



**HAL**  
open science

## Caractérisation des signaux acoustiques détectés sur l’Inconel 600 sollicité thermo mécaniquement

Abdallah Haouam, Jérôme Favergeon, Gérard Moulin, Bachir Merzoug

► **To cite this version:**

Abdallah Haouam, Jérôme Favergeon, Gérard Moulin, Bachir Merzoug. Caractérisation des signaux acoustiques détectés sur l’Inconel 600 sollicité thermo mécaniquement. 10ème Congrès Français d’Acoustique, Apr 2010, Lyon, France. hal-00537187

**HAL Id: hal-00537187**

**<https://hal.science/hal-00537187v1>**

Submitted on 17 Nov 2010

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

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

# 10ème Congrès Français d'Acoustique

Lyon, 12-16 Avril 2010

## Caractérisation des signaux acoustiques détectés sur l'Inconel 600 sollicité thermo mécaniquement.

Abdallah Haouam<sup>1&2</sup>, Jérôme Favergeon<sup>1</sup>, Gérard Moulin<sup>1</sup>, Bachir Merzoug<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Université de Technologie de Compiègne, Laboratoire Roberval, CNRS, UMR 6253, 60205 Cedex Compiègne, France

<sup>2</sup> Université Badji Mokhtar Annaba, Département de Génie Mécanique, BP 12, 23000 Annaba, Algérie

L'Inconel 600, un alliage base nickel (NC15Fe), utilisé au niveau des tubes des générateurs de vapeur (GV) des réacteurs nucléaires à eau pressurisée, est susceptible à la corrosion inter-granulaire. La connaissance de son état de surface est essentielle pour assurer les conditions de bon fonctionnement des GV. Au cours de ce travail, l'émission acoustique (EA) est utilisée afin de détecter l'endommagement éventuel d'un ensemble d'éprouvettes oxydées à température constante sous contrainte mécanique. L'article comprend les résultats issus de ces essais expérimentaux relativement originaux : flexion 4 points dans l'intervalle de température 350-550°C à une vitesse de sollicitation  $2 \cdot 10^{-3}$  mm/s. Les essais sont réalisés au moyen d'un montage spécifique, sous atmosphère contrôlée, in situ, (vide, oxygène et vapeur d'eau) suivis simultanément par EA grâce à une chaîne d'acquisition reliée au montage. Les signatures acoustiques enregistrées durant ces essais thermomécaniques sont analysées et interprétées.

Mots clés: Inconel 600, corrosion inter-granulaire, oxydation, flexion 4 points, émission acoustique.

## 1. Introduction

La corrosion dans l'industrie est responsable de la ruine de nombreuses installations pouvant engendrer des conséquences catastrophiques au niveau de la sécurité, du personnel et de l'environnement. L'EA est appliquée avec succès à la caractérisation d'endommagements multiples lors d'essais, même complexes, aussi bien lors de sollicitations statiques, dynamiques que d'essais de corrosion des matériaux [1]. L'alliage 600 (NC15Fe) est largement utilisé comme matériau constitutif des tubes de générateur de vapeur et de pièces plus massives des réacteurs nucléaires à eau sous pression (REP), telles que les manchettes d'adaptateur dans lesquelles coulisent les systèmes de guidage des barres de contrôle. Ce matériau s'est révélé sensible à la fissuration inter-granulaire entre 350°C et 550°C [2]. L'étude des interactions entre la sollicitation mécanique et le mode d'oxydation isotherme a montré que l'endommagement lors des essais de flexion 4 points en condition in-situ, peut être caractérisé par la technique d'émission acoustique (EA). L'EA permet de détecter les ultrasons générés et se propageant dans les matériaux, notamment lorsque ceux-ci subissent des phénomènes d'endommagement mécaniques ou par corrosion [3]. Les études les plus récentes réalisées par EA concernent les travaux de laboratoire effectués pour le suivi de la fissuration de l'alliage 600 en milieu primaire [4].

