

COMPORTEMENT THERMOMECHANIQUE DE L'ALLIAGE 600 EN FLEXION 4 POINTS

Abdallah Haouam¹, H  l  ne Morillot²,
J  r  me Favergeon², G  rard Moulin², Bachir Merzoug¹

¹) LR3MI, D  partement G  nie M  canique,
Universit   Badji Mokhtar, Annaba 23000, Alg  rie.

²) Laboratoire Roberval, UMR 6066 CNRS,
Universit   de Technologie de Compi  gne, 60205 Compi  gne Cedex France.

Re  u le 08/10/2006 et accept   le 13/05/2007

ملخص

يهم هذا البحث ائتلاف سبيكة نيكـل المعروفة تجاريا (Inconel 600) و التي تستعمل عادة على مستوى الدوائر الـاولية للمفاعلات النووية مع الماء المضغوط. و بالتالي اختبارات الانحناء ذات 4 نقاط تحت فراغ ثانوي في مدى درجة الحرارة مستجيبة للشروط الحقيقية لحرارة التشغيل 350 الى 550   م. وينشأ عن اختبارات الانحناء في ظروف نفس الموضوع انبعاثات اصوات تجعل امكنية فحص غياب تلف العينات المستعملة. منحنيات الـاجهاد و الـانفعال بالنسبة لسهم الانحناء ثم الحصول عليها انطلاقا من معطيات التجارب (القوة و الـازاحة) لكل من نقاط الارتكاز الـاربعة. و من المنحنيات يمكن معرفة خواص المادة الميكانيكية مثل معيار المرونة و حدة المرونة. تجارب تكملية توجد في وجهة الـاكتساب بالترتيب للمقدرة على التوصل لغاية سلوك اللدونة للزجة للمادة في مدى درجات الحرارة المرتبطة بالطريقة العكسية.

الكلمات المفتاحية: inconel 600؛ التآكل تحت الضغط؛ الـاكسدة؛ انبعاث الـامواج؛ انحناء ذو 4 نقاط.

R  sum  

Ce travail s'int  resse    l'endommagement de l'alliage base nickel 600 connu sous le nom commercial d'inconel 600 utilis   particuli  rement au niveau des circuits primaires des r  acteurs nucl  aires    eau pressuris  e. Ainsi, des essais de flexion 4 points sont effectu  s    l'aide d'un montage sp  cifique sous vide secondaire, dans un domaine de temp  rature r  pondant aux conditions r  elles de fonctionnement des g  n  rateurs de vapeur s'  talant de 350    550  C. Le suivi de ces essais en conditions in situ par   mission acoustique a permis de v  rifier l'absence d'endommagement des   chantillons utilis  s. Les courbes des contraintes en fonction de la fl  che obtenues    partir des donn  es exp  rimentales qui sont la force et le d  placement conduisent    la d  termination du module de Young et de la limite d'  lasticit   du mat  riau. D'autres essais, sous air et sous vapeur d'eau sont envisag  s, afin de pouvoir remonter jusqu'au comportement viscoplastique de l'inconel 600 dans la gamme de temp  rature vis  e, par m  thode inverse.

Mots Cl  s : inconel 600; corrosion sous contrainte; oxydation;   mission acoustique; flexion 4 points.

Abstract

This work concerns the damage of a nickel-based alloy known under the commercial name Inconel 600, usually used on the level of the primary circuits of the pressurized water nuclear reactors. The 4 points bending tests are carried out under secondary vacuum. In order to answer the real conditions of the operations, the temperature range which explored is chosen between 350  C to 550  C. The use of acoustic emission shows that there is no damage of the sample itself during such mechanical tests. From the curves of stress-strain and deflection, obtained from experimental tests; mechanical characteristics of material such as the Young modulus and the yield strength are determinate. Other tests under air and water vapour are considered in order to be able to obtain the viscoplastic behaviour of material in the range of temperature concerned by inverse method.

