THÈSE

Présentée par

Akram ALHUSSEIN

Pour l'obtention du grade de

Docteur
de l'Université Paul Verlaine de Metz

SPECIALITE : Sciences des Matériaux
OPTION : Mécanique des matériaux

TRANSPORT ET STOCKAGE DES DERIVES PETROLIERS
Problématique d'endommagement des pipes par érosion de sable et par hydrogène

Soutenue à Metz le 22 octobre 2010 devant le jury composé de :

S. HARIRI	Professeur des Universités, ENSM, Douai	Président
M. NAÏT ABDELAZIZ	Professeur des Universités, Polytech'lille	Rapporteur
A. LAKSIMI	Professeur des Universités, UTC, Compiègne	Rapporteur
A. TIDU	Professeur des Universités, LETAM, Metz	Examinateur
M.H. IBRAHIM	Professeur des Universités, U. Alep (Syrie)	Examinateur
J. CAPELLE	Maître de Conférences, ENIM, Metz	Examinateur
J. GILGERT	Maître de Conférences, ENIM, Metz	Co-encadrant
Z. AZARI	Professeur des Universités, ENIM, Metz	Directeur

Laboratoire de Mécanique **B**iomécanique **P**olymères **S**tructures **(LaBPS)**
Ecole **N**ationale d'**I**ngénieurs de **M**etz (**ENIM**)
Université **P**aul **V**erlaine de **M**etz (**UPVM**), Île du Saulcy, 57045 Metz Cedex 01, France

Dédicaces

A

Mes parents,
Ma petite fille, Dina,
Ma Femme, Manal,
Mes frères et sœurs

Remerciements

*Ce travail a été réalisé au sein du **La**boratoire de Mécanique **B**iomécanique **P**olymères **S**tructures de l'**E**cole **N**ationale d'**I**ngénieurs de **M**etz sous la direction de Messieurs Zitouni AZARI et Joseph GILGERT, respectivement Professeur des Universités et maître de conférences à l'ENIM.*

Ma gratitude et ma reconnaissance s'adressent tout d'abord à Monsieur le Professeur Zitouni AZARI qui a accepté de diriger cette thèse. Son enthousiasme, sa rigueur et son goût passionné pour la recherche scientifique, ont été pour moi le stimulant nécessaire à l'achèvement de ce travail. Son opiniâtreté et son éclectisme sont pour moi un exemple.

Je voudrais ensuite remercier M. Joseph GILGERT, pour avoir accepté d'assurer le co-encadrement de ma thèse et pour son soutien et son aide, qui m'ont permis de mener à bien cette thèse.

Mes vifs remerciements s'adressent à Saïd HARIRI, Professeur des Universités à l'ENSM à Douai, président du jury. Mes remerciements s'adressent également à Abdelouahed LAKSIMI, Professeur des Universités à l'UTC, et Moussa NAÏT ABDELAZIZ, Professeur des Universités à Polytech'lille, pour avoir accepté de prendre sur leur temps afin d'assumer la charge des rapporteurs. J'en suis particulièrement honoré.

J'adresse mes sincères remerciements à Messieurs Mohamed Haisam IBRAHIM, Albert TIDU, et Julien CAPELLE d'avoir accepté d'examiner ce travail.

Je remercie infiniment Messieurs Pierre CHEVRIER, Guy PLUVINAGE, Philippe JODIN, Stephan BAKOWSKI *qui ont contribué de près ou de loin au bon déroulement de cette thèse.*

Je remercie également toute ma famille en pensant plus particulièrement à mes parents, mes frères et mes sœurs, mais aussi à ma belle famille pour tout leur soutien et leurs encouragements tout au long de ma thèse.

Je tiens à remercier ma petite famille notamment ma femme Manal pour son soutien et son encouragement constant.

Je rends ici hommage à ceux de mes collègues, qui n'ont jamais cessé de me témoigner leur amitié et leur affection tout au long de ce travail, et qui ont contribué de près ou de loin à l'accomplissement de ce dernier au sein du LaBPS.

Table des matières

REMERCIEMENTS----------

TABLE DES MATIERES ---------- 1

LISTE DES FIGURES---------- 6

LISTE DES TABLEAUX ----------10

NOTATIONS ----------12

INTRODUCTION GÉNÉRALE----------18

CHAPITRE I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE----------22

I.1. EROSION DU MATERIAU PAR IMPACT DES PARTICULES SOLIDES ----------23

I.1.1. THEORIE DE L'EROSION----------23

I.1.2. MECANISMES DE L'EROSION PAR DES PARTICULES SOLIDES ----------25

I.1.2.1. Erosion abrasive (Coupe)----------*26*
I.1.2.2. Fatigue de surface----------*26*
I.1.2.3. Déformation plastique ----------*26*
I.1.2.4. Rupture fragile----------*26*

I.1.3. PARAMETRES DU PROCESSUS D'EROSION DES SURFACES DU MATERIAU ----------27

I.1.3.1. Facteurs associés aux conditions d'exploitation ----------*27*
I.1.3.1.1. Temps d'exposition----------27
I.1.3.1.2. Angle d'impact----------27
I.1.3.1.3. Vitesse des particules érodantes ----------29
I.1.3.1.4. Flux moyen des particules ----------30
I.1.3.1.5. Température ----------31
I.1.3.1.6. Influence du milieu (fluide) ----------31
I.1.3.2. Facteurs associés à des particules érosives----------*32*
I.1.3.2.1. Taille des particules ----------33
I.1.3.2.2. Forme des particules----------34
I.1.3.2.3. Dureté ----------36
I.1.3.2.4. Sédiments ----------36
I.1.3.3. Facteurs associés au matériau cible----------*37*
I.1.3.3.1. Résistance de l'acier à l'érosion ----------37
I.1.3.3.2. Influence des défauts sur le processus d'érosion----------38

I.1.4. MODELES D'EROSION----------38

I.1.4.1. Modèle d'érosion général----------*38*
I.1.4.2. Evolution de l'érosion en fonction du temps de sablage ----------*39*
I.1.4.3. Modèles prenant en compte la ténacité du matériau ----------*40*

I.1.5. TECHNOLOGIES D'EROSION ----------41

I.1.5.1. Machine à turbine----------*41*
I.1.5.2. Machine à air comprimé ----------*42*
I.1.5.3. Machine à ultrasons ----------*42*

I.1.6. EROSION DES CANALISATIONS DE TRANSPORT DE DERIVES PETROLIERS----------43

I.1.6.1. Influence du sable mobile sur l'érosion des surfaces extérieures des canalisations ----------*43*
I.1.6.2. Comportement dynamique de particules solides entraînées par un courant liquide sur la structure à géométrie complexe----------*45*

I.1.7. ETUDE MICROSCOPIQUE DU PROCESSUS D'EROSION----------46

I.1.7.1. Mécanismes de formation des cavités d'érosion par impact des particules ----------*46*
I.1.7.2. Méthode d'érosion progressive ----------*47*

I.2. EFFET D'EROSION SUR LE COMPORTEMENT DU MATERIAU ----54
I.2.1. EFFET SUR L'ETAT DE SURFACE ----54
I.2.2. MODIFICATION DE LA MICROSTRUCTURE ----54
I.2.3. CONTRAINTES RESIDUELLES----55
I.2.3.1. Mécanisme de génération et évolution des contraintes résiduelles----55
I.2.3.2. Influence des paramètres de grenaillage sur l'état des contraintes résiduelles----57
I.2.3.3. Mode de déformation issue du grenaillage ----58
I.2.3.4. Différents ordres de contraintes résiduelles ----58
I.2.3.4.1. Contraintes résiduelles du 1er ordre----60
I.2.3.4.2. Contraintes résiduelles du 2ème ordre----60
I.2.3.4.3. Contraintes résiduelles du 3ème ordre----60
I.2.3.4.4. Etat de contraintes dans les matériaux ----60
I.2.4. DETERMINATION DE LA TENACITE A PARTIR DE L'ESSAI CHARPY ----61
I.2.4.1. Introduction----61
I.2.4.2. Influence de la géométrie d'entaille sur la distribution des contraintes ----62
I.2.4.2.1. Caractéristiques géométrique des échantillons Charpy ----62
I.2.4.2.2. Distribution des contraintes en fond d'entaille dans une éprouvette Charpy ----63
I.2.4.3. Ténacité d'un chargement critique----64
I.2.4.3.1. Etapes de propagation de la fissure initiale ----64
I.2.4.3.2. Ténacité conventionnelle ----65
I.2.4.4. Critère local de rupture en terme de contrainte (Approche volumétrique) ----65
I.2.4.5. Critère énergétique pour déterminer la ténacité à partir d'essai Charpy ----67
I.2.4.6. Corrélation de l'énergie de rupture Kv avec la ténacité K_{IC} ----70
I.2.5. ENDOMMAGEMENT PAR FATIGUE ----71
I.2.5.1. Introduction----71
I.2.5.2. Classification des sollicitations----71
I.2.5.3. Courbes de Wöhler----73
I.2.5.4. Evolution de la tenue en fatigue par grenaillage----74
I.3. INFLUENCE DE L'HYDROGENE SUR LE COMPORTEMENT DU MATERIAU ----76
I.3.1. L'HYDROGENE----76
I.3.1.1. Propriétés physiques----76
I.3.1.2. Modes d'obtention ----77
I.3.2. AFFECTATION DES PROPRIETES MECANIQUES----79
I.3.2.1. Propriétés statiques----79
I.3.2.2. Propriétés dynamiques ----80
I.3.2.3. Durée de vie----81
I.3.3. INFLUENCE DE L'HYDROGENE SUR LA PLASTICITE DE MATERIAU ----83
I.3.3.1. Les forces de cohésions atomiques----83
I.3.3.2. Apparition et propagation des fissures ----85
I.3.3.3. Piégeage de l'hydrogène par les dislocations ----85
I.3.3.3.1. Transport par les dislocations ----86
I.3.3.3.2. Diffusion le long des joints de grains ----87
I.3.3.3.3. Piégeage de l'hydrogène dans les défauts de la matière ----88
I.4. SYNTHESE DU CHAPITRE I----89
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE I ----91
CHAPITRE II : MATERIAU : CARACTERISTIQUE DE L'ENDOMMAGEMENT PAR SABLAGE ET PAR HYDROGENE----97
II.1. INTRODUCTION----98
II.2. ACIER API 5L X52 ----98

II.2.1. PROVENANCE ET NUANCE DE L'ACIER---------- 98

II.2.2. MESURE DE LA TAILLE DU GRAIN DE L'ACIER---------- 100

II.2.2.1. Analyse de microstructure ---------- 100
II.2.2.2. Grosseur des grains d'un matériau ---------- 101
II.2.2.3. Méthode par comptage du nombre de grains---------- 102
II.2.2.4. Méthode par comparaison avec des images types ---------- 103
II.2.2.5. Méthode par mesure directe ---------- 106

II.3. ENDOMMAGEMENT PAR SABLAGE (ESSAI DE SABLAGE)---------- 107

II.3.1. CHOIX DE LA MACHINE---------- 107

II.3.2. CARACTERISTIQUES TECHNIQUES DE LA MACHINE DE SABLAGE : BLASTER 2700 - 108

II.3.3. CARACTERISTIQUES DU SABLE UTILISE : CORINDON AL_2O_3---------- 109

II.3.3.1. Définition---------- 109
II.3.3.2. Fabrication du corindon ---------- 109
II.3.3.3. Propriétés du corindon ---------- 110
II.3.3.4. Application du corindon---------- 110
II.3.3.4.1. Corindon brun ---------- 110
II.3.3.4.2. Corindon blanc ---------- 111
II.3.3.5. Distribution de la taille des grains---------- 111

II.3.4. MESURE DE LA VITESSE DES PARTICULES DU CORINDON ---------- 113

II.3.5. PARAMETRES DES ESSAIS---------- 114

II.3.6. CONDITIONS D'ESSAIS---------- 114

II.4. INFLUENCE D'EROSION PAR SABLAGE SUR LA GEOMETRIE DU MATERIAU---------- 116

II.4.1. PERTE DE MASSE ET CALCUL DU VOLUME ERODE---------- 116

II.4.1.1. Manipulation et résultats---------- 116
II.4.1.2. Discussion---------- 123

II.4.2 MESURE DE RUGOSITE DE SURFACE DE L'ENTAILLE ---------- 125

II.4.2.1. Méthode et manipulation de mesure ---------- 125
II.4.2.2. Résultats et discussions---------- 126

II.4.3. VARIATION DE FORME ET DES PARAMETRES D'ENTAILLE---------- 128

II.4.3.1. Moyen de mesure de la géométrie d'entaille ---------- 128
II.4.3.2. Résultats ---------- 128
II.4.3.3. Discussions---------- 137

II.5. PROCEDURE D'ENDOMMAGEMENT PAR HYDROGENE ---------- 139

II.5.1. OBTENTION DE L'HYDROGENE POUR LES ESSAIS ---------- 139

II.5.1.1. Les différentes méthodes possibles ---------- 139
II.5.1.2. Le moyen retenu ---------- 139

II.5.2. MESURE DES QUANTITES D'HYDROGENE ABSORBEES PAR ELECTROLYSE ---------- 143

II.5.2.1. Principe de mesure---------- 143
II.5.2.2. Concentration d'hydrogène absorbée lors d'un chargement électrolytique---------- 146

II.6. CONCLUSION PARTIELLE DU CHAPITRE II ---------- 150

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE II---------- 152

CHAPITRE III : EVOLUTION DES PROPRIETES MECANIQUES DE L'ACIER API 5L X52 SOUS SOLLICITATIONS STATIQUE, DYNAMIQUE ET FATIGUE---------- 153

III.1. INTRODUCTION---------- 154

III.2. ESSAIS STATIQUES : INFLUENCE DU SABLAGE ET DE L'HYDROGENE SUR LA LOI DE COMPORTEMENT DE L'ACIER API 5L X52 ---- 155
III.2.1. REALISATION D'ESSAIS ---- 155
III.2.2. RESULTATS ---- 158
III.2.2.1. Caractéristiques statiques du matériau dans le sens longitudinal (L) ---- 158
III.2.2.2. Caractéristiques statiques du matériau dans le sens transversal (T) ---- 159
III.2.3. DISCUSSIONS ---- 161
III.3. ESSAIS CHARPY : INFLUENCE DU SABLAGE SUR LA TENACITE DE L'ACIER API 5L X52 ---- 162
III.3.1. INTRODUCTION ---- 162
III.3.2. PRINCIPE DE L'ESSAI CHARPY ---- 162
III.3.3. MANIPULATION ET DEROULEMENT DES ESSAIS ---- 164
III.3.3.1. Eprouvettes ---- 164
III.3.3.2. Réalisation de l'essai ---- 165
III.3.3.3. Calcul de la ténacité utilisant le critère énergétique ---- 166
III.3.4. RESULTATS ---- 167
III.3.5. DISCUSSION ---- 171
III.4. ESSAIS DE FATIGUE : INFLUENCE DU SABLAGE ET DE L'HYDROGENE SUR LA DUREE DE VIE DE L'ACIER API 5L X52 ---- 173
III.4.1. MANIPULATION ET DEROULEMENT DES ESSAIS ---- 173
III.4.1.1. Eprouvettes ---- 173
III.4.1.2. Machine et montage d'essai ---- 175
III.4.1.3. Conditions des essais ---- 176
III.4.2. RESULTATS ---- 177
III.4.3. DISCUSSION ---- 178
III.5. CONCLUSION PARTIELLE DU CHAPITRE III ---- 180
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE III ---- 182
CHAPITRE IV : ANALYSE DE LA MICROSTRUCTURE DE L'ACIER API 5L X52 APRES SABLAGE ---- 183
ANALYSE DE LA MICROSTRUCTURE DE L'ACIER API 5L X52 APRES SABLAGE ---- 184
IV.1. MICROGRAPHIE DE SURFACE DE L'ENTAILLE SABLEE ---- 184
IV.1.1. PRINCIPE DE BASE D'UN MEB ---- 184
IV.1.2. REALISATION D'ANALYSE ---- 187
IV.1.3. RESULTATS ET DISCUSSION ---- 188
IV.2. MESURE DES CONTRAINTES RESIDUELLES SOUS L'ENTAILLE ---- 191
IV.2.1. PRINCIPES GENERAUX ---- 191
IV.2.1.1. Contraintes-Déformations ---- 191
IV.2.1.2. Méthodes de mesure des déformations ---- 192
IV.2.1.3. Théorie des méthodes de diffraction ---- 192
IV.2.2. TECHNIQUE DE MESURE PAR DIFFRACTION DES RAYONS X (DRX) ---- 193
IV.2.2.1. Diffraction des rayons X ---- 193
IV.2.2.2. Evaluation des déformations et des contraintes par DRX ---- 195

IV.2.3. PROCEDURE EXPERIMENTALE ---------- 198

IV.2.3.1. Eprouvettes ---------- 198
IV.2.3.2. Appareillage et conditions de mesure ---------- 199

IV.2.4. RESULTATS ---------- 201

IV.2.5. DISCUSSIONS ---------- 206

IV.3. MESURE DE MICRODURETE HV SOUS L'ENTAILLE ---------- 207

IV.3.1. PRESENTATION DES TYPES D'ESSAIS DE DURETE ---------- 207

IV.3.1.1. Choix du type d'essai de dureté : ---------- 208

IV.3.2. PROCEDURE EXPERIMENTALE ---------- 208

IV.3.2.1. Préparation des échantillons ---------- 208
IV.3.2.2. Appareil et paramètres de mesure de la microdureté HV ---------- 209

IV.3.3. RESULTATS ---------- 210

IV.3.4. DISCUSSIONS ---------- 215

IV.4. CONCLUSION PARTIELLE DU CHAPITRE IV ---------- 216

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE IV ---------- 217

CHAPITRE V : QUALIFICATION DETERMINISTE DE LA NOCIVITE DES DEFAUTS ---------- 218

V.1. DIAGRAMME INTEGRITE RUPTURE MODIFIE ---------- 219

V.2. VALIDATION DU CAS ETUDIE DANS LE DIAGRAMME INTEGRITE RUPTURE MODIFIE 221

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE V ---------- 225

CONCLUSION GENERALE ---------- 226

Liste des figures

FIGURE I-1 : FISSURES GÉNÉRÉES PAR IMPACT DE PARTICULES. ----23
FIGURE I-2 : MÉCANISMES D'ÉROSION PAR DES PARTICULES. ----25
FIGURE I-3 : EROSION ABRASIVE. ----26
FIGURE I-4 : EROSION DUE À LA FATIGUE DE SURFACE. ----26
FIGURE I-5 : DÉFORMATION PLASTIQUE. ----26
FIGURE I-6 : EROSION PAR RUPTURE FRAGILE. ----26
FIGURE I-7 : REPRÉSENTATION SCHÉMATIQUE DE L'ÉROSION EN FONCTION DE L'ANGLE D'IMPACT, POUR LES MATÉRIAUX FRAGILES ET DUCTILES. ----28
FIGURE I-8 : EROSION EN FONCTION DE L'ANGLE D'IMPACT. ----28
FIGURE I-9 : EROSION EN FONCTION DE L'ÉNERGIE DES PARTICULES AFFECTÉES SUR UNE SURFACE DE TUYAU, POUR UN ANGLE DE 90°. ----30
FIGURE I-10 : INFLUENCE DE LA TEMPÉRATURE SUR L'ÉROSION D'UN ACIER INOXYDABLE. ----31
FIGURE I-11 : EFFET DU FLUIDE SUR L'ANGLE D'IMPACT. ----32
FIGURE I-12 : EFFET DES CONDITIONS DU FLUX SUR L'ÉROSION. ----32
FIGURE I-13 : CLASSEMENT DE LA RÉSISTANCE À L'ÉROSION. LE SABLE UTILISÉ EST LE SILICON CARBIDE À UNE VITESSE DE 152 M/S. ----33
FIGURE I-14 : DÉFINITION DE LA FORME DES PARTICULES. ----34
FIGURE I-15 : EROSION DUE À DES PARTICULES DE DIFFÉRENTES FORMES. ----36
FIGURE I-16 : FORCES AGISSANTES SUR LES PARTICULES DANS LE CHAMP D'ÉCOULEMENT. ----37
FIGURE I-17 : SCHÉMA D'UNE MACHINE À TURBINE. ----42
FIGURE I-18 : SCHÉMA D'UNE MACHINE À AIR COMPRIMÉE. ----42
FIGURE I-19 : PRINCIPE D'ÉROSION PAR ULTRASONS. ----43
FIGURE I-20 : SCHÉMA DE DISPOSITIONS DES TUYAUX DE GAZ AVEC RUPTURE. ----43
FIGURE I-21 : PHOTOGRAPHIE DU SITE DE LA RUPTURE. ----44
FIGURE I-22 : MÉCANISME D'ÉROSION DU TUYAU A (610 MM). ----44
FIGURE I-23 : TRAJECTOIRES DE PARTICULES DANS UNE STRUCTURE EN T. ----45
FIGURE I-24 : SURFACES ÉRODÉES DE L'ACIER S15C. ----46
FIGURE I-25 : VOLUME ÉRODÉ EN FONCTION DU TEMPS, ACIER S15C. ----46
FIGURE I-26 : RELATION ENTRE $HV^{-3/2}E^{-2}$ ET LE VOLUME MOYEN ÉRODÉ. ----47
FIGURE I-27 : SYSTÈME D'ESSAI D'ÉROSION. ----48
FIGURE I-28 : CARTES DES RÉGIONS LOCALISÉES SUR L'ÉCHANTILLON WC / CO. ----50
FIGURE I-29 : LA ZONE A SUR LA FIGURE I-28. ----52
FIGURE I-30 : RÉGIONS LOCALISÉES DE L'ACIER ASP30. ----53
FIGURE I-31 : MICROGRAPHIE D'UN AL2017A GRENAILLÉ. ----54
FIGURE I-32 : PRINCIPE DE CRÉATION DE CONTRAINTES RÉSIDUELLES PAR IMPACT DE PARTICULES SOLIDES. ----56
FIGURE I-33 : REPRÉSENTATION SCHÉMATIQUE : A) PROFIL DE DÉFORMATION PLASTIQUE ET B) DISTRIBUTION DE CONTRAINTES RÉSIDUELLES ASSOCIÉES EN PROFONDEUR. ----56
FIGURE I-34 : REPRÉSENTATION SCHÉMATIQUE DES EFFETS DES DIFFÉRENTS PARAMÈTRES DU PROCESSUS DU GRENAILLAGE. ----57
FIGURE I-35 : REPRÉSENTATION SCHÉMATIQUE DE L'ÉTAT DE CONTRAINTES RÉSIDUELLES ISSUE DU GRENAILLAGE. ----58
FIGURE I-36 : ILLUSTRATION DES DIFFÉRENTS ORDRES DE CONTRAINTE. ----59
FIGURE I-37 : SCHÉMA DE L'INSTRUMENT D'ESSAI CHARPY. ----61
FIGURE I-38 : DIFFÉRENTS TYPES D'ÉPROUVETTES CHARPY. ----62
FIGURE I-39 : EVOLUTION DE LA CONTRAINTE NORMALE AU PLAN D'ENTAILLE. ----63
FIGURE I-40 : CHARGEMENT ENREGISTRÉ (ESSAI CHARPY). ----64
FIGURE I-41 : PRÉSENTATION SCHÉMATIQUE D'UN CRITÈRE LOCAL DE RUPTURE EN TERME DE CONTRAINTE, CAS D'UNE ENTAILLE. ----66
FIGURE I-42 : EVOLUTION DU COEFFICIENT η AVEC LE RAYON D'ENTAILLE (CAS D'UNE ÉPROUVETTE CHARPY V). ----69
FIGURE I-43 : EVOLUTION DU FACTEUR η EN FONCTION DE LA PROFONDEUR RELATIVE. ----69
FIGURE I-44 : TÉNACITÉ APPARENTE J_{1c}, EN FONCTION DU RAYON D'ENTAILLE. ----70
FIGURE I-45 : CLASSIFICATION DES SOLLICITATIONS. ----72
FIGURE I-46 : DIAGRAMME D'ENDURANCE OU COURBE DE WÖHLER. ----73

FIGURE I-47 : AMÉLIORATION DE LA TENUE EN FATIGUE PAR GRENAILLAGE. ----------75
FIGURE I-48 : COURBE DE WÖHLER, AVEC UNE AMPLITUDE CONSTANTE R=0.5. ----------75
FIGURE I-49 : COURBE DE TRACTION D'UN ACIER X52. ----------80
FIGURE I-50 : COURBES INTÉGRALE J-Δ A.----------81
FIGURE I-51 : INFLUENCE DE L'HYDROGÈNE SUR LE NOMBRE DE CYCLES D'INITIATION D'UNE FISSURE À PARTIR D'UNE INCLUSION INTERNE. ----------82
FIGURE I-52 : ETAPES DE DIFFUSION INTERSTITIELLE DE L'HYDROGÈNE DANS LE RÉSEAU CRISTALLIN. ----------83
FIGURE I-53 : MÉCANISME DE PROPAGATION D'UNE FISSURE PAR CLIVAGE.----------84
FIGURE I-54 : IMAGES OBTENUES PAR MICROSCOPIE PHOTOÉLECTROCHIMIQUE D'UN ÉCHANTILLON D'ACIER X46 CHARGÉ EN HYDROGÈNE, POUR DIFFÉRENTS MOMENTS DE FLEXION APPLIQUÉS. ----------87
FIGURE I-55 : IMAGE DE RUPTURE INTERGRANULAIRE D'UN ÉCHANTILLON D'ACIER P420M, EN CORROSION SOUS CONTRAINTES.----------87
FIGURE I-56 : IMAGE OBTENUE PAR MICROSCOPIE PHOTOÉLECTROCHIMIQUE DE LA ZONE PROCHE D'UNE FISSURE (ACIER X46 CHARGÉ EN H2). ----------88
FIGURE I-57 : EVOLUTION DU COURANT PHOTOÉLECTRIQUE LE LONG DE LA LIGNE AB DE L'ÉCHANTILLON PRÉSENTÉ PAR LA FIGURE I-56.----------88

FIGURE II-1 : SENS LONGITUDINAL ET TRANSVERSE DU TUBE. ----------99
FIGURE II-2 : PROCÉDÉ DE FABRICATION D'UN TUYAU. ----------99
FIGURE II-3 : MICROSTRUCTURE DE L'ACIER API 5L X52, ANALYSE LONGITUDINALE, AVEC UN GROSSISSEMENT DE X570 ET DE X1150. ---------- 100
FIGURE II-4 : MICROSTRUCTURE DE L'ACIER API 5L X52, ANALYSE TRANSVERSALE, AVEC UN GROSSISSEMENT DE X570 ET DE X1150. ---------- 101
FIGURE II-5 : MÉTHODE PAR COMPTAGE DU NOMBRE DE GRAINS. ---------- 102
FIGURE II-6 : IMAGES-TYPES.---------- 105
FIGURE II-7 : MESURE DE LA TAILLE DES GRAINS DE LA STRUCTURE ANALYSÉE PAR MEB DANS LES DEUX SENS. ---------- 106
FIGURE II-8 : SCHÉMA DE LA SABLEUSE BLASTER 2700.---------- 108
FIGURE II-9 : PHOTOGRAPHIE DU CORINDON BRUN, BLANC ET SEMI-FRIABLE. ---------- 111
FIGURE II-10 : FORME DES GRAINS DU CORINDON.---------- 112
FIGURE II-11 : FACTEUR DE FORME DES PARTICULES DU CORINDON BRUN UTILISÉ. ---------- 112
FIGURE II-12 : DISTRIBUTION DE LA TAILLE DES GRAINS DU CORINDON BRUN UTILISÉ.---------- 112
FIGURE II-13 : VARIATION DE LA VITESSE DU FLUX D'AIR EN FONCTION DE LA DISTANCE. ---------- 113
FIGURE II-14 : MONTAGE PORTE ÉPROUVETTE. ---------- 114
FIGURE II-15 : DESSIN ET DIMENSIONS DU MONTAGE PORTE ÉPROUVETTE.---------- 115
FIGURE II-16 : DIMENSIONS DES SUPPORTS UTILISÉS POUR FIXER L'ÉPROUVETTE DANS LE MONTAGE.---------- 115
FIGURE II-17 : GÉOMÉTRIE D'ÉPROUVETTES.---------- 116
FIGURE II-18 : EVALUATION DE LA PERTE DE MASSE DANS LE SENS LONGITUDINAL.---------- 119
FIGURE II-19 : EVALUATION DE LA PERTE DE MASSE DANS LE SENS TRANSVERSAL.---------- 120
FIGURE II-20 : EVALUATION DU VOLUME ÉRODÉ DANS LE SENS LONGITUDINAL. ---------- 121
FIGURE II-21 : EVALUATION DU VOLUME ÉRODÉ DANS LE SENS TRANSVERSAL. ---------- 122
FIGURE II-22 : APPAREIL DE MESURE DE RUGOSITÉ DE SURFACE. ---------- 125
FIGURE II-23 : PROFIL DE RUGOSITÉ DE ZONE D'ENTAILLE.---------- 127
FIGURE II-24 : VARIATION DE LA RUGOSITÉ R_A ET R_T EN FONCTION DU TEMPS DE SABLAGE DANS LES SENS L ET T. ---------- 127
FIGURE II-25 : FORME ET PARAMÈTRES D'ENTAILLE.---------- 128
FIGURE II-26 : MACHINE DE MESURE DU PROFIL D'ENTAILLE. ---------- 129
FIGURE II-27 : FORME DU PROFIL D'ENTAILLE POUR DEUX ÉPROUVETTES. ---------- 129
FIGURE II-28 : VARIATION DU RAYON D'ENTAILLE PENDANT LE SABLAGE DANS LES DEUX SENS L ET T. -------- 134
FIGURE II-29 : VARIATION D'ANGLE D'ENTAILLE PENDANT LE SABLAGE DANS LES DEUX SENS L ET T. ---------- 135
FIGURE II-30 : VARIATION DE PROFONDEUR D'ENTAILLE PENDANT LE SABLAGE DANS LES DEUX SENS L ET T. - 136
FIGURE II-31 : VARIATION DE LONGUEUR DU LIGAMENT PENDANT LE SABLAGE DANS LES DEUX SENS L ET T.-- 137
FIGURE II-32 : ELECTRODE DE TRAVAIL. ---------- 140
FIGURE II-33 : CYCLE APPLIQUÉ POUR L'OBTENTION DE LA COURBE DE POLARISATION.---------- 141
FIGURE II-34 : COURBE DE POLARISATION DE L'ACIER API 5L X52. ---------- 141
FIGURE II-35 : ELECTRODES DE L'ÉLECTROLYSE. ---------- 142
FIGURE II-36 : CELLULE D'ÉLECTROLYSE.---------- 143
FIGURE II-37 : EPROUVETTE DE CHARGEMENT/DÉCHARGEMENT EN HYDROGÈNE.---------- 144
FIGURE II-38 : CELLULE DE CHARGEMENT ÉLECTRO-CHIMIQUE.---------- 145
FIGURE II-39 : EXEMPLE DE DÉCHARGEMENT D'HYDROGÈNE SOUS POTENTIEL ANODIQUE. ---------- 146

FIGURE II-40 : QUANTITÉ D'HYDROGÈNE CRÉÉE ET ABSORBÉE PAR L'ACIER API 5L X52. ---------- 147
FIGURE II-41 : EVOLUTION DE LA CONCENTRATION EN HYDROGÈNE EN FONCTION DU TEMPS DE CHARGEMENT. 147
FIGURE II-42 : EFFICACITÉ DU CHARGEMENT DE L'ACIER API 5L X52. ---------- 148
FIGURE II-43 : EVOLUTION DE LA CONCENTRATION EN HYDROGÈNE DANS L'ÉPAISSEUR DU TUYAU. ---------- 149

FIGURE III-1 : GÉOMÉTRIE DES ÉPROUVETTES DE TRACTION. ---------- 155
FIGURE III-2 : MACHINE DE TRACTION/COMPRESSION INSTRON 5585H. ---------- 156
FIGURE III-3 : LOI DU COMPORTEMENT DE L'ACIER API 5L X52 DANS LE SENS LONGITUDINAL L AVANT ET APRÈS SABLAGE. ---------- 158
FIGURE III-4 : EPROUVETTES L APRÈS RUPTURE. ---------- 159
FIGURE III-5 : LOI DE COMPORTEMENT DE L'ACIER API 5L X52 DANS LE SENS TRANSVERSAL T, POUR DES ÉPROUVETTES DE RÉFÉRENCE, SABLÉES PENDANT 8H, CHARGÉES EN HYDROGÈNE PENDANT 100H. -------- 160
FIGURE III-6 : EPROUVETTES T APRÈS LA RUPTURE. ---------- 161
FIGURE III-7 : DESCRIPTION DU MOUTON-PENDULE CHARPY ET DU POSITIONNEMENT DE L'ÉPROUVETTE. ------- 163
FIGURE III-8 : GÉOMÉTRIE DE L'ÉPROUVETTE CHARPY. ---------- 164
FIGURE III-9 : MACHINE CHARPY UTILISÉE. ---------- 165
FIGURE III-10 : OUTIL POUR CENTRER L'ÉPROUVETTE SUR LES APPUIS. ---------- 166
FIGURE III-11 : VARIATION DE TÉNACITÉ DE L'ACIER API 5L X52, DANS LE SENS LONGITUDINAL (L). ---------- 170
FIGURE III-12 : VARIATION DE TÉNACITÉ DE L'ACIER API 5L X52, DANS LE SENS TRANSVERSAL (T). ---------- 171
FIGURE III-13 : GÉOMÉTRIE DE L'ÉPROUVETTE DE FATIGUE : TUILE ROMAINE. ---------- 173
FIGURE III-14 : MODE DE SABLAGE D'UNE ÉPROUVETTE 'TUILE ROMAINE'. ---------- 174
FIGURE III-15 : EVOLUTION DE LA GÉOMÉTRIE DU PROFIL D'ENTAILLE AVANT ET APRÈS 8 HEURES DE SABLAGE. ---------- 174
FIGURE III-16 : MACHINE DE TRACTION/COMPRESSION INSTRON 1341. ---------- 175
FIGURE III-17 : MONTAGE DE FLEXION 3 POINTS POUR L'ESSAI À L'AIR ET SOUS HYDROGÈNE. ---------- 176
FIGURE III-18 : COURBES DE WÖHLER POUR L'ACIER API 5L X52. ---------- 177
FIGURE III-19 : VARIATION DU GAIN EN DURÉE DE VIE EN FONCTION DE LA CHARGE MAXIMALE APPLIQUÉE. --- 178

FIGURE IV-1 : MICROSCOPE ÉLECTRONIQUE À BALAYAGE 6490W. ---------- 184
FIGURE IV-2 : SCHÉMA D'UN CANON À ÉLECTRONS. ---------- 185
FIGURE IV-3 : SCHÉMA DE BASE D'UN MEB. ---------- 186
FIGURE IV-4 : SIGNAUX PRODUITS PAR INTERACTION D'UN ÉLECTRON PRIMAIRE AVEC L'ÉCHANTILLON. -------- 187
FIGURE IV-5 : MICROSTRUCTURE DE L'ACIER API 5L X52. ---------- 189
FIGURE IV-6 : FACIÈS DE RUPTURE D'ÉPROUVETTE DE FATIGUE SABLÉE. ---------- 189
FIGURE IV-7 : SCHÉMA D'INTRODUCTION DES CONTRAINTES RÉSIDUELLES PAR DÉFORMATION PLASTIQUE. ---- 191
FIGURE IV-8 : ILLUSTRATION D'UN PIC DE DIFFRACTION. ---------- 194
FIGURE IV-9 : ILLUSTRATION DE L'EFFET DE DISTORSION SUR LES PICS DE DIFFRACTION. ---------- 196
FIGURE IV-10 : DÉFINITION DES ANGLES Φ ET Ψ. ---------- 197
FIGURE IV-11 : CARACTÉRISTIQUES GÉOMÉTRIQUES DES ÉPROUVETTES. ---------- 198
FIGURE IV-12 : SCHÉMA DES POINTS DES MESURES. ---------- 198
FIGURE IV-13 : APPAREIL DE MESURE DES CONTRAINTES RÉSIDUELLES PAR DRX : A) EPROUVETTE SOUMISE AUX RAYONS X, B) ANALYSE DES DONNÉES ET CONTRÔLE DE MESURE. ---------- 200
FIGURE IV-14 : VARIATION DES CONTRAINTES RÉSIDUELLES PRINCIPALES MAXIMALES AU FOND D'ENTAILLE, POUR DIFFÉRENTES VALEURS DE RAYON D'ENTAILLE ET DE TEMPS DE SABLAGE, DANS LES DEUX SENS. -- 204
FIGURE IV-15 : VARIATION DES CONTRAINTES RÉSIDUELLES PRINCIPALES MAXIMALES AU FOND D'ENTAILLE, DANS LES DEUX SENS L ET T, AVEC DIFFÉRENTS TEMPS DE SABLAGE ET POUR DEUX VALEURS DE RAYON D'ENTAILLE. ---------- 204
FIGURE IV-16 : VARIATION DES CONTRAINTES RÉSIDUELLES PRINCIPALES MINIMALES AU FOND D'ENTAILLE, POUR DIFFÉRENTES VALEURS DE RAYON D'ENTAILLE ET DE TEMPS DE SABLAGE, DANS LES DEUX SENS. --------- 204
FIGURE IV-17 : VARIATION DES CONTRAINTES RÉSIDUELLES PRINCIPALES MINIMALES AU FOND D'ENTAILLE, DANS LES DEUX SENS L ET T, AVEC DIFFÉRENTS TEMPS DE SABLAGE ET POUR DEUX VALEURS DE RAYON D'ENTAILLE. ---------- 205
FIGURE IV-18 : VARIATION DES CONTRAINTES RÉSIDUELLES σ_{xx} AU FOND D'ENTAILLE, POUR DIFFÉRENTES VALEURS DE RAYON D'ENTAILLE ET DE TEMPS DE SABLAGE, DANS LES DEUX SENS. ---------- 205
FIGURE IV-19 : VARIATION DES CONTRAINTES RÉSIDUELLES σ_{yy} AU FOND D'ENTAILLE, POUR DIFFÉRENTES VALEURS DE RAYON D'ENTAILLE ET DE TEMPS DE SABLAGE, DANS LES DEUX SENS. ---------- 205
FIGURE IV-20 : ESSAI DE DURETÉ VICKERS *HV* . ---------- 208
FIGURE IV-21 : EPROUVETTES DE MICRODURETÉ *HV*. ---------- 209
FIGURE IV-22 : MICRODUROMÈTRE VICKERS. ---------- 209

FIGURE IV-23 : CONDITIONS POUR LES MESURES RÉPÉTITIVES. ---------- 210
FIGURE IV-24 : VARIATION DE LA MICRODURETÉ *HV* AU FOND D'ENTAILLE DES ÉCHANTILLONS CHARPY L, EN FONCTION DU TEMPS DE SABLAGE.---------- 213
FIGURE IV-25 : VARIATION DE LA MICRODURETÉ *HV* AU FOND D'ENTAILLE DES ÉCHANTILLONS CHARPY T, EN FONCTION DU TEMPS DE SABLAGE.---------- 214
FIGURE IV-26 : VARIATION DE LA MICRODURETÉ *HV* AU FOND D'ENTAILLE DES ÉCHANTILLONS DE FATIGUE, EN FONCTION DU TEMPS DE SABLAGE.---------- 215

FIGURE V-1 : DIAGRAMME INTÉGRITÉ RUPTURE CLASSIQUE AVEC DES CONDITIONS POUR UN DÉFAUT NON PROPAGÉ. ---------- 221
FIGURE V-2 : EVOLUTION DU POINT DE FONCTIONNEMENT. ---------- 223

Liste des tableaux

TABLEAU I-1 : DIFFÉRENTS MODÈLES DU VOLUME ÉRODÉ. ----24
TABLEAU I-2 : CLASSIFICATION DES SÉDIMENTS FLUVIAUX. ----36
TABLEAU I-3 : MODÈLES D'ÉROSION. ----40
TABLEAU I-4 : CARACTÉRISTIQUES MÉCANIQUES ET PARAMÈTRES LOCAUX DE DEUX TUYAUX. ----43
TABLEAU I-5 : DIFFÉRENTS ORDRES DE CONTRAINTES. ----60
TABLEAU I-6 : CARACTÉRISTIQUES GÉOMÉTRIQUES DE DIFFÉRENTS TYPES D'ÉPROUVETTES CHARPY . ----62
TABLEAU I-7 : POSITION DE LA CONTRAINTE MAXIMALE PAR RAPPORT À LA DISTANCE AU FOND D'ENTAILLE . ---63
TABLEAU I-8 : VALEUR DU COEFFICIENT DE CONCENTRATION DE CONTRAINTES ÉLASTOPLASTIQUES OBTENU À PARTIR DE LA MÉTHODE DES ÉLÉMENTS FINIS, POUR DIFFÉRENTES ÉPROUVETTES. ----64
TABLEAU I-9 : DIFFÉRENTS MODÈLES DE CORRÉLATION K_{IC} - K_v . ----70
TABLEAU I-10 : DONNÉES CARACTÉRISTIQUES SUR L'HYDROGÈNE. ----76
TABLEAU I-11 : COMPOSITION CHIMIQUE D'UNE SOLUTION NS4.----79
TABLEAU I-12 : CONDITIONS D'ESSAIS RÉALISÉS SUR DEUX ÉPROUVETTES EN ACIER API 5L X52. ----85

TABLEAU II-1 : COMPOSITION CHIMIQUE DE L'ACIER API 5L X52.----99
TABLEAU II-2 : PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS AVANT OBSERVATION MICROSCOPIQUE. ---- 100
TABLEAU II-3 : ETAPES DE CALCUL DE TAILLE DU GRAIN DU MATÉRIAU.---- 103
TABLEAU II-4 : TAILLE DE GRAINS DE L'ACIER API X52 MESURÉE PAR TROIS MÉTHODES. ---- 106
TABLEAU II-5 : CRITÈRES DU CLASSEMENT DES MACHINES DE SABLAGE. ---- 107
TABLEAU II-6 : FICHE COMPARATIVE DE QUELQUES SABLEUSES. ---- 108
TABLEAU II-7 : CARACTÉRISTIQUES TECHNIQUES DE SABLEUSE BLASTER 2700. ---- 109
TABLEAU II-8 : PROPRIÉTÉS PHYSIQUES DU CORINDON.---- 110
TABLEAU II-9 : PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES DU CORINDON À 20°C. ---- 110
TABLEAU II-10 : VALEURS DE PERTE DE MASSE ET DE VOLUME ÉRODÉ, DANS LE SENS L, PENDANT LE SABLAGE. ---- 117
TABLEAU II-11 : VALEURS DE PERTE DE MASSE ET DE VOLUME ÉRODÉ, DANS LE SENS T, PENDANT LE SABLAGE. ---- 118
TABLEAU II-12 : VALEURS DES CONSTANTES DE FORMULE MATHÉMATIQUE DE VARIATION DE PERTE DE MASSE EN FONCTION DE TEMPS DE SABLAGE. ---- 123
TABLEAU II-13 : VALEURS DES CONSTANTES DE FORMULE MATHÉMATIQUE DE VARIATION DU VOLUME ÉRODÉ EN FONCTION DE TEMPS DE SABLAGE. ---- 123
TABLEAU II-14 : VALEURS DES PARAMÈTRES GÉOMÉTRIQUES D'ENTAILLE PRÉLEVÉES AVANT ET APRÈS LE SABLAGE, ÉPROUVETTES L. ---- 130
TABLEAU II-15 : VALEURS DES PARAMÈTRES GÉOMÉTRIQUES D'ENTAILLE PRÉLEVÉES AVANT ET APRÈS LE SABLAGE, ÉPROUVETTES T. ---- 131
TABLEAU II-16 : VALEURS D'ÉVOLUTION DES PARAMÈTRES D'ENTAILLE APRÈS SABLAGE DANS LES SENS LONGITUDINAL (L). ---- 132
TABLEAU II-17 : VALEURS D'ÉVOLUTION DES PARAMÈTRES D'ENTAILLE APRÈS SABLAGE DANS LE SENS TRANSVERSAL (T). ---- 133
TABLEAU II-18 : COMPOSITION CHIMIQUE DE LA SOLUTION NS4. ---- 142
TABLEAU II-19 : LOI D'ÉVOLUTION DE LA CONCENTRATION EN HYDROGÈNE. ---- 148

TABLEAU III-1 : DIFFÉRENTES ÉTAPES NÉCESSAIRES À LA RÉALISATION D'UN ESSAI DE TRACTION. ---- 157
TABLEAU III-2 : INFLUENCE DU SABLAGE SUR LES PROPRIÉTÉS STATIQUES DE L'ACIER API 5L X52 DANS LE SENS L. ---- 158
TABLEAU III-3 : INFLUENCE DU SABLAGE ET DE L'HYDROGÈNE SUR LES PROPRIÉTÉS STATIQUES DE L'ACIER API 5L X52 DANS LE SENS T. ---- 160
TABLEAU III-4 : PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS POUR L'ESSAI CHARPY. ---- 164
TABLEAU III-5 : CARACTÉRISTIQUES ESSENTIELLES D'UN MOUTON PENDULE CHARPY. ---- 166
TABLEAU III-6 : VALEURS DE LA TÉNACITÉ DANS LE SENS LONGITUDINAL L.---- 168
TABLEAU III-7 : VALEURS DE LA TÉNACITÉ DANS LE SENS TRANSVERSAL T.---- 169
TABLEAU III-8 : ETAPES DE PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS POUR DIFFÉRENTES TYPES D'ESSAIS DE FATIGUE. ---- 174

TABLEAU III-9 : RÉSULTATS D'ESSAIS DE FATIGUE EN FLEXION 3 POINTS RÉALISÉS À L'AIR OU SOUS HYDROGÈNE. ---------- 177
TABLEAU III-10 : VALEURS DU RATIO RÉSULTANT DU NOMBRE DES CYCLES À RUPTURE POUR LES ÉPROUVETTES SABLÉES ET CELLES DE RÉFÉRENCE. ---------- 178
TABLEAU III-11 : VARIATION DE LA DURÉE DE VIE DU MATÉRIAU, CHARGÉ EN HYDROGÈNE AVEC OU SANS SABLAGE, EN FONCTION DE LA CHARGE APPLIQUÉE. ---------- 179

TABLEAU IV-1 : MODE DE FISSURATION SOUS SOLLICITATIONS AIR, HYDROGÈNE ET ÉROSION. ---------- 190
TABLEAU IV-2 : INTERPRÉTATION DES PARAMÈTRES DES PICS DE DIFFRACTION. ---------- 194
TABLEAU IV-3 : VALEURS DES CONTRAINTES RÉSIDUELLES PRINCIPALES MAXIMALES SOUS L'ENTAILLE, ÉPROUVETTES L. ---------- 201
TABLEAU IV-4 : VALEURS DES CONTRAINTES RÉSIDUELLES PRINCIPALES MAXIMALES SOUS L'ENTAILLE, ÉPROUVETTES T. ---------- 201
TABLEAU IV-5 : VALEURS DES CONTRAINTES RÉSIDUELLES PRINCIPALES MINIMALES SOUS L'ENTAILLE, ÉPROUVETTES L. ---------- 202
TABLEAU IV-6 : VALEURS DES CONTRAINTES RÉSIDUELLES PRINCIPALES MINIMALES SOUS L'ENTAILLE, ÉPROUVETTES T. ---------- 202
TABLEAU IV-7 : VALEURS DES CONTRAINTES σ_{xx} SOUS L'ENTAILLE, ÉPROUVETTES L. ---------- 202
TABLEAU IV-8 : VALEURS DES CONTRAINTES σ_{xx} SOUS L'ENTAILLE, ÉPROUVETTES T. ---------- 203
TABLEAU IV-9 : VALEURS DES CONTRAINTES σ_{yy} SOUS L'ENTAILLE, ÉPROUVETTES L. ---------- 203
TABLEAU IV-10 : VALEURS DES CONTRAINTES σ_{yy} SOUS L'ENTAILLE, ÉPROUVETTES T. ---------- 203
TABLEAU IV-11 : ETAPES DE PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS DES ESSAIS DE DURETÉ *HV*. ---------- 209
TABLEAU IV-12 : VALEURS DE LA MICRODURETÉ *HV,* SOUS L'ENTAILLE, POUR DES ÉCHANTILLONS CHARPY L, EN FONCTION DE LA LONGUEUR DU LIGAMENT ET DU TEMPS DE SABLAGE. ---------- 211
TABLEAU IV-13 : VALEURS DE LA MICRODURETÉ *HV,* SOUS L'ENTAILLE, POUR DES ÉCHANTILLONS CHARPY T, EN FONCTION DE LA LONGUEUR DU LIGAMENT ET DU TEMPS DE SABLAGE. ---------- 211
TABLEAU IV-14 : VALEURS DE LA MICRODURETÉ *HV,* SOUS L'ENTAILLE, POUR DES ÉCHANTILLONS TUILE ROMAINE. ---------- 212

TABLEAU V-1: RÉCAPITULATIFS DES VALEURS DE S_r ET $K_{\rho,r}$ ---------- 222
TABLEAU V-2 : INFLUENCE DU SABLAGE ET DE L'HYDROGÈNE SUR LES COEFFICIENTS DE SÉCURITÉ ET DE SÛRETÉ. ---------- 223

Notations

Tableau des Notations

Notation	Signification
A	Allongement
a	Longueur de la fissure
a_0	Longueur initiale de la fissure
a_L	Longueur de la fissure latérale
a_m	Longueur d'entaille
a_{moy}	Aire moyenne du grain
B	Epaisseur d'échantillon
b	Taille du ligament de l'échantillon
C_{con}	Concentration des particules érodantes
C_H	Concentration en hydrogène
D	Diamètre
d	Distance interréticulaire
d_{em}	Diagonale de l'empreinte de pyramide
d_m	Taille moyenne du grain
d_p	Diamètre de particule
E	Module de Young
E_{appuis}	Energie absorbée par la déformation des appuis
E_{cin}	Energie cinématique absorbée par l'éprouvette
E_{frot}	Energie absorbée par frottement du pendule
E_{anodic}	Potentiel anodique
E_{cath}	Potentiel cathodique
E_k	Energie cinétique de particules
F	Force appliquée
Fa	Force à l'arrêt de la propagation fragile de la fissure
F_{gy}	Force d'écoulement
F_{iu}	Force au début de la propagation fragile de la fissure
F_m	Force maximale
F_f	Constante de Faraday
G	Indice conventionnel de grosseur du grain

g	Grossissement
HB	Indice de dureté Brinell
HR	Indice de dureté Rockwell
HV	Indice de dureté Vickers
Hp	Dureté des particules solides
H_t	Dureté de la cible
h	Profondeur d'entaille
h_0	Hauteur initiale du pendule
h_1	Hauteur finale du pendule
h_L	Profondeur de la fissure latérale
I_{cath}	Courant cathodique de polarisation
I_H	Courant anodique de polarisation
$I_{réf}$	Courant anodique de polarisation de référence
J_{IC}	Ténacité (Paramètre énergétique critique)
J_{el}	Composante élastique du paramètre énergétique
J_{pl}	Composante plastique du paramètre énergétique
L	Longueur
K	Facteur d'Intensité de Contraintes
$K_{rés}$	Coefficient de résistance
K_g	Facteur pour passer du grossissement g au celui de 100
K_Q	Rapport de quantité d'hydrogène absorbée / celle créée
K_{1c}	Facteur d'intensité de contraintes critique (Ténacité)
K_{CP}	Ténacité des particules érosives
K_v	Energie d'impact
K_{cv}	Résilience
$K_{r,th}$	Seuil de Facteur d'Intensité de Contraintes d'entaille non dimensionnel
Kt	Facteur de concentration de contraintes élastoplastique
$K_{\rho,app}$	Facteur d'Intensité de Contraintes d'entaille appliqué
$K_{\rho,i}$	Facteur d'Intensité de Contraintes d'entaille à l'amorçage
$K_{\rho,r}$	Rapport entre $K_{\rho,app}$ et $K_{\rho,i}$
M	Numéro de l'image type
M_m	Masse molaire
M_p	Masse des particules impactant le matériau
m	Nombre de grains par unité d'aire d'une surface

N	Nombre de cycles à rupture
n	Exposant de la vitesse
$n_{écr}$	Coefficient d'écrouissage
n_1	Nombre de grains complètement à l'intérieur du cercle
n_2	Nombre de grains coupés par la circonférence
n_g	Nombre de grains dans la circonférence tracée
P	Poids du mouton pendule de Charpy
P_{pr}	Pression appliquée sur les parois intérieures du pipeline
P_V	Charge normale de la particule abrasive
ppm	Particules par million
Q_H^{ev}	Quantité d'hydrogène créée
Q_H^{abs}	Quantité d'hydrogène absorbée
R_e, $R_{p0.2}$	Limite d'élasticité
Rm	Résistance maximale
R_σ	Rapport de la contrainte minimale/ contrainte maximale
R_a	Rugosité moyenne
R_t	Rugosité totale
R_{int}	Rayon intérieur
R_{ext}	Rayon extérieur
r	Distance sur le ligament au fond d'entaille
r_p	Rayon de particule
S	Distance entre les appuis
S_e	Surface d'empreinte du pénétrateur
S_r	Rapport entre $\sigma_{\theta\theta}$ et σ_0
S_{sup}	Superficie de l'éprouvette correspondant à l'aire du cercle
t	Temps d'exposition
t_{tuyau}	Epaisseur du tuyau
U_c	Travail de rupture mesuré à l'amorçage
U_k	Énergie cinétique de particule
U_{pl}	Travail plastique de rupture
U_r	Energie de rupture
V	Vitesse des particules
V_m	Volume molaire
V_p	Vitesse d'impact des particules

V_{tuyau}	Volume du tuyau
ΔV	Volume érodé
W	Largeur d'échantillon
W_0	Energie potentielle initiale du pendule
W_1	Energie potentielle finale du pendule
W_a	Energie absorbée par l'éprouvette
W_e	Vitesse d'érosion du matériau
ΔW	Masse du matériau érodé
X_{eff}	Distance effective
X_m	Position de la contrainte maximale au fond d'entaille
χ	Gradient relatif de contrainte
α	Angle d'impact
α_p	Angle au sommet de pénétrateur
β	Angle du collimateur
ε	Déformation
ε_{moy}	Erosion moyenne
ε_v	Volume érodé/masse des particules impactées
ε_{vp}	Volume enlevé par une seule particule
η	Facteur de proportionnalité
2θ	Angle de diffraction des rayons X
λ	Longueur d'onde du faisceau de rayons X
μ_p	Constante de Lamé de particule
μ_t	Constante de Lamé du matériau cible
v	Volume utile de l'éprouvette à charger en hydrogène
υ	Coefficient de Poisson
ξ	Paramètre d'adoucissement
ρ	Rayon d'entaille
ρ_p	Densité de particule
ρ_t	Densité du matériau cible
σ	Contrainte
σ_0	Limite d'écoulement conventionnelle
σ_a	Amplitude de la contrainte
σ_D	Limite de fatigue
$\sigma_D(N_r)$	Limite d'endurance conventionnelle
σ_{eff}	Contrainte effective

σ_m	Contrainte moyenne
σ_N	Contrainte nominale
σ_{max}	Contrainte maximale
σ_s	Contrainte statique
$\sigma_{\theta\theta}$	Contrainte circonférentielle
τ	Temps de chargement en hydrogène
Φ	Angle entre une direction fixée dans le plan de l'échantillon et la projection de la normale au plan diffractant
Ψ	Angle entre la normale à l'échantillon et la normale au plan diffractant
ψ	Angle d'entaille

Introduction Générale

Introduction Générale

Les combustibles fossiles, résultent du lent processus de décomposition d'organismes vivants (végétaux ou animaux), suite à leur enfouissement sous des dépôts sédimentaires, il y a des millions d'années. La décomposition des organismes vivants a donné les hydrocarbures exploités aujourd'hui.

Les ressources énergétiques (pétrole, gaz,…) sont acheminées du producteur vers les centres de distribution et ensuite vers le consommateur.

Le stockage des produits pétroliers (ressources énergétiques) est l'action qui consiste à placer une quantité d'énergie en un lieu donné pour permettre son utilisation ultérieure.

Le transport des dérivés pétroliers est réalisé principalement par pipelines, sur de longues distances. Il peut prendre diverses appellations selon le produit transporté : Gazoduc pour le gaz naturel, Oléoduc pour les hydrocarbures liquides (pétrole, huile), Méthanoduc pour le méthane,…etc.

Cette thèse a pour objectif de proposer une étude expérimentale analysant l'effet de sablage (action environnementale) et celui de l'hydrogène (un des produits pétroliers) sur les propriétés mécaniques des structures en acier API 5L X52, conçues pour transporter et stocker des dérivés pétroliers. Nous nous intéressons à l'endommagement local d'une structure portant des défauts extérieurs sous forme d'entailles longitudinales et transversales de surface.

La probabilité d'amorçage d'une structure n'est jamais nulle. Les sources d'endommagement du matériau, lors de son fonctionnement, sont nombreuses. Parmi les causes naturelles, notons la fissuration par corrosion externe et interne, la fissuration par hydrogène, les défauts d'origine des conditions environnementales…etc.

L'hydrogène comme carburant a été proposé comme solution dans les problèmes d'énergie. L'utilisation de l'hydrogène pourrait constituer, à long terme, une alternative aux carburants d'origine fossile. Son développement se heurte cependant à des défis scientifiques, technologiques et économiques majeurs.

Les molécules de l'hydrogène peuvent pénétrer au sein de l'acier, principalement par ses défauts de surface, et causent sa fragilisation. Notre équipe analyse les effets de cette pénétration sur la résistance mécanique de l'acier.

Dans la présente étude, l'effet d'érosion par impact de sable, d'une structure entaillée, est étudié. Les discontinuités structurales conduisent à de fortes concentrations de contraintes au voisinage des défauts. Les chargements répétés dans le temps (impact de sable) donnent lieu à une grande variation en propriétés du matériau.

L'endommagement par sablage conduit à une amélioration en durée de vie du matériau grâce à l'élimination de micro fissures dans la structure. Mais, d'autres paramètres peuvent jouer un rôle opposé, comme la diminution de l'épaisseur des parois d'une structure, qui provoque la rupture de la structure sous pression.

Ce manuscrit est divisé en cinq chapitres :

Le chapitre I présente une étude bibliographique générale sur l'érosion des structures (par des particules solides) et l'effet de l'hydrogène. Afin d'atteindre nos objectifs, nous rappelons dans ce chapitre les différentes notions nécessaires à cette étude. Cette partie s'articulera autour de trois axes :

1. Dans un premier temps, nous introduisons la théorie d'érosion et les différents paramètres de ce processus. Plusieurs facteurs différencient les types de mécanisme d'érosion et contrôlent le moyen d'érosion. Ils peuvent être regroupés en trois catégories distinctes et associées aux :
    - Conditions d'exploitation : temps d'exposition, vitesse, accélération, angle d'impact, moyen du débit, courant et température.
    - Particules érodantes (sable) : taille, forme, dureté et matière.
    - Matériaux cibles : Composition chimique, propriétés mécaniques, dureté et surface morphologique.

2. Nous traitons globalement l'influence d'érosion sur les propriétés du matériau. Nous présentons les contraintes résiduelles introduites par impact des particules solides et nous montrons son influence sur la variation de la ténacité et sur la durée de vie du matériau.

3. Enfin, dans l'axe 3, nous introduisons les différentes recherches réalisées durant les dernières années sur l'effet d'hydrogène et son comportement vis-à-vis des aciers.

La procédure d'endommagement, par sablage et par hydrogène, est présentée dans le chapitre II. Cette partie se compose de quatre axes :

1- Nous commençons par l'étude de microstructure de l'acier API 5L X52. Nous précisons la manière d'obtention des éprouvettes et calculons la taille de grains par différentes méthodes.

2- Puis, les conditions d'endommagement par sablage sont présentées.

3- Ensuite, nous évaluons l'influence du sablage en calculant la perte de masse et le volume érodé et en mesurant les paramètres géométriques d'entaille.

4- Le dernier axe, dans ce chapitre, est consacré à présenter la procédure d'endommagement par hydrogène.

Le chapitre III s'attache à décrire la variation des propriétés du matériau : statiques, dynamiques et en fatigue, sous sablage et hydrogène. Des essais expérimentaux sont réalisés sur l'acier API 5L X52 :

- Essai de traction,
- Essai de Charpy,
- Essai de fatigue en flexion trois points.

Dans le chapitre IV, nous évaluons l'évolution de la microstructure sous sablage. La déformation du matériau a été constatée en faisant :

- L'observation microscopique par un microscope électronique à balayage,
- L'analyse des contraintes résiduelles le long du ligament au fond d'entaille,
- La mesure de microdureté Vickers HV sous l'entaille.

L'explication des différentes procédures de préparation des éprouvettes et du déroulement des essais réalisés, ainsi que l'analyse, l'interprétation et la discussion des résultats, seront présentés.

Le chapitre V est consacré à déterminer la nocivité des défauts sous sablage et hydrogène. Le niveau de la dangerosité des défauts et la variation des facteurs de sécurité et de sûreté seront présentés par le Diagramme Intégrité Rupture Modifié (D.I.R.M.).

Des conclusions générales mettent l'accent sur les résultats les plus importants obtenus dans cette étude, ainsi que quelques perspectives regroupées dans les dernières pages de cette thèse.

Chapitre I

Etude Bibliographique

I.1. Erosion du matériau par impact des particules solides

Le processus d'érosion est un phénomène surfacique associé à un enlèvement de matière causé par des impacts répétés des particules solides sur le matériau. Le problème d'érosion touche plusieurs secteurs industriels tels que les tuyaux, les réservoirs, les turbines, les composants hydrauliques, les pompes, les industries de procédés, …etc.

Malgré les effets nocifs de l'érosion sur le matériau, ce mécanisme est parfois considéré comme étant bénéfique et normalement utilisé dans les techniques de fabrication. Le grenaillage par sablage est une des ces applications bénéfique du mécanisme d'érosion.

En fait, l'élimination complète de l'érosion du matériau est impossible, mais l'étude des caractéristiques du matériau et le mécanisme de rupture est une manière de comprendre la cause de rupture qui permet de minimiser l'endommagement.

I.1.1. Théorie de l'érosion

Le phénomène d'érosion des matériaux par des particules solides est un processus assez complexe. Les chocs entre les particules solides et la surface d'un matériau entraînent l'enlèvement de matière caractérisé par la rupture fragile. Les types et les dimensions des fissures qui se forment sur la surface, durant l'impact, sont largement étudiés et dépendent de plusieurs facteurs : forme, masse, vitesse des particules, dureté et ténacité du matériau, Figure I-1.

Les travaux de Buijs et al [1], Marshall et al [2], Evans et Wilshaw [3] Evans et Marshall [4] ont montré l'importance des fissures latérales dans le mécanisme de l'enlèvement de matière. Ils se sont basés sur le phénomène d'écaillage : la fissure latérale, provoquée par une particule érosive, croise la surface cible. La théorie élasto-plastique de l'érosion des matériaux fragiles suppose que les fissures latérales, provoquées par les contraintes résiduelles introduites par l'impact, croissent d'une manière quasi-statique.

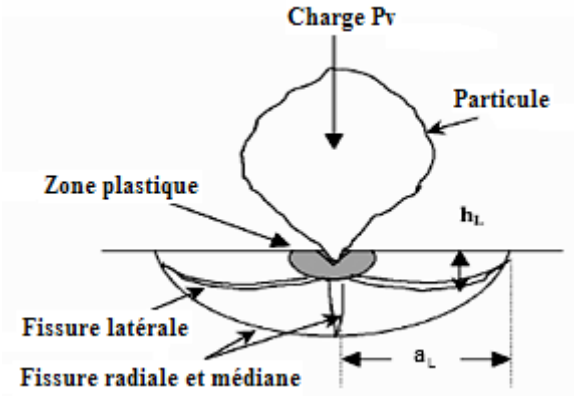


Figure I-1 : Fissures générées par impact de particules [5].

Le volume ΔV de la matière enlevée lors de l'érosion, correspondant au volume du matériau enlevé par indentation sous le seuil de la rupture, est calculé à partir de la longueur de la fissure a_L, et de la profondeur de la fissure latérale h_L, en dessous de la surface cible :

$$\Delta V = \pi a^2_L h_L \quad (1)$$

Si on suppose l'absence d'interaction entre les sites d'impact, le volume total enlevé ΔVt est la sommation des volumes résultants, à partir des impacts individuels. ΣN est le nombre total d'impact.

$$\Delta V_t = \Sigma N(\pi a^2_L h_L) \quad (2)$$

Marshall et al [2] ont utilisé cette analyse pour la modélisation de l'abrasion par doucissage. La longueur de la fissure latérale en équilibre est donnée par :

$$a_L = \alpha_0 \; P_v^{5/8} \; [E^{3/8} / (K_{1c}^{1/2} H_t^{1/2}] \quad (3)$$

avec

- α_0 est une constante du matériau qui dépend de la forme de la particule.
- P_V est la charge normale de la particule abrasive qui agit sur le matériau cible durant l'érosion.
- E, K_{IC} *et* H_t sont respectivement le module de Young, le Facteur d'Intensité de Contraintes et la dureté du matériau cible.

La profondeur h_L de la fissure latérale d'une écaille typique est exprimée par :

$$h_L = \alpha_1 (E/H_t)^{1/2} (P_v/H_t)^{1/2} \quad (4)$$

Où α_1 est une autre constante qui dépend de la forme de la particule.

En substituant les Equations (3) et (4) dans l'équation (2), le volume total enlevé devient :

$$\Delta V_t = C (\Sigma N \pi E^{5/4} K_{1c}^{-1} H_t^{-2} P_v^{7/4}) \quad (5)$$

Où C est une autre constante. La modélisation de l'érosion des surfaces par les particules anguleuses est fréquemment basée sur l'hypothèse que l'impact de la particule est uniquement décrit par l'indentation quasi-statique. Dans ces modèles, la fissure latérale est une caractéristique importante, responsable de l'enlèvement de matière par écaillage. D'après les observations microscopiques et les mesures effectuées, le volume moyen écaillé est calculé en appliquant l'un des modèles suivant, Tableau I-1 :

Auteurs	Modèle (ΔV)
Buijs [1]	$\pi . a_L^2 . h_L$ (6)
Slikkerveer [6]	$\frac{\pi}{2} . a_L^2 . h_L$ (7)
Oka [7]	$\pi . h_L^2 . R$ (8)
Volume conique	$\frac{\pi}{3} . a_L^2 . h_L$ (9)
Tanaka modifiée [5,8]	$\frac{2\pi}{3} . a_L^2 . h_L$ (10)

Tableau I-1 : Différents modèles du volume érodé.

Le taux d'érosion dépend du rapport de la dureté de la particule H_p et la dureté du matériau cible H_t. En effet, les particules possédant une faible dureté, par rapport à la surface à éroder, causent beaucoup moins d'usure que les particules dures.

Le rapport de dureté des particules et de la cible (H_p/H_t) est appelé l'initiateur de la fissuration.

Si $H_p>H_t$, le contact particule-cible provoque l'initiation des différents types de fissures. Les fissures latérales responsables de la formation d'écailles sont générées.

Si $H_p=H_t$, le contact est élastique. Les empreintes créées sont plus ou moins profondes, et les fissures latérales ne sont pas produites et sont moins apparentes.

Si $H_p<H_t$, les fissures latérales ne sont pas observables, mais quelques sites d'impact ou impressions plastiques peuvent se présenter. Les particules fragmentées laissent des empreintes de poussières au contact de la surface, et sont déviées par un rebondissement due au choc élastique.

La ténacité des particules est considérée comme un indice de fragilité et un des facteurs importants qui affecte le taux d'érosion [9]. En effet, il existe des particules plus fragiles et donc moins érosives. Wada et Watanabe [9] ont montré que la distribution de la taille des particules érosives, après impact, est nettement différente de celle mesurée avec impact. Les particules fragiles (faible ténacité K_{CP}) se sont écrasées en petites dimensions.

I.1.2. Mécanismes de l'érosion par des particules solides

Les actions mécaniques, chimiques et thermiques sont l'origine des séparations de la matière tel un débris d'érosion, mais les moyens pour atteindre ces actions sont différents. En général, on distingue quatre mécanismes principaux d'érosion par impact des particules solides : coupe, fatigue, rupture fragile et fusion.

Les actions de coupe peuvent être classées en découpage par pénétration de particules ou en déformation plastique à la rupture. La figure I-2 montre la hiérarchie de ces processus. Stachowiak et Batchelor (1993) [10] ont suggéré les mécanismes possibles de l'érosion par impact des particules solides : érosion abrasive, fatigue de surface, rupture fragile, déformation ductile, fusion de surface, érosion macroscopique et érosion atomique.

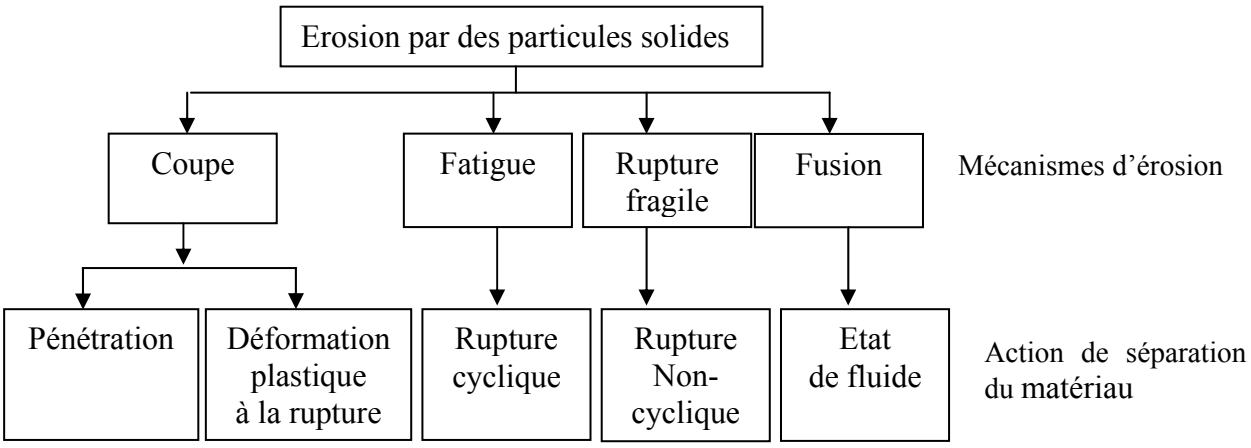


Figure I-2 : Mécanismes d'érosion par des particules (Meng and Ludema, 1995) [11].

I.1.2.1. Erosion abrasive (Coupe)

Lorsque des particules frappent une surface à faible angle d'impact, figure I-3, le mécanisme est appelé érosion abrasive. Quand le sable abrasif frappe une surface, il roule ou glisse provoquant l'érosion par frottement ou par découpage. La matière est enlevée par griffures ou par démolition des bords aigus des particules, en formant de petites cicatrices.

I.1.2.2. Fatigue de surface

Ce mécanisme d'érosion ressemble à l'usure par fatigue des surfaces roulées. Lorsque les particules frappent une surface avec un grand angle d'impact et une basse vitesse, Figure I-4, la surface ne subit aucune déformation plastique. Cette surface est affaiblie par fatigue, et des fissures apparaissent après des impacts répétés. Les particules se détachent de la surface après plusieurs impacts.

I.1.2.3. Déformation plastique

La déformation plastique de la surface a lieu en raison de la formation des écailles autour du point d'impact, lorsque les particules frappent la surface élastique avec une vitesse moyenne et un grand angle d'impact, figure I-5. En répétant l'impact sur les écailles, le matériau se détache tels des débris.

I.1.2.4. Rupture fragile

Lorsque les particules impactent une surface fragile avec un grand angle d'impact et une vitesse moyenne, l'érosion se fait par rupture fragile, figure I-6. Si les particules sont aigues, la fragmentation fragile s'effectue par détachement des particules de la matière.

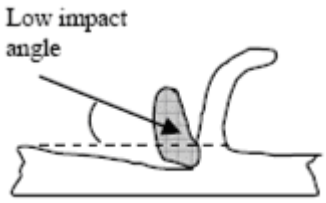


Figure I-3 : Erosion abrasive [10].

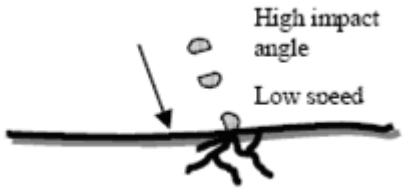


Figure I-4 : Erosion due à la fatigue de surface [10].

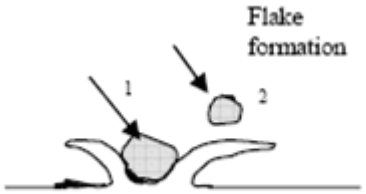


Figure I-5 : Déformation plastique [10].

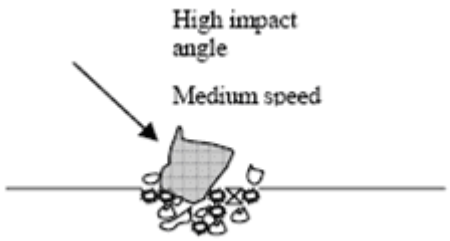


Figure I-6 : Erosion par rupture fragile [10].

I.1.3. Paramètres du processus d'érosion des surfaces du matériau

Plusieurs facteurs différencient les types de mécanisme d'érosion et contrôlent le moyen d'érosion. Ils peuvent être regroupés en trois catégories distincts et associés aux :

1. Conditions d'exploitation : Le temps d'exposition, la vitesse, l'accélération, l'angle d'impact, le moyen du débit ou la concentration, le flux et la température.

2. Particules érodantes (sable ou gouttelettes de liquides) : La taille, la forme, la dureté et la matière.

3. Matériaux cibles : Composition chimique, propriétés mécaniques, dureté et surface morphologique.

I.1.3.1. Facteurs associés aux conditions d'exploitation

La vitesse, l'angle d'impact et la concentration des particules sont les paramètres les plus importants parmi tous les autres facteurs, et applicables à tous les types de composants où l'érosion se produit. Ces termes apparaissent dans la plupart des modèles d'érosion.

I.1.3.1.1. Temps d'exposition

Le taux d'érosion augmente en fonction du temps d'exposition, jusqu'à une valeur constante [12]. Les différentes étapes d'érosion du matériau pendant le temps sont expliquées dans le paragraphe I.1.7.1, Figure I-25.

I.1.3.1.2. Angle d'impact

L'angle d'impact est défini comme l'angle entre la surface érodée et la trajectoire des particules, juste avant l'impact. Si les particules sont en mouvement parallèle à la surface, l'angle d'impact est presque 0 ° et seulement une légère érosion peut avoir lieu. Lorsque les particules se déplacent selon la normale à la surface, l'angle d'impact est de 90 °.

Pour les matériaux fragiles et ductiles, leur comportement d'érosion est différent selon l'angle d'impact. Les matériaux ductiles ont une érosion sévère à faible angle d'impact. Leur érosion maximale est observée entre 10 ° et 30°. La faible érosion est observée autour de la normale d'impact [13].

Le comportement à l'érosion d'un matériau ductile est similaire au frottement dans le cas de très petits angles d'impact. Pour les matériaux fragiles, plus l'angle d'impact augmente, plus l'érosion est grande et sa valeur maximale se trouve à 90°.

L'érosion peut être désignée en deux modes : Mode ductile, dans les cas où l'érosion maximale est à faible angle d'impact. A l'inverse le mode fragile, l'érosion est maximale à 90°, indépendamment du type de matériau ductile ou fragile.

La figure I-7 illustre la variation de l'érosion des matériaux fragiles et ductiles pour différents angles d'impact. Elle donne l'érosion maximale des matériaux ductiles et fragiles.

Différentes méthodes sont utilisées pour présenter la relation entre l'érosion et l'angle d'impact. Bhushan (2002) [14] a montré que l'érosion maximale d'un matériau fragile est plus élevée qu'un matériau ductile. D'autre part, Matsumura et Chen (2002) [15] ont montré que l'érosion la plus élevée correspond à un matériau ductile. Bozzini et all (2003) [16] ont trouvé, pendant l'étude d'érosion par sablage, d'acier inoxydable 2205 DSS (**D**uplex **S**tainless **S**teel), que l'érosion est maximale à 90°, Figure I-8. Bhushan (2002) [14] n'a montré aucune érosion

aux faibles angles d'impact. Contrairement, Stachowiak et Batchelor (1993) [10] ont montré que l'érosion se produit à environ 10% de la valeur maximale et à zéro degré d'angle d'impact.

Ces différences de résultats pourraient être dues au mode de définition de l'angle d'impact des particules. Normalement, l'angle de jet est considéré comme angle d'impact des particules pour un but pratique, sans l'être réellement.

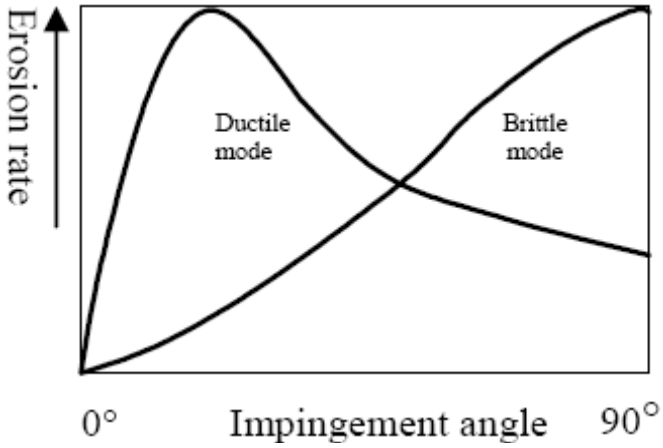


Figure I-7 : Représentation schématique de l'érosion en fonction de l'angle d'impact, pour les matériaux fragiles et ductiles [13].

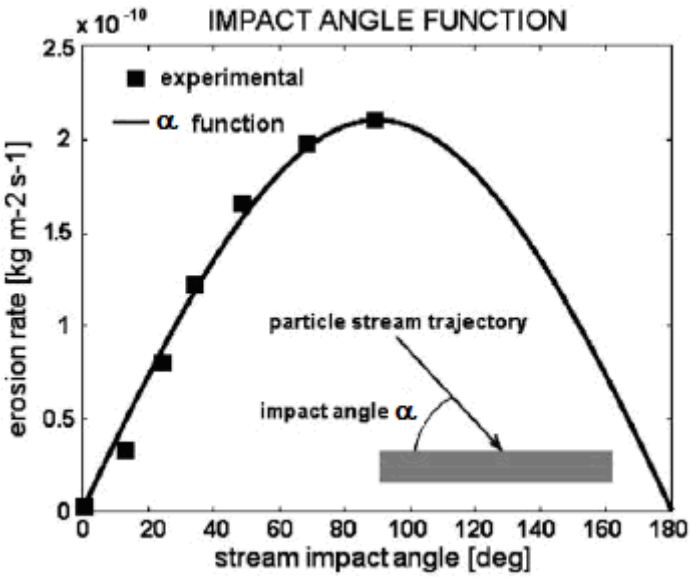


Figure I-8 : Erosion en fonction de l'angle d'impact [16].

Le flux des particules dans un tuyau droit ou entre des plaques parallèles peut être considéré comme ayant zéro (0°) d'angle d'impact, mais même dans ces flux, on peut s'attendre à de l'érosion. Dans de tels cas, si l'écoulement est perturbé, les particules oscillent au sein de la couche limite en direction perpendiculaire à l'écoulement, et l'angle d'impact pourrait être à proximité de 90 °.

I.1.3.1.3. Vitesse des particules érodantes

Dans la pratique, l'endommagement du matériau dû à la déformation plastique et à la coupe se produit simultanément. Ces mécanismes d'endommagement dépendent ensemble de la vitesse des particules et de l'angle d'impact et d'autres paramètres. Jusqu'à une certaine vitesse, appelée ''seuil de la vitesse'' ou vitesse critique, les particules ne peuvent déraper dans la surface à cause des frottements, et l'action de découpe n'a pas lieu. Yabuki et al. (1999) [17] ont trouvé cette vitesse critique d'un sable de silice sur un acier au carbone égale à 2,5 m/s pour des particules de 0,26 mm. Plus la vitesse augmente par rapport au seuil critique, plus les deux actions, déformation plastique et coupe, augmentent, ce qui amplifie considérablement l'érosion.

Les modes d'érosion varient en fonction de la vitesse des particules. À basse vitesse, les particules n'ont pas assez d'énergie pour éroder le matériau par l'action de coupe, mais les effets de la déformation élastique ou de la fatigue peuvent être observés.

La plupart des expressions, citées pour la relation entre l'érosion et la vitesse des particules, sont :

$$Erosion \alpha (Vitesse)^n \tag{11}$$

Où les valeurs de l'exposant n varient en fonction de la matière et des autres conditions d'exploitation. Considérant que l'enlèvement de matière est dû à l'énergie cinétique d'impact des particules, théoriquement, la valeur de n est 3. Toutefois, dans la littérature, plusieurs auteurs ont pris différentes valeurs.

Truscott (1971) [18] a présenté différentes valeurs de l'exposant n prises entre 1,4 pour l'acier St 37 et 4,6 pour le caoutchouc testé par sablage. Si on a une intensité forte de la corrosion combinée avec l'érosion, la valeur de l'exposant n sera moindre, mais dans certaines gammes de vitesses, l'augmentation soudaine de cette valeur peut être observée lorsque les échelles de corrosion sont enlevées.

Dans le cas combiné des particules solides de l'érosion et de cavitation, Zhang et al. (1996) [19] ont constaté que l'érosion est proportionnelle à la vitesse périphérique d'un disque avec une valeur d'exposant comprise entre 3 et 4,5, pour les revêtements non-métalliques.

De même Arnold et Hutchings (1990) [20] ont constaté que l'exposant de la vitesse se trouve entre 2,9 et 5,1 pour les angles d'impact 30° et 90° respectivement. L'effet des particules d'érosion à grande vitesse est plus significatif que les synergies dues à la cavitation et à l'érosion.

Karelin et al. (2002) [21] ont observé différentes valeurs pour le type d'essai, par exemple n = 2,5 ~ 3,0 pour un type rotatif, n = 1,8 ~ 2,7 pour un disque et n = 2,0 ~ 2,2 pour l'impact de jet d'eau. Il existe de grandes différences dans les valeurs de l'exposant de la vitesse. Ceci complique l'uniformité dans la prévision de l'érosion et la simulation.

