa sensibilité bien connue à la corrosion feuilletante.
- un alliage nouvelle génération enrichi en Li, le 2198 dans les états T3 (sous-revenu) et T8 (sur-revenu).
- un alliage fortement chargé en Zn, le 7449 dans deux états de revenu : T6151 et T7X.

Les trois alliages sont à durcissement structural. Le tableau 4 donne la composition des alliages fournis par ALCAN. Le tableau 5 détaille les séquences de traitements thermiques pour chaque nuance.

Alliages	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Ni	Zn	Ti	Zr	Pb	Li	Ag
2024	0,087	0,20	4,1	0,488	1,3	0,019	0,009	0,242	0,028	0,009	0,006		
2198	0,030	0,04	3,4	0,010	0,310	0,010	0,01	0,02	0,02	0,107		0,94	0,33
7449	0,049	0,07	1,86	0,004	2,125	0,001	0,001	8,375	0,023	0,111	0,000		

Tableau 4 – Composition des alliages.

III.2 État rhéologique des alliages

Alliage	Désignation	Traitement thermique	Détails du traitement thermique
2024	T351	industriel	
2198	T3 Etat sous revenu	laboratoire	Retrempé en laboratoire : mise en solution à 505°C pendant 1h = trempe à l'eau Pas de détensionnement Revenu 4h à 155°C (montée 30°C/h)
2198	T3 Etat sous revenu tractionné	industriel	Retrempe en laboratoire : mise en solution à 505°C pendant 1h (entrée four chaud), suivie d'une trempe à l'eau Détensionnement : 3% Revenu : 4h à 155°C (montée 30°C/h)
2198	T851	industriel	Trempe horizontale Traction : 2% Revenu 14h155°C
7449	Etat sous revenu (T6151)	industriel	Etat sous revenu : 24h ou 6h à 120°C
7449	T7X	laboratoire	Poursuite du revenu à partir de l'état sous revenu

Tableau 5 – États des traitements thermiques.

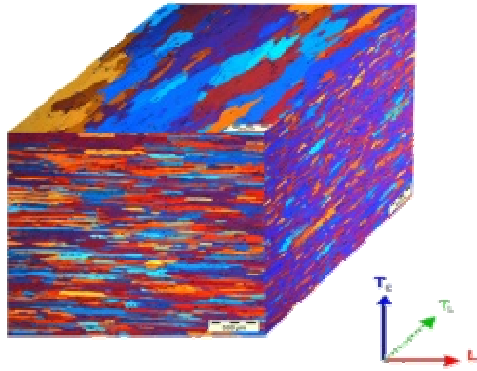


Figure 25 - Texture morphologique de l'alliage 2024T3 dans les trois directions L, TL, TC.

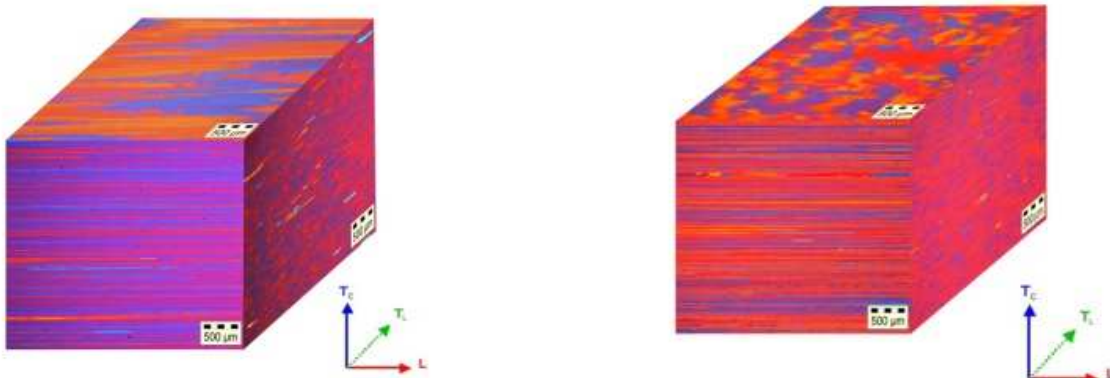


Figure 26 - Texture morphologique des alliages 2198T3 (gauche) et 2198T8 (droite), dans les trois directions L, TL, TC.

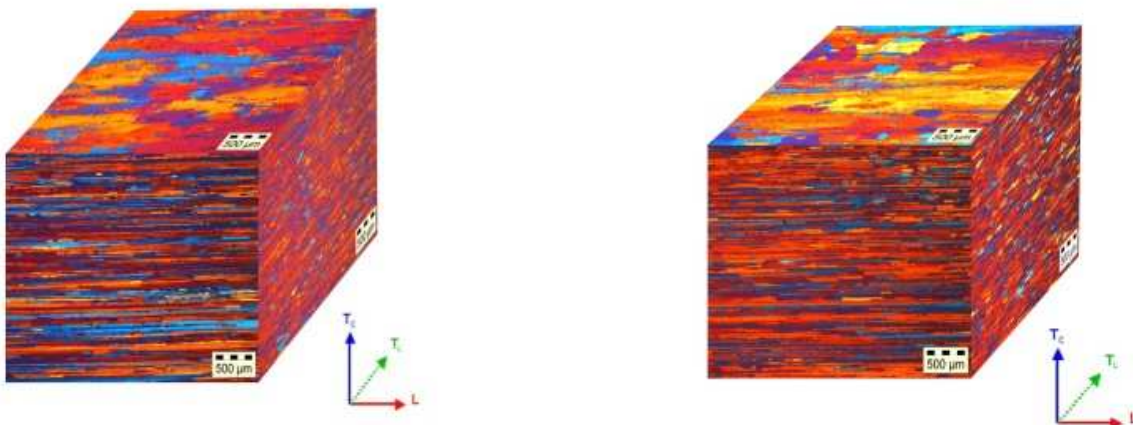


Figure 27 - Texture morphologique des alliages 7449 T7 (gauche) et 7449TAF (droite), dans les trois directions L, TL, TC.

III.3 La morphologie des alliages

Après coulée et homogénéisation, les plaques sont laminées à chaud puis éventuellement à froid (écrouissage), pour obtenir les caractéristiques dimensionnelles nécessaires à notre étude. Cette opération permet de fragmenter les particules intermétalliques grossières et de les distribuer dans la direction de laminage. Les alliages se caractérisent alors par une structure fibrée fortement anisotrope, composée de gros grains aplatis et étirés dans la direction du laminage (sens L). Ces échantillons ont été observés au microscope optique inversé, par l'intermédiaire d'une polarisation croisée (polariseur, analyseur) à lame d'onde intégrée à 45° dans le plan de polarisation. Les micrographies reconstituées en 3 dimensions ont été examinées pour visualiser les 3 directions L (travers long), TL (travers court), TC (épaisseur) - (cf. Fig. 25, 26 & 27).

Les alliages ont préalablement subi une préparation mécanique jusqu'au quart de micron diamanté, suivie d'une supra-finition à la silice colloïdale 0,06 micron pH 9. Les échantillons ont ensuite fait l'objet d'une oxydation anodique dans une solution à base d'eau (99 %) et de HBF (1 %). Le potentiel appliqué entre l'échantillon en position anodique et la cathode est de 20V pendant 180 secondes. Ce traitement permet d'accroître, de manière épitaxiale, la couche d'alumine (biréfringente) en surface, pour mettre ainsi en évidence l'orientation cristallographique des grains en lumière polarisée.

III.4 Caractérisation microstructurale des alliages

L'influence de la morphologie des grains sur la sensibilité à la corrosion feuilletante des alliages d'aluminium a été démontrée par **M. J. Robinson** [1]. Ce dernier révèle que le rapport de la longueur sur l'épaisseur des grains ("aspect ratio") est l'une des composantes essentielles du phénomène feuilletant. Nous avons pu le constater dans cette étude par l'observation d'une éprouvette en alliage d'aluminium-lithium 2198T8 soudée par FSW ou "Friction Stir Welding" (cf. § II.II.2, Fig. 11). Nous avons donc réalisé une étude quantitative systématique de ce paramètre microstructural. Nous avons mis en évidence les structures métallographiques de chaque alliage et réalisé une reconstruction microstructurale par analyse d'image - le but étant de déterminer plusieurs paramètres fondamentaux. Seuls les sens L et TL sont représentés.

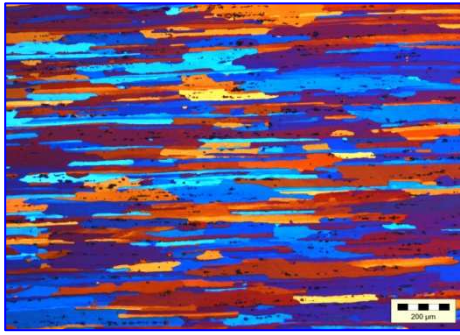


Figure 28 - Micro 2024T3 sens L.

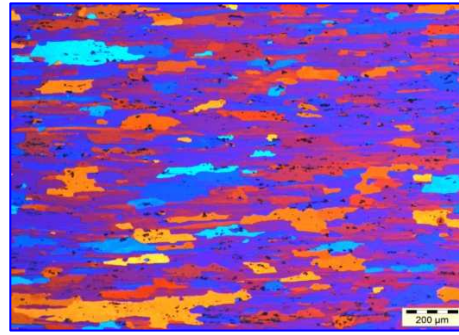


Figure 29 - Micro 2024T3 sens TL.

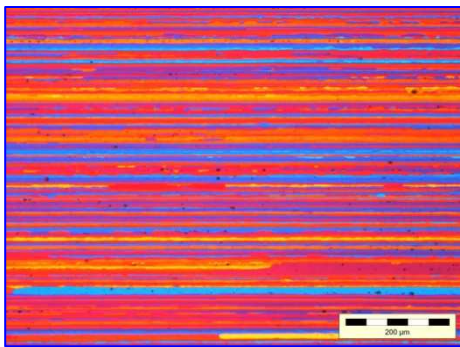


Figure 30 -Micro 2198T3 sens L.

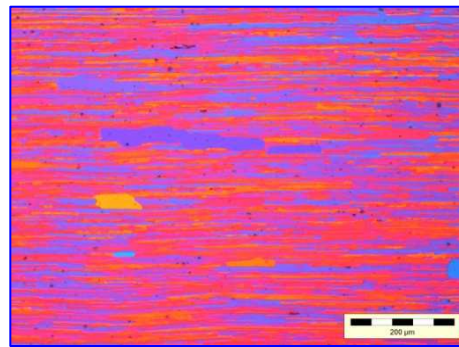


Figure 31 - Micro 2198T3 sens TL.

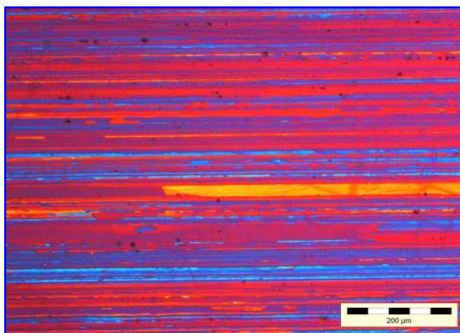


Figure 32 - Micro 2198T8 sens L.

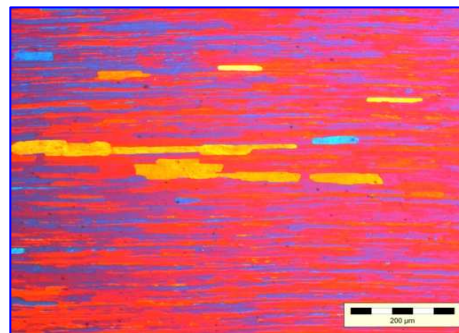


Figure 33 - Micro 2198T8 sens TL.

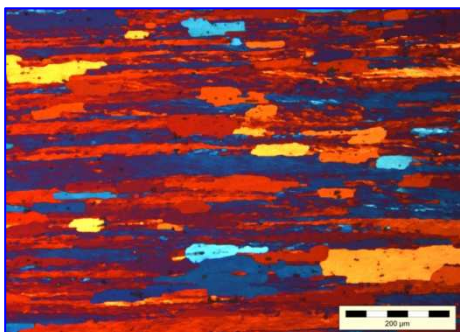


Figure 34 - Micro 7449TAF sens L.

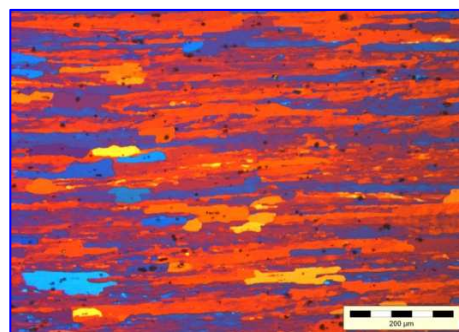


Figure 35 - Micro 7449TAF sens TL.

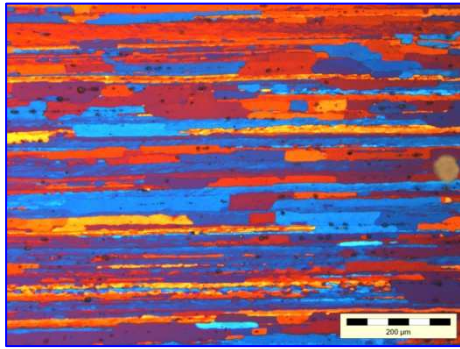


Figure 36 - Micro 7449 bis sens L.

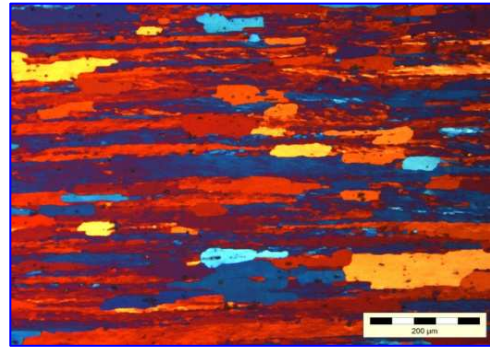


Figure 37- Micro 7449 bis sens TL.

La technique de caractérisation de la microstructure est basée sur l'analyse d'images. Nous avons recours à un programme spécifique de reconstruction visant à obtenir une cartographie de la microstructure (cf. Fig. 39). Nous détaillons ici les différentes phases du traitement pour un alliage. Elles s'appliquent à tous les autres :

- 1 - image de base en 3×2^8 bits → image couleur
- 2 - modification en 2^8 bits → image noir & blanc
- 3 - filtre morphologique "séparateur" → détermination des lignes de séparation des joints de grains
- 4 - binarisation
- 5 - seuillage de la matrice
- 6 - analyse avec un critère de classification
- 7 - quantification des paramètres.

III.4.1 Processus de quantification surfacique des paramètres

Nous présentons, aux figures 38, 39 et 40, une cartographie de la microstructure de l'alliage 2024T3 visant à entreprendre une quantification surfacique des paramètres (cf. Fig. 41 & Tab. 6).

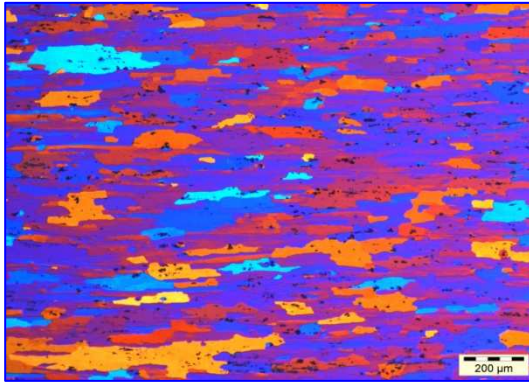


Figure 38 - Structure 2024T3 sens TL.

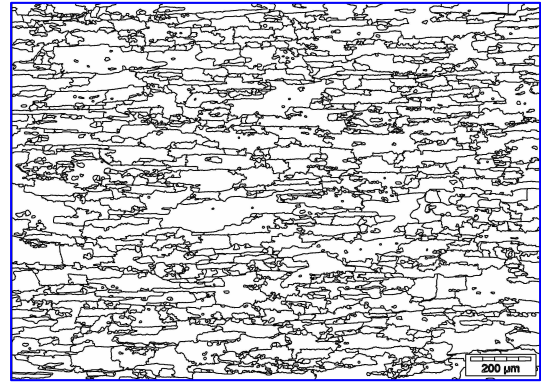


Figure 39 - Image binaire 2024T3.

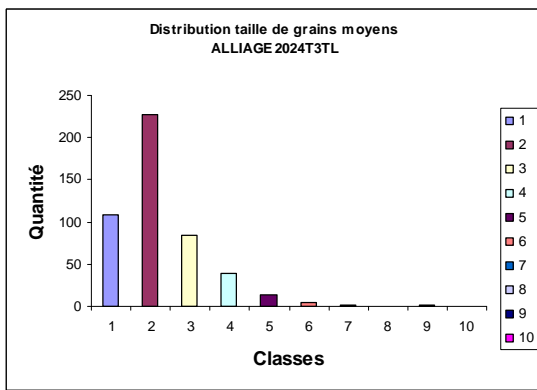


Figure 40 - Classification.

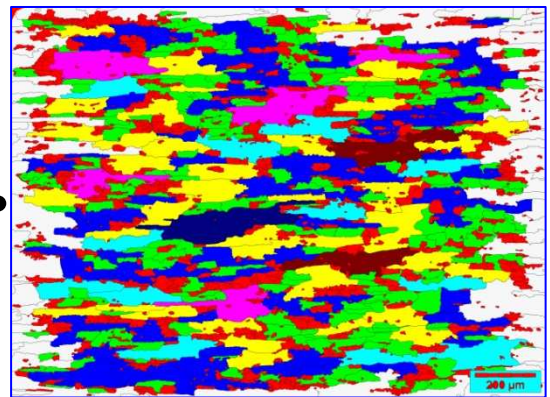


Figure 41 - Distribution.

Classes en micron(s) caractérisant la distribution de population de taille de grains.

classes	μm	μm	quantité
1	0	60	109
2	60	120	227
3	120	180	85
4	180	240	39
5	240	300	13
6	300	360	5
7	360	420	2
8	420	480	0
9	480	540	1
10	540	600	0

Statistiques	μm
Minimum	50
Maximum	538
Moyenne	106
Variance	4096
Écart-type	64

Tableau 6 – Résultats classification grains.

III.4.2 Résultats sur tous les alliages référentiels de brut

Les paramètres (cf. §XIV, Tab. 7) nous renseignent sur les caractéristiques dimensionnelles des microstructures des alliages. Le facteur de forme caractérisant la "rondeur" de la "particule" nous indique que les grains sont très "perturbés" en termes morphologiques (absence de caractère équiaxe), ce qui ne favorise pas la mesure.

Le rapport d'élanement (aspect ratio) maxi de la particule confirme que les alliages présentent une anisotropie forte dans le sens L : "morphologie très allongée" (cf. Fig. 42).

Le rapport d'élanement étant important, nous pouvons dégager une tendance dimensionnelle via des paramètres plus significatifs de la structure, le diamètre "maxi moyen" et "mini moyen". Ces informations fournissent une tendance des caractéristiques dimensionnelles morphologiques des alliages, pour que les éléments comparatifs soient exempts de disparités dimensionnelles excessives. Nous pouvons constater la tendance des alliages 2198T3 et 219T8 à former des structures très fibrées, caractérisées par des rapports d'élanement et facteur de forme élevés. Les structures des autres alliages sont fibrées, les rapports d'élanement et facteurs de forme inférieurs restant néanmoins très conséquents. Le sens TL présente lui aussi une morphologie fibrée très significative. Plus le facteur de forme et le rapport d'élanement tendent vers 0, plus la structure est anisotrope dans le sens du laminage. Les courbes de tendance reflètent assez bien l'analogie entre ces deux paramètres et la morphologie des alliages.

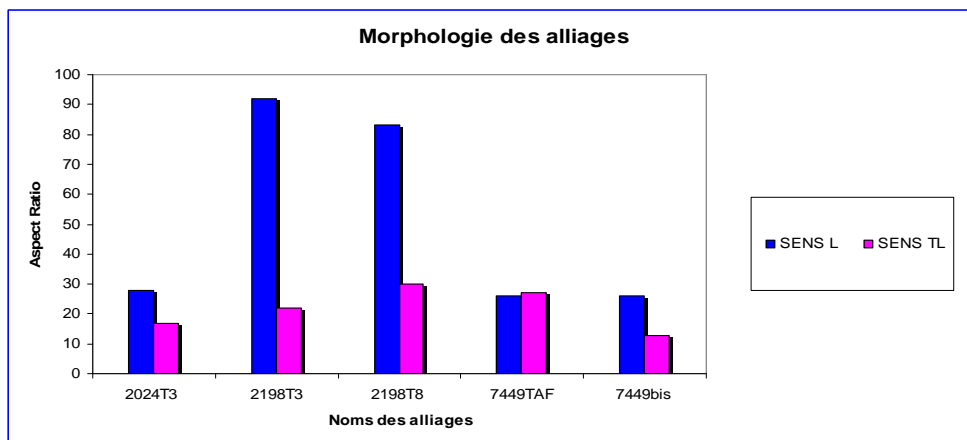


Figure 42 - Morphologie moyenne des alliages caractérisée par le rapport d'élanement.

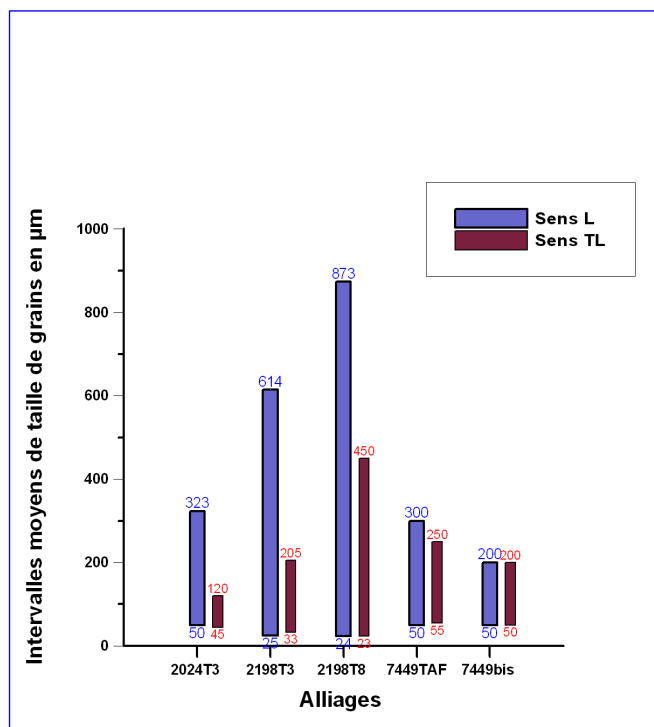


Figure 43 – Intervalles moyens min. – max. des tailles de grains des alliages dans le sens L, TL.

Le graphique en Figure 43 montre les intervalles dimensionnels de structure en termes d'épaisseur, caractérisés par le diamètre minimum moyen. Le diamètre maximum moyen caractérise la longueur du grain dans le sens L, la largeur dans le sens TL. Tous les alliages possèdent des structures allongées dans le sens L (cf. Fig. 42). Si l'épaisseur est de l'ordre de 50 µm pour les alliages 2024 et 7449, nous constatons que les alliages 2198 présentent des épaisseurs de grains plus faibles, de l'ordre de 30 µm (cf. Fig. 43).

Au vu des micrographies, il est clair que la description des morphologies à l'aide de paramètres moyens est délicate. Les mesures affichent des écarts types importants. Les alliages présentent une recristallisation localisée, et des sous-joints de grains qui entravent la mesure. Nous avons cependant dégagé certaines tendances concernant la morphologie microstructurale. Nous pouvons établir que tous les alliages possèdent une anisotropie suivant le sens L, confirmée par le rapport d'élancement et le facteur de forme. Avec des rapports importants d'élancement et de facteur de forme, nous avons choisi le diamètre mini et maxi moyen pour caractériser correctement l'épaisseur et la longueur des grains.

Les résultats avec les paramètres « \varnothing Mini » et « \varnothing Maxi » confirment les valeurs des paramètres de forme des alliages.

Il nous est possible de déclarer en conclusion que, d'un seul point de vue morphologique, tous ces alliages sont des candidats potentiels à la corrosion feuilletante, en référence à la publication de ROBINSON [1] stipulant l'influence du facteur de forme sur la sensibilité à la corrosion.

III.4.3 L'exposition et les caractéristiques dimensionnelles des échantillons en exposition marine



Figure 44 - Site d'exposition des alliages d'aluminium de notre étude "Île du Pilier".

Les sites d'exposition sont situés en pleine mer, comme sur l'Île de Noirmoutier ou au "Site Institut de la corrosion" en bordure d'océan. Le cercle rouge représenté sur la photographie aérienne indique l'emplacement des supports (cf. Fig. 44). Les pièces sont exposées à 45° face aux vents dominants.

Suivant la norme ISO 9225, les chlorures sont collectés sur une gaze chirurgicale recouvrant un cylindre en plexiglas d'une surface définie (100 cm²). Celle-ci est imbibée d'une solution de glycérol et d'eau (cf. Fig. 45).



Figure 45 - Support échantillons et chandelle humide.

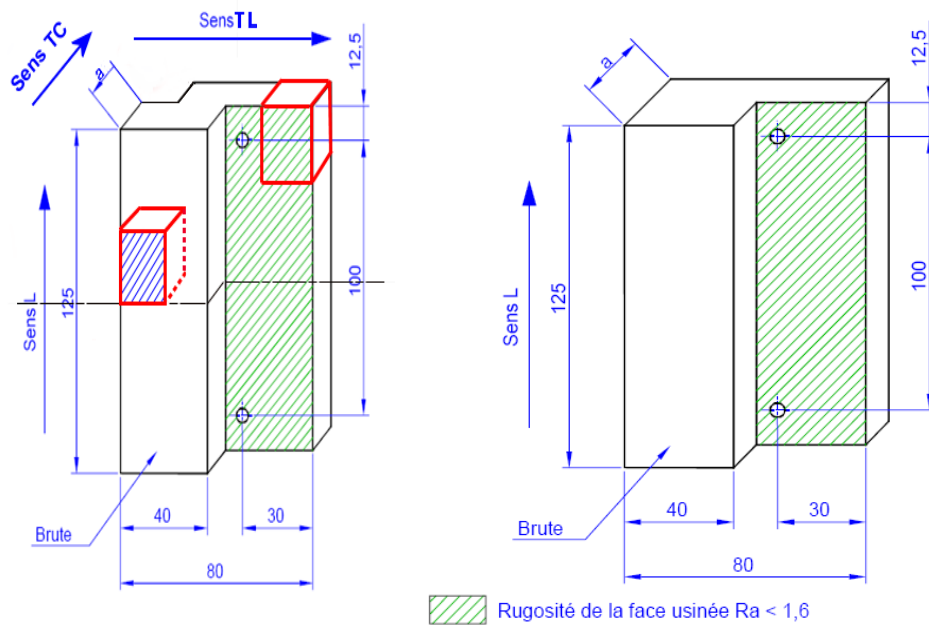


Figure 46 - Plan des éprouvettes d'exposition marine.

Les pièces sont fraisées et mises aux dimensions requises. Les deux cotés présentent des faces usinées pour exposer une face ciel usinée / non usinée, et une face terre usinée / non usinée. Des trous de fixation maintiennent fermement la pièce sur le support durant les longues expositions ventées (cf. Fig. 46). Le support est ajouré afin que les faces soient exposées côté terre.

Les échantillons des différents alliages exposés sont découpés suivant les zones repérées en rouge (cf. Fig. 47), ce qui nous permet de disposer, coté ciel et coté terre, d'une face usinée et d'une face brute de laminage. Si tous les échantillons ont été observés suivant les sens L et TL, nous avons retenu pour la suite de l'étude le sens TL comme sens d'observation privilégié, dans la mesure où le développement des blisters suit le sens de laminage. De plus, durant les premiers stades, les profondeurs de corrosion intergranulaire sont identiques dans les sens L et TL.

Ce choix permet en outre de ne pas multiplier le nombre de coupes transverses nécessaires, déjà important du fait du nombre de nuances, des états de surface et des sites et conditions d'exposition.

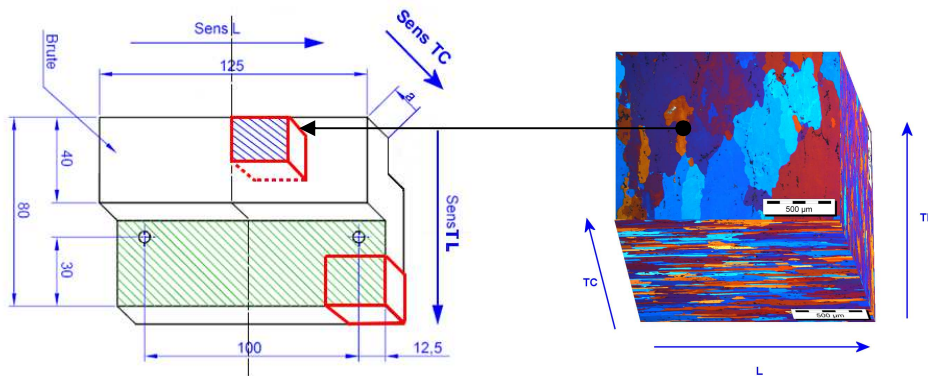
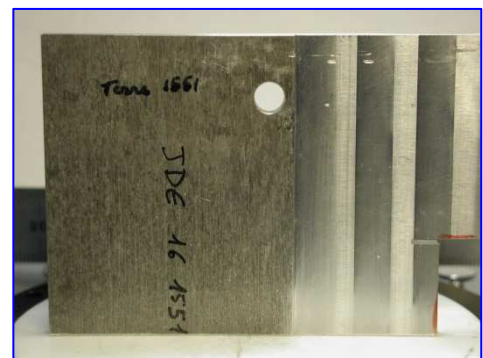


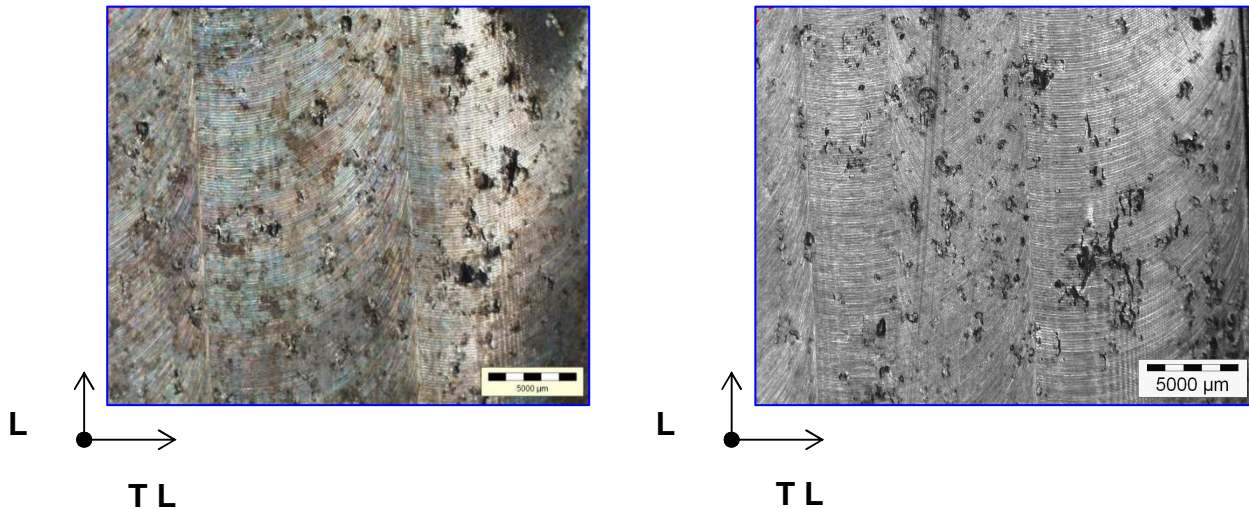
Figure 47 - Sens de découpe des échantillons.

III.4.4 Résultats des observations

L'examen des tôles correspondant aux alliages fut d'abord visuel. Il nous a paru judicieux de mettre en exergue, par macrographie, les défauts initiaux de la corrosion localisée de ces alliages lorsqu'ils sont soumis à une ambiance marine, c'est-à-dire en présence de Cl^- . L'étude de l'amorçage de la corrosion est fondamentale pour la compréhension de l'évolution du phénomène. Au stade de l'amorçage, l'examen visuel sous un éclairage rasant révèle que les faces usinées des alliages présentent des petits défauts de surface s'apparentant à de la piqûration. Les défauts sont difficilement visibles sur une photographie (cf. Fig. 48 & 48'). L'observation à la binoculaire en lumière annulaire permet de faire ressortir parfaitement les défauts (cf. Fig. 49 & 49').

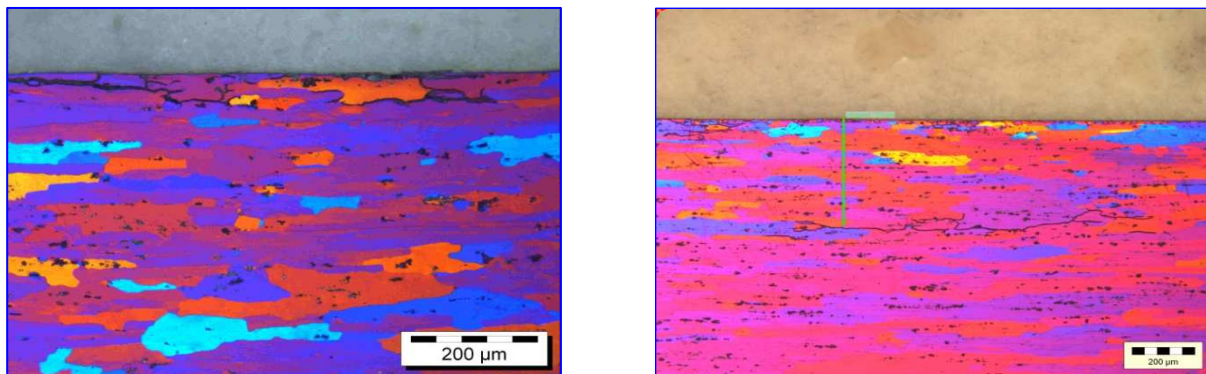


Figures 48 & 48'- Photos des alliages 2024T3 et 2198T3 exposés 1 mois EM.

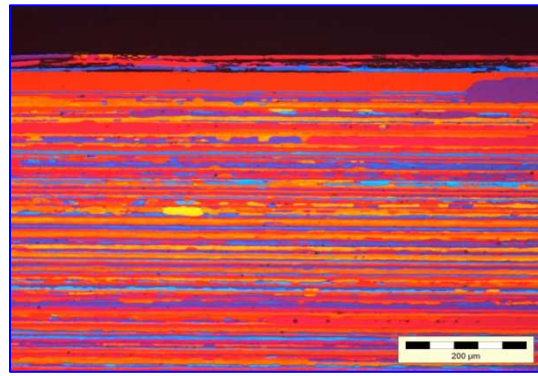
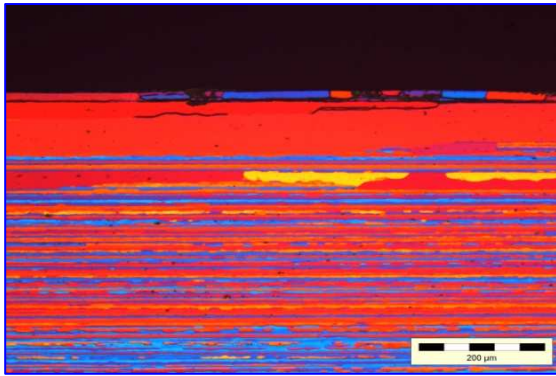


Figures 49 & 49' - Photos des alliages 2024T3 et 2198T3 exposés 1 mois EM sens L/TL.

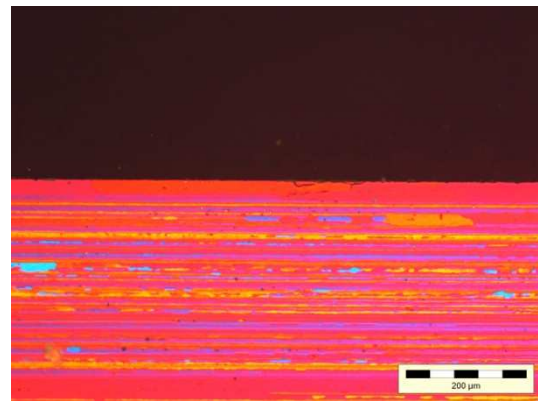
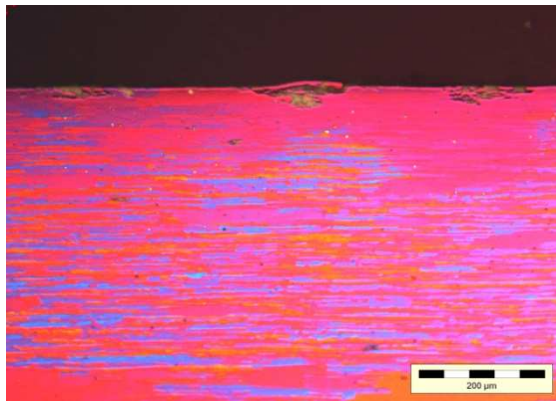
Les défauts de surface ont un diamètre moyen compris entre 200 et 1000 μm . Nous constatons que l'amorçage s'établit par piquûration, les sites étant ensuite quantifiés par analyse d'image. La détection de la corrosion feuilletante selon les orientations de coupes TL/TC - visualisant la peau de l'alliage - s'impose cependant pour associer la morphologie de la structure à la trajectoire de la corrosion.



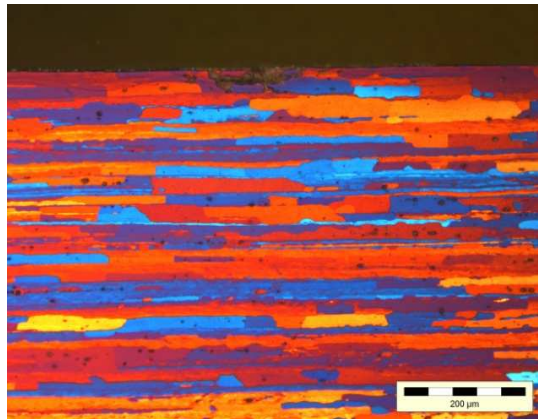
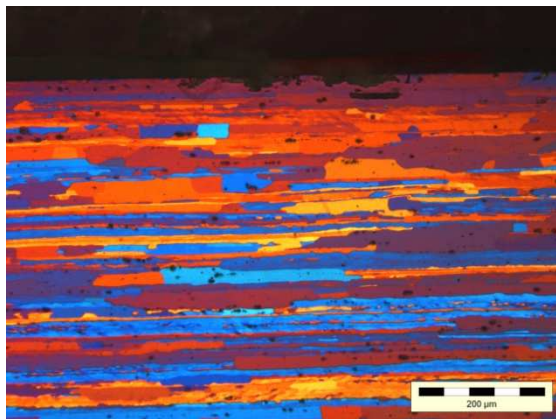
Figures 50 & 50' - Coupes de l'alliage 2024T3 exposé 1 mois EM sens TL.



Figures 51 & 51' - Coupes des alliages 2198T3 et 2198T3 exposés 1 mois EM sens L.



Figures 52 & 52' - Coupes de l'alliage 2198T8 exposé 1 mois EM sens TL et L.

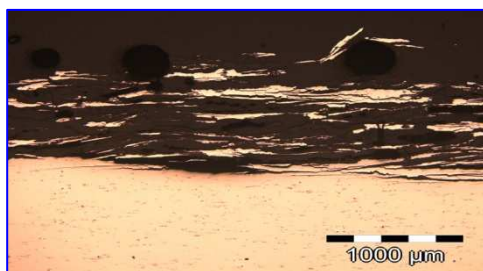


Figures 53 & 53' - Coupes des alliages 7449TAF et 7449 BIS1 exposés 1 mois EM sens L.).

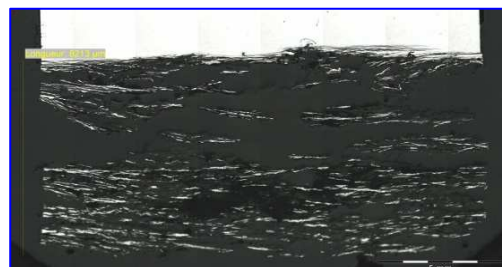
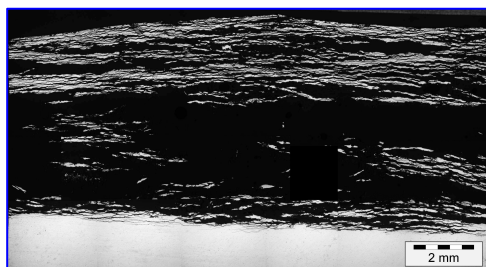
Les coupes observées en lumière polarisée suivant le sens TL/TC montrent une corrosion intergranulaire très nette en surface, progressant dans le sens TL. Nous avons constaté que cette corrosion intergranulaire est identique dans le sens L.

