

NORME INTERNATIONALE

ISO
7539-1

Première édition
1987-08-15



INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION
ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION
МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ

Corrosion des métaux et alliages — Essais de corrosion sous contrainte —

Partie 1 : Guide général des méthodes d'essai

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Corrosion of metals and alloys — Stress corrosion testing —

ISO 7539-1:1987

Part 1: General guidance on testing procedures

standards/sist/39403c8e-9e75-4a79-8e03-5b55ff118cb/iso-7539-1-1987

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est normalement confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 7539-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 156, *Corrosion des métaux et alliages*.

ISO 7539-1:1987

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

Corrosion des métaux et alliages — Essais de corrosion sous contrainte —

Partie 1 : Guide général des méthodes d'essai

0 Introduction

La présente partie de l'ISO 7539 donne des directives générales quant au choix de l'utilisation et à l'interprétation de diverses méthodes d'essai significatives mises au point pour évaluer la résistance à la corrosion sous contrainte des métaux et alliages. Ces méthodes d'essai sont décrites dans une série de parties complémentaires intitulées :

Partie 2 : *Préparation et utilisation d'éprouvettes pour essais en flexion.*

Partie 3 : *Préparation et utilisation d'éprouvettes centrées en U.*

Partie 4 : *Préparation et utilisation d'éprouvettes pour essais en traction uniaxiale.*

Partie 5 : *Préparation et utilisation d'éprouvettes en forme d'anneau en C.*

Partie 6 : *Préparation et utilisation d'éprouvettes préfissurées.*

Partie 7 : *Essais à faible vitesse de déformation.*

1 Objet et domaine d'application

La présente partie de l'ISO 7539 expose les considérations générales qui s'appliquent à la mise au point et à la réalisation des essais servant à évaluer la sensibilité à la corrosion sous contrainte.

NOTE — Aucune méthode particulière n'est traitée en détail dans ce document. Voir pour cela les parties appropriées de l'ISO 7539.

2 Définitions

2.1 corrosion sous contrainte : Dégradation synergique d'un métal causée par l'action simultanée d'un milieu corrosif et d'une sollicitation mécanique, qui se traduit généralement par la formation de fissures. Ce problème entraîne fréquemment une réduction significative de la capacité de charge des structures métalliques.

NOTE — Voir *corrosion fissurante sous contrainte* (3.1).

2.2 contrainte limite (pour la corrosion sous contrainte) : Contrainte au-delà de laquelle s'amorcent et se développent des fissures de corrosion dans les conditions spécifiées de l'essai.

2.3 facteur d'intensité de contrainte limite (K_{Isc}) (pour la corrosion sous contrainte) : Facteur d'intensité de contrainte au-delà duquel se développe une corrosion fissurante dans des conditions de forte triaxialité limitant l'écoulement plastique, c'est-à-dire dans des conditions de déformation plane prédominante.

2.4 environnement d'essai : Environnement rencontré en service ou recréé en laboratoire auquel est exposée l'éprouvette et qui est maintenu constant ou modifié d'une manière convenue. Dans le cas de la corrosion sous contrainte, l'environnement est souvent très spécifique (voir chapitre 6).

2.5 début de l'essai : Moment d'application de la contrainte ou d'exposition de l'éprouvette à l'environnement d'essai; on retiendra le phénomène qui se produit le plus tard.

2.6 durée d'amorçage de la fissuration : Période séparant le début d'un essai de la détection d'une fissure par les moyens employés.

2.7 durée avant défaillance : Période s'écoulant entre le début d'un essai et l'apparition d'une défaillance, le critère de défaillance étant la première fissure apparue, la rupture totale de l'éprouvette, ou n'importe quel état intermédiaire convenu.

2.8 essai à faible vitesse de déformation : Essai fondé sur une déformation (par allongement ou flexion) de l'éprouvette débutant à une vitesse comprise entre 10^{-3} et 10^{-7} s⁻¹ et qui s'accroît en continu ou par paliers, mais pas de manière cyclique.

2.9 vitesse moyenne de fissuration : Quotient de la longueur maximale des fissures dues à la corrosion sous contrainte par la durée de l'essai.

2.10 orientation : Direction de la contrainte de traction appliquée à une éprouvette par rapport à une direction spécifiée du produit dans lequel l'éprouvette a été prélevée (par exemple : sens de laminage de la tôle).

3 Contexte

3.1 La définition de la corrosion sous contrainte (2.1) fait apparaître que la corrosion fissurante sous contrainte est un cas particulier de corrosion sous contrainte et que, dans certains cas, le phénomène ne se traduit pas par la création de chemins de fissuration. Bien que le résultat habituel soit, dans tous les cas, la rupture, il faut également tenir compte, en effet, d'autres manifestations du type corrosion intergranulaire ou de fissuration exaltée par la contrainte.

Tout en reconnaissant que des différences existent dans le cadre du présent document qui traite des méthodes d'essai, les termes corrosion sous contrainte et corrosion fissurante sous contrainte sont pris comme synonymes, comme ils le sont généralement dans les publications sur la corrosion.

