

---

# Caractérisation par émission acoustique de la formation des oxydes obtenus sur l'acier sollicité en flexion à haute température sous atmosphère contrôlée

Amine Makni<sup>1</sup>, Abdallah Haouam<sup>2</sup>, Jérôme Favergeon<sup>3</sup>,  
Laurent Lahoche<sup>3</sup>, Gérard Moulin<sup>3</sup>

1. Laboratoire de modélisation mécanique et productique, École nationale d'ingénieurs de Sfax, BP 3038, Sfax, Tunisie  
makni.amine@gmail.com
2. Laboratoire de mécanique industrielle, département de génie mécanique, faculté des sciences de l'ingénierat, université Badji Mokhtar, BP 12, 23000 Annaba, Algérie  
haouam\_a@yahoo.fr, abdallah.haouam@univ-annaba.dz
3. Laboratoire Roberval, centre de recherches Royallieu, université de technologie de Compiègne, BP 60529, 60200 Compiègne, France  
jerome.favergeon@utc.fr, laurent.lahoche@univ-picardie.fr, gerard.moulin@utc.fr

---

**RÉSUMÉ.** Le but de ce travail est d'analyser les signaux acoustiques enregistrés durant le déroulement des essais de flexion 4 points réalisés sous différentes atmosphères (air, azote et vapeur d'eau) sur des éprouvettes en acier, à une vitesse de sollicitation constante : 0,11 mm/min et à deux températures différentes : 650 °C et 900 °C. L'analyse acoustique fera apparaître les spécificités, en termes de signatures acoustiques, entre les différents modes d'endommagement que peuvent subir les oxydes développés sur l'acier, puisque les essais mécaniques imposent des contraintes qui dépassent largement le domaine élastique de ces oxydes. Cela corrobore l'existence d'une corrélation entre les anomalies enregistrées sur différentes courbes mécaniques (force-déplacement) pendant les essais de flexion quatre points sous différentes atmosphères, les observations microstructurales effectuées ex situ sur les oxydes obtenus et la présence de lésions au niveau de ces oxydes enregistrée par émission acoustique dans des conditions in situ.

**ABSTRACT.** The objective of this work is to analyze the acoustic signals recorded during the progress of the 4-point bending tests under different atmospheres (air, nitrogen and water vapor) on specimens of steel, at a constant strain rate: 0.11 mm/min and at two different temperatures: 650 °C and 900 °C. Acoustic analysis will reveal the specificities in terms of acoustic signatures, between different modes of damage that can suffer oxides developed on steel, since the mechanical tests impose constraints that go far beyond the elastic range of these oxides. This corroborates the existence of a correlation between anomalies occurring on different mechanical curves (force-displacement) recorded during four-point bending tests under different

*atmospheres, the microstructural observations carried out ex situ on the oxides obtained and the presence of lesions at these oxides recorded by acoustic emission in situ conditions.*

*MOTS CLÉS : calamine, oxydation, laminage à chaud, émission acoustique, flexion 4 points.*

*KEYWORDS: scale, oxidation, hot rolling, acoustic emission, 4-point bending.*

---

DOI: 10.3166/rcma.2017.00015 © 2017 Lavoisier

### **Extended abstract**

This work is interested to the problems met during hot rolling of carbon steel sheets. The oxide scales formed during this process can, indeed, be at the origin of various defects of surface. It is a form of corrosion, which is the major cause of structural degradation of material. Several general inspection methods are used to detect it; acoustic emission (AE) technique is among them. AE is occurring during the processes of mechanical loading of materials. The AE enables to reveal the presence of defects and to follow *in situ*, in temperature and during mechanical solicitation, their propagation within material.

In our case, four-point bending tests are used to simulate the mechanical stress to which are subject the steel slabs during the rolling sequence in a temperature range between 900 °C and 650 °C, which correspond respectively to the annealing temperature and the temperature inside the rolls. Samples used in these experiments are in semi-hard steel, having dimensions 25 × 5 × 1 mm, one side covered with a chromia layer. The acoustic signals are acquired by specific sensors coupled to the experimental set up and analysis of different characteristics of AE is carried out through software.

The experimental results include observations of the microstructure of oxidized samples and the results of the monitoring of AE *in situ* degradation oxides obtained following the four-point bending tests under different atmospheres (air, water vapour and nitrogen). Among the parameters resulting used from different recorded acoustic signals, energy, absolute energy, amplitude and duration are considered here. It basically shows that: in air: comparing the general acoustic response between the two test temperatures shows that the evolution of energy at 900 °C is less regular than at 650 °C. In water vapour: at 900 °C, there is no cracking and then acoustic activity is very low; the evolution of the energy from the acoustic signals of oxide developed at 650 °C is constant during the whole time of the mechanical test. In nitrogen: this activity is lower at high temperature, whereas at low temperature, energy evolves with time, with localized energy peaks at the different anomalies observed in the (force-time) bending curve. The correlation analysis between absolute energy and duration of different acoustic signals recorded during the solicitation at low temperature reveals the presence of successive acoustic populations characterized, for the same duration, by different absolute values of energy. These populations are distinct for oxide in air and in nitrogen. But the distinction is more difficult in water vapour, because of the high acoustic activity obtained for the high energy values.

It basically emerges from this work that microstructural observations recorded on the oxide scales obtained and their mechanical behavior are corroborated by AE recorded during the *in situ* monitoring of bending tests under controlled atmosphere. So, the use of AE has been very useful for the characterization of the oxide scales.