L'alliage 2198T3 présente une structure morphologique très allongée dans le sens du laminage. Nous constatons en surface une corrosion intergranulaire stoppée par de gros grains recristallisés, une corrosion qui fait apparaître des "lignes de corrosion intragranulaire" (cf. Fig. 50 & 51).

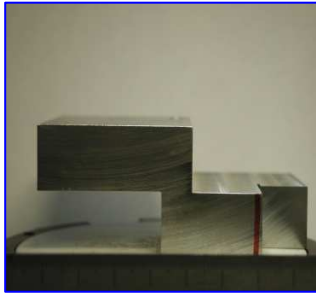
Dans ces deux alliages, nous observons une corrosion intergranulaire parallèle à la surface de la tôle. Suivant nos mesures de profondeurs affectées, nous pouvons voir que les alliages 2024T3 et 2198T3 affichent une sensibilité à l'attaque intergranulaire quasi identique (cf. Fig. 50 & 51). Une nette exfoliation est visualisée à partir de 6 mois, une nette exfoliation et une forte amplification jusqu'à 18 mois, suivies d'une aggravation marquée avec délamellation à 24 mois (cf. Fig. 55' & 58'). Au bout d'un mois, le 2198T8 affiche une corrosion intergranulaire et une corrosion feuilletante superficielle évoluant peu jusqu'à 24 mois. La profondeur est faible (cf. Fig. 60 & 61'). Les alliages 7449T7 & TAF montrent une piqûration évoluant en une corrosion intergranulaire (pseudo feuilletante à 12 mois), d'une profondeur faible jusqu'à 18 mois. Macrographiquement, des défauts feuilletants émergent en surface à 24 mois (cf. Fig. 65 & 68").



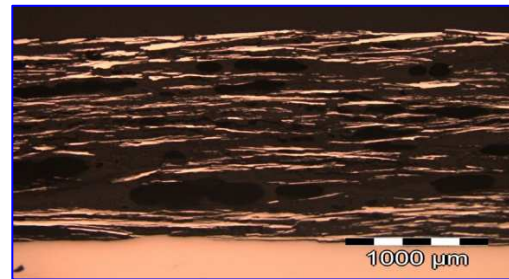
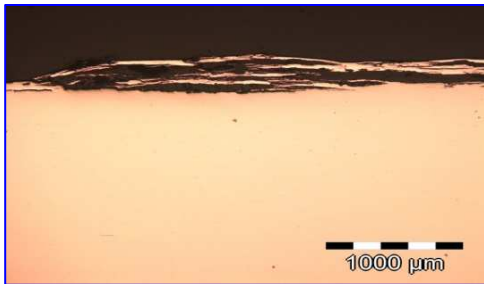
Figures 54 & 54' - Coupes de l'alliage 2024T3 exposé 6 -12 mois EM sens TL.



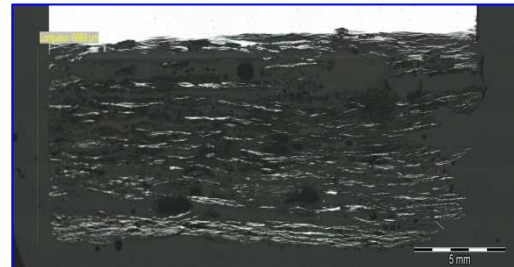
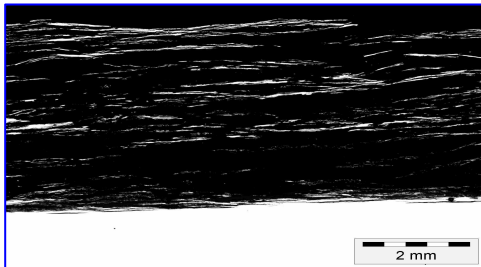
Figures 55 & 55' - Coupes de l'alliage 2024T3 exposé 18 - 24 mois EM sens TL.



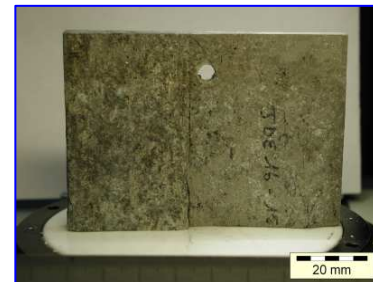
Figures 56, 56' & 56'' – Surface de l'alliage 2024T3 exposé 1 à 24 mois EM sens L. TL



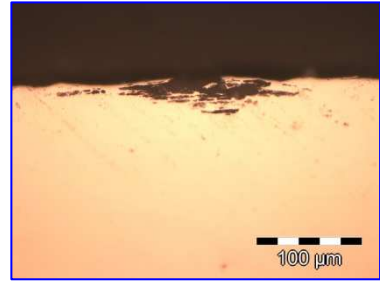
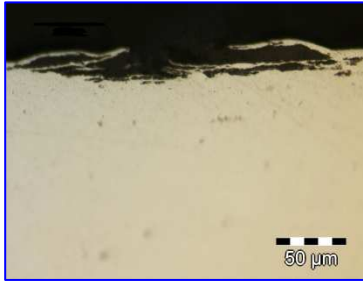
Figures 57 & 57' - Coupes de l'alliage 2198T3 exposé 6 -12 mois EM sens TL.



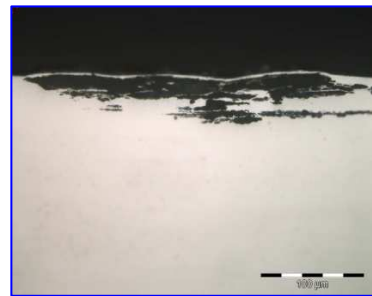
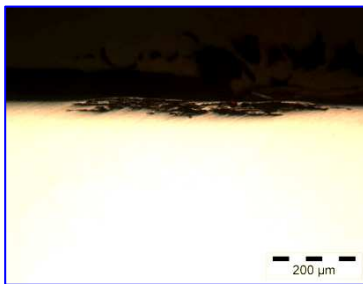
Figures 58 & 58'' - Coupes de l'alliage 2198T3 exposé 18 -24 mois EM sens TL.



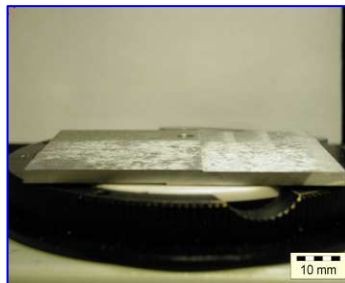
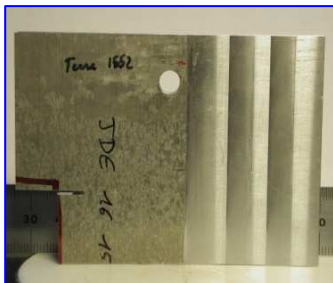
Figures 59, 59' & 59''- Surface de l'alliage 2198T3 exposé 1 - 24 mois EM sens L. TL.



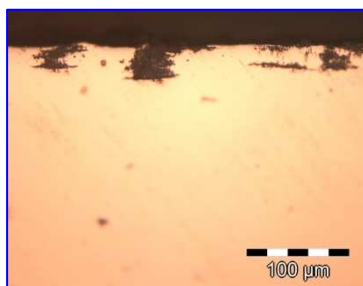
Figures 60 & 60' - Coupes de l'alliage 2198T8 exposé 6 -12 mois EM sens TL.



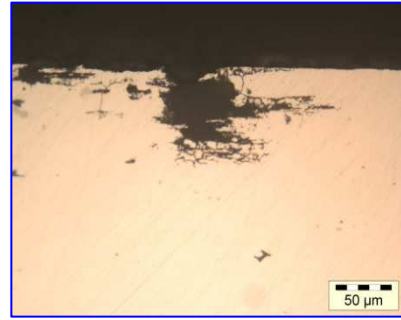
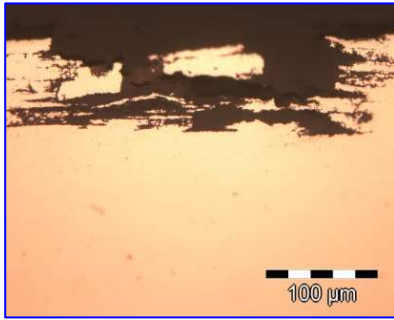
Figures 61 & 61' - Coupes de l'alliage 2198T8 exposé 18 - 24 mois EM sens TL.



Figures 62, 62' & 62'' - Surface de l'alliage 2198T8 exposé 1 - 24 mois EM sens L, TL.



Figures 63 & 63' - Coupes de l'alliage 7449 T7 exposé 1 - 6 mois EM sens TL.



Figures 64 & 64' - Coupes de l'alliage 7449 T7 exposé 12-18 mois EM sens TL.

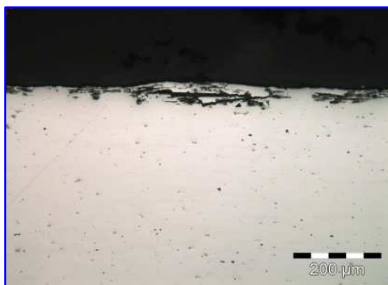
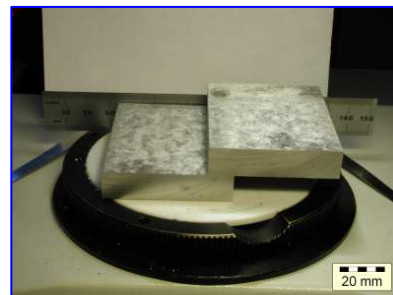
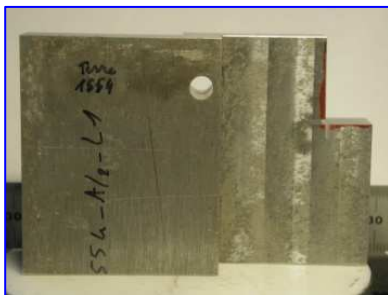
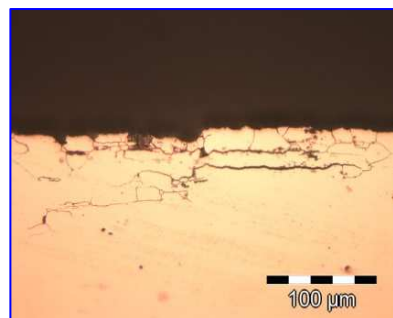
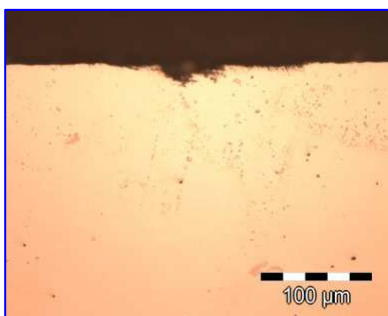


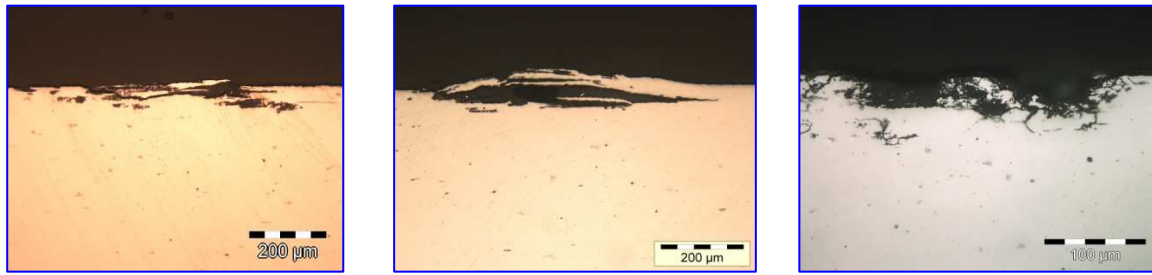
Figure 65 - Coupe de l'alliage 7449 T7 exposé 24 mois EM sens TL.



Figures 66 & 66' – Surface de l'alliage 7449 TAF exposé 1 - 24 mois EM sens L TL.



Figures 67 & 67' - Coupes de l'alliage 7449 TAF exposé 1 - 6 mois EM sens TL.



Figures 68, 68' & 68'' - Coupes de l'alliage 7449 TAF exposé 12 - 18 - 24 mois EM sens TL.



Figures 69, 69' - Surface de l'alliage 7449 T7 exposé 1 - 24 mois EM sens L TL.

III.5 Discussion

Les résultats de l'analyse micrographique nous montrent les divers aspects qu'est susceptible de prendre la corrosion sur les alliages, et surtout son intensité sur les 2024T3 / 2198T3 au terme de 24 mois d'exposition marine (cf. Fig. 55' & 58''). Les alliages 2198T8 (cf. Fig. 60' & 61), et ceux de la famille 7449 (cf. Fig. 63' & 69), présentent une faible corrosion. Toutes les morphologies des alliages de base se distinguent par une texture dans le sens L (sens de laminage), avec des grains allongés. Les tailles de grains peuvent atteindre le millimètre dans le sens de laminage L, bien que quelques dizaines de microns dans le sens de l'épaisseur TC. Ils affichent des rapports d'élançement élevés. Pour l'alliage 2198T3 ou 2024T3, les défauts L/TL se situent entre 200 et 1000 µm de diamètre (valeurs moyennes) en surface après un mois d'exposition marine.

D'après **C. Kuntz-Laguerre** [6] citant les travaux de **M.J Robinson**, la corrosion structurale des alliages d'aluminium est liée à la microstructure des matériaux, la formation de cloques sur la surface du matériau provient des forces de pression exercées par les produits de corrosion.

Nous constatons ce phénomène sur la plupart des alliages présentant une corrosion sévère, à l'image du 2024 T3 (cf. Fig. 56').

Nous visons dans le chapitre suivant à démontrer l'intensité du dommage que peut provoquer ce processus, indépendamment de la nature des alliages. Il varie par ailleurs selon les familles d'alliages, en fonction du traitement thermique sur - ou sous - revenu.

IV. Caractérisation de la corrosion feuilletante

IV.1 Le développement général de la technique : analyse d'images

Évaluer la corrosion feuilletante par une méthode quantitative est un réel défi eu égard à la détérioration de l'alliage pour les longues durées d'exposition en milieu Cl⁻ (cf. Fig. 55'). Comme nous avons pu le voir précédemment, certains alliages présentent une délaméllisation d'envergure. La sensibilité de l'alliage est fixée par la norme G34 (cf. §II.3). Quelques images types permettent de déterminer par comparaison sa sensibilité, faible ou forte.

Ces images nous renseignent peu sur la cinétique du phénomène, le classement des différents alliages et encore moins sur une représentation locale de la situation à un instant "t". Seule une représentation en 2D surfacique L/TL est photographiée, bien qu'aucun défaut ne soit caractérisé par un ensemble de paramètres susceptibles de créer des conditions limites pour classer (autrement que visuellement) l'évolution du défaut : à savoir d'un état piqûré à un état feuilletant.

D'après **C. Kung Laguerre** [6], la coupe micrographique permet de déterminer avec fiabilité le type de corrosion. La profondeur de corrosion ne nous aide guère, parce que sa mesure est trop locale. Le principal inconvénient de la coupe est de ne pas rendre compte de l'ensemble du défaut.

La méthode qui va être détaillée dans ce chapitre repose sur un suivi morphologique du blister feuilletant des alliages, exposés sur les sites d'expositions du Pilier (*EADS*) et de Brest (*Institut de la Corrosion*). L'approche consiste à passer de la coupe locale en 2D puis 3D, puis de la généraliser sur l'intégralité de l'échantillon. On procédera sur paillasse à des essais complémentaires sur un alliage 2024 en milieu "G34" - ce dernier faisant figure de référence en fabrication aéronautique.

IV.2 Approche de la méthode

La méthode consiste - à partir d'une tôle en alliage d'aluminium décrite ci-avant et exposée en ambiance marine ou en test EXCO susceptible de présenter une piqûration (c'est-à-dire aux premiers stades d'amorçage de la corrosion quantifiable par méthode optique) - à réaliser un balayage de la surface usinée via un cadre généré par un programme d'analyse d'image (cf. § XV.3). L'image est acquise au moyen d'une binoculaire ou d'un microscope équipé(e) d'une platine motorisée reconstituant l'image. Le programme fait circuler un cadre dans le sens de la flèche La piqûration ou le "blister", "seuillable" par une bande spectrale de niveaux de gris en vue de dissocier le défaut et la matrice, peut être situé(e) par rapport à une position de référence en utilisant un critère de classification. Il s'agira en l'occurrence de l'angle haut, à gauche de l'image, où les tâches représentent les défauts repérés (cf. Fig. 70).

Nous traçons le graphique pourcentage surfacique en fonction de la distance en bordure, ce qui nous aide à distinguer visuellement une répétabilité, en sachant que la distance entre deux crêtes représente la probabilité de rencontrer un défaut maximum (cf. Fig. 71).

Une autre méthode issue du mode de superposition du signal permet d'affiner cette répétabilité. Dans le chapitre II.5.7, nous avons donné l'exemple simple d'une suite de valeurs (cf. Tab. 2). Dans ledit tableau, la cellule "position" indique le pas de déplacement (x) du cadre d'analyse, la cellule valeur correspondant à la valeur du paramètre de caractérisation $y(x)$ et la valeur décalée correspondant à la valeur $(x+1)$. Cette technique crée un déphasage du signal de 0 à N-1 et fixe l'intensité amplifiée suivant l'expression analytique ci-dessous :

$$I = f(d) = \sum_{x=0}^{N-1} y(x) \times y(x+1)$$

Équation (5)

où : x=position, $y(x)$ =valeur, $y(x+1)$ = valeur décalée, d=distance du bord.

Cette étape fondamentale est un moyen pour nous de visualiser sur un graphique les amplitudes maximales du pourcentage surfacique correspondant aux défauts (cf. Fig. 70). On peut ainsi estimer la valeur optimale du pas d'abrasion et procéder au polissage en atteignant le centre des défauts pour les caractériser suivant le sens TL/TC.

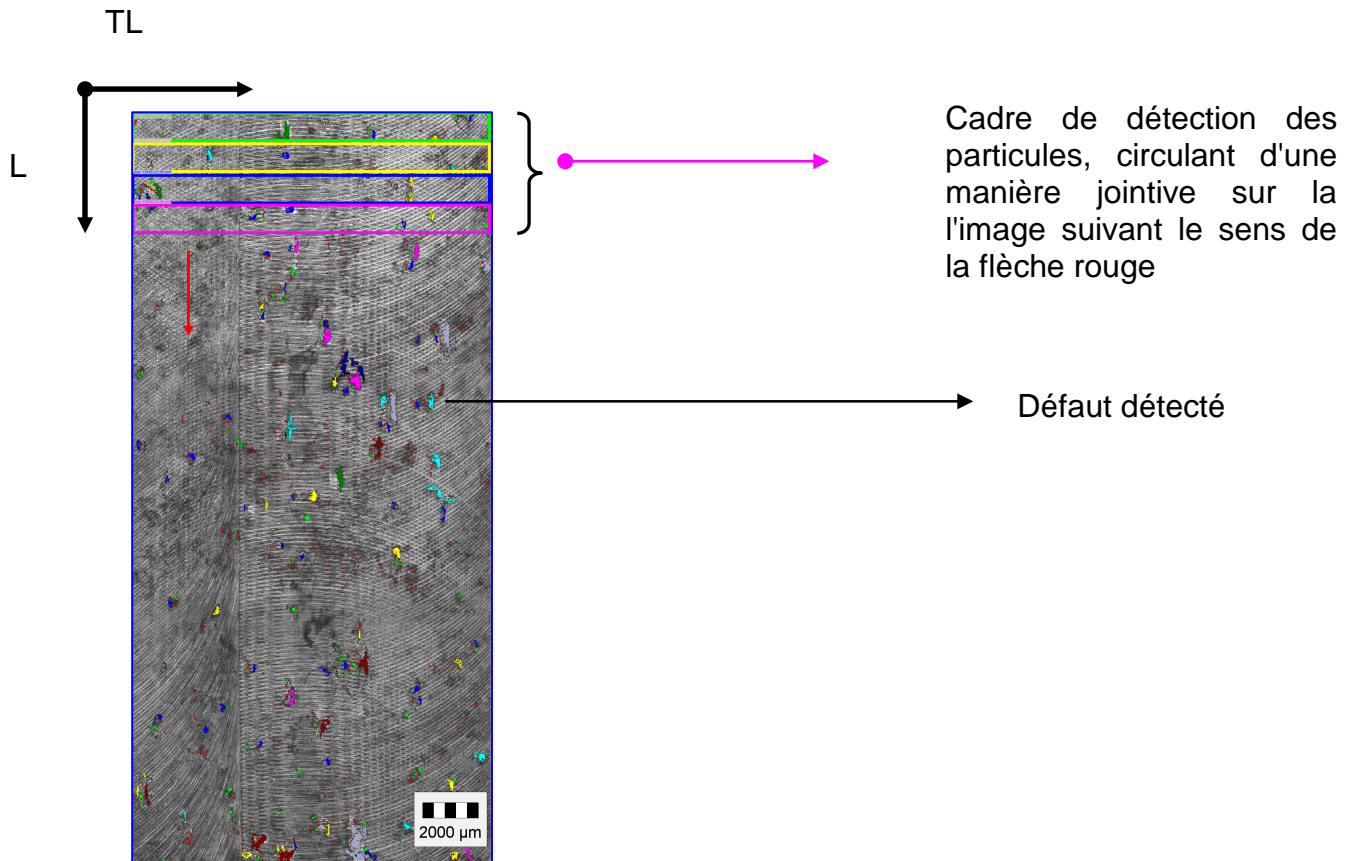


Figure 70 - Surface de l'alliage 2198T3 - EADS Île du Pilier, 1 mois d'exposition marine sens L/TL.

Nous pouvons voir sur la micrographie que tous les défauts ne sont pas détectés. Ceci est imputable à un état de surface usiné par fraisage propice à la dérive du seuillage, celui-ci conduisant à ne pas considérer la totalité des pixels des défauts. Il serait donc souhaitable de disposer d'échantillons polis miroir pour obtenir une détection parfaite.

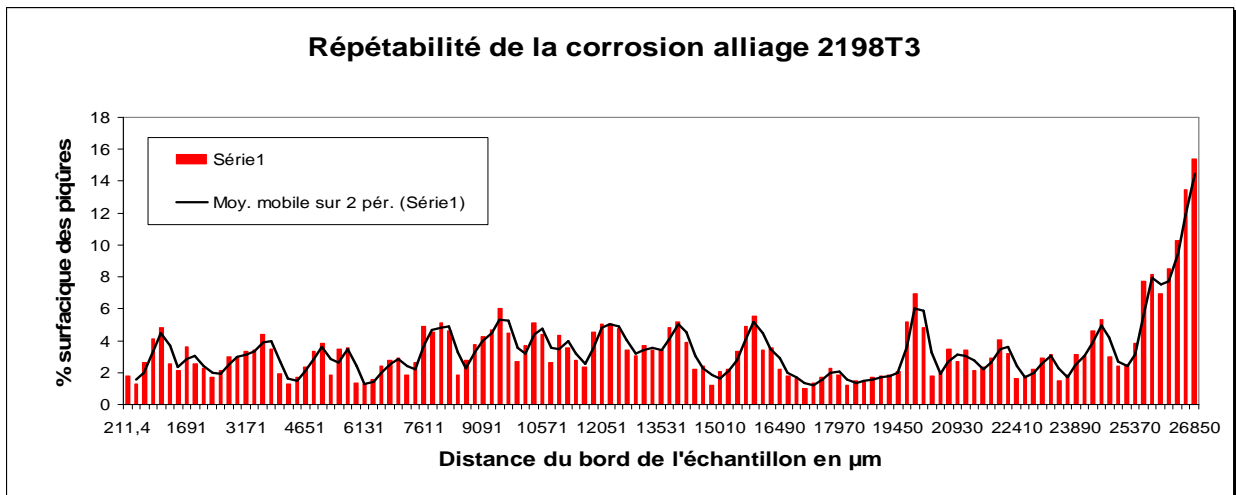


Figure 71 – Détermination de la courbe de répétabilité par analyse d'image.

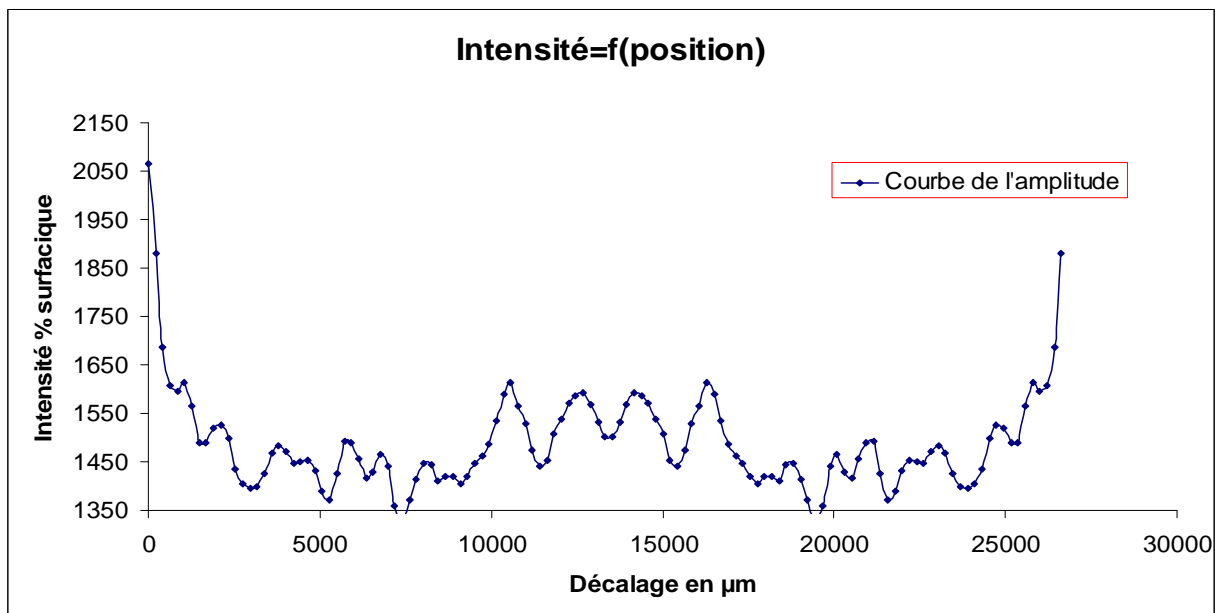


Figure 72 – Courbe de répétabilité obtenue par amplification du signal

La courbe de répétabilité par amplification des valeurs (cf. Fig. 72) nous permet d'estimer un pic maximum tous les deux millimètres. Ceci signifie qu'à partir de la cote 2000 μm de l'échantillon, il y aura une forte probabilité de détecter par polissage des défauts visualisables tous les deux millimètres : c'est ce que nous avons fait sur nos échantillons. Cette technique est très intéressante pour les états initiaux de la corrosion feuilletante. Pour des alliages particulièrement sensibles, avec des états très lamellaires, le positionnement de la coupe et de l'abrasion est moins décisif.

Nous sommes en présence de micrographies variées d'alliages comprenant des défauts caractérisant la corrosion feuilletante à différents stades. Nous enchaînons ensuite avec la reconnaissance de la courbe via la méthode des intercepts. Comme décrit au paragraphe II.5.2, cette méthode consiste à tracer sur l'image des lignes verticales espacées d'une distance constante. Le défaut préalablement seuillé favorise la détection.

Une intervention manuelle est quelquefois nécessaire pour retirer les points aberrants. Le logiciel autorise une intervention rapide. Plusieurs cas peuvent se présenter, comme le montrent les micrographies. Pour les échantillons particulièrement feuilletants, le défaut est fortement déstructuré et il faut donc parfaire manuellement la détection des feuillets en augmentant la largeur des lignes d'intercepts. Il convient de souligner que la détection est très rapide.

Les points d'intercepts de couleur rouge sur les micrographies (cf. Fig. 73) aboutissent à une série de coordonnées (X_i, Y_{ij}) , $1 \leq i \leq n$, $1 \leq j \leq \text{nbfeuillets}$ dont l'ordonnée est en "ordre inverse". Une série unique de points pour mono-feuillet sera caractérisée par (X_i, Y_{ij}) , $1 \leq i \leq n$, $j=1$ avec i, j valeurs entières (cf. Fig. 73).

Si un défaut affiche un multi-feuillets (cf. Fig. 75), une transposition de la matrice de ligne (X_i, Y_{ij}) à la matrice de ligne $(X_i, Y_{i1}, Y_{i2}; \dots, Y_{i \text{ nombre de feuillets}})$ est nécessaire. Un programme en langage "C" (cf. §XV.1) a été élaboré pour ceci. Le fonctionnement du programme nécessite l'existence du même nombre de Y_i pour chaque X_i .

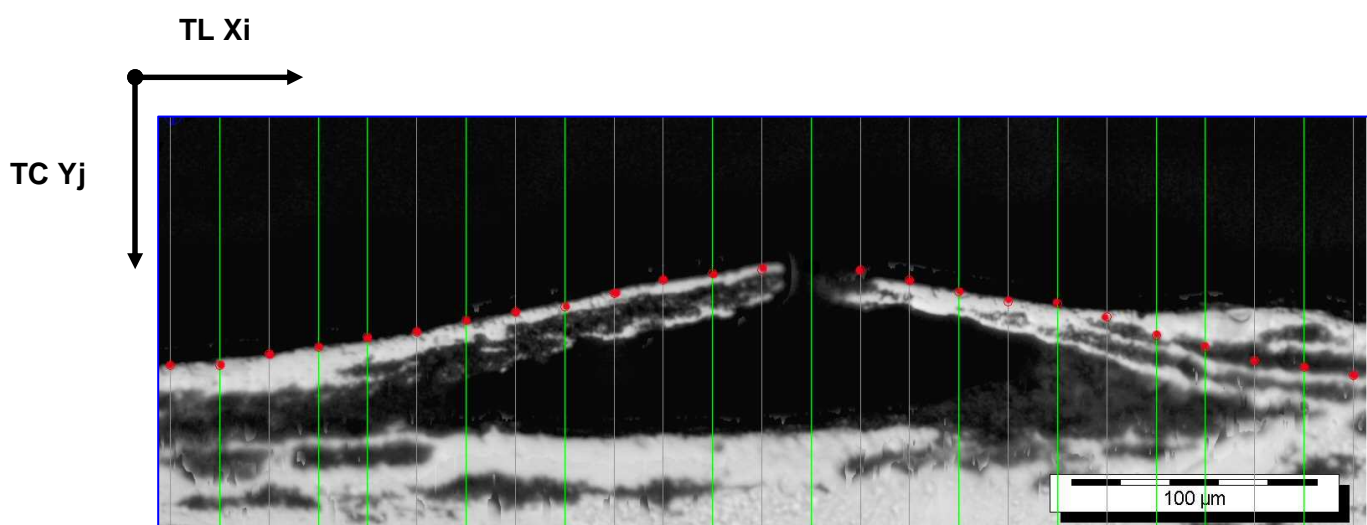


Figure 73 - Blister intercepté sans ligne de base - alliage 2198T8 EM - 6 mois EADS.

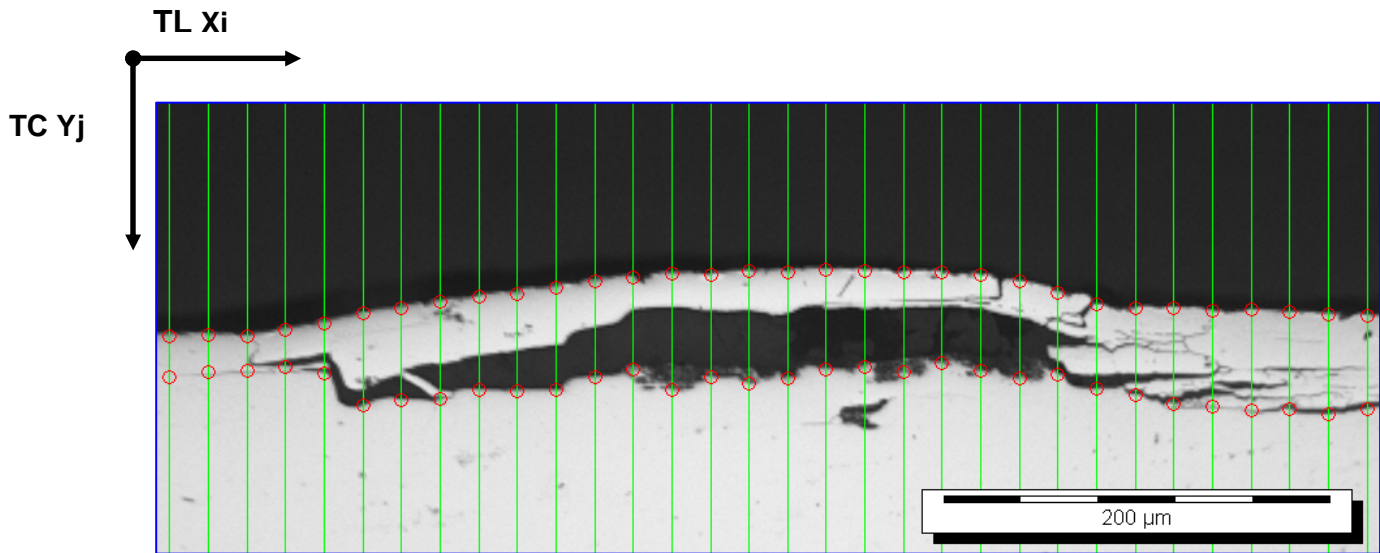


Figure 74 - Blister intercepté avec ligne de base - alliage 2198T8 EM – 6 mois EADS.

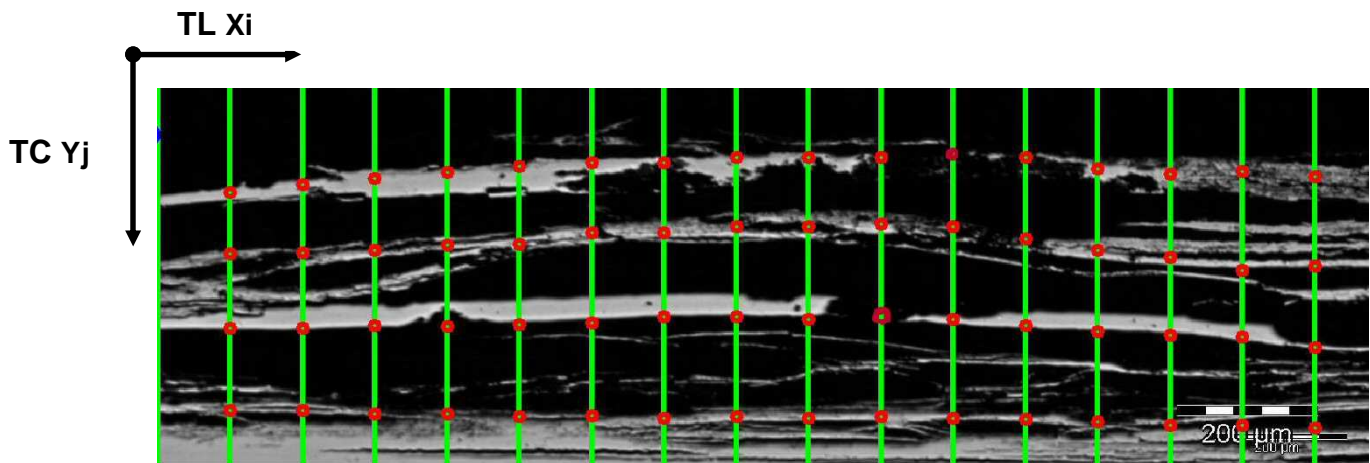


Figure 75 - Blister multi-feuillets alliage 2198T3 EM – 6 mois EADS.

Une fois les coordonnées déterminées, il suffit de tracer la courbe pour les mono-feuillets ou les multi-feuillets. L'origine des coordonnées est l'angle haut gauche de l'image (cf. Fig. 76). En conclusion, la méthode des intercepts est un moyen d'obtention d'un fichier de données nous permettant de tracer assez fidèlement le défaut en deux dimensions. Le problème est que nous ne disposons pas de paramètres propres à caractériser rapidement le défaut. Pour réussir à montrer son évolution, un paramètre mesurable par une méthode reproductible et fiable est indispensable. Nous avons choisi la méthode d'ajustement (cf. II. 5. 4) par la courbe d'une "Loi Normale" dite de "Gauss". Nous allons décrire cette méthode.

Dans la mesure où la limite posée par la valeur de l'intégrale de la courbe de Gauss est égale à 1, il est nécessaire de positionner la courbe rouge (cf. Fig. 76 & ss) à la cote 0 sur l'axe des ordonnées.

Pour ce faire, nous effectuons à l'aide d'une macro-commande d'Excel un changement d'origine sur les coordonnées du fichier de la courbe du défaut.

La courbe violette (cf. Fig. 77), dont le changement de l'ordonnée Y_n à l'origine, est caractérisée par la courbe bleu ciel. La courbe jaune (cf. Fig. 77) est la gaussienne de la loi normale intégrée de X à X_n (points d'abscisse), d'une amplitude de 0 à 1. La courbe rouge (cf. Fig. 77) est la gaussienne amplifiée d'un facteur de mise à l'échelle (cf. Tab. 8). Elle n'est pas centrée sur la courbe illustrant le défaut. Nous allons devoir optimiser les valeurs des écarts entre les points de mesures expérimentaux et le modèle théorique, à savoir entre la courbe représentant le blister et la courbe gaussienne par la fonction "Solveur" (cf. Fig. 78). Nous rappelons que la fonction "Solveur" est un outil d'optimisation algorithmique qui réduit l'écart entre les ordonnées de la courbe du défaut et la fonction d'ajustement, en lui affectant des contraintes sur des cellules variables (cf. §II.5.6).

Nous constatons que cette technique nous permet d'ajuster finement le ou les défauts "blistériers" (cf. Fig. 79), de les illustrer par une série de paramètres avec lesquels nous retraçons ce ou ces défauts en les associant à une autre fonction paramétrée – le but étant d'exploiter la courbe Gaussienne en 2D. Pour bien appréhender le processus et le mode d'obtention des paramètres, nous indiquons les valeurs de ces paramètres obtenues grâce au logiciel Excel (cf. Tab. 8).

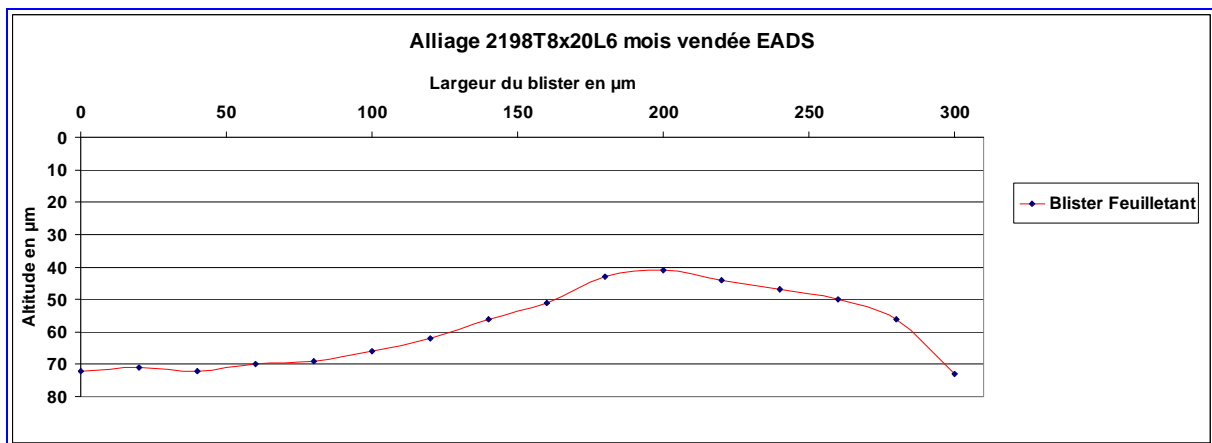


Figure 76 – Courbe tracée d'après les coordonnées des intercepts.

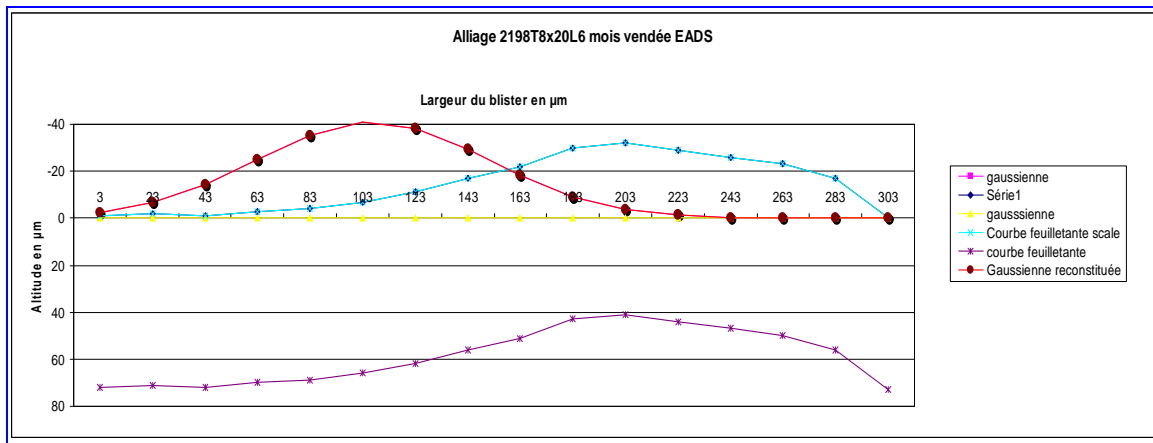


Figure 77 – Courbe projetée (bleu) du défaut (violet), tracée avec la fonction Gaussienne en rouge.