Key words: inconel 600; stress corrosion cracking; oxidation; acoustic emission; 4 points bending.

Auteur correspondant: haouam_a@yahoo.fr (Abdallah Houam)

1. INTRODUCTION

Des cas de fissures observés dans le monde lors des trois dernières décennies au niveau des circuits primaires des réacteurs nucléaires à eau pressurisée ont été à l'origine de travaux de recherche mettant en évidence le rôle des facteurs aggravants liés à l'utilisation de l'inconel 600 et à son environnement direct. Parmi ces facteurs nous citons la température, l'atmosphère corrosive, l'état de surface et les sollicitations mécaniques en présence. Les mécanismes d'oxydation de l'alliage en question ont été étudiés par plusieurs auteurs. Rousselet [1] a étudié les conséquences des défauts engendrés par des déformations préalables de cet alliage. Abadie [2] a examiné la fissuration par corrosion sous contrainte de l'inconel 600. Gourgues [3] a travaillé sur les interactions mécaniques-oxydation. Caron [4] s'est intéressé à l'influence de l'hydrogène sur la propagation des fissures par corrosion sous contrainte. Dans la plupart des travaux, la quantification des dégradations est effectuée à l'aide d'éprouvettes de la mécanique de la rupture de type CT (Compact Tension) ou de type WOL (Wedge Opening Loading). Les essais mécaniques sont généralement des essais de traction, de fluage et ou de fatigue à haute température. Notre contribution aura la particularité d'étudier le comportement de l'inconel 600 en flexion 4 points dans la gamme des températures de fonctionnement des générateurs de vapeur 350 à 550 °C.

Cet article comprendra les observations effectuées au microscope optique des échantillons utilisés afin de caractériser la microstructure de l'inconel 600 et donnera un aperçu sur l'évolution des grandeurs mécaniques dans l'intervalle de température considéré.

2. DISPOSITIF EXPERIMENTAL

L'installation permet de suivre simultanément l'oxydation d'une

éprouvette et l'évolution des principaux paramètres mécaniques (charge et déplacement) par l'intermédiaire de deux capteurs couplés au niveau du mors mobile reliés à un ordinateur.

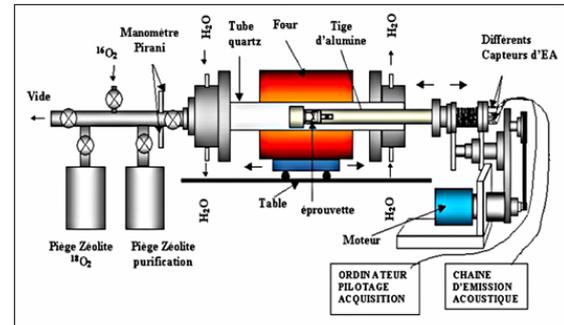


Figure 1: Schéma de l'installation d'oxydation sous contrainte mécanique

Le déplacement du mors mobile est assuré par un moteur piloté par un logiciel PRO, un deuxième logiciel J2PQUANT enregistre les données mécaniques : affichage du déplacement et de la force en fonction du temps.

Le vide est obtenu durant les essais au moyen de deux pompes, l'une primaire et l'autre secondaire permettant une étanchéité de l'ordre de $2 \cdot 10^{-5}$ 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.

Des capteurs d'émission acoustique permettent l'enregistrement de signaux qui renseignent sur le comportement de l'échantillon lors des essais grâce à un logiciel MISTRAS 2001. Par la suite ses signaux sont traités par un logiciel NOESIS.