Le plus souvent, la vitesse des particules est considérée équivalente à la vitesse d'un fluide estimée sur la base de l'équation de la continuité (Wood, 1999) [22]. Dans la pratique, la vitesse des particules est généralement inférieure à la vitesse du fluide. Zahavi et Schmitt (1981) [23] ont constaté que la vitesse des particules de sable est un tiers de la vitesse de l'air, en essai d'érosion par sablage.

La précision de la vitesse des particules est importante dans les modèles d'érosion, mais cette mesure est en pratique très difficile. Pour mesurer la vitesse des particules, Chevallier et Vannes (1995) [24] ont mentionné une photographie de vitesse d'une lumière, des portes

optiques et de doubles disques rotatifs. Bjordal (1995) [25] a utilisé une vitesse basée sur la vitesse rotative d'éprouvette.

I.1.3.1.4. Flux moyen des particules

Le flux moyen des particules est défini comme la masse des particules impactées par unité de surface et du temps. L'érosion est proportionnelle au flux moyen des particules jusqu'à une certaine limite et sera réduite en raison d'interférences entre les particules rebondies et arrivées. Ce phénomène est plus important pour les grands angles d'impact. Arnold et Hutchings (en 1989) [26] ont constaté que la limitation du flux moyen des particules est très variable, de 100 kg/m^2.s d'élastomère à 10000 kg/m^2.s pour l'érosion des métaux par des grosses particules (Stachowiak et Batchelor, 1993) [10].

La concentration des particules est aussi utilisée dans la plupart des applications pratiques pour représenter ce facteur. Il s'agit d'une masse (ou d'un volume) des particules présentes dans l'unité de masse (ou de volume) d'un fluide. Elle peut aussi être représentée en terme de pourcentage des particules dans la masse (ou le volume) d'un fluide. L'érosion est considérée linéairement proportionnelle à la concentration. Bjordal (1995) [25] a constaté que :

$$Erosion\ moyenne \propto Concentration^{0.25\sim1.27} \tag{12}$$

Pour la plupart des matériaux, lorsque le test dure longtemps, cette valeur est proche de 1. La proportionnalité directe de l'érosion à la concentration, tout en respectant la vitesse, est une bonne approximation.

Plusieurs essais sur différents matériaux montrent que l'érosion dépend fortement de l'énergie cinétique des particules de sable impactées, Figure I-9.

Généralement, l'énergie cinétique est donnée par l'équation suivante :

$$E_k = \frac{1}{2} M_p V_p^2 \tag{13}$$

Par conséquent, l'érosion est proportionnelle à la masse, et à la vitesse des particules de sable.

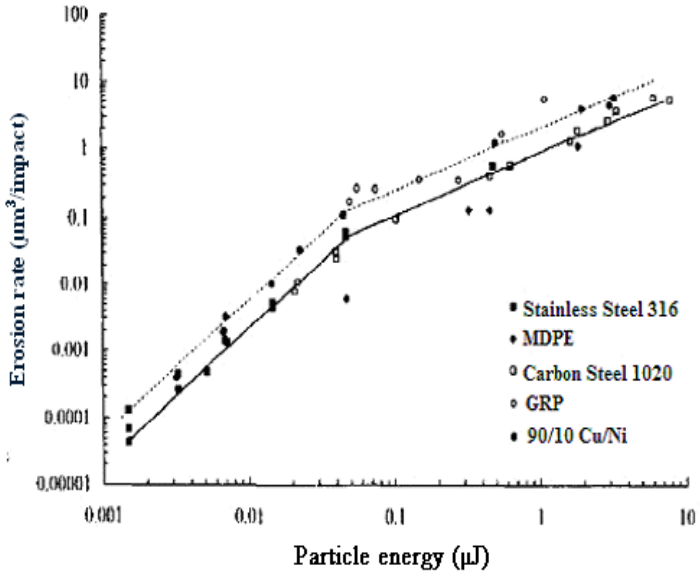


Figure I-9 : Erosion en fonction de l'énergie des particules affectées sur une surface de tuyau, pour un angle de 90° [27].

I.1.3.1.5. Température

L'érosion est influencée par la variation de la température. A température élevée, la matière sera assouplie et l'érosion augmente. A 600 ° C, l'érosion d'un acier inoxydable ne varie pas d'une manière significative. Il s'agit d'une température de ramollissement. Au-delà de cette température, l'érosion augmente rapidement. Shida et Fujikawa (1985) [28] ont trouvé une forte corrélation entre l'érosion et les propriétés mécaniques des matériaux.

La figure I-10 montre le comportement à l'érosion d'un acier inoxydable 310 en fonction de la température. L'influence de la température sur l'érosion n'a aucune signification dans une turbine hydraulique, mais elle est importante dans les pompes transportants des liquides chauds, les turbines à gaz et d'autres applications similaires.

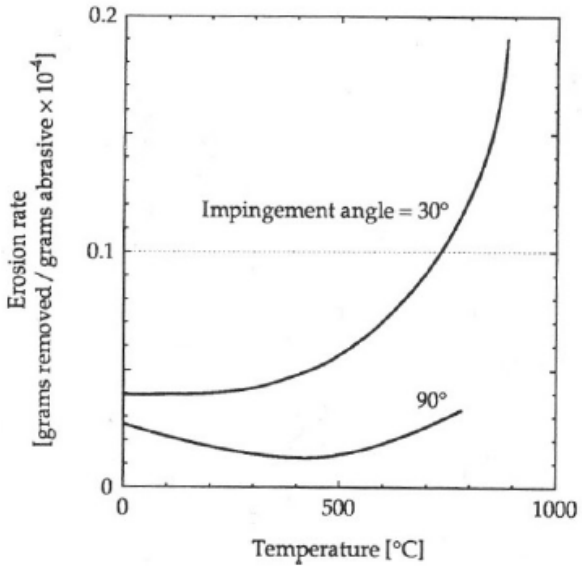


Figure I-10 : Influence de la température sur l'érosion d'un acier inoxydable (Levy and Man, 1986 [29]).

I.1.3.1.6. Influence du milieu (fluide)

Les particules érosives sont transmises par les fluides tels que l'air, le gaz, l'eau, l'huile hydraulique et le pétrole. Les caractéristiques du fluide ont des effets importants sur l'érosion. Plusieurs facteurs affectent la configuration finale de l'érosion.

- Propriétés du fluide : densité, viscosité
- Nature de l'écoulement : laminaire ou perturbé
- propriétés microscopiques : corrosivité, lubrification, refroidissement.

Le fluide visqueux impose une force sur les particules et influence l'érosion, en modifiant l'angle d'impact (Hojo et al, 1986) [30]. La trajectoire des particules et l'effet de la viscosité sur l'angle d'impact est montré dans la figure I-11. L'effet du milieu érosif est évalué en termes d' "efficacité de collision", rapport entre les particules réelles qui frappent la surface en présence du milieu érosif et le nombre théorique des particules qui frappent la surface, en absence du milieu. La trajectoire des particules est affectée par le débit du fluide. L'analyse globale de la trajectoire des particules permet de déterminer le moyen exact de l'érosion et les positions des dégâts.

Lorsque la direction d'écoulement est parallèle à la surface, mais que l'écoulement est perturbé, l'érosion de la matière est plus élevée comparativement au flux laminaire. Dans l'écoulement perturbé, la plupart des particules ont la probabilité d'entrer en contact avec la

surface et de frapper plusieurs fois cette surface. En écoulement laminaire, les particules essayeront de suivre le courant et peuvent éviter la surface, et donc réduire l'érosion. Lorsque l'écoulement du fluide est orienté perpendiculairement à la surface, l'érosion, pour les flux laminaire, sera plus élevée qu'en écoulement perturbé, figure I-12.

Les petites additions d'un lubrifiant dans un milieu liquide assurent le refroidissement au cours d'impact des particules, tout en limitant le changement dans les propriétés du matériau. Par conséquent, l'érosion est significativement réduite (Stachowiak et Batchelor, 1993)[10]. Arnold et Hutchings (1990) [20] ont constaté que la lubrification de la surface d'élastomère, au cours de processus d'érosion, réduit le moyen d'érosion en raison de la réduction, dans la surface impactée, des contraintes de traction.

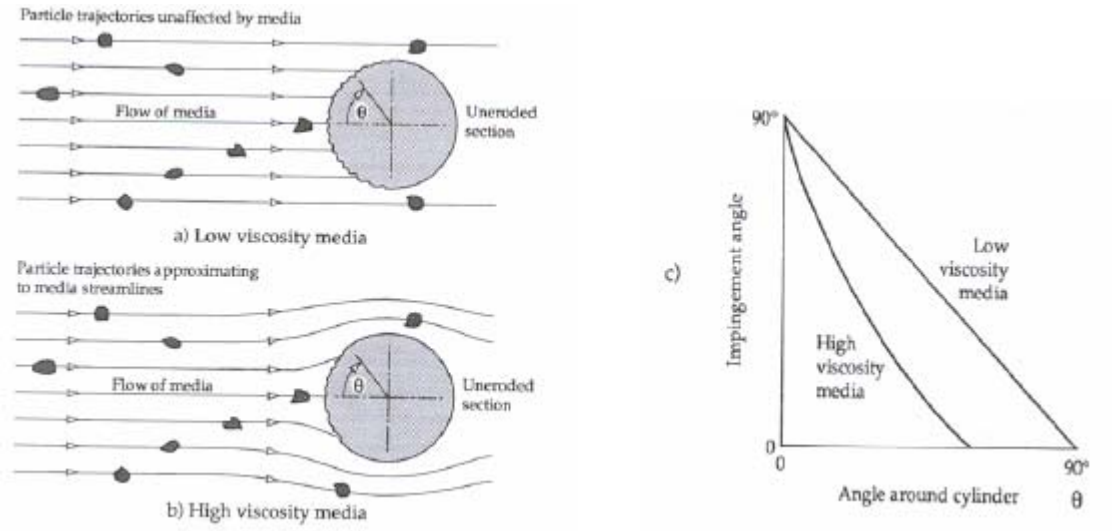


Figure I-11 : Effet du fluide sur l'angle d'impact (Stachowiak and Batchelor, 1993) [10].

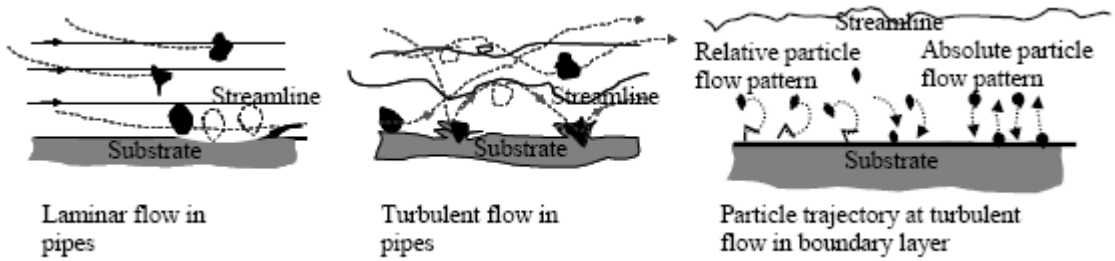


Figure I-12 : Effet des conditions du flux sur l'érosion.

I.1.3.2. Facteurs associés à des particules érosives

Le moyen et le mécanisme d'érosion peuvent se modifier en fonction des caractéristiques des particules. Les caractéristiques peuvent rester identiques à celles d'origine, ou changent en fonction des conditions du fonctionnement. La connaissance des caractéristiques des particules est très importante pour estimer, réduire et prévenir l'érosion. Certaines des caractéristiques et leurs effets sont discutés ici.

I.1.3.2.1. Taille des particules

La taille des particules peut être caractérisée essentiellement en deux paramètres principaux : La masse et la longueur. Pour une vitesse donnée, l'énergie cinétique des particules est directement proportionnelle à la masse. La masse des particules sphériques est proportionnelle au $(Diamètre)^3$. Par conséquent, en théorie :

$$\text{L'érosion} \propto (Diamètre)^3 \qquad (14)$$

Sheldon et Finnie (en 1966) [31] ont observé une transition du mode ductile de l'érosion au mode fragile, quand la taille des particules change en croissant (Stachowiak et Batchelor, 1993) [10]. Pour l'essai expérimental, utilisant de petites et de grandes particules, l'érosion maximale change d'un angle d'impact de 30 ° à 80 °. Les particules de petite taille sont plus coupées, et les particules les plus grandes causent une déformation élastique et une fatigue du matériau. Avec le changement du mode de l'érosion, les changements sont dramatiques dans l'érosion, figure I-13.

L'érosion dépend de la dureté dans le cas des petites particules. Pour les grosses particules, elle dépend de la ténacité du matériau.

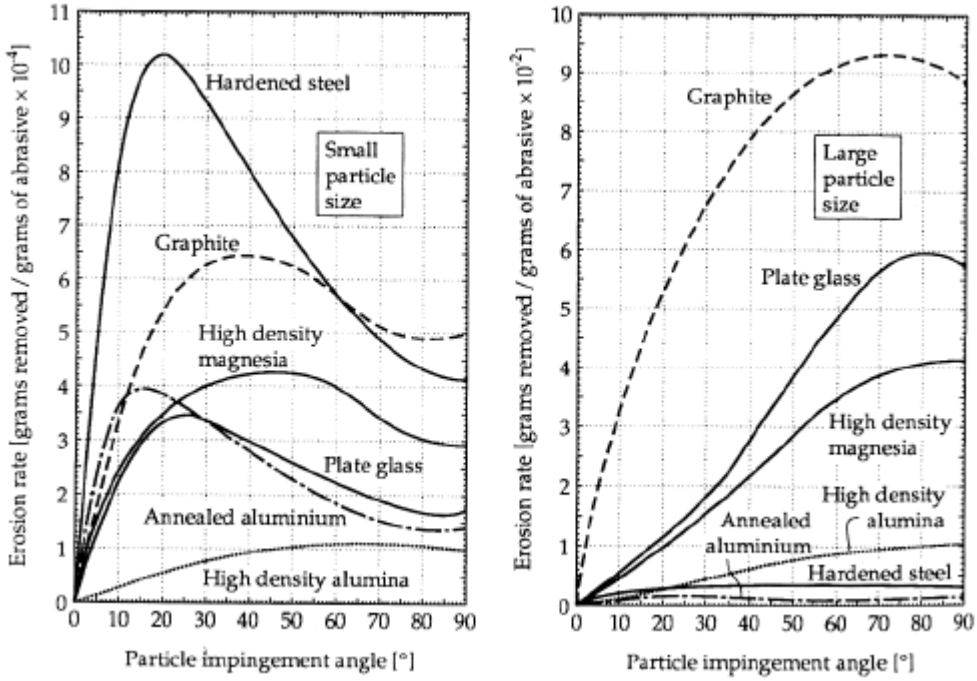


Figure I-13 : Classement de la résistance à l'érosion. Le sable utilisé est le silicon carbide à une vitesse de 152 m/s [10,31].

Bahadur et Badruddin (1990) [32] ont discuté plusieurs approches pour la caractérisation des particules, figure I-14. Certains paramètres sont utilisés :

• Longueur maximale de la séparation L : Longueur d'une ligne droite entre deux points, figure I-14 (a).

• En considérant le plan de la stabilité maximale : La longueur, la largeur et l'épaisseur, figure I-14 (a).

• Diamètre d'un cercle équivalent à une zone projective d_a ou bien équivalent à un périmètre projectif dp, figure I-14 (b).

• Diamètre d'une sphère équivalente à une surface ds ou à un volume dv (appelé aussi diamètre nominal), figure I-14 (c).

• Ouverture d'un tamis A ou une ouverture ronde équivalente (diamètre de tamis).
• Rapport d'allongement L / W et rapport W / T

Ces rapports sont harmoniques pour des objets réguliers (exemple une sphère). L'inverse du rapport d'allongement est appelé "Rapport d'aspect ".

• Le rapport entre le carré du périmètre et la superficie d'une particule (P^2/A) fournit aussi une mesure quantitative de la déviation de la forme irrégulière des particules de celle d'une géométrie connue.

Les sédiments naturels non-cohésifs, dans les fleuves, sont souvent caractérisés en termes de diamètre des particules. Cette méthode peut être acceptable pour d'autres particules de forme et de densité similaires aux sédiments naturels. Les tailles des particules du sédiment sont définies en termes de diamètre de la sédimentation, du diamètre standard, du diamètre nominal ou du diamètre du tamis. Le diamètre de sédimentation d'une particule est celui d'une sphère de même gravité spécifique et de même vitesse, pour des particules données dans le même fluide de même état. Le diamètre standard d'une particule est le diamètre d'une sphère qui a la gravité spécifique de 2,65 et une même vitesse. La particule, dans l'eau distillée, a une température de 24 ° C.

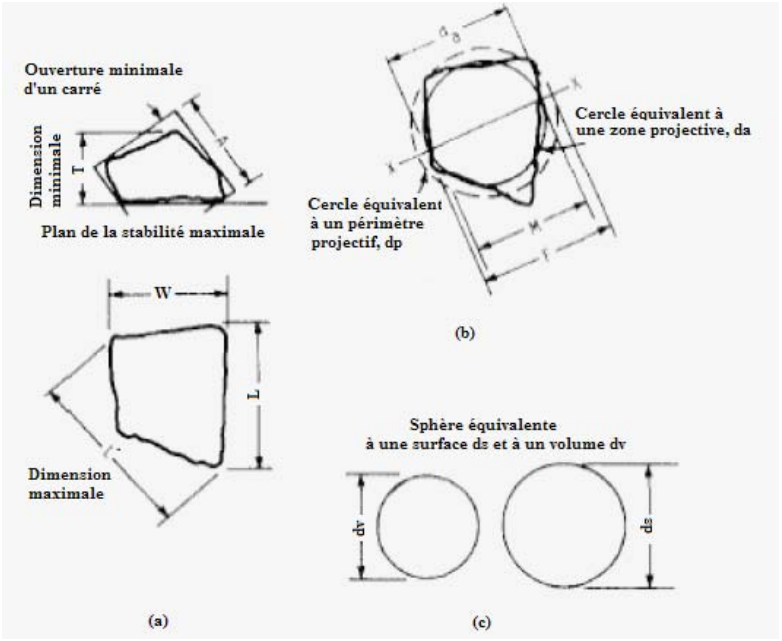


Figure I-14 : Définition de la forme des particules (Bahadur et Badruddin, 1990) [32].

I.1.3.2.2. Forme des particules

La forme des particules est aussi l'un des facteurs importants qui contrôlent l'érosion, mais les études sont limitées à la relation entre l'érosion et la forme des particules. A coté de cette érosion, la forme des particules érosives est intéressante en raison de son influence sur la force de cisaillement, sur la densité, sur la perméabilité, sur la compressibilité et sur la capacité de transport des sédiments (Drolon, 2000) [33].

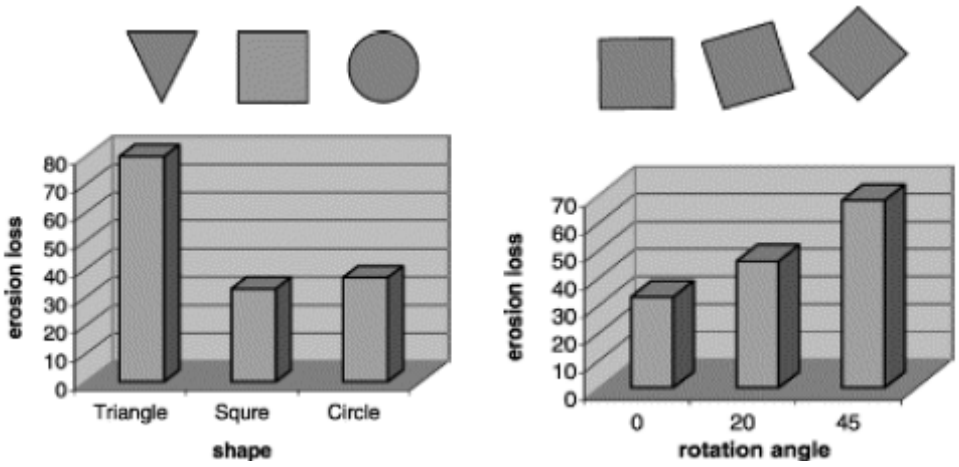
Généralement, la forme des particules est décrite qualitativement comme un cercle, un triangle ou un demi-cercle basée sur l'observation visuelle. Les formes de base trouvées dans la nature sont généralement uniforme, mais à cause de plusieurs raisons, les réelles formes des particules sont aigues et complexes, et ne peuvent être décrites en termes mathématiques simples. La forme des particules est un bon indicateur du processus d'érosion, exemple les formes irrégulières, avec un profile aigu, augmentent l'érosion, tandis que les particules rondes avec des bords émoussés le retardent.

La plupart des modèles d'érosion ont intégré l'effet de la forme, ainsi la quantification du paramètre de forme est indispensable pour estimer l'érosion par des particules solides.

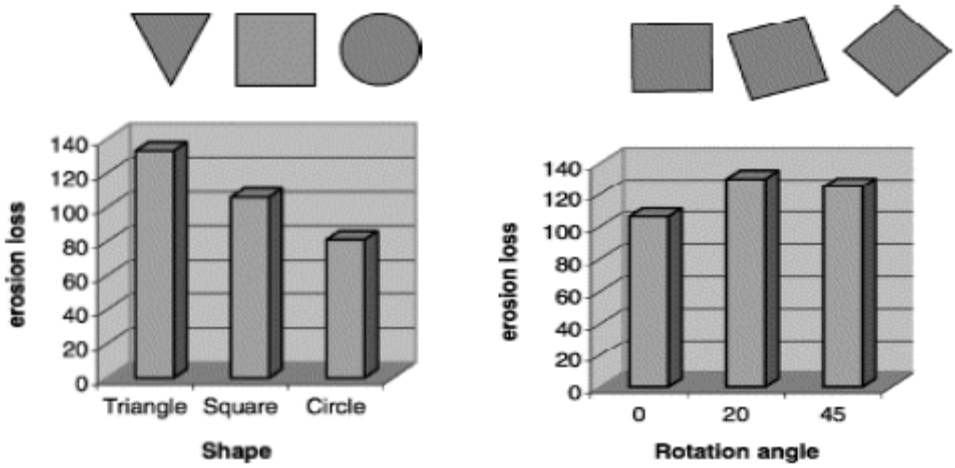
Dans quelques approches suggérées par Bahadur et Badruddin (1990) [32], le facteur de rondeur ($(Perimètre)^2 / 4\pi Superficie$) et d'autres paramètres statistiques sont utilisés pour décrire la forme des particules. La forme des particules peut également être définie en termes d'«Angle de divergence», angle entre la face des particules et la normale à la surface du matériau cible (Winter et Hutchings, 1975) [34].

Drolon et al. (2000) [33] ont utilisé la technique de description de la rugosité multi-échelle, basée sur la transformation harmonique des petites ondes pendant l'analyse des particules du sédiment. Stachowiak (2000) [35] a décrit les angularités des particules et étudié leur relation avec l'érosion. Les paramètres utilisés sont basés sur la représention des particules en forme de triangles, directement lié à l'érosité des particules.

Chen et Li (2003) [36] ont simulé l'érosion en utilisant un modèle informatique (modèle dynamique micro-échelle). Ils ont étudié le changement d'érosion, en prenant trois formes principales de particules : Triangle, carré et cercle, figure I-15. Pour un seul impact, une particule triangulaire cause une perte de masse plus forte que pour une particule circulaire ou carré. Cette observation est en accord avec les contraintes induites dans la surface de contact. La perte de masse change pour une particule carrée tournée à 45 ° et le contact devient plus petit. En réalité, plusieurs particules impactent la surface et dans ce cas là, le comportement à l'érosion sera différent. Ce phénomène a été observé pour un impact de 50 particules. On peut remarquer que l'érosion par des particules carrées est plus grande que celles circulaires. Ce comportement est justifié en raison de la déformation plastique après des impacts ultérieurs appliqués à plus grande superficie. En général, l'érosion, par des particules triangulaires ou carrées, est 1,5 plus élevée que pour des particules circulaires.



a) Impact par une particule



b) Impact par 50 particules

Figure I-15 : Erosion due à des particules de différentes formes (Chen et Li, 2003) [36].

I.1.3.2.3. Dureté

La forme et la dureté des particules se complètent mutuellement. Si une particule est dure mais relativement émoussée, elle ne cause aucune érosion sévère. Les particules dures ont une tendance à avoir un profile aigu ; en revanche, les particules molles s'arrondissent même avec un impact léger. Si les particules sont plus dures que le matériau cible, une érosion sévère se produit. Si les particules sont plus douces, l'érosion se produit uniquement lorsque le matériau cible a une faible résistance à la rupture. Le rapport de la dureté d'une particule et celle d'un matériau cible est très influant sur l'érosion. En général, la dureté des minéraux est représentée en terme relatif d'échelle de la dureté de Mohs [37], entre 1 pour la poudre et 10 pour le diamant. La dureté d'un couteau dans l'échelle de Mohs est de 5,5 et celle d'une aiguille en acier est de 6,5.

I.1.3.2.4. Sédiments

Les sédiments fluviaux sont sous forme d'argile, de limon, de sable et de gravier avec une gravité spécifique d'environ 2,6. Les particules du sédiment ont beaucoup moins de vitesse que le fluide, alors que les particules en suspension emportées par le fluide sont appelées ''charges suspendues'', et elles ont plus ou moins de vitesse que le fluide. Les sédiments transportés par le fluide sont des mélanges de différentes tailles des particules, tableau I-2.

En plus des propriétés des particules, le mécanisme de leur transport a aussi un rôle dans des modèles d'érosion. Le mouvement de ces particules influe essentiellement sur les caractéristiques des particules (densité, forme, taille) et sur les caractéristiques de fluide (vitesse, turbulence, viscosité). La stabilisation des particules de sédiment est influencée par l'équilibre de plusieurs forces, figure I-16.

Particule	Argile	Limon	Sable	Gravier	Galets	Rochers
Size (mm)	<0.002	0.002-0.06	0.06-2	2-60	60-250	>250

Tableau I-2 : Classification des sédiments fluviaux (Lysne et al., 2003) [38].

La rapidité du naufrage dépend de la masse des particules et de la viscosité du fluide. Les turbulences dans le flux détachent des particules sédimentaires, tandis que la vitesse de transport déplace des particules dans le sens d'écoulement. De même, le fluide s'écoule autour de la particule et exerce une force tirée dans le sens de l'écoulement. L'air dissous ou des bulles d'air peuvent aussi empêcher les particules de se sédentariser. Lorsque le système du flux est en rotation (y compris les rotations globales), ou les particules se déplacent le long d'un chemin courbe, la force centrifuge et la force de Coriolis sont de pertinentes forces déstabilisatrices.

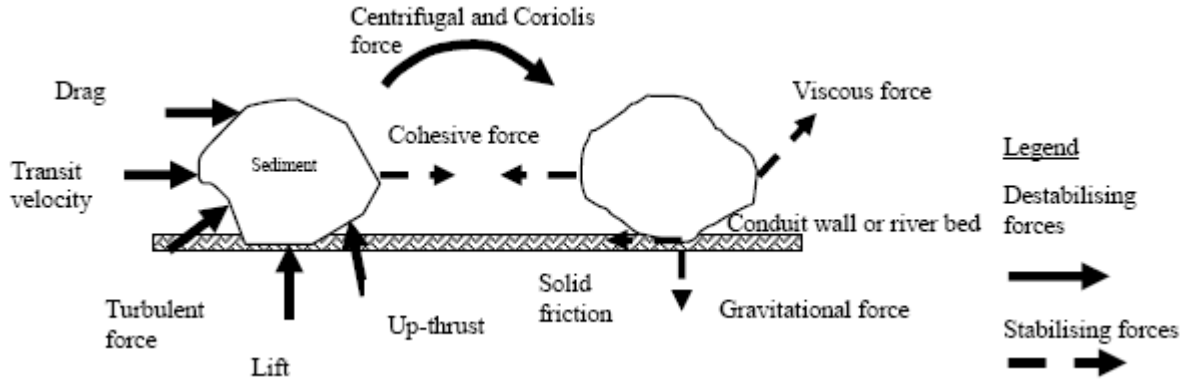


Figure I-16 : Forces agissantes sur les particules dans le champ d'écoulement [38].

I.1.3.3. Facteurs associés au matériau cible

Les matériaux tels les métaux, les alliages, les céramiques et les polymères, utilisés dans différentes applications, sont exposés à l'environnement érosif. Les caractéristiques de ces matériaux ont une forte influence sur l'érosion. La composition chimique, l'élasticité, la dureté et la morphologie de surface sont quelques uns des paramètres principaux du matériau cible qui affectent l'érosion.

I.1.3.3.1. Résistance de l'acier à l'érosion

La résistance à l'érosion est généralement liée aux propriétés mécaniques d'un matériau. Selon le comportement des matériaux à l'érosion, on les classe en trois groupes principaux : métaux, céramiques et polymères.

Les différents types d'acier sont les plus connus, et leurs structures sont exposées au processus d'érosion dû aux conditions d'environnement. Levy (1981) [39] a constaté que l'érosion maximale du matériau ductile se trouve à faible angle d'impact (environ 30 °). Il a lié ce comportement au matériau cible et aux fissures de surface impactée. Cela indique que la résistance de l'acier à l'érosion est limitée par le manque de ductilité.

L'influence de la microstructure sur l'érosion suggère que l'acier ductile est le plus résistant. Le durcissement de l'acier pour former la martensite donne une petite amélioration sauf à faible angle d'impact. La formation des carbures massifs réduit la résistance des aciers à l'érosion (Stachowiak et Batchelor, 1993) [10]. L'utilisation des alliages d'acier ou de fonte, qui contiennent une quantité convenable de silicium ou austénite conservée, est également efficace pour améliorer la résistance du matériau et réduire l'érosion, (Stachowiak et Batchelor, 1993) [10].

I.1.3.3.2. Influence des défauts sur le processus d'érosion

Les défauts du matériau tels les trous et les fissures et leur espacement moyen causent un changement des modes d'érosion. Si les particules impactant sont fines, seulement quelques sites impactés coïncideront avec le défaut. La particule impactante crée, juste sous le point d'impact, une zone de champ de contraintes presque égale à la taille des particules.

En absence de défauts, la déformation plastique du matériau cible est faible et prédominante. D'autre part l'érosion pourrait être due à une rupture fragile lorsqu'une grosse particule frappe le point du défaut.

La formation de fissures et leur propagation, dans un matériau fragile, est un processus rapide. Le mode fragile est très destructeur. Toute insertion de particules dans les grandes fissures, pendant le chargement cyclique, peut provoquer un frottement, Brekke (1986 et 1998) [40].

I.1.4. Modèles d'érosion

La dynamique des particules individuelles est utilisée pour développer des modèles d'érosion. Des relations empiriques et statistiques sont souvent élaborées à partir des essais et des observations expérimentales. Truscott (1972) [18] constate que l'érosion du matériau dépend de la vitesse des particules : $Erosion \propto (vitesse)^n$

Les équations d'érosion des chercheurs éminents, Sheldon et Finnie (1966), Head et Harr (1970), Tilly (1973), Grant et Tabakoff (1973), Williams et Lau (1974), Hutchings (1976), Evans (1979), Ruff et Wieherhorn (1979), Routbort (1980), Sundarajan et Shewmon (1983), Beckmann (1981) et d'autres, peuvent être trouvées dans l'article de Meng et Ludema (1995) [11]. Le modèle d'érosion général et d'autres modèles, parmi des études de l'érosion les plus fondamentaux, sont présentés par la suite.

I.1.4.1. Modèle d'érosion général

Le modèle général d'érosion est présenté simplement par l'équation suivante :

Erosion = *f* (conditions du fonctionnement, propriétés des particules, propriétés du matériau cible)

Généralement, cette expression est donnée en fonction de la vitesse, de la dureté du matériau cible, de la taille des particules et de la concentration des particules. Bardal (1985) [13] décrit la formule la plus générale de l'érosion pure par :

$$W_e = K_{mat} K_{env} C_{con} V^n f(\alpha) \quad (15)$$

Avec :

W_e *: Perte de matériau en mm / an,*

K_{mat} *: Constante du matériau,*

K_{env} *: Constante en fonction de l'environnement,*

C_{con} *: Concentration des particules,*

f (α) : Fonction de l'angle d'impact α,

V : Vitesse des particules,

n : Exposant de la vitesse.

Dans la littérature, on trouve différents modèles en accord avec le modèle général. On présente ici les modèles [27,41]:

$$W_e = C_1 \cdot M_p \cdot F(\alpha) \cdot V_p^{C_2} \tag{16}$$

Où

W_e : Erosion du matériau,

C_1 : Constante liée aux propriétés du matériau,

M_p : Masse des particules impactant le matériau,

$F(\alpha)$: Relation fonctionnelle de la dépendance de l'érosion sur l'angle d'impact (α),

V_p : Vitesse d'impact des particules,

C_1 *et* C_2 : Des constantes comprises entre 2 et 3.

Les valeurs des variables d'érosion : M_p, F(α) et V_p sont obtenues par des essais expérimentaux ou par mesure électrochimique.

L'érosion du matériau est présentée par l'équation suivante :

$$W_e = E_k^{c*} \cdot F(\alpha) \cdot C_3 \tag{17}$$

E_k : Energie cinétique de la particule

C^* : Constante comprise entre 1 et 1.5

C_3 : Constante

Les valeurs de C_1 *et* C_3 dépendent des propriétés mécaniques de la surface.

I.1.4.2. Evolution de l'érosion en fonction du temps de sablage

Nombreuses équations ont été obtenues en utilisant des méthodes de la mécanique des solides. La plupart contiennent des propriétés du matériau, des propriétés thermodynamiques ou d'autres variables génériques dont certaines peuvent être fondamentales. A partir de 1947 et jusqu'à maintenant, trois formes générales de la modélisation d'érosion peut être perçues. Des équations empiriques sont construites directement avec les données expérimentales, dans lesquels quelques conditions ont été changées. Quatre modèles typiques sont cités.

Barwell [42] a suggéré que l'usure moyenne peut être caractérisée par l'une des trois courbes :

$$\Delta V = \frac{\beta_s}{\alpha_c}\{1 - \exp(-\alpha_c t)\} \tag{18}$$

$$\Delta V = \alpha_c t \tag{19}$$

$$\Delta V = \beta_s . \exp(\alpha_c t) \tag{20}$$

Où ΔV : Volume érodé, t : Temps d'exposition, α_c : Constante et β_s : Paramètre identifié par certaines caractéristiques de la surface initiale. Ces équations suffisent pour décrire la forme des courbes de $\Delta V = f(t)$ ou de $\Delta V = f(\beta_s)$.

Rhee [43] a constaté que l'usure totale en friction (matrice- polymère) est une fonction de la charge appliquée F, la vitesse V et le temps t :

$$\Delta W = K F^a V^b t^c \tag{21}$$

Où ΔW : Masse du matériau érodé, *K, a, b et c* : Constantes empiriques.

I.1.4.3. Modèles prenant en compte la ténacité du matériau

Nous présentons ici sept modèles, choisis parmi les modèles d'érosion du matériau sous impact des particules solides. La ténacité est une variable durant le processus d'érosion, tableau I-3.

Auteur	Modèle
A.G. Evans, M.E. Gulden et M. Rosenblatt [44]	$\varepsilon_{VP} \propto \frac{V^{19/6} r_p^{11/3} \rho_P^{1/4}}{K_c^{4/3} H_t^{1/4}}$ (22)
A.G. Evans [45]	$\varepsilon_v \propto \frac{(\rho_p \rho_t \mu_p \mu_t)^{2/3}}{[(\rho_p \mu_p)^{1/2} + (\rho_t \mu_t)^{1/2}]^{8/3}} \rho_p^{19/12} r_p^{11/3} V^{19/6} K_c^{-4/3} H_t^{-1/4}$ (23)
A.W. Ruff et S.M. Wieherhorn [46]	$\varepsilon_v \propto \frac{(\rho_p \rho_t \mu_p \mu_t)^{2/3}}{[(\rho_p \mu_p)^{1/2} + (\rho_t \mu_t)^{1/2}]^{8/3}} \rho_p^{11/19} r_p^{11/3} V^{22/9} K_c^{-4/3} H_t^{1/9}$ (24)
S.M. Wieherhorn et B.J. Hockey [47]	$\varepsilon_{moy} \propto V^{2.8} r_p^{3.9} \rho_p^{0.25} K_c^{-1.9} H_t^{0.48}$ (25)
J.E. Ritter [48]	$\varepsilon_V \propto \frac{d_m E U_k}{K_c^2}$ (26)
S. Johansson, F. Ericson et J. Schweitz [49]	$\varepsilon_{moy} = (1-f) K_1 \frac{\rho_t \rho_p^{2/9} E^{2/3} V^{22/9} d^{2/3}}{H_t^{5/9} K_c^{4/3}} + f K_2 \frac{\rho_t \rho_p^{1/3} E V^{8/3} d_p}{H_t^{1/3} K_c^2}$ (27)
C. Lhymn et P. Wapner [50]	$\varepsilon_{moy} = K_1 K_c^{a-2} V^{5-2b} d_p^{6K2} \rho_t^2 \rho_p$ (Dm/(Zone érodé x temps)) (28)

Tableau I-3 : Modèles d'érosion.

Avec :

a, b : Exposants constants

d_p : Diamètre de particule

d_m : Diamètre de grain

E : Module de Young

H_P : Dureté de particule

H_t : Dureté du matériau cible

K_c : Ténacité

$K_{1,2,...}$: Constantes de proportionnalité

r_p *: Rayon de particule*

U_k *: Énergie cinétique de particule*

V *: Vitesse de particule*

ρ_p *: Densité de particule*

ρ_t *: Densité du matériau cible*

μ_p *: Constante de Lamé de particule*

μ_t *: Constante de Lamé du matériau cible*

ε_{moy} *: Erosion moyenne*

ε_v *: Volume érodé/masse des particules impactées*

ε_{vp} *: Volume enlevé par une seule particule*

I.1.5. Technologies d'érosion

Il existe de nombreux types de machines à grenailler. Elles se classent en deux catégories suivant le procédé utilisé pour projeter des particules solides (air comprimé ou turbine centrifuge). Les machines à grenailler peuvent être très diverses suivant le système de présentation des pièces sous le jet des particules. On trouve ainsi des machines à tambour pour le grenaillage des pièces en vrac, à table rotative pour les séries de petites pièces, à convoyeur linéaire pour les ressorts hélicoïdaux et à convoyeur à charge suspendue. L'érosion peut, pour certaines pièces de grandes séries, être effectuée en continu. Enfin pour des pièces particulières, cylindres de laminoir par exemple, il est nécessaire de concevoir une machine spéciale.

I.1.5.1. Machine à turbine

Dans les machines à turbine, Figure I-17, la projection des particules solides est obtenue à l'aide d'une turbine tournant à grande vitesse (1000 à 3000 tr/min). Ces particules sont introduites au centre de la turbine par simple gravité ou par pré-accélération pneumatique. Une pièce de contrôle permet de déterminer l'endroit d'injection des particules sur les palettes de la turbine ; ce système permet de positionner le jet des particules sous la turbine.

La force centrifuge à laquelle sont soumises les particules solides est suffisante pour écrouir le matériau impacté. En faisant varier la vitesse de rotation de la turbine, on modifie la valeur de l'énergie incidente et donc l'intensité du grenaillage. Les machines à turbine sont utilisées pour le grenaillage de grandes séries de pièces, et plus généralement lorsque la régularité du taux de recouvrement n'est plus exigée sur toute la pièce.

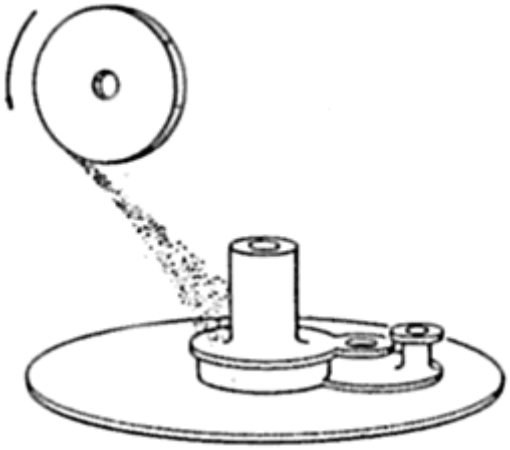


Figure I-17 : Schéma d'une machine à turbine [51].

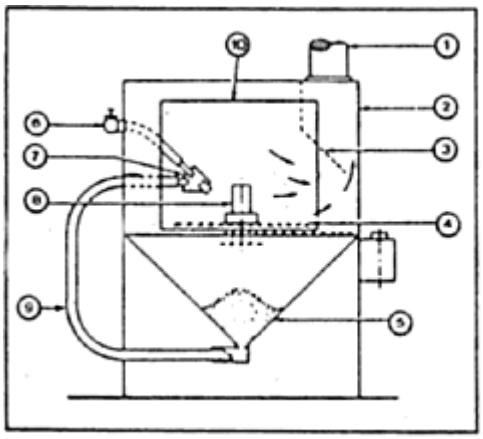
I.1.5.2. Machine à air comprimé

Dans ce type de machine, Figure I-18, les particules solides sont éjectées à grande vitesse dans une buse de projection où est créé un effet venturi (aspiration) ; les particules sont amenées dans la buse par surpression ou par aspiration. Le réglage de la pression de l'air comprimé contrôle la vitesse d'éjection.

Ces machines ont l'avantage de produire un jet de grenaille parfaitement localisable, dont la direction peut être déterminée avec précision. Il est donc possible d'obtenir une érosion très précise. En fonction des pièces réalisées, des automatismes perfectionnés sont réalisables pour étudier différentes zones d'une même pièce défilant sous le jet dans des conditions différentes. Ces machines sont particulièrement adaptées pour étudier l'érosion des pièces possédant des cavités ou des surfaces complexes.

I.1.5.3. Machine à ultrasons

Ce type de machine est le plus récent ; comme son nom l'indique, c'est un procédé basé sur l'accélération des particules solides par des hautes fréquences (20 kHz). L'ensemble est constitué d'une enceinte de traitement dans laquelle les particules sont déposées. La pièce à éroder est maintenue au sein du bac de traitement, de sorte qu'elle reçoive la grenaille de toutes les directions, Figure I-19. Ce processus utilise des billes de grandes dimensions par rapport aux cas précédents. Les particules solides impactées ne sont pas renouvelées au cours de l'essai, ce qui représente un avantage au niveau de la quantité à utiliser.



1 : prise pour connection d'une conduite de dépoussiérage
2 : bati de la cabine
3 : déflecteur pour prise de dépoussiérage
4 : grille avec tapis tournant
5 : trémie de récupération pour l'abrasif
6 : amenée de l'air comprimé
7 : pistolet système à aspiration
8 : pièce
9 : porte
10 : conduite d'aspiration pour abrasif

Figure I-18 : Schéma d'une machine à air comprimée [51].

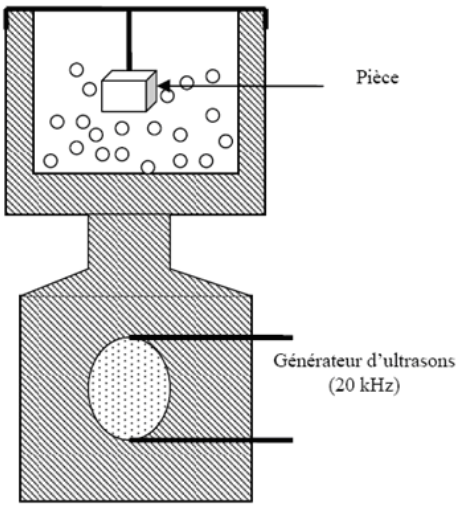


Figure I-19 : Principe d'érosion par ultrasons.

I.1.6. Erosion des canalisations de transport de dérivés pétroliers

I.1.6.1. Influence du sable mobile sur l'érosion des surfaces extérieures des canalisations

Le sable induit un endommagement à la surface des canalisations, par fissuration et par enlèvement de matière. Ceci se manifeste par des cratères d'écaillage de différentes formes et de profondeurs variables. Une étude réelle est réalisée au Pakistan sur une explosion d'un tuyau de gaz en acier au carbone, Tableau I-4, causé par projection de sable. Les dispositions réelles des tuyaux sont illustrées dans la Figure I-20.

Propriétés	Tuyau A	Tuyau B
Diamètre nominal de tuyau	610 mm	762 mm
Epaisseur de murs	11.2 mm	14.3 mm
Matériau	Acier au carbone	Acier au carbone
Pression locale	1152 MPa	1152 MPa
Pression (en instante de la rupture)	68.9 bars	68.9 bars

Tableau I-4 : Caractéristiques mécaniques et paramètres locaux de deux tuyaux [52].

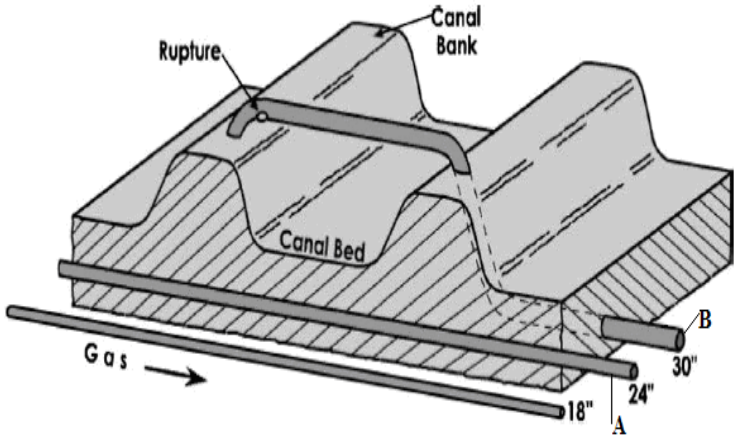


Figure I-20 : Schéma de dispositions des tuyaux de gaz avec rupture.

L'emplacement de la rupture du tuyau B est provoqué par explosion. La Figure I-21 présente une photographie du site de la rupture. Nous remarquons, à gauche, une région enfumée noire à cause de la rupture du tuyau. A droite, le tuyau A se lève verticalement, après rupture.

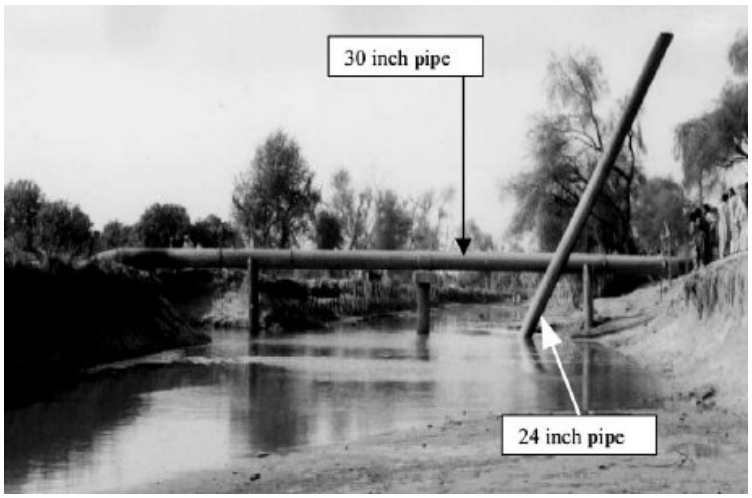


Figure I-21 : Photographie du site de la rupture.

La solution du problème se trouve dans la question suivante : comment et pourquoi le tuyau de gaz A a explosé, malgré la grande distance (6 mètres) séparant les deux tuyaux. La Figure I-22 illustre le mécanisme de la rupture du tuyau A sous l'effet de l'érosion.

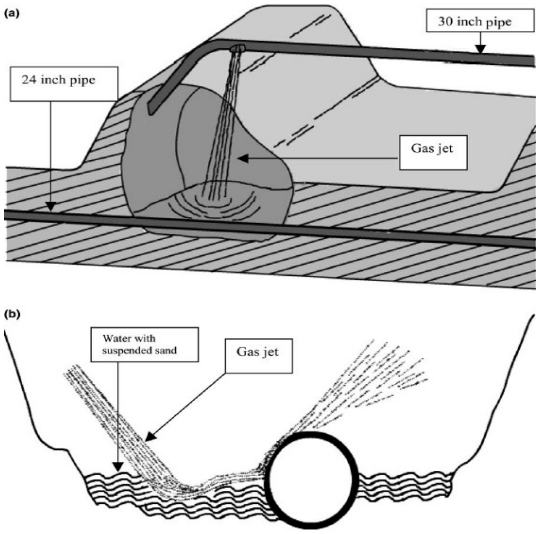


Figure I-22 : Mécanisme d'érosion du tuyau A (610 mm) [52].

Le jet de gaz du tuyau B était directement dirigé vers le tuyau A entraînant l'eau, le sable et la vase sans interruption. Ce processus cause une érosion accélérée à la surface du tuyau A qui dure 80 min, temps correspondant à l'intervalle de temps entre les deux ruptures. Durant ce temps, l'épaisseur du tuyau est réduite de 11.2 mm à moins de 5 mm.

Le jet de gaz ne peut faire pénétrer plus de 3m d'eau. Selon les auteurs [52], la rupture du tuyau A a été produite par deux facteurs : la valeur forte de la pression de gaz et l'effet d'érosion par sablage accéléré par la présence des cavités d'eau sous le sol.

En fait, l'érosion provoque des entailles sur les surfaces du tuyau en contact avec le sable. La rupture a lieu quand la contrainte dans les entailles atteint le seuil limite.

I.1.6.2. Comportement dynamique de particules solides entraînées par un courant liquide sur la structure à géométrie complexe

L'érosion de structure des tuyaux et des réservoirs par le sable, entraîné par un courant liquide, constitue le risque principal pour la sécurité de ces structures.

En général, l'érosion où la direction du flux change rapidement (les lames d'une turbine, valves, des coudes du tuyau,….) est plus sévère que dans un canal droit.

Une simulation par CFD (**C**omputational **F**luid **D**ynamic) du flux des particules est illustrée sur la Figure I-23. Cette figure décrit les chemins de plusieurs particules. Ces particules continuent leurs chemins jusqu'à leurs collisions avec des obstacles intérieurs. En conséquence, elles perdent une partie de leurs énergies cinétiques et changent de trajectoires après d'autres collisions au niveau de la section en T. Ainsi, la turbulence locale provoque une érosion plus sévère que dans les parties droites.

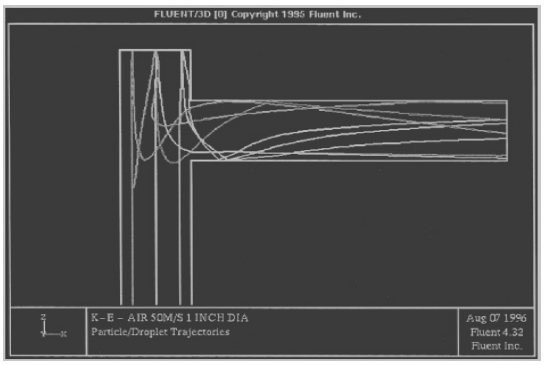


Figure I-23 : Trajectoires de particules dans une structure en T [26].

I.1.7. Etude microscopique du processus d'érosion

I.1.7.1. Mécanismes de formation des cavités d'érosion par impact des particules

Le processus d'érosion est fonction du temps, et est divisé en quatre étapes consécutives, Figures I-24 et I-25.

a. Surface d'origine
b. Une étape initiale caractérisée par un volume érodé.
c. Une étape d'incubation avec un faible volume érodé.
d. Une étape d'accélération d'érosion.
e. Une étape d'érosion maximale.

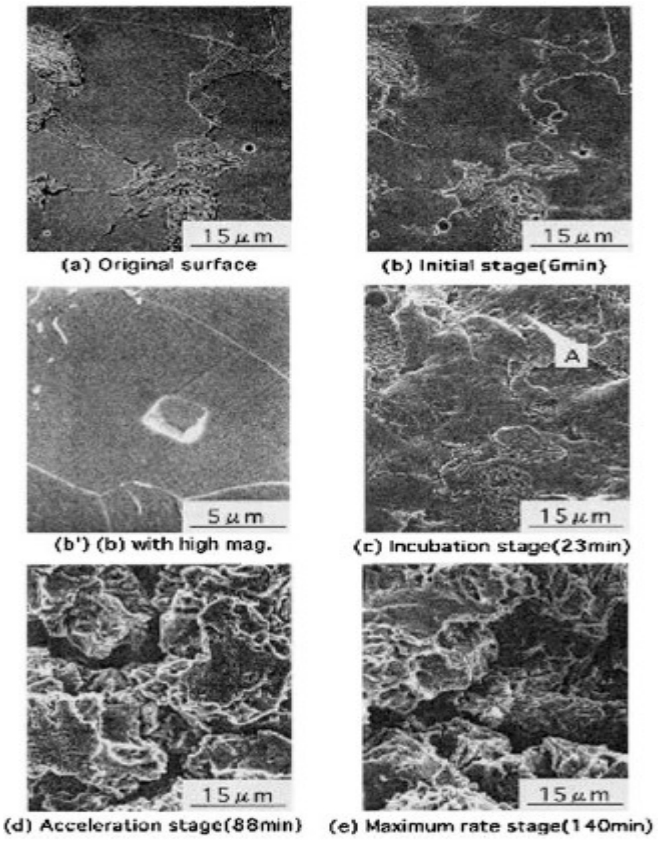


Figure I-24 : Surfaces érodées de l'acier S15C [12].

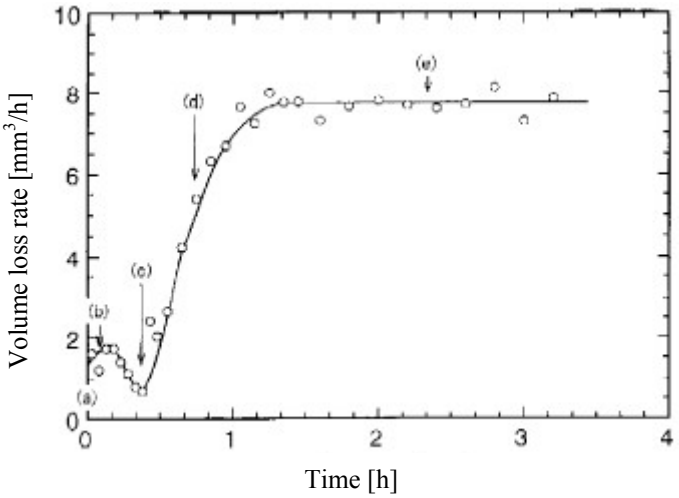


Figure I-25 : Volume érodé en fonction du temps, Acier S15C [12].

Aucun changement important n'est observé entre (a) et (b). Seulement une piqûre anguleuse de 3 μm illustrée dans (b') est formée par clivage sous la charge d'impact. Dans l'étape

d'incubation (c), quelques fissures sont observées à cause de l'accumulation de déformation plastique, zone A. Par conséquent, la rupture par impact est le facteur dominant pour l'érosion dans les deux premières étapes.

Dans l'étape d'accélération (d), l'accumulation des déformations plastiques et la suppression de la matière sont observées dans plusieurs emplacements. Quelques régions conservent leur surface d'origine. Dans la dernière étape (e), cette surface est complètement érodée. Par conséquent, dans les deux dernières étapes, la rupture par fatigue a lieu avec une rupture par impact. Dans l'étape d'érosion maximale, le temps de rupture en fatigue est de 70 à 80% indépendant du sort du matériau.

Dans l'étape d'érosion maximale, l'augmentation de la fissure dans la surface érodée est donnée par la relation suivante :

$$\frac{da}{dt} = c\,a^{1.2} \tag{29}$$

t : Temps d'exposition,

C : Constante,

a : Longueur de la fissure.

Durant le processus d'érosion, la microdureté Vickers de la surface augmente jusqu'à une valeur constante. Dans l'étape d'érosion maximale, le volume érodé est fonction de $HV^{-3/2}E^{-2}$. Il est évalué à partir de deux paramètres : la dureté du matériau et la croissance de la fissure en fatigue, Figure I-26.

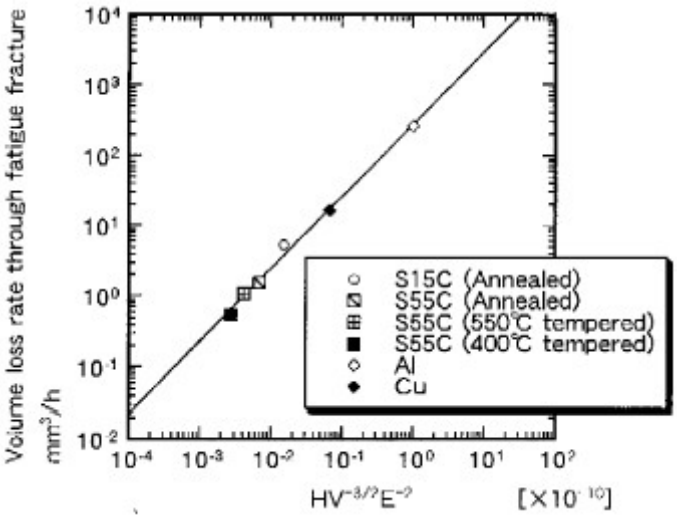


Figure I-26 : Relation entre $HV^{-3/2}E^{-2}$ et le volume moyen érodé [12].

I.1.7.2. Méthode d'érosion progressive [53]

L'étude d'érosion progressive est une nouvelle approche récemment développée de manière à fournir des informations sur l'accumulation d'endommagement pendant l'érosion. En cette technique, on répète l'essai d'érosion sur un même échantillon. Pour chaque essai, la surface d'échantillon érodée est examinée par microscope électronique à balayage.

En appliquant cette méthode, M.G. Gee et al [53] explique le mécanisme d'érosion d'un acier ASP30 et d'un métal dur WC/CO (carbure de tungstène WC et Cobalt CO (11% Co)). La figure I-27 présente le système d'essai d'érosion.

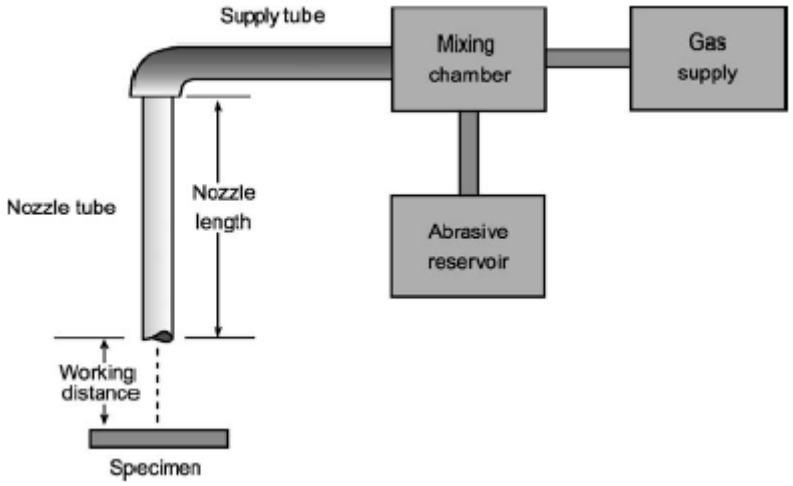


Figure I-27 : Système d'essai d'érosion.

Les conditions d'essai étaient les suivantes :

- Sable utilisé : quartz rond de 220 μm.
- Forme des éprouvettes : Rectangle 40 mm x 20 mm x 5 mm.
- Vitesse des particules impactées de 75 ms^{-1}.
- Distance entre l'extrémité du tube et l'échantillon de 20 millimètres.
- Angle d'impact de 90°.

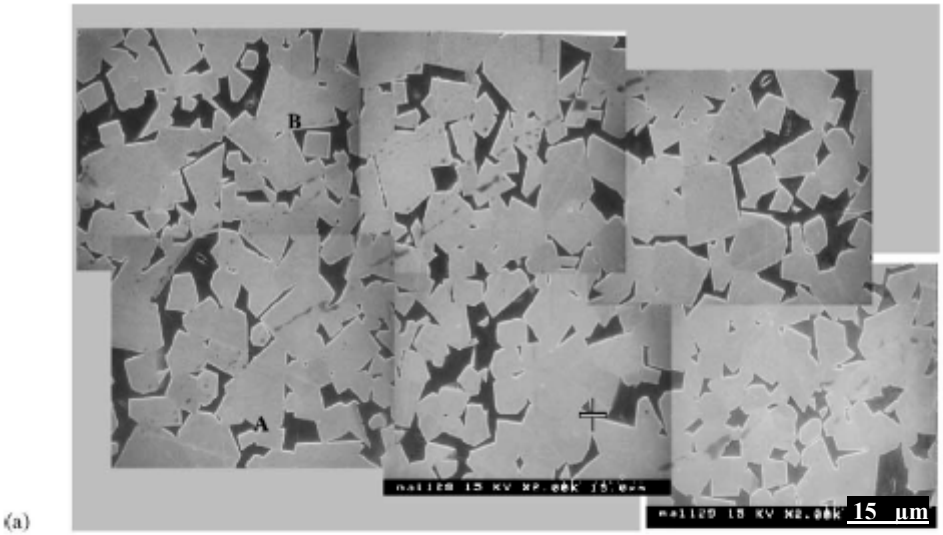
L'érosion progressive d'un échantillon en WC/Co a clairement prouvé que la surface érodée est produite par accumulation d'endommagement, de la rupture et d'enlèvement des grains simples WC (déformation plastique dans des grains WC ou croissance des fissures entre les grains individuels WC).

Quand une particule simple de sable impacte la surface de l'échantillon, elle se casse en fragments qui se déplacent à la surface. En fait, la taille de chaque fissure observée était égale à celle d'un grain. Dans la figure I-29 (b), la déformation plastique due à la présence des lignes de glissement sur le grand grain triangulaire peut être observée (A dans la figure I-29). Entre les figures I-29 (d) et I-29 (e), le grand grain triangulaire a été enlevé en raison d'une fissure interne (E).

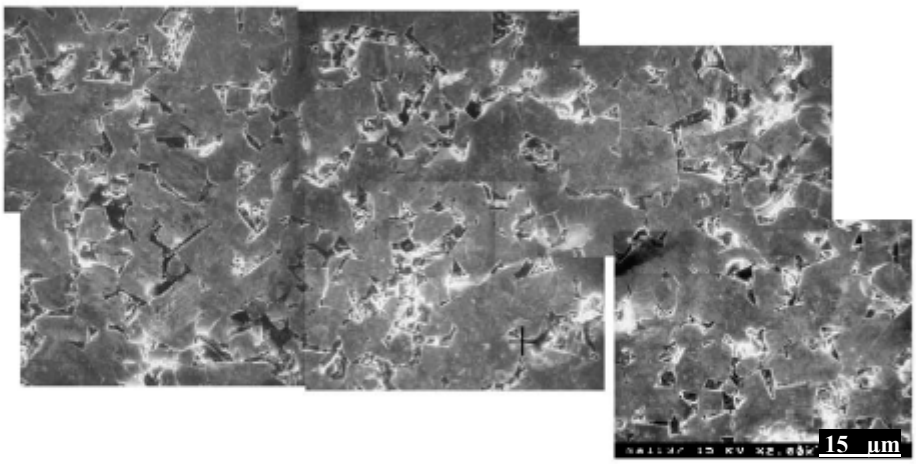
Dans la figure I-29 (e), le grain, en bas de l'image, est fragmenté (F). Le gros grain, en haut de l'image I-29 (f), a une grande fissure interne provoquant leur élimination, Figure I-29 (g).

Pour l'acier ASP30, le mécanisme principal pour l'enlèvement du matériau est la rupture des couches de surface qui étaient sans support et excessivement déformées.

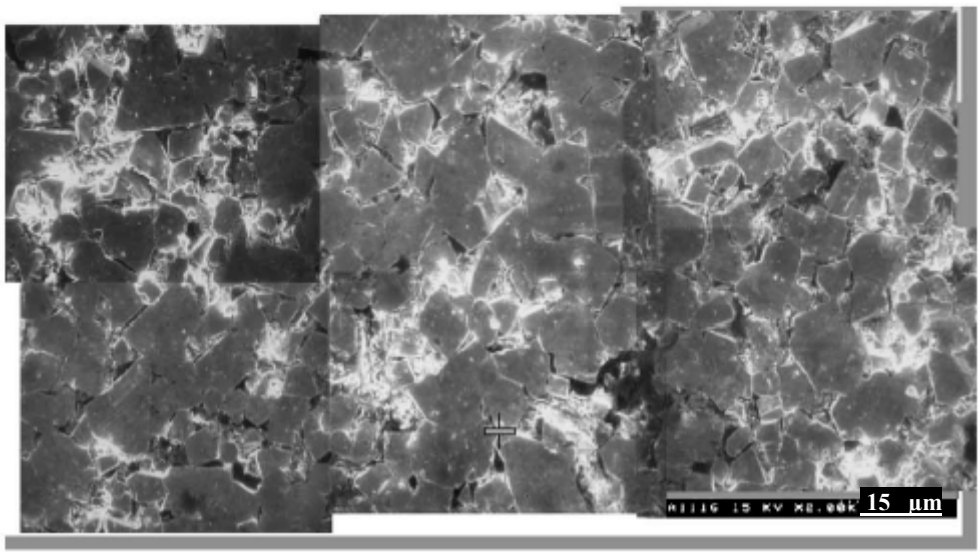
Initialement, l'endommagement se manifeste par des rainures discrètes relativement petites. Plus le temps d'exposition augmente, plus le domaine de la déformation plastique croît sur la surface d'acier, Figure I-30 (d). L'enlèvement de la matière se produit quand les fragments sont des couches interrompues du matériau déformé, Figure I-30 (e).



(a)



(b)



(c)

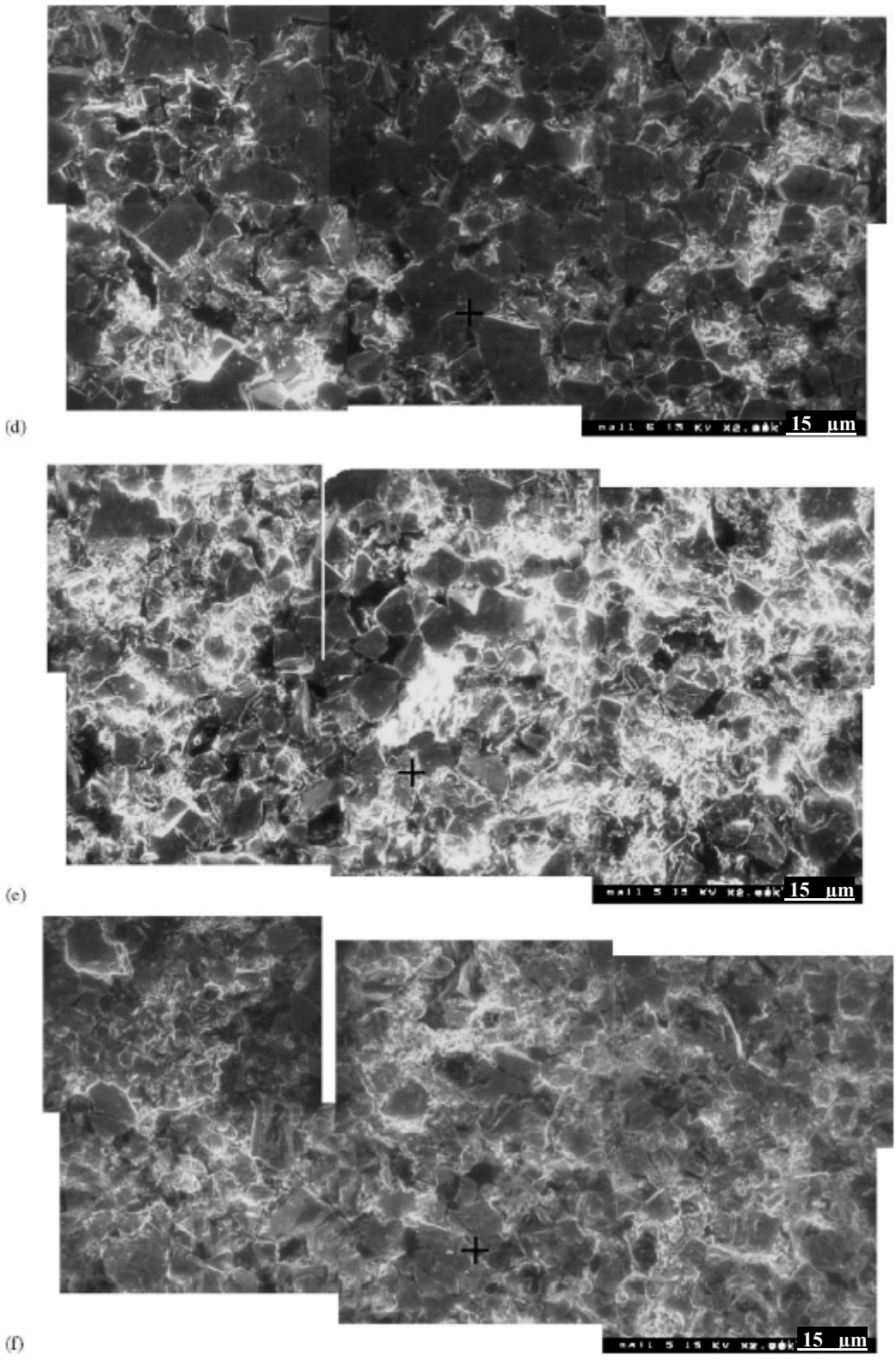
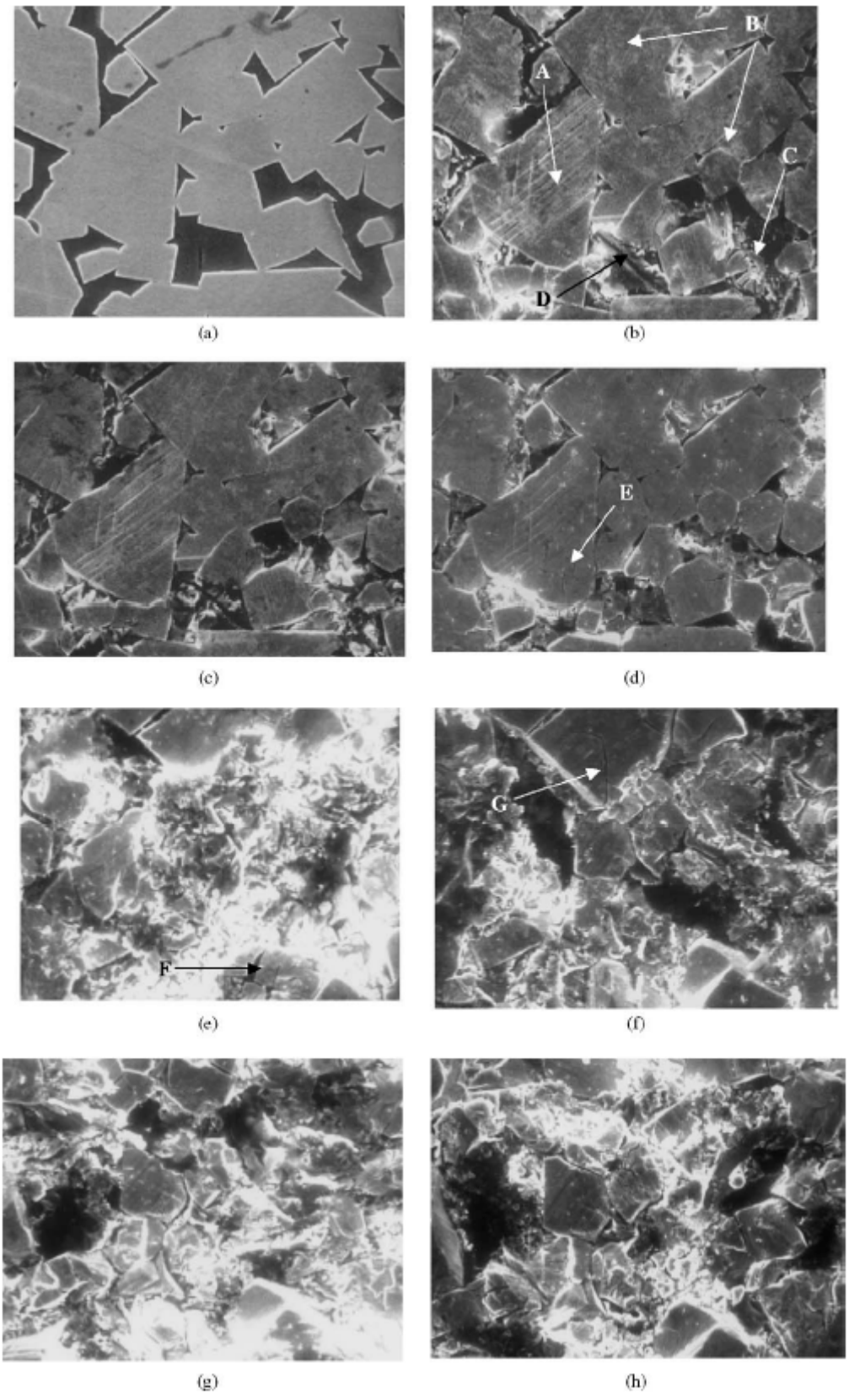


Figure I-28 : Cartes des régions localisées sur l'échantillon WC / Co.

a) échantillon avec 0.05g d'exposition cumulée,
b) 0.53g d'exposition cumulée,
c) 2.36g,
d) 6.76g,
e) 9.96g,
f) 15,56 g.



(a) (b)

(c) (d)

(e) (f)

(g) (h)

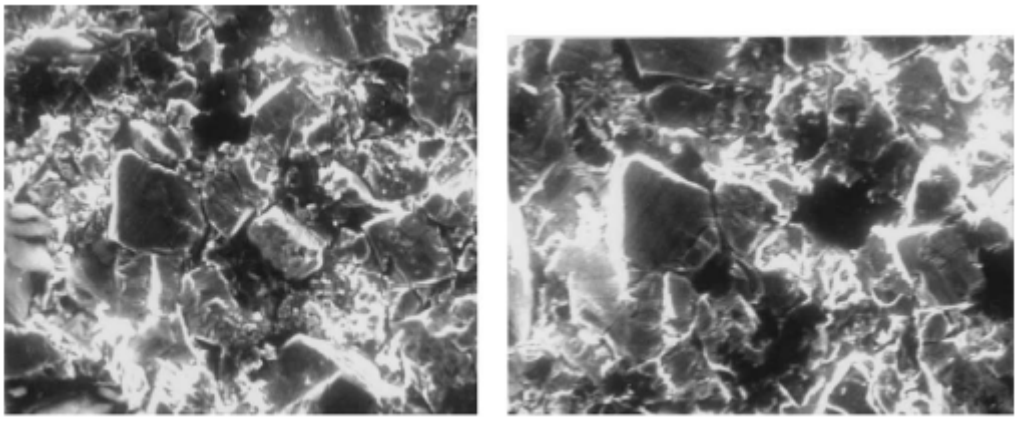


Figure I-29 : La zone A sur la figure I-28 (a) :

a) échantillon non sablé,
b) exposition de 0.05 g,
c) 0.53 g,
d) 2.36 g,
e) 3.96 g,
f) 5.16 g,
g) 6.76 g,
h) 8,36 g,
i) 9.96 g,
j) 11,56 g.

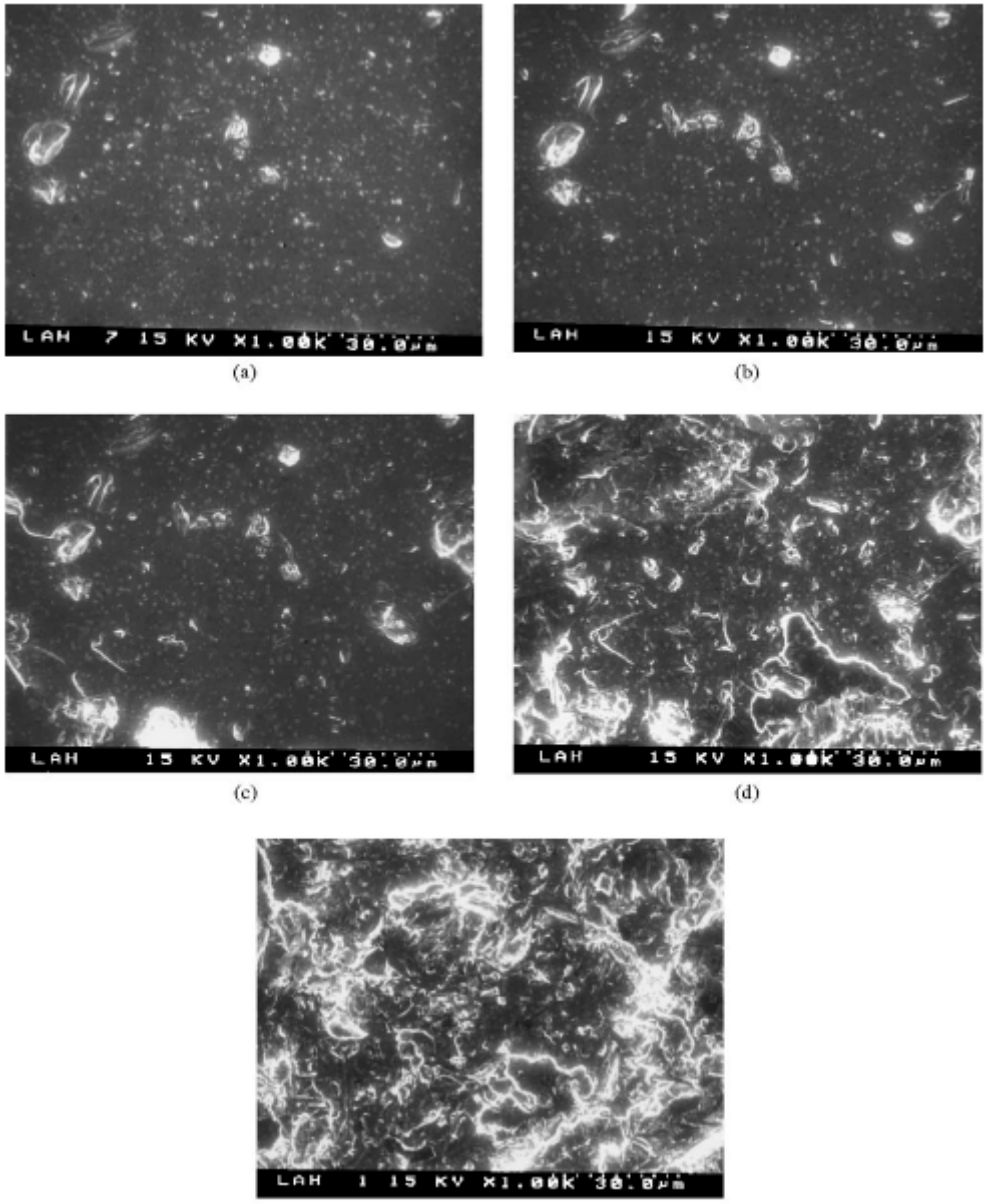


Figure I-30 : Régions localisées de l'Acier ASP30 :

(a) exposition de 0.051g,
(b) 0.153g,
(c) 0.204g,
(e) 0.607g.

I.2. Effet d'érosion sur le comportement du matériau

I.2.1. Effet sur l'état de surface

Le principe même du grenaillage laisse présager une importante rugosité, Figure I-31. En effet, ce dernier agit par une multitude d'indentations qui augmenteront la rugosité de la face impactée.

Bien qu'il présente parfois l'avantage de permettre d'effacer les traces antérieures d'usinage, l'impact par des particules solides augmente souvent la rugosité des surfaces étudiées. Cet aspect est en rapport direct avec la nature du couple matériau cible/sable [54]. En effet, pour des matériaux dits durs (dont la dureté est supérieure à celle du sable), nous aurons plutôt un effet de surface favorable avec un éventuel gommage, sans avoir de traces significatives de grenaillage. L'effet néfaste apparaît surtout pour les matériaux doux. Dans ce cas, les indentations seront profondes.

Les principaux paramètres influençant l'état de surface sont :

• Le rapport des duretés respectives (HV sable/HV matériau cible);

• Les dimensions des particules de sable ;

• Le taux de recouvrement.



Figure I-31 : Micrographie d'un Al2017A grenaillé.

I.2.2. Modification de la microstructure

Le grenaillage agit sur la microstructure des couches superficielles. En effet, l'écrouissage provoqué modifie la densité des dislocations ou peut même générer de nouvelles microstructures : apparition de martensite d'écrouissage α' dans le cas des aciers inoxydables métastables ou de nano-structures (Lu [55], Ni [56]). Des mesures de profils de micro-dureté ou d'élargissement des pics de diffraction confirment ce fait, en comparant les états traités et

non traités. Ceci dit, il est nécessaire de rappeler que le grenaillage peut également adoucir la microstructure par l'annihilation des structures de dislocation (cas des aciers très durs).

I.2.3. Contraintes résiduelles

Les matériaux ne sont jamais parfaitement continus ; ils présentent des hétérogénéités telles que les joints de grains, les porosités ou les inclusions. A une échelle plus fine (grain), des discontinuités existent aussi (précipités, lacunes et dislocations). Certains de ces défauts peuvent migrer, s'éliminer ou se multiplier au cours de la mise en charge. Les discontinuités de structure liées à la déformation plastique font que les déformations ne sont plus compatibles (ne vérifient plus les équations de la compatibilité). Pour valider les équations classiques de la mécanique des milieux continus, on peut décomposer la déformation plastique en deux parties : des déformations plastiques qui vérifient les équations de compatibilité et celles qui ne les vérifient pas.

Le second type de déformation plastique est compensé par des déformations élastiques irréversibles, qui subsistent même en l'absence de sollicitations extérieures. On relie donc ces déformations élastiques irréversibles aux contraintes dites résiduelles, qui s'ajoutent aux contraintes issues des sollicitations extérieures de la structure (contraintes appliquées). Ces contraintes résiduelles expriment l'état mécanique interne lié à la présence des discontinuités structurales du matériau. Il s'agit de contraintes multiaxiales statiques qui persistent dans un système isolé non soumis à des efforts extérieurs et en équilibre mécanique.

I.2.3.1. Mécanisme de génération et évolution des contraintes résiduelles

A l'échelle de l'impact, nous observons une déformation plastique hétérogène, qui nécessite une adaptation élastique des couches inférieures pour rééquilibrer les efforts internes. La multitude de chocs conduit à l'étalement de la couche supérieure, qui sera soumise à une compression exercée par les couches inférieures, Figure I-32.