## 1. Introduction

La corrosion est responsable de la ruine de nombreuses installations industrielles qui pourraient avoir des conséquences catastrophiques au niveau de la sécurité, du personnel et de l'environnement ; elle est la principale cause de la dégradation structurelle des matériaux. Plusieurs méthodes générales d'inspection sont utilisées pour la détecter, parmi elles : la technique d'émission acoustique (EA). L'étude de cette technique a fait l'objet de nombreuses publications au cours des dernières décennies. La majorité des travaux présentés concerne les publications des travaux de laboratoires de recherche où l'EA est utilisée comme outil d'investigation pour aider à caractériser les mécanismes ou le comportement à la corrosion : corrosion sous contrainte, fatigue par corrosion, corrosion par piqûres et corrosion par abrasion. Les phénomènes de corrosion par piqûres (Mazille *et al.*, 1995), de corrosion galvanique (Arora, 1984), de carburation (Ferrer *et al.*, 2002) ainsi que ceux de corrosion sous contrainte (Proust et Lenain, 2002) ont fait l'objet de nombreuses publications. L'EA est de plus en plus utilisée pour la qualification de la capacité de pression et l'évaluation des états des dommages des fonds des réservoirs de stockage dans les industries chimiques et pétrolières, dans les pipelines, les structures d'aéronefs et les structures de génie civil (Ferrer *et al.*, 2002).

Le comportement mécanique et le suivi physico-chimique des oxydes obtenus sur des éprouvettes en acier mi-dur sollicités en flexion 4 points à différentes températures et sous différentes atmosphères a été étudié par (Makni, 2007 ; Moulin *et al.*, 2005). La présente contribution vise la vérification par la technique de suivi par émission acoustique des résultats obtenus sur ce système acier/calamine. En effet, les couches de calamine formées pendant ce procédé de mise en forme peuvent être à l'origine de différents défauts de surface, ceci est lié à leurs propriétés (Moulin *et al.*, 1996 ; Stevens *et al.*, 1971). À signaler, également, que la formation de la calamine durant le processus du laminage à chaud des tôles d'acier a fait l'objet de plusieurs travaux notamment ceux de Béranger (1994), Munther et Lenard (1999) et Schutze (1997).

L'EA permet de révéler la présence de défauts et de suivre *in situ*, en température et pendant la sollicitation, leur propagation au sein du matériau. C'est une source d'informations en temps réel sur l'endommagement mécanique du matériau par des micro-déplacements tels que le mouvement des dislocations, l'amorçage et la propagation de micro-fissures, la décohésion des interfaces, les phénomènes de frottement (Hidaka, 2003 ; Yuyama, 1983). C'est l'une des techniques les plus récentes parmi celles utilisées en contrôle non destructif. Son principe diffère par la génération par le matériau lui-même de l'onde à analyser (Beattie, 1983 ; Ono, 1997 ; Roger, 1988 ; Sotirios, 1999). Cependant, ses limites d'utilisation résident dans l'acquisition et l'analyse des salves. Ces dernières sont atténuées par le guide d'onde du montage

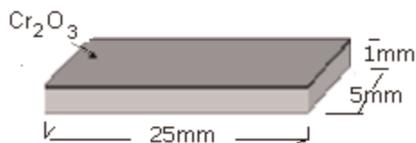


Figure 1. Schéma d'une éprouvette d'acier

expérimental utilisé (figure 1), qui sert de transfert des ondes depuis la source vers les capteurs d'acquisition, avant d'être acquises par des capteurs spécifiques. De plus, les ondes sont caractéristiques de plusieurs mécanismes d'endommagement, qui se produisent simultanément au sein du matériau et dont leur discernement devient difficile.

## 2. Matériel et méthodes expérimentales

### 2.1. Matériau

Les éprouvettes testées (figure 1) sont des tôles en acier extra-doux, de dimensions  $1 \times 5 \times 25 \text{ mm}^3$ , dont la face à oxyder est polie au papier abrasif grade 1 200 et l'autre face est couverte de  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  et de composition massique représentée sur le tableau 1.

### 2.2. Montage d'oxydation et de sollicitation mécanique

L'installation d'oxydation sous contrainte mécanique utilisée lors de la campagne expérimentale est expliquée par le schéma de la figure 2. L'échantillon est maintenu dans une enceinte confinée dans un tube en quartz dont les extrémités sont rendues étanches par des dispositifs de passage sous vide, des joints d'étanchéité et des vannes micrométriques. Le vide est obtenu durant les essais au moyen de deux pompes (primaire et secondaire) ; permettant une réduction de la pression jusqu'à  $10^{-6}$  mbar. L'échantillon est inséré entre les deux mors, fixe et mobile, placés au sein d'une tige en alumine résistant aux hautes températures et possédant une inertie chimique vis-à-vis de l'oxygène. Le déplacement imposé, au cours des essais mécaniques, est mesuré à l'aide d'un capteur LVDT. À l'issue de ce déplacement, on enregistre les valeurs de la force de réaction de l'éprouvette à l'aide d'un capteur calibré en force, placé sur une tige métallique située en zone froide du montage.

#### 2.2.1. Protocole expérimental pour l'étude du système acier-calamine

Ce protocole opératoire (figure 3) consiste en une montée en température sous azote jusqu'à  $900 \text{ }^\circ\text{C}$  ; l'azote étant considéré comme gaz inerte évitant toute réaction métal-atmosphère.

Avant d'effectuer l'oxydation à cette température, on procède à la stabilisation thermique pendant 15 à 20 min de l'échantillon afin d'avoir une température homogène

Tableau 1. Composition massique du matériau (en %)