3. MATERIAU ET ESSAIS

3.1 Matériau

Les échantillons sont découpés à partir de tôles laminées d'inconel 600 d'épaisseur 2mm et dont la composition chimique est donnée dans le tableau 1 :

Tableau 1: Composition massique en % de l'inconel 600 [5]

Ni	Cr	Fe	C	Si	Mg	S	Cu
72	14 ÷ 17	6 ÷ 10	0.10	0.50	1.00	0.015	0.5

La dimension finale est de 25x5x0.5 mm et ce après polissage au papier abrasif Si C. Le polissage élimine la couche écrouie présente à la surface du matériau et permet d'obtenir une microstructure homogène.

Les échantillons semi finis subissent un recuit d'adoucissement à 600°C durant une heure afin de relaxer les contraintes résiduelles dues à l'élaboration des tôles brutes.

Ils sont finalement repolis aux indices 2400 et 4000 et rincés à l'alcool pour être testés.

3. 2 Structure du matériau

L'attaque chimique des échantillons est effectuée à l'aide des réactifs suivants :

HCl : 10cm³ de densité 1.18

HNO₃ : 2 cm³ de densité 1.38

Elle a pour but de mettre en évidence les contours des grains, les défauts de surface, les précipités et les inclusions.

3. 2.1 Observation microscopique

L'observation au microscope optique a permis de voir les joints de grains.

- Les échantillons polis non traités thermiquement, présentent une matrice austénitique et la morphologie des grains est du type dendritique cellulaire, les grains sont plus ou moins allongés ; il y a apparition d'une phase intermétallique à leur niveau. [6]

Deux types de précipités inter granulaires fins et gros apparaissent, il s'agit certainement de carbures métalliques Cr₇C₆ et Cr₂₃C₆. [6] et [7]

- Les échantillons ayant subi un recuit à 600°C présentent une matrice austénitique et la morphologie des grains est du type

polyédrique ; les joints de grains sont rectilignes. Les précipités inter granulaires et intra granulaires sont présents également.

Le traitement thermique a engendré un réarrangement des grains soit une recristallisation.

La phase intermétallique (noire) est apparente.

- La prolongation de la durée du traitement thermique de 1 heure à 16 heures, a permis l'obtention d'une morphologie identique de type polyédrique. La taille des grains (Fig.5) est nettement plus importante, la phase intermétallique existe également et les précipités sont plus gros. Ceci provient du phénomène de coalescence. [7]



Figure 2: Inconel à l'état brut

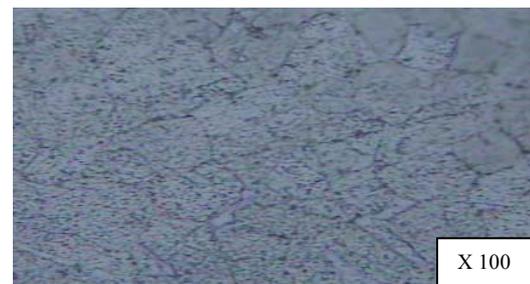


Figure 3: Inconel à l'état traité

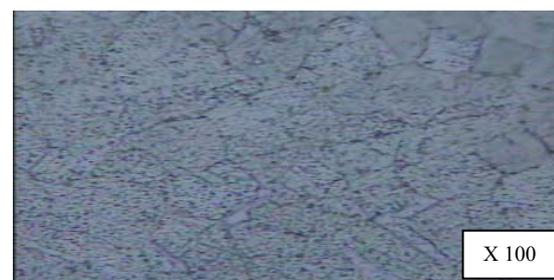


Figure 4: Inconel traité à 600°C durant 1h

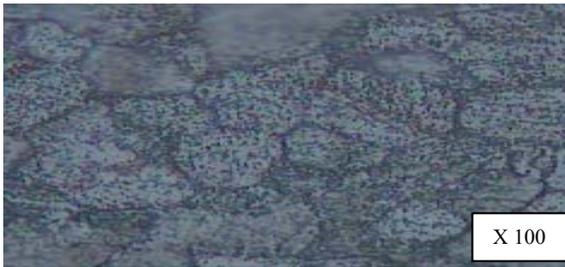


Figure 5: Inconel traité à 600°C durant 16h

3. 3. Essais

L'échantillon est positionné entre les mors, on procède à son installation dans le tube de quartz en mettant en marche la pompe à vide. Une fois le vide réalisé, on positionne le four électrique coulissant le long du tube de quartz au niveau de l'échantillon.

