

Contribution de l'émission acoustique à la caractérisation du mécanisme global de la corrosion sous contrainte de l'acier 304L en milieu chlorure chaud

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

Abstract

Contribution of acoustic emission to the characterization of the global mechanism of stress corrosion of the 304L steel in hot chloride medium

Published online:
27 March, 2014

Stainless steels are metallic materials used in many industrial fields due to their very high resistance to uniform corrosion and also, their high mechanical properties. In return, these steels may be susceptible to localized corrosion, particularly stress corrosion.

Keywords:

*acoustic emission,
characterization, stress
corrosion, 304L steel*

Three stages, each corresponding to distinct mechanisms have been detected before rupture of the specimen. This is the initiation of germination and propagation of pitting, having little energy to be detected by EA (I), the propagation of pitting and crack initiation having sufficient energy (II) and the propagation of cracks, which is highly energetic (III). Unsupervised classification of AE signals showed the existence of three populations (P1, P2 and P3) characteristics of AE emissive phenomena. The analysis and classification of these signals have shown that the amplitude and rise time are the most relevant parameters to characterize acoustic signature of damaging phenomenon.

¹ Section Mécanique, Institut Supérieur de Techniques Appliquées, 3930, Av de l'Aérodrome, C/Barumba, 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.kadia@hotmail.fr

INTRODUCTION

La prévision des risques de fissuration par corrosion sous contrainte (CSC) est un sujet qui suscite encore beaucoup de discussions malgré les innombrables recherches qui lui ont été consacrées depuis plusieurs décennies. Au cours de ces travaux, l'apport de l'émission acoustique (EA) est sans conteste primordial, comme technique non destructive et non intrusive permettant la surveillance de structures présentant des défauts évolutifs. En effet, l'EA a montré sa capacité à détecter les phénomènes de corrosion [Idrissi et al., 2000 ; Kovac et al., 2007 ; Fregonese et al., 2001 ; Jones et al., 1992 ; Ramadan et al., 2008a ; Ramadan et al., 2008b ; Yuyama et al., 1983], à distinguer et à caractériser les différentes étapes du processus d'endommagement global ou particulier [Idrissi et al., 2003 ; Roget, 1988, Gaillet et al.,

2004 ; ASTY, 1978 ; Katsuyama et al., 1993 ; Godin et al., 2009 ; Momon et al., 2009].

Dans cette étude, l'influence de la concentration des ions chlorures, de la température du milieu et de l'état de contrainte de l'éprouvette sont étudiées à partir des courbes de polarisation, en vue de déterminer les conditions expérimentales optimales d'un essai de corrosion accélérée [AFNOR, 1995]. Simultanément à l'application de l'EA, le processus d'endommagement de l'acier 304L par CSC est suivi par chronoampérométrie pour la mesure de la densité du courant de corrosion. Ainsi, les différents phénomènes émissifs lors de la CSC de cet alliage métallique placé en milieu chaud chloruré sont détectés et caractérisés à partir des paramètres temporels et énergétiques (nombre de salves, amplitude, nombre de coups, temps de montée, énergie, durée, etc.) et peuvent

ainsi être mis en corrélation avec la corrosivité ou l'agressivité du milieu.

MATERIEL ET METHODES

Principes de construction

Pour mener à bien cette étude, il a été nécessaire de reproduire en laboratoire, le phénomène d'endommagement lié à la CSC de l'acier et de rechercher les conditions expérimentales permettant sa reproductibilité pour des durées d'essais réduites et acceptables en pratique [AFNOR, 1995].

Les essais de CSC sont réalisés sur des fils en acier inoxydable austénitique 304L de diamètre 4 mm et de longueur 300 mm. Après découpage, les éprouvettes sont polies au papier abrasif de fine granulométrie (SiC de grades 1000, 1200, 2400 et 4000) et nettoyées à l'eau déminéralisée puis rincées à l'acétone. La composition chimique moyenne obtenue au Microscope Electronique à Balayage (MEB), et les principales propriétés mécaniques [Audisio S., 1997] de l'acier étudié sont reprises dans le Tableau I et dans le Tableau II respectivement. Le dispositif expérimental mis en œuvre pour réaliser les essais est schématisé sur la Figure I. 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.

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

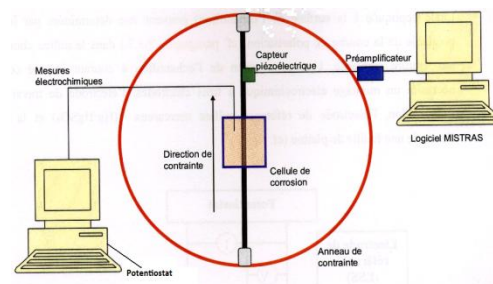


Figure I. Schéma du dispositif expérimental global réalisé pour l'étude de la CSC de l'acier 304L.