On peut expliquer schématiquement le phénomène de création de la contrainte résiduelle de compression grâce à un raisonnement simple. Supposons que l'on découpe un bloc de métal en une partie massive B et une partie plus fine A, qu'on assimile à la surface de ce massif. Si les volumes A et B ont initialement une même longueur initiale L, le fait de coller la surface de A sur celle de B n'induira aucune contrainte. Par contre, si la longueur initiale de la surface de A augmente, à cause d'une déformation plastique, et qu'on tente d'accoler la surface de A sur celle de B, des contraintes de compression sont générées dans la couche A, Figure I-32. Le massif B s'étire alors légèrement pour que l'équilibre de la structure soit respecté. L'assemblage finale sera alors composé d'une partie A en compression et d'une partie B en traction, et ce, en l'absence de toute sollicitation extérieure. Ce phénomène permet d'expliquer le principe d'introduction d'un champ de contraintes résiduelles par l'impact des particules solides. Le champ de contraintes résiduelles laissé par l'érosion par sablage s'oppose donc à l'initiation, puis à la progression des fissures qui s'activent sous l'effet de la traction.

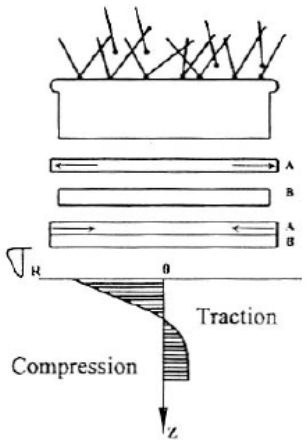


Figure I-32 : Principe de création de contraintes résiduelles par impact de particules solides [57].

La Figure I-33 (a) représente un profil type de déformation plastique engendré par un grenaillage.

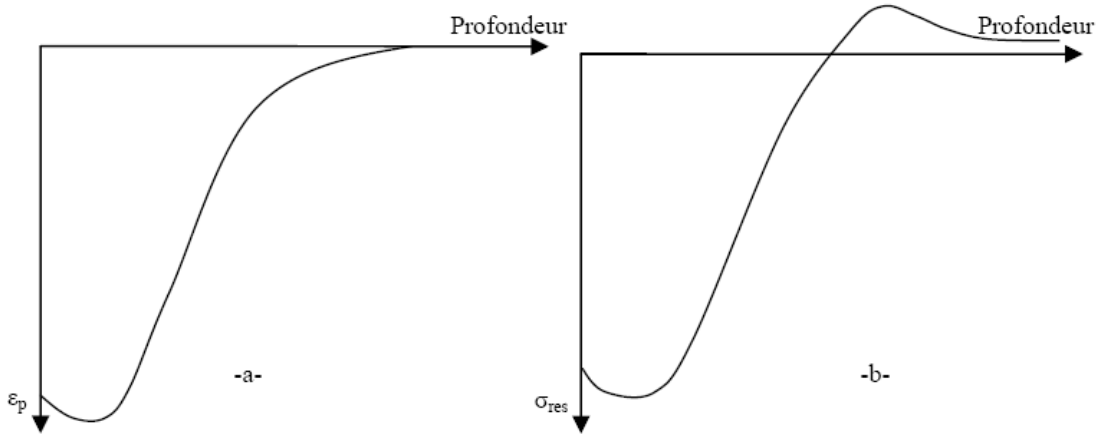


Figure I-33 : Représentation schématique : a) Profil de déformation plastique et b) Distribution de contraintes résiduelles associées en profondeur [57].

Ce profil est reproductible au niveau de l'état des contraintes, Figure I-33 (b). En effet, c'est le gradient des déformations plastiques qui génère les contraintes résiduelles. Si les déformations étaient homogènes, on n'aurait pas de contraintes résiduelles.

Les caractéristiques principales de la couche précontrainte par l'impact des particules sont :

• La présence d'un important gradient de contraintes dans la zone en compression ;

• Un niveau de contraintes très élevé, proche de la limite d'élasticité du matériau ;

• La présence d'un écrouissage très important en surface sur des profondeurs inférieures à 0.5 mm.

Ces remarques seront utiles à la description de l'évolution de la distribution des contraintes résiduelles en service, en chargement mécanique et/ou thermique.

Différents auteurs [58] ont insisté sur le fait que ces contraintes avaient tendance à se relaxer dès les premiers cycles de chargements. Ceci fut surtout remarqué en fatigue oligocyclique et principalement sur les matériaux à adoucissement cyclique. L'une des explications qui revient

le plus souvent est la présence d'un important gradient de contraintes, qui révèle le caractère instable des contraintes évoluant, lors de toute sollicitation, vers un état stable (gradient de contraintes moins prononcé).

Cependant, l'effet d'amélioration est indéniable. D'autres auteurs [59] donnent plus d'importance à l'effet d'écrouissage qu'à celui des contraintes. En effet, ils arrivent à montrer qu'en fatigue oligocyclique les contraintes du premier ordre (macro-contraintes) se relaxent rapidement tandis que les micro-contraintes semblent plus stables. Cette remarque a été établie en observant l'évolution en service de la largeur à mi-hauteur des pics de diffraction X, qui ne semble pas évoluer de la même façon que les macro-contraintes. Dans les cas d'une amélioration de la tenue en fatigue, l'évolution des largeurs à mi-hauteur était plus lente.

I.2.3.2. Influence des paramètres de grenaillage sur l'état des contraintes résiduelles

Plusieurs études [60, 61] sur le grenaillage avaient pour objectif de maîtriser les effets des différents paramètres du grenaillage, en l'occurrence la pression et le débit. La Figure I-34 représente une illustration des effets de ces différents paramètres. Nous notons qu'une augmentation du diamètre de la grenaille ou de la pression affecte la profondeur de la zone en compression ainsi que la position du maximum de contrainte, résultat logique vu que les deux paramètres influencent directement l'énergie cinétique des billes. La dureté de la cible affecte la profondeur de la zone en compression ainsi que le niveau maximal de contrainte. L'augmentation du débit de la grenaille a pour effet de multiplier les impacts entre grenailles et donc de réduire l'énergie communiquée à la structure, ce qui donne une réduction de la profondeur de la zone en compression.

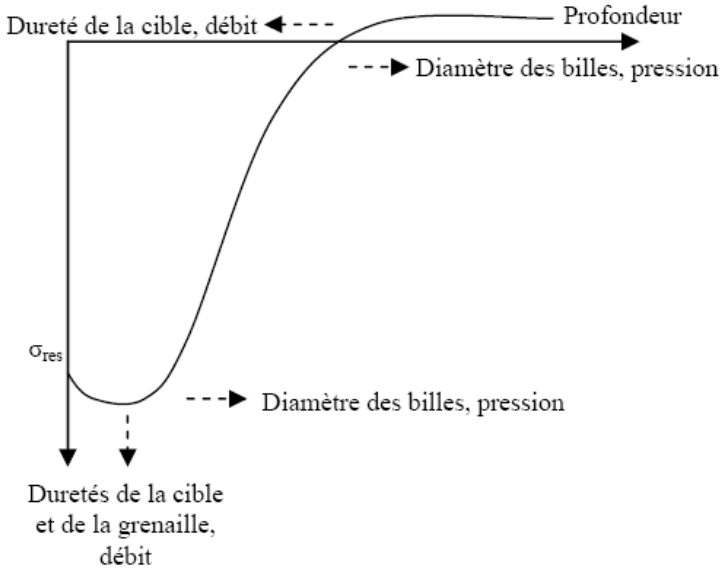


Figure I-34 : Représentation schématique des effets des différents paramètres du processus du grenaillage [61].

I.2.3.3. Mode de déformation issue du grenaillage

Deux mécanismes de déformation interviennent sous l'impact de la grenaille, Figure I-35 :

• Une plastification en surface souvent nommée « martelage ». Ce mécanisme induit des contraintes résiduelles maximales en surface. Cet effet est souvent associé aux efforts tangentiels développés lors du choc, Figure I-35 (a);

• Une déformation en sous couche provoquée par l'effet de la pression de Hertz donne un maximum de contraintes à quelques microns de profondeur, Figure I-35 (b).

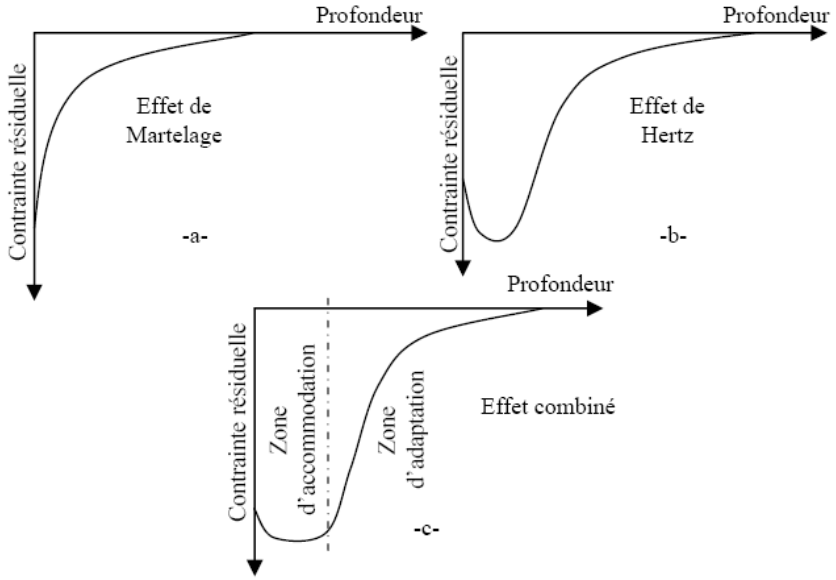


Figure I-35 : Représentation schématique de l'état de contraintes résiduelles issue du grenaillage [62].

Les impacts successifs, en chacun des points de la surface, provoquent une déformation cyclique [63] de la couche grenaillée où la part de chacun des deux mécanismes précédemment décrits dépend des conditions de grenaillage [62], de la rigidité de la structure impactée et des conditions de contact particule-matériau.

L'écrouissage superficiel modifie les caractéristiques mécaniques du matériau dans la couche étudiée. Desvignes [64] a calculé l'évolution de la limite d'élasticité dans l'épaisseur de la couche grenaillée en utilisant la méthode de Zarka [65] à la fin de la première montée en charge. Il a constaté que le grenaillage augmente la limite d'élasticité et sa valeur maximale se trouve dans la couche superficielle. La limite d'élasticité diminue jusqu'à une valeur constante à 40 µm de profondeur.

I.2.3.4. Différents ordres de contraintes résiduelles

A cause du caractère polycristallin et hétérogène des matériaux métalliques, les sources de contraintes peuvent provenir des déformations à différentes échelles : macroscopiques, mésoscopiques ou microscopiques.

En effet, un matériau cristallin est constitué de phases, qui sont elles-mêmes formées de grains. Généralement pour un matériau polyphasé, les propriétés mécaniques des phases et des constituants sont différentes. Le comportement sous une sollicitation extérieure est une moyenne des comportements des phases constituant le matériau.

Dans une phase non soumise à des sollicitations mécaniques externes (après la recristallisation par exemple), un grain peut souvent être considéré comme un monocristal.

En présence de chargement extérieur suffisamment important pour provoquer des déformations plastiques, des sous-joints de grain et des cellules de dislocations peuvent apparaître dans le matériau. Ces sous-joints et cellules sont le résultat des interactions et des réarrangements des dislocations au cours de la déformation. Les grains seront alors divisés par ces discontinuités du réseau cristallin.

Des sous grains et des cellules de dislocations peuvent être considérés dans le cas d'un matériau déformé plastiquement comme un ensemble de petites zones élémentaires de structures cristallographiques parfaites séparées par des défauts cristallographiques. Un grain peut être considéré également dans le cas d'un matériau recristallisé comme divisé par de petits éléments de même nature. Ces éléments sont appelés « domaines cohérents ».

Chaque domaine cohérent est constitué par un empilement régulier d'atomes, qui peut être défini par un ensemble de mailles cristallines identiques et parallèles. Quelle que soit l'échelle à laquelle on considère le matériau, on peut mettre en évidence des contraintes résiduelles ayant pour origine des déformations élastiques irréversibles assurant la continuité du matériau. Une classification des contraintes résiduelles en trois ordres liés à l'échelle à laquelle a été proposée par Macherauch [66], Figure I-36. Depuis, cette définition est reprise et explicitée dans de nombreux articles [67,68].

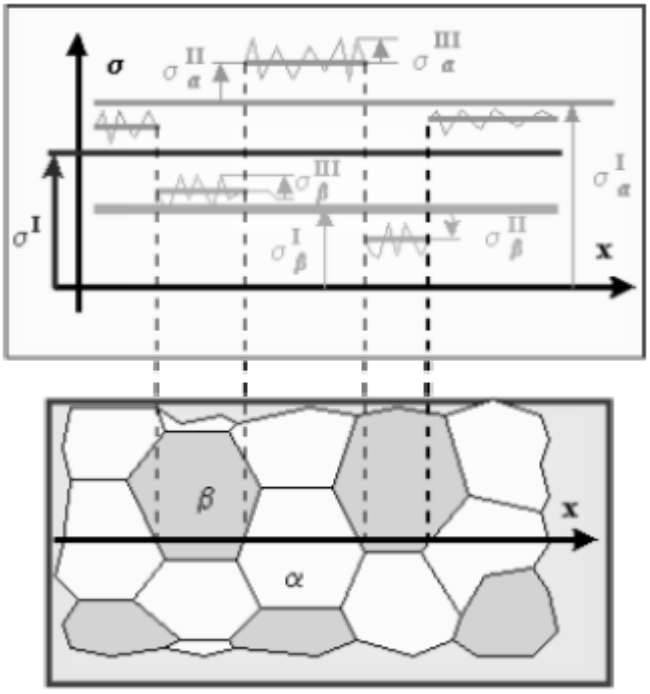


Figure I-36 : Illustration des différents ordres de contrainte [69].

I.2.3.4.1. Contraintes résiduelles du 1er ordre

Les contraintes résiduelles du 1er ordre ($\sigma_{I,\ macro}$) sont homogènes sur un très grand nombre de domaines du matériau (plusieurs grains : donc une échelle de quelques dixièmes à quelques millimètres). Les forces internes liées à ces contraintes sont en équilibre dans chaque section. Et les moments liés à ces forces sont nuls. Des variations dimensionnelles macroscopiques résultent toujours d'une modification de l'équilibre des forces et des moments liés à ces contraintes (σ_I).

I.2.3.4.2. Contraintes résiduelles du 2ème ordre

Les contraintes résiduelles du 2ème ordre ($\sigma_{II,\ méso}$) sont homogènes sur de petits domaines du matériau (un grain ou une phase : donc l'échelle est de quelques dizaines de microns). Les forces internes et les moments liés à ces contraintes sont en équilibre dans un assez grand nombre de grains. Des variations dimensionnelles macroscopiques peuvent résulter d'une modification de cet équilibre.

I.2.3.4.3. Contraintes résiduelles du 3ème ordre

Les contraintes du 3ème ordre ($\sigma_{III,\ micro}$) sont homogènes sur les plus petits domaines du matériau (quelques distances interatomiques : donc l'échelle est de quelques dizaines de nanomètres). Les forces internes et les moments liés à ces contraintes sont en équilibre dans de très petits domaines. Les modifications d'équilibre n'entraînent aucune variation dimensionnelle macroscopique.

I.2.3.4.4. Etat de contraintes dans les matériaux

Dans le cas de matériaux réels, l'état de contraintes est représenté par la contrainte résiduelle qui résulte de la superposition des contraintes d'ordre I, II et III.

Les contraintes d'ordre I sont celles prises en compte au niveau macroscopique. Elles sont atteintes facilement par l'analyse expérimentale et par calcul. Les contraintes d'ordre III sont reliées à toutes les déformations existantes au niveau du réseau cristallin. La définition des différentes échelles de contraintes résiduelles est résumée dans Tableau I-5.

Type d'analyse	Volume	Discontinuités
Macroscopique ordre I	Quelques mm^3	Surface, fissures, cavités
Mésoscopique ordre II	Un grain ou des sous grains	Joints de grains ou sous joints Joints de phases, ou dispersoides, phases hors équilibre
Microscopique ordre III	Echelle atomique	Dislocations interstices, atomes de substitution, lacunes, précipités

Tableau I-5 : Différents ordres de contraintes.

I.2.4. Détermination de la ténacité à partir de l'essai Charpy

I.2.4.1. Introduction

Les travaux de Charpy [70] sur les essais d'impact ont été présentés pour la première fois au congrès de Budapest par l'Association Internationale pour les Essais de Matériaux en1901.

Des travaux antérieurs sur les essais mécaniques avaient conclu en l'absence de corrélation entre les essais mécaniques statiques et dynamiques. Cette conclusion semble avoir été mentionnée pour la première fois par Monsieur Lebas dans son livre intitulé « les métaux à l'Exposition de 1878 » où il écrit : « il est impossible d'obtenir des résultats complets sur la résistance des matériau en l'absence d'essais par choc ».

Charpy indique que « la différence entre les hauteurs initiales et finales multipliée par le poids du pendule donne la valeur du travail de rupture » (Figure I-37). L'erreur due à l'énergie cinétique est considérée comme inférieur à 1% de l'énergie totale. Le poids de l'éprouvette est plus petit que le poids du pendule.

Malgré l'introduction, durant les années 1960, de la mécanique de rupture pour mesurer la ténacité des matériaux, la pratique de l'essai Charpy a perduré. Elle donne toujours une méthode simple et peu coûteuse pour classer les matériaux par leur résistance à la rupture fragile. La tendance actuelle est aussi d'utiliser ces essais pour mesurer la ténacité et la résistance à la déchirure ductile.

La résilience K_{cv}, définie comme étant le travail de rupture par unité de surface du ligament sans entaille, est à rapprocher de la ténacité exprimée par la valeur critique J_{1c} du paramètre énergétique J, paramètre proportionnel au travail de rupture par unité d'aire du ligament. L'essai de Charpy, considéré généralement comme un essai dynamique lent, incorpore l'influence de la vitesse de déformation sur les propriétés mécanique des matériaux, en général sur la ténacité. Cette influence peut être précisée, si on combine un critère de plasticité thermiquement activé avec un critère local de rupture tenant compte du fait que la plastification locale est nécessaire au processus de rupture.

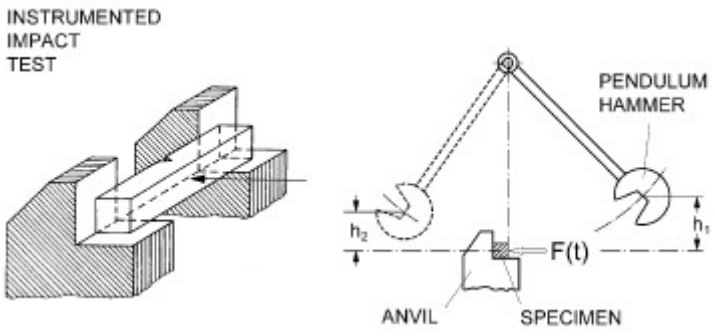


Figure I-37 : Schéma de l'instrument d'essai Charpy.

I.2.4.2. Influence de la géométrie d'entaille sur la distribution des contraintes

I.2.4.2.1. Caractéristiques géométrique des échantillons Charpy

Différents types d'éprouvettes Charpy ont été utilisés. Les plus connus sont présentés dans la Figure I-38 et le Tableau I-6. Les entailles sont définies par le rayon d'entaille ρ, l'angle d'entaille ψ et la profondeur d'entaille h. Une fissure est un cas particulier d'entaille avec un rayon $\rho = 0$ et un angle $\psi = 0$.

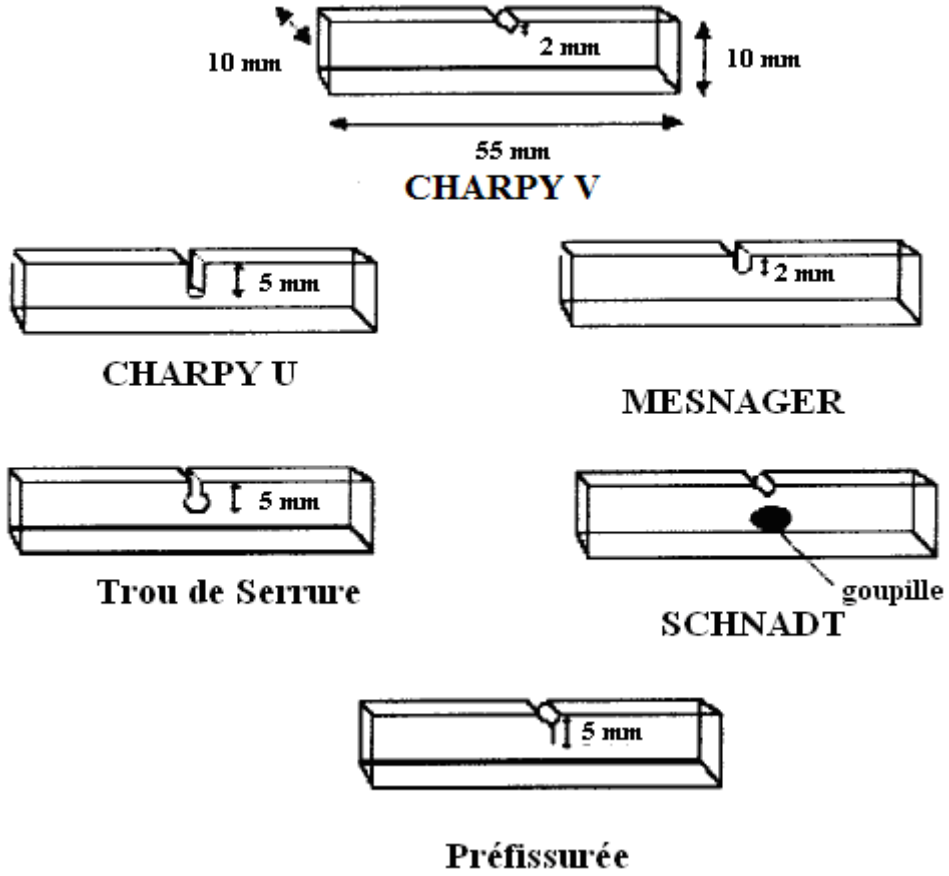


Figure I-38 : Différents types d'éprouvettes Charpy.

Type d'éprouvette	Rayon d'entaille ρ (mm)	Angle d'entaille ψ	Profondeur d'entaille h (mm)
Charpy V	0.25	45°	2
Charpy U	1	0°	5
Mesnager U	1	0°	5
Key Hole	1	0°	5
Schnadt	0.025	45°	2
Préfissurée	0	0°	5

Tableau I-6 : Caractéristiques géométriques de différents types d'éprouvettes Charpy [70].

I.2.4.2.2. Distribution des contraintes en fond d'entaille dans une éprouvette Charpy

La distribution de la contrainte normale au plan d'entaille σ_{yy} a été calculée pour trois types d'éprouvette (Charpy V, U et Schnadt), en faisant l'hypothèse que le matériau a un comportement élastoplastique obéissant à la loi :

$$\sigma = K_{rés}\,\varepsilon^{n_{écr}} \tag{30}$$

$K_{rés}$: Coefficient de résistance

$n_{écr}$: Coefficient d'écrouissage

Les trois distributions sont présentées dans la Figure I-39. On remarque que la contrainte maximale est la plus importante pour l'éprouvette Schnadt, qui présente le plus petit rayon d'entaille. La valeur la plus faible est obtenue pour l'entaille en U, éprouvette à grand rayon d'entaille.

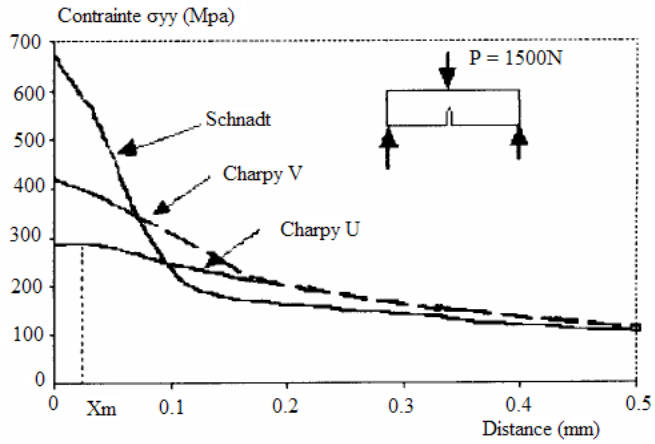


Figure I-39 : Evolution de la contrainte normale au plan d'entaille [70].

Le Tableau I-7 présente la position de la contrainte maximale par rapport à la distance au fond d'entaille X_m, pour les éprouvettes Charpy V et U et l'éprouvette Schnadt. Nous remarquons que cette position s'éloigne du fond d'entaille quand le rayon d'entaille augmente.

Chargement (N)	X_m (mm) Schnadt	X_m (mm) Charpy V	X_m (mm) Charpy U
1500	0	0	0.14
2500	0.044	0.045	0.17
3500	0.05	0.14	0.62

Tableau I-7 : Position de la contrainte maximale par rapport à la distance au fond d'entaille [70].

Le facteur de concentration de contrainte élastoplastique est défini comme le rapport de la contrainte maximale et de la contrainte nominale :

$$k_t = \frac{\sigma_{\max}}{\sigma_N} \tag{31}$$

$\sigma_{\max}$: Contrainte maximale.

σ_N : Contrainte nominale.

Dans le Tableau I-8, nous remarquons que le facteur de concentration de contrainte élastoplastique k_t est pratiquement indépendant du niveau de chargement, sauf toutefois pour l'éprouvette à entaille en U. Le niveau de chargement et le rayon d'entaille influent de façon sensible sur la position de la contrainte maximale.

Chargement (N)	Schnadt	Charpy V	Charpy U
1500	7 ,44	4,66	3,36
2500	7,40	4,56	3,30
3500	7,00	3,99	3,21

Tableau I-8 : Valeur du coefficient de concentration de contraintes élastoplastiques obtenu à partir de la méthode des éléments finis, pour les éprouvette Charpy V, U et éprouvette Schnadt [70].

I.2.4.3. Ténacité d'un chargement critique

I.2.4.3.1. Etapes de propagation de la fissure initiale, Figure I-40

1. La fissure est formée au centre de la racine d'entaille, pour une charge F_{gy} inférieure à la charge maximale F_m.
2. Elle se propage latéralement et atteint les surfaces latérales par une formation de lignes de cisaillement (en cette étape, la longueur de la fissure, à mi-section d'échantillon, tend vers 1mm, et la charge proche de sa valeur maximale).
3. La propagation de la fissure a lieu dans l'épaisseur de l'échantillon par diminution de la charge.

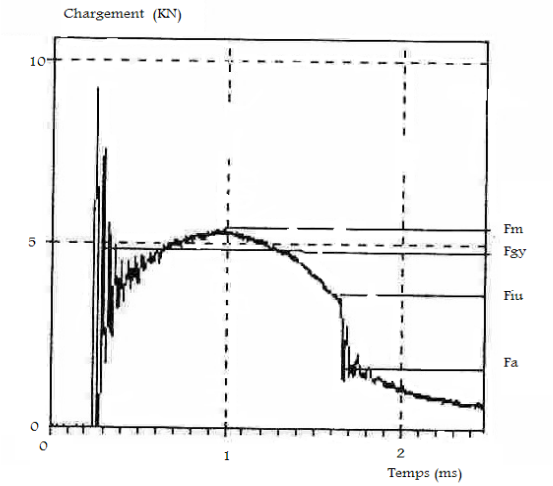


Figure I-40 : Chargement enregistré (essai Charpy) [70, 71].

F_{gy} : Force d'écoulement ;

F_m : Force maximale ;

F_{iu} : Force au début de la propagation fragile de la fissure (rupture instable du matériau) ;

F_a : Force à l'arrêt de la propagation fragile de la fissure.

I.2.4.3.2. Ténacité conventionnelle

A partir de la valeur critique de la charge (début de la rupture instable), on calcule la ténacité K_{1d}. Si F_m est proposée être identique à F_{iu}, le comportement de K_{1d} est linéaire élastique [72] :

$$K_{Id} = \left(\frac{F_{iu}S}{BW^{\frac{3}{2}}}\right)\left[2.9\left(\frac{a_m}{W}\right)^{\frac{1}{2}} - 4.6\left(\frac{a_m}{W}\right)^{\frac{3}{2}} + 21.8\left(\frac{a_m}{W}\right)^{\frac{5}{2}} - 37.6\left(\frac{a_m}{W}\right)^{\frac{7}{2}} + 38.7\left(\frac{a_m}{W}\right)^{\frac{9}{2}}\right] \quad (32)$$

Où :

F_{iu} : Force à l'instabilité de la fissure.

B : Epaisseur d'échantillon.

W : Largueur d'échantillon.

a_m : Longueur d'entaille.

S : Distance entre les appuis.

I.2.4.4. Critère local de rupture en terme de contrainte (Approche volumétrique)

L'approche volumétrique est une méthode semi-locale permettant d'étudier les problèmes de rupture en s'appuyant sur la méthode des éléments finis [73,74]. Cette méthode, basée sur l'hypothèse que le processus d'élaboration du phénomène de rupture nécessite un volume physique, est caractérisé par une distance effective x_{eff}. A l'intérieur de ce volume règne une contrainte effective, contrainte moyenne pondérée donnée par la distribution des contraintes à l'intérieur précisément de cette zone d'élaboration de rupture.

Des travaux récents [75,76, 77] ont montré que cette distance n'est pas liée à la géométrie de l'entaille, mais plutôt à la distribution des contraintes. Cette distance est en relation avec une zone de pseudo-singularité de contrainte apparaissant à la distance x_{eff} du fond d'entaille. Par ailleurs, cette distance effective est précisément la distance d'élaboration du processus de rupture. Ces auteurs concluent en la nécessité de tenir compte de tous les facteurs influençant la rupture des structures entaillées, notamment le gradient relatif de contraintes, la contrainte effective et la distance effective, qui introduisent le rôle de la zone d'endommagement et la relaxation de contraintes au fond d'entaille.

Les études [78] montrent que l'amplitude de la contrainte effective est inférieure à l'amplitude de la contrainte maximale. En plus, le calcul de cette amplitude de contrainte doit prendre en compte les effets de relaxation plastique.

Cette amplitude de la contrainte effective doit prendre en compte l'état du gradient de contrainte dans le volume d'élaboration de rupture. L'importance de ce gradient et son rôle sur le point d'amorçage de la rupture ont été signalés par divers auteurs [79].

La contrainte élastoplastique (contrainte d'ouverture en rupture) et le gradient des contraintes sont présentés dans la figure I-41. Trois zones particulières sont distinguées :

Zone I : Très proche du point d'amorçage, où la contrainte élastoplastique en fond de fissure augmente jusqu'à la contrainte maximale, on remarque que la contrainte n'est pas maximale en fond de fissure, mais décalée d'une certaine distance.

Zone II : La contrainte élastoplastique diminue jusqu'à la distance effective correspondant au minimum du gradient des contraintes :

$$\sigma_{ij}(\theta) = \frac{K_\rho}{(2\pi r)^{\alpha_{ct}}} f(\theta) \tag{33}$$

Où :

K_ρ : Facteur d'Intensité de Contraintes,

r : Distance du point d'amorçage,

α_{ct} : Constante liée au type de défaut (Pour une fissure $\alpha_{ct}=0.5$),

θ : Angle polaire.

Zone III : Loin du fond d'entaille, l'évolution de la contrainte élastoplastique a un comportement linéaire, et ne joue aucun rôle dans le processus de la rupture.

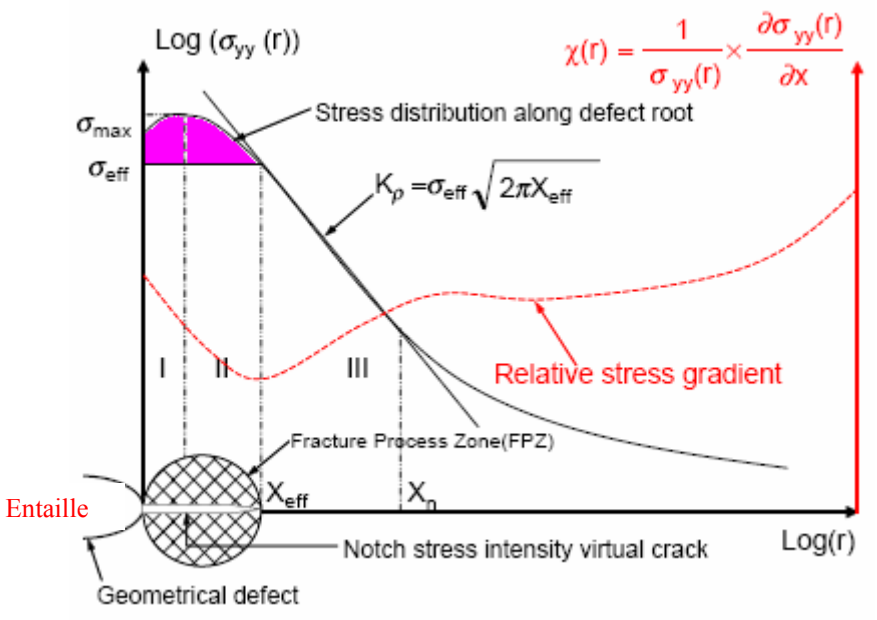


Figure I-41 : Présentation schématique d'un critère local de rupture en terme de contrainte, cas d'une entaille [80].

La ténacité est calculée en suivant les étapes suivantes :

i) Détermination de la distance effective :

Dans le cas de la rupture, on ne prend en compte que le gradient suivant la distance x pour exprimer l'influence des points de contraintes sur le point d'amorçage. On écrit :

$$grad\ \sigma = \frac{d\sigma}{dx} \tag{34}$$

La distance effective correspond au diamètre du volume d'élaboration de rupture supposé cylindrique. Pour déterminer cette distance, Qylafku et Kadi [81] ont utilisé le gradient de contraintes relatives, défini comme le rapport du gradient de contraintes et la contrainte $\sigma(x)$:

$$\chi = \frac{1}{\sigma(x)} \frac{d\sigma(x)}{dx} \tag{35}$$

χ : Gradient relatif de contrainte (mm^{-1}),

x : Distance (mm)

La fonction du gradient de contraintes représente un minimum, qui correspond à la distance effective x_{eff}, Figure I-41.

ii) Détermination de la contrainte effective :

La contrainte effective (σ_{eff}) correspond alors à la moyenne pondérée des contraintes dans le volume d'élaboration de rupture.

Plusieurs méthodes sont proposées pour calculer cette contrainte :

1. choisir directement sa valeur sur la distribution de la contrainte.
2. choisir sa valeur moyenne sur une distance x_{eff}.

$$\sigma_{eff} = \frac{1}{x_{eff}} \int_0^{x_{eff}} \sigma_{ij}(1 - x\chi)dx \tag{36}$$

iii) Calcul de la ténacité :

A la rupture, la ténacité est déterminé par :

$$K_{1\rho} = \sigma_{eff} (2\pi X_{eff})^{\alpha_{ct}} \tag{37}$$

$$\alpha_{ct}(\psi) = 0.5 - 0.089(\frac{\psi}{\pi}) + 0.442(\frac{\psi}{\pi})^2 - 0.853(\frac{\psi}{\pi})^3 \tag{38}$$

σ_{eff} : Contrainte effective.

X_{eff} : Distance effective

ψ : Angle d'entaille

Pour un échantillon d'entaille V : ψ= *45 et* α_{ct} *=0.492*

I.2.4.5. Critère énergétique pour déterminer la ténacité à partir d'essai Charpy

La ténacité est proportionnelle au travail surfacique de rupture. Ce travail surfacique est défini comme le travail de rupture U_c par unité de surface au ligament B.b (B est l'épaisseur, b la largeur du ligament). Ce travail surfacique de rupture est précisément la résilience :

$$K_{cv} = U_r / Bb \tag{39}$$

La ténacité, à l'amorçage, est définie par Turner [82] :

$$J_{1c} = \eta\ Uc/B.b = \eta\ Kcv \tag{40}$$

Les valeurs de η sont déterminées par deux méthodes :

- Formule ASTM 813.81 (Norme américaine) : $\eta = 2 + (0.522\ b/W)$ (41)
- Formule BS norme Britannique : $\eta = 1.97 + (0.518\ b\ /W)$ (42)

b : Taille du ligament d'échantillon,

W : Largeur d'échantillon.

U_r intègre la propagation de la rupture (énergie de rupture), U_c est mesurée à l'amorçage. Le facteur de proportionnalité η est généralement calculé pour des essais réalisés sur des éprouvettes fissurées (rayon d'entaille nul). Dans le cas d'essais Charpy, il convient de tenir compte de l'influence du rayon d'entaille. Cette influence sur le coefficient η a été étudiée par éléments finis, pour un matériau écrouissable dont la loi de comportement suit la loi de Ludwick [70,71]. L'influence du rayon d'entaille est beaucoup plus prononcée et peut atteindre jusqu'à 36%, Figure I-42 et Figure I-43.

La ténacité varie en fonction de l'entaille, Figure I-44. Pour l'acier XC38, les essais statiques montrent que pour un rayon d'entaille critique ρ_c, la ténacité apparente de l'acier XC38 est constante et égale J_{1c}. Pour un rayon d'entaille supérieur à ρ_c, $J_{1c,app}$ augmente linéairement avec ρ.

Généralement, la valeur critique dynamique du paramètre énergétique est divisée en deux composantes : élastique et plastique.

$$J_{Ic} = J_{el} + J_{pl} \tag{43}$$

La composante élastique est dérivée des facteurs d'intensité de contraintes critique dynamique :

$$J_{el} = \frac{K_{1c}^2}{E}(1-\upsilon^2) \tag{44}$$

La composante plastique est dérivée d'une partie plastique du travail de rupture :

$$J_{pl} = \frac{2U_{pl}}{B(W-a_0)} \tag{45}$$

a_0 est la longueur initiale de la fissure.

Par approximation, J_{1c} est donnée par le travail total de rupture :

$$J_{1c} \cong \frac{2U_c}{B(W-a_0)} \tag{46}$$

En cas de contraintes planes, la valeur K_{1c} est déterminée en utilisant l'équation suivante :

$$K_{1c} = \sqrt{EJ_{1c}} \tag{47}$$

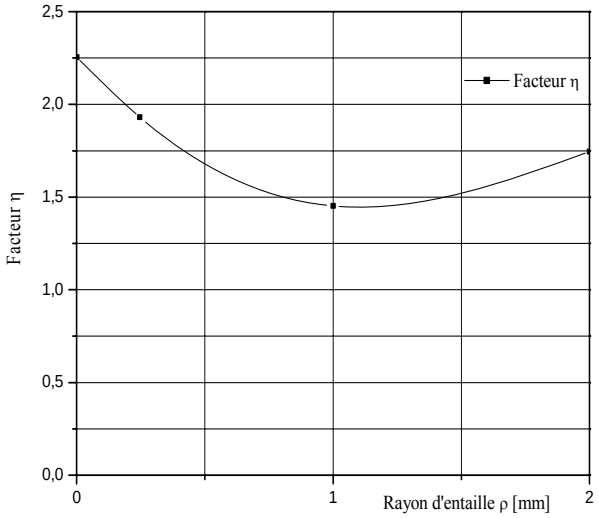


Figure I-42 : Evolution du coefficient η avec le rayon d'entaille (cas d'une éprouvette Charpy V) [83-84].

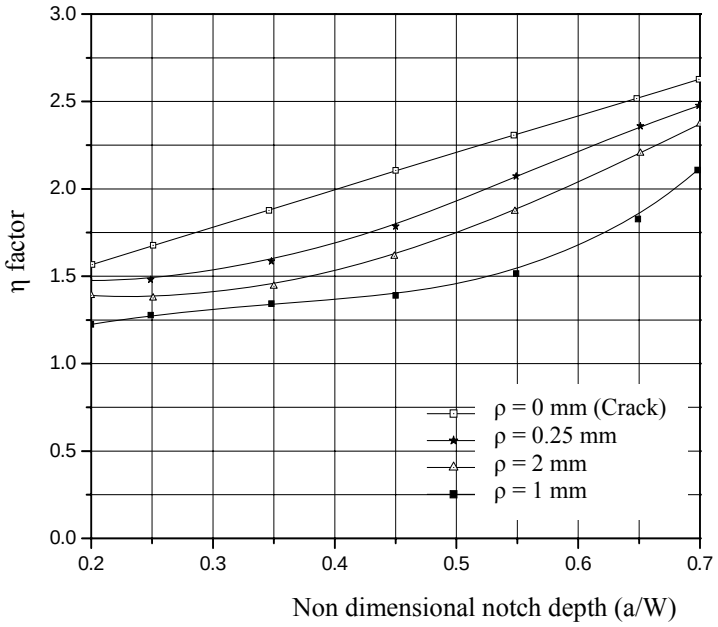


Figure I-43 : Evolution du facteur η en fonction de la profondeur relative [70].

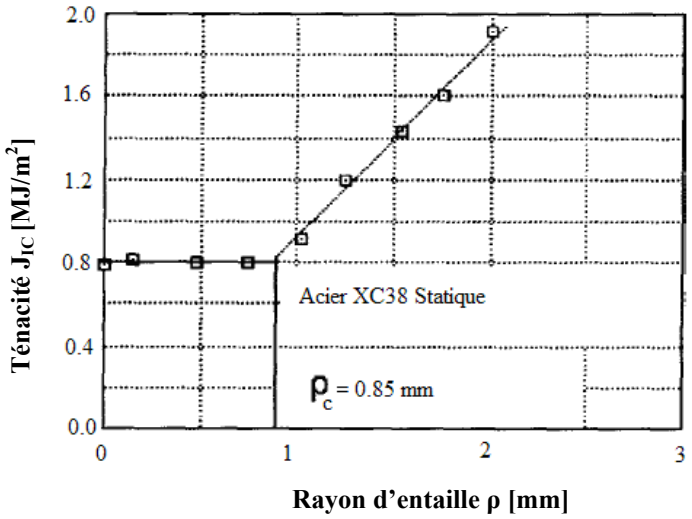


Figure I-44 : Ténacité apparente J_{1c}, en fonction du rayon d'entaille [83-84].

I.2.4.6. Corrélation de l'énergie de rupture Kv avec la ténacité K_{IC}

Plusieurs corrélations empiriques, entre la ténacité et l'énergie de rupture, ont été proposées, Tableau I-9.

Identification du modèle	Corrélation entre K_{IC} et K_v	Conditions de validité déterminées par les auteurs
Barsom et Rolf (48)	$(\frac{K_{1c}}{\mathrm{Re}})^2 = 6.47(100\frac{Kv}{\mathrm{Re}} - 1)$	$770 \leq Re \leq 1720$ $96 \leq K_{IC} \leq 270$ $22 \leq KV \leq 121$
Barsom et Rolf (49)	$\frac{K_{1c}^{\ 2}}{\mathrm{Re}} = 0.222 Kv^{3/2}$	Acier à moyenne résistance pour appareils à pression
Barsom (50)	$\frac{K_{1c}^{\ 2}}{E} = 0.65 Kv$	Acier de construction à moyenne résistance $250 \leq Re \leq 950$
Sailors et Corten (51)	$K_{1c} = 14.6\sqrt{Kv}$	Acier à moyenne résistance
Sanz (52)	$K_{1c} = 19\sqrt{Kv}$	$300 \leq Re \leq 1000$ $KV < 80J$ Cristallinité≥ 80 à 85% à Tk28
Girenko et Lyndin (53)	$K_{1c} = \sqrt{0.1\frac{EKv}{2A}} - 15$	Métal fondu (A : allongement)

Tableau I-9 : Différents modèles de corrélation K_{IC} - K_v [71,83, 84].

I.2.5. Endommagement par fatigue

I.2.5.1. Introduction

L'impact du sable sur les surfaces des pipelines et des réservoirs crée des discontinuités structurales (entailles, fissures,…) conduisant à des zones de fortes concentrations de contraintes au voisinage des entailles.

Les chargements répétés dans le temps donnent lieu à un grand nombre de cycles de contraintes d'amplitudes variables.

La combinaison de ces cycles de chargement et des zones de fortes concentrations de contraintes conduit inévitablement à un endommagement par fatigue de ces structures.

Cet endommagement commence par une déformation plastique localisée (sans plastification de toute la structure), tout d'abord autour de défauts, au fond d'entaille, puis à l'extrémité de la fissure une fois celle-ci créée.

En effet, le danger en fatigue est que la rupture peut apparaître pour des contraintes nominales relativement faibles, souvent bien inférieures à la limite d'élasticité du matériau, lorsque leur application est répétée un grand nombre de fois.

La capacité de résistance à la fatigue des structures définit la limite d'endurance. Dans la pratique, la fatigue des matériaux est abordée par les courbes de Wöhler. Elles permettent de déterminer une limite d'endurance en dessous de laquelle le matériau est, en principe, à l'abri des ruptures de fatigue.

I.2.5.2. Classification des sollicitations

En service ou au cours d'essais de laboratoire, les efforts appliqués peuvent être des sollicitations de types simples (traction – compression, flexion ou torsion), ou de types combinés de deux ou plusieurs. Quel que soit le mode de sollicitation, l'effort appliqué varie en fonction du temps de façon aléatoire ou sinusoïdale, avec une amplitude variable ou constante.

Les contraintes périodiques qui existent en service sont en général cycliques et, selon la valeur de la contrainte statique σ_s que l'on superpose, on distingue :

— les contraintes alternées pures ou symétriques $\sigma_s = 0$ ($\sigma_m = 0$) ;
— les contraintes alternées dissymétriques $\sigma_s < \sigma_a$ ($0 < \sigma_m < \sigma_a$) ;
— les contraintes répétées $\sigma_s = \sigma_a$ ($\sigma_m = \sigma_a$) ;
— les contraintes ondulées $\sigma_a < \sigma_s$ ($\sigma_a < \sigma_m$).

Avec σ_a amplitude de la contrainte variable et σ_m contrainte moyenne (égale à la contrainte statique σ_s), Figure I-45.

Le rapport des contraintes R_σ est défini par :

$R_\sigma = \sigma_{min} / \sigma_{max}$ rapport algébrique de la contrainte minimale à la contrainte maximale.

R_σ prend selon les cas les valeurs indiquées sur la figure I-45.

Ces cas simples correspondent à la combinaison d'une contrainte statique et d'une contrainte alternative de même nature. Il existe également des cas de contraintes combinées de natures différentes :

— soit statique et alternative de natures différentes, par exemple : traction statique et torsion alternative ;
— soit alternatives de natures différentes, par exemple : flexion et torsion alternatives.

Avec les pulsateurs équipés de générateurs de fonctions, le signal sinusoïdal peut être remplacé par un signal triangulaire, carré, rectangulaire, etc., permettant parfois de mieux simuler les sollicitations en service.

Dans le cadre de ce travail, nous étudions le cas de sollicitations de types simples sinusoïdales à amplitude constante.

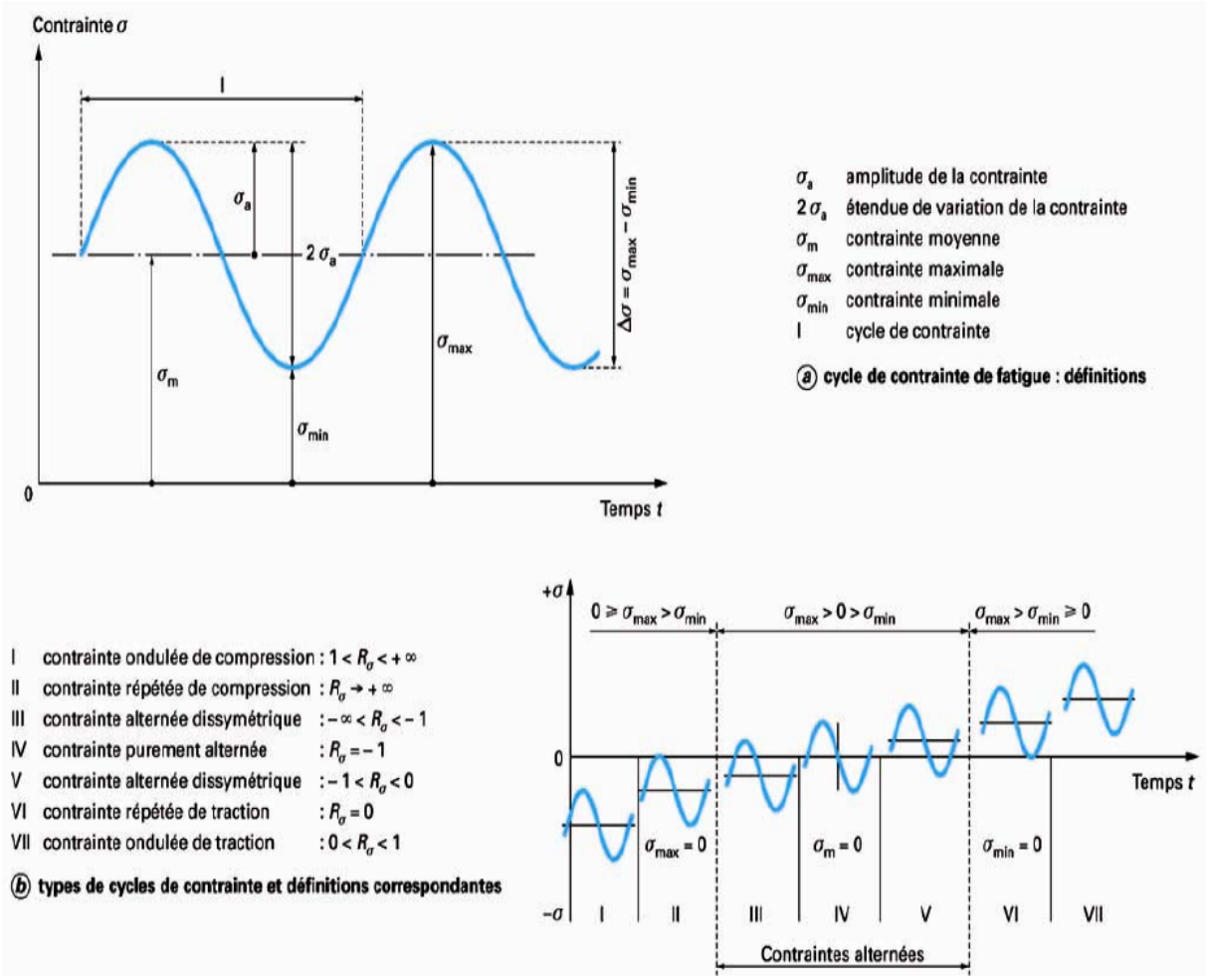
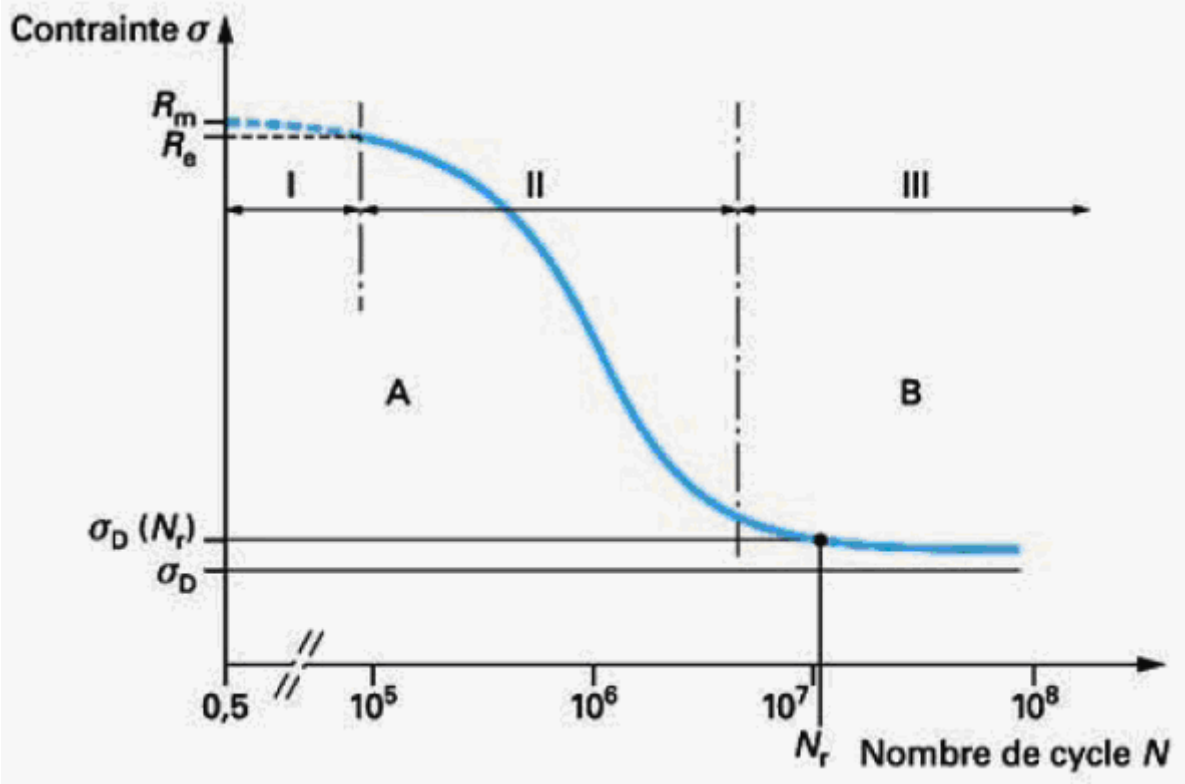


Figure I-45 : Classification des sollicitations [85].

I.2.5.3. Courbes de Wöhler

Lorsqu'un matériau est soumis, un grand nombre de fois, à des amplitudes de contraintes cycliques, pour des niveaux de contraintes inférieurs à la limite d'élasticité, l'endommagement par fatigue apparaît. La courbe donnant la durée de vie exprimée en nombre de cycles à rupture N_R, portée en abscisse, en fonction de la contrainte maximale, est appelée courbe de Wöhler ou courbe d'endurance ou courbe S-N (Stress-Number of cycles), Figure I-46. Elle est déterminée à partir d'un lot d'éprouvettes où chacune est soumise à un effort périodique de fréquence constante, la rupture se produisant au bout d'un nombre de cycles N_R. A chaque éprouvette correspond un point du plan (σ, N_R). D'après la figure I-46, la rupture est atteinte après un nombre de cycles qui croît quand la contrainte décroît. Les résultats des essais de fatigue sont analysés de façon statistique, de telle sorte que l'on puisse définir des courbes correspondant à des probabilités de rupture données selon la valeur de la contrainte et du nombre de cycles.



I domaine plastique oligocyclique	**R_e limite d'élasticité**
II domaine d'endurance limitée	**R_m charge de rupture**
III domaine d'endurance illimitée	**σ_D limite de fatigue**
A zone de non-rupture probable	**$\sigma_D (N_r)$ limite d'endurance conventionnelle à N_r cycles**
B zone de rupture probable	

Figure I-46 : Diagramme d'endurance ou courbe de Wöhler.

Les essais classiques de détermination d'une courbe de Wöhler donnent une information globale sur l'endurance d'un matériau : amorçage d'une fissure de fatigue et sa propagation jusqu'à la rupture. Cette courbe peut généralement être décomposée en trois zones distinctes :

Zone I : Zone de fatigue plastique oligocyclique, qui correspond aux contraintes les plus élevées, supérieures à la limite d'élasticité σ_E du matériau. La rupture survient après un très petit nombre de cycles variant généralement d'un demi-cycle à environ 10^4 à 10^5 cycles. Dans cette zone, on observe très rapidement une déformation plastique importante suivie d'une rupture de l'éprouvette ;

Zone II : Zone de fatigue ou d'endurance limitée, où la rupture est atteinte après un nombre limité de cycles, nombre qui croît lorsque la contrainte décroît (compris entre 10^5 à 10^7 cycles environ). Cette zone est souvent linéaire en échelle semi-logarithmique ;

Zone III : Zone d'endurance illimitée ou zone de sécurité, sous faible contrainte, pour laquelle la rupture ne se produit pas après un nombre donné de cycles (10^7 voire 10^8), supérieur à la durée de vie envisagée pour la structure.

Dans certains cas, les courbes de Wöhler peuvent être représentées en fonction d'autres paramètres :
i) Le nombre de cycles à l'amorçage défini à partir de la création d'une fissure de dimensions détectables.
ii) Des essais sur éprouvettes entaillées. La limite d'endurance diminue alors en fonction de la sévérité de l'entaille (lorsque le facteur de concentration de contrainte augmente).

Dans de nombreux cas, on peut tracer une branche asymptotique horizontale à la courbe de Wöhler : l'asymptote étant appelée limite d'endurance ou limite de fatigue et notée σ_D. En revanche, dans certains cas, par exemple lorsqu'il y a simultanément fatigue et corrosion, il ne semble pas y avoir d'asymptote horizontale. On définit alors une limite conventionnelle d'endurance comme la valeur de la contrainte maximale qui ne conduit pas à la rupture avant un nombre de cycles fixé (par exemple 10^7 cycles).
La notion de limite d'endurance est relative et non absolue, puisque sa définition dépend du problème traité, par exemple, les limites d'endurance en traction et en torsion alternées sont différentes.

I.2.5.4. Evolution de la tenue en fatigue par grenaillage

Il est bien connu que 80-90% des accidents de rupture sont causés par fatigue du matériau. En fait, près de 100% de ces fractures apparaissent à partir des sites de concentration de contraintes où des discontinuités structurales telles que des trous, des entailles, des fissures, des défauts et des rayures [86, 87].

L'opération du grenaillage est largement utilisée dans l'industrie d'aéronautique et d'automobile pour améliorer la résistance à la fatigue et/ou à la corrosion sous contraintes [62,64, 88]. L'origine de ce bénéfice vient de l'introduction de contraintes résiduelles de compression au niveau des couches écrouies en surface. Ces contraintes peuvent efficacement arrêter ou retarder l'initiation et la propagation des fissures en fatigue [89].

Cet état de contraintes se manifeste en réponse à l'incompatibilité des déformations plastiques locales. Cette incompatibilité est compensée par des déformations élastiques permanentes

(Absence de relaxation). Ces déformations élastiques permanentes correspondant aux contraintes résiduelles engendrées par l'impact des particules solides.

De nombreuses études ont montré l'intérêt du procédé vis-à-vis de la tenue en fatigue. A titre d'exemple celle sur les alliages d'aluminium (Al 7075) [90] a montré une amélioration de la limite d'endurance à 10^7 cycle (+12 %), figure I-47.

Vo et Stephens [91] ont étudié l'influence du grenaillage sur le soudage d'un tube en acier SAE 1010, Figure I-48. Ils montrent que le grenaillage améliore la durée de vie du matériau.

L'origine de cette amélioration est attribuée à un meilleur état de surface, limitant ainsi les micro-concentrations de contraintes, ce qui engendre des durées d'amorçage plus importantes.

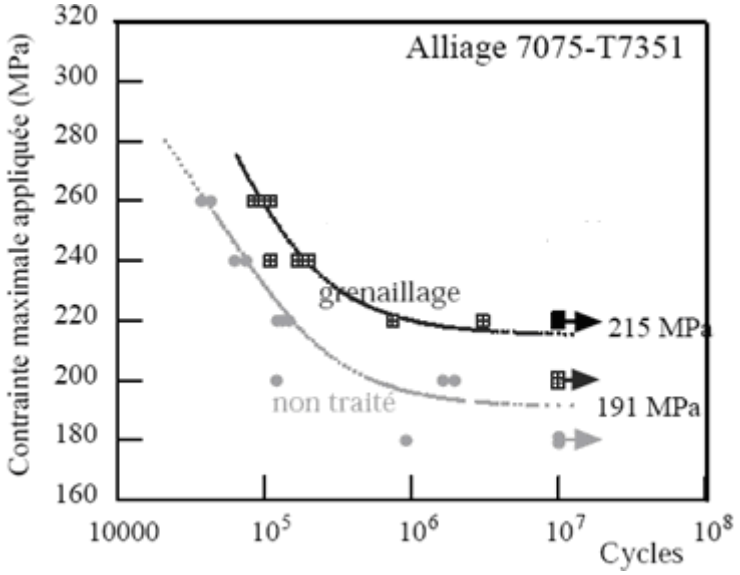


Figure I-47 : Amélioration de la tenue en fatigue par grenaillage.

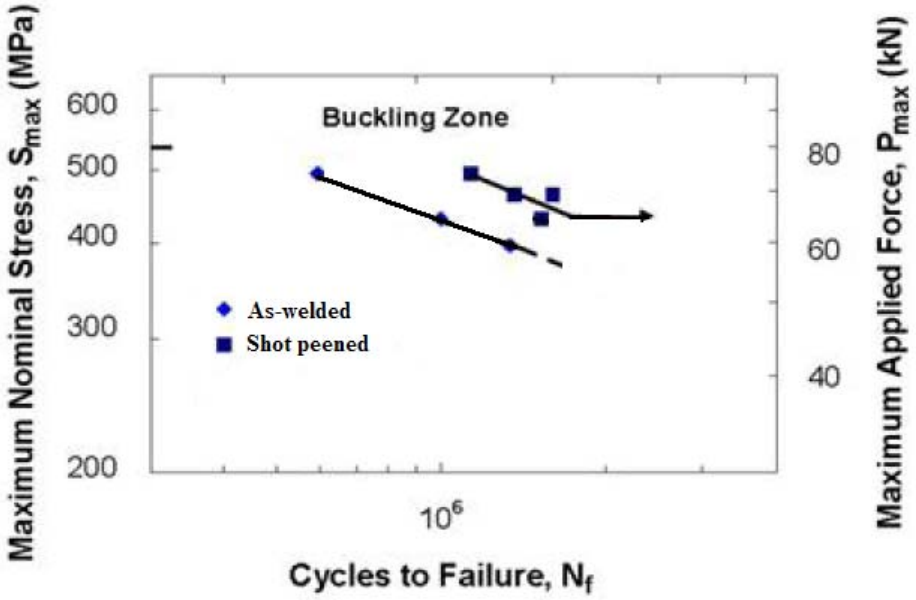


Figure I-48 : Courbe de Wöhler, avec une amplitude constante R=0.5.

I.3. Influence de l'hydrogène sur le comportement du matériau

I.3.1. L'hydrogène

L'hydrogène est l'atome le plus simple de l'univers, et également le plus abondant (75 % en masse et 95 % en nombre d'atomes). Son noyau ne contient qu'une seule particule : un proton. Autour de ce noyau, un seul électron tourne.

L'hydrogène aurait ainsi donné naissance à tous les autres éléments qui composent la matière. La molécule d'hydrogène est composée de 2 atomes d'hydrogène. On l'appelle parfois le di-hydrogène (H_2). C'est le gaz le plus léger puisque 1 litre pèse moins de 90 milligrammes.

Il possède 3 isotopes, le Protium (^1_1H , environ 99,98%, isotope stable), le Deuterium (^2_1H 0,015%, isotope stable) et le Tritium (^3_1H , un atome de Tritium pour 10^{18} atomes de Protium, isotope radioactif).

I.3.1.1. Propriétés physiques

L'hydrogène ne se trouve dans l'atmosphère qu'à l'état de traces. Il est donc généré à partir des hydrocarbures (pétrole et ses dérivés) et de l'eau, et représente la fraction la plus légère de la molécule H_2O.

L'hydrogène est un gaz incolore, inodore et sans saveur, extrêmement inflammable, très léger, qui n'entretient pas la vie et réagit facilement en présence d'autres substances chimiques. C'est le plus petit des atomes. Son faible rayon atomique fait qu'il est du même ordre de grandeur que la taille des sites interstitiels dans un réseau métallique. Il peut donc se trouver facilement en solution d'insertion dans les métaux usuels. Le tableau I-10 présente quelques données caractéristiques de l'hydrogène.

Poids moléculaire	2,016 g/mol
Solubilité dans l'eau (1,013 bar et 0°C)	0,0214 vol/vol
Concentration dans l'air	0,00005 % vol
Température d'auto inflammation	560 °C
Masse volumique de la phase liquide (1,013 bar au point d'ébullition)	70,973 kg/m^3
Masse volumique du gaz (1,013 bar au point d'ébullition)	1,312 kg/m^3
Masse volumique de la phase gazeuse (1,013 bar et 15°C)	0,085 kg/m^3
Point de fusion	-259°C
Point d'ébullition (1,013 bar)	-252,8°C
Chaleur latente de vaporisation (1,013 bar au point d'ébullition)	454,3 kJ/kg
Chaleur latente de fusion (1,013 bar, au point triple)	58,158 kJ/kg
Viscosité (1,013 bar et 15°C)	0,0000865 Poise
Conductivité thermique (1,013 bar et 0°C)	168,35 mW/(m.K)
Facteur de compressibilité (en phase gazeuse à 1,013 bar et 15°C)	1,001

Tableau I-10 : Données caractéristiques sur l'hydrogène [92].

I.3.1.2. Modes d'obtention [93]

L'hydrogène est un gaz tellement léger qu'il ne peut pas être retenu dans notre atmosphère. Impossible donc de trouver de l'hydrogène gazeux sur terre. Et pourtant, l'atome d'hydrogène est le plus abondant dans l'univers. On le retrouve partout, mais jamais tout seul. Il est toujours associé à d'autres atomes. Tout d'abord dans l'eau. La molécule d'eau est composée d'un atome d'oxygène et de deux atomes d'hydrogène. Et de l'eau, on en trouve beaucoup : elle recouvre 70% de notre terre et constitue plus de 60% de notre corps! Ensuite les hydrocarbures sont formés de carbone et d'hydrogène.

i) *L'électrolyse de l'eau*

La réaction chimique, qui se produit lors de l'électrolyse de l'eau, est la réaction inverse à celle obtenue dans une pile. Il faut de l'eau très pure (déionisée) pour éviter que les impuretés perturbent le fonctionnement de l'électrolyse. Typiquement, la cellule d'électrolyse est constituée de deux électrodes (cathode et anode), d'un électrolyte et un générateur de courant. L'électrolyte peut être une membrane polymère échangeuse de protons ou une membrane céramique conductrice d'ions oxygène.

Dans le cas d'une membrane échangeuse de protons, nous avons les réactions suivantes:

∗ A l'anode, l'eau se dissocie en oxygène et en protons. Les électrons partent dans le circuit.

$$H_2O \longrightarrow 2H^+ + ½\ O_2 + 2e- \quad (54)$$

∗ A la cathode, les protons, passés à travers la membrane, se recombinent avec les électrons pour donner l'hydrogène.

$$2H^+ + 2e- \longrightarrow H_2 \quad (55)$$

Sous l'apport du courant, l'eau est dissociée en hydrogène et oxygène. Il est nécessaire d'apporter de l'énergie électrique, puisque l'enthalpie de dissociation de l'eau est de 285kJ/mol. Cela correspond à un potentiel théorique de 1,481 V à 25°C, mais en pratique nous sommes plutôt entre 1,7 à 2,3 V.

Actuellement, des électrolyseurs d'une puissance de 1 à 100 kW sont développés. Le principal inconvénient de cette méthode est sa dépendance à l'utilisation de l'énergie électrique (dont la production est polluante). Il faudrait donc lui coupler de l'électricité provenant de source non polluante : solaire, éolienne, ou hydroélectrique. Le coût de la production par électrolyse est élevé, de l'ordre de 3 euros par kilogramme (avec un prix moyen du kilowatt heure de 6 centimes d'euros en France).

ii) *Le craquage de l'eau*

Le nucléaire pourrait aussi permettre la production d'hydrogène. Depuis cinq ans, des réacteurs dits de 4ème génération sont à l'étude. Plus sûrs, ils devront aussi permettre de consommer moins de combustible nucléaire, produire moins de déchets mais également

produire autre chose que de l'électricité : de l'hydrogène ou de l'eau de mer dessalée. On parle de rendements de l'ordre de 50 %.

Peu de pays (10 en tout) travaillent actuellement sur cette technologie, nous citons la France, les USA, le Japon, l'Argentine, le Brésil, Canada, Corée du Sud, Afrique du Sud, Suisse, Royaume-Uni. Il existe en tout 6 technologies :

- le réacteur à neutrons rapides (R.N.R.) refroidi soit par du sodium liquide,
- soit par un alliage de plomb liquide,
- ou encore par du gaz,
- le réacteur refroidi avec de l'eau supercritique,
- le réacteur à gaz à très haute température,
- et enfin le réacteur à sels fondus.

Le CEA a retenu en particulier le réacteur à gaz à haute température, soit 1100°C. Ce haut niveau de température permet de décomposer l'eau en hydrogène et en oxygène par une réaction catalysée. Le Japon et les USA s'intéressent au système refroidi au sodium. Néanmoins, cette technologie ne serait commercialement disponible que vers 2030-2040.

iii) Le reformage à la vapeur

Le gaz naturel et le charbon, brûlés à haute température, permettent d'obtenir de l'hydrogène. Cette opération, appelée reformage à la vapeur, est toutefois polluante puisqu'elle dégage du dioxyde de carbone, qui entre en compte dans l'effet de serre.

Avec le gaz naturel, le coût de production revient en moyenne à plus de 1 euro par kilogramme d'hydrogène, mais il augmente drastiquement lorsque l'on prend en compte les coûts de stockage du dioxyde de carbone (par piégeage au fond des océans ou dans les cavités souterraines ayant servi à l'extraction du pétrole ou du gaz).

iv) La biomasse

La biomasse (bois, cellulose, déchets, etc.) est quasiment illimitée et renouvelable. Plusieurs méthodes existent actuellement :

∗ transformation en alcool (éthanol, méthanol) ou méthane suivi de reformage,

∗ pyrolyse et gazéification de la biomasse suivies de reformage.

La fermentation de la biomasse permet de produire une solution alcoolisée, dont on pourra ensuite obtenir après distillation du méthanol ou de l'éthanol. Un autre type de fermentation (anaérobie) permet d'obtenir du biogaz contenant essentiellement du méthane et du CO_2. Ceux-ci peuvent être ensuite reformés suivant les procédés vus précédemment.

Dans le cas de la gazéification de la biomasse, on sèche la biomasse, puis on la thermolyse à 600°C. On la fait réagir vers 1000°C avec de l'air ou de l'eau (reformage), et on élimine enfin les impuretés. De là, on obtient un gaz riche en H_2 et CO, que l'on peut utiliser directement pour produire de l'électricité, purifier pour en extraire H_2, ou transformer en méthanol. C'est un procédé dont la mise au point pourrait mettre encore 5 à 8 ans. Son coût de production est supérieur à 2 euros par kilogramme.

v) Les produits organiques

La biophotolyse permet à des organismes vivants (algues et bactéries) de casser les molécules d'eau en produisant de l'hydrogène. Actuellement, les rendements ne sont pas suffisamment élevés. Toutefois, en modifiant le matériel génétique de certaines bactéries, il serait possible d'optimiser leur rendement. Une autre voie vise à intégrer ces "capteurs vivants" sur des puces électroniques, symbole d'une convergence entre nanotechnologie et biotechnologie.

I.3.2. Affectation des propriétés mécaniques

I.3.2.1. Propriétés statiques

Selon Sofronis [94], en présence d'hydrogène, la limite d'élasticité augmente légèrement avec la concentration en hydrogène. Il propose une évolution linéaire de la limite d'élasticité σ_y avec la concentration en hydrogène :

$$\sigma_{y(c)} = \left[(\xi - 1).\frac{C_H}{C_{H0}} \right].\sigma_{y,0} \quad pour\ \sigma_{y(c)} \geq \eta\ \sigma_{y,0} \tag{56}$$

$\sigma_{y(c)} = \eta\ \sigma_{y,0}$ *pour* $\sigma_{y(c)} < \eta\ \sigma_{y,0}$

ξ est le paramètre d'adoucissement, η une variable comprise entre 0 et 1, C_{H0} la concentration initiale en hydrogène, et $\sigma_{y,0}$ la limite d'élasticité pour une concentration d'hydrogène nulle.

L'essai de traction, figure I-49, a été réalisé en présence d'hydrogène électrolytique créé à partir de l'électrolyse d'une solution standard appelée : Natural Soil 4 (NS4), Tableau I-11.

KCl	$NaHCO_3$	$CaCl_2,2H_2O$	$MgSO_4,7H_2O$
122	483	181	131

Tableau I-11 : Composition chimique d'une solution NS4 ($mg.l^{-1}$).

L'examen de la courbe de traction, figure I-49, permet de conclure sur le fait que la limite d'élasticité ne serait que peu affectée par la présence d'hydrogène. Seul la déformation à la rupture est fortement diminuée sous l'action de l'hydrogène.

La rupture se produit, à l'air, pour un allongement d'environ 28%, alors que sous une plus forte concentration en hydrogène, essai à un potentiel de -1700mV$_{SCE}$, elle apparaît pour un allongement de 3,5%.

Comme le montre la courbe de traction, figure I-49, la résistance ultime varie très peu. Elle passe de 550 MPa, sous atmosphère habituelle (air), à 470 MPa sous une forte concentration en hydrogène. En se contentant d'utiliser cet acier, dans son domaine élastique (comme prévu

pour ce type d'utilisation), cette diminution de la résistance ultime ne devrait pas avoir d'effet sur la tenue de la structure.

Pour conclure, on peut dire que l'hydrogène n'a aucun effet sur la limite d'élasticité de l'acier X52.

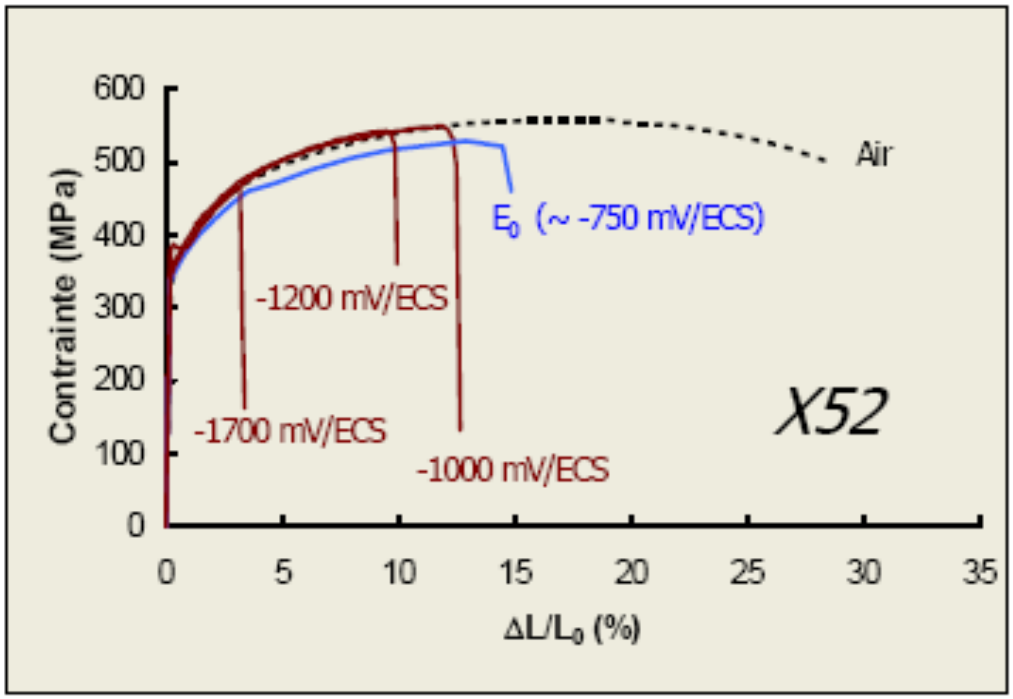


Figure I-49 : Courbe de traction d'un acier X52 [95].

I.3.2.2. Propriétés dynamiques

Un rapport [96], sur un accident de gazoduc de transport de gaz naturel, a entraîné l'étude de la ténacité résiduelle des restes du pipeline, par essais de Charpy. Il en ressort que l'acier avait une très médiocre résilience et une transition ductile/fragile comprise entre +30°C et +40°C.

L'acier X52 (0,27% de C, R_e de 335 MPa) a des caractéristiques assez proches de celles de notre acier. Au point d'origine de la rupture, le gaz accumulé a formé une grosse cloque d'hydrogène bombée vers l'intérieure.

Les essais ont permis de chiffrer les valeurs d'énergie absorbée. Elles sont au alentour de 7 à 14 J, sur une plage de températures de –5°C à +20°C. Alors que la norme à laquelle était sujette la canalisation (CSA Z245.4-M1979) prévoit que l'acier doit posséder une valeur d'énergie absorbée d'au moins 20 J à -45°C, lors d'un essai de résilience Charpy (avec une entaille en V).

Pour comparaison, on trouve une énergie Charpy de 80J pour un acier X70, lors d'un essai à 70°C sur une machine d'une capacité de 450J [97], et de 70J pour un acier X52 à - 40°C pour le même type d'essai [98].

La forte concentration en hydrogène dans la zone de la cloque serait donc à l'origine de la chute de la résilience de l'acier.

Coudreuse et Prasad [99,100] ont étudié l'action de l'hydrogène sur la ténacité de différents types d'aciers. Ils ont montré que la ténacité diminue sous atmosphère chargée en hydrogène, figure I-50 (a), et que plus l'acier possède une faible limite d'élasticité plus l'influence de l'hydrogène sur sa ténacité est prononcée.

Les courbes J-Δa, figure I-50 (b), ont été effectuées sur un acier aux caractéristiques mécaniques proches de celles du X52, l'acier 15MnNi 6 3, dans diverses atmosphères, sous une pression de 90 bars et à température ambiante du laboratoire. La ténacité $J_{0,2}$ de cet acier est de 51kJ/m².

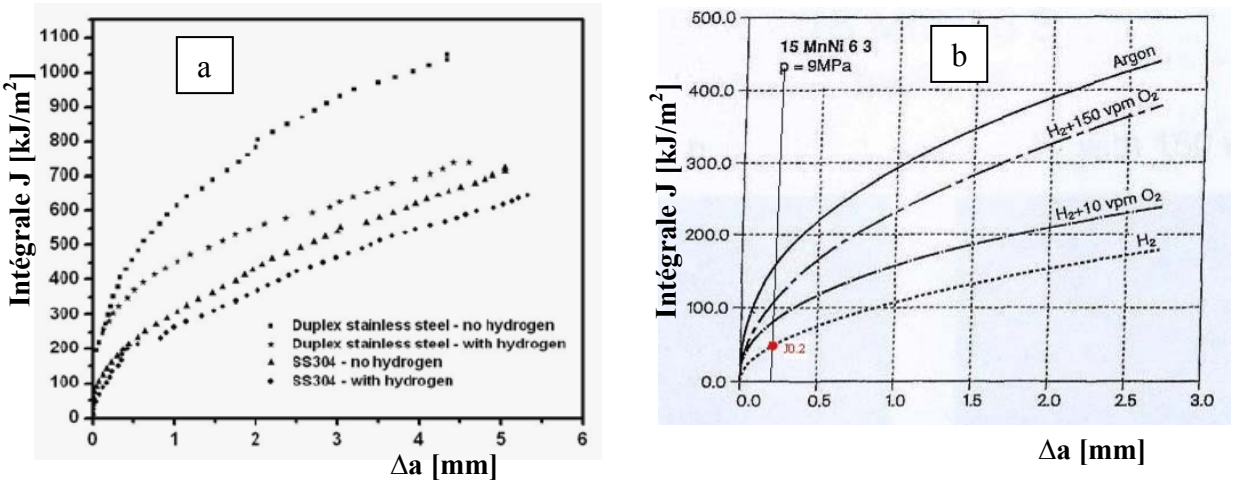


Figure I-50 : Courbes intégrale J-Δ a :
a) Deux types d'acier inoxydables, avec ou sans hydrogène [100],
b) Acier 15MnNi63, dans diverses atmosphères [101].

Sachant que la pression à l'intérieur des pipelines en acier X52, varie entre 40 et 70 bars, les valeurs précédentes ne doivent que très peu différer de celles obtenues lors d'un essai sur un acier X52.

La diminution de la ténacité confère au matériau une plus grande facilité à la propagation des fissures, puisque l'énergie dépensée pour réaliser cette propagation, décroît fortement.

I.3.2.3. Durée de vie

Fang et al. [102] ont étudié la rupture des pipelines, par NNpHSCC (Near-Neutral pH Stress Corrosion Cracking). Ils distinguent deux différents mécanismes pour la propagation des fissures. Avant le seuil, de l'ordre de 0,5 à 0,6 mm de profondeur, la déformation plastique, facilitée par la dissolution, provoque l'initiation des piqûres de corrosion.

Après ce seuil, l'hydrogène est seul responsable de la croissance ultérieure des fissures pointues. Ces fissures causent un risque important pour l'intégrité du pipeline. En dépassant le seuil de corrosion en fatigue, les fissures se développent beaucoup plus rapidement, conduisant même à la rupture de pipeline.

Pendant la longue période de la croissance d'une fissure, l'initiation de cavité apparait dans la première phase (déformation plastique), et la propagation grave due à l'hydrogène consomme la majorité de la vie de pipeline.

La propagation des fissures sous l'hydrogène est fragile. Elle a lieu le long d'interfaces des grains et / ou sous-grains [103]. La fissure croît d'une manière instable, elle s'accompagne souvent par des branches ou déviations, résultant d'un taux de croissance relativement important.

Nakatanil et al. [104] ont étudié l'influence de l'hydrogène irréversible sur la fatigue d'un fil en acier avec un diamètre de 1.8 mm, Figure I-51. On remarque que la durée de vie d'initiation d'une fissure est diminuée par l'hydrogène irréversible.