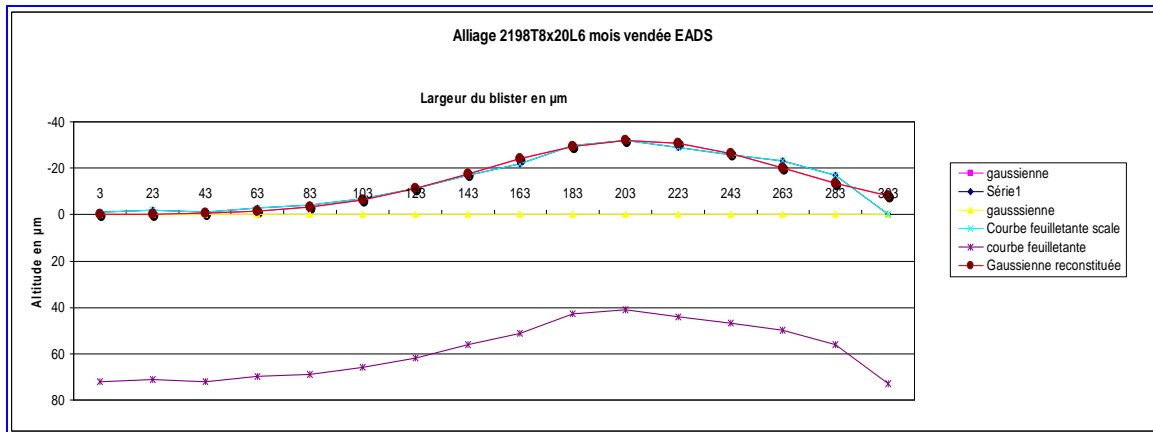


Figure 78 - Courbe projetée du défaut (bleu), tracée avec la fonction Gaussienne ajustée après la fonction "Solveur" (rouge).

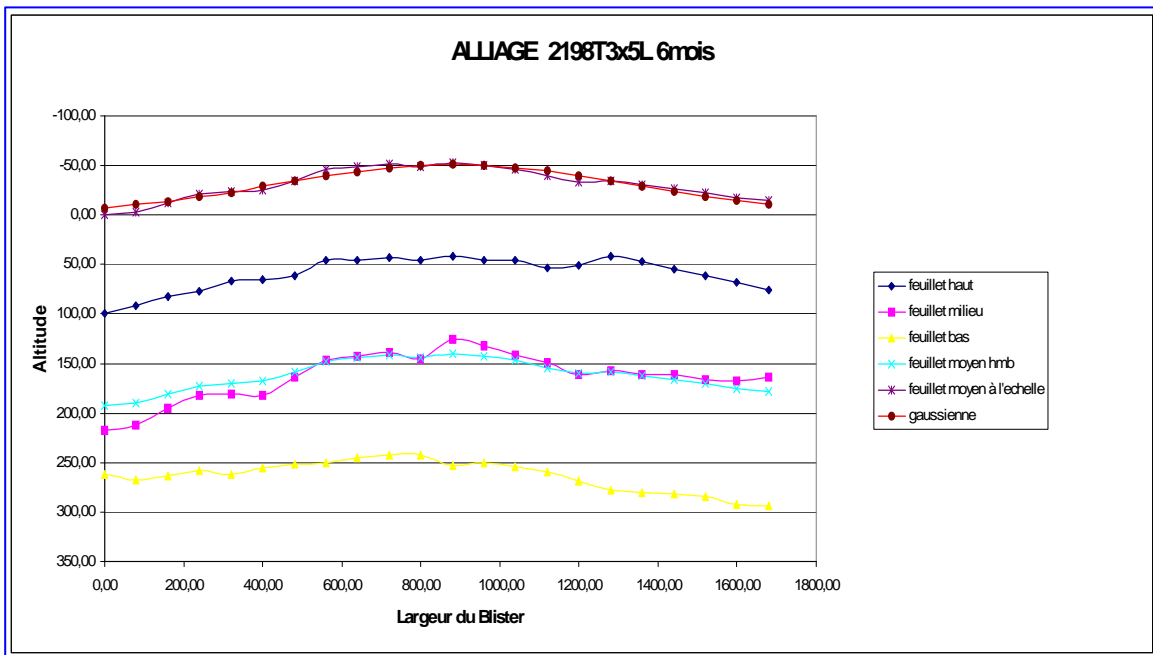


Figure 79 – Reconstitution de multi-feuillets.

	J	K	L	M	N	O	P	Q	R	
104			X	X0	Y	Courbe ligne de base	Gaussienne	Gaussienne scale	Moindres carrés	
105			3	0	72		-1	1,38418E-05	-0,064417802	0,87531405
106			23	20	71		-2	4,40529E-05	-0,20501605	3,22196738
107			43	40	72		-1	0,000124434	-0,57909664	0,177159639
108			63	60	70		-3	0,000311948	-1,45176208	2,397040666
109			83	80	69		-4	0,000694077	-3,230137972	0,592687542
110			103	100	66		-7	0,001370612	-6,378637457	0,38609141
111			123	120	62		-11	0,002402163	-11,17933539	0,032161182
112			143	140	56		-17	0,003736559	-17,38942706	0,151653437
113			163	160	51		-22	0,005158486	-24,00688335	4,027580766
114			183	180	43		-30	0,006320538	-29,41490919	0,342331252
115			203	200	41		-32	0,006873327	-31,98751208	0,000155948
116			223	220	44		-29	0,006633781	-30,87270157	3,507011179
117			243	240	47		-26	0,005682462	-26,44539315	0,19837506
118			263	260	50		-23	0,004320094	-20,10511872	8,380337633
119			283	280	56		-17	0,002914949	-13,56577086	11,79392981
120			303	300	73		0	0,001745621	-8,123880625	65,99743641
121										
122						Somme ligne de base	Somme Gaussienne	Somme gaussienne scale	Somme moindres carrés	
123	Positionnement "μ"	207					-225	0,048346944	-225	102
124	Ecart Type "σ"	58			Facteur multip."s"		4654			

Tableau 8 - Mesures relatives à l'alliage 2198T8 - 6 mois d'exposition marine.

Le tableau 8 comprend sept colonnes :

Colonne L : Coordonnées de la courbe définie par la méthode des intercepts de x_3 à x_{303} (L106 à L120)

Colonne M : Changement d'origine de $x_3=x_0$ des cellules
= (L106-3) à (L120-3)

Colonne N : Altitude du défaut de y_{72} à y_{73} des cellules N106 à N120

Colonne O : Altitude du défaut sur la ligne de base $Y=0$ de y_{72} à y_{73}
= N105 - MAX (\$N\$105:\$N\$120)

Colonne P : Intégration d'une loi Normale

Loi Normale (L105 ; \$K\$123 ; \$K\$124 ; FAUX) de L105 à L120 (de x_3 à x_{303})

Colonne Q : Mise à l'échelle de la loi Normale

= P105/\$P\$123*\$O\$123 de P105 à P120 avec P123 = (constante)
égale à la somme (intégrale) de toutes les valeurs gaussiennes de x_3 à x_{303} et O123 = (constante), égale à la somme de toutes les valeurs d'altitude de la ligne de base de x_3 à x_{303}

Colonne R : Intégration des moindres carrés

= (O105 - Q105)² de O105 à P120 et Q105 à Q120 (x_3 à x_{303})

Cellule K123 : Cellule positionnement de la courbe gaussienne → paramètre μ

Cellule K124 : Cellule écart - type → paramètre σ

Cellule O124 : Facteur multiplicateur "s" pour pallier la limite posée par la valeur de l'intégrale de la gaussienne égale à 1.

= O123/P123

Cellule O128 : Somme des valeurs de la ligne de base (peut s'assimiler à l'intégrale de la courbe)

= SOMME (O105 : O120)

Cellule P123 : Somme des valeurs de la loi normale de x3 à x303

= SOMME (P105 : P120)

Cellule Q123 : Somme des valeurs de la courbe gaussienne à l'échelle de x3 à x303

= SOMME (Q105 : Q120)

Cellule R123 : Somme des valeurs des moindres carrés

= SOMME (R105 : R120)

Le facteur d'ajustement "s" est défini par le rapport analytique suivant :

$$S = \frac{\sum_{x=0}^{n-1} |y_0(x) \text{ ligne de base}|}{\sum_{x=0}^{n-1} |y_0(x) \text{ gaussienne}|}$$

Equation (7)

où

"y₀ (x) ligne de base" ordonnées de la ligne de base.

"y₀ (x) gaussienne" ordonnées de la courbe de "Gauss" entre 0 et 1.

La fonction Solveur agit sur la cellule cible R123, laquelle est la sommation des valeurs des moindres carrés. C'est par itération que l'algorithme agit sur les variables K123, K124 jusqu'à réduire l'écart entre les ordonnées de la courbe (O105 à O120) et la fonction d'ajustement (Q105 à Q120), c'est-à-dire en minimisant la somme des moindres carrés. Au final, nous disposons de deux paramètres μ et σ , qui caractériseront la courbe gaussienne illustrant le défaut.

Le troisième paramètre est **le facteur "s"** propre à obtenir l'altitude du défaut. Il est défini par le rapport "0123/P123" de la cellule "0124" (cf. Tab. 8). Nous l'intégrerons dans la fonction analytique de nos programmes futurs.

En substance :

La méthode que nous venons de décrire est intéressante, car elle offre la possibilité de caractériser des défauts de morphologie complexe à l'aide de trois paramètres scalaires : μ , σ , et un facteur "s". Nous pouvons ainsi reconstruire un défaut "blisterien" en deux dimensions. Le paramètre μ va définir le positionnement du défaut, σ sa forme et le facteur d'ajustement "s", son altitude. Ce constat est intéressant car la corrosion revêt des formes différentes, qui peuvent évoluer dans le temps : stade d'amorçage, piqûration jusqu'à des feuilletts pratiquement horizontaux, et corrosion feuilletante (cf. §III.4.4). Il serait intéressant d'évaluer si σ peut constituer un paramètre de caractérisation révélant l'apparition et l'évolution de la corrosion feuilletante. Nous avons réalisé à cet effet un essai conforme à la norme G34 pendant 96 heures sur un alliage 2198T8. Toutes les 24 heures, l'échantillon a été retiré de son milieu corrosif et analysé sur la face perpendiculaire au sens de laminage (sens TL). Nous avons réalisé quatre micrographies (cf. Fig. 80, 81, 82, 83) suivant le processus établi en début de chapitre, en extrayant les paramètres σ_1 , σ_2 , σ_3 , σ_4 , et les facteurs d'ajustement connexes "s1, s2, s3, s4" (cf. Équation 7). Après quoi nous avons tracé les courbes qui s'y rapportent avec μ_0 constant (cf. Fig. 84).

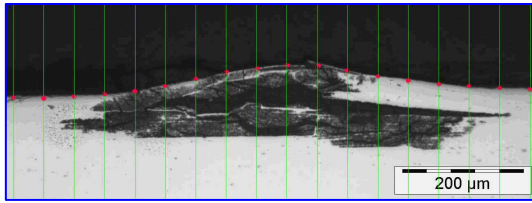
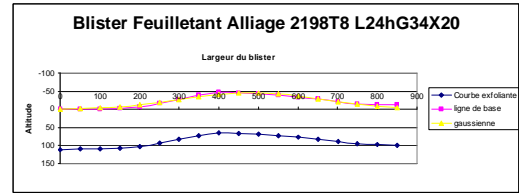


Figure 80 - Essai 24 heures en EXCO.



σ_1, s_1, μ_0

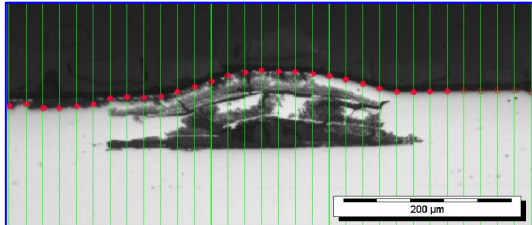
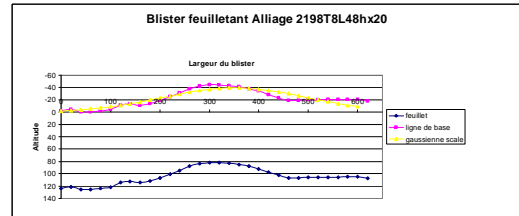


Figure 81 - Essai 48 heures en EXCO.



σ_2, s_2, μ_0

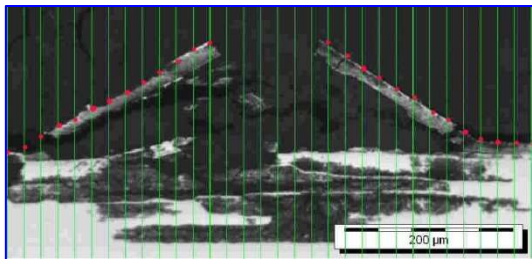
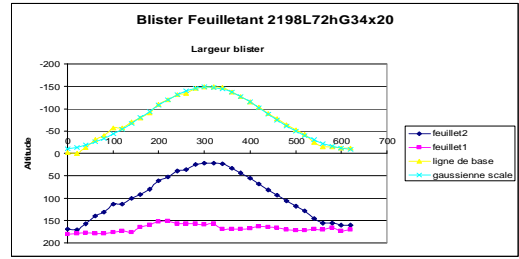


Figure 82 - Essai 72 heures en EXCO.



σ_3, s_3, μ_0

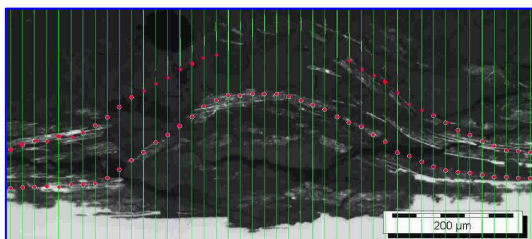
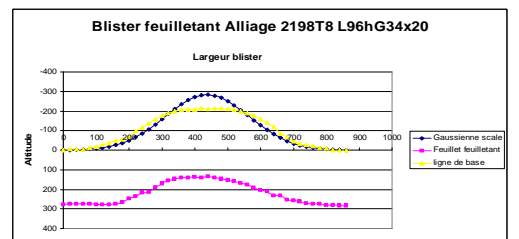


Figure 83 - Essai 96 heures en EXCO.



σ_4, s_4, μ_0

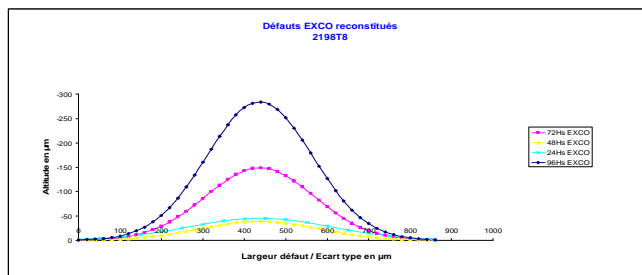


Figure 84 - Blisters reconstitués après test EXCO.

$\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3, \sigma_4, s_1, s_2, s_3, s_4, \mu_0$

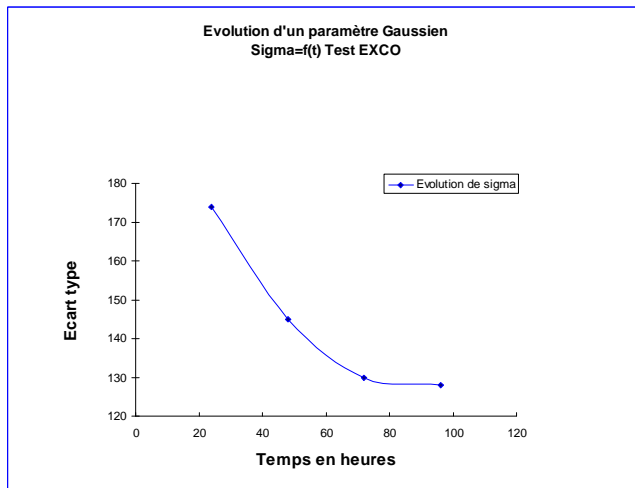


Figure 85 - Évolution du paramètre $\sigma=f(t)$.

Nous montrons qu'on peut quantifier l'évolution de la corrosion feuilletante via la construction des défauts caractérisés par trois paramètres. Le paramètre σ revêt une importance fondamentale dans la mesure où il détermine le caractère morphologique du défaut. Nous pouvons comprendre que les feuillets seront morphologiquement plans (cf. Fig. 85), avec un sigma élevé (*ce sera le cas des alliages particulièrement sensibles à l'exfoliation*) ; les sigmas seront faibles au stade de l'amorçage.

Cependant, si ce paramètre nous indique effectivement la morphologie du blister et son évolution, il est insuffisant pour caractériser à lui seul la sensibilité à l'exfoliation. Au vu de l'essai sur l'alliage 2198T8, il est évident que la corrosion est plus sévère au terme d'une durée d'exposition prolongée, alors que le sigma correspondant est plus faible. Il faut prendre en compte le nombre de feuillets. La morphologie évolutive de sigma (révélée par cet essai) et l'évolution du nombre de feuillets permettront de mettre clairement en exergue le caractère exfoliant de chaque alliage (en surface, par exemple) suivant le temps d'exposition marine ou EXCO. Sigma fixera la morphologie du feuillet, et le nombre, la sévérité de l'exfoliation.

On note et on admet que les alliages d'aluminium sont sensibles à la corrosion par piqûre [3,7]. Cette corrosion précède en général la corrosion structurale. La norme G34 prévoit d'ailleurs une image type pour coter cette corrosion [4]. Nous avons considéré que tout défaut en deçà de la ligne de base serait associé à un sigma négatif, afin de dissocier la piqûration de la corrosion feuilletante (cf. Fig. 86).

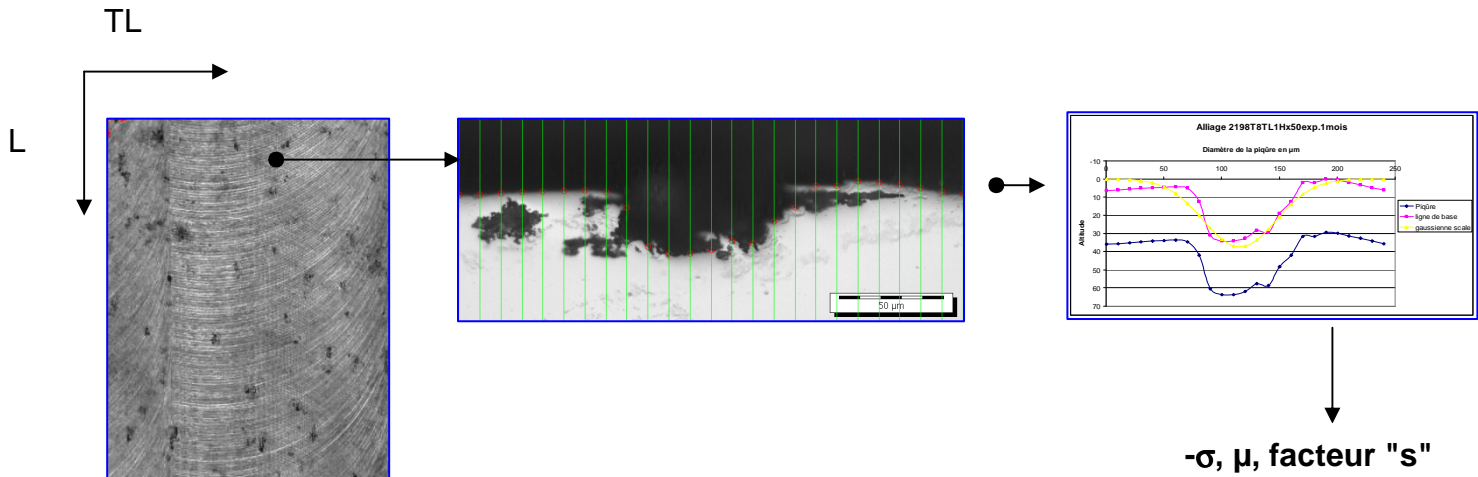


Figure 86 - Alliage 2198T8 - 1 mois d'exposition marine, Île du Pilier - vue macrographique.

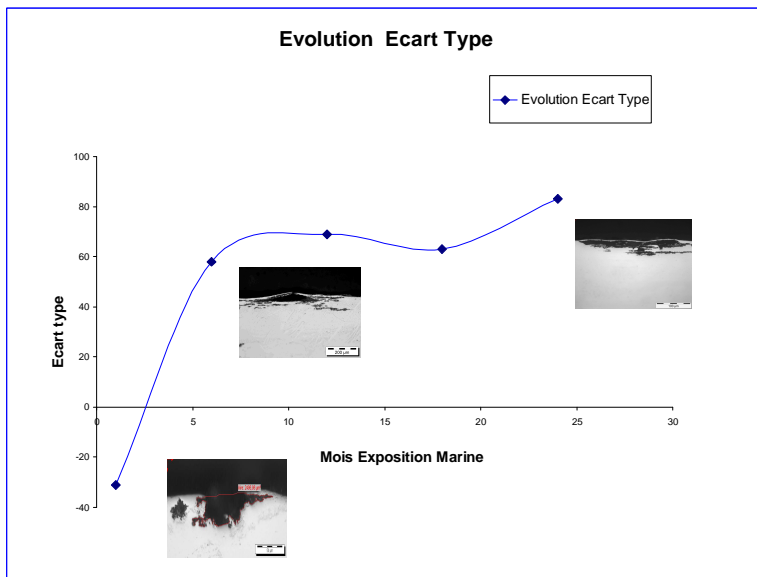


Figure 87 – Évolution de l'alliage 2198T8 entre 1 et 24 mois d'exposition marine.

Il est possible de déterminer très simplement le nombre de feuillets. Pour un alliage peu exfoliant, le comptage sera fixé de manière simplement visuelle. Concernant des exfoliations plus fortes - comme sur les 2024T3 et 2198T3 avec exposition marine à partir de six (6) mois - nous nous servons du comptage par la méthode des intercepts. Il est évident que pour les exfoliations très fortes (ex. 2024T3 24 mois EM), le comptage sera entaché d'incertitude. En considérant cette mesure relative comme une tendance, nous avons pu établir malgré tout la correspondance entre le résultat expérimental et la représentation schématique.

La méthode des intercepts a été décrite dans notre premier chapitre (cf. §II.5.2), et nous l'utilisons principalement pour définir les coordonnées des blisters. Pour le comptage des feuillets, une opération de convolution s'impose pour augmenter le contraste de l'image. La détection est réalisée sur une image seuillée. Le seuillage conditionne la fiabilité du comptage.

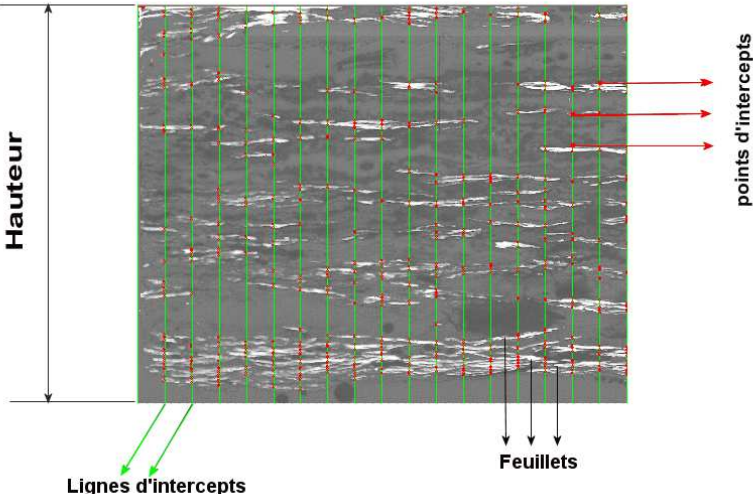


Figure 88 – Une partie de l'image de l'alliage 2198T3, 24 mois d'exposition marine, avec des lignes d'intercepts.

Le nombre de feuillets moyen est égal à :

$$\frac{Hli}{L\bar{X}i} = Nf$$

Avec :

$$\frac{Hli \times nbli \times 2}{nbi} = L\bar{X}i$$

- Hli = Hauteur de la ligne des intercepts
- $L\bar{X}i$ = Longueur moyenne des intercepts
- $nbli$ = Nombre de lignes d'intercepts
- nbi = Nombre d'intercepts
- Nf = Nombre de feuillets

Pour l'alliage 2198T3 (cf. Fig. 88), extrêmement exfolié, nous avons déterminé un nombre de feuillets à l'aide de la méthode décrite ci- dessus.

Application numérique :

$$Hli = 7306 \mu\text{m}$$

$nbi = 24$ lignes d'intercepts espacées de $1000 \mu\text{m}$ sur une image de $7306 \times 23640 \mu\text{m}$.

$$nbi = 1392$$

$$L\bar{X}i = \frac{7306 \times 24 \times 2}{1392} = 252 \mu\text{m}$$

$$Nf = \frac{7306}{252} = 29 \text{ feuillets}$$

En doublant le nombre de lignes par la réduction de l'espacement entre intercepts, nous avons constaté que le résultat est identique pour ce qui concerne le nombre de feuillets. En-deçà de dix lignes, les résultats diffèrent et nous aboutissons à un nombre de feuillets inférieur. Il apparaît qu'un nombre minimum de lignes d'intercept s'impose pour obtenir un nombre réaliste de feuillets, en fonction de la longueur du segment du feuillet.

IV.3 Discussion

Si nous avons développé une méthode capable de décrire l'évolution de la corrosion feuilletante en 2D, le test EXCO nous a révélé que le paramètre sigma pouvait évoluer. La méthode des intercepts nous aide à déterminer les coordonnées des feuillets et à procéder à leur comptage. La technique est utilisable pour la piqûration : elle sera utile pour visualiser le passage de la piqûration à la corrosion feuilletante. A l'aide du paramètre σ , qui représente la morphologie du défaut, nous pourrions recréer un défaut tridimensionnel localisé.

IV.3.1 Résumé du cheminement 1

1. Détermination du défaut maximal sur la tôle → progr. (cf. XV.3).
2. Détermination des coordonnées par la méthode des intercepts.
3. Reconstitution du défaut en 2D à l'aide de courbes de Gauss → progr. (cf. XV.1).
4. Ajustement des courbes par une gaussienne → 3 paramètres.
5. Détermination du nombre de feuillets.

V. Application et résultats

Nous avons procédé à une série complète de mesures interactives sur tous les alliages des divers sites d'exposition pour les 24 mois d'exposition marine (cf. § XIV Tab. 9 & 10). Le paramètre sigma a été calculé sur tous les alliages selon la méthode décrite (cf. §IV.2), et nous avons dénombré les feuillets. Nous avons constaté que la hauteur sous blisters, laquelle est communément mesurée pour caractériser la corrosion feuilletante, était correctement représentée par une fonction $\sigma=f(\text{nb.feuillets})$.

Au regard des trois courbes représentées à la Figure 89, suivre l'évolution de σ nous apparaît comme une méthode intéressante pour caractériser l'évolution de la corrosion.

Sur une seule figure, il est possible d'avoir un aperçu de la sévérité de la corrosion feuilletante des différents alliages, ainsi que du passage de la piqûration à la corrosion feuilletante (cf. Fig. 90). La différence de sensibilité entre les alliages 2024T3, 2198T3 et 2198T8 est manifeste. L'ajustement d'une courbe de tendance sur les courbes présentant une forte exfoliation nous montre une évolution asymptotique de sigma. C'est une situation à laquelle nous nous attendions pour une exfoliation très forte. A champ d'observation constant, ceci caractérise une morphologie plane du défaut en présence d'un nombre élevé de feuillets. Nous notons également que le passage de la piqûration à la corrosion feuilletante est visualisable sur un graphique. Nous avons énoncé (cf. §IV.2) que tout défaut en deçà de la ligne de base serait associé à un sigma négatif : tel est le résultat que nous visualisons pour les alliages 7449T7 et TAF (cf. Fig. 90).

Nous constatons une exfoliation proche entre les deux sites d'exposition par la représentation "Sigma= f(nombre de feuillets)" des alliages 2023T3/2198T3/2198T8. Les pentes des courbes caractérisant l'exfoliation entre les alliages des deux sites sont proches, ce qui conforte notre approche avec cette méthode.

V.1 Sensibilité : courbes "Sigma=f(nombre feuillets)"

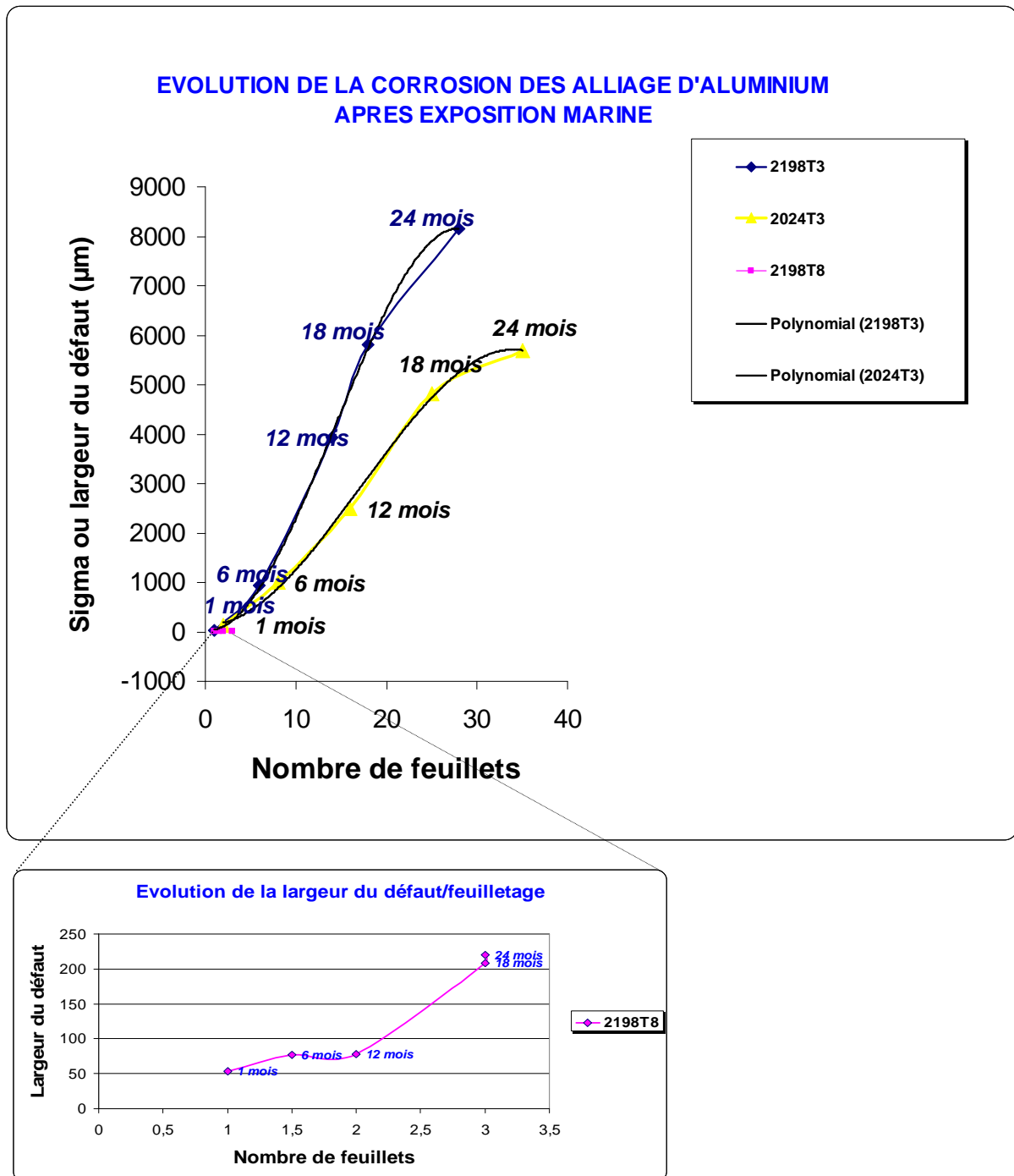


Figure 89 - Évolution de la corrosion des alliages 2024T3 - 2198T8 - 2198T3 - Brest.

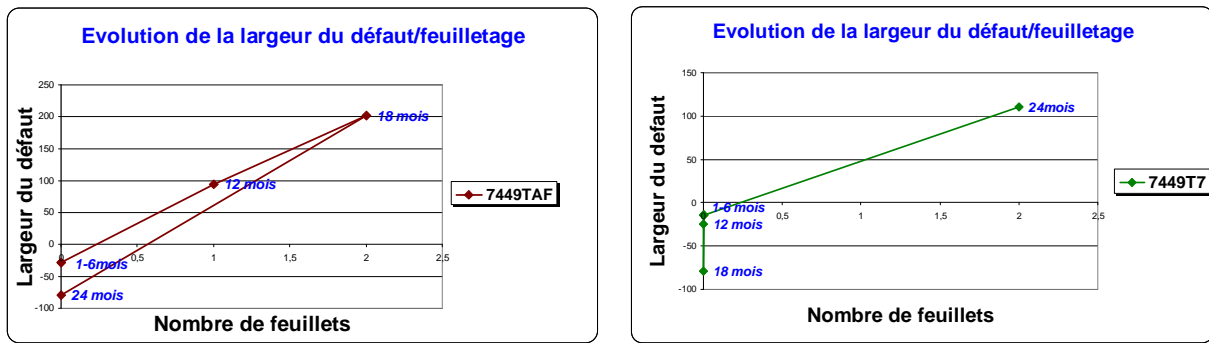


Figure 90 – Évolution de la corrosion des alliages 7449 TAF-T7-Brest.

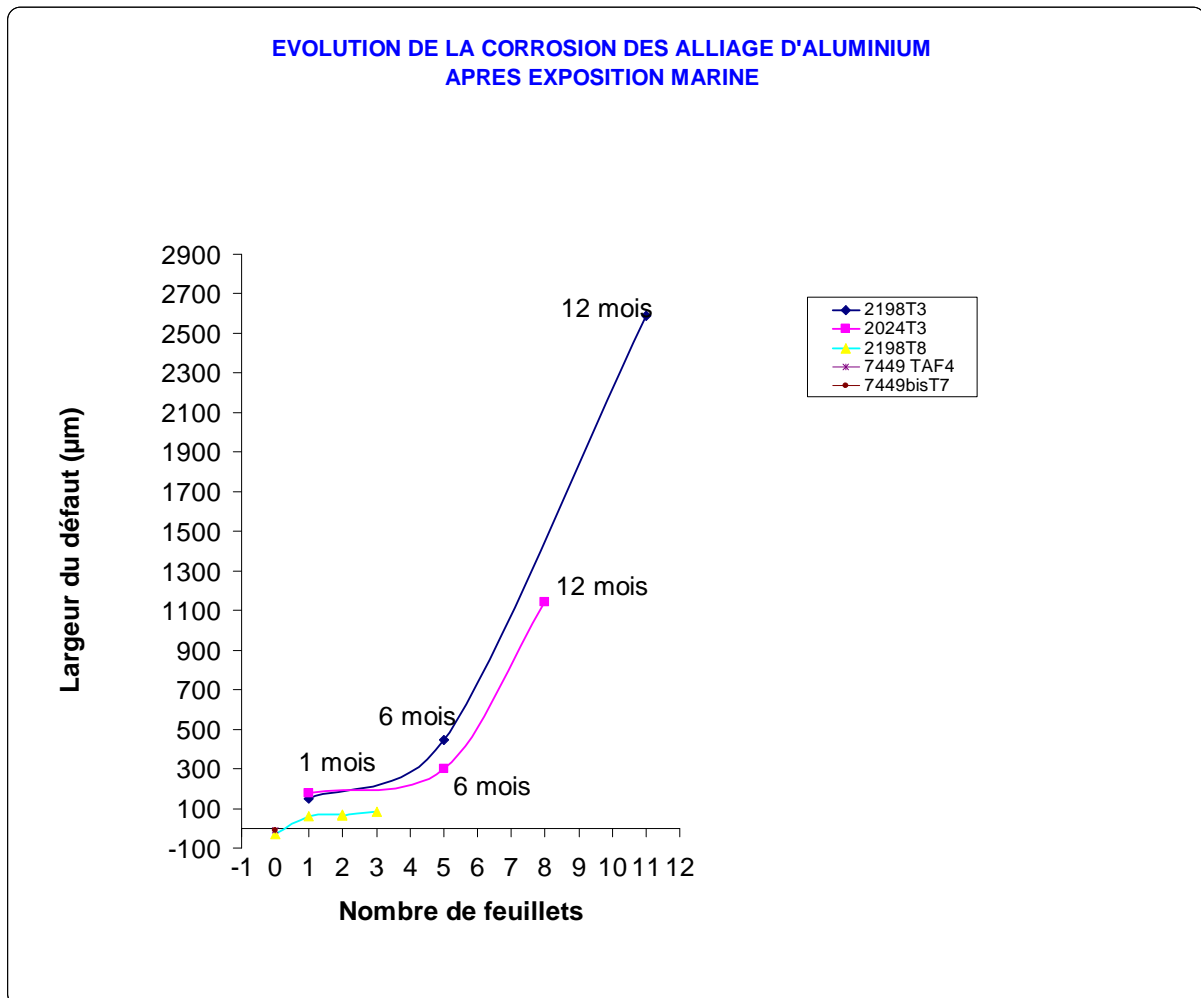


Figure 91 - Évolution de la corrosion des alliages 2024T3 -2198T8 - 2198T3 - EADS.

En conclusion : Il est possible de caractériser la corrosion et son évolution par un paramètre décrivant la morphologie du défaut. La démarche est intéressante car elle nous permet de souligner la sensibilité des alliages au phénomène de feuillette, d'illustrer le passage de la piqûration à la corrosion feuillette et - comme nous le verrons subséquemment - d'envisager une représentation du défaut en 3D.

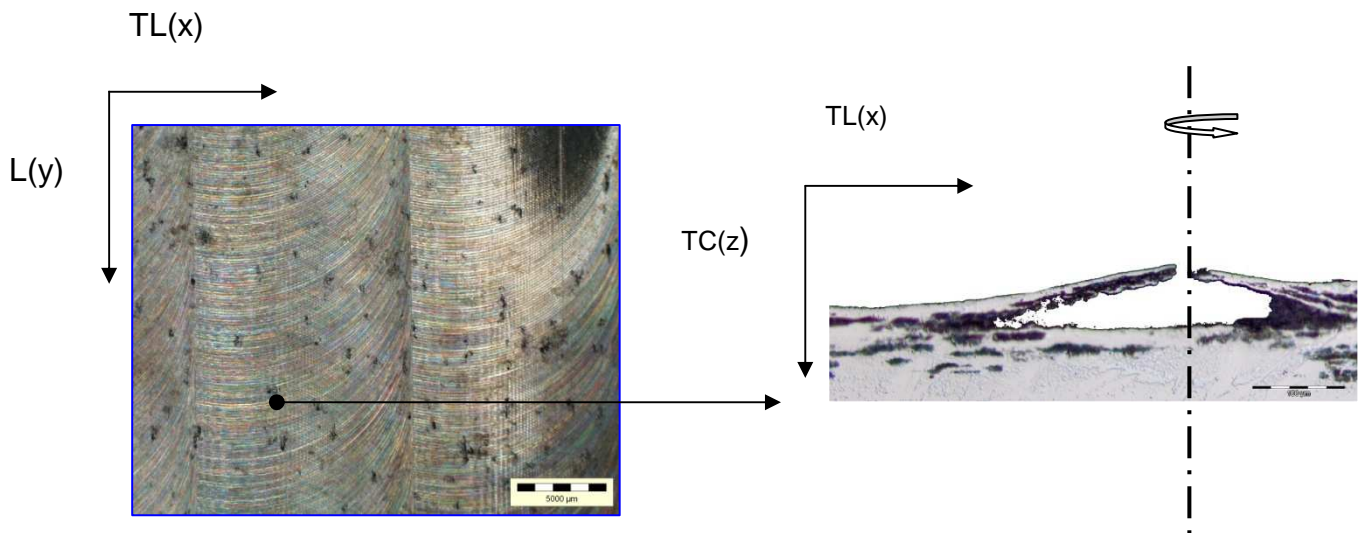
VI. Passage 2D local en 3D

VI.1 Visualisation des défauts de type "blister"

A ce stade de notre étude, nous avons observé l'étendue des défauts blistants en deux dimensions (sens TL/TC), les paramètres σ et μ illustrant respectivement la forme de la courbe gaussienne approchant au mieux le défaut, ainsi que sa position centrale par le paramètre μ .

