

---

# Caractérisation mécanique multi-échelle des produits de corrosion d'aciers doux

A. Dehoux<sup>1,2</sup>, Y. Berthaud<sup>1</sup>, F. Bouchelaghem<sup>1</sup>

<sup>1</sup> UPMCUniv Paris 06, UMR 8535, LMT-Cachan, 61 Avenue du Président Wilson, 94230 Cachan, France.

<sup>2</sup> Andra - Agence Nationale pour la gestion des Déchets RadioActifs, 1-7 rue Jean Monnet, parc de la croix blanche, 92298 ChatenayMalabry cedex.

dehoux@lmt.ens-cachan.fr, bouchela@lmt.ens-cachan.fr, berthaud@lmt.ens-cachan.fr

---

*RÉSUMÉ.* Cette étude vise à déterminer le comportement mécanique des produits qui se créent lors de la corrosion des armatures du béton armé. Dans ce cadre une caractérisation complète de la microstructure d'échantillons de corrosion d'acier doux ainsi que des calculs d'homogénéisation ont été réalisés. En parallèle, des essais de traction-compression ont été faits au MEB in situ et ont permis de mettre en relation calculs d'homogénéisation et comportement réel des échantillons.

*ABSTRACT.* This study aims to determine the mechanical behaviour of products that are created during corrosion of reinforced concrete structures. In this framework a complete characterization of the microstructure of samples of corrosion of low alloy steel as well as homogenization calculations were performed. In parallel, tension-compression tests were performed in situ SEM and helped to link homogenization calculations behaviour and real samples.

*MOTS-CLÉS :* Corrosion des aciers doux, homogénéisation, Microscope électronique à balayage, corrélation d'image.

*KEY WORDS:* Low alloy steel corrosion products, homogenization, Scanning Electron Microscopy, Image correlation.

---

## 1. Introduction

La prise en compte du développement des couches de corrosion dans les calculs de durée de vie d'ouvrage en béton armé nécessite une bonne connaissance des propriétés mécaniques, encore peu connues, de ces produits. L'enjeu est important surtout dans le domaine du nucléaire, car la formation de ces produits expansifs engendre la réduction de la capacité portante de la structure et la fissuration du béton d'enrobage. Le travail réalisé propose une approche de caractérisation des couches de produits de corrosion d'acier doux à partir d'échantillons provenant de monument historique. Une étude préliminaire a permis la caractérisation d'une microstructure type pour ces couches de corrosion. Différentes séries de calculs numériques d'homogénéisation en élasticité linéaire ont ensuite été réalisées par traitement d'images acquises au microscope optique, ce qui a permis de caractériser le comportement mésoscopique de ces couches de corrosion. Des essais de traction-compression au MEB apportent des données complémentaires aux calculs d'homogénéisation.

## 2. Caractéristique de la microstructure

L'objectif de cette première étude a été de caractériser la microstructure d'objet ferreux corrodé provenant de monuments historiques (Palais des Papes en Avignon) (Dehouxet *al.*, 2011). Nous avons déduit de séries d'essais et d'observations, les différents produits de corrosion majoritaires constituant le matériau, des plages de variation pour leurs propriétés mécaniques élastiques, leurs proportions ainsi que les faciès typiques de leur arrangement géométrique relatifs. Toutes ces données sont indispensables et seront exploitées dans l'étude d'homogénéisation détaillée dans les sections suivantes.

Des essais de micro-indentation couplés à de la micro-spectrométrie Raman ont été réalisés. Nous avons obtenus des plages de variations précises pour le module d'élasticité local, en relation avec la distribution locale des phases (tableau 1). Les résultats montrent que pour les échantillons corrodés dans des conditions naturelles, les modules d'Young à l'échelle micrométrique des phases constitutives des couches de corrosion varient entre 50 GPa et 200 GPa. Des différences de comportement mécanique ont été mises en évidence entre des zones composées essentiellement de goéthite avec localement de la lépidocrocite qui constituent la matrice sombre et des zones claires composées de magnétite, maghémite d'oxyhydroxyde de fer III mais cristallisés (tableau 1).