Fe	Mn	Al	Ni	Si	C
96,76	0,85	0,75	0,50	0,33	0,82

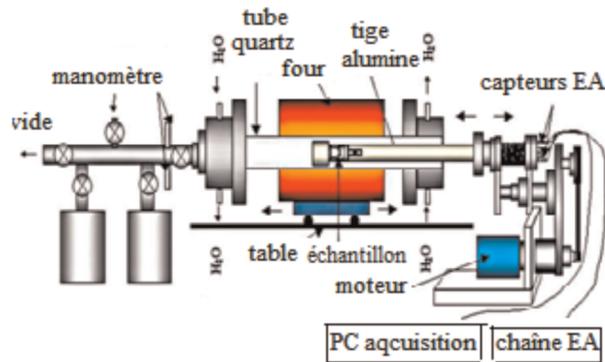


Figure 2. Schéma de l'installation d'oxydation sous contrainte mécanique

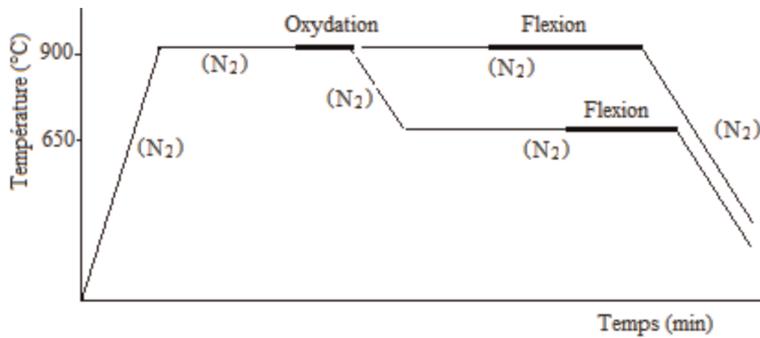


Figure 3. Schéma du protocole expérimental utilisé

dans tout le volume de l'échantillon. L'oxydation est ensuite réalisée pendant 9 min sous air ambiant ou sous vapeur d'eau. Suite à cette étape, les tests de flexion se font sous azote aux deux températures d'essais sélectionnées : 900 °C et 650 °C. Ces tests sont précédés par des paliers de stabilisation variables en durée selon la température : 5 min à 900 °C et 15 min à 650 °C. Le refroidissement lent de l'échantillon jusqu'à la température ambiante se fait « four coupé » et se déroule sans mise en tension mécanique de ce dernier après relâchement des efforts.

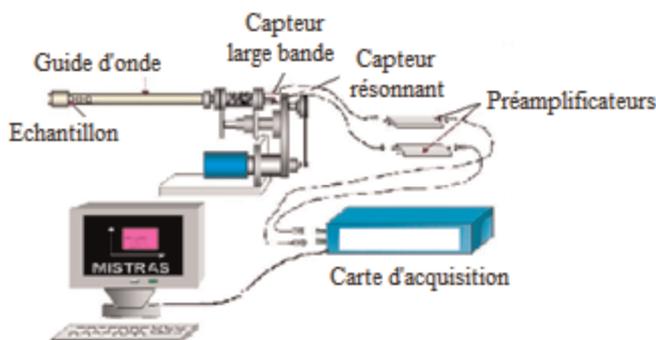


Figure 4. Schéma du montage d'acquisition de l'émission acoustique

### 2.3. Dispositif expérimental d'acquisition des signaux acoustiques

Le dispositif d'acquisition des signaux d'EA (figure 4) a été mis en place et adapté au montage expérimental utilisé dans le cadre de cette étude. Les signaux acoustiques sont acquis par deux types de capteurs : un capteur piézoélectrique résonant de type Micro 80, avec une sensibilité optimale qui se situe entre 100 et 450 kHz et un capteur large bande de type WD qui couvre un large spectre de fréquence. La complémentarité de ces deux capteurs donne la possibilité d'acquérir le maximum d'émission acoustique possible. Les deux capteurs sont collés sur le montage expérimental au niveau de la face externe de l'ensemble canne d'alumine-moteur. Ils sont couplés aux préamplificateurs qui ont pour rôle d'amplifier les signaux de faibles amplitudes, ainsi captés, afin d'éviter toute perturbation du milieu environnant. Le signal ainsi amplifié est enregistré à l'aide de la carte d'acquisition pilotée par le logiciel Mistras. L'analyse des différentes caractéristiques est réalisée par le biais du logiciel Noesis.

## 3. Résultats expérimentaux

Cette partie comprendra l'analyse microstructurale des échantillons oxydés, effectuée après sollicitation mécanique en température sous différentes atmosphères et les résultats du suivi par émission acoustique, *in situ*, des dégradations des oxydes obtenus.

### 3.1. Observations microstructurales

L'analyse de la microstructure en volume et en surface des éprouvettes a été effectuée par microscope électronique à balayage, type JEOL JSM 1600 et celui du type XL30 ESEM FEG.

#### 3.1.1. Oxyde développé sous air

L'oxyde formé à 900 °C et sollicité à cette même température présente une structure en aiguilles (figure 5a) de tailles plus importantes que celui obtenu à 650 °C (figure 5b).

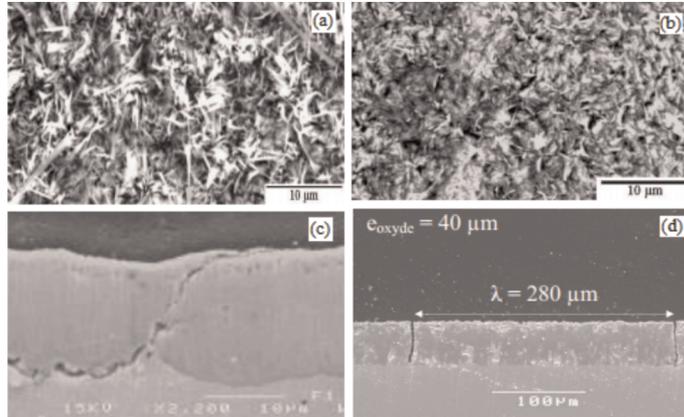


Figure 5. Microstructures et vues en coupe des échantillons d'acier oxydés à 900 °C sous air et sollicités à 900 °C (a et c) et à 650 °C (b et d)

Il est plus compact mais moins adhérent au substrat. Sa dégradation est représentée principalement par des décollements à l'interface métal-oxyde, qui se prolongent en fissurations transverses au sein de l'oxyde jusqu'à atteindre la surface externe de l'oxyde (figure 5c).

