

Etude de l'influence de la contrainte appliquée à l'éprouvette en corrosion sous tension suivie par émission acoustique

Tshimombo A.^{1*}, Idrissi H.², Ahuka A.¹, Vitry V.³, Delaunois F.³

Abstract

Study of the influence of stress in applied to corrosion probe power followed by acoustic emission

Published online:
27 March, 2014

Stress corrosion is a joint activity between localized corrosion and static tensile stress, residual or applied to a metal. It occurs only when specific conditions related to the properties of the metal and mechanical stress or environments are met. The acoustic emission technique (AE) provides a powerful tool for the fundamental study of this type of corrosion, due to its capacity, sensitivity and non-destructive and non-intrusive dual character.

Keywords:

corrosion cracking (tension), acoustic emission, applied stress

Under the experimental conditions of our work, the study allows discriminating the corrosive environment as responsible for the initiation of pitting which are preferred sites for pitting initiation. The study also shows that the tensile stress of the specimen is the source of crack initiation. Similarly, it highlights the fact that this parameter has the effect of first, to reduce the latency period for the detection of EA passing 2h for specimen not under tensile to 1h20 for a test tube with tensile stress and secondly, to increase the total acoustic activity from 43 to 75 bursts / hour, respectively.

¹ Section Mécanique, Institut Supérieur de Techniques Appliquées, 3930, Av de l'Aérodrome, C/Barumbu, Kinshasa, R.D. du Congo.

² Service de Métallurgie, Faculté Polytechnique, Université de Mons, Belgique.

³ INSA-Lyon, Laboratoire MATEIS, Bât L. De Vinci, 21 rue J. Capelle, 69621 Villeurbanne Cedex, France

* To whom correspondence should be address. E-mail address: alexis.diaka@hotmail.fr

INTRODUCTION

La corrosion sous tension ou corrosion sous contrainte (CSC) est un phénomène de fissuration d'un matériau sous l'action conjuguée d'une contrainte mécanique généralement de traction et du milieu dans lequel il est placé. L'effet simultané de ces deux facteurs induit une baisse de la résistance mécanique du matériau et le fragilise alors terriblement. Ce type de fissuration se manifeste par l'amorçage de fissures (II) et leur propagation (III) à partir de l'interface matériau-milieu (Figure II). Les aciers inoxydables austénitiques sont sensibles à ce type de corrosion en milieux chlorurés chauds pour des températures d'utilisation dépassant les 60 °C.

Malgré les innombrables études électrochimiques consacrées à la compréhension des mécanismes de la CSC

de ces aciers dans divers milieux, la détection, le contrôle et la prévision des risques de ce type de corrosion demeurent actuellement un problème majeur pour des applications industrielles. A ce propos, l'émission acoustique (EA) peut proposer des solutions satisfaisantes [Idrissi et al., 2003].

En effet, l'EA est un phénomène de libération d'énergie sous forme d'ondes élastiques transitoires résultant de microdéplacements locaux au sein d'un matériau soumis à sollicitations. La technique d'EA consiste à détecter ces ondes pour en extraire des informations en temps réel, sur le comportement mécanique du matériau. C'est une méthode de contrôle non destructif et non intrusif pouvant être appliquée aussi bien sur les éprouvettes que sur les pièces en service en vue de détecter la présence des défauts évolutifs en l'occurrence celle des fissures. C'est cette méthode qui nous a permis de déterminer l'influence

de la contrainte appliquée sur l'éprouvette en CSC autrement dit de dissocier les signaux d'EA associés au milieu corrosif de ceux liés à l'état contraint de l'éprouvette.

MATERIEL ET METHODES

Les essais de CSC sont réalisés sur des éprouvettes ou fils en acier inoxydable austénitique 304L de diamètre 4 mm et de longueur 300 mm. Les principales propriétés mécaniques de cet acier ainsi que sa composition chimique moyenne obtenue au Microscope Electronique à Balayage (MEB) sont reprises dans le [Tableau I](#) et dans le [Tableau II](#) respectivement. Après découpage, les éprouvettes sont polies au papier abrasif de fine granulométrie (SiC de grade 1000, 1200, 2400 et 4000) et nettoyées à l'eau déminéralisée puis rincées à l'acétone.