Les mesures électrochimiques ont été effectuées pour déterminer l'influence sur la cinétique des phénomènes de la CSC, de la température du milieu, de la concentration en ions chlorures et de la contrainte exercée sur l'éprouvette. Les courbes de polarisation présentées dans la Figure II ainsi que les valeurs de grandeurs électrochimiques reprises dans le Tableau III montrent que la température influe sur le mécanisme de dégradation par CSC de l'acier étudié. En effet, les courbes obtenues montrent que ce paramètre déplace les potentiels de corrosion E_{corr} et de piqûre E_{piq} vers des valeurs moins nobles. De même, la densité du courant de corrosion évolue vers de valeurs élevées pendant que la largeur du palier de passivité $\Delta E = |E_{piq} - E_{corr}|$ se réduit. Des courbes aux résultats similaires ont été trouvées en ce qui concerne l'influence de la concentration en ions chlorures dans le milieu (50, 100, 10.000 et 30.000 ppm) ou la mise sous contrainte de l'éprouvette (0, 3 et 6,5 kN). L'augmentation de valeur de ces trois paramètres a pour conséquence d'augmenter la cinétique de corrosion et de réduire la durée de vie de l'éprouvette.

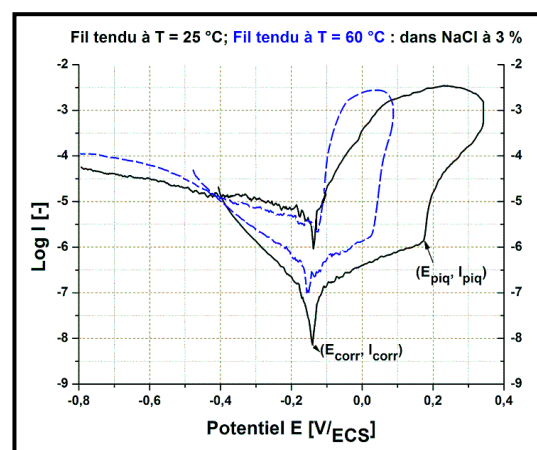


Figure II. Effet de la température de la solution corrosive sur la courbe de polarisation du fil d'acier tendu à 80 % de sa charge de rupture, dans NaCl à 3 %. La courbe en trait clair interrompu correspond à la température de 60 °C et celui en trait continu est relatif à T = 25 °C.

Les résultats obtenus à partir des courbes de polarisation montrent que pour une concentration en ions

chlorures de 3 % NaCl, une température du milieu corrosif fixée à 60 °C et une contrainte appliquée à l'éprouvette de 80 % de sa charge de rupture soit la valeur de 6,5 kN, la cinétique des phénomènes responsables de la CSC est accrue. Néanmoins, dans ces conditions expérimentales, la durée de la rupture de l'éprouvette dépasse les 600 heures. Afin de réduire cette dernière, nous avons opté le choix d'imposer un potentiel anodique pris dans le voisinage du potentiel de piqûre de l'acier étudié soit environ 10 mV/ECS (Figure II et Tableau III), [Katsuyama M., 1993]. Ce choix a permis la rupture du fil après environ 38h d'immersion (Figure III).

Tableau III. Valeurs de quelques grandeurs électrochimiques obtenues à partir des courbes de polarisation dans NaCl à 3 % (Figure II) pour différentes valeurs de température, 80 % Rr

Température [°C]	25	60
Ecorr [mV/ECS]	-142 ± 10	-156 ± 10
Epiq [mV/ECS]	+172 ± 10	+24 ± 10
Eimp [mV/ECS]	+100 ± 10	+0 ± 10
icorr [μA/cm ²]	0,01 ± 0,01	0,1 ± 0,1
ΔE (mV/ECS)	314 ± 10	180 ± 10

Ainsi, les conditions expérimentales suivantes ont été fixées pour la réalisation des essais de CSC accélérées : la température du milieu (60°C), la concentration du corrosif (3 % en masse de NaCl), la charge appliquée à l'éprouvette (6,5 kN), et le potentiel anodique imposé (10 mV/ECS).

RESULTATS

Evolution de l'émission acoustique et de la densité du courant de corrosion

Simultanément à l'enregistrement de l'EA, la densité du courant de corrosion a été mesurée, et les évolutions de ces deux grandeurs sont corrélées au processus de l'endommagement de l'acier étudié. Sur la Figure III, la courbe représentant l'activité acoustique est en trait clair interrompu ; les valeurs du taux d'EA enregistrée sont reprises en ordonnée située à droite du graphique. Quant à la courbe relative à la densité du courant de corrosion mesurée, elle est en trait continu et les densités de courant sont repérées en l'ordonnée située à gauche du graphique. L'analyse temporelle de l'activité acoustique a mis en évidence l'existence de trois étapes I, II et III dans le processus de cet endommagement comme indiqué dans la Figure III. L'éprouvette s'est rompue après environ 38h d'immersion dans le milieu chloruré chaud de sorte que la durée de chacune de ces étapes est estimée à environ 6 - 7h (I), 8h (II) et 23 - 24h (III).