À 650 °C, on observe que la structure de l'oxyde contient des boursouffures qui sont regroupées sous forme de petites sphères (figure 5b). La vue en coupe montre un oxyde poreux, d'épaisseur de l'ordre de 40 µm, et adhérent au substrat. Sa dégradation à l'issue de l'essai de flexion 4 points est caractérisée par un réseau de fissurations multiples transverses et parallèles, avec un espacement entre fissures égal à environ 280 µm (figure 5d).

### 3.1.2. Oxyde développé sous vapeur d'eau

L'atmosphère humide utilisée dans le cadre de cette étude est la vapeur d'eau ayant un taux d'humidité relative de 21 %. On obtient, après les essais de flexion, des comportements similaires à ceux obtenus sous air concernant les deux températures d'essai. La microstructure en surface de l'oxyde développé et sollicité à 900 °C présente une structure en forme de petites sphères (figure 6a). Ces particules sphériques de l'oxyde ont une taille plus importante que celles observées en surface de l'oxyde sollicité à 650 °C (figure 6b). Les observations faites sur coupes montrent deux oxydes compacts et adhérents au substrat, d'épaisseurs équivalentes : à 900 °C on obtient 143 µm d'épaisseur, alors qu'à 650 °C on obtient un oxyde qui fait 110 µm d'épaisseur (figure 6c et d).

### 3.1.3. Oxyde développé sous azote

L'oxyde obtenu à 900 °C présente plus de porosité et une meilleure adhérence au substrat avec de légers décollements à l'interface métal-oxyde (figure 7b), à l'inverse de l'oxyde sollicité à 650 °C qui présente de faibles propriétés d'adhérences aux interfaces

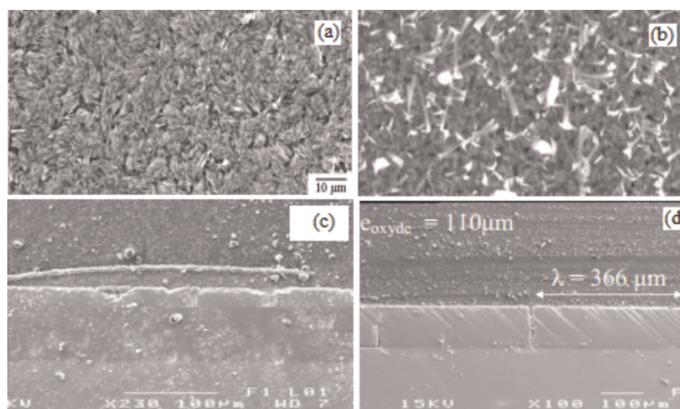


Figure 6. Microstructures et vues en coupe des échantillons d'acier oxydés à 900 °C sous vapeur d'eau et sollicités à 900 °C (a et c) et à 650 °C (b et d)

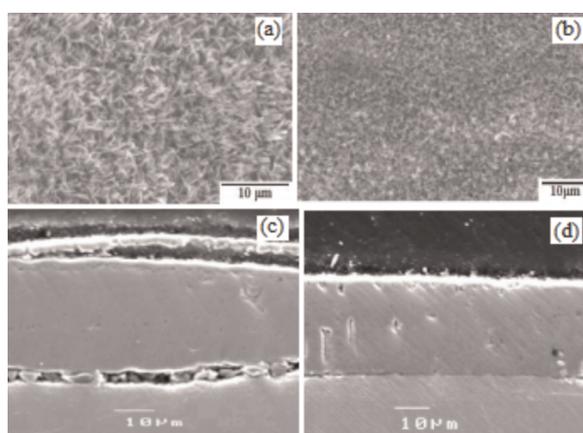


Figure 7. Structure de l'oxyde formé sous azote et sollicité à 650 °C (a) et à 900 °C (b). Vues en coupes longitudinales des systèmes oxydés sous azote et sollicité à 650 °C (c) et à 900 °C (d)

oxyde-oxyde et métal-oxyde (figure 7a). Les observations microscopiques sur coupe des oxydes formés et sollicités aux deux températures d'essai sous azote révèlent la présence de couches d'oxydes ayant une épaisseur moyenne de 33 µm à 650 °C (figure 7c) et de 28 µm à 900 °C (figure 7d).

### 3.2. Résultats du suivi par émission acoustique

L'utilisation de l'EA est principalement dédiée au suivi de la dégradation des différents oxydes, qui intervient, soit par fissurations, soit par décollements. Parmi les

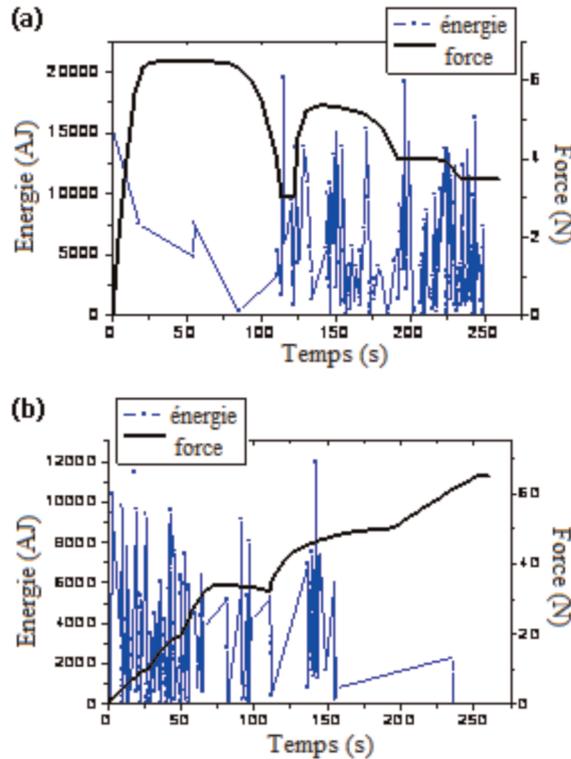


Figure 8. Évolution de la force et de l'énergie en fonction du temps des oxydes formés sous air et sollicités à 900°C (a) et à 650°C (b)

paramètres utilisables à partir des différentes salves enregistrées, on retiendra l'énergie, l'énergie absolue, l'amplitude et la durée. L'évolution de la force et de l'énergie des différentes salves enregistrées au cours de l'essai en fonction du temps est représentée sur les figures 8, 9 et 10 sous différentes atmosphères d'oxydation (air, vapeur d'eau et azote).