Tableau I. Composition chimique de l'acier 304L

Élément	Teneur [%]
C	0,027
Mn	1,450
Si	0,485
Ni	8,365
Cr	18,545
Fe	70,845
Mo	0,310

Tableau II. Principales propriétés mécaniques de l'acier 304L

Propriétés mécaniques	Valeurs admissibles
Limite d'élasticité conventionnelle Re 0,2%	200 à 250 MPa
Charge de rupture Rr	550 à 700 MPa
Allongement A%	40 à 60 %
Dureté Brinell HB	140 à 160

Le dispositif expérimental mis en œuvre pour réaliser les essais est schématisé sur la [Figure 1](#). Il est composé d'un potentiostat pour les mesures électrochimiques (montage à trois électrodes), d'un anneau de mise sous contrainte de l'éprouvette et d'une chaîne d'acquisition de l'EA. Cette dernière est composée d'un capteur piézoélectrique (le standard R15D) couplé à un système

d'acquisition par l'intermédiaire d'un préamplificateur (le 2/4/6 de Physical Acoustic Corporation ; le gain est fixé à 40 dB). Le système d'acquisition et de traitement MISTRAS (Massively Instrumented Sensor Technology for Received Acoustic Signal) développé par Physical Acoustics Corporation (PAC) a été utilisé lors de cette étude. Sa carte de numérisation est la AEDSP 32/16 ; elle permet l'acquisition digitale à grande vitesse et à haute résolution des formes d'onde. Le système est muni du logiciel AEWin commercialisé par Euro Physical Acoustics (EPA). Un puissant logiciel dédié à l'analyse statistique multiparamétrique des données de l'EA (NOESIS v5.0) est utilisé en complément au premier.

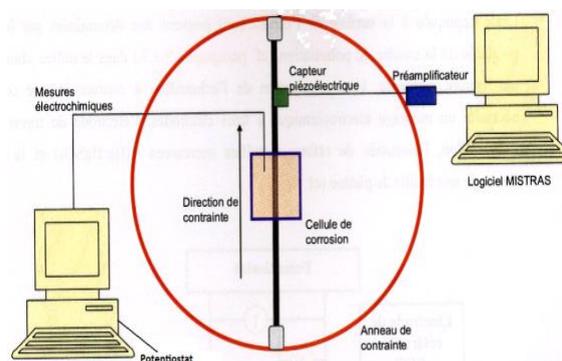


Figure 1. Schéma du dispositif expérimental global réalisé pour l'étude de la CSC de l'acier 304L.

Les essais de CSC sont réalisés au moyen d'une cellule conçue et réalisée par l'équipe R12S (Réactivité des Interfaces et Ingénierie des Surfaces) du laboratoire MATEIS (Matériaux et Ingénierie des Surfaces) de l'INSA-Lyon. L'anneau de mise en contrainte est conçu et commercialisé par la Société CORREX (Corrosion Essais Conseil Expertises) dont le siège social se trouve en France (ZA du Parc, Secteur Gampille 42.490 Fraisses). Ce dispositif permet de réaliser des essais de traction sous charge constante, en milieu corrosif.

RESULTATS

Résultats obtenus lors des essais de CSC avec rupture de l'éprouvette

L'évolution de l'activité acoustique cumulée lors d'un essai de CSC global jusqu'à la rupture de l'éprouvette a montré l'existence de trois étapes notées I, II et III, dans le processus d'endommagement associé à la CSC ([Figure II](#)).

La première étape, acoustiquement peu active (I), est précédée par un temps de latence dont la durée est estimée à environ 1h. Pendant cette période d'incubation, l'activité acoustique enregistrée est nulle. Elle est attribuée à la compétition entre la dépassivation et la passivation de la surface du fil d'acier, mais aussi aux premières amorces des piqûres. En effet, la dépassivation de l'acier et la germination de piqûres ne sont pas suffisamment énergétiques pour générer une émission

acoustique significative susceptible d'être détectée lors de la corrosion localisée [Idrissi et al., 2003; Idrissi et al., 2000; Yuyama et al., 1983]. Au cours de la première étape (I) dont la durée est estimée entre 6 et 7h, le taux d'EA détectée est d'environ 20 salves/h. Cette étape acoustiquement peu active correspond à la poursuite de l'amorçage de piqûres et à leur propagation. En effet, la propagation des piqûres correspond à un phénomène émissif donnant lieu à deux types de signaux dont l'un résonant et l'autre impulsif [Idrissi et al., 2003; Idrissi et al., 2000].