Dans la présente Norme internationale est inclus tout ce qui touche aux phénomènes de dissolution du métal ou à l'action de l'hydrogène introduit dans le métal sous l'action conjuguée d'un environnement corrosif et d'un effort de traction à l'exclusion toutefois de la fragilisation par un métal liquide et de la corrosion par exfoliation.

NOTE — Il convient de faire une distinction entre la dissolution localisée, due à des phénomènes imputables à la dégradation, et les phénomènes dus à l'action de l'hydrogène. Ces deux types de phénomènes peuvent se superposer mais ne peuvent être confondus avec le phénomène imputable à des effets de chargement d'hydrogène délibérément provoqués.

3.2 Il existe une multitude de méthodes pour évaluer les propriétés de corrosion sous contrainte des métaux; chacune présente ses avantages particuliers dans certaines situations.

3.3 Il est important de bien noter que, dans le contexte de la résistance ou de sensibilité à la corrosion sous contrainte, le mot «essai» a une signification spéciale. Qu'une corrosion sous contrainte se produise ou ne se produise pas dans un cas donné dépend autant des conditions d'exposition que des propriétés du matériau. Le terme «sensibilité» à la corrosion sous contrainte ne décrit pas non plus une propriété ou une qualité du matériau mesurable sur une échelle universelle car les mérites d'une série donnée d'alliages peuvent être fonction des conditions d'exposition.

3.4 L'idéal, afin de circonscrire le risque de corrosion sous contrainte d'une application donnée, serait de réaliser des simulations dans toutes les conditions possibles d'exposition en service. Dans la pratique, cela s'avère difficile, voire impossible et en tous cas rarement réalisé. Mais l'expérience a permis de mettre au point un certain nombre d'«essais types» qui donnent une indication satisfaisante du comportement probable en service d'une application donnée. Ces «essais types» de laboratoire ne conviennent toutefois qu'aux conditions de service auxquelles l'expérience a trouvé une explication, même empirique. Le fait qu'un alliage donné passe ou ne passe pas un essai préalablement utile pour un autre alliage peut être significatif comme il peut ne pas l'être, et un essai évaluant correctement l'aptitude à l'emploi de certains alliages dans des conditions déterminées ne sera pas forcément concluant si les conditions d'exposition changent. Utiliser un essai type au-delà des limites expérimentées demande à être vérifié.

3.5 Les chapitres qui suivent attirent l'attention sur le fait que le processus de corrosion sous contrainte peut être extrêmement sensible aux petites modifications d'exposition ou de conditions d'essai. L'utilisateur des matériaux est responsable du choix des conditions de réalisation des essais de corrosion sous contrainte, et le fait que certains essais soient décrits dans la présente Norme internationale n'implique pas qu'ils soient les plus appropriés pour une situation quelconque. Ils sont décrits dans une Norme internationale, car ils sont d'usage courant et se sont avérés valables dans un contexte particulier ou courant de matériel et d'environnement. La responsabilité de l'interprétation des résultats d'essai demeure néanmoins à l'utilisateur des matériaux et n'est diminuée en rien par l'existence de la présente Norme internationale.

3.6 Outre les parties spécifiques aux méthodes les plus largement utilisées, on a considéré qu'il était nécessaire d'établir un document plus général traitant du choix des conditions détaillées des essais, et de l'interprétation de leurs résultats. Ce document s'inspire d'une étude antérieure remise à jour en fonction des besoins.

4 Choix de la méthode d'essai

4.1 Avant de se lancer dans un programme d'essai de corrosion sous contrainte, il faut décider du type d'essai qui convient. Cette décision dépend en grande partie du but de l'essai et de l'information requise. Certains essais cherchent à reproduire d'aussi près que possible les conditions de service et sont utiles aux ingénieurs d'usines; d'autres peuvent servir à étudier une rupture d'un point de vue des mécanismes. Dans le premier cas, le manque de matériaux, de place, de temps, etc., peut conduire à faire appel à des procédures relativement simples alors que, dans d'autres cas, il peut s'avérer primordial d'adopter des techniques d'essai plus complexes. Ainsi, l'étude des vitesses de propagation des fissures peut-elle demander l'emploi d'éprouvettes préfissurées, alors que celles-ci sont totalement inadaptées lorsqu'il s'agit d'étudier l'influence de l'état de surface. Malgré le nombre de techniques compliquées disponibles, un essai simple peut s'avérer d'une grande valeur dans certaines circonstances où des techniques plus élaborées sont inutilisables.

4.2 Si l'on adopte une méthode d'essai du type «tout ou rien», il est important de veiller à ce qu'elle ne soit ni trop rigoureuse pour ne pas condamner un matériau qui pourrait convenir à d'autres conditions de service, ni trop souple pour autoriser l'utilisation d'un matériau dans des conditions où une rupture s'ensuivrait rapidement.

4.3 L'objet des essais de corrosion sous contrainte est généralement de fournir des renseignements plus rapidement que ne les donne l'expérience en service et, en même temps, qui laissent prévoir le comportement en service. Parmi les procédés les plus couramment employés, on peut citer la soumission à des contraintes plus élevées, la traction lente continue, l'emploi d'éprouvettes préfissurées, des concentrations plus fortes d'espèces dans l'environnement d'essai que dans l'environnement en service, l'augmentation de la température et la stimulation électrochimique. Il est important toutefois de bien maîtriser ces méthodes pour ne pas modifier le détail du mécanisme de la rupture.

