



### Science Arts & Métiers (SAM)

is an open access repository that collects the work of Arts et Métiers ParisTech researchers and makes it freely available over the web where possible.

This is an author-deposited version published in: <https://sam.ensam.eu>  
Handle ID: <http://hdl.handle.net/10985/10881>

#### To cite this version :

Mohamed SMATI, Mustapha NASRI, Driss MARHABI, Alain IOST - Influence d'une eau fortement salée sur la propagation de fissure par fatigue de l'acier inoxydable 17 - 4 PH. - In: 20ème Congrès Français de Mécanique, France, 2011-08-29 - Congrès Français de Mécanique (20; 2011; Besançon) - 2011

Any correspondence concerning this service should be sent to the repository

Administrator : [archiveouverte@ensam.eu](mailto:archiveouverte@ensam.eu)



# Influence d'une eau fortement salée sur la propagation de fissure par fatigue de l'acier inoxydable 17 - 4 PH.

M. SMATI<sup>a</sup>, M. NASRI<sup>a</sup>, D. MARHABI<sup>b</sup>, A. IOST<sup>c</sup>

a. *Ecole Nationale d'Ingénieur de Tunis (ENIT), Tunisie*

b. *HEI, Pôle Mécanique et Matériaux 13 rue de Toul, 59046 Lille Cedex*

c. *Arts et Métiers ParisTech, LML CNRS 8107, 8 Boulevard Louis XIV, 59046 Lille Cedex*

## Résumé :

Cette étude est inspirée d'un retour d'expérience des pompes d'injection d'eau de mer et de brut de pétrole pour les opérations d'une plateforme de production pétrolière. Dans ces machines tournantes, la fatigue et la corrosion sont les causes essentielles de détérioration des pièces mécaniques. Le souci permanent consiste à empêcher la dégradation des tiges des pistons des pompes soumises à un environnement agressif. En effet, lors de l'exposition de ce type d'acier à l'eau de Process (eau de gisement), nous observons que la corrosion affecte l'intégrité du matériau en favorisant l'amorçage de fissures et/ou en provoquant des attaques localisées. Le principal objectif du travail réalisé est d'améliorer la compréhension des mécanismes qui régissent le phénomène de fatigue-corrosion. Les essais ont été effectués à température ambiante sur une nuance de l'acier inoxydable 17-4 PH dans les trois conditions suivantes : matériau de base, matériau corrodé et matériau nitruré. Les essais de propagation ont été réalisés sur une machine hydraulique de type INSTRON 8516. Pour caractériser la propagation dans le cas où la fissure de fatigue se propage à l'air depuis un ensemble de piqûres de corrosion, une série d'essais sont réalisés sur des éprouvettes CT ayant subi une fragilisation par l'eau de procédé à température ambiante. Le but est de comprendre l'influence de la corrosion et comparer les vitesses de propagations des fissures d'éprouvettes corrodées à celles du matériau de base. Un premier constat sur la rupture de pièces de machines en contact avec l'eau de mer est dû à la propagation en ambiance corrosive de fissures par fragilisation inter-granulaire et par conséquent un vieillissement prématuré pendant le fonctionnement de surcharge cyclique. Pour améliorer les effets d'avarie en milieu corrosif, nous proposons le traitement surfacique par nitruration gazeuse à 540 °C de l'acier inoxydable 17-4 PH. Ceci a pour but de comparer les vitesses de propagations de fissures dans l'éprouvette nitrurée aux précédentes.

## Summary:

This study was inspired by the injection pumps sea water for the operation of an oil production platform. In these rotating machines, fatigue is a major cause of deterioration of mechanical parts. Once a crack is present in a material, it will tend to grow under the influence of cyclic loading. The crack may be initiated by fatigue or may be caused by an impact, or similar event. Once the crack is released, it will grow to a critical length and product the fracture of the concerned component.