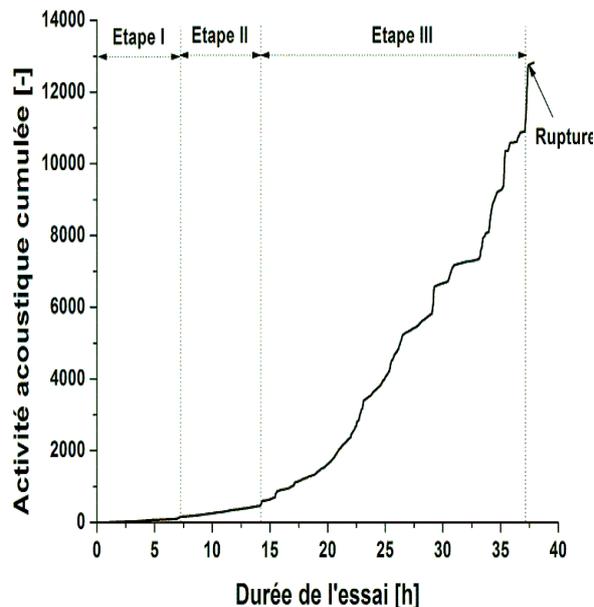


Figure II. Evolution de l'activité acoustique enregistrée lors de l'essai de CSC avec rupture réalisé sur une éprouvette en acier inoxydable 304L dans NaCl à 3%, à 60 °C.

La deuxième étape (II) qui démarre après environ 7h d'immersion et qui dure approximativement 8h, est acoustiquement active. En effet, l'activité acoustique au cours de cette étape croît progressivement; elle est estimée à environ 70 salves/h. Cette étape correspond à la poursuite de la propagation des piqûres générées lors de l'étape I et, surtout, à l'amorçage de fissures. En effet, l'amorçage des fissures génère de l'EA suffisamment énergétique pour être détectée [Yuyama et al., 1983].

La troisième étape (III) dure environ 23 - 24h. Au cours de celle-ci, l'activité acoustique croît progressivement et de manière notable (460 salves/h). La Figure II montre également des sauts d'activité acoustique pendant cette étape: ils sont attribués au maillage et à la décohésion des grains caractérisant ainsi la propagation des fissures [Momon et al., 2009; Ramadan et al., 2008; Yuyama et al., 1983]. L'évolution non linéaire de l'activité acoustique sur l'étape III suggère que la propagation des fissures est un processus accéléré par l'état contraint du matériau [Roget, 1988; Shaikh et al., 2007]. Il est bien entendu qu'au cours de cette étape, se poursuivent la propagation

des piqûres et l'amorçage des fissures déclenchés durant les étapes I et II.

Analyse des signaux de l'émission acoustique recueillie lors des essais arrêtés

Résultats obtenus avec des éprouvettes non tendues

L'évolution de l'activité acoustique cumulée enregistrée au cours de l'essai réalisé avec une éprouvette non tendue est représentée sur la Figure III. Elle montre que dans les conditions expérimentales, l'EA est déclenchée après environ 2h d'immersion. Au-delà de cette période de latence, l'activité acoustique augmente progressivement à un taux estimé à 43 salves/h. La courbe ne présente pas de sauts d'activité acoustique. Cette absence de brusques augmentations du nombre de salves enregistrées est liée à l'état non contraint de l'éprouvette.

L'allure de cette courbe porte à penser que les signaux enregistrés lors de l'essai sont caractéristiques d'un même phénomène physique. En effet, les représentations en 2D (Figure IVa) et 3D (Figure IVb) de ces signaux en fonction des paramètres les plus discriminants (amplitude, temps de montée et pic fréquentiel) montrent l'existence d'une seule population.

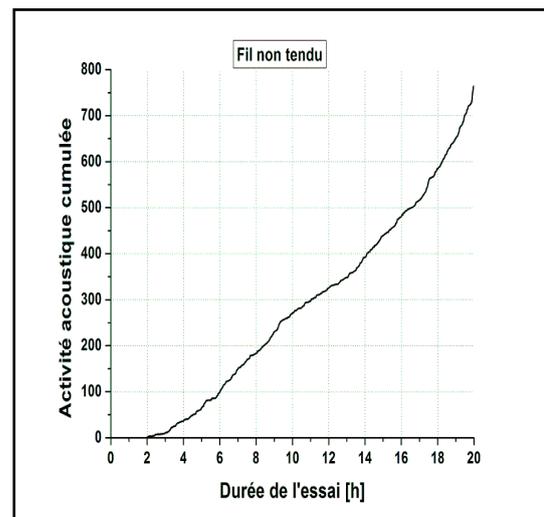


Figure III. Evolution de l'activité acoustique cumulée en fonction du temps, lors des essais de corrosion localisée réalisés sur des fils d'acier non tendus.