4.4 S'il est trop difficile de reproduire exactement les conditions de service, il peut être utile d'analyser le processus de corrosion sous contrainte de façon à déterminer aussi précisément que possible les principaux facteurs intervenant aux différents stades. L'essai de corrosion sous contrainte finalement retenu peut alors ne couvrir qu'un seul stade du mécanisme de corrosion.

5 Système de mise en contrainte

5.1 Généralités

Une classification pratique est faite des méthodes de mise en charge des éprouvettes non entaillées, entaillées ou pré-fissurées, selon qu'elles impliquent

- une déformation totale constante (voir 5.2);
- une charge constante (voir 5.3);
- une faible vitesse de déformation (voir 5.4).

Dans le cas des éprouvettes pré-fissurées, les conditions limites sont définies en fonction de la valeur du facteur d'intensité de contrainte K_{Isc} et des essais peuvent aussi être réalisés dans des conditions où le facteur d'intensité de contrainte est constant.

La connaissance des limites de chaque méthode est au moins aussi importante que le choix de la méthode de mise en contrainte.

5.2 Essais à déformation totale constante

5.2.1 Ces essais forment de loin le groupe le plus courant car ils incluent les essais de flexion sous toute une variété de formes. Ils simulent également bien les contraintes de mise en œuvre qui sont très fréquemment associées aux ruptures en service.

5.2.2 Les matériaux en feuilles sont fréquemment testés en flexion. Les tôles sont testées en traction ou sous forme d'anneaux en C, ce dernier procédé servant également à tester les produits tubulaires.

5.2.3 Les essais de flexion ont l'avantage de n'exiger que des éprouvettes et des appareillages simples et donc fréquemment peu coûteux. Le problème que posent ces méthodes d'essai tient cependant à la mauvaise reproductibilité du niveau de contrainte, quand bien même on arrive à disposer d'une mesure quantitative de celui-ci. Les efforts pour améliorer cette situation ont conduit à imaginer des types d'essais de flexion plus perfectionnés, avec par exemple quatre points de charge au lieu de trois, mais les limites de la théorie de la flexion simple, qui sert généralement à calculer le niveau de contrainte, peuvent conduire à des erreurs d'estimation de la contrainte probable, notamment lorsque la contrainte dépasse la limite élastique. L'emploi des jauges de contrainte est parfois utile pour mesurer les sollicitations en surface. La réalisation d'éprouvettes minces pour flexion en U entraîne une déformation plastique significative qui peut influencer sur la fissuration.

5.2.4 Les matériaux tubulaires peuvent être testés sous la forme d'anneaux en C ou en O, les premiers étant sollicités par écartement ou resserrement partiels des bords de l'anneau; les seconds par introduction forcée dans l'anneau d'une goupille d'un diamètre un peu supérieur à celui du trou. Les anneaux en C s'avèrent également particulièrement utiles pour l'essai des produits épais dans le sens travers court.

5.2.5 Des essais de traction à déformation totale constante sont quelquefois préférés aux essais de flexion, ce qui simplifie à la fois l'application et le calcul de la contrainte. Cependant, ces essais demandent des bâtis de fixation beaucoup plus massifs que ceux qu'exigent des éprouvettes de flexion de section similaire.

5.2.6 On peut éviter les bâtis de fixation en recourant à l'emploi d'éprouvettes dont les contraintes résiduelles internes résultent de déformations non homogènes. Ces déformations peuvent être provoquées par une flexion plastique, par exemple : bombement du feuillard ou de la tôle ou encore soudage, mais de tels essais posent des problèmes de variation systématique de la contrainte initiale qui atteint généralement son maximum au voisinage de la limite d'élasticité. De plus, à moins que l'essai ne simule un cas d'application pratique, l'effet de retour élastique consécutif au bombement des tôles ou à l'aplatissement des tubes peut poser des problèmes du fait des contraintes résiduelles qu'il introduit, de même que le soudage, par les modifications de structure qu'il entraîne.

5.2.7 Les éprouvettes pour essai à déformation totale constante peuvent quelquefois être préalablement mises en charge dans une machine d'essai classique ou un dispositif similaire puis, tout en restant maintenues dans l'état de déformation, être fixées au bâti d'essai. Lorsque la charge cesse d'être appliquée par la machine d'essai, l'éprouvette demeure tendue sous l'effort que lui impose le bâti et l'on peut supposer que la déformation demeure constante du fait que le bâti se substitue à la machine d'essai. Cette méthode implique que la machine d'essai et le bâti aient une rigidité similaire, ce qui ne peut être possible que si le bâti est relativement massif par rapport aux éprouvettes.

5.2.8 La rigidité du bâti utilisé pour la mise en contrainte peut jouer sur la durée de vie avant rupture d'une éprouvette et cela quelle que puisse être son influence sur le niveau de contrainte initial. Aussi, dans la plupart des essais à déformation totale constante et notamment ceux des matériaux ductiles, la déformation élastique initiale de l'éprouvette se transforme-t-elle partiellement en déformation plastique au fur et à mesure que la fissure se propage.