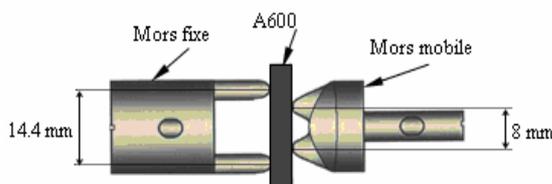


Figure 6: Mors de maintien de l'échantillon

Les essais sont effectués sous vide à la vitesse de 2mm/min en maintenant la force constante pendant le chauffage de l'échantillon à la température désirée. En effet, l'échauffement provoque la dilatation de l'alliage engendrant une diminution de la pression exercée par les mors, d'où la nécessité de maintenir la charge appliquée constante. Une fois la température désirée atteinte, une durée de maintien d'environ 20 minutes est nécessaire à sa stabilisation.

Après marquage des temps, on lance le test de flexion. A la fin de l'essai, on procède à l'arrêt du four puis au relâchement de la force.

4. METHODOLOGIE DE CALCUL

4.1 Equations des contraintes

Le schéma ci dessous représente la position des appuis et les différentes côtes

relatives aux essais de flexion 4 points effectués.

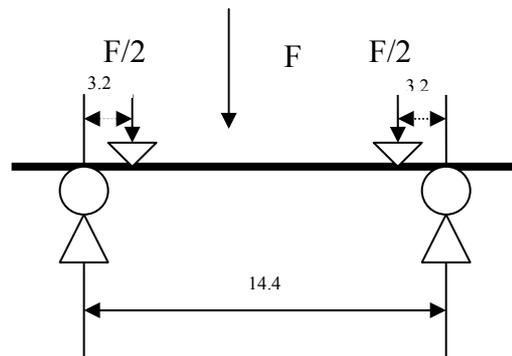


Figure 7: Positionnement de l'échantillon

Le moment fléchissant est constant entre les deux points d'application des charges

$$M_f = 1.6 F \tag{1}$$

L'expression générale de la contrainte est :

$$\sigma = \frac{M_f}{I} \left(\frac{h}{2}\right) \tag{2}$$

I étant le moment quadratique

$$I = \frac{bh^3}{12} \tag{3}$$

Soit

$$\sigma = 0.8 \frac{F}{I} h \tag{4}$$

4.2 Calcul de la flèche

La déflexion Y_C est mesurée au centre de l'échantillon par rapport aux points d'application de la charge à partir du rayon de courbure (Fig. 8)

4.2.1 Détermination du rayon de courbure

La déflexion est

$$Y_C = Y_L + Y_R \tag{5}$$

$Y_L = d$, déplacement des mors

Posons:

$$Y_R = f \tag{6}$$

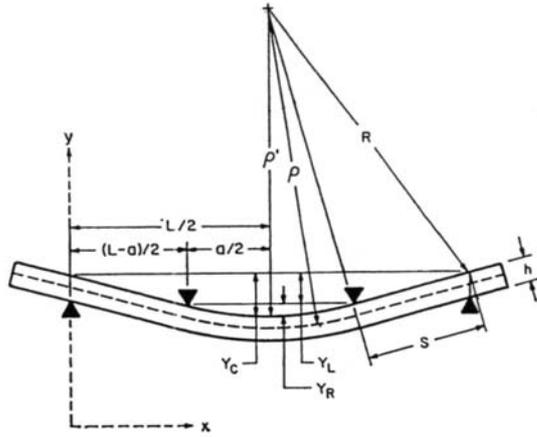


Figure 8: Illustration du rayon de courbure ρ [8]