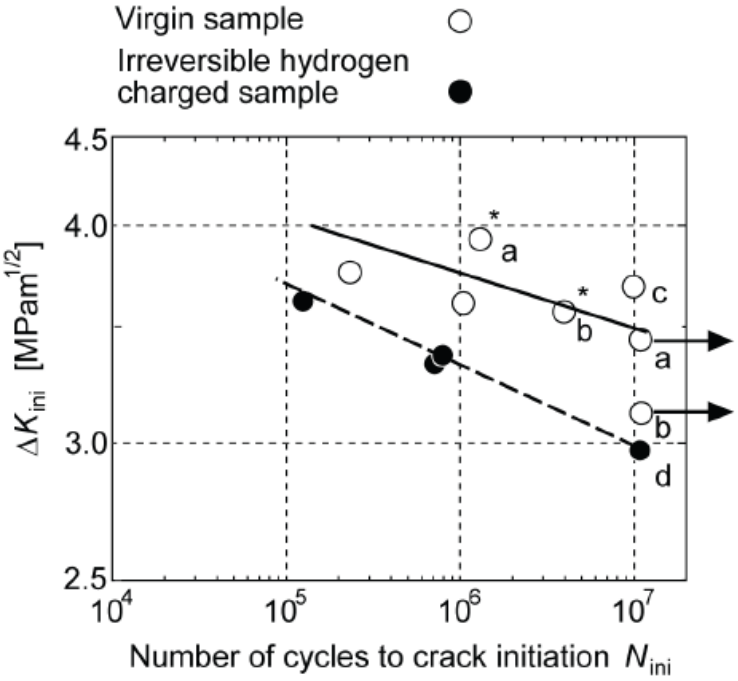


Figure I-51 : Influence de l'hydrogène sur le nombre de cycles d'initiation d'une fissure à partir d'une inclusion interne, La remarque * indique que la fissure a été initiée, pour la 1ère fois, au niveau des contraintes élevées [104].

I.3.3. Influence de l'hydrogène sur la plasticité de matériau

L'hydrogène, étant de petite taille, se déplace facilement entre les sites cristallins de l'acier. Il diffuse dans les aciers selon des mécanismes classiques d'hétérodiffusion à dilution infinie, figure I-52.

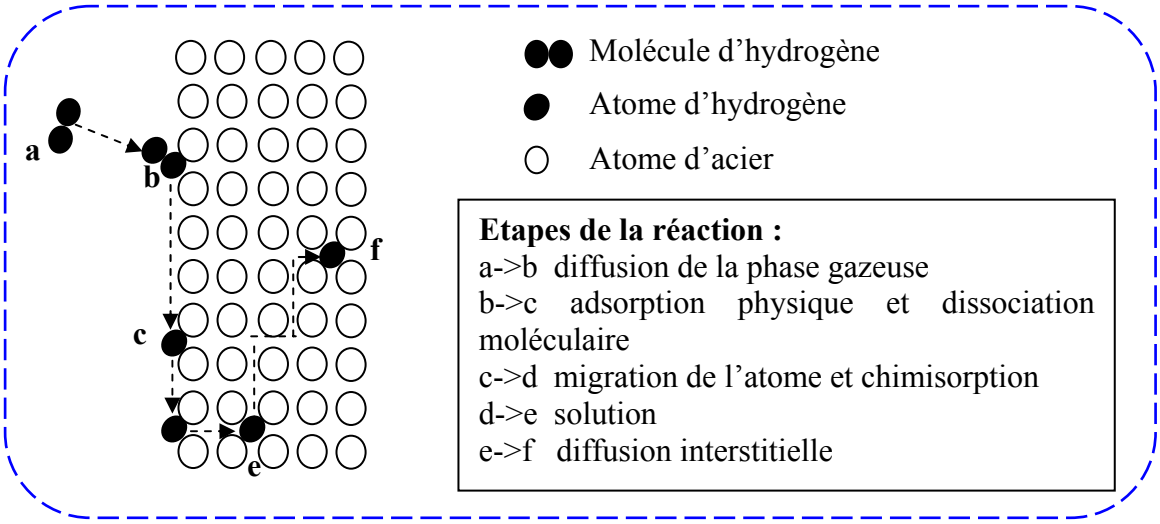


Figure I-52 : Etapes de diffusion interstitielle de l'hydrogène dans le réseau cristallin [105].

I.3.3.1. Les forces de cohésions atomiques

Deux modèles traitant les effets de l'hydrogène sur les forces de cohésion ont été proposé par Troiano [106] et Oriani [107]. Ces modèles supposent une diminution locale de la force de cohésion du réseau atomique, à cause de l'hydrogène présent dans la matrice ou au niveau des joints de grains (ou tous autres défauts métallurgiques). Une fissure peut alors se propager lorsque la contrainte (de tension) appliquée est suffisante pour contrebalancer la force de cohésion du réseau, modifiée par la présence de l'hydrogène.

Néanmoins, la diminution de la force de cohésion est un postulat et aucune preuve expérimentale n'existe réellement pour le justifier. De plus, si nous concevons un effet de l'hydrogène sur la déformation à rupture macroscopique d'un système pouvant contenir une grande concentration en hydrogène via une diminution des forces de cohésion, il est, en apparence, beaucoup plus difficile de l'imaginer dans le cas de métaux dont la solubilité en hydrogène est très faible : cas des aciers cubiques centrés (CC).

En réalité, Qiao [108] montre que la forte concentration en hydrogène localisée au niveau de la pointe de fissure, sur un XC80, est suffisante pour obtenir une rupture par clivage, figure I-53. Ce modèle est tout particulièrement intéressant dans le cas des métaux CC, qui peuvent cliver très facilement (température de transition ductile/fragile proche de l'ambiante).

L'absorption d'hydrogène diminue la ductilité de l'acier [109], et permet de passer d'un comportement de rupture ductile à un comportement fragile.

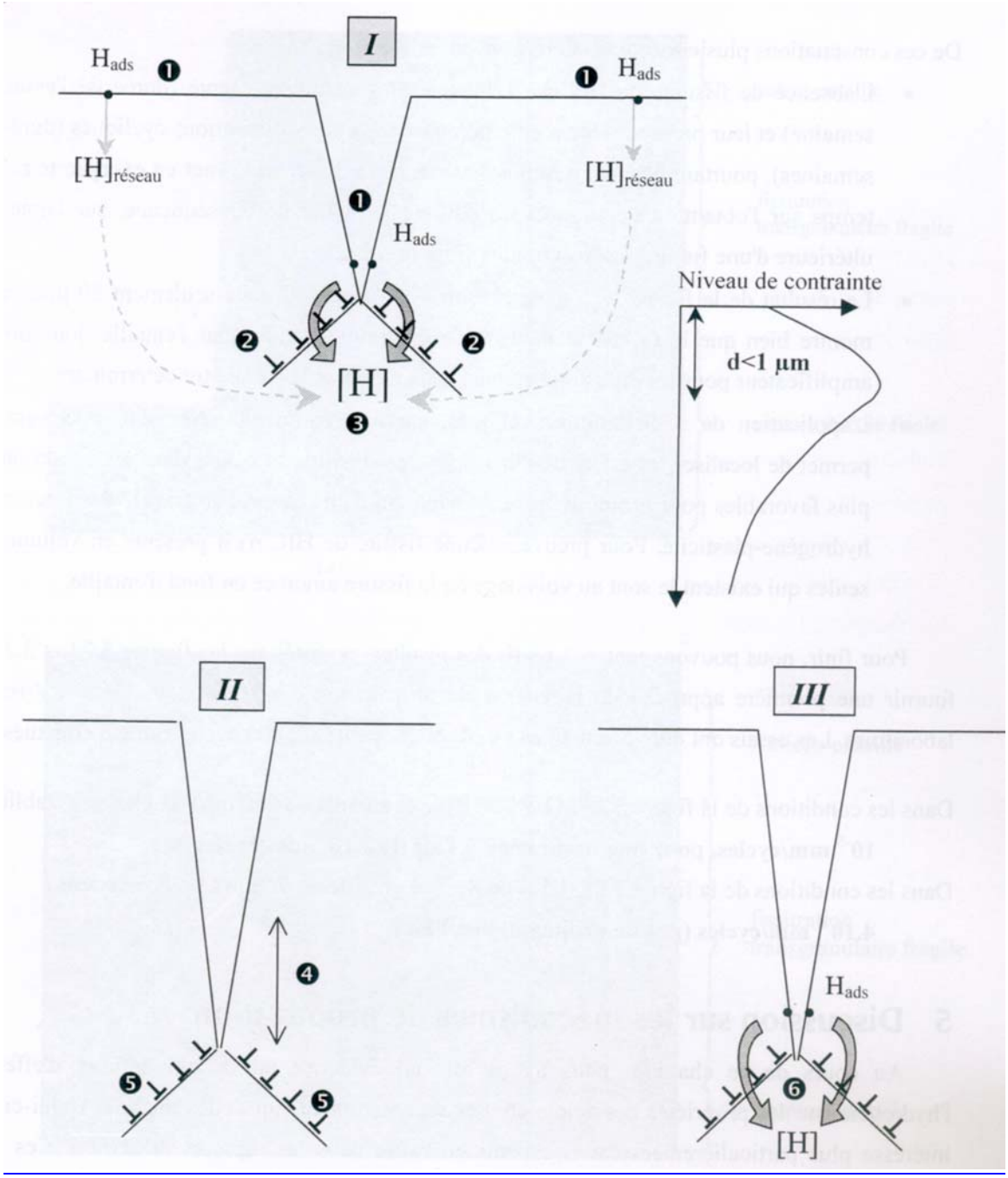


Figure I-53 : Mécanisme de propagation d'une fissure par clivage [110].

1 : Adsorption de l'hydrogène. Etape favorisée par la mise à nu du métal (en fond de fissure),

2 : Emission de dislocations (Facteur d'Intensité de Contraintes < Facteur d'Intensité de Contraintes local dû à la contrainte externe), écrantage de la fissure,

3 : Diffusion sous contrainte de l'hydrogène vers la zone de plus forte contrainte hydrostatique (juste en avant de la fissure < 1µm),

4 : Clivage sur une courte distance (< 1µm),

5 : Arrêt de la fissure et émission de dislocations,

6 : Répétition du mécanisme, retour à l'étape 1.

I.3.3.2. Apparition et propagation des fissures

D. Delafosse et T. Magnin [95], Scoot X. Mao et M. Li [111], montrent qu'aucun effet de création de fissure ne peut être lié à la seule présence d'hydrogène, particulièrement dans les réseaux CFC. Rien à ce jour ne permet de quantifier la part de responsabilité de l'hydrogène lors d'un amorçage de fissure. Par contre, si la fissure est déjà formée, son mécanisme de propagation s'en trouve amplifié.

Des essais [110], sous sollicitations mécaniques cycliques effectués sur des morceaux de pipeline en X52, comportant une fissure, montrent cet effet. Les deux essais réalisés, Tableau I-12, sont représentatifs des conditions extrêmes : faible contrainte et entaille peu profonde pour la première éprouvette, et forte contrainte couplée à une entaille profonde pour la seconde.

Données des essais	Charge F_{max}	Rapport de charge (R)	Fréquence (Hz)	Numéro de cycles (cycles)	Micro entaille (µm)	Potentiel Cathodique E (mV/ECS)
Eprouvette1	95% de $Rp_{0.2}$	0.5	8.10^{-3}	25000	50	-1200
Eprouvette2	110% de $Rp_{0.2}$	0.5	8.10^{-3}	25000	200	-1200

Tableau I-12 : Conditions d'essais réalisés sur deux éprouvettes en acier X52.

Le résultat du 1er essai, réalisé sur l'éprouvette 1, montre bien l'influence de la présence de l'hydrogène quant à la propagation d'une fissure. Dans les conditions de cet essai, une fissure de 100 µm a été détectée, alors que pour le même type d'essai, à l'air, aucune fissure n'a été révélée.

Pour l'éprouvette n°2, possédant une micro entaille de 200 µm, la taille de la fissure obtenue est de 250 µm. Pour un essai dans les mêmes conditions, à l'air, la fissure ne s'était propagée que de 40 µm. Sous hydrogène, la vitesse de propagation de la fissure est de 10^{-5} mm/cycles, soit un ordre de grandeur de plus que pour un essai à l'air, où on relève une vitesse de 2.10^{-6} mm/cycles. La vitesse de propagation est donc multipliée par un coefficient de 5.

Avec des conditions de sollicitations moins sévères, l'essai 1 montre que l'on atteint une vitesse de propagation de fissure sous hydrogène de 4.10^{-6} mm/cycles, alors qu'il n'y a eu aucune propagation dans l'air.

Nous retiendrons donc, que la propagation de fissure est accélérée sous une atmosphère chargée en hydrogène, et que ce phénomène s'amplifie d'avantage si l'on sollicite le matériau au voisinage de ses limites d'utilisation.

I.3.3.3. Piégeage de l'hydrogène par les dislocations

Un site de piégeage peut être considéré, d'un point de vue thermodynamique, comme un site au niveau duquel l'hydrogène pourra diminuer son potentiel chimique. Du point de vue cinétique, l'équilibre entre l'hydrogène occupant un site de piégeage et l'hydrogène dans un site interstitiel est défini par des constantes de piégeage (k1) et de dépiégeage (k-1). La barrière énergétique étant plus haute dans le sens piège-réseau, la probabilité de saut dans ce sens sera réduite, et la diffusion en présence de piège sera ralentie (k-1<k1).

Le piégeage a pour origine l'existence d'une force de transport externe qui modifie la probabilité de saut dans une direction donnée ou d'une perturbation locale du réseau qui

modifie la fréquence du saut. Une classification des différents types de piégeage a été établie en fonction de :

- la localisation du piégeage (piégeage en volume ou sur la surface) ;

- son origine (interactions électronique, chimique ou élastique) ;

- l'existence ou non d'une interaction à longue distance entre le piège et l'atome interstitiel (pièges « attractif », « physique » ou « mixte ») ;

- la valeur de l'énergie d'interaction entre l'hydrogène et le piège : une forte énergie d'interaction caractérise les pièges « irréversibles » à une température donnée, c'est-à-dire les sites au niveau desquels la probabilité de dépiégeage est quasi nulle. Pour un piège « réversible », d'énergie plus faible, il existe un équilibre entre les atomes d'hydrogène qui occupent le piège et les sites du réseau (la notion de piège « réversible » ou « irréversible » n'a de sens que pour une température donnée) ;

- la taille du piège peut être ponctuelle (atome interstitiel, lacune…), linéaire (dislocation), plan (interface entre phases, joint de grains…) ou volumique (microporosité, fissure…).

I.3.3.3.1. Transport par les dislocations [112] :

Ce phénomène, constituant la base de certains mécanismes de fragilisation, suppose l'existence d'un piégeage de l'hydrogène par les dislocations et le transport accéléré des atomes d'hydrogène par les dislocations mobiles. Peu d'études ont permis à ce jour une mise en évidence directe de ce mécanisme ou une quantification de la cinétique et des quantités transportées dans les conditions usuelles de température.

Les premiers à suggérer que les interactions "hydrogène - dislocations" interviennent dans les mécanismes de fragilisation par l'hydrogène sont Bastien et Azou [113].

Ce mécanisme, basé sur le fait que l'hydrogène sous forme de proton, pourrait être transporté par les dislocations et ainsi, contribuerait à la création d'une microfissure au niveau de l'empilement des dislocations. Ceci nécessite que les protons puissent suivre les dislocations en mouvement. Pour ce faire, il est impératif que la vitesse de diffusion des protons soit supérieure ou égale à la vitesse de déplacement des dislocations, résultats en accord avec les observations expérimentales réalisées.

La figure I-54 montre la concentration de l'hydrogène dans un échantillon d'acier X46 en flexion 3 points, pour différents moments de flexion appliqués. La zone de contraintes élevées (zone blanchie au milieu de l'échantillon) est fortement chargée en hydrogène. Les dislocations, en grand nombre dans cette zone, jouent le rôle de pièges pour l'hydrogène.

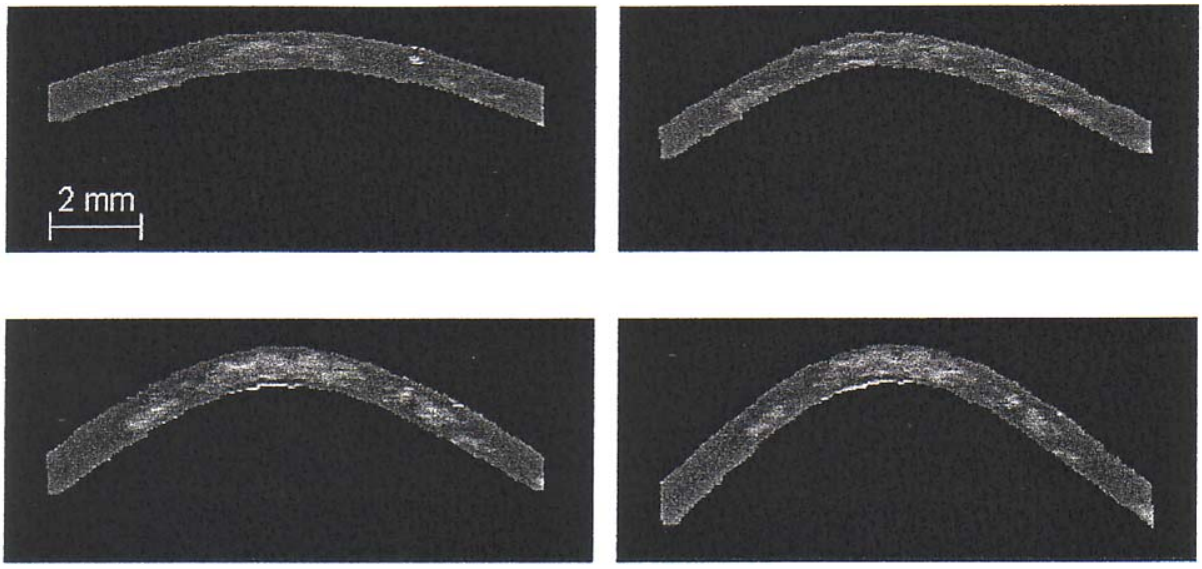


Figure I-54 : Images obtenues par microscopie photoélectrochimique d'un échantillon d'acier X46 chargé en hydrogène, pour différents moments de flexion appliqués [93].

I.3.3.3.2. Diffusion le long des joints de grains

Les phénomènes de court-circuit de diffusion associés à la présence de défauts planaires (joints de grains) interviennent fréquemment sur le processus de diffusion de nombreux éléments interstitiels ou non. De tels effets ne sont pas observés pour l'hydrogène, lorsque son coefficient de diffusion réticulaire est très élevé. En revanche, des observations récentes montrent l'existence de phénomènes de diffusion préférentielle, le long de grains, dans certaines structures austénitiques stables (nickel ou aciers inoxydables), Figure I-55.

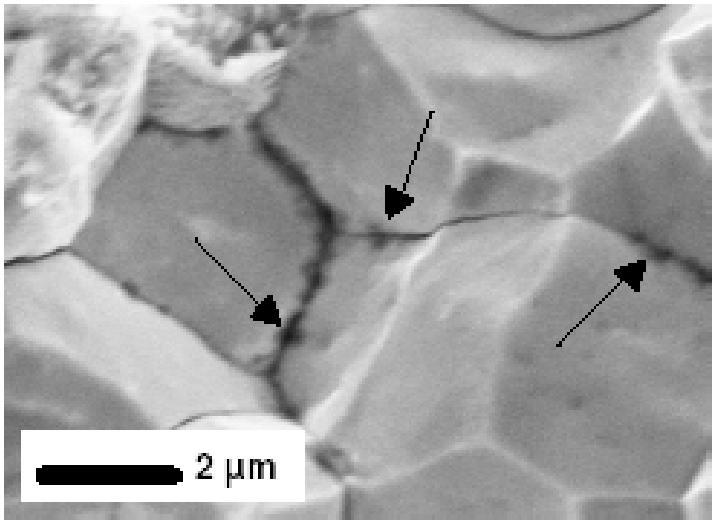


Figure I-55 : Image de rupture intergranulaire d'un échantillon d'acier P420M, en corrosion sous contraintes [93, 114].

I.3.3.3.3. Piégeage de l'hydrogène dans les défauts de la matière

La figure I-56 montre la ségrégation de l'hydrogène en pointe de fissure (zone de triaxialité de contraintes maximale).

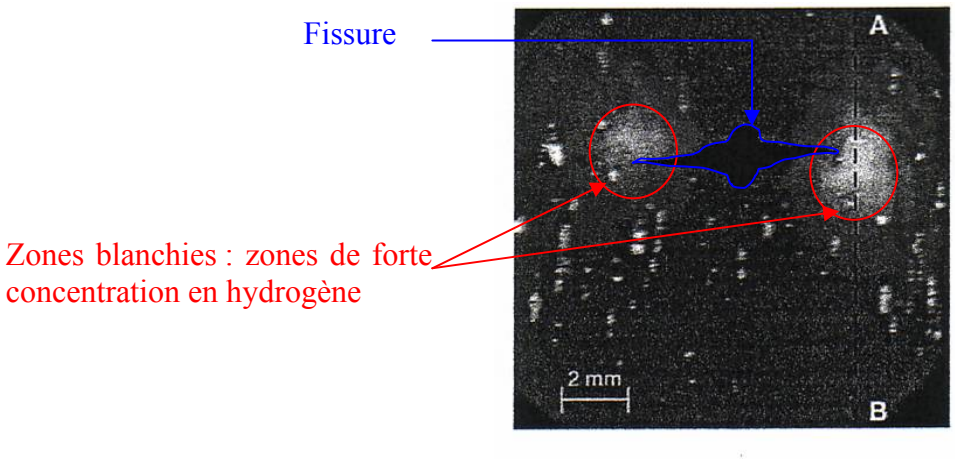


Figure I-56 : Image obtenue par microscopie photoélectrochimique de la zone proche d'une fissure (acier X46 chargé en H2) [93, 112].

Le courant photoélectrique, étant proportionnel à la quantité d'hydrogène sur la surface de l'échantillon, la concentration d'hydrogène est 1,7 fois plus importante dans la zone plastique que dans la zone sans contrainte, figure I-57.

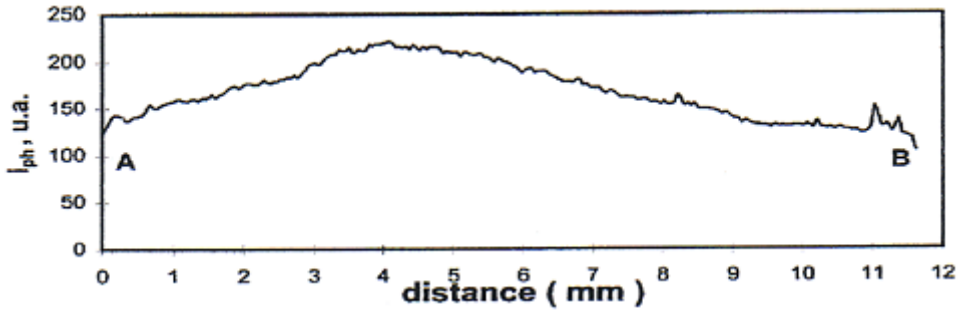


Figure I-57 : Evolution du courant photoélectrique le long de la ligne AB de l'échantillon, figure I-56 [93, 112].

I.4. Synthèse du chapitre I

Les pipelines et les réservoirs, conçus pour transporter et stocker des dérivés pétroliers, souffrent de différents types d'endommagement liés aux nombreux facteurs : environnement, produit, conditions de service,…etc.

Dans cette étude, nous nous intéressons à étudier l'endommagement local, d'une structure entaillée en acier API 5L X52, par sablage et par hydrogène. Les grains de sable impactant la structure représentent l'effet de l'environnement.

L'étude bibliographique est établie en trois axes principaux :

1. Erosion du matériau par impact des particules solides :

La théorie et les différents mécanismes de l'érosion sont détaillés. Le sablage provoque la déformation plastique des couches surfaciques impactées menant à la rupture par écaillage.

Plusieurs facteurs différencient les types de mécanisme d'érosion et contrôlent le moyen d'érosion. Ils peuvent être regroupés en trois catégories distincts et associés aux :
- Conditions d'exploitation : temps d'exposition, vitesse, accélération, angle d'impact, moyen du débit ou concentration, flux et température.
- Particules érodantes : La taille, la forme, la dureté et la matière.
- Matériaux cibles : Composition chimique, propriétés mécaniques, dureté et surface morphologique.

Les essais d'érosion se réalisent en utilisant des machines à turbine, à air comprimé ou à ultrasons. A partir des données expérimentales, différents modèles d'érosion sont proposés.

L'érosion des canalisations des dérivés pétroliers est présentée. La formation des cavités d'érosion est suivie par une observation microscopique.

Pour notre étude, nous réalisons des essais d'érosion par une sableuse à air comprimée. En utilisant nombreuses éprouvettes, la zone d'entaille est impactée pour différents intervalles de temps (le temps de sablage est une variable dans notre étude).

2. Effet d'érosion sur le comportement du matériau :

Le sable augmente la rugosité de surface et modifie la microstructure des couches superficielles impactées.

Les contraintes résiduelles introduites par grenaillage/sablage sont bien détaillées : influence des paramètres de grenaillage sur l'état des contraintes et mode de déformation issue du grenaillage. Le grenaillage/sablage améliore la tenue en fatigue du matériau. Cet avantage est dû aux contraintes résiduelles compressives introduites par sablage.

Dans notre étude, nous déterminons la variation de la ténacité du matériau en fonction du temps de sablage ($1^{ère}$ variable) et du rayon d'entaille ($2^{ème}$ variable). Nous présentons l'influence de la géométrie d'entaille sur la distribution des contraintes. De plus, plusieurs critères : ténacité conventionnelle, critère énergétique, critère local de rupture, et corrélation de l'énergie de rupture avec la ténacité.

3. Influence de l'hydrogène sur le comportement du matériau :

Dans cet axe, nous présentons les propriétés de l'hydrogène et la manière de son obtention. L'influence de l'hydrogène sur les propriétés statique, dynamique, et sur la plastification du matériau et sa durée de vie, est aussi présentée.

L'hydrogène, étant de petite taille, se déplace facilement entre les sites cristallins de l'acier. Il change la microstructure et affecte les propriétés mécaniques du matériau en diminuant sa durée de vie.

Cette thèse se focalisera sur les points suivants :

- Caractéristiques d'endommagement de l'acier API 5L X52 par sablage et par hydrogène ;
- Evolution des propriétés mécaniques du matériau sous sollicitations statique, dynamique et fatigue ;
- Analyse de la microstructure du matériau et mesure des contraintes résiduelles et microdureté ;
- Détermination de la nocivité des défauts par le Diagramme Intégrité Rupture Modifié.

Références bibliographiques du chapitre I

[1] M. Buijs, J.M.M. Pasmans, Erosion of glass by alumina particles: transitions and exponents, Wear (184), p. 61-65, 1995.

[2] D.B. Marshall, B.R. Lawn, A.G. Evans, Elastic-plastic indentation damage in ceramic: the lateral crack system, J. Am. Ceram. Soc., Vol. 65, p. 561-566, 1982.

[3] A.G. Evans, T.R. Wilshaw, Dynamic solid particle damage in brittle materials, J. Mater. Sci., Vol 12, p. 97-116, 1977.

[4] A.G. Evans, D.B. Marshall, Wear mechanisms in ceramics, ASM, Fundamentals of friction and wear of materials, p. 439-452, 1980.

[5] S. Bouzid, Z. Azari, S. Dominiack, J. Gilgert, A. Dhieb, Endommage du verre par impact de sable : évaluation du volume érodé, Verre, Vol. 9, n°3, 2003.

[6] P.J. Slikkeveer, P.C.P. Bouten, I. Veld, H. Scholten, Erosion and damage by sharp particles, Wear, Vol. 217, p. 237-250, 1998.

[7] Y.I. Oka, M. Nishimura, K. Nagahashi, M. Matsumura, Control and evaluation of particle impact conditions in a sand erosion test facility, Wear, Vol. 250, p. 736-743, 2001.

[8] K. Tanaka, Elastic/plastic indentation hardness and indentation fracture toughness: the inclusion core model, J. of Mater. Sci., Vol. 22, p. 1501-1508, 1987.

[9] Wada and Watanabe, Sand erosion in hydraulic machinery, Norwegian University of Science and Technology, 1995.

[10] G.W. Stachowiak and A.W. Batchelor, Engineering Tribology, Elesevior, Amesterdam, 1993.

[11] H.C. Meng and K.C. Ludema, Wear models and predictive equations: their form and content, Wear (181-183) p. 443-457, 1995.

[12] S. Hattori, E. Nakao, Cavitation erosion mechanisms and quantitative evaluation based on erosion particles, Wear 249, p. 839-845, 2002.

[13] E. Bardal, Korrosjon og korrosjonsvern, Tapir, Trondheim (In Norwegian), 1985.

[14] B. Bhushan, Introduction to Tribology, John Wiley & Sons, New York 2002.

[15] M. Matsumura and B.E. Chen, Erosion-resistant materials, In: Duan C.G. and Karelin V.Y. (eds), Abrasive erosion and corrosion of hydraulic machinery, p. 235-314, Imperial college press, London 2002.

[16] B. Bozzini, M.E. Ricotti, M. Boniadri, C. Mele, Evaluation of erosion–corrosion in multiphase flow via CFD and experimental analysis, Wear 255, p. 237-245, 2003.

[17] A. Yabuki, K. Matsuwaki and M. Matsumura, Critical impact velocity in the solid particles impact erosion of metallic materials, Wear (233-235), p. 468-475, 1999.

[18] G.F. Truscott, Literature survey of abrasive wear in hydraulic machinery, Wear (20), p. 29-50, 1972.

[19] J. Zhang, M.O.W. Richardson, Assessment of resistance of non-metallic coatings to silt abrasion and cavitation erosion in a rotating disk test rig, Wear (194), p. 149-155, 1996.

[20] J.C. Arnold and I.M. Hutchings, The mechanisms of erosion of unfilled elastomers by solid particle impact, Wear (138), p. 33-46, 1990.

[21] Karelin et al., Fundamental of hydroabrasive erosion therory, In: Duan C.G. and Karelin V.Y. (eds), Abrasive erosion and corrosion of hydraulic machinery, p. 1-52, Imperial college press, London 2002.

[22] R.J.K. Wood, Sand erosion performance of coatings, Materials and Design (20), p.179-191, 1999.

[23] J. Zahavi and G.F. Schmitt, Solid particle erosion of polymer coatings, Wear (71), p. 191-210, 1981.

[24] P. Chevallier and A.B. Vannes, Effect on a sheet surface of an erosive particle jet upon impact, Wear (184), p. 87-91, 1995.

[25] M. Bjordal, Erosion and corrosion of ceramic-metallic coatings and stainless steel, Dr. Ing. Thesis, Universitetet I Trondheim, NTH, 1995.

[26] J.C. Arnold and I.M. Hutchings, Flux rate effects in the erosive wear of elastomers, Jr. of material science (24), p. 833-839, 1989.

[27] G.I. Parslow, D.J. Stephenson, J.E. Strutt, S. Tetlow, Investigation of solid particle erosion in components of complex geometry, Wear 233-235, p. 737-745, 1999.

[28] Y. Shida and H. Fujikawa, Particle erosion behavior of boiler tube material in elevated temperature, Wear (103), p. 121-139, 1985.

[29] A. Levy and F.Y. Man, Surface degradation of ductile metals in elevated temperature particle gas streams, Wear (111), p. 173-186, 1986.

[30] H. Hojo, K. Tsuda and T. Yabu, Erosion damage of polymeric material by slurry, Wear (112), p. 17-28, 1986.

[31] G.L. Sheldon and I. Finnie, On the ductile behavior of nominally brittle material during erosive cutting, Transaction of ASME (88B), p. 387-392, 1966.

[32] S. Bahadur and R. Badruddin, Erodent particle characterization and the effect of particle size and shape on erosion, Wear (138), p. 189-208, 1990.

[33] H. Drolon, F. Druaux and A. Faure, Particle shape analysis and classification using wavelet transforms, Pattern recognition letters (21), p. 473-482, 2000.

[34] R.E. Winter and I.M. Hutchings, The role of adiabatic shear in solid particle erosion, Wear (34), p. 141-148, 1975.

[35] G.W. Stachowiak, Particle angularity and its relationship to abrasive and erosive wear, Wear (241), p. 214-219, 2002**.**

[36] Q. Chen and D.Y. Li, Computer simulation of solid particle erosion, Wear (254), p. 203-210, 2003.

[37] G.V. Samsonov, Mohs hardness of elements, Handbook of the physicochemical properties of the elements, IFI-Plenum, New York, USA, 1968.

[38] D.K. Lysne, B. Glover, H. Støle and E. Tesaker, Hydropower development book series number 8 - Hydraulic design, NTNU, 2003.

[39] A.V. Levy, Solid particle erosion behavior of steels as a function of microstructure, Wear (68), p. 269-287, 1981.

[40] H. Brekke, Design and material quality for high head turbine, IAHR symposium, Montreal 1986.

[41] R.J.K. Wood, Y. Puget, K.R. Trethewey, K. Stokes, The performance of marine coatings and pipe materials under fluid-borne sand erosion, Wear 219, p. 46-59, 1998.

[42] F.T. Barwell, Wear of metals, Wear (1), p. 317-332, 1957-1958.

[43] S.K. Rhee, Wear equation for polymers sliding against metal surfaces, Wear (16), p. 431-445, 1970.

[44] A.G. Evans, M.E. Gulden and M. Rosenblatt, Impact damage in brittle materials in the elastic-plastic response regime, Proc. R. Soc. Lond. A, 361, p. 343-365, 1978.

[45] A.G. Evans, Impact damage mechanics: solid projectiles, in C.M. Preece(ed.), Treatise on materials science and Technology, Vol. 16, p. 1, Erosion, Academic, New York, 1979.

[46] A.W. Ruff and S.M. Wieherhorn, Erosion by solid particle impact in C.M. preece (ed.), Treatise on materials science and Technology, Vol. 16, p. 69, Erosion, Academic, New York, 1979.

[47] S.M. Wiederhorn and B.J. Hockey, Effet of material parameters on the erosion resistance of brittle materials, J. Mater. Sci. (18), p. 766-780, 1983.

[48] J.E. Ritter, Erosion damage in structural ceramics, Mater. Sci. Eng. (71), p. 195-207, 1985.

[49] S. Johansson, F. Ericson and J. Schweitz, Solid particle erosion - a statistical method for evaluation of strength properties of semiconducting materials, Wear (115), p. 107-120, 1987.

[50] C. Lhymn and P. Wapner, Slurry erosion of polyphenylene sulphide-glass fiber composites, Wear (119), p. 1-12, 1987.

[51] CETIM, Le grenaillage de précontrainte, note technique N°15 du CETIM, CETIM Senlis, 1976.

[52] F. Hasan, J. Iqbal, Consequential rupture of gas pipeline, Engineering Failure Analysis Vol. 13, p. 127-135, 2006.

[53] M.G. Gee, R.H. Gee and I. McNaught, Stepwise erosion as a method for determining the mechanisms of wear in gas borne particulate erosion, Wear (255), p. 44-54, 2003.

[54] C.O. Monga, Influence combinée des contraintes résiduelles et de l'état de surface sur le comportement monotone et cyclique des matériaux composites à matrice métallique, thèse CNAM, 1994.

[55] G. Liu, J. Lu & K. Lu, Surface nanocrystallization of 316L stainless steel induced by ultrasonic shot peening, Materials Science and Engineering A286, p. 91–95, 2000.

[56] Zhichun Ni, Xiaowei Wang, Jingyang Wang & Erdong Wu, Characterization of the phase transformation in a nanostructured surface layer of 304 stainless steel induced by high-energy shot peening, Physica B 334, p. 221–228, 2003.

[57] Iheb Chaieb, Analyse et simulation des contraintes résiduelles induites par des traitements mécaniques de précontrainte en grenaillage et choc laser, mémoire de thèse, université de Reims Champagne-Ardenne, juillet 2004.

[58] Wyman Z. Zhuang and Gary R. Halford, Investigation of residual stress relaxation under cyclic load, International Journal of Fatigue, Vol. 23, p. 31-37, 2001.

[59] I. Altenberger, U. Martin, B. Scholtes & H. Oettel, Near surface microstructure in mechanically surface treated materials and theirs consequences on cyclic deformation behaviour, ICSP7, Warsaw, POLAND, 1999.

[60] H. Wohlfahrt, The Influence of Peening Conditions on the Resulting Distribution of Residual Stress, ICSP2, Chicago, USA, 1984.

[61] A. Wick, Effect of shot peening parameters on the surface characteristics of differently heat treated AISI4140, ICSP7, Warsaw, POLAND, 1999.

[62] I. Lillamand, Evolution d'une couche grenaillée sous sollicitations thermiques et mécaniques, cas de la fatigue oligocyclique, Thèse ENSAM, Décembre 1998.

[63] W. CAO, Adoucissement cyclique des aciers et relaxation des contraintes résiduelles de grenaillage en fatigue, Thèse ENSAM (Paris), 1989.

[64] M. Devignes, Influence du grenaillage de précontrainte sur la tenue en fatigue de l'acier 35CD4, thèse ENSAM, Septembre 1987.

[65] J. Zarka, G. Inglebert, Sur une nouvelle analyse simple des structures inélastiques, Cours présenté à l'université de Naples, 1/1980.

[66] E. Macherauch, H. Wohlfahrt and U. Wolfstieg, H.T. M, vol. 2, 1981.

[67] G. Maeder, J.L. lebrun et J.M. Sprauel, Matériaux – Mise en forme pièces formées, Ile d'Oléron, 1987.

[68] K.H. Kloos, Eigenspannungen, Ed. Deut. Gesll. Metallkde Oberrusel, vol. 2, 1981.

[69] M.G. Moore & W.P. Evans, Mathematical correction for stress in removed layers in X-ray Diffraction residual stress analysis, SAE Transactions, Vol. 66, 1958.

[70] G. Pluvinage, Fracture and fatigue emanating from stress concentrators, Kluwer Academic Publishers, 2003.

[71] Dominique François, Essais mécaniques et lois de comportement, paris, hermès science publications, p. 215-227, 2001.

[72] A. Fernandez-Canteli, A. Arguelles, J. Vina, M. Ramulu, A.S. Kobayashi, Dynamic fracture toughness measurements in composites by instrumented Charpy testing: influence of aging, Composites science and Technology 62, p. 1315-1325, 2002.

[73] H. Elminor, Fracture toughness of high strength steel (using the notch stress intensity and volumetric approach), Structural safety 25, p. 35- 45, 2003.

[74] H. Adib and G. Pluvinage, Theoretical and numerical aspects of the volumetric approach for fatigue life prediction in notched components, International Journal of fatigue 25, p. 67- 76, 2003.

[75] G. Pluvinage, Z. Azari, N. Kadi, I. Dlouhý and V. Kozák, Effect of ferritic microstructure on local damage zone distance associated with fracture near notch, Theoretical and Applied Fracture Mechanics, Vol. 31, p. 149-156, 1999.

[76] G. Pluvinage, Fatigue and fracture emanating from notch; the use of the notch stress intensity factor, Nuclear Engineering and Design, Vol. 185, p. 173-184, 1998.

[77] T. Boukharouba and G. Pluvinage, Prediction of semi-elliptical defect form, case of a pipe subjected to internal pressure, Nuclear Engineering and Design, Vol. 188, p. 161-171, 1999.

[78] G. Pluvinage, Rupture et fatigue amorcées à partir d'entaille-Application du facteur d'intensité de contrainte, Revue Française de Mécanique, p. 53-61, 1997.

[79] R.E. Peterson, Notch sensitivity, Metal Fatigue, edited by Sines G., Waisman J.L., McGraw Hill, p. 293-306, New-York, 1959.

[80] H. Adib-Ramezani, J. Jeong, G. Pluvinage, Structural integrity evaluation of X52 gas pipes subjected to external corrosion defects using the SINTAP procedure, International Journal of Pressure Vessels and Piping, Vol. 83, p. 420–432, 2006.

[81] G. Qylafku, N. Kadi, J. Dobranski, Z. Azari, M. Gjonaj and G. Pluvinage, Fatigue of specimens subjected to combined loading. Role of hydrostatic pressure, International Journal of Fatigue, Vol. 23, p. 689-701, 2001.

[82] C.E. Turner, Methods for post yield fracture safety assessment, Post-yield Fracture Mechanics, 23-210, 1979.

[83] Benoît Tanguy, Modélisation de l'essai Charpy par l'approche locale de la rupture-application au cas de l'acier 16MND5 dans le domaine de transition, Mémoire de thése doctorat d'université d'ENSMP, 2001.

[84] G. Pluvinage, Un siecle d'essai Charpy: De la résistance vive à la rupture à la mécanique de rupture d'entaille, Mécanique & Industries 4, p. 197-212, 2003.

[85] P. Rabbe, H.-P. Lieurade, A. Galtier, Essais de fatigue, Techniques de l'Ingénieur, M4170, 2005.

[86] A.J. McEvily, Metal Failures: Mechanisms, Analysis, Prevention, John Wiley, New York, 2002.

[87] S. Nishida, Failure Analysis in Engineering Applications, Butterworth Heinemann, London, 1992.

[88] D. Kirk and P.E. Render, Effects of peening on stress corrosion cracking in carbon steel, ICSP7, Warsaw, POLAND, 1999.

[89] Y. Ochi, K. Masaki, T. Matsumura, T. Sekino, Effect of shot-peening treatment on high cycle fatigue property of ductile cast iron, International Journal of Fatigue 23, p. 441-448 2001.

[90] E.R. De Los Rios, M. Artamanov, C.A. Rodopoulos & P. Peyre, A. Levers, Proceedings de : 4th International Committee on Aeronautical Fatigue, Toulouse, p. 25-29, Juin 2001.

[91] L.D. Vo, R.I. Stephens, Effect of Shot and Laser Peening on SAE 1010 Steel Tubes with a Transverse Center Weld Subjected to Constant and Variable Amplitude Loading, 12th ICF, Canada, July 2009.

[92] AIR LIQUIDE, site Internet : www.airliquuide.com, 2001.

[93] Julien Capelle, Étude de la nocivité d'un défaut de type éraflure sur une conduite destinée au transport de gaz naturel soumise à une pression d'hydrogène, Mémoire de thèse doctorat d'université de Metz, 2008.

[94] P. Sofronis, Y. Liang, N. Aravas, Hydrogen induced shear localisation of the plastic flow in metals and alloys, Eur. J. Mech. A/Solids 20, p. 857-872, 2001.

[95] D. Delafosse and T. Magnin, Hydrogen induced plasticity in stress corrosion cracking of engineering systems, Engineering Fracture Mechanics 68, p. 693-729, 2001.

[96] National Energy Board, Rapport sur un incident piplinier : Rupture d'un pipeline de transport de gaz naturel près de Fort St. Johne, Colombie-Britanique, 2002.

[97] F. Jian, D. Fulian and W. Chengzhong, Experimental study on the material dynamic fracture properties by instrumented Charpy impact test with single specimen method, J. Phys. IV France 110, p. 551-557, 2003.

[98] J. Billingham, J.V. Sharp, J. Spurrier and P.J. Kilgallon, Review of the performance of high strength steels used offshore, Health and Safety Executive, 2003.

[99] L. Coudreuse, A. Ponsot et P. Bocquet, Fracture mechanic concepts in the case of hydrogen charged materials, p. 19-21, 1994.

[100] R.C. Prasad, S. Roychowdhury, V. Kain, Effect of hydrogen pickup on fracture behaviour of stainless steels, 12th ICF, Canada, July 2009.

[101] K. Kussmaul et al, Fracture mechanical behaviour of the steel 15 MnNi 6 3 in argon and in high pressure hydrogen gas with admixtures of oxygen, Int. J. Hydrogen Energy, vol. 23, p. 577-582, 1998.

[102] B. Fang, R.L. Eadie, M. Elboujdaini, and W. Chen, Transition from Pits to Cracks in Pipeline Steel in Near-Neutral pH Solution, 12th ICF, Canada, July 2009.

[103] Y. Takahashi, K. Yamaguchi, M. Shigenaga, M. Tanaka, K. Higashida, H. Noguchi, Microscopic study on the effect of hydrogen on fatigue crack growth process in a chromium-molybdenum steel, 12th ICF, Canada, July 2009.

[104] M. Nakatani1, M. Sakihara1, K. Minoshima1, Decrease in Fatigue Crack Initiation Life by Irreversible Hydrogen in Cold Drawn Eutectoid Steel, 12th ICF, Canada, July 2009.

[105] R-K. Dayal et N. Parvathavarthini, Hydrogen embrittlement in power plant steels, Sadhana, vol. 28, p. 431- 451, 2003.

[106] E.A. Steigerwald, F.W. Schaller et A.R. Traiano, Trans Metall Soc AIME, vol. 218, p. 832, 1960.

[107] R.A. Oriani, Corrosion, vol. 43, n°7, p. 390, 1987.

[108] L.J. Qiao, J.L. Luo et X. Mao, Corrosion, vol. 54, n°2, p. 115-120, 1998.

[109] G. Han, J. He, S. Fukuyama, K. Yokogawa., Effect of strain-induced martensite on hydrogen embrittlement of sensitized austenitic steels at low temperatures, Acta Materialia 46, p. 4559-4570, 1998.

[110] D. Le Friant, Fissuration assistée par l'hydrogène et corrosion sous contrainte des aciers de pipelines, mémoire de thèse, Ecole des Mines de St Etienne, 2000.

[111] Scoot X. Mao et M. Li, Mechanics and thermodynamics on the stress and hydrogen interaction in crack tip stress corrosion : experiment and theory, J. Mech. Phys. Solids, vol. 46, p. 1125-1137, 1998.

[112] G. Razzini, Photoelectrochemical visualization in real-time of hydrogen distribution in plastic regions of low-carbon steel, Corrosion Science 41, p. 203-208, 1999.

[113] P. Bastien, P. Azou, Influence de l'écrouissage sur le frottement intérieur de fer et de l'acier, chargé ou non en hydrogène, C. R. Ac. Sc. 232, Paris, p. 1845, 1951.

[114] D. Delafosse, B. Bayle and C. Bosch, The roles of crack-tip plasticity, anodic dissolution and hydrogen in SCC of mild and C-Mn steels, Environment-Induced Cracking of Materials, p. 267-278, 2008.

Chapitre II

Matériau : caractéristique de l'endommagement par sablage et par hydrogène

II.1. Introduction

Dans l'industrie pétrolière, l'endommagement des pipelines et des réservoirs est bien constaté. Il est du aux conditions de service et aux paramètres d'environnement. Les structures, conçues pour les produits pétroliers, sont affectées par plusieurs types d'endommagement : érosion, corrosion, fragilisation, …etc.

L'endommagement est de types : fissure, entaille, trou, défaut de géométrie complexe, …etc.

Dans ce travail, nous étudions l'endommagement, par sablage et par hydrogène, d'une structure entaillée en acier API 5L X52 conçue pour transporter et stocker des gaz et des dérivées pétroliers.

D'une manière générale, on appelle « entaille » une discontinuité imposée ou accidentelle de la forme de la pièce ou une non-homogénéité du matériau qui la constitue.

Les entailles peuvent être de trois types :

- métallurgiques,
- mécaniques (conception),
- de service (se formant durant l'utilisation).

Ces discontinuités (qui peuvent être un trou, un clavetage, …) conduisent à la modification du champ de contrainte. C'est à dire à la création de zones dans lesquelles les contraintes sont nettement supérieures à la contrainte nominale ou à la contrainte globale résultante des efforts appliqués.

On appelle cette localisation élevée de la contrainte "concentration de contrainte". Ces concentrations de contrainte associées aux discontinuités géométriques réduisent les résistances statiques et cycliques des structures.

Dans ce chapitre, nous présentons les travaux réalisés :

1. Identification d'acier API 5L X52,
2. Mesure de la taille de grain du matériau,
3. Endommagement par sablage,
4. Evaluation de la perte de masse et du volume érodé,
5. Caractéristiques géométriques du profil d'entaille,
6. Méthode d'endommagement par hydrogène,
7. Détermination de la quantité et de la concentration d'hydrogène absorbée.

II.2. Acier API 5L X52

II.2.1. Provenance et nuance de l'acier

Les essais mécaniques ont été réalisés sur des éprouvettes en acier API 5L X52 prélevées dans un tuyau dans les deux sens, Figure II-1:

- Sens longitudinal (L)
- Sens transverse (T)

Ce tuyau est de diamètre extérieur 610 mm et d'épaisseur de 11 mm. Il est utilisé dans le réseau de transport de Gaz Naturel européen. Il provient d'un tronçon de gazoduc mis en service dans les années 50 et retiré à la fin du 20ème siècle. Il est donc représentatif du réseau de transport européen actuel.

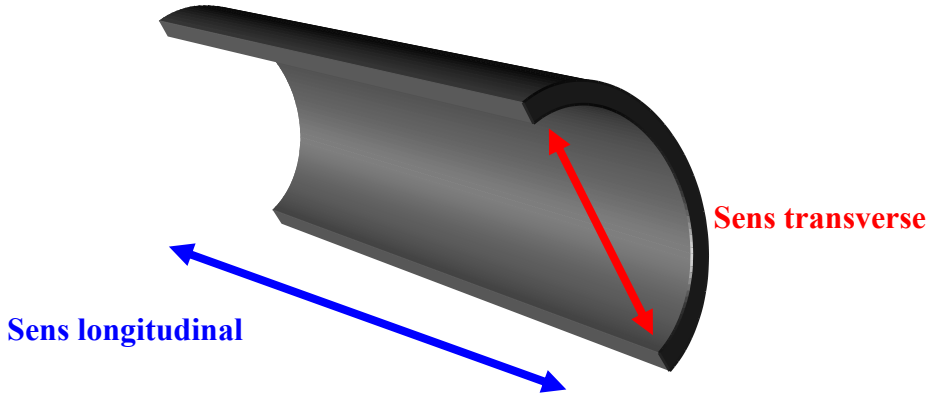


Figure II-1 : Sens longitudinal et transverse du tube.

Ce tuyau a subi le procédé de fabrication suivant, Figure II-2, et est obtenu à partir d'une tôle roulée, puis soudée longitudinalement.

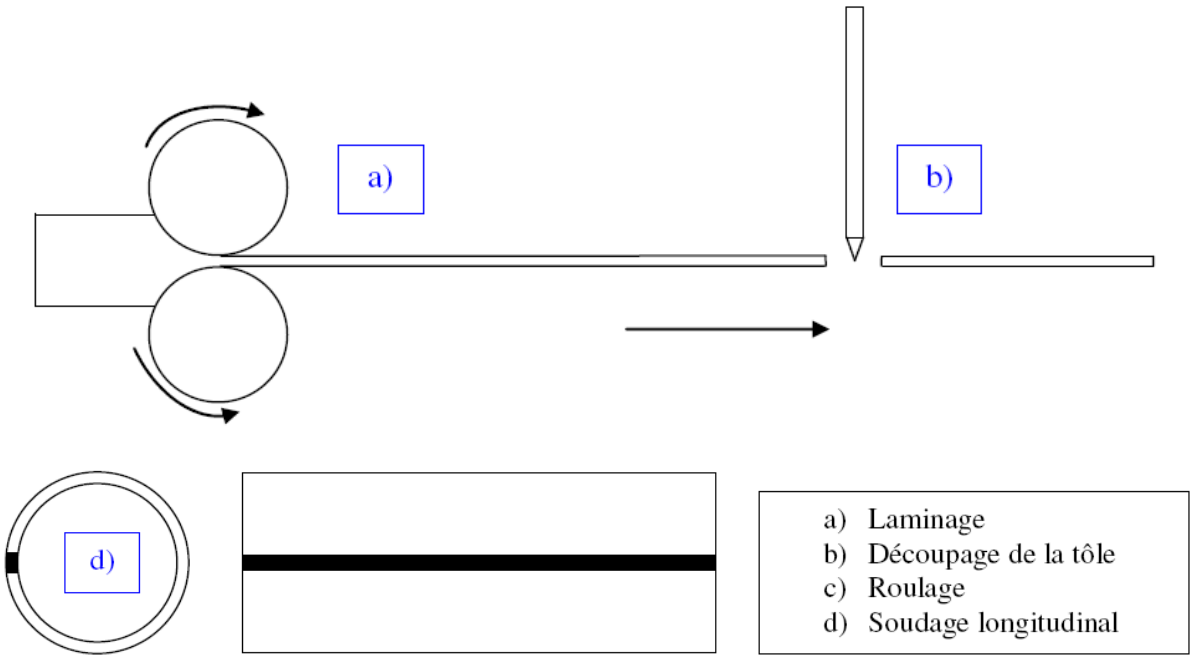


Figure II-2 : Procédé de fabrication d'un tuyau.

La nuance d'acier dans laquelle est fabriquée ce tuyau suit la norme de l'Americain Petroleum Institut : API 5L X52.

Une mesure des caractéristiques chimiques a été effectuée sur ce matériau, Tableau II-1 :

C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	S	Cu	Ti	Nb	Al
0,206	1,257	0,293	0,014	0,017	0,006	0,009	0,011	0,001	<0,03	0,034

Tableau II-1 : Composition chimique de l'acier API 5L X52 (proportion massique en %).

II.2.2. Mesure de la taille du grain de l'acier

II.2.2.1. Analyse de microstructure

Des échantillons ont été prélevés dans les deux sens du tuyau : longitudinal et transversal. Les étapes décrites dans le Tableau II-2 ont été nécessaires avant les observations au microscope optique :

Etape	Opérations
1	Découpage des échantillons suivant la direction L et T du tuyau
2	Injection sous pression de Bakélite autour de l'échantillon, pour obtenir un porte-échantillon de forme cylindrique
3	Pré-polissage au papier abrasif (P120, 240, 400, 600)
4	Rinçage de l'échantillon
5	Polissage automatique au disque feutre chargé de suspension de diamant (6µm)
6	Rinçage du porte-échantillons
7	Polissage automatique au disque feutre chargé de suspension de diamant (3µm)
8	Rinçage du porte-échantillons
9	Attaque au Nital environ 10 s (2 à 5 ml d'acide nitrique pour 100 ml d'éthanol)
10	Rinçage de l'échantillon puis séchage à l'aide d'une soufflette

Tableau II-2 : Préparation des échantillons avant observation microscopique.

La microstructure de l'acier API 5L X52 est analysée par microscopie optique, après polissage mécanique et attaque au Nital, Figure II-3 et II-4.

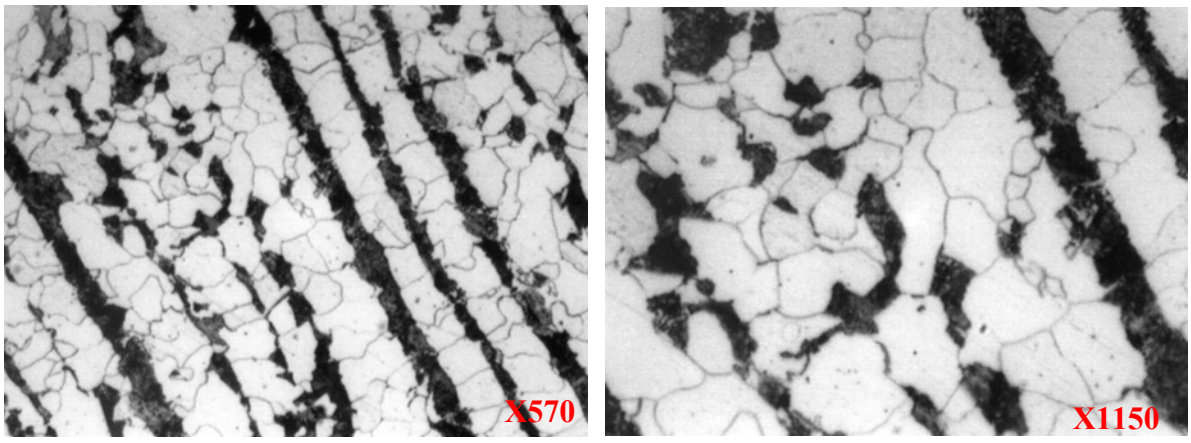


Figure II-3 : Microstructure de l'acier API 5L X52, analyse longitudinale, avec un grossissement de X570 et de X1150.

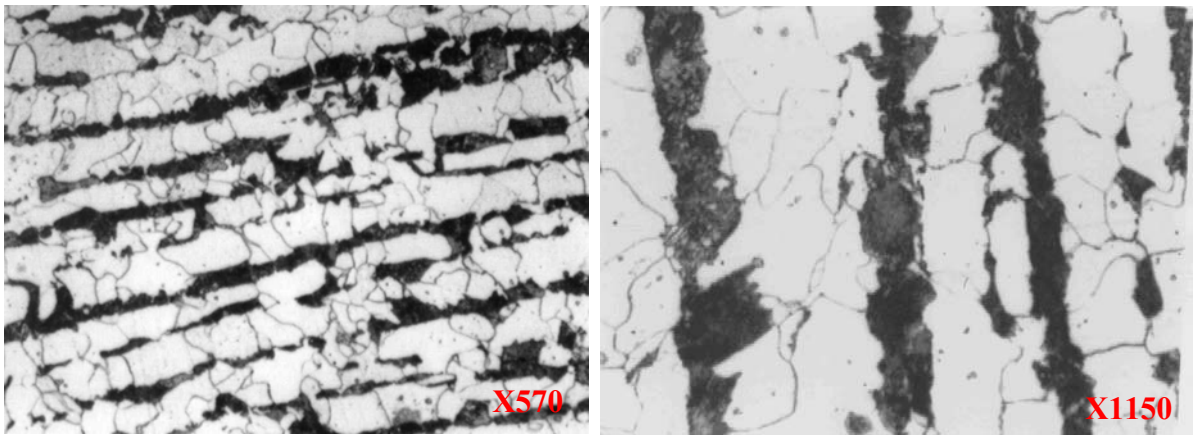


Figure II-4 : Microstructure de l'acier API 5L X52, analyse transversale, avec un grossissement de X570 et de X1150.

L'analyse micrographique montre que la tôle, servant à la fabrication de ce tuyau, est laminée dans ses deux directions (longitudinal et transverse). Les taux de laminage dans les deux sens peuvent être différents.

En effet, nous observons des bandes de perlite colorées en noir alternées avec des bandes de ferrite en blanc, signe d'un laminage. On peut également dire que la ferrite est majoritaire dans cette structure.

II.2.2.2. Grosseur des grains d'un matériau [1] (NF 04-102/-503, NF EN ISO 2624)

Le volume moyen des cristaux, c'est-à-dire la grosseur de grain d'un matériau métallique, peut être caractérisée par différentes grandeurs conventionnelles déduites de l'observation d'une coupe plane du matériau préparé pour faire apparaître les contours des sections des cristaux par le plan de coupe.

Les méthodes de détermination de ces grandeurs sont purement géométriques. Il en résulte qu'elles sont absolument indépendantes du métal ou de l'alliage considéré.

Ces grandeurs conventionnelles sont :

- Le nombre de grains par unité d'aire de la surface de l'éprouvette (m) : l'unité d'aire est le millimètre carré ;
- L'aire moyenne du grain (a_{moy}) en millimètres carrés :

$$a_{moy} = 1/m \tag{1}$$

- La taille moyenne du grain (d_m) ou diamètre moyen du grain :

$$d_m = \sqrt{a}_{moy} = 1/\sqrt{m} \tag{2}$$

- L'indice conventionnel de grosseur de grain (G) : nombre sans dimension relié à m par une relation mathématique et des règles d'application pouvant différer d'un métal à l'autre.

Les grains mis en évidence par attaque métallographique et projection sur le verre dépoli d'un microscope optique. Nous pouvons utiliser cette image ou travailler sur une épreuve photographique de l'image.

Trois méthodes peuvent être alors utilisées :

- Méthode par comptage du nombre de grains ;
- Méthode par comparaison avec des images types ;
- Méthode par mesure directe.

II.2.2.3. Méthode par comptage du nombre de grains

- Le grossissement est choisi de telle sorte que le nombre minimal de grains soit 50, Figure II-5. Pour un grossissement linéaire g, la superficie de l'éprouvette correspondant à l'aire du cercle est :

$$S_{sup} = \frac{5000}{g} \quad \text{en mm}^2 \tag{3}$$

* Pour notre étude, nous avons utilisé une image de microstructure prise avec un grossissement g = 1150, Figures II-3 et II-4. En traçant un cercle d'un diamètre de 79.8 mm (5000 mm^2 de surface), nous avons réalisé les calculs suivants :

- Le nombre de grains dans la circonférence tracée :

$$n_g = n_1 + \frac{n_2}{2} \tag{4}$$

Où, n_1 : Nombre de grains complètement à l'intérieur ;

n_2 : Nombre de grains coupés par la circonférence (arrondi au nombre supérieur si n_2 est impair).

- Le nombre de grains par unité d'aire de la surface est donné par l'équation :

$$m = 2 \times \left(\frac{g}{100} \right)^2 \times n_g \tag{5}$$

- La taille moyenne du grain (d_m) ou diamètre moyen du grain :

$$d_m = \frac{1000}{\sqrt{m}} \quad \text{(en micromètres)} \tag{6}$$

Le tableau II-3 presente le résultat du calcul dans les deux sens transversal et longitudinal.

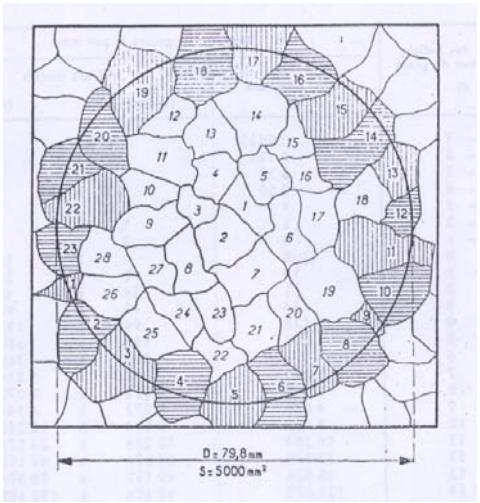


Figure II-5 : Méthode par comptage du nombre de grains.

Symbole	Désignation	Sens L	Sens T
g	Grossissement linéaire de l'image microscopique	1150	1150
D	Diamètre du cercle	79.8 mm	79.8 mm
n_1	Nombre de grains complètement à l'intérieur	55	50
n_2	Nombre de grains coupés par la circonférence	39	36
n_g	Nombre total de grains	75	68
K_g	Facteur pour passer du grossissement g au celui de 100 $K_g = g / 100$	11.5	11.5
m	Nombre de grains par mm^2 dans la région examinée	19838	17986
S_{ex}	Surface examinée de l'éprouvette en mm^2 $S_{ex} = 0.5/K^2$ (éq. 7)	0.003781	0.003781
G	Indice conventionnel de grosseur du grain $G = \frac{\log m}{0.301} - 3$ (éq. 8)	11	11
d_m	Taille moyenne du grain ou diamètre moyen du grain	7.1 µm	7.5 µm

Tableau II-3 : Etapes de calcul de taille du grain du matériau.

II.2.2.4. Méthode par comparaison avec des images types

L'indice conventionnel de grosseur de grain (*G*) est un nombre positif, nul ou négatif, déduit de *m*, nombre de grains dénombrables sur $1mm^2$ d'aire de l'échantillon. L'indice *G* est donné par la formule :

$$m = 8 \times 2^G \tag{9}$$

La méthode de comptage permet de déterminer *m,* mais la plupart du temps G est obtenu par comparaison avec des images types. Ces images types sont numérotées de I à VIII, Figure II-6, pour un crossissement 100, ces numéros sont égaux à l'indice *G*. Dans le cas où l'image est examinée au grossissement *g* :

$$G = M + 6,64 \log \frac{g}{100} \tag{10}$$

Où *M* est le numéro de l'image type la plus proche.

Pour l'acier API 5L X52, nous constatons que les images microscopiques, prises avec des grossissements g = 1150 et 570, sont respectement très proches des images types n° IV et VI.

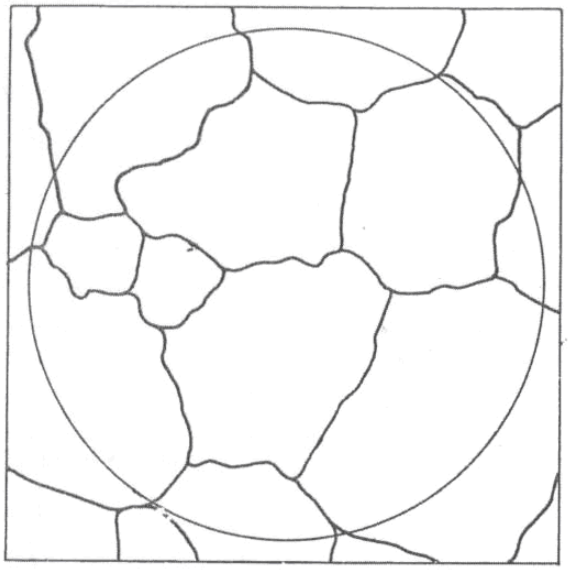
En utilisant l'équation 10, nous calculons G :

G = 4 + 6.64 log (1150/100) = 11

G = 6 + 6.64 log (570/100) = 11

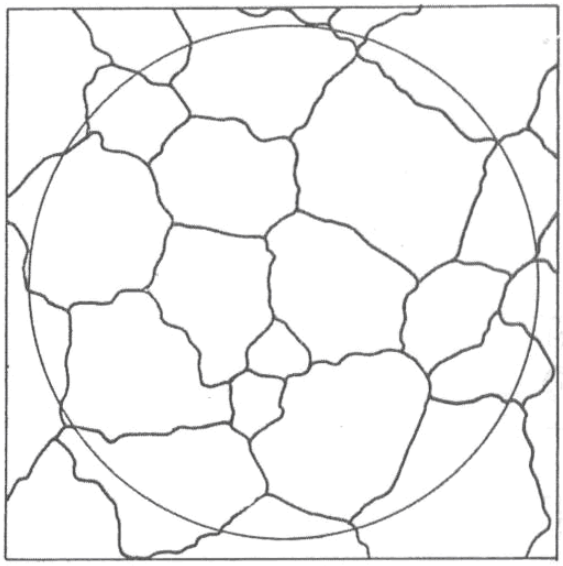
A partir des équations 6 et 9, nous calculons m = 16384 grains par mm^2 et d_m = 7.8 µm.

Image-type n° I



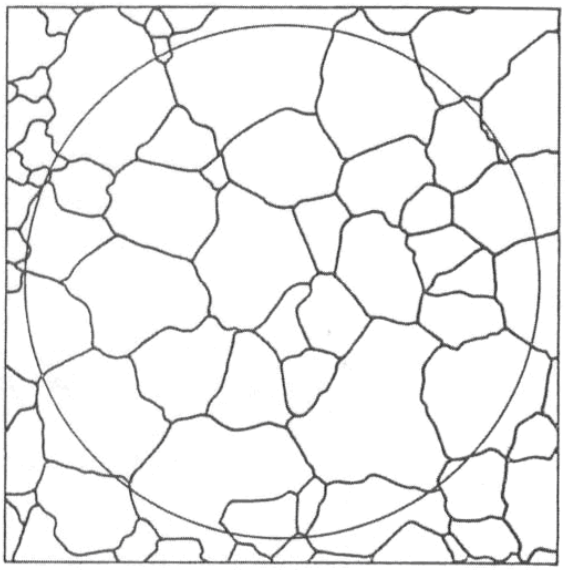
Indice de grain pour un grossissement de	3	— 1	**1**	3	5	7
	25	50	**100**	200	400	800

Image-type n° II



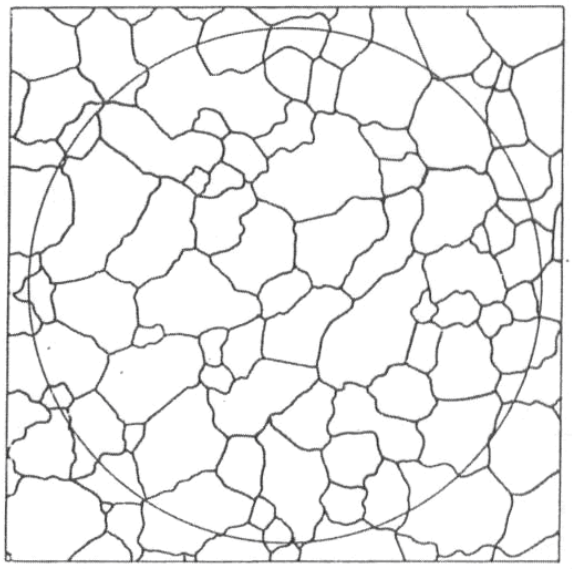
Indice de grain pour un grossissement de	— 2	0	**2**	4	6	8
	25	50	**100**	200	400	800

Image-type n° III



Indice de grain pour un grossissement de	— 1	1	**3**	5	7	9
	25	50	**100**	200	400	800

Image-type n° IV



Indice de grain pour un grossissement de	0	2	**4**	6	8	10
	25	50	**100**	200	400	800

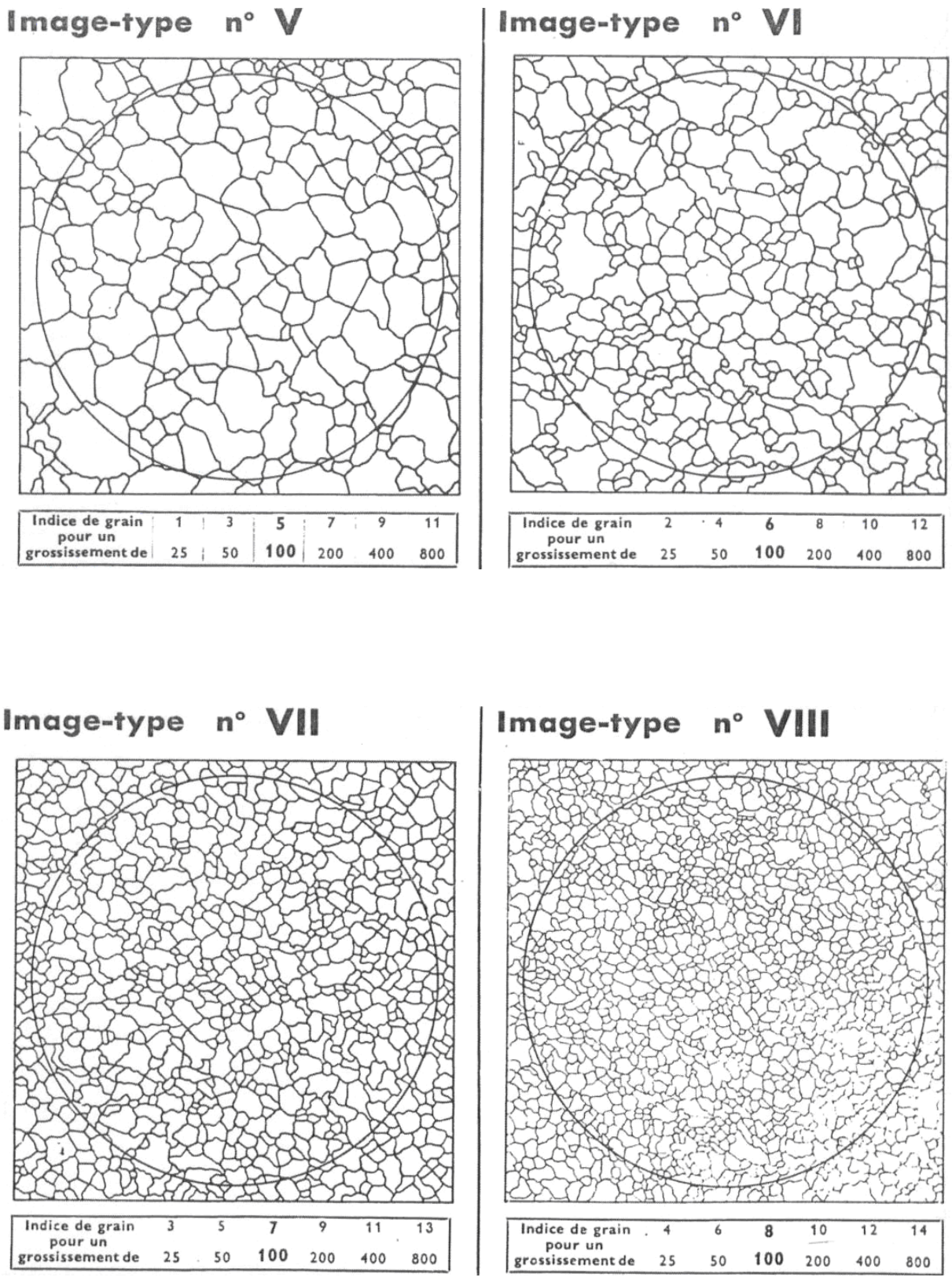


Figure II-6 : Images-types.

II.2.2.5. Méthode par mesure directe

Les photos de structure de l'acier API 5L X52, prises au microscope électronique à balayage, nous permettent directement de connaître les différentes tailles des grains, Figure II-7. Le

logiciel de calcul 'Analysis' montre que les diamètres des grains de cet acier sont de 1 à 30 µm. La taille moyenne des grains du matériau, dans les deux sens, est de 7,8 µm.

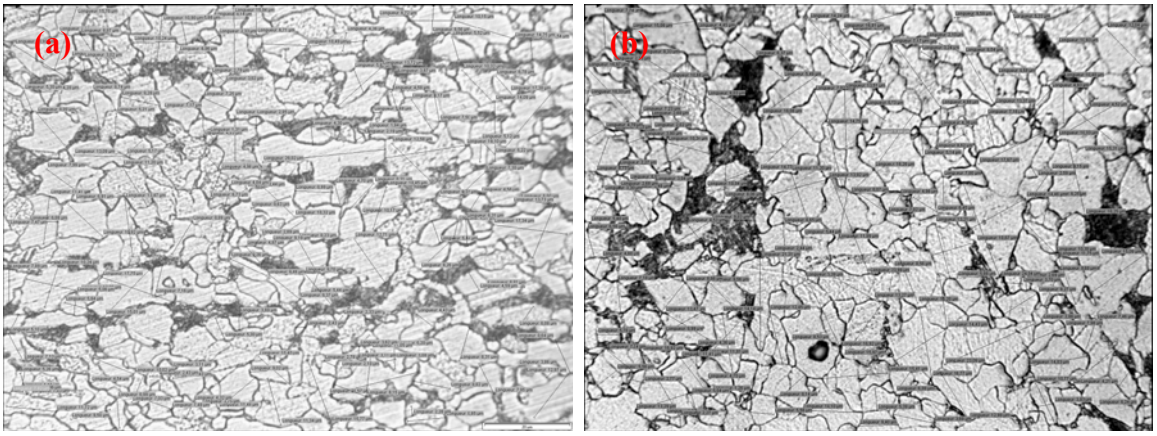


Figure II-7 : Mesure de la taille des grains de la structure analysée par MEB dans les deux sens :
a) Sens L,
b) Sens T.

Le tableau suivant résume les valeurs des mesures de taille de grains obtenues par les trois méthodes décrites précédemment.

Méthode de mesure par	Comptage du nombre de grains		Comparaison avec des images types		Mesure directe	
Sens d'analyse	L	T	L	T	L	T
Diamètre de grain [µm]	7.1	7.5	7.8	7.8	7.8	7.8

Tableau II-4 : Taille de grains de l'acier API X52 mesurée par trois méthodes.

II.3. Endommagement par sablage (Essai de sablage)

II.3.1. Choix de la machine

Les machines de sablage, Tableau II-6, sont classées selon les critères suivants, Tableau II-5 :

Qualité	Prix	Exigences du problème
-Longue durée de vie -Garantie -Moins encombrante -Moins lourde -Possibilité de déplacement -Confort de travail -Sécurité -Etanchéité	- Coût de la machine - Coût d'entretien - Machine et pièce de rechange disponible sur stock	- Réglage des paramètres : • pression, • débit constant, • …etc.

Tableau II-5 : Critères du classement des machines de sablage.

Type	GOL 70	GOL 100	GDL 100	POS 70	POS 100	PDS 100	FOX 25	FOX 50	Blaster 2700
Porte	Latérale droite	Latérale droite	Frontale	Latérale droite	Latérale droite	Frontale	Latérale droite	Latérale droite	Frontale
Colonne de recyclage d'abrasif				Oui	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui
Tiroir tamis pour recueillir les gros déchets		Oui	Oui				Oui	Oui	Oui
Fenêtre éclairante à remplacement rapide de la vitre	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui
Compteur horaire	Oui	Oui	Oui						
Pistolet à dépression à buse carbure	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui		Oui	Oui
Réglage de puissance par manodétenteur sur l'air comprimé	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui
Filtre décanteur sur air comprimé	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui
Réglage d'hauteur	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui			
Soufflette intérieure	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui
Alimentation électrique	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui
Charge maxi sur la table [Kg]	60	250	250	60	250	250	200		60
Dimensions intérieures [mm] :	70 55	100 90	100 90	70 55	100 90	100 90	610 460	815 600	Diamètre 540

Largeur, Profondeur, Hauteur	57	70	70	57	70	70	790	900	Hauteur 450
Dimensions extérieures [mm] : L, P, H	88 83 160	118 125 160	120 130 160	88 83 160	118 125 160	120 130 160	815 915 1680	915 770 1600	Hauteur 1500
Poids à vide [kg]	120	185	190	100	175	180	150	300	50
Prix (€)	4700	5600	6400	3000	4400	5100	3800	4200	2600

Tableau II-6 : Fiche comparative de quelques sableuses.

A partir de ces données, nous avons choisi la sableuse Blaster 2700, moins chère, de bonne qualité et équipée d'un manomètre permettant d'adapter la puissance désirée, Figure II-8. L'alimentation du sable se fait par effet venturi, permettant d'avoir un débit de sablage constant durant toute l'opération de sablage.

II.3.2. Caractéristiques techniques de la machine de sablage : Blaster 2700

Cette sableuse, conçue pour réaliser des essais d'érosion d'un matériau par impacts de sable, est équipée d'une colonne d'aspiration, dépoussiérage qui assure un triage abrasif-poussière. La poussière est stockée dans un sac muni d'un filtre lié à cette colonne, Figure II-8. Le Tableau II-7 représente les caractéristiques techniques de cette machine.

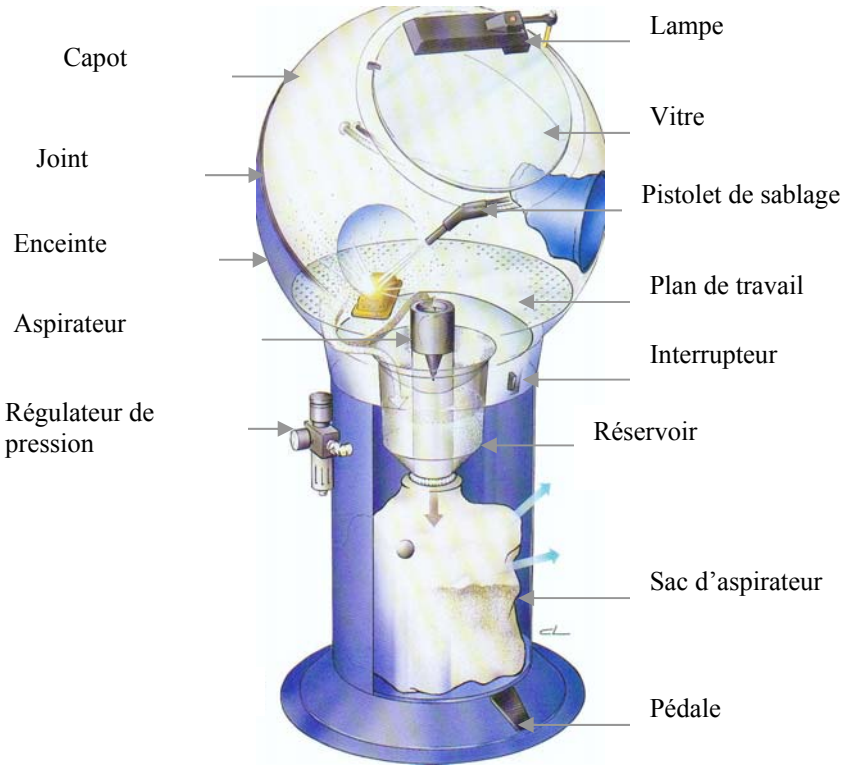


Figure II-8 : Schéma de la sableuse Blaster 2700.

Poids	50 Kg
Hauteur totale	1500 mm
Hauteur de la chambre de sablage	400 à 550 mm
Diamètre de la sphère	700 mm
Diamètre de la buse du pistolet	8 mm
Diamètre de la chambre de sablage	540 mm
Consommation d'air	500 l/min
Contacteur de sécurité d'arrêt porte ouverte	Réglable
Pression d'alimentation	1 à 10 bars
Alimentation de l'abrasif est réalisée par	Effet venturi

Tableau II-7 : Caractéristiques techniques de sableuse Blaster 2700.

II.3.3. Caractéristiques du sable utilisé : Corindon Al_2O_3

II.3.3.1. Définition

On appelle Corindon, l'alumine (Al_2O_3) dans sa phase haute température, issue d'une transformation réversible de l'état solide à l'état liquide. Pour réaliser cette transformation de phase dont le but est l'obtention à l'échelle macroscopique d'un monocristal d'alumine. La fusion à haute température, dans un arc électrique suivi d'un refroidissement lent, s'est rapidement imposée comme le moyen industriel le plus économique. Plus généralement, les corindons représentent une famille d'alumines électrofondues que l'on peut scinder en trois grands groupes :

1. Les corindons blancs (alumine pure)
2. Les corindons bruns (alumines dopées à 1.5% ou 3% de TiO_2)
3. Les solutions solides à matrices de corindon parmi lesquelles nous pouvons citer les corindons zircone (alumine à 25% et 42% de zircone) et les oxynitrures d'aluminium (AlON).

Dans la nature, le corindon est le minéral le plus dur après le diamant. Il est de plus chimiquement inerte et plus ou moins fragile selon sa préparation. Le corindon a toujours été un abrasif polyvalent et reste le plus utilisé aujourd'hui. On l'utilise également comme agrégat dans les réfractaires pour sa résistance mécanique à chaud, sa stabilité dimensionnelle, son inertie chimique et son coefficient de frottement élevé.

II.3.3.2. Fabrication du corindon

Le corindon est fondu dans un four à arc électrique triphasé à cuve basculante dont nous décrirons les principes généraux de conduite dans le cas le plus intéressant de la production de corindon brun.

En effet, l'obtention des corindons bruns nécessite, outre la fusion, une réduction par le coke du mélange de matières premières utilisées, en général bauxites et produits recyclés de

corindons bruns et blancs. S'agissant d'une fusion réduction, la production d'un corindon brun génére un coproduit : Le ferrosilicium titanifère, important de savoir le gérer, pour optimiser la conduite du four et la qualité de la production.

Les bauxites constituent les matières premières essentielles pour l'élaboration des corindons bruns. On distingue deux types de corindon brun :

- Le brun standard typiquement à 3% de TiO_2
- Le brun semi-friable typiquement à 1.5% de TiO_2

II.3.3.3. Propriétés du corindon

La ténacité du corindon brun est plus élevée que celle du corindon blanc (on peut encore l'accentuer par un retraitement thermique).