## 2. Installation expérimentale

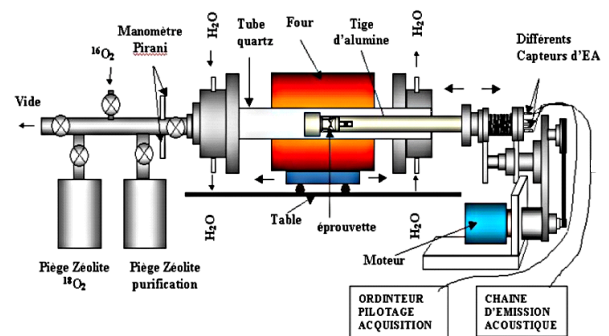


Figure 1 : Schéma de l'installation d'oxydation

### 2.1 Matériau

L'ensemble des essais de flexion 4 points a été réalisé sur des éprouvettes de dimensions  $0.5 \times 5 \times 25$  mm<sup>3</sup>, traitées thermiquement à 600°C dans le but de relaxer les contraintes résiduelles dues à la confection des tôles brutes. Les éprouvettes sont auparavant polies au papier en SiC de l'indice 120 à 4000 puis finies à l'alumine 3µ. Le matériau présente la composition massique suivante :

	Ni	Cr	Fe	C	Si	Mn	S	Cu
Balance		15.5	8	0.10	0.50	1.00	0.015	0.5

Tableau 1 Composition massique de l'Inconel 600 [5]

## 2.2 Déroulement des essais de flexion [6]

L'éprouvette est maintenue dans une enceinte confinée, dans un tube en quartz dont les extrémités sont rendues étanches par des dispositifs de passage sous vide, des joints d'étanchéité et des vannes micrométriques. Le vide est obtenu durant les essais au moyen de deux pompes, l'une primaire et l'autre secondaire ; permettant une réduction de la pression jusqu'à environ  $10^{-6}$  mbar. L'échantillon est inséré entre les deux mors fixe et mobile placés au sein d'une tige en alumine résistant aux hautes températures et possédant une inertie chimique vis-à-vis de l'oxygène. Deux capteurs d'émission acoustique, l'un à large bande et l'autre résonnant, placés à l'extérieur de l'enceinte haute température permettent l'enregistrement de signaux acheminés depuis l'échantillon par la tige d'alumine qui fait office de guide d'onde. Le déplacement imposé, au cours des essais mécaniques, est mesuré à l'aide d'un capteur LVDT. A l'issue de ce déplacement, on enregistre les valeurs de la force de réaction de l'éprouvette à l'aide d'un capteur calibré en force, placé sur une tige métallique située en zone froide du montage. Ces signaux acoustiques sont enregistrés grâce au logiciel MISTRAS 2001, puis traités par le logiciel NOESIS.

### 2.1.1 Protocoles expérimentaux utilisés

#### a) Essais sous vide

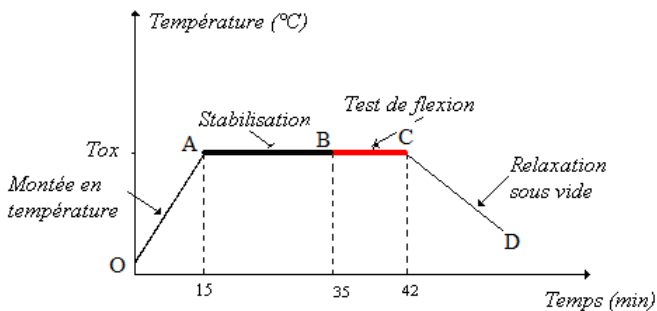


Figure 2 : Protocole expérimental des essais de flexion réalisés sous vide

OA : Phase de chauffage de l'échantillon sous vide secondaire jusqu'à la température désirée.

AB : Maintien sous vide en température isotherme (environ 20 min, temps de stabilisation).

BC : Essai de flexion (programmation du déplacement imposé au mors et de la vitesse de sollicitation) Sa durée est de 6 min pour la vitesse choisie  $2 \cdot 10^{-3}$  mm/s.