La Figure IV, extraite de la Figure III, montre dans l'étape I, l'existence d'une période de latence d'environ 1h au cours de laquelle aucune activité acoustique (courbe en trait clair interrompu) n'est enregistrée alors qu'une augmentation de la densité de courant (courbe en trait continu) est notée.

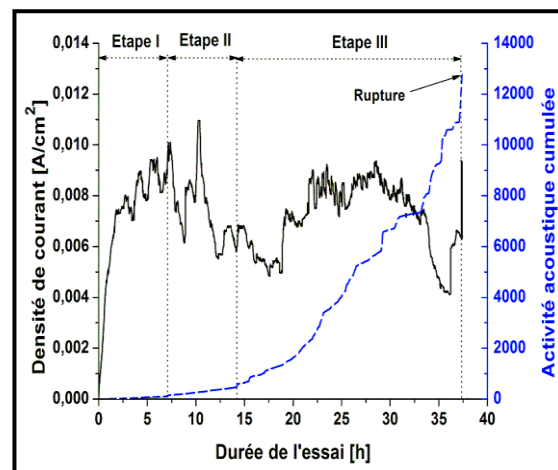


Figure III. Evolution de l'activité acoustique et de la densité du courant en fonction du temps, en milieu NaCl à 3 %, à 60 °C, pour un fil d'acier tendu sous 80 % de sa charge de rupture.

En effet, l'état de la surface de l'éprouvette dans cette période est instable en raison de l'action des chlorures qui provoquent la dépassivation et la germination de piqûres. Ces deux phénomènes, bien qu'ils présentent une cinétique de corrosion plus élevée, ne sont pas suffisamment énergétiques pour générer une EA significative. Au-delà de cette période, une faible activité acoustique estimée à 20 salves/h, accompagnée de fluctuations de la densité de courant est observée. Cette phase pour laquelle ces fluctuations traduisent des cycles de dépassivation-repassivation est attribuée à l'amorce de la propagation des piqûres à la surface de l'éprouvette.

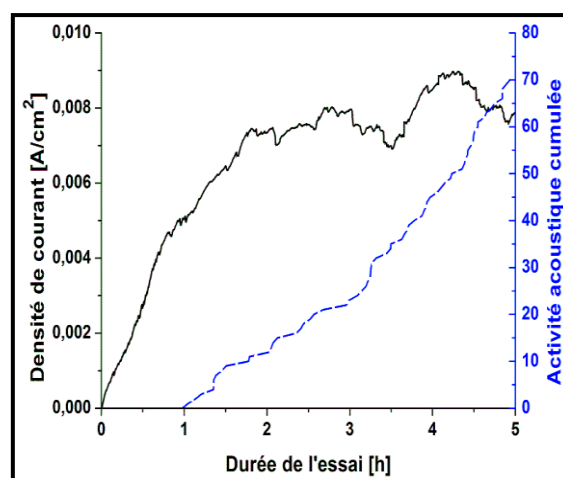


Figure IV. Evolution de l'activité acoustique et de la densité du courant durant les 5 premières heures d'immersion.

Au cours de l'étape II (Figure III), un accroissement significatif de l'activité acoustique est enregistré ; elle est estimée à 70 salves/h. Cet accroissement est lié à la propagation des piqûres générées lors de l'étape I ainsi qu'à l'amorçage des fissures tant au fond de piqûres qu'à la surface du fil d'acier. 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., 2000 ; Fregonese et al., 2001 ; Jones et al., 1992]. De même, l'amorçage des fissures génère de l'EA suffisamment énergétique pour être détectée [Fregonese et al., 2001 ; Jones et al., 1992]. Ces deux phénomènes s'accompagnent naturellement d'importantes fluctuations de la valeur de la densité de courant dues à la répétition du cycle dépassivation-repassivation de la surface de l'éprouvette à la suite de l'évolution du processus d'endommagement par la corrosion d'un alliage passivable (Figure III).

Au-delà d'environ 16h d'immersion (étape III), une augmentation notable du taux d'activité acoustique (460 salves/h) et des fluctuations de la densité du courant sont observées, traduisant la propagation des fissures au fond de piqûres et à la surface de l'éprouvette. La Figure III montre également des sauts d'activité acoustique pendant cette étape : ils sont attribués au maclage et à la décohérence des grains [ASTY et al., 1978 ; Ramadan et al., 2000b ; Yuyama et al., 1983]. Cependant, sur l'intervalle 26 – 31h d'immersion, les densités de courant sont élevées mais sujettes à des fluctuations modérées (de l'ordre de moins de 0,5 mA/cm²). Ceci correspond à l'apparition de fissures stables comme représenté dans la Figure V. La période d'apparition et surtout celle de propagation de ces dernières peut être définie comme la plus déterminante dans l'estimation du temps de rupture [ASTY et al., 1978 ;

Katsuyama et al., 1993 ; Jones et al., 1992]. En effet, dans ces conditions, la rupture du matériau en l'occurrence l'acier 304L est évidente surtout lorsque les fissures atteignent leurs tailles critiques. Ce phénomène de fracture ou rupture de l'acier est caractérisé par un saut de l'EA d'environ 2.400 salves/h et de la densité de courant.