Concernant la morphologie, les grains de corindon brun sont massifs (isométriques), alors que ceux du corindon blanc sont aigus et coupants. Les propriétés physiques et mécaniques du corindon sont présentées par les tableaux II-8 et II-9.

Composition atomique Al_2O_3	>99,9%
Densité [g/cm^3]	3,95
Taux d'absorption d'eau (%)	0

Tableau II-8 : Propriétés physiques du corindon.

Dureté Vickers (*HV*)	180-200
Résistance à la traction (N/mm^2)	200-250
Résistance à la flexion (N/mm^2)	200-600
Résistance à la compression (N/mm^2)	1900-2000
Module d' Young (N/mm^2)	$3.8\ 10^5$
Coefficient de poisson	0.25-0.3
Facteur d'Intensité de Contraintes : K_{IC} ($Mpa.m^{1/2}$)	4-5

Tableau II-9 : Propriétés mécaniques du corindon à 20°c.

II.3.3.4. Application du corindon

II.3.3.4.1. Corindon brun

La morphologie des particules du corindon brun, Figure II-9, est pointue à arrêtes tranchantes. Moins tenace et plus anguleux que le corindon blanc, son travail est plus rapide et donne lieu à un moindre échauffement. Il est utilisé pour les applications de rectification en plongé et sablage.

Pour réaliser nos essais, nous avons choisi le corindon brun dont les caractéristiques sont plus proches de celle du sable. La taille varie en moyenne de quelques dizaines de microns

(poussière à quelques centaines de microns 800 µm). Le sable étant interdit d'utilisation dans les laboratoires de recherche (Abrasion des poumons, …etc).

II.3.3.4.2. Corindon blanc

Les grains du corindon blanc, Figure II-9, sont de formes rondes et elliptiques. Ils sont souvent utilisés comme abrasif libre (polissage). Ses applications sont le meulage de précision, la rectification, l'affûtage des outils de coupe, le surfaçage et la rectification fine, où l'échauffement de la pièce doit être évité (acier thermosensible et alliages).



Figure II-9 : Photographie du corindon brun, blanc et semi-friable respectivement.

II.3.3.5. Distribution de la taille des grains

Le taux d'endommagement d'acier dépend fortement de la forme des particules érosives. En général, dans les mêmes conditions d'essai et pour une même taille, les particules anguleuses causent une dégradation plus importante que celles des particules arrondies. La forme anguleuse est difficile à définir en raison de la difficulté de l'identification et de la quantification des caractéristiques géométriques en trois dimensions.

Toutefois, l'angularité des particules est mesurée quantitativement par une technique simple basée sur la mesure des longueurs extrêmes de la particule L_g et l_g, Figures II-10 et II-11. Ce facteur noté ($F_s = L_g/l_g$) correspond au rapport entre la plus grande dimension L_g mesurée dans une direction et la dimension la plus grande l_g mesurée dans la direction perpendiculaire [2].

Dans notre cas, le rapport de forme de grains se situe entre la valeur 1,5 et 1,7. Ceci signifie qu'une bonne partie des grains ont une forme anguleuse. La figure II-12 illustre la distribution de la taille des grains du corindon brun. Nous remarquons que la taille moyenne est comprise entre 300 et 400 µm.

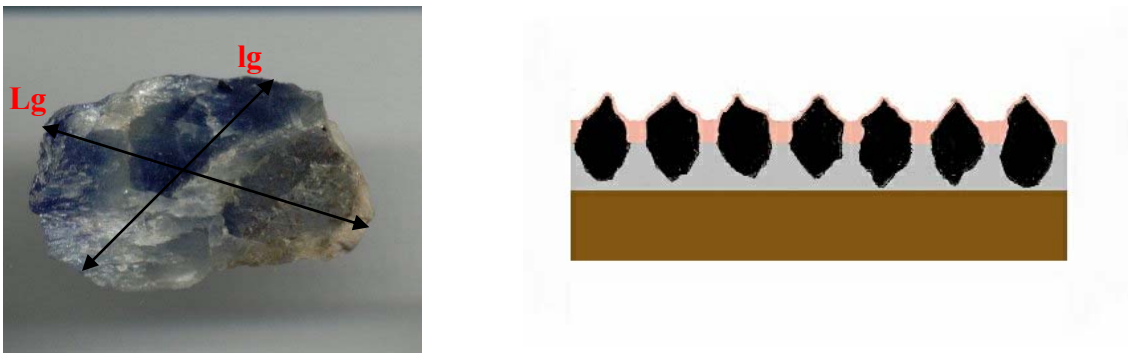


Figure II-10 : Forme des grains du corindon.

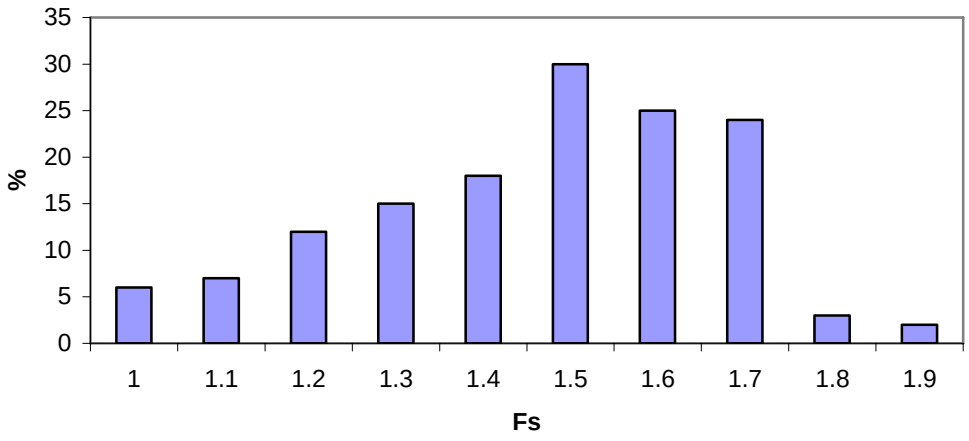


Figure II-11 : Facteur de forme des particules du corindon brun utilisé.

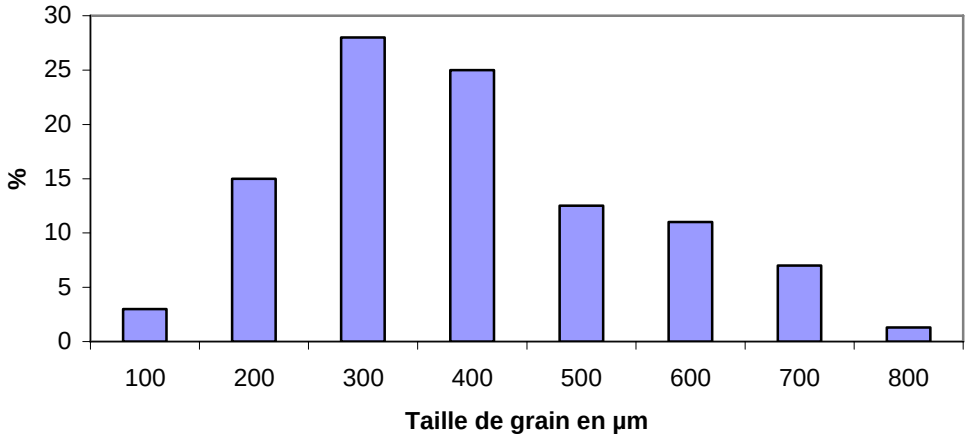


Figure II-12 : Distribution de la taille des grains du corindon brun utilisé.

II.3.4. Mesure de la vitesse des particules du corindon

Il a été rapporté dans la littérature que la vitesse des particules peut être mesurée selon différentes méthodes :

- Photographie à vitesse élevée (High speed photography) ;
- Double disque rotatif (Double rotating disks) ;
- Méthode numérique (numerical method).

Toutes ces méthodes concernent les conditions de l'essai à des vitesses élevées, généralement supérieurs à 100 m/s.

Les vitesses du flux d'air, pour l'air comprimé à 2 et 4 bars, ont été mesurées à l'aide d'un anémomètre. La figure II-13 présente la variation de la vitesse du flux d'air en fonction de la distance prise à partir de la buse de sortie.

Dans notre cas, la vitesse mesurée à 200 mm de la buse, pour une pression de 4 bar, est d'environ 30 à 35 m/s, laquelle représente une vitesse moyenne du vent de sable dans la nature particulièrement dans les régions sahariennes.

Il est évident que la vitesse du flux obtenue par l'anémomètre ne correspond pas à la vitesse des particules du sable. A cause de la complexité du phénomène de sablage, cette vitesse n'est pas déterminée. Dans ce cas, on ne parle pas de la vitesse des particules mais de la vitesse de chaque particule. En effet, le corindon est composé d'une variété de grains dont les dimensions et la forme sont différentes, et par conséquent des vitesses différentes.

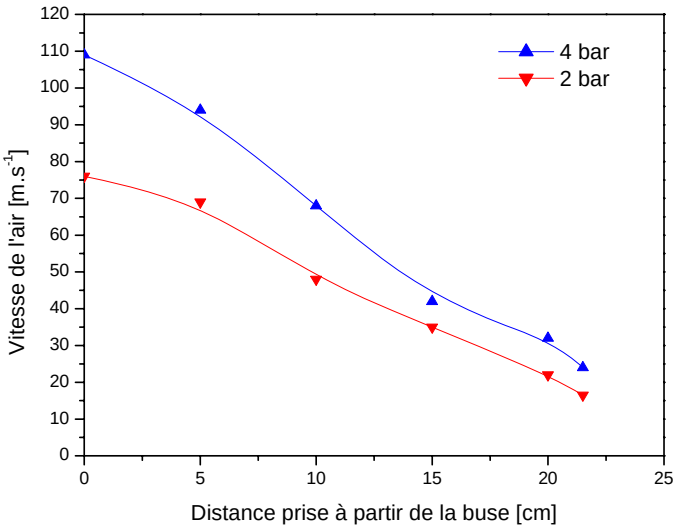


Figure II-13 : Variation de la vitesse du flux d'air en fonction de la distance.

II.3.5. Paramètres des essais

Afin de pouvoir régler les angles de projection de l'abrasif et de centrer les impacts, nous avons réalisé un montage, Figures II-14, II-15 et II-16, qui permet à la fois d'accorder à l'échantillon trois degrés de liberté (deux rotations et une translation), et au pistolet deux degrés de liberté (deux translations).

La distance entre l'échantillon et le pistolet peut être réglée selon la distance voulue en glissant la plaque dans la rainure droite du support**.**

Le réglage de l'angle peut se faire en faisant tourner le support autour de la tige traversant la plaque et autour de la tige verticale traversant la pièce, (suivant l'axe Z et Y), (la tige est filetée de façon à ce que l'échantillon soit bloqué et résiste à l'effort de l'abrasif).

Le pistolet est orienté pour que l'impact d'abrasif soit centré sur l'échantillon (l'entaille) en le déplaçant suivant les axes (Y) et (Z).

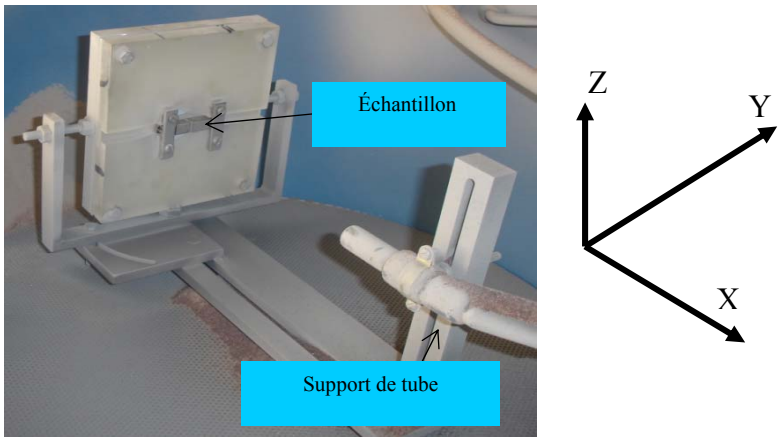


Figure II-14 : Montage porte éprouvette.

II.3.6. Conditions d'essais

- Le diamètre de la buse est fixe à **8mm,**
- Le débit moyen durant les tests d'érosion est fixé à environ **1.57 g/s,**
- L'angle d'impact entre le débit de sable et la surface d'éprouvette est égal à **90°,**
- La distance entre le tube et l'éprouvette est fixée à **200 mm,**
- La pression de flux de l'air est fixée à **4 bars (0.4 MPa)**,
- La vitesse du flux d'air, à 200 mm et à 4 bars, est 32 $m.s^{-1}$,
- La durée de sablage varie **entre 60 et 480 min.**

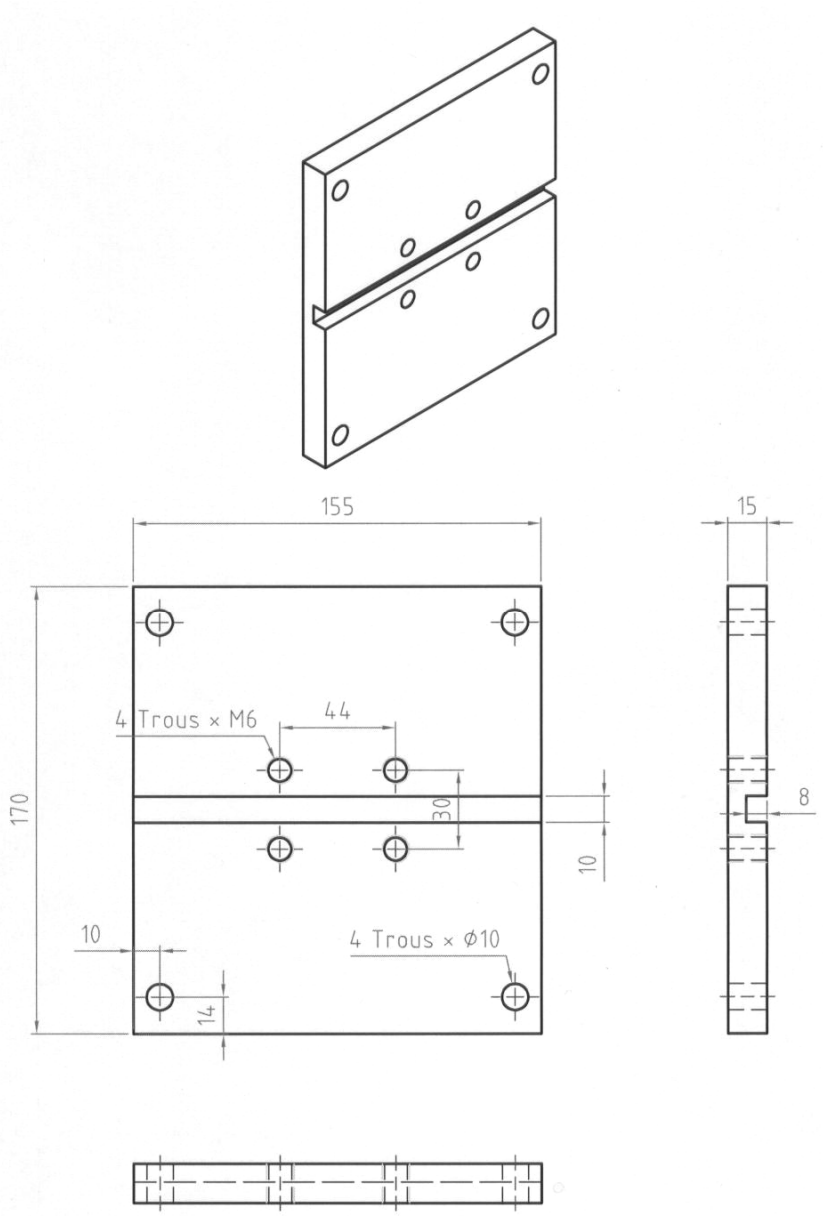


Figure II-15 : Dessin et dimensions du montage porte éprouvette.

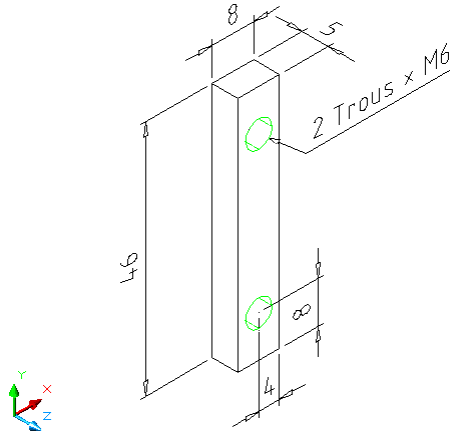


Figure II-16 : Dimensions des supports utilisés pour fixer l'éprouvette dans le montage.

II.4. Influence d'érosion par sablage sur la géométrie du matériau

II.4.1. Perte de masse et calcul du volume érodé

II.4.1.1. Manipulation et résultats

L'étude de perte de masse durant le temps du sablage a été réalisée sur des éprouvettes prélevées dans les deux sens L et T, Figure II-17. Etant donné les dimensions du tuyau (forte courbure et faible épaisseur), seule l'épaisseur diffère (w = 10 mm dans le sens L et 7.5 mm dans l'autre sens T). Le rayon d'entaille de ces éprouvettes varie entre 0.25 et 1 mm.

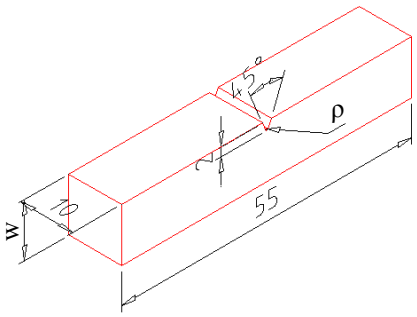


Figure II-17 : Géométrie d'éprouvettes.

La perte de masse a été évaluée en pesant les éprouvettes avant et après sablage. La précision de la balance utilisée est de ± 0.005 gr.

La quantité de matériau enlevé et le volume érodé sous sablage sont présentés dans les tableaux II-10 et II-11. Le volume érodé a été calculé, à masse volumique constante de 7800 kg/m^3.

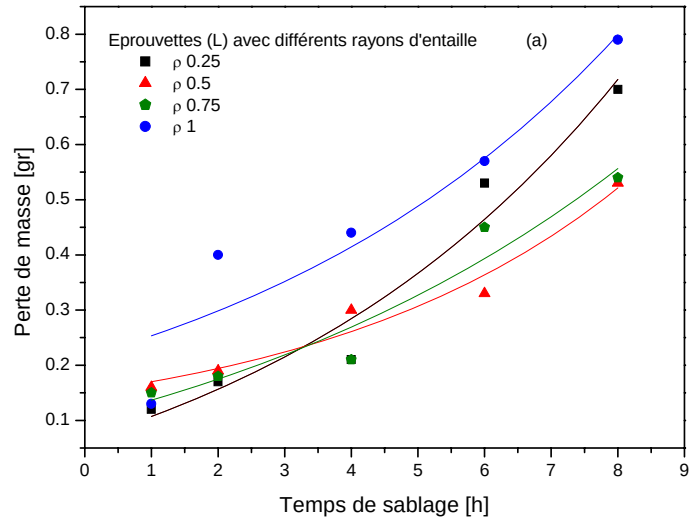
A partir de ces données, nous traçons les courbes de variation d'écaillage du matériau pendant le sablage. Ces évolutions, dans les deux sens L et T, pour différents rayons d'entaille et de temps de sablage, sont présentées par les figures II-18, II-19, II-20 et II-21.

N° de groupe	Rayon initial d'entaille [mm]	Temps de sablage [h]	Poids avant sablage [gr]	Poids après sablage [gr]	Perte de masse [gr]	Volume érodé [mm^3]
I	0.25	0	42.24	-	0	0
		1	42.18	42.06	0.12	15.385
		2	42.35	42.18	0.17	21.795
		4	42.39	42.18	0.21	26.923
		6	42.41	41.88	0.53	67.949
		8	42.32	41.62	0.70	89.744
II	0.50	0	42.05	-	0	0
		1	42.29	42.13	0.16	20.513
		2	42.29	42.10	0.19	24.359
		4	42.20	41.90	0.30	38.462
		6	42.16	41.83	0.33	42.308
		8	42.32	41.79	0.53	67.949
III	0.75	0	42.27	-	0	0
		1	42.26	42.11	0.15	19.231
		2	42.22	42.04	0.18	23.077
		4	42.27	42.06	0.21	26.923
		6	42.24	41.79	0.45	57.692
		8	42.21	41.67	0.54	69.231
IV	1	0	42.15	-	0	0
		1	42.18	42.05	0.13	16.667
		2	42.39	41.99	0.40	51.282
		4	42.31	41.87	0.44	56.41
		6	42.06	41.49	0.57	73.077
		8	42.04	41.25	0.79	101.28

Tableau II-10 : Valeurs de perte de masse et de volume érodé, dans le sens L, pendant le sablage.

N° de groupe	Rayon initial d'entaille [mm]	Temps de sablage [h]	Poids avant sablage [gr]	Poids après sablage [gr]	Perte de masse [gr]	Volume érodé [mm^3]
I	0.25	0	31.67	-	0	0
		1	31.70	31.49	0.21	26.92
		2	31.57	31.33	0.24	30.77
		4	31.54	31.21	0.33	42.31
		6	31.68	31.25	0.43	55.128
		8	31.59	30.97	0.62	79.49
II	0.50	0	31.59	-	0	0
		1	31.52	31.27	0.25	32.051
		2	31.60	31.31	0.29	37.179
		4	31.52	31.22	0.30	38.462
		6	31.58	31.17	0.40	51.282
		8	31.50	31.07	0.43	55.128
III	0.75	0	31.59	-	0	0
		1	31.51	31.17	0.34	43.59
		2	31.54	31.18	0.36	46.154
		4	31.36	30.87	0.49	62.821
		6	31.39	30.56	0.83	106.41
		8	31.55	30.22	1.33	170.51
IV	1	0	31.49	-	0	0
		1	31.44	31.235	0.205	26.28
		2	31.39	31.175	0.22	28.205
		4	31.52	31.13	0.39	50
		6	31.39	30.49	0.90	115.38
		8	31.32	29.95	1.37	175.64

Tableau II-11 : Valeurs de perte de masse et de volume érodé, dans le sens T, pendant le sablage.



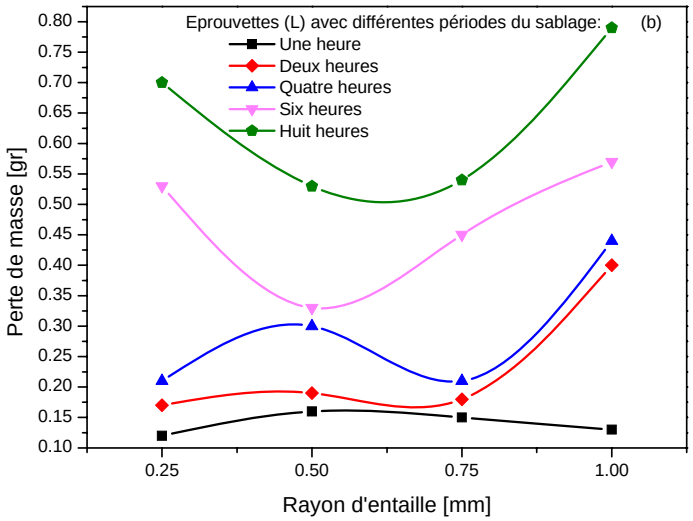


Figure II-18 : Evaluation de la perte de masse dans le sens longitudinal en fonction de :

a) Temps de sablage,

b) Rayons d'entaille.

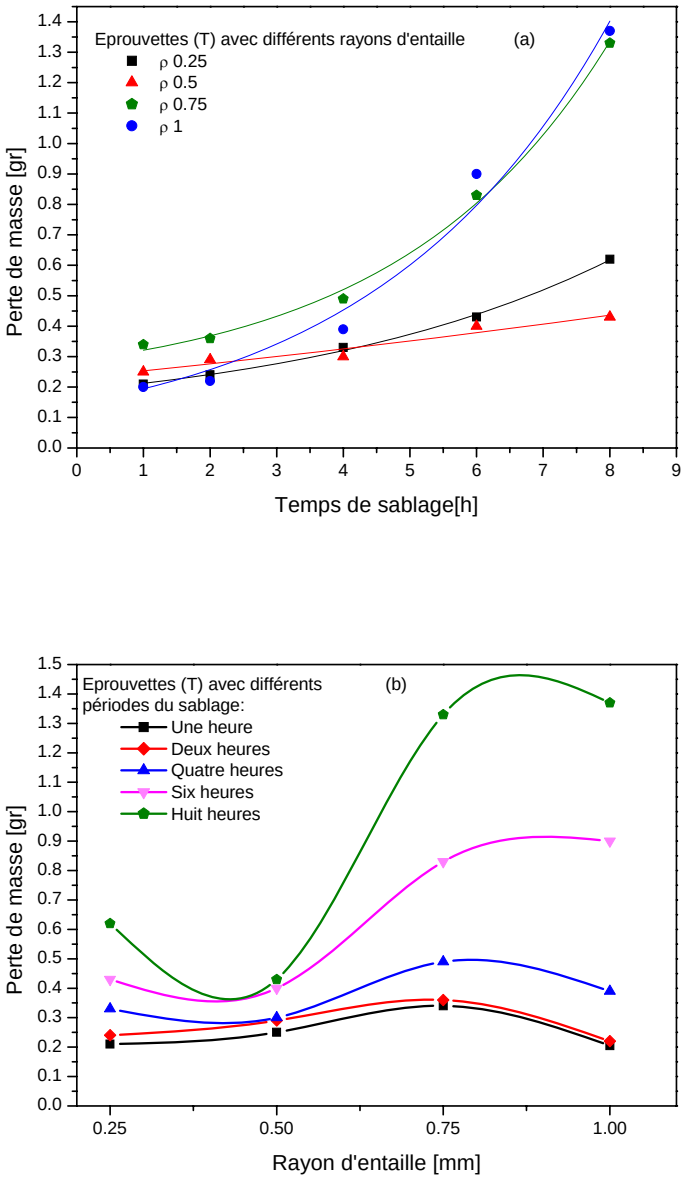


Figure II-19 : Evaluation de la perte de masse dans le sens transversal en fonction de :

a) Temps de sablage,

b) Rayons d'entaille.

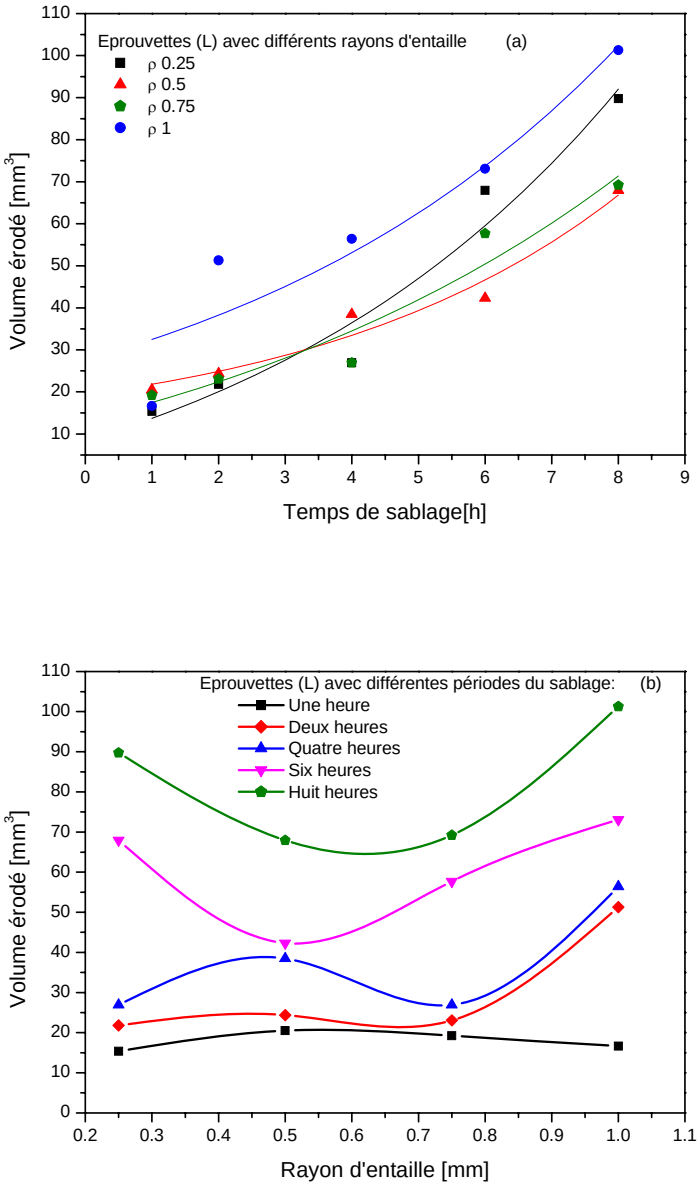


Figure II-20 : Evaluation du volume érodé dans le sens longitudinal en fonction de :

a) Temps de sablage,

b) Rayons d'entaille.

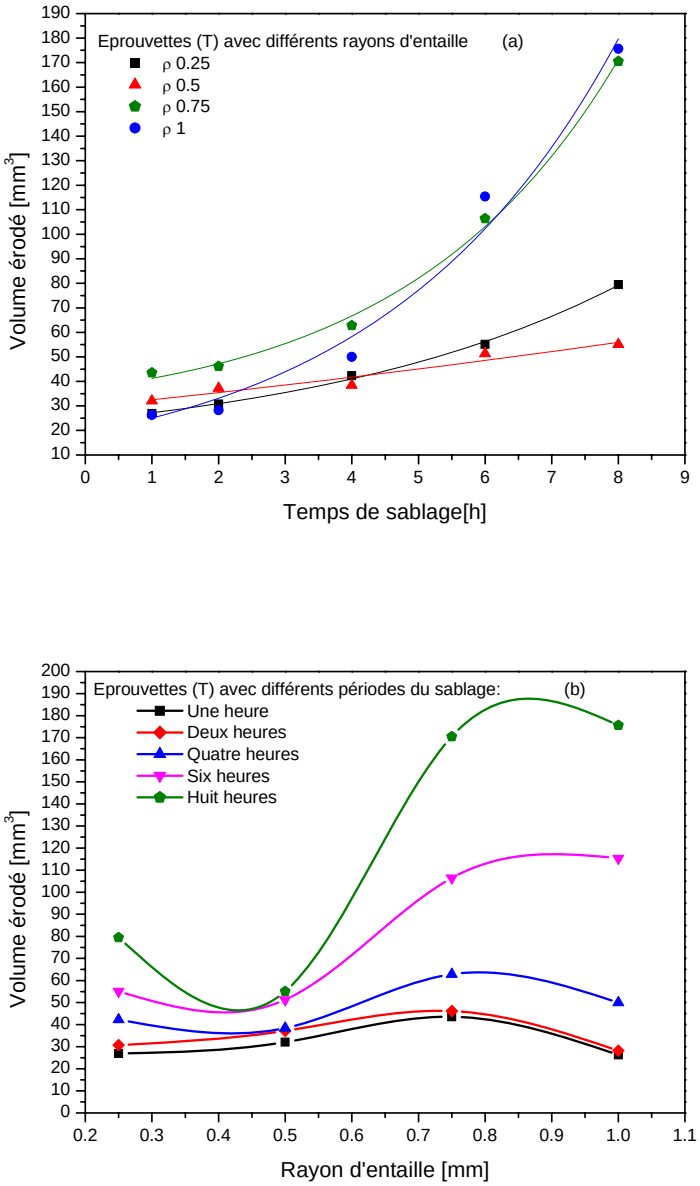


Figure II-21 : Evaluation du volume érodé dans le sens transversal en fonction de :
a) Temps de sablage,
b) Rayons d'entaille.

L'équation décrivant l'évolution de la perte de masse et du volume érodé en fonction du temps de sablage, s'écrit :

$$y = y_0 + a_c . \quad e^{\frac{t}{b_c}}$$

Les valeurs des constantes sont présentées sur les Tableaux II-12 et II-13.

Rayon d'entaille [mm]	Eprouvettes (L)				Eprouvettes (T)			
	y_0	a_c	b_c	R^2	y_0	a_c	b_c	R^2
0.25	-0.15745	0.22292	5.84857	0.96	0.08606	0.1029	4.87147	0.99
0.50	0.06935	0.08124	4.66143	0.97	-0.28936	0.52062	24.08097	0.94
0.75	-0.12381	0.22687	7.28441	0.94	0.19376	0.09328	3.19348	0.99
1	0	0.21495	6.09622	0.89	0	0.14637	3.54048	0.98

Tableau II-12 : Valeurs des constantes de formule mathématique de variation de perte de masse en fonction de temps de sablage.

Rayon d'entaille [mm]	Eprouvettes (L)				Eprouvettes (T)			
	y_0	a_c	b_c	R^2	y_0	a_c	b_c	R^2
0.25	-20.1839	28.57773	5.84844	0.96	11.02655	13.19768	4.87219	0.99
0.50	8.88968	10.4156	4.66157	0.97	-37.14225	66.79043	24.09414	0.94
0.75	-15.87039	29.08347	7.28398	0.94	24.83984	11.95949	3.19359	0.99
1	0	27.55868	6.09636	0.89	0	18.87013	3.5498	0.98

Tableau II-13 : Valeurs des constantes de formule mathématique de variation du volume érodé en fonction de temps de sablage.

II.4.1.2. Discussion

Au vu de ces résultats, nous confirmons la tendance croissante d'érosion durant le sablage. L'augmentation de la perte de masse et du volume érodé, en fonction du temps de sablage, peut être approximée par une loi exponentielle. Cette évolution est conforme à la littérature **[3]**.

L'érosion moyenne, comprenant la perte de masse et le volume érodé, est plus importante dans le sens transversal T que dans le sens longitudinal L.

En observant les figures précédentes, nous constatons qu'après huit heures de sablage et pour des éprouvettes avec rayon d'entaille 1mm, la perte de masse est respectivement de 0.79 gr et de 1.37 gr dans les sens L et T. Concernant le volume érodé pendant le sablage dans les deux sens L et T, nous remarquons qu'il est de 102 mm^3 et de 176 mm^3. Donc l'endommagement du matériau dans le sens T est de 73% plus élevé que dans le sens L. Ceci nous confirme que la résistance d'acier API 5L X52, à une charge dynamique donnée, est plus faible dans le sens T que dans le sens L.

L'influence du rayon d'entaille sur l'écaillage du matériau se traduit par :

- Dans le sens L, la perte de masse et le volume érodé sont plus importants pour un rayon d'entaille supérieur à 0.75mm. Pour un rayon inférieur, son influence est moindre.
- Dans le sens T, l'endommagement, pour un rayon d'entaille inférieur à 0.5 mm, est presque constant. A partir de cette valeur, plus le rayon est grand plus l'érosion est

importante. Ces constations sont visibles pour des longues périodes de sablage (à partir de six heures de sablages).

- En général, plus le rayon d'entaille est grand, plus la quantité de sable impactée est importante, ce qui justifie la tendance supérieure du volume érodé en fonction du rayon d'entaille.

II.4.2 Mesure de rugosité de surface de l'entaille

II.4.2.1. Méthode et manipulation de mesure

La rugosité est le résultat de la modification microgéométrique d'une surface, provoquée par l'impact intensif de cette surface par des grains de sable. Apparaissent alors :

- des aspérités appelées "**Pics**"

- des cavités appelées "**Creux**"

Cette propriété présente des informations sur la dégradation de la surface. Sur une coupe perpendiculaire à la surface traitée, les pics et les creux se répartissent également de part et d'autre d'une "**ligne centrale**" (moyenne algébrique) appelée aussi "**ligne moyenne**".

Un grand nombre de critères sont définis dans la normalisation pour caractériser une rugosité. En pratique, dans un profil et sur une longueur considérée, seuls deux d'entre eux sont retenus:
- "**Ra**": **écart moyen**. La moyenne arithmétique des valeurs absolues des écarts, entre les pics et les creux. "Ra" mesure la distance entre cette moyenne et la "ligne centrale". On admet couramment que cette notion synthétise approximativement les différents paramètres intéressés dans la rugosité.

- "**Rt**": **écart total**. La dénivellation la plus importante entre le plus haut sommet d'un pic et le fond du plus bas d'un creux.

La mesure a été faite par palpeur à pointe de diamant, relié à un capteur inductif, qui amplifie et enregistre les signaux relatifs au déplacement du palpeur sur la surface contrôlée. Ces appareils, communément appelés "rugosimètres", indiquent un ou plusieurs critères de profil, par lecture directe, Figure II-22.

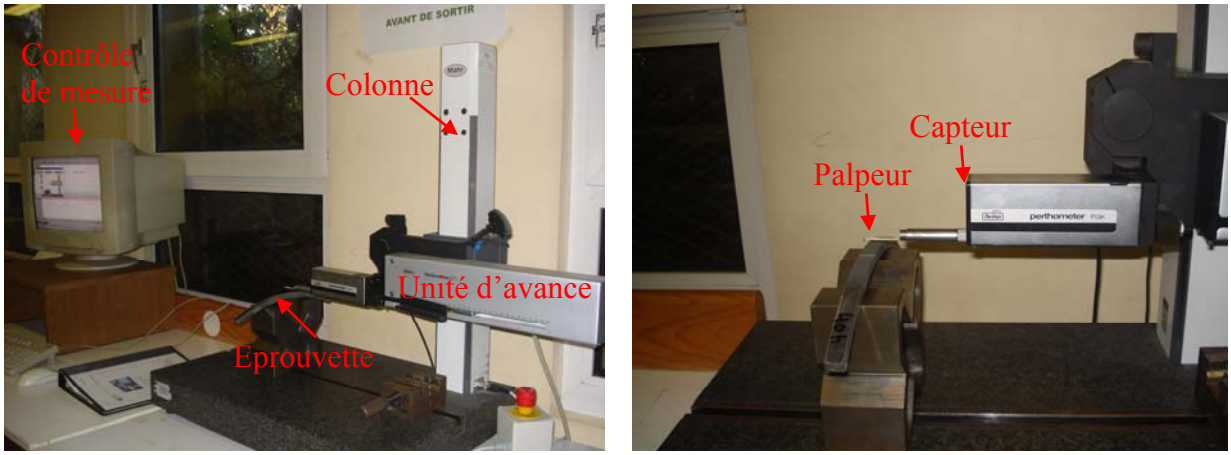


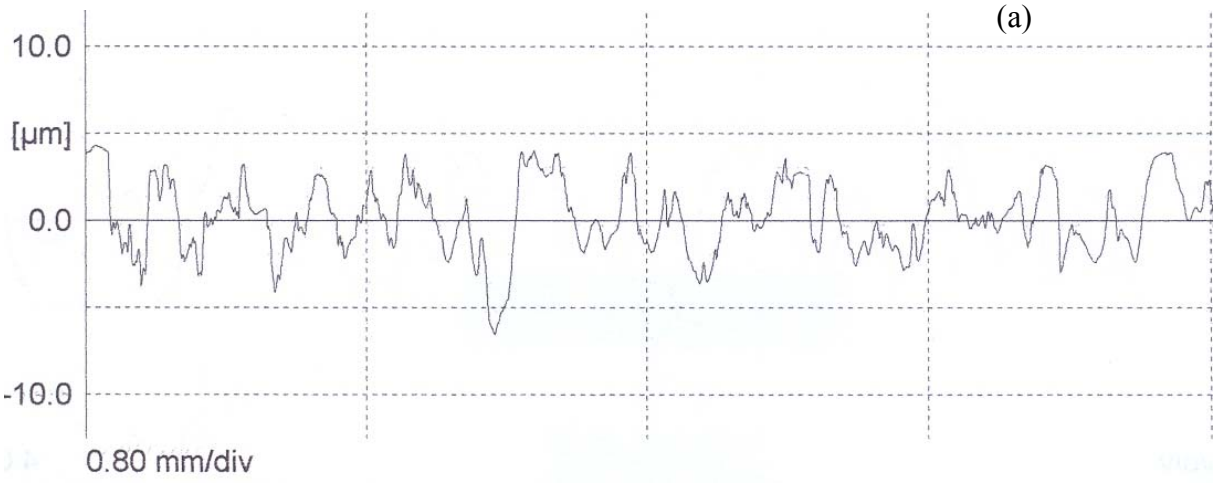
Figure II-22 : Appareil de mesure de rugosité de surface.

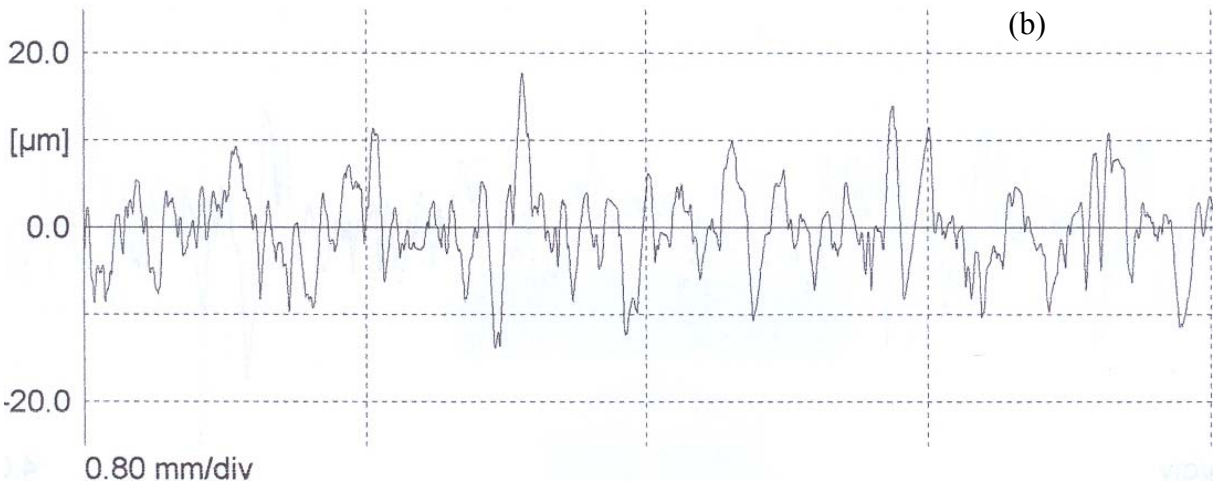
II.4.2.2. Résultats et discussions

Les profils de rugosité ont été enregistrés, pour des durées de sablage différentes, Figure II-23. La distribution de la rugosité moyenne R_a et totale R_t, établie en fonction de la durée de sablage pour différentes éprouvettes, est présentée dans la figure II-24. Nous avons constaté que la rugosité de surface est similaire dans les deux sens L et T.

Nous remarquons que R_a et R_t augmentent fortement pour les courtes durées de sablage jusqu'à 1heure, et croissent faiblement pour les durées relativement longues. Ceci pout être expliqué par le fait qu'à partir d'une durée de 1h, l'interaction entre les défauts contribue à l'homogénéisation du relief de rugosité en stabilisant les différences de niveaux entre les creux et les crêtes.

Le profil de rugosité montre que le nombre des sites d'impacts et la profondeur des défauts augmentent en fonction du temps de sablage.





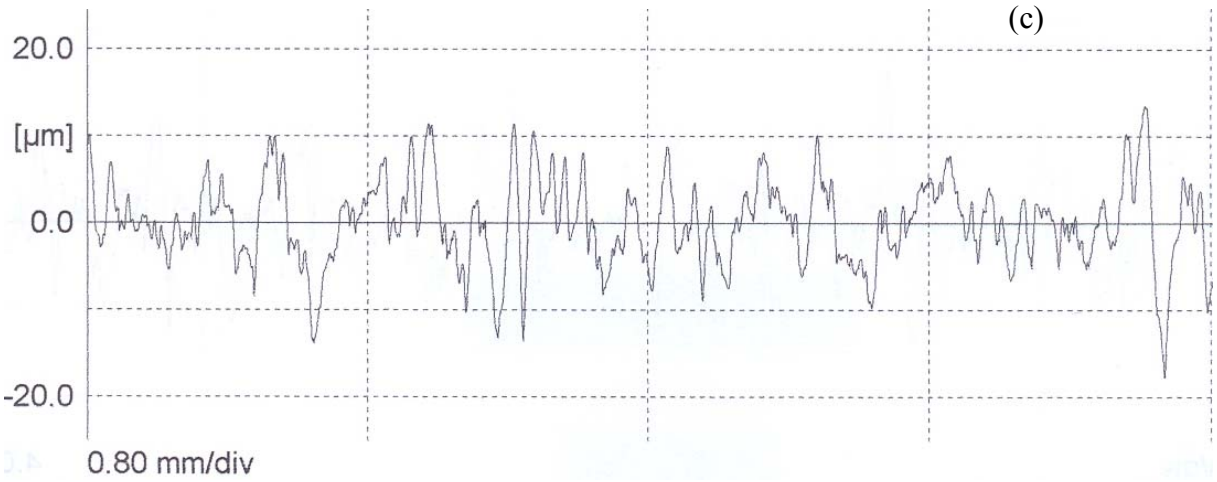


Figure II-23 : Profil de rugosité de zone d'entaille :
a) avant sablage,
b) Après une heure de sablage,
c) Après huit heures de sablage.

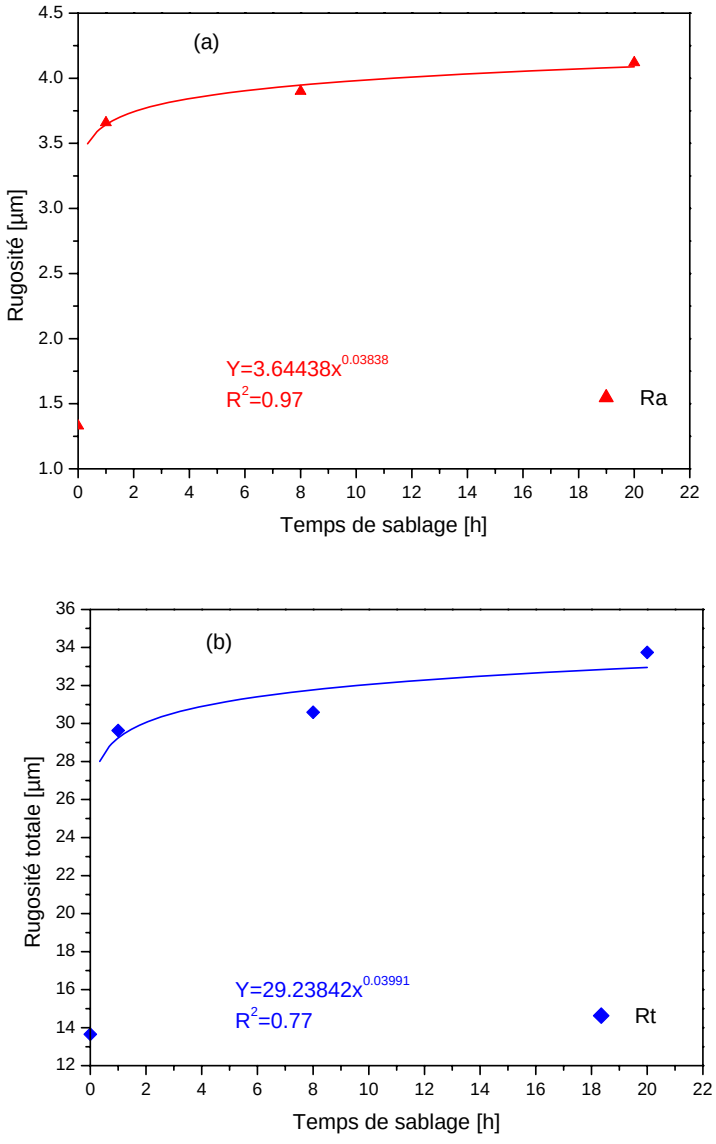


Figure II-24 : Variation de la rugosité R_a (a) et R_t (b) en fonction du temps de sablage dans les sens L et T.

II.4.3. Variation de forme et des paramètres d'entaille

II.4.3.1. Moyen de mesure de la géométrie d'entaille

Nous avons présenté les différents types d'entailles et leurs effets sur la résistance du matériau dans le paragraphe II-1.

Pour notre étude, l'entaille a été fabriquée par la technique d'électroérosion. Chaque entaille peut être caractérisée par ces trois paramètres :

- Rayon d'entaille,
- Angle d'entaille,
- Profondeur d'entaille.

La figure II-25 illustre la forme d'entaille avec ses paramètres.

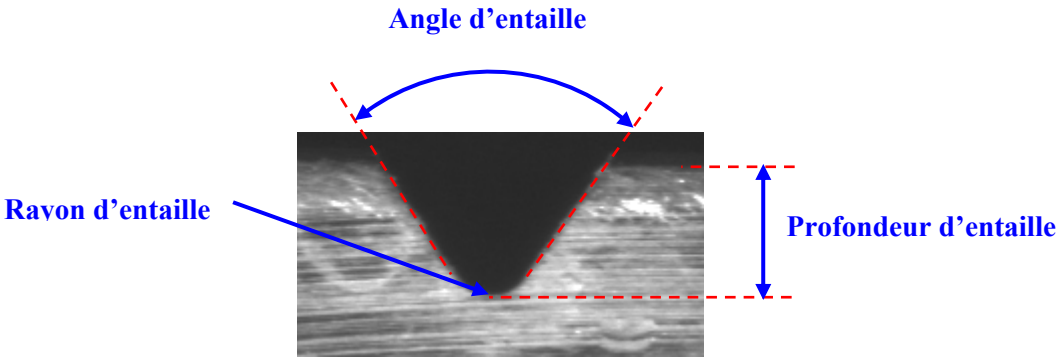


Figure II-25 : Forme et paramètres d'entaille.

La machine de mesure de profils a permis de définir clairement la géométrie de l'entaille, Figure II-26. La mesure se réalise en faisant les étapes suivantes :

1- Allumer le panneau de lecture de mesures,
2- Monter le meilleur projecteur afin d'avoir un bon grossissement,
3- Allumer la lampe ; la lumière doit projeter sur la zone d'entaille,
4- Poser l'éprouvette sur la table de la machine,
5- Contrôler la position d'éprouvette par deux manettes dans le plan de la table, suivant les axes X et Y.
6- Contrôler la hauteur du projecteur par rapport à la surface d'éprouvette par une manette, suivant l'axe Z, afin d'avoir bonne observation du profil d'entaille.
7- Choisir, parmi les différentes options sur le tableau de commande, le type de mesure voulue (distance, cercle, …).
8- Enlever la valeur de mesure affichée sur l'écran digital du tableau de commande.

II.4.3.2. Résultats

La Figure II-27 illustre la variation des paramètres du profil d'entaille sous l'effet de sablage. Nous constatons que la forme et les paramètres d'entaille ont été changés complètement. Les valeurs de mesure, avant et après sablage, sont présentées dans les tableaux II-14 et II-15. Les tableaux II-16 et II-17 présentent respectivement les valeurs d'évolution des paramètres d'entaille dans les sens L et T.

A partir de ces dernières données, nous traçons les courbes représentant ces évolutions dans les sens longitudinal et transversal, Figures II-28, II-29, II-30 et II-31.

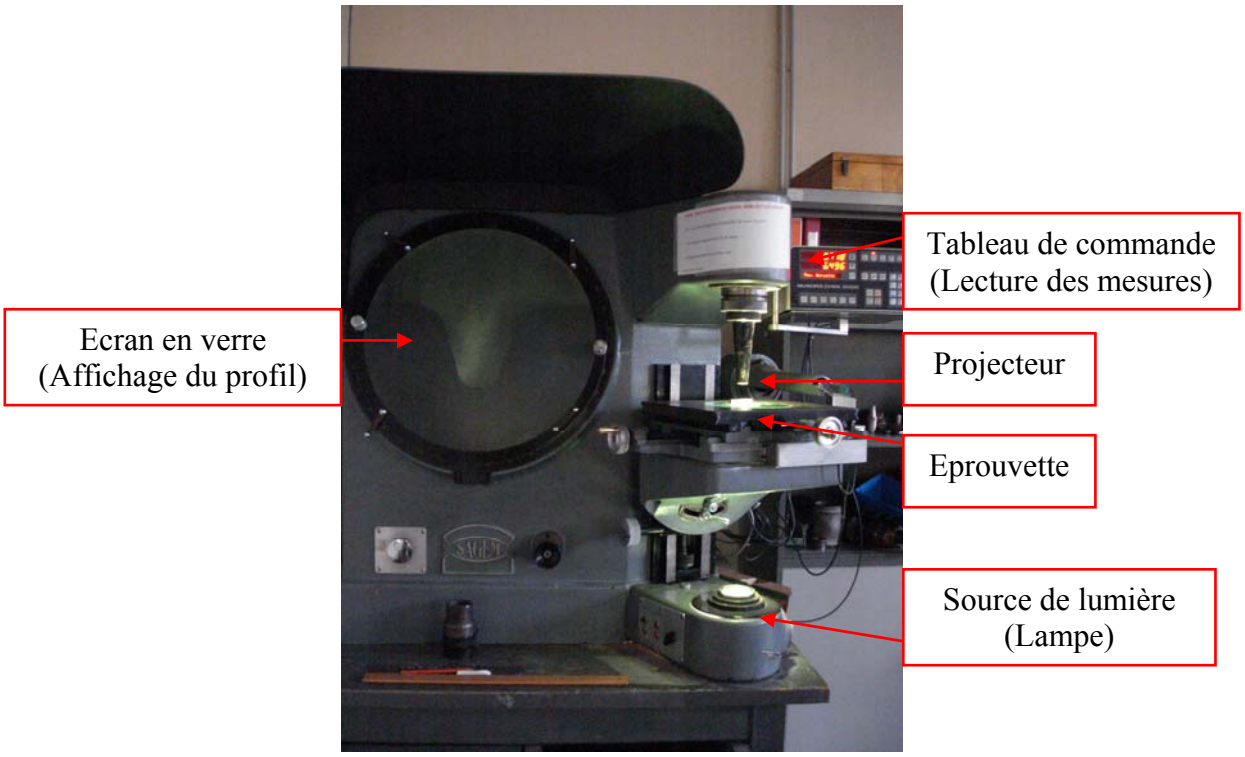


Figure II-26 : Machine de mesure du profil d'entaille.

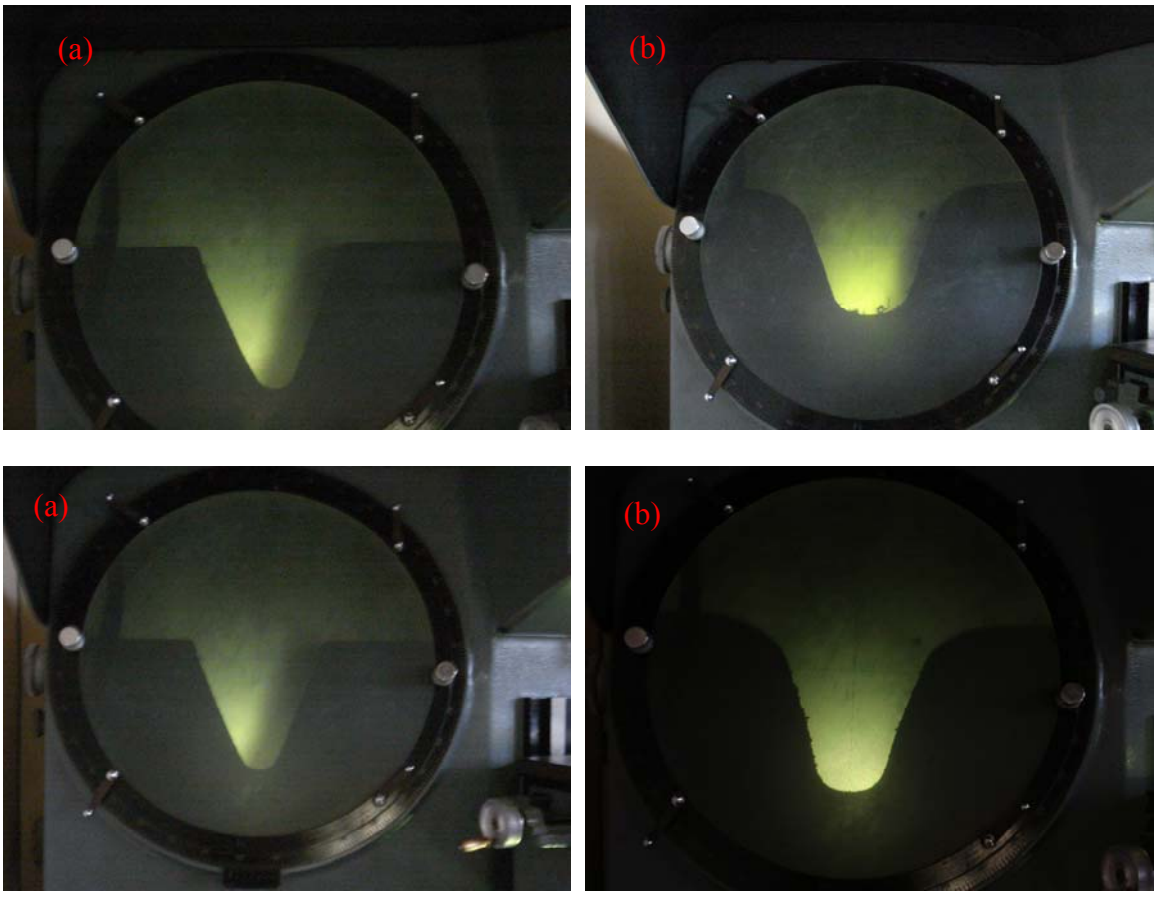


Figure II-27 : Forme du profil d'entaille pour deux éprouvettes :
a) Avant sablage,
b) Après sablage.

N°	Temps de sablage [h]	Rayon d'entaille [mm]		Profondeur d'entaille [mm]		Angle d'entaille °		Longueur du ligament [mm]	
		avant	après	avant	après	avant	après	avant	après
I	0	0.36	-	1.842	-	45.22	-	8.13	-
	1	0.36	0.43	1.81	1.817	42.94	42.28	8.082	8.075
	2	0.44	0.52	2.01	2.116	41.91	39.55	7.99	7.884
	4	0.395	0.56	2.03	2.130	41.37	41.37	7.94	7.84
	6	0.385	0.63	1.85	2.114	47.39	43.25	8.16	7.896
	8	0.385	0.65	1.93	2.245	44.98	39.46	8.07	7.755
II	0	0.65	-	2	-	48.64	-	8	-
	1	0.63	0.715	1.95	2.037	44.07	42.66	8.05	7.963
	2	0.615	0.715	1.97	2.094	43.66	41.72	8.03	7.906
	4	0.645	0.805	1.96	2.164	45.07	41.02	8.04	7.836
	6	0.60	0.795	1.93	2.1	44.10	40.98	8.09	7.92
	8	0.62	0.845	1.94	2.276	43.45	41.75	8.06	7.724
III	0	0.716	-	1.97	-	43.31	-	8.03	-
	1	0.925	1.02	2.16	2.189	41.36	37.35	7.84	7.811
	2	0.815	0.96	1.92	2.028	45.25	36.78	8.08	7.972
	4	0.81	0.97	2.1	2.246	40.76	28.52	7.9	7.754
	6	0.72	0.92	2.04	2.355	39.40	29.49	7.94	7.625
	8	0.725	0.97	2.04	2.371	40.14	33.53	7.96	7.629
IV	0	1.45	-	1.919	-	39.06	-	8.032	-
	1	1.32	1.50	1.911	1.943	42.25	43.03	8.094	8.062
	2	1.40	1.58	1.862	2.006	45.52	43.56	8.119	7.975
	4	1.46	1.85	1.856	2.037	45.23	41.99	8.121	7.94
	6	1.28	2.06	1.962	2.219	34.90	28.69	8.01	7.753
	8	1.36	2.59	1.944	2.239	50.54	37.85	8.044	7.749

Tableau II-14 : Valeurs des paramètres géométriques d'entaille prélevées avant et après le sablage, éprouvettes L.

N°	Temps de sablage [h]	Rayon d'entaille [mm]		Profondeur d'entaille [mm]		Angle d'entaille °		Longueur du ligament [mm]	
		avant	après	avant	après	avant	après	avant	après
I	0	0.42	-	2.01	-	42.35	-	5.418	-
	1	0.395	0.525	2.008	2.06	43.98	41.47	5.432	5.38
	2	0. 405	0.54	2.11	2.202	45.06	40.62	5.296	5.204
	4	0.395	0.53	2.114	2.278	41.43	38.62	5.274	5.11
	6	0.42	0.63	2.078	2.342	41.16	36.90	5.386	5.122
	8	0.465	0.72	2.158	2.520	43.93	35.43	5.222	4.86
II	0	0.59	-	1.998	-	37.82	-	5.445	-
	1	0.70	0.87	1.787	1.867	44.46	41.18	5.64	5.56
	2	0.66	0.89	1.928	2.042	40.16	35.0	5.514	5.40
	4	0.77	1.01	1.996	2.098	38.81	32.55	5.412	5.31
	6	0.64	0.89	1.804	1.94	45.35	38.41	5.59	5.454
	8	0.61	0.91	1.954	2.134	42.43	37.97	5.450	5.27
III	0	0.91	-	1.91	-	42.94	-	5.54	-
	1	0.91	1.02	2.18	2.23	42.16	37.98	5.27	5.22
	2	0.875	1.085	1.87	2.08	44.76	35.44	5.59	5.38
	4	1	1.27	2.27	2.48	29.43	25.85	5.18	4.97
	6	0.80	1.35	2.03	2.428	45.38	30.11	5.39	4.992
	8	0.81	1.70	2.1	2.674	32.66	25.66	5.39	4.816
IV	0	1.072	-	2.13	-	40.62	-	5.334	-
	1	1.25	1.44	2.178	2.23	41.67	31.68	5.27	5.218
	2	1.35	1.555	2.24	2.282	42.24	23.97	5.16	5.118
	4	1.185	1.505	1.94	2.176	41.45	28.04	5.54	5.304
	6	1.03	1.93	2.076	2.392	45.33	25.82	5.428	5.116
	8	1.35	2.53	2.244	2.549	39.52	18.41	5.198	4.893

Tableau II-15 : Valeurs des paramètres géométriques d'entaille prélevées avant et après le sablage, éprouvettes T.

N°	Temps de sablage [h]	Δ Rayon d'entaille [mm]	Δ Profondeur d'entaille [mm]	Δ Angle d'entaille ∘	Δ Longueur du ligament [mm]
I	0	0	0	0	0
	1	0.07	0.007	-0.66	-0.007
	2	0.08	0.106	-2.36	-0.106
	4	0.165	0.10	0	-0.10
	6	0.245	0.264	-4.14	-0.264
	8	0.265	0.315	-5.52	-0.315
II	0	0	0	0	0
	1	0.085	0.087	-1.41	-0.087
	2	0.10	0.124	-1.94	-0.124
	4	0.16	0.204	-4.05	-0.204
	6	0.195	0.17	-3.12	-0.17
	8	0.225	0.336	-1.7	-0.336
III	0	0	0	0	0
	1	0.095	0.029	-4.01	-0.029
	2	0.145	0.108	-8.47	-0.108
	4	0.16	0.146	-12.24	-0.146
	6	0.20	0.315	-9.91	-0.315
	8	0.245	0.331	-6.61	-0.331
IV	0	0	0	0	0
	1	0.18	0.032	+0.78	-0.032
	2	0.18	0.144	-1.96	-0.144
	4	0.39	0.181	-3.24	-0.181
	6	0.78	0.257	-6.21	-0.257
	8	1.23	0.295	-12.69	-0.295

Tableau II-16 : Valeurs d'évolution des paramètres d'entaille après sablage dans les sens longitudinal (L).

N°	Temps de sablage [h]	Δ Rayon d'entaille [mm]	Δ Profondeur d'entaille [mm]	Δ Angle d'entaille °	Δ Longueur du ligament [mm]
I	0	0	0	0	0
	1	0.13	0.052	-2.51	-0.052
	2	0.135	0.092	-4.44	-0.092
	4	0.135	0.164	-2.81	-0.164
	6	0.21	0.264	-4.26	-0.264
	8	0.255	0.362	-8.5	-0.362
II	0	0	0	0	0
	1	0.17	0.08	-3.28	-0.08
	2	0.23	0.114	-5.16	-0.114
	4	0.24	0.102	-6.26	-0.102
	6	0.25	0.136	-6.94	-0.136
	8	0.30	0.18	-4.46	-0.18
III	0	0	0	0	0
	1	0.11	0.05	-4.18	-0.05
	2	0.21	0.21	-9.32	-0.21
	4	0.27	0.21	-3.58	-0.21
	6	0.55	0.398	-15.27	-0.398
	8	0.89	0.574	-7	-0.574
IV	0	0	0	0	0
	1	0.19	0.052	-9.99	-0.052
	2	0.205	0.042	-18.27	-0.042
	4	0.32	0.236	-13.41	-0.236
	6	0.90	0.316	-19.51	-0.316
	8	1.18	0.305	-21.11	-0.305

Tableau II-17 : Valeurs d'évolution des paramètres d'entaille après sablage dans le sens transversal (T).

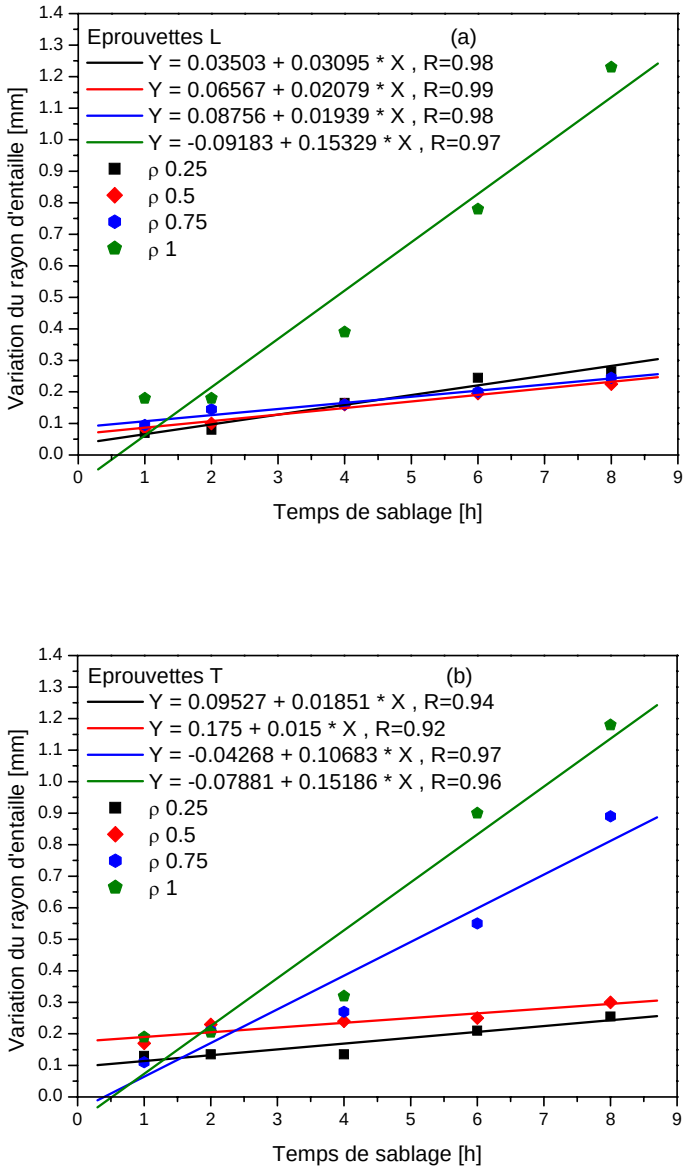


Figure II-28 : Variation du rayon d'entaille pendant le sablage dans les deux sens :
a) Sens L,
b) Sens T.

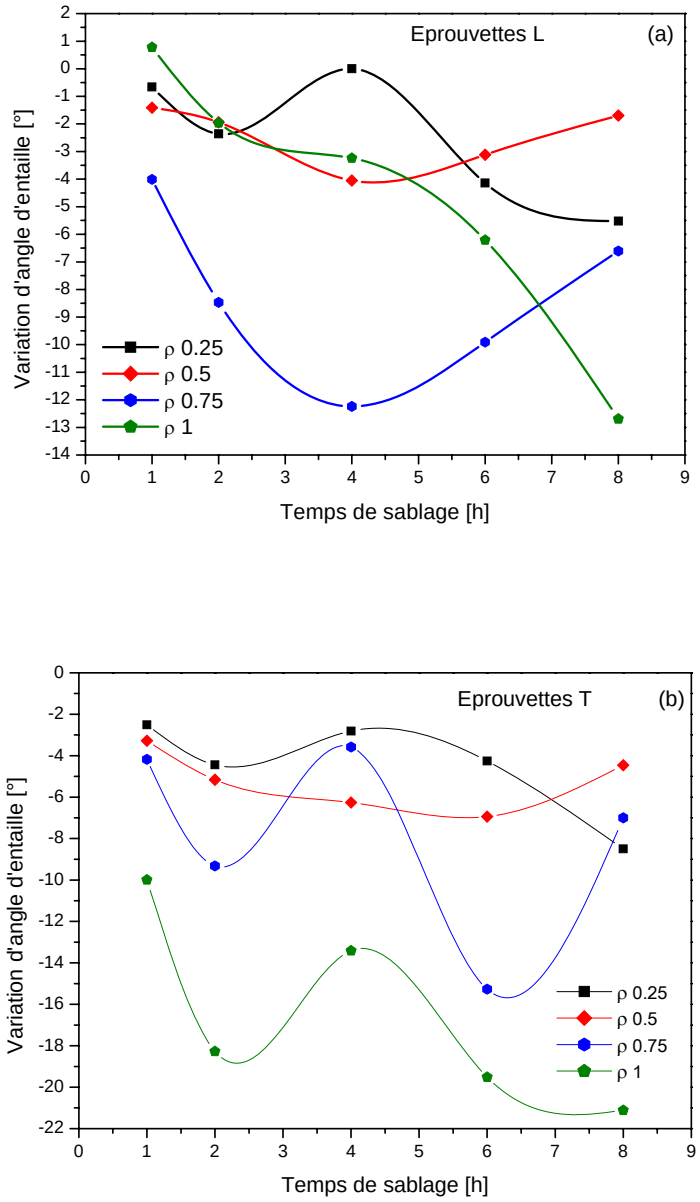


Figure II-29 : Variation d'angle d'entaille pendant le sablage dans les deux sens :
a) Sens L,
b) Sens T.

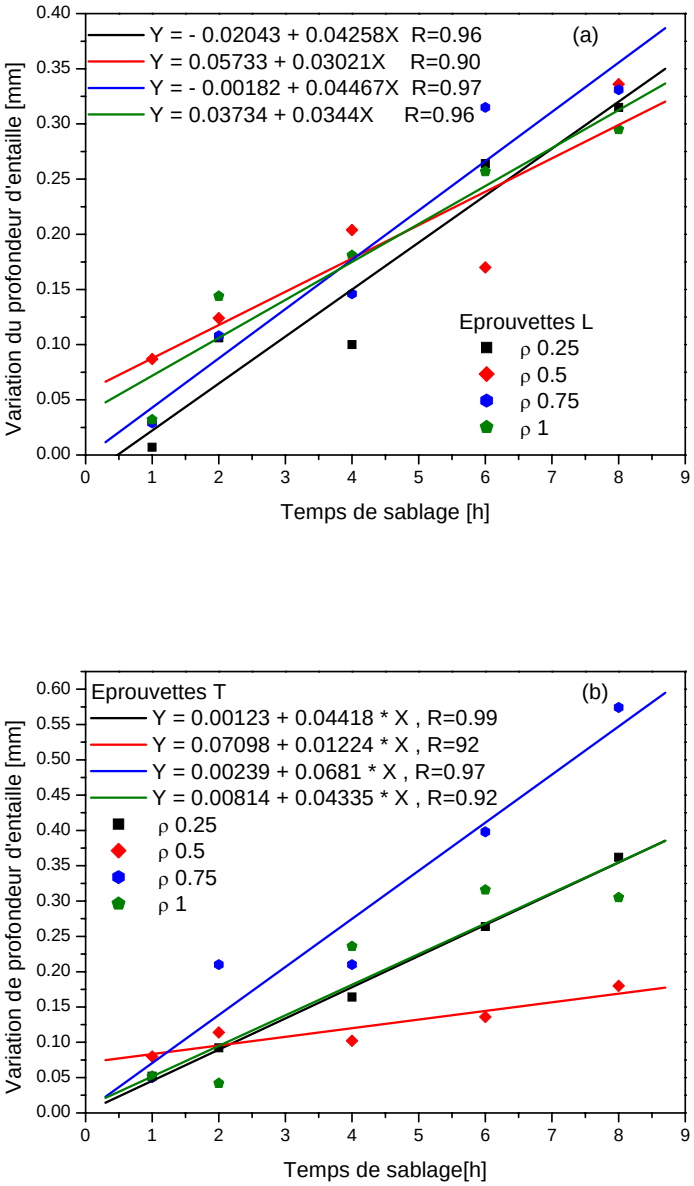


Figure II-30 : Variation de profondeur d'entaille pendant le sablage dans les deux sens :
a) Sens L,
b) Sens T.

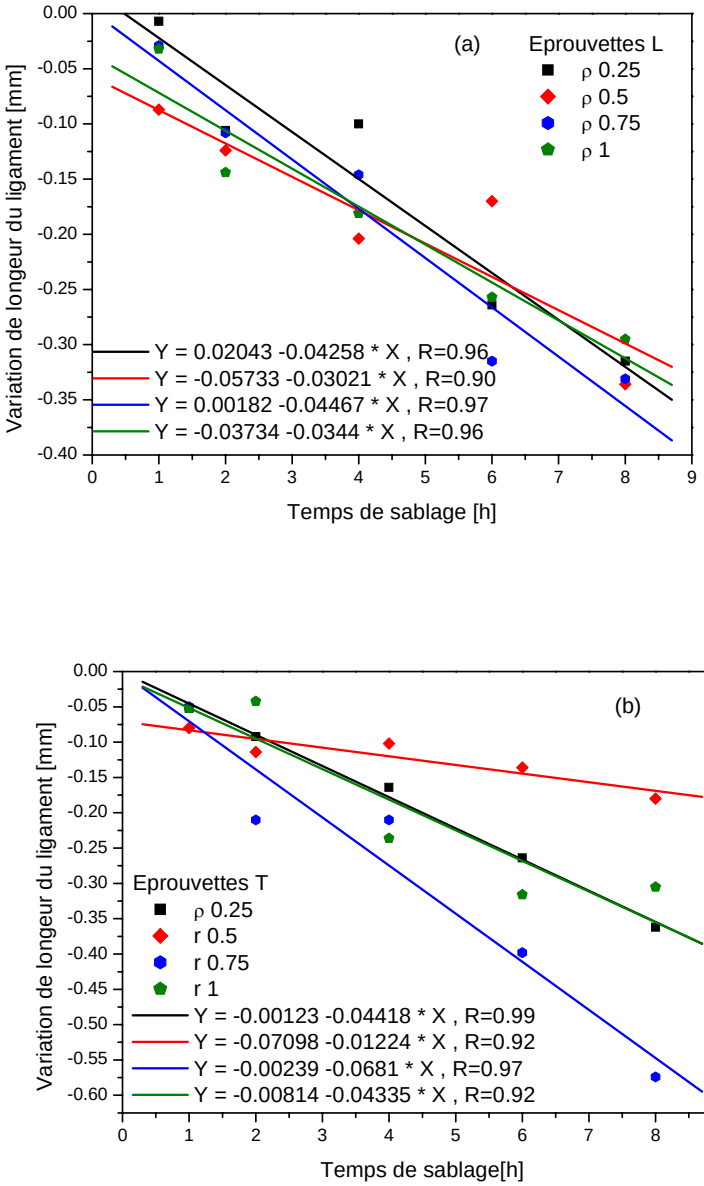


Figure II-31 : Variation de longueur du ligament pendant le sablage dans les deux sens :
a) Sens L,
b) Sens T.

II.4.3.3. Discussions

A partir de ces résultats, nous constatons que :

- Le rayon d'entaille augmente durant le sablage dans les deux sens L et T. La tendance supérieure d'évolution du rayon d'entaille est très lente pour un rayon initial inférieur à 0.75 dans le sens L et inférieur à 0.5 dans le sens T. Pour un rayon d'entaille initial supérieur à ces valeurs, la croissance, pendant le sablage, est très importante.
- En comparant les valeurs d'augmentation du rayon d'entaille, durant le sablage, dans les deux sens L et T, nous constatons que pour un rayon initial compris entre 0.25 et

0.75, la croissance dans le sens T est plus important que dans le sens L. Au-delà de ces valeurs, la variation est similaire dans les deux sens.

- L'angle d'entaille diminue durant le sablage. Cette décroissance est due à l'effet d'écaillage de l'entaille sous l'impact du sable, qui augmente le rayon et la profondeur d'entaille.
- Nous remarquons que la variation de l'angle est plus importante dans le sens T que dans le sens L. La plage de sa diminution est comprise entre 0° et -13° dans le sens L et entre -2° et -21° dans le sens T.
- La variation de la profondeur d'entaille, durant le sablage, a une tendance supérieure. Au contraire l'évolution du ligament sous l'entaille a une tendance inférieure, identique à celle de la profondeur.
- L'endommagement dans le sens T est plus important que dans le sens L, nous permettant de conclure que la résistance du matériau à une charge dynamique (impact de sable) est plus faible dans le sens (T) par rapport au sens (L).

Après avoir étudié l'endommagement, par érosion du sable, des structures en acier API 5L X52 conçues pour des produits pétroliers, nous présentons les conditions d'endommagement de ces structures par hydrogène.

Le sablage, provoquant l'endommagement du matériau par écaillage, présente les conditions environnementales, et l'hydrogène est considéré parmi l'un des dérivés pétroliers les plus importants (futur ressource d'énergie, mais influence néfaste sur les propriétés mécanique du matériau).

II.5. Procédure d'endommagement par hydrogène

II.5.1. Obtention de l'hydrogène pour les essais

II.5.1.1. Les différentes méthodes possibles

Comme nous l'avons indiqué dans le chapitre I, paragraphe I.3.1, l'hydrogène se trouve soit sous son état gazeux, soit recombiné avec d'autres atomes sous divers états (hydrocarbures, eau, métaux,…).

Pour réaliser des essais incluant l'effet de l'hydrogène, deux méthodes sont envisageables, la première consiste à utiliser l'hydrogène sous sa forme gazeuse, et la seconde sous sa forme liquide. Les essais sous hydrogène gazeux sont les plus proches de la réalité. Il est possible d'obtenir de l'hydrogène gazeux, comme bon nombre d'autres gaz, dans des bouteilles sous pression.

Le problème majeur de cette méthode, réside dans le fait que l'utilisation de gaz dans des réservoirs sous pression est soumise à un certain nombres de règles de sécurité. Il est indispensable d'obtenir les autorisations d'exploitation délivrées par la DRIRE (Directions Régionales de l'Industrie, de la Recherche et de l'Environnement) **[4]**.

La seconde méthode consiste en un chargement électrolytique en milieu aqueux. A température ambiante et jusqu'à 80°C **[5]**, elle permet de dissocier la molécule d'eau en ces deux atomes constitutifs : l'oxygène et l'hydrogène, et d'introduire ainsi l'hydrogène au niveau de l'électrode de travail, qui pour nous, sera l'éprouvette à charger.

L'avantage premier de cette technique est lié au fait qu'elle ne soit pas soumise aux mêmes réglementations que la première. Le second point positif est dû à la possibilité d'utiliser de l'eau comme électrolyse, mais toute autre solution acqueuse peut être employée. Ceci permet de coupler l'effet de l'hydrogène et l'effet de corrosion.

II.5.1.2. Le moyen retenu

Dans un souci de gain de temps, nous nous sommes orientés vers le chargement en hydrogène électrolytique.

Pour effectuer une électrolyse, il est nécessaire d'avoir une source de courant extérieure permettant d'effectuer une réaction de transfert d'électrons. C'est le principe inverse d'une cellule galvanique, qui puise son courant dans les réactions ioniques se produisant spontanément lorsque les électrons sont connectés électriquement. Un potentiostat sera donc utilisé comme source de courant. Il assure, électroniquement, la régulation du courant pour obtenir le potentiel fixé.

La réalisation d'une électrolyse nécessite l'utilisation de plusieurs électrodes, Figure II-35 :

- Electrode de référence au Calomel saturé : permet la mesure du potentiel de la réaction,

- Electrode auxiliaire : en acier inoxydable (platine), permet la mesure du courant,

- Electrode travail : correspond à l'échantillon.

En électrochimie **[6]**, on appelle par définition un courant anodique, un courant circulant du métal vers la solution. Un courant cathodique est un courant circulant dans le sens inverse. Les réactions sont qualifiées d'anodique ou de cathodique, selon qu'elles correspondent à des courants anodiques ou cathodiques. En terme de chimie, les réactions anodiques correspondent à des oxydations et les réactions cathodiques à des réductions.

Typiquement, la cellule d'électrolyse est constituée de deux électrodes (cathode et anode), d'un électrolyte et un générateur de courant. L'électrolyte choisit est une membrane échangeuse de protons, nous avons les réactions suivantes:

- A l'anode, l'eau se dissocie en oxygène et en protons. Les électrons partent dans le circuit.

$$H_2O \longrightarrow 2H^+ + ½\ O_2 + 2e-$$

- A la cathode, les protons, passés à travers la membrane, se recombinent avec les électrons pour donner l'hydrogène.

$$2H^+ + 2e- \longrightarrow H_2$$

Avant de choisir le potentiel, pour réaliser soit une réduction, soit une oxydation, il est nécessaire de connaître la courbe de polarisation de notre acier, et ainsi son potentiel libre, c'est-à-dire le potentiel en l'absence de courant extérieur.

Pour tracer cette courbe, nous appliquons une tension aux bornes de l'électrode de façon cyclique. Cette électrode, Figure II-32, n'est autre qu'un parallélépipède en acier API 5L X52 enrobé de bakélite, une matière isolante.