$$\rho = \rho' + \frac{h}{2} \tag{7}$$

$$\rho'^2 = (\rho' - Y_R)^2 + \frac{a^2}{4} \tag{8}$$

$$R^2 = \rho'^2 + s^2 \tag{9}$$

$$R^2 = \frac{L^2}{4} + (\rho' - Y_C)^2 \tag{10}$$

$$S^2 = [(L-a)/2]^2 + Y_L^2 \tag{11}$$

En procédant par élimination de variables ρ' , Y_C , R , et S on obtient :

$$\rho = \frac{1}{2} \sqrt{\frac{(La - a^2)^2}{4d^2} + a^2} + \frac{h}{2} \tag{12}$$

f est obtenu géométriquement par l'équation :

$$f = \left(\rho - \frac{h}{2}\right) - \sqrt{\left[\left(\rho - \frac{h}{2}\right)^2 - 16\right]} \tag{13}$$

D'où la détermination de la déflexion Y_C

$$Y_C = f + d \tag{14}$$

4.2.2 Méthode de superposition des contraintes

L'application du principe de superposition entre les appuis (Fig. 7) conduit à l'équation

$$Y(x) = \frac{F}{2EI} \left[\left(\frac{ax^2}{2} - \frac{Lax}{2} + \frac{a^3}{6} \right) \right] \tag{15}$$

Pour $x \in [3.2 ; 11.2]$

$Y(x)$ est obtenu par intégration à partir de la relation générale : $E I Y'' = -M_f$

La déflexion est maximale au centre de l'échantillon ($x=7.2\text{mm}$) et a pour expression :

$$Y_C = 38.74 \frac{F}{EI} \tag{16}$$

Il existe donc une relation linéaire entre la force, la flèche et le déplacement exprimée à partir de (16) par :

$$F = \frac{EI}{38.74} (f + d) \tag{17}$$

La pente de la partie linéaire de la courbe (Fig. 13) étant proportionnelle au module de Young d'où :

$$E = \frac{38.74}{I} k \tag{18}$$

La déflexion évaluée au niveau des appuis correspond au déplacement et a pour expression :

$$Y_{(3,2)} = d = \frac{25.94 * F}{EI} \tag{19}$$

Le rapport entre 17 et 19 donne une nouvelle expression entre f et le déplacement d .

$$f = 0.493 d \tag{20}$$

Le module de Young est évalué de nouveau de la même manière mais avec cette nouvelle valeur de f (équ. 20).

Tableau 2: Caractéristiques des échantillons

T (°C)	h (mm)	b (mm)	L (mm)	I (mm ⁴)
350	0.64	5.01	25.37	0.109
400	0.52	4.70	25.95	0.055
450	0.62	5.20	25.35	0.103
500	0.52	5.01	25.00	0.058
550	0.50	5.07	25.00	0.053

5. EMISSION ACOUSTIQUE

A l'aide de l'analyse des caractéristiques des événements, le type

d'endommagement mis en jeu peut être déterminé. Lors des essais, les instabilités locales créées dans le matériau engendrent des ondes élastiques qui se propagent dans toutes les directions. Il se produit un changement local du champ de contrainte, qui se transforme en signal électrique par l'intermédiaire du capteur. Ce signal est traité à l'aide du logiciel NOESIS comme mentionné plus haut.

Les graphes représentant l'amplitude en fonction du temps et l'énergie absolue en fonction de la durée des impulsions sont significatifs. On distingue après filtrage des signaux, deux zones d'énergie: (Fig. 10)

- Zone 1 (Inférieures à 10000 ua), aucun évènement acoustique n'est détecté. Il n'y a aucun endommagement ce qui confirme le comportement élastique du matériau.

-Zone 2 (Supérieures à 10000 ua), les énergies les plus élevées sont associées à la sollicitation mécanique.