### 3.2.1. Oxyde développé sous air

Dans le cas d'un oxyde formé sous air à 900 °C et sollicité à température isotherme, on remarque l'absence d'activité acoustique durant la première phase de l'essai (figure 8a) ; ensuite, l'activité acoustique enregistrée augmente avec le déplacement. L'évolution de l'énergie, quant à elle, est moins régulière à 650 °C (figure 8b). L'oxyde présente une signature acoustique importante pendant l'essai de flexion suivie d'une localisation au niveau des paliers qui séparent les différentes anomalies de l'évolution de la force.

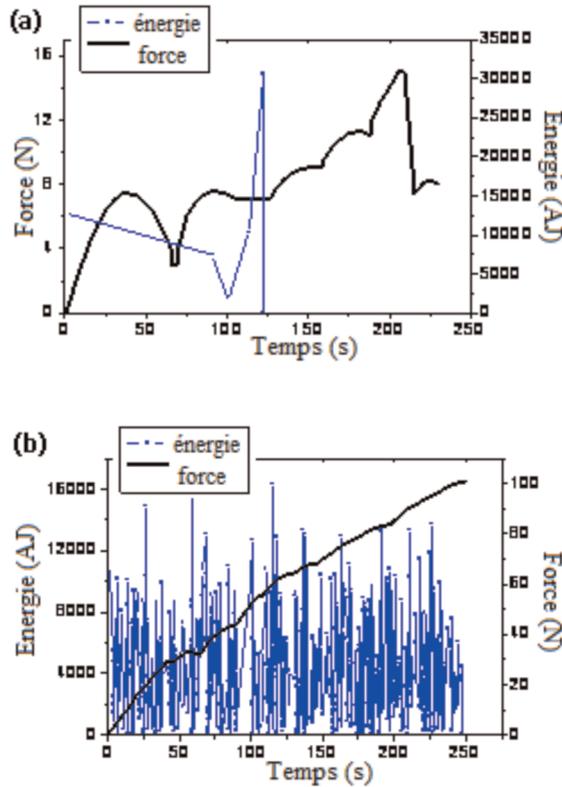


Figure 9. Évolution de la force et de l'énergie en fonction du temps des oxydes formés sous vapeur d'eau et sollicités à 900 °C (a) et à 650 °C (b)

### 3.2.2. Oxyde développé sous vapeur d'eau

Au contraire, pour un oxyde développé sous vapeur d'eau et sollicité à 900 °C, il y a absence de fissuration et l'activité acoustique est très faible : le matériau se durcit (d'après l'évolution de la force en fonction du temps), sans signature acoustique particulière (figure 9a). À 650 °C, l'évolution de l'énergie des signaux acoustiques enregistrés lors de la sollicitation de l'oxyde développé sous vapeur d'eau (figure 9b) est constante durant l'essai mécanique. Elle présente de légères augmentations d'amplitude en énergie au voisinage des différentes anomalies observées sur les courbes de l'évolution de la force.

### 3.2.3. Oxyde développé sous azote

Dans le cas de l'oxyde formé sous azote, où les épaisseurs d'oxyde sont équivalentes et le mode d'endommagement pour les deux températures est le décollement inter-facial, on

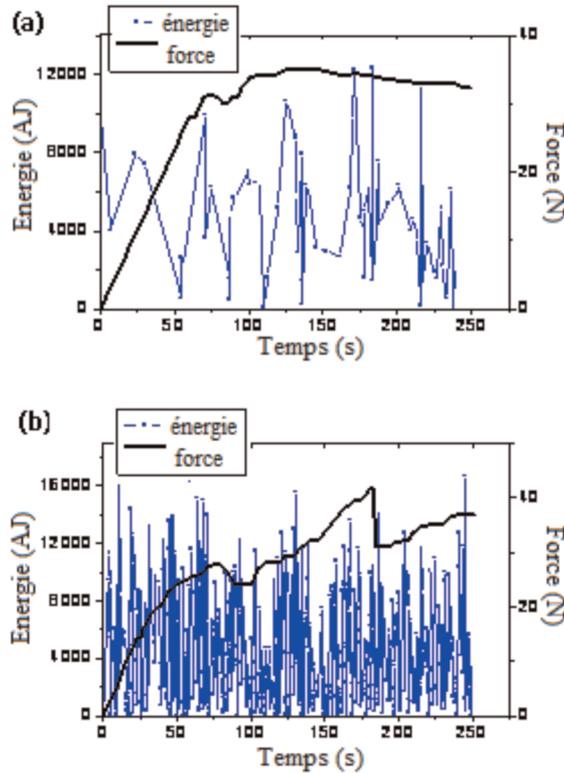


Figure 10. Évolution de la force et de l'énergie en fonction du temps des oxydes formés sous azote et sollicités à 900°C (a) et à 650°C (b)

constate une importante différence d'activité acoustique entre les deux températures d'essai. Elle est moins importante à haute température (figure 10a), alors qu'à basse température, l'énergie évolue de façon ondulatoire en fonction du temps, avec des pics d'énergie localisés au niveau des différentes anomalies observées dans la courbe de flexion (figure 10b). Les pics d'énergie enregistrés dans ces deux cas sont nettement supérieurs à ceux obtenus lorsque les mêmes oxydes sont sollicités à basse température, et où on est en présence uniquement de fissurations transverses et parallèles (pour chaque atmosphère, air et vapeur d'eau, et pour les deux températures de flexion).