5.2.9 Une fois commencée, la relaxation de la contrainte se poursuit différemment d'une éprouvette à l'autre, ce qui peut jouer sur la durée de vie avant rupture qui est fonction du nombre de fissures ou de piqûres qui se développent. Une relaxation marquée peut s'observer sur une éprouvette présentant de nombreuses fissures et une relaxation plus faible sur une éprouvette peu fissurée. Si une seule fissure se développe, elle n'a pas besoin d'atteindre de grandes dimensions pour qu'intervienne la rupture brusque finale car la charge appliquée demeure élevée alors que la relaxation nette de la charge associée à la présence de nombreuses fissures de corrosion sous

contrainte signifie que ces fissures doivent se propager beaucoup plus loin avant que l'une d'elles ne devienne assez grande pour créer, sous une charge assez faible, des conditions de contrainte telles qu'une rupture soudaine intervienne.

5.2.10 L'effet du nombre de fissures sur les résultats d'essai dépend naturellement du système de corrosion sous contrainte étudié, c'est-à-dire des propriétés telles que la ténacité à la rupture du matériau et même l'agressivité du milieu utilisé. Le résultat dépend aussi de la rigidité du dispositif de fixation. Plus le bâti est rigide et moins il y a de chances qu'il subsiste une déformation élastique dans l'éprouvette après propagation d'une bande de Lüders. La durée avant rupture d'un matériau pour une contrainte initiale donnée varie donc en fonction de la raideur ou de la souplesse du système. Dans certains cas, les fissures peuvent cesser de se propager avant rupture totale.

5.3 Essais sous charge constante

5.3.1 Ces essais permettent de simuler plus étroitement les défaillances par corrosion sous contrainte résultant de contraintes appliquées ou de contraintes de travail. La section transversale de l'éprouvette étant réduite par la propagation des fissures, un essai sous charge constante implique une situation de contrainte croissante. Ces essais amènent donc plus vraisemblablement à la défaillance prématurée ou à la rupture complète que les essais à déformation totale constante.

5.3.2 On peut quelquefois éviter le mécanisme relativement lourd de chargement par poids des éprouvettes de grande section par l'emploi d'un ressort en compression. Les caractéristiques du ressort sont choisies de telle sorte que la relaxation se produise quand l'essai ne change plus la charge de manière significative.

5.3.3 Pour réduire les dimensions du système de charge, on peut également réduire la section transversale de l'éprouvette en utilisant par exemple un fil très fin. Il est cependant dangereux de trop réduire la section à moins que la défaillance par corrosion sous contrainte ne puisse être confirmée par une autre méthode, par exemple la métallographie. En effet, dans certains environnements de corrosion sous contrainte, la défaillance peut intervenir sous l'effet de piqûres ou autres formes d'attaques ayant pour effet d'augmenter la contrainte utile jusqu'à la résistance ultime à la traction du métal. D'autres dangers sont également présentés par l'utilisation d'éprouvettes trop minces (voir 7.2.2).

5.3.4 Le coût des essais d'éprouvettes à charge constante sur différentes machines d'essai peut être réduit si l'on essaye les éprouvettes en chaîne sur une même machine. Cette pratique est moins exigeante également du point de vue des caractéristiques de l'enceinte d'essai. On peut relier des chaînes d'éprouvettes de traction uniaxiale par des maillons de charge simple mais cette technique convient mieux aux situations où la rupture n'est pas prévue car la rupture d'une seule éprouvette entraîne la disqualification de toutes les autres. On peut aussi relier des chaînes d'éprouvettes pré-fissurées plus souples par des maillons de charge conçus pour décharger progressivement les éprouvettes, au fur et à mesure que la fissure se propage. On évite ainsi de toucher aux autres éprouvettes, ce qui

serait impossible si la rupture se produisait. Avant de les adopter, les utilisateurs doivent vérifier la validité des modes opératoires à base de chaînes d'éprouvettes pour voir s'ils n'engendrent pas d'erreurs.

5.3.5 L'emploi de l'éprouvette de traction de section longitudinale conique, qui connaît actuellement une popularité croissante, présente l'avantage évident de donner dans une même éprouvette tout un éventail de contraintes initiales. Cet emploi doit s'entourer cependant de toutes les précautions concernant notamment la détermination des niveaux précis de contrainte limite. Les résultats peuvent en effet varier en fonction de facteurs tels que le nombre de fissures, la déformation plastique localisée dans la partie non fissurée, etc. Il peut s'avérer plus approprié de réserver ces éprouvettes à des essais de «sélection» qui seront suivis d'essais classiques plus limités.

5.3.6 Les essais sous charge constante engendrent une situation de contrainte croissante au fur et à mesure que les fissures se propagent, de sorte que dès l'amorce de fissure, il y a moins de chances que la propagation s'arrête, sous une contrainte inférieure à la contrainte limite, que dans les essais à déformation totale constante. La valeur de la contrainte limite a donc des chances d'être inférieure, pour un système donné, si on l'a déterminée dans des conditions de charge constante plutôt que dans des conditions de déformation constante.

5.4 Essais à faible vitesse de déformation

5.4.1 La mise en charge dynamique lente, qui était à l'origine considérée comme un essai de sélection rapide est en train de s'imposer comme une technique des mieux adaptée à la pratique.