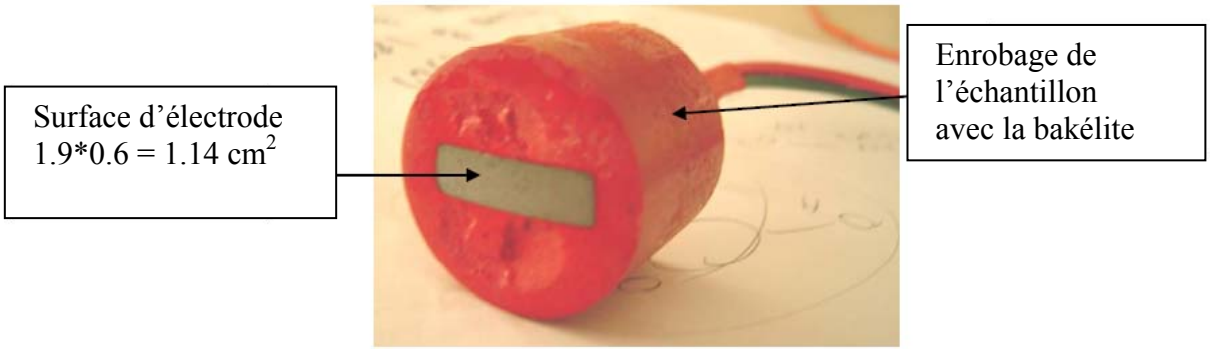


Figure II-32 : Electrode de travail.

La tension est appliquée sous la forme d'un signal triangulaire décrit dans la figure II-33. Elle est bornée entre -1,2 V_{sce} et +1,2V_{sce}. Cinq cycles sont appliqués, afin d'obtenir l'évolution de la courbe de polarisation (phénomène d'hystérésis et de stabilisation). La tension est appliquée avec des paliers de 100mV/s.
Le potentiel libre relevé sur la courbe de polarisation, Figure II-34, est de -0,79V_{sce}. Cette courbe, représente la tension aux bornes de l'électrode par rapport à l'électrode de référence, en fonction de la valeur absolue de l'intensité.

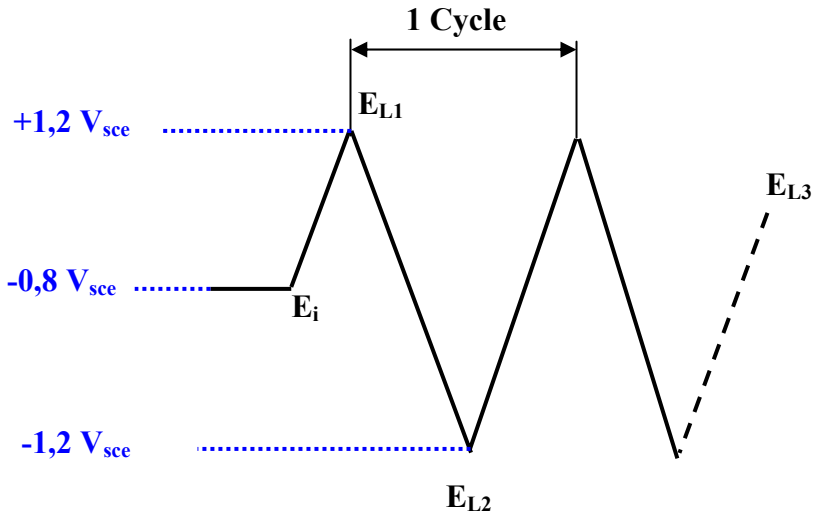


Figure II-33 : Cycle appliqué pour l'obtention de la courbe de polarisation.

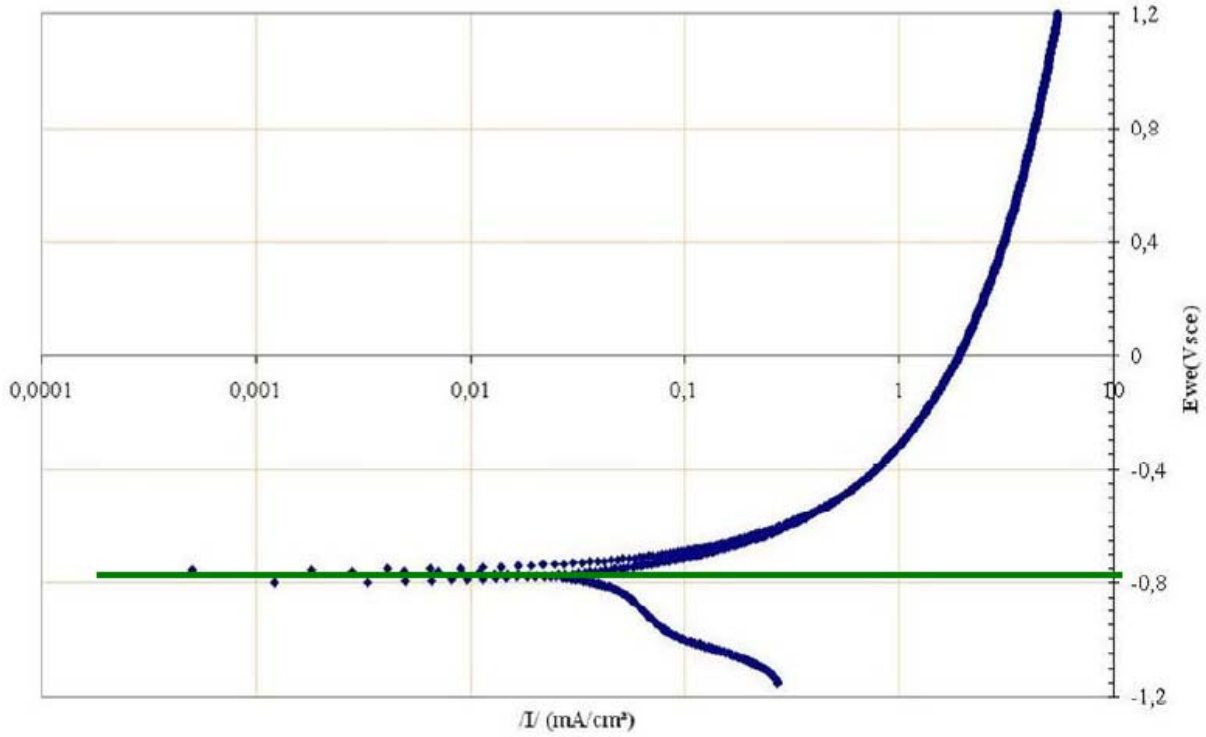


Figure II-34 : Courbe de polarisation de l'acier API 5L X52.

Cette valeur est conforme à la littérature **[7]** pour ce type d'acier. Pour réaliser une réduction, nous appliquons un potentiel inférieur à ce potentiel libre. Les essais sous hydrogène électrolytique seront réalisés à un potentiel constant de $-1V_{sce}$, et dans une solution électrolytique standard : NS4 (Natural Soil 4), dont les caractéristiques sont données dans le tableau II-18.

Composé chimique	Formule brute	Composition en mg/L
Chlorure de potassium	KCl	122
Sodium hydrogénocarbonate	$NaHCO_3$	483
Chlorure de calcium dihydraté	$CaCl_2,2H_2O$	181
Sulfate de magnésium heptahydraté	$MgSO_4,7H_2O$	131

Tableau II-18 : Composition chimique de la solution NS4.

Le pH de notre solution est automatiquement régulé entre 6,6 et 6,8. Ces valeurs correspondent au pH de la terre, qui entoure les pipelines (environ 6,7). Pour maintenir constante cette valeur, durant nos essais, nous introduisons un bullage discontinu de dioxyde de carbone (CO_2), par le biais d'une vanne proportionnelle commandée à l'aide d'un automate PID.

L'électrolyse de la solution aqueuse produisant de l'oxygène, un bullage continu d'azote (N_2) est assuré, ce qui a pour but de désaérer la solution électrolytique.

La cellule de chargement en hydrogène électrolytique et ses différents composants sont présentés sur la figure II-36.

A chaque fois que nous aurons recours à un chargement électrolytique, nous utiliserons les paramètres définis précédemment, quel que soit le type d'essai à réaliser : Chargement en hydrogène d'éprouvette de traction ou fatigue en flexion 3 points sur des éprouvettes tuiles romaines.

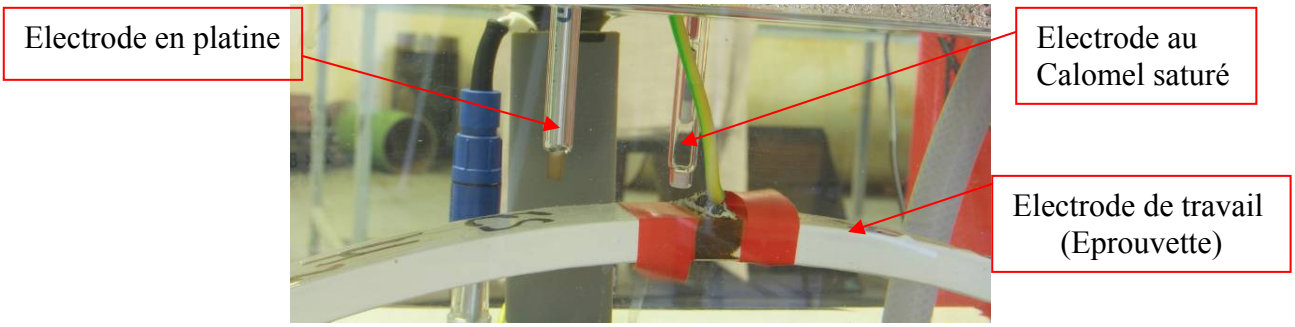


Figure II-35 : Electrodes de l'électrolyse.

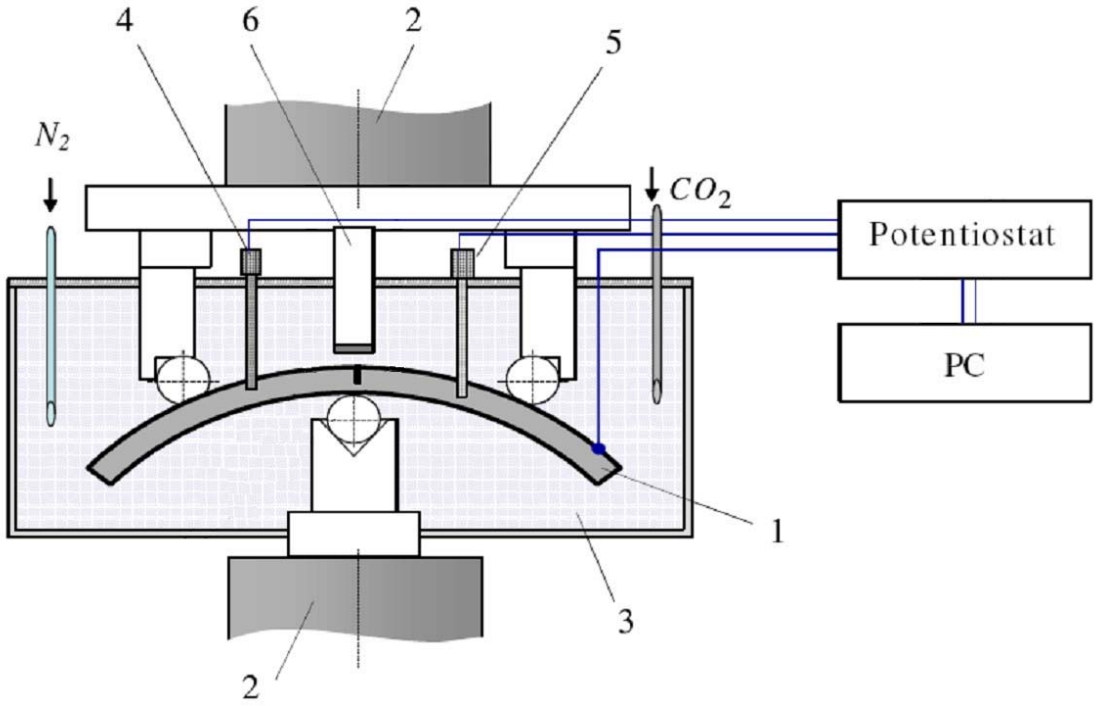


Figure II-36 : Cellule d'électrolyse.
1- Eprouvette Tuile Romaine; 2- Vérin hydraulique de la machine de fatigue et cellule de charge dynamique; 3- Cellule de corrosion contenant la solution NS4; 4- Electrode de pH; 5-Electrode de référence au calomel saturé; 6- Electrode auxiliaire en platine.

II.5.2. Mesure des quantités d'hydrogène absorbées par électrolyse

II.5.2.1. Principe de mesure

Le chargement en hydrogène électrolytique est assez compliqué à quantifier. L'éprouvette ne peut absorber la totalité créée. Cette concentration d'hydrogène absorbée est fonction de la quantité de courant en jeu pendant la réaction, donc de la variation du courant de polarisation.

Yan et Weng **[8]** ont proposé une méthode basée sur la perméabilité de l'acier utilisé. Pour se faire, ils ont comparé la quantité de courant en jeu, lors du chargement en hydrogène électrolytique d'une éprouvette (réduction de l'éprouvette de travail), et lors de son déchargement (oxydation de l'éprouvette de travail). Ces essais nécessitent l'utilisation d'un potentiel de corrosion plus faible que le potentiel libre de l'acier à tester, lors de la phase de chargement, et d'un potentiel de corrosion supérieur, lors de la phase de déchargement.

La partie utile des éprouvettes, Figure II-37, doit être limitée, polie et mesurable. Le reste de l'éprouvette doit, quant à lui, être isolé électriquement. L'utilisation de peinture à base époxy s'avère efficace. Elle est très isolante et possède une grande résistance en milieux agressifs.

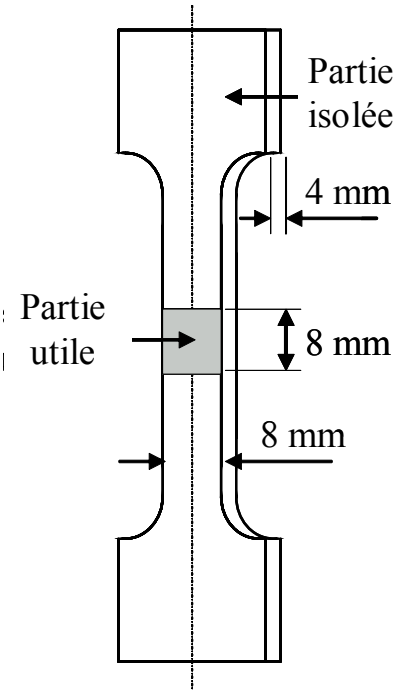


Figure II-37 : Eprouvette de chargement/déchargement en hydrogène.

Durant la phase de chargement, l'éprouvette est placée dans un becher, Figure II-38, rempli d'une solution NS4 (Natural Soil 4). La mesure du courant de corrosion se fait par l'intermédiaire d'une électrode au Calomel saturé, plongé dans un second becher rempli d'une solution de chlorure de potassium (KCl). Un pont salin de type Agar/Agar, permet de relier électriquement les deux bechers. Un bullage continu d'azote dans le becher contenant l'éprouvette, limite les effets néfastes de l'oxygène. Enfin une seconde électrode, située dans le même becher que précédemment, dite de référence, en platine, sert à appliquer le potentiel cathodique, qui doit rester constant durant l'essai.
Cette méthode nécessite l'enregistrement, tout au long de l'essai, de la variation du courant de corrosion. L'utilisation de la relation (11) permet d'obtenir la quantité d'hydrogène créée Q_H^{ev} :

$$Q_H^{ev} = \int_0^{\tau_{exp}} I_{cath}(\tau) d\tau \qquad \text{sous } E_{cath}=\text{const.} \qquad (11)$$

Où :
I_{cath} est le courant cathodique de polarisation (en mA),
τ le temps (en s),
E_{cath} le potentiel cathodique constant (en V_{SCE}).

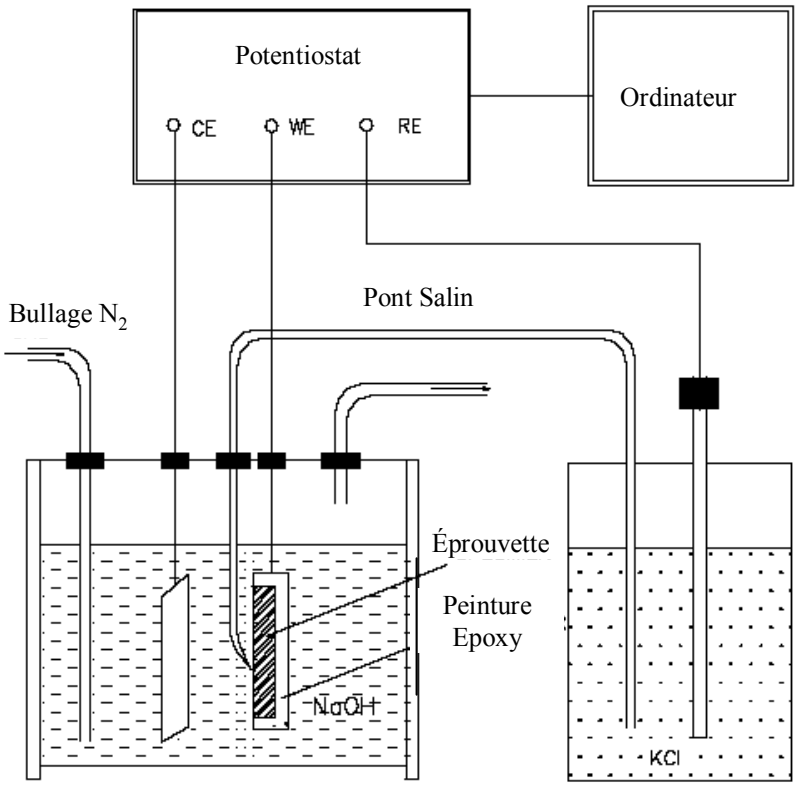


Figure II-38 : Cellule de chargement électro-chimique.

La seconde partie de la méthode consiste à décharger immédiatement l'éprouvette dans une solution de soude (NaOH à 0,2 mole). La cellule de déchargement est identique à la cellule de chargement, Figure II-38 ; seule la solution NS4 est remplacée par la solution de soude.

L'hydrogène existe dans le métal sous forme d'atome et non de molécule de dihydrogène (H_2). Donc, le fait d'utiliser une solution de soude, permet la diffusion des atomes d'hydrogène absorbés vers la surface extérieure de l'éprouvette, qui vont être oxydés, et permettre ainsi la création du courant d'oxydation correspondant, selon la réaction suivante :

$$H \rightarrow H^{+} + e^{-}$$

Selon le même principe, il est nécessaire d'enregistrer l'évolution du courant de corrosion, figure II-39. La formule (12) permet d'obtenir la quantité d'hydrogène absorbée Q_H^{abs} :

$$Q_H^{abs} = \int_0^{\tau_{dis}} \left[I_H(\tau) - I_{réf}(\tau) \right] d\tau \quad sous \quad E_{anodic} = const \ . \tag{12}$$

Où :
I_H est le courant anodique de polarisation (en mA),
$I_{réf}$ le courant anodique de polarisation de référence (en mA),
τ le temps (en s) et E_{anodic} le potentiel anodique constant (en V_{SCE}).
La valeur du courant anodique de polarisation de référence est obtenue en déchargeant une éprouvette vierge (sans chargement électrolytique au préalable).

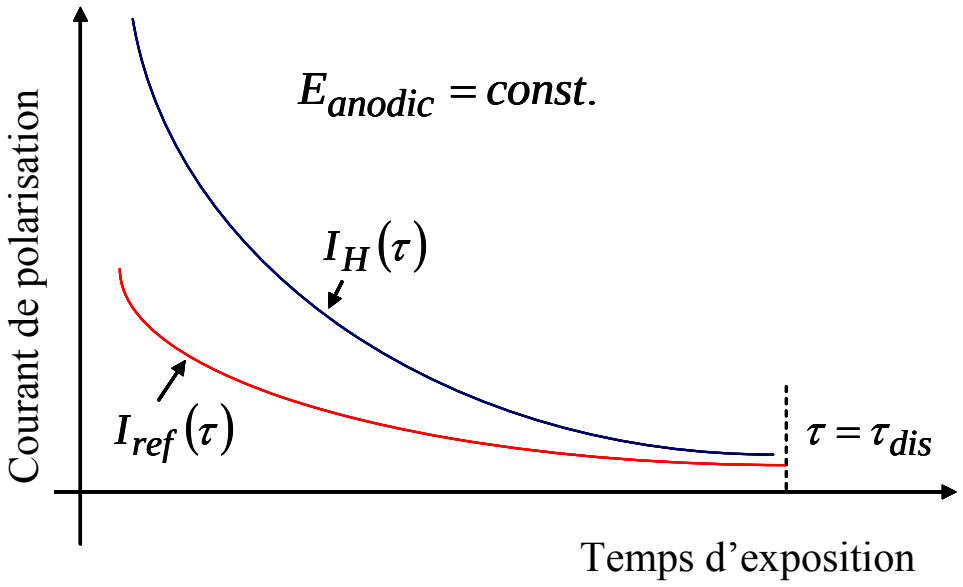


Figure II-39 : Exemple de déchargement d'hydrogène sous potentiel anodique [9-10].

Le calcul de la concentration en hydrogène absorbée peut se déduire en appliquant la relation suivante :

$$C_H = \frac{Q_H^{abs}}{Z_e . F_f . v} \qquad (13)$$

Avec :
z_e nombre d'électrons de l'élément considéré (ici z_e =1 pour l'hydrogène),
F_f la constante de Faraday (96 500 C/mol),
v le volume utile de l'éprouvette.
Le rapport k_Q, donné par la relation (14), permet de qualifier le type d'exposition réalisé : sévère, moyenne ou faible.

$$k_Q = \frac{Q_H^{abs}}{Q_H^{ev}} \qquad (14)$$

Q_H^{ev} : Quantité d'hydrogène créée (en mA.s),

Q_H^{abs} : Quantité d'hydrogène absorbée (en mA.s).

II.5.2.2. Concentration d'hydrogène absorbée lors d'un chargement électrolytique

En adaptant la méthode proposée par Yan et Weng **[8]**, à notre étude, nous pouvons chiffrer la quantité d'hydrogène absorbée par notre acier, durant son chargement électrolytique.
Les temps de chargement sont compris entre 1 heure et 168 heures. Par contre, le temps de décharge est fixé à 1 heure.
La figure II-40 représente les courbes de quantité d'hydrogène créée et absorbée en fonction du temps, pour l'acier API 5L X52.

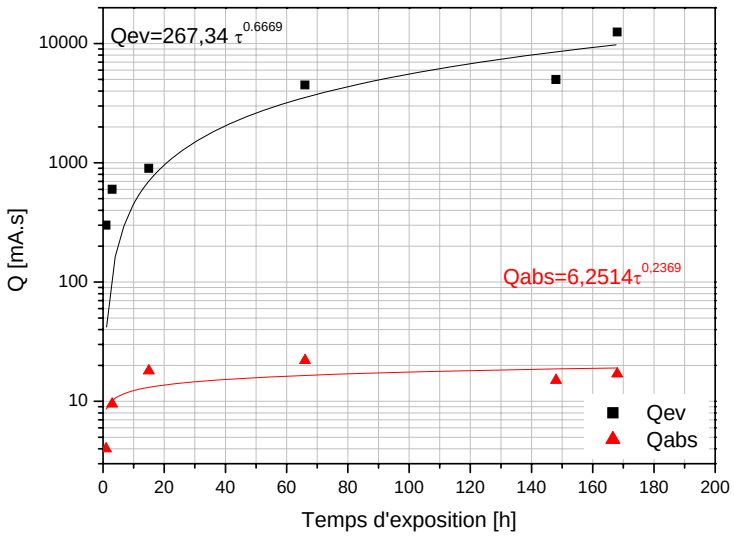


Figure II-40 : Quantité d'hydrogène créée et absorbée par l'acier API 5L X52.

La figure II-40 met en évidence un phénomène de saturation en hydrogène du matériau. A partir de 50 heures de chargement, les quantités d'hydrogène absorbées n'évoluent quasiment plus. L'évolution des quantités d'hydrogène créées ou absorbées, en fonction du temps, peut être approximée par une loi puissance.
En utilisant l'équation (13), nous obtenons les courbes représentant l'évolution de la concentration d'hydrogène dans le matériau en fonction du temps de chargement en hydrogène électrolytique, Tableau II-19 et Figure II-41.

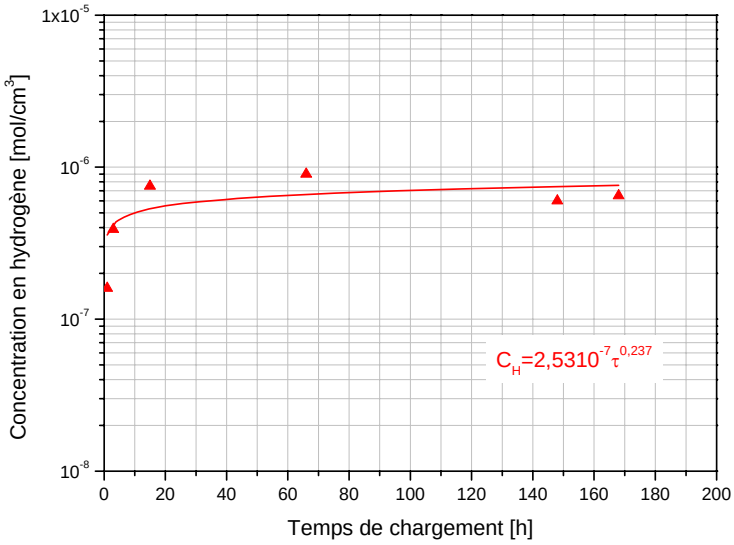


Figure II-41 : Evolution de la concentration en hydrogène en fonction du temps de chargement.

L'équation (15), permet de convertir les valeurs de concentration sous une forme plus couramment utilisée en chimie ou par les compagnies gazières **[11]**.

$$ppm = C_H . \frac{V_m}{M_m} \quad (15)$$

Avec :
ppm : particules par million,
C_H : concentration en hydrogène (en mol/cm^3),
V_m : volume molaire (24,45 L.mol^{-1} à 25°C et sous 760 mm Hg),
M_m : masse molaire (pour l'hydrogène : 2 g.mol^{-1}).

$C_H^{acierX\ 52} = A\tau^m$		
A (mol.cm^{-3})	A'(ppm)	m
2,53.10^{-7}	**3092,93**	**0,237**

Tableau II-19 : Loi d'évolution de la concentration en hydrogène.

La figure II-42 met en évidence l'efficacité du chargement électrolytique. On montre que très peu d'hydrogène pénètre dans le métal, par rapport aux quantités créées, environ 2% pour l'acier API 5L X52. On remarque également, que l'efficacité maximale du chargement n'est pas proportionnelle au temps de chargement.
Une dizaine d'heures suffisent pour obtenir le rendement maximum. Ce qui tendrait à dire que le matériau se sature rapidement en hydrogène.

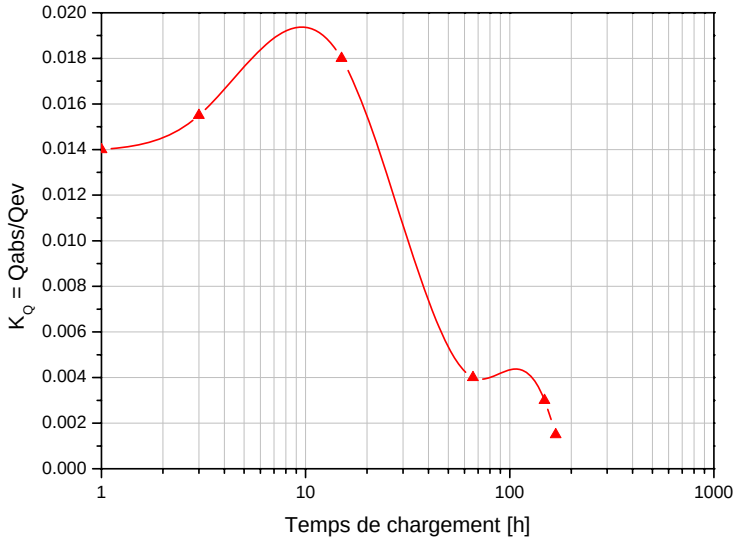


Figure II-42 : Efficacité du chargement de l'acier API 5L X52.

En utilisant les résultats obtenus par application du modèle de Sofronis [12], donnant l'évolution de la concentration en hydrogène dans l'épaisseur du tuyau sous une pression gazeuse d'hydrogène, Figure II-40, il est possible d'approximer la concentration moyenne d'hydrogène présente dans le tube, après 72 heures sous 60 bars. Il suffit d'intégrer la fonction, représentant l'évolution de la concentration le long de l'épaisseur du tuyau :

$$C_{H,tuyau} = \frac{1}{V_{tuyau}} . \int_0^L \int_0^{2\pi} \int_{R_{int}}^{R_{ext}} C_{H(r)} . r dr d\theta dl \quad (16)$$

Avec :

V_{tuyau} : volume du tuyau (cm^3),
$C_{H(r)}$: concentration radiale en hydrogène ($mol.cm^{-3}$),
L : longueur du tuyau (cm),
R_{int} : rayon intérieur du tuyau (cm),
R_{ext} : rayon extérieur du tuyau (cm).
La variation de la concentration radiale en hydrogène, Figure II-43, peut être approchée par la relation (17) :

$$C_{H(r)} = 4.10^{-6} .r^6 - 2{,}56.10^{-4} .r^5 + 6{,}83.10^{-3} .r^4 - 9{,}72.10^{-2} .r^3 + 7{,}78.10^{-1} .r^2 + 3{,}32 .r + 5{,}91$$

En utilisant la relation (17), nous obtenons alors la valeur moyenne de la concentration en hydrogène dans le tuyau :

$$C_{Hgaz,tuyau} = 1{,}45.10^{-8}\ mol.cm^{-3}$$

La loi d'évolution de la concentration en hydrogène électrolytique en fonction du temps, pour l'acier API 5L X52, étant connue, à la suite des essais précèdent, nous pouvons alors comparer les deux principes de chargement.

$$C_{Hélectrolytique} = 6{,}97.10^{-7}\ mol.cm^{-3}$$

Soit une concentration 48 fois plus importante. Le fait que la concentration en hydrogène soit 48 fois plus importante lors des essais sous hydrogène électrolytique, permet d'avoir une conclusion conservative quant aux faits d'utiliser de l'hydrogène gazeux dans le réseau de transport européen.

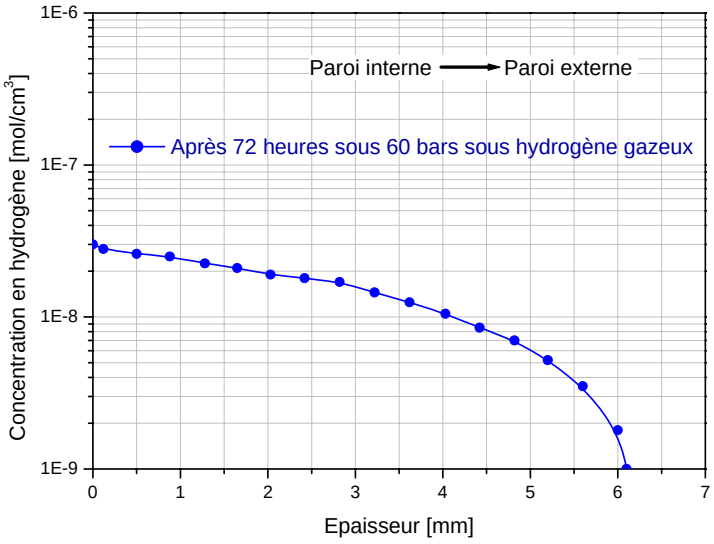


Figure II-43 : Evolution de la concentration en hydrogène dans l'épaisseur du tuyau.

II.6. Conclusion partielle du chapitre II

Dans ce chapitre, nous avons présenté le matériau, l'acier API 5L X52, et la procédure de son endommagement par sablage et par hydrogène.

L'étude du matériau est focalisée sur :

- Le mode de fabrication de source (tuyau) qui possède un diamètre extérieur de 610 mm et une épaisseur de 11mm.
- La méthode de prélèvement des éprouvettes dans les deux sens du tuyau : longitudinal (L) et transversal (T).
- La composition chimique et l'observation microstructurale de l'acier, qui montre que la ferrite est majoritaire dans cette structure.
- La mesure de la taille de grains réalisée par trois méthodes : Méthode par comptage du nombre de grains, méthode par comparaison avec des images types, méthode par mesure directe. La taille moyenne confirmée, par les trois méthodes, est de 7.8 µm dans les deux sens L et T.

L'endommagement par érosion de sable a été réalisé par une sableuse 2700 équipée d'un manomètre qui permet d'adapter la puissance désirée. L'alimentation du sable se fait par effet venturi, permettant d'avoir un débit de sablage constant durant toute l'opération de sablage.

Le sable utilisé était le corindon (Al_2O_3), de taille moyenne de grains comprise entre 300 et 400µm.

Les paramètres d'essai ont été fixés (pression de l'air 4 bar, vitesse 32 m/s,…). La vitesse du flux d'air mesurée à l'aide d'un anémomètre représente une vitesse moyenne du vent de sable dans la nature particulièrement dans les régions sahariennes.

Les variables sont le temps de sablage et le rayon d'entaille d'éprouvette. Un montage a été conçu et fabriqué afin de fixer l'éprouvette et réaliser les essais de sablage.

En réalisant les essais de sablage, nous avons évalué la perte de masse et le volume érodé dans les deux sens L et T en fonction de temps de sablage et du rayon d'entaille. En plus, la variation des paramètres d'entaille a été mesurée.

L'endommagement dans le sens T est plus important que celui dans le sens L, ce qui nous permet de conclure que la résistance du matériau, à une charge dynamique (impact de sable), est plus faible dans ce sens (T).

Pendant le sablage, l'angle d'entaille diminue contrairement à la croissance du rayon et de la profondeur d'entaille.

Nous constatons la tendance supérieure du volume érodé en fonction du rayon d'entaille. Ceci peut être justifié par la quantité de sable impactée, plus importante pour un grand rayon d'entaille.

L'autre type d'endommagement de l'acier X52 sous hydrogène a été effectué en réalisant l'électrolyse de l'eau.

Le potentiel libre relevé sur la courbe de polarisation de l'acier X52 est de -0,79Vsce. Les essais sous hydrogène électrolytique ont été réalisés à un potentiel constant de -1Vsce, et dans une solution électrolytique standard : NS4 (Natural Soil 4).

Puisque l'éprouvette ne peut absorber la totalité d'hydrogène créée, la quantité et la concentration d'hydrogène absorbée ont été évaluées en comparant la quantité de courant en jeu, lors du chargement en hydrogène électrolytique d'une éprouvette (réduction de l'éprouvette de travail), et lors de son déchargement (oxydation de l'éprouvette de travail). Les temps de chargement sont compris entre 1 heure et 168 heures. Par contre, le temps de décharge est fixé à 1 heure.

Nous constatons qu'à partir de 50 heures de chargement, les quantités d'hydrogène absorbées n'évoluent quasiment plus. Nous introduisons très peu d'hydrogène dans le métal, par rapport aux quantités créées, environ 2% pour l'acier API 5L X52.

Références bibliographiques du chapitre II

[1] J. Barralis, G. Maeder, Métallurgie : élaboration, structures-propriétés, normalisation, Editions AFNOR/Nathan, Paris, NF EN ISO 643/2624, NF A 05-154, p. 213-216, 2005.

[2] S. Bahadur and R. Badruddin, Erodent particle characterization and the effect of particle size and shape on erosion, Wear (138), p. 189-208, 1990.

[3] F.T. Barwell, Wear of metals, Wear (1), p. 317-332, 1958.

[4] Décret no 99-1046 du 13 décembre 1999 relatif aux équipements sous pression, Modifié par les décrets n° 2003-1249 du 22 décembre 2003 et 2003-1264 du 23 décembre 2003.

[5] A. Brass, J. Chene, L. Coudreuse, Fragilisation des aciers par l'hydrogène : étude et prévention, Les Techniques de l'Ingénieurs, M175, 2000.

[6] J.L. Crolet, G. Beranger, Corrosion en milieu aqueux des métaux et alliages, Les Techniques de l'Ingénieurs, M150, 1998.

[7] P. Morales-Gil et al., Corrosion inhibition of pipeline steel grade API 5L X52 immersed in a 1 M H2SO4 aqueous solution using heterocyclic organic molecules, Electrochimica Acta 49, pp. 4733–4741 2004.

[8] M. Yan, Y. Weng, Study on hydrogen absorption of pipeline steel under cathodic charging, Corrosion Science 48, p432–444, 2006.

[9] J. Capelle, J. Gilgert, I. Dmytrakh, G. Pluvinage, Sensitivity of pipelines with steel API X52 to hydrogen embrittlement, I. J. of hydrogen energy 33, 7630-7641, 2008.

[10] J. Capelle, J. Gilgert, G. Pluvinage, A fatigue initiation parameter for gas pipe steel submitted to hydrogen absorption, I. J. of hydrogen energy 35, 833-843, 2010.

[11] J. Capelle, Étude de la nocivité d'un défaut de type éraflure sur une conduite destinée au transport de gaz naturel soumise à une pression d'hydrogène, mémoire de thèse, université de Metz, 2008.

[12] P. Sofronis, Y. Liang, N. Aravas, Hydrogen induced shear localisation of the plastic flow in metals and alloys, Eur. J. Mech. A/Solids 20, p. 857-872, 2001.

Chapitre III

Evolution des propriétés mécaniques de l'acier API 5L X52 Sous sollicitations statique, dynamique et fatigue

III.1. Introduction

Dans l'industrie pétrolière, le transport et le stockage des gaz et des dérivés pétroliers sur des grandes distances, se réalisent plus couramment par un réseau de tuyaux. Mais, les surfaces de ces structures sont souvent l'objet d'endommagement de diverses sortes.

Dans cette étude, nous traitons l'endommagement de l'acier API 5L X52 par érosion de sable (paramètre environnemental) et par hydrogène (un des dérivés pétroliers). La procédure d'endommagement du matériau, par sablage et par hydrogène, est présentée dans le chapitre II.

Les défauts, formés par cet endommagement, se traduisent le plus souvent par une éraflure ou une griffure. En assimilant un défaut à une entaille, nous évaluons les caractéristiques statiques, dynamiques et de fatigue du matériau en utilisant des éprouvettes entaillées, dans les deux sens du tuyau : longitudinal (L) et transversal (T).

L'hydrogène, absorbée par les parois du tuyau, se déplace facilement entre les sites cristallins de l'acier et affecte les propriétés mécaniques du matériau, paragraphes I.3.2 et I.3.3. L'impact de sable à la surface d'entaille, peut constituer une autre source de variation de la plastification du matériau. L'influence de l'érosion par impact de sable est détaillée dans le paragraphe I.1.

Pour la suite, nous présentons les travaux suivants :

- Essais statiques de traction : Le but est d'évaluer la loi de comportement du matériau en utilisant des éprouvettes de référence, sablées et chargées en hydrogène. Le sablage s'applique sur l'une des deux faces de l'éprouvette, afin de simuler l'effet d'érosion réelle. Suite à nos observations, les éprouvettes seront sablées pendant 8 heures ou seront chargées en hydrogène pendant 100 heures. Au delà de ces valeurs, nous avons eu un phénomène de saturation du matériau.

- Essais dynamiques de Choc par mouton-pendule Charpy : Pour étudier la variation de l'énergie de rupture et la ténacité de matériau (le matériau a subi une charge dynamique liée à l'impact des grains de sable). Dans ce stade, deux paramètres seront pris en compte : le temps de sablage, compris entre 1h et 8h, et la géométrie d'entaille avec un rayon d'entaille compris entre 0.25 et 1mm.

- Essais de fatigue en flexion 3 points pour simuler l'action de la pression interne dans le tuyau (entre 40 et 70 bars). Nous avons réalisé nos essais sur des éprouvettes courbes (usinées dans le sens T), issues directement d'un tuyau. Ces éprouvettes ne sont pas normalisées puisque le tuyau a une forte courbure (610 mm de diamètre) et une faible épaisseur (11 mm).

Quatre types d'essais sont réalisés :

- Essais à l'air sur des éprouvettes de référence et sablées.
- Essais sous hydrogène sur des éprouvettes de références et sablées.

Les propriétés mécaniques de l'acier sont déterminées à l'air dans un premier temps, puis après sablage avec ou sous hydrogène. L'explication du déroulement des différents essais réalisés, ainsi que le dépouillement et l'analyse des résultats, seront présentés.

III.2. Essais statiques : Influence du sablage et de l'hydrogène sur la loi de comportement de l'acier API 5L X52

III.2.1. Réalisation d'essais

La loi de comportement du matériau a été obtenue en réalisant des essais de traction sur des éprouvettes prélevées sur un pipeline dans les deux directions longitudinale (L) et transversale (T). La géométrie des éprouvettes sollicitées est présentée sur la figure III-1.

Ces échantillons sont plats de section rectangulaire. Leurs dimensions respectent la norme européenne NF EN 10002-1 [1]. De plus, l'extraction et l'usinage des éprouvettes ont été réalisés de telle sorte que la surface moyenne du tuyau coïncide avec celle des éprouvettes de traction.

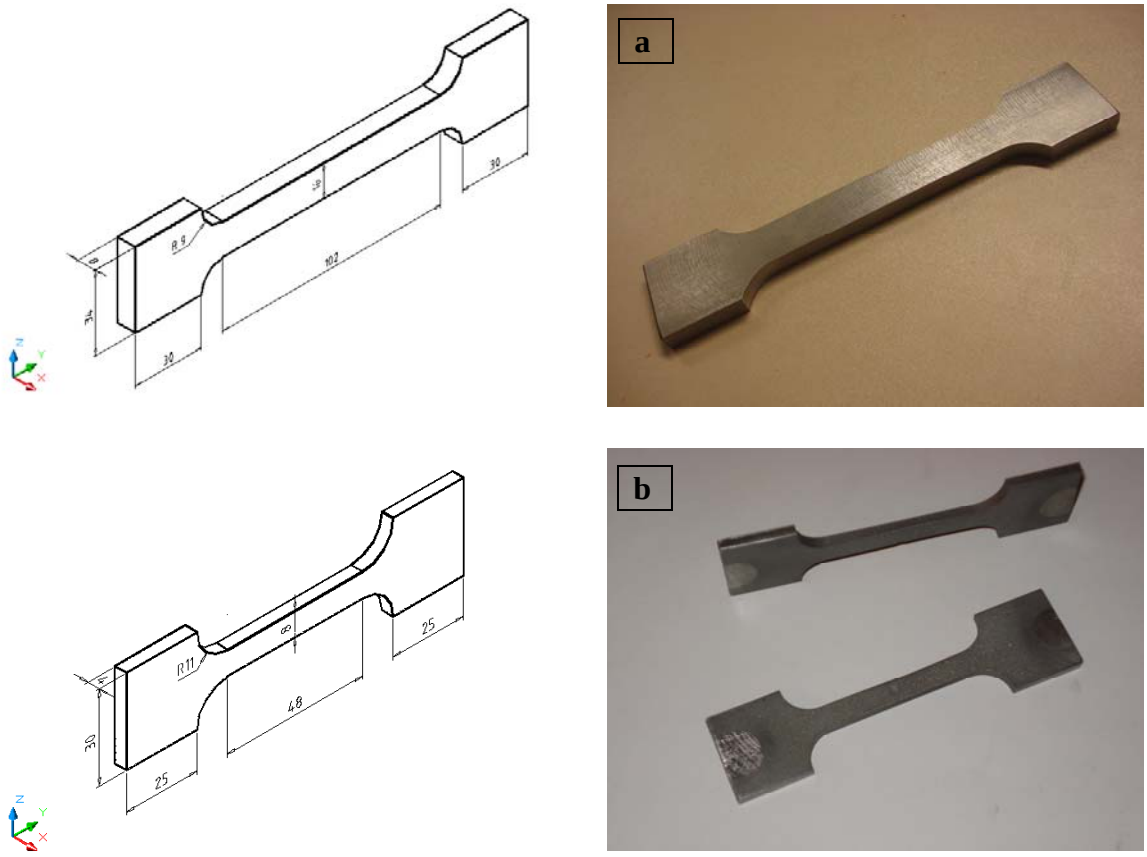


Figure III-1 : Géométrie des éprouvettes de traction :
a) Sens L,
b) Sens T.

Ces essais sont réalisés sur une machine de traction INSTRON 5585H, Figure III-2, en accord avec la norme européenne [1]. Cette machine, équipée d'une cellule de charge statique de ±250 kN et de mors pneumatique. Elle permet la sollicitation d'éprouvettes allant de quelques dixièmes de millimètre d'épaisseur à 15mm. La déformation en traction de l'éprouvette, dans les deux sens, longitudinal et transverse, est contrôlée à l'aide d'un extensomètre vidéo bi-directionnel, Figure III-2.

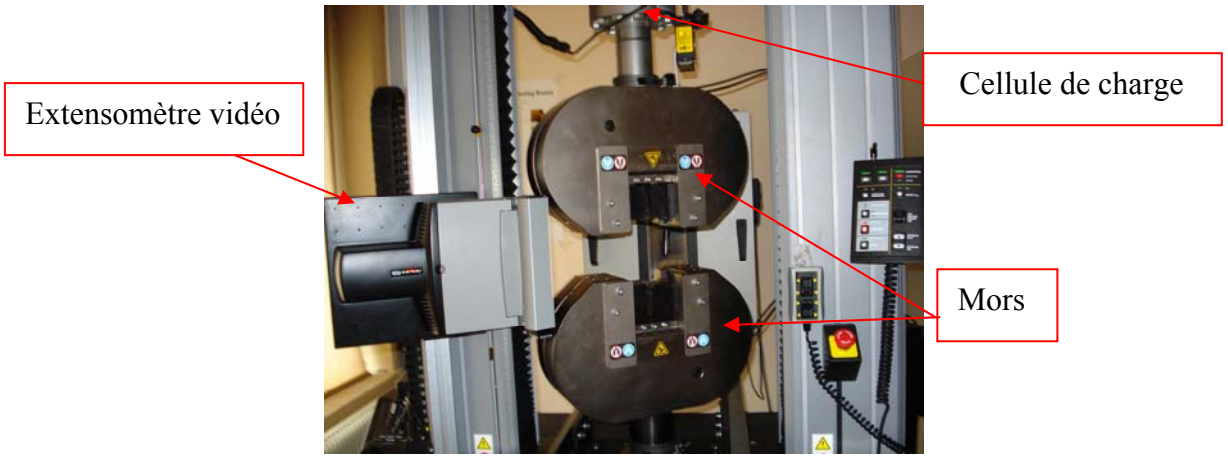


Figure III-2 : Machine de traction/compression INSTRON 5585H.

Les essais sont pilotés en contrainte, puis en déformation (une fois la limite d'élasticité dépassée). La traverse mobile de la machine se déplace en fonction d'une vitesse d'application de la contrainte. Jusqu'au point d'inflexion de la courbe contrainte-déformation, la consigne en vitesse de chargement est de 7 MPa/s. Afin de limiter l'échauffement au niveau de la zone déformée, sur l'éprouvette, la seconde partie de la courbe est obtenue avec un autre type de consigne. La traverse est pilotée en vitesse de déformation, soit 0,05%/s.

Dans la suite de notre étude, l'ensemble des éprouvettes vierges sollicitées, sans pré-charge par sablage ou en hydrogène, seront appelées éprouvettes de référence.

Pour étudier l'influence de l'érosion par sablage sur les propriétés statiques du matériau, dans les deux sens L et T, l'une des deux faces des éprouvettes de traction a été sablée pour une période prédéfinie. Le principe et les conditions d'essais de sablage sont présentés dans le paragraphe II.3 du chapitre II.

L'influence de l'hydrogène a été aussi étudié en utilisant des éprouvettes de traction T chargées en hydrogène électrolytique. Seule une zone bien définie et délimitée (8x8 mm^2), Figure II-32, a subi un chargement en hydrogène pendant 100 heures. Le reste de l'éprouvette est recouvert de peinture anticorrosion, peinture à base époxy.

Ces éprouvettes sont celles qui nous ont permis également de quantifier les quantités d'hydrogène réellement introduites dans cet acier, paragraphe II.5.2 du chapitre II.

Le principe du chargement en hydrogène électrolytique est le même que celui exposé dans le paragraphe II.5.1.2, chapitre II. La solution électrolytique reste la solution NS4. Le chargement se fait sous un potentiel constant, fixé à – $1V_{sce}$. Un bullage continu d'azote est appliqué pour limiter l'effet de l'oxygène. Le pH est contrôlé et ajusté automatiquement par bullage de dioxyde de carbone. Une fois le chargement effectué, ces éprouvettes sont sollicitées en traction avec les mêmes paramètres que les éprouvettes de référence.

Le tableau III-1 résume les différentes étapes à respecter lors d'un essai de traction. Afin de garantir les meilleures conditions de chargement cathodique, nous avons remarqué que la qualité de l'état de surface était importante. De plus, il est nécessaire d'éliminer toute entaille ou défauts de surface qui pourraient constituer des faiblesses locales et fausser ainsi l'essai de traction.

Pour les essais de traction, utilisant des éprouvettes de référence et celles sablées, les étapes 6 à 12, du tableau III-1, ne sont pas nécessaires à réaliser.

Avant de réaliser l'essai, la surface, face à l'extensomètre, doit être marquée en quatre points. Les deux points longitudinaux déterminent la longueur initiale d'éprouvette ainsi que sa déformation au cours de l'essai, et les deux points transversaux permettent à l'extonsomètre de mesurer la déformation dans ce sens.

Etape	Opération	Eprs. de référence	Eprs. sablées	Eprs. chargées en H_2
1	Découpage des échantillons dans les deux sens du tuyau L et T	x	x	x
2	Cubage des éprouvettes par usinage traditionnel	x	x	x
3	Usinage par commande numérique du profil de l'éprouvette	x	x	x
4	Polissage des deux faces de l'éprouvette (Papier 120 à papier 600)	x	x	x
5	Sablage de l'une des deux faces d'éprouvette suivant un temps prédéfini (8 heures)		x	
6	Polissage de finition au disque feutre chargé d'alumine de la face à charger en hydrogène			x
7	Rinçage puis séchage de l'échantillon	x	x	x
8	Protection de la surface à charger par un film adhésif			x
9	Application de trois couches de peinture Epoxy			x
10	Décollage du film adhésif, révélant ainsi la partie calibrée à charger			x
11	Chargement sous hydrogène électrolytique suivant un temps prédéfini (100 heures)			x
12	Décapage de la peinture			x
13	Mesure de la section de l'éprouvette	x	x	x
14	Marquage de deux couples de points au feutre sur l'éprouvette, pour permettre le suivi de la déformation longitudinale et transversale par l'extensomètre vidéo	x	x	x
15	Mise en place de l'éprouvette dans les mors pneumatique	x	x	x
16	Déclenchement du programme de traction	x	x	x
17	Conduite automatique de l'essai et acquisition par la machine de traction jusqu'à la rupture de l'échantillon	x	x	x

Tableau III-1 : Différentes étapes nécessaires à la réalisation d'un essai de traction.

III.2.2. Résultats

III.2.2.1. Caractéristiques statiques du matériau dans le sens longitudinal (L)

Des essais de traction ont été réalisés sur quatre éprouvettes (L) de géométrie identique : deux éprouvettes vierges de toute sollicitation ou traitement serviront de référence, les deux autres ont été sablées pendant huit heures ; le sablage est appliqué sur l'une des deux faces de l'éprouvette.

Les courbes, contraintes-déformations, Figure III-3, représentent le comportement de l'acier API 5L X52, avant et après sablage, dans le sens longitudinal. Les propriétés statiques du matériau dans ce sens sont présentées par le tableau III-2. La figure III-4 illustre les éprouvettes rompues par les essais de traction.

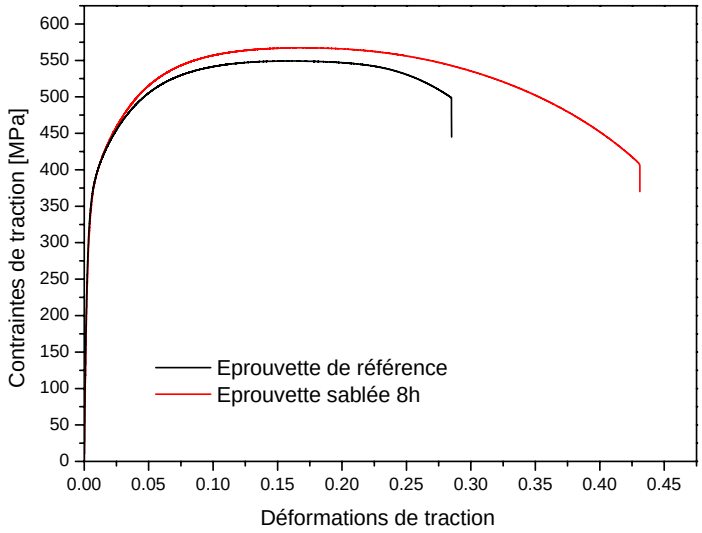


Figure III-3 : Loi du comportement de l'acier API 5L X52 dans le sens longitudinal L avant et après sablage.

Type d'éprouvette	N°	E (GPa)	R_m (MPa)	$R_{p\ 0.2}$ (MPa)	Coef. de Poisson ()	Déformation de traction à Rupture (%)
Référence	1	180.80	549.25	320.72	0.3	28.85
	2	184.47	546.22	315.11	0.3	21.02
	MOY	182.64	547.74	317.92	0.3	24.94
Sablées	1	169.25	567.29	320.59	0.3	33.91
	2	174.30	555.26	322.75	0.3	34.09
	MOY	171.78	561.28	321.67	0.3	34

Tableau III-2 : Influence du sablage sur les propriétés statiques de l'acier API 5L X52 dans le sens L.



Figure III-4 : Eprouvettes L après rupture :
a) Eprouvettes de référence,
b) Sablées pendant 8 heures.

III.2.2.2. Caractéristiques statiques du matériau dans le sens transversal (T)

Des essais ont été réalisés sur huit éprouvettes (T) identiques : trois éprouvettes de référence, trois sablées pendant huit heures (le sablage a été appliqué sur l'une de deux faces de l'éprouvette) et deux éprouvettes chargées en hydrogène électrolytique pendant cent heures.

Les courbes conventionnelles expérimentales de l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation du matériau, dans le sens transversal, sont présentées sur la figure III.5. Ces courbes ont été obtenues pour des éprouvettes de référence, sablées et chargées en hydrogène.

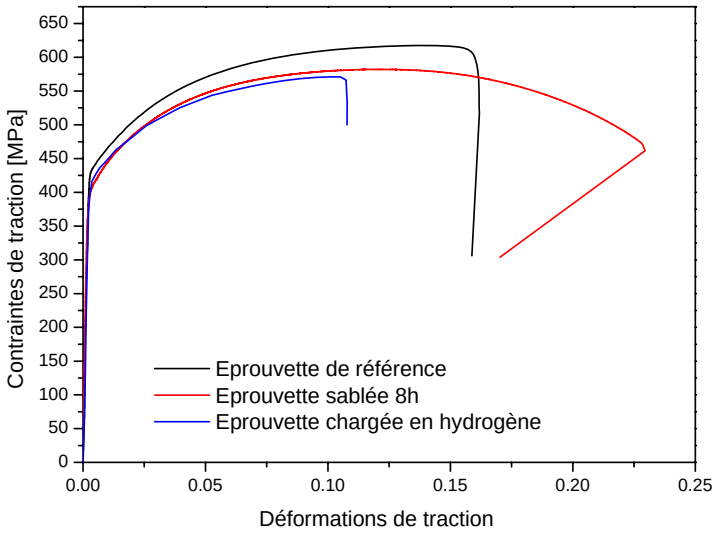


Figure III-5 : Loi de comportement de l'acier API 5L X52, dans le sens transversal T, pour des éprouvettes de référence, sablées pendant 8h, chargées en hydrogène pendant 100h.

Les propriétés statiques du matériau, de référence, sablé et chargé en hydrogène, dans le sens transversal T, sont portées dans le tableau III-3. La figure III-6 illustre des échantillons rompus.

Type d'éprouvette	N°	E (GPa)	R_m (MPa)	$R_{p\,0.2}$ (MPa)	Coef. de Poisson ()	Déformation de traction à Rupture (%)
Référence	1	201.31	616.65	437.03	0.3	16.17
	2	203.55	628.58	456.26	0.3	15.75
	3	219.24	635.35	458.91	0.3	22.58
	MOY	208.03	626.86	450.73	0.3	18.17
Sablées	1	167.96	585.72	435.79	0.3	23.54
	2	205.68	554.62	442.99	0.3	19.80
	3	209.61	582.03	408.17	0.3	20.34
	Moy	194.45	574.12	428.98	0.3	21.23
Chargées en hydrogène	Moy	200	570	420	0.3	10.56

Tableau III-3 : Influence du sablage et de l'hydrogène sur les propriétés statiques de l'acier API 5L X52 dans le sens T.

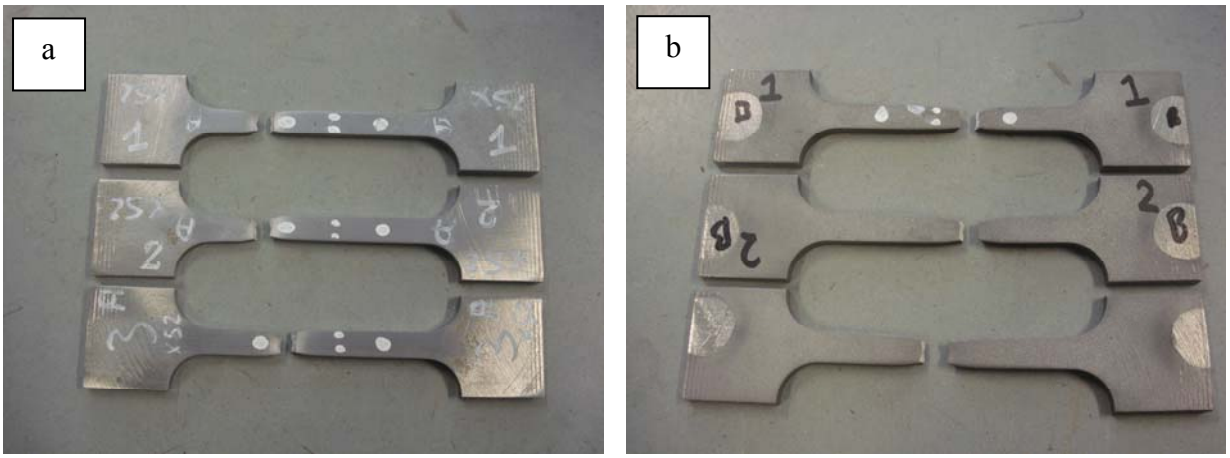


Figure III-6 : Eprouvettes T après la rupture :
a) Eprouvettes de référence,
b) Sablées pendant 8 heures,

III.2.3. Discussions

Au vue de ces résultats, Tableaux III-2 et III-3, il est possible d'affirmer que :

1. L'acier API 5L X52, sous sollicitation mécanique préalable (éprouvettes de référence), est plus résistant en sens T qu'en sens L. Ce comportement est lié aux bandes de ferrite et de perlite, plus compressées dans le sens T. Cet effet est produit lors de la fabrication du tuyau (roulé/soudé).

2. Le comportement du matériau dans les deux sens L et T, après huit heures de sablage, est différent :

a) Dans le sens L, le sablage augmente très peu la limite d'élasticité et la résistance à rupture. Par contre l'augmentation de la déformation à rupture est plus importante. Elle est, en moyenne, de 36 % par rapport aux éprouvettes de référence.

b) Dans le sens T, le sablage affecte peu la limite d'élasticité, en la réduisant de 4,7% et la résistance ultime de 8,3%. Par contre la déformation à rupture est augmentée, en moyenne, de 16,8%.

c) Dans ces deux configurations, le sablage agit sur les propriétés statiques du matériau, par diminution du module de Young de 6%. L'avantage de l'augmentation de la déformation à rupture est lié à la plastification des couches surfaciques, impactées par le sable, qui augmentent la ductilité du matériau.

3. L'hydrogène affecte peu la limite d'élasticité en la réduisant de 6,7% et la résistance à la rupture de 8,9%. Par contre, la déformation à rupture est considérablement diminuée sous l'effet de l'hydrogène, en moyenne, de 42 %. La forte chute de l'allongement à rupture est liée à l'absorption d'hydrogène qui permet de passer d'un comportement de rupture ductile à un comportement mixte.

III.3. Essais Charpy : Influence du sablage sur la ténacité de l'acier API 5L X52

III.3.1. Introduction

L'essai Charpy met en œuvre un mouton-pendule qui sollicite par choc un barreau entaillé afin de provoquer sa rupture. La grandeur résultante de cet essai est la résilience et correspond à une énergie absorbée par unité de section.

L'utilisation du principe d'une sollicitation par choc d'un barreau est née de l'incapacité des essais usuels (traction) à révéler la fragilité de certains aciers.

G. Charpy, dans sa communication de 1901 [2], en présentant les différents essais mécaniques par choc existants, souligne l'importance de l'utilisation de l'entaille sur les barreaux sollicités par choc. Il préconise l'emploi d'une entaille aigüe qui permet de diminuer le travail de flexion en localisant plus vite la déformation.

En France, on retrouve cet essai au cahier des charges de réception des aciers forgés utilisés dans la Marine dès 1912.

Durant cette période, un effort important est consacré à la comparabilité des essais de résilience obtenus dans les différents laboratoires [3]. Ce travail, encore d'actualité, a donné lieu à l'établissement de plusieurs normes. On retiendra la norme américaine ASTM E23 [4] et la norme européenne, sous la dénomination française NF EN 10045-1 et 10045-2 [5-6]. On notera ici que la différence entre ces deux normes réside essentiellement dans le rayon du couteau du marteau qui est de 8 mm pour la norme E23, et de 2 mm pour la norme NF.

L'essai Charpy, considéré comme un essai dynamique lent, donne l'influence de la vitesse de déformation sur les propriétés mécaniques des matériaux et plus particulièrement la ténacité. Cette influence est le résultat de l'emploi du critère de plasticité thermiquement activé associé au critère local de rupture. Celle-ci est décrite par la variation de la distribution des contraintes dans les zones de discontinuités géométriques, compte tenu de la forme d'entaille et aux différents types d'éprouvettes Charpy.

III.3.2. Principe de l'essai Charpy

Le but de l'essai Charpy, dit aussi essai de flexion par choc Charpy, est de mesurer la résistance d'un matériau à une sollicitation dynamique. Pour cela, une éprouvette entaillée est posée sur deux appuis et est rompue sous l'action du marteau d'un pendule qui vient la solliciter en son centre sur la face opposée à l'entaille, Figure III-7.

La grandeur obtenue est une énergie, différence entre l'énergie initiale et finale du pendule. Après correction des pertes dues au frottement, on obtient l'énergie nécessaire à la déformation et à la rupture de l'éprouvette, (Kv), dont on déduit la résilience K_{CV}, énergie de rupture, (Kv), divisée par la section nominale à l'endroit de l'entaille. Cette grandeur s'exprime en Joules par cm^2. La résilience n'est pas une grandeur intrinsèque au matériau, mais fonction de la géométrie de l'entaille.

L'énergie de la rupture (Kv) est représentée par l'expression suivant :

$$Kv = P(h_0 - h_1) - E_{frot} - E_{appuis} - E_{cin} \quad (1)$$

Avec :

h_0 : Hauteur initiale du marteau,

h_1 : Hauteur finale du marteau,

E_{frot} : Energie absorbée par frottement du pendule,

E_{appuis} : Energie absorbée par la déformation des appuis,

E_{cin} : Energie cinématique absorbée par l'éprouvette,

P : Poids (marteau + bras).

Le mouton pendule de Charpy se compose d'un couteau fixé sur un marteau, qui oscille dans un plan vertical autour d'un axe. Une partie de l'énergie emmagasinée dans la chute du pendule est utilisée pour rompre l'éprouvette. Le centre de gravité du pendule est toujours très voisin de l'arête du couteau du pendule, Figure III-7.

Pour exécuter l'essai Charpy, le couteau est écarté de la verticale d'une hauteur h_0 correspondant à une énergie de départ (en général proche de W_0 = 300 joules). On libère le couteau, qui dans sa chute, en passant à la verticale, rompt l'éprouvette. On mesure alors la hauteur h_1 à laquelle remonte le pendule pour calculer l'énergie non absorbée W_1. L'énergie absorbée par l'éprouvette est représentée par la différence $W_0 - W_1$.

Avec, $W_0 = P * h_0$ et $W_1 = P * h_1$ (2)

Les principales dimensions caractéristiques du Mouton pendule de Charpy, selon les normes NF EN 10045-1 et 100045-2 [5-6], sont présentées sur la figure III-7 et dans le tableau III-5.

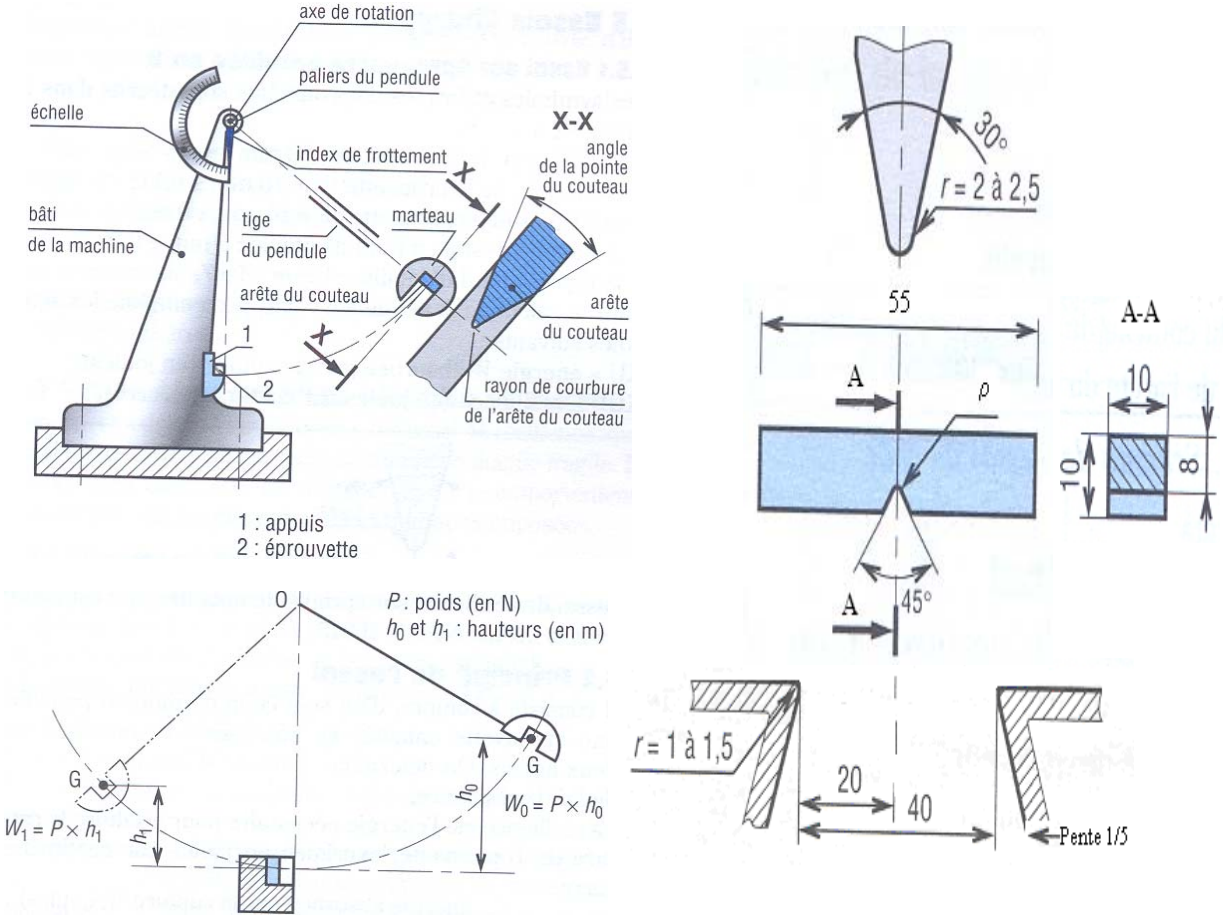


Figure III-7 : Description du mouton-pendule Charpy et du positionnement de l'éprouvette [7].

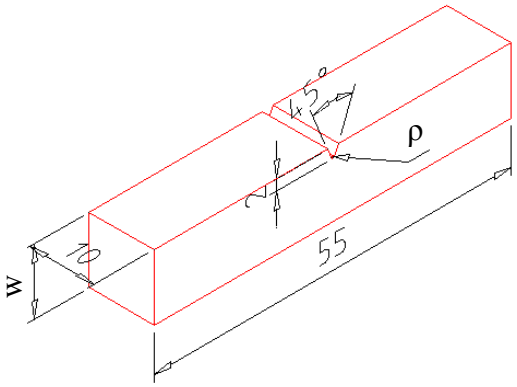
III.3.3. Manipulation et déroulement des essais

III.3.3.1. Eprouvettes

Les éprouvettes sont découpées à partir d'un tuyau de diamètre de 610 mm, dans les deux sens longitudinal (L) et transversal (T), Figure II-I. Etant donné les dimensions du tuyau (forte courbure et faible épaisseur), seule l'épaisseur diffère, Figure III-8. Les étapes de préparation des éprouvettes sont décrites dans le tableau III-4.

En effet, deux types d'entailles sont normalisés, en U et en V. Cependant l'entaille en V est la plus couramment utilisée pour tester les aciers de structure ferritique. Dans cette étude, seules les éprouvettes avec entaille en V ont été utilisées. Les conditions d'essai sont décrites par les normes NF NE 10045-1 et 10045-2 [5-6].

L'usinage d'entaille, en forme V, est réalisé au milieu d'échantillon par électroérosion. Les caractéristiques géométriques des éprouvettes sont identiques, sauf le rayon d'entaille varie entre 0.25 et 1 mm, Figure III-8.



Epaisseur d'échantillon	*Sens L*	*Sens T*
B	*10 mm*	*7.5 mm*

Figure III-8 : Géométrie de l'éprouvette Charpy.

Etape	Opération
1	Découpage d'un petit morceau du tuyau
2	Découpage des échantillons dans les deux sens du tuyau L et T
3	Cubage et correction de courbure des éprouvettes
4	Usinage de l'entaille par électroérosion
5	Mesure du profil d'entaille et de la section de l'éprouvette
6	Sablage des éprouvettes pour différents temps
7	Mesure du profil d'entaille et de la section de l'éprouvette
8	Mise en place de l'éprouvette sur les deux appuis
9	Réalisation d'essai Charpy

Tableau III-4 : Préparation des échantillons pour l'essai Charpy.

III.3.3.2. Réalisation de l'essai

Pour étudier l'influence d'impact des particules du sable sur la surface de matériau, nous avons réalisé préalablement un essai de sablage. Nous avons réalisé 48 essais (24 L et 24 T), pour six intervalles de temps différents : 0, 1h, 2h, 4h, 6h et 8h, et deux pour chaque intervalle de temps. L'essai de sablage est détaillé dans le paragraphe II-3.

Les échantillons sablés ont été soumis ensuite au test Charpy. Les caractéristiques de la machine sont présentées par la figure III-9 et par le tableau III-5.

Au cours du mode opératoire, nous avons respecté certaines conditions :

- L'essai est réalisé à une température ambiante. Cette température, dans la salle d'épreuve, est stable ou conforme.
- Pour l'essai normal, l'énergie nominale du mouton est de 300 joules.
- L'échantillon ne doit pas comporter d'amorce de rupture.
- L'éprouvette doit être disposée sur les appuis du mouton de Charpy de manière à ce que l'arrête du couteau du mouton vienne la frapper dans le plan de symétrie de l'entaille et sur la surface opposée à celle-ci. Afin de vérifier le centrage d'entaille entre les appuis, nous avons utilisé la pièce de réglage illustrée dans la figure III-10.

Le fonctionnement du mouton-pendule et le déroulement des essais suivent une procédure bien établie et répondent aux normes en vigueur. Les frottements du marteau sont déterminés par trois essais à vide avant chaque campagne d'essais, la valeur de l'énergie correspondante est directement prise en compte par un compteur (cadran angulaire de la machine), Figure III-9.

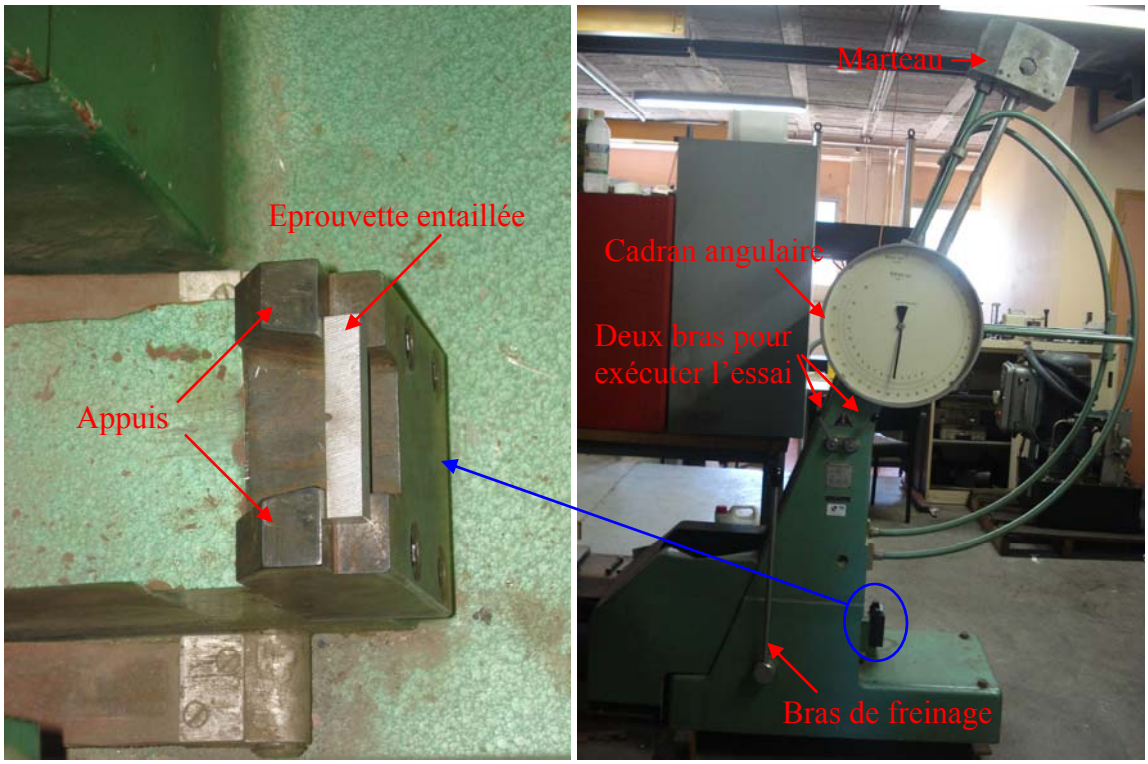


Figure III-9 : Machine Charpy utilisée.



Figure III-10 : Outil pour centrer l'éprouvette sur les appuis.

Caractéristiques du mouton - pendule	Dimensions
Distance entre appuis	40 mm
Rayon des appuis	1 mm
Angle au sommet du couteau du mouton	30°
Rayon de l'arête du couteau	2 mm
Masse de mouton- pendule	18,75Kg
Longueur du pendule (rayon de rotation)	825 mm

Tableau III-5 : Caractéristiques essentielles d'un mouton pendule Charpy.

III.3.3.3. Calcul de la ténacité utilisant le critère énergétique

En réalisant l'essai Charpy classique, la valeur de l'énergie totale absorbée à la rupture Kv, pour chaque échantillon, est directement donnée par l'aiguille du cadran angulaire. Nous avons calculé la résilience K_{CV} correspondant à cette énergie absorbée par unité de surface.

La détermination de la résilience se fait le plus souvent selon des corrélations empiriques spécifiques à chaque type de problème. L'emploi de ces corrélations s'avère donc peu recommandé dans le domaine industriel, compte tenu de la variété des paramètres qui le caractérise. Il s'agit donc d'établir la relation résilience-ténacité à l'échelle industrielle. Celle-ci permet de définir une corrélation mathématique entres les deux grandeurs K_{CV} et J_{Ic}, en se référant au critère de rupture.

La détermination de la ténacité du matériau J_{Ic} nécessite de connaitre l'énergie absorbée à l'amorçage de l'éprouvette (Uc). Pour cela, nous avons réalisé des essais sur une machine Charpy instrumentée. Les valeurs trouvées sont autour de 22% de l'énergie de rupture totale Kv.

En appliquant le critère énergétique, paragraphe I.2.4.5 [8-9] :

$$J_{IC} = \eta(\rho).\frac{U_C}{B\,b} \qquad (3)$$

Où :

J_{IC} : Ténacité,

U_C : Travail de rupture (à l'amorçage),

B : Epaisseur d'échantillon,

b : Taille du ligament d'échantillon,

η(ρ) : Facteur de proportionnalité.

Les valeurs de η(ρ), comprises entre 1.23 et 1.5, sont déterminées en fonction du rayon d'entaille et de la profondeur relative de l'éprouvette (a/W), Figure I-43 (a est la longueur d'entaille et W est sa largeur de l'éprouvette).

Dans notre étude, les dimensions de la section nominale de rupture sont :

- Dans le sens L : S_{rup} = B*b = 10*8 = 80 mm^2 et a/W = 0.2.
- Dans le sens T : S_{rup} = B*b = 10*5,5 = 55 mm^2 et a/W = 0.267.

III.3.4. Résultats

Les valeurs de ténacité, calculées à partir d'énergies de rupture enregistrées pour chaque échantillon au cours des essais, sont présentées dans les tableaux III-6 et III-7. Nous constatons que ces valeurs sont en fonction de deux paramètres :

- Le temps de sablage,
- Le rayon d'entaille.

A partir des données obtenues, nous traçons les courbes de variation de la ténacité en fonction de deux paramètres. Les figures III-11 et III-12 représentent respectivement sa variation dans les deux sens L et T.

Numéro de groupe	Rayon initial d'entaille [mm]	Temps de sablage [h] (Test de Sablage)	Energie totale absorbée à la rupture Kv [Jouls] (Test Charpy)	Uc (Jouls)	Section de rupture [mm^2]	Résilience Kcv [MJ/m^2]	Ténacité J_{1c} [KJ/m^2]
I	0.25	0	185.5	40.81	80.65	2.30006	688.18
		1	185.5	40.81	80.375	2.30793	690.53
		2	187.875	41.3325	79.42	2.36559	707.78
		4	178.25	39.215	79.2	2.25063	673.39
		6	179.125	39.4075	79.48	2.25371	674.31
		8	167.5	36.85	78.775	2.12631	636.19
II	0.50	0	182.25	40.095	80	2.27813	681.62
		1	184	40.48	79.815	2.30533	689.76
		2	179.5	39.49	79.53	2.25701	675.30
		4	172	37.84	79.18	2.17227	665.94
		6	179.75	39.545	79.6	2.25817	675.64
		8	172	37.84	78.62	2.18774	654.57
III	0.75	0	186.5	41.03	80.15	2.32689	696.20
		1	189.25	41.635	79.055	2.39390	716.26
		2	190.375	41.8825	79.86	2.38386	713.25
		4	168.5	37.07	78.77	2.13914	665.10
		6	177.25	38.995	78.125	2.26880	678.82
		8	169	37.18	78.145	2.16265	647.06
IV	1	0	195	42.9	80.16	2.43263	727.84
		1	196.25	43.175	80.31	2.44366	731.14
		2	192	42.24	79.875	2.40376	719.20
		4	186.5	41.03	79.7	2.34003	700.14
		6	201.5	44.33	78.765	2.55824	765.43
		8	181.25	39.875	78.745	2.30173	688.68

Tableau III-6 : Valeurs de la ténacité dans le sens longitudinal L.

Numéro de groupe	Rayon initial d'entaille [mm]	Temps de sablage [h] (Test de sablage)	Energie totale absorbée à la rupture Kv [Joules] (Test Charpy)	Uc (Joules)	Section de rupture [mm^2]	Résilience Kcv [MJ/m^2]	Ténacité J_{1c} [KJ/m^2]
I	0.25	0	50	11	54.18	0.9228	298.45
		1	48.5	10.67	53.8	0.9015	291.54
		2	48	10.56	52.04	0.9224	298.29
		4	45	9.9	51.1	0.8806	284.79
		6	48	10.56	51.22	0.9371	303.07
		8	45	9.9	48.6	0.9259	299.44
II	0.50	0	51.5	11.33	54.45	0.9458	291.31
		1	57	12.54	55.6	1.0252	315.76
		2	53	11.66	54	0.9815	302.30
		4	53.5	11.77	53.1	1.0075	310.32
		6	55.5	12.21	54.54	1.0176	313.42
		8	54.5	11.99	52.7	1.0342	318.52
III	0.75	0	56.5	12.43	55.4	1.0199	298.41
		1	53.5	11.77	52.2	1.0249	299.89
		2	58	12.76	53.8	1.0781	315.44
		4	57.5	12.65	49.7	1.1569	338.52
		6	60.5	13.31	49.92	1.2119	354.61
		8	55	12.1	48.16	1.1420	334.16
IV	1	0	59	12.98	53.34	1.1061	304.18
		1	60	13.2	52.18	1.1499	316.21
		2	56.75	12.485	51.18	1.1088	304.93
		4	65.5	14.41	53.04	1.2349	339.60
		6	62.5	13.75	51.16	1.2217	335.96
		8	63.5	13.97	48.93	1.2978	356.89

Tableau III-7 : Valeurs de la ténacité dans le sens transversal T.

