

Table des matières

<i>Liste des figures</i>	4
<i>Liste des tableaux</i>	7
<i>Notations</i>	8
<i>Introduction générale</i>	9
<i>Chapitre I : Revue de la littérature</i>	12
1.1. Introduction	12
1.2. Généralités sur la fragilisation par hydrogène	12
1.2.1. Fragilisation par hydrogène	12
1.2.2. Mécanisme de chargement en hydrogène	13
1.2.3. Effets du chargement en hydrogène	14
1.3. Cas des procédés de revêtement électrolytique	15
1.3.1. Traitement acide	15
1.3.2. Revêtement de Cadmium	15
1.3.3. Autres types de revêtements	16
1.3.4. Revêtement de Zinc-Nickel	16
1.4. Tests d'évaluation de la fragilisation par hydrogène	16

1.5.	Revue de la littérature scientifique.....	21
1.5.1.	Première catégorie de travaux de recherche	22
1.5.2.	Deuxième catégorie de travaux de recherche	27
1.6.	Étude de l'endommagement des matériaux par émission acoustique.....	32
1.6.1.	Introduction.....	32
1.6.2.	Signal acoustique	33
1.6.3.	Chaine d'acquisition	33
1.6.4.	Caractéristiques du signal acoustique.....	34
1.6.5.	Application de l'émission acoustique.....	37
1.7.	Conclusion	38
<i>Chapitre II : Procédures expérimentales et test de caractérisation quasi-statique</i>		<i>39</i>
2.1.	Introduction.....	39
2.2.	Instruments et méthodologie.....	39
2.2.1.	Matériaux et éprouvettes.....	41
2.2.2.	Machine de traction.....	43
2.2.3.	Technique d'émission acoustique.....	45
2.2.4.	Microscope électronique à balayage.....	46
2.2.5.	Camera CCD.....	47
2.3.	Test réalisé	48

2.4.	Résultat des tests de traction	50
2.4.1.	Propriétés mécaniques	51
2.4.2.	Identification des mécanismes d'endommagement	55
	<i>Chapitre III : Test de fluage</i>	62
3.1.	Introduction	62
3.2.	Résultat des tests de fluage 200h	65
3.2.1.	Lot L1NT	66
3.2.2.	Lot L2T	69
3.2.3.	Lot L3T	80
3.3.	Discussions des résultats	82
	<i>Conclusion générale</i>	84
	<i>Références bibliographiques</i>	86
	<i>Annexe</i>	91

Liste des figures

Figure 1.1: Illustration des mécanismes classiques de chargement en hydrogène [6].....	13
Figure 1.2: Courbe de chargement Norme ASTM F1624	18
Figure 1.3: Courbe de Wöhler.....	21
Figure 1.4: Classification des travaux de recherche.....	22
Figure 1.5: Chaîne d'acquisition [42].....	34
Figure 1.6: Caractéristiques du signal [3]	35
Figure 1.7: Interface du logiciel AEWIn.....	36
Figure 1.8: Echelle de processus d'émission acoustique.....	37
Figure 2.1: Organigramme explicatif du lot 1.....	40
Figure 2.2: Organigramme explicatif des lots 2 et 3.....	41
Figure 2.3: Éprouvette de type a1.1	42
Figure 2.4: Dispersion des diamètres d'éprouvettes	43
Figure 2.5: Machine Instron.....	44
Figure 2.6: Dispositif de mise en position et maintien des éprouvettes.....	44
Figure 2.7: Installation des capteurs sur l'éprouvette	45
Figure 2.8: Radiations pouvant être émises lors de l'interaction entre le faisceau d'électrons et l'échantillon.....	46
Figure 2.9: Camera CCD.....	47

Figure 2.10: Courbe de la déformation en fonction du temps.....	48
Figure 2.11: Essai de traction.....	50
Figure 2.12: Courbes de traction du lot L0NT	51
Figure 2.13: Courbe de traction et de l'amplitude de l'éprouvette L0TN2	53
Figure 2.14: Continu fréquentiel des événements de l'éprouvette L0TN2	54
Figure 2.15: Image MEB pour éprouvette L0NT2.....	55
Figure 2.16: Localisation des événements acoustiques de l'éprouvette L0TN2.....	56
Figure 2.17: Courbe de l'énergie acoustique en fonction du temps de l'éprouvette L0TN2	57
Figure 2.18: L'énergie acoustique en fonction de la déformation de l'éprouvette L0TN2	57
Figure 2.19: Distinction des évènements acoustiques de l'éprouvette L0TN2, (a) Histogramme des amplitudes, (b) fréquences	58
Figure 2.20: Distinction des événements acoustiques en fonction de leur durée et du nombre de coups de l'éprouvette L0TN2, (a) durée des événements en fonction du nombre de coups, (b) durée des événements en fonction du temps.	59
Figure 3.1: Test réalisé.....	62
Figure 3.2: Diapositif de fluage	63
Figure 3.3: Courbe de fluage L0NT1	66
Figure 3.4: Images MEB: (A, B, C et D) Éprouvette L1NT1, (F et E) Éprouvette L1NT4	68

Figure 3.5: Localisation des événements acoustiques.....	69
Figure 3.6: Courbe d'énergie acoustique en fonction du temps	70
Figure 3.7: Courbes des événements acoustiques, (a) Histogramme des amplitudes, (b) fréquences, (c) Durée des événements en fonction du nombre de coups, (d) Localisation	70
Figure 3.8: Images MEB du L2T1	72
Figure 3.9: Événements acoustiques, (a) Localisation, (b) Amplitude des événements en fonction du temps.....	73
Figure 3.10: Courbes des événements acoustiques, (a) Histogramme des amplitudes, (b) Fréquences, (c) Durée des évènements en fonction du nombre de coups, (d) L'énergie	74
Figure 3.11: Images MEB du L2T2	75
Figure 3.12: Données émission acoustique, (a) Localisation, (b) Histogramme des amplitudes, (c) Durée des événements en fonction du nombre de coups, (d) Fréquences	76
Figure 3.13: Courbe de la force en fonction de la déformation	77
Figure 3.14: Images MEB du L2T7	78
Figure 3.15: Image MEB du L2T4.....	79
Figure 3.16: Images MEB du L3T6	81

Liste des tableaux

Tableau 1.1 : Protocole suggéré pour le test en 20 étapes	19
Tableau 1.2: Travaux de recherche avec chargement d'hydrogène imposé	24
Tableau 1.3: Travaux de recherche sans chargement d'hydrogène imposé.....	28
Tableau 2.1 : Composition chimique de l'AISI 4340.....	41
Tableau 2.2 : Lot des éprouvettes non traitées.....	49
Tableau 2.3 : Dureté de Rockwell, contraintes et déformations à la rupture pour les quatre éprouvettes testées.....	52
Tableau 2.4 : Caractérisation des mécanismes acoustiques.....	60
Tableau 2.5 : Caractérisation des mécanismes acoustiques dans la littérature	60
Tableau 2.6 : Caractéristique énergétique des événements localisés.....	61
Tableau 3.1 : Spécification des éprouvettes.....	64
Tableau 3.2 : Résultats des tests de fluage.....	65
Tableau 3.3: Résultats des tests des paliers.....	67
Tableau 3.4: Résultats du test des paliers	79
Tableau 3.5: Résultats du test des paliers	80

Notations

AHR :	Acier a haute résistance
CC :	Cubique centré
CFC :	Cubique à face centré
CL :	Concentration réticulaire d'hydrogène
CT :	Concentration d'hydrogène piégé
EA :	Emission acoustique
FPH :	Fragilisation par hydrogène
PDT :	Temps au pic
HDT :	Temps d'une salve
HLT :	Temps d'aveuglement

Introduction générale

Pour des raisons de tenue mécanique, les pièces considérées comme critiques dans l'industrie aéronautique sont faites en acier à haute résistance, ayant une grande dureté et une très haute résistance à la traction. Ces propriétés sont renforcées par des revêtements anticorrosion au cadmium. L'inconvénient principal du traitement au cadmium est attribué à la nature de ces composés inorganiques qui sont inscrits sur la liste des substances toxiques en vertu de la *Loi canadienne sur la protection de l'environnement* [1]. Le gouvernement canadien a émis des directives en vue de remplacer le traitement par cadmium, tout en favorisant le développement de nouveaux traitements plus conformes aux exigences industrielles et plus respectueux de l'environnement.

Dans ce contexte, les industrielles cherchent à remplacer ce traitement électrolytique. Les revêtements de Zinc-Nickel sont les candidats les plus intéressants pour remplacer le revêtement de cadmium. Mais, ces derniers peuvent poser des problèmes de tenue en fluage. Ils sont sujets à des ruptures sous des contraintes relativement basses. Les ruptures sont attribuées au phénomène de fragilisation par hydrogène qui se produit au cours de la mise en contact des pièces avec des agents chimiques hydrogénants (cas de traitement électrolytique), engendrant des microfissures à la surface du matériau [2]. Ce problème a été bien résolu pour le revêtement au Cadmium. Cependant, le problème reste entier les recherches pour d'autres revêtements, notamment le revêtement Zinc-Nickel. Ce dernier a fait l'objet d'une collaboration entre le Laboratoire de Mécanique et Eco Matériaux de l'Université du Québec à Trois-Rivières (LMEM) et l'industriel Technickrome.

Technickrome a commencé à tester un revêtement électrolytique Zinc-Nickel parce qu'il présente les caractéristiques les plus proches de celles du revêtement au Cadmium au niveau de la tenue à la corrosion. L'objectif du présent travail est le développement d'une méthode non destructive, permettant d'étudier la sensibilité des paramètres d'un procédé de revêtement anticorrosion sur la tenue en fluage d'un acier à haute résistance.

L'étude de l'effet de la fragilisation par hydrogène sur la tenue en fluage est normalisée et le test de caractérisation est généralement effectué en suivant les directives prescrites dans la Norme ASTM F519-13. Cette norme exige la réalisation d'essais de fluage d'une durée de 200 heures. De plus, il impose de respecter certaines exigences comme le test d'au moins quatre éprouvettes pour chaque lot de pièces fabriquées. Ceci présente un obstacle pour développer des nouveaux procédés. D'où la nécessité de développer une nouvelle procédure de caractérisation en conciliant temps et fiabilité dans les mesures réalisées.

Dans ce contexte, nous avons utilisé la technique de contrôle non destructif par émission acoustique pendant des tests de fluage de 200 heures afin d'étudier l'évolution des différents mécanismes d'endommagement conduisant à la rupture de l'éprouvette testée. Cela permettra par la suite de distinguer certaines différences dans la signature acoustique qui permettra d'identifier l'état de la fragilisation de l'éprouvette testée. En plus, une certaine particularité dans la signature acoustique permettra de diminuer la durée du test.

Le premier chapitre de ce mémoire présentera une synthèse bibliographique liée au phénomène de fragilisation par hydrogène. En premier lieu, nous ferons une description des causes et des conséquences de la fragilisation, suivie par une présentation des différents tests de caractérisation. Nous avons classé l'ensemble des travaux et articles de revue sous deux catégories en nous fondant sur la nature du travail effectué. La première catégorie regroupe l'ensemble des travaux effectués dont l'objectif est d'identifier l'effet de la fragilisation par hydrogène sur l'endommagement et le comportement mécanique de l'acier. La deuxième catégorie comprend les travaux effectués dans le but de développer des procédés qui diminuent l'impact de la fragilisation sur la tenue mécanique de ces aciers. Nous terminerons le chapitre par une présentation de la technique du contrôle non destructif par émission acoustique.

Le deuxième chapitre exposera l'ensemble des résultats obtenus lors de la caractérisation du comportement mécanique du matériau en traction. Nous avons identifié les différents

modes d'endommagement par émission acoustique. De plus, l'endommagement du matériau a fait l'objet d'un examen des faciès de rupture par microscope électronique à balayage (MEB).

Le troisième chapitre donnera les résultats obtenus lors de la caractérisation du comportement mécanique du matériau étudié chargé en fluage et couplé à l'émission acoustique. Des images MEB ont été réalisées dans le but d'étudier la nature des ruptures des éprouvettes testées. Cette analyse confirmera les résultats obtenus par émission acoustique.

La dernière partie du rapport portera sur la discussion des résultats obtenus ainsi que les principales conclusions dégagées par ce travail.

Chapitre I : Revue de la littérature

1.1. Introduction

Afin d'établir les principales directives de cette étude, nous allons effectuer une revue non exhaustive et une synthèse des travaux liés à l'analyse de la fragilisation par l'hydrogène (FPH) des aciers à haute résistance (AHR). Cette synthèse permettra d'identifier les principaux tests de caractérisation utilisés et de définir les différents mécanismes de chargement en hydrogène ainsi que leurs effets sur le comportement mécanique des AHR. Nous effectuerons ensuite une classification de l'ensemble des travaux et des articles en deux catégories en se basant sur la nature du travail effectué. Nous terminerons ce chapitre par une revue des principaux travaux portant sur l'étude de l'endommagement des aciers par émission acoustique. .

1.2. Généralités sur la fragilisation par hydrogène

1.2.1. Fragilisation par hydrogène

La fragilisation par hydrogène est produite au cours de la mise en contact des pièces avec différentes sources d'hydrogène telles l'hydrogène à l'état gazeux H_2 ou une espèce hydrogénante comme H_2O , H_3O^+ , OH^- , HS , H_2S , etc...[3]. C'est le cas, en particulier, des revêtements électrolytiques, où ces espèces chimiques hydrogénantes, constituant la solution électrolytique, transmettent l'hydrogène au matériau à traité [4].

1.2.2. Mécanisme de chargement en hydrogène

La fragilisation par hydrogène est généralement produite en quatre étapes [4, 5]. La première étape est basée sur l'adsorption et l'absorption de l'hydrogène dans les métaux, ce qui correspond à la dissociation des molécules H_2 et la création de liaisons physiques puis chimiques avec la surface du matériau. L'absorption est définie comme étant l'étape de passage des atomes liés à la surface vers les sites interstitiels du réseau métallique (Figure 1.1).

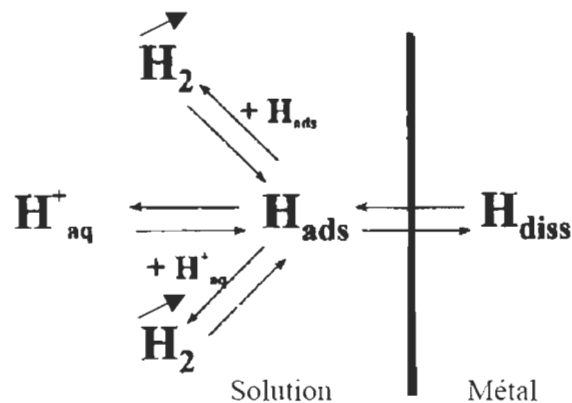


Figure 1.1: Illustration des mécanismes classiques de chargement en hydrogène [6]

La deuxième étape est définie par la diffusion et le transport de l'hydrogène dans le réseau moléculaire du matériau. Dans cette étape, l'hydrogène peut se loger dans différents sites interstitiels (sites tétraédriques dans les C.C et octaédriques dans les C.F.C) grâce à son faible rayon atomique comparé aux rayons des autres types d'atomes, en générant toutefois une distorsion du réseau.

La troisième étape est caractérisée par le piégeage de l'hydrogène sur les défauts microstructuraux et les dislocations. Deux types de pièges sont ainsi identifiés:

- Un piège irréversible caractérisé par des énergies de piégeage fortes où la probabilité de sortie d'un atome d'hydrogène piégé est nulle.
- Un piège réversible caractérisé par des énergies de piégeage faibles où un équilibre local entre la concentration d'hydrogène en réseau CL et la concentration d'hydrogène piégée CT est établi.

Cette classification dépend fortement de la température (T) et du temps (t) donné aux atomes d'hydrogène pour désorber [7].

La désorption est le phénomène inverse de l'adsorption : les liaisons ioniques entre ions, molécules et substrat, se brisent et les ions ou molécules précédemment adsorbés se détachent du substrat.

La dernière étape de la fragilisation par hydrogène a lieu au moment de la sollicitation mécanique où les défauts créés par l'hydrogène produisent une concentration de contrainte responsable à l'initiation des microfissures provoquant la rupture brutale du matériau [4].

1.2.3. Effets du chargement en hydrogène

Le chargement en hydrogène a principalement un effet sur le comportement mécanique du matériau. La présence de l'hydrogène provoque des défauts dans la structure du réseau atomique du matériau et, par conséquent, des concentrations de contraintes qui affaiblissent sa résistance mécanique au cours de mise en charge.

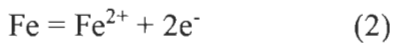
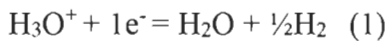
La fragilisation par hydrogène entraîne une détérioration des propriétés en fatigue des aciers, en particulier les aciers à haute résistance [8, 9]. Dans ce cas, la rupture du matériau est provoquée par une propagation des fissures intergranulaires [10]. Cette propagation est causée par la délocalisation de l'hydrogène entre les grains pendant le chargement mécanique (fatigue, fluage, etc.).

1.3. Cas des procédés de revêtement électrolytique

Plusieurs revêtements électrolytiques ont été étudiés pendant des décennies pour une application dans le domaine aéronautique. Il s'agit, notamment, du cadmium et de ses alliages, du chrome, de l'aluminium, du zinc et ses alliages, etc. De nombreuses études ont porté sur ce phénomène, principalement celle effectuée par *Naval Air Warfare Center Aircraft Division* [11] qui a comparé plusieurs traitements. Nous présenterons études les plus pertinentes sur la fragilisation par hydrogène plus loin dans le présent chapitre.

1.3.1. Traitement acide

En général, tous les procédés de revêtement électrolytique sont précédés par un traitement en milieu acide. Or, toutes les opérations dans lesquelles il y a une phase d'attaque acide produisent l'hydrogène selon la réaction suivante :



La présence des espèces d'hydrogène dans la solution favorise la fragilisation.

1.3.2. Revêtement de Cadmium

Les revêtements de Cadmium et ses alliages ont été largement étudiés. Ils sont caractérisés par une bonne tenue à la corrosion (corrosion par fatigue), à la fatigue mécanique et à l'abrasion. Les revêtements de Cadmium réalisés sur divers matériaux et notamment sur les aciers, améliorent la résistance du matériau à la fragilisation par hydrogène. Cela est dû au fait qu'au cours du traitement thermique, la porosité dans la couche du revêtement permet le dégagement de l'hydrogène emprisonné dans l'acier [10]. Malheureusement, le cadmium est reconnu pour sa toxicité, et il présente un danger pour la santé et

l'environnement. Raison pour laquelle ce traitement est interdit dans plusieurs pays du monde.

1.3.3. Autres types de revêtements

D'autres types de revêtements électrolytiques sont caractérisés par un faible pouvoir fragilisant par hydrogène tels que le revêtement électrolytique de chrome. Ce traitement est largement utilisé dans l'industrie aéronautique du fait de sa performance et sa conformité aux exigences du domaine. Mais ce dernier est aussi toxique vu que son dépôt se produit à partir du chrome IV. Il existe également des revêtements comme les revêtements d'aluminium, qui ne sont pas fragilisants. Ils sont moins performants que le Cadmium au niveau de protection contre la corrosion, en plus d'être très coûteux.

1.3.4. Revêtement de Zinc-Nickel

Le revêtement de Zinc-Nickel est un candidat intéressant pour le remplacement du revêtement de Cadmium. Ce revêtement présente des caractéristiques intéressantes et concurrentes à celles du Cadmium au niveau de la tenue à la corrosion générale et la corrosion par fatigue [10, 12, 13]. Les dernières études ont montré que, dans certaines conditions, les revêtements de Zinc-Nickel sont faiblement fragilisés par l'hydrogène. Les tests de contrôle de la fragilisation effectués ont été caractérisés par des résultats conformes aux normes et exigences du domaine aéronautique [14-16].

1.4. Tests d'évaluation de la fragilisation par hydrogène

Les essais mécaniques statiques et quasi statiques de traction et de flexion ne permettent pas d'identifier la fragilisation par hydrogène. Les essais utilisés pour identifier la fragilisation sont des essais à faible durée de déformation (fluage à température ambiante) [17]. Des normes ont été établies afin de la caractériser et comparer les taux de

fragilisation. Des tests de fatigue, de différents types, peuvent aussi permettre d'étudier ce phénomène [18].

1.4.1 Les normes utilisées pour la caractérisation de la fragilisation

Plusieurs normes sont utilisées pour étudier le phénomène de fragilisation par hydrogène. Les plus utilisées dans le secteur aéronautique sont les Normes ASTM F519, ASTM F1624 et ASTM F1940.

a) Norme ASTM F519

La Norme ASTM F519 présente les critères d'acceptation d'un acier non fragilisé par hydrogène quelle que soit la source de fragilisation. Elle donne également les différents procédés de revêtement ou les différents milieux chimiques qui peuvent être rencontrés et qui peuvent fragiliser l'acier : les traitements de nettoyage, le contact avec un fluide ou une substance chimique (exemple : les conduites, les réservoirs de stockage, etc...)

Les différents types de tests sont classés selon la géométrie des éprouvettes. Le critère commun entre ces tests est leur sollicitation à température ambiante soit à un chargement constant ou croissant, en mesurant le temps jusqu'à la rupture ou la contrainte de rupture. Dans le premier cas, à chargement constant, l'éprouvette sollicitée doit résister à une charge critique équivalant à 75% de la contrainte à la rupture du matériau pendant au moins 200 heures. Pour le deuxième cas, à chargement croissant avec des paliers de maintien, l'éprouvette qui réussit à dépasser 90% de sa résistance à la rupture est considérée comme non fragile.

b) Norme ASTM F1624

Cette norme présente un test qui permet de mesurer la sensibilité des aciers à la fragilisation par hydrogène, en mesurant une contrainte P_{th} appelée contrainte de fissuration critique (Figure 1.2).

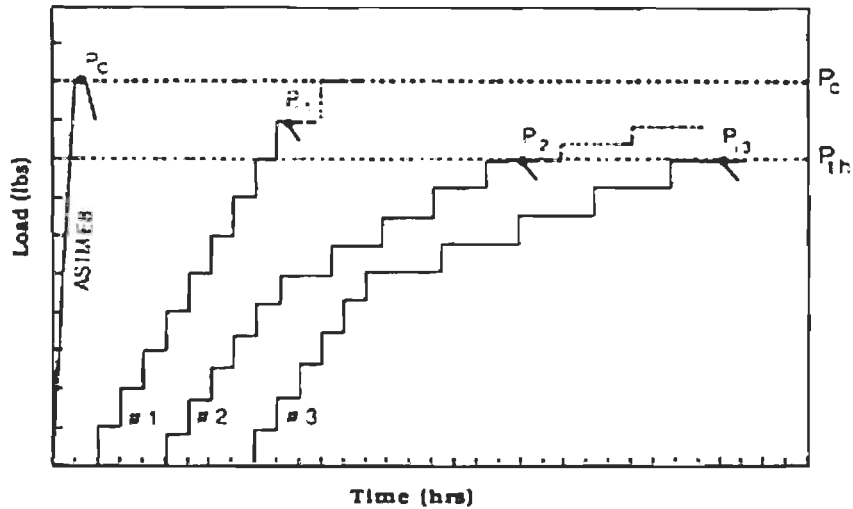


Figure 1.2: Courbe de chargement Norme ASTM F1624

Le test consiste à réaliser un essai de traction simple pour déterminer une contrainte critique P_c . Par la suite, des essais de charge et maintien sont répétés sur des éprouvettes en augmentant la charge de 5% jusqu'à la rupture des éprouvettes. Le temps de maintien augmente d'une éprouvette à l'autre à partir de 50% de la charge à la rupture (Voir Tableau 1.1.)

Tableau 1.1 : Protocole suggéré pour le test en 20 étapes

Charge en %	Durée de l'étape en heure			
	1	2	3	4
5	1	1	1	1
10	1	1	1	1
15	1	1	1	1
20	1	1	1	1
25	1	1	1	1
30	1	1	1	1
35	1	1	1	1
40	1	1	1	1
45	1	1	1	1
50	1	1	1	1
55	1	2	4	8
60	1	2	4	8
65	1	2	4	8
70	1	2	4	8
75	1	2	4	8
80	1	2	4	8
85	1	2	4	8
90	1	2	4	8
95	1	2	4	8
100	1	2	4	8

Ce test est utilisé pour l'évaluation comparative de la sensibilité des aciers (de différentes compositions ou de différents traitements) à la fragilisation par hydrogène.

c) Norme ASTM F1940

Cette norme présente un test similaire à la Norme ASTM F1624 limitée aux pièces d'attaches en acier AISI 4340 ayant une dureté comprise entre 50 et 52 HRC. Si la

contrainte de fissuration est supérieure à 75% de la résistance maximale à la rupture, la pièce est considérée non fragilisée.