L'analyse par corrélation entre l'énergie absolue et la durée des différentes salves acoustiques enregistrées lors de la sollicitation à basse température (650 °C), représentée sur la figure 11, révèle la présence de populations successives caractérisées, pour une même durée, par des valeurs d'énergie absolues différentes.

Ces populations sont bien distinctes lorsqu'on oxyde sous air et sous azote (figure 11a et b). Mais leur distinction est plus difficile à réaliser sous vapeur d'eau, en raison de l'activité acoustique importante obtenue pour les fortes valeurs d'énergie (figure 11c).

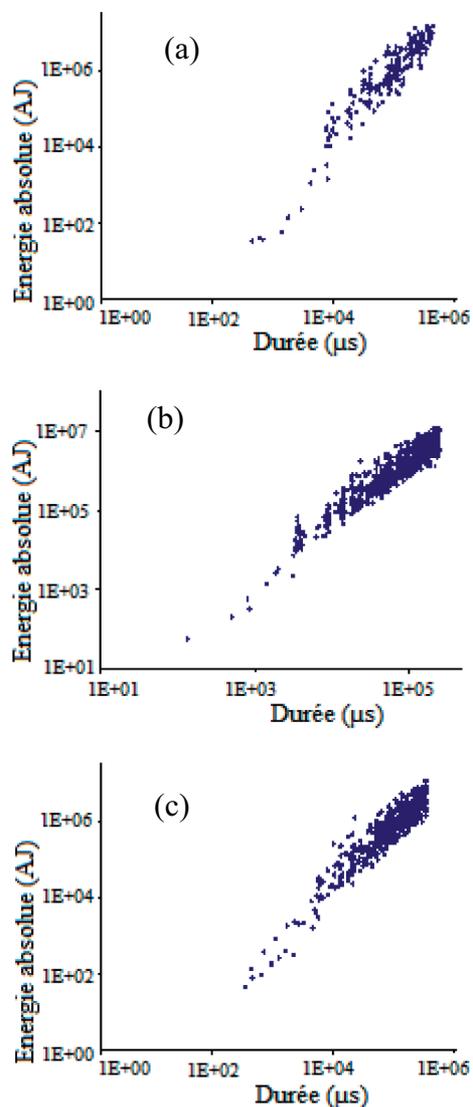


Figure 11. Analyse par corrélation entre l'énergie absolue et la durée des salves acoustiques pour les oxydes sollicités à 650 °C et formés : (a) : sous air ; (b) : sous vapeur d'eau ; (c) : sous azote

Ces populations sont caractérisées par des signaux acoustiques de fortes énergies absolues (figure 11). Ils représenteraient l'initiation des différentes dégradations obtenues au sein des oxydes, puisque sur la courbe représentant l'évolution de la force en fonction du déplacement, ces pics sont localisés entre les phases de durcissements et de relaxations de la force (figure 12).

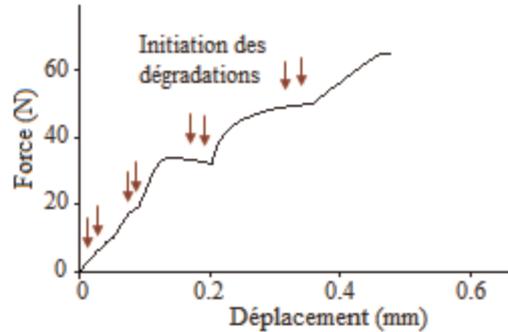


Figure 12. Exemple de localisation des signaux acoustiques de fortes énergies absolues sur la courbe de flexion 4 points à 650 °C sous air

Ces mêmes constatations sont observées pour les oxydes sollicités à haute température (900 °C), et formés sous air (figure 13a). Elles sont moins vérifiées pour l'oxyde développé sous azote (figure 13b), et non confirmées pour l'oxyde développé sous vapeur d'eau (figure 13c) où il n'y a qu'une faible activité acoustique.

#### 4. Discussion des résultats

En présence de la couche d'oxyde, le comportement mécanique en flexion se trouve dominé par celui des oxydes. À basse température, la courbe de flexion du système oxydé présente des valeurs de la force supérieures à celles du métal seul pour les différentes atmosphères oxydantes (figure 8a et b). Ceci serait dû à l'ajout des contraintes d'origine thermique internes à l'oxyde lors du passage de la température d'oxydation à celle de sollicitation.

L'augmentation de la valeur de la force au cours de l'essai de flexion conduit à une première série de fissuration qui permet de relaxer les contraintes internes à l'oxyde, puis la force augmente de nouveau jusqu'à l'apparition d'une deuxième série de fissure. Ce mécanisme d'endommagement est en bonne adéquation avec les résultats observés par émission acoustique (figure 12). Il y a donc une diminution de la distance interfissures lorsque la déformation du matériau augmente. Cette distance est plus grande sous vapeur d'eau que sous air. Ceci peut être lié à l'épaisseur importante de l'oxyde obtenu sous vapeur d'eau, et aussi à l'atmosphère oxydante, puisque sous cette atmosphère humide, on a observé un colmatage de quelques fissures, ce qui traduit le rôle réparateur de cette atmosphère oxydante et par suite le durcissement continu, en termes de résistance à la flexion de l'ensemble sollicité. Ces phénomènes de durcissement et de fissuration sous vapeur d'eau sont traduits, en émission acoustique, par une activité acoustique continue en fonction du temps (figure 9b), alors que sous air, où l'atmosphère n'est pas réparatrice, on a enregistré une activité acoustique au début de l'essai, probablement lors de la création des premiers réseaux de fissuration. Cette activité diminue avec l'avancement de l'essai et au niveau de la deuxième phase de l'essai, à partir de 80 s (figure 8b), où elle est présentée sous forme de succession de