CD : Arrêt du four, programmation des paramètres de relaxation, phase de refroidissement sous vide de l'échantillon durant 6 à 8 h, selon la température d'oxydation.

#### b) Essais sous oxygène et sous vapeur d'eau

Les essais de flexion 4 points sous vapeur d'eau sont réalisés suivant le protocole représenté (Fig. 3) de manière analogue aux essais effectués sous oxygène. C'est le passage d'azote humide qui véhicule la vapeur d'eau à partir d'un ballon à 3cols relié au montage.

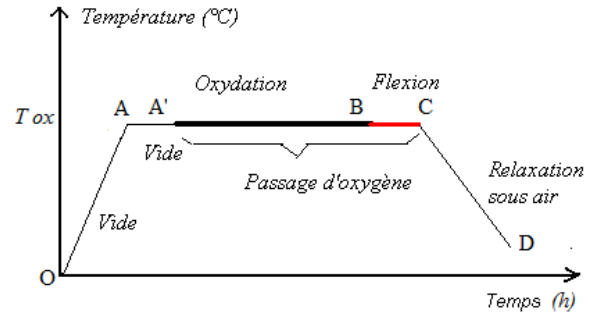


Figure 3 : Protocole expérimental des essais de flexion réalisés sous oxygène (ou sous azote humide)

OA : Phase de chauffage de l'échantillon sous vide.

AA' : Maintien sous vide secondaire en température isotherme (environ 20 min, temps de stabilisation).

A'B : Isolation de la pompe à vide et ouverture de la vanne permettant le passage d'oxygène (ou de l'azote) pour une durée de 5 jours (120 h dans nos conditions de laboratoire).

BC et CD : Phase de relaxation sous air.

### 2.3 Dispositif d'émission acoustique

Selon la norme AFNOR A09-390 : L'EA est le phénomène de création d'ondes élastiques transitoires résultant de micro déplacements locaux internes à un matériau [6].

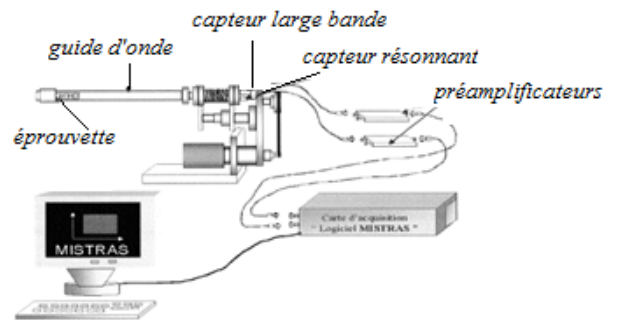


Figure 4 : Dispositif d'émission acoustique de l'installation

Pour avoir le signal réel de l'échantillon sollicité (Fig. 4), toutes les modifications dues au parcours de l'onde depuis l'échantillon jusqu'à la chaîne d'acquisition sont à prendre en compte. Les différents bruits de fond identifiés lorsqu'on sollicite le matériau à haute température sont de deux types : les bruits électromagnétiques et les bruits mécaniques. Le premier type est lié à la mise en marche du four alors que le second type est dû à la mise en marche du dispositif de sollicitation ; il correspond aux vibrations dans le montage, générées par la pompe à vide et le moteur de commande du mors mobile ainsi qu'aux frottements résultants du déplacement du mors dans la tige d'alumine.

## 3 Résultats expérimentaux

Les principaux paramètres de caractérisation des signaux acoustiques utilisés pour le suivi des tests de flexion 4 points sous atmosphère contrôlée sont :

l'amplitude, l'énergie, le nombre de coups et le nombre d'évènements. Le traitement des résultats est effectué de 2 manières :

- par analyse temporelle : les évolutions de l'amplitude et de l'énergie sont étudiées en fonction du temps.
- par analyse de corrélation : les paramètres caractérisant le nombre de coups ainsi que le nombre d'évènements sont tracés en fonction de l'amplitude.