L'analyse statistique rapporte que l'amplitude de ces signaux est comprise entre 30 et 45 dB. Ils possèdent un temps de montée inférieur à 150 μ s et leur spectre de fréquences associées présente un seul pic approchant 100 kHz. Les valeurs de ces paramètres acoustiques sont caractéristiques du dégagement des bulles d'hydrogène lié à la propagation des piqûres [Idrissi et al., 2000].

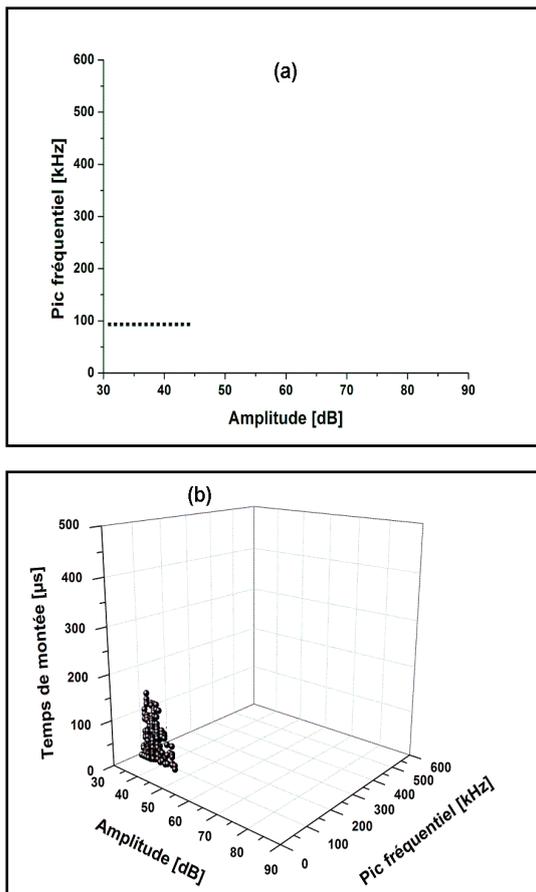


Figure IV. Représentation (a) 2D et (b) 3D, des signaux enregistrés lors des essais de corrosion arrêtés après 20h d'immersion dans 3 % de NaCl pour des éprouvettes non tendues.

Résultats obtenus pour des éprouvettes tendues

L'allure de la courbe représentée sur la Figure V est similaire à celle de la Figure III. Elle est obtenue dans les mêmes conditions expérimentales que la précitée à la différence que dans ce cas, l'éprouvette est sollicitée en traction avec une charge d'environ 6,5 kN. Cette courbe montre que l'ÉA est déclenchée après environ 1h et 20min d'immersion. Au-delà de ce temps d'incubation, l'activité acoustique croît de manière progressive à un taux estimé à environ 75 salves/h.

La présence remarquable des sauts d'activité enregistrés au cours de l'essai portant sur des éprouvettes tendues (Figure V) suggère l'existence de plus d'une population de signaux d'ÉA. En effet, la représentation en 2D et celle en 3D des signaux recueillis, en fonction des mêmes paramètres acoustiques les plus pertinents utilisés dans le cas précédent mettent en évidence deux populations de signaux tel que montrés sur la Figure VI. La première population regroupe les signaux dont l'amplitude est inférieure à 50 dB et le pic fréquentiel proche de 100 kHz (Figure VIa) ; le temps de montée de ces signaux ne dépasse pas 125 μ s (Figure VIb). La source émissive correspondant à ces signaux est le dégagement des bulles

d'hydrogène associé à la propagation des piqûres [Idrissi et al., 2000 ; Yuyama et al., 1983].