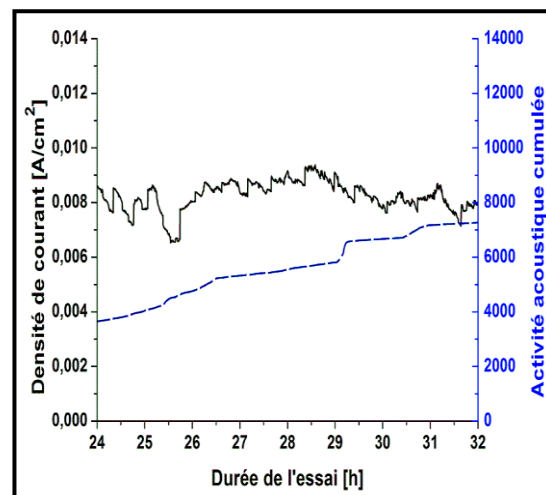


Figure V. Localisation de l'apparition de fissures stables, caractérisées par de faibles fluctuations de densité de courant (en trait continu).

Le Tableau IV résume l'essentiel des paramètres de corrélation établie entre l'EA, les mesures de la densité du courant de corrosion et les phénomènes physiques responsables de l'EA enregistrée au cours des essais de CSC avec rupture des éprouvettes.

Tableau IV. Corrélation entre l'activité acoustique, la densité du courant de corrosion et les phénomènes émissifs observés au cours de l'endommagement lié à la CSC d'un fil d'acier 304L tendu à 80 % R_r, immergé dans la solution corrosive chlorurée (3 % de NaCl) et chaude (60 °C).

Paramètres de corrélation	Étape I	Étape II	Étape III	Rupture
Durée de l'étape [h]	6 – 7	8	23 – 24	–
Nombre de salves enregistrées/h	20	70	460	2.400
Valeur de la densité de courant la plus élevée [mA/cm ²]	10	11	9	9
Allure de la variation de la densité du courant de corrosion	Grande vitesse de variation ; sans ou avec de faibles fluctuations	Moyenne vitesse de variation ; importantes fluctuations. Apparition de fluctuations modérées dans l'étape III : début de fissures stables		Brusque augmentation
Phénomène émissif lié à la CSC	Dépassivation de l'acier, germination et amorçage de la propagation des piqûres	Propagation des piqûres et amorçage des fissures	Propagation des fissures	Rupture du fil

De manière générale, pour les phénomènes de fissuration de matériaux induits par le milieu ou la corrosion, l'EA se fait par salves et se manifeste par des événements acoustiques ayant la forme de signaux oscillatoires, transitoires et pouvant être individualisés. Ces signaux sont caractérisés par une faible longueur d'onde (10^{-10} à 10^{-6} m) et une durée assez courte (de l'ordre de 100 μ s) [Roget, 1988 ; ASTY et al., 1978]. Leur énergie est également faible : 10^{-11} à 10^{-4} J.

Paramètres acoustiques les plus discriminants

Une salve est caractérisée par un nombre important de paramètres acoustiques d'analyse dont les plus couramment utilisés et pour lesquels une partie est représentée sur la Figure VI, sont les suivants :

- L'amplitude maximale (dB_{EA} ou μ V ; dB_{EA} est l'unité acoustique utilisée en EA référencée au microvolt capteur. Elle varie de 20 à 100 dB_{EA}) ;
- le nombre de coups [-] : nombre de fois où l'amplitude du signal excède la valeur du seuil préfixé ;
- La durée [μ s] : temps ou résultat de la mesure du temps séparant le premier et le dernier dépassement de seuil dans chaque salve ;
- Le temps de montée [μ s] : intervalle de temps qui s'écoule entre le premier dépassement du seuil et l'instant où l'amplitude maximale est atteinte.

Selon le système d'acquisition utilisé, d'autres paramètres acoustiques peuvent également être calculés dont notamment le nombre de coup par pic [-], la fréquence moyenne [kHz], l'énergie E [aJ : attoJ = 10^{-18} J], la tension efficace moyenne (μ V) notée aussi RMS (Root Mean Square), le barycentre fréquentiel (kHz) et la fréquence maximale (kHz). Le système d'acquisition et de traitement de signaux de l'EA utilisé dans cette étude est le **MISTRAS** (Massively Instrumented Sensor Technology for Received Acoustic Signal) ; il est développé par **Physical Acoustics Corporation** (PAC). Il permet d'acquérir environ deux dizaines de paramètres acoustiques dont les valeurs des plus importants retenus après analyse supervisée et non supervisée en fonction des différentes étapes acoustiquement actives sont reprises dans le Tableau V.