1.4.2 Test de fatigue

La répétition d'un chargement, même si ce chargement est inférieur à la limite élastique du matériau, peut conduire à la rupture brutale des pièces. Ce phénomène est connu sous le nom de fatigue mécanique. D'après la mécanique de rupture, l'amorçage de fissure est la cause de la rupture par fatigue. Plusieurs études ont ainsi été menées et plusieurs théories ont été proposées pour estimer la durée de vie réelle des pièces au cours de leur fonctionnement.

La rupture par fatigue se produit suite à la répétition d'un cycle de chargement en traction, en compression, en flexion, en torsion, en fatigue thermique ou en fatigue par corrosion. Plusieurs facteurs peuvent influencer sur la résistance des pièces à la fatigue :

- **Mécaniques** : La valeur de la contrainte imposée, la valeur de la déformation imposée, la fréquence, la forme des cycles et la géométrie des pièces.
- **Microstructuraux** : la structure cristalline du matériau, la taille des grains et le type de précipités.
- **Environnement** : Les caractéristiques du milieu (température et humidité).

L'essai de fatigue le plus simple consiste à solliciter une éprouvette à des cycles de chargement périodiques de fréquence constante. Le résultat du test est basé sur l'analyse de la courbe $\sigma_{\max}/2 = f(N_r)$, où N_r est le nombre de cycles à la rupture. Cette courbe est connue sous les noms de : courbe de Wöhler, courbe de durée de vie, courbe d'endurance ou encore courbe S-N (Figure 1.3).

Les éprouvettes fragilisées par hydrogène présentent un nombre de cycles à la rupture (N_r) inférieure à celles des éprouvettes non fragilisées [19].

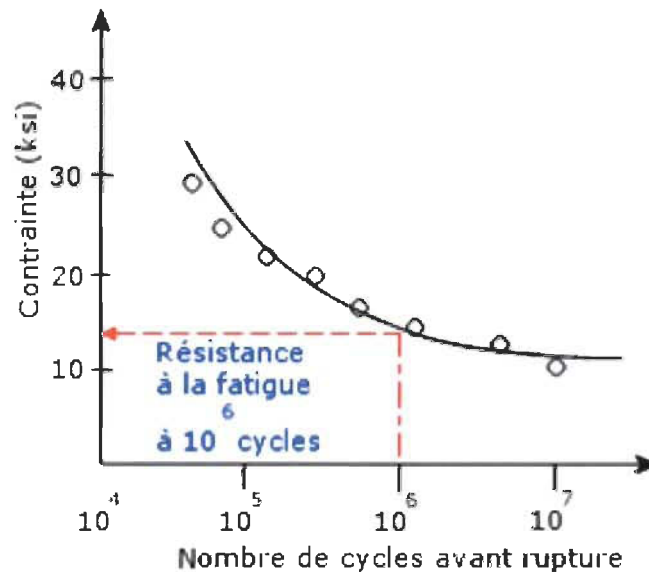


Figure 1.3: Courbe de Wöhler

1.5. Revue de la littérature scientifique

Le phénomène de fragilisation par hydrogène a fait l'objet de nombreuses études. Plusieurs solutions ont été proposées en lien avec le secteur d'application. Nous allons, dans les lignes qui vont suivre, présenter l'ensemble des articles les plus pertinents, classé en deux catégories suivant la stratégie opérationnelle adoptée. La classification adoptée a été basée sur les critères de sélection présentée dans l'organigramme de la Figure 1.4.

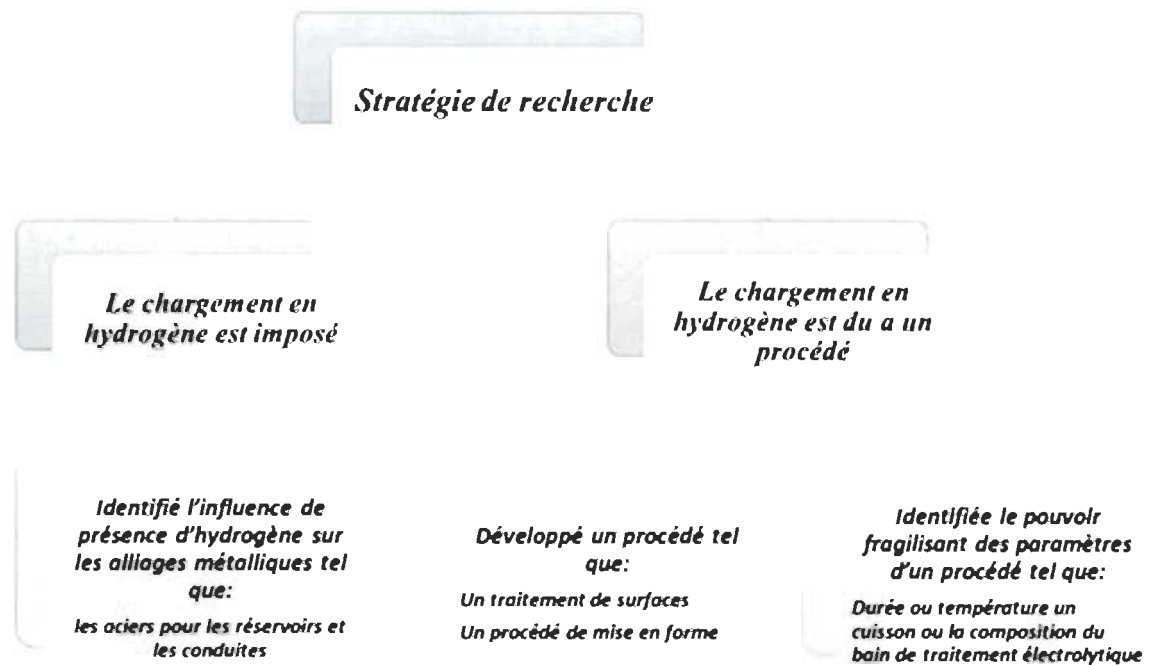


Figure 1.4: Classification des travaux de recherche

La première catégorie regroupe les travaux de recherche qui imposent le chargement en hydrogène. Ses travaux présentent des modèles ou des théories sur l'influence du chargement en hydrogène pendant des tests de fatigue ou sur la sensibilité des différentes structures cristallines de l'acier à la fragilisation. La deuxième catégorie des travaux est concentrée sur le développement des procédés de mise en forme, d'assemblage et de traitement de surface caractérisés par un faible pouvoir fragilisant. En général, ces études sont principalement liées à l'industrie.

1.5.1. Première catégorie de travaux de recherche

Dans cette catégorie, le chargement en hydrogène des pièces est imposé et le taux d'hydrogène dans le métal est connu ou contrôlé. En général, cette catégorie des travaux de recherche sert à étudier l'influence de la présence d'hydrogène sur les propriétés

mécaniques du matériau. En particulier, cette catégorie a été adoptée pour caractériser des aciers sollicités à l'hydrogène au cours de leur fonctionnement (exemple : cas des réservoirs d'hydrogène et des conduites soumises à la corrosion galvanique). Les travaux de recherche cités dans le présent mémoire sont résumés dans le Tableau 1.2.

Ce tableau montre que la majorité des travaux dans cette catégorie utilisent des tests de fatigue. Ils identifient l'influence de la fragilisation par hydrogène sur la tenue mécanique en fatigue et sur la microstructure de la surface de rupture. Quelques travaux ont couplé ces tests à la technique d'émission acoustique. Ils ont ainsi étudié l'influence de la fragilisation sur l'énergie acoustique ou sur le nombre d'évènements détecté.

Pour des tests de fatigue, que ce soit en tension axiale et en flexion trois points ou quatre points, les études se sont basées sur l'évolution de la vitesse de propagation des fissures dans le cas des éprouvettes pré-fissurées [9, 20, 21] ou sur la variation des courbes S-N en présence de la fragilisation [22, 23].

Parmi ces études, Nakatani *et al.* ont déterminé le temps maximum à partir duquel le piégeage de l'hydrogène devient irréversible [23]. L'hydrogène piégé peut être dégagé au cours du traitement thermique, qui doit être effectué dans les huit premières heures qui suivent le chargement en hydrogène. Selon les auteurs, après huit heures, l'hydrogène réversible se transforme en hydrogène irréversible.

Tableau 1.2: Travaux de recherche avec chargement d'hydrogène imposé

Auteur	Variables dépendantes	Variables indépendantes	Méthodologies	Résultats	Ref
Wang, John Jy-An <i>and al.</i>	Résistance à la fatigue cyclique Micrographie de surface de rupture	Taux de fragilisation par hydrogène	Test de fatigue torsion axial	La fragilisation par hydrogène produit une perte de résistance mécanique de 55%	[24]
Merson, E. <i>and al.</i>	Résistance à la traction Micrographie de surface de rupture Emission acoustique	Taux fragilisation par hydrogène	Test de traction couplée à l'émission acoustique	Identifié le mécanisme de rupture dû à la fragilisation par hydrogène	[25]
Murakami, Yukitaka <i>and al.</i>	Vitesse de propagation de fissure Micrographie de surface de rupture Facteur d'intensité de contrainte	Fréquence de chargement Rapport de contrainte Taux fragilisation par hydrogène	Test de fatigue	La vitesse de propagation de fissure augmente quand la fréquence de chargement diminue. Le chargement en hydrogène diminue le facteur d'intensité de contrainte	[20]
Michler, Thorsten <i>and al.</i>	Courbe S-N de fatigue Micrographie de surface de rupture	Chargement en hydrogène (pression)	Test de fatigue	Le chargement en hydrogène diminue la durée de vie des pièces	[19]

Yamabe, Junichiro <i>and al.</i>	Vitesse de propagation de fissure Mode et forme de propagation de la fissure	Taux de fragilisation par hydrogène Rapport de contrainte maximale et minimale de chargement R Fréquence de chargement	Test de fatigue	les paramètres d'essai de fatigue mécanique qui permettent d'identifier s'il y a une fragilisation par hydrogène	[9]
Watanabe, Takahiro <i>and al.</i>	Résistance à la fatigue Micrographie de surface de rupture Hydrogène absorbé	Taux d'hydrogène Amplitude de chargement cyclique	Test de fatigue	Si la quantité d'hydrogène dans le matériau est située entre 0.5 et 1.5ppm en remarque une détérioration de la résistance à la fatigue si l'énergie d'activation est supérieure à 60KJ/mol l'hydrogène à l'intérieure de l'acier est dit irréversible et il est inversement proportionnel à la tenue mécanique en fatigue	[26]
Nakatani, M <i>and al.</i>	tenu mécanique Micrographie de surface de rupture	quantité d'hydrogène énergie d'activation	Test de fatigue	La vitesse de propagation de fissure augmente en présence de l'hydrogène La présence de la phase martensitique produit aussi la fragilisation	[26]
Murakami, Yukitaka	Longueur de la fissure Vitesse de fissure Quantité d'hydrogène de désorption	Nombre de cycle Fréquence de chargement Température de désorption	Test de fatigue		[18]

Builo, SI	Fonction acoustique Durée de vie	Température Pression Résistance à la fragilisation par H2	Test de fatigue	l'augmentation de la pression démine la durée de vie et provoque plus l'événement acoustique à température constante.	[27]
Liu, X. Y. and al.	Micrographie de surface de rupture	L'atmosphère	Test de flexion a quatre points	La fragilisation par hydrogène produit une rupture intergranulaire.	[28]
Jouinot, Patrice and al.	Résistance en fatigue mécanique	Chargement en hydrogène Type d'alliage métallique	Test de fatigue	La sensibilité à la fragilisation par hydrogène des différents types d'alliage métallique	[29]
Iacoviello, F.	Vitesse de propagation de fissure Microstructure de la surface de rupture	Microstructure Rapport de contrainte Pression d'hydrogène	Test de fatigue	La phase ferritique est le plus sensible à la fragilisation La phase austénitique peut produit la martensite qui est fragilisante.	[21]

Une autre étude réalisée par Yamabe s'est focalisée sur l'influence des paramètres de l'essai de fatigue sur la vitesse de propagation des fissures. Les résultats du test ont montré que, pour de faibles fréquences, les éprouvettes fragilisées par hydrogène ont une vitesse de propagation de fissure plus élevée que celle des éprouvettes non fragilisées [9]. Une autre étude a montré que la fréquence de chargement au cours de l'essai, la densité d'hydrogène, son coefficient de diffusion et la présence d'une phase martensitique sont inversement proportionnels à la tenue mécanique en fatigue [18]. Cette étude a révélé aussi que la limite d'endurance en fatigue diminue en présence de l'hydrogène dans l'acier [20]. Dans un autre travail de recherche, Builo a couplé ces tests de fatigue à l'émission acoustique et il a montré que l'augmentation de la pression d'hydrogène dans un réservoir en acier réduit la durée de vie de l'acier en fatigue et provoque plus d'événements acoustiques à température constante [27]. D'autres travaux ont identifié l'influence de la fragilisation sur la microstructure de la surface de rupture [20, 24, 25, 28, 30], et ont montré que la rupture causée par l'hydrogène est caractérisée par une rupture intergranulaire. Ils ont démontré aussi que la présence d'une phase martensitique peut produire une rupture similaire à celle causée par la fragilisation par hydrogène [18].

1.5.2. Deuxième catégorie de travaux de recherche

Dans cette catégorie, plusieurs procédés de mise en forme ou de traitement de surface ont été étudiés. Dans ces cas, la quantité d'hydrogène piégé dans le métal est dépendante du procédé utilisé et n'est pas quantifiée au départ. Ces travaux sont dédiés au développement de procédés en variant les paramètres pour limiter la fragilisation par hydrogène. Le Tableau 1.3 synthétise les travaux que nous avons recensés :

Tableau 1.3: Travaux de recherche sans chargement d'hydrogène imposé

Auteur	Variables dépendantes	Variables indépendantes	Méthodologies	Résultats	Ref
Han, HyungSuk <i>and al.</i>	Résistance à la fatigue mécanique Micrographie de surface de rupture	Temps de cuisson Revêtement	Test de fatigue	L'absence de l'étape de cuisson diminue la résistance à la fatigue de 8% et favorise la rupture intergranulaire	[30]
Taniguchi, T. <i>and al.</i>	Résistance mécanique Tenue à la corrosion	Porosité dans le revêtement Composition du revêtement	Test normalisé Test de corrosion	Le revêtement Zn-15Ni présente le comportement le plus proche du Cd	[31]
Wright, D. A. <i>and al.</i>	fragilisation par hydrogène tenu mécanique en fluage	température à la cour de traitement thermique pourcentage de nickel dans le revêtement composition du bain	Test normalisé Image MEB	le revêtement Zn-Ni est faiblement fragilisé par hydrogène	[10]
Voorwald, H. J. C. <i>And al.</i>	tenu mécanique en fluage Micrographie de surface de rupture Tension interne	Épaisseur Densité de courant Composition de la couche Durée de traitement	Test normalisé Image MEB	L'épaisseur 7-12µm présente la même tenue mécanique similaire à celle du cadmium	[32]
Paatsch, W <i>and al.</i>	Taux fragilisation par hydrogène tenu mécanique en fluage	nature du bain de traitement temps de traitement l'état de surface	Test normalisé	le temps optimal de décapage est 60 secondes. La fragilisation dépend de la rugosité	[2]

				la durée de traitement thermique	
Wright, D. A. <i>and al.</i>	Résistance mécanique	Composions du bain	Essai normalisé (ASTM F519)	Le revêtement Zn-Ni développé est acceptable par les normes aéronautiques	[33]
Beck, E.	Tenu mécanique Tenu à la corrosion Taux de fragilisation	Type de revêtement	Essai normalisé (ASTM F519)	Classification des revêtements le revêtement Zn-Ni est faiblement fragilisé par hydrogène et elle peut remplacer de cadmium	[34]
Merson, E.	Tenu mécanique Micrographie de surface de rupture Fonction acoustique	Taux de fragilisation	Test de traction couplé à EA Image MEB	La fragilisation par hydrogène diminue la ductilité, favorise la plasticité locale et EA montre qu'elle induit les dislocations	[25]
Eliaz, N. <i>and al.</i>	Micrographie de surface de rupture Taux de fragilisation	Type de revêtement	Essai normalisé (ASTM F519) Image MEB	Le revêtement de Chrome est plus fragilisant que le revêtement de cadmium	[35]
Voorwald, Herman Jacobus Cornelis <i>and al.</i>	Micrographie de surface de rupture Tenu mécanique	Type de revêtement	Test de fatigue en flexion rotative	Le revêtement d'aluminium IVD est faiblement fragilisant par hydrogène et elle	[36]

Bhattacharya, AK <i>and al.</i>	Micrographie de surface de rupture Fonction acoustique	Type de revêtement	Test de fatigue en flexion trois-points	peut-être un remplaçant du cadmium les événements dus à la fragilisation se produisent à des amplitudes de 35 à 55 dB et quels sont suivis par une propagation de fissure d'amplitude 60 à 100 dB	[37]
--	--	--------------------	--	--	------

Les travaux présentés dans le Tableau 1.3 peuvent être classés en deux types. Le premier type regroupe les travaux qui ont porté sur la comparaison du taux de fragilisation par hydrogène des différents procédés de revêtement ou de mise en forme. Dans ce contexte, et particulièrement pour les revêtements électrolytiques, plusieurs travaux ont comparé le pouvoir fragilisant des revêtements dans le but de trouver un revêtement qui peut remplacer le cadmium dans le domaine aéronautique. Le revêtement de Zinc-Nickel a été proposé comme un alternative concurrente au cadmium dans ce domaine [2, 12, 14-16, 31, 32, 38, 39]. La plupart des travaux ont été basés sur des tests normalisés, tels que la Norme ASTM F 519. Parmi ces études, nous pouvons citer celle réalisée par D.A. Wright *et al.* Ils ont utilisé le test de chargement constant pendant 200h à 75 % de la charge à la rupture afin de détecter la fragilisation par hydrogène. Ils ont montré que le revêtement Zinc-Nickel peut remplacer adéquatement le cadmium pour des pièces aéronautiques [33, 40]. D'autres travaux ont utilisé un test de maintien de charge sur un anneau normalisé à 92% de sa limite à la rupture pendant 200h [15]. E. Beck *et al.* ont utilisé le test de chargement constant pendant 200h à 75 % de sa charge à la rupture et le test à faible vitesse de déformation en suivant la Norme ASTM F 519, accompagné par une analyse des facettes de rupture par MEB [34]. Ces travaux ont servi à développer le procédé ou à vérifier s'il est non fragilisant.

Les travaux de la seconde catégorie sont orientés vers le développement des paramètres d'un procédé qui soit le moins fragilisant possible. Des tests normalisés (Norme ASTM F519) et des images MEB de la microstructure ont été utilisés pour identifier si le matériau a été fragilisé ou non. On peut citer, dans ce cadre, le travail d'Eliaz, N. *et al* qui ont montré l'influence de l'étape de cuisson qui suit les traitements électrolytiques sur la fragilisation du matériau [35]. Dans son travail, Paatsch, W a étudié l'influence du temps de cuisson et de décapage acide qui précède l'application du revêtement, et il a trouvé que si le temps de décapage dépasse 60s, la quantité d'hydrogène diffusé est irréversible et on ne peut pas le dégager même avec un traitement thermique de 70 heures. De plus, la morphologie de la surface joue un rôle important, une surface très lisse favorisant le dégagement des bulles d'hydrogène et la formation d'un revêtement uniforme, inversement aux surfaces rugueuses [2].

Par ailleurs, s'agissant des paramètres revêtement, on peut citer les travaux de Wright *et al* qui ont utilisé la Norme ASTM F519 et le test à lent taux de déformation et le MEB. Ils ont montré que le revêtement Zn-Ni, avec un pourcentage de Nickel compris entre 12-14%, est acceptable par les normes aéronautiques comme revêtement non fragilisant par hydrogène.

On peut mentionner également quelques travaux qui ont utilisé des tests de fatigue, telles que les études de Voorwald *et al.* qui ont porté sur trois épaisseurs de revêtement Zn-Ni. Les tests de fatigue ont été réalisés à une fréquence de 50 Hz et un rapport de charge $R = -1$. La micrographie des faciès de rupture a montré que le revêtement présentant une épaisseur de 7 à 12µm est le moins fragilisant par hydrogène [32].

1.6. Étude de l'endommagement des matériaux par émission acoustique

1.6.1. Introduction

L'AFNOR[41] définit l'Émission acoustique (EA) comme un « *phénomène de libération d'énergie élastique sous forme d'ondes élastiques transitoires au sein du matériau durant des processus dynamiques de déformation* ». Par extension, le terme émission acoustique désigne également la discipline scientifique et la technique de mesure du phénomène. L'AFNOR en précise alors le principe de la façon suivante : « *L'EA détecte principalement les modifications internes évolutives sous l'effet de l'application d'une sollicitation. Ces phénomènes résultant souvent de mécanismes irréversibles, un examen significatif devra dans la plupart des cas tenir compte de l'histoire de la structure. Enfin, cet examen ne vise en aucun cas à donner une image d'un défaut, mais à graduer l'importance de son évolution et dans certains cas à évaluer la nocivité de l'endommagement. L'examen peut en revanche fournir une localisation de la source d'EA. La technique est essentiellement comparative.* »

La signature acoustique dépend du matériau, qui génère son propre signal définissant l'évolution de son endommagement. Le matériau doit être sollicité (active) pour détecter un

signal puisque cette technique ne permet que de détecter les défauts actifs ou leur évolution. Par ailleurs, elle permet de localiser la fissure, mais sans donner une idée sur sa taille.

Les signaux émis par le matériau sont transmis au capteur piézoélectrique qui transforme l'onde élastique en un signal électrique. Ses caractéristiques sont liées à celles de la source qui sera amplifiée puis enregistrée. Pour cela, il est très important de bien choisir les paramètres du système d'acquisition pour qu'ils soient adaptés au matériau et à sa géométrie.

1.6.2. Signal acoustique

Un événement acoustique correspond à un micro-déplacement qui produit une onde élastique transitoire au sein d'un matériau.

On distingue deux types d'acquisitions selon la fréquence d'apparition des événements :

- L'émission acoustique par salves (appelée aussi discontinue) : c'est la succession d'ondes oscillatoires amorties séparées les unes des autres dans le temps, ces événements peuvent être localisés.
- L'émission continue : c'est un signal stationnaire qui contribue à l'augmentation de bruit de fond, d'une amplitude moyenne ou peu élevée. Il est associé à des événements microscopiques peu énergétiques mais très fréquents dans le temps.

1.6.3. Chaîne d'acquisition

L'apparition d'un événement acoustique est déterminée par la propagation d'une onde élastique dans le matériau. Au moment où elle atteint la surface, elle sera transformée à un signal électrique par les capteurs piézoélectriques. Ce signal sera amplifié puis transmis à travers la chaîne d'acquisition au système d'analyse, comme le montre la Figure .1.5.

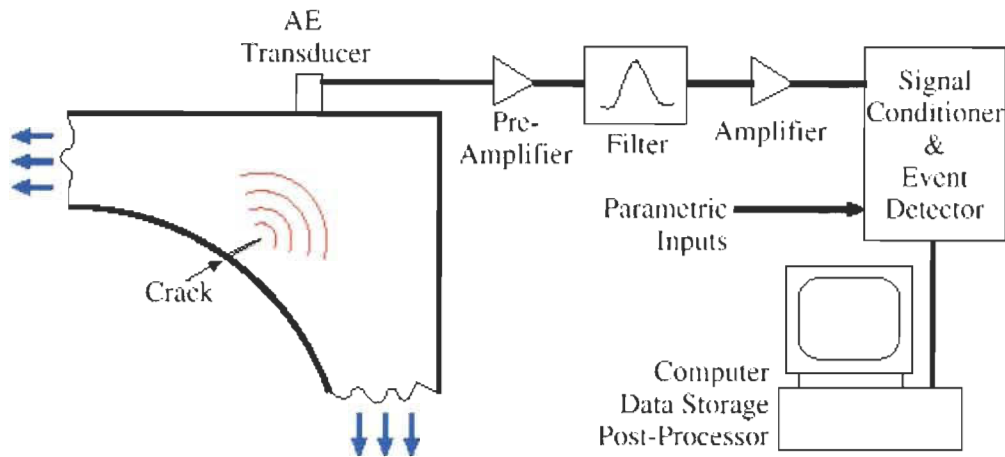


Figure 1.5 : Chaîne d'acquisition [42]

La fréquence d'une onde élastique détectée varie entre 20 KHz et 1MHz. Trois paramètres temporels sont à considérés PDT, HDT et HLT:

PDT : assure une identification correcte du pic du signal pour les mesures du temps de montée et de l'amplitude maximale d'une onde.