**Tableau 1.** *Module d'élasticité pour chaque phase déterminé par des essais de micro-indentation (Oliver et al., 1992).*

Phases	Module d'élasticité (GPa)
Lépidocrocite	78 à 99
Goethite	92 à 111
Magnétite et oxyhydroxyde de fer III	107 à 158

### 3. Calculs d'homogénéisation

#### 3.1. Approches simplifiées par des méthodes de milieux aléatoires

La première approche a consisté en des calculs d'homogénéisation des approches de milieux aléatoires au cours desquels les schémas autocohérent et autocohérent généralisé ont été retenus (Bornert et al. 2001). Pour cette étude nous avons tiré les caractéristiques quantitatives de la microstructure de cartographie réalisées par micro-spectrométrie Raman, et couplées à une analyse semi-quantitative avec le logiciel CorATmos (Dehoux et al. 2011). Plusieurs phases ont été prises en considération: goethite, magnétite, lépidocrocite et une porosité de 15 % (Dehoux et al. 2011), (Mazaudier et al. 2002). Le calcul du module d'élasticité équivalent de la couche de corrosion s'effectue en trois étapes. Chaque constituant est supposé élastique isotrope, et les modules de rigidité identifiés lors des essais de micro-indentation (Tableau 1) sont employés. La première étape consiste à réaliser une homogénéisation du comportement mécanique des deux phases majoritaires en partie mélangées qui jouent le même rôle, la goethite et la magnétite, à l'aide d'un schéma autocohérent. Par la suite, des inclusions de lépidocrocite et de pores, qui sont présentes dans la microstructure sur des zones ponctuelles, ont été successivement intégrées au cours de la deuxième et de la troisième étape à l'aide d'un schéma autocohérent généralisé.

Pour la magnétite, un module d'élasticité de 140 GPa est employé, tandis que pour la goethite, on retient la valeur de 90 GPa, ce qui conduit à un module équivalent de 118 GPa pour le mélange magnétite-goethite. La lépidocrocite a un module d'élasticité de 80 GPa, tandis que les pores présentent une rigidité nulle. En utilisant les valeurs précédentes, le module d'élasticité calculé pour le milieu homogène équivalent vaut 103 GPa. Cette étude permet une première estimation du comportement mésoscopique des couches de produits de corrosion.

Toutefois, le défaut de l'approche simplifiée employée est que nous ne pouvons pas rendre compte de la microstructure réelle de nos échantillons. En effet, les inclusions sont représentées par des sphères dans les schémas, pourtant les différentes phases apparaissent dans des arrangements très variés, et de plus les inclusions poreuses se présentent plutôt comme des fissures dans les observations réalisées (Figure 2). En

outre, ces méthodes considèrent un matériau homogène et isotrope, et ne représentent donc pas l'hétérogénéité de l'échelle mésoscopique des échantillons du Palais des Papes. Pour tenter de prendre en compte la répartition hétérogène en feuillets des couches de produits de corrosion, qui induit vraisemblablement une anisotropie de comportement, une étude d'homogénéisation numérique en élasticité linéaire a été réalisée à partir d'images d'échantillons obtenues au microscope optique.