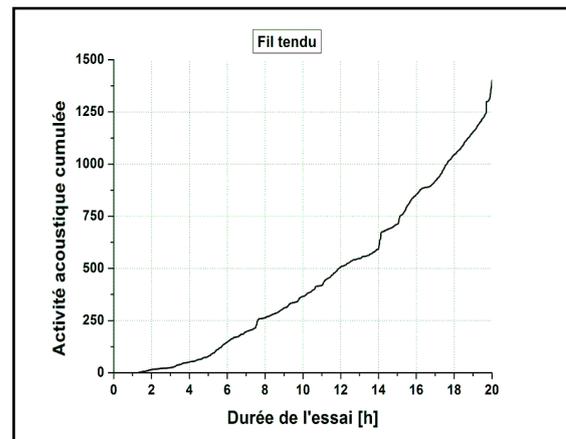


Figure V. Evolution de l'activité acoustique cumulée en fonction du temps, lors des essais de CSC réalisés sur des fils d'acier en 20h d'immersion.

L'amplitude des signaux appartenant à la deuxième population est comprise sur l'intervalle 30-60 dB pour un temps de montée inférieur à 200 μ s (Figure VIa et Figure VIb). Quant aux spectres fréquentiels de ces signaux, ils présentent un pic dominant situé autour de 300 kHz. Ces signaux qui sont plus énergétiques que ceux de la première population, sont émis lors de l'étape associée à l'amorçage des fissures (Figure VII) [Shaikh et al., 2007].

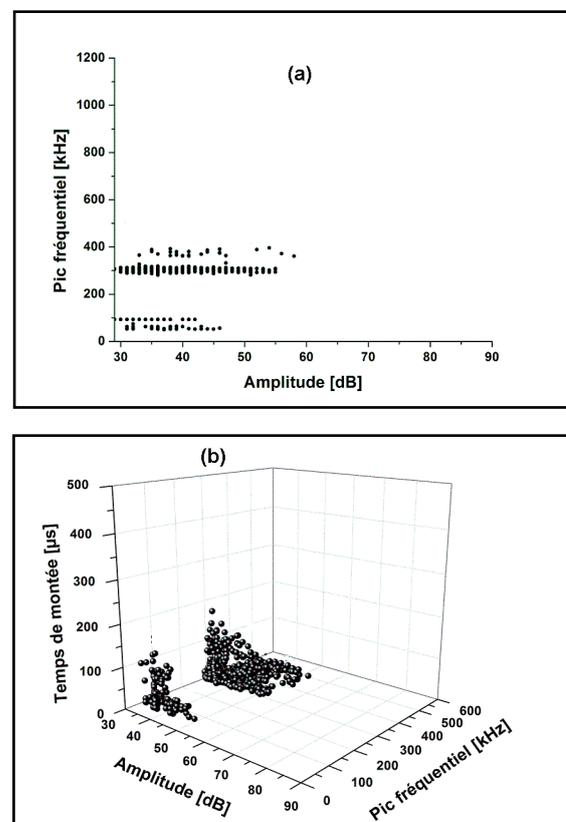


Figure VI. Représentation (a) 2D et (b) 3D, des signaux enregistrés lors des essais de CSC arrêtés après 20h d'immersion dans 3 % de NaCl.

Allure des formes d'ondes des signaux recueillis lors des essais arrêtés

Les formes d'ondes associées aux signaux d'EA enregistrés lors des essais arrêtés réalisés sur des éprouvettes non tendues (ou non sollicitées) et sur des fils d'acier tendus (ou sollicités) ont été relevés. Leurs allures représentées sur la Figure VII sont en accord avec les résultats obtenus au point III.1.