HDT : assure que chaque signal d'émission acoustique provenant de la structure est considéré comme une seule salve.

HLT : le système occulte les échos, et la vitesse d'acquisition peut être augmentée.

1.6.4. Caractéristiques du signal acoustique

Les informations contenues dans les signaux de l'EA sont extraites à partir des traitements spécifiques. Dans le cas d'une émission par salves, la démarche générale mise en œuvre consiste à mesurer et à extraire plusieurs grandeurs du signal. Il s'agit d'établir une corrélation

entre les mécanismes physiques à la source de l'EA et les caractéristiques des signaux obtenus. La Figure 2.6 montre les principales caractéristiques du signal.

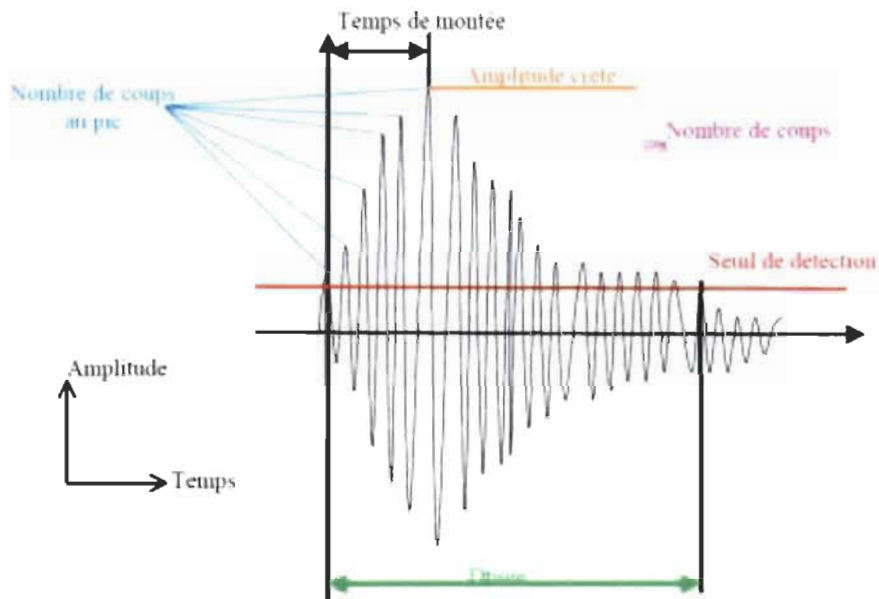


Figure 1.6 : Caractéristiques du signal [3]

Voici quelques définitions utiles [43].

- L'amplitude crête, exprimée en V, est l'amplitude maximale atteinte par le signal sur une durée bien définie.
- La durée, exprimée en μs , est le temps qui sépare le premier et le dernier dépassement de seuil.
- Le nombre de coups est le nombre de franchissements de seuil par le signal sur toute sa durée.
- Le nombre de coups au pic est le nombre de franchissements de seuil par le signal entre le premier dépassement de seuil et l'amplitude maximale.
- Le temps de montée, exprimée en μs , est le temps qui sépare le premier dépassement de seuil et l'amplitude crête du signal.

- La fréquence moyenne, exprimée en Hz, est le nombre de coups d'une salve divisé par sa durée.
- La fréquence au pic, exprimée en Hz, est la fréquence du signal entre le premier dépassement de seuil et l'amplitude crête.
- La fréquence à la décroissance, exprimée en Hz, est la fréquence du signal en phase d'amortissement.
- L'énergie d'une salve, exprimée en V.s, est l'aire de l'enveloppe du signal.
- L'énergie absolue d'une salve, exprimée en Joule, est l'énergie vraie. Il correspond l'intégrale du signal au carré sur la durée de la salve.

Le dispositif d'émission acoustique utilisé dans ce travail est de marque Mistras. Il est composé des capteurs piézoélectriques reliés à des amplificateurs. Après amplification du signal, ce dernier sera transmis à une carte PCI qui transmet les données à un logiciel (AEwin) qui permet de gérer les informations (Figure 1.7).

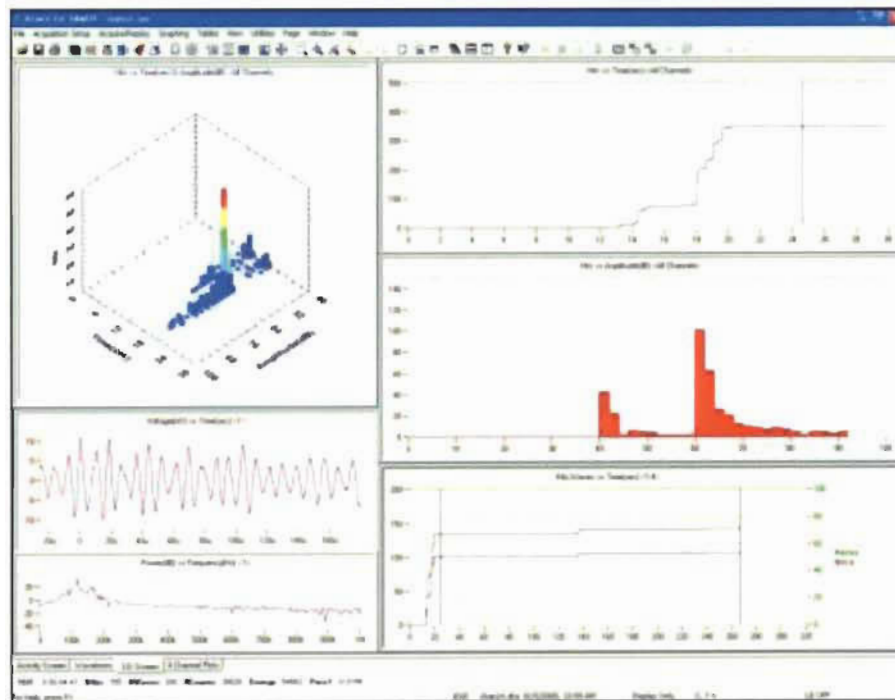


Figure 1.7 : Interface du logiciel AEwin

La carte PCI peut être branchée à quatre capteurs acoustiques. Elle contient huit entrées de paramètres et quatre filtres passe-haut et passe-bas et une bande passante de 10Khz à 2Mhz.

1.6.5. Application de l'émission acoustique

a) Cas de l'acier

Plusieurs recherches ont porté sur l'étude de l'endommagement des aciers en utilisant la technique d'émission acoustique. La majorité des études ont montré que le mouvement des dislocations (plasticité) est le premier mécanisme détecté avec des amplitudes faibles, qui varient de 30 à 60 dB. L'accumulation des dislocations provoque l'initiation des microfissures, caractérisées par des amplitudes plus élevées de 50 dB à 80 dB. Ces derniers sont suivis par une propagation caractérisée par des amplitudes plus intenses, qui peut atteindre 100 dB, comme le montre la Figure 1.8 [44-46].

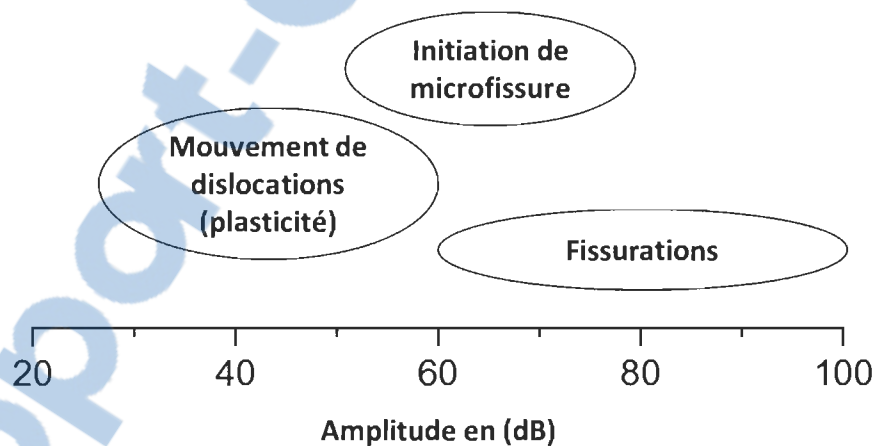


Figure 1.8 : Echelle de processus d'émission acoustique

b) Cas de fragilisation par hydrogène

Peu d'études ont porté sur la fragilisation par hydrogène des aciers à haute résistance. Ces études n'ont pas spécifié les mécanismes résultant de la fragilisation. Deux études [25, 27] ont montré que la fragilisation augmente l'activité acoustique. Une autre étude dans laquelle

l'auteur a appliqué l'émission acoustique à un test de fluage en flexion, a montré que les événements dus à la fragilisation se produisent à des amplitudes variant entre 35 et 55 dB, et qu'ils sont suivis par une propagation de fissure d'amplitude 60 à 100 dB [37].

1.7. Conclusion

Globalement, on remarque que plusieurs études ont été menées pour étudier la fragilisation par hydrogène et plus particulièrement celles sur les revêtements électrolytiques : Zinc-Nickel. Notre travail s'inscrit dans la continuité de ces travaux où les tests de contrôle de la fragilisation seront réalisés tout en les couplant à l'émission acoustique en respectant la Norme ASTM F519 sur des éprouvettes revêtues avec du Zinc-Nickel. L'objectif est le développement d'une méthode non destructive, permettant d'étudier la sensibilité des paramètres d'un procédé de revêtement anticorrosion dans la tenue en fluage d'un acier à haute résistance. Dans ce travail, trois lots d'éprouvettes seront étudiés : un lot non revêtu et deux autres revêtus avec du Zinc-Nickel.

Chapitre II : Procédures expérimentales et test de caractérisation quasi-statique

2.1. Introduction

Dans ce chapitre, nous allons présenter les procédés expérimentaux et la méthodologie que nous avons utilisée. De plus, nous exposerons les résultats des tests de traction qui ont été réalisés sur des éprouvettes de référence, dans le but de déterminer leurs propriétés mécaniques (résistance à la rupture, limite élastique, empreinte acoustique, et mode d'endommagement, etc).

2.2. Instruments et méthodologie

Le but de ce travail est de minimiser le temps du test de fluage utilisé pour prédire si les traitements subis par les éprouvettes est fragilisant par hydrogène ou non. L'idée est de coupler les tests de fluage avec l'émission acoustique pour prédire l'occurrence d'une rupture prématurée des éprouvettes. Pour ce faire, trois lots d'éprouvette ont été fournis par Technikrome.

Le premier lot de référence (lot vierge), est composé de huit éprouvettes qui n'ont pas subi un traitement électrolytique.

La moitié de ce lot a été utilisée pour déterminer les propriétés mécaniques, en traction. De plus, les essais de traction ont permis de déterminer l'empreinte acoustique des mécanismes de rupture de cet acier.

La deuxième moitié de ce premier lot a été testée en fluage conformément à la Norme ASTM F519 (Figure 2.1)

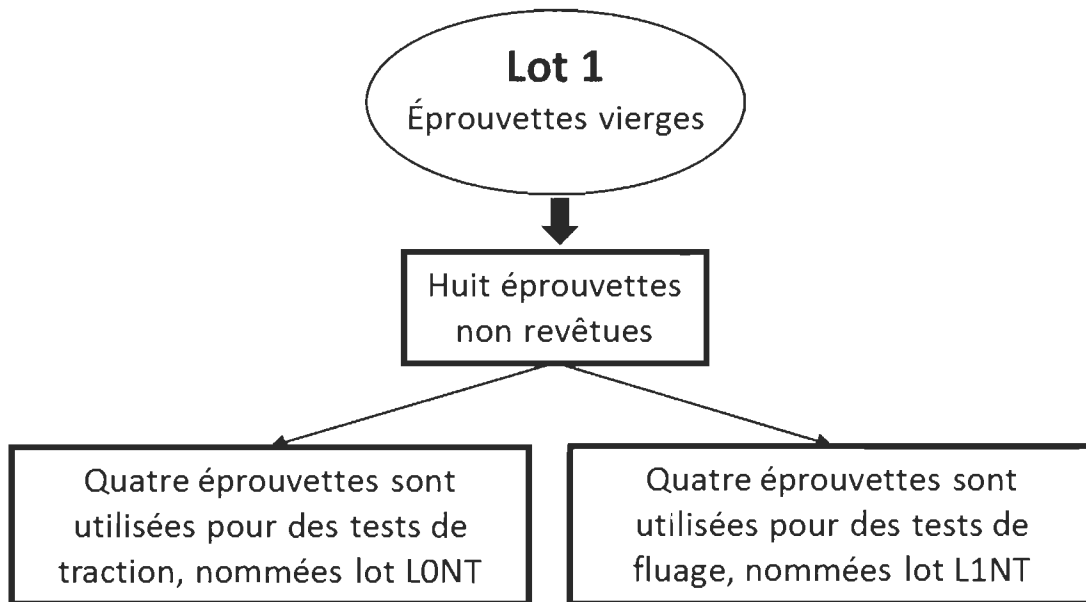


Figure 2.1 : Organigramme explicatif du lot 1

Le deuxième lot fragilisé est composé de huit éprouvettes qui ont subi des traitements électrolytiques dans le but d'appliquer un revêtement de Zn-Ni tout en favorisant la fragilisation par hydrogène.

Le troisième lot non fragilisé est composé de huit éprouvettes qui ont subi des traitements électrolytiques dans le but d'appliquer un revêtement de Zn-Ni, où ces traitements sont considérés comme non fragilisants par hydrogène selon les normes aéronautiques.

Ces deux lots (Figure 2.2) vont servir pour réaliser des tests de fluage en respectant la Norme ASTM F519

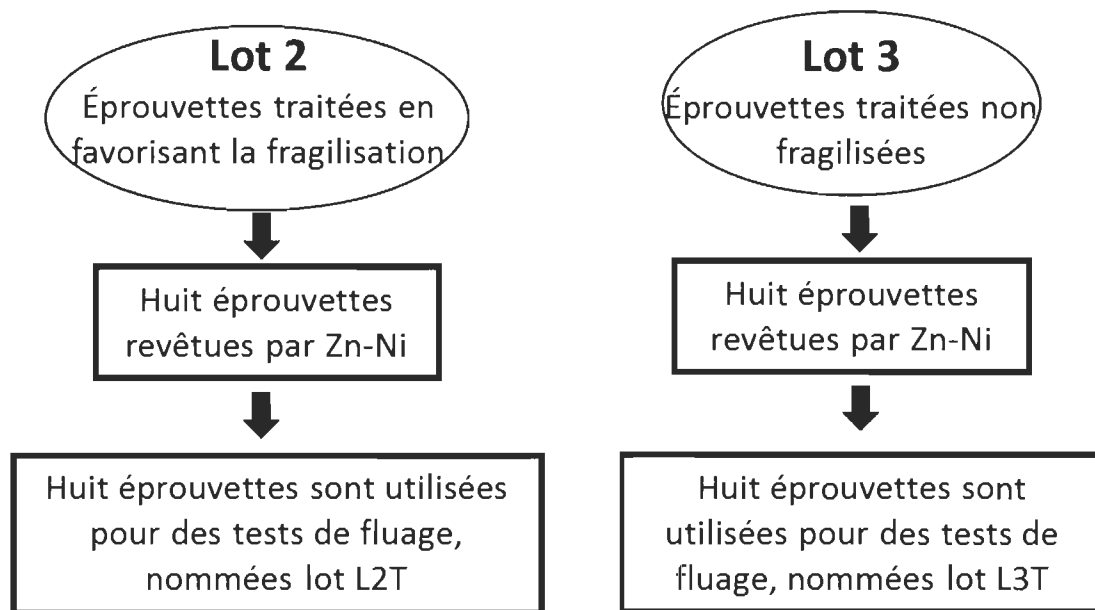


Figure 2.2 : Organigramme explicatif des lots 2 et 3

Les éprouvettes qui ont réussi à passer le test de fluage sans être rompues, ont été utilisées pour faire un test de longue vitesse de déformation (test des paliers) conformément à la Norme ASTM F1624.

2.2.1. Matériaux et éprouvettes

L'acier AISI 4340 est un acier à haute résistance utilisé dans la fabrication des trains d'atterrissage des avions. La composition chimique de cet acier est décrite sur le Tableau 2.1. De plus, cet acier présente une bonne tenue mécanique, qui peut être influencée lors de son contact avec l'hydrogène.

Tableau 2.1 : Composition chimique de l'AISI 4340

Éléments	C	Mn	P	S	Si	Ni	Cr	Mo
	0.38	0.60			0.15	1.65	0.70	0.20
Compositions en %	-	-	0.035 max	0.040 max	-	-	-	-
	0.43	0.80			0.35	2.00	0.90	0.30

Les éprouvettes utilisées sont de type a1.1, comme indiqué par la Norme ASTM F519-13, Figure 2.3.

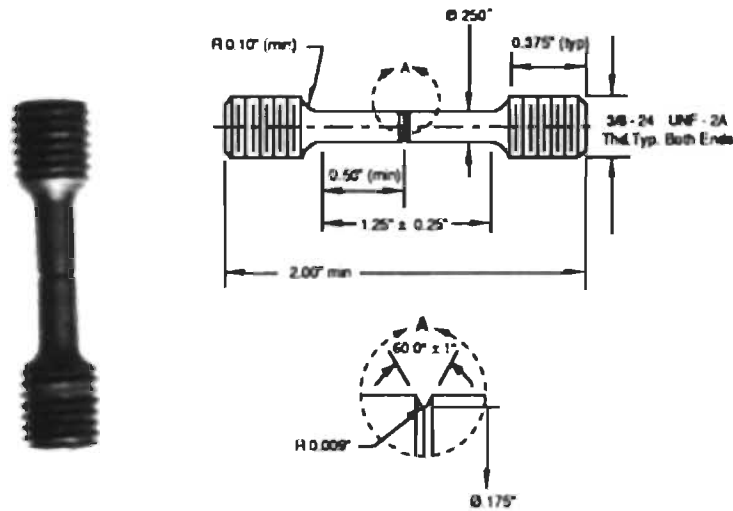


Figure 2.3: Éprouvette de type a1.1

Les mesures des diamètres des éprouvettes utilisées dans ce travail ont montré qu'ils se situent bel et bien dans l'intervalle de tolérance dimensionnelle fixé par la Norme ASTM F519.

La Figure 2.4 présente la comparaison entre les diamètres mesurés sur des éprouvettes utilisées dans ce travail et un lot d'éprouvettes utilisées par Technikrome. La Loi de la distribution normale (Loi de Gauss) a été appliquée pour cette comparaison. Cette loi dépend de deux paramètres μ et σ qui représentent l'écart-type et l'espérance, respectivement [47].

Cette loi est donnée par l'expression suivante :

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

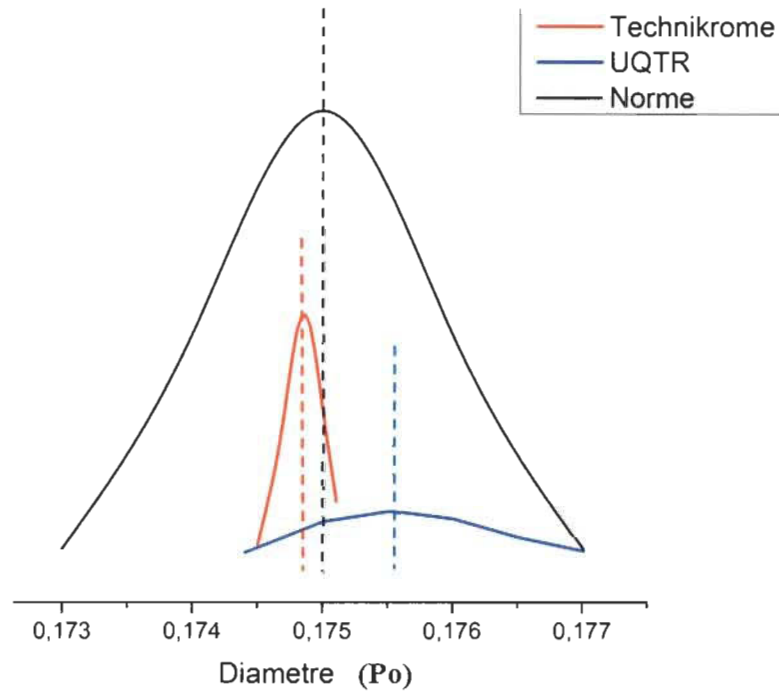


Figure 2.4 : Dispersion des diamètres d'éprouvettes

2.2.2. Machine de traction

Les essais de traction ont été réalisés sur une machine électromécanique Instron, équipée d'une cellule de charge de 150 kN (Figure 2.5), et la déformation a été mesurée avec un extensomètre d'une longueur $l_0 = 10$ mm.

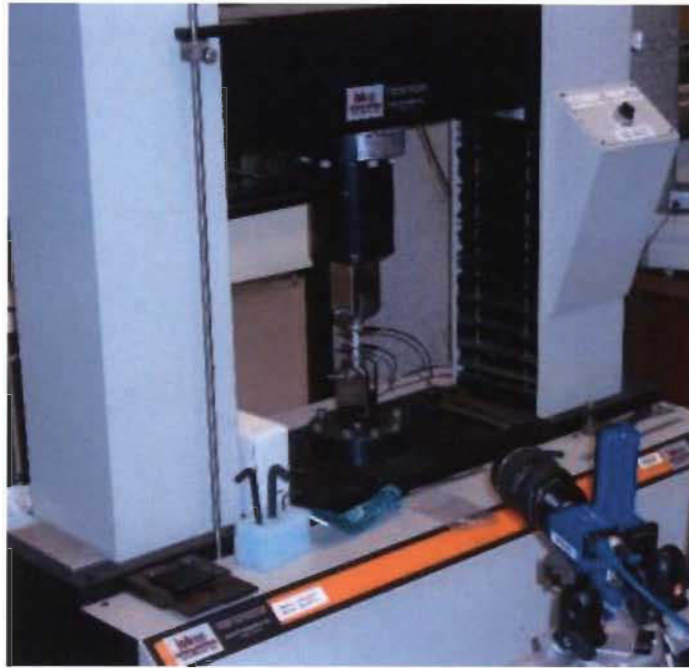


Figure 2.5: Machine Instron

Le maintien des éprouvettes est assuré par un dispositif de mise en position (Figure 2.6). Le dispositif est composé d'une pièce en forme de U l'éprouvette est attachée au dispositif à l'intermédiaire d'un trou fileté. Un axe de chape permet la liaison des deux pièces décrites précédemment. L'axe est maintenu en place par deux goupilles insérées dans deux trous situés à son extrémité.



Figure 2.6: Dispositif de mise en position et maintien des éprouvettes

2.2.3. Technique d'émission acoustique

L'émission acoustique a été utilisée pour mesurer l'évolution et les mécanismes d'endommagement pendant les essais statiques. Pour les essais de traction, quatre capteurs acoustiques ont été fixés sur chaque éprouvette testée, Figure 2.7. Seuls les événements localisés entre les capteurs placés dans la longueur utile des éprouvettes ont été pris en compte.



Figure 2.7: Installation des capteurs sur l'éprouvette

Les signaux seront classifiés selon leurs amplitudes, le nombre de coups, la durée et la fréquence. Enfin chaque groupement d'événements sera attribué à un mécanisme d'endommagement.

2.2.4. Microscope électronique à balayage

L'utilisation du microscope électronique à balayage permet de fournir des images topographiques représentatives de la microstructure du matériau. Cette technique consiste à bombarder la matière avec un faisceau électrique après avoir mis l'échantillon sous vide. Au moment de la mise en contact du faisceau électrique avec la matière, des électrons secondaires, des rayons X, des électrons rétrodiffusés, des électrons Auger sont émis, comme le montre la Figure 2.8.

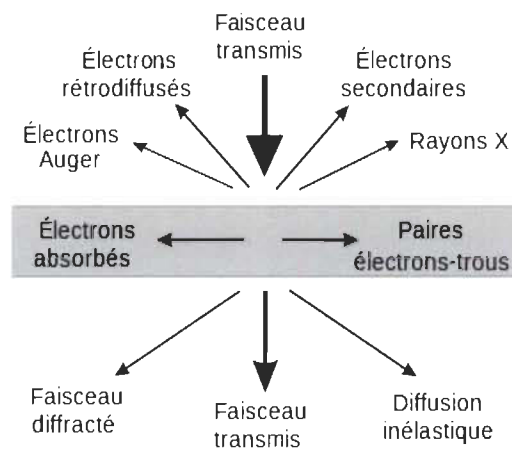


Figure 2.8: Radiations pouvant être émises lors de l'interaction entre le faisceau d'électrons et l'échantillon

Après un balayage point par point de la surface, plusieurs mesures ont été effectuées : des mesures du nombre des électrons rétrodiffusés, des électrons secondaires ou celle de la longueur d'onde des rayons X. Ces mesures varient selon la morphologie de la surface en fournissant une image numérique [48, 49].