### 3.2. Calcul d'homogénéisation numérique sur microstructure réelle

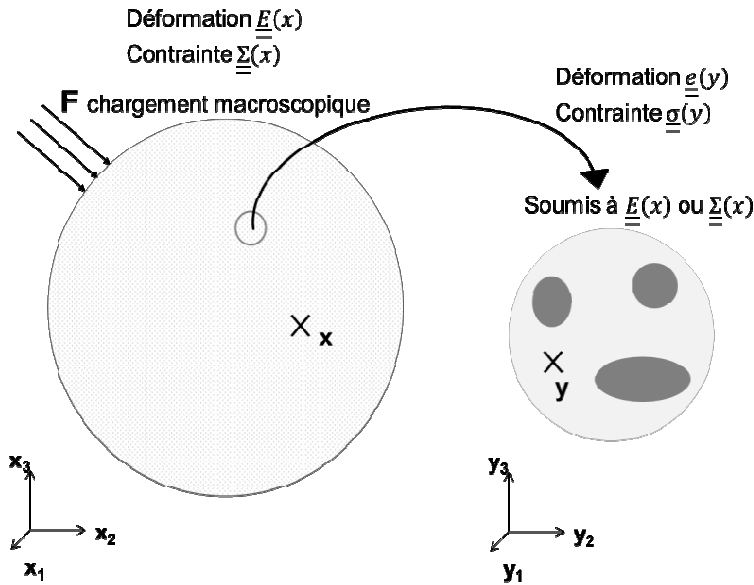
Afin de traduire l'anisotropie au niveau mésoscopique des propriétés mécaniques des produits de corrosion, nous avons réalisé des calculs d'homogénéisation numérique sur la microstructure de nos échantillons. Nous utilisons une image provenant de notre analyse au microscope optique. Cette image est traitée avec Matlab par seuils de niveau de gris, ce qui permet de dissocier chaque phase de la microstructure. Sur cette image 2D ainsi traitée, nous pouvons donc différencier les phases grises (essentiellement composées de goethite et de lépidocrocite) des phases claires (composées de magnétite, maghémite et d'oxyhydroxyde de fer III mals cristallisés) et de la porosité (représentée en noir). Les contours des différentes phases sont ensuite exportés dans Comsol Multiphysics et la surface ainsi obtenue est maillée. Par la méthode des éléments finis, nous réalisons nos calculs d'homogénéisation numérique en contraintes planes par une approche de type modules effectifs.

#### 3.2.1. Problème cellulaire

Nous avons réalisé un calcul d'homogénéisation en élasticité linéaire en approche déformations imposées. Nous supposons que les phases ont un comportement élastique linéaire, et pour les inclusions poreuses un module d'élasticité très faible (0,01 GPa) est employé. Chacune des phases est homogène, et le contact entre phases est supposé parfait. Dans l'approche déformations employée, le V.E.R du matériau est soumis à un chargement uniforme de déformation  $\underline{\underline{E}}(\underline{\underline{x}})$ . Ces chargements macroscopiques induisent des champs locaux de déformations et de contraintes au sein du VER, qui sont obtenus par la résolution du problème cellulaire ou local.

La formulation du problème local est la suivante :

$$\begin{aligned} \operatorname{div}(\underline{\underline{\sigma}}(\underline{\underline{y}})) &= \underline{\underline{0}}, \\ \underline{\underline{\sigma}}(\underline{\underline{y}}) &= \underline{\underline{\mathbf{a}}}(\underline{\underline{y}}) : \underline{\underline{e}}(\underline{\underline{y}}), \\ \underline{\underline{e}}(\underline{\underline{y}}) &= \frac{1}{2}(\underline{\underline{\nabla}}\underline{\underline{u}} + \underline{\underline{\nabla}}\underline{\underline{u}}^T), \\ \underline{\underline{u}} &= \underline{\underline{E}} \cdot \underline{\underline{y}}. \end{aligned}$$