### 3.1 Essais de flexion 4 points effectués sous vide

Les amplitudes enregistrées par les deux capteurs sont sensiblement constantes aussi bien durant le chauffage de l'éprouvette et sa stabilisation en température (40-60 dB) que durant sa sollicitation en flexion et sa relaxation sous vide (85-100 dB). Ces amplitudes correspondent au bruit de fond de l'installation (Fig.5).

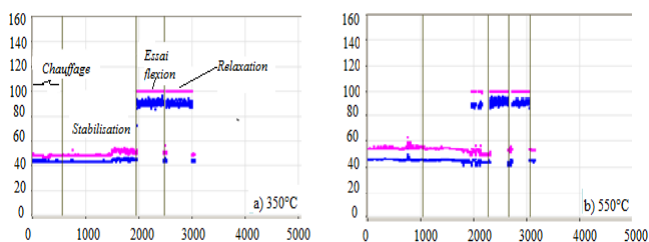


Figure 5 : Variations amplitude-temps sous vide à  $2.10^{-3}$  mm/s à : a) 350°C, b) 550°C.

On constate une élévation importante de l'énergie enregistrée avec l'augmentation de la température de l'essai pour les deux capteurs passant de l'intervalle (9000-14000At) à celui (8000-39000At) durant la montée et la stabilisation en température. Ceci résulte du changement structural interne du matériau. Par contre, cette énergie est constante durant la sollicitation mécanique et la relaxation sous air et vaut 67000At pour les deux capteurs signifiant l'absence d'endommagement de l'éprouvette (Fig. 6).

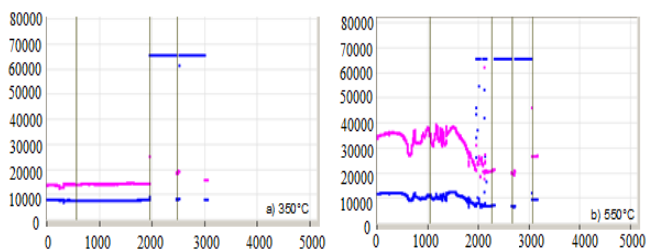


Figure 6 : Variation de l'énergie détectée en fonction du temps sous vide à  $2.10^{-3}$  mm/s à : a) 350°C, b) 550°C.

A 350°C, le nombre de coups est relativement faible pour les deux bandes de fréquence 40-60 et 85-100 dB, il vaut (20000-32000) et 34000 (Fig.7). A 550°C, le nombre de coups exprimé en fonction de l'amplitude est sensiblement constant pour les deux capteurs, il vaut 40000 dans la bande (40-60dB) et varie entre (30000-40000) dans la bande (85-100dB). L'élévation de la température de l'essai engendre une augmentation du nombre de coups.

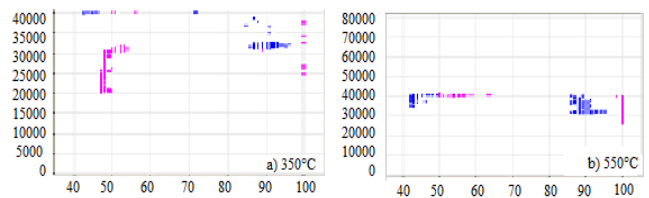


Figure 7 : Variations nombre de coups- amplitude sous vide à  $2.10^{-3}$  mm/s à : a) 350°C, b) 550°C.

L'augmentation de la température de l'essai est source d'un nombre d'évènements plus important lors des phases échauffement et stabilisation en température. Par contre, ce nombre diminue durant les phases de sollicitation en flexion et relaxation (Fig. 8).