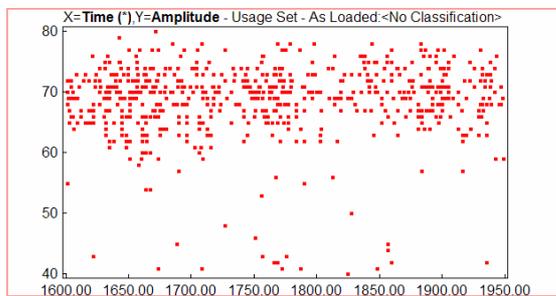


Figure 9: Diagramme amplitude- temps à 350°C

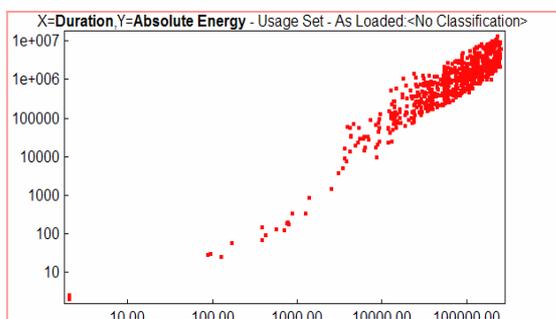


Figure 10: Diagramme énergie- durée à 350°C

6. RESULTATS ET DISSCUSSION

Les courbes Force - Déplacement, montrent la présence d'un changement de pente.

Ce point peut être assimilé à une pseudo limite d'élasticité du matériau.

Sur chaque courbe on peut définir également 3 zones :

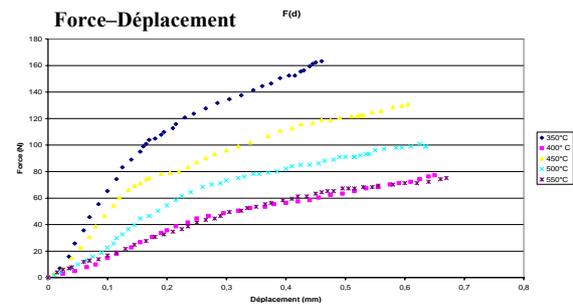


Figure 11: Force en fonction du déplacement

- La zone 1, caractérisée par une partie linéaire de la courbe correspondant à un comportement élastique de l'échantillon.

- La zone 2, comportement élasto plastique associé à un endommagement présentant une limite supérieure correspondant à la limite maximale d'élasticité de l'alliage 600.

- La zone 3, domaine plastique où le matériau se plastifie sans relâchement.

On note l'absence de décrochements, ce qui est significatif du fait qu'il n'y ait pas eu de fissures ou de décollement durant le chargement. Ces résultats sont confirmés par l'émission acoustique et l'observation microscopique.

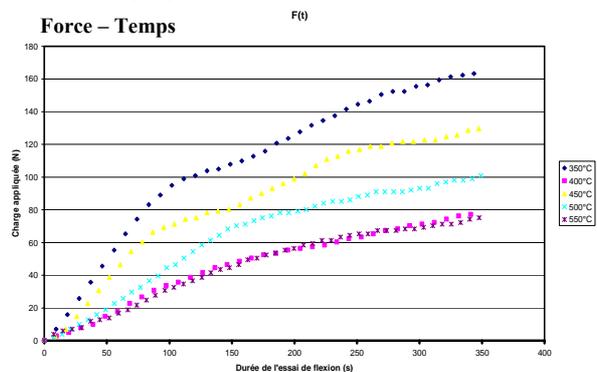


Figure 12: Force en fonction du temps

Les courbes Force - Temps montrent également la présence d'un changement de pente. Ce point peut être assimilé à une pseudo limite d'élasticité du matériau. Les zones définies sont analogues aux zones précédentes (Fig. 11).