The present paper is aimed at investigating both the effect of produced water (water coming from crude oil well) and the effect of nitriding on the fatigue crack growth behavior in ambient environment for a 17-4PH grade stainless steel. We want also to understand the mechanisms of the fatigue crack propagation under different conditions. With the fatigue test, a quantitative microscopic analysis of the fracture surfaces is carried out to observe and identify the micro effects of the fatigue process. The fatigue crack growth rate in the corroded material is higher than the base material and lower in nitriding material than the base material.

**Mots clefs : fatigue, corrosion, fissure, propagation,**

## 1. Introduction

Les aciers inoxydables martensitiques à durcissement par précipitation présentent une bonne résistance à la corrosion et de hautes caractéristiques mécaniques. L'acier 17-4 PH entre dans cette catégorie [1]. Cet acier inoxydable est utilisé dans l'industrie pétrolière pour des tiges de piston, ou des pompes d'injection d'eau de mer et de brut de pétrole qui fonctionnent sous charge répétitive cyclique (pression de travail ~ 300 bars). Ceci dans deux environnements agressifs différents : soit l'eau de mer ou l'eau provenant du gisement (eau de procédé). Comme pour tout chantier de pétrole dans le monde, la production de notre chantier ne s'effectue pas en régime constant en fonction des différentes causes

de pannes : techniques, mécaniques, électriques, arrêt pour maintenance etc. Suite à ces problèmes, les pompes d'injections peuvent rester de un à plusieurs jours isolées pour maintenance. Pendant cette période, la tige du piston, est attaquée par l'eau (de mer ou de procédé). Après cette période on redémarre la pompe et on la fait entrer progressivement dans le circuit pour atteindre une charge maximale de 285 bars. Dans ce cas le matériau 17-4 PH (le matériau de base de la tige de piston) va voir ses caractéristiques mécaniques considérablement diminuées suite à la fragilisation par l'environnement agressif et à la fatigue sous l'effet de la charge variable. Dans ce travail, notre contribution à l'étude du phénomène d'endommagement de piston est basée sur le régime réel de fonctionnement de la pompe sur chantier. De ce fait, les essais sont réalisés sur des éprouvettes CT ayant subi une fragilisation par l'eau de procédé à température ambiante, afin de comprendre l'influence de la corrosion et pour comparer les vitesses de propagation des fissures d'éprouvettes corrodées à celles du matériau de base. Il est bien connu que les couches durcies en surface par les traitements thermo-chimiques de nitruration améliorent la tenue en fatigue à grand nombre de cycle et la résistance à l'usure et au frottement de quelques nuances d'acier. Ces couches sont caractérisées par une bonne résistance mécanique, associée à une fragilité, et par la présence de contraintes résiduelles de compression en surface, équilibrées par des contraintes de traction d'un niveau très faible dans un cœur moins dur et plus ductile [2]. Nous avons choisi le traitement surfacique par nitruration gazeuse à 540 °C [3] pour l'acier inoxydable 17-4 PH, afin d'améliorer la résistance mécanique de la tige du piston et aussi dans le but de comparer les vitesses de propagations de fissures dans l'éprouvette nitrurée aux précédentes. Nous avons constaté, suite aux essais mécaniques effectués à température ambiante et à pression atmosphérique, que : la nitruration gazeuse provoque une augmentation de dureté surfacique du matériau et que celui-ci devient plus fragile pendant l'essai de fatigue. Les courbes da/dN en fonction de  $\Delta K$  donnent la plus faible pente pour le matériau nitruré, et la plus élevée pour le matériau corrodé.