En l'essence, la méthode consiste à appliquer, à une éprouvette placée dans des conditions environnementales appropriées, une déformation ou un effort à vitesse lente (par exemple: 10^{-6} s^{-1}) jusqu'à ce que la rupture se produise.

5.4.2 Les vitesses de fissuration par corrosion sous contrainte sont généralement de l'ordre de 10^{-3} à $10^{-6} \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$. Que ce soit à déformation totale constante ou à charge constante, en laboratoire, les éprouvettes de dimensions courantes se fissurent donc en quelques jours. C'est le cas dans les systèmes où les fissures de corrosion sous contrainte s'amorcent rapidement, mais il existe également des cas fréquents où l'éprouvette ne se rompt pas avant un temps très long et où il faut conclure l'essai à un moment choisi arbitrairement. Une dispersion considérable peut en résulter pour des essais répétés et le point final arbitraire de l'essai laisse subsister un élément de doute sur ce qui serait arrivé si l'on avait laissé l'essai se poursuivre plus longtemps. De même que l'utilisation d'éprouvettes pré-fissurées, le chargement dynamique aide à amorcer la fissuration, et présente, par ailleurs, l'avantage de ne pas obliger à terminer l'essai arbitrairement, l'éprouvette finissant toujours par se rompre et le critère de fissuration étant ainsi fonction du mode de rupture. Sous la forme où elle est normalement employée, la méthode de traction lente amène fréquemment une rupture dans les 2 jours, soit par rupture ductile, soit par corrosion fissurante sous contrainte selon la susceptibilité à cette dernière. Le fait que l'essai se conclue positivement dans un intervalle de temps relativement court constitue l'un de ses principaux intérêts.

5.4.3 L'essai a été initialement employé pour recueillir des données, d'une part sur les effets comparés de variables telles que la composition et la structure des alliages ou l'effet des inhibiteurs sur les milieux fissurants, et, d'autre part, sur les moyens de favoriser la corrosion fissurante sous contrainte dans des combinaisons d'alliages et d'environnement n'amenant pas à rupture en laboratoire dans des conditions de charge constante ou de sollicitation constante. Il constitue donc un essai relativement sévère au sens que, contrairement aux autres modes de mise sous contrainte des éprouvettes non entaillées, il favorise fréquemment la rupture par corrosion sous contrainte en laboratoire et se range à cet égard dans la même catégorie que les essais sur éprouvettes préfissurées. Les dernières années ont vu se développer une meilleure compréhension des conséquences de l'essai de chargement dynamique et il semble maintenant que ce type d'essai puisse avoir davantage de pertinence et de signification que celles d'un simple essai de sélection efficace et rapide. On pourrait alléguer que les essais en laboratoire soumettant les éprouvettes à une traction lente jusqu'à la rupture ont peu de rapport avec la réalité des ruptures en service. En fait, pour les essais tant sous déformation constante que sous charge constante, la propagation des fissures intervient également dans des conditions de déformation dynamique lente qui sont plus ou moins fonction de la valeur initiale de la contrainte, du moment où la fissure s'amorce et des divers paramètres métallurgiques qui conditionnent le fluage de l'éprouvette. De plus en plus de faits suggèrent en outre, pour certains systèmes, que dans le phénomène de corrosion sous contrainte, la contrainte a pour fonction d'accélérer la déformation qui, plus que la contrainte elle-même, est le paramètre mécanique important dont découle l'amorce ou la propagation de la fissuration. Dans ces conditions, la vitesse minimale de fluage est autant un paramètre technique de calcul de la fissuration que la contrainte limite ou le facteur limite d'intensité de la contrainte obtenus par les essais à charge constante sur éprouvettes non entaillées ou préfissurées.

5.4.4 La machine d'essai à faible vitesse de déformation est simplement une machine qui, tout en étant assez résistante pour supporter les charges engendrées, permet de choisir les vitesses de déformation. Les appareils conçus à cet effet comportent un cadre modérément rigide, équipé d'un mécanisme d'entraînement constitué d'une série de réducteurs offrant tout un choix de vitesses de têtes de bielles depuis 10^{-3} jusqu'à 10^{-7} mm.s⁻¹.

On peut y utiliser des éprouvettes de traction non entaillées ou préfissurées mais, si la section transversale des éprouvettes doit être large ou si les charges à supporter sont élevées, on pourra leur préférer des éprouvettes de flexion.

5.4.5 Il est important de savoir qu'une même vitesse de déformation ne produit pas la même fissuration dans tous les systèmes et que cette vitesse doit être choisie en fonction du système particulier à étudier.

6 Aspects relatifs à l'environnement

6.1 Généralités

On considère encore souvent que la corrosion fissurante sous contrainte ne se produit que dans certaines combinaisons

d'alliages et de milieux environnants, du type aciers inoxydables austénitiques dans des solutions de chlorures ou aciers doux dans des solutions de nitrates. Cependant, la liste de ces combinaisons continue de s'allonger avec le temps et il est même des exemples où l'on a observé une fissuration de matériaux dans de l'eau de haute pureté. À noter en outre que les substances en phase gazeuse peuvent également favoriser les mécanismes de corrosion sous contrainte et que les milieux gazeux sont parfois utilisés pour les essais. Dans ce cas, la pression sera vraisemblablement un paramètre important.