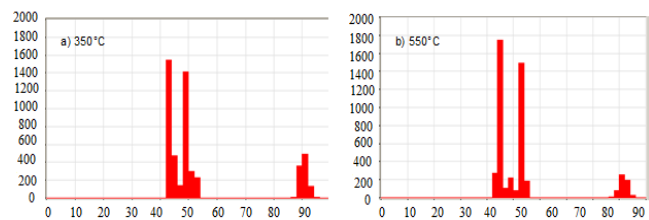


Figure 8 : Histogramme nombre d'évènements - amplitude sous vide à  $2.10^{-3}$  mm/s à : a) 350°C, b) 550°C.

Ce suivi par émission acoustique nous a permis donc de s'assurer de l'absence d'endommagement du matériau sous vide.

### 3.2 Essais de flexion réalisés sous oxygène

On enregistre une élévation de l'amplitude des signaux durant la phase d'oxydation isotherme (35-75dB). Les variations d'amplitude en fonction du temps résultent de la formation du film d'oxyde. Alors que durant les phases de test de flexion et relaxation, les signaux présentent une amplitude constante (85-100dB) signifiant que le film formé n'a pas été endommagé (Fig. 9).

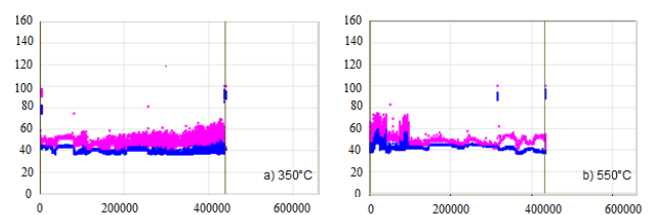


Figure 9 : Variations amplitude- temps sous oxygène à  $2.10^{-3}$  mm/s à : a) 350°C, b) 550°C.

Les variations des signaux d'énergie en fonction du temps durant la phase d'oxydation isotherme sous oxygène sont accentuées avec la température (4000-30000) à (4000-40000). Le mouvement des dislocations pourrait être à l'origine de ce phénomène. La valeur de l'énergie dissipée durant l'essai de flexion et la relaxation demeure constante égale à 67000At, signe d'absence d'endommagement de l'éprouvette (Fig. 10).

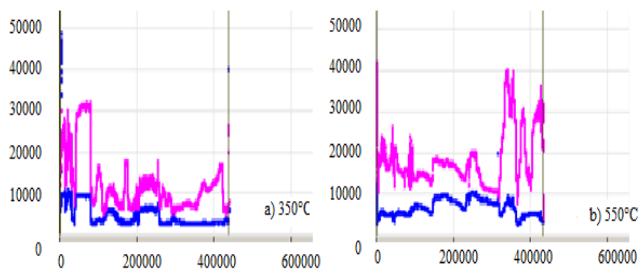


Figure 10 : Variations énergie-temps sous oxygène à  $2.10^{-3}$  mm/s à 350°C (a) et à 550°C (b).

Les signaux du nombre de coups enregistrés durant les tests sous oxygène présentent beaucoup de variations alors qu'ils étaient pratiquement constants sous vide, l'introduction de l'oxygène comme gaz réactif est à l'origine de ces variations (Fig. 11). Le nombre de coups augmente avec la température pour les 2 capteurs.

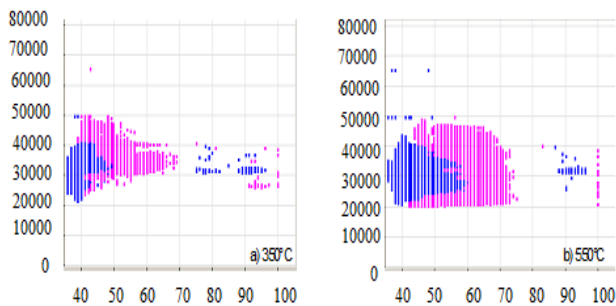


Figure 11 : Variations nombre de coups- amplitude sous oxygène à  $2.10^{-3}$  mm/s à : a) 350°C, b) 550°C.