## 2. Procédures des essais de propagation de fissure par fatigue

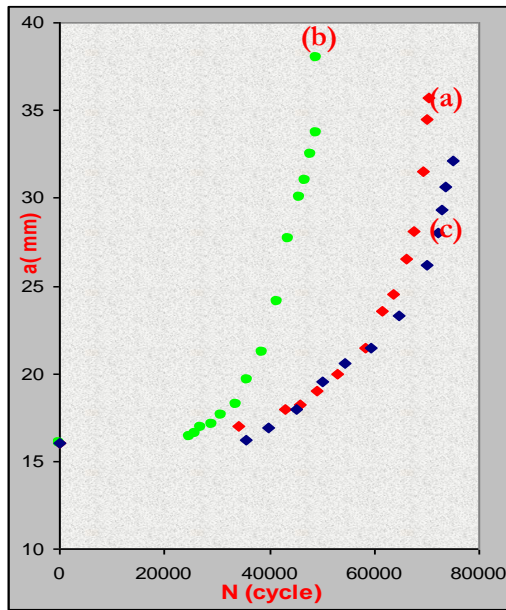
Pour effectuer les essais de fatigue sur notre nuance d'acier 17-4 PH, nous avons utilisé des éprouvettes CT standard (ASTM, E 647) [4] de longueur  $L = 1,25 W$  de hauteur  $H = 1,2 W$  avec  $W = 48$  mm et d'épaisseur 12 mm. Chaque éprouvette a été pré-fissurée par électroérosion, de sorte que le rapport entre  $a$ , la longueur de fissure, et  $W$  soit :  $a/W > 0,2$ . La longueur initiale de fissure est de 26 mm avant chaque essai. Avant de commencer les essais de propagation de fissure par fatigue, des éprouvettes CT sont préparées par simple émergence dans l'eau de procédé (salinité = 52000 ppm) à température ambiante et à pression atmosphérique pendant six mois pour avoir une fragilisation du matériau par corrosion. Le but est de faire subir à la tige de piston une avarie pouvant se produire dans les conditions normales du travail. D'autres éprouvettes ont été nitrurées sous gaz d'azote à température 540 °C, dans le but de comparer la vitesse de propagation de fissure sous l'effet du traitement surfacique aux résultats du phénomène de corrosion et du matériau brut. Les résultats trouvés sont détaillés par la suite. Une machine ISTRON 8516, pilotée par un logiciel de charges variables entre (0–100 kN), a été utilisée pour effectuer les essais de propagation de fissure à température ambiante et à pression atmosphérique. La propagation de fissure, ( $a$ ), dans chaque éprouvette CT a été suivie par une caméra numérique à zoom variable branchée sur un écran de haute résolution dans le but de mesurer la valeur correspondante à chaque nombre de cycle  $N$ . Les paramètres d'essais sont fixés comme suit : le rapport de charge  $R = 0,1$ , la fréquence 20 Hz et la charge moyenne  $\Delta K$ . Cette dernière, calculée en utilisant l'équation (1), est égale :  $\Delta K = 7,1$  kN sachant que la valeur d'intensité de contrainte  $K_{Ic} = 82$  MPa (m)<sup>1/2</sup> pour l'acier 17-4 PH [5]. Pour tracer la courbe da/dN en fonction de  $\Delta K$ , on doit refaire un calcul de la charge ( $\Delta K$ ) pour chaque valeur de ( $a$ ) observée lors d'un nombre  $N$  de cycle. Nous utilisons la même équation (1) qui reste valable pour  $a/W \geq 0,2$  [6].

$$\Delta K = \frac{\Delta P}{B\sqrt{W}} \frac{(2 + \alpha)}{(1 - \alpha)^{3/2}} (0.886 + 4.64\alpha - 13.32\alpha^2 + 14.72\alpha^3 - 5.6\alpha^4) \quad (1)$$