Nos premières observations macroscopiques révèlent que les défauts au stade de l'amorçage peuvent en surface (sens L/TL) s'apparenter à des cercles dont l'aire est mesurable par analyse d'image (cf. Fig. 92).

Notre idée est d'obtenir le produit analytique de la fonction "loi Normale" suivant les axes x et y dans le plan de la surface, puis de tracer dans un repère cartésien $f(x) \times f(y) = z$ afin de représenter un défaut à symétrie circulaire par rapport à l'axe z (cf. Fig. 92').



Figures 92 & 92' – Défaut feuilletant 2198T8 1 mois EM "circulaire".

Comme déjà vu au chapitre II.5.3, la courbe de Gauss est caractérisée par la fonction ci-dessous :

$$f(x) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{(x-\mu)^2}{2\sigma^2}}$$

Équation (1)

En réalisant le produit de la fonction, on peut exprimer la variable z en fonction de x et y.

$$z = f_x(x) \times f_y(y) = \frac{1}{\sigma_x \sqrt{2\pi}} e^{-\frac{(x-\mu_x)^2}{2\sigma_x^2}} \times \frac{1}{\sigma_y \sqrt{2\pi}} e^{-\frac{(y-\mu_y)^2}{2\sigma_y^2}} = \frac{1}{\sigma_x \sigma_y 2\pi} \left(e^{-\frac{(x-\mu_x)^2}{2\sigma_x^2}} \times e^{-\frac{(y-\mu_y)^2}{2\sigma_y^2}} \right)$$

Donc :

$$z = f_x(x) \times f_y(y) = \frac{1}{\sigma_x \sigma_y 2\pi} \left(e^{-\frac{(x-\mu_x)^2}{2\sigma_x^2}} \times e^{-\frac{(y-\mu_y)^2}{2\sigma_y^2}} \right) = \frac{1}{\sigma_x \sigma_y 2\pi} \times e^{-\left[\frac{(x-\mu_x)^2}{2\sigma_x^2} + \frac{(y-\mu_y)^2}{2\sigma_y^2} \right]}$$

Équation (8)

Grâce au produit de la fonction gaussienne, nous obtenons l'altitude z caractérisant la hauteur du défaut en tous points. La fonction ainsi définie permet de quantifier la forme et la position des défauts, au travers des paramètres σ et μ suivant x et y. Ces expressions analytiques sont implémentées dans le logiciel GNUPLOT qui permet un traçage direct en langage Postscript.

Si nous reprenons le défaut correspondant à l'alliage 2198T8 après 6 mois en exposition marine, ainsi que les 3 mesures effectuées en deux dimensions dans le sens TL/TC et caractérisant le défaut (σ, μ , facteur), nous parvenons à exprimer ce défaut en 3D avec l'expression analytique intégrée dans un script programmé :

A : Script d'approche analytique mono-feuillet perforé (cf. Fig. 93 & 93')

```
# limites en x et y (environ 3 fois écart-type)
set xrange[0:300]
set yrange[-150:150]
set zrange[-30:30]
# légendes
```

```

set xlabel "x um"
set ylabel "y um"
set zlabel "z um"
set title "Extrapolation symétrique du défaut exfoliant feuilletant Al2198 T8 6 mois "

# mappage de la surface
# set hidden3d
set isosamples 30,30

# écart-type et positionnement
facteur=4654
sig1=58
mu=207

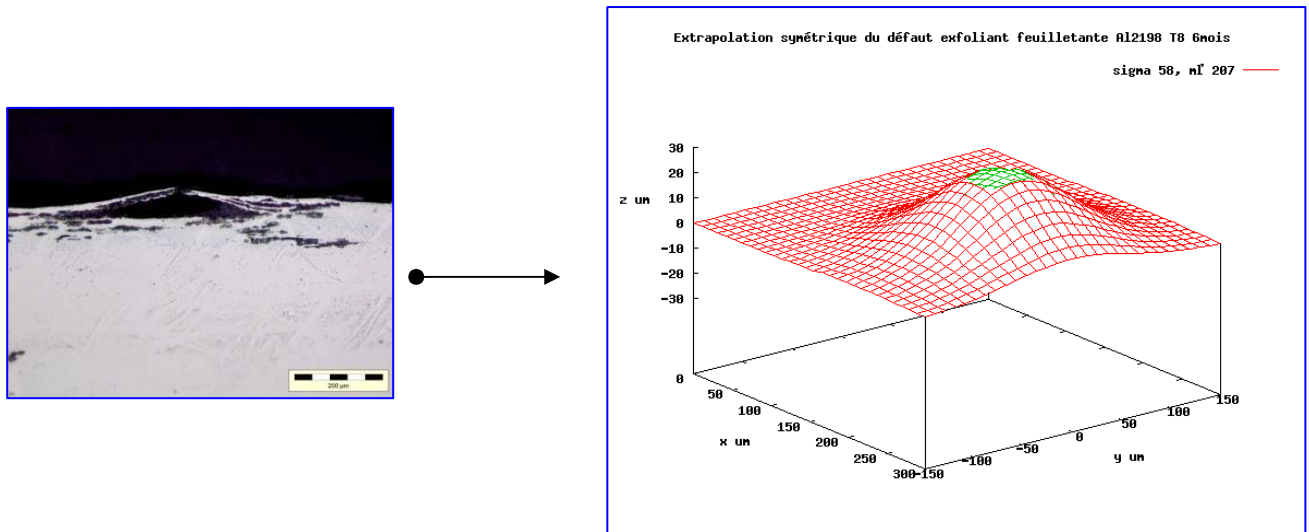
# tracé en 3D expression analytique
set hidden3d

splot (facteur*(1/(sig1*sqrt(2*3.1416))) * exp(-(x-mu)**2/(2*sig1**2)) * exp(-y**2/(2*sig1**2)))
with lines title "sigma 58, μ 207"

set term png
set output "2198T8 6mois.png"
replot
set terminal windows

```

Nous pouvons voir dans le script que nous intégrons un sigma identique sur les deux axes "x" et "y" avec un centrage de la courbe sur $y\mu=0$, qui correspond exactement à la moitié de la cote y. Nous considérons donc que le défaut est isotrope. Si l'hypothèse est incertaine, en l'occurrence dans les phases intermédiaires de l'amorçage visualisables sur la macrographie (cf. Fig. 92 & 92'), elle nous semble satisfaisante pour concrétiser la morphologie initiale du défaut avec son altitude en 3D (cf. Fig. 93 & 93). Nous étudierons ensuite des défauts anisotropes, modélisés par des valeurs distinctes de σ_x et σ_y .



Figures 93 & 93'– Reconstitution du défaut feuilletant 2198T8 6 mois EM.

Nous avons pu développer des scripts caractérisant la morphologie des multi-feuillets correspondant à une forte sensibilisation de l'alliage. En visualisant le défaut dans le sens TL/TC, et en extrapolant localement cette représentation dans le sens L/TL, il sera possible grâce aux paramètres mesurés de généraliser cette représentation de la corrosion dans le sens L/TL, mais sur une surface beaucoup plus large. Nous allons répertorier les différents défauts rencontrés sur les alliages, avec leur morphologie, et évaluer la possibilité de nous rapprocher progressivement d'une caractérisation chiffrée dans la perspective de la norme G34.

Comme montré au paragraphe précédent, les alliages 2024T3 et 2198T3 présentent une exfoliation d'envergure dès 6 mois d'exposition marine.

Avec les paramètres mesurés et intégrés au script, nous aboutissons à ce qui suit :

B : Script d'approche analytique multi-feuillets exfoliant (cf. Fig. 94 & 96')

```
# limites en x et y (environ 3 fois écart-type)
set xrange[0:3000]
set yrange[-1500:1500]
set zrange[0:600]
```

```
# légendes
```

```
set xlabel "x um"
```

```
set ylabel "y um"
```

```
set zlabel "z um"
```

```
set title "Extrapolation symétrique du défaut exfoliant feuilletant Al2198 T3 6mois Brest "
```

```
# mappage de la surface
```

```
set hidden3d
```

```
set isosamples 30,30
```

```
# écart-type et espérance
```

```
#facteur1=
```

```
#facteur2=
```

```
facteur=609018
```

```
sig1=933
```

```
sig2=933
```

```
sig3=1500
```

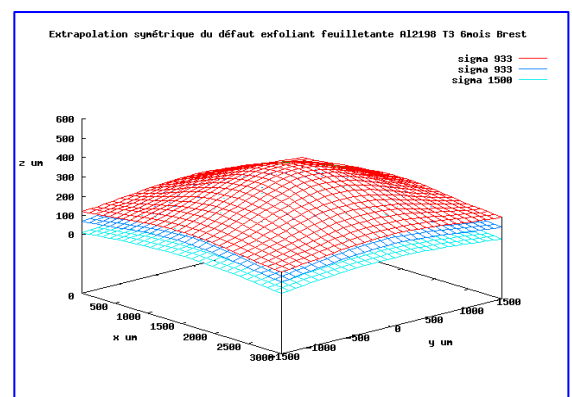
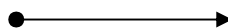
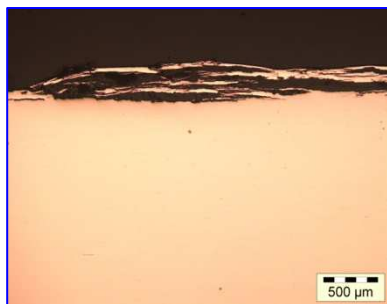
```
mu=1687
```

```
# tracé en 3D
```

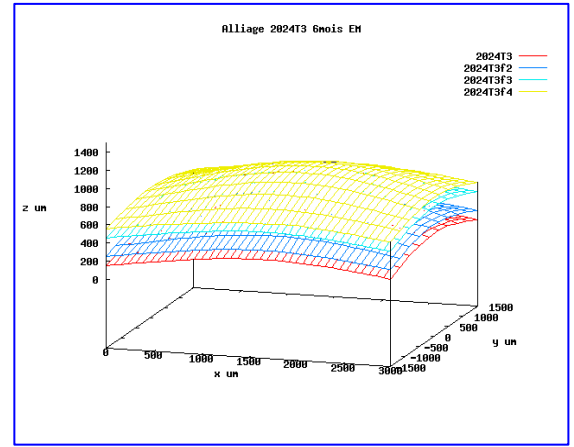
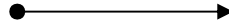
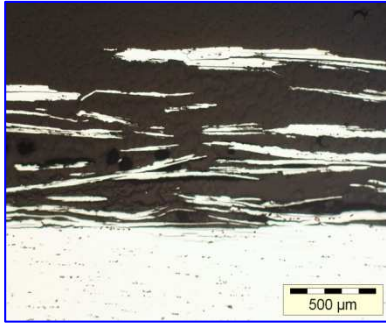
```
Splot (facteur*(1/(sig1*sqrt(2*3.1416)))*exp(-(x-mu)**2/(2*sig1**2))*exp(-y**2/(2*sig1**2))) +100 with  
lines title "sigma 933"
```

```
replot (facteur*(1/(sig2*sqrt(2*3.1416)))*exp(-(x-mu)**2/(2*sig2**2))*exp(-y**2/(2*sig2**2))) +50title  
"sigma 933"
```

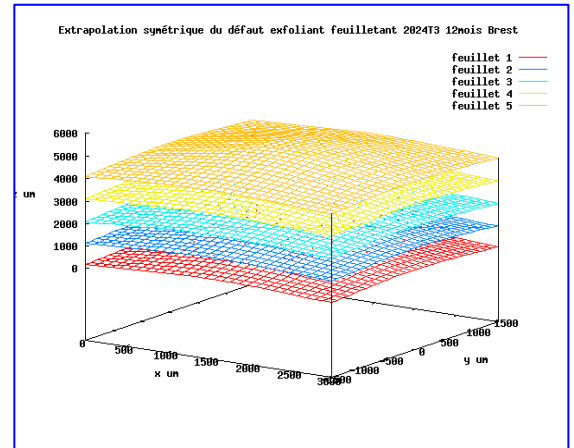
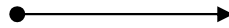
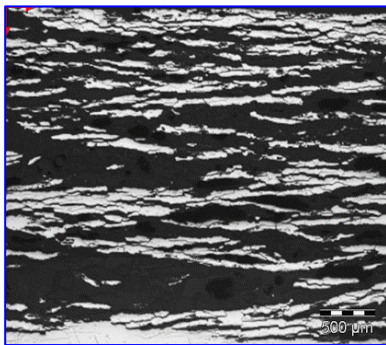
```
replot (facteur*(1/(sig3*sqrt(2*3.1416)))*exp(-(x-mu)**2/(2*sig3**2))*exp(-y**2/(2*sig3**2))) -  
50 title "sigma 1500"
```



Figures 94 & 94' – Reconstitution du défaut feuilletant - 2198T3 6 mois EM.



Figures 95 & 95' – Reconstitution du défaut feuilletant - 2024T3 6 mois EM.



Figures 96 & 96' – Reconstitution du défaut feuilletant - 2024T312 mois EM.

B : Script de représentation d'un défaut piqûrant (cf. Fig. 97 & 97')

```
# limites en x et y (environ 3 fois écart-type)
set xrange[0:140]
set yrange[-70:70]

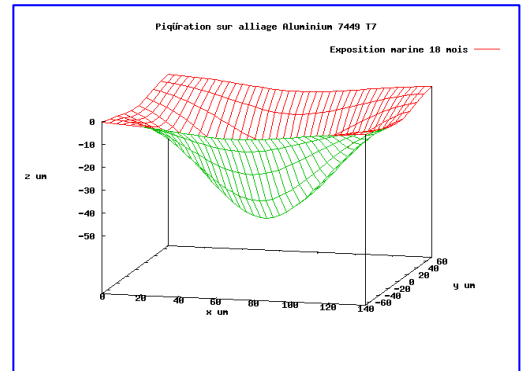
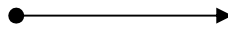
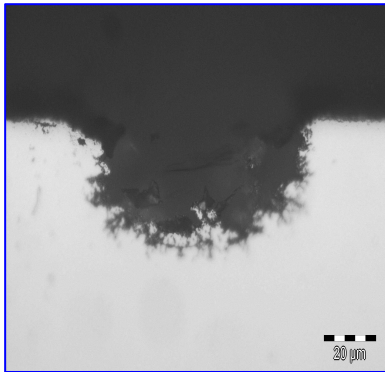
# légendes
set xlabel "x um"
set ylabel "y um"
set zlabel "z um"
#set title "Evolution fictive de la corrosion feuilletante Al2198 T8 6mois"
set title "Piqûration sur alliage aluminium 7449T7 EM 18 mois"
# mappage de la surface
set hidden3d
set isosamples 30,30
# écart-type et espérance
#facteur1=
#facteur2=
facteur=4654
```

```
sig1=30
#sig2=60
#sig3=50
mu=70
```

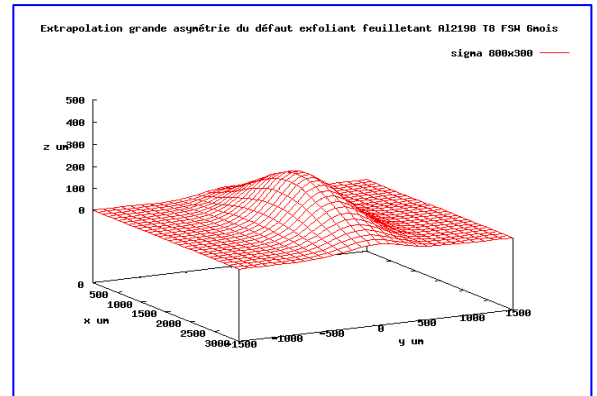
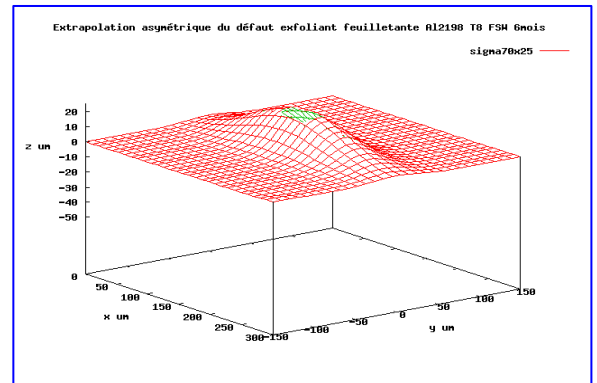
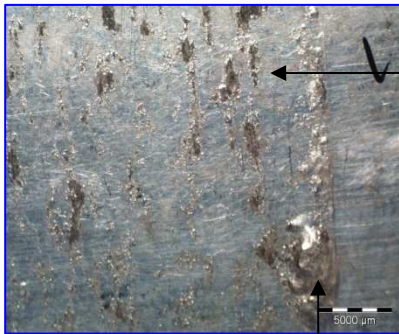
```
#Tracer en 3D
```

```
splot-(facteur*(1/(sig1*sqrt(2*3.1416))))*exp(-(x-mu)**2/(2*sig1**2))*exp(-y**2/(2*sig1**2))
title "exposition marine 18 mois"
```

```
#set term png
#set output "2198T8 6mois.png"
#unset term
#replot
```



Figures 97 & 97' – Reconstitution du défaut, 7449 T7 18 mois EM.



Figures 98, 98' & 98" – Reconstitution du défaut 2198T8 soudé par FSW – 6 mois EM.

C : Script de représentation d'un défaut mono-feuillet anisotrope perforé (cf.

Fig. 98')

```
# limites en x et y
set xrange[0:300]
set yrange[-150:150]
set zrange[-50:25]

# légendes
set xlabel "x um"
set ylabel "y um"
set zlabel "z um"
set title "Extrapolation asymétrie du défaut exfoliant feuilletante Al2198 T8 FSW 6mois "

# mappage de la surface
set hidden3d
set isosamples 30,30
set view 66,53, 1,1

# écart-type et espérance
facteur=4654

sig1=70
sig2=25
sig3=58
mu=150

# tracé en 3D

Splot (facteur*(1/(sig1*sqrt(2*3.1416))) * exp(-(x-mu)**2/(2*sig1**2)) * exp(-y**2/(2*sig2**2)))
with lines title "sigma70x25"
#replot (facteur*(1/(sig2*sqrt(2*3.1416))) * exp(-(x-mu)**2/(2*sig2**2)) * exp(-
y**2/(2*sig2**2)))+10 title "sigma 60"
#replot (facteur*(1/(sig3*sqrt(2*3.1416))) * exp(-(x-mu)**2/(2*sig3**2)) * exp(-
y**2/(2*sig3**2)))+5 title "sigma 58"
```

D : Script de représentation d'un défaut long de type "blister", mono-feuillet, très forte anisotropie (cf. Fig. 98")

```
# limites en x et y
set xrange[0:3000]
set yrange[-1500:1500]
set zrange[-50:500]

# légendes
set xlabel "x um"
set ylabel "y um"
set zlabel "z um"
set title "Extrapolation grande anisotropie du défaut exfoliant feuilletant Al2198 T8 FSW
6mois "

# mappage de la surface
set hidden3d
set isosamples 30,30
set view 74,109, 1,1

# écart-type et espérance

#facteur1=
#facteur2=
facteur=465400

sig1=800
sig2=300
sig3=58
mu=1500

# tracé en 3D

plot (facteur*(1/(sig1*sqrt(2*3.1416)))*exp(-(x-mu)**2/(2*sig1**2))*exp(-y**2/(2*sig2**2)))
with lines title "sigma 800x300"
```

Ces deux scripts caractérisent des défauts anisotropes, tels qu'observés sur l'alliage 2198T8 FSW. Nous attribuons deux valeurs différentes aux constantes sigma. La valeur supérieure correspond au sens de laminage L, et la valeur inférieure au sens TL. C'est ce qui différencie les défauts locaux symétriques des asymétriques. En résumé, la représentation de la morphologie feuilletante par un profil gaussien permet de représenter un défaut de corrosion en 2D et de l'extrapoler en 3D. Si l'extrapolation ne rend pas compte de toutes les caractéristiques dimensionnelles, elle nous fournit une représentation simplifiée du défaut avec des grandeurs chiffrées de façon localisée : la perspective est séduisante.

VI.1.1 Résumé du cheminement 2

- 1. Représentation évolution de la corrosion.**
- 2. Méthode analytique "produit Gaussien".**
- 3. Paramètres.**
- 4. Script.**
- 5. Passage de 2D en 3D localement.**

VI.2 Étude cinétique de la corrosion exfoliante

A partir des données recueillies pour des temps d'exposition successifs, il est possible d'ajuster des produits de fonctions de Gauss, tels que décrits précédemment, pour représenter l'évolution de la corrosion feuilletante. Nous avons mesuré sur les alliages l'évolution de sigma en fonction du temps. Lors de l'essai en milieu "ASTM G34" sur le 2198T8, nous avons tracé une courbe en ajustant une courbe de tendance sur l'évolution $\sigma=f(t)$ (cf. Fig. 100).

En définissant un script spécifique, nous avons fait évoluer graphiquement la fonction analytique selon le temps et l'évolution des deux paramètres mesurés (cf. Fig. 99). Les figures 101 à 104 représentent graphiquement en 3D l'évolution avec le temps du "blister" mesuré puis modélisé géométriquement.

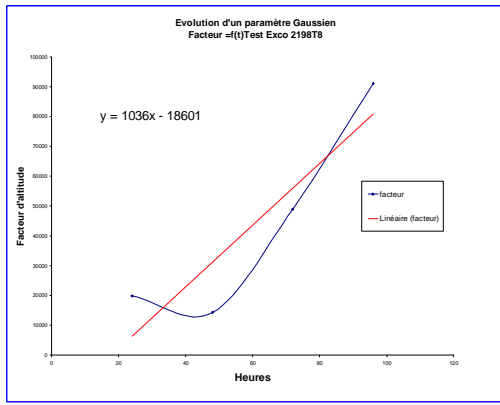


Figure 99 - Facteur=f(t).

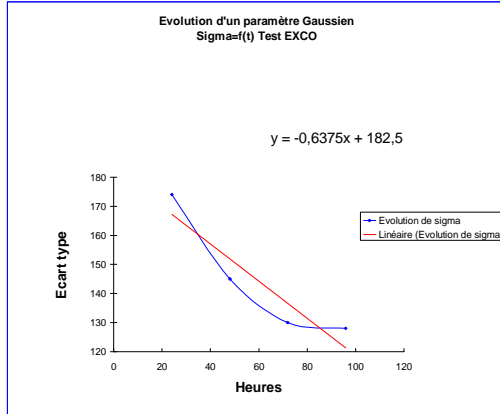


Figure 100 - $\sigma=f(t)$

$$F = 1036t - 18601$$

Boucles & programme

$$\sigma = -0,6375t + 182,5$$

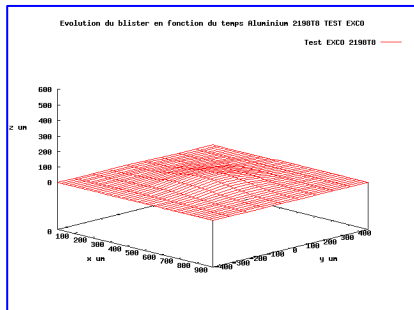


Figure 101 - Évolution 40 hs.

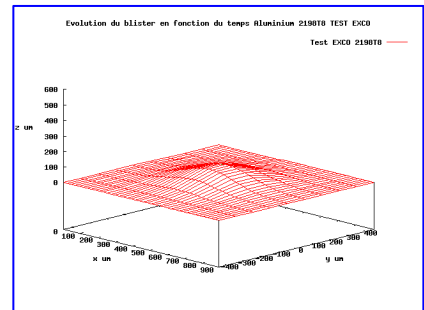


Figure 102 - Évolution 60 hs.

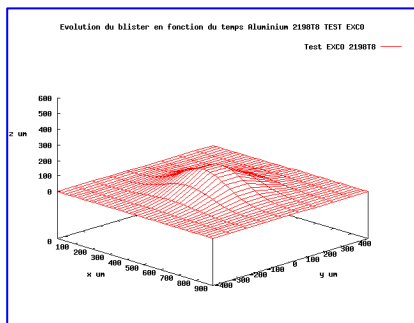


Figure 103 - Évolution 78 hs.

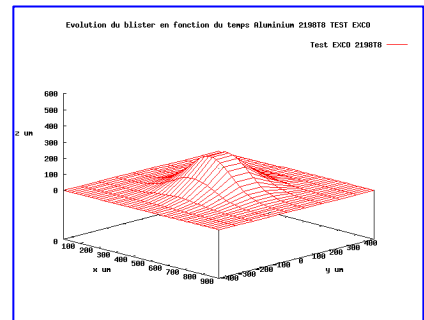


Figure 104 - Évolution 96 hs.

D : Script de représentation de l'évolution d'un blister en milieu G34

Boucle

```
facteur= 1036*t - 24601
sig1=(-0.6375*t + 182.5)
sig2=(-0.6375*t + 182.5)
mu=450
a2=450
b2=0

#splot (facteur*(1/(sigma*sqrt(2*3.1416)))**2/(2*sigma**2))*exp(-
y**2/(2*sigma**2))title "Test EXCO 2198T8 "
splot (facteur*sqrt((1/(sig1*sqrt(2*3.1416)))*(1/(sig2*sqrt(2*3.1416))))*exp(-(x-
a2)**2/(2*sig1**2))*exp(-(y-b2)**2/(2*sig2**2))) title "Test EXCO 2198T8"
pause 0.05
t=t+0.09
if(t<tmax) reread
```

Programme principal

```
set xrange [0:900]
set yrange [-450:450]
set zrange [0:600]

# légendes
set xlabel "x um"
set ylabel "y um"
set zlabel "z um"
set title "Evolution du blister en fonction du temps Aluminium 2198T8 TEST EXCO"

# mappage de la surface
set hidden3d
set isosamples 40,10

t=24
tmax=96
load "boucle2198T8 test exco.txt"
pause -3
```

Cette méthode n'est pas prédictive, mais elle permet de représenter à l'aide de paramètres simples (sigma et le facteur d'altitude) l'évolution dans le temps de défauts de géométrie tridimensionnelle complexe. Nous avons réalisé les mêmes opérations à partir des observations sur les alliages 2024T3 et 2198T3. Le principe d'ajustement des paramètres reste le même que celui évoqué au chapitre VI.1.

VII. Passage de 2D en 3D surfacique généralisée

VII.1 Approche

Dans les chapitres précédents, nous avons fait apparaître la possibilité de représentation des défauts feuilletants par une méthode de caractérisation et par l'ajustement d'une courbe gaussienne de distribution de Loi Normale. Nous avons montré en outre l'intérêt de cette courbe, qui peut être ajustée à l'aide de deux paramètres. Nous avons travaillé sur les défauts locaux en surface de différents alliages d'aluminium à durcissement structural pour des traitements thermiques et compositions différents, qui peuvent sensibiliser l'alliage à la corrosion feuilletante. Notre travail nous a permis de représenter les défauts suivant la face TL/TC, à partir de coupe L/TL. L'objectif est de représenter une combinaison de défauts locaux à partir des points d'amorçage de la corrosion pour les expositions de courte durée. Nous avons mis au point un programme d'analyse d'image (cf. §XV.4) capable de cartographier un échantillon de dimensions conséquentes dans le sens L/TL. Un carré d'analyse de dimensions finies (cf. Fig. 105) se déplace à partir de l'angle gauche supérieur de l'image. Le balayage de l'image suit une trajectoire ondulante, ce qui permet l'analyse de tout le cadre.

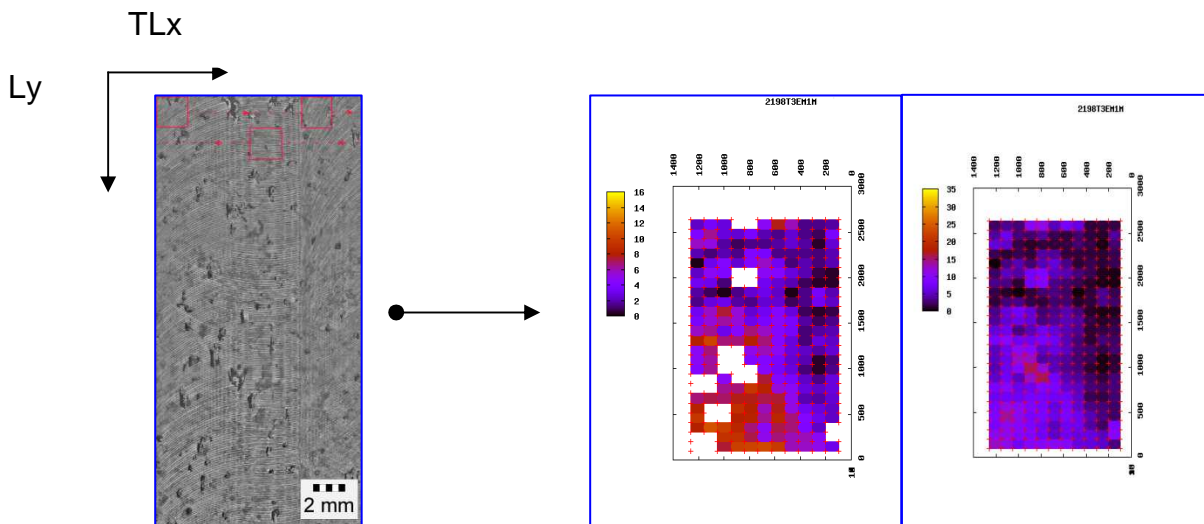


Figure 105 - 2198T3 1 mois EM. **Figures 106 & 107** – Cartographie.

A chaque déplacement, une analyse de la surface est effectuée suivant un critère morphologique (ex. : la fraction d'aire) de l'amorçage de la corrosion.

Après analyse complète, nous reconstituons une cartographie de la surface en visualisant l'amplitude des défauts grâce au fichier des coordonnées de positionnement du cadre (cf. Fig. 106 & 107). On peut obtenir cette image en 3D. Une analyse complémentaire nous permet d'obtenir le centre de gravité suivant TL/L des défauts détectés dans le cadre d'analyse. Ce fichier des centres de gravité est d'une importance capitale. C'est à partir de ces coordonnées que nous allons positionner les défauts locaux dont les paramètres ont fait l'objet de mesures préalables (cf. §VI). Notre but est de nous rapprocher des figures de la norme G34 [4] (cf. Fig. 16). Si nous essayons de reconstituer « manuellement » une figure de cette norme par superposition de défauts locaux, la difficulté reste majeure et le résultat ne représente pas correctement la morphologie de la surface corrodée (cf. Fig. 109).

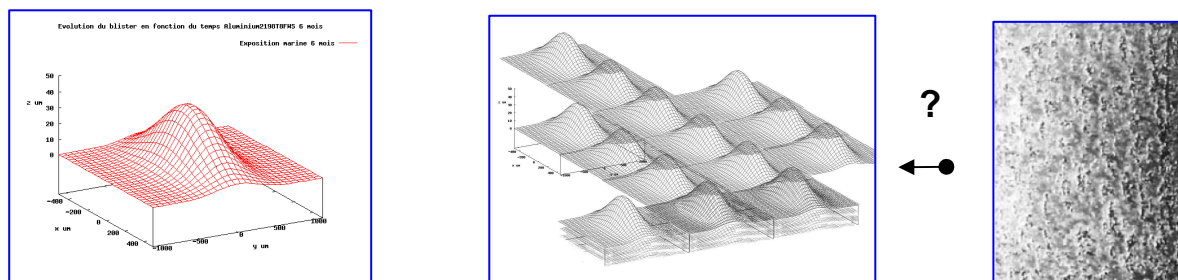


Figure 108 - Défaut local. **Figure 109** - Superposition de défauts isolés. **Figure 110** - G34.

L'idée de base était de parvenir à positionner des défauts suivant les paramètres déterminés localement et obtenus grâce au processus (cf. §IV.2) sur les centres de gravités des défauts mesurés en surface. On y parvient au moyen d'un algorithme programmé en langage C++ (cf. §XV.5 & 6). La formulation analytique gaussienne est introduite dans le programme et permet de tracer des courbes correspondantes sur les centres de gravités des défauts en $\mu 0x$ et $\mu 0y$ de leur courbe. Le tracé des dites courbes étant discrétisé. La forme des gaussiennes est définie par les écarts types selon x et y. Le facteur d'altitude est intégré, tout comme la hauteur h de la feuille du feuilletage. Deux méthodes sont comparées : soit un positionnement des gaussiennes de manière régulière sur un ensemble de positions (x, y) réparties uniformément sur la région tracée, soit un positionnement sur un fichier des centres de gravité.

En résumé le cheminement du programme est le suivant (cf. §XV.5 & 6) :

- Dimension de la région tracée
- Nombre de gaussiennes
- Discrétisation x et y
- Fichier feuillets numérotés
 - Écart type x et y
 - Facteur
 - Hauteur
 - Numéro du feuillet
- Défauts ordonnés /Fichier de points des défauts x et y
- Fichier par feuillets

A l'aide du programme avec des défauts ordonnés, il est possible de visualiser une surface avec une densité de défauts relatifs au nombre de gaussiennes réparties uniformément selon x et y. (cf. Fig. 111). Cette image présente de l'intérêt dans la mesure où elle nous révèle la faculté du programme à définir une morphologie ordonnée d'une surface de 1208 x 2533 pixels. Cette surface représente une tôle exposée en atmosphère marine de dimensions : 12,7 mm x 26,7 mm.

En conservant les mêmes dimensions de tôle, nous reconstruisons une surface (cf. Fig. 112) au stade de la piqûration, susceptible d'être comparée à la figure de la norme G34 (cf. Fig. 15 §II.3).

En reprenant les valeurs déterminées sur l'alliage 2198T3 exposition marine 1 mois EADS, nous représentons l'évolution progressive de la surface (cf. Fig. 113, 114, 115) jusqu'à l'obtention d'un feuillet (cf. Fig. 116) - situation représentative d'une forte délamination de l'alliage

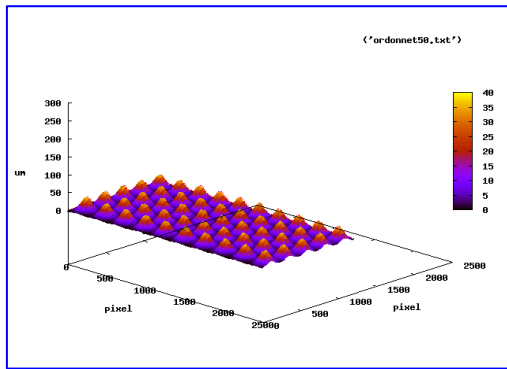


Figure 111 - Simulation de défauts blistants ordonnés.

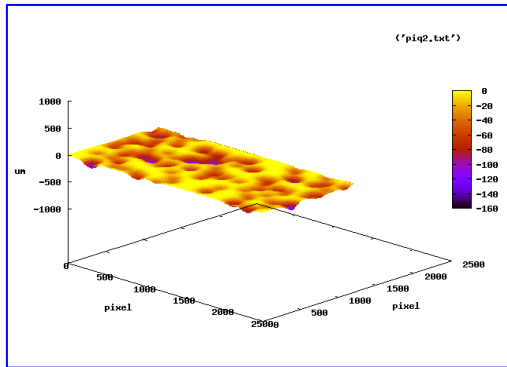


Figure 112 - 7449T7, 1 mois EM simulée piqûrée.

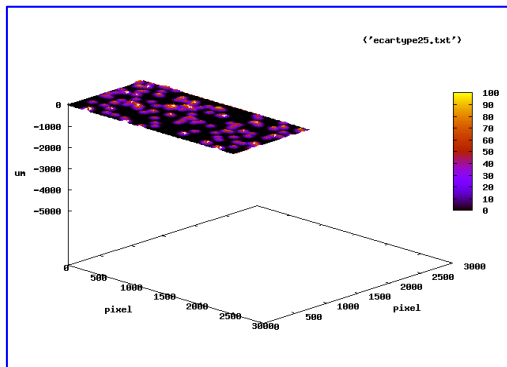


Figure 113 - 2198T3 EM simulée écart type 25.

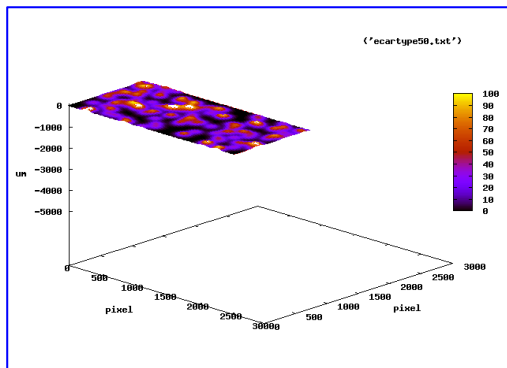


Figure 114 - 2198T3 EM simulée écart type 50.

Nous avons postulé l'apparition et le développement de la corrosion feuilletante à partir d'une surface piqûrée. La simulation géométrique de cette piqûration (cf. Fig. 112) est très représentative de cet état. Le passage d'une telle piqûration au stade d'apparition de "blisters" perforés, poussés par les produits de corrosion sous-jacents (cf. Fig. 114) conforte la simulation analytique de la représentation morphologique de ce phénomène à densité constante.

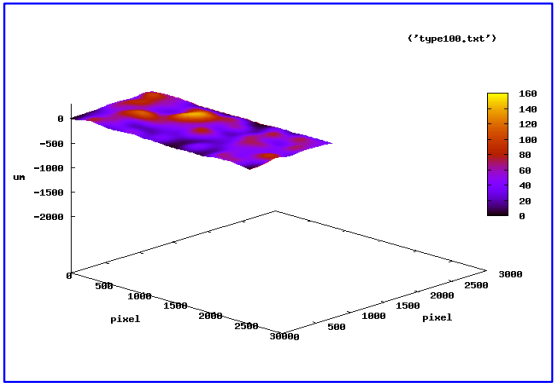


Figure 115 - 2198T3 EM (exposition marine simulée écart type 100).

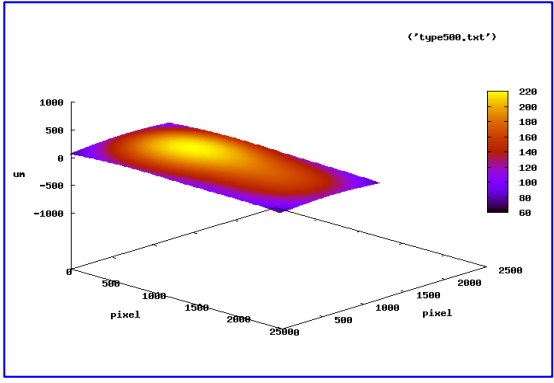


Figure 116 - 2198T3 EM simulée écart type 500.

Il est possible d'établir une représentation en 3 dimensions de l'évolution en corrosion feuilletante de cette surface pour l'alliage 2198T3 exposé sur le site de l'Ile du Pilier pendant des durées d'un (1), de six (6) et douze (12) mois.

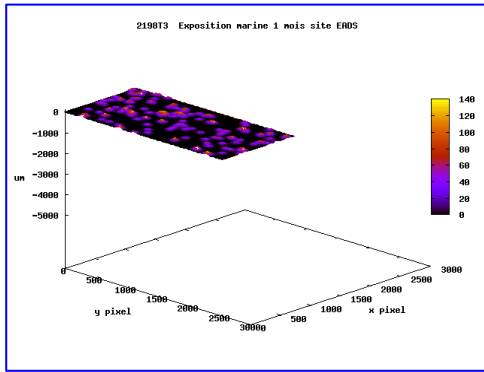


Figure 117 - 2198T3 1 mois EM.

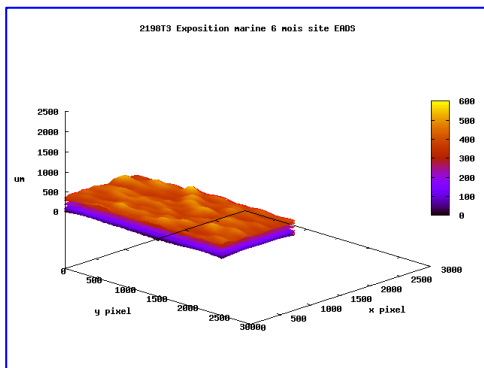


Figure 118 - 2198T3 6 mois EM reconstituée.

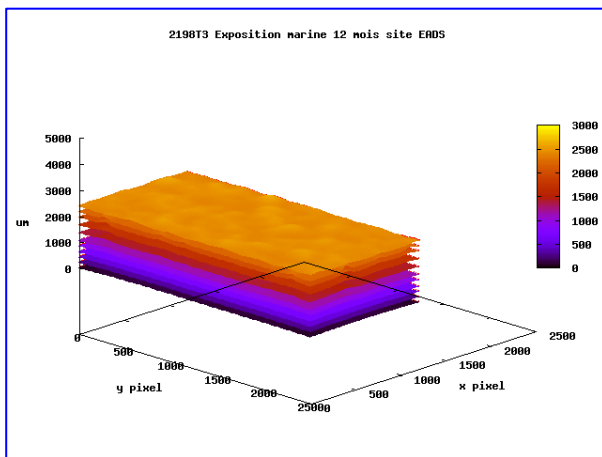
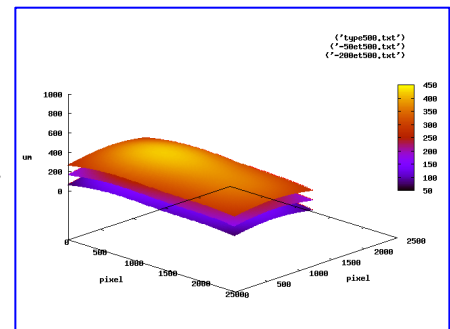


Figure 119 - 2198T3 12 mois EM reconstituée.