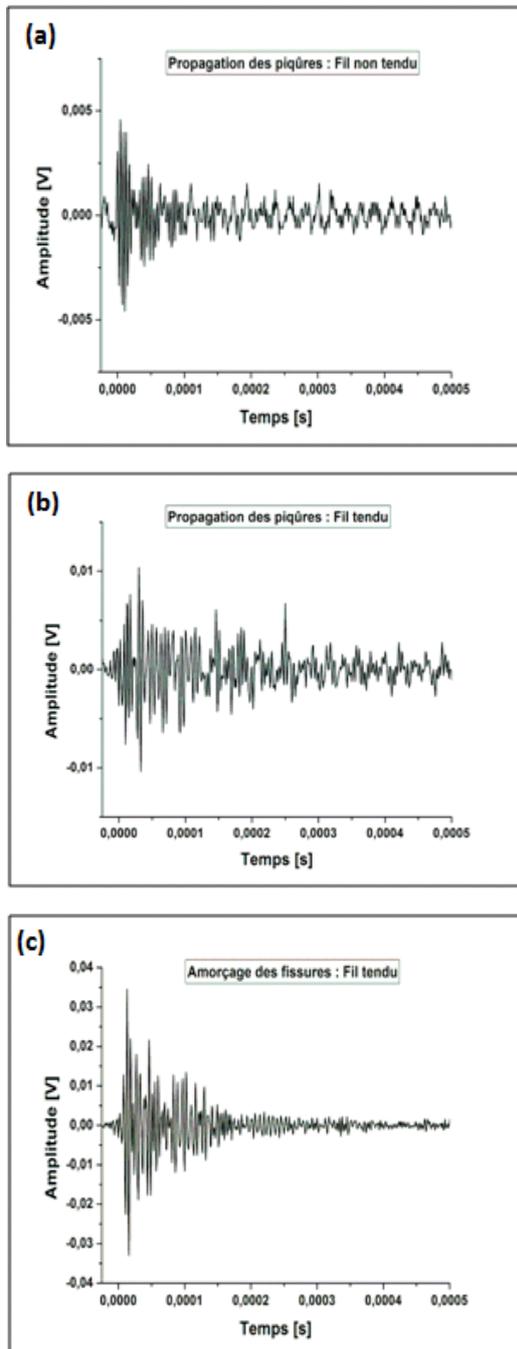


Figure VII. Formes d'ondes associées aux signaux d'EA enregistrés lors des essais arrêtés, réalisés sur des éprouvettes dans deux états de contraintes différents : (a) fil non tendu ; (b) et (c) fil tendu.

En effet, les signaux détectés pendant les essais de CSC (sur fils tendus) sont plus énergétiques que ceux recueillis lors des essais de corrosion réalisés sur des éprouvettes non tendues en raison du fait qu'ils correspondent à l'action synergique de la corrosion localisée et de la contrainte appliquée [Shaikh et al., 2007 ; Ramadan et al., 2008 ; Yuyama et al., 1983].

Ces résultats confirment les sources émissives identifiées et associées aux étapes I et II de des essais de CSC réalisés dans les mêmes conditions expérimentales, et ayant été conduit jusqu'à la rupture des éprouvettes (Figure II). En effet, les étapes I et II représentées sur la Figure II ont été attribuées successivement à la propagation des piqûres ainsi qu'à la poursuite de la propagation des piqûres et à l'amorçage des fissures.

La seule population de signaux observés lors des essais portant sur des fils non tendus telle que indiquée dans la Figure IV correspond à la propagation des piqûres générées par le milieu agressif (Figure VIIa). Les deux populations de signaux enregistrés lors de l'essai de CSC arrêté après 20h d'immersion et montrées dans la Figure VI correspondent, quant à elles, respectivement, à la propagation des piqûres et à l'amorçage des fissures (Figure VIIb et Figure VIIc). La Figure VII montre que les signaux détectés lors des essais arrêtés ayant porté sur les éprouvettes non soumises à contrainte mécanique sont moins énergétiques que ceux décelés au cours des essais réalisés sur des éprouvettes sollicitées en traction. En effet, l'amplitude des premiers signaux ne dépasse pas 5 mV tandis qu'elle varie entre 10 et 35 mV pour les signaux du deuxième cas.

La Figure VIII juxtapose, à titre de comparaison, l'évolution de l'activité acoustique recueillie sur le fil d'acier tendu (trait marqué a) et celui non tendu (trait marqué b) immergé dans la solution de NaCl à 3 % pendant 20 h. Le Tableau III résume les principaux paramètres acoustiques caractéristiques déduits de la Figure VIII.

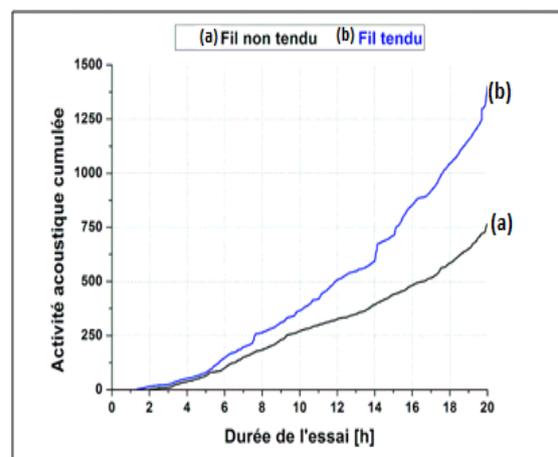


Figure VIII. Evolution de l'activité acoustique cumulée en fonction du temps, pour deux éprouvettes en (a) fil non tendu ; (b) tendu.