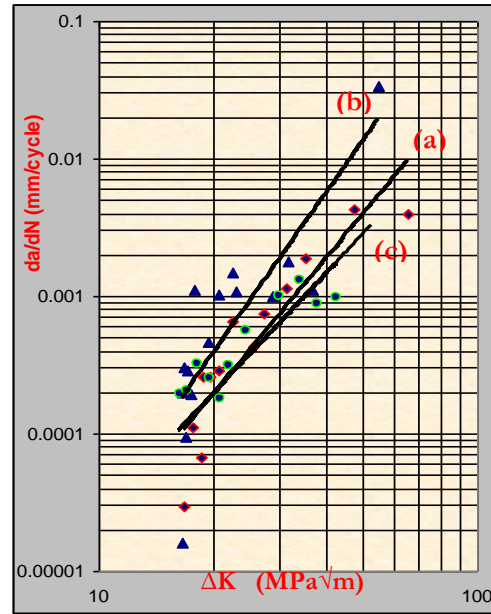
### 2.1 Résultats de la propagation de fissure par fatigue et études micrographiques pour les conditions d'environnements de matériau

Les essais de propagation de fissure par fatigue sur les éprouvettes CT de l'acier 17-4 PH dans ces trois différents états (acier de base, acier corrodé et acier traité) nous renseignent sur le comportement du matériau de la tige de piston lorsque cette dernière est soumise à l'environnement agressif du gisement. Suivant les valeurs de ( $a$ ) mesurées au cours du temps de la propagation de fissure par fatigue sur l'éprouvette CT et les valeurs de nombre de cycle ( $N$ ) correspondant, nous obtenons une courbe a-N pour chaque état de matériau. Nous avons remarqué, pour une éprouvette à matériau de base, que le temps écoulé pour le déclenchement de fissure est plus élevé que celui du matériau corrodé. Cependant, ce temps est faible pour le matériau traité (nitruré) par rapport au matériau non traité. Au cours des essais nous avons remarqué que la trajectoire de propagation de fissure pour une éprouvette corrodée suit les zones fragilisées par l'eau de procédé jusqu'à la rupture alors que la trajectoire est bien rectiligne pour les deux autres éprouvettes. La figure 1

représente les trois courbes a-N pour chaque éprouvette. Les trois états du matériau présentent une différence dans la propagation de fissure en fonction du nombre de cycle. Les valeurs expérimentales de a et N permettent de représenter les courbes logarithmique de da/dN en fonction de l'amplitude de facteur d'intensité de contrainte  $\Delta K$  suivant la loi de Paris :  $da/dN = C (\Delta K)^m$  [7] où les facteurs C et m sont des constantes propres au matériau et à l'environnement considéré. La figure 2 donne les courbes de Paris pour chaque éprouvette et montre l'influence du milieu corrosif et du traitement surfacique par nitruration sur la vitesse de propagation de fissure dans la nuance de l'acier inoxydable 17-4 PH de notre type de piston.



FIGURES 1 : courbes a-N de l'acier 17-4 PH dans ces trois états a) matériau de base b) matériau corrodé c) matériau nitruré.



FIGURES 2 : vitesse de propagation de fissure pour l'acier 17-4PH dans ces trois états a) matériau de base b) matériau corrodé c) matériau nitruré.

Après avoir tracé ces courbes, nous constatons que la vitesse de propagation de fissure est très élevée pour le matériau corrodé par rapport aux matériaux traité et de base. Comparée à celle du matériau non traité la vitesse de propagation de fissure est faible pour le matériau traité. Ces résultats confirment l'écart entre les valeurs de C et m déduites des courbes correspondant à chaque état de matériau, qui sont reportées dans le tableau 1.

	C	m
Matériau de base	$9.576 \cdot 10^{-9}$	3.301
Matériau corrodé	$3.152 \cdot 10^{-9}$	3.909
Matériau nitruré	$2.923 \cdot 10^{-8}$	2.936

Table 1 : les paramètres C et m pour 17-4 PH dans les trois états

D'après ces résultats nous remarquons que :

- La fragilisation du matériau dans l'eau de procédé (salinité = 52000 ppm) augmente la sensibilité à l'essai de fatigue. Ainsi, en présence de l'eau de procédé, la durée de vie de la tige de piston par corrosion puis par fatigue sous chargement diminue.
- Le traitement surfacique par nitruration gazeuse augmente la dureté de matériau, le déclenchement de fissure dans la zone plastique se fait pour un nombre de cycle élevé et cette zone devient plus large. D'autre part le matériau devient plus fragile.