En effet, le programme prend en considération le nombre de feuillets à chaque stade de l'évolution, de même que la densité des blisters et leurs paramètres. En négligeant une possible interaction entre défauts proches, nous pouvons considérer que la reconstruction de l'alliage exfolié est réaliste tant au niveau de la morphologie que de l'amplitude (cf. Fig. 117, 118, 119).

Cette représentation 3D est très séduisante. **Elle nous permet de visualiser la surface et l'épaisseur feuilletante de l'alliage, c'est-à-dire sa dégradation, et ce pour tous les alliages de l'étude.** Le programme permet de bien distinguer visuellement la piqûre du blister (cf. Fig. 112 & 113). **Elle s'associe parfaitement à l'image de la norme G34 [4]** (cf. Fig. 15).

Le problème reste néanmoins complexe pour l'exfoliation en milieu ASTM-G34. En voulant associer aux images de la surface une épaisseur feuilletante en 3 dimensions, nous devons nous assurer que la dégradation de surface correspond réellement à un feuilletage dans le sens TL/TC. Les images types nous dévoilent une perturbation de la surface. Mais rien n'indique l'étendue de l'épaisseur affectée.

L'expérimentation en exposition marine de cette étude nous révèle que, en cas de dégradation de la surface, il existe de grandes probabilités de développer sur les alliages une sensibilité à l'exfoliation (cf. §V.1, Fig. 89). En nous basant sur un alliage de référence (le 2024T3), nous découvrons une très forte exfoliation à partir du sixième mois d'exposition quel que soit le site d'exposition. Ce constat est valable pour le 2198T3 et se trouve confirmé par l'analyse des cotations effectuée par la société ALCAN. Des valeurs tendent en effet vers des exfoliations maximales à 18 mois d'exposition marine cotant ED [4] ainsi que par la méthode de caractérisation développée par nos soins (cf. §V.1, Fig. 91).

Face à l'exfoliation substantielle de l'alliage 2024T3 coté ED [4] après 18 mois d'exposition et cotée EC pour 96 heures en solution G34 [4], nous pouvons associer ces deux cotations.

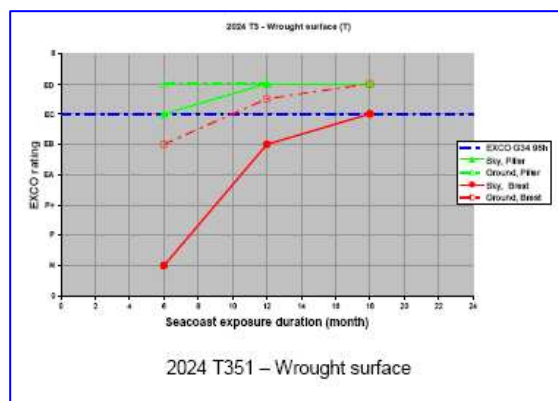


Figure 120 - Cotation ALCAN 2024T3, EM 6 à 18 mois. [8]

Une exposition de douze (12) mois se caractérise par une cotation visuelle ED [4]. EC et ED étant décrits, il est nécessaire de procéder à des essais en milieu G34 pour les durées plus courtes, afin d'identifier les paramètres géométriques correspondant aux cotes EA et EB. Pour ce faire, nous tentons à l'aide de notre programme de simuler les images correspondant à ces cotations.

VII.2 Approche quantitative des cotations de la norme G34

Nous avons montré qu'il était possible de caractériser l'exfoliation des échantillons exposés en milieu marin au moyen d'une représentation graphique en 3D généralisée. Toutes les informations relatives à la réalisation de la représentation ont été mesurées sur les échantillons exposés en milieu marin. Il est souhaitable d'identifier les paramètres représentatifs des cotations de la norme G34, ce qui permettrait d'attribuer ces cotations de manière plus objective que par l'interprétation visuelle d'un opérateur. Par une simulation avec le programme de l'évolution de l'écart type et de la densité, nous avons tenté de nous rapprocher des images types et de déterminer les valeurs les plus proches de leur morphologie. Les images types représentent l'évolution d'un endommagement exfoliant en surface.

Deux hypothèses peuvent être avancées : 1/ soit les défauts s'initient à partir de sites donnés et la production de produits de corrosion accentue l'amplitude (étendue et altitude) de ces défauts en surface, 2/ soit la densité de défauts croît au fil du temps - hypothèse probable dans la mesure où il y a propagation intergranulaire. L'augmentation de la densité en surface peut être simulée par une fonction aléatoire de probabilité.

Au moyen de la densité initiale déterminée sur un alliage 2198T3 à titre de référence, nous allons définir trois densités supplémentaires et envisager l'évolution d'écarts types isotropes et anisotropes afin de faire correspondre les images obtenues avec celles de la norme. Au paragraphe précédent, nous avons montré l'évolution d'une surface avec cette densité.

Pour une surface de 1208 x 2533 pixels, nous avons déterminé par analyse d'image 147 défauts correspondant à la densité p_1 . Sur la base des positions de ces défauts, nous avons réalisé un tirage aléatoire de coordonnées de défauts pour obtenir les densités $2p_1$, $4p_1$ et $8p_1$ correspondant à 294, 588 et 1176 défauts.

Un rectangle jaune sur les figures de la norme correspond à la surface simulée par le programme. Nous avons fait évoluer le σ_x et σ_y d'une manière isotrope et anisotrope.

Le tableau fait apparaître les différents fichiers déterminés par nos soins, une courbe 2D et 3D correspondant à chaque fichier.

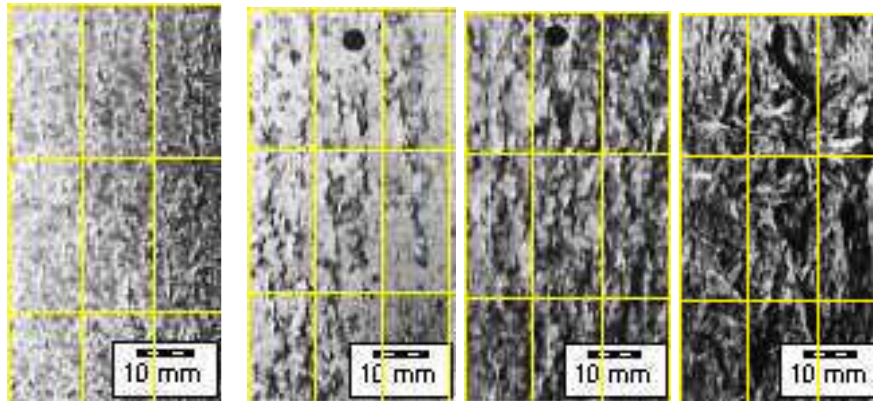


Figure 121 - Images de la norme EA, EB, EC, ED. [4]

147=p1	294=2p1	588=4p1
random 147et 5_5	random 294et 5_5	random 588et 5_5
random 147et 10_10	random 294et 10_10	random 588et 10_10
random 147et 15_15	random 294et 15_15	random 588et 15_15
random 147et 20_20	random 294et 20_20	random 588et 20_20
random 147et 25_25	random 294et 25_25	random 588et 25_25
random 147et 30_30	random 294et 30_30	random 588et 30_30
random 147et 35_35	random 294et 35_35	random 588et 35_35
random 147et 40_40	random 294et 40_40	random 588et 40_40
random 147et 45_45	random 294et 45_45	random 588et 45_45
random 147et 50_50	random 294et 50_50	random 588et 50_50
random 147et 100_100	random 294et 100_100	random 588et 100_100

Tableau 11 : Quelques références des fichiers à densités et écarts types variables.

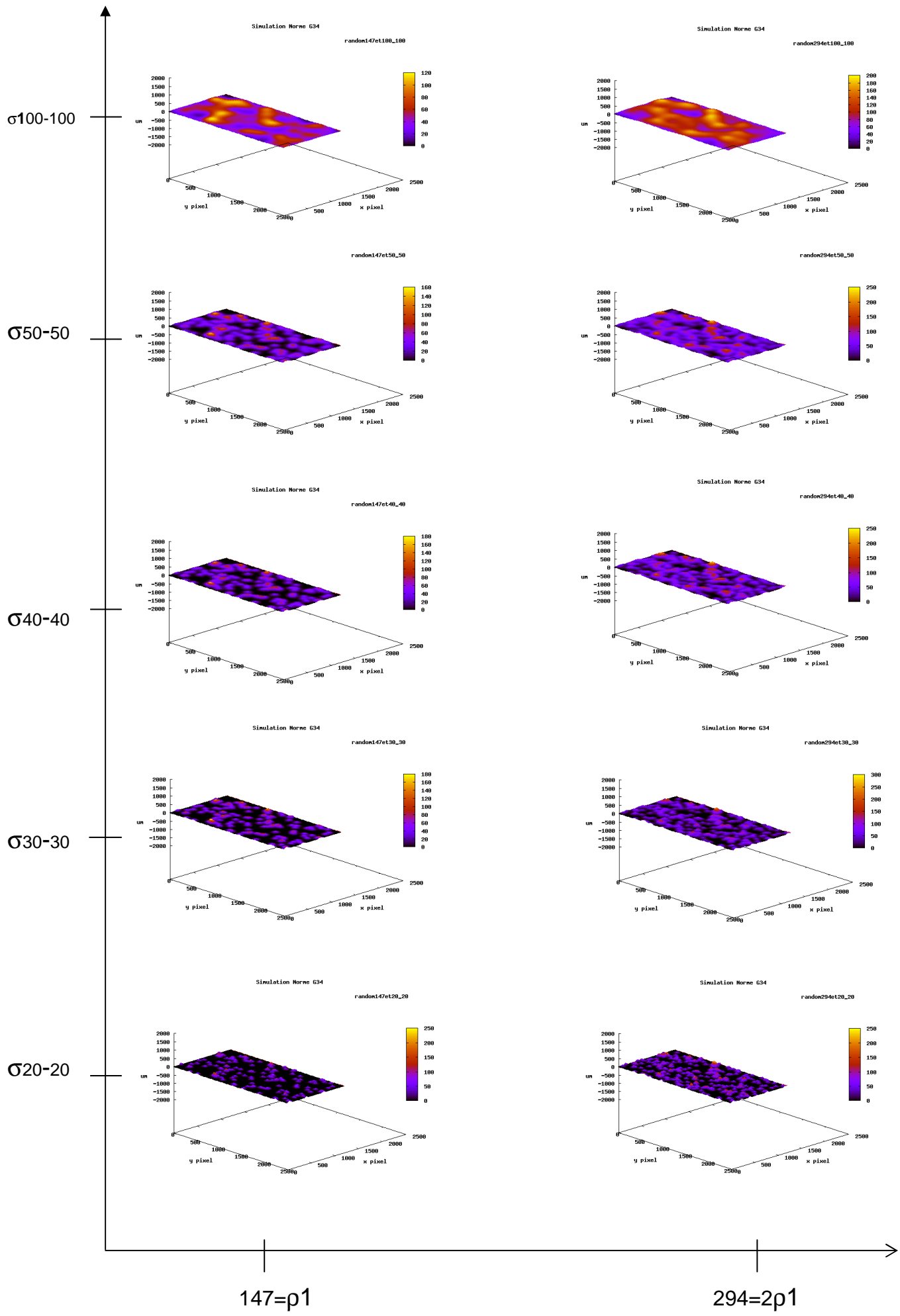


Figure 122 - Évolution de la surface corrodée $\sigma=f(\rho)$ en 3D avec sigma isotrope.

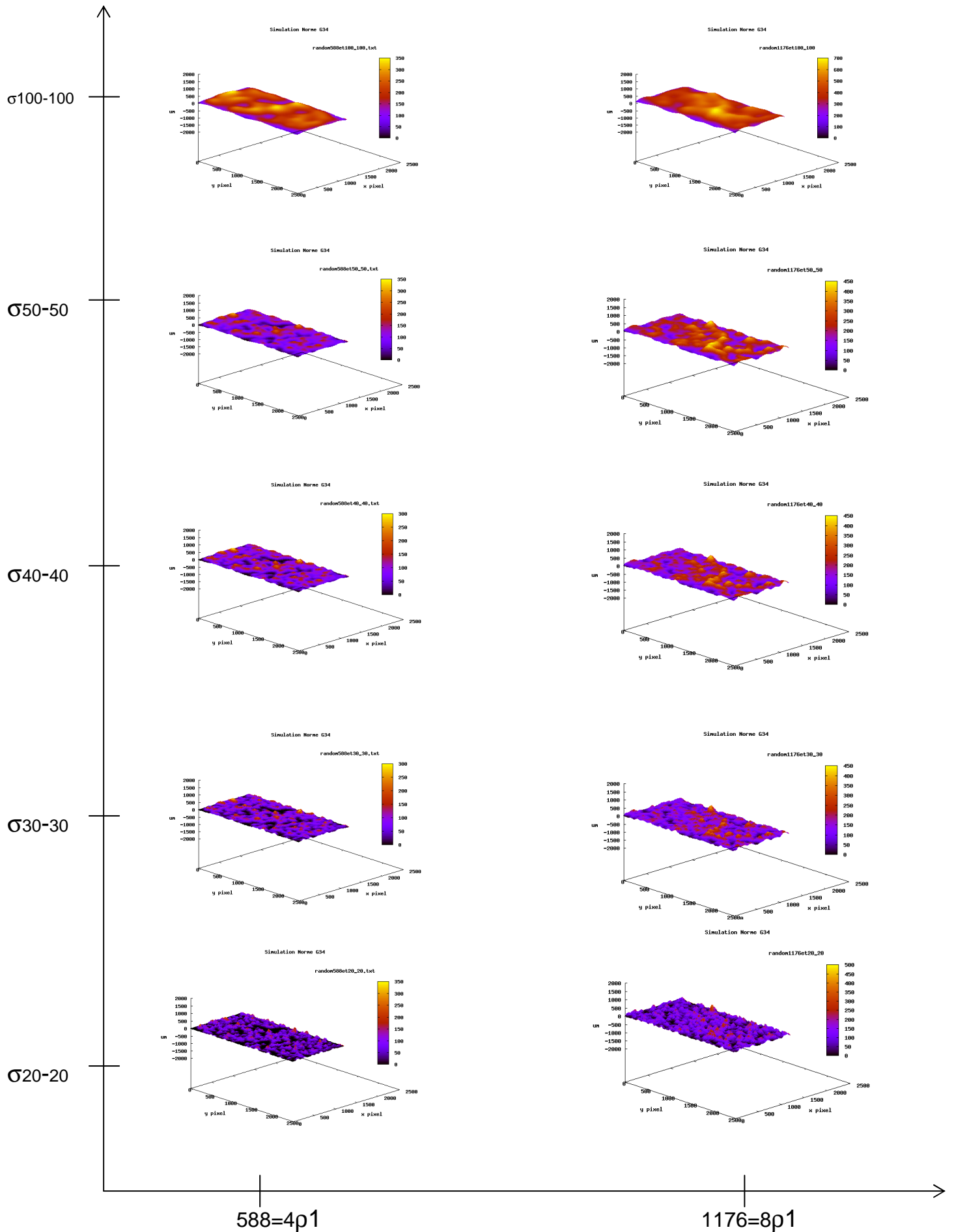


Figure 123 - Évolution de la surface corrodée $\sigma=f(\rho)$ en 3D avec sigma isotrope.

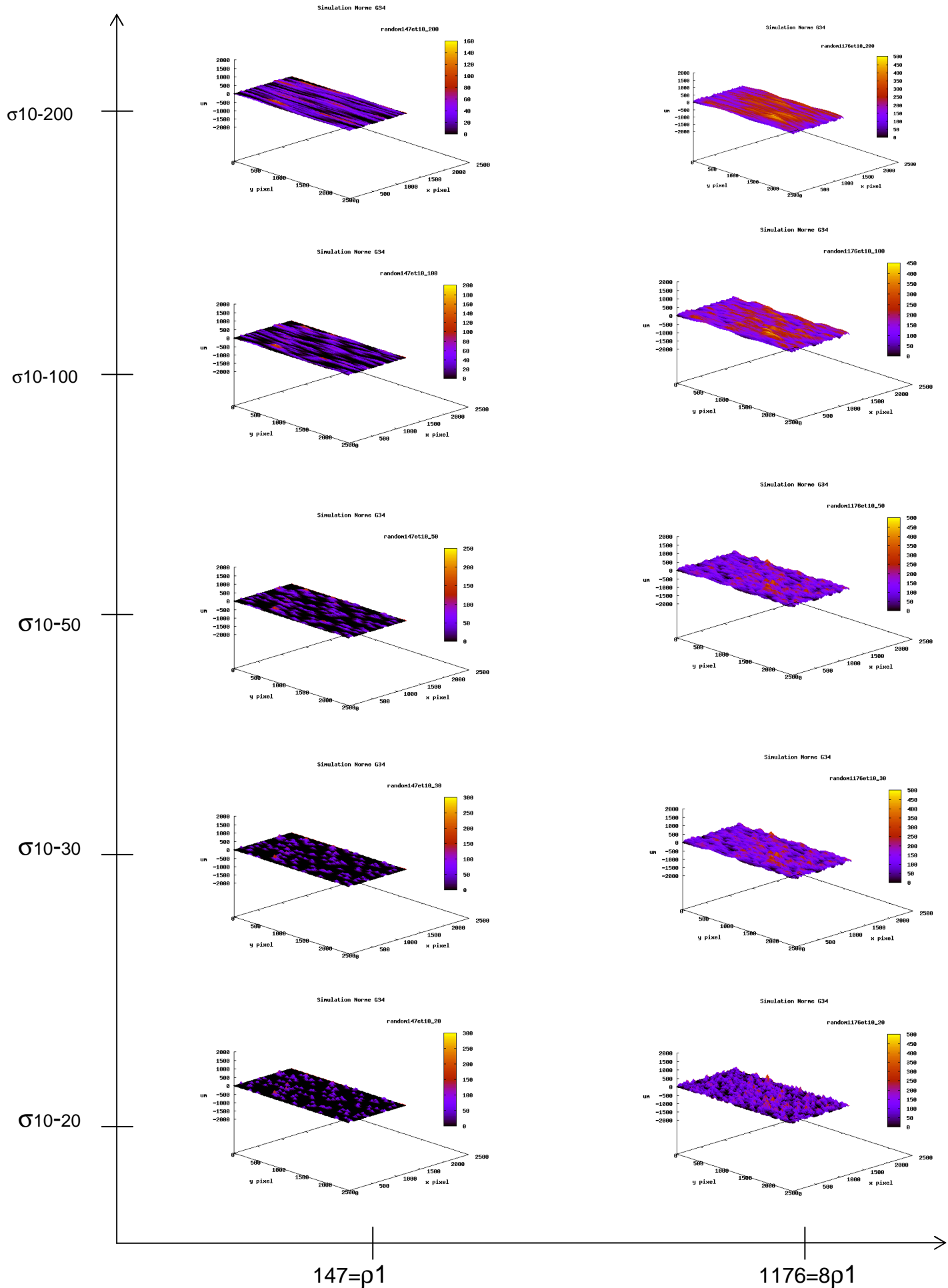


Figure 124 - Évolution de la surface corrodée $\sigma=f(\rho)$ en 3D - σ anisotrope 2 à 20 - .

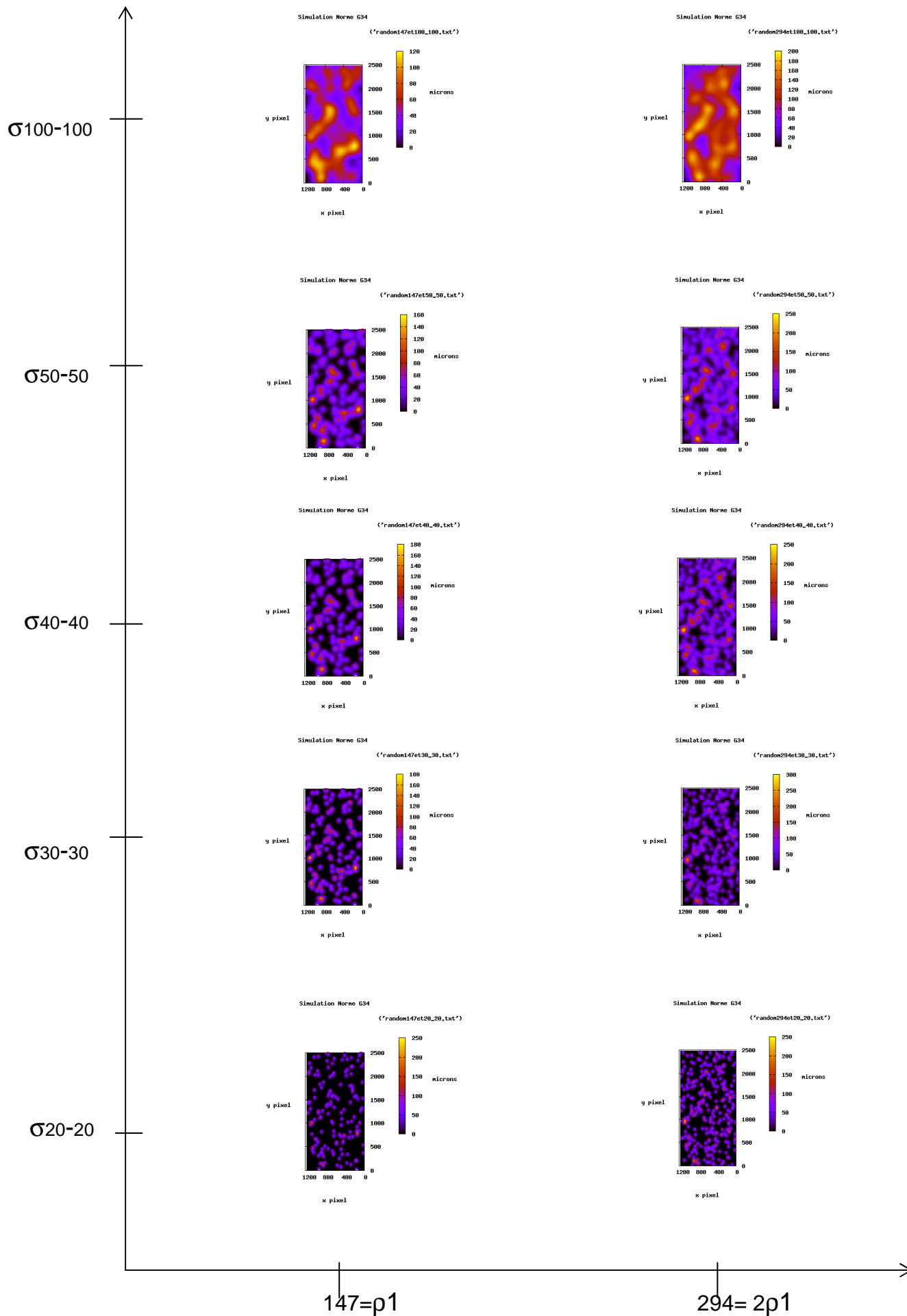


Figure 125 - Évolution de la surface corrodée $\sigma=f(\rho)$ en 2D avec sigma isotrope.

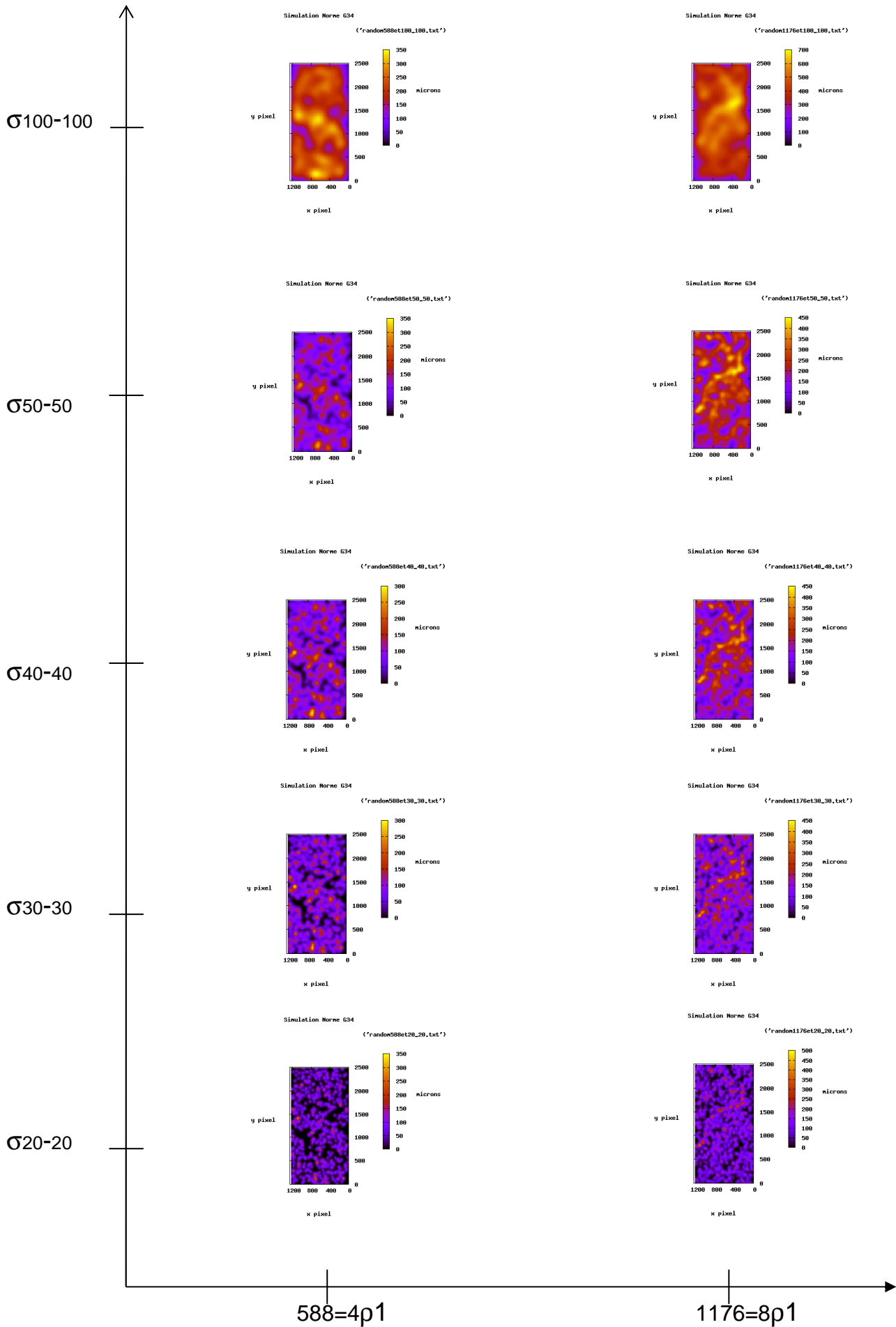


Figure 126 - Évolution de la surface corrodée $\sigma=f(\rho)$ en 2D avec sigma isotrope.

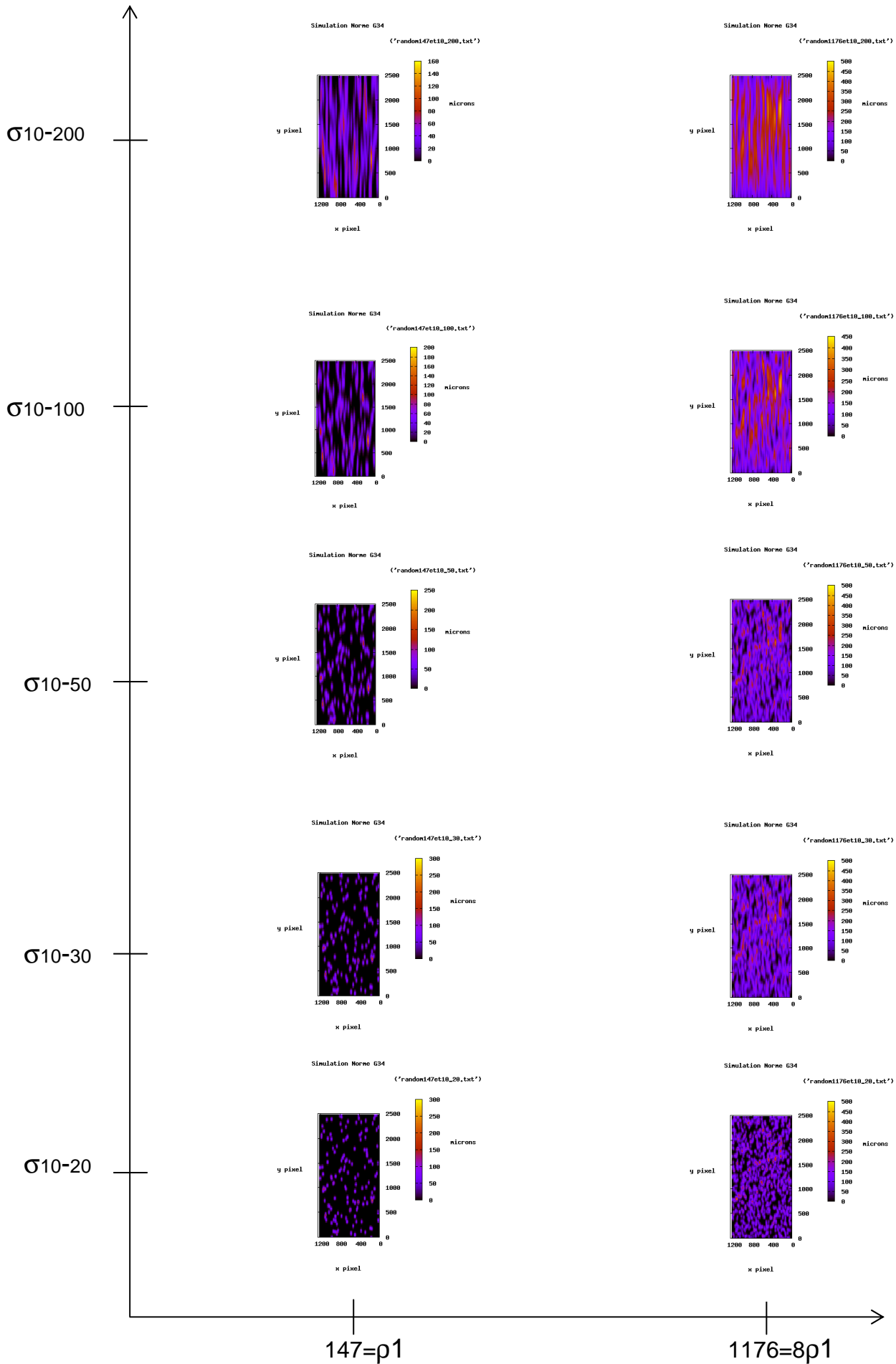


Figure 127 - Évolution de la surface corrodée $\sigma=f(\rho)$ en 2D.- σ anisotrope 2 à 20 -.

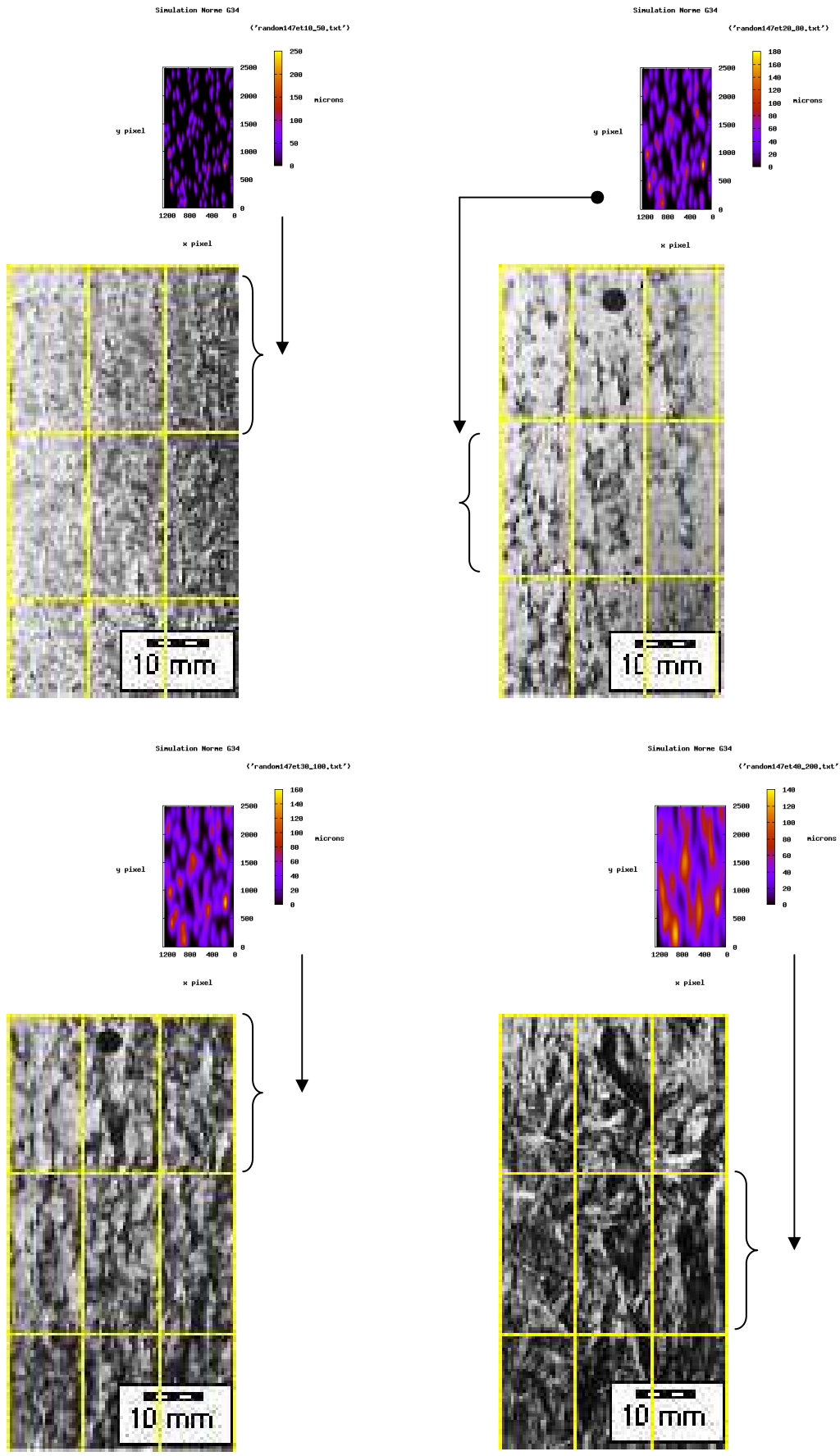
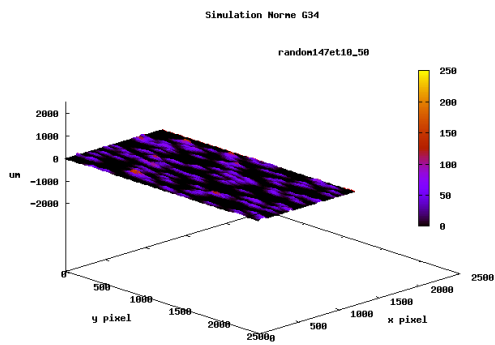
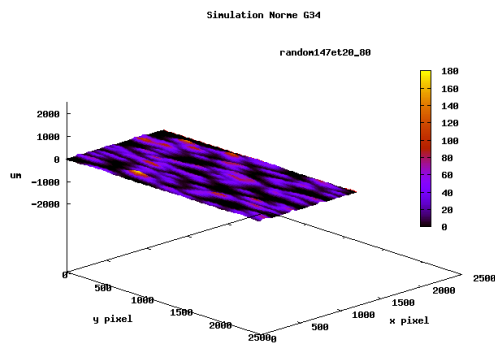


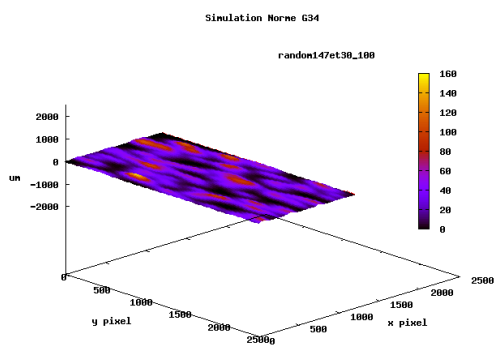
Figure 128 - Association des images type G34 avec des images simulées.



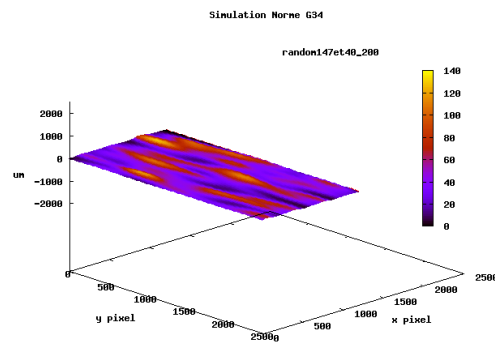
24 heures G34



48 heures G34



72 heures G34



96 heures G34



Exfoliation

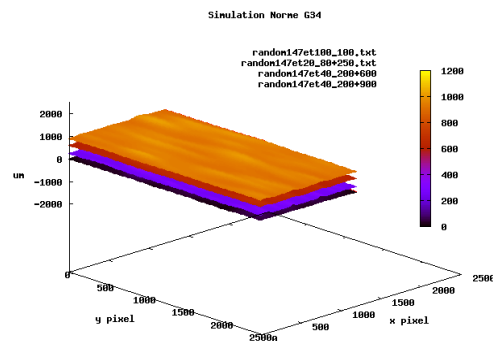
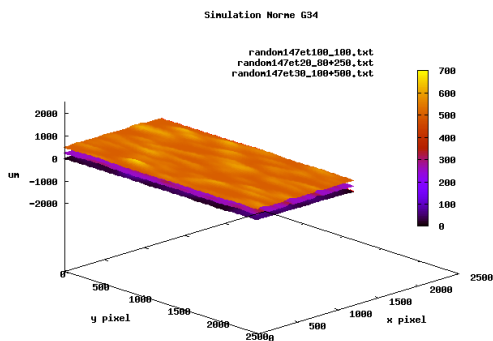


Figure 128 bis - Association des images type G34 avec des images simulées après essais en milieu G34.

L'évolution de la densité livre un aperçu visuel et quantitatif des possibles morphologies modélisées de l'exfoliation. La représentation des trois fichiers "random", " ρ " et " $\sigma_x\sigma_y$ " (cf. Tab. 8), permet de mettre graphiquement en évidence l'influence sur celle-ci de la densité et de l'écart type suivant x et y. L'évolution de la densité est l'expression d'une hypothèse sur l'évolution de la corrosion (cf. §.VII.2). Nous constatons que, si l'écart type augmente d'une manière isotrope avec la densité, nous formons un profil courbe tel que nous le retrouvons sur des échantillons très exfoliés, c'est-à-dire sous forme d'une couche dont les défauts tendent à constituer un feuillet (cf. Fig. 116).

L'augmentation de l'écart type dans une direction livre une représentation anisotrope de l'exfoliation, ce qui nous fait nous rapprocher des images de la norme G34. Nous constatons que les faibles écarts types illustrent parfaitement la morphologie de l'amorçage de la corrosion, et que l'augmentation de la densité préfigure les états suivants.

Nous montrons qu'il y a évolution de l'amplitude globale des défauts exfoliants à partir de la densité. Nous avons optimisé les paramètres $\sigma_x\sigma_y$ à partir d'une densité (ρ_1) en vue de générer une image comparable à l'image type de la norme G34. Nous avons travaillé sur le caractère anisotrope des défauts exfoliants en modifiant le rapport σ_x/σ_y (proche de 1/5). Nous constatons une ressemblance évidente avec la morphologie des images de la norme G34. L'évolution de l'altitude des défauts va dans le sens de la norme, mais elle ne nous indique pas le caractère exfoliant dans le sens de l'épaisseur de la tôle (TL/TC).

Nous avons réalisé une multitude d'essais sur paillasse avec l'alliage de référence 2024T3, pour constater une forte délamination à partir de la cotation ED. D'après les cotations opérées par Alcan [8] des expositions marines, le 2024T3 est exfoliant à partir de la cotation EC. Il semble donc raisonnable de supposer qu'il est associé à une délamination à partir d'une image cotée EC. En couplant les indications caractérisant la morphologie de surface et les résultats des cotations issues des expositions marines avec celles des essais de laboratoire en milieu ASTM G34, nous avons établi une approche quantitative - comme indiqué à la figure 128 bis.

Nous considérons qu'à partir de la morphologie de surface caractérisée par $(\sigma_x, \sigma_y) = (30, 100)$, jusqu'à $(\sigma_x, \sigma_y) = (40, 200)$ et au-delà, nous pouvons associer des multi-feuillets à des altitudes mesurées sur les échantillons des alliages 2024T3 soumis aux essais en milieu G34.