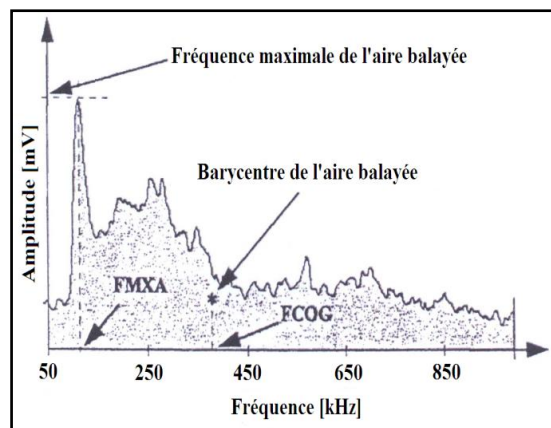
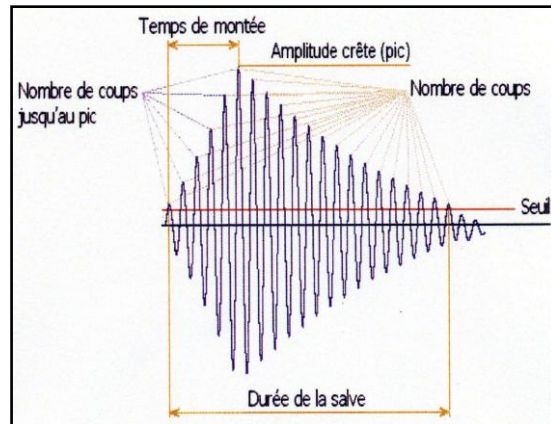


Figure VI. Quelques caractéristiques d'une salve acoustique les plus couramment utilisées.

Ces valeurs corroborent les résultats présentés précédemment. En effet, les signaux enregistrés lors de la destruction du film passif et de la germination des piqûres sont faiblement énergétiques (*étape I*) ; leur amplitude et temps de montée sont également faibles.

En revanche, les signaux émis au cours de l'étape II sont plus énergétiques ; leur amplitude et temps de montée sont plus importants par rapport à ceux de l'étape I. L'étape correspondant à la plus forte action synergique de la corrosion et de la contrainte appliquée (III : propagation des fissures) est caractérisée par des signaux encore plus énergétiques, pour des valeurs d'amplitude et de temps de montée plus élevées. Enfin, la rupture présente des signaux beaucoup plus énergétiques mais des temps de montée relativement courts. Car, les signaux d'EA générés par des sources brèves et sévères, telles que la croissance des défauts ou la rupture présentent une courte montée et une rapide détérioration de la forme [Roget, 1988 ; ASTY et al., 1978]. L'allure des formes d'ondes représentées sur la Figure VII est en parfait accord avec ces résultats.

Tableau V. Valeurs de quelques paramètres acoustiques enregistrés en milieu NaCl à 3 % en fonction du temps

Paramètres acoustiques	Etape I	Etape II	Etape III	Rupture
Energie cumulée [aJ]	< 20	< 600	< 8.500	< 12.000
Amplitude [dB]	30 – 45	30 – 55	30 – 85	30 – 98
Temps de montée [μ s]	< 100	< 150	< 300	< 100
Nombre de coups au pic [-]	1 – 23	1 – 29	1 – 48	1 – 104
Barycentre fréquentiel [kHz]	140 – 280	100 – 260	100 – 300	100 – 280

La carte de numérisation du système MISTRAS (AEDSP 32/16) permet l'acquisition digitale à grande vitesse et à haute résolution des formes d'onde. Muni du logiciel *AEWin* dédié à l'analyse statistique multiparamétrique et complété par le logiciel *NOESIS v5.0*, MISTRAS est un puissant outil d'analyse des données de l'EA.

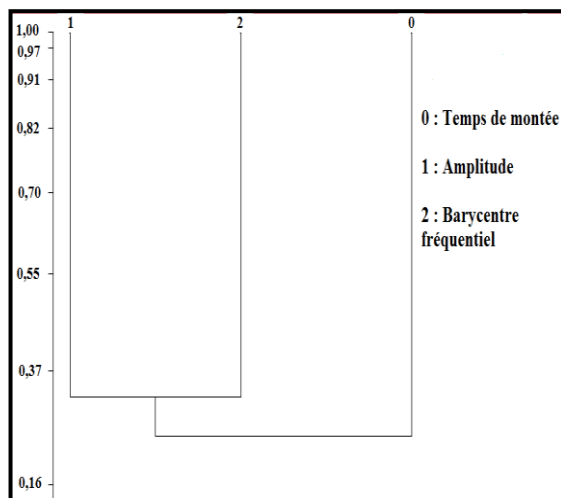


Figure VII. Diagramme de corrélation par la méthode non supervisée, des paramètres acoustiques les plus discriminants enregistrés lors de la CSC de l'acier en milieu NaCl à 3 %.