6.2 Température

L'influence significative de la température sur les processus chimiques est un phénomène bien connu, de même le fait que plus la température augmente plus la réaction intervient rapidement. Bien que ce soit le cas également pour beaucoup de processus de corrosion, la température a fréquemment une influence plus complexe pour un certain nombre de raisons. Ainsi, une **augmentation** de température, associée à l'accroissement correspondant des vitesses de réaction, peut-elle entraîner une **diminution** de la corrosion normale par suite, par exemple, de la formation plus rapide de films protecteurs. De la même manière, la diminution de la solubilité de l'oxygène dans les solutions aqueuses, qui peut accompagner une augmentation de la température, peut-elle aussi entraîner une moins grande vitesse de corrosion. D'autres exemples pourraient encore être cités.

Ces effets sont particulièrement pertinents dans le cas de la corrosion sous contrainte qui, comme mentionné précédemment, se produit dans des conditions très spécifiques impliquant souvent un équilibre entre corrosion active et comportement actif.

Compte tenu de ce qui précède, il est donc évident qu'il faut contrôler étroitement la température d'essai et, si possible, la choisir de façon qu'elle corresponde le plus possible aux conditions de température en service. Bien que, comme l'indique 4.3, une augmentation de la température serve quelquefois à accélérer un essai, il est clair que cette pratique doit s'entourer de beaucoup de précautions.

6.3 Composition des solutions

6.3.1 Bien qu'il soit inévitable que l'environnement demeure l'une des variables essentielles des essais de corrosion sous contrainte, certaines solutions se sont vues adopter comme solutions d'essai usuelles pour certains types d'alliages. Ainsi les solutions de chlorure de magnésium bouillantes pour les aciers inoxydables ou les solutions de nitrate bouillantes pour les aciers au carbone. Ces solutions ont été critiquées, pour de nombreuses raisons, la principale étant qu'elles ne reflètent pas en général les conditions d'usine. C'est une objection majeure lorsqu'on sait que la sensibilité relative à la fissuration d'une gamme d'alliages n'est pas nécessairement la même selon l'environnement.

6.3.2 Néanmoins, des essais avec ces solutions habituelles peuvent être utiles dans la mesure où l'on garde à l'esprit leurs limites et où on les prépare et on les utilise avec soin. Alors que les différences relativement faibles qui peuvent survenir entre laboratoires dans la préparation d'une solution conformément à

une même spécification n'ont fréquemment aucun effet sur les résultats des essais de corrosion sous contrainte, il existe des cas où des modifications même mineures de l'environnement peuvent susciter des changements marqués de la fissuration. Les problèmes éventuels qui découlent de l'utilisation de solutions de $MgCl_2$ bouillantes nominalement à 42 % pour l'essai des aciers inoxydables peuvent servir d'exemple. L'hydrate de $MgCl_2$ étant hygroscopique, la préparation de la solution par pesée peut donner des différences appréciables de point d'ébullition et donc de durée de vie avant rupture pendant un essai de corrosion sous contrainte. Il est donc préférable de préparer la solution par addition d'eau à l'hydrate de manière à obtenir un point d'ébullition donné.

6.3.3 Les effets de la variation du pH de l'environnement sur le phénomène général de corrosion sont bien connus, et bien marqués également selon les études faites sur la corrosion sous contrainte. Changer le pH d'un environnement pendant l'essai peut être aussi important que le pH initial. La modification du pH en cours d'essai est fonction du volume de la solution et de la superficie de l'éprouvette exposée, ainsi que de la durée de l'essai. La combinaison d'un volume relativement important de solution et d'une petite surface métallique exposée, ou le renouvellement de la solution en cours d'essai tendent à provoquer de plus petites variations de pH que dans le cas inverse, c'est-à-dire petit volume de solution et grande surface d'éprouvette exposée, et donne donc des durées avant rupture différentes. En fait, si les deux paramètres sont respectivement assez petit et assez grand, la rupture peut même ne pas survenir du tout dans certains systèmes. Sous stimulation anodique, les effets des variations de pH peuvent s'amplifier, notamment lorsque la contre-électrode est immergée dans la cuve de corrosion sous contrainte. En effet, dans certains cas de stimulation électrochimique, il peut se produire une décomposition telle de la solution que le mécanisme de corrosion n'a plus rien de commun avec ce que donne un potentiel de corrosion libre. On se sert parfois de solutions tampons pour surmonter ces problèmes mais celles-ci altèrent le mécanisme de fissuration ou même empêchent la défaillance.

6.3.4 Lorsque l'oxygène joue un rôle important dans les réactions corrosives qui favorisent la fissuration, des variations même petites de la concentration d'oxygène peuvent jouer un rôle non négligeable. Avec certains alliages essayés en solution aérée, la rupture peut intervenir en quelques heures alors qu'en solution désaérée, aucune fissuration ne peut se produire même si l'essai se prolonge. L'addition ou le retrait intentionnel d'oxygène d'une solution est indicatif des problèmes que cette présence suscite. L'entraînement d'oxygène dans une solution par agitation ou pulvérisation se traduit par des durées avant rupture beaucoup plus courtes pour les alliages d'aluminium déposés par pulvérisation que pour les mêmes alliages déposés par immersion totale.