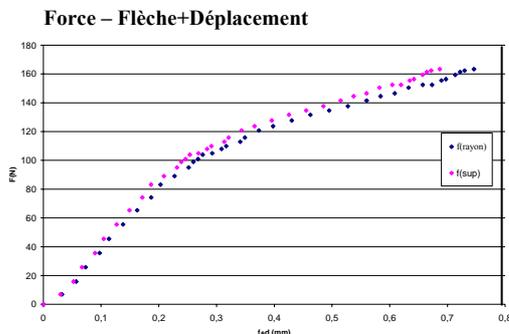


Figure 13: Force en fonction de la déflexion

La limite élastique du matériau est déterminée à partir des courbes Force - Déplacement (Fig. 11). Elle correspond à la valeur maximale de F sur la partie linéaire et elle est calculée à partir de l'équation (4).

Tableau 3: Valeur de la force et de la pente permettant le calcul de E (18) par les 2 méthodes

T (°C)	F (N)	σ (MPa)	K_1	K_2
350	83.16	4.68*F	394.87	429.74
400	44.55	5.76*F	116.65	126.89
450	60.39	4.80*F	320.63	348.93
500	15.84	7.08*F	122.95	133.81
550	11.88	5.57*F	125.2	127.02

Tableau 4: Limites élastiques et modules d'élasticité

T (°C)	σ_e (MPa)	E_C (GPa)	E_1 (GPa)	ΔE_1 (%)	E_2 (GPa)	ΔE_2 (%)
350	389	196	140	28	152	22
400	314	193	82	57	89	54
450	290	190	119	37	130	31
500	112	187	81	57	88	53
550	66	183	92	50	100	45

Contrainte – Déformation

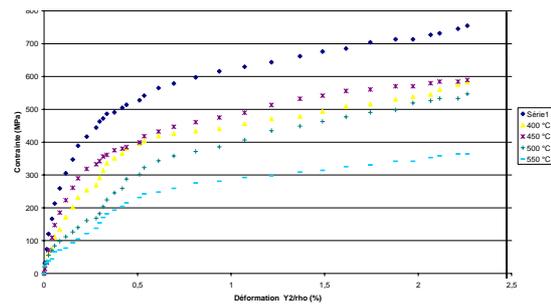


Figure 14: Contrainte en fonction de la déformation relative ϵ_2

Ces courbes permettent également la détermination du module de Young par la loi de Hooke dans le domaine élastique (1^{ère} partie linéaire).

La déformation étant:

$$\epsilon = \frac{f + d}{\rho} \tag{21}$$

De manière générale, la limite d'élasticité σ_e diminue avec l'augmentation de la température.

Les résultats obtenus se situent dans l'intervalle des limites d'élasticité conventionnelle de l'inconel 600 données par le constructeur allant de 172 à 345 MPa [9] et ce sur le palier 350 - 450°C.

La littérature fixe les valeurs du module de Young dans l'intervalle 130 à 234 GPa. (D'après le constructeur $E_C=157$ GPa). Celles obtenues lors des essais par les deux méthodes de calcul (rayon de courbure et Bazergui [10]) sont voisines. Leur comparaison aux valeurs données par le constructeur dans l'intervalle de température considéré allant de 196 à 183 GPa (Tableau 4) fait ressortir des écarts dus à la réponse du montage. Une perturbation mécanique de la machine est probablement à leur origine. De plus, les sollicitations mécaniques et thermiques imposées durant les essais en pompage secondaire peuvent avoir une incidence sur les déformations donc sur la rigidité des échantillons.

Egalement, nous ignorons les conditions expérimentales ayant permis l'obtention de ces valeurs de référence.

Les variations non monotones du module de Young avec la température peuvent être liées à un effet structural, elles sont probablement dues à une modification de l'énergie d'empilement des défauts.

De manière générale, le module de Young E diminue avec l'augmentation de la température.