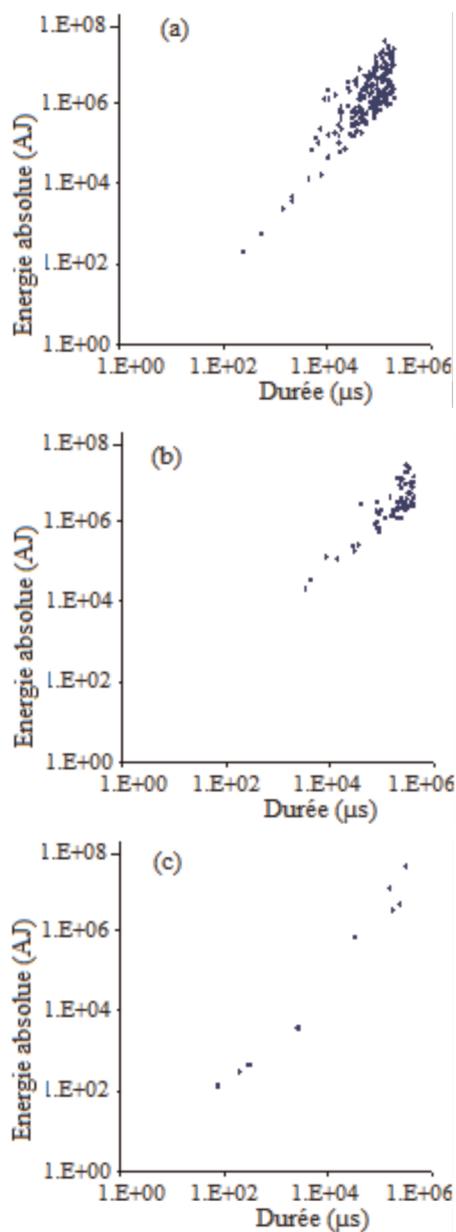


Figure 13. Analyse par corrélation entre l'énergie absolue et la durée des salves acoustiques pour les oxydes sollicités à 900°C, et formés : (a) : sous air ; (b) : sous azote ; (c) : sous vapeur d'eau

populations acoustiques localisées dans les phases de durcissement obtenues sur la courbe de flexion. On peut en conclure que les réseaux de fissures transverses observés au sein de cette couche d'oxydes sont créés principalement au cours de la première phase de l'essai et relaxant les contraintes internes générées lors de la croissance même de l'oxyde. Par la suite, la fréquence d'apparition de ces fissures diminue dans la deuxième phase de l'essai. Elle sera associée à la succession de ces populations d'activité acoustique.

Pour le deuxième mode d'endommagement, qui est le décollement d'interface, l'amplitude des anomalies obtenues après l'essai de flexion (en termes de variation de la force) est relativement plus grande. Dans le tracé de la courbe force-déplacement, ces anomalies sont toujours situées au niveau d'un palier à une valeur constante de la force, avec par la suite, soit un « effondrement », soit un « durcissement » du comportement mécanique à la flexion. L'effondrement est observé dans le cas de l'oxydation sous air à 900 °C (figure 8a) à partir de 115 s de sollicitation. Il marque le départ d'une signature acoustique importante, qui correspond à l'apparition et la propagation des décollements obtenus. Alors que, sous vapeur d'eau, le durcissement est obtenu à cette même température (figure 9a). Malgré la différence d'épaisseur entre l'oxyde développé sous air et celui développé sous vapeur d'eau (épaisseur double sous vapeur d'eau), le niveau de la force obtenu est identique. Comme l'oxyde développé sous vapeur d'eau présente une faible signature acoustique lors du décrochement (saut en amplitude de la force) observé dans sa courbe de flexion avec, par la suite, un durcissement sans activité acoustique, il est possible d'évoquer un rôle de la plastification sous vapeur d'eau de cet oxyde. La facilité de mouvement des différents défauts présents aide à la déformation sans dégradation de l'oxyde avec aussi une action sur le durcissement de l'ensemble sollicité (courbe de flexion).

Il ressort de cette discussion que l'effet de la température d'essai sur l'EA se résume comme suit : sous air comme sous vapeur d'eau, lors du passage de 900 °C à 650 °C, plus le niveau d'énergie diminue, plus l'activité acoustique augmente. Ceci peut être dû à la différence entre les deux modes d'endommagement (900 °C : l'oxyde est ductile, alors que l'interface est fragile ; à 650 °C c'est l'inverse) ; ainsi qu'aux contraintes résiduelles lors du refroidissement partiel (900 à 650 °C). Alors que sous azote, les niveaux d'énergie sont identiques pour les deux températures d'essai puisqu'il s'agit du même mode d'endommagement. L'augmentation de l'activité acoustique est liée à l'augmentation de l'endommagement de l'interface à 650 °C. Finalement, on peut conclure que l'énergie nécessaire au décollement de l'interface est supérieure à celle nécessaire à la fissuration transverse.

Également, la température de l'essai agit sur la force mécanique de sollicitation. Sous air comme sous vapeur, la force enregistrée à 900 °C est inférieure à celle enregistrée à 650 °C, ceci peut être dû aux contraintes résiduelles lors du refroidissement partiel (900 °C à 650 °C). Alors que sous azote, les niveaux des forces à 900 °C et 650 °C sont identiques (40N) sachant qu'on a le même mode d'endommagement. On peut conclure dans cette configuration que les contraintes résiduelles n'ont pas d'effet sur la résistance à l'interface métal-oxyde. Ils ont une influence remarquable dans le cas de la

fissuration transverse (fissuration de la couche d'oxyde). Ceci s'explique par le fait que la force enregistrée lors du décollement est inférieure à celle enregistrée lors des fissurations transverses.