2.2.5. Camera CCD

Le dispositif est composé de deux caméras de marque Vision™ qui permet, à l'aide du logiciel Vision, de prendre des photos pour une fréquence donnée. Ce logiciel permet de calculer le champ de déformation en 2D ou en 3D selon le besoin (Figure 2.9).

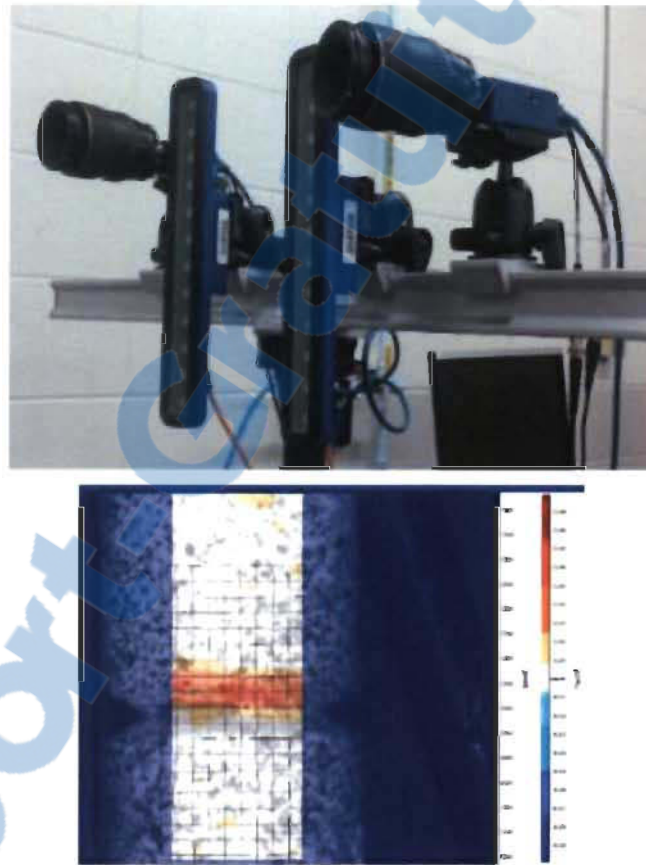


Figure 2.9: Camera CCD

Le champ de déformation de Lagrange est calculé à partir d'un champ de déplacement déterminé par la méthode de corrélation d'image. Au cours des tests réalisés en traction, deux caméras CCD ont été utilisées pour des mesures en 3D. La comparaison des résultats de

déformation donnés par l'extensomètre et système CCD a montré que les résultats sont comparables et très proches (Figure 2.10).

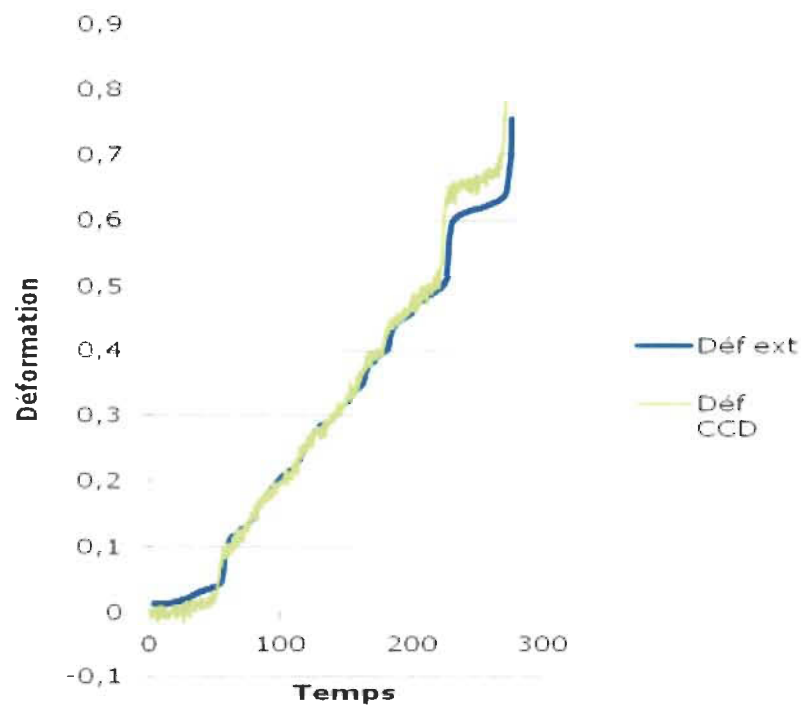


Figure 2.10: Courbe de la déformation en fonction du temps

2.3. Test réalisé

Les tests de traction ont été réalisés dans le but de déterminer les propriétés mécaniques et les modes d'endommagement de l'acier étudié dans ce travail. Les essais sont réalisés à une vitesse de chargement équivalente à 0,2 mm/min, couplé à l'émission acoustique. D'autres tests ont été effectués afin de déterminer la dureté Rockwell C en utilisant une machine de micro-dureté de type LECO modèle RT-120.

Le lot L0NT est composé de quatre éprouvettes non traitées et non testées, de type a1.1 (Norme ASTM F 519) et de longueur 38.1 mm (1,5 Po). Les éprouvettes sont identifiées selon un code comme l'indique le Tableau 2.2.

Tableau 2.2 : Lot des éprouvettes non traitées

Eprouvette	1	2	3	4
Nom	L0NT1	L0NT2	L0NT3	L0NT4

Les tests de traction ont été faits conformément à la Norme ASTM E466 en contrôlant la déformation. Quatre capteurs acoustiques ont été placés sur l'éprouvette, et un extensomètre ou la caméra CCD ou les deux ensembles ont été utilisés pour la mesure du champ de déformation (Figure 2.11).

Enfin, nous avons pris des images MEB pour évaluer les faciès de rupture dans le but d'identifier la nature de ce dernier et une éventuelle corrélation avec les mécanismes détectés par émission acoustique.

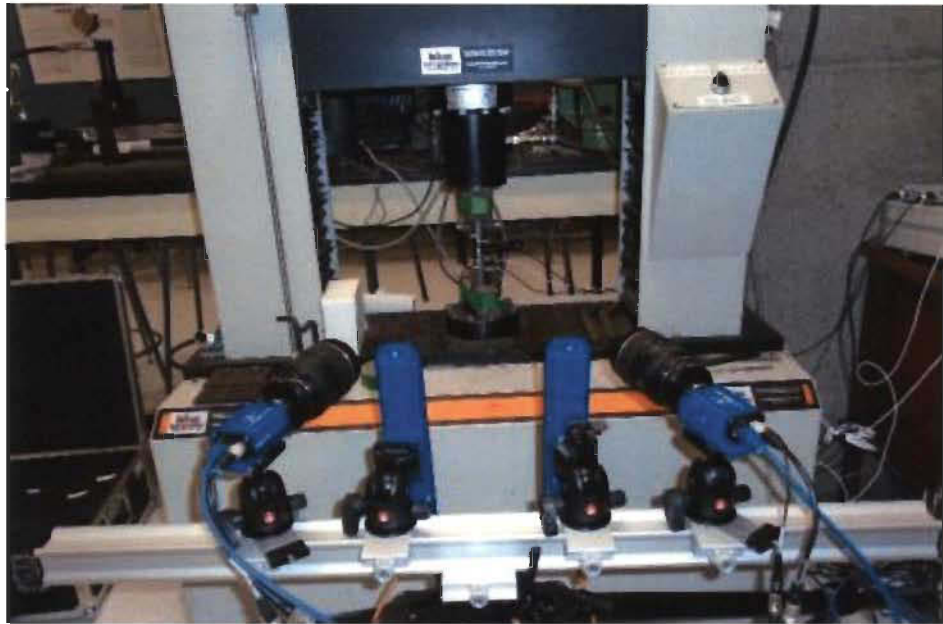


Figure 2.11 : Essai de traction

2.4. Résultat des tests de traction

La courbe de traction jusqu'à la rupture d'un matériau est une caractéristique importante à prendre en considération au cours d'un test mécanique. Cette propriété est souvent utilisée dans le calcul de la charge de maintien au cours des tests de fluage, ainsi que dans le suivi de la signature acoustique, qui permettra d'identifier les différents mécanismes d'endommagement et leurs évolutions.

Quatre éprouvettes ont été testées en traction dans le but de régler les paramètres acoustiques. Les résultats de ces éprouvettes (voir Annexe) n'ont pas été pris en compte dans cette étude à cause de leurs géométries qui présente une différence avec les éprouvettes des lots 1, 2 et 3.

2.4.1. Propriétés mécaniques

Dans ce lot, quatre éprouvettes ont été testées en traction. La Figure 2.12 présente les courbes de contrainte en fonction de la déformation de ces éprouvettes.

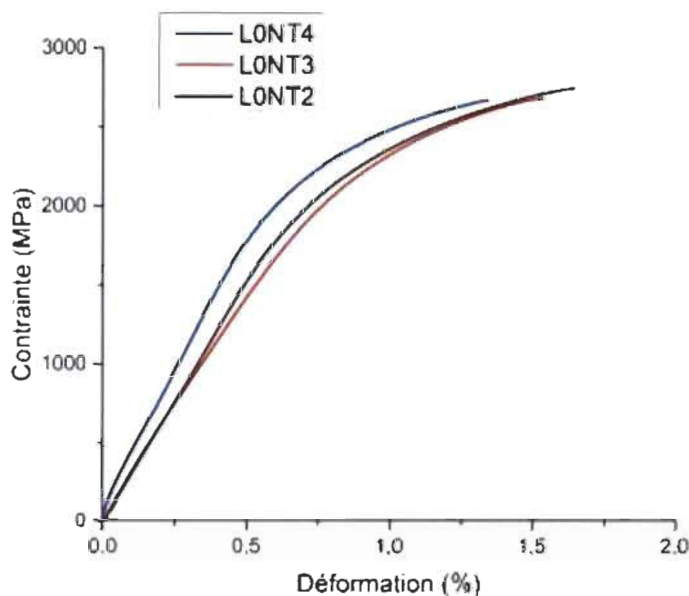


Figure 2.12: Courbes de traction du lot LONT

En premier lieu, le comportement des éprouvettes est linéaire jusqu'à une déformation de 0,7 %. Une deuxième phase au-delà de cette valeur de déformation est observée, où la courbe perd sa linéarité initiale traduisant ainsi le début de la déformation plastique jusqu'à la rupture finale des éprouvettes.

Le décalage entre la courbe de l'éprouvette LONT4 et les autres est dû à la différence de la pré-charge. Au cours du test de l'éprouvette LONT1, l'enregistrement de la déformation par la camera CCD a été interrompu. Néanmoins, la charge à la rupture de cette éprouvette est indiquée dans le Tableau 2.3.

Tableau 2.3 : Dureté de Rockwell, contraintes et déformations à la rupture pour les quatre éprouvettes testées

Échantillons	Diamètre de la section entaille en mm	Déformation en %	Force ultime en KN	Contrainte ultime en MPa	Dureté
L0NT1	4.470	-	42.1	2681.5	47.62 ±0.33
L0NT2	4.495	1.497	43.7	2753.9	50.57 ±0.18
L0NT3	4.470	1.530	42.16	2685.5	50 ±0.3
L0NT4	4.470	1.335	41.95	2672.45	50.05 ±0.5
Moyenne	4.476	1.413	42.47	2698	49.56
ratio	0.28 %	7.17 %	1.93 %	1.38 %	2.66

Le matériau étudié est caractérisé par une contrainte moyenne à la rupture de 2698 MPa, avec un très faible écart-type et un coefficient de variation égal à 1.38 %. Nous avons obtenu une valeur moyenne de déformation à la rupture de 1.41%, avec un faible écart-type et un coefficient de variation égale à 7.17 %. La valeur moyenne de la dureté est égale à 49.56 HRC, avec un coefficient de variation autour de 2.66%. Globalement, ces résultats sont conformes aux résultats obtenus par Tecnikrome.

a) Émission acoustique

En dépit de la ressemblance au niveau des résultats acoustiques issus des essais sur les quatre éprouvettes, les figures qui vont être présentées ne concernent que l'éprouvette L0NT2.

La signature acoustique du matériau étudié est présentée dans la Figure 2.13. L'évolution de l'activité acoustique est caractérisée par une localisation d'événements dès le premier chargement du matériau. Au-delà de 0.3 % de déformation, cette activité est caractérisée par un faible nombre d'évènements détecté et demeure négligeable jusqu'à une déformation

proche de la contrainte ultime. Les événements localisés dans la partie élastique ont une amplitude comprise entre 30 et 45dB.

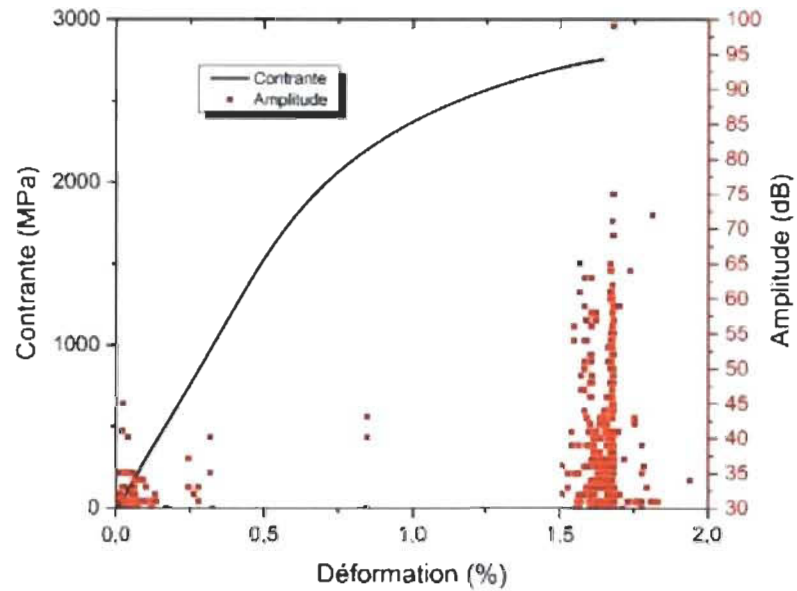


Figure 2.13: Courbe de traction et de l'amplitude de l'éprouvette L0TN2

Le contenu fréquentiel de ces événements enregistrés au début de l'essai (≤ 35 Hz) ne correspond pas à ceux qui peuvent être liés à l'endommagement de l'acier (Figure 2.14).

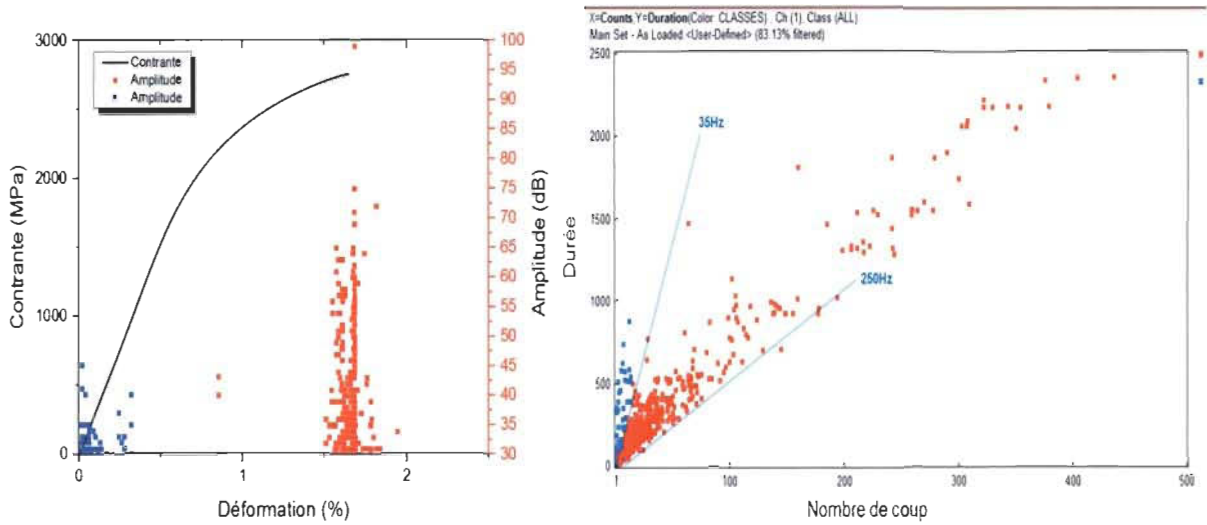


Figure 2.14: Continu fréquentiel des événements de l'éprouvette L0TN2

b) Analyse des faciès de rupture par MEB

Nous avons pris des images MEB pour les faciès de rupture de l'éprouvette L0NT 2 Elles sont illustrées à la Figure 2.15. La zone A présente la surface colorée en gris, et les zones B, C et D, la zone du même endroit coloré en blanc.

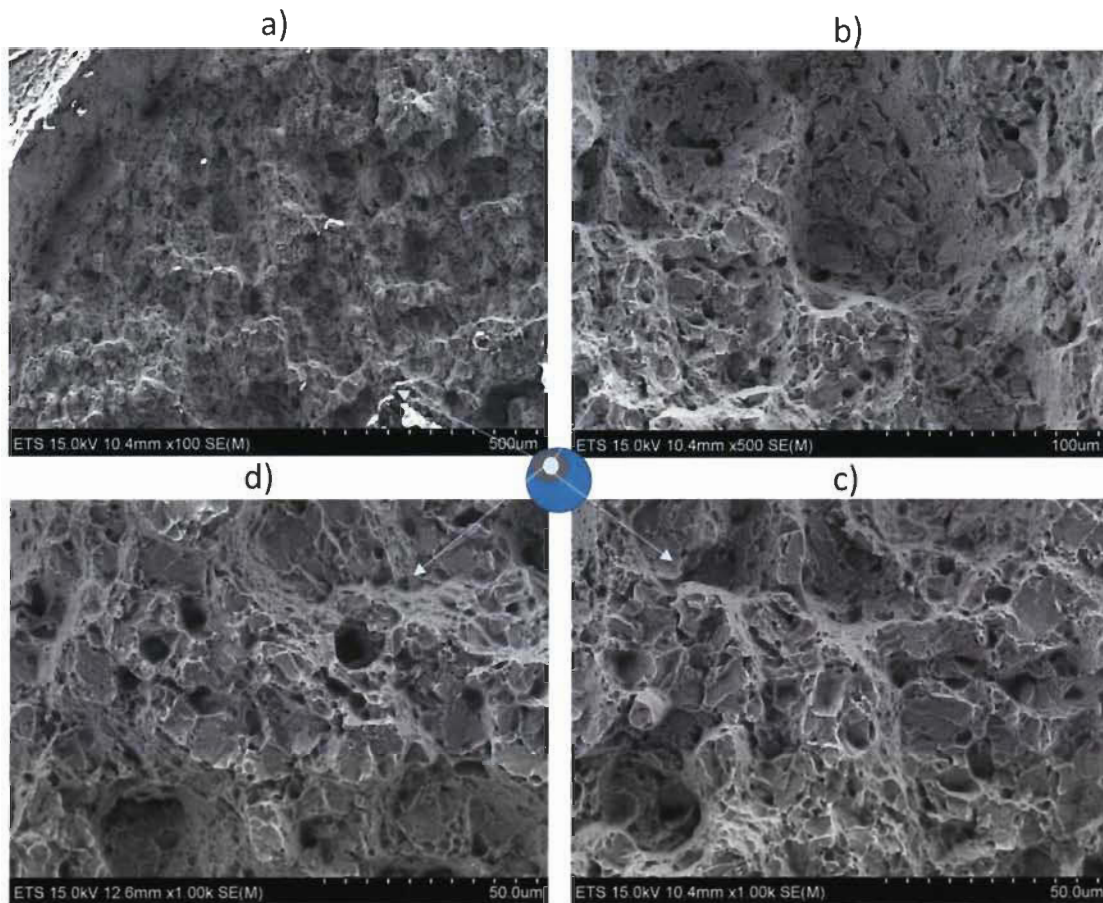


Figure 2.15: Image MEB pour éprouvette LONT2

La rupture est de nature mixte fragile-ductile. Une rupture par clivage et une rupture ductile caractérisée par des petites cupules sur toute la surface de rupture sont observées. Cette rupture est une caractéristique des faciès de rupture de l'acier à haute résistance appelée rupture normale dans le reste du mémoire.

2.4.2. Identification des mécanismes d'endommagement

La Figure 2.16 présente la localisation des événements acoustiques et le dispositif de l'essai de traction. Quatre capteurs ont été utilisés pour le suivi de l'essai. Deux capteurs placés directement sur l'éprouvette dans la partie utile et deux autres placés à l'extérieur de cette

zone. Cette méthode a permis de filtrer des signaux émanant de l'extérieur de la zone utile de l'éprouvette.

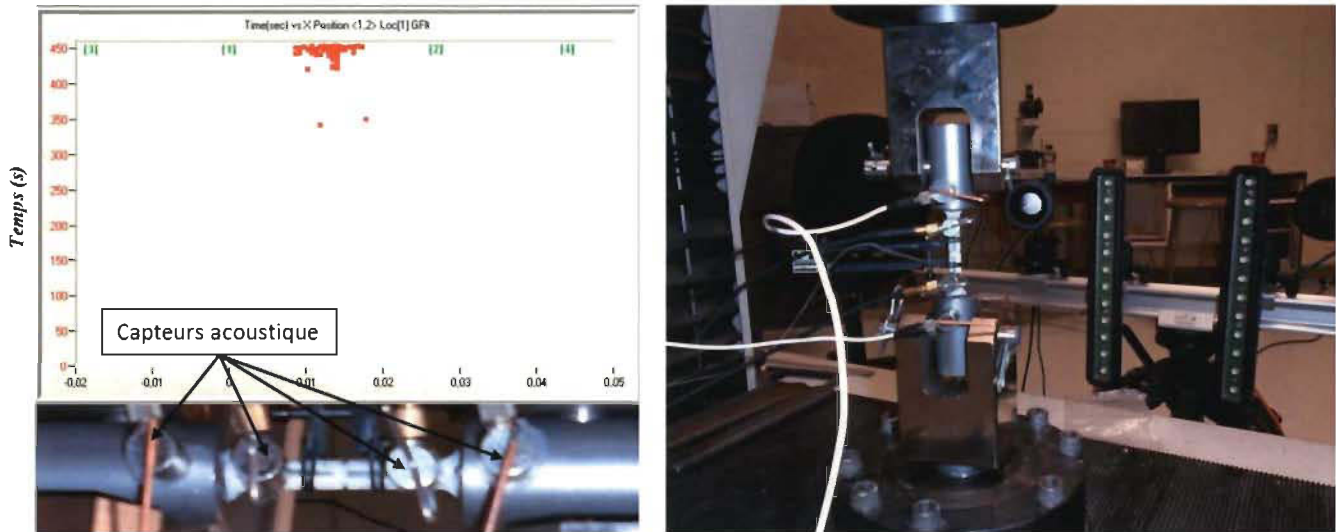


Figure 2.16: Localisation des événements acoustiques de l'éprouvette LOTN2

La courbe d'énergie cumulée en fonction du temps (Figure 2.17) présente trois pentes caractéristiques. La première pente est de faible énergie et elle commence après 300 s, ce qui correspond au début de la zone plastique présentée dans la Figure 2.18. Les événements correspondants sont attribués au mouvement des dislocations. La deuxième pente commence juste avant la rupture caractérisée par une énergie cumulée plus importante. Cette dernière est suivie par une troisième pente plus prononcée concluant la rupture finale de l'éprouvette.