6.3.5 Comme mentionné précédemment, les résultats d'essai obtenus pour telle ou telle solution usuelle sont quelquefois considérés comme indicatifs de la sensibilité relative d'alliages variés à la corrosion quel que soit le milieu auquel ils sont en fin de compte soumis en service. Le danger de tirer des conclusions hâtives d'essais dans un milieu donné pour les appliquer à une situation différente témoigne de la nécessité qu'il y a à simuler d'aussi près que possible les conditions de service si l'on veut pouvoir exploiter les résultats en laboratoire pour également choisir ou concevoir un matériel industriel.

6.3.6 Pour ce qui est de la simulation de l'environnement en service, il est important de ne pas oublier que des concentrations locales de contraintes peuvent se produire, dans des crevasses ou aux interfaces en cas de transfert de chaleur par exemple et que l'environnement global peut ne pas être celui qui provoque la fissuration. Un autre exemple est apporté par les piqûres qui sont les signes précurseurs d'une fissuration par corrosion sous contrainte, car le milieu propice à la fissuration se développe souvent au stade de la simple piqûre. De même, il ne faut pas oublier que l'environnement à l'amorce d'une fissure peut ne pas être le même que l'environnement général. Cette remarque est vraie pour les éprouvettes pré-fissurées comme pour les amorces de fissures dans les éprouvettes initialement normales.

6.4 Aspects électrochimiques

6.4.1 La nature électrochimique des réactions de corrosion fissurante sous contrainte permet de jouer sur la fissuration par l'application d'un courant ou d'un potentiel provenant d'une source extérieure. On a quelquefois supposé qu'un mouvement de potentiel, en direction de l'anode, augmentait la sensibilité à la fissuration alors qu'un courant cathodique la retardait ou même l'annulait. Suivant la nature du phénomène de fissuration, cette hypothèse peut être vraie ou fautive. Ainsi, si l'alliage est sujet à la fissuration par suite d'un afflux d'hydrogène, une variation de potentiel aura l'effet inverse de ce qui est mentionné précédemment, qui suppose que la fissuration entraîne une dissolution le long d'un chemin actif. Le motif habituellement invoqué pour augmenter le courant ou régler le potentiel dans les éprouvettes pour essai de corrosion sous tension est, lorsqu'il s'agit de recueillir des données, de réduire le temps de défaillance en laboratoire ou d'améliorer la reproductibilité. Il ne faut pas escompter que d'utiliser une technique galvanostatique aura simplement pour effet de jouer sur la cinétique de fissuration; le courant appliqué va aussi très certainement modifier le potentiel, d'où une réponse différente. Il est donc recommandé de ne pas stimuler par des moyens électrochimiques la corrosion sous contrainte sans s'assurer, par des précautions particulières, que cela ne modifiera pas le mécanisme de défaillance tel qu'il aurait été au potentiel de corrosion libre et que les données offrent une bonne corrélation avec l'expérience en service.

6.4.2 Les effets du potentiel sur la fissuration varient d'un système à l'autre mais il peut s'avérer utile de discuter de certains aspects du sujet à propos de la fissuration des aciers au carbone. Certains essais ont montré que ces métaux montraient des ruptures dans des gammes de potentiels différentes, selon qu'ils sont immergés dans des solutions d'hydroxyde, de carbonate ou de nitrate par exemple. Ainsi, le potentiel de corrosion libre du métal se trouve-t-il dans le domaine de fissuration dans le cas du nitrate, et en dehors de ce domaine pour les autres solutions. Cela démontre que, dans ces conditions d'essai particulières, la rupture peut intervenir au potentiel de corrosion libre dans le nitrate, mais pas dans les hydroxydes ou les carbonates. Cela ne signifie pas que les aciers au carbone ne présentent jamais de corrosion fissurante sous contrainte dans ces deux derniers environnements au potentiel de corrosion libre, mais simplement que cet acier particulier n'a pas montré de rupture dans les solutions particulières utilisées pour l'expérience au potentiel de corrosion libre. La rupture dépend, en fait, de la composition de l'acier, de son état de surface et de la composition de l'environnement.

6.4.3 Il est possible également que de petites quantités d'adjuvants, ajoutées intentionnellement ou dues aux impuretés amènent le potentiel de corrosion à se situer dans le domaine de fissuration et, de ce fait, qu'une corrosion sous contrainte intervienne sans application de potentiel. On a pu interpréter ce phénomène par observation de l'effet de petites additions de sels de plomb à des solutions de NaOH, dont on sait qu'elles favorisent la fissuration caustique dans des essais de laboratoire qui ne donneraient aucune fissuration sans cette addition de plomb. D'autres modifications mineures de la composition des solutions peuvent avoir des effets similaires et l'influence de petites modifications de la composition des aciers peut recevoir une explication similaire du moins en partie. Ainsi, l'amélioration de la résistance à la corrosion apportée par de petites additions d'aluminium dans l'acier au carbone, et la diminution de cette résistance qu'entraîne l'addition de cuivre s'expliquent-elles peut-être par le fait que l'aluminium donne un potentiel de corrosion plus négatif, et le cuivre un potentiel plus positif, avec les conséquences que cela peut avoir sur la propension à la fissuration. Ces exemples illustrent les effets possibles de changements relativement faibles de potentiel (moins de 100 mV) sur la réponse plus ou moins marquée à la fissuration. Ils témoignent également de la nécessité, notamment dans les essais en laboratoire qui simulent une rupture en service, de reproduire avec fidélité les conditions d'environnement, et notamment le potentiel.