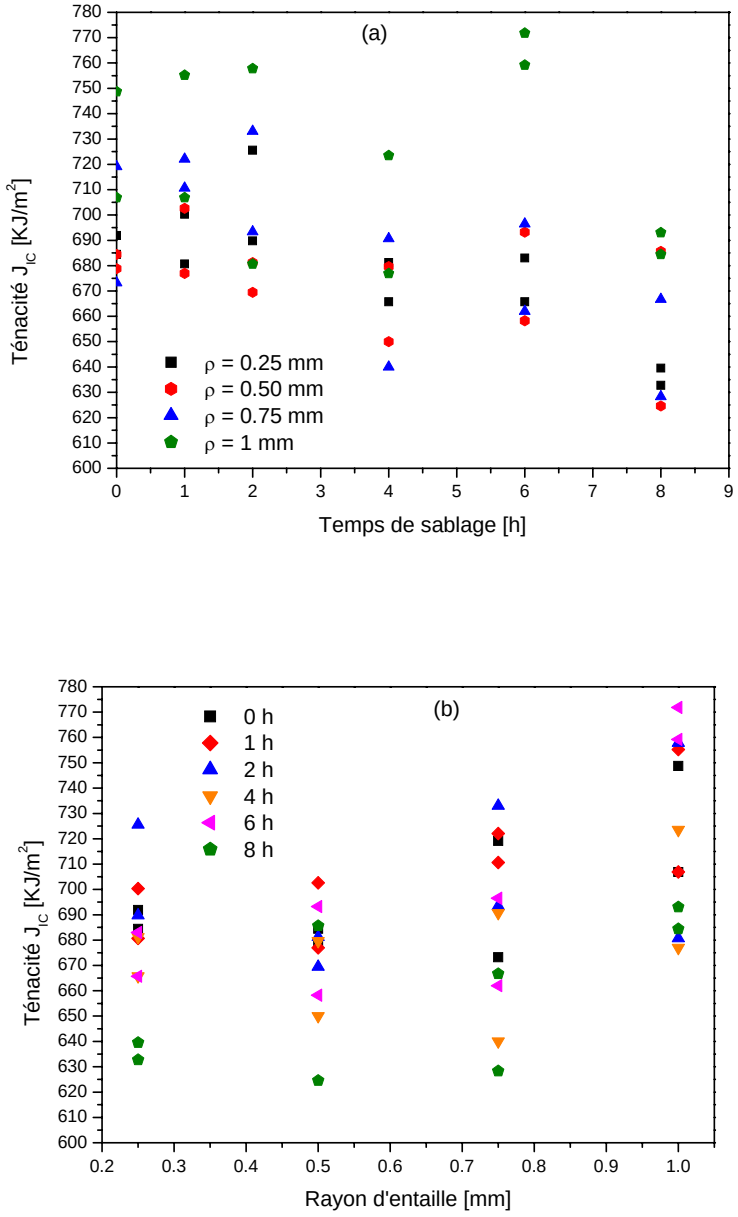
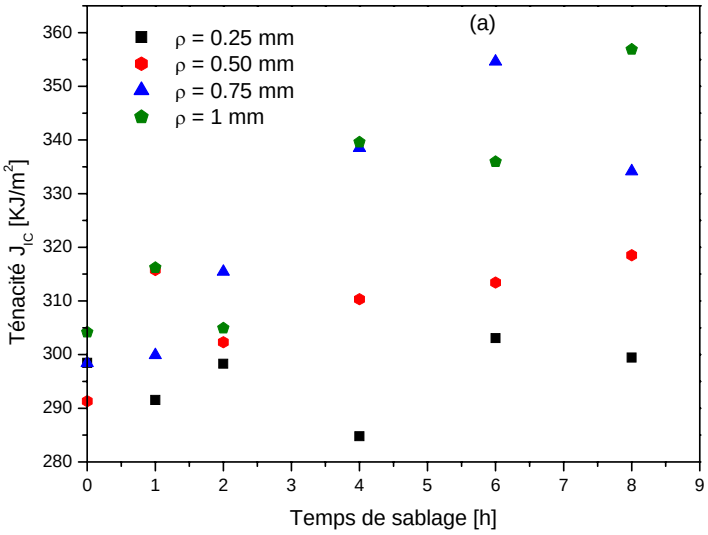


Figure III-11 : Variation de ténacité de l'acier API 5L X52, dans le sens longitudinal (L), en fonction du :
a) Temps de sablage,
b) Rayon initial d'entaille.



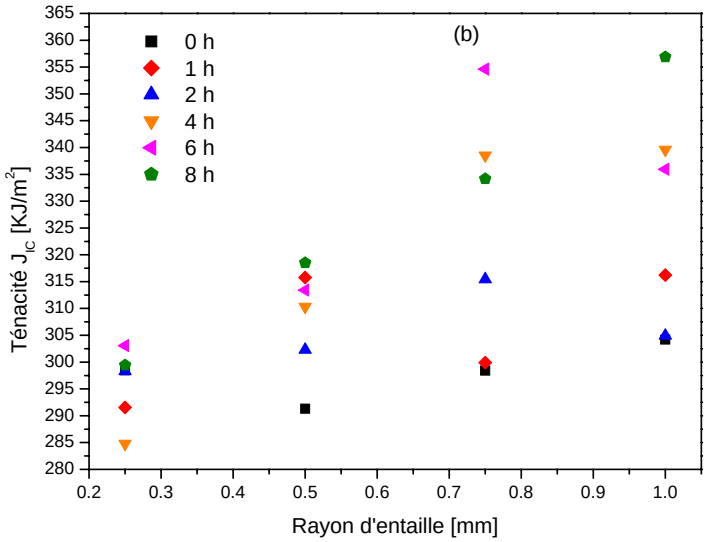


Figure III-12 : Variation de ténacité de l'acier API 5L X52, dans le sens transversal (T), en fonction du :
a) Temps de sablage,
b) Rayon initial d'entaille.

III.3.5. Discussion

Les valeurs de ténacité obtenues sont considérées comme la capacité du matériau à absorber de l'énergie. Il est remarquable que cette capacité se manifeste différemment dans les deux sens L et T. Le matériau avec entaille transversale (sens L) est plus résistant que celui avec entaille longitudinale (sens T).

Dans le sens longitudinal L, Figure III-11 :

1. Pour un rayon d'entaille de 0.25, 0.5 et 0.75 :

- La ténacité augmente pendant la première période de sablage (pendant une heure). Cette amélioration en résistance du matériau est liée à l'augmentation du rayon d'entaille (Figure II-24) et à l'écrouissage local des couches surfacique impactées par le sable.
- Entre une heure et deux heures de sablage, la ténacité diminue. Ce comportement confirme le début d'endommagement de la surface d'entaille caractérisée par un volume érodé.
- La ténacité évolue très peu jusqu'à six heures. Dans cette étape, le matériau est fissuré et accumule des déformations plastiques.
- Après, la ténacité diminue pour la deuxième fois. La chute de la capacité du matériau à absorber l'énergie est liée à l'accélération de l'érosion et à l'endommagement du matériau, très important dans cette étape.

2. Pour un rayon d'entaille égal à 1 mm, le comportement du matériau est similaire au précédent, mais avec un petit décalage dans les périodes de sablage. L'augmentation et la diminution de la ténacité ont lieu ultérieurement. La première est due à l'écrouissage local et à l'accumulation de la déformation plastique. La deuxième est due à l'endommagement par écaillage du matériau.

3. Après avoir observé le comportement du matériau entaillé dans le sens L et pour différents rayons d'entaille, sous sablage, il est confirmé que le sablage est néfaste pour la ténacité du matériau et sa résistance à rupture. Plus le temps de sablage croît, plus l'endommagement caractérisé par un volume érodé est important, et plus la ténacité diminue.

Dans le sens transversal T, Figure III-12 :

1. Pour un rayon d'entaille inférieur à 0.5 mm, la ténacité reste constante en fonction du temps de sablage. Le comportement du matériau entaillé avec un petit rayon d'entaille, reste équilibré d'une part avec l'augmentation de rayon d'entaille, et d'autre part avec l'endommagement par écaillage.

2. Pour un rayon d'entaille de plus de 0.5 mm, le sablage augmente la ténacité. Le volume érodé est moins important que l'augmentation du rayon d'entaille, Figure II-24.

3. Les résultats confirment que le temps de sablage améliore la ténacité du matériau entaillé dans le sens T.

Dans les deux sens L et T, la ténacité augmente avec le rayon d'entaille, Figures 11(b) et 12(b). Plus le rayon d'entaille est grand, plus la valeur de la contrainte maximale au fond d'entaille diminue et plus le facteur de concentration de contraintes est faible [8].

Nous remarquons une dispersion visible entre les échantillons soumis au même temps de sablage. Les valeurs de l'énergie de rupture dépendent aussi de l'écrouissage du matériau lié à l'énergie d'impact des particules du corindon sur la surface d'échantillon.

III.4. Essais de fatigue : Influence du sablage et de l'hydrogène sur la durée de vie de l'acier API 5L X52

III.4.1. Manipulation et déroulement des essais

Le but de ces essais est de montrer l'influence simultanée du sablage et de l'hydrogène sur la durée de vie de matériau. Pour se faire, un certain nombre d'essais de fatigue, en flexion 3 points, sur des éprouvettes Tuiles Romaines, ont été réalisés.

III.4.1.1. Eprouvettes

Des éprouvettes d'essai de fatigue ont été prélevées dans le sens transversal T. Leur épaisseur correspond à celle du tuyau et leur largeur est de 15 mm. Ces éprouvettes ne sont pas normalisées. Les dimensions du tuyau ne permettent pas d'utiliser des éprouvettes standards. Il s'agit des éprouvettes Tuiles Romaines, Figure III-13. Le tableau III-13 représente les étapes de préparation des éprouvettes.

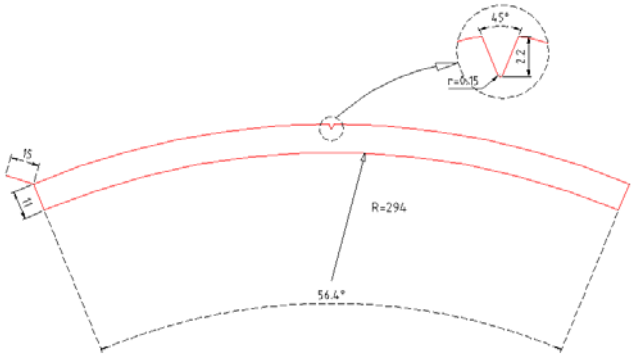


Figure III-13 : Géométrie de l'éprouvette de fatigue : Tuile Romaine.

Après avoir usiné les éprouvettes, les essais de sablage (paragraphe II-3) ont été réalisés pour différents intervalles de temps compris entre 1h et 20h. Nous concentrons notre étude pour une durée maximale de sablage de 8 heures, puisque l'endommagement et la durée de vie du matériau, au delà de 8h, évoluent très peu, Figure III-18.

La figure III-14 montre la zone d'endommagement d'une éprouvette sablée. La géométrie du profil d'entaille avant et après sablage est mesurée, Figure III-15, puisque la forme et les paramètres de l'entaille vont être amenés à changer. Nous constatons que les paramètres d'entaille ont été complètement modifiés.



Figure III-14 : Mode de sablage d'une éprouvette 'tuile romaine'.

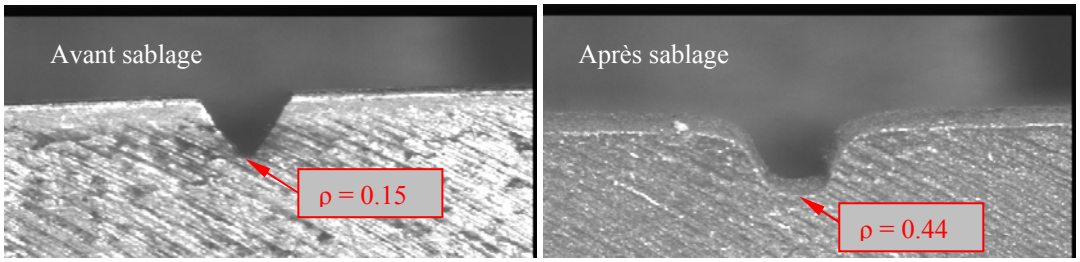


Figure III-15 : Evolution de la géométrie du profil d'entaille avant et après 8 heures de sablage.

Etape	Opération	Essai à l'air 'Epr. de référence'	Essai à l'air 'Epr. sablée'	Essai sous hydrogène 'Epr. de référence'	Essai sous hydrogène 'Epr. sablée'
1	Découpage d'un petit morceau du tuyau	x	x	x	x
2	Découpage des échantillons dans le sens T	x	x	x	x
3	Usinage et correction du profil d'éprouvettes	x	x	x	x
4	Usinage de l'entaille par électroérosion (ρ =0.15 mm)	x	x	x	x
5	Mesure du profil d'entaille	x	x	x	x
6	Sablage des éprouvettes pour différents temps		x		x
7	Mesure du profil d'entaille		x		x
8	Rinçage puis séchage de l'échantillon		x	x	x
9	Protection de la surface à charger par un film adhésif			x	x
10	Application de trois couches de peinture Epoxy			x	x
11	Décollage du film adhésif, révélant ainsi la partie calibrée à charger			x	x

Tableau III-8 : Etapes de préparation des échantillons pour différentes types d'essais de fatigue.

III.4.1.2. Machine et montage d'essai

Les éprouvettes préparées sont sollicitées en flexion trois points, pour simuler une pression interne de gaz. La machine utilisée, pour ces différents essais, est une machine de traction/compression hydraulique : INSTRON modèle 1341, Figure III- 16.

Trois cellules de charge Dynacell sont utilisées sur cette machine. La première a une capacité dynamique de ± 100 kN, la seconde de ± 25 kN et la dernière de ± 10 kN. Les différents essais réalisés, nécessitant des plages de capacités différentes, nous avons eu recours à ces trois types de cellules, elles ont des plages d'utilisation préférentielles. Il faut toujours appliquer des charges supérieures à 1% de la capacité maximale de la cellule.

Pour réaliser les essais de flexion trois points, un montage a été usiné, Figure III-17. Pour les essais sous hydrogène, une cellule en plexiglas, Figure III-17(b), est ajoutée par rapport à la configuration de référence à l'air. Sa fonction première, est de permettre l'immersion de l'éprouvette dans une solution électrolytique durant les essais.

L'homogénéité de la solution électrolytique est assurée par une pompe aspirant la solution au niveau du point A et la refoulant au niveau du point B, Figure III-17.



Figure III-16 : Machine de traction/compression INSTRON 1341 :
a) Essai à l'air,
b) Essai sous hydrogène.

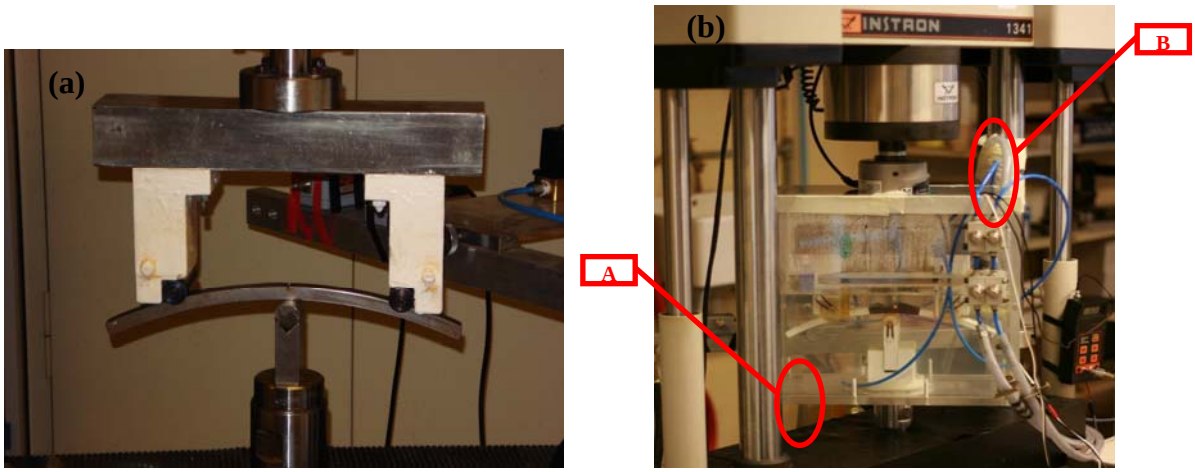


Figure III-17 : Montage de flexion 3 points pour l'essai :
a) A l'air,
b) Sous hydrogène.

III.4.1.3. Conditions des essais

Les essais de fatigue en flexion trois points ont été réalisés, avec ou sans hydrogène, en respectant les conditions suivantes :

- les éprouvettes sont sollicitées en fatigue selon un chargement sinusoïdal et pour un rapport de charge de 0,5. L'évolution journalière de la pression interne de ces pipelines est comprise entre 40 et 70 bars.
- La charge moyenne appliquée est comprise entre 750 et 2625 N.
- La fréquence des cycles est comprise entre 1,7 et 10 Hz pour les essais à l'air, et maintenue constante à 0,05 Hz pour les essais sous hydrogène. A l'air, il est possible de changer la fréquence d'un essai à un autre, ce qui n'est pas le cas dans les autres milieux, notamment lors d'essai de corrosion [10]. L'effet de l'hydrogène, comme tout phénomène de corrosion, a besoin de temps pour pénétrer et affecter l'acier [11]. Il faut être sûr que la rupture ne soit pas due exclusivement à la sollicitation mécanique de l'éprouvette.

III.4.2. Résultats

Les résultats des essais de fatigue réalisés, à l'air ou sous hydrogène, sont reportés dans le tableau III-9. Il représente le nombre de cycles à rupture pour les différentes éprouvettes utilisées. A partir de ces donnés, les courbes de Wöhler, en flexion 3 points, pour différents cas, sont déterminées, Figure III-18.

Charge moyenne	**Essais à l'air 'Echantillons de référence'**		**Echantillons sablés 8h**		**Echantillons sablés 20h**		**Echantillons sablés 1h**		**Essais sous hydrogène**	**Echantillons sablés 8h + H_2**
F_{moy} [N]	**N cycles**	**f**	**N cycles**	**f**	**N Cycles**	**f**	**N Cycles**	**f**	**N Cycles**	**N Cycles**
2625	9707	1	20251	1						
2250	29796	3,0	39218	2,0	32555	1,5				13181
1875	72902	3,0	59081	3,0	59705	2				26597
1688	100137	1,7							18987	34639
1519									31267	
1500	147013	3,5	218556	3,5	138270	2	148391	2		169453
1406									42320	
1350									70244	
1294									100173	
1238	273746	2,5							115307	
1125	366466	9,0	744472	4,0	837802	2,5	368886	2,5		
938	560323	10,0	1364343	10,0						
844	1059608	10,0	10610000	10,0	11682366	5				
750	3149004	16,0	10700000	10,0						

Tableau III-9 : Résultats d'essais de fatigue en flexion 3 points réalisés à l'air ou sous hydrogène.

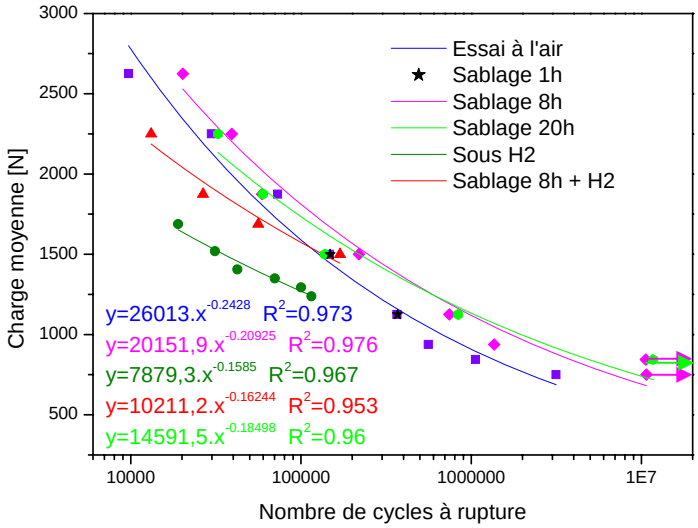


Figure III-18 : Courbes de Wöhler pour l'acier API 5L X52.

III.4.3. Discussion

A partir des résultats obtenus, Figure III-18, nous constatons que le sablage augmente la durée de vie et que l'hydrogène la diminue.

L'effet bénéfique du sablage est dû à trois paramètres principaux :
i) L'écrouissage local,
ii) Les contraintes résiduelles de compression au fond d'entaille, paragraphe IV.2.4,
iii) La croissance du rayon d'entaille pendant le sablage ; après 8 heures de sablage, le rayon varie de 0.15 à 0.44 mm, Figure III-15.

Le gain en durée de vie du matériau par sablage, par rapport à celle d'origine (essai à l'air), est fonction de la charge appliquée. Cette valeur varie de 32% au niveau de charge la plus élevée (2250N) à 143% pour une charge inférieure à 1000N, Tableau III-10.

En calculant le rapport du nombre des cycles à rupture des éprouvettes sablées pendant huit heures par rapport à celles d'origine, nous trouvons les résultats présentés dans le tableau III-10. A partir de ces donnés, nous traçons l'évolution de ce rapport en fonction de la charge maximale appliquée, Figure III-19. Nous constatons clairement que plus la charge est faible, plus R= $\mathbf{N_{rup,sab}}$ / $\mathbf{N_{rup,réf}}$ est grand et plus le gain en durée de vie est important.

Charge moyenne [N]	**$N_{rup,réf}$ éprouvettes de référence**	**$N_{rup,sab}$ éprouvettes sablées**	**Rapport** $R = \frac{N_{rup,sab}}{N_{rup,réf}}$	**Gain en durée de vie %** $\frac{N_{rup,sab} - N_{rup,réf}}{N_{rup,réf}} * 100$
2250	29796	39218	1.32	31,6
1500	147013	218556	1.49	48,7
1125	366466	744472	2.03	103,1
937,5	560323	1364343	2.43	143,5
750	3149004	10700000	3.4	239,8

Tableau III-10 : Valeurs du ratio résultant du nombre des cycles à rupture pour les éprouvettes sablées et celles de référence.

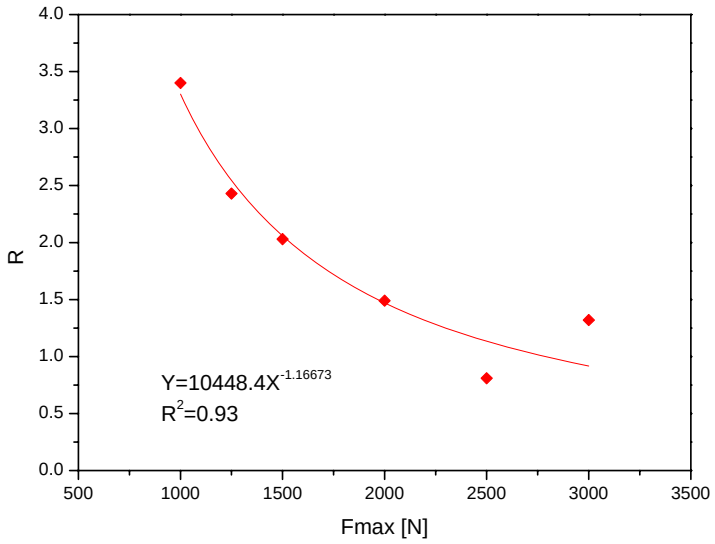


Figure III-19 : Variation du gain en durée de vie en fonction de la charge maximale appliquée.

En comparant la courbe d'essais à l'air avec celle sous hydrogène, on remarque que l'hydrogène est très néfaste pour la tenue en fatigue du matériau. Il provoque une diminution de la durée de vie de 81% pour une charge moyenne de 1688 N. Pour une charge moyenne de 1238 N, la perte de la durée de vie est de 58%, Tableau III-11. Pendant l'essai de flexion trois points sous hydrogène, l'importante densité de dislocations (Figure IV-6), au milieu d'éprouvette, où les contraintes sont les plus élevées, joue le rôle de pièges pour l'hydrogène. L'influence de l'hydrogène et le changement de la microstructure du matériau (en terme de taille de grain, Figure IV-5) sont à l'origine de la chute sévère de la durée de vie du matériau.

Concernant le matériau affecté par l'hydrogène et sous impact de sable, la durée de vie dépend de la charge appliquée. Pour une charge élevée, la durée de vie diminue, Figure III-18. Elle est de -56% pour une charge moyenne de 2250 N, tableau III-11. Plus la charge appliquée diminue, moins la chute de la durée de vie est importante. A partir d'une charge moyenne de 1500 N la durée de vie est supérieure à celle obtenue pour une éprouvette sollicitée à l'air. L'effet combiné de l'hydrogène et du sablage est alors annulé.

Charge moyenne [N]	**$N_{rup,réf}$ Epr. de référence**	**$N_{rup,H2}$ Epr. chargées en H_2**	**$N_{rup,sab,H2}$ Epr. sablées et chargée en H_2**	**Chute en durée de vie Epr. chargée en H_2 %** $\frac{N_{rup,H2} - N_{rup,réf}}{N_{rup,réf}} * 100$	**Variation de la durée de vie Epr. Sablée et chargée en H_2 %** $\frac{N_{rup,sab,H2} - N_{rup,réf}}{N_{rup,réf}} * 100$
2250	29796		13181		-55,8
1688	100137	18987		-81	
1500	147013		169453		+15,3
1238	273746	115307		-57,9	

Tableau III-11 : Variation de la durée de vie du matériau, chargé en hydrogène avec ou sans sablage, en fonction de la charge appliquée.

III.5. Conclusion partielle du chapitre III

Le comportement de l'acier API 5L X52 sous sollicitations statique, dynamique et en fatigue, sous sablage et avec ou sans hydrogène, a été évalué en réalisant les essais de :

- Traction,
- Charpy,
- Flexion trois points.

Les propriétés statiques et dynamiques de l'acier API 5L X52 ont été étudiées en utilisant des éprouvettes prélevées dans les deux sens d'un tuyau (L et T). La résistance statique du matériau, éprouvettes de référence, est plus importante en sens T qu'en sens L. Par contre, le matériau soumis à une charge dynamique résiste mieux dans le sens L que dans le sens T. Ce comportement est lié aux bandes de ferrite et de perlite plus compressées dans le sens T. Cet effet est produit lors de la fabrication du tuyau (roulé/soudé).

Dans ces deux configurations, le sablage agit sur les propriétés statiques du matériau, par augmentation de la déformation à rupture. Elle est, en moyenne, de 36 % dans le sens L et de 17 % dans l'autre sens T. Cet avantage est lié à la plastification des couches surfaciques, impactées par le sable qui augmentent la ductilité du matériau.

La déformation à rupture est considérablement diminuée sous l'effet de l'hydrogène, en moyenne, 42 %. La forte chute de l'allongement à rupture est liée à l'absorption d'hydrogène, qui permet de passer d'un comportement de rupture ductile à un comportement mixte.

La variation de la ténacité, considérée comme la capacité du matériau à absorber de l'énergie, a été étudiée en fonction de la période de sablage et du rayon d'entaille.

Dans les deux sens L et T, la ténacité augmente avec le rayon d'entaille, mais se manifeste différemment durant le sablage. Elle diminue dans le sens L et augmente dans l'autre sens T.

Dans le sens L, le sablage est néfaste pour la ténacité du matériau entaillé et sa résistance à rupture. Plus le temps de sablage croît, plus l'endommagement caractérisé par un volume érodé est important, et plus la ténacité diminue.

Dans le sens T, le temps de sablage améliore la ténacité du matériau entaillé. Le volume érodé est moins important que l'augmentation du rayon d'entaille. Plus le rayon d'entaille est grand, plus la valeur de la contrainte maximale au fond d'entaille diminue et plus le facteur de concentration de contraintes est faible.

Les valeurs de l'énergie de rupture et de la ténacité du matériau dépendent de plusieurs paramètres, à cause de l'énergie d'impact des particules du corindon sur la surface d'échantillon :

- Ecrouissage local du matériau,

- Accumulation de la déformation plastique,

- Variation du profil d'entaille et ses paramètres (augmentation du rayon),

- Endommagement par écaillage du matériau.

La variation de la durée de vie du matériau entaillé, sous l'influence du sablage et l'hydrogène, a été étudié en réalisant des essais de flexion trois points sur des éprouvettes tuile romaine prélevées dans le sens T.

En général, le sablage augmente la durée de vie, mais l'hydrogène la diminue. L'effet bénéfique du sablage est dû à trois paramètres principaux :

i) L'écrouissage local du matériau,

ii) Les contraintes résiduelles de compression au fond d'entaille,

iii) La croissance du rayon d'entaille pendant le sablage.

Le gain en durée de vie du matériau par sablage, par rapport à celle d'origine (essai à l'air), est fonction de la charge moyenne appliquée. Cette valeur varie de 32% au niveau de la charge moyenne la plus élevée (plus que 2250N) à 143% pour une charge moyenne inférieure à 1000N. Donc, plus la charge moyenne est faible, plus le gain en durée de vie est important.

L'hydrogène est très néfaste pour la tenue en fatigue du matériau. Il provoque une diminution de la durée de vie de 81%, pour une charge moyenne de 1688 N. Pendant l'essai de flexion trois points sous hydrogène, l'importante densité de dislocations, au milieu d'éprouvette, où les contraintes sont les plus élevées, joue le rôle de pièges pour l'hydrogène. L'influence de l'hydrogène et le changement de la microstructure du matériau sont à l'origine de la chute sévère de la durée de vie du matériau.

Concernant le matériau affecté par hydrogène et sous impact de sable, la durée de vie dépend de la charge moyenne appliquée. Pour une charge moyenne élevée, la durée de vie diminue. Elle est de -55% pour une charge moyenne de 2250 N. Plus la charge moyenne appliquée diminue, moins la chute de la durée de vie est importante. A partir d'une charge moyenne de 1500 N la durée de vie est équivalente à celle obtenue pour une éprouvette sollicitée à l'air. L'effet combiné de l'hydrogène et du sablage est alors annulé.

Références bibliographiques du chapitre III

[1] NF A 03-001, NF EN 10002-1, Essai de traction, Partie 1 : Méthode d'essai (à la température ambiante), Association Française de NORmalisation AFNOR, 1990.

[2] G. Charpy, Note sur l'essai des métaux à la flexion par choc de barreaux entaillés. Mémoire et comptes rendu de la société des ingénieurs civils de France, Pages 848-877, 190.

[3] T. Siewert, M. Manahan, C. McCowan, J. Holt, F. Marsh and E. Ruth, The history and importance of impact testing. In T. Sievert and M. Manahan, editors, Pendulum Impact Testing : A century of Progress, Pages 3-16, ASTM STP 1380, 2000.

[4] ASTM-E23, Standard test methods for notched bar impact testing of metallic materials, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, USA, 1992.

[5] NF EN 10045-1, Essai de flexion par choc sur éprouvette Charpy. Partie 1 : Méthode d'essai, Association Française de NORmalisation AFNOR, 1990.

[6] NF EN 10045-2, Essai de flexion par choc sur éprouvette Charpy. Partie 2 : Vérification de la machine d'essai, Association Française de NORmalisation AFNOR, 1992.

[7] F. Dominique, Essais mécaniques et lois de comportement, paris, hermès science publications, 2001, P : 216-217, 225-226.

[8] G. Pluvinage, Fracture and fatigue emanating from stress concentrators, Kluwer Academic Publishers, 2003.

[9] C.E. Turner, Methods for post yield fracture safety assessment, Post-yield Fracture Mechanics, 23-210, 1979.

[10] Y. Zhongping, J. Zhaohua, S. Xuetong, X. Shigang, W. Zhendong, Influence of the frequency on the structure and corrosion resistance of ceramic coatings on Ti–6Al–4V alloy produced by micro-plasma oxidation, Materials Chemistry and Physics 92, pp 408–412, 2005.

[11] International Standard ISO 7539-9, Corrosion of metals and alloys – Stress corrosion testing, Part 9: Preparation and use of pre-cracked specimens for tests under rising load or rising displacement, 2003.

Chapitre IV

- *Analyse de la microstructure de l'acier API 5L X52 après sablage*

- *Mesure des contraintes résiduelles et la dureté Hv*

Analyse de la microstructure de l'acier API 5L X52 après sablage

L'analyse de microstructure nous permet de répondre aux questions d'évolution des propriétés mécaniques du matériau sous sablage. Afin d'évaluer la déformation du matériau, nous avons réalisé les travaux suivants :

IV.1. Micrographie de surface de l'entaille sablée

La variation des propriétés mécaniques de l'acier API 5L X52 après le sablage est due à l'endommagement du matériau et à l'évolution de la microstructure. Pour observer ces changements, un **M**icroscope **E**lectronique à **B**alayage (MEB), Modèle JEOL-JSM 6490, est utilisé, Figure IV-1.

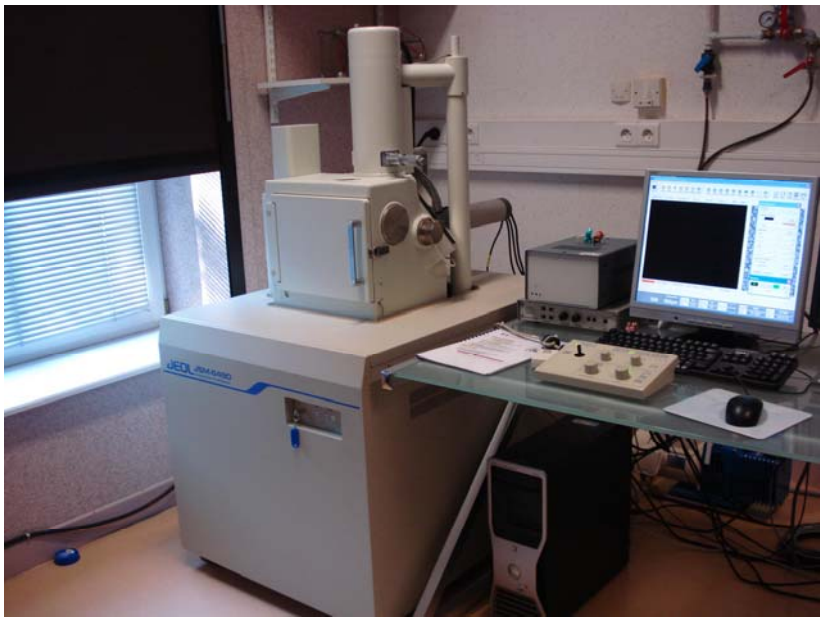


Figure IV-1 : Microscope électronique à balayage 6490W.

IV.1.1. Principe de base d'un MEB

La microscopie électronique à balayage (MEB) permet d'obtenir une image réfléchie (agrandie jusqu'à 100 000 fois ou plus) de l'échantillon.

Un MEB se compose de, Figure IV-3 :

1. Une source d'électrons (le canon d'électrons).

Les électrons sont produits par effet thermoélectronique à partir d'un filament de tungstène porté à haute température puis extraits au niveau du "Wehnelt" qui a aussi pour fonction, grâce au dessin de ses lignes de champ, de focaliser les électrons en un point ("cross over") qui sera l'équivalent d'une source lumineuse ponctuelle dans la suite, Figure IV-2.

Le filament de tungstène (en forme d'épingle à cheveux afin de localiser l'émission par effet de pointe pour obtenir une source plus ponctuelle et plus brillante) est souvent remplacé par une pointe taillée dans un monocristal de LaB_6 (hexaborure de lanthane) qui possède un meilleur rendement thermoélectronique. Dans les instruments les plus récents, les électrons sont émis par effet de champ : on utilise une pointe métallique très aiguë, dont l'extrémité ne comporte qu'un ou quelques atomes. Le champ électrique local, extrêmement intense, car lié à l'inverse du rayon de courbure, est suffisant pour extraire les électrons avec un fort rendement (brillance) à partir d'une surface très faible (ponctualité de la source), permettant un gain considérable sur les performances de l'instrument. Dans tous les cas, les électrons sont accélérés par la différence de potentiel entre le Wehnelt et une anode (diaphragme), mise à la masse pour des raisons de sécurité. Les tensions d'accélération classiques (typiquement V_0 = 10 à 50 kV) fixent l'énergie des électrons qui forment un faisceau presque monocinétique.

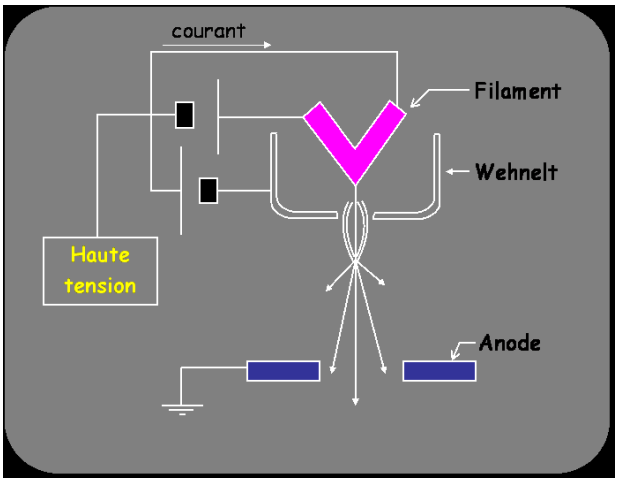
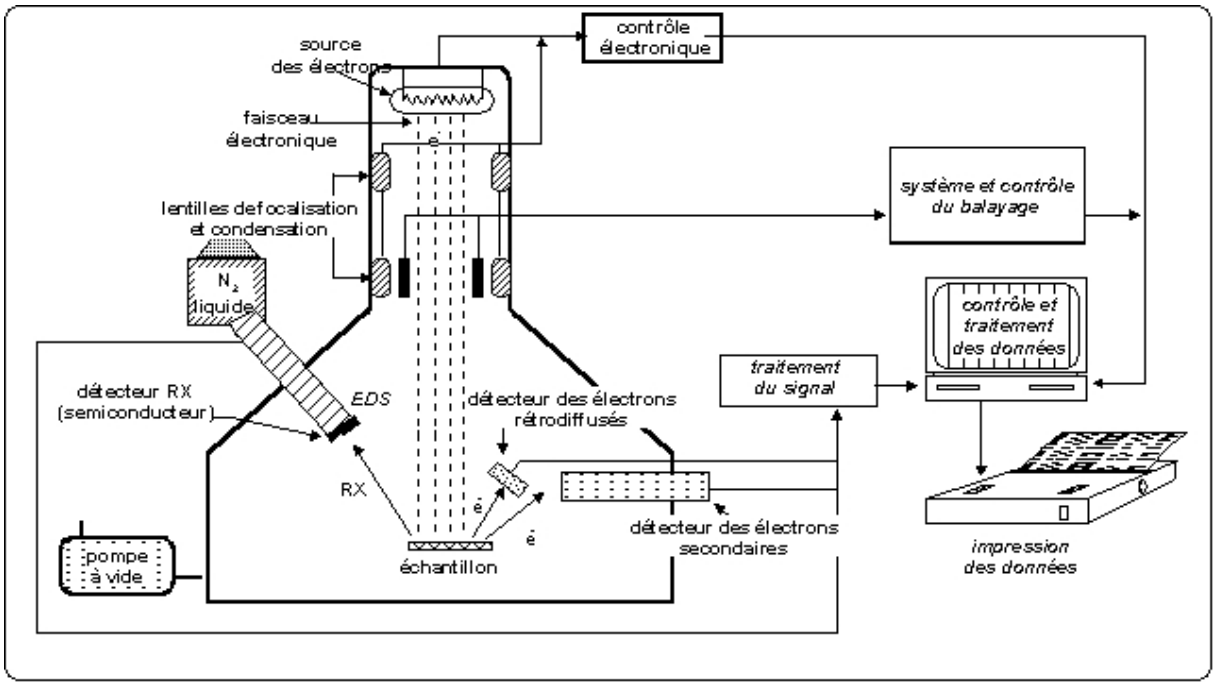


Figure IV-2 : Schéma d'un canon à électrons

2. Une colonne électronique composée de plusieurs lentilles magnétiques, d'un dispositif de balayage et de différents détecteurs associés aux diverses émissions électroniques et électromagnétiques, Figure IV-3.

Nous savons que la trajectoire d'un électron en mouvement est déviée quand il traverse un champ électrique ou magnétique. Dans un MEB, nous utilisons des bobines magnétiques. Il s'agit d'une bobine torique parcourue par un courant électrique. La forme des lignes de champ magnétique est telle qu'un électron sera d'autant plus dévié que sa trajectoire diverge de l'axe du système (lentille convergente). En variant le courant qui passe dans la bobine, nous varions aisément la distance focale de la lentille. Une colonne électronique de MEB classique est en général constituée de 3 lentilles électromagnétiques (*condenseurs*). Les deux premiers *'condenseurs'* souvent couplés permettent de contrôler la densité du faisceau d'électrons en jouant sur sa divergence. Le dernier condenseur *(lentille objective)* est une bobine qui permet de contrôler la conicité du faisceau d'électrons afin de le focaliser exactement sur la surface de l'échantillon. De petites bobines supplémentaires permettent de corriger les aberrations, en particulier l'astigmatisme. Ce dernier élément contient aussi les bobines de déflection du faisceau pour balayer la surface de l'échantillon.

3. Le système d'acquisition numérique de l'image et sa visualisation sur un écran d'observation.



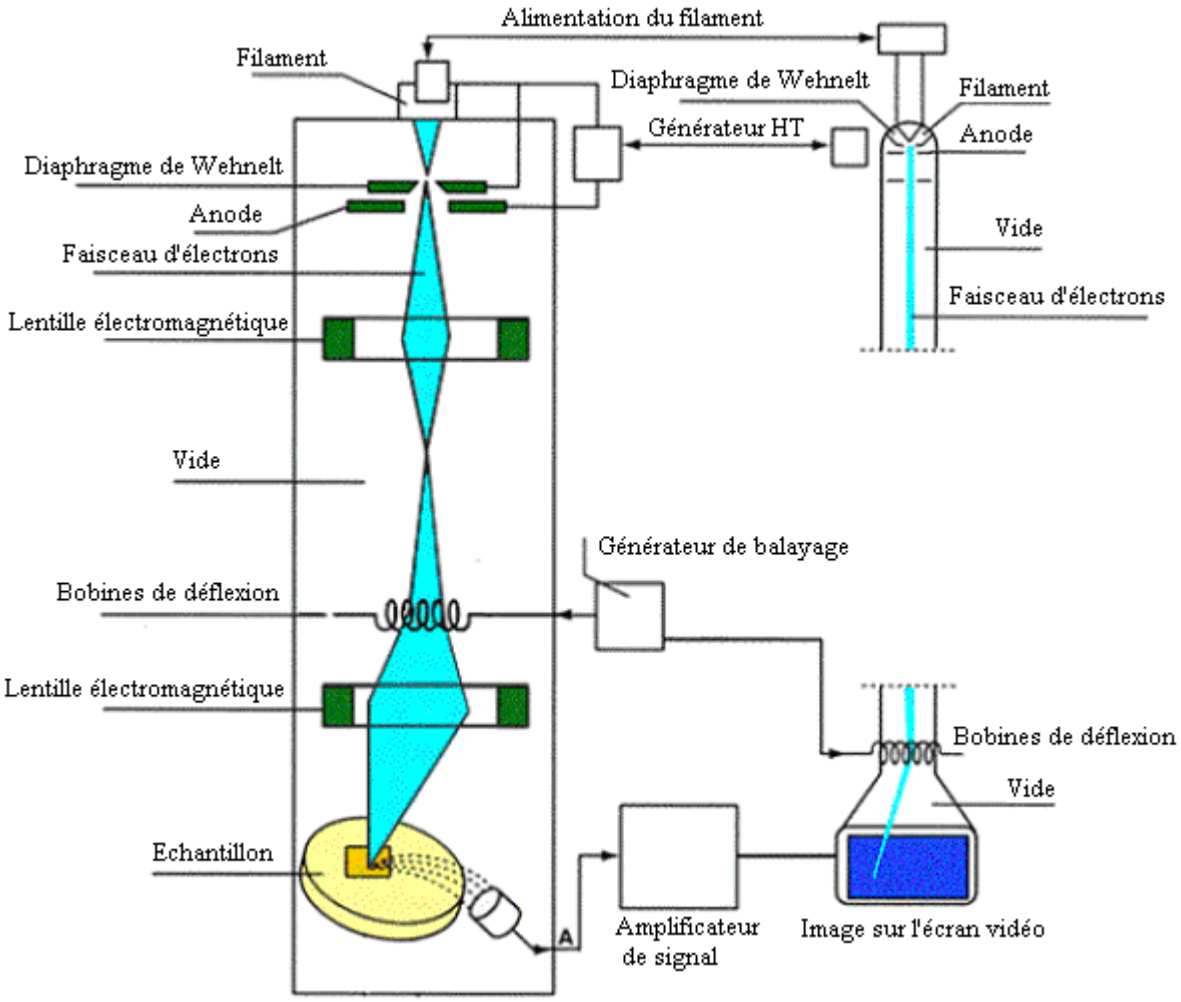


Figure IV-3 : Schéma de base d'un MEB.

Dans un MEB, un faisceau très fin d'électrons monocinétiques balaie la surface d'un échantillon. Les interactions entre les électrons incidents et l'échantillon se produisent par l'émission de différents signaux, Figure IV-4, pouvant être analysés par un détecteur adapté et donnant lieu à la formation d'une image. En fonction du signal étudié, différents aspects de l'échantillon peuvent être révélés (contraste topographie, contraste de numéro atomique, contraste d'orientation). Les signaux les plus fréquemment analysés sont ceux correspondant à l'émission :

- d'électrons secondaires,
- d'électrons rétrodiffusés,
- du rayonnement X.

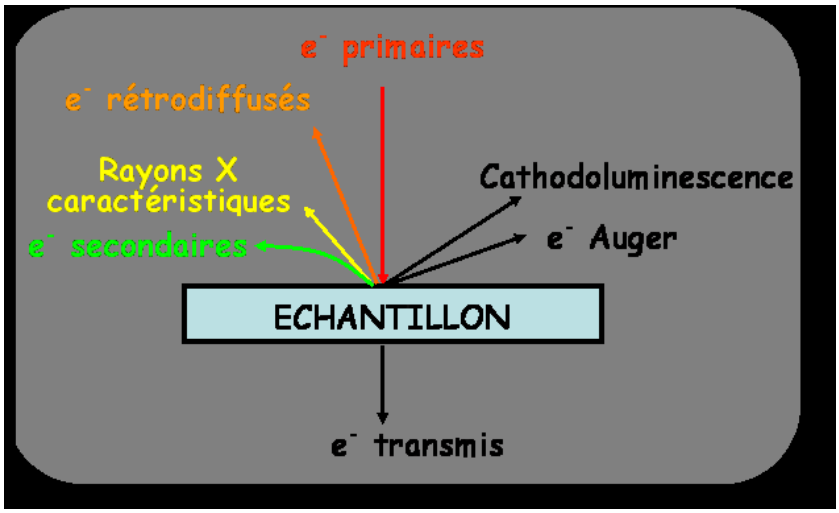


Figure IV-4 : Signaux produits par interaction d'un électron primaire avec l'échantillon.

IV.1.2. Réalisation d'analyse

De petits échantillons, découpés dans des éprouvettes sablées (éprouvettes Charpy et tuile romaine), ont été préparés. Nous avons extrait la zone utile (zone d'entaille) à observer en réalisant les étapes suivantes :

- Découpage de la zone d'entaille, environ 5 mm de chaque côté,
- Polissage de la surface à observer (papier 180, 320, 500, 600, 800, 1200),
- Attaque chimique au Nital,
- Mettre l'échantillon dans une boite de séchage afin d'enlever l'humidité,
- Introduction de l'échantillon dans la chambre du microscope,

L'échantillon se met, dans la chambre du MEB, à travers un sas pour éviter de rompre le vide dans la colonne de l'appareil. Cette colonne est maintenue sous un vide, de l'ordre de 10^{-4} Pa ou inférieur, pour deux raisons :

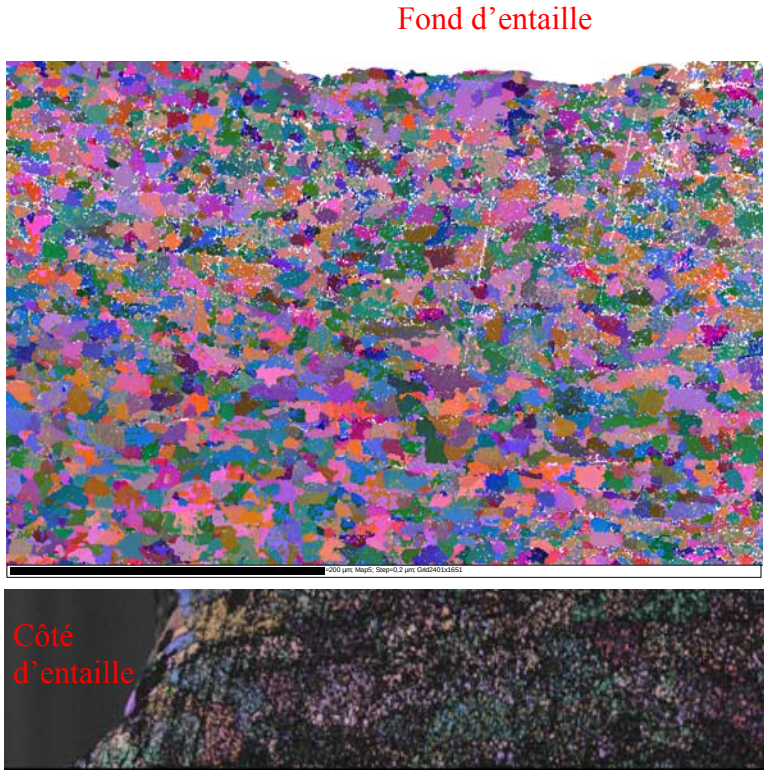
- Pour éviter l'oxydation de la source,
- Pour éviter le freinage et la déviation des électrons par collision avec les molécules d'air.

Le système de pompage à vide permet de prolonger la durée de vie du matériel.

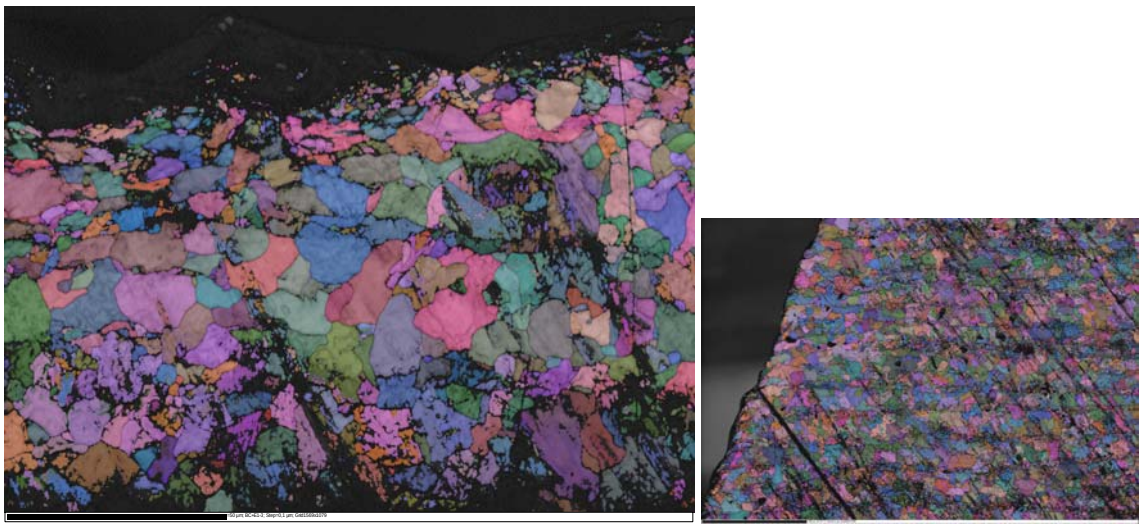
- Réalisation de l'analyse. L'image obtenue sera représentative de l'état de surface de l'échantillon. On atteint des résolutions de l'ordre de quelques nanomètres.

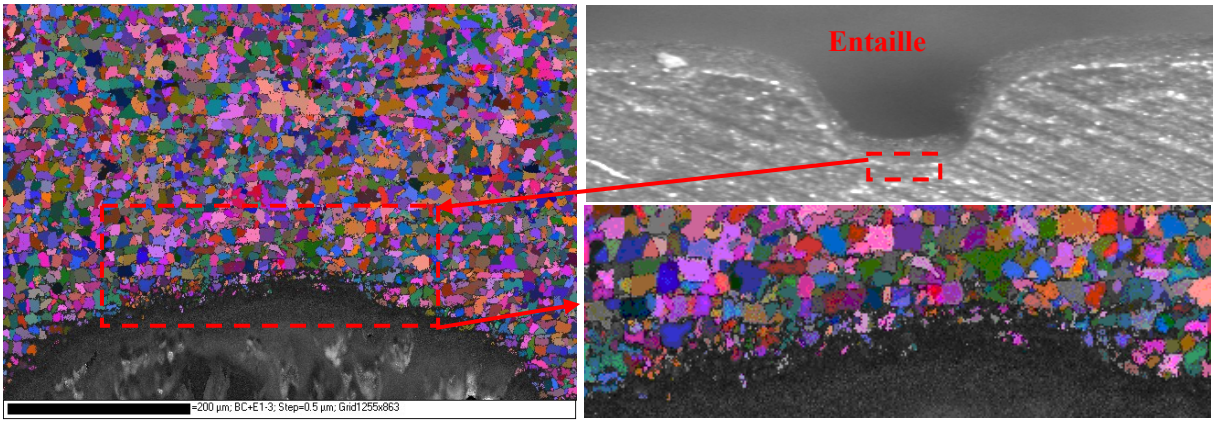
IV.1.3. Résultats et discussion

La Figure IV-5 illustre la variation de la microstructure de l'acier API 5L X52 pendant le sablage. Nous constatons la minimisation de la taille des grains au fond d'entaille sablés pendant 8h, sur une épaisseur d'environ 10 µm. Par contre, on ne remarque quasiment rien sur les deux côtés de l'entaille sablée. La fragmentation des grains du fond d'entaille est le signe d'une forte déformation plastique.



(a)





(b)

Figure IV-5 : Microstructure de l'acier API 5L X52 :
a) échantillon de référence,
b) échantillon sablé 8h.

Les fissures créées, lors d'essais de fatigue en flexion 3 points, ont été aussi observées. La figure IV-6 montre des fissures latérales apparaissant parallèlement aux bandes de ferrite et perlite. A 2 mm de bord d'entaille, il y a une grande fissuration, Figure IV-6(a) confirmant que les contraintes maximales se trouvent à cette distance de fond d'entaille (2 mm).
La figure IV-6 (b) illustre les fissures perpendiculaires au plan d'entaille provoquant l'amorçage et la propagation jusqu'à rupture.

Le tableau IV-1 présente le mode de fissuration du matériau sous sollicitation air, hydrogène et érosion.

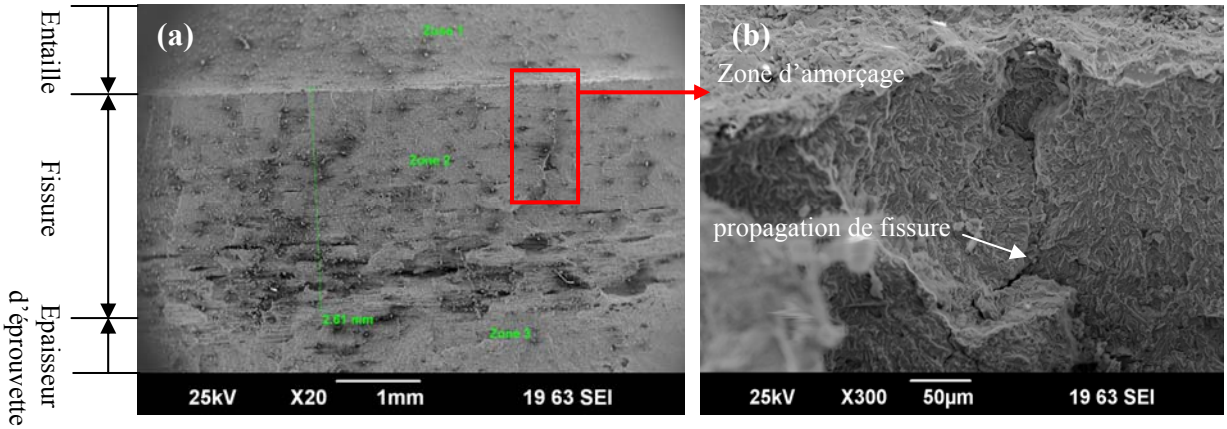


Figure IV-6 : Faciès de rupture d'éprouvette de fatigue sablée :
a) Section de rupture : Entaille (Zone 1), fissuration de fatigue (Zone 2) et épaisseur restante de l'éprouvette (Zone 3).
b) Initiation d'une fissure et sa propagation.

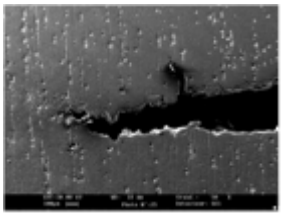
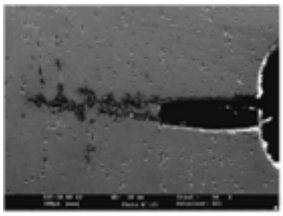
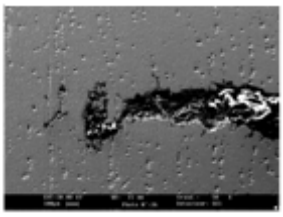
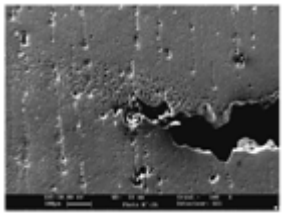
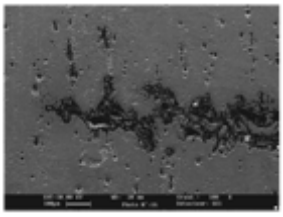
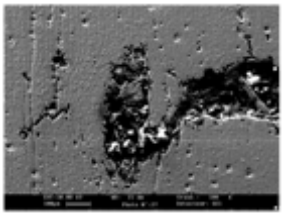
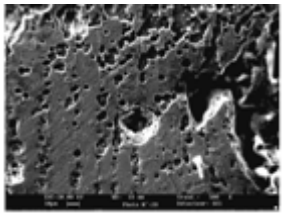
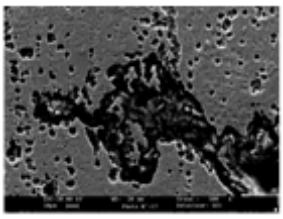
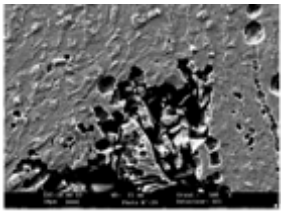
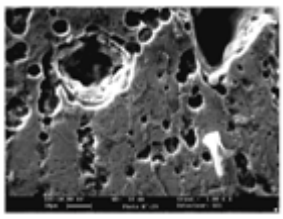
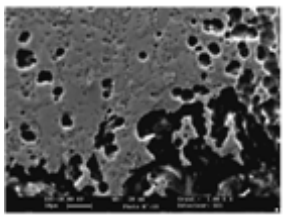
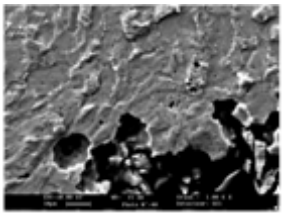
Grossissement	Sollicitations AIR	Sollicitations HYDROGENE	Sollicitations EROSION
50			
100			
500			
1000			
Commentaires	-Fissuration classique et propagation dans le plan. -Décohésion importante et la rupture semble intra granulaire.	-Fissuration par site privilégiés, hors plan de fissuration. -La fissure suit le chemin des porosités. -Il faut moins d'effort pour créer des surfaces. -Aucune direction privilégiée de la propagation de fissures. -La propagation semble mixte.	-Fissuration par sites privilégiés, hors plan de fissuration. -Le champ de déformations est très important. -La propagation semble inter granulaire. -On remarque un écoulement de matière, lieu de grandes déformations.

Tableau IV-1 : Mode de fissuration sous sollicitations air, hydrogène et érosion.

IV.2. Mesure des contraintes résiduelles sous l'entaille

IV.2.1. Principes généraux

IV.2.1.1. Contraintes-Déformations

La contribution mécanique à la genèse des contraintes résiduelles est liée à la plastification partielle ou totale d'une section considérée. Les sollicitations en jeu sont souvent de type traction-compression ou flexion.

Les contraintes résiduelles résultent soit d'incompatibilités des déformations dans le domaine élasto-plastique ou plastique, soit de bridages mécaniques. La figure IV-7 illustre l'introduction de ces contraintes par déformation plastique.

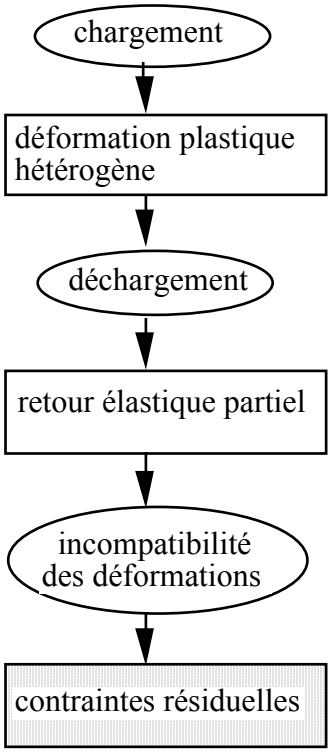


Figure IV-7 : Schéma d'introduction des contraintes résiduelles par déformation plastique.

Dans le paragraphe I.2.3 du chapitre I, nous avons présenté le principe de génération des contraintes résiduelles par grenaillage. L'influence des différents paramètres du processus sur ces contraintes sont aussi présentés, en plus, des différents ordres des contraintes.

Le sablage peut s'apparenter à un grenaillage, cependant, il possède des caractéristiques propres. Ces caractéristiques ne peuvent être obtenues en passant simplement du diamètre des billes de grenaillage à la taille du grain de sable.

La déformation, produite par sablage (ou par grenaillage), crée une couche en compression proche de la surface qui prévient la propagation de fissures dues à la fatigue et aux défauts de surface.

En général, la quantité de la déformation d'un matériau est due aux contraintes appliquées et résiduelles. Si les deux contraintes sont du même signe, leur somme a une grandeur plus importante que celle de l'une ou l'autre des contraintes résiduelles ou appliquées ; ceci peut être une cause suffisante de rupture apparente d'élasticité. A l'inverse, si leurs signes sont opposés, leur somme sera moins importante, et les effets peuvent même être bénéfiques.

IV.2.1.2. Méthodes de mesure des déformations

Les méthodes de mesure des déformations résiduelles se divisent grossièrement en trois catégories : les méthodes mécanique, physique et par diffraction. Avec les méthodes mécaniques, les déformations sont mesurées par des jauges. Les méthodes physiques sont généralement non-destructrices et comprennent des méthodes acoustiques, magnétiques et optiques. Les méthodes par diffraction comprennent les méthodes traditionnelles de retrodiffusion des rayons X et les neutrons.

Les méthodes traditionnelles attachées aux rayons X sont utiles dans le cas de mesure de surface. Les neutrons sont utilisés depuis les années 1980 pour prendre des mesures internes et nondestructrices grâce à leur pouvoir de pénétration [1-2].

IV.2.1.3. Théorie des méthodes de diffraction [3]

Les méthodes de diffraction sont applicables à des matériaux polycristallins. Elles mesurent les changements de dimensions du réseau qui résultent des contraintes appliquées ou résiduelles en fonction de leur emplacement et de leur direction. Le réseau cristallin est utilisé comme une jauge des déformations internes à trois dimensions, sondée par un faisceau de rayons X ou de neutrons d'une longueur d'onde comparable aux espacements du réseau.
En tout point donné, les contraintes résiduelles sont déterminées par un calcul à partir des déformations résiduelles en ce point et en utilisant les valeurs appropriées du module de Young (E) et du coefficient de Poisson (ν).
Les contraintes principales σ sont reliées aux déformations ε par l'équation :

$$\sigma_x = E[(1-\nu)\varepsilon_x + \nu(\varepsilon_y + \varepsilon_z)]/[(1+\nu)(1-2\nu)] \quad (1)$$

Impliquant des équations équivalentes pour σy et σz.

Un changement Δd dans la distance d'un ensemble donné de plans du réseau, qui, au départ, ne présente pas la moindre tension et présente un espacement d, produira un changement correspondant Δθ dans la position de la réflexion de Bragg, qui se présentait à l'origine sous un angle θ, ce changement est relié aux déformations ε du réseau par l'équation suivante :

$$\varepsilon = \frac{\Delta d}{d} = -\cot\theta.\Delta\theta \quad (2)$$

Le léger changement, Δ2θ, dans l'angle du faisceau diffracté, dispersé à partir d'un petit "volume témoin" de l'échantillon, est mesuré en fonction de la position et de la direction dans l'échantillon. Le changement mesuré est converti en déformation en employant l'équation (2) et les déformations dans les diverses orientations sont combinées par l'emploi de l'équation (1) ou son équivalent pour déterminer les contraintes.

IV.2.2. Technique de mesure par diffraction des rayons X (DRX)

IV.2.2.1. Diffraction des rayons X

La méthode DRX est bien établie et largement utilisée dans l'industrie pour les mesures de surface en laboratoire et sur le terrain. L'une des caractéristiques de la DRX est qu'il s'agit d'une technique non destructive ne prenant en compte que les couches superficielles. La pénétration du faisceau est de l'ordre de quelques microns à quelques dizaines de microns pour les matériaux industriels polycristallins dans les conditions de laboratoire. La surface irradiée est souvent de l'ordre du mm². Cette technique est donc particulièrement intéressante pour l'investigation structurale des matériaux polycristallins.

Un matériau polycristalin est formé d'une multitude de grains, chacun d'entre eux étant en fait un monocristal constitué d'un empilement régulier d'atomes. Cet empilement peut être décrit par des ensembles de plans cristallins définis par une distance d_{hkl} qui dépend des indices de MILLER. Cette distance d_{hkl} est mesurable par la diffraction des rayons X grâce à la loi de BRAGG.

La diffraction des rayons X (DRX) est une diffusion cohérente des photons X du faisceau incident (photons secondaires de même longueur d'onde que les photons primaires) sur les électrons des atomes du réseau périodique du domaine analysé. Chaque atome du matériau constitue alors une source secondaire de photons X en phase avec les photons primaires.

Dans le cas d'un matériau polycristallin constitué d'un très grand nombre de grains par rapport à la dimension du faisceau incident, il y aura toujours une famille de plans {hkl} donnant lieu à une diffraction : on obtient donc simultanément les faisceaux susceptibles de diffracter sous forme de cônes de demi-angle au sommet 2θ (un cône par famille de plans {hkl}).

Les pics de DRX, Figures IV-8 et IV-9, sont l'observation des figures d'interférence (cône de diffraction) de ces sources atomiques par le détecteur. C'est donc la structure atomique (positions relatives des atomes) du matériau qui est analysée par cette technique.

Il existe plusieurs paramètres qui servent à décrire un pic de DRX, Figure IV-8 :

- la position angulaire du pic,

- la largeur du pic,

- la hauteur nette du pic,

- le bruit de fond.

La caractérisation par la DRX de l'état microstructural d'un matériau polycristallin repose donc directement sur les relations entre la forme du pic de diffraction et la microstructure d'une part, la position des pics et les contraintes macroscopiques d'autre part [4].

Le déplacement de la position angulaire d'un pic pour une famille de plans {hkl} est directement lié à la variation de la distance interréticulaire Δd, et à la déformation homogène macroscopique du matériau.

L'élargissement et la forme du pic sont en relation étroite avec la distribution de la déformation et la taille des domaines cohérents de diffraction, donc avec l'état microstructural des matériaux cristallins, Tableau IV-2.

Paramètre du pic	Informations renvoyées
Position du pic	Aberrations géométriques de l'appareillage Composition moyenne du volume diffractant Contraintes macroscopiques du volume diffractant
Intensité du pic	Cristallinité et répartition des phases Distribution des orientations des domaines cohérents
Elargissement et forme du pic	Élargissement instrumental Distribution de compositions chimiques Taille des domaines cohérents de diffraction

Tableau IV-2 : Interprétation des paramètres des pics de diffraction.

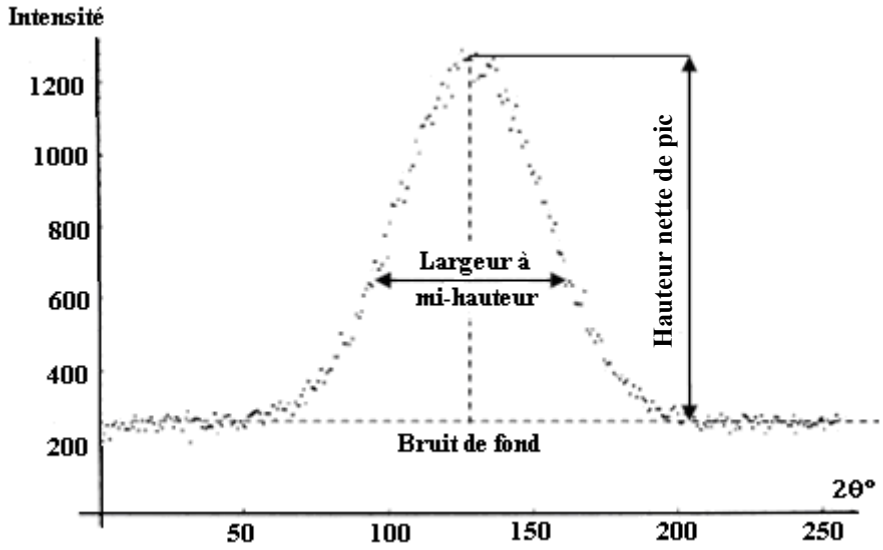


Figure IV-8 : Illustration d'un pic de diffraction.

Un matériau polycristallin parfaitement cristallisé correspondra à un profil de pic de DRX symétrique et extrêmement fin. Dans la pratique, un matériau contient toujours des défauts, le pic de diffraction est donc élargi par rapport à l'état idéal.

La DRX est la contribution simultanée d'un grand nombre de domaines cohérents qui n'ont pas la même orientation cristallographique. D'autre part, le pic de diffraction n'intègre pas les informations de tous les domaines cohérents du volume analysé. Seuls ceux qui sont favorablement orientés pour respecter les conditions de BRAGG contribuent au pic de diffraction quel que soit le matériau, polyphasé ou monophasé.

Il faut souligner que la DRX permet de décrire un état microstructural du matériau principalement par les écarts à la régularité des arrangements atomiques (effets mécaniques, élastiques, effets chimiques, …etc.).

L'élargissement du pic de diffraction pour un matériau polyphasé est lié en général aux phénomènes suivants :

- L'élargissement instrumental qui dépend de la géométrie du faisceau incident (taille du faisceau et divergence), de la forme des fentes de réception du détecteur et de la fonction

spectrale de la source des rayons X. Pour toute analyse fine de la forme du pic de diffraction ne présentant que les informations du matériau analysé, il sera nécessaire de corriger ces effets par déconvolution ;

- La distribution non homogène des compositions du matériau, qui se traduit par une distribution des distances interréticulaires et donc par un élargissement du profil de raie de diffraction. Cet effet existe dans pratiquement tous les matériaux métalliques industriels et relève des contraintes du 2ème ordre. Il n'est pas possible actuellement d'évaluer cet effet lié aux compositions chimiques ;

- La différence de déformation entre domaines cohérents. Cette différence a pour origine l'anisotropie élastique et les incompatibilités plastiques. Ces deux effets vont conduire à des déformations élastiques qui vont généralement élargir les pics de DRX. Dans la bibliographie, ces deux effets ne sont jamais pris en compte en même temps, et il n'existe donc aucune théorie pour modéliser simultanément les deux effets. Il est possible dans la pratique d'estimer la localisation de la déformation élastique macroscopique, ou l'effet des incompatibilités. Ces effets relèvent également des contraintes du 2ème ordre ;

- La taille des domaines cohérents de diffraction et l'hétérogénéité des déformations élastiques internes qui sont caractérisées par une longueur moyenne des colonnes diffractantes D et leurs déformations élastiques internes (distorsion). Cet aspect peut être analysé après avoir déconvolué l'effet instrumental sur des pics de diffraction enregistrés expérimentalement ou simulés pour des matériaux supposés suffisamment homogènes et à petits grains à l'aide des modèles de calculs proposés par différents chercheurs.

La contribution de la largeur du pic à la distribution de la composition chimique et à la différence des déformations entre domaines cohérents est en fait l'élargissement d'ordre II et la contribution par la taille des domaines cohérents de diffraction et l'hétérogénéité des déformations élastiques internes est l'élargissement d'ordre III.

IV.2.2.2. Evaluation des déformations et des contraintes par DRX [5-6]

Le principe de l'évaluation consiste à utiliser la distance interréticulaire $d_{\Phi\Psi}$ de ces plans {hkl} comme jauge de déformation, Figures IV-9 et IV-10. Cette distance $d_{\Phi\Psi}$ est liée à la position $2\theta_{\Phi\Psi}$ du pic de diffraction enregistré par la loi de BRAGG :

$$\lambda = 2d_{\Phi\Psi}.\sin(\theta_{\Phi\Psi}) \quad (3)$$

Avec :

λ : longueur d'onde du faisceau de rayons X,

Φ : angle entre une direction fixée dans le plan de l'échantillon et la projection dans ce plan de la normale au plan diffractant (angle de rotation relative à l'échantillon), Figure IV-10.

Ψ : angle entre la normale à l'échantillon et la normale au plan diffractant (bissectrice du faisceau incident et du faisceau diffracté), Figure IV-10.

La déformation moyenne $\varepsilon_{\Phi\Psi}$ du volume diffractant est donnée par la relation suivante :

$$\varepsilon_{\Phi\Psi} = \frac{d_{\Phi\Psi} - d_0}{d_0} \quad (4)$$

A partir de cette déformation, on pourra remonter à la contrainte élastique par la loi de Hooke généralisée :

$$\sigma = \frac{E}{1+\nu}(\varepsilon + \frac{\nu}{1-2\nu}Tr(\varepsilon)I) \quad (5)$$

$$\varepsilon = \frac{1+\nu}{E}\sigma - \frac{\nu}{E}Tr(\sigma)I \quad (6)$$

Avec :

σ : Tenseur des contraintes, ν : Coefficient de Poisson

ε : Tenseur des déformations, **I** : Tenseur identité

E : Module de Young, Tr : Fonction trace

Où d_0 est la distance interréticulaire du matériau libre de contrainte.

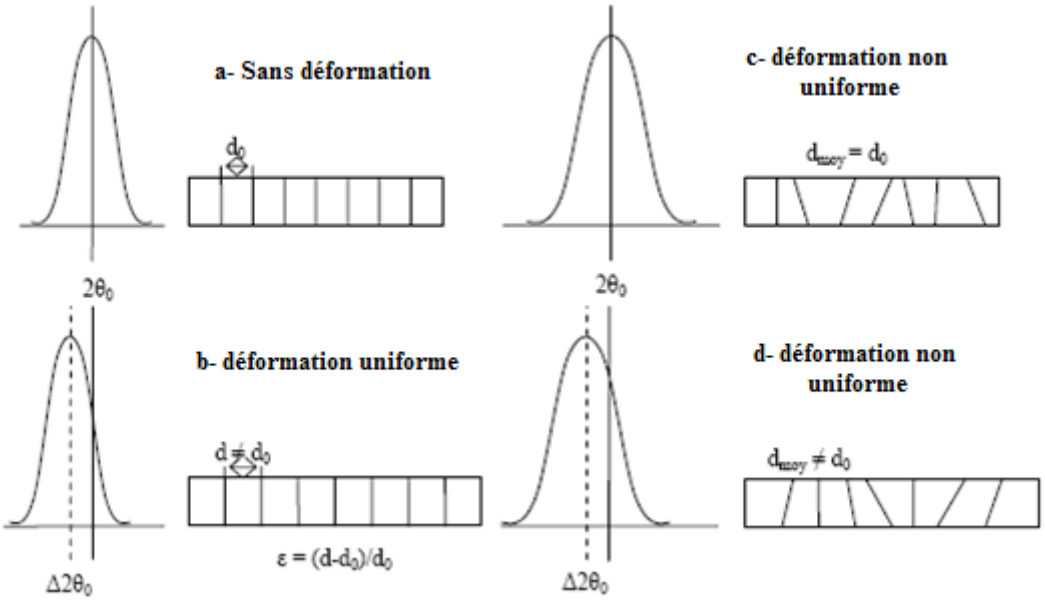


Figure IV-9 : Illustration de l'effet de distorsion sur les pics de diffraction [7].

Si nous regroupons (Eq. 6) et la projection de $(\vec{n}_{(\Phi,\Psi)})$, qui représente la direction de mesure de la déformation, dans le repère principal (Figure IV-10), nous aurons :

$$\vec{n}_{(\Phi,\Psi)} = \begin{bmatrix} \cos\Phi.\cos\Psi \\ \sin\Phi.\cos\Psi \\ \sin\Psi \end{bmatrix} \quad (7)$$

$$\varepsilon_{\Phi\Psi} = \vec{n}^{t}_{(\Phi,\Psi)}.\varepsilon.\vec{n}_{(\Phi,\Psi)} \quad (8)$$

$$\varepsilon = \begin{bmatrix} \frac{1+\nu}{E}\sigma_{11} - \frac{\nu}{E}Tr(\sigma) & \frac{1+\nu}{E}\sigma_{12} & \frac{1+\nu}{E}\sigma_{13} \\ \frac{1+\nu}{E}\sigma_{21} & \frac{1+\nu}{E}\sigma_{22} - \frac{\nu}{E}Tr(\sigma) & \frac{1+\nu}{E}\sigma_{23} \\ \frac{1+\nu}{E}\sigma_{31} & \frac{1+\nu}{E}\sigma_{32} & \frac{1+\nu}{E}\sigma_{33} - \frac{\nu}{E}Tr(\sigma) \end{bmatrix} \quad (9)$$

$$\varepsilon_{\Phi\Psi} = \frac{1+\nu}{E}(\sigma_{11}\cos^2\Phi + \sigma_{12}\sin 2\Phi + \sigma_{22}\sin^2\Phi - \sigma_{33}).\sin^2\Psi$$
$$+\frac{1+\nu}{E}(\sigma_{13}\cos\Phi + \sigma_{23}\sin\Phi).\sin 2\Psi + \frac{1+\nu}{E}\sigma_{33} - \frac{\nu}{E}Tr(\sigma) \quad (10)$$

La détermination des contraintes, par cette méthode, n'est valide que si les hypothèses suivantes sont vérifiées :

- Les cristallites ont un comportement élastique linéaire ;

- L'agrégat polycristallin est homogène et quasi-isotrope (matériau monophasé, non texturé avec de petits cristallites) ;

- La composition chimique, les déformations et les contraintes sont constantes dans tout le volume irradié par les rayons X (pas de gradient de contrainte et/ou de composition) ;

- La zone irradiée est plane.

L'équation (10) peut être écrite sous la forme d'un système pour différentes valeurs de ($\varepsilon_{\Phi\Psi}$) dont la résolution nous permettra de remonter au tenseur des contraintes (**σ**). De par la symétrie de ce tenseur, un minimum de 6 mesures est requis pour avoir une solution. Cependant, dans la pratique, nous préférerons la multiplicité des mesures pour assurer une meilleure évaluation du tenseur. Cette multiplicité tient compte de la réalité du matériau avec ses défauts. En multipliant ces mesures, nous vérifierons si les hypothèses formulées sont valides ou non.

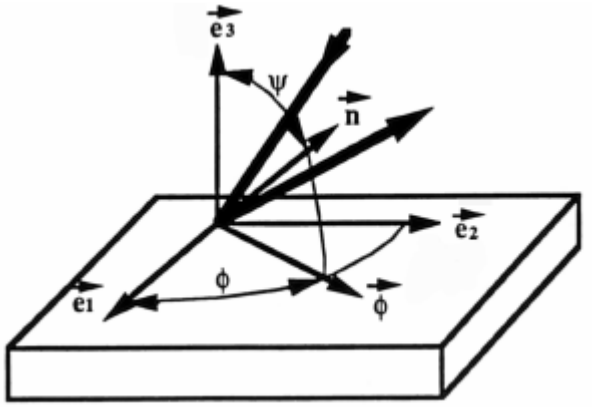


Figure IV-10 : définition des angles Φ et ψ.

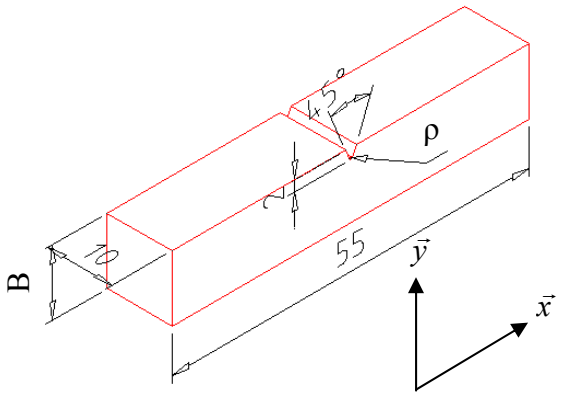
IV.2.3. Procédure expérimentale

IV.2.3.1. Eprouvettes

Les mesures ont été réalisées sur 12 éprouvettes Charpy prélevées d'un tuyau en acier API 5L X52 dans les deux sens longitudinal et transversal (6L + 6T), Figure IV-11.

Le but de cette mesure est d'évaluer la variation des contraintes résiduelles, dans les deux sens L et T, au fond d'entaille, le long du ligament, en fonction du :

- Rayon d'entaille : L'usinage d'entaille a été fait, par la technique d'électroérosion, avec deux valeurs de rayon d'entaille ρ = 0.25 et 0.50 mm.
- Temps de sablage : Les éprouvettes ont été sablées pour deux périodes de sablage (1 et 8 heures).



Epaisseur d'éprouvette	*Sens L*	*Sens T*
B	10 mm	7.5 mm

Figure IV-11 : Caractéristiques géométriques des éprouvettes.

Les mesures des contraintes résiduelles, introduites par sablage, sont réalisées directement sur l'une de deux faces latérales de l'éprouvette, sous l'entaille, sans aucun polissage.
Ces mesures ont été prises en plusieurs points à partir du fond d'entaille (r = 0) et dans l'épaisseur de l'éprouvette (r), Figure IV-12. La zone de plastification se trouve juste au fond d'entaille, donc, il est très préférable de prendre des points très proches d'entaille.

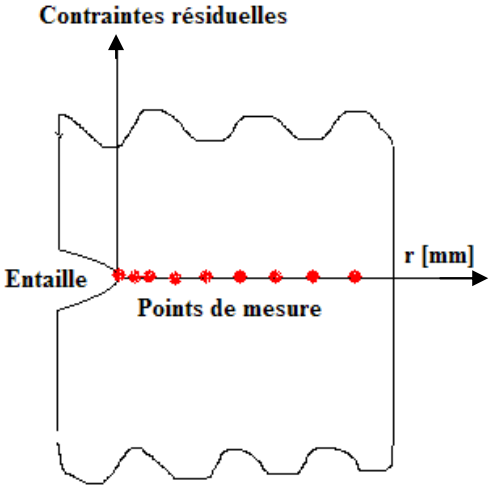


Figure IV-12 : Schéma des points des mesures.