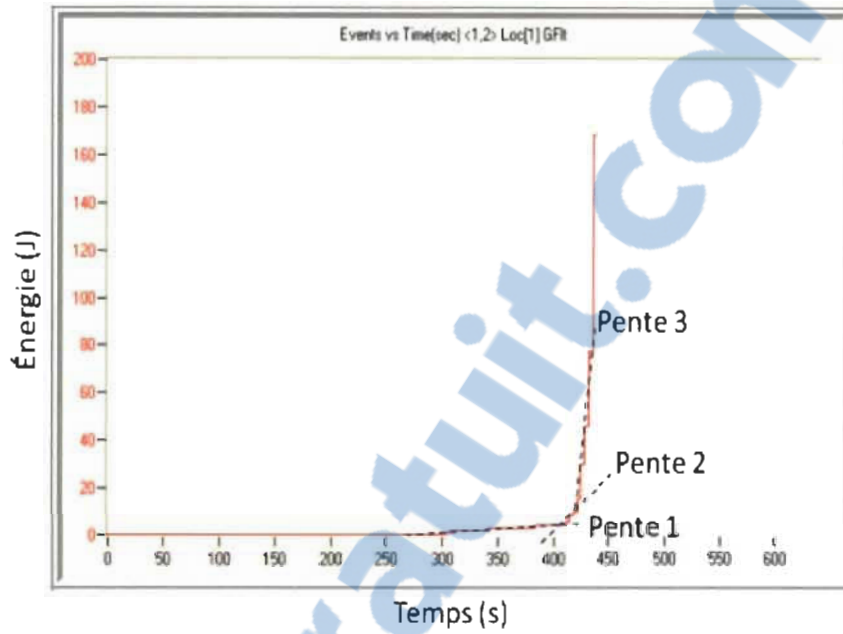


Figure 2.17: Courbe de l'énergie acoustique en fonction du temps de l'éprouvette L0TN2

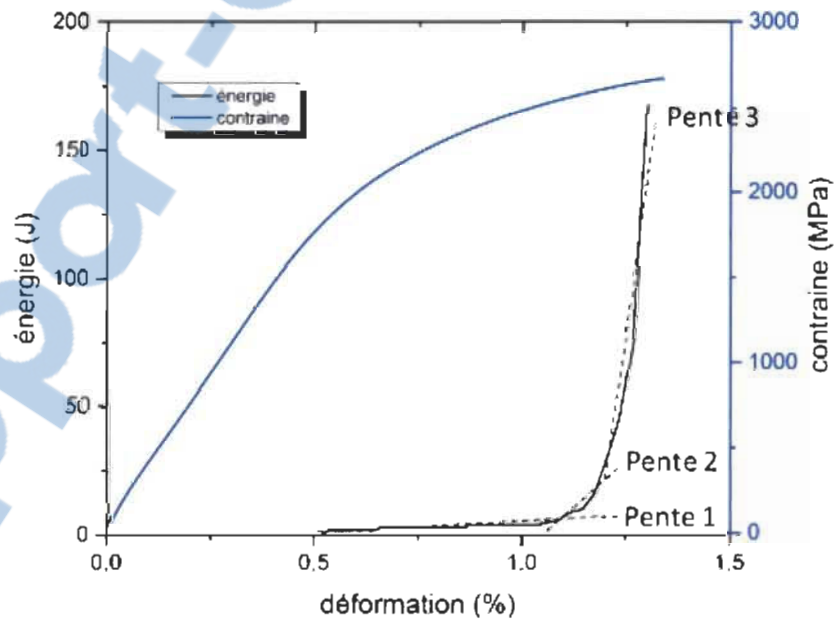


Figure 2.18: L'énergie acoustique en fonction de la déformation de l'éprouvette L0TN2

Les Figures 2.19 et 2.20 présentent la signature acoustique des mécanismes d'endommagement. Nous avons identifié trois mécanismes d'endommagement, en nous basant sur l'amplitude des événements acoustiques (Figure 2.19 (a)). Le premier mécanisme qui peut être lié à la déformation plastique affiche des amplitudes qui varient entre 30 dB et 50 dB. Le deuxième mécanisme traduisant l'initiation des microfissures montrent des amplitudes qui varient entre 45 dB et 70 dB. Le troisième mécanisme mettant en évidence l'initiation des fissures est caractérisé par des amplitudes qui varient entre 70 dB et 90 dB. De plus, il est clairement observé à partir de la Figure 2.19 (b) que la fréquence de la majorité des événements varie entre 30 KHz et 200 KHz. Cette observation est conforme aux résultats obtenus par Barsoum *et al.* pour des essais effectués sur des aciers [44] tableau 2.5. La Figure 2.20 (a) présente la variation de durée d'un événement acoustique en fonction de son nombre de coups. Nous constatons que cette variation est linéaire. Sur cette figure, nous avons utilisé un code de couleur correspondant aux intervalles des amplitudes déterminées précédemment pour mieux indiquer les différents événements acoustiques. Cela a permis d'identifier les intervalles des durées et des nombres de coups des événements acoustiques de chaque mécanisme.

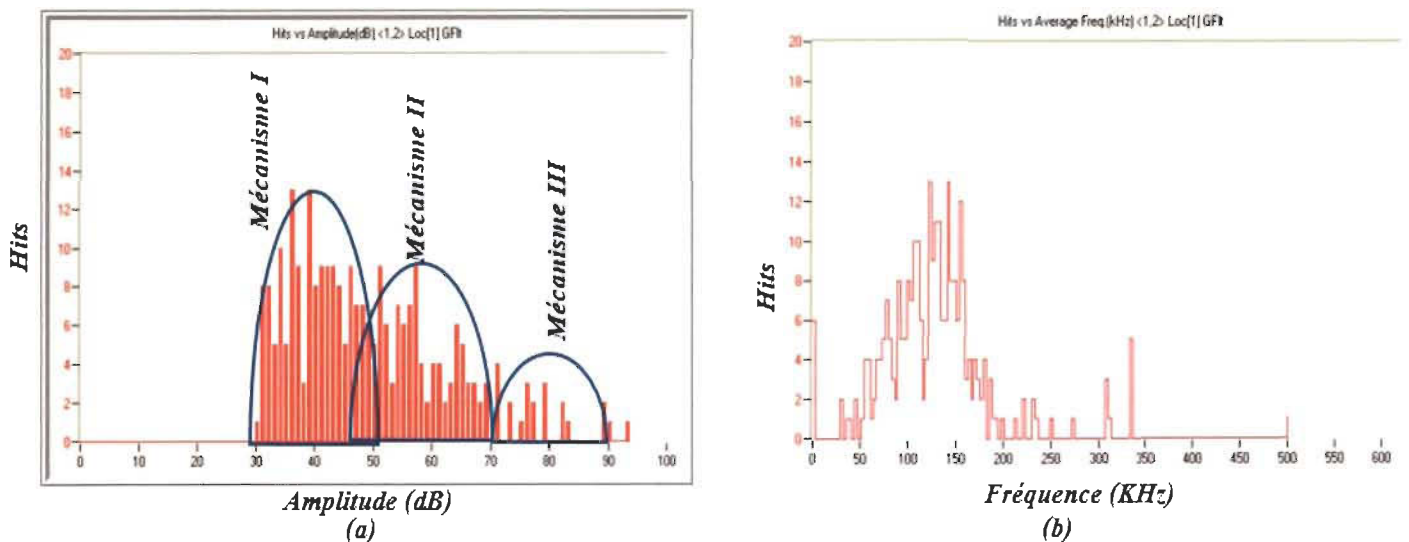


Figure 2.19: Distinction des événements acoustiques de l'éprouvette L0TN2, (a) Histogramme des amplitudes, (b) fréquences

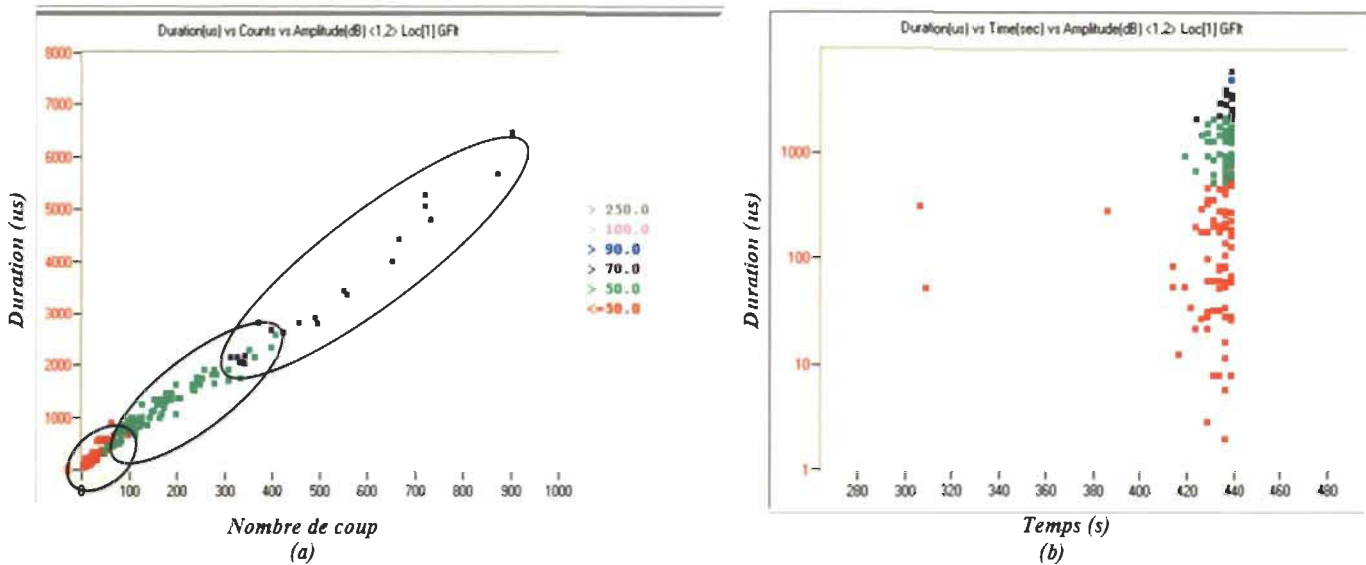


Figure 2.20: Distinction des événements acoustiques en fonction de leur durée et du nombre de coups de l'éprouvette L0TN2, (a) durée des événements en fonction du nombre de coups, (b) durée des événements en fonction du temps.

Le premier mécanisme présente une durée de 10 à 900 μs , et un nombre de coups compris entre 10 à 90. Le deuxième mécanisme est caractérisé par des durées de 800 à 3800 μs et un nombre de coups de 90 à 550. Le troisième mécanisme est caractérisé par des durées de 2000 à 6200 μs et un nombre de coups de 380 à 920.

L'empreinte acoustique de chaque mécanisme d'endommagement identifiée par émission acoustique est résumée sur le Tableau 2.4

Tableau 2.4 : Caractérisation des mécanismes acoustiques

Mécanisme	Amplitude en dB	Durée en μ s	Nombre de coups
I : déformation plastique	30 à 50	10 à 900	10 à 90
II : initiation de microfissure	45 à 70	800 à 3800	90 à 550
III : fissuration	70 à 90	2000 à 6200	380 à 920

Tableau 2.5 : Caractérisation des mécanismes acoustiques dans la littérature

Auteur	Amplitude en dB	Fréquence en KHz	Mécanisme
Barsoum, Fady F <i>and al</i> [44]	30 à 50	30 à 200	Mouvement de dislocations
	50 à 80		Initiation de microfissure
	85 à 100		fissurations
Wang, HW [46]	42 51	-	Mouvement de dislocations
	51 73		Initiation de microfissure
	73 84		fissurations
Ennaceur, C. [45]	40 64	-	Mouvement de dislocations
	50 80		Initiation de microfissure
	50 99		Propagation

En termes d'énergie, le Tableau 2.6 présente la contribution de l'énergie de chaque mécanisme dans la défaillance totale du matériau. Le premier mécanisme présente la plus faible énergie avec une moyenne de 8.65 $\mu\text{V.s}$ par événement, ce qui représente une moyenne de 2.6 % par rapport à l'énergie totale enregistrée. Le deuxième mécanisme est plus énergétique, avec une valeur moyenne équivalente à 145.7 $\mu\text{V.s}$ par événement, ce qui représente 39.4 % de l'énergie totale. Le troisième mécanisme, avec une valeur moyenne de 1302.1 $\mu\text{V.s}$ par événement, représente 58% de l'énergie totale.

Tableau 2.6: Caractéristique énergétique des événements localisés

Mécanisme	Energie moyenne par événement en $\mu\text{V.s}$	Contribution moyenne en % par rapport à l'énergie totale	Nombre des événements émis par rapport au nombre total en %
I	8.65	2.6	50
II	145.7	39.4	42.3
III	1302	58	7.75

Il est important de signaler que 50% des événements ont été causés par la plasticité, 42.25%, par l'initiation des microfissures, et 7.75% par des événements plus énergétiques attribués à l'initiation des fissures qui provoquent la rupture.

Chapitre III : Test de fluage

3.1. Introduction

Dans cette partie, nous allons nous intéresser aux tests qui permettent de déterminer si l'éprouvette est fragilisée par hydrogène ou pas. Pour atteindre cet objectif, nous avons testé trois lots d'éprouvettes en fluage à 75% de sa charge à la rupture pendant 200 heures, en respectant la Norme ASTM F519-M13. L'émission acoustique est utilisée pendant toute la durée du test. Les éprouvettes qui ont réussi le test ont subi un deuxième essai appelé test des paliers. Ce test consiste à maintenir l'éprouvette à 75% de sa charge à la rupture pendant 4 heures, suivi d'une augmentation de la charge de 5 % et un maintien pendant quatre heures jusqu'à 95 % de la charge à la rupture si l'éprouvette ne se casse pas avant (Figure 3.1). La vitesse de déplacement du mors est de 0.1 mm/min.

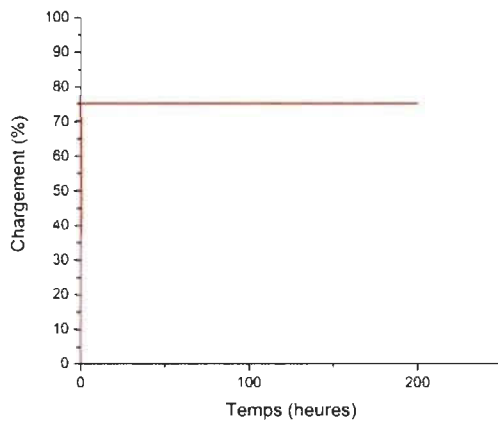


Figure 3.1a: test de maintien 200h

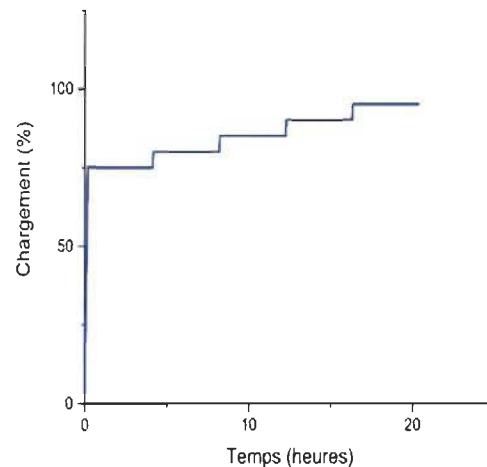


Figure 3.1b: test des paliers

Figure 3.1: Test réalisé

Nous avons testé simultanément deux éprouvettes du même lot comme le montre la Figure 3.2. Deux capteurs acoustiques ont été placés sur chacune des éprouvettes. La déformation a

été mesurée à l'aide d'un extensomètre monté sur l'une des deux éprouvettes pendant tout l'essai. Par contre, la déformation de la deuxième éprouvette a été mesurée par la caméra CCD pendant les premières 20 heures seulement.

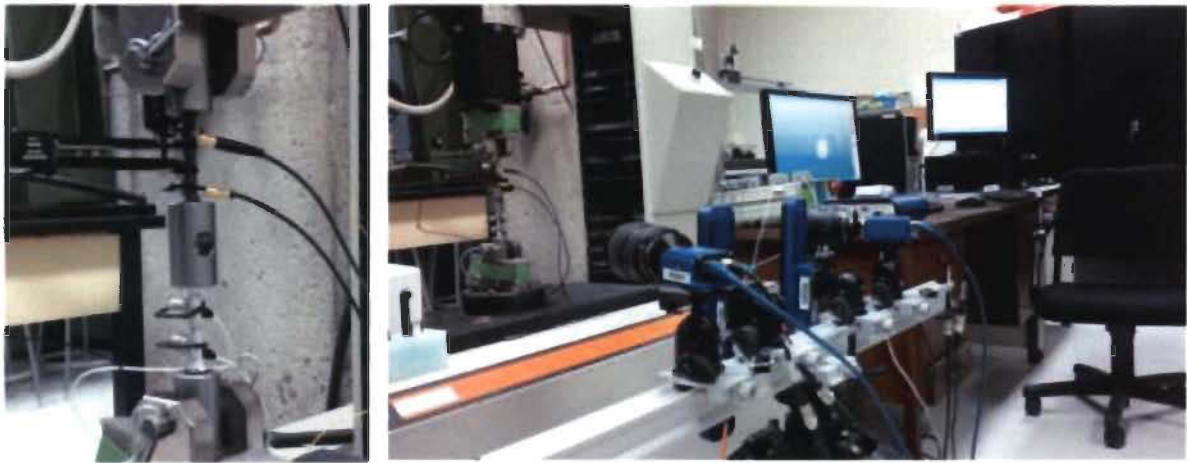


Figure 3.2: Diapositif de fluage

Le Tableau 3.1 montre les trois lots utilisés, leurs caractéristiques et l'identification associée à chaque éprouvette.

Après rupture des éprouvettes, des images MEB ont été prises pour chaque faciès de rupture. Ces images serviront à identifier les mécanismes d'endommagement provoquant la rupture et à bien expliquer les résultats obtenus par émission acoustique.

Tableau 3.1 : Spécification des éprouvettes

Lot	Caractéristiques	Notation des éprouvettes
		L1NT1
L1NT	Traité mécaniquement	L1NT2
	Non revêtu	L1NT3
		L1NT4
		L2T1
L2T	Traité mécaniquement	L2T2
	Revêtu par Zinc-Nickel	L2T3
	dans des conditions	L2T4
	fragilisant.	L2T5
	Pas de traitement de cuisson	L2T6
	après l'application du	L2T7
	revêtement.	L2T8
		L3T1
L3T	Traité mécaniquement	L3T2
	Revêtu par Zinc-Nickel	L3T3
	dans les conditions	L3T4
	normales du traitement.	L3T5
	Subit un traitement de	L3T6
	cuisson après l'application	L3T7
	du revêtement.	L3T8
		L3T8

3.2. Résultat des tests de fluage 200h

Les trois lots d'éprouvettes ont été testés en fluage, et les résultats sont présentés sur le Tableau 3.2 ci-dessous.

Tableau 3.2: Résultats des tests de fluage

Lot	Eprouvette	Résultats du test
Lot 1	L1NT1	Passé le test sans enregistrement d'activité acoustique.
	L1NT2	Passé le test sans enregistrement d'activité acoustique.
	L1NT3	Passé le test sans enregistrement d'activité acoustique.
	L1NT4	Passé le test sans enregistrement d'activité acoustique.
Lot 2	L2T1	Ne passe pas le test, rupture au cours du chargement.
	L2T2	Ne passe pas le test, rupture après 111 heures.
	L2T3	Passé le test sans enregistrement d'activité acoustique.
	L2T4	Passé le test sans enregistrement d'activité acoustique.
	L2T5	Passé le test sans enregistrement d'activité acoustique.
	L2T6	Passé le test sans enregistrement d'activité acoustique.
	L2T7	Passé le test avec enregistrement d'activité acoustique.
	L2T8	Passé le test sans enregistrement d'activité acoustique.
Lot 3	L3T1	Passé le test sans enregistrement d'activité acoustique.
	L3T2	Passé le test sans enregistrement d'activité acoustique.
	L3T3	Passé le test sans enregistrement d'activité acoustique.
	L3T4	Passé le test sans enregistrement d'activité acoustique.
	L3T5	Passé le test sans enregistrement d'activité acoustique.
	L3T6	Passé le test avec enregistrement d'activité acoustique.
	L3T7	Passé le test sans enregistrement d'activité acoustique.
	L3T8	Passé le test sans enregistrement d'activité acoustique.

Toutes les éprouvettes du lot 1 ont passé le test de 200 heures sans rupture et sans l'enregistrement d'aucun événement acoustique.

Pour le lot 2, deux éprouvettes se sont rompues sur les 8 testées. L'éprouvette L2T1 s'est rompue pendant le chargement pour une force équivalente à 28.8 KN, ce qui représente 68% de sa charge ultime. Par contre, l'éprouvette L2T2 s'est rompue, mais après 111 heures de

maintien. Le reste des éprouvettes du lot 2 ont réussi le test de maintien pendant 200 heures. Pour l'éprouvette L2T7, nous avons enregistré des événements acoustiques au cours du test.

Pour le dernier lot (lot3), toutes les éprouvettes ont réussi le test de maintien. Aucun événement acoustique n'a été enregistré au cours des tests, sauf dans le cas de l'éprouvette L3T6.

3.2.1. Lot L1NT

La Figure 3.3 présente l'évolution de la déformation sous l'action de la force de maintien. La courbe montre que l'éprouvette reste dans son domaine élastique au cours du chargement. Par ailleurs, une faible déformation plastique de 0.05 % est obtenue après 200 heures de maintien. Sachant que 0.03% de déformation plastique a été obtenue durant les premières 20 heures.

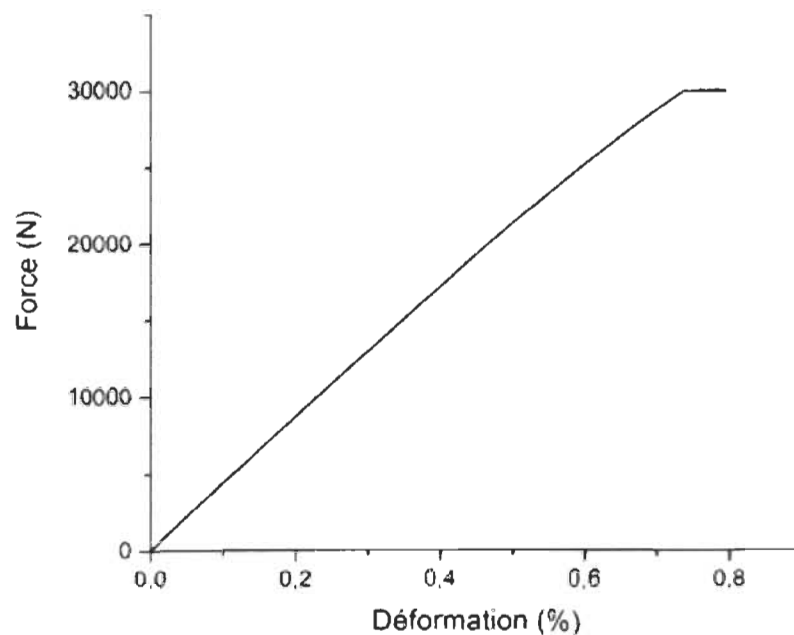


Figure 3.3: Courbe de fluage L0NT1

Les quatre échantillons qui ont réussi le test de maintien pendant 200 heures, ont été utilisés de nouveau pour les tests de paliers. Les résultats obtenus sont présentés sur le Tableau 3.3 ci-dessous.

Tableau 3.3: Résultats des tests des paliers

Eprouvette	Charge à la rupture		Déformation en %
	En (N)	En (%) par rapport à la charge ultime	
L1NT1	39412	92.9	-
L1NT2	39956	94.2	-
L1NT3	39306	92.7	1.12
L1NT4	37869	89.3	0.99
Moyenne	39135	92.27	1.05

Les résultats montrent que les éprouvettes testées dépassent 90% de la charge ultime avec une moyenne de 92.2%. Seule l'éprouvette L1NT4 s'est rompue à 89.3 %. L'examen des faciès de rupture à l'aide du MEB a montré que cette éprouvette est plus ductile que le reste des éprouvettes testées (Figure 3.4).

Sur la Figure 3.4, la zone A est représentée par la surface colorée en gris, et les zones B, C, et D sont représentées par la zone colorée en blanc de l'éprouvette L1NT1 ; les zones E et F représentent la même zone de l'éprouvette L1NT4. Les faciès de rupture montrent que la rupture est normale, on ne remarque pas de rupture inter-granulaire. Une rupture ductile par des cupules et une rupture par clivage sont aussi identifiées. Une rupture par cisaillement à l'extrémité de la surface de rupture est observée (Figure 3.4, images A et B).