Après rupture, la morphologie des faciès des ruptures des trois éprouvettes a été observée pour différencier le comportement de l'acier 17-4 PH dans ces trois états d'essai (Figure 3).



FIGURE 3 : morphologie des surfaces des éprouvettes CT après essai de fatigue pour l'acier 17-4 PH, A) matériau de base B) matériau corrodé C) matériau nitruré.

L'analyse du faciès de rupture (figure 3 B) du matériau corrodé révèle la présence d'un petit nombre de cavités cavernueuses au niveau de la surface ainsi que des piqûres situées majoritairement sur les lèvres de la fissure de l'éprouvette. Même si l'existence de produits de corrosion au cœur de l'éprouvette ne constitue pas une preuve du mouillage du front de fissuration, il semble que le protocole mis en place ait bien permis de créer la piqûration optimale désirée, c'est-à-dire des piqûres le long du front de fissure. Nous notons aussi que le matériau sans traitement et le matériau corrodé présentent des surfaces de rupture ductile tandis que l'acier nitruré présente un faciès mixte ductile au début de propagation de fissure puis une petite surface fragile à la fin. L'étude des micrographies par le MEB (Figure 4) de la surface de ruptures de l'acier 17-4 PH non traité après essai de fatigue à température ambiante montre la présence de microfissures, de petites cavités et d'une surface de rupture ductile ; la majorité des fissures sont initiées à partir des inclusions. Par ailleurs, la surface du matériau fragilisé par l'eau de procédé (Figures 5) présente après rupture des stries de fatigue autour des piqûres ainsi que des cavités de tailles différentes contenant des inclusions de MnS. Nous observons aussi une corrosion intergranulaire et des microfissures initiées à partir des zones fragilisées. La figure 6, correspondant au matériau traité, permet de mesurer l'épaisseur de la surface nitrurée et de la surface de rupture ductile, on observe aussi des fissures secondaires qui apparaissent dans les zones fragilisées.

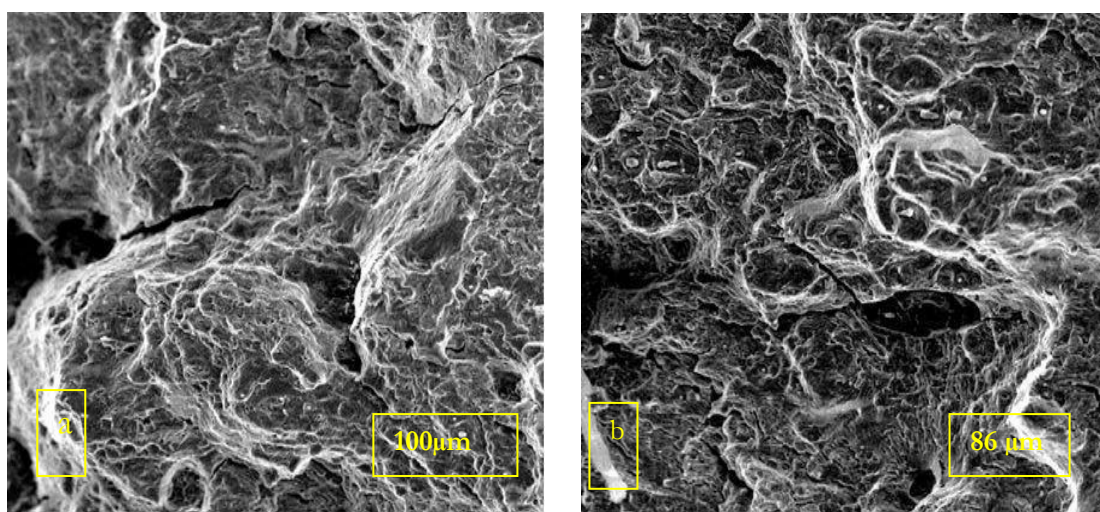


FIGURE 4 : Micrographie en MEB de la surface de ruptures du matériau non traité de l'acier 17-4 PH après essai de fatigue à température ambiante sur ces images on observe : a) des microfissures, des petits cavités et une surface ductile de rupture, b) des fissure initiés à partir des inclusions