IV.2.3.2. Appareillage et conditions de mesure

Les contraintes résiduelles ont été mesurées par la technique de diffraction des rayons X [6]. La machine utilisée, Modèle PROTO, se compose essentiellement de deux parties, Figure IV-13 :
- La 1ère partie se compose d'une boite électrique contrôlant le courant et le voltage électrique et d'un ordinateur analysant les déformations et les contraintes par le logiciel 'XRDWIN',
- La 2ème partie exécute la mesure par DRX. L'appareil est équipé d' :

1) Une anode en Chrome produit les rayons X,
2) Un collimateur avec une ouverture échangeable, contrôle la densité de faisceau des rayons X, selon la zone voulue à mesurer, le collimateur transmettant des rayons X peut changer son angle de rotation afin de balayer une surface.
3) Deux détecteurs servent à donner la position moyenne des pics de diffraction des rayons X afin d'assurer d'un meilleur résultat.
4) Une table rotative pour réaliser les mesures en différents positions relatives à l'éprouvette.

Dans l'atelier, nous avons constaté un déshumidificateur installé à coté de la machine afin de conserver et prolonger sa durée de vie. L'appareil de mesure est bien placé sur la table grâce aux pieds la machine.

Nous avons effectué les mesures en réalisant les étapes suivantes :
- L'éprouvette est placée sur une cale où l'axe X est l'axe longitudinale de l'éprouvette et l'axe Y est l'axe de l'entaille d'éprouvette, Figure IV-11.
- La distance entre la surface d'éprouvette et le collimateur est fixée à 20 mm.
- L'ouverture du collimateur est fixée à 1 mm, pour une tache de mesure concentrée.
- Nous avons imposé 9 valeurs d'angle Bêta (Angle du collimateur) $\beta = 0, \pm 11.84, \pm 16.30, \pm 23.45, \pm 30$.

Pour chaque valeur de β, le résultat de mesure est la moyenne des 10 mesures réalisées pendant 30 seconds ; le collimateur oscillait de 3° de chaque coté (une oscillation dure 3 seconds). Ces oscillations permettent de balayer une zone et non un seul point.
- Pour obtenir le tenseur des contraintes, la méthode de mesure 'triaxiale' est adaptée. Les mesures se sont réalisées au moins à 3 positions d'éprouvette. La table sur laquelle l'éprouvette est positionnée tourne pour changer la position d'une à l'autre. L'angle de rotation relative à la surface de l'éprouvette s'appelle Φ. Nous avons réalisé les mesures pour trois valeurs $\Phi = 0°, 45°$ et 90°.

- Selon le type de notre matériau (Acier API 5L X52), le logiciel de la machine donne les différents paramètres :

a) Matériau : Acier ferritique, BBC Cubique Centré,
b) Anode : Un tube en chrome Cr,
c) Le plane de mesure hkl : 211,
d) Angle de diffraction : $2\theta=156°$,
e) Profondeur de pénétration des rayons X à $\psi = 0$: 5.8µm,
f) La longueur d'onde de faisceaux de rayons X : $\lambda= 2.291$ [Å],
g) Les paramètres électriques : Courant = 4 mA et le voltage = 20 KV. Par fois on change le voltage à fin d'éliminer le bruit de fond, aux pieds d'onde.
h) La distance interréticulaire d_0, sans aucune charge : 1.17 µm.

- Nous avons mentionné que le principe de mesure des contraintes résiduelles dépend de la mesure des déformations des plans interréticulaires (la distance interréticulaire $d_{\Phi\Psi}$ d'une famille de plans cristallins {hkl} est considérée comme une jauge de déformation). Selon la loi de Bragg (Eq. 3), cette distance est calculée, ainsi que la déformation du matériau (Eq. 4).

- Après avoir calculé les déformations du matériau, le tenseur des contraintes résiduelles est directement donné par le logiciel 'XRDWIN'.

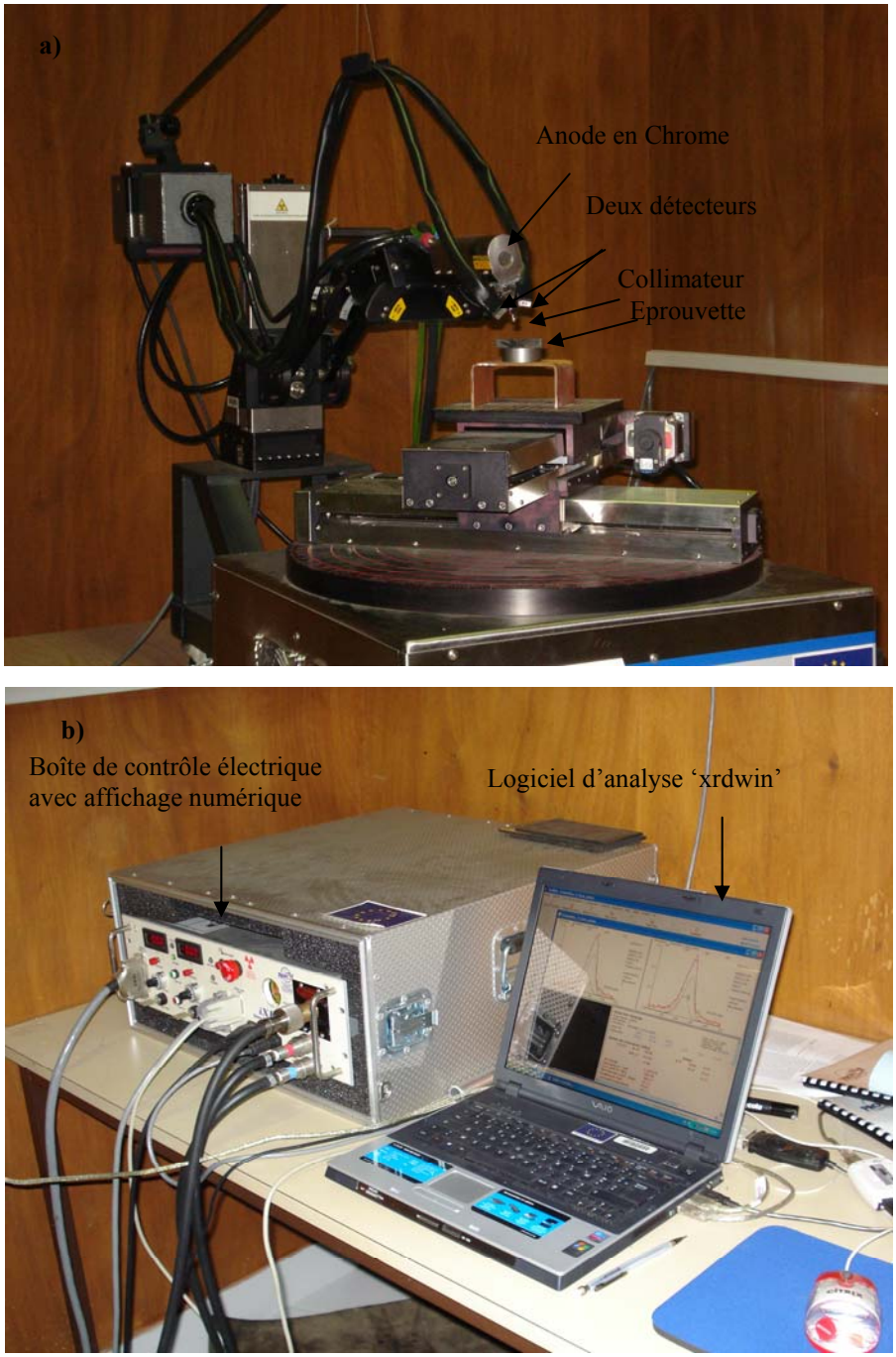


Figure IV-13 : Appareil de mesure des contraintes résiduelles par DRX : a) Eprouvette soumise aux rayons X, b) analyse des données et contrôle de mesure.

IV.2.4. Résultats

Après avoir réalisé la mesure des contraintes résiduelles au fond d'entaille, nous avons obtenu les valeurs de :

- Contraintes principales maximales, Tableaux IV-3 et IV-4.
- Contraintes principales minimales, Tableaux IV-5 et IV-6.
- Tenseur des contraintes, Tableaux IV-7, IV-8, IV-9 et IV-10.

Pour les différents types de contraintes, la distribution des contraintes résiduelles au fond d'entaille, dans les deux sens L et T, est présentée par les Figures IV-14, IV-15, IV-16, IV-17, IV-18 et IV-19.

Distance sous entaille r [mm]	Sens L				
	Rayon d'entaille 0.25 mm			Rayon d'entaille 0.5 mm	
	Vierge	Sablage 1h	Sablage 8h	Sablage 1h	Sablage 8h
0	-22	-344	-235	-442	-379
0.5	-19	-412	-346	-464	-417
1	-38	-395	-309	-456	-436
2	-129	-402	-358	-432	-429
3	-198	-387	-378	-413	-415
4	-225	-376	-364	-433	-412
5	-258	-381	-363	-398	-388
6	-94	-374	-356	-385	-390
7	-93	-371	-349	-380	-385

Tableau IV-3 : Valeurs des contraintes résiduelles principales maximales sous l'entaille, éprouvettes L.

Distance sous entaille r [mm]	Sens T					
	Rayon d'entaille 0.25 mm			Rayon d'entaille 0.5 mm		
	Vierge	Sablage 1h	Sablage 8h	Vierge	Sablage 1h	Sablage 8h
0	-163	-282	-259	-66	-367	-286
0.5	-173	-326	-317	-178	-411	-359
1	-182	-349	-293	-160	-424	-408
2	-358	-396	-349	-207	-413	-362
3	-356	-399	-355	-166	-365	-338
4	-332	-364	-357	-189	-345	-341
5	-272	-356	-356	-210	-322	-313

Tableau IV-4 : Valeurs des contraintes résiduelles principales maximales sous l'entaille, éprouvettes T.

Distance sous entaille r [mm]	Sens L				
	Rayon d'entaille 0.25 mm			Rayon d'entaille 0.5 mm	
	Vierge	Sablage 1h	Sablage 8h	Sablage 1h	Sablage 8h
0	-277	-421	-387	-471	-445
0.5	-249	-435	-410	-474	-452
1	-231	-443	-381	-499	-460
2	-307	-434	-403	-504	-469
3	-341	-406	-407	-514	-486
4	-372	-395	-388	-443	-433
5	-402	-416	-408	-473	-456
6	-252	-395	-374	-461	-411
7	-211	-383	-389	-434	-392

Tableau IV-5 : Valeurs des contraintes résiduelles principales minimales sous l'entaille, éprouvettes L.

Distance sous entaille r [mm]	Sens T					
	Rayon d'entaille 0.25 mm			Rayon d'entaille 0.5 mm		
	Vierge	Sablage 1h	Sablage 8h	Vierge	Sablage 1h	Sablage 8h
0	-436	-405	-390	-447	-472	-389
0.5	-451	-401	-403	-475	-466	-417
1	-459	-403	-406	-476	-475	-429
2	-392	-411	-378	-491	-424	-418
3	-417	-401	-379	-437	-424	-407
4	-379	-403	-386	-404	-391	-401
5	-355	-399	-382	-399	-393	-394

Tableau IV-6 : Valeurs des contraintes résiduelles principales minimales sous l'entaille, éprouvettes T.

Distance sous entaille r [mm]	Sens L				
	Rayon d'entaille 0.25 mm			Rayon d'entaille 0.5 mm	
	Vierge	Sablage 1h	Sablage 8h	Sablage 1h	Sablage 8h
0	-22	-345	-266	-446	-400
0.5	-25	-413	-362	-468	-439
1	-51	-438	-321	-499	-456
2	-146	-434	-391	-490	-456
3	-201	-388	-405	-476	-463
4	-237	-377	-366	-433	-419
5	-264	-393	-387	-439	-406
6	-96	-377	-359	-423	-391
7	-108	-371	-355	-393	-385

Tableau IV-7 : Valeurs des contraintes σxx sous l'entaille, éprouvettes L.

Distance sous entaille r [mm]	Sens T					
	Rayon d'entaille 0.25 mm			Rayon d'entaille 0.5 mm		
	Vierge	Sablage 1h	Sablage 8h	Vierge	Sablage 1h	Sablage 8h
0	-189	-297	-287	-367	-422	-294
0.5	-207	-326	-347	-465	-465	-374
1	-221	-363	-323	-459	-475	-420
2	-374	-410	-359	-490	-415	-384
3	-378	-400	-376	-423	-372	-360
4	-338	-365	-359	-402	-348	-345
5	-273	-357	-356	-372	-335	-328

Tableau IV-8 : Valeurs des contraintes σxx sous l'entaille, éprouvettes T.

Distance sous entaille r [mm]	Sens L				
	Rayon d'entaille 0.25 mm			Rayon d'entaille 0.5 mm	
	Vierge	Sablage 1h	Sablage 8h	Sablage 1h	Sablage 8h
0	-277	-420	-357	-466	-424
0.5	-242	-433	-395	-469	-430
1	-218	-399	-369	-456	-440
2	-291	-403	-370	-446	-442
3	-338	-405	-379	-451	-439
4	-360	-394	-385	-442	-426
5	-395	-404	-384	-433	-438
6	-250	-392	-371	-424	-409
7	-196	-383	-383	-421	-392

Tableau IV-9 : Valeurs des contraintes σyy sous l'entaille, éprouvettes L.

Distance sous entaille r [mm]	Sens T					
	Rayon d'entaille 0.25 mm			Rayon d'entaille 0.5 mm		
	Vierge	Sablage 1h	Sablage 8h	Vierge	Sablage 1h	Sablage 8h
0	-409	-389	-362	-145	-417	-381
0.5	-417	-400	-373	-189	-413	-402
1	-420	-389	-376	-177	-424	-416
2	-376	-397	-368	-208	-422	-396
3	-394	-401	-357	-180	-417	-385
4	-373	-402	-384	-191	-389	-397
5	-354	-399	-382	-236	-380	-379

Tableau IV-10 : Valeurs des contraintes σyy sous l'entaille, éprouvettes T.

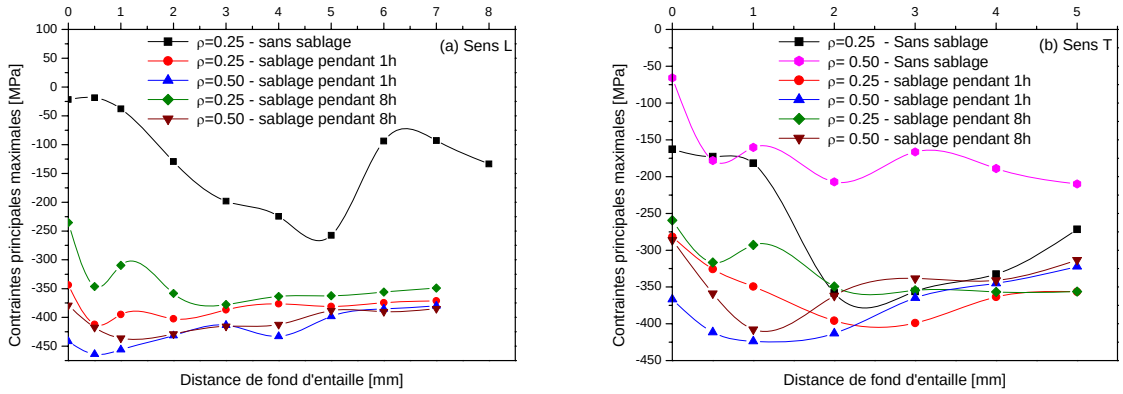


Figure IV-14 : Variation des contraintes résiduelles principales maximales au fond d'entaille, pour différentes valeurs de rayon d'entaille et de temps de sablage, dans les deux sens : a) Sens L, b) Sens T.

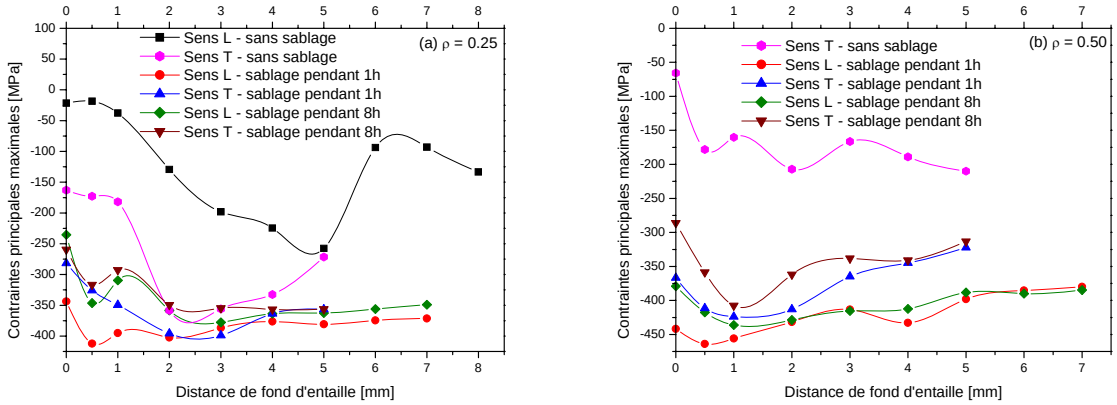


Figure IV-15 : Variation des contraintes résiduelles principales maximales au fond d'entaille, dans les deux sens L et T, avec différents temps de sablage et pour deux valeurs de rayon d'entaille : a) ρ = 0.25, b) ρ = 0.50.

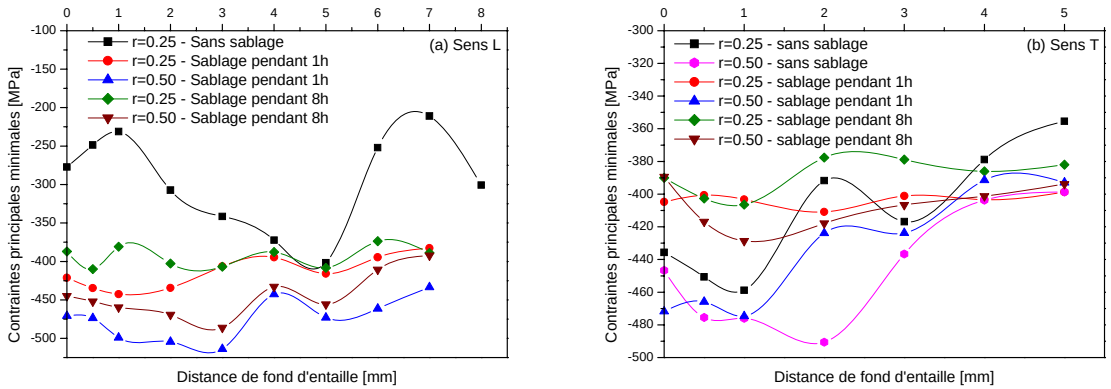


Figure IV-16 : Variation des contraintes résiduelles principales minimales au fond d'entaille, pour différentes valeurs de rayon d'entaille et de temps de sablage, dans les deux sens : a) Sens L, b) Sens T.

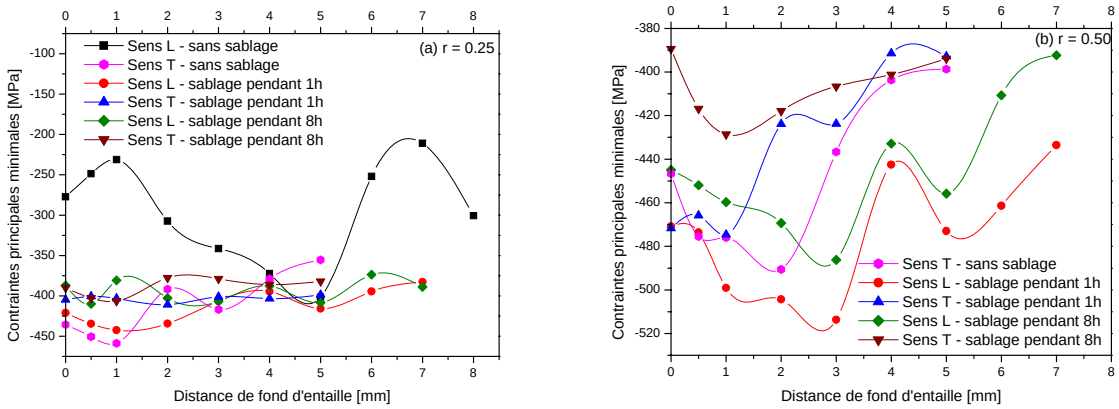


Figure IV-17 : Variation des contraintes résiduelles principales minimales au fond d'entaille, dans les deux sens L et T, avec différents temps de sablage et pour deux valeurs de rayon d'entaille : a) ρ = 0.25, b) ρ = 0.50.

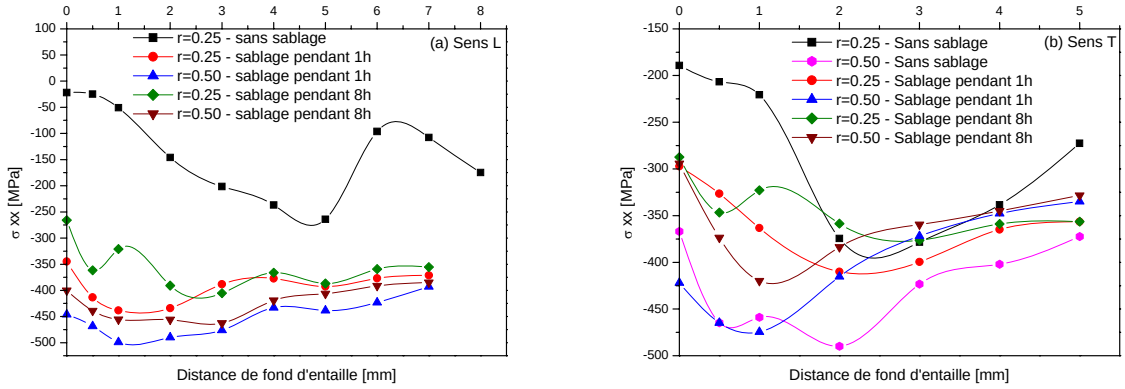


Figure IV-18 : Variation des contraintes résiduelles σxx au fond d'entaille, pour différentes valeurs de rayon d'entaille et de temps de sablage, dans les deux sens : a) Sens L, b) Sens T.

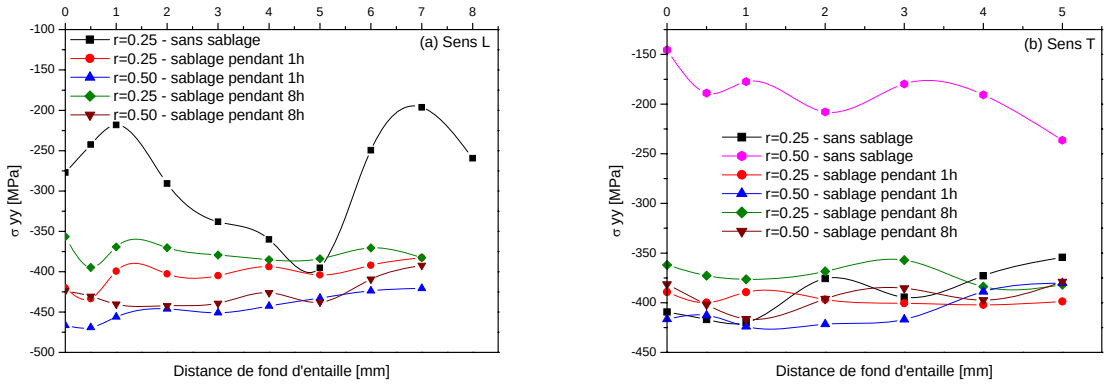


Figure IV-19 : Variation des contraintes résiduelles σyy au fond d'entaille, pour différentes valeurs de rayon d'entaille et de temps de sablage, dans les deux sens : a) Sens L, b) Sens T.

IV.2.5. discussions

Au vu de ces résultats, nous constatons que :

- Dans tous les cas, les contraintes résiduelles sont de compression. Le sablage influence le niveau et la distribution de ces contraintes résiduelles.

- Plus le rayon d'entaille est grand, plus la zone impactée est large, plus les contraintes résiduelles sont importantes.

- Après 1h du sablage, les contraintes en compression sont plus importantes que celles subissant 8h de sablage. Cette situation est due à l'écrouissage du matériau. Au début de l'érosion, le matériau subit un écrouissage jusqu'à environ 1h de sablage. Après cette valeur, débute la plastification, donc une relaxation des contraintes suivi d'un endommagement plus important.

- Les contraintes résiduelles en compression, introduites par le sablage, sont plus importantes dans le sens L.

- En comparant les valeurs des contraintes résiduelles principales maximales pour les deux périodes de sablage (1 et 8 heures), nous constatons que :

    1. Dans le sens L, le temps de sablage (jusqu'à 1h) produit plus de dégât. Nous remarquons peu de différence entre les deux temps à partir de r = 2 mm pour ρ = 0.5 mm, et de r = 3 mm pour ρ = 0.25 mm.

    2. Dans le sens T, les mêmes remarques sont notées que précédemment, sauf que la stabilisation des contraintes résiduelles se fait à partir de r = 4 mm, pour les deux valeurs du rayon d'entaille.

    3. Les contraintes maximales de compression chutent brutalement après une heure environ pour stabiliser au delà de 2 mm. Le temps d'érosion est très influent, nous passons d'un écrouissage après 1h à un endommagement après 8h.

IV.3. Mesure de microdureté HV sous l'entaille

IV.3.1. Présentation des types d'essais de dureté

L'essai de dureté est largement utilisé sur les matériaux. Il caractérise la résistance qu'un matériau opposé à la pénétration d'un corps dur. Ainsi, pour des conditions expérimentales données, la dureté du matériau sera d'autant plus grande que la pénétration du corps sera faible.

L'essai de dureté consiste à créer une empreinte sur une pièce par un pénétrateur soumis à une force déterminée. C'est un moyen de contrôle non destructif, utilisé en contrôle final. Il est possible d'obtenir, à partir d'un indice de dureté, une bonne approximation de la résistance à la traction.

Il existe trois principaux types d'essais de dureté, qui différent essentiellement par la forme du pénétrateur : l'essai Brinell, l'essai Vickers et l'essai Rockwell [8-9] :

- Dans l'essai Brinell, le pénétrateur est une bille extra-dure de diamètre D. On la pose sur l'échantillon à étudier, et on exerce sur elle une force F pendant un temps donné t. La dureté est ensuite calculée comme le rapport entre F (exprimée en Kgf) et la surface Se (exprimée en mm^2) de la calotte sphérique ainsi formée : $HB = F / Se$. La surface Se peut être aisément calculée à partir du diamètre d de l'empreinte. La valeur de la charge peut atteindre 3000Kg, et le diamètre D de la bille est en général de 5 ou 10 mm.
- Dans l'essai Rockwell, le pénétrateur est soit une bille, soit un cône de diamant d'angle au sommet 120°, avec une extrémité sphérique de 0,2 mm de diamètre. On ne mesure plus la surface de l'empreinte, mais sa profondeur. On applique en général une précharge d'environ 10 Kg avant l'essai, et on mesure l'évolution de la profondeur de l'empreinte lors du passage à la charge totale. La valeur de la dureté est notée HR, avec un indice supplémentaire donnant le type de bille ou cône utilisé et la charge F utilisée.
- Dans l'essai Vickers, Figure IV-20, le pénétrateur est une pyramide en diamant à base carrée dont l'angle au sommet est 136°. L'empreinte formée est donc pyramidale. Si *Se* est la surface latérale de cette empreinte (exprimée en mm^2), d_{em} sa diagonale en mm et *F* la force appliquée en Kgf, alors la dureté est donnée par [9] :

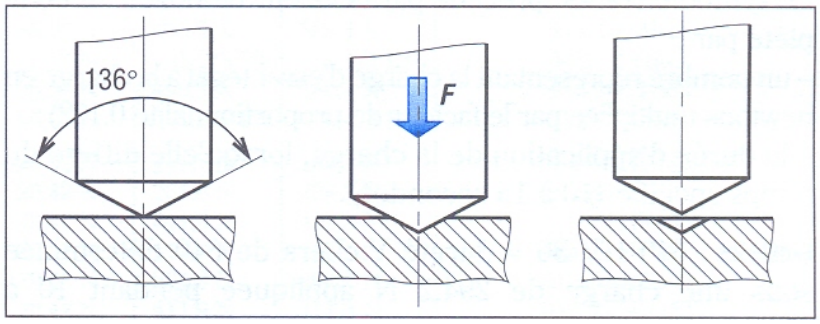
$$HV = \frac{Force \quad Appliquée\,(Kgf)}{Aire \quad d'impression\,(mm^2)}$$

$$HV = F/Se = 2F.\sin(\alpha/2)/d^2_{em} = 1.8544\,F/d^2_{em} \qquad (11)$$

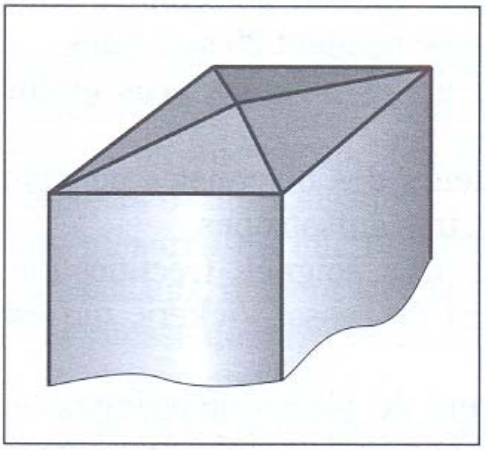
La charge utilisée est en général comprise entre 5 et 120 Kg. Toutefois, il est possible de faire des essais dits de microdureté avec des charges n'excédant pas 100g, si l'on veut étudier une zone très locale du matériau. Ces essais sont alors réalisés et analysés sous microscope.

IV.3.1.1. Choix du type d'essai de dureté :

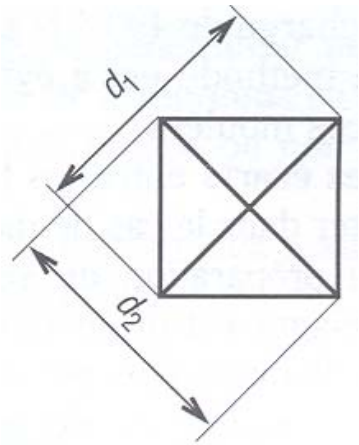
Le but de ce travail est de mesurer la microdureté du matériau, et d'analyser sa variation le long du ligament sous l'entaille. Le type d'essai le plus adapté à cet objectif est l'essai de dureté Vickers *HV,* Figure IV-20. La dureté de surface de chaque échantillon est mesurée pour estimer sa variation, dans les deux sens L et T, en fonction du temps de sablage et de la distance du ligament sous l'entaille.



a) Principe de l'essai Vickers



b) Géométrie de pénétrateur ; Pyramide en diamant de base carrée.



c) Mesure de l'empreinte.

Figure IV-20 : Essai de dureté Vickers *HV* [10].

IV.3.2. Procédure expérimentale

IV.3.2.1. Préparation des échantillons

Nous avons mentionné précédemment que nous voulons montrer la variation de la microdureté dans les deux sens L et T. Pour cela, de petits échantillons ont été préparés à partir des éprouvettes de fatigue et celles rompues par mouton pendule Charpy (éprouvettes Charpy L et T), Figure IV-21.
Le Tableau IV-11 représente les différentes étapes de préparation des éprouvettes.

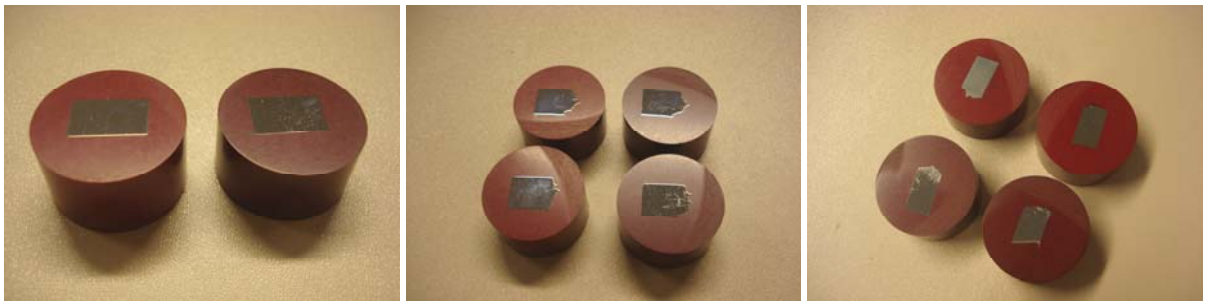


Figure IV-21 : Eprouvettes de microdureté *HV* préparées à partir des éprouvettes de :
a) fatigue,
b) Charpy L,
c) Charpy T.

Etape	Opération
1	Découpage de petits échantillons à partir des éprouvettes de fatigue et de Charpy en récupérant la zone utile (zone d'entaille)
2	Injection sous pression de Bakélite autour de l'échantillon, pour obtenir un porte-échantillon de forme cylindrique, Figure IV-21
3	Pré-polissage au papier abrasif (P120, 240, 400, 600)
4	Rinçage de l'échantillon
5	Polissage automatique au disque feutre chargé de suspension de diamant (6µm)
6	Rinçage du porte-échantillons
7	Polissage automatique au disque feutre chargé de suspension de diamant (3µm)
8	Rinçage du porte-échantillons puis séchage à l'aide d'une soufflette
9	Position d'échantillon sous l'objectif du microscope et réalisation de la mesure

Tableau IV-11 : Etapes de préparation des échantillons des essais de dureté *HV*.

IV.3.2.2. Appareil et paramètres de mesure de la microdureté *HV*

La mesure de la microdureté est réalisée en utilisant un microscope optique, Figure IV-22, et en appliquant une force F = 500 g sur une pyramide à base carrée en diamant d'angle au sommet α_p =136°. La pression est maintenue pendant 15 s. L'empreinte formée est donc pyramidale.

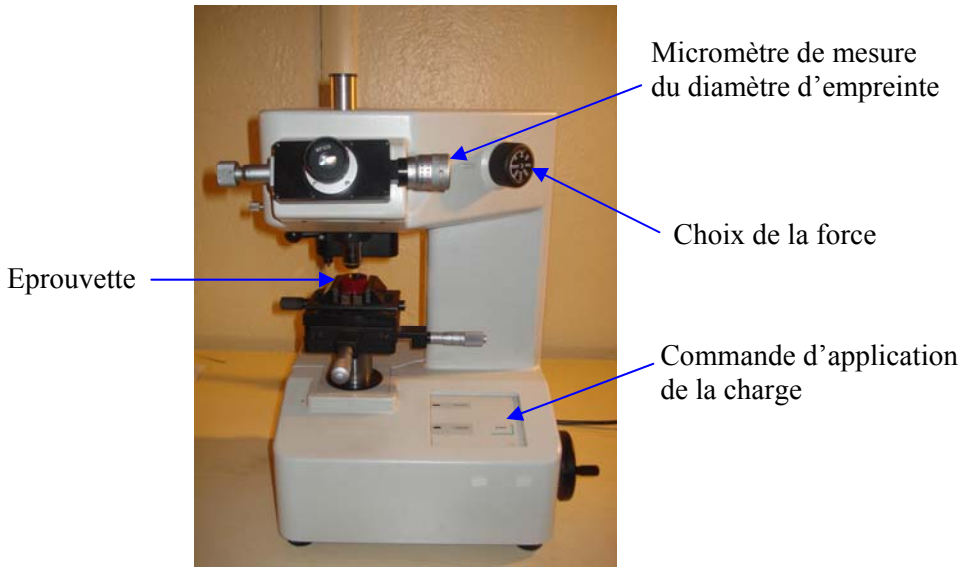


Figure IV-22 : Microduromètre Vickers.

IV.3.3. Résultats

Pour chaque éprouvette, nous avons repéré le fond d'entaille (point 0 ; origine de mesure). Ensuite, les essais de microdureté ont été réalisés, en plusieurs points, à partir du fond d'entaille et dans l'épaisseur de l'éprouvette en suivant :

1. L'axe de l'entaille, pour les échantillons issus des éprouvettes de fatigue. Et en parallèles avec cet axe, pour les échantillons issus des éprouvettes Charpy L et T, où la distance entre ces points et la ligne de rupture est comprise entre 0.5 et 1 mm.
2. La ligne de rupture correspondante aux échantillons Charpy rompus, où la distance entre ces points et la ligne de rupture est fixée à 0.3 mm.

Une distance entre chaque deux points de mesure consécutif doit être respectée. La distance acceptable doit être au moins équivalent à 2.5 la longueur de la diagonale d'empreinte [9-10], Figure IV-23.

Les deux diagonales de l'empreinte sont mesurées, Figure IV-20©, et la valeur moyenne est utilisée pour calculer *HV,* Eq. 11.

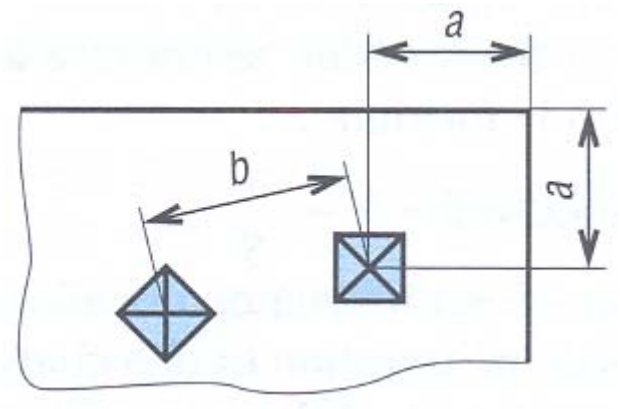


Figure IV-23 : Conditions pour les mesures répétitives.

Les résultats enregistrés, pour les trois types d'échantillons, sont présentés par les Tableaux IV-12, IV-13 et IV-14. r est la distance entre le fond d'entaille et le point de mesure.

Les Figures IV-24, IV-25 et IV-26, adaptées aux valeurs enregistrées dans les Tableaux mentionnés, permettent d'évaluer, pour les différents types d'échantillons, la variation de la dureté du matériau au fond d'entaille en fonction du temps de sablage.

Distance Sous entaille r [mm]	Sens Longitudinal L								
	Eprouvette de référence			Eprouvette sablée 1h			Eprouvette sablée 8h		
	Axe d'entaille	Ligne de rupture	Moyenne	Axe d'entaille	Ligne de rupture	Moyenne	Axe d'entaille	Ligne de rupture	Moyenne
0	210	234	222	230	230	230	198	216	207
0.2	210	234	222	235	243	239	216	240	228
0.4	237	243	240	230	234	232	230	232	231
0.6	231	241	236	235	227	231	230	232	231
0.8	243	243	243	245	245	245	230	230	230
1	234	216	225	237	231	234	237	229	233
1.25	240	240	240	230	230	230	230	230	230
1.5	229	239	234	226	226	226	205	225	215
2	225	225	225	212	230	221	210	210	210
2.5	223	223	223	204	204	204	203	203	203
3	210	224	217	221	215	218	203	241	222
3.5	218	218	218	209	209	209	210	210	210
4	213	231	222	210	212	211	216	232	224

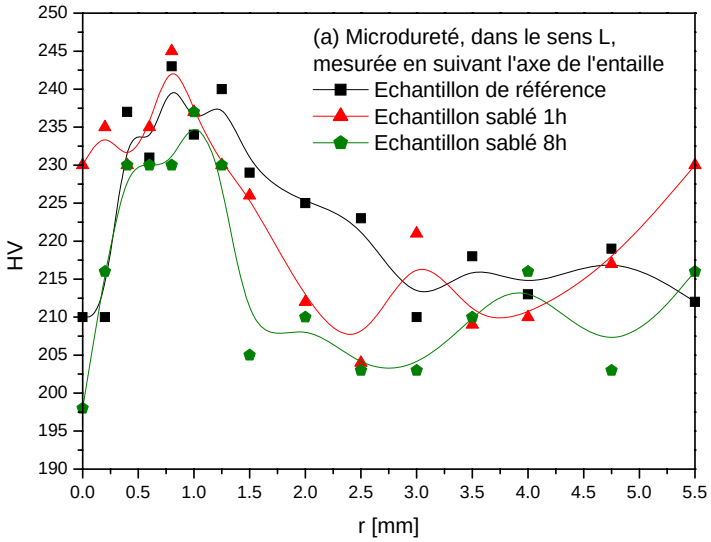
Tableau IV-12 : Valeurs de la microdureté *HV,* sous l'entaille, pour des échantillons Charpy L, en fonction de la longueur du ligament et du temps de sablage.

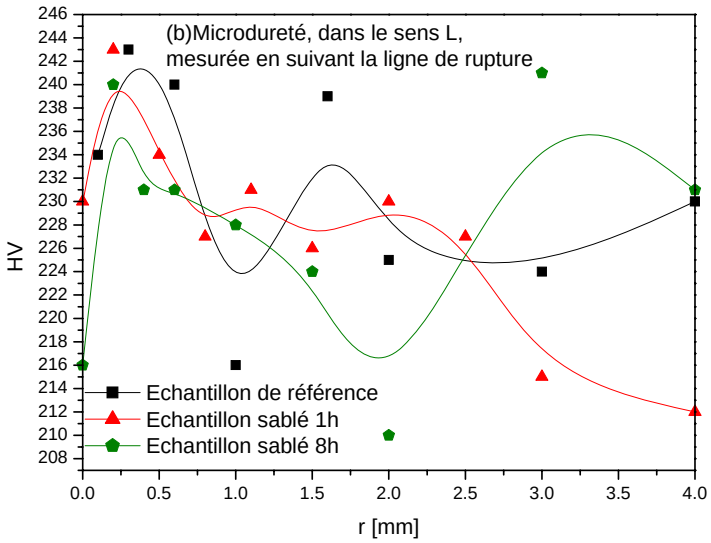
Distance Sous entaille r [mm]	Sens Transversal T								
	Eprouvette de référence			Eprouvette sablée 1h			Eprouvette sablée 8h		
	Axe d'entaille	Ligne de rupture	Moyenne	Axe d'entaille	Ligne de rupture	Moyenne	Axe d'entaille	Ligne de rupture	Moyenne
0	194	194	194	216	216	216	226	226	226
0.2	198	198	198	219	219	219	219	203	211
0.4	209	221	215	206	212	209	226	252	239
0.6	224	216	220	224	212	218	224	224	224
0.8	210	210	210	210	210	210	210	210	210
1	212	210	211	204	204	204	214	228	221
1.25	210	210	210	212	212	212	205	205	205
1.5	202	208	205	200	206	203	195	195	195
2	194	192	193	195	215	205	198	198	198
2.5	206	206	206	211	211	211	203	203	203
3	203	209	206	212	206	209	203	199	201
3.5	211	211	211	218	218	218	203	203	203
4	221	221	221	234	216	225	219	219	219

Tableau IV-13 : Valeurs de la microdureté *HV,* sous l'entaille, pour des échantillons Charpy T, en fonction de la longueur du ligament et du temps de sablage.

r [mm]	Eprouvette de référence	Eprouvette sablée 8h
0	201	194
0.5	196	190
1	195	200
1.5	193	193
2	200	200

Tableau IV-14 : Valeurs de la microdureté *HV*, sous l'entaille, pour des échantillons tuile romaine.





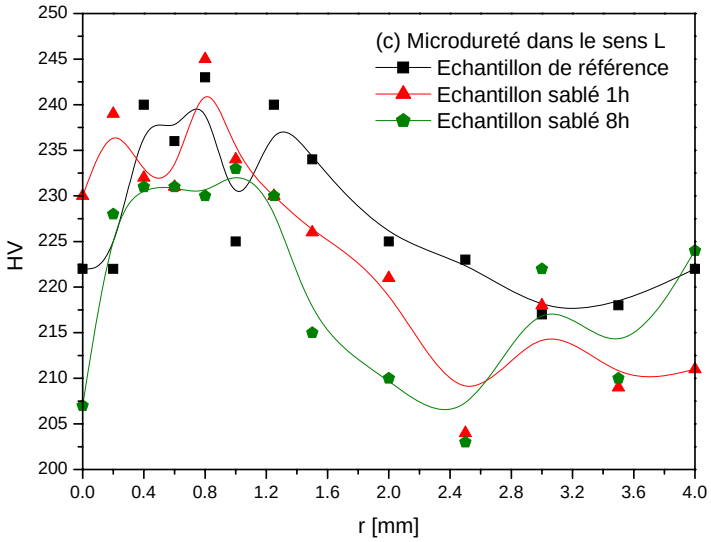
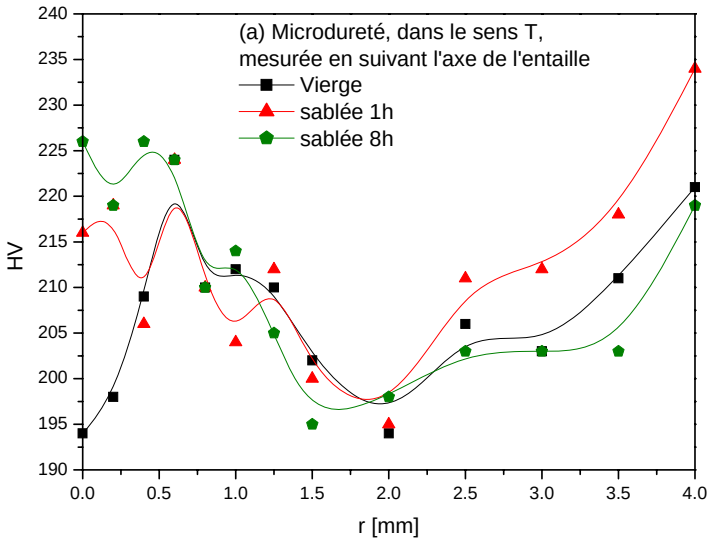
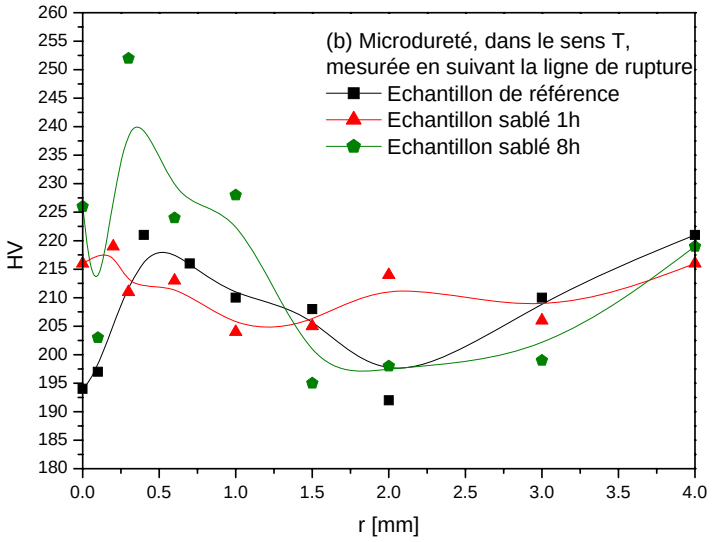


Figure IV-24 : Variation de la microdureté *HV* au fond d'entaille des échantillons Charpy L, en fonction du temps de sablage :
a) En parallèle avec l'axe d'entaille,
b) En suivant la ligne de rupture,
c) La moyenne des valeurs de mesure (a + b).





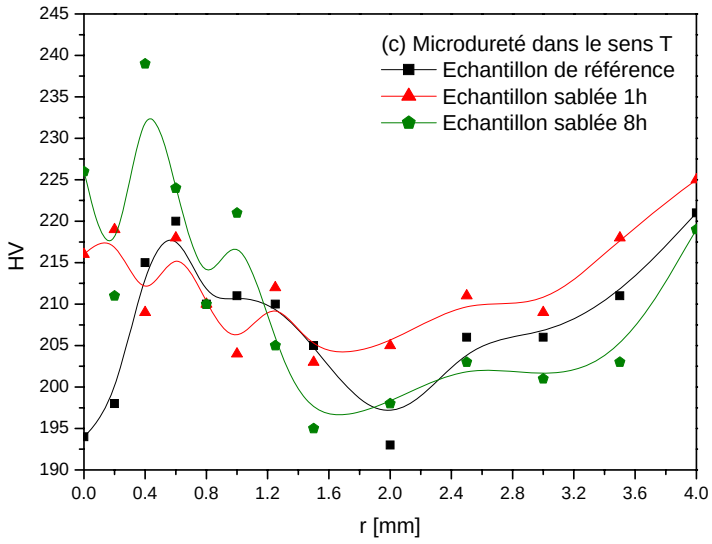


Figure IV-25 : Variation de la microdureté *HV* au fond d'entaille des échantillons Charpy T, en fonction du temps de sablage :
a) En parallèle avec l'axe d'entaille,
b) En suivant la ligne de rupture,
c) La moyenne des valeurs de mesure (a + b).

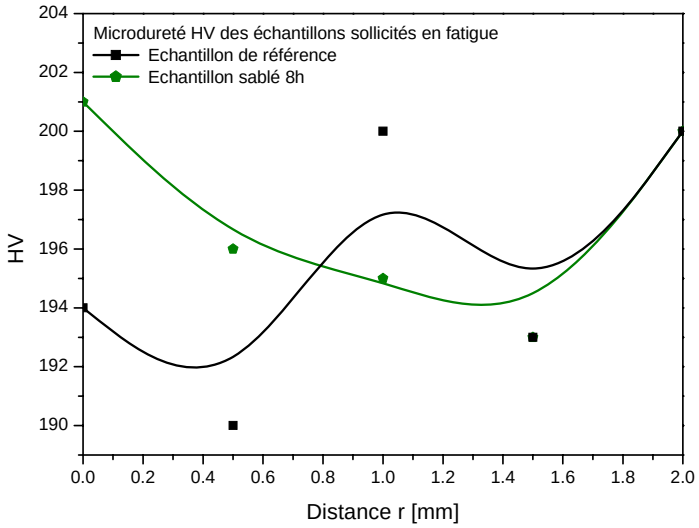


Figure IV-26 : Variation de la microdureté *HV* au fond d'entaille des échantillons de fatigue, en fonction du temps de sablage.

IV.3.4. Discussions

A partir de ces résultats, nous constatons que :

- A une distance proche du fond d'entaille, la microdureté du matériau est maximale, Figures IV-24 et IV-25.

- Dans le sens L, nous remarquons un écrouissage local sur une distance r = 1.2 mm. Cette distance est plus faible dans le sens T (r = 0.6 mm). Ainsi, la zone plastique est plus importante dans le sens L et le comportement du matériau, dans les deux sens, est différent.

- La zone plastifiée se trouve juste au fond d'entaille, donc, en regardant la variation de la dureté jusqu'à 1.2mm du fond d'entaille, nous montrons que :

i) Dans le sens L, la dureté du matériau, pendant une heure de sablage, augmente (augmentation de la ténacité), mais à 8h de sablage, la dureté est faible (endommagement important provoquant la diminution de la ténacité).

ii) Dans le sens T, le temps de sablage augmente la dureté du matériau (la résistance à la traction dans le sens T est plus forte que celle dans le sens L).

- Pour les éprouvettes sollicitées en fatigue 'Tuile Romaine', prélevées dans le sens T, la dureté augmente aussi sous sablage, Figure IV-26. Ainsi, on peut dire généralement que, pour un temps de sablage assez long (8h), la dureté dans le sens L diminue, mais augmente dans le sens T.

IV.4. Conclusion partielle du chapitre IV

L'analyse microstructuelle de l'acier API 5L X52, dans les deux sens L et T, et pour différentes périodes de sablage, a été réalisée. Cette étude porte sur :

- L'observation microscopique des couches impactées par le sable,
- L'analyse des contraintes résiduelles au fond d'entaille,
- La mesure de microdureté *HV* sous l'entaille.

L'évolution de la microstructure de la surface d'entaille sablée a été observée par un Microscope Electronique à Balayage MEB. La minimisation de la taille des grains au fond d'entaille sablée pendant 8h, est constatée sur une épaisseur d'environ 10 μm. La fragmentation des grains du fond d'entaille est le signe d'une forte déformation plastique.

La distribution des contraintes résiduelles, au fond d'entaille, a été évaluée en fonction de :

- Temps de sablage,
- Rayon d'entaille,
- Sens d'éprouvettes (L et T).

Les résultats montrent que :

1. les contraintes résiduelles sont en compression et le sablage influence le niveau et la distribution de ces contraintes résiduelles.
2. Plus le rayon d'entaille est grand, plus la zone impactée est large (importants grains de sable pénétrés dans l'entaille), plus les contraintes résiduelles sont importantes.
3. Après 1h de sablage, les contraintes en compression sont plus importantes que celles-ci après 8h du sablage. Cette situation est due à l'écrouissage du matériau. Au début de l'érosion, le matériau subit un écrouissage jusqu'à environ 1h de sablage. Après cette valeur, débute la plastification, donc une relaxation des contraintes suivi d'un endommagement plus important.
4. Les contraintes maximales de compression chutent brutalement après une heure d'environ pour stabiliser au delà de 2 mm. Le temps d'érosion est très influant, on passe de l'écrouissage après 1h à un endommagement après 8h.
5. Les contraintes résiduelles en compression, introduites par le sablage, sont plus importantes dans le sens L que celui T.

La microdureté *HV* du matériau a été mesurée, à partir de fond d'entaille le long du ligament, afin de montrer sa variation pendant le sablage dans les deux sens L et T.

Les mesures effectuées montrent que :

1. La microdureté maximale se trouve à une distance proche du fond de l'entaille,
2. Dans le sens L, nous remarquons un écrouissage local sur une distance r = 1.2 mm. Cette distance est plus faible dans le sens T (r = 0.6 mm). Ainsi, la zone plastique est plus importante dans le sens L et le comportement du matériau, dans les deux sens, est différent.
3. Pour un temps de sablage assez long (8h), la dureté dans le sens L diminue (endommagement important provoquant la diminution de la ténacité), mais augmente dans le sens T (la résistance à la traction dans le sens T est plus forte que celle dans le sens L) .

Références bibliographiques du chapitre IV

[1] A. Stacey, H.J. Mac Gillivray, G.A. Webster, P.J. Webster and K.R.A Ziebeck, Measurement of residual stresses by neutron diffraction, J Strain Analysis 20, 93-100, 1985.

[2] P.J. Webster, G. Mills, X.D. Wang, W.P. Kang and T.M. Holden, Impediments to efficient through-surface strain scanning, J Neutron Research 3, 223-240, 1996.

[3] P.J. Webster, Analyse des contraintes résiduelles et de la texture dans les matériaux : applications industrielles, J. Phys. IV France 103, 2003.

[4] Iheb Chaieb, Analyse et simulation des contraintes résiduelles induites par des traitements mécaniques de précontrainte en grenaillage et choc laser, Mémoire de thèse, Université de Reims, 2004.

[5] I.C. Noyan and J.B. Cohen, Residual Stress - Measurement by Diffraction and Interpretation, Springer Verlag, New York, 1987.

[6] XP A 09-285, Essais non destructifs : Méthodes d'essais pour l'analyse des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X, AFNOR, 1999.

[7] N. Ji, application de l'analyse des profiles de raies de diffraction X pour caractériser l'état microstructural et mécanique des matériaux métalliques, thèse ENSAM, Septembre 1989.

[8] B. Barthélémy, Notions pratiques de mécanique de la rupture, Editions Eyrolles 61, p. 26, 1980.

[9] Annual book of ASTM standards, Metals test methods and analytical procedures, vol. 3.1, **A**merican **S**ociety for **T**esting and **M**aterials, 1998.

[10] J. Barralis, G. Maeder, Métallurgie : élaboration, structures-propriétés, normalisation, Editions AFNOR/Nathan, Paris, NF EN ISO 6507-1/-2 /-3/-4, p. 187, 2005.

Chapitre V

Qualification déterministe de la nocivité des défauts

Qualification déterministe de la nocivité des défauts

V.1. Diagramme Intégrité Rupture Modifié

Toute rupture élasto-plastique est caractérisée par un point dans un diagramme appelé Diagramme Intégrité Rupture (D.I.R.). Ce diagramme prend en compte tous les types de rupture : fragile et élastique-plastique, Figure V-1.

Le D.I.R. présente une courbe de rupture comme un Facteur d'Intensité de Contraintes d'entaille non dimensionnel critique (K_r) en fonction de la contrainte non dimensionnelle ou du chargement (S_r).

L'interpolation entre les deux limites (rupture fragile et destruction plastique), est obtenue par une courbe représentant la limite de la rupture, appelée ligne intégrité rupture.

De nombreuses courbes d'interpolation ont été proposées. Nous avons choisi d'utiliser la courbe donnée par la procédure SINTAP (Structural Integrity Assessment Procedure for European Industry). Les expressions mathématiques de la procédure SINTAP sont données par [1] :

$$f(S_r) = \left[1 + \frac{S_r^2}{2}\right]^{\frac{-1}{2}} \left[0.3 + 0.7 \times e^{\left(-0.6 \times S_r^6\right)}\right], \quad \text{for } 0 \le S_r \le 1 \text{ where } S_r^{max} = 1 + \left(\frac{150}{R_e}\right)^{2.5} \qquad (1)$$

Avec:

$f(S_r)$: Fonction d'interpolation,

S_r : Chargement non dimensionnel ou contrainte non dimensionnelle,

S_r^{max} : Valeur maximale du chargement non dimensionnelle ou de contrainte non dimensionnelle,

R_e : Limite d'élasticité.

Le code de procédure SINTAP a été établi pour des défauts de type fissure. Or, l'objectif principal de notre étude porte sur la caractérisation des défauts de type entailles. Nous avons donc décidé d'adapter ce code de procédure à nos besoins. Les paramètres du Diagramme Intégrité Rupture Modifié (D.I.R.M.) sont les suivant :

$$K_{\rho,r} = \frac{K_{\rho,app}}{K_{\rho,i}} \qquad (2)$$

$$S_r = \frac{\sigma_{\theta\theta}}{\sigma_0} \qquad (3)$$

$$\sigma_0 = \frac{R_e + R_m}{2} \qquad (4)$$

Avec :

- $K_{\rho,app}$: Facteur d'Intensité de Contraintes d'entaille appliqué,

- $K_{\rho,i}$: Facteur d'Intensité de Contraintes d'entaille à l'amorçage,
- $\sigma_{\theta\theta}$: Contrainte circonférentielle,
- σ_0 : Limite d'écoulement conventionnelle,
- R_e : Limite d'élasticité,
- R_m : Résistance ultime.

$K_{\rho,app}$ et $K_{\rho,i}$ ont été obtenus sur une éprouvette "tuile romaine", en utilisant la méthode volumétrique, paragraphe I.2.4.4.

L'obtention de la valeur du Facteur d'Intensité de Contraintes d'entaille à l'amorçage $K_{\rho,i}$, nécessite tout d'abord, la réalisation d'essais de rupture en flexion 3 points, sur des éprouvettes Tuiles Romaines. Ces essais permettent de déterminer la charge critique, charge permettant d'obtenir l'amorçage de la fissure au fond de l'entaille. Cet amorçage est détecté par émission acoustique [2].

Une fois cette charge critique déterminée, nous pouvons l'introduire dans une simulation par éléments finis. La modélisation de l'essai de flexion 3 points permet de calculer la répartition des contraintes le long du ligament sous l'entaille, à la charge critique.

L'application de la méthode volumétrique, paragraphe I.2.4.4, à cette distribution, donne la valeur de la distance effective, et de la contrainte effective, Figure I-41, et ainsi définir le Facteur d'Intensité de Contraintes d'entaille à l'amorçage.

La contrainte circonférentielle, $\sigma_{\theta\theta}$, est donnée par :

$$\sigma_{\theta\theta} = \frac{R_{\text{int}} . P_{pr}}{t_{tuyau}} \tag{5}$$

Avec :

P_{pr} : Pression appliquée sur les parois intérieures du tuyau (dans notre étude P_{pr} = 70 bars),

R_{int} : Rayon intérieur,

R_{ext} : Rayon extérieur,

t_{tuyau} : Epaisseur.

Les éprouvettes ont été prélevées à partir d'un tuyau de 610 mm de diamètre et de 11 mm d'épaisseur.

Il est toutefois important de souligner que la ténacité obtenue par le biais du Facteur d'Intensité de Contraintes d'entaille critique est dépendante du rayon d'entaille utilisé. Le fait d'avoir un paramètre $K_{\rho,r}$, sans dimension, permet d'utiliser les mêmes courbes d'intégrité rupture quelque soit le rayon d'entaille.

Dans notre Diagramme Intégrité-Rupture Modifié, la Ligne Intégrité Rupture et le coefficient de sécurité gardent les mêmes définitions qu'énoncées précédemment.

Tout point de fonctionnement, dans ce Diagramme Intégrité Rupture Modifié, sera représenté par un couple de coordonnées : (S_r ; $K_{\rho,r}$). S_r étant le rapport entre la contrainte circonférentielle ($\sigma_{\theta\theta}$) et la limite d'écoulement conventionnelle (σ_0). $K_{\rho,r}$ étant le rapport entre le Facteur d'Intensité de Contraintes d'entaille appliqué ($K_{\rho,app}$) et le Facteur d'Intensité de Contraintes d'entaille à l'amorçage ($K_{\rho,i}$).

Il est intéressant de relier le D.I.R. avec le diagramme d'initiation de fissure par fatigue, le paramètre d'amorçage par fatigue est aussi exprimé en terme de Facteur d'Intensité de Contraintes d'entaille. De même, nous définissons le seuil du Facteur d'Intensité de Contraintes d'entaille non dimensionnel $k_{r,th}$:

$$k_{r,th} = k_{\rho,th} / k_{\rho,c} \tag{6}$$

Sa valeur dépend de la définition conventionnelle du nombre de cycles d'essai de fatigue sans initiation N_{ni}. La ténacité de l'acier API 5L X52 entaillé a été mesurée après absorption d'hydrogène et après sablage. Sur la figure V-1, le Diagramme Intégrité Rupture Entaille Modifié (K_r, S_r) a été établi. Le point de fonctionnement caractérise la structure chargée avec un défaut de type entaille. La ligne droite, représentant le chemin de chargement, est tracée en passant par l'origine et par le point de fonctionnement, les paramètres K_r et S_r sont proportionnels.

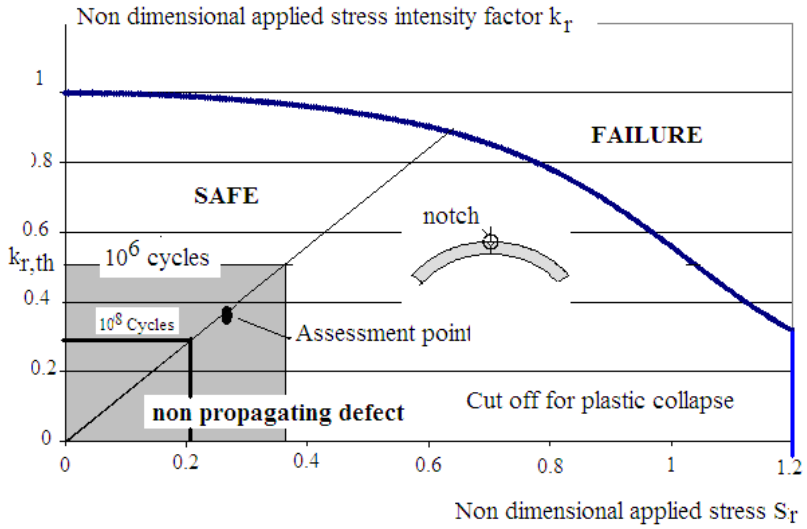


Figure V-1 : Diagramme Intégrité Rupture classique avec des conditions pour un défaut non propagé.

V.2. Validation du cas étudié dans le Diagramme Intégrité Rupture Modifié

L'ensemble des résultats obtenus, permettent de renseigner le Diagramme Intégrité Rupture Modifié, Figure V-2. A partir de cette figure nous calculons les différents facteurs, Tableau V-2 :

- Facteur de sécurité : $F_{Séc} = \dfrac{OC}{OA}$
- Facteur de sûreté : $F_{Sûr} = \dfrac{OB}{OA}$

O : Point d'origine,

A : Point de fonctionnement,

B : Point d'intersection entre le chemin de charge et la courbe de sûreté,

C : Point d'intersection entre le chemin de charge et la ligne intégrité rupture.

L'évolution de ces facteurs permettra de conclure de l'influence de l'hydrogène et du sablage, sur l'acier API 5L X52.

Le tableau IV-1 résume la valeur des différents paramètres permettant le positionnement des trois points de fonctionnement, à l'air, après huit heures de sablage et sous hydrogène. Pour différentes éprouvettes, chargées en hydrogène pendant 168, 264 et 480 heures, le Facteur d'Intensité de Contraintes d'entaille à l'amorçage reste toujours autour de 65.7 MPa√m.

Le calcul de la contrainte circonférentielle est obtenu en utilisant la relation (5), pour une pression de service de 70 bars, et des dimensions du tuyau (épaisseur 11 mm et diamètre 610 mm).

Type	$K_{\rho,app}$ MPa√m	$K_{\rho,i}$ MPa√m	$\sigma_{\theta\theta}$ MPa	R_e MPa	R_m MPa	σ_0 MPa	$(S_r ; K_{\rho,r})$
Air	13	69.25	194.1	451	626.86	539	(0.36 ; 0.188)
Hydrogène	13	65.73	194.1	420	570	495	(0.392 ; 0.198)
Sablage	13	75.83	194.1	429	574.12	502	(0.387 ; 0.171)

Tableau V-1: Récapitulatifs des valeurs de S_r et $K_{\rho,r}$.

La figure V-2 montre l'influence de l'hydrogène et du sablage en comparaison à un essai de référence à l'air. Deux zones ont été définies, une zone de sécurité (en dehors de cette zone la rupture est probable), et une zone de sûreté (probabilité de rupture 10^{-5}).

Le tableau V-2 défini les différents facteurs de sécurité et de sureté dans les milieux étudiés (air, hydrogène et érosion).

Ces facteurs restent acceptables compte tenu des sollicitations imposées aux pipelines (pression de service 70 bars).

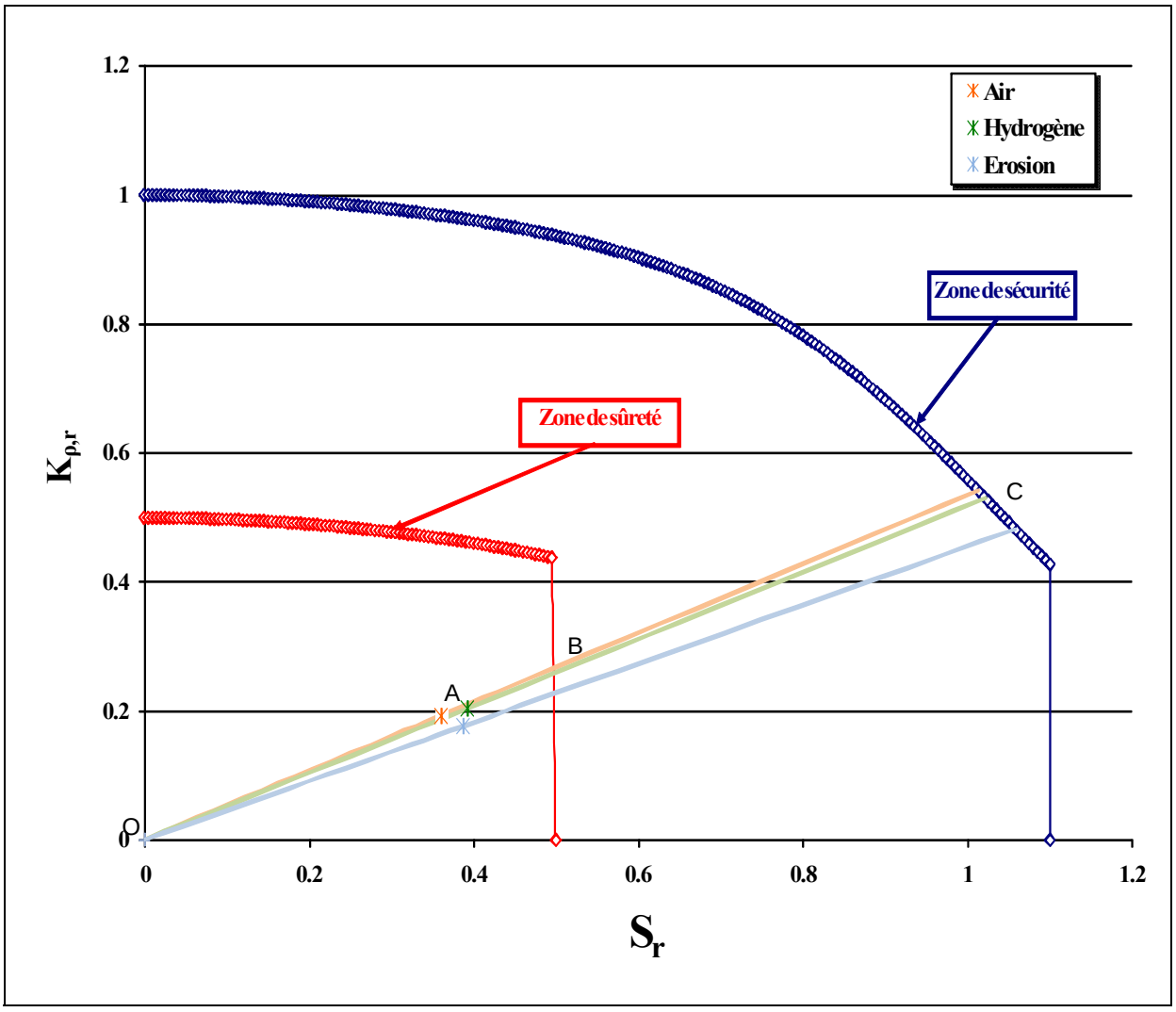


Figure V-2 : Evolution du point de fonctionnement.

Calcul du facteur de sécurité				
AIR	HYDROGENE	INFLUENCE	SABLAGE	INFLUENCE
2,81	2,61	-7,27%	2,73	-2,72%
Calcul du facteur de sureté				
AIR	HYDROGENE	INFLUENCE	SABLAGE	INFLUENCE
1,89	1,76	-6,67%	1,89	0,10%

Tableau V-2 : Influence du sablage et de l'hydrogène sur les coefficients de sécurité et de sûreté.

A partir de ces résultats, nous constatons que :

1) Les facteurs de sécurité et de sûreté sont diminués d'environ 7 % sous hydrogène.
2) Le sablage provoque la diminution du facteur de sécurité de 2.72 %, par contre le facteur de sûreté reste inchangé. Les contraintes résiduelles de compression introduites par sablage, la variation de la microstructure des couches surfaciques impactées et la

petite réduction d'épaisseur des parois de tuyau, sous endommagement par sablage jouent un rôle important sur les valeurs des coefficients de sécurité et de sûreté.

3) Les points de fonctionnement, Figure V-2, dans les configurations hydrogène et sablage, restent dans le domaine défini comme étant zone de sûreté. Les conditions de fonctionnement d'une structure entaillée ne sont pas dangereuses.
4) Le coefficient de sécurité, sous hydrogène ou sous sablage, est supérieur à 2, coefficient généralement adopté en mécanique **[2-3]**.
5) Le point de fonctionnement à l'air, est situé, simultanément à l'intérieur de la zone de non propagation, et sous la courbe de sûreté.

Malgré la diminution des facteurs de sécurité sous hydrogène et sous sablage, ils restent supérieurs à 2. D'après les conditions mentionnées de pression du gaz (70 bars) et de géométrie de défaut, le Diagramme Intégrité Rupture montre la possibilité d'utiliser l'acier API 5L X52, sous influence de sablage et d'hydrogène, sans aucune dangerosité.

Références bibliographiques du chapitre V

[1] SINTAP: Structural integrity assessment procedure, Final report E-U project BE95-1462 Brite Euram Programme Brussels, 1999.

[2] J. Capelle, Étude de la nocivité d'un défaut de type éraflure sur une conduite destinée au transport de gaz naturel soumise à une pression d'hydrogène, mémoire de thèse, université de Metz, 2008.

[3] H. Adib-Ramezani, J. Jeong, G. Pluvinage, Structural integrity evaluation of X52 gas pipes subjected to external corrosion defects using the SINTAP procedure, International Journal of Pressure Vessels and Piping 83, 420–432, 2006.

Conclusion générale

Conclusion générale

Cette étude, met en évidence, l'impact que le sablage et l'hydrogène peuvent avoir sur des aciers utilisés dans le réseau de transport/stockage des dérivés pétroliers.

Ce travail se focalise sur l'endommagement local, par impact de sable et par hydrogène, des entailles externes dans des tuyaux en acier API 5L X52, d'une microstructure ferrito-perlitique.

Dans le chapitre I, les bases nécessaires à cette étude sont présentées. A savoir, la théorie et les différents paramètres d'érosion par impact des particules de sable, l'effet d'érosion et d'hydrogène sur les propriétés mécaniques du matériau.

Le chapitre II est consacré à l'endommagement du matériau par sablage et par hydrogène. Nous avons réalisé les travaux suivants :

1. Identification du matériau : mode de fabrication de source (tuyau) et méthode de prélèvement des éprouvettes dans les deux sens : longitudinal (L) et transversal (T), la composition chimique et l'observation microstructurale, la mesure de la taille de grains réalisée par trois méthodes. Le diamètre moyen des grains est de 7 µm dans les deux sens L et T.
2. L'endommagement par érosion de sable est réalisé par une sableuse 2700 équipée d'un manomètre permettant d'adapter la puissance désirée. L'alimentation du sable se fait par effet venturi, permettant d'avoir un débit de sablage constant durant toute l'opération de sablage. Le sable utilisé, corindon (Al_2O_3), est de taille moyenne de grains comprise entre 300 et 400µm. Les paramètres d'essais ont été fixés (pression de l'air 4 bar, vitesse 32 m/s,…). La vitesse du flux d'air mesurée à l'aide d'un anémomètre représente une vitesse moyenne du vent de sable dans la nature, particulièrement dans les régions sahariennes. Les variables sont le temps de sablage (compris entre 1 et 8 heures) et le rayon d'entaille d'éprouvette (varie entre 0.25 et 1 mm).
3. Evaluation de la perte de masse, du volume érodé et de la variation des paramètres d'entaille : Nous avons constaté que l'endommagement dans le sens T est plus important que celui dans le sens L, ce qui nous permet de conclure que la résistance du matériau à une charge dynamique (impact de sable) est plus faible dans le sens (T) que (L). Pendant le sablage, l'angle d'entaille diminue contrairement à la croissance du rayon et de la profondeur d'entaille. La tendance supérieure du volume érodé, en fonction du rayon d'entaille, peut être justifiée par la quantité de sable impactées, plus importante pour un grand rayon d'entaille.
4. L'endommagement de l'acier API 5L X52 sous hydrogène, effectué en réalisant l'électrolyse de l'eau. Le potentiel libre, relevé sur la courbe de polarisation de l'acier X52, est de $-0{,}79V_{sce}$. Les essais sous hydrogène électrolytique ont été réalisés à un potentiel constant de $-1V_{sce}$, et dans une solution électrolytique standard : NS4 (Natural Soil 4). Puisque l'éprouvette ne peut absorber la totalité d'hydrogène créée, la quantité et la concentration d'hydrogène absorbée ont été évaluées en comparant la quantité de courant en jeu, lors du chargement en hydrogène électrolytique d'une éprouvette (réduction de l'éprouvette de travail), et lors de son déchargement (oxydation de l'éprouvette de travail). Les temps de chargement sont compris entre 1 heure et 168 heures. Par contre, le temps de décharge est fixé à 1 heure. Nous avons constaté qu'à partir de 50 heures de chargement, les quantités d'hydrogène absorbées

n'évoluent quasiment plus. Nous introduisons très peu d'hydrogène dans le matériau, par rapport aux quantités créées, environ 2% pour l'acier API 5L X52.

Dans le chapitre III, nous démontrons, par un nombre conséquent d'essais de diverses natures (traction, Charpy, fatigue en flexion trois points), les effets induits par le sablage et par l'hydrogène sur la nuance d'acier API 5L X52.

Le sablage agit sur les propriétés statiques du matériau, par augmentation de la déformation à rupture. Elle est, en moyenne, de 36 % dans le sens L et de 17 % dans l'autre sens T. Cet avantage est lié à la plastification des couches surfaciques, impactées par le sable qui augmentent la ductilité du matériau. La déformation à la rupture est considérablement diminuée sous l'effet de l'hydrogène, en moyenne, 42 %. La forte chute de l'allongement à rupture est liée à l'absorption d'hydrogène, qui permet de passer d'un comportement de rupture ductile à un comportement mixte.

La ténacité augmente avec le rayon d'entaille, mais se manifeste différemment durant le sablage. Elle diminue dans le sens L et augmente dans l'autre sens. Dans le sens L, le sablage est néfaste pour la ténacité du matériau entaillé et sa résistance à rupture. Plus le temps de sablage croît, plus l'endommagement caractérisé par un volume érodé est important, et plus la ténacité diminue. Dans le sens T, le temps de sablage améliore la ténacité du matériau entaillé. Le volume érodé est moins important que l'augmentation du rayon d'entaille. Plus le rayon d'entaille est grand, plus la valeur de la contrainte maximale au fond d'entaille diminue et plus le facteur de concentration de contraintes est faible. Les valeurs de l'énergie de rupture et de la ténacité du matériau dépendent de l'accumulation de la déformation plastique et de la croissance du rayon d'entaille d'une part, et de l'endommagement par écaillage du matériau d'autre part.

La durée de vie, d'une structure entaillée, augmente par sablage et diminue sous hydrogène. L'effet bénéfique du sablage est dû aux paramètres principaux :

- Ecrouissage local du matériau,

- Les contraintes résiduelles de compression au fond d'entaille,

- Variation du profil d'entaille et de ses paramètres (augmentation du rayon),

Le gain en durée de vie du matériau par sablage, par rapport à celle d'origine (essai à l'air), varie de 32% au niveau de charge la plus élevée (plus que 2250N) à 143% pour une charge inférieure à 1000N. Donc, plus la charge est faible, plus le gain en durée de vie est important.

L'hydrogène est très néfaste pour la tenue en fatigue du matériau. Il provoque une diminution de la durée de vie de 81% pour une charge de 1688 N. Pendant l'essai de flexion trois points sous hydrogène, l'importante densité de dislocations, au milieu d'éprouvette, où les contraintes sont les plus élevées, jouent le rôle de pièges pour l'hydrogène. L'influence de l'hydrogène et le changement de la microstructure du matériau sont à l'origine de la chute sévère de la durée de vie du matériau.

Concernant la structure affectée par hydrogène et sous impact de sable, la durée de vie dépend de la charge appliquée. Pour une charge élevée, la durée de vie diminue. Elle est de -55% pour une charge de 2250 N. Plus la charge appliquée diminue, moins la chute de la durée de vie est importante. A partir d'une charge de 1500 N la durée de vie est équivalente à celle obtenue pour une éprouvette sollicitée à l'air. L'effet combiné de l'hydrogène et du sablage est alors annulé.

Afin de répondre aux questions de variation des propriétés mécaniques du matériau après sablage, nous avons présenté, dans le dernier chapitre IV, les travaux suivants :

- Observation microscopique, par un MEB, des couches impactées par le sable,
- Analyse des contraintes résiduelles au fond d'entaille par DRX,
- Mesure de microdureté *HV* sous l'entaille.

La minimisation de la taille des grains au fond d'entaille sablés pendant 8h, est constatée sur une épaisseur d'environ 10 µm. La fragmentation des grains du fond d'entaille est le signe d'une forte déformation plastique.

La distribution des contraintes résiduelles, au fond d'entaille, a été évaluée en fonction du temps de sablage, du rayon d'entaille et du sens d'éprouvettes (L et T). Les résultats montrent que :

1. Les contraintes résiduelles sont de compression et le sablage influence le niveau et la distribution de ces contraintes résiduelles.
2. Plus le rayon d'entaille est grand, plus la zone impactée est large (un important volume de grains de sable pénétrant l'entaille), et plus les contraintes résiduelles sont importantes.
3. Après 1h du sablage, les contraintes de compression sont plus importantes que celles après 8h de sablage. Cette situation est due à l'écrouissage du matériau. Au début de l'érosion, le matériau subit un écrouissage jusqu'à environ 1h de sablage. Après cette valeur, débute la plastification, donc une relaxation des contraintes suivi d'un endommagement plus important.
4. Les contraintes maximales de compression chutent brutalement après une heure d'environ pour stabiliser au delà de 2 mm. Le temps d'érosion est très influent. Nous passons de l'écrouissage après 1h à un endommagement après 8h.
5. Les contraintes résiduelles de compression, introduites par le sablage, sont plus importantes dans le sens L.

La microdureté *HV* du matériau a été mesurée, à partir du fond d'entaille, le long du ligament, afin de montrer sa variation pendant le sablage dans les deux sens L et T. Les mesures effectuées montrent que :

1. La microdureté maximale se trouve à une distance proche du fond de l'entaille,
2. Dans le sens L, nous remarquons un écrouissage local sur une distance r = 1.2 mm. Cette distance est plus faible dans le sens T (r = 0.6 mm). Ainsi, la zone plastique est plus importante dans le sens L, et le comportement du matériau, dans les deux sens, est différent.
3. Pour un temps de sablage aussi long (8h), la dureté dans le sens L diminue (endommagement important provoquant la diminution de la ténacité), mais augmente dans le sens T (résistance à la traction dans le sens T plus forte que celle dans le sens L).

La nocivité d'entaille sous sablage et hydrogène a été étudiée, dans le chapitre V, par le Diagramme Intégrité Rupture Modifié. Les points de fonctionnement dans les différentes configurations (air, hydrogène et sablage), restent dans la zone de sûreté. L'entaille reste sans dangerosité, mais la fragilisation du matériau par hydrogène apparait clairement en diminuant

les facteurs de sécurité et de sûreté de 7%. Le sablage provoque la diminution du facteur de sécurité de 2.7% mais le facteur de sûreté reste sans changement.

Le travail présenté dans cette thèse peut ouvrir la porte à d'autres travaux de recherche complémentaires. La perspective dans l'avenir est l'application de la méthode de calcul numérique par éléments finis aux structures entaillées, sous conditions d'endommagement par impact de grains de sable. Les différentes géométries des défauts et les paramètres d'endommagement, dans ce calcul, seront d'une grande utilité.