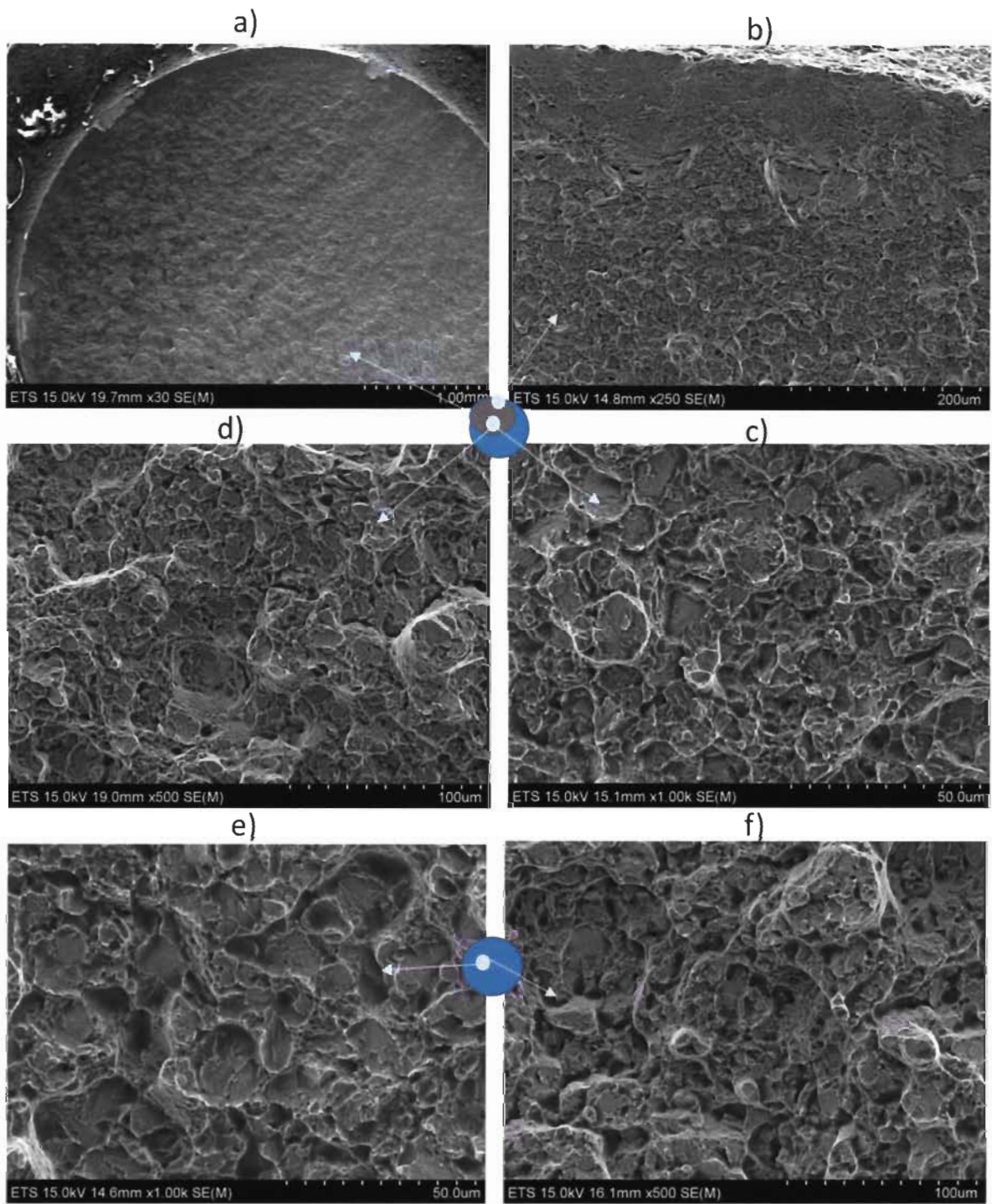


Figure 3.4: Images MEB: (A, B, C et D) Éprouvette LINT1, (F et E) Éprouvette LINT4

3.2.2. Lot L2T

Pour ce lot, toutes les éprouvettes ont passé le test de fluage sauf deux.

a) Epreuve L2T1

Des deux éprouvettes rompues, la L2T1 s'est cassée au cours de la mise sous charge pour une force égale à 28803.9 N. La rupture a été brutale et fragile. Des événements acoustiques ont été enregistrés juste avant la rupture comme le montre la Figure 3.5. Les mécanismes de rupture sont identifiés à partir des courbes ci-dessous : figures 3.6 et 3.7.

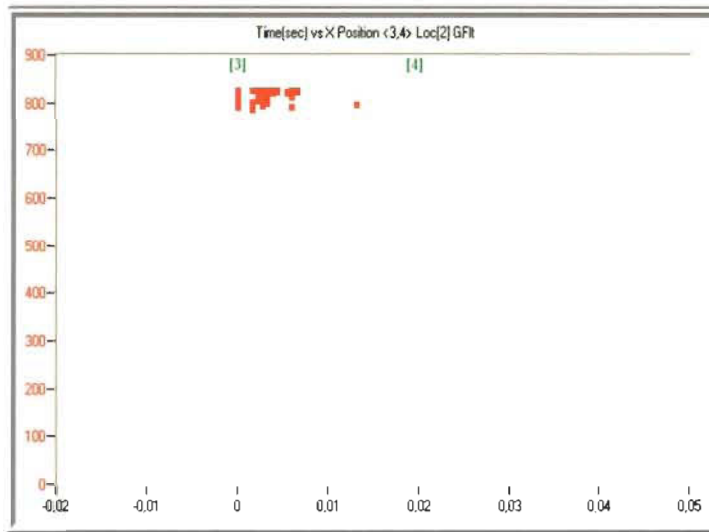


Figure 3.5: Localisation des événements acoustiques

La courbe d'énergie en fonction du temps (Figure 3.6), démontre la présence de trois pentes d'énergie.

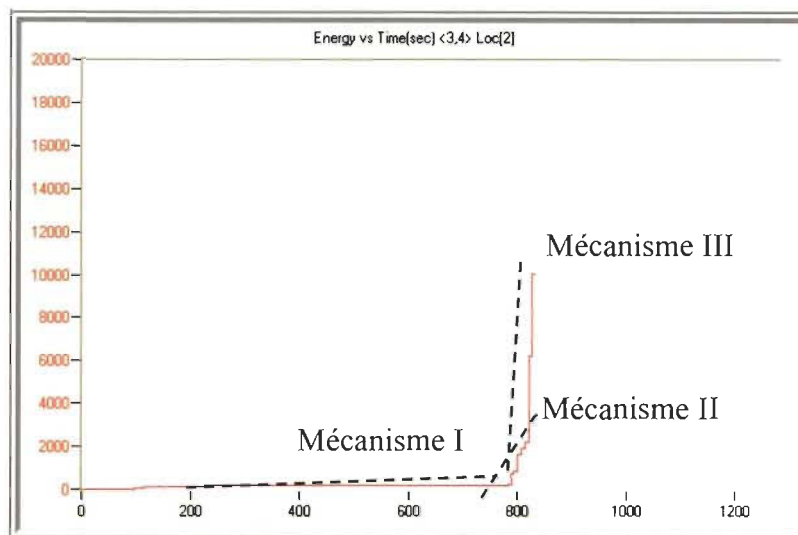


Figure 3.6: Courbe d'énergie acoustique en fonction du temps

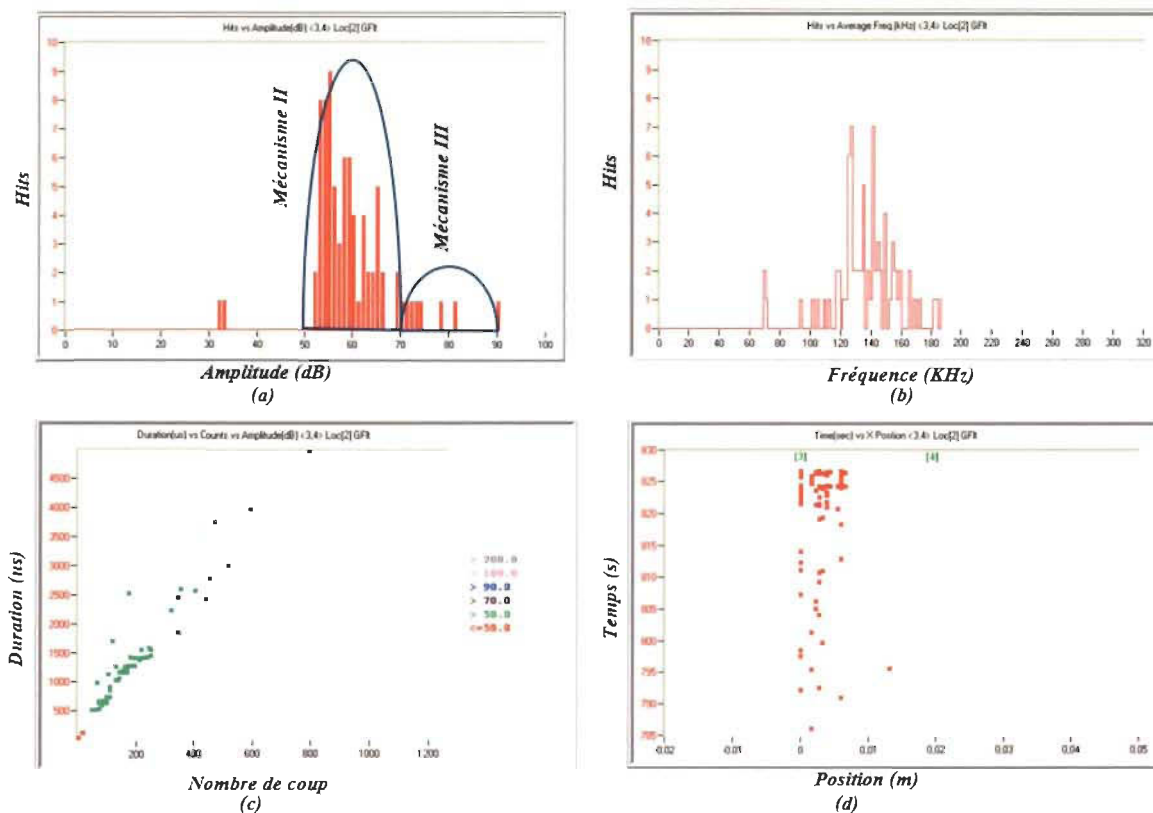


Figure 3.7: Courbes des événements acoustiques, (a) Histogramme des amplitudes, (b) fréquences, (c) Durée des événements en fonction du nombre de coups, (d) Localisation

Pour cette éprouvette, les fréquences des événements enregistrés sont comprises entre 120 KHz et 180 KHz. Par contre, pour une rupture normale de l'éprouvette, cette fréquence varie entre 30 KHz et 200 KHz. La quantification des événements montre que le mécanisme lié à la plasticité est presque nul, 6 % par rapport au nombre total des événements, et sa contribution énergétique est de 0.5 %. En revanche, la majorité des événements présentent des amplitudes supérieures à 50 dB, ce qui signifie que l'éprouvette n'est pas passée par une phase plastique. Ceci permet de conclure que la rupture a été causée par le mécanisme II (couleur verte sur la Figure 3.7C), ce qui représente 88 % du nombre total des événements, et 58 % de l'énergie totale. Ce mécanisme est responsable à l'initiation du mécanisme III (couleur marron sur la Figure 3.7C), ce qui représente à son tour 6% du nombre total des événements, et 41.36% de l'énergie totale.

Nous avons pris des images MEB pour les faciès de rupture des éprouvettes testées afin de confirmer les résultats obtenus avec l'émission acoustique. La zone A représente la surface colorée en gris, et la zone B, C présente la zone colorée en blanc à l'extrémité de la surface, et la zone D est proche du centre de l'éprouvette.

Ces images démontrent la présence de deux zones de rupture. Au centre de l'éprouvette, une rupture normale de l'acier est observée. Par contre et aux extrémités, nous avons une rupture inter-granulaire clairement identifiée (Figure 3.8). Cela montre que la rupture a été initiée par les fissures inter-granulaires causée par l'hydrogène.

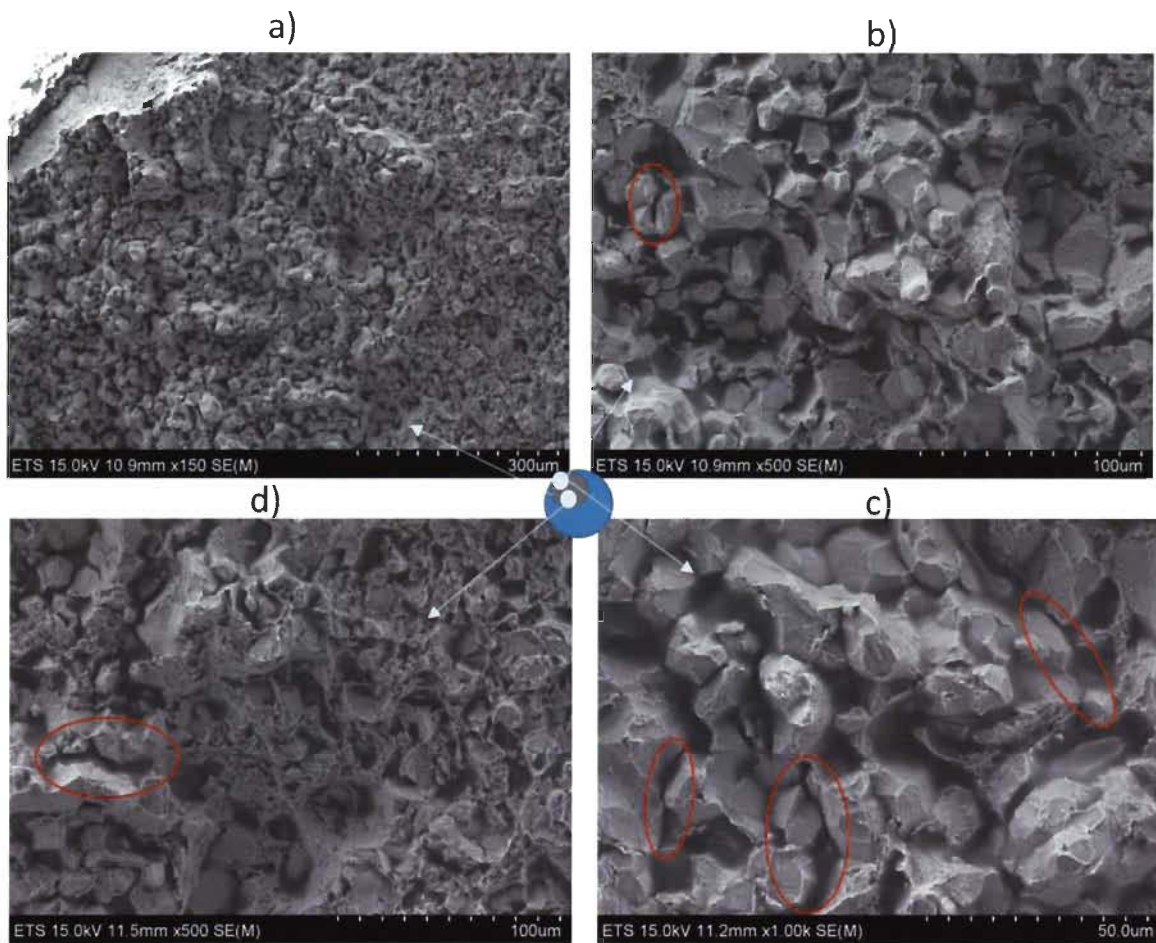


Figure 3.8: Images MEB du L2T1

Les images MEB Figure 3.8 montre clairement l'impact du chargement en hydrogène sur le matériau. Les fissures intergranulaire se sont propagées non seulement sur le plan perpendiculaire à la charge appliquée mais aussi en profondeur (Voir les zones identifiées en rouge sur la figure ci-dessous). Ceci traduit une très grande concentration en hydrogène entre les grains.

b) Eprouvette L2T2

Cette éprouvette a subi la rupture après 111 heures de maintien. Aucun événement acoustique n'a été enregistré au début de l'essai. Les premiers événements ont été enregistrés après 30

heures de maintien. Nous n'avons pas enregistré d'autres événements jusqu'à 2 heures avant la rupture de l'éprouvette, où une forte activité acoustique a été enregistrée, Figure 3.9. L'identification des événements enregistrés après 30 heures de maintien montre que ces événements sont dus au mécanisme I (mouvement de dislocation).

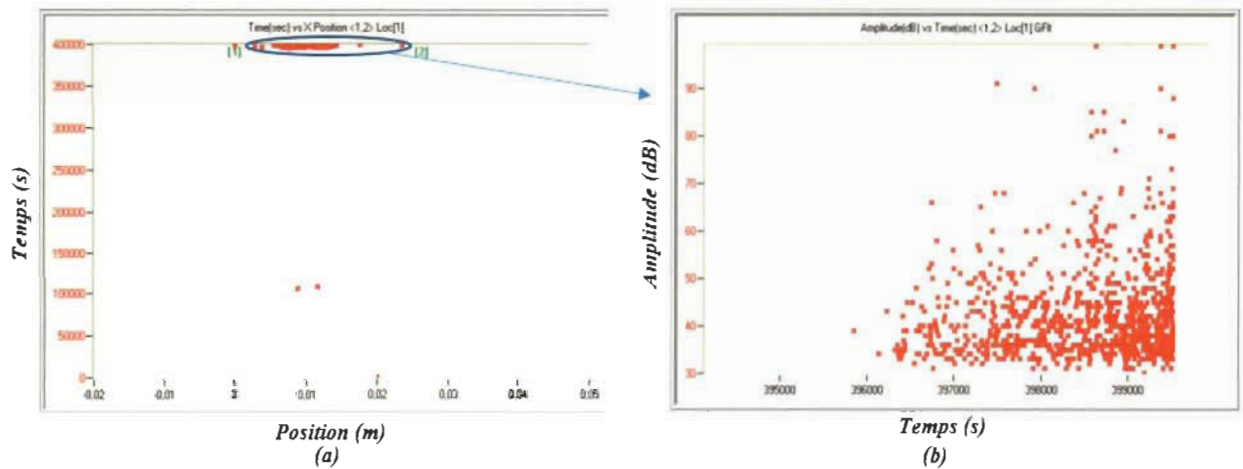


Figure 3.9: Événements acoustiques, (a) Localisation, (b) Amplitude des événements en fonction du temps

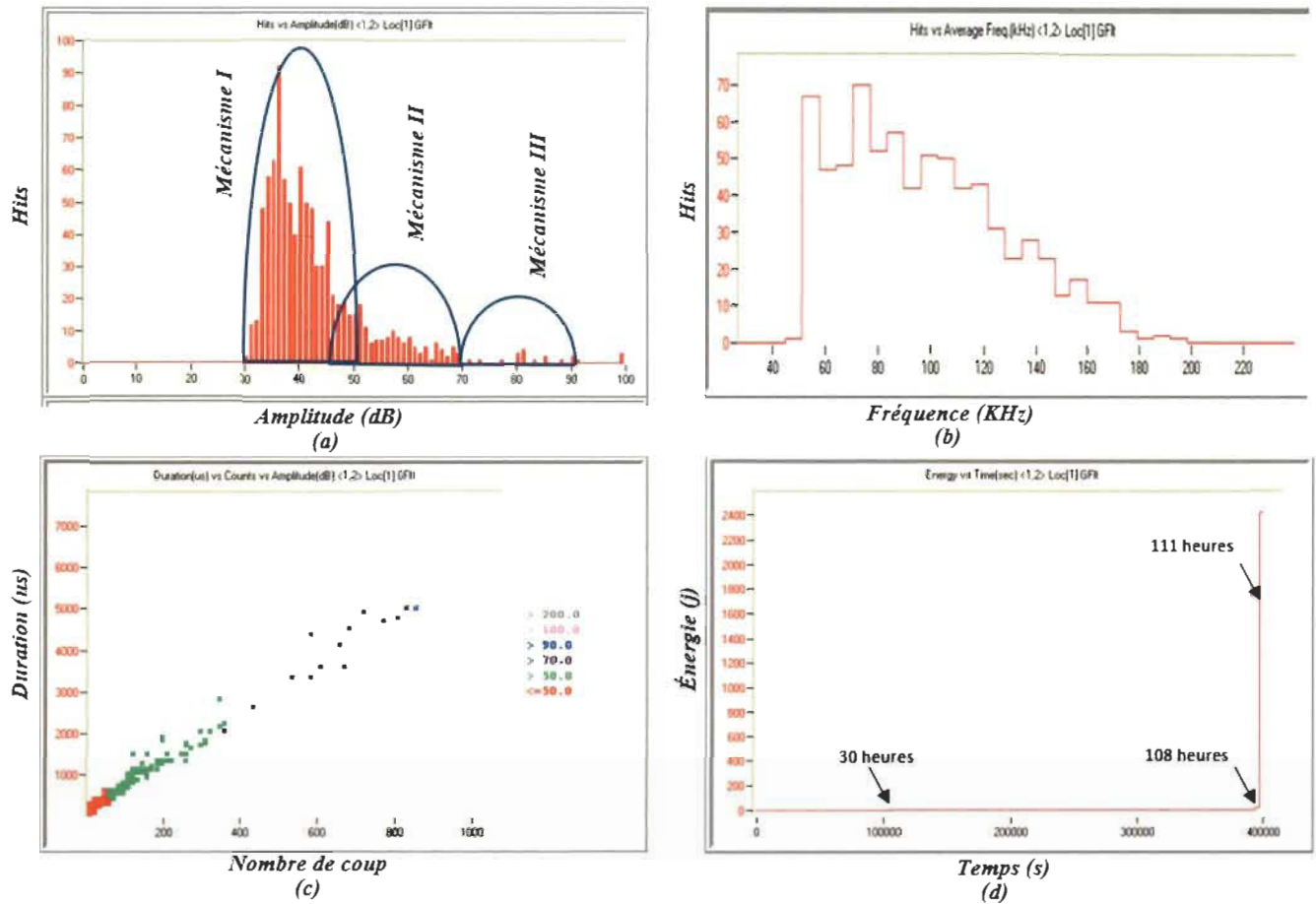


Figure 3.10: Courbes des événements acoustiques, (a) Histogramme des amplitudes, (b) Fréquences, (c) Durée des évènements en fonction du nombre de coups, (d) L'énergie

L'identification des mécanismes montre la présence des trois mécanismes qui produisent la rupture normale des pièces, mais on peut constater que le mécanisme I est majoritaire. Ce mécanisme, dans ce cas, n'est pas dû seulement à la déformation plastique mais aussi aux transports de l'hydrogène dans le système cristallin afin d'occuper l'interface entre les grains. Ceci produit une augmentation de pression entre les grains et initie des microfissures. C'est pour cela que l'initiation des microfissures n'est observée que juste après le début de la déformation plastique.

La quantification des événements acoustiques a démontré que 78.67 % de ces derniers résultent du mécanisme I. Ce résultat est conforme à celui obtenu par Bhattacharya *et al.*, [37] qui ont démontré que la fragilisation par hydrogène engendre des événements avec des amplitudes comprises entre 30 et 50 dB [37].

L'étude des faciès de rupture par des images MEB, Figure 3.11 (la zone A présente la surface colorée en gris au centre de l'éprouvette et la zone B, C, et D présente la zone colorée en gris à l'extrémité de la surface de rupture de l'éprouvette), a démontré de nouveau que la rupture est causée par des fissurations intergranulaires à l'extrémité de la surface. Ces images ont identifié aussi la présence d'une rupture par clivage ainsi qu'une rupture ductile par cupules (Figure 3.11(A)). Le centre de l'éprouvette donc se conforme de nouveau à la rupture normale de l'acier à haute résistance.

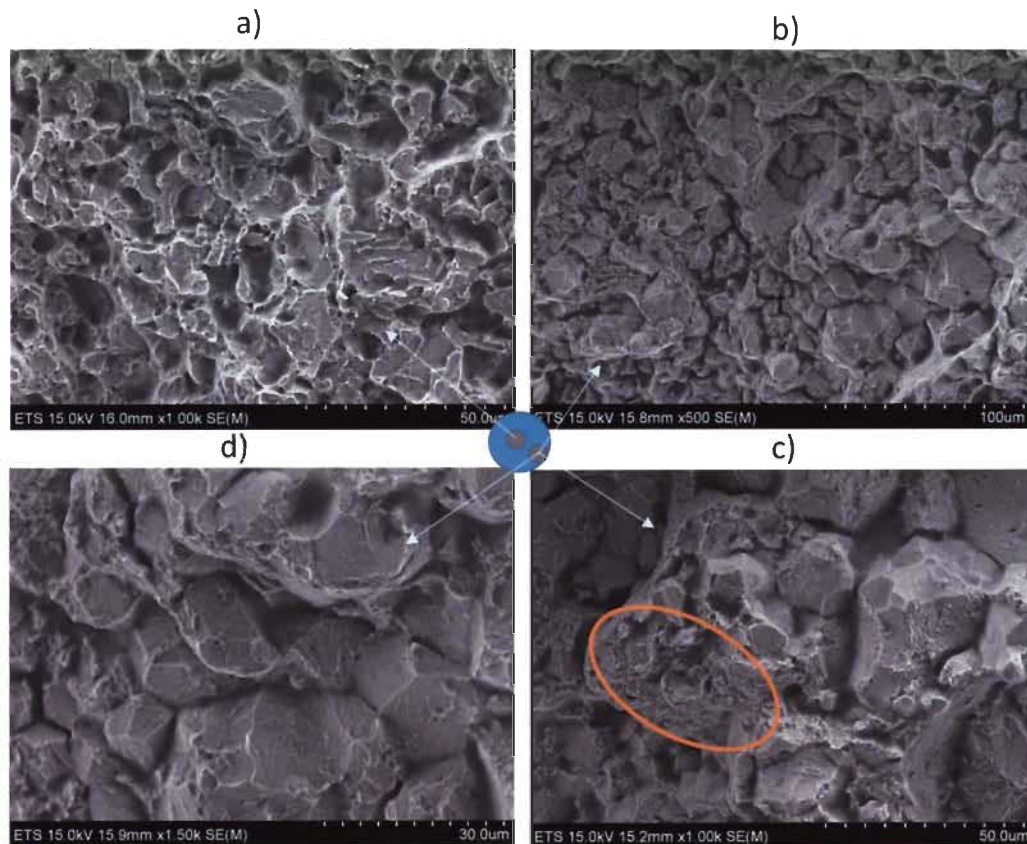


Figure 3.11: Images MEB du L2T2

Par contre, dans la zone de rupture intergranulaire montre clairement l'impact du chargement en hydrogène sur le matériau. Ceci confirme le fait que l'hydrogène, sous l'action de la charge de maintien (fluage), a migré vers les joints de grain. Mais, contrairement à l'éprouvette précédente (L2T1), nous observons sur cette zone une rupture ductile caractérisée par la présence de cupules (Voir la zone identifiée en orange sur la figure ci-dessous). Cette figure confirme et explique la présence du premier mécanisme associé au mouvement de dislocation enregistré par l'émission acoustique.

c) Eprouvette L2T7

Cette éprouvette a réussi le test de fluage de 200 heures. Durant le test, une activité acoustique importante a été observée, Figure 3.12.