En effet, l'analyse statistique des données d'EA a été appliquée de manière non supervisée et supervisée sur l'ensemble des paramètres acoustiques enregistrés les plus significatifs. Cette technique d'analyse opérant par itération et élimination des paramètres acoustiques fortement corrélés a permis de définir l'amplitude et le temps de montée des signaux comme les paramètres les plus pertinents pour formuler la signature acoustique liée à la CSC (Figure VII).

Les critères statistiques d'efficacité (autrement dits les écarts types) de la classification non supervisée (Wilk's, Rij et Tou) calculés à l'aide de l'algorithme K_{Means}

dont les valeurs sont reprises dans le Tableau VI montrent que l'amplitude est le paramètre le plus discriminant. En effet, les critères Wilk's et Rij expriment les écarts-types des paramètres acoustiques au sein d'une classe de signaux d'EA tandis que les critères Tou sont l'expression des écarts-types entre les signaux de deux classes différentes. Ce faisant, pour une meilleure classification ou séparation de signaux, les premiers critères doivent être minimisés alors que le dernier doit être maximisé.

Tableau VI. Critères Wilk's, Rij et Tou des paramètres acoustiques les plus discriminants

Paramètres d'EA	Wilk's	Rij	Tou
Amplitude A (dB ou mV)	0,37	1,30	0,97
Temps de montée (μ s)	0,48	5,65	0,11

Allures des formes d'ondes

Les formes d'ondes associées aux signaux d'EA les plus représentatifs enregistrés lors des essais de CSC réalisés jusqu'à la rupture des éprouvettes ont été relevées. Leurs allures représentées sur la Figure VIII sont en accord avec les résultats obtenus précédemment (voir les sections "Evolution de l'émission acoustique et de la densité du courant de corrosion" et "Paramètres acoustiques les plus discriminants"). En effet, les signaux détectés pendant l'étape I du processus d'endommagement sont moins énergétiques que ceux recueillis lors des autres étapes II et III et, davantage au moment de la rupture de l'éprouvette considérée comme l'étape ultime (IV).

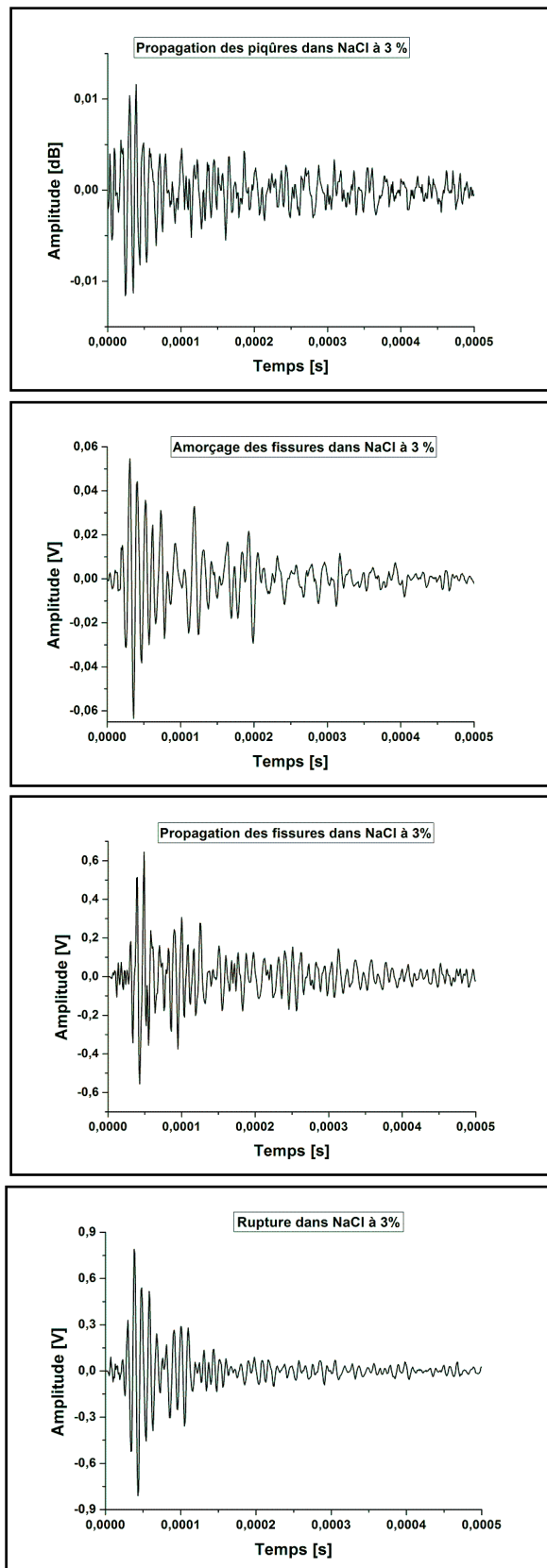


Figure VIII. Allure des formes d'ondes associées aux étapes I, II, III de l'endommagement lié à la CSC de l'acier 304L et à la rupture du fil immergé dans la solution NaCl à 3 %.