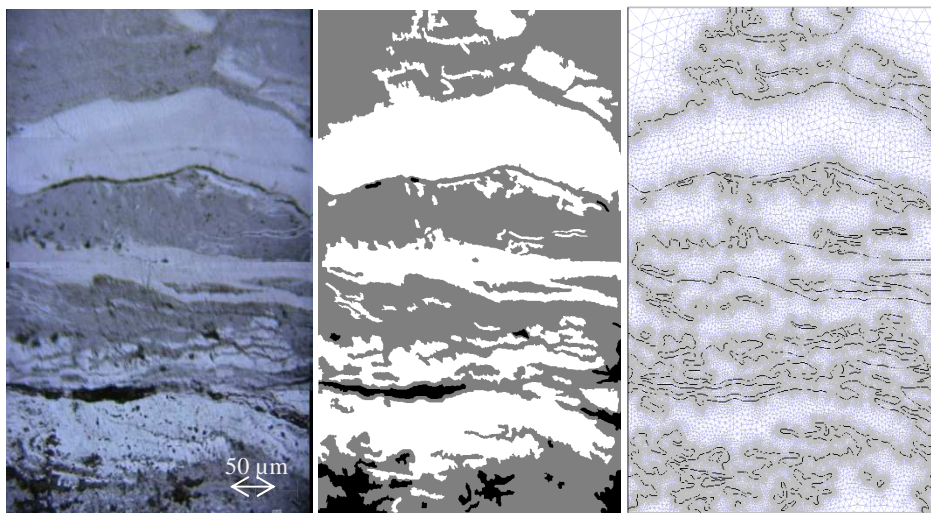


**Figure 1.** Notations pour le calcul d'homogénéisation par l'approche des modules effectifs.

Le comportement homogène équivalent est alors défini comme la relation entre la moyenne du tenseur des contraintes et le chargement mécanique en déformations  $\underline{\underline{e}}$ . En conséquence, pour des phases élastiques linéaires, le comportement homogène équivalent du milieu hétérogène est défini par la relation suivante :

$$\underline{\underline{\sigma}} = \underline{\underline{C}} \underline{\underline{e}}$$

Où  $\underline{\underline{\sigma}}$  représente le champ de contraintes solution du problème local, et  $\underline{\underline{C}}$  désigne le tenseur de rigidité identifié lors du calcul numérique.



**Figure 2.** Image utilisée pour l'étude d'homogénéisation et maillage éléments finis. Les caractéristiques du maillage représenté sont les suivantes: 932052 degrés de liberté ; 116672 nœuds ; 232683 éléments finis ; 12701 éléments frontière. Les éléments finis sont générés par une triangulation aléatoire.

**Tableau 2.** Modules longitudinaux et transversaux obtenus par mes calculs 2D.

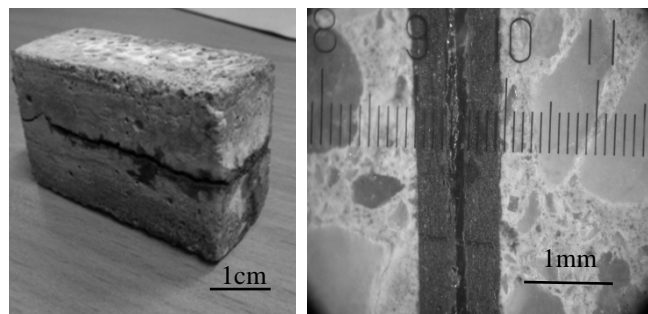
Photo microscope optique	Module longitudinal (GPa)	Module transversal (GPa)
360x525 $\mu\text{m}^2$	95	74
1330x1000 $\mu\text{m}^2$	91	80
1330x1000 $\mu\text{m}^2$	101	97

Actuellement trois calculs ont été réalisés, dont les résultats sont synthétisés dans le Tableau 2. Des calculs additionnels sont en cours afin d'identifier un VER pour nos échantillons. Les calculs déjà réalisés montrent que la structure ne semble pas présenter une anisotropie importante, malgré le fait que la morphologie de la microstructure soit assez complexe. Cependant, on remarque que le module longitudinal est plus important que le module transversal, et ce pour chaque microstructure. Cet écart est dû à une structure qui présente une orientation privilégiée (structure feuilletée).

Il est intéressant de constater que les modules d'Young obtenus par la procédure d'homogénéisation numérique sont proches du module calculé auparavant en utilisant les approches simplifiées. En ce qui concerne l'homogénéisation numérique, un certain nombre de microstructures 2D ont été traitées avec Matlab, et les calculs d'homogénéisation sont en cours afin de confirmer les ordres de grandeur obtenus.