Nous pourrions envisager, à partir d'une mesure interactive, de mesurer le "blister" suivant L et TL en surface (cf. Fig. 128) pour l'intégrer ensuite dans le programme à facteur constant de ce rapport - le but étant de connaître la hauteur moyenne du "blister" de la couche, au moins pour les stades d'amorçage.

VII.2.1 Résumé du cheminement 3

- 1. Description cinétique de la corrosion feuilletante.**
- 2. Programme multi-feuillets.**
- 3. Passage du 2D local en 3D généralisé.**
- 4. Association avec les images types de la norme G34.**

VII.3 Discussion

Suite à l'observation de tous les échantillons provenant des différents sites d'exposition, nous avons défini un outil morphologique de caractérisation de la piqûration et de la corrosion feuilletante. Les scripts permettent de caractériser et de représenter un large éventail de morphologies. L'outil n'est cependant pas un modèle numérique prédictif.

Comme nous l'avons exposé, une approche morphologique de la cinétique est proposée sur la base des données récupérées des alliages exposés. Ce modèle est utilisable dans une gamme de temps définie par les observations. On peut interpoler l'évolution par exemple à l'aide d'un polynôme, en gardant à l'esprit que ce type d'outil ne permet pas d'extrapoler les données. C'est la raison pour laquelle nous avons choisi une droite caractérisant la loi de régression linéaire. Cette approche de la cinétique, toujours à partir des défauts de l'expérimentation (cf. §VI.2) peut être appliquée pour la "piqûration", bien que nous ne soyons pas encore capables de modéliser le passage "piqûration / corrosion feuilletante".

La généralisation du défaut local du sens TL/TC à la surface L/TL par l'intermédiaire d'un algorithme multi feuillet en C++ permet la représentation en 3D de la plupart des morphologies rencontrées durant cette étude.

A partir d'une densité de défauts, de deux écarts types et d'un facteur d'altitude, nous visualisons graphiquement la sensibilité d'un alliage d'aluminium en surface. Cette possibilité nous a conduits à une approche des images types de la norme G34. Nous avons choisi un sens d'abrasion pour l'acquisition des images, en posant toutefois un postulat de départ sur l'isotropie des défauts. Il s'avère que, pour de grandes sensibilités et même si nous sommes anisotropes à l'amorçage après un feuilletage d'envergure, tous les feuillets deviennent isotropes. Notre simulation confirme cet état (cf. Fig. 128 bis).

Il n'en demeure pas moins que, pour des morphologies anisotropes avec des valeurs diversifiées sur les écarts types de l'expression mathématique, nous obtenons la forme désirée. L'association avec les images types via des paramètres chiffrables nous permettrait de faire une dissociation moins aléatoire des types de morphologie, d'autant plus que nous avons réussi à associer l'aspect de surface avec une épaisseur de feuillets.

Certes, il nous reste à affiner les conditions limites par des essais complémentaires en G34 [4] relatifs à des durées d'immersion courtes, pour définir leurs contours en confrontant les essais avec des simulations de densités variables et aléatoires des stades d'amorçage des défauts.

Afin d'affiner le contour morphologique des blisters et leur amorçage, il serait judicieux de réaliser des coupes successives de la surface TL/TC dans le sens L de laminage, et de procéder à une reconstruction 3D de la morphologie d'un "blisters" feuilletant ainsi que de la morphologie intergranulaire, stade précurseur de la corrosion feuilletante. C'est ce que nous allons examiner au dernier chapitre de cette étude.

VIII. Abrasion contrôlée et reconstitution en 3D de la corrosion intergranulaire et "blistante"

VIII.1 Objectifs

Dans le cadre du projet SICORAL, également cadre de notre étude, EADS a exposé en milieu marin un cordon de soudure de l'alliage 2198T8 soudé par "Friction Stir Welding Bobbin Tool" (ou FSW).

Le "Friction Stir Welding" ou procédé de soudage par friction malaxage est un procédé de soudage en phase solide. Découvert et breveté en 1991 par "The Welding Institute", il permet d'assembler une large gamme de matériaux sans usage de métal d'apport. La soudabilité métallurgique par FSW des alliages d'aluminium a été démontrée même pour les alliages réputés non soudables par les techniques classiques. Il s'agit d'un procédé de soudage entièrement mécanique (cf. Fig. 129). Il consiste à faire se déplacer le long du joint à souder un outil en rotation, équipé d'un épaulement et d'un pion central. Par friction, l'épaulement crée un apport de chaleur pour ramollir la matière. Le malaxage de la matière ramollie est assuré par le pion dans un volume délimité par la surface inférieure de la tôle et de l'épaulement. L'arrière du joint est consolidé par l'effort vertical exercé sur l'outil.

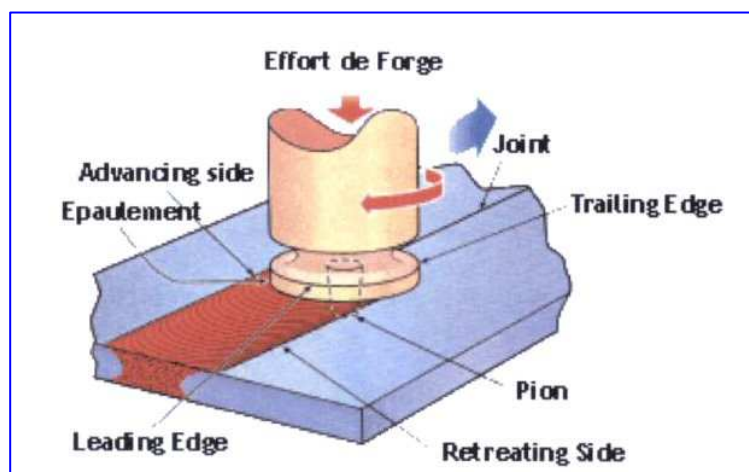


Figure 129 – Principe de la technique "Friction Stir Welding".

Les joints soudés des soudures "FSW" présentent des caractéristiques spéciales car le FSW est un procédé dissymétrique. Le côté où la vitesse de rotation de l'outil se cumule avec sa vitesse d'avance est dénommé "advancing side".

Le côté où la rotation de l'outil va dans le sens opposé à l'avance de l'outil est appelé "retreating side".

La conséquence de cette dissymétrie est un profil de noyau soudé différent du côté "advancing" et du côté "retreating" (cf. Fig. 130).

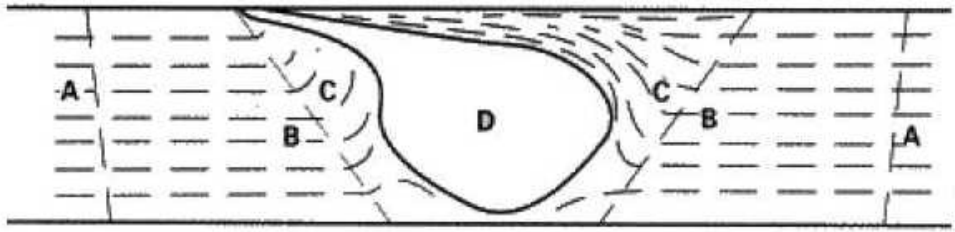


Figure 130 – Schéma en coupe de la structure d'une soudure par friction malaxage.

- Zone A : Zone non affectée
- Zone B : ZAT zone affectée thermiquement
- Zone C : ZATM zone affectée thermomécaniquement
- Zone D : NS noyau soudé

Dans la zone A, le matériau est éloigné du noyau soudé et ne subit aucune déformation ni influence thermique due à l'apport de chaleur. Le matériau subit un cycle thermique dans la zone B, ce cycle modifiant sa microstructure et ses propriétés mécaniques. Le matériau n'est absolument pas déformé. La zone C est soumise à une déformation plastique et à un cycle thermique, mais l'énergie est insuffisante pour initier les phénomènes de recristallisation. Le noyau soudé est entièrement recristallisé et présente une structure à grains fins équiaxes. Dans cette zone D, on atteint les plus hautes températures et déformations. Une éprouvette soudée par cette technique a été exposée 6 mois en atmosphère marine à l'Île du Pilier (cf. Fig. 131). On y distingue en surface des traces de corrosion variées suivant les zones. Dans le noyau soudé, nous ne constatons pas de défaut de corrosion. Dans les zones de transition et le métal de base, la corrosion est nettement visible.

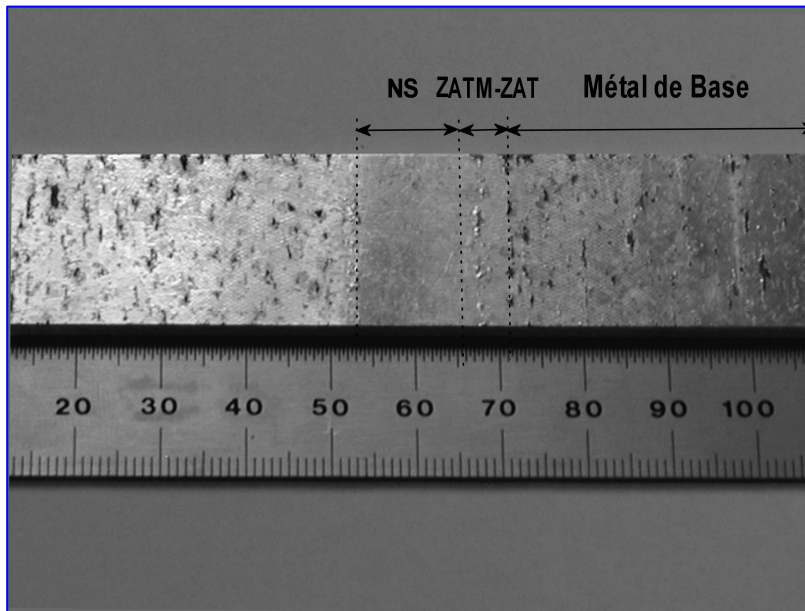


Figure 131 – Alliage 2198T8 soudé FSW, EM 6 mois.

En caractérisant la corrosion marine naturelle du cordon de soudure d'alliage d'aluminium 2198T8 FSW (cf. Fig. 131), nous souhaitons caractériser - par reconstruction 3D de la morphologie - les défauts de corrosion selon les durées d'exposition en milieu marin. Par ailleurs, nous essaierons de quantifier les profondeurs maximales de la corrosion intergranulaire dans le noyau soudé. Cette phase de l'étude est axée sur l'examen micrographique des surfaces des zones diverses suivant le sens TL/TC, alignées et reconstruites en 3D, pour obtenir une représentation réaliste et les comparer à notre simulation morphologique (cf. §VII). Les résultats exposés ici concernent l'analyse micrographique de surfaces de l'alliage 2198T8 soudé par Friction Stir Welding et exposé pendant des durées d'un (1) à dix-huit (18) mois. Les moyens et méthodes employés pour la caractérisation et la reconstruction 3D sont décrits au paragraphe suivant.

VIII.2 Description de la technique de caractérisation 3D

L'examen micrographique des blisters en 3D nécessite la réalisation de polissages successifs permettant de prendre des clichés qu'on pourra ensuite assembler pour recréer le volume initial. Le pas de polissage doit donc être en relation avec la taille des défauts de corrosion observés, c'est-à-dire de l'ordre de 20 à 100 μm suivant les zones à reconstruire.

En cas de petits défauts dans le sens de l'abrasion (TL/TC), un faible pas s'impose. Nous avons utilisé un robot de polissage (cf. Fig. 132) capable d'effectuer les abrasions successives suivant une gamme de polissage ajustable et entièrement automatisée.



Figure 132 – Robot de polissage (Struers PREPAMATIC).

L'enlèvement de matière est contrôlé par des jauges de déformation qui mesurent la déformation du bras sur lequel est positionné le porte-échantillon. L'enlèvement maximum de matière atteint 1000 μm , le minimum 5 μm . La répétabilité annoncée par le constructeur est $\pm 5 \mu\text{m}$. Le contrôle de l'abrasion automatique programmé n'est pas fiable pour les petits enlèvements. Seuls des essais préalables à partir d'une base de temps et d'une gamme de polissage très précise nous ont permis d'effectuer des enlèvements minimaux de 50 μm avec une répétabilité de l'ordre de $\pm 10 \%$. On acquiert les micrographies par un microscope de mesure équipé d'une caméra associée au logiciel d'acquisition et d'analyse d'image "NIS" de la société NIKON (cf. Fig. 133). La difficulté technique réside dans la conservation d'un alignement suivant les deux axes perpendiculaires sans déplacement angulaire. Il est à noter que le porte-échantillon est démonté après chaque phase de polissage, ce qui complique énormément la précision du repositionnement sur le microscope.

Nous avons donc développé des adaptations mécaniques sur la platine micrométrique du microscope et sur le porte-échantillon de la machine (cf. Fig. 134, 135 & 137).



Figure 133 – Microscope de mesures avec ordinateur et logiciel d'analyse d'images.

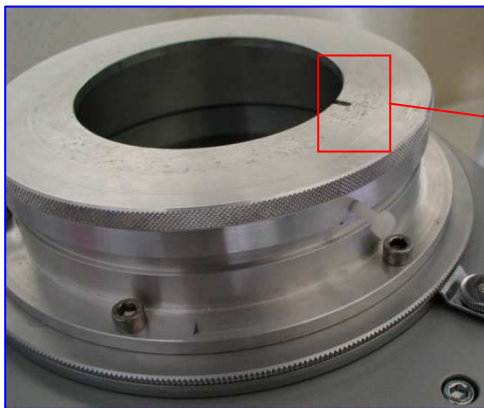


Figure 134 - Adaptation mécanique.



Figure 135 - Goupille de position.



Figure 137 - Ensemble porte-échantillon et adaptation mécanique.

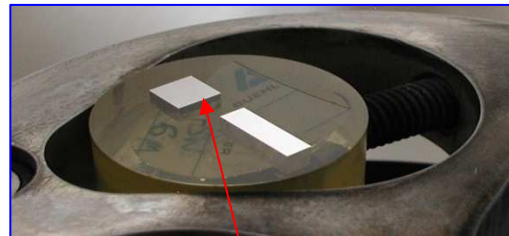


Figure 136 - Plot de centrage & échantillon

Le positionnement est amélioré par l'insertion, dans l'enrobage de l'échantillon préparé par imprégnation sous vide, d'un plot métallique de dimensions précises devant servir de référence pour le repérage et le suivi précis des défauts à l'aide d'un calculateur géométrique (cf. Fig. 136). Tous les ajustements mécaniques ont des tolérances de $\pm 5 \mu\text{m}$.

VIII.3 Description de la méthode

L'assemblage des images pour une reconstruction 3D requiert des logiciels spécifiques. Nous en avons utilisé deux comme suit : 1/ "Nis" de la société NIKON, logiciel d'analyse d'image et son module 3D dédié ; 2/ "AVISO" fonctionnant sous le système d'exploitation LINUX, ce dernier étant un logiciel dédié 3D axé sur les sciences de la matière. Tous deux comprennent des fonctions de visualisation 3D évoluées (segmentation par exemple). Les reconstitutions 3D sont fortement consommatrices de ressources informatiques. Il faut exploiter un PC haute performance car le nombre de voxels (*volumetric pixel*) est extrêmement lourd lorsque l'on traite des images à forte résolution. La méthode consiste à réaliser un assemblage des images micrographiques issues des coupes successives du défaut de corrosion. Ces images représentent des plans de coupe différenciés d'enlèvements parallèles équidistants de 20 à 100 μm (cf. Fig. 138).

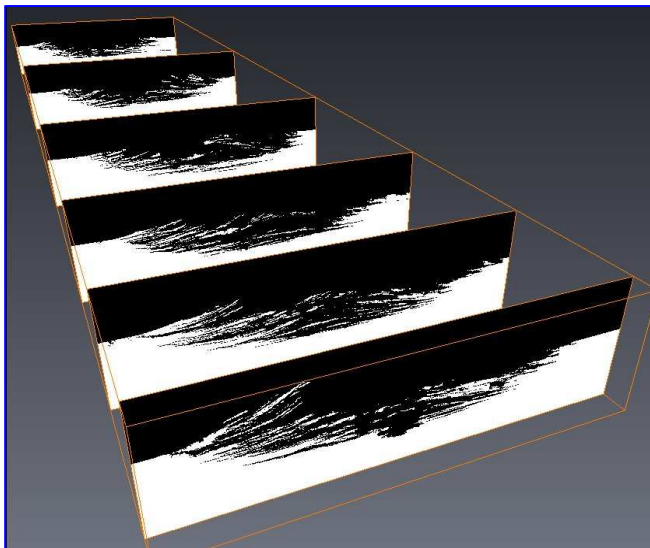


Figure 138 - Assemblage de différents plans de coupe métallographique.

Le repérage et l'alignement des clichés sont d'une importance capitale pour la reconstruction. Nos premiers essais ont montré un alignement insuffisant.

Par ailleurs, un décalage vertical de plusieurs dizaines de pixels de l'image par rapport à une position de référence s'impose pour un rendu plus réaliste.

Des résultats satisfaisants ont été obtenus avec le logiciel NIS qui dispose d'un alignement automatique pour des transitions élevées de niveaux de gris de pixels. Ces écarts n'auraient pas pu être corrigés sans le système mécanique d'adaptation de la platine sur le microscope.

En complément, des opérations de redimensionnement des images s'imposent. La résolution d'acquisition est de 2560 x 1930 pixels, codés sur 3 x 8 bits. Une opération de "retailage" en 800 x 600 pixels permet de réaliser des séquences vidéo de taille raisonnable. Malgré la puissance de l'informatique, nous devons diminuer la résolution de l'image pour traiter un volume 3D acceptable.

Après que la série d'images est chargée, le logiciel procède à un empilement suivant un ordre spécifique défini par l'opérateur. Nous obtenons ainsi un fichier ordonné susceptible d'être enregistré en vidéo numérique (format.avi). Un traitement par filtre de convolution, destiné à améliorer le contraste, est réalisé - sans oublier un niveau de seuillage applicable à l'ensemble des images du fichier (cf. Fig. 139 & 140).

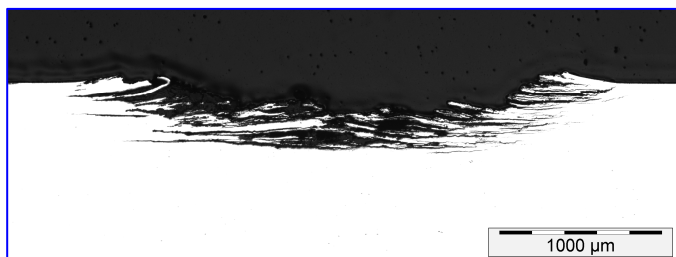


Figure 139 - Image en niveaux de gris.

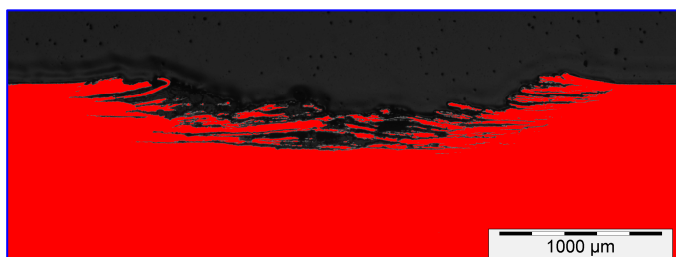


Figure 140 - Image seuillée.

La reconstruction est opérée par empilement des images après seuillage, ce dernier définissant la bande spectrale de niveaux de gris des pixels qui représentent la matière subsistante de l'alliage.

Cette opération permet d'obtenir la zone d'intérêt (*region of Interest*). Une fois la fonction 3D exécutée, l'objet est reconstruit dans un cadre en trois dimensions et le défaut de corrosion apparaît sous forme d'absence de matière (cf. Fig. 141, 142 & 143).

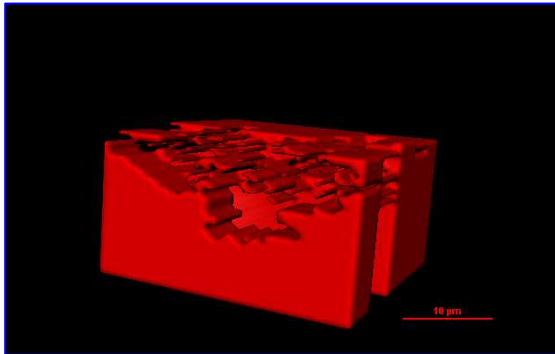


Figure 141 - Alliage 2198T8 FSW, zone ZATM.

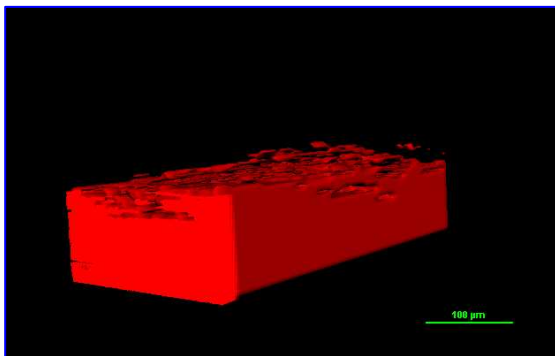


Figure 142 - Alliage 2198T8 FSW, zone feuilletante dans le métal de base.

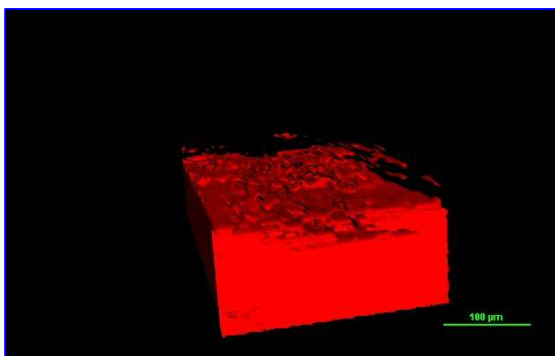


Figure 143 - Alliage 2198T8 FSW, zone feuilletante dans le métal de base vue sous un angle différent.

VIII.4 Résultats 2D & 3D

La morphologie de la corrosion (cf. §II.2, Fig. 11) du cordon 2198T8 FSW à un (1) mois d'exposition marine est de nature intergranulaire dans le noyau soudé, lequel est complètement recristallisé et présente une structure équiaxe. Nous avons caractérisé sa structure suivant la méthode de l'abrasion contrôlée.

Les photos (1a - 5a) représentent des coupes successives d'un défaut, après abrasion d'une épaisseur de 50 μm jusqu'à sa disparition complète dans le noyau soudé (cf. Fig. 144).

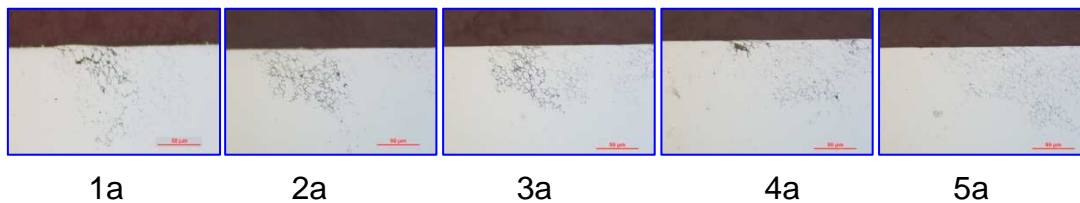


Figure 144 - Corrosion intergranulaire 2198T8 FSW, zone noyau soudé.

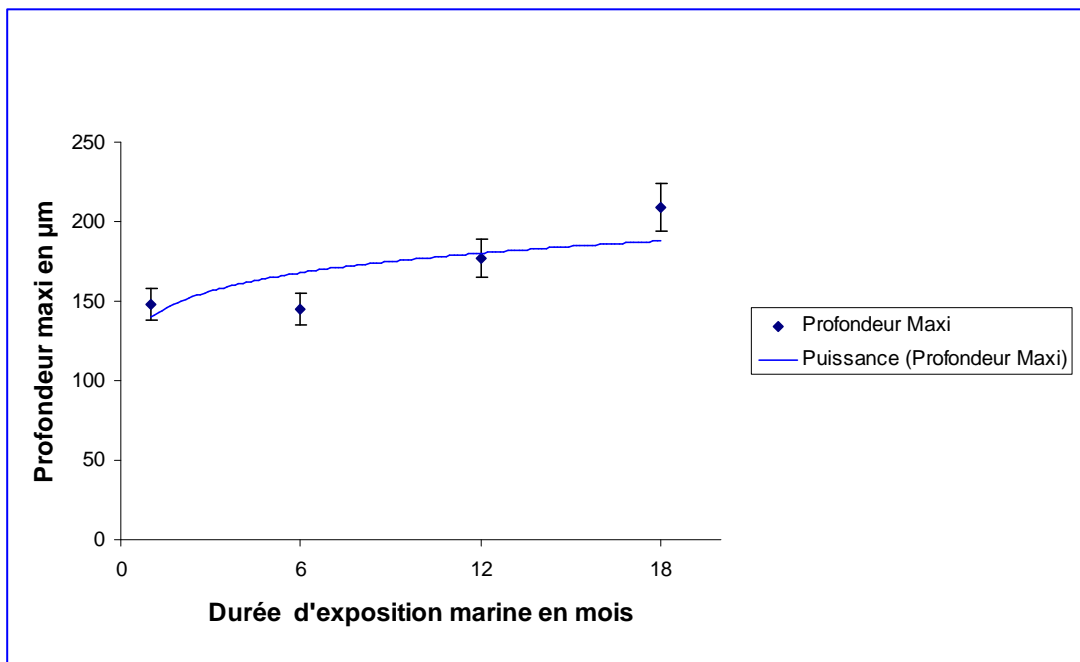


Figure 145 - Alliage 2198T8 FSW, zone ZATM noyau soudé.

Cette technique nous permet de caractériser en volume un défaut intergranulaire (cf. Fig. 145). Le métal de base se distingue par une corrosion feuilletante s'amorçant à partir d'une corrosion intergranulaire. Nous avons vu que la structure morphologique présente des grains très allongés (cf. §II.2, Fig. 11) favorisant l'aspect feuilletant, que nous avons pu reproduire avec moins de difficultés dans la mesure où la taille du défaut était millimétrique.

La technique est compatible avec des enlèvements de matière de l'ordre de 100 microns. Cette reconstruction représente une partie d'un défaut de corrosion (un échantillon exposé 12 mois) localisée dans la zone proche du métal de base. Elle est réalisée par assemblage de 67 photos. La distance entre les micrographies est de l'ordre de 100 microns. L'objet reconstruit s'inscrit dans un volume de 4147 x 1270 x 5816 μm (cf. Fig. 146).

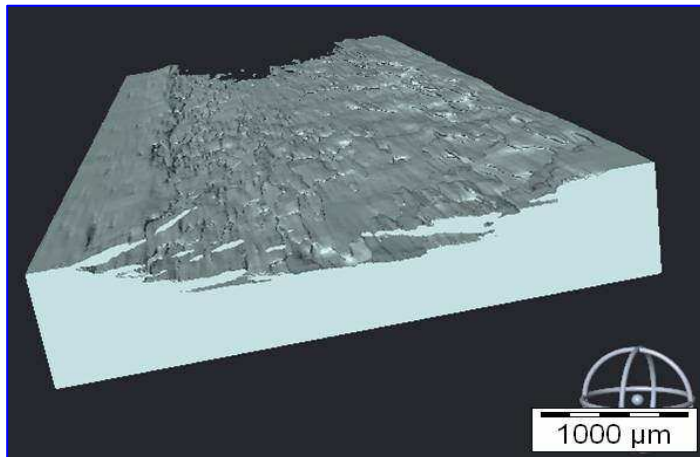


Figure 146 - Alliage 2198T8 FSW 12 EM, reconstruction d'un défaut feuilletant dans le métal de base.

Nous avons procédé à l'optimisation de la technique jusqu'à un enlèvement de matière de l'ordre de 50 microns sur un défaut feuilletant. La reconstruction se fait à partir d'une éprouvette d'alliage 2198T8 FSW exposé 12 mois, et 21 micrographies ont été assemblées. L'objet reconstruit s'inscrit dans un volume de 640 x 330 x 1151 μm (cf. Fig. 147).

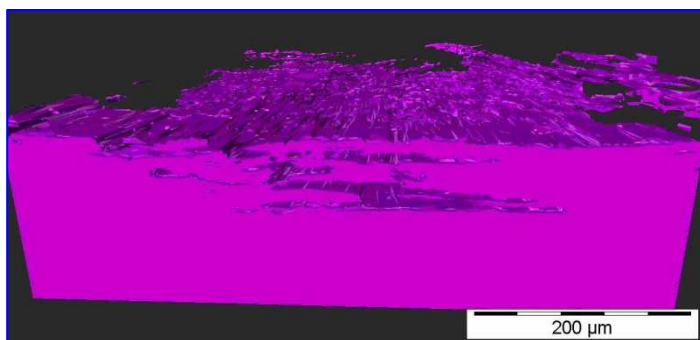
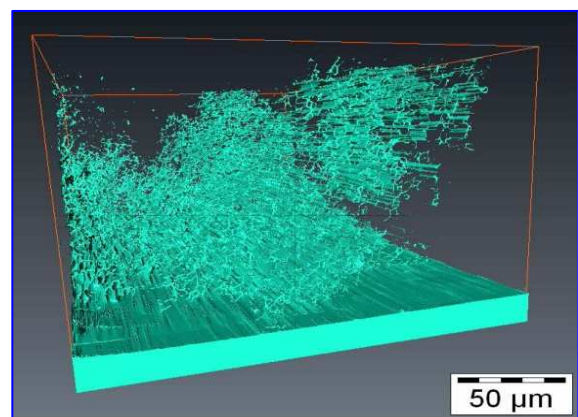
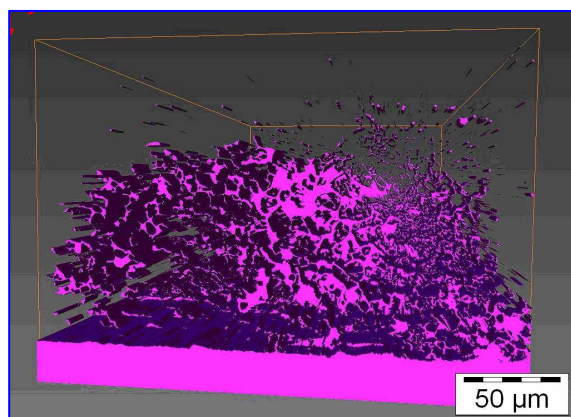


Figure 147 - Alliage 2198T8 FSW, reconstruction défaut feuilletant intergranulaire ZAT.

Nous avons fait de même pour vérifier la viabilité de la technique d'abrasion sur un défaut intergranulaire apparu dans les échantillons FSW 2198T8 exposés 6, 12, et 18 mois. Cette technique nous a permis de mesurer l'évolution de la profondeur de la corrosion intergranulaire dans le noyau soudé (cf. Fig. 145) : nous avons suivi 25 défauts et réalisé 345 micrographies.

Nous avons reconstruit en 3D, à partir d'une dizaine de micrographies, un volume de $256 \times 192 \times 486 \mu\text{m}$ (cf. Fig. 148). La distance entre clichés est de $20 \pm 3 \mu\text{m}$: la reconstruction est probante. La représentation de l'objet paraît pourtant moins bien définie, ce qui est dû à la difficulté de détection des joints de grains par seuillage, et des opérations morphologiques sont donc indispensables. Néanmoins, nous montrons pour la première fois la forme 3D que peut prendre la corrosion intergranulaire dans un alliage d'aluminium, sur la base d'observations optiques (cf. Fig. 149). La précision de mesure de notre microscope est de $1 \mu\text{m}$ sur les 3 axes, à laquelle il faut ajouter les intervalles dus à la profondeur de champ des objectifs, ainsi qu'une reproductibilité évaluée à $25 \pm 10 \mu\text{m}$ provenant des différents jeux et élasticité des supports de préparation. Dans le cadre de la représentation de la corrosion intergranulaire avec une taille de grains de l'ordre de $4 \mu\text{m}$, nous enlevons une quantité de grains d'un ordre de 4 à 5 ; en conséquence, la représentation de la trajectoire est moins précise que celle des défauts feuilletants.



Figures 148 & 149 - Alliage 2198T8 FSW 6 & 12 EM - reconstruction de la zone IG du noyau soudé.

VIII.5 Discussion

La mise au point du dispositif d'abrasion contrôlée nous a permis de mesurer la profondeur des défauts et de les représenter en 3D. L'avantage de cette technique est le champ d'observation important du microscope de mesure lié à l'indice de champ et à l'ouverture numérique des objectifs, le tout permettant de suivre des défauts de taille millimétrique. Grâce aux logiciels dédiés, nous avons pu reconstituer des morphologies de défauts en 3D par la juxtaposition d'images à partir des images 2D. Nous avons pu mettre en œuvre une gamme de préparation spécifique sur le robot de polissage. Cette gamme a d'ailleurs permis d'optimiser l'enlèvement de matière jusqu'à obtenir une reproductibilité de l'ordre de $20 \pm 3 \mu\text{m}$.

Un plateau à matrice composite avec une solution diamantée de $9 \mu\text{m}$ permet un enlèvement de matière reproductible avec une grande planéité pour ce type d'alliage. La mise en place d'un dispositif mécanique sur le microscope de mesure, en liaison avec le porte-échantillons du robot de polissage, nous a permis de limiter les décalages entre micrographies à quelques microns, à la différence d'une centaine de microns sans ce système. La qualité de la reconstruction dépend essentiellement de l'alignement entre chaque micrographie.

Le dispositif étudié et implémenté fut le moyen pour nous d'optimiser le système entre le microscope de mesure, le calculateur nécessaire pour définir des points de référence et la précision initiale de l'extensomètre du bras supportant le porte-échantillon. Nous avons constaté qu'une figure de corrosion millimétrique, telle que la zone de la corrosion feuilletante, est plus facile à reconstituer (cf. Fig. 146) et sa représentation est très réaliste. Dans la zone du noyau soudé, structure définie comme recristallisée, nous avons dû faire face à la taille minimale de grains trop faible par rapport aux possibilités appliquées par la chaîne du dispositif.

Cependant, cette technique a permis d'évaluer l'étendue et la trajectoire d'un défaut intergranulaire dans la zone du noyau soudé. La méthode et l'appareillage permettront la reconstruction des blisters en 3D, bien que les défauts ne doivent pas être inférieurs à quelques dizaines de micromètres.

VIII.5.1 Résumé du cheminement 4

1. Mise en place d'un robot de polissage.
2. Gamme de polissage spécifique pour enlèvement de matière contrôlée.
4. Mise au point d'un dispositif mécanique sur microscope de mesure.
5. Reconstruction de défauts feuilletants et intergranulaires en 3D.

IX. Conclusions générales

Afin de déterminer la sensibilité à la corrosion feuilletante de matériaux aéronautiques fournis par la société Alcan-Rio-Tinto (projet ANR SICORAL), des alliages d'aluminium chargés en Li et Zn ont été exposés sur des sites en milieux marins pendant vingt - quatre (24) mois. Comme nous l'avons vu dans le cadre de ces travaux, les alliages d'aluminium sont sensibles à la corrosion dans des milieux contenant des chlorures. La corrosion est habituellement caractérisée par un examen visuel de la surface du matériau et une comparaison avec des photos normalisées correspondant à différents niveaux de corrosion, ainsi que par des coupes micrographiques des échantillons. La première méthode est subjective tandis que la seconde est locale et ne rend pas vraiment compte de l'ensemble de l'échantillon. Nous avons mis tout en œuvre pour caractériser morphologiquement les défauts de l'amorçage jusqu'aux stades les plus exfoliés de la corrosion. Notre démarche est complémentaire des approches métallurgiques et électrochimiques de modélisation de la corrosion structurale. Elle permet de décrire et de quantifier le type et l'étendue des défauts de corrosion pour différentes microstructures mises en œuvre dans les composants aéronautiques. De par sa sensibilité bien connue à différents types de corrosion structurale, l'alliage 2024T3 a servi de référence dans cette étude. A partir des échantillons exposés, nous avons mis en place une procédure visant à déterminer le défaut maximum à la surface des tôles, par l'intermédiaire de deux programmes informatiques dont un en analyse d'image. Après découpe, la méthode des intercepts nous a permis d'affecter des coordonnées aux profils de défauts pour une reconstitution en 2D associée à un algorithme adapté au cas de l'exfoliation multi-feuillets.

L'idée principale du présent travail est d'ajuster le profil du défaut par une courbe de loi normale (courbe de Gauss) qui présente l'avantage d'être caractérisée par deux (2) paramètres seulement, tout en décrivant fidèlement les profils des défauts observés en coupe.

Par l'étude de l'évolution de ces paramètres, nous avons réussi à rendre compte en 2D, sur un même graphique, de l'évolution de l'exfoliation de tous les alliages étudiés. Il est à noter que l'évolution de l'exfoliation, mesurée par nos collègues de l'ONERA sur la moitié des échantillons par la technique classique de la mesure de la hauteur du défaut, montre une tendance identique à la nôtre. Nous avons pu visualiser le passage de l'état piqûré à l'état exfolié. Une méthode analytique nous a permis de réaliser le produit Gaussien, d'intégrer les paramètres mesurés sur échantillons et d'envisager le passage du 2D en 3D localement, sur un défaut isolé. Les différents scripts rendent compte de la piqûration, des blisters feuilletants isotropes et anisotropes locaux. A partir d'un essai en milieu ASTM G34 sur un alliage 2198T8, nous avons tenté la simulation de l'évolution d'un "blister" par intégration d'un script incluant la représentation analytique déjà évoquée. Il convient d'observer que cette simulation n'est pas un modèle prédictif, même si elle repose sur des essais propres à définir des paramètres morphologiques évoluant dans le temps avec le milieu : elle rend compte de l'évolution morphologique d'un défaut dans le temps. Nous avons pu établir le même scénario pour l'alliage 2024T3 & 2198T3, pour les expositions marines.

Nous avons développé un programme multi-feuillets nous permettant de passer du 3D local au 3D généralisé. A partir d'une densité de défauts, de deux écarts types, d'un facteur d'altitude, d'un nombre de feuillets, nous sommes capables de représenter graphiquement en 2D et 3D l'endommagement de surface d'un alliage d'aluminium. Si les images des figures 122 à 126 n'ont certes pas fait l'objet d'analyses chiffrées montrant les tendances précises de l'évolution de la surface en fonction des paramètres "densités, écarts types", ce programme nous a permis d'associer des tendances aux images types de la norme G34. Il reste à présent à affiner les conditions limites par des essais complémentaires en milieu EXCO étant donné que le programme susdit offre de vastes possibilités de représentation de l'exfoliation en 3D.

Grâce à la méthode mise en œuvre, une représentation généralisée en surface à partir de paramètres mesurés a pu être obtenue, ce qui n'est pas à ce jour rapporté dans la littérature.

Par ce travail, nous avons mis au point un outil d'abrasion contrôlé original qui permet de caractériser la morphologie tridimensionnelle de la corrosion, que ce soit pour la reconstitution d'un "blister " ou de la trajectoire de la corrosion intergranulaire. Les différents éléments constitutifs imaginés et réalisés nous ont permis d'acquérir des caractéristiques dimensionnelles avec une reproductibilité intéressante pour la majorité de nos défauts. Ces outils nous permettent d'envisager des perspectives séduisantes que nous nous proposons de développer dans le chapitre suivant.

X. Perspectives

Ce travail nous permet d'envisager deux (2) types de perspectives. Les premières sont directement liées aux observations et modélisations géométriques réalisées. D'autres concernent la généralisation de la méthode développée.

A : Nous avons procédé à des essais in situ sur l'alliage de référence 2024T3 suivant la norme ASTM G34. La cinétique dans ce milieu étant initialement très rapide, il est difficile de transposer les observations à l'amorçage des défauts en milieux marins (*cinétique plus lente*). Il serait donc judicieux de mettre en place une procédure plus lente en milieu G34, pour déterminer les paramètres morphologiques pour le modèle et réaliser une association paramétrique plus précise avec les essais en milieux marins.

B : Générer des blisters avec l'alliage de référence 2024T3 et confirmer leur morphologie sur les 3 axes via la nouvelle technique d'abrasion contrôlée 3D. Les confronter aux blisters reconstitués par la méthode analytique.

C : Vérifier la simulation de la cinétique de la corrosion exfoliante du 2198T8 in situ sur un défaut, par la mesure en temps réel des paramètres "facteur d'altitude, sigma" par l'acquisition "time lapse". Implémenter cette procédure sous microscope dans le milieu G34, en s'affranchissant de la réaction cathodique (H_2). Vérifier avec la simulation multi-défauts.

D : Procéder avec le nouvel outil d'abrasion 3D à des abrasions contrôlées lors de l'amorçage de la corrosion dans le sens TC, afin de mettre en évidence les ramifications possibles entre les différents sites d'amorçages.

E : Déterminer en 3D le pourcentage surfacique des "blisters" et de la corrosion intergranulaire pour définir la dégradation volumique.