Ces histogrammes révèlent un nombre d'évènements s'étalant sur une bande de fréquence plus large (37-70dB) à 550°C qu'à 350°C (37-53dB) (Fig. 12). Les évènements enregistrés correspondent aux phases d'oxydation isotherme du matériau de durée 120h. On remarque l'absence des fréquences relatives aux sollicitations mécaniques.

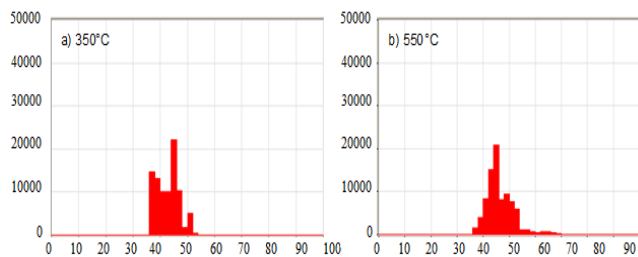


Figure 12 : Histogramme nombre d'évènements - amplitude sous oxygène à  $2.10^{-3}$  mm/s à : a) 350°C, b) 550°C

### 3. 3 Essais de flexion réalisés sous vapeur d'eau

Les spectres enregistrés durant les essais de flexion 4 points réalisés sous vapeur d'eau présentent un aspect analogue à celui des spectres obtenus sous oxygène avec un spectre d'amplitudes moins dense (Fig. 13) et une énergie plus élevée (Fig. 14).

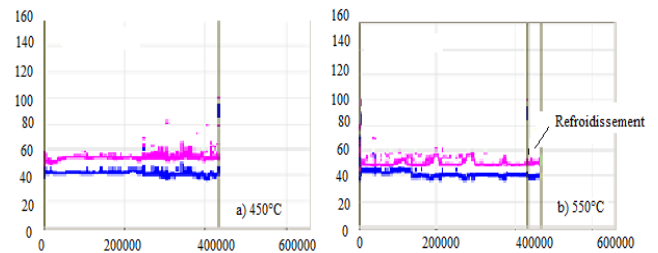


Figure 13 : Variations amplitude-temps sous vapeur d'eau à  $2.10^{-3}$  mm/s à : a) 450°C, b) 550°C.

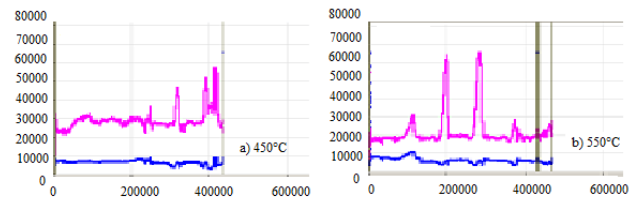


Figure 14 : Variations énergie-temps sous vapeur d'eau à  $2.10^{-3}$  mm/s à : a) 450°C, b) 550°C.

Les signaux du nombre de coups enregistrés durant les essais de flexion 4 points réalisés sous vapeur d'eau présentent des dispersions, ils s'étalent sur une bande de fréquence moins importante durant la phase oxydation isotherme du matériau, comparés à ceux enregistrés sous oxygène (Fig. 15).

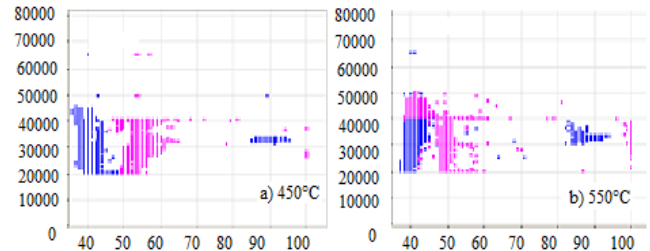


Figure 15 : Variations du nombre de coups- amplitude sous vapeur d'eau à  $2.10^{-3}$  mm/s à : a) 450°C, b) 550°C.

De même, les histogrammes enregistrés sous vapeur d'eau (Fig. 16) représentent les évènements cumulés sur une bande de fréquence réduite par rapport aux essais effectués sous oxygène.