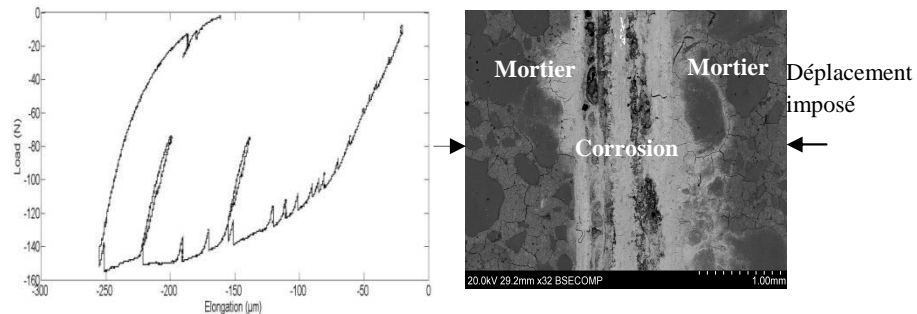
#### 4. Essai au MEB in situ

Outre les calculs additionnels sur microstructures de taille variable, afin de compléter la modélisation, des études expérimentales sont en cours de réalisation au LMT, dans le but de réaliser des essais de traction-compression au Microscope Electronique à Balayage (MEB). Ces essais micromécaniques seront conduits à différentes échelles, allant du  $\mu\text{m}$  au cm. Dans ce cadre, des essais de faisabilité sur des éprouvettes tests (figure 3) de mortier contenant une lame d'acier corrodée par courant imposé à  $100\mu\text{A}/\text{cm}^2$  ont été réalisés.



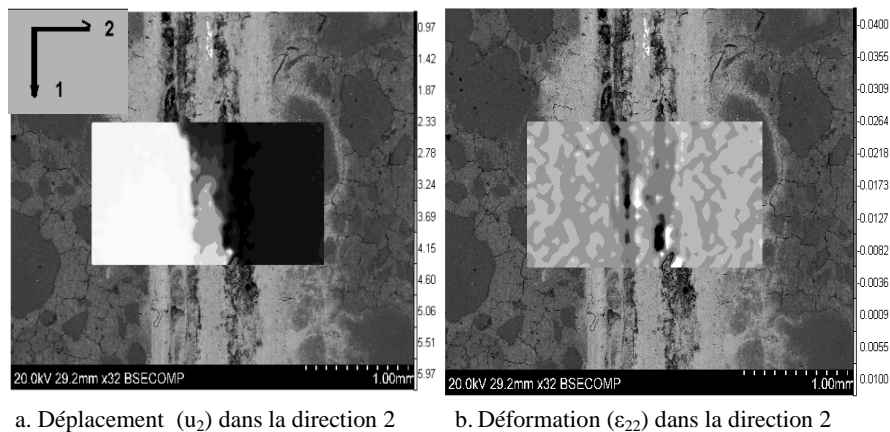
**Figure 3.** Échantillon de mortier avec lame d'acier corrodée par courant imposé utilisé pour des essais de faisabilité de compression au MEB.

De ces échantillons, nous avons taillé une lamelle  $1 \times 3 \text{ cm}^2$  et de 2 cm d'épaisseur puis, nous avons réalisé des essais de compression au MEB en prenant des captures de la zone d'intérêt au cours de l'essai mécanique. La figure 4 montre une courbe d'essai de compression avec l'effort en fonction du déplacement des mors de la machine d'essai. On remarque que le début de la courbe est linéaire et que les décharges et recharges sont quasiment parallèles. Le comportement macro est fortement linéaire en compression, et ce, pour des contraintes allant jusqu'à 4 MPa.



**Figure 4.** Courbe d'effort déplacement lors de l'essai de compression en déplacement imposé et photo au MEB de l'échantillon sur la zone d'intérêt.