F : Avec le modèle analytique pour support et sans découper l'échantillon, mettre en place des mesures interactives en surface (L/TL) des "blisters", pour fixer le facteur d'altitude et caractériser la sensibilité à l'exfoliation. Impliquer l'analyse in situ.

XI. Références bibliographiques

- [1] **M. J. Robinson**, 1982 : "Mathematical modelling of exfoliation corrosion in high strength aluminium alloy" - Corrosion Science, Vol. 22, n°8, pp. 775-790.
- [2] **F. Bellenger**, 2002 : "Etude et contrôle de la corrosion feuilletante des alliages d'aluminium 2024 et 7449 par bruit électrochimique et émission acoustique. Analyse microstructurale et caractérisation de l'endommagement".
Chap I pp 17-145. Thèse doctorale. Institut National des Sciences Appliquées de Lyon.
- [3] **M. Reboul** : "Corrosion des alliages d'aluminium". Les Techniques de l'Ingénieur Vol. COR. 325, pp. 1-19.
- [4] **ASTM G34** : "01, 2007, "Standart test Method for Exfoliation Corrosion Susceptibility in 2XXX and 7XXX. Series Aluminium Alloys (EXCO Test)". ASTM International.
- [5] **T. Marlaud**, 2008 : "Microstructures de précipitation et mécanismes de corrosion feuilletante dans les alliages d'aluminium de la série 7000 à très hautes caractéristiques mécaniques" Chap. I, pp.11-53 - Thèse doctorale - Laboratoire SIMaP, Institut Polytechnique de Grenoble.
- [6] **C. Kuntz-Laguerre**, 1997 : "Contribution à l'étude de la compréhension des phénomènes chimiques engendrant la corrosion feuilletante des alliages d'aluminium et de la quantification de cette corrosion". Chap. I.
Thèse doctorale. Université Paris VI.
- [7] **N. Pauze**, 2008 : "Fatigue corrosion dans le sens travers court de tôles d'aluminium 2024 -T321 présentant des défauts de corrosion localisée".
Pp. 7-39 - Thèse doctorale "n°474 SGM" - Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne.
- [8] **C. Hénon**, 2009 : Rapport projet ANR SICORAL, "Sea - Coast corrosion behaviour of aerospace alloys 2024, 2198, 7449 - Correlation with accelerated tests".
ALCAN Centre de Recherches de Voreppe – France.
- [9] **J. Delfosse**, 2007 : Projet ANR-RNMP SICORAL, Etat d'avancement des travaux entrepris et réalisés en 2007.
EADS Innovation Works - "Metallic Technologies & Surface Engineering" - Suresnes.
- [10] **S. Clougher**, 2009 : "Modélisation numérique de la progression de la corrosion de l'alliage d'aluminium 2198T8 soudé FSW en milieux marins".
Master de recherche : Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint Etienne.
- [11] **M. Posada**, 1997: **L.E. Murr, C.-S. Niou, D. Roberson, D. Little, Roy Arrowood and Debra George** - "Exfoliation and Related Microstructures in 2024 Aluminium Body Skinss on Aging Aircraft", Materials Characterization; V. 38 pp. 259 - 272.

[12] **J. W.J. Silva, A.G. Bustamante, E.N. Codaro, R.Z. Nakazato, L.R.O. Hein,** 2004 : "Morphological analysis of pits formed on Al 2024-T3 in chloride aqueous solution"; Applied Surface Science, Vol. 236 pp. 356-365.

[13] **J. W.M. Spicer, R.Osiander, L.C. Aamodt and J.C. Murphy,** 1994 : "Characterization of back surface morphology for corrosion detection using patterned heat sources" journal de physique IV, Vol. 4, pp. 59-62.

[14] **E. Charitidou, G. Papapolymerou, G.N. Haidemenopoulos, N. Hasiotis and V. Bontozoglou,** 1999 : "Characterization of trapped hydrogen in exfoliation corroded aluminium alloy 2024". Scripta Materiala, Vol. 41, No. 12 pp. 1327-1332.

[15] **P. Lacombe, B. Baroux, G. Beranger,** 1990 : " Les aciers inoxydables", Éditions de la physique, Les Ulis , p.451 Figure 1.

[16] **J. Philibert , Alain Vigne, Yves Bréchet, Pierre Combrade,** 1998 : " Métallurgie du minerai au matériau " Éditions Masson Paris, p.917, Figure V.2.9.

Sites Internet de référence :

<http://aluminium.matter.org.uk/content/html/FRE/>

<http://www.sciences.univ-nantes.fr/geol/UMR6112/Info/Imagerie/intercpt.html>

<http://www.linkinghub.elsevier.com>

<http://www.gnuplot.info/>

http://www.vsg3d.com/vsg_prod_openinventor.php

XII. Index Figures

- Figure 1** - Enthalpie libre de formation de certains oxydes.
(Source : Les aciers inoxydables aux Éditions de la physique d'après H.J.T Ellingham, J.Soc. Chem. Ind. 63 (1944) p.125 -133)
- Figure 2** - Diagramme de Pourbaix du système Al - H₂O à 25°C.
[Source : Métallurgie du minerai au matériau aux Éditions Masson d'après Pourbaix fig. V.2.9 p. 917]
- Figure 3** - Formation et propagation d'une piqûre dans un milieu Cl⁻.
(Source : N.Pauze "Fatigue corrosion dans le sens travers court de tôles d'aluminium 2024-T321 présentant des défauts de corrosion localisée" [7])
- Figure 4** - Phénomène de corrosion localisée de l'aluminium en milieu chloruré en présence d'un précipité.
(Source : F. Bellenger " Étude et contrôle de la corrosion feuilletante des alliages d'aluminium 2024 et 7449 par bruit électrochimique et émission acoustique.)
Analyse microstructurale et caractérisation de l'endommagement " [2])
- Figure 5** - Corrosion intergranulaire
(Source : Techniques de l'Ingénieur - Corrosion des alliages d'aluminium)
- Figure 6** - Alliage 2024T3 avec un début de feuilletage - 1 mois d'exposition marine.
(Source : Exposition marine "Alcan Les Salins de Giraud")
- Figure 7** - Alliage 2024T3 - 1 mois d'exposition marine - structure de base en lumière polarisée.
(Source : Exposition marine "Alcan Les Salins de Giraud")
- Figure 8** - Alliage 2024T3 - 6 mois d'exposition marine.
(Source : Exposition marine "Institut de la corrosion Brest")
- Figure 9** - Alliage 2198T3 – 1 mois d'exposition marine.
(Source : Exposition marine "Alcan - Les Salins de Giraud")
- Figure 10** - Influence de la morphologie (ratio des grains) sur la sensibilité à l'exfoliation.
(Source : M.J. Robinson "Mathematical modeling of exfoliation corrosion in high strength aluminium alloy)
- Figure 11** - Influence de la morphologie (ratio des grains) sur la sensibilité à l'exfoliation.
(Source : Alliage 2198FSW - EADS Friction Stir Welding, Service métallographie ENSMSE)
- Figure 12** - Zone anodique due à une déplétion en cuivre dans une zone joint triple d'un alliage 2024.
(Source : M.J. Robinson - "Mathematical modeling of exfoliation corrosion in high strength aluminium alloy)
- Figure 13** - Séquence de traitement thermomécanique.
(Source : T. Marlaud [5])
- Figure 14** - Evolution classique de quelques propriétés d'alliage à durcissement structural au cours des différents traitements thermiques.
(Source : T. Marlaud [5])

- Figure 15** - Exemple de corrosion par piquûre.
(Source : Standard Test Method for Exfoliation Corrosion Susceptibility in 2XXX and 7XXX Series Aluminum Alloys (EXCO Test) ASTM G34 Standard)
- Figure 16** - Quatre degrés de sévérité en surface.
(Source : Standard Test Method for Exfoliation Corrosion Susceptibility in 2XXX and 7XXX Series Aluminum Alloys (EXCO Test) ASTM G34 Standard)
- Figure 17** - Macrographies montrant les quatre degrés de sévérité dans l'épaisseur.
(Source : Standard Test Method for Exfoliation Corrosion Susceptibility in 2XXX and 7XXX Series Aluminum Alloys (EXCO Test) ASTM G34 Standard)
- Figure 18** - La méthode des intercepts.
(Source : <http://www.sciences.unnantes.fr/geol/UMR6112/Info/Imagerie/intercpt.html>)
- Figure 19** - Alliage 2198T8, 6 mois exposition marine EADS - Île du Pilier Intercept sur mono-feuillet.
(Source : Exposition marine, Île du Pilier)
- Figure 20** - Alliage 2198T3 6 mois exposition marine EADS - Île du Pilier Intercept sur multi-feuillets.
(Source : Exposition marine Île du Pilier)
- Figure 21** - Forme caractéristique de la courbe de Gauss.
(Source : <http://www.mathcurve.com>)
- Figure 22** - Alliage 2198T8 1 mois exposition marine Brest - Institut de la corrosion
- Figure 23** - Courbe $I=f(d)$.
(Source : Programme Excel)
- Figure 24** - Tôle d'aluminium 2198T8 1mois EM - Île du Pilier.
(Source : Programme Analysis - Société Olympus)
- Figure 25** - Texture morphologique de l'alliage 2024T3 dans les trois directions L, TL, TC. *)
- Figure 26** - Texture morphologique des alliages 2198T3 et 2198T8, dans les trois directions L, TL, TC. *)
- Figure 27** - Texture morphologique des alliages 7449 T7 et 7449TAF, dans les trois directions L, TL, TC. *)
- Figure 28** - Micrographie structurale 2024T3 sens L. *)
- Figure 29** - Micrographie structurale 2024T3 sens TL. *)
- Figure 30** - Micrographie structurale 2198T3 sens L. *)
- Figure 31** - Micrographie structurale 2198T3 sens TL. *)
- Figure 32** - Micrographie structurale 2198T8 sens L. *)
- Figure 33** - Micrographie structurale 2198T8 sens TL. *)
- Figure 34** - Micrographie structurale 7449TAF sens L. *)
- Figure 35** - Micrographie structurale 7449TAF sens TL. *)
- Figure 36** - Micrographie structurale 7449 bis sens L. *)
- Figure 37** - Micrographie structurale 7449 bis sens TL. *)
- Figure 38** - Structure 2024T3 sens TL. *)
- Figure 39** - Image binaire 2024T3 structure reconstruite. *)

- Figure 40** - Classification. *)
- Figure 41** - Distribution. *)
- Figure 42** - Morphologie moyenne des alliages caractérisée par le rapport d'élanement. *)
- Figure 43** - Intervalles moyens min. – max. des tailles de grains des alliages dans le sens L, TL. *)
- Figure 44** - Site d'exposition des alliages d'aluminium de notre étude "Île du Pilier".
(Source : Sté EADS)
- Figure 45** - Support échantillons et chandelle humide.
(Source : Sté EADS)
- Figure 46** - Caractéristiques des éprouvettes d'exposition marine.
(Source : Sté EADS)
- Figure 47** - Sens de découpe des échantillons. *)
- Figures 48 & 48'**
Photos des alliages 2024T3 et 2198T3 exposés 1 mois EM.
(Source : Appareil photo numérique zoom 3X-)
- Figures 49 & 49'**
Photos des alliages 2024T3 et 2198T3 exposés 1 mois EM.
sens L TL (Source : Observation binoculaire en lumière annulaire)
- Figures 50 & 50'**
Photos de l'alliage 2024T3 exposé 1 mois EM sens TL.
(Source : Observation microscope optique lumière polarisée lame d'onde)
- Figures 51 & 51'**
Photos des alliages 2198T3 et 2198T3 exposés 1 mois EM sens L.
(Source : Observation microscope optique lumière polarisée lame d'onde)
- Figures 52 & 52'**
Photos de l'alliage 2198T8 exposé 1 mois EM sens TL et L.
(Source : Observation microscope optique lumière polarisée lame d'onde)
- Figures 53 & 53'**
Photos des alliages 7449TAF4L et 7449 BIS1 exposés 1 mois EM sens L.
(Source : Observation microscope optique lumière polarisée lame d'onde)
- Figures 54 & 54'**
Photos de l'alliage 2024T3 exposé 6 -12 mois EM sens TL.
(Source : Observation microscope optique lumière blanche)
- Figures 55 & 55'**
Photos de l'alliage 2024T3 exposé 18 - 24 mois EM sens TL.
(Source : Observation microscope optique lumière blanche)
- Figures 56, 56' & 56"**
Photos de l'alliage 2024T3 exposé 1 - 24 mois EM sens L/TL.
(Source : Observation appareil photo numérique)
- Figures 57 & 57'**
Photos de l'alliage 2198T3 exposé 6 -12 mois EM sens TL.
(Source : Observation microscope optique lumière blanche)

Figures 58 & 58"

Photos de l'alliage 2198T3 exposé 18 -24 mois EM sens TL.
(Source : Observation microscope optique lumière blanche)

Figures 59, 59' & 59"

Photos de l'alliage 2198T3 exposé 1 - 24 mois EM sens L/TL.
(Source : Observation appareil photo numérique)

Figures 60 & 60'

Photos de l'alliage 2198T8 exposé 6 -12 mois EM sens TL.
(Source : Observation microscope optique lumière blanche)

Figures 61 & 61'

Photos de l'alliage 2198T8 exposé 18 -24 mois EM sens TL.
(Source : Observation microscope optique lumière blanche)

Figures 62, 62' & 62"

Photos de l'alliage 2198T8 exposé 1 - 24 mois EM sens L/TL.
(Source : Observation appareil photo numérique)

Figures 63 & 63'

Photos de l'alliage 7449 T7 exposé 1- 6 mois EM sens TL.
(Source : Observation microscope optique lumière blanche)

Figures 64 & 64'

Photos de l'alliage 7449 T7 exposé 12-18 mois EM sens TL.
(Source : Observation microscope optique lumière blanche)

Figures 65 - Photos de l'alliage 7449 T7 exposé 24 mois EM sens TL.

(Source : Observation microscope optique lumière blanche)

Figures 66 & 66'

Photos de l'alliage 7449 TAF exposé 1 - 24 mois EM sens L/TL.
(Source : Observation appareil photo numérique)

Figures 67 & 67'

Photos de l'alliage 7449 TAF exposé 1-6 mois EM sens TL.
(Source : Observation microscope optique lumière blanche)

Figures 68, 68' & 68"

Photos de l'alliage 7449 TAF exposé 12-18-24 mois EM sens TL.
(Source : Observation microscope optique lumière blanche)

Figures 69, 69'

Photos de l'alliage 7449 T7 exposé 1 mois - 24 mois EM sens L/TL.
(Source : Observation appareil photo numérique)

Figure 70 - Photo de l'alliage 2198T3 – EADS île du Pilier 1 mois exposition marine sens L /TL.

(Source : Observation microscope et reconstruction des champs avec platine motorisée)

Figure 71 - Détermination de la courbe de répétabilité par analyse d'image.

(Source : Programme analyse d'image "AnalySIS")

Figure 72 - Courbe de répétabilité par amplification du signal.

(Source : programme Visual basic cf. Annexe 2)

Figure 73 - Blister intercepté alliage 2198T8 EM – 6 mois EADS sans ligne de base.*)

Figure 74 - Blister intercepté alliage 2198T8 EM – 6 mois EADS avec ligne de base.*)

Figure 75 - Blister multi feuillets alliage 2198T3 EM – 6 mois EADS.*)

- Figure 76** - Courbe tracée d'après les coordonnées des intercepts. *)
- Figure 77** - Courbe projetée (bleu) du défaut (violet), tracée avec la fonction Gaussienne en rouge. *)
- Figure 78** - Courbe projetée du défaut (bleu), tracée avec la fonction Gaussienne ajustée après la fonction "Solveur" (rouge). *)
- Figure 79** - Reconstitution de multi-feuillets. *)
- Figure 80** - Essai 24 heures en EXCO. *)
- Figure 81** - Essai 48 heures en EXCO. *)
- Figure 82** - Essai 72 heures en EXCO. *)
- Figure 83** - Essai 96 heures en EXCO. *)
- Figure 84** - Blisters reconstitués après test EXCO. *)
- Figure 85** - Evolution du paramètre $\sigma=f(t)$ *)
- Figure 86** - Alliage 2198T8 1 mois d'exposition marine Île du Pilier - vue macrographique. *)
- Figure 87** - Evolution de l'alliage 2198T8 24 mois d'exposition marine. *)
- Figure 88** - Une partie de l'image de l'alliage 2198T3, 24 mois d'exposition marine, avec des lignes d'intercepts. *)
- Figure 89** - Évolution de la corrosion des alliages 2024T3 - 2198T8 – 2198T3. *)
- Figure 90** - Évolution de la corrosion des alliages 7449 TAF-T7. *)
- Figure 91** - Évolution de la corrosion des alliages 2024T3 - 2198T8 - 2198T3. *)
- Figures 92 & 92'**
Défaut feuilletant 2198T8 6 mois EM "circulaire". *)
- Figures 93 & 93'**
Reconstitution du défaut feuilletant 2198T8 6 mois EM. *)
- Figures 94 & 94'**
Reconstitution du défaut feuilletant - 2198T3 6 mois EM. *)
- Figures 95 & 95'**
Reconstitution du défaut feuilletant - 2024T3 6 mois EM. *)
- Figures 96 & 96'**
Reconstitution du défaut feuilletant - 2024T312 mois EM. *)
- Figures 97 & 97'**
Reconstitution du défaut – 7449 T7 18 mois EM. *)
- Figures 98, 98' & 98''**
Reconstitution FSW du défaut 2198T8 – 6 mois EM. *)
- Figure 99** - Facteur= $f(t)$. *)
- Figure 100** - $\sigma=f(t)$. *)
- Figure 101** - Évolution 40 hs. *)
- Figure 102** - Évolution 60 hs. *)
- Figure 103** - Évolution 78 hs. *)
- Figure 104** - Évolution 96 hs. *)
- Figure 105** - 2198T3 1 mois EM. *)
- Figure 106 & 107** – Cartographie. *)
- Figure 108** - Défaut local. *)
- Figure 109** - Ajout manuel. *)
- Figure 110** - G34. (Source : Norme G34)
- Figure 111** - Simulation de défauts blistants ordonnés. *)
- Figure 112** - 7449T7 1 mois EM simulée piqûrée. *)
- Figure 113** - 2198T3 EM simulée écart type 25. *)
- Figure 114** - 2198T3 EM simulée écart type 50. *)

- Figure 115** - 2198T3 EM (exposition marine) simulée écart type 100. *)
- Figure 116** - 2198T3 EM simulée écart type 500. *)
- Figure 117** - 2198T3 1 mois EM. *)
- Figure 118** - 2198T3 6 mois EM reconstituée. *)
- Figure 119** - 2198T3 12 mois EM reconstituée. *)
- Figure 120** - Cotation ALCAN 2024T3 exposition marine 6 à 18 mois.
(Source : Sté ALCAN)
- Figure 121** - Images de la norme EA, EB, EC, ED.
(Source : Norme G34)
- Figure 122** - Évolution de la surface corrodée $\sigma=f(\rho)$ en 3D avec sigma isotrope. *)
- Figure 123** - Évolution de la surface corrodée $\sigma=f(\rho)$ en 3D avec sigma isotrope. *)
- Figure 126** - Évolution de la surface corrodée $\sigma=f(\rho)$ en 2D avec sigma isotrope. *)
- Figure 127** - Évolution de la surface corrodée $\sigma=f(\rho)$ en 2D avec sigma anisotrope. *)
- Figure 124** - Évolution de la surface corrodée $\sigma=f(\rho)$ en 3D avec sigma anisotrope. *)
- Figure 125** - Évolution de la surface corrodée $\sigma=f(\rho)$ en 2D avec sigma isotrope. *)
- Figure 128** - Association des images type G34 avec des images simulées. *)
- Figure 128bis** - Association des images type G34 avec des images simulées après essais G34. *)
- Figure 129** - Principe de la technique "Friction Stir Welding".
(Source : Sté EADS)
- Figure 130** - Schéma en coupe de la structure d'une soudure par friction malaxage.
(Source : Sté EADS)
- Figure 131** - Alliage 2198T8 soudé FSW - 6 mois EM. *)
- Figure 132** - Robot de polissage. *)
- Figure 133** - Microscope de mesures avec calculateur et logiciel d'analyse d'images. *)
- Figure 134** - Adaptation mécanique. *)
- Figure 135** - Goupille de position. *)
- Figure 136** - Plot de centrage et échantillon. *)
- Figure 137** - Ensemble porte-échantillon et adaptation mécanique. *)
- Figure 138** - Assemblage de différents plans de coupe métallographique. *)
- Figure 139** - Image en niveaux de gris. *)
- Figure 140** - Image seuillée. *)
- Figure 141** - Alliage 2198T8 FSW - zone ZATM. *)
- Figure 142** - Alliage 2198T8 FSW - zone feuilletante métal de base. *)
- Figure 143** - Alliage 2198T8 FSW - zone feuilletante métal de base angle différent. *)
- Figure 144** - Corrosion Inter granulaire 2198T8 FSW - zone noyau soudé - *)
- Figure 145** - Alliage 2198T8 FSW - zone ZATM noyau soudé. *)
- Figure 146** - Alliage 2198T8 FSW reconstruction défaut feuilletant métal de base *)
- Figure 147** - Alliage 2198T8 FSW - reconstruction défaut feuilletant intergranulaire ZAT. *)
- Figures 148 & 149**
Alliage 2198T8 FSW - reconstruction de la zone IG du noyau soudé. *)

*) Travaux réalisés au laboratoire de métallographie de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint Etienne.

XIII. Index tableaux

Tableau 1 - Tableau des codes pour classification des alliages.

Tableau 2 - Valeurs corrélation du signal.
(Source : Programme Excel)

Tableau 3 - Caractéristiques du microscope.
(Source : Microscope inversé GX51 - Société Olympus)

Tableau 4 - Composition des alliages.

Tableau 5 - États des traitements thermiques.

Tableau 6 - Résultats classification grains.

Paramètr Alliages		Féret Max.	Féret moyen	Féret min.	Ø moyen	Ø mini	Ø max	Facteur de forme	Aspect ratio
2024T3 Sens L	Moy.	323	215	37	306	77	323	0,27	8,5
	Min.	9	7	2	7	2,5	9	0,05	1,4
	Max.	1103	708	116	107	556	1103	0,8	28
	Et.	249	161	22	241	71	249	0,16	5
2024T3 sens TL	Moy.	120	87	39	107	45	120	0,28	3
	Min.	55	38	7	50	9	55	0,06	1
	Max.	599	399	142	538	233	598	0,6	17
	Et.	72	50	22	65	27	72	0,09	1
2198T3 sens L	Moy.	270	127	15	267	112	270	0,1	24
	Min.	34	0,37	1,5	33	12	34	0,02	4,5
	Max.	350	594	62	346	319	350	0,29	92
	Et.	135	215	13	134	98	135	0,08	20
2198T3 sens TL	Moy.	124	84	22	116	33	124	0,18	6
	Min.	27	24	5	25	8	26	0,03	1
	Max.	614	402	88	594	614	614	0,56	22
	Et.	94	62	12	90	94	94	0,10	3,5
2198T8 sens L	Moy.	77	50	4,5	76	24	77	0,6	9
	Min.	0,47	0,4	0,3	0,5	0,3	0,5	0,01	1
	Max.	873	600	108	767	873	873	1,72	83
	Et.	191	124	10	76	191	191	0,56	11
2198T8 sens TL	Moy.	56	42	20	50	23	56	0,34	2,7
	Min.	22	20	8	20	9	22	0,11	1
	Max.	84	171	84	209	128	231	0,72	8
	Et.	9	20	9	26	10	28	0,09	1
7449TAF sens L	Moy.	189	138	0,5	184	75	189	0,56	3,5
	Min.	0,7	0,6	0,002	0,75	0,5	0,8	0,002	1
	Max.	1094	975	798	1093	875	1094	1,25	26
	Et.	287	229	6,5	284	184	286	0,46	2,6
7449TAF sens TL	Moy.	27	20	27	24	20	27	0,6	2,3
	Min.	0,5	0,4	0,5	0,5	0,4	0,5	0,05	1
	Max.	580	95	580	550	393	580	1,72	27
	Et.	46	32	46	41	32	45	0,36	1,5

7449bis sens L	Moy.	43	30	9,5	40	13	43	0,5	3,6
	Min.	0,5	0,4	0,3	0,5	0,5	0,5	0,03	1
	Max.	877	585	142	861	877	877	1,72	26
	Et.	79	52	11	75	79	79	0,36	2,6
7449bis sens TL	Moy.	32	24	11	30	12	32	0,6	2,5
	Min.	0,5	0,5	0,3	0,5	0,3	0,5	0,03	1
	Max.	769	519	176	736	203	769	1,72	13
	Et.	58	40	14	53	18	58	0,37	1,5

Tableau 7 - Tableau de mesures interactives sur défaut exfoliant alliages - Brest EM
- par analyse d'images.

	J	K	L	M	N	O	P	Q	R
104			X	X0	Y	Courbe ligne de base	Gaussienne	Gaussienne scale	Moindres carrés
105			3	0	72	-1	1,38418E-05	-0,064417802	0,87531405
106			23	20	71	-2	4,40529E-05	-0,20501605	3,22196738
107			43	40	72	-1	0,000124434	-0,57909664	0,177159639
108			63	60	70	-3	0,000311948	-1,45176208	2,397040656
109			83	80	69	-4	0,000694077	-3,230137972	0,592687542
110			103	100	66	-7	0,001370612	-6,378637457	0,38609141
111			123	120	62	-11	0,002402163	-11,17933539	0,032161182
112			143	140	56	-17	0,003736559	-17,38942706	0,151653437
113			163	160	51	-22	0,005158486	-24,00688335	4,027580766
114			183	180	43	-30	0,006320538	-29,41490919	0,342331252
115			203	200	41	-32	0,006873327	-31,98751208	0,000155948
116			223	220	44	-29	0,006633781	-30,87270157	3,507011179
117			243	240	47	-26	0,005682462	-26,44539315	0,19837506
118			263	260	50	-23	0,004320094	-20,10511872	8,380337633
119			283	280	56	-17	0,002914949	-13,56577086	11,79392981
120			303	300	73	0	0,001745621	-8,123880625	65,99743641
121									
122						Somme ligne de base	Somme Gaussienne	Somme gaussienne scale	Somme moindres carrés
123	Positionnement "µ"	207				-225	0,048346944	-225	102
124	Ecart Type "σ"	58			Facteur multip."s"	4654			

Tableau 8 - Mesures relatives à l'alliage 2198T8 - 6 mois d'exposition marine.

Alliages	Durée EM	aire feuill. convert. μ^2	Aire piquêe μ^2	écart type μm	μm	Fact. d'altitude	h. du blister μm	h. de pénétration μm	angle feuilletant degré	nb. de feuillets
2198T3	1 mois	305		33	111	421	21	41	3	1
2198T3	6 mois	72400		933	1687	609018	251	82	16	6
2198T3	12 mois	4810598		3937	8695	11493928	1980		8	14
2198T3	18 mois	9608124		5800	9800	3238524	4600		180	18
2198T3	24 mois	153274073		8154	11500	5568643	6821			29
2198T8	1 mois	768		53	116	1297	10	12		1
2198T8	6 mois	962		77	150	2646	16	12	14	1,5
2198T8	12 mois	1269		78	115	1164	8	25	7	2
2198T8	18 mois	20290		208	501	20534	12	20	5	3
2198T8	24 mois	4551		220	177	3615	23	43	2	3
2024T3	1 mois	5013		140	313	9875	50	46	6	2
2024T3	6 mois	2429103		1000	1505	556924	942		180	8
2024T3	12 mois	5740714		2500	2067	252872	2850		180	16
2024T3	18 mois			4811	8821	8633665	6500		18, 180	25
2024T3	24 mois			5677	8278	10667239	8148			35
7449 T7	1 mois		339	-14	-35	1290			29	0
7449 T7	6 mois		102	-25	-70	2153			33	0
7449 T7	12 mois		20921	-79	-196	15539			76	0
7449 T7	18 mois			-14	-26	1531			50	0
7449 T7	24 mois	4078		110	224	5437	14	22	9	2
7449 TAF	1 mois		600	-29	-88	922			16	0
7449 TAF	6 mois		1945	-28	-85	2355			37	0
7449 TAF	12 mois		10010	94	307	3840			50	1
7449 TAF	18 mois	17634		202	429	25448	40	47	5	2
7449 TAF	24 mois		9512	-79	178	12387		63		0

Tableau 9 - Tableau de mesures interactives sur défaut exfoliant alliages - Brest E.
(EM = Exposition Marine)

Alliages	Durée EM	Aire feuilletante convertie μ^2	Facteur altitude	Aire piquêe μ^2	écart type en μ	Esp.	H du blister en μ	Prof. de pénétration en μ	angle feuilletant en degré	nombre de feuillets
2198T3	1 mois	9708	13147		148	329	102	73	9	1
2198T3	6 mois	209148	1957957224		447	882	459		9	5
2198T3	12 mois		557082		2589	1685	2520			11
2198T8	1 mois	1	2978	2496	-31	-115	0	31	57	0
2198T8	6 mois	6	13447	4654	58	207	56	25	8	1
2198T8	12 mois	12	4467		69	217	21	38		2
2198T8	18 mois	18	6351	6452	63	173	53	68226	10	2
2198T8	24 mois	24	18640		83	149	76	44	14	3
2024T3	1 mois	25485	10548		176	283	62	24	4	1
2024T3	6 mois	212275	59495		238	727	969	100	180	5
2024T3	12 mois		1340412		1144	1267	1700			8
7449Bs	1 mois		439	2869	-10	54	0	27		0
7449Bs	6 mois									
7449 TAF4	1 mois		626	633	-12	22	0	20	0	0
7449 TAF4	6 mois									
2198T8 L24hG34x20	24	9481			174	483	86	36	10	1
2198T8 L48hG34x20	48	6309			145	351	30	60	15	1
2198T8 L72hG34x20	72	46200			130	305	121	103	29	2
2198T8 L96hG34x20	96	126490			136	295	257	273	38	3

Tableau 10 - Tableau de mesures interactives sur défaut exfoliant alliages - EADS EM.

Tableau 11 - Référence des fichiers à densités et écarts types variables.

XIV. Programmes Informatiques

XIV. 1 Transposition des données en C++

```
#include <stdio.h>
#include <stdlib.h>

int
main (void)
{
    int j;
    int nbfeuille;
    float x;
    float donneesy[100];

    FILE * fichier;
    FILE * fichier2;

    printf ("Entrez le nombre de feuillets :\n");
    scanf ("%d", &nbfeuille);

    fichier = fopen ("donnees.txt", "r"); /* ouvrir en lecture */
    fichier2 = fopen ("sortie.txt", "w"); /* ouvrir en ecriture */

    while (fscanf (fichier, "%f", &x) == 1)
    {
        /* Lecture des donnees d'entree */
        for (j = 1; j <= nbfeuille; j++)
        {
            if (j != 1)
                fscanf (fichier, "%f", &x);

            fscanf (fichier, "%f", &donneesy[j]);
        }

        /* Ecriture des donnees de sortie */
        fprintf (fichier2, "%ft", x);

        for (j = 1; j <= nbfeuille; j++)
            fprintf (fichier2, "%ft", donneesy[j]);

        fprintf (fichier2, "\n");
    }

    fclose (fichier);
    fclose (fichier2);

    return 0;
}
```

XIV. 2 Amplification du signal par translation des données

```
Sub Macro1()  
,  
' Macro1 Macro  
' Macro enregistrée le 06/07/2009  
,  
  
Dim j As Integer  
Dim i As Integer  
Dim nom As String  
Dim nom2 As String  
Dim lim As Integer  
'Nombre de lignes scannées  
lim = Cells.Find("*", , , , xlPrevious).Row - 1  
  
For j = 0 To lim - 2  
For i = 2 To lim - j  
    nom = "B" & i  
    Worksheets("Donnees").Range(nom).Select  
    Selection.Copy  
    nom = "C" & (i + j)  
    Worksheets("Donnees").Range(nom).Select  
    ActiveSheet.Paste  
    Application.CutCopyMode = False  
Next  
For i = lim - j + 1 To lim  
    nom = "B" & i  
    Worksheets("Donnees").Range(nom).Select  
    Selection.Copy  
    nom = "C" & (i - lim + j + 1)  
    Worksheets("Donnees").Range(nom).Select  
    ActiveSheet.Paste  
    Application.CutCopyMode = False  
Next  
nom2 = "D" & (lim + 1)  
nom = "B" & (j + 2)  
Sheets("Bilan").Range(nom).Value = Worksheets("Données").Range(nom2).Value  
nom = "A" & (j + 2)  
Sheets("Bilan").Range(nom).Value = Sheets("Données").Range(nom).Value -  
Sheets("Données").Range("A2").Value  
Next  
  
End Sub
```

XIV. 3 Déplacement du cadre d'analyse d'image en C++

```
/*
*****
/* Analyse par cadre glissant vertical "centres de gravité des piqûrations"
*****
*/

/*Déclaration des variables int=entier, char=text, HWND=handle, double=réel*/
int i, nMax, nTailleX, nTailleY;
int nRow;
RECT rcRect;
char szRoi[17];
HWND hWndSheet;
HWND hWndDiagram;
double dMag, dScX, dScY, dScZ;

/*Création de la feuille résultats*/
hWndSheet = shCreateWindow("Résultats");
shSetHeader (hWndSheet, 3, "Bande");
shSetHeader (hWndSheet, 4, "Dist. au bord");

/*récupération des infos de taille et de calibration de l'image*/
dMag=imgGetScaleY(Op.Display);
nTailleY=imgGetHeight(Op.Display);
nTailleX=imgGetWidth(Op.Display);

nRow=1;

/* Boite de dialogue pour entrer la largeur de la bande de mesure*/
if (dlgInput(szRoi, sizeof(szRoi), "Entrez le pas (en pixels):") == IDOK)
{
nMax = atof(szRoi);

/* Boucle sur l'image*/
for (i=nMax;i<nTailleY;i=i+nMax)
```

```

{
FixerCadre(Gauche:=0, Haut:=i-nMax, Droit:=nTailleX, Bas:=i);

AnalyseDePhases(Sheet:=hWndSheet, Seuils:=NULL);
CodageDesPhasesEnCouleur(Seuils:=NULL);
Op.Display=Op.Display-1;
shSetInt(hWndSheet, nRow, 3, nRow);
shSetDbl(hWndSheet, nRow, 4, i*dMag);
nRow++;
/*Fin de Boucle*/
}

/*Création de l'histogramme*/
docActivate("Résultats");
shSetSelection (0, SH_SEL_COL, 0);
NouveauDiagramme();
dgmSetTitle("Résultats");
dgmSetType(DGM_TYPE_BAR);

/*Fin de la Macro, si utilisateur répond "annuler" alors on continue après*/
}

```


XIV. 4 Fenêtre glissante d'analyse d'image en C++

```
/******  
/* Analyse %surfacique (locale) par fenêtre glissante & représentation surfacique de  
la tôle*/  
/******  
  
/*Déclaration des variables int=entier, char=text, HWND=handle, double=réel*/  
int i,j; /*Variables pour les deux boucles imbriquées*/  
int nMax; /*Dimensions de la fenêtre (carrée)*/  
int nTailleX, nTailleY; /*Dimensions en x et y de l'image  
d'origine*/  
int nRow, nCol; /*Numéro de ligne (resp colonne) balayée*/  
int pas; /*Pas du balayage*/  
int nbfen; /*Numéro de la fenêtre balayée*/  
RECT rcRect;  
char szRoi[17]; /*Chaine de caractère pour entrer la  
taille de la fenêtre*/  
char szRoi2[17]; /*Chaine de caractère pour entrer le pas de  
balayage*/  
HWND hWndSheet;  
HWND hWndDiagram;  
double dMag, dScX, dScY, dScZ;  
  
/*Création de la feuille résultats*/  
hWndSheet = shCreateWindow("Résultats");  
shSetHeader (hWndSheet, 2, "Coordonnée centre fenêtre - x");  
shSetHeader (hWndSheet, 3, "Coordonnée centre fenêtre - y");  
  
/*récupération des infos de taille et de calibration de l'image*/  
dMag=imgGetScaleY(Op.Display);  
nTailleY=imgGetHeight(Op.Display);  
nTailleX=imgGetWidth(Op.Display);
```

```

/*Initialisation des numéros de colonne,de ligne et de fenêtre*/
nRow=1;
nCol=1;
nbfen=1;

/* Boîte de dialogue pour entrer les dimensions de la fenêtre*/
if (dlgInput(szRoi, sizeof(szRoi), "Dimensions fenêtre carrée (en pixels):") == IDOK)
{
    nMax = atof(szRoi);

/* Boîte de dialogue pour entrer le pas de déplacement de la fenêtre*/
if (dlgInput(szRoi2, sizeof(szRoi2), "Entrez le pas de glissement de la fenêtre (en
pixels):") == IDOK)
{
    pas = atof(szRoi2);

/* Boucle sur l'image (scanne l'image en ligne) - faire attention à l'échelle intégrée*/

for (i=nMax;i<nTailleY;i=i+pas)
{
for (j=nMax;j<nTailleX;j=j+pas)
{
    FixerCadre(Gauche:=j-nMax, Haut:=i-nMax, Droit:=j, Bas:=i);
    AnalyseDePhases(Sheet:=hWndSheet, Seuils:=NULL);
    CodageDesPhasesEnCouleur(Seuils:=NULL);
    Op.Display=Op.Display-1;
    shSetDbl(hWndSheet, nbfen, 3, i*dMag-nMax/2);
    shSetDbl(hWndSheet, nbfen, 2, j*dMag-nMax/2);
    nCol++;
    nbfen++;
/*Fin de Boucle*/
}
}

```

```

nRow++;
nCol=1;
}

/*Fin de la Macro, si utilisateur répond "annuler" alors on continue après*/
}
}

```

XIV. 5 Généralisation des défauts en 3D en C++

```

#include <stdio.h>
#include <stdlib.h>
#include <math.h>

/* prototype (= declaration) des fonctions du bas du fichier */
double **ut_alloc_2d (int, int);
void ut_free_2d (double **, int);

int
main (void)
{
int i, j, k, id;          /* indices muets */
double x, y, valeurz, valeurtotalez; /* variables muettes */
double longueurx, longueury; /* longueur de la plage en x et y */
int nombrex, nombrey;    /* taille de la grille en x et y */
int nombregaussiennes, nombregaussiennesx, nombregaussiennesy;
double **centres; /* positions des centres des gaussiennes */
double sigmax, sigmay; /* écart-types x et y */
FILE *fichier, *fichierin;
int répartition; /* nature de la répartition des centres */
char entree[1000], sortie[1000]; /* noms des fichiers d'entree et sortie */
int facteur , h ; /*facteur d'altitude*/

```

```

/***** paramètres région du tracé *****/
printf ("dimensions x et y de la région du tracé ?\n");
scanf ("%lf%lf", &longueurx, &longueury);
/* nombres de points selon x et y */
printf ("discrétisation : nombre de lignes selon x et y ?\n");
scanf ("%d%d", &nombrex, &nombrey);

/***** paramètres des gaussiennes *****/

printf ("nombres de gaussiennes ?\n");

scanf ("%d", &nombregaussiennes);
centres = ut_alloc_2d (nombregaussiennes, 2);

printf ("écart-types des gaussiennes selon x et y ?\n");
scanf ("%lf%lf", &sigmax, &sigmay);

printf ("facteur et h :\n");
scanf ("%d%d", &facteur , &h);

printf ("Répartition régulière (1) ou quelconque (2) ?\n");
scanf ("%d", &répartition);

if (répartition == 1)
{
printf ("nombre de gaussiennes selon x et y ?\n");
scanf ("%d%d", &nombregaussiennesx, &nombregaussiennesy);
id = -1;
for (i = 0; i < nombregaussiennesx; i++)
for (j = 0; j < nombregaussiennesy; j++)
{
id++;
}
}

```

```

centres[id][0] = (i + 0.5) * longueurx / (double) nombregaussiennesx;
    centres[id][1] = (j + 0.5) * longueury / (double) nombregaussiennesy;
}
}
else
{
printf
("nom du fichier contenant les centres de gaussienne (liste de x y) ?\n");
scanf ("%s", entree);
fichierin = fopen (entree, "r");
for (i = 0; i < nombregaussiennes; i++)
fscanf (fichierin, "%lf%lf", &(centres[i][0]), &(centres[i][1]));
fclose (fichierin);
}

/***** ecriture données *****/

printf ("nom du fichier de sortie ?\n");
scanf ("%s", sortie);
fichier = fopen (sortie, "w");

/* balayage en y */
for (j = 0; j < nombrey; j++)
{
y = longueury * (double) j / (double) (nombrey - 1);

/* balayage en x */
for (i = 0; i < nombrex; i++)
{
x = longueurx * (double) i / (double) (nombrex - 1);

/* calcul de z en faisant la somme des gaussiennes */

valeurtotal = 0;