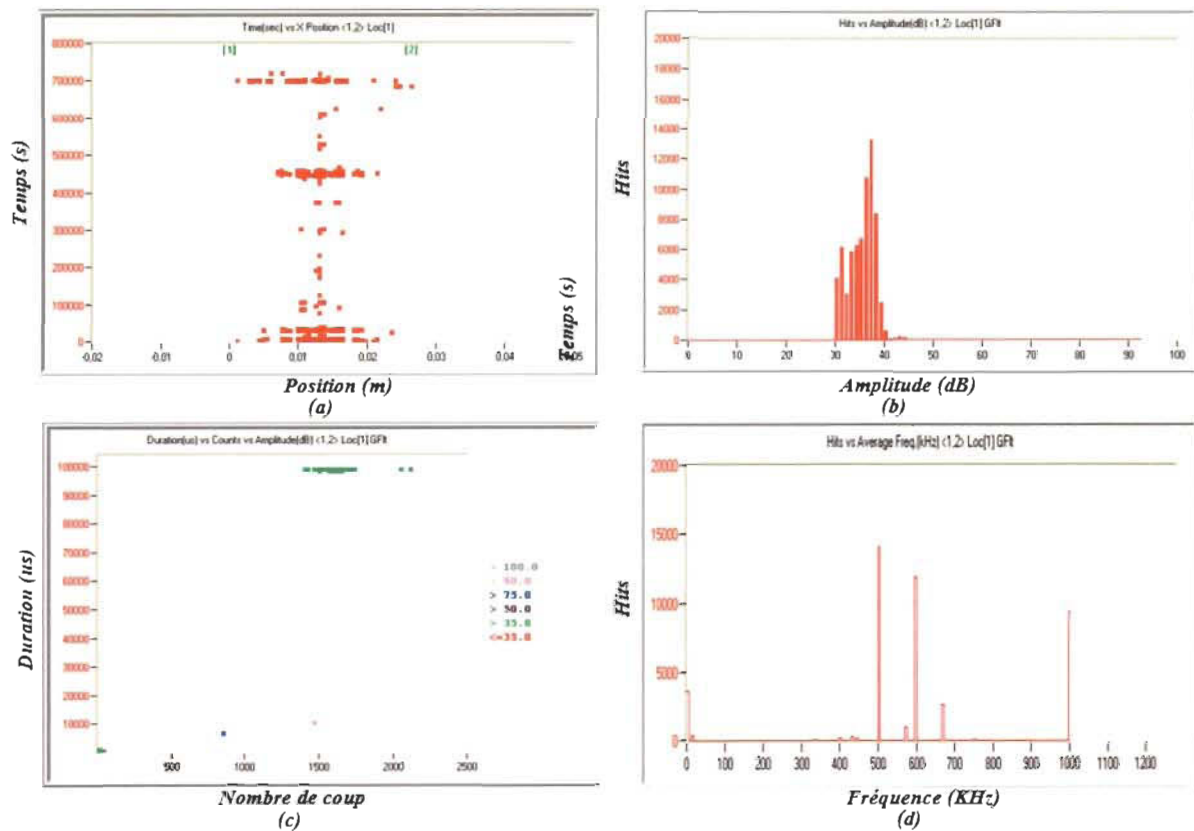


Figure 3.12: Données émission acoustique, (a) Localisation, (b) Histogramme des amplitudes, (c) Durée des événements en fonction du nombre de coups, (d) Fréquences

L'identification de ces événements montre que leur amplitude varie entre 30 dB et 40 dB, qu'il existe une grande durée de 100 000 μ s et un nombre de coups élevé qui varient entre 1400 et 1800. De plus ces événements présentent une très faible énergie. Ces caractéristiques ne correspondent à aucun mécanisme identifié auparavant. Ce type d'événement est généralement attribué au bruit électronique et à des artéfacts.

Après le test de fluage de 200 heures, l'éprouvette a été testée de nouveau avec un test des paliers (Figure 3.13), dont la rupture a eu lieu à 92.5% de la charge ultime.

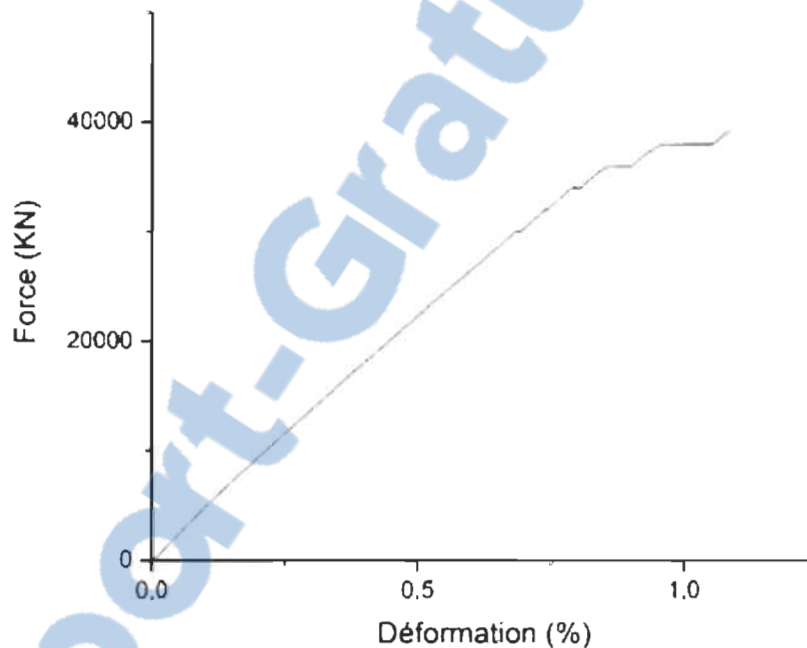


Figure 3.13: Courbe de la force en fonction de la déformation

L'éprouvette a réussi à passer le palier de quatre heures à 90 %, après le test de fluage. Ce résultat permet de conclure que l'éprouvette est non fragilisée par hydrogène ou très faiblement fragilisée. Les images MEB, Figure 3.14, confirment que l'éprouvette est non fragilisée par hydrogène. Cette situation s'explique par la présence d'une rupture normale similaire aux éprouvettes non traitées et une absence d'une rupture intergranulaire. L'observation confirme aussi que la rupture est majoritairement ductile et qu'elle présente plus de ruptures par cupules par rapport aux autres éprouvettes. Ceci confirme de nouveau

que les évènements détectés sont vraiment dus aux bruits électroniques est non pas à l'endommagement du matériau.

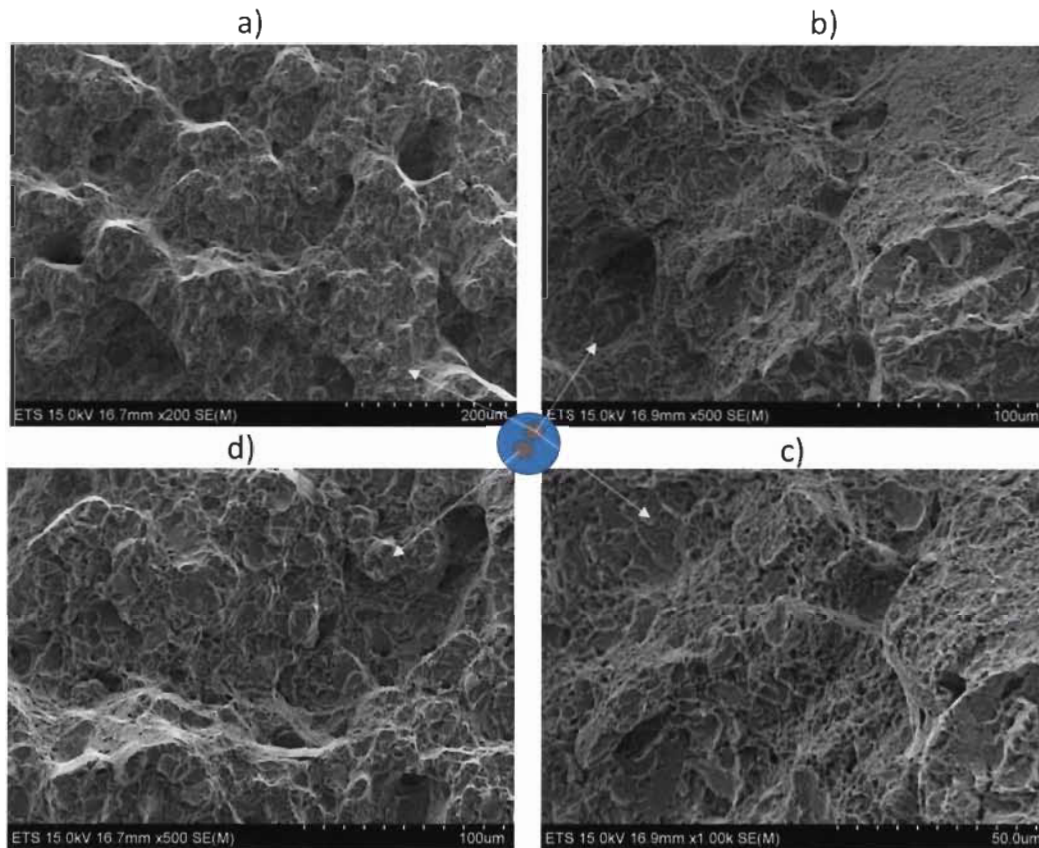


Figure 3.14: Images MEB du L2T7

d) Eprouvettes qui ont réussi le test de fluage sans activité acoustique

Certaines éprouvettes testées ont réussi le test de fluage sans émettre aucun événement acoustique. Elles ont aussi passé le test des paliers en dépassant le palier de 90 % de la charge ultime comme le montre le Tableau 3.4.

La moyenne de la charge à la rupture obtenue est de 39117 KN, ce qui est l'équivalent de 92,39 % de la charge ultime, avec une moyenne de déformation de 1.12 %.

Tableau 3.4: Résultats du test des paliers

Eprouvette	Charge à la rupture		Déformation en %
	En (N)	En (%) par rapport à la charge ultime	
L2T3	39805	93.87	-
L2T4	38410	90.6	1.13
L2T5	39460	93.06	1.12
L2T6	39132	92.29	1.11
L2T7	39223	92.5	1.08
L2T8	39660	93.54	1.14
Moyenne	39177	92.39	1.12

Les images MEB qui ont été prises de la surface de rupture montrent que la rupture est mixte ductile fragile : c'est la rupture normale de l'acier à haute résistance. Comparativement avec les éprouvettes non traitées lot L1NT, elle présente le même mode de rupture.

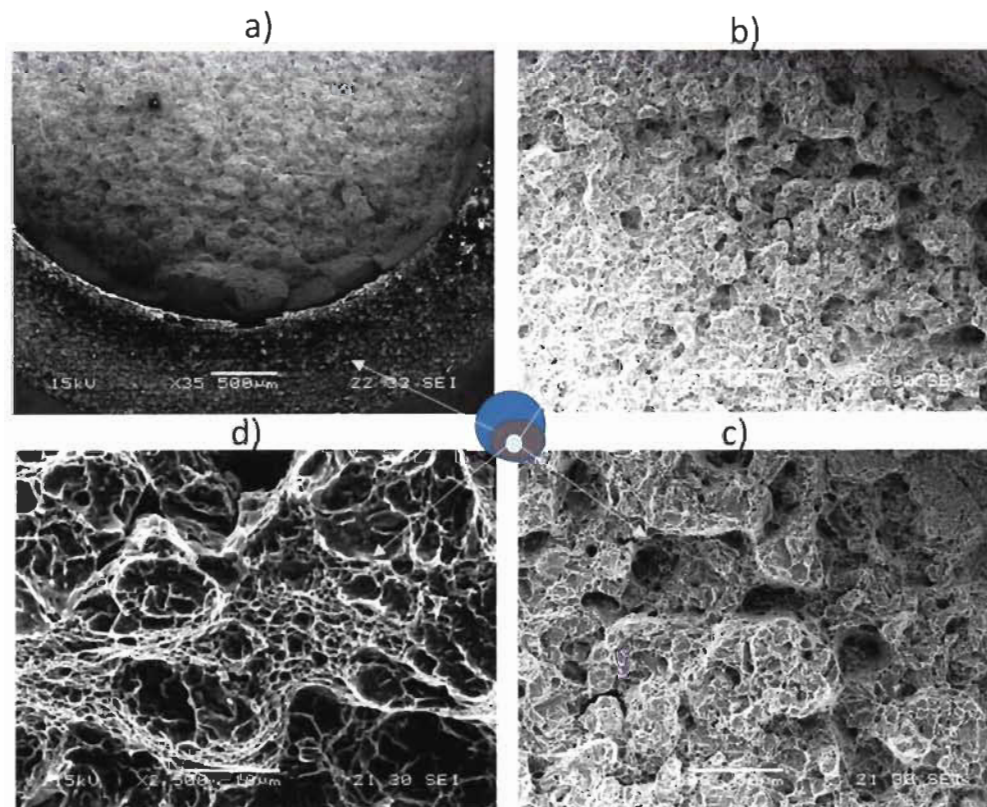


Figure 3.15: Image MEB du L2T4

3.2.3. Lot L3T

Les éprouvettes de ce lot ont réussi à passer le test de fluage de 200 heures sans émettre d'événements acoustiques, à l'exception de l'éprouvette L3T6. L'activité acoustique détectée est semblable à celle de l'éprouvette L2T7, et ces événements sont considérés comme du bruit. Ces éprouvettes ont passé le test des paliers. tous les résultats sont présentés dans le Tableau 3.5 ci-dessous.

Toutes les éprouvettes ont réussi à dépasser 90 % de la charge ultime sans rupture, à l'exception des deux éprouvettes L3T5 et L3T6 qui se sont rompues à 90 %.

Tableau 3.5: Résultats du test des paliers

Eprouvette	Charge à la rupture		Déformation en %
	En (N)	En (%) par rapport à la charge ultime	
L3T1	39969	94.26	1.13
L3T2	40000	94.34	-
L3T3	39549	93.27	1.14
L3T4	39893	94.08	1.15
L3T5	38164	90	1.02
L3T6	38165	90	1.1
L3T7	39976	94.28	-
L3T8	38197	90.52	1.02
Moyenne	39239.12	92.59	1.09

La charge moyenne à la rupture obtenue est de 92.59 % de la charge ultime et la déformation est égale à 1.09 %. Pour les éprouvettes L3T2 et L3T7, il y a eu un problème dans le système

d'exploitation de la machine qui a provoqué la perte des données pour la mesure des déformations.

L'examen des images MEB (Figure 3.16) (zone A représente la surface colorée en gris et les zones B, C et D sont colorées en blanc) montre que la rupture est de même nature que les éprouvettes de références non revetues L1NT. La rupture observée est semblable à celle des aciers à haute résistance (mixte ductile fragile avec une absence de la rupture intergranulaire).

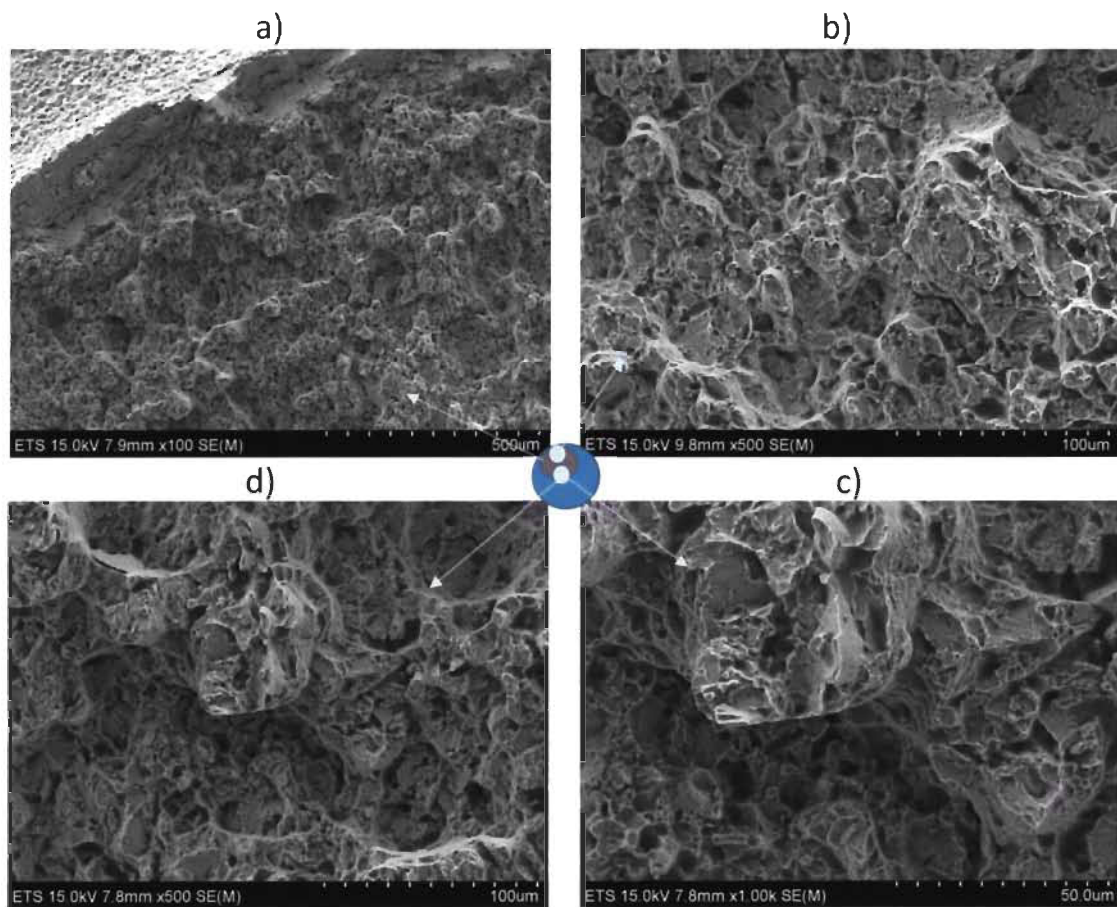


Figure 3.16: Images MEB du L3T6

3.3. Discussions des résultats

Les essais de traction nous ont permis de tracer les courbes de contraintes en fonction des déformations. L'étude des courbes a permis de caractériser le comportement du matériau comme étant quasi-fragile (ductile-fragile). Cela pouvait être supposé en sachant que la majorité des aciers trempés présentent ce type de comportement. De plus, nous avons déterminé la valeur de contrainte et de force à la rupture du matériau. Le signal acoustique enregistré durant les essais de traction nous confirme le comportement à la rupture du matériau et nous a permis de démontrer que l'émission acoustique permet de détecter l'endommagement du matériau sous contraintes.

Pour ce qui est des tests de fluage, nous avons été en mesure d'identifier laquelle des éprouvettes avait été fragilisée par la présence d'hydrogène. Leurs mécanismes acoustiques ont été identifiés ce qui a permis de détecter la fragilisation par hydrogène. Les résultats ont montré que la fragilisation est caractérisée par une rupture intergranulaire et qu'au cours du test de fluage, les défauts ponctuels causés par la présence de l'hydrogène dans les grains migrent vers les joints de grain et où ils s'accumulent. Ce phénomène est largement observé dans les cas des éprouvettes fragilisées par la présence de l'hydrogène et se traduit par une augmentation de la pression au niveau des joints des grains provoquant une fissuration intergranulaire.

Les éprouvettes des lots 1, 3 et celles qui ont réussi le test de fluage 200 heures du lot 2 sont caractérisées par les mêmes modes de rupture. Les images MEB qui ont été prises ont montré que la rupture a été causée par les mêmes mécanismes : une rupture mixte fragile-ductile, caractérisée par la présence des ruptures par clivage et des par cupules. Par contre, les deux éprouvettes qui ont échoué le test de fluage ont présenté un comportement différent. L'émission acoustique et les images MEB des faciès de rupture de ces éprouvettes ont indiqué que la rupture a été causée par des fissures intergranulaires induites par la fragilisation par hydrogène.

Des événements acoustiques ont été localisés dans la partie utile de l'éprouvette L2T2 dès 30 heures de chargement et ce, d'une manière continue trois heures avant sa rupture. Cette dernière s'est rompue d'une manière fragile après 111 heures. Ce résultat démontre clairement la capacité de l'émission acoustique à prévenir une rupture prématurée des éprouvettes testées. Ces résultats obtenus peuvent être confirmés si d'autres éprouvettes étaient rompues de la même façon.

Malgré le fait que le lot 2 soit considéré fragile, parce que les paramètres du procédé de revêtement Zinc-Nickel ont été portés à leurs extrêmes lors de l'application de ce revêtement sur les éprouvettes, ce lot n'a subi aucun traitement thermique par la suite. Les résultats ont montré qu'il y a juste deux éprouvettes qui ont échoué le test de maintien avec une fragilisation par hydrogène. Il est donc intéressant d'expliquer pourquoi, malgré le fait que l'industriel ait favorisé la fragilisation au cours du traitement électrolytique du Zinc-Nickel, ce lot d'éprouvettes n'ait pas été fragilisé. Selon l'étude réalisée par D.A. Wright [10], le revêtement Zinc-Nickel ordinaire utilisé dans le domaine automobile est un revêtement compact qui ne permet pas à l'hydrogène de pénétrer dans l'acier dès qu'il forme une couche sur la surface. Ce traitement ne permet pas aussi le dégagement de l'hydrogène au cours de la cuisson, ce qui fait que l'hydrogène qui a pénétré au cours des premières secondes du traitement reste emprisonné dans l'acier. D'où la solution proposée qui est de choisir un pourcentage de nickel et un additif organique qui favorisent une microfissuration stable pour permettre la libération de l'hydrogène pendant la cuisson.

À partir de ces résultats, nous proposons que, potentiellement, le traitement appliqué par l'industriel pour favoriser la fragilisation a favorisé la formation d'une couche compacte de Zinc-Nickel a empêché la pénétration de l'hydrogène. Par voie de conséquence, la fragilisation de la majorité des éprouvettes du lot 2. Cette hypothèse permet de justifier le fait que certaines éprouvettes n'aient pas fragilisées. Elle reste néanmoins à valider vu que ne l'avons pas vérifiée dans la mesure où elle ne faisait pas partie des objectifs de ce travail.

Conclusion générale

Ce projet de recherche vise à proposer un moyen permettant de remplacer les revêtements anticorrosion Cadmium-Titane afin d'améliorer les performances des aciers à haute résistance utilisés dans le domaine de l'aéronautique tout en réduisant l'impact environnemental des activités de l'entreprise manufacturière. L'élimination dans le procédé de plaquage des éléments contaminants n'est pas facile, car il y a un risque de contamination par l'hydrogène produit lors du placage et, qui plus est, le procédé de placage pour d'autres éléments n'est pas encore assez connu pour certifier la fabrication de pièces critiques.