Tableau III. Temps de latence de l'EA et activité acoustique enregistrés.

Etat contraint de l'éprouvette	Temps de latence de l'EA (min)	Nombre de salves moyen par heure	Amplitude des signaux (mV)
Eprouvette non tendue	120	43	< 5
Eprouvette tendue	80	75	10 - 35

Les figures 3 à 8 ainsi que le [Tableau III](#) montrent que l'étude permet de mettre en évidence la mise sous contrainte de traction de l'éprouvette comme facteur déclencheur des fissures. Elle montre également que ce paramètre réduit le temps d'incubation ou période de latence pour la détection de l'EA de même qu'il accroît l'activité acoustique cumulée. Cet accroissement est attribué au processus d'endommagement de l'acier engendré par la conjugaison synergique de la corrosion localisée et de la déformation plastique de l'éprouvette tendue correspondant à l'étape III de la courbe de l'évolution de l'EA en fonction de la durée de l'essai. Cette synergie provoque des microdéplacements au sein du matériau qui génèrent de l'EA suffisamment énergétique et détectable. En effet, les signaux enregistrés sont plus énergétiques dans le cas de l'essai de corrosion réalisé sur l'éprouvette tendue ([Figure VII](#) et [Figure VIII](#)).

CONCLUSION

Cette étude s'est fixée comme buts d'une part, d'étudier et de caractériser, par émission acoustique (EA), les mécanismes d'endommagement global déclenché par la corrosion sous contrainte (CSC) des aciers 304L, en milieu chloruré chaud et d'autre part, de dissocier les effets dus au milieu corrosif de ceux liés à la contrainte appliquée sur l'éprouvette. La méthodologie utilisée a consisté en l'analyse statistique multivariable des signaux d'EA recueillis lors des tests de corrosion.

L'allure des courbes d'EA enregistrées au cours des essais a été examinée dans la mesure où elle reflète la manière dont se propage l'endommagement du matériau. En effet, l'évolution de l'EA enregistrée en fonction du temps a montré qu'il est possible, dans nos conditions expérimentales, de détecter la propagation des piqûres, l'amorçage et la propagation des fissures. L'analyse conventionnelle de l'EA nous a ainsi permis de scinder le processus d'endommagement de l'acier initié par CSC en trois étapes notées I, II et III, selon le taux d'activité acoustique recueillie et la chronologie d'apparition des signaux d'EA pendant l'essai ([Figure II](#)). L'étape I est

caractérisée par une faible activité acoustique (20 salves/heure); elle a été attribuée à la propagation des piqûres générées par l'action du milieu corrosif. L'activité acoustique enregistrée au cours de l'étape II est d'environ 70 salves/h; cette valeur permet d'associer ladite étape à la poursuite de la propagation des piqûres et à l'amorçage des fissures. Enfin, au cours de l'étape III, liée à la poursuite des deux précédents mécanismes ainsi qu'à la propagation des fissures jusqu'à la rupture finale de l'éprouvette, le taux d'activité acoustique atteint les 460 slaves/h.

Cette étude s'est plus intéressée à déterminer l'influence de la mise sous contrainte de l'éprouvette sur l'EA détectée. Des essais de corrosion arrêtés après 20h d'immersion de l'éprouvette dans le milieu corrosif ont été réalisés sur des éprouvettes non tendues et sur des éprouvettes soumises à une contrainte appliquée. L'allure de la courbe de l'EA enregistrée lors des essais réalisés avec des éprouvettes non tendues a présenté un temps de latence de détection de l'EA d'environ 2h et un taux d'activité acoustique estimée à 43 salves/h. L'analyse temporelle des signaux émis lors de ces essais de corrosion a mis en évidence l'existence d'une seule population qui a été attribuée au mécanisme de propagation des piqûres sur la surface de l'éprouvette. Quant aux essais de CSC portant sur des éprouvettes tendues, l'allure de la courbe de l'EA recueillie montre un temps d'incubation de 1h20' environ et une activité acoustique approchant 75 salves/h. L'analyse des signaux d'EA émis alors a mis en évidence deux populations. La première population a été associée à la propagation des piqûres et la seconde, à l'amorçage des fissures en fond de piqûres. Ces résultats ont permis ainsi de discriminer la corrosion localisée due au milieu agressif (NaCl à 3 % en masse) pour responsable de la germination des piqûres et, surtout la mise sous contrainte ou mise en charge de traction de l'éprouvette, pour responsable de l'amorçage des fissures. Cependant, les deux paramètres contribuent à des degrés différents et en synergie aux

mécanismes de propagation tant des piqûres que des fissures.