```

```

for (k = 0; k < nombregaussiennes; k++)
{
    /* valeur locale de la gaussienne k */
    valeurz =
        (facteur*sqrt(1 / (sigmax * sqrt (2 * 3.14159))) * exp (-pow (x - centres[k][0], 2)
/ (2 * pow (sigmax, 2)))
        * sqrt(1 / (sigmay * sqrt (2 * 3.14159))) * exp (-pow (y - centres[k][1], 2) / (2 *
pow (sigmay, 2))));

    valeurtotalez = valeurtotalez + valeurz;
}

valeurtotalez = valeurtotalez - h;

/* impression de z dans le fichier de sortie */

fprintf (fichier, "%f %f %f\n", x, y, valeurtotalez);
}

fprintf (fichier, "\n"); /* AJOUT */
}

fclose (fichier);
printf ("données écrites dans %s.\n", sortie);

return EXIT_SUCCESS;
}

/* utilitaires */

double **
ut_alloc_2d (int line, int column)
{

```

```

int i;
double **res = (double **) calloc (line, sizeof (double *));

if (!res)
{
printf ("memory allocation failed! (%dx%d)\n", line, column);
abort ();
}
for (i = 0; i < line; i++)
{
res[i] = (double *) calloc (column, sizeof (double));
if (!res[i])
{
printf ("memory allocation failed! (%dx%d)\n", line, column);
abort ();
}
}
return res;
}

```

```

void
ut_free_2d (double **board, int line)
{
int i;
if (!board)
{
return;
}
for (i = line - 1; i >= 0; i--)
free (board[i]);

free (board);

return;
}

```

```
}
```

XIV. 6 Généralisation des défauts piqûrants en 3D en C++

```
#include <stdio.h>
#include <stdlib.h>
#include <math.h>

/* prototype (= declaration) des fonctions du bas du fichier */
double **ut_alloc_2d (int, int);
void ut_free_2d (double **, int);

int
main (void)
{
int i, j, k, id;    /* indices muets */
double x, y, valeurz, valeurtotalz; /* variables muettes */
double longueurx, longueury; /* longueur de la plage en x et y */
int nombrex, nombrey; /* taille de la grille en x et y */
int nombregaussiennes, nombregaussiennesx, nombregaussiennesy;
double **centres; /* positions des centres des gaussiennes */
double sigmax, sigmay; /* ecart-types x et y */
FILE *fichier, *fichierin;
int repartition; /* nature de la repartition des centres */
char entree[1000], sortie[1000]; /* noms des fichiers d'entree et sortie */
int facteur , h ; /*facteur d'altitude*/

/***** parametres région du tracé *****/
printf ("dimensions x et y de la région du tracé ?\n");
scanf ("%lf%lf", &longueurx, &longueury);
/* nombres de points selon x et y */
printf ("discrétisation : nombre de lignes selon x et y ?\n");
scanf ("%dd", &nombrex, &nombrey);
```



```

/***** paramètres des gaussiennes *****/
printf ("nombres de gaussiennes ?\n");
scanf ("%d", &nombregaussiennes);
centres = ut_alloc_2d (nombregaussiennes, 2);

printf ("écart-types des gaussiennes selon x et y ?\n");
scanf ("%lf%lf", &sigmax, &sigmay);

printf ("facteur et h :\n");
scanf ("%dd", &facteur , &h);

printf ("Répartition régulière (1) ou quelconque (2) ?\n");
scanf ("%d", &répartition);

if (répartition == 1)
{
printf ("nombre de gaussiennes selon x et y ?\n");
scanf ("%d%d", &nombregaussiennesx, &nombregaussiennesy);
id = -1;
for (i = 0; i < nombregaussiennesx; i++)
for (j = 0; j < nombregaussiennesy; j++)
{
id++;

centres[id][0] = (i + 0.5) * longueurx / (double) nombregaussiennesx;
centres[id][1] = (j + 0.5) * longueury / (double) nombregaussiennesy;
}
}
else
{

```

printf

```
("nom du fichier contenant les centres de gaussienne (liste de x y) ?\n");  
scanf ("%s", entree);  
fichierin = fopen (entree, "r");  
for (i = 0; i < nombregaussiennes; i++)  
fscanf (fichierin, "%lf%lf", &(centres[i][0]), &(centres[i][1]));  
fclose (fichierin);  
}
```

```
/****** écriture données *****/
```

```
printf ("nom du fichier de sortie ?\n");  
scanf ("%s", sortie);  
fichier = fopen (sortie, "w");
```

```
/* balayage en y */
```

```
for (j = 0; j < nombrey; j++)  
{  
y = longueury * (double) j / (double) (nombrey - 1);
```

```
/* balayage en x */
```

```
for (i = 0; i < nombrex; i++)  
{  
x = longueurx * (double) i / (double) (nombrex - 1);
```

```
/* calcul de z en faisant la somme des gaussiennes */
```

```
valeurtotalez = 0;
```

```

for (k = 0; k < nombregaussiennes; k++)
{
    /* valeur locale de la gaussienne k */
    valeurz =
        -facteur*sqrt(1 / (sigmax * sqrt (2 * 3.14159))) * exp (-pow (x - centres[k][0], 2) / (2
* pow (sigmax, 2)))
        * sqrt(1 / (sigmay * sqrt (2 * 3.14159))) * exp (-pow (y - centres[k][1], 2) / (2 * pow
(sigmay, 2)));

    valeurtotalez = valeurtotalez + valeurz;
}

    valeurtotalez = valeurtotalez - h;

/* impression de z dans le fichier de sortie */

fprintf (fichier, "%f %f %f\n", x, y, valeurtotalez);
}

fprintf (fichier, "\n"); /* AJOUT */

}

fclose (fichier);
printf ("donnees écrites dans %s.\n", sortie);

return EXIT_SUCCESS;
}
/* utilitaires */

double **

ut_alloc_2d (int line, int column)

```

```

{
int i;
double **res = (double **) calloc (line, sizeof (double *));
if (!res)
{
printf ("memory allocation failed! (%dx%d)\n", line, column);
abort ();
}
}

```

XIV. 7 Scripts Gnuplot 2D 3D "approche de la norme G34"

```

#cd "C:/documents and settings/gilles/bureau/"
cd "D:/copie Bureau du 29 octobre 2009/Ce qui fonctionne/multi+random/Debug"
#cd "D:/Ce qui fonctionne/Ce qui fonctionne/Ce qui fonctionne/multi+random/Debug"
unset label
#set pm3d
#set pm3d map
set surface
#set xrange [2500:0]
set xrange [1250:0]
#set yrange [0:2500]
set yrange [0:2500]
set ytics 0,500
#set zrange [-2000:2500]
#set zrange [0:2000]
set size ratio -1
set colorbox vertical user origin 0.7,.4 size .02,.4
set key top
set xtic 0,400

unset ztics
unset xlabel
set label "microns" offset 19.5, 14
set label "y pixel" offset -28,10
set title "Simulation Norme G34"
set xlabel'x pixel'
#set palette defined (0 0 0 0, 0.20 0.25 1 1)
#set isosamples 200
#set view 0, 359.9999
#set view 180, 0, 1, 1
set view 0,0
#set view 63, 136, 1, 1

#unset ylabel'y pixel'

set hidden3d
#splot ('random147et5_5.txt') with pm3d
#splot ('random147et10_10.txt') with pm3d

```

```
#splot ('random147et15_15.txt') with pm3d
#splot ('random147et20_20.txt') with pm3d
#splot ('random147et25_25.txt') with pm3d
#splot ('random147et30_30.txt') with pm3d
#splot ('random147et35_35.txt') with pm3d
#splot ('random147et40_40.txt') with pm3d
#splot ('random147et45_45.txt') with pm3d
#splot ('random147et50_50.txt') with pm3d
#splot ('random147et100_100.txt') with pm3d
#splot ('random147et10_100.txt') with pm3d
#splot ('random147et10_50.txt') with pm3d
#splot ('random147et10_30.txt') with pm3d
#splot ('random147et40_100.txt') with pm3d
#splot ('random147et20_80.txt') with pm3d
#splot ('random147et30_100.txt') with pm3d
splot ('random147et40_200.txt') with pm3d
```

```
#splot ('random294et5_5.txt')with pm3d
#splot ('random294et10_10.txt') with pm3d
#splot ('random294et15_15.txt')with pm3d
#splot ('random294et20_20.txt')with pm3d
#splot ('random294et30_30.txt')with pm3d
#splot ('random294et35_35.txt')with pm3d
#splot ('random294et40_40.txt')with pm3d
#splot ('random294et45_45.txt')with pm3d
#splot ('random294et50_50.txt')with pm3d
#splot ('random294et100_100.txt')with pm3d
#splot ('random294et10_30.txt')with pm3d
#splot ('random294et10_50.txt')with pm3d
#splot ('random294et10_100.txt')with pm3d
#splot ('random294et10_200.txt')with pm3d
```

```
#splot ('random588et5_5.txt') with pm3d
#splot ('random588et10_10.txt') with pm3d
#splot ('random588et15_15.txt') with pm3d
#splot ('random588et20_20.txt') with pm3d
#splot ('random588et25_25.txt') with pm3d
#splot ('random588et30_30.txt') with pm3d
#splot ('random588et35_35.txt') with pm3d
#splot ('random588et40_40.txt') with pm3d
#splot ('random588et45_45.txt') with pm3d
#splot ('random588et50_50.txt') with pm3d
#splot ('random588et100_100.txt') with pm3d
#splot ('random588et10_30.txt') with pm3d
#splot ('random588et10_50.txt') with pm3d
#splot ('random588et10_100.txt') with pm3d
#splot ('random588et10_200.txt') with pm3d
```

```

#splot ('random1176et5_5.txt') with pm3d
#splot ('random1176et10_10.txt') with pm3d
#splot ('random1176et15_15.txt') with pm3d
#splot ('random1176et20_20.txt') with pm3d
#splot ('random1176et25_25.txt') with pm3d

#splot ('random1176et30_30.txt') with pm3d
#splot ('random1176et35_35.txt') with pm3d
#splot ('random1176et40_40.txt') with pm3d
#splot ('random1176et45_45.txt') with pm3d
#splot ('random1176et50_50.txt') with pm3d
#splot ('random1176et100_100.txt') with pm3d
#splot ('random1176et200_200.txt') with pm3d

#splot ('random1176et50_5.txt') with pm3d
#splot ('random1176et20_20.txt') with pm3d
#splot ('random1176et10_15.txt') with pm3d
#splot ('random1176et15_15.txt') with pm3d
#splot ('random1176et50_10.txt') with pm3d
#splot ('random1176et40_60.txt') with pm3d
#splot ('random1176et30_50.txt') with pm3d
#splot ('random1176et20_40.txt') with pm3d
#splot ('random1176et5_15.txt') with pm3d

#splot ('random1176et50_50.txt') with pm3d
#splot ('random1176et100_10.txt') with pm3d
#splot ('random1176et10_20.txt') with pm3d
#splot ('random1176et10_30.txt') with pm3d
#splot ('random1176et10_50.txt') with pm3d
#splot ('random1176et10_100.txt') with pm3d
#splot ('random1176et10_200.txt') with pm3d

#splot ('random588.txt') with pm3d
#splot ('random294.txt') with pm3d
#splot ('random147.txt') with pm3d

#set key 0,500,-200
#set dgrid3d
set term png
#set output "random147et40_200S.png"
replot
set terminal windows

```

XV. Annexes

A1 : Équations

$$f(x) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{(x-\mu)^2}{2\sigma^2}}$$

(1) - Expression de la courbe de Gauss.

$$H = \left(2\sqrt{2\ln(2)}\right)\sigma \simeq 2,3548\sigma$$

(2) - Largeur mi-hauteur H de la courbe de Gauss.

$$\frac{H}{2} \simeq 1,178\sigma$$

(3) - Demi-largeur à mi-hauteur de la courbe de Gauss.

$$S(\theta) = \sum_{i=1}^N (y_i - f(x_i; \theta))^2 = \sum_{i=1}^N r_i^2(\theta)$$

(4) - Norme entre les données expérimentales et le modèle théorique prédisant ces données. Méthode des moindres carrés.

$$I = f(d) = \sum_{x=0}^{N-1} y(x) \times y(x+1)$$

(5) - Intensité maximale du signal décalé.

$$\varepsilon = 0,61 \times \frac{\lambda}{N.A}$$

(6) - Pouvoir séparateur du microscope optique.

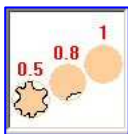
$$S = \frac{\sum_{x=0}^{n-1} |y_0(x) \text{ lignedebase}|}{\sum_{x=0}^{n-1} |y_0(x) \text{ gaussienne}|}$$

(7) - Expression analytique du facteur d'ajustement.

$$z = f_x(x) \times f_y(y) = \frac{1}{\sigma_x \sigma_y 2\pi} \left(e^{-\frac{(x-\mu_x)^2}{2\sigma_x^2}} \times e^{-\frac{(y-\mu_y)^2}{2\sigma_y^2}} \right) = \frac{1}{\sigma_x \sigma_y 2\pi} \times e^{-\left[\frac{(x-\mu_x)^2}{2\sigma_x^2} + \frac{(y-\mu_y)^2}{2\sigma_y^2} \right]}$$

(8) - Expression analytique du produit de la courbe de Gauss.

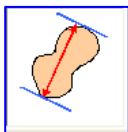
A2 : Paramètres de mesures en analyses d'images



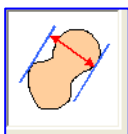
Aspect ratio : rapport maximum de hauteur et de largeur d'un rectangle enveloppant la particule.



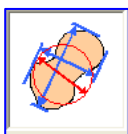
Le facteur de forme : délivre l'information sur la "rondeur" de la particule. Pour une particule en forme de cercle, le facteur est 1 ; pour toutes les autres particules, il est inférieur à 1.



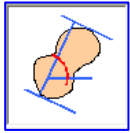
Féret maximum : distance maximale de deux tangentes parallèles aux frontières opposées de la particule.



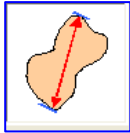
Féret minimum : distance minimale de deux tangentes parallèles aux frontières opposées de la particule.



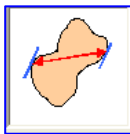
Féret moyen : distance moyenne de deux tangentes parallèles aux frontières opposées de la particule.



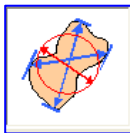
Orientation de la distance Féret maximale : à savoir la distance maxi des tangentes parallèles aux frontières opposées de la particule.



Diamètre maxi d'une particule : il faudra fixer le diamètre applicable à des axes d'évaluation différents. L'axe d'évaluation varie suivant un pas de 1° et on calcule le diamètre maximum à chaque angle.



Diamètre minimum d'une particule : (pour des angles de 0° à 179° avec pas de 1°).



Moyenne arithmétique de tous les diamètres d'une particule : (pour des angles de 0° à 179° avec pas de 1°).

A3 : Synthèse matériels, programmes et logiciels

Dans ce travail, nous avons eu recours à trois logiciels d'analyse d'images. Pour la partie "acquisition métallographique, quantification surfacique de paramètres et déplacement des cadres d'analyses en programme Script SYS C++" (cf. programme XV.3, XV.4)", nous avons utilisé le logiciel "SYS" de la société "Olympus" avec son microscope inversé métallographique GX 51 équipé d'une caméra numérique "COLOR VIEW III", avec capteur cinq millions de pixels refroidi par effet Pelletier.

Concernant la reconstruction métallographique 3D, un microscope de mesure diascopique et épiscopique trois axes indexés XYZ au micron, associé à un calculateur "Quadra Check 200" permettant le contrôle des déplacements, la réalisation de références et des mesures interactives a été employée (microscope de la société Nikon MM400 avec table 100 x 100 mm de déplacement).

On procède aux acquisitions avec une caméra numérique Nikon 5 millions de pixels associée au logiciel **NIS 2D**, capable de faire de la reconstruction 3D, de l'analyse d'image et du "time laps".

Nous avons utilisé le logiciel de visualisation 3D "AVIZO" spécialisé dans la visualisation scientifique. Son interface ultra performante associée à un puissant ordinateur nous a servi à reconstruire des profils 3D avec un grand nombre d'images.

C'est un logiciel extrêmement vaste qui fonctionne sous "Linux" et aborde tous les aspects de la visualisation 3D de données scientifiques, traitements, analyse, communication et présentation. Le produit est distribué par la société VSG, Visualization Science Group, Inc. située à **Burlington Ma 01803 USA** : Visualization Sciences Group ("VSG"), est le principal fournisseur de boîtes à outils 3D de haute performance de visualisation et de logiciels pour les ingénieurs et les scientifiques, la livraison 3D évoluée des solutions logicielles pour la visualisation de données scientifiques, d'ingénierie et de simulation, la science des matériaux et les géosciences. Au stade de notre étude, nous n'avons usé que de quelques éléments du logiciel, toute la partie quantification 3D étant à exploiter.

Le tableur "Excel de Microsoft" nous a permis de développer la technique de « fittage » par courbe "Gaussienne de la loi normale avec la technique des moindres carrés". Toute la simulation 3D tracée "locale ainsi que généralisée" a été réalisée par le logiciel "**Gnuplot**".

Gnuplot est un programme souple capable de produire des représentations graphiques, en deux ou trois dimensions, de fonctions numériques ou de données. Le programme fonctionne sur tous les ordinateurs et systèmes d'exploitation majeurs et peut envoyer les graphiques à l'écran ou vers des fichiers dans une kyrielle de formats. Gnuplot utilise également "l'Algorithme de Levenberg-Marquardt" pour ajuster les paramètres d'une fonction numérique sur des données expérimentales.

Le programme est distribué sous une licence de logiciel libre autorisant à copier et modifier le code source du programme. Le programme peut être exploité de manière interactive, et il s'accompagne d'une aide en ligne (*online tutorial*) - l'utilisateur entrant en ligne de commande des instructions ayant pour effet de produire un tracé. De même, on peut écrire des scripts *gnuplot* qui, lors de leur exécution, génèrent un graphique (cf. <http://www.gnuplot.info/>). Plus de 150 scripts ont été réalisés avec gnuplot dans le cadre de ce travail, et principalement pour des simulations 3D.

L'écriture et la compilation des programmes informatiques ont été réalisées avec le logiciel "**Microsoft Visual C++**" de Microsoft.

XVI. LEXIQUE

Alliages binaires : Alliages composés de deux éléments majeurs.

Alliages ternaires : Alliages composés de trois éléments majeurs.

Anisotrope : Milieu dont les propriétés varient suivant la direction. Dans le présent mémoire : blister isotrope se rapprochant d'une morphologie circulaire à la différence de l'anisotropie du blister proche d'une morphologie elliptique.

Chlorures : Cl⁻ en grande quantité dans l'eau de mer. La concentration est de l'ordre de 19 g/l.

Coefficient de diffusion :

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{Q_D}{RT}\right)$$

Contraintes : Rapport force en Newton sur la section en mm².

Corrosion structurale : Les corrosions structurales sont plus particulièrement concernées par le mode de pénétration de la corrosion dans le métal. Leur qualificatif "structural" fait référence à leur liaison directe avec la structure métallurgique du métal. La distribution hétérogène des éléments d'addition et/ou des précipités est à l'origine de ces formes particulières de propagation de la corrosion. Sont concernés les aluminiums avec des propriétés mécaniques élevées (précipitation).

Corrosion intergranulaire : La corrosion intergranulaire résulte de la présence, aux joints des grains, d'un passage anodique continu (anodique par rapport à la matrice). Deux types de zones anodiques différenciées peuvent être rencontrés suivant les familles d'alliages d'aluminium étudiés. La propagation de la corrosion se fait le long des joints de grains.

Pour les **alliages de la série 5xxx (Al-Mg)**, la susceptibilité à la corrosion intergranulaire résulte de la formation aux joints des grains d'un précipité Al₃Mg₂, avec un potentiel de corrosion égal à -1,15 V/ECS (électrode calomel saturée). Ce précipité est anodique par rapport à l'intérieur des grains (- 0,8 V/ECS) et forme un précipité continu aux joints des grains. Dans un milieu corrosif, la corrosion se propagera par dissolution préférentielle et sélective de cette zone anodique, générant une corrosion intergranulaire le long des joints de grains.

Corrosion sous contraintes (CSC) : La **corrosion sous contrainte (CSC)** est un autre type de corrosion structurale que l'on peut trouver sur les alliages d'aluminium. Quand un alliage sensible à la corrosion sous contrainte est soumis simultanément à l'action d'une contrainte mécanique et d'un milieu corrosif, des fissures s'amorcent dans la direction perpendiculaire à la contrainte appliquée et se propagent jusqu'à la rupture de la pièce. Deux mécanismes peuvent intervenir pour la propagation des fissures de CSC : la propagation électrochimique et la fragilisation par l'hydrogène (FPH).

Courbe anodique : Courbe définie par une variation de potentiel, dont le courant entre le métal et l'électrode de référence est positif.

Courbe cathodique : Courbe définie par une variation de potentiel, dont le courant entre le métal et l'électrode de référence est négatif.

Couche passive : Couche superficielle très adhérente et peu épaisse, de l'ordre de quelques nanomètres de très faible perméabilité ionique.

Degré d'oxydation : Nombre de charge formelle notée en chiffres romains. Dans la molécule H_2O , l'atome d'oxygène recevrait les 2 doublets des 2 liaisons O-H et il porterait une charge négative double. Chacun des atomes d'hydrogène porterait une charge positive, le degré d'oxydation de l'oxygène est donc - II, celui de l'hydrogène + I.

Désaéré : Sans oxygène en solution.

Degré d'oxydation : Nombre de charge formelle notée en chiffres romains. Dans la molécule H_2O , l'atome d'oxygène recevrait les 2 doublets des 2 liaisons O-H et il porterait une charge négative double. Chacun des atomes d'hydrogène porterait une charge positive, le degré d'oxydation de l'oxygène est donc - II, celui de l'hydrogène + I.

Diagramme de Pourbaix (Marcel Pourbaix) : Diagrammes potentiel – [pH] indiquant sur un plan $E=f(pH)$ les domaines d'existence ou de prédominance d'un élément. Ils sont construits à partir de données thermodynamiques et ne donnent aucune information sur la vitesse de corrosion, même lorsque que le métal se situe dans le domaine de dissolution.

Diffraction X : La diffraction des rayons X est une méthode de caractérisation non-destructive des cristaux. Nous l'utilisons pour obtenir des informations sur les paramètres de maille des grains, ce qui détermine les phases en présence dans le métal.

Diffusion interstitielle : Les atomes en solution solide d'insertion se déplacent en sautant dans une position interstitielle, par exemple en position octaédrique dans une structure cubique à face centrée.

Durcissement structural : Procédé permettant de durcir un alliage. Il nécessite un alliage métastable, dont la forme stable à température ambiante est un intermétallique constitué de deux phases différentes. Un recuit à l'intérieur du nez du diagramme TTT entraîne la germination de précipités de différentes nouvelles phases plus ou moins stables. Ces précipités, qu'ils soient cohérents ou incohérents avec la phase principale constituent des obstacles sur la voie des dislocations, ce qui accroît la dureté du matériau.

Enthalpie : L'enthalpie est une fonction d'état de la thermodynamique, dont la variation permet d'exprimer la quantité de chaleur mise en jeu pendant la transformation d'un système, au cours duquel celui-ci reçoit ou fournit un travail mécanique. L'enthalpie H d'un système est définie par : **$H=U+PV$**

Avec U , l'énergie interne, et PV , l'énergie élastique, produit de la pression par le volume. Elle a la dimension d'une énergie et s'exprime en Joules.

Enthalpie et enthalpie libre et entropie : $\Delta G = \Delta H - T\Delta S$

Les fonctions H et G s'expriment en unités d'énergie (*travail ou chaleur*).

ΔG s'exprime en $J.mole^{-1}$

ΔS - en $J.K^{-1}.mole^{-1}$

ΔH - en $J.mole^{-1}$

Exfoliation : La **corrosion feuilletante** est une forme de corrosion qui se propage dans une multitude de plans parallèles à la surface de la pièce.

Ces plans d'attaque sont séparés par des feuillets de métal pratiquement intacts, ces feuillets sont poussés hors du métal par le gonflement des produits de corrosion, à l'image des feuillets d'un livre - d'où le nom de corrosion feuilletante.

La corrosion feuilletante peut apparaître sur des échantillons sensibles à la corrosion intergranulaire (2xxx, 5xxx, 7xxx) lorsque les grains sont très aplatis et allongés par la transformation (profilés minces, tôles minces).

Fatigue : Contraintes alternatives de traction et de compression.

Fitter une courbe : Ajustement d'un profil de courbe expérimentale par une loi analytique.

Fonction Solveur : Le "**Solveur d'Excel Microsoft**" permet de rechercher la **valeur optimale** d'une formule dans une cellule, appelée **cellule cible** ou **fonction objectif**, de la feuille de calcul.

Il fonctionne avec un groupe de cellules associées (directement ou indirectement) à la formule de la cellule cible. Il adapte les valeurs des cellules qu'on souhaite modifier, appelées **cellules variables**, pour fournir le résultat spécifié à partir de la formule de la cellule cible. On peut spécifier des contraintes pour limiter les valeurs susceptibles d'être utilisées par le Solveur, et ces contraintes peuvent faire référence à d'autres cellules qui ont une incidence sur la formule de la cellule cible. Le solveur détermine la valeur **minimale** ou **maximale** d'une cellule en modifiant d'autres cellules.

Le solveur agit par itérations successives sur une ou plusieurs variables, jusqu'à obtenir une valeur définie pour la valeur cible, en tenant compte des contraintes imposées. Algorithme d'optimisation de plusieurs variables en minimisant la valeur des moindres carrés dans la méthode de caractérisation de ce mémoire.

Isotrope : Invariance des propriétés en fonction de la direction

Les moindres carrés :

Méthode mathématique qui permet de comparer des données expérimentales à un modèle mathématique. Le but est de minimiser l'écart des mesures expérimentales et des points caractérisant la courbe de Gauss.

Loi d'action de masse :

$$\Delta G^\circ = -RT \log K$$

K = constante d'équilibre

$$T(\text{K}) = T(^{\circ}\text{C}) + 273,15$$

R = constante des gaz parfaits

La constante *R* des gaz parfaits est telle que le produit *RT* a les dimensions d'une énergie molaire. Suivant le choix d'unité que l'on fait pour l'énergie, on a :

$$R = 8,314 \text{ J} \cdot \text{K}^{-1} \cdot \text{mol}^{-1}$$

pH :

$$pH = -\log_{10}[aH^{10}]$$

Loi d'Arrhénius : Permet de décrire en cinétique chimique la vitesse d'une réaction chimique en fonction de la température.

$$k = A e^{\frac{-E_a}{RT}}$$

k, le coefficient de vitesse

R, la constante des gaz parfaits (valeur usuelle $R = 8,314 \text{ J} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$)

E_a, l'énergie d'activation d'Arrhenius donnée en $\text{kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ (ou kilo Joule par mole)

T en K

La forme de la loi d'Arrhenius montre que la valeur de l'énergie d'activation a l'importance prépondérante sur la vitesse des réactions. On peut dire que les réactions ayant les énergies d'activation les plus faibles sont les plus rapides et inversement celles qui ont les énergies d'activation les plus élevées sont les plus lentes.

Loi Normale :

La loi Normale est l'une des principales distributions de probabilité. Introduite en 1733 par le mathématicien Abraham de Moivre, elle fut appliquée pour approcher des probabilités liées à des variables aléatoires binomiales présentant un paramètre *n* très grand. Gauss la mit en évidence au XIX^{ème} siècle, la loi normale permettant de modéliser quantité d'études biométriques. La courbe décrivant sa densité de probabilité est dénommée "courbe en cloche", voire "courbe de Gauss".

La loi normale est une loi de distribution de probabilité utilisée en statistique. Son graphe est la courbe de "Gauss", courbe en forme de cloche.

La courbe de Gauss est caractérisée par la fonction gaussienne qui est une fonction en exponentielle de l'opposé du carré de l'abscisse.

$$f(x) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{(x-\mu)^2}{2\sigma^2}}$$

où : μ = espérance ou paramètre de positionnement

σ = écart-type ou paramètre dispersif

x =variable

Loi de Fick :

Les deux lois permettent de quantifier les phénomènes de diffusion.

A un instant t , le flux d'atomes traversant un plan F est proportionnel à l'écart des concentrations des deux est représentée par la formule suivante :

cotés de ce plan, c'est-à-dire au gradient de concentration au niveau de F , soit :

$$J_A = -D \frac{dC_A}{dx}$$

avec :

J_A le flux d'atomes de A en atomes/ $m^2 \cdot s$,

D le coefficient de diffusion en m^2/s

C_A la concentration en atomes A

dx la variation de distance entre les plans réticulaires

Loi de Fick (deuxième) :

$$\frac{dC_A}{dt} = D \frac{d^2C_A}{dx^2}$$

Cette seconde loi de Fick permet, en intégrant l'équation différentielle, de calculer les concentrations en tout point et à tout instant : $C = f(x, t, T)$.

$$C = B \int_0^u e^{-u^2} du + A$$

soit

$$C = BE(u) + A$$

B et A : constantes dépendant des conditions limites.

Macle : On appelle *macle* (non pas comme en cristallographie) l'ensemble de deux cristaux liés par des relations simples d'orientation, mais une partie de métal ayant cette relation d'orientation par rapport au cristal parent.

Mélange stœchiométrique : Une réaction est dite **stœchiométrique** lorsque les quantités de réactifs se situent dans des proportions molaires identiques à celles de l'équation chimique. Alliage de structure ordonnée idéale.

Méthode des intercepts : technique consistant à détecter des pixels (point image) par intersection de lignes verticales, horizontales ou obliques elles-mêmes constituées de pixels.

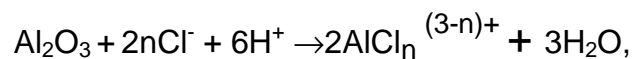
Oxydant : Molécule acceptant un ou plusieurs électrons et qui devient ainsi une substance réduite.

Oxydes hydratés Al(OH)₃, Al₂O₃α, Bœhmite Al₂O₃.H₂O, Bayérite, Hydrargillite, Al₂O₃.H₂O. Couche poreuse se développant en milieu humide sur l'aluminium. Sa porosité permet de réaliser un "colmatage".

PFZ : *precipitate free zones* (zones exemptes de précipités)

Piqûration : la corrosion par piqûre est une dissolution localisée très rapide qui provoque la formation de trous distribués de façon aléatoire. Dans le cadre d'un pH acide inférieur à 4, le film d'hydroxydes amphotères se dissout selon la réaction générale : $\text{Al}_2\text{O}_3 + 6\text{H}_3\text{O}^+ \rightarrow 2\text{Al}^{3+} + 9\text{H}_2\text{O}$. Le matériau est mis à nu, il est sensible à la corrosion.

La présence d'ions chlorures dans le milieu favorise la destruction du film passif et facilite la corrosion de l'aluminium pour des pH entre 4 et 9. Ce phénomène est caractérisé par l'équation suivante :



où "n" est un paramètre dépendant de la concentration en chlorure et du pH.

Les cations Al^{3+} et Cl^- forment généralement une espèce chimique intermédiaire AlCl^4 . La présence d'un précipité intermétallique plus noble que l'aluminium peut générer une discontinuité du film passif, laquelle est propice à la mise à nu de la matrice et à l'activation d'un mécanisme de corrosion où le précipité joue le rôle de site cathodique.

Polarisation de l'aluminium Intensité/Potentiel :

La courbe de polarisation anodique est très différente pour l'aluminium de celle des aciers inoxydables :

* pas de passage actif/passif, ni de maximum correspondant à la formation d'une couche passive sur le métal. L'aluminium ne peut pas exister sans couche d'oxyde dans un milieu oxydant comme l'air ou l'eau (même s'il est acide). Des essais d'abrasion avec une électrode tournante frottant contre une pointe en carbure (Hagyard and Williams) ont montré que, lorsqu'on stoppe l'abrasion, la couche d'oxyde se reforme dans le millième de seconde qui suit - l'aluminium n'étant ainsi jamais nu.

On n'observe pas non plus de région transpassive sur l'aluminium (correspondant au dégagement d'oxygène sur l'acier inoxydable). Il est en effet impossible de dégager de l'oxygène sur l'aluminium parce que la couche d'oxyde n'est pas conductrice électronique. Si on pousse la polarisation anodique dans la solution d'acide sulfurique, on va oxyder l'aluminium et épaissir la couche d'oxyde (dans les solutions sans chlorures) ; on fait de l'anodisation, sans pouvoir dégager de l'oxygène sur l'aluminium.

Le courant résiduel dans la région passive est plus élevé sur l'aluminium que sur les aciers inoxydables en particulier en milieu acide, mais on sait que l'aluminium ne doit pas être utilisé en milieu acide.

Potentiostat : Le rôle d'un potentiostat est de polariser l'échantillon (*ou électrode de travail*) à une valeur programmée par rapport à une électrode de référence. La valeur du potentiel peut être fixe, variable selon un programme établi ou sous forme d'impulsions. Le courant d'électrolyse dépend du potentiel et du couple électrolyte-échantillon impliqué.

Potentiel de corrosion : Différence de potentiel que prennent les métaux par rapport à une solution.

Pression :

L'unité légale SI de pression est le *pascal* :

$$1 \text{ Pa} = 1 \text{ N} \cdot \text{m}^{-2}$$

mais on utilise aussi couramment :

le *bar* ($1 \text{ bar} = 10^5 \text{ Pa}$) ;

le *torr* ou *millimètre de mercure*, ($1 \text{ torr} = 1 \text{ mm Hg} = 1,333 \times 10^2 \text{ Pa}$);

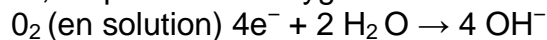
l'*atmosphère* ($1 \text{ atm} = 1,013 \times 10^5 \text{ Pa}$).

1 millibar (mbar) = 1 hectopascal (hPa) 1 Torr = 1 millimètre de mercure (mm Hg)

Réaction anodique (oxydation) : $\text{Me} \rightarrow \text{Me}^{2+} + 2\text{e}^-$

Réaction cathodique en solution acide désaérée (réduction) : $2\text{H}^+ + 2\text{e}^- \rightarrow \text{H}_2$
réduction des protons.

Et, en présence d'oxygène :



Règle des phases :

Le nombre de variables intensives indépendantes

$$V = C + 2 - \varphi$$

avec :

V = variance

C = nombre de constituants indépendants

φ = nombre de phases

Test EXCO : (Exfoliation Corrosion Susceptibility in 2XXX and 7XXX Serie Aluminium Alloys, ASTM G34). Teste la résistance des alliages d'aluminiums 2xxx -7xxx à l'exfoliation.

Test MASTMAASIS : (Modified Acetic Salt Intermittent Spray, ASTM G85)
test brouillard salin

Vitesse de diffusion :

$$V = A \exp\left(\frac{-G_D}{RT}\right)$$

avec G_D enthalpie libre de diffusion.

XVII. RÉSUMÉ BILINGUE

a) Français

Étude des effets et caractérisation de l'exfoliation sur des alliages d'aluminium pour aéronautique en vue de la caractérisation 3D.

Les différents alliages d'aluminium aéronautiques chargés en Cu, Li et Zn, fournis par la société Alcan Tinto, ont été exposés sur des sites marins en milieux Cl⁻ chez EADS, Alcan et l'Institut de la Corrosion. Grâce à cette exposition, nous avons pu implémenter une approche de la caractérisation morphologique de la corrosion feuilletante. Les méthodes de quantification de l'exfoliation sont appliquées au moyen d'un examen visuel de surface et de coupes micrographiques "Norme G34". La première méthode est subjective, la seconde (locale) ne rendant pas vraiment compte de l'ensemble de l'échantillon.

A partir de l'étude des échantillons exposés, nous avons mis en place une procédure de représentation en 2D et 3D de la corrosion feuilletante par :

- 1 : Détermination du défaut maximal en surface avec deux programmes informatiques, dont un algorithme en analyse d'images.
- 2 : Mise en place des coordonnées des profils de "blisters" de l'exfoliation, par la méthode des "intercepts". Leur "fittage" : par une courbe de la loi normale dite "courbe de Gauss".
- 3 : Grâce à l'évolution des paramètres de la courbe de Gauss : rendu compte de l'évolution de l'exfoliation de tous les alliages sur un même graphique.
- 4 : Par une méthode analytique : passage de 2D en 3D locale associée à un algorithme.
- 5 : Un programme en C++ multi feuillets assure le passage de la 3D locale en 3D généralisée isotrope et anisotrope à partir de 4 paramètres.
- 6 : L'étude et la mise en œuvre de cet outil de simulation ont permis une approche chiffrée des images types de la "norme G34".

A partir d'essai G34, nous avons reproduit une simulation d'une cinétique d'un "blister" sur un alliage 2198T8 par un script intégrant la représentation analytique évoquée.

Dans la continuité de ce travail, nous avons développé un outil d'abrasion contrôlé qui permet de rendre compte de la véritable morphologie 3D, tant au niveau de la reconstruction d'un "blister" que de la trajectoire de la corrosion intergranulaire.

Mots clés : Intercepts, fittage, exfoliation, blisters, courbe de Gauss, programmes C++, simulation, corrosion intergranulaire, norme.

b) English

Study of exfoliation effects and characterisation on aluminium alloys dedicated to aeronautical applications for the purpose of 3D characterisation

The various aeronautics Cu, Li and Zn-aluminium alloys provided by company Alcan Tinto have been exposed to CI environments within ocean sites at EADS, Alcan and Institut de la Corrosion. This exposure made it possible for us to implement an approach of layer corrosion's morphological characterisation. Quantification exfoliation methods are applied by using a visual examination of "G34 Norm" surfaces and micrographic cross sectional areas. First method is subjective whilst the second (local) one doesn't really reproduce the whole sample.

From the analysis of exposed samples, we have introduced some 2D and 3D representation procedure of layer corrosion by:

- 1: Defining the maximum surface defect through two different computer programmes, one of them being an image analysis algorithm.
- 2: Coordinates setup of "blisters" profiles related to exfoliation by using the intercepts method. The related curve fitting is defined by a standard rule curve, the so-called "Gauss curve".
- 3: Thanks to Gauss curve parameters development: reporting of the exfoliation development of all alloys in a same chart.
- 4: By using the method of analysis: changeover from 2D to local 3D combined with an algorithm.
- 5: By using the method of analysis: changeover from 2-D to local 3-D combined with an algorithm.
- 6: Studying and implementing this simulation tool have enabled some figured approach of typical images of G34 standard.

From the G34 test, we reproduced a blister kinetic simulation on a 2198T8 alloy by using a script including the mentioned analysis method. As a continuation of this work, we developed a controlled abrasion tool enabling to account for the real 3D morphology, both regarding the blister reconstruction as well as the intergranular corrosion trajectory.

Key words: intercepts, curve fitting, exfoliation, blisters, Gauss curve, C++ programmes, simulation, intergranular corrosion, standard.

Étude des effets et caractérisation de l'exfoliation sur des alliages d'aluminium pour aéronautique en vue de la caractérisation 3D.

Mémoire d'Ingénieur C.N.A.M ; Centre Régional Associé de Saint-Étienne – 24, rue Robinson - F-42100 Saint-Étienne.

Les différents alliages d'aluminium aéronautiques chargés en Cu, Li et Zn, fournis par la société Alcan Tinto, ont été exposés sur des sites marins en milieux Cl⁻ chez EADS, Alcan et l'Institut de la Corrosion. Grâce à cette exposition, nous avons pu implémenter une approche de la caractérisation morphologique de la corrosion feuilletante. Les méthodes de quantification de l'exfoliation sont appliquées au moyen d'un examen visuel de surface et de coupes micrographiques "Norme G34". La première méthode est subjective, la seconde (locale) ne rendant pas vraiment compte de l'ensemble de l'échantillon.

A partir d'essai G34, nous avons reproduit une simulation d'une cinétique d'un "blister" sur un alliage 2198T8 par un script intégrant la représentation analytique évoquée.

Dans la continuité de ce travail, nous avons développé un outil d'abrasion contrôlé qui permet de rendre compte de la véritable morphologie 3D, tant au niveau de la reconstruction d'un "blister" que de la trajectoire de la corrosion intergranulaire.

Mots clés : Intercepts, fittage, exfoliation, blisters, courbe de Gauss, programmes C++, simulation, corrosion intergranulaire, norme.

Study of exfoliation effects and characterisation on aluminium alloys dedicated to aeronautical applications for the purpose of 3D characterisation

The various aeronautics Cu, Li and Zn-aluminium alloys provided by company Alcan Tinto have been exposed to Cl⁻ environments within ocean sites at EADS, Alcan and Institut de la Corrosion. This exposure made it possible for us to implement an approach of layer corrosion's morphological characterisation. Quantification exfoliation methods are applied by using a visual examination of "G34 Norm" surfaces and micrographic cross sectional areas. First method is subjective whilst the second (local) one doesn't really reproduce the whole sample.

From the G34 test, we reproduced a blister kinetic simulation on a 2198T8 alloy by using a script including the mentioned analysis method.

As a continuation of this work, we developed a controlled abrasion tool enabling to account for the real 3D morphology, both regarding the blister reconstruction as well as the intergranular corrosion trajectory.

Key words: intercepts, curve fitting, exfoliation, blisters, Gauss curve, C++ programmes, simulation, intergranular corrosion, standard.