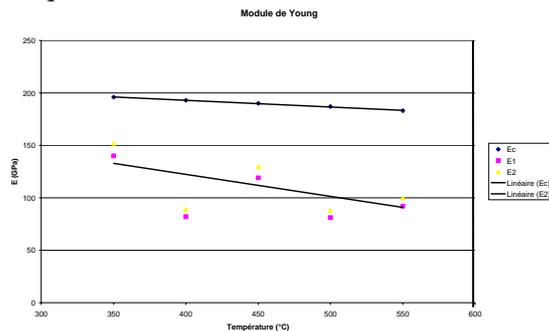


Figure 15: Module de Young en fonction de la température

Au-delà du domaine élastique, la déformation plastique du métal est caractérisée par une légère relaxation de contraintes suite à un mouvement et à un réarrangement des dislocations.

Les effets de la température sont significatifs. Celle-ci favorise la déformation plastique en raison de la mobilité de plus en plus grande des atomes par diffusion.

7. CONCLUSION

Les essais de flexion 4 points effectués sous vide à différentes températures de 350 à 550°C permettent de conclure que :

- Il n'y a pas eu formation de couche d'oxyde.
- Il n'y a pas eu de fissures ou de décollements durant le chargement.
- La température favorise la déformation plastique.

L'effet Portevin – Le Châtelier (augmentation par palier au niveau des contraintes) caractérise l'évolution de la

contrainte durant la déformation de l'échantillon dont la vitesse est imposée en début de l'essai.

Cette première approche servira de base pour l'étude de l'endommagement de l'alliage 600 soumis à l'action d'un milieu corrosif.

Enfin, durant les essais, il est impératif de veiller à la reproductibilité des conditions imposées à la machine et aux échantillons utilisés pour garantir une fiabilité des résultats. De même, une prolongation de la durée de stabilisation en température isotherme doit être envisagée.

REFERENCES

- [1] J.M. Rousselet, G. Moulin, A.M. Huntz, *Rôle des défauts créés par une déformation préalable des impuretés (C.S) sur les mécanismes d'oxydation d'un alliage inconel 600*, Traitement mécanique et thermique des surfaces: Technologie, Applications industrielles, Contrôle et Essais, Ed. Traitements de Surface, Volume II, 1984.
- [2] P. Abadie, *Fissuration par corrosion sous contrainte de l'alliage 600 dans l'eau à haute température. Contribution d'une approche phénoménologique à la compréhension des mécanismes*, Thèse de Doctorat, ENSM de Saint Etienne, 1998.
- [3] A-F. Gourgues, E. Andrieu, *Fissuration de l'alliage 600 assistée par l'environnement dans l'air à 550°C: Application au milieu primaire des réacteurs nucléaires à eau sous pression*, Annales de Chimie Science des Matériaux, Vol 24, Issue 4-5, 1999, p.321-328.
- [4] D. Caron, *Influence de l'hydrogène sur la vitesse de propagation des fissures de corrosion sous contrainte dans l'alliage 600 en milieu primaire des réacteurs nucléaires à eau sous pression*, Thèse de Doctorat, INSA de Lyon, 2000.
- [5] D. Aouali, J. Favergeon, *Etude de l'oxydation à haute température de*

l'inconel 600 en flexion 4-points, rapport de DEA, U.T.Compiègne, 2004.

[6] F. Dabosi, G. Beranger, B. Baroux, *La corrosion localisée*, Editions de Physique, France, 1990.

[7] D. Desjardins, R. Oltra, *Corrosion sous contrainte: phénomènes et mécanismes*, Editions de Physique, Bombannes 1990.

[8] G.W. Hollenberg, G.R. Terwilliger,

Gordon R.S, *Calculation of stresses and strains in four- point bending creep tests*. Journal of The American Ceramic Society, Vol. 54, N° 4, 1970, p.196-199.

[9] www.goodfellow.com, *Informations sur les matériaux Inconel*, 2004.

[10] A. Bazergui et al., *Résistance des matériaux*, troisième édition, Presses Internationales Polytechnique, Montréal, 2002.