Pour mener à bien une telle étude, nous avons utilisé l'émission acoustique comme outil pour prédire la rupture prématurée en fluage de notre matériau. L'intérêt du suivi par émission acoustique est qu'il fournit l'empreinte acoustique des mécanismes d'endommagement dans le matériau tels que l'amorçage des fissures et leurs sens de propagation à chaque instant t de l'essai, la déformation plastique, etc. Nous avons utilisé un plan d'expérience combinant différents paramètres d'un procédé de revêtement anticorrosion pour étudier la tenue en fluage d'un acier à haute résistance. Cela nous a permis d'identifier et de classer les modes d'endommagement du matériau étudié.

Ce travail a permis de proposer une démarche et un outil pour minimiser le temps des essais de fluage de 200 heures à 75% de la charge ultime pour des aciers utilisés dans le secteur de l'aéronautique en respectant la Norme ASTM F519. Pour atteindre cet objectif, les résultats de l'émission acoustique obtenus ont été mis à contribution. C'est une première pour des essais de ce type. Les résultats obtenus ont montré qu'il est possible de diminuer le temps des tests. Ceci est basé sur le fait que les éprouvettes fragilisées par hydrogène ont émis des événements acoustiques dès le début et après un certain temps du test. Par ailleurs, il est nécessaire de confirmer les résultats obtenus par d'autres tests, vu que ces derniers ont montré que seulement deux éprouvettes sur huit du lot L2T supposé fragilisé se sont rompus. Le reste des éprouvettes ont réussi à passer le test, et les images MEB ont montré que le mode de rupture ne présente pas des cas fragilisés par hydrogène.

Les mécanismes identifiés par l'émission acoustique de l'éprouvette L2T2 indiquent que la signature acoustique de la migration de l'hydrogène vers les joints de grains et la déformation plastique (mouvement des dislocations) présentent des caractéristiques acoustiques similaires. Ce qui fait que la distinction de ces deux mécanismes reste difficile à établir surtout avec un seul test. Il est donc très important d'effectuer d'autres tests avec des éprouvettes fragilisées afin de collecter plus d'information sur les caractéristiques acoustiques de chaque mécanisme. Il faut aussi préciser que l'identification de la signature acoustique émise par la migration des atomes de l'hydrogène dans le système cristallin va permettre de réduire le temps du test d'au moins de 150 heures.

Pour finir, nous pensons qu'en permettant un meilleur contrôle du procédé et en améliorant la fiabilité des pièces produites par Tecnickrome, cette compagnie pourra augmenter sa compétitivité à l'échelle internationale et proposer des méthodes de fabrication permettant de réduire de façon significative les coûts de production.

Références bibliographiques

1. Canada, G.d., *Loi canadienne sur la protection de l'environnement*, E. Canada, Editor. 1999.
2. Paatsch, W., *Long-delay hydrogen embrittlement phenomena In plating high-strength steel components*. Plating and surface finishing, 1996. **83**(9): p. 70-72.
3. Smanio-Renaud, V., *Etude des mécanismes de Fragilisation Par l'Hydrogène des aciers non alliés en milieu H₂S humide: contribution de l'émission acoustique*. 2008, Doc'INSA-INSA de Lyon.
4. Brass, A.M. and J. Chêne, *Rôle des interfaces et des dislocations sur la diffusion et le piégeage de l'hydrogène dans les matériaux métalliques*. Journal De Physique. IV : JP, 1999. **9**(4): p. Pr4-165-Pr4-172.
5. Lyon, S., et al., *Hydrogen embrittlement and stress corrosion cracking*. Corrosion Engineering, Science and Technology, 1985. **Volume 20**(Issue 4): p. 158-158.
6. Protopopoff, E. and P. Marcus, *Surface effects on hydrogen entry into metals*. Corrosion Mechanisms in Theory and Practice, 2011: p. 105
7. Oriani, R.A., *The diffusion and trapping of hydrogen in steel*. Acta Metallurgica, 1970. **18**(1): p. 147-157.
8. Chandler, W. and R. Walter, *Effects of high pressure hydrogen on metals*. 1970.
9. Yamabe, J., et al., *A new mechanism in hydrogen-enhanced fatigue crack growth behavior of a 1900-MPa-class high-strength steel*. International Journal of Fracture, 2012. **177**(2): p. 141-162.
10. Wright, D., N. Gage, and B. Wilson, *Zinc-nickel electroplate as a replacement for cadmium on high strength steels*. Plating and surface finishing, 2006. **93**(3): p. 18-22.
11. Brown, S.A. and E. Berman, *Cadmium Alternatives for High-Strength Steel*. 2011, DTIC Document.
12. Panchenko, Y.M. and P.V. Strekalov, *Comparative assessment of zinc and cadmium electroplates by the weight of retained corrosion products and the total weight*. Zashchita Metallov, 2001. **37**(4): p. 411-429.
13. Panchenko, Y.M., P.V. Strekalov, and T.B. Pustovskikh, *Corrosion tests of electroplates designed for ship instrument engineering in marine climate. III*.

- Corrosion and mass of corrosion products held on the surface of zinc and cadmium electroplates.* Zashchita Metallov, 1997. **33**(3): p. 303-308.
14. Wright, D.A., N. Gage, and B.A. Wilson, *A look back in Plating & Surface Finishing: Zinc-nickel electroplate as a replacement for cadmium on high strength steels.* Plating and Surface Finishing, 2006. **93**(3): p. 18-22.
 15. Salacruch, C., and al., *Développement d'un procédé de revêtement Zinc-Nickel répondant aux exigences du secteur aéronautique.* 2006.
 16. Miguel, I., and al. *Study of influence of Zinc-Nickel and Cadmium electroplated coatings on fatigue strength of aeronautical steels.* 2002. Fatigue.
 17. Murakami, Y., J. Yamabe, and H. Matsunaga, *Microscopic mechanism of hydrogen embrittlement in fatigue and fracture,* in *Key Engineering Materials.* 2014. p. 3-13.
 18. Murakami, Y. and S. Matsuoka, *Effect of hydrogen on fatigue crack growth of metals.* Engineering Fracture Mechanics, 2010. **77**(11): p. 1926-1940.
 19. Michler, T., J. Naumann, and E. Sattler, *Influence of high pressure gaseous hydrogen on S-N fatigue in two austenitic stainless steels.* International Journal of Fatigue, 2013. **51**: p. 1-7.
 20. Murakami, Y., J. Yamabe, and H. Matsunaga, *Microscopic Mechanism of Hydrogen Embrittlement in Fatigue and Fracture.* Key Engineering Materials, 2014. **592**: p. 3-13.
 21. Iacoviello, F. and V. Di Cocco. *Ferritic and austenitic sintered stainless steels fatigue crack propagation resistance: Hydrogen embrittlement influence.* in *11th International Conference on Fracture 2005, ICF11.* 2005.
 22. Michler, T., J. Naumann, and E. Sattler, *Influence of high pressure gaseous hydrogen on S-N fatigue in two austenitic stainless steels.* International Journal of Fatigue, 2013. **51**: p. 1-7.
 23. Nakatani, M. and K. Minoshima, *Influence of activation energy and sensitivity to hydrogen embrittlement on fatigue strength degradation by irreversible hydrogen in high-strength steels.* Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, 2011. **34**(5): p. 363-373.
 24. Wang, J.J.-A., et al., *The development of in situ fracture toughness evaluation techniques in hydrogen environment.* International Journal of Hydrogen Energy, 2015. **40**(4): p. 2013-2024.

25. Merson, E., A. Vinogradov, and D.L. Merson, *Application of acoustic emission method for investigation of hydrogen embrittlement mechanism in the low-carbon steel*. Journal of Alloys and Compounds, 2015. **645, Supplement 1**: p. S460-S463.
26. Watanabe, T., and al., *Effect of hydrogen charging on low cycle fatigue life and its dependence on cementite morphology*. ISIJ international, 2012. **52(2)**: p. 222-227.
27. Builo, S., *Acoustic-emission diagnostics of the effect of hydrogen on properties of materials*. Russian Journal of Nondestructive Testing, 2009. **45(11)**: p. 818-821.
28. Liu, X.Y., and al., *Hydrogen-induced cracking in a very-high-purity high-strength steel*. Materials Science and Engineering: A, 2008. **492(1-2)**: p. 218-220.
29. Jouinot, P. and V. Gantchenko, *Sélection et durée de vie des alliages métalliques pour des sollicitations thermomécaniques normales ou sévères sous hydrogène gazeux*. Mécanique & Industries, 2008. **9(04)**: p. 301-313.
30. Han, H., and al., *The effect of baking time, fillet radius, and hardness on the lifecycles of pole fastening screws in an electric motor with hydrogen embrittlement*. Engineering Failure Analysis, 2015. **48**: p. 62-77.
31. Taniguchi, T., and al., *Zn-Ni plating as a cadmium alternative*. SAE Technical Papers, 2007.
32. Voorwald, H.J.C., I.M. Miguel, and M.Y.P. Costa. *Effects of electroplated zinc-nickel alloy coatings on the fatigue strength of AISI 4340 high strength steel*. in *11th International Conference on Fracture 2005, ICF11*. 2005.
33. Wright, D.A., N. Gage, and P.G. Bushell, *Verification of the development of low hydrogen embrittling zinc-nickel electroplate by slow strain rate testing*. Metal Finishing, 1995. **93(4)**: p. 40-45.
34. Beck, E., *Joint Test Report for Execution of Phase I of 'High Strength Steel Joint Test Protocol for Validation of Alternatives to Low Hydrogen Embrittlement Cadmium for High Strength Steel Landing Gear and Component Application—of July 2003*. 2007, US Navy Technical Report No. NAWCADPAX/TR-2006/164 (January 10, 2007).
35. Eliaz, N., and al., *Characteristics of hydrogen embrittlement, stress corrosion cracking and tempered martensite embrittlement in high-strength steels*. Engineering Failure Analysis, 2002. **9(2)**: p. 167-184.
36. Voorwald, H.J.C., and al., *Evaluation on fatigue strength of AISI 4340 steel aluminum coated by electroplating and IVD processes*. Journal of materials science, 2010. **45(22)**: p. 6094-6100.

37. Bhattacharya, A., N. Parida, and P. Gope, *Monitoring hydrogen embrittlement cracking using acoustic emission technique*. Journal of materials science, 1992. **27**(6): p. 1421-1427.
38. Panchenko, Y.M. and P.V. Strekalov, *Comparative assessment of zinc and cadmium electroplates by the weight of retained corrosion products and the total weight*. Protection of Metals, 2001. **37**(4): p. 367-384.
39. Wright, D.A. and N. Gage, *Characteristics and verification of a low hydrogen embrittling zinc-nickel electroplate, developed for corrosion protection of high strength steels*. Transactions of the Institute of Metal Finishing, 1994. **72**(pt 4): p. 130-133.
40. Wright, D., N. Gage, and B. Wilson, *Zinc-nickel electroplate as a replacement for cadmium on high-strength steels*. Plating and surface finishing, 1994. **81**(7): p. 18-21.
41. J., R., *L'émission acoustique : mise en œuvre et applications*, ed. C.A. CETIM. 1988, Paris P196.
42. Huang, M., et al., *Using acoustic emission in fatigue and fracture materials research*. JOM, 1998. **50**(11): p. 1-14.
43. Grosse, C.U. and M. Ohtsu, *Acoustic emission testing: Basics for Research-Applications in Civil Engineering*. Acoustic Emission Testing: Basics for Research-Applications in Civil Engineering. 2008. 1-404.
44. Barsoum, F.F., et al., *Acoustic emission monitoring and fatigue life prediction in axially loaded notched steel specimens*. Journal of acoustic emission, 2009. **27**: p. 40-63.
45. Ennaceur, C., et al., *Monitoring crack growth in pressure vessel steels by the acoustic emission technique and the method of potential difference*. International Journal of Pressure Vessels and Piping, 2006. **83**(3): p. 197-204.
46. Wang, H., et al., *Research on fatigue crack propagation of micro-alloyed steel by acoustic emission*. Materials Research Innovations, 2015. **19**(S5): p. S5-420-S5-422.
47. Lobry, J., *Etude empirique de l'approximation de la loi de Student par la loi de Laplace-Gauss*. 2013.
48. Lawes, G., *Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis*. 1987.

49. Goldstein, J., and al., *Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis: a text for biologists, materials scientists, and geologists*. 2012: Springer Science & Business Media.
50. Han, Z., H. Luo, and H. Wang, *Effects of strain rate and notch on acoustic emission during the tensile deformation of a discontinuous yielding material*. *Materials Science and Engineering: A*, 2011. **528**(13): p. 4372-4380.

Annexe

Test préliminaire

Les essais effectués dans cette partie sur les éprouvettes du lot 0 sont considérés comme des tests préliminaires. Ces tests ne font pas l'objet principal de ce travail et sont réalisés afin de maîtriser les différents procédés expérimentaux utilisés et dans le but de régler les paramètres acoustiques.

a) Propriétés mécaniques

L'analyse des résultats des essais de traction est effectuée en se basant sur l'évolution de la courbe contrainte en fonction de la déformation. Les courbes obtenues sont représentées sur la Figure A1.

En premier lieu, le comportement des éprouvettes est linéaire jusqu'à une déformation de 0.5 %. Une deuxième phase au-delà de cette valeur de déformation est observée, là où la courbe perd sa linéarité initiale traduisant ainsi le début de la déformation plastique jusqu'à la rupture finale des éprouvettes.

À la lumière des résultats obtenus, il est clairement observé que la rupture a eu lieu pour une faible déformation plastique et une faible striction de la section de l'éprouvette. Ce comportement est attribué au fait que le matériau testé est quasi-fragile. Les valeurs des contraintes ainsi que des déformations sont représentées dans le Tableau A1.

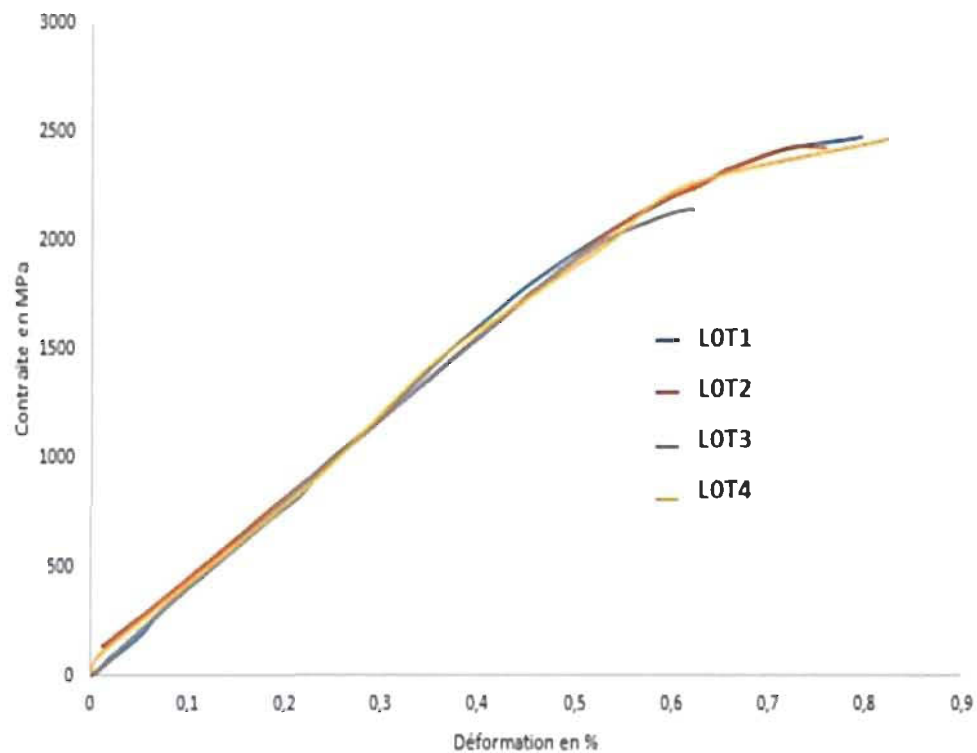


Figure A1: Courbes des contraintes en fonction des déformations

Les mesures de duretés de Rockwell sur trois points de chaque éprouvette sont aussi présentées dans le même tableau.

Tableau A1: Contraintes, déformations et duretés de Rockwell mesurés

Éprouvette	σ_{rup} (MPa)	ϵ_{rup} (%)	Dureté (HRC)	Remarques
LOT1	2487	0.79	46.2 ±3.6	Éprouvette revêtue, Caméra CCD et EA
LOT2	2432	0.76	45.2 ±1.5	Éprouvette revêtue, Caméra CCD et extensomètre
LOT3	2148	0.62	41.8 ±0.9	Éprouvette non revêtue EA, Caméra CCD et extensomètre
LOT4	2474	0.82	47.1±1.2	Éprouvette non revêtue EA, Caméra CCD et extensomètre
Moyenne	2385	0.75	45.1	
Écart-type	159	0.09	2.3	
CV (%)	6.7%	11.83%	5.2%	

Pour les contraintes à la rupture, le matériau présente une valeur moyenne de 2385 MPa, avec un faible écart-type et un coefficient de variation égale à 6.7 %. Cette variabilité est due à l'éprouvette LOT3 dont la valeur de la contrainte à la rupture est faible. Concernant la déformation à la rupture, on obtient une valeur moyenne de 0.75 % avec un faible écart-type et un coefficient de variation égal à 11.83 %. Globalement, les résultats obtenus sont comparables à ceux déterminés par la société Technikrome.

La valeur moyenne de la dureté est égale à 45.1 HRC avec un coefficient de variation autour de 5.2 %. L'éprouvette LOT3 se distingue toujours par une faible valeur par rapport aux autres éprouvettes du lot.

b) Émission acoustique

La distribution des événements acoustique est présentée sur la figure A2 en fonction de la déformation.

Les éprouvettes testées en fluage avant le test de traction sont dotées d'un comportement fragile où la partie plastique est quasi nulle. L'activité acoustique demeure absente au cours du chargement de l'éprouvette jusqu'à une déformation proche de 0.7 %. À partir de cette valeur de déformation, des événements ont été localisés au cours du test.

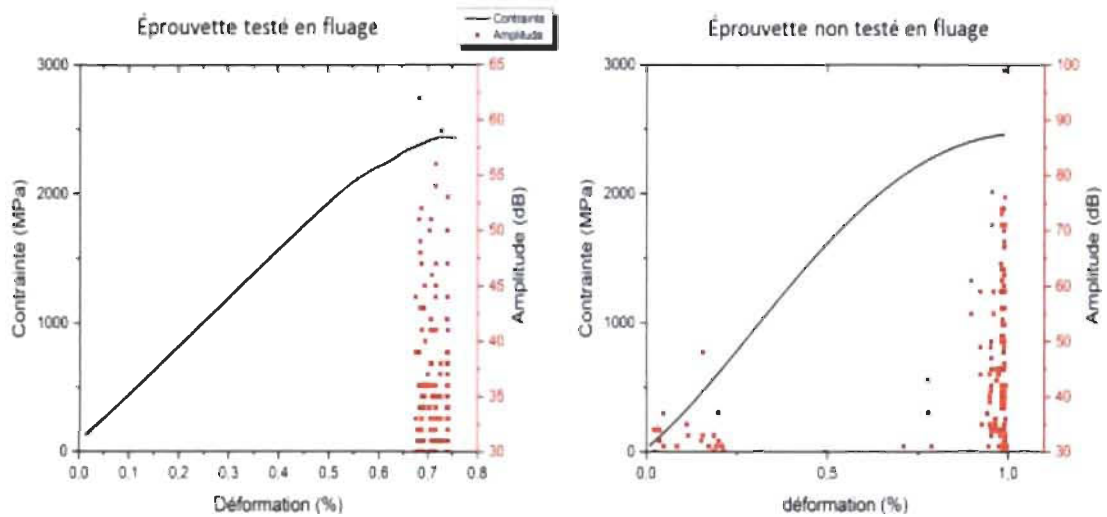


Figure A2: Courbe de traction et des évènements acoustiques

Pour les éprouvettes vierges, le comportement plastique est plus significatif, mais demeure aussi faible. Dans ce cas, des événements acoustiques ont été détectés dès le début de la sollicitation de l'éprouvette. Ces événements peuvent être attribués à une concentration de contrainte superficielle induite par le traitement de surface appliqué. Suivant les études réalisées sur ce type d'acier, ces événements ne seront pas pris en considération [50]. D'autres événements ont été observés au début de la plasticité, caractérisés par une amplitude qui varie entre 30 et 45 dB. À la fin du test et proche de la déformation ultime de l'éprouvette, une intensification de l'activité acoustique est enregistrée.

c) Analyse de facette de rupture par MEB

Des images des faciès de rupture ont été prises avec le MEB, dans le but d'identifier la présence de certains mécanismes d'endommagement intervenant lors du chargement du matériau et conduisant à la rupture. La Figure A3 présente les images des différentes facettes de rupture.

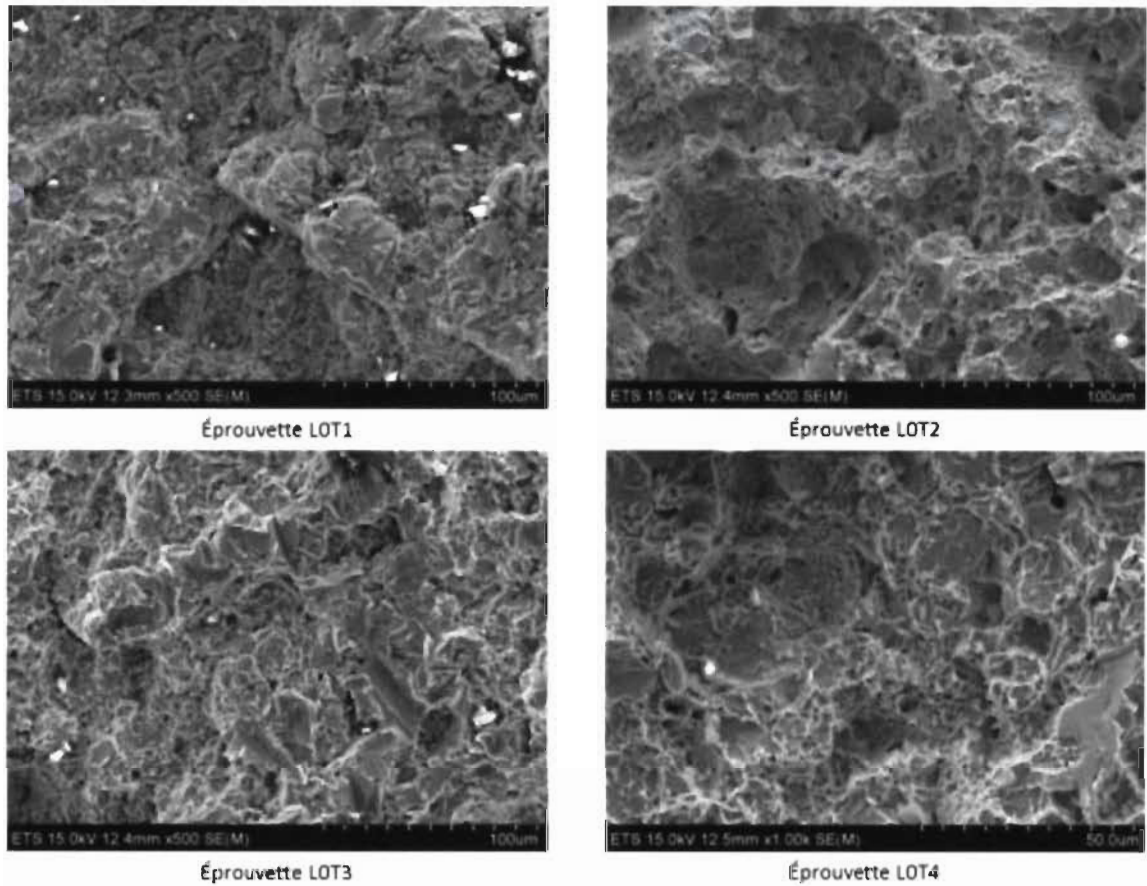


Figure A3: Image prise par le microscope électronique à balayage

L'image des faciès de rupture de l'éprouvette LOT1 a révélé que la rupture est mixte ductile-fragile (quasi-fragile), une rupture par clivage ainsi qu'une rupture ductile avec des petites cupules sont identifiées sur cette facette. Une augmentation du taux de cupules est notable sur la facette de rupture de l'éprouvette LOT2, ce qui montre que la rupture est ductile. Pour les deux autres éprouvettes qui n'ont pas subi un traitement électrolytique et qui n'étaient pas testées en fluage, on peut remarquer la présence de la rupture par clivage et très peu de surface de rupture ductile avec des cupules. On peut conclure donc que pour les éprouvettes LOT1, 3, et 4 la rupture est mixte ductile-fragile dominée par le clivage. En particulier, l'éprouvette LOT2 présente moins de fragilité, et la rupture est principalement ductile.