En dernier lieu, l'effet de l'atmosphère d'oxydation sur l'EA se résume ainsi : à 650 °C et pour le même niveau d'énergie (valeur maximale sous air est équivalente à celle sous vapeur), la plus faible activité acoustique est enregistrée sous air. Ceci peut être dû à la plasticité de l'oxyde sous vapeur (ou bien à la fragilité de l'oxyde sous air comme à la structure des oxydes : poreux sous air et compact sous vapeur d'après les observations enregistrées sur MEB). À 900 °C, l'activité acoustique est très faible sous vapeur d'eau. Ceci peut être lié au faible endommagement de l'interface. On remarque aussi que le niveau d'énergie (valeur maximale enregistrée) sous vapeur est supérieur à celui sous air, ceci peut être lié à l'épaisseur importante de l'oxyde obtenu sous vapeur d'eau. Enfin, concernant l'effet de l'atmosphère d'oxydation sur la force de sollicitation mécanique, celles enregistrées sous vapeur d'eau sont très élevées par rapport à celles enregistrées sous air du fait que sous celle-ci, l'oxyde est plus compact et plus épais.

## 5. Conclusion

À l'aide des observations microscopiques effectuées *ex situ* de sections transversales des échantillons et grâce à l'utilisation de l'émission acoustique *in situ*, il existe bien des corrélations entre les anomalies se produisant sur différentes courbes mécaniques (force-déplacement), enregistrées durant les essais de flexion quatre points, réalisées à haute température sous différentes atmosphères et la présence d'endommagements au niveau des oxydes obtenus après ces tests.

Les températures de formation de la couche d'oxyde comme celles de la sollicitation mécanique ont une influence considérable sur le comportement du matériau étudié.

Les endommagements observés sont de deux types : des décollements à l'interface métal/oxyde ou de la strate externe d'oxyde, observés à 900 °C, et des fissurations perpendiculaires à l'interface métal/oxyde, se propageant à travers l'ensemble de la couche lors des essais de flexion menés à 650 °C. Cette différence d'endommagement des couches d'oxydes avec la température est probablement liée au fait que la température de transition ductile/fragile des couches d'oxydes de fer se situe justement entre 650 et 900 °C. À 650 °C, les couches sont fragiles et la relaxation des contraintes au cours de l'essai de flexion se fait par fissuration transverse. À 900 °C, les oxydes deviennent ductiles et tolèrent plus facilement les déformations. Dans ce cas, la relaxation des contraintes est préférentiellement réalisée par des phénomènes de décollements inter-faciaux.

Les couches d'oxyde obtenues sous atmosphère humide ont un comportement plus plastique que celles obtenues sous atmosphère sèche ; cela contribue à l'amélioration de leur adhérence.

L'utilisation de l'émission acoustique *in situ* en température et sous atmosphère contrôlée s'est avérée très utile pour le suivi des endommagements mécaniques des

couches d'oxydes. Cependant, nous n'avons pas clairement identifié de signature particulière de chaque type de défaut (décollement ou fissuration).

### Bibliographie

- Arora A. (1984). Acoustic emission characterization of corrosion reactions in aluminum alloys. *Corros. NACE*, vol. 40, n° 9, p. 459-465.
- Beattie A.G. (1983). Acoustic emission, principles and instrumentation. *J. Acoust. Emiss.*, vol. 2, p. 95-128.
- Béranger G. (1994). *Le livre de l'acier*. Tech. & Doc. Lavoisier, Paris.
- Ferrer F., Radigon E., Andrès E., Verardo D. (2002). *Intérêt de l'émission acoustique pour la recherche et le suivi de corrosion au laboratoire et sur site industriel*. Atofina, Labotech Eaux et Corrosion (LEC). Matériaux 2002.
- Hidaka Y., *et al.* (2003) Deformation of iron oxides upon tensile tests at 600 °C-1250 °C. *Oxid. Met.*, n° 59, p. 97-113.
- Makni A. (2007). *Comportement mécanique et physico-chimique en flexion 4 points et en température des couches d'oxydes formées sur le fer et sur l'acier mi-dur*. Thèse de doctorat en mécanique avancée, université de technologie de Compiègne.
- Mazille H., Rothea R., Tronel C. (1995). An acoustic emission technique for monitoring pitting corrosion of austenitic stainless steels. *Corros. Sci.*, vol. 37, n° 9, p. 1365-1375.
- Moulin G., Arevalo P., Salleo A. (1996). Influence of external mechanical loadings (creep, fatigue) on oxygen diffusion during nickel oxidation. *Oxid. Met.*, vol. 45, p. 153-181.
- Moulin G., Makni A., Favergeon J., Lahoche L., Viennot M., Berger P. (2005). Influence of water vapor on chemical and mechanical behavior of oxides formed on steels and iron. *Ceramics*, vol. 92, p. 89-101.
- Munther Per A., Lenard J.G. (1999). The effect of scaling on interfacial friction in hot rolling of steels. *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 8, p. 105-113.
- Ono K. (1997). *Acoustic emission, encyclopedia of acoustics*. Wiley Editions, New York.
- Proust A., Lenain J.C. (2002). *Détection de la corrosion active par la technique d'émission acoustique en milieu industriel*. Euro Physical Acoustics. Matériaux 2002.
- Roger J. (1988). *Essais non destructifs, l'émission acoustique*. Afnor-Cetim, Paris.
- Schutze M. (1997). *Protective oxides scales and their breakdown*. John Wiley & Sons Editions, Chichester, UK.
- Sotirios J., Vahaviolos. (1999). *Acoustic emission: standards and technology update. STP-1353*. ASTM International Publishing Philadelphia, PA, p. 81, ISBN 0-8031-2498-8.
- Stevens P.G., Ivens K.P., Harper P. (1971). Increasing work-roll life by improved roll-cooling practice. *J. Iron Steel Inst.*, vol. 209, p. 1-11.
- Yuyama S., *et al.* (1983). Acoustic emission analysis during corrosion, stress corrosion cracking and corrosion fatigue process. *J. Acoust. Emiss.*, vol. 2, n° 1, p. 71-93.