Les différentes photos prises au cours de l'essai ont pu être exploitées à l'aide du logiciel de corrélation d'image CORRELI<sup>Q4</sup>[BES 06]. Sur la figure 5, nous avons représenté les cartes de déplacement ( $u_2$ ) et déformation ( $\epsilon_{22}$ ) dans la direction 2 (direction de la compression, pilotée en déplacement). Nous remarquons qu'il n'y a pas de discontinuités entre la corrosion et le mortier, mais que toutes les déformations se concentrent au niveau de la porosité.



a. Déplacement ( $u_2$ ) dans la direction 2      b. Déformation ( $\epsilon_{22}$ ) dans la direction 2

**Figure 5.** Déplacement (a) et déformation (b) dans la direction de la compression 2 entre le début de la compression et un déplacement de  $85 \mu\text{m}$ . Échelles en pixels.

Grâce à cette exploitation, nous pouvons remonter à un module d'élasticité de la couche de corrosion prise dans le mortier de 1 GPa. Il est important de noter que la corrosion développée par courant imposé n'est pas de la même nature que les échantillons étudiés dans la première partie (corrosion naturelle cristallisée sur plus de 600 ans). Notamment, nous notons une porosité beaucoup plus importante dans le cas de cette corrosion accélérée. Cependant, nous constatons que le module calculé par homogénéisation linéaire et en considérant les contacts parfaits et des phases homogènes et isotropes est presque 100 fois plus important que celui retrouvé par



ces essais de faisabilité. La prochaine étape est de réaliser le même type d'essais sur les échantillons de corrosion naturelle de l'étude multi-échelle.

## 5. Conclusion

La modélisation proposée s'appuie sur des essais de micro-indentation et de micro-spectrométrie Raman qui ont permis d'identifier les paramètres pertinents pour la microstructure et les propriétés mécaniques locales sur des échantillons de corrosion naturelle, extraits sur site et âgés de plus de 660 ans.

Les différents calculs d'homogénéisation conduisent à des valeurs importantes pour les modules d'élasticité longitudinaux (compris entre 91 et 101 GPa) et transversaux à l'échelle de l'échantillon (compris entre 74 et 97 GPa), avec une faible anisotropie. Ces valeurs sont bien plus élevées que la valeur utilisée actuellement dans les modèles numériques de béton armé (0.1 GPa). Les essais de faisabilité de traction-compression au MEB tendent à montrer un module plus faible que celui calculé par homogénéisation. Cette approche devrait nous permettre d'exploiter les champs locaux obtenus par l'homogénéisation numérique, par confrontation entre calculs et résultats d'essais, dans le but d'enrichir le modèle 2D actuel par des non-linéarités. L'exploitation des mesures locales de champs de déplacements, à l'aide du logiciel CORRELI<sup>Q4</sup>, devrait notamment nous conduire à identifier une loi d'interface, qui mette en évidence les décohésions et glissements éventuels entre feuillettes.

## Remerciements

Cette étude s'effectue dans le cadre d'une thèse financée par l'ANDRA, nous remercions en particulier M. X. Bourbon.

## 6. Bibliographie

- Besnard G., Hild F., Roux S., « "Finite-element" displacement fields analysis from digital images : Application to Portevin-Le Châtelier bands. », *Experimental Mechanics*. vol 46, n° 6, 2006, p. 789-804.
- Bornert M., Bretheau T., Gilormini P. *Homogénéisation en mécanique des matériaux. Tome 1*, Paris, Hermès Sciences Publication, 2001.
- Dehoux A., Bouchelaghem F., Berthaud Y., Neff D., L'Hostis V., « Micro-mechanical study of corrosion products' layers. Part I: experimental characterization », article soumis à *Corrosion Science*. 2011.
- Mazaudier F., Spalla O., Gallé C., Pin M., Dillmann Ph., Hoerlé S., Étude de la porosité de différentes rouilles bibliographie et essais exploratoires de caractérisation, Rapport n° 6951, 2002, CEA/Saclay.

XXIXe Rencontres Universitaires de Génie Civil. Tlemcen, 29 au 31 Mai 2011.

Oliver W.W.C., Pharr G.M., « An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load displacement sensing indentation experiments », *Materials Research Society*. n° 7, 1992, p. 1564-1583.