Le [Tableau VII](#) fait correspondre les valeurs d'amplitude (exprimées en mV) de signaux recueillis sur chaque étape du processus global aux phénomènes émissifs mis en évidence.

Tableau VII. Correspondance entre amplitude des signaux et phénomènes émissifs.

Étapes du processus de CSC	Amplitude maximale des signaux (mV)	Phénomènes émissifs associés à la CSC
Étape I	12	Destruction de la couche passive de l'acier – Naissance et propagation de piqûres
Étape II	58	Propagation de piqûres – Naissance de fissures
Étape III	620	Propagation de fissures
Étape IV	800	Rupture de l'éprouvette

Classification des signaux d'EA et identification des mécanismes sources

L'analyse statistique faite précédemment à partir d'une méthode non supervisée (algorithme K_{Means}) a permis également de classer les signaux d'EA de paramètres proches et donc susceptibles de provenir de phénomènes identiques au sein du matériau. Trois populations de signaux enregistrés lors des essais ont ainsi été identifiées à savoir P1, P2 et P3. La représentation en 2D de ces trois populations en fonction des 2 paramètres les plus discriminants (amplitude et temps de montée) est donnée dans la [Figure IX](#).

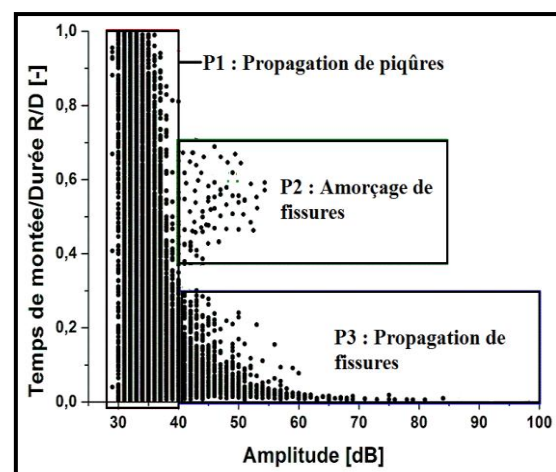


Figure IX. Représentation en 2D des populations de signaux enregistrés lors de la CSC de l'éprouvette d'acier 304L dans 3% de NaCl, en fonction des paramètres les plus discriminants (le temps de montée relatif et l'amplitude des signaux).

L'analyse statistique montre que les signaux d'amplitude comprise entre 30 et 50 dB sont dominants sur toute la durée de l'essai. Leur faible énergie (inférieur à 20 aJ) et leur temps de montée relativement long (allant jusqu'à plus de 500 μ s) sont caractéristiques du dégagement des bulles d'hydrogène lié à la propagation des piqûres. Les signaux d'amplitude comprise entre 50 et 60 dB sont attribués à l'amorçage des fissures au fond des piqûres. Leur énergie acoustique est inférieure à 40 aJ. Les signaux d'amplitude supérieure à 60 dB possèdent un faible temps de montée et des énergies dépassant 40 aJ : ils sont associés à la fissuration intergranulaire dont la propagation conduit à la rupture de l'éprouvette.

Les trois populations de signaux identifiées ont par la suite été reliées aux principales sources émissives du processus d'endommagement de l'acier 304L. En effet, le phénomène de germination des piqûres qui n'est pas suffisamment émissive correspond à un temps de latence avant toute détection significative des signaux acoustiques. Mais, après l'amorçage de la corrosion localisée, des piqûres se développent à la surface de l'éprouvette et leur propagation (P1) conduit à la germination des fissures de la CSC. Ce dernier phénomène est détectable par EA, mais il demeure faiblement énergétique. Lorsque les piqûres atteignent leurs tailles critiques, les fissures amorcées se propagent et donnent naissance à la deuxième population (P2) caractérisée par des signaux plus énergétiques. Enfin, lorsque ces fissures dépassent leurs tailles critiques, la rupture de l'éprouvette devient inéluctable ; le processus de dégradation est accéléré jusqu'à la rupture de l'éprouvette. Cette dernière est caractérisée par des signaux dont l'énergie et l'amplitude atteignent des valeurs très élevées (P3).