6.4.4 Lorsqu'il est démontré que la corrosion sous contrainte ne se produit que sur une gamme critique de potentiels, il est possible de vérifier par des mesures de potentiel *in situ* si une fissuration se produit dans un matériel en service. On peut en outre, dans certains cas, réduire ou supprimer complètement le risque de corrosion sous contrainte en maintenant le potentiel en dehors de la plage critique, soit par introduction de substances inhibitrices, soit par protection cathodique ou anodique.

6.4.5 L'usage d'un potentiostat pour les essais en laboratoire, bien qu'apparemment très éloigné des conditions courantes de service et constituant un surcoût, est fréquemment le moyen le plus efficace d'atteindre des potentiels particuliers et un moyen qui offre l'avantage supplémentaire d'une meilleure reproductibilité des résultats. Les techniques galvanostatiques, souvent moins coûteuses que le potentiostat, peuvent également être utiles dans certaines circonstances mais la densité de courant employée doit être relativement faible pour ne pas s'éloigner trop du potentiel de corrosion libre, à moins que les effets éventuels du potentiel évoqués ci-dessus n'aient pas, de source sûre, d'importance pour le système étudié. Il arrive fréquemment que les études mécaniques exigent un recours aux essais électrochimiques, mais pour le travail en laboratoire qui vise à étudier les défaillances en service, les essais au potentiel de corrosion libre sont souvent plus réalistes (quand on connaît celui-ci dans la condition en service). La décision d'avoir recours à des moyens électrochimiques dans des essais de simulation de rupture en service à des fins soit de réduction du facteur temps, soit d'amélioration de la reproductibilité, ne se justifie que lorsque les conditions évoquées ci-dessus sont remplies. Sinon, et si l'on considère que la reproductibilité des données de laboratoire n'est pas suffisante, il vaut mieux réaliser une série d'expériences convenablement conçues et significatives du point de vue statistique.

6.4.6 Étant donné l'importance des effets du potentiel sur le comportement à la corrosion sous contrainte, il est nécessaire de prendre toutes les précautions qui s'imposent pour isoler les éprouvettes des autres éléments métalliques de l'appareillage d'essai immergé dans la solution.

6.4.7 Il est aussi important de ne pas oublier, notamment pour les éprouvettes pré-fissurées que le potentiel peut être différent au fond de la fissure et au point où la fissure émerge en surface, point où le potentiel est mesuré. La variation de potentiel est quelquefois très faible, de l'ordre de quelques millivolts, mais elle peut aussi, dans certains cas, atteindre plusieurs centaines de millivolts.

7 Sélection et préparation des éprouvettes

7.1 Généralités

7.1.1 La taille des éprouvettes est l'un des premiers aspects à envisager et le choix final qui dépend d'un certain nombre de facteurs résulte généralement d'un compromis. D'un côté, en effet, le coût et la disponibilité du matériau à l'état métallurgique convenable peuvent restreindre les dimensions possibles des éprouvettes, de même que l'appareillage d'essai disponible (par exemple : capacité de chargement, volume de la chambre d'essai). De l'autre, des éprouvettes de grandes dimensions présentent l'avantage d'être représentatives de l'ensemble du matériau et d'éliminer le danger de corrosion généralisée ou de piqûres que présentent les éprouvettes de petite section ou de type fil très fin.

7.1.2 L'orientation des éprouvettes prélevées dans un lot de matériau est généralement un facteur important pour ce qui est de la forme et de l'orientation des grains ainsi que des contraintes résiduelles. La présence d'inclusions non métalliques et de particules de seconde phase est aussi un facteur important de ce point de vue.

7.1.3 Dans certains cas, ces programmes d'essais de corrosion sous contrainte sont décidés à la suite de rupture en service et l'on utilise comme matériau les éléments ayant causé ces défaillances. Sauf volonté de prélever les éprouvettes dans les zones fissurées pour étudier le développement des microfissures, il est important de vérifier que les éprouvettes ne sont prélevées que dans des zones prouvées sans fissures. Le choix du matériau dans lequel sont prélevées les éprouvettes doit également prendre en compte toutes les variations de structure physique de la pièce considérée.

7.1.4 Des repères ou chiffres d'identification doivent être inscrits de façon indélébile sur les éprouvettes. Leur emplacement doit cependant être choisi avec soin pour éviter d'affecter les résultats d'essai. Ces marques doivent être placées aussi loin que possible de la zone soumise à l'essai, par exemple aux extrémités pour les éprouvettes pour essais en flexion.

7.2 État de surface

7.2.1 L'amorce de fissures de corrosion sous contrainte entraîne inévitablement certaines réactions superficielles initiales et l'état de surface des éprouvettes peut donc exercer une