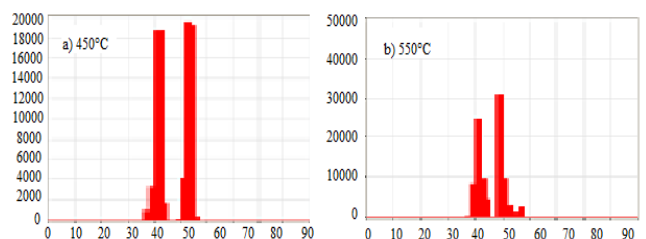


Figure 16 : Histogramme nombre d'évènements- amplitude sous vapeur d'eau à  $2.10^{-3}$  mm/s à : a) 450°C, b) 550°C.



Pour les protocoles expérimentaux réalisés, l'introduction de l'oxygène ou de la vapeur d'eau est à l'origine de l'augmentation de l'activité acoustique, synonyme d'attaque corrosive du matériau. Celle-ci résulte de son oxydation isotherme, engendrant essentiellement la formation d'un film d'oxyde en surface, principalement  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ . En effet, les micrographies réalisées par MEB montrent la localisation de ce film d'oxyde au niveau des joints de grain ; il s'agit bien d'une corrosion intergranulaire du matériau (Fig. 17) [6].

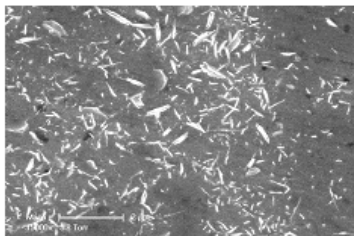


Figure 17 : Micrographies des aiguilles localisées au niveau des joints de grain d'une éprouvette sollicitée en flexion 4 points sous vapeur d'eau à 550°C

Les observations microstructurales valident et confirment les résultats de l'EA.

## 4 Conclusion

Les protocoles expérimentaux utilisés sous différentes atmosphères (vide, oxygène, vapeur d'eau) présentent une différence apparente en termes d'activité acoustique. En effet, la signature acoustique dépend de l'état de surface et du degré d'endommagement. Sous vide, l'amplitude des signaux enregistrés est constante, synonyme d'absence totale d'endommagement. Alors que durant les essais réalisés sous oxygène comme sous vapeur d'eau, l'état de surface de l'éprouvette résultant de la formation du film d'oxyde  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  a un effet notable sur l'activité acoustique (pics d'énergie très élevés). Ainsi donc, le phénomène source émissif est bien la formation du film d'oxyde à la surface des échantillons testés. Enfin, l'élévation de température d'oxydation est source d'événements acoustiques plus importants. L'EA est bel et bien un moyen de détection de la corrosion.

## Références

- [1] Proust A. et al "Détection de la corrosion active par la technique d'émission acoustique en milieu industriel" *Matériaux 2002*
- [2] Gourgues A.F., Andrieu E., "Fissuration de l'alliage 600 assisté par l'environnement dans l'air à 550°C. Application au milieu primaire des réacteurs nucléaires à eau sous pression", *Annales de Chimie*, 24, 321-328 (1999).
- [3] Mazille H., "The use of acoustic emission for the study and monitoring of localized corrosion

phenomena, modeling aqueous solution", *Kluwer Academic Publishers, Netherland*, (1994).

- [4] Caron D., "Influence de l'hydrogène sur la vitesse de propagation des fissures de corrosion sous contrainte dans l'alliage 600 en milieu primaire des réacteurs nucléaires à eau sous pression". *Thèse de Doctorat, INSA de Lyon*, (2000)
- [5] Site internet <http://goodfellow.com>, *Informations sur matériaux Inconel*, (2004)
- [6] Haouam A., "Comportement en flexion 4 points à température moyenne (350-550°C) d'alliage base Nickel. Etude de la fissuration et du rôle de la vapeur d'eau". *Thèse de Doctorat, UTC de Compiègne*, (2009)
- [7] Roget J., "L'émission acoustique. Essais non destructifs, mise en œuvre et applications", AFNOR (1988)