CONCLUSION

Cette étude, les différents phénomènes émissifs d'EA et les différentes étapes (I, II et III) du processus d'endommagement de l'acier 304L déclenché par la CSC en milieu chaud (60 °C) et chloruré (NaCl) ont été détectés, caractérisés à partir des paramètres temporels et énergétiques de l'EA et associés aux formes d'ondes enregistrées. Il s'agit de la dépassement de l'acier, la propagation de piqûres, l'amorçage de fissures et la propagation de fissures, qui, à des degrés différents, sont énergétiques pour être détectés par EA dans la durée de l'essai de CSC. La classification des signaux émis a permis de discriminer l'amplitude et le temps de montée comme paramètres les plus pertinents pour formuler la signature acoustique liée à ce type d'endommagement de l'acier étudié. Cette classification a mis en évidence l'existence de trois populations de signaux (P1, P2 et P3) correspondant aux phénomènes émissifs précités. Dans nos conditions expérimentales, l'étude a montré une corrélation entre l'émission acoustique et les mesures de la densité du courant de corrosion. La répétition du cycle de dépassement-repassivation de l'acier dans la durée de l'essai où la synergie de l'action conjuguée du milieu

corrosif et de la contrainte appliquée sur l'éprouvette se traduit par l'accroissement de l'activité acoustique et de la densité du courant de corrosion. Cette corrélation a permis de définir une partie de l'étape de propagation de fissures à partir de laquelle la rupture de l'éprouvette est inévitable. Ce moment correspond au début d'une fissure stable caractérisée par de faibles fluctuations de la valeur de la densité du courant de corrosion et peut ainsi être considéré comme un repère pour l'estimation de la durée de vie de l'éprouvette.

RESUME

Les aciers inoxydables sont des matériaux métalliques utilisés dans de nombreux domaines industriels en raison de leurs très grandes résistances à la corrosion uniforme et aussi, de leurs caractéristiques mécaniques élevées. En contrepartie, ces aciers peuvent être sensibles à la corrosion localisée, en particulier à la corrosion sous contrainte (CSC).

Trois étapes correspondant chacune à des mécanismes distincts ont été décelées avant la rupture de l'éprouvette. Il s'agit de la germination et l'amorce de la propagation de piqûres, peu énergétiques pour être détectées par EA (I), la propagation de piqûres et l'amorçage de fissures qui sont suffisamment énergétiques (II) et la propagation de fissures, qui est fortement énergétique (III). La classification non supervisée des signaux d'EA a montré l'existence de trois populations (P1, P2 et P3) caractéristiques des phénomènes émissifs d'EA. L'analyse et la classification de ces signaux ont montré que l'amplitude et le temps de montée sont les paramètres les plus pertinents pour formuler la signature acoustique liée au phénomène global d'endommagement.

Mots clés : *Emission acoustique - Caractérisation - Corrosion sous contrainte - Acier 304L*

REFERENCES ET NOTES

- AFNOR (1995). NF EN ISO 7539-1, Essais de Corrosion sous contrainte, Rapport technique.
- ASTY M (1978). L'émission acoustique, Annales des Mines, pp. 51-70.
- Audisio S et Mazille H (1997). Corrosion des métaux et alliages, chapitre III : Modes de corrosion ; chapitre IV : Aciers inoxydables ; Stage, LPCI-INSAL, Corrosion&Génie Industriel, CAST.
- Fregonese M, Idrissi H, Mazille H, Renaud L, Cetre Y (2001). Initiation and propagation steps in pitting corrosion of austenitic stainless steels: monitoring by acoustic emission technique. *Corrosion science*, **43**: 627-641.
- Gaillet L, Tessier C, Bruhat B, Michel R (2004) Auscultation par émission acoustique d'ancrages de câbles multicouches, Bulletin des laboratoires des ponts et chaussées, pp. 55-63.
- 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*, **97**(1):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*, **36**: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.
- Jones RH**, Friesel MA (1992). Acoustic emission during pitting and transgranular crack initiation in type 304 stainless steel. *Corrosion Science*, 751-759.
- Katsuyama M**, Fujiwara T, Ashibashi A, Ohtsu M (1993). Field application of acoustic emission for the diagnosis of structural deterioration of concrete, National conference on subsurface and civil engineering acoustic emission n° 5, Kumamoto City, Japan.
- 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*, (52): 7607-7616.
- Lemaignan C** (2003). La rupture des matériaux, EDP Sciences : 43-56.
- Momon S**, Moevus M, Godin N, R'Mili M et al. (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, (2009).

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*, **254**: 2255-2261.

Ramadan S, Gaillet L, Tessier C, Idrissi C (2008). Assessment of the stress corrosion cracking in a chloride medium of cables used in prestressed concrete structures by the acoustic emission technique. *Measurement Science and Technology*, **19**, 115702, 9 p.

Roget J (1997). Emission acoustique, Techniques de l'ingénieur, Traité Mesures et Contrôles, R 3200, pp. 1-10.

Stewart J, Wells B, Scott PM (1990). In "Environment induced cracking of metals", NACE 10, B. Ives Ed., 517.

Yuyama S, Kishi Y, Hisamatsu AE (1983). Analysis during corrosion, stress corrosion and corrosion fatigue processes, in *Journal of Acoustic Emission*, **2**(1-2): 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.