RESUME

La corrosion sous contrainte (CSC) résulte d'une action conjointe entre la corrosion localisée et une contrainte de traction statique résiduelle ou appliquée sur un métal. Elle n'a lieu que lorsque des conditions particulières liées aux propriétés du métal et à la contrainte mécanique ou au milieu sont réunies. La technique d'émission acoustique (EA) s'avère un outil puissant pour l'étude fondamentale de ce type de corrosion, en raison de sa capacité, sa sensibilité et son double caractère non destructif et non intrusif

Dans les conditions expérimentales de notre travail, l'étude permet de discriminer le milieu corrosif comme responsable de l'amorçage des piqûres lesquelles sont les sites privilégiés d'apparition de fissures. L'étude montre également que la mise sous contrainte de traction de l'éprouvette est l'élément source de l'amorçage des fissures. De même, elle met en évidence le fait que ce paramètre a pour effet d'une part, de réduire la période de latence pour la détection de l'EA qui passe de 2h pour une éprouvette non tendue à 1h20' pour une éprouvette tendue) et d'autre part, d'accroître l'activité acoustique cumulée qui passe de 43 à 75 salves/heure respectivement.

Mots clés : *corrosion sous contrainte (tension), émission acoustique, contrainte appliquée*

REFERENCES ET NOTES

- GODIN N.**, DESCHANEL S., COURBON J. (2009) Emission acoustique: identification de la signature acoustique des mécanismes d'endommagement et prévision de la durée de vie, *Matériaux&Techniques*, Vol. 97, N° 1, pp. 35-42.
- IDRISSI H.**, LIMAN A. (2003) Study and characterization by acoustic emission and electrochemical measurements of concrete deterioration caused by reinforced steel corrosion, *NDT&E International*, Vol. 36, p. 563-569.
- IDRISSI H.**, MAZILLE H (2000) Study and monitoring by acoustic emission of exfoliation corrosion of aluminium alloy: Al 2024 T351, 2nd International Symposium on Aluminium Surface Science and Technology, Manchester, UK, pp. 426 – 430, ASST.
- KOVAC J.**, LEBAN M., LEGAT A.(2007) Detection of SCC on prestressing steel wire by the simultaneous use of electrochemical noise and acoustic emission measurements, *Electrochemical Acta*, Vol. 52, pp. 7607-7616.
- MOMON S.**, MOEVUS M., GODIN N., R'MILI M. et coll. (2009) Identification de la signature acoustique des différents mécanismes sources lors d'essais de fatigue sur CMC : Application de classificateur supervisé et non supervisé, *Comptes rendus des JNC 16*, Toulouse.
- RAMADAN S.**, GAILLET L., TESSIER C., IDRISSI H. (2008) Detection of stress corrosion cracking on high-strength steel used in prestressed concrete structures by acoustic emission technique, *Applied Surface Science*, Vol. 254, pp. 2255-2261.
- ROGET J.** (1988) Emission acoustique, *Techniques de l'ingénieur, Traité Mesures et Contrôles*, R 3200, pp. 1-10.
- SHAIKH H.**, AMIRTHALINGAM R., ANITA T., SIVAIBHARASI N., JAYKUMAR T., MANOHAR P., KHATAK H.S.(2007) Evaluation of stress corrosion cracking phenomenon in an AISI type 316LN stainless steel using acoustic emission technique, *Corrosion Science*, Vol. 49, pp.740 - 765.
- Yuyama S.**, Kishi T., Hisamatsu Y. (1983) AE Analysis during corrosion, stress corrosion and corrosion fatigue processes, in *Journal of Acoustic Emission*, Vol. 2, N° 1-2, pp. 71 – 93.

Remerciements

Cette étude a été réalisée au laboratoire MATEIS/RIZS de l'INSA-Lyon dans le cadre d'une thèse de doctorat préparée en cotutelle entre le Service de Métallurgie de la Faculté Polytechnique/UMONS et l'INSA de Lyon. Les auteurs remercient particulièrement tout le personnel de l'équipe RIZS (Réactivité des Interfaces et Ingénierie² des Surfaces) du laboratoire précité.