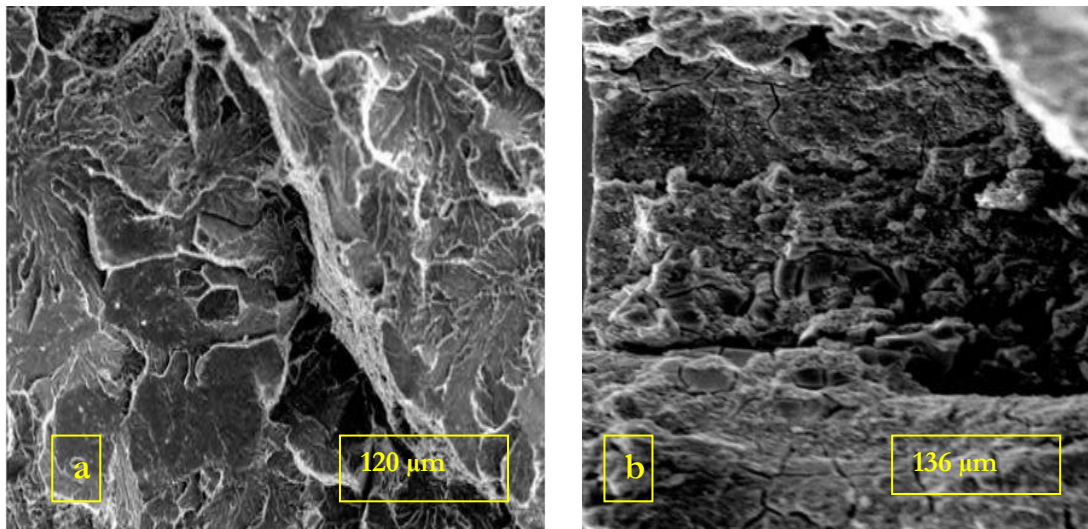


FIGURE 5: Micrographie en MEB de la surface de ruptures de l'acier 17-4 PH fragilisé par l'eau de procédé après essai de fatigue à température ambiante, a) la surface après rupture présente des rivières, des cavités de tailles différents et de petites inclusions dans ces cavités b) corrosion intergranulaire et microfissures initiées à partir des zones fragilisées.

