



Couplage oxydation / mécanique

Cécilie Duhamel, Jérôme Crépin, Fabrice Gaslain