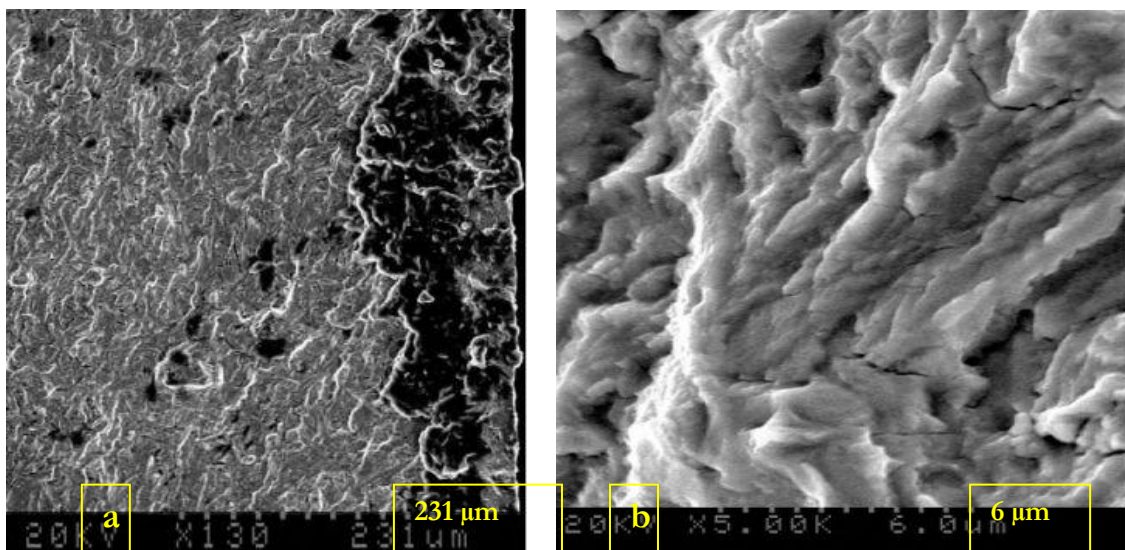


FIGURE 6 : Micrographie en MEB de la surface de ruptures du matériau traité de l'acier 17-4 PH après essai de fatigue à température ambiante a) épaisseur de la surface nitrurée et surface de la rupture ductile, b) microfissures apparaissent dans la zone fragilisée

### 3. Conclusion :

1. Le matériau 17-4 PH est un acier inoxydable martensitique à durcissement structural à qui la composition chimique et le traitement thermique confère une bonne résistance à la traction et une dureté élevée,
2. Si la salinité de l'eau de procédé est très élevée, elle peut provoquer une corrosion sévère entre les joints de grains et près des inclusions quand l'acier est immergé longtemps dans ce milieu,
3. Pendant l'exposition à l'eau de procédé, l'acier 17-4 PH a subi une fragilisation par corrosion inter granulaire et par suite la vitesse de propagation de fissure devient remarquablement élevée pour une éprouvette corrodée par rapport à celle des deux éprouvettes nitrurée et non traité.
4. La couche de nitruration à la surface de l'acier procure un retard au déclenchement de la fissuration, par contre le matériau devient plus fragile,
5. L'exposant (m) de l'équation de Paris est plus grand pour l'acier 17-4 PH corrodé que pour les matériaux traité ou non traité,

6. Les micrographies en MEB de la surface de ruptures du matériau non traité de l'acier après essai de fatigue à température ambiante montrent des microfissures, des petites cavités et une surface ductile de rupture. La majorité des fissures ont été initiées à partir des inclusions,
7. La surface après rupture du matériau fragilisé par l'eau de procédé présente des cavités de tailles différentes avec de petites inclusions dans ces cavités. Nous observons également une corrosion inter-granulaire et des microfissures initiées à partir des zones fragilisées,
8. Le matériau traité présente une surface de rupture ductile, et des microfissures qui apparaissent dans les zones fragilisées

## Référence :

- [1] Frédéric Christien, « Fragilité intergranulaire de l'acier 17-4 PH en cours de vieillissement. » Thèse de Doctorat. Ecole Polytechnique de l'Université de Nantes, 2001.
- [2] M.A. Terres, H. Sidhom, Effet de condition de nitruration gazeuse sur le mode de dégradation par usure adhésive des couches nitrurées, COTUME 2008, Tunis, Tunisie.
- [3] J.P. Peyre, C. Tournier, P. Baldo, Caractéristiques des couches nitrurées par le procédé Alnat, Traitements Thermiques, 227 (1989) 29-34.
- [4] Standard method of test for plane strain fracture toughness of metallic materials, American Society for Testing and Materials (May 1972): E-399-72.
- [5] B. Farahmand, K. Nikbin, Predicting fracture and fatigue crack growth properties using tensile properties, Engng. Fract. Mech., 75 (2008) 2144-2155.
- [6] J. C Newman, Stress analysis of the compact specimen including the effect of Pin Loading Fracture analysis, ASTM STP 560 (1974) pp. 105-121
- [7] P.C, Paris, F. Erdogan A critical analysis of crack propagation laws, Transaction of the ASME, J. Basic Engng, Trans. ASME 85D (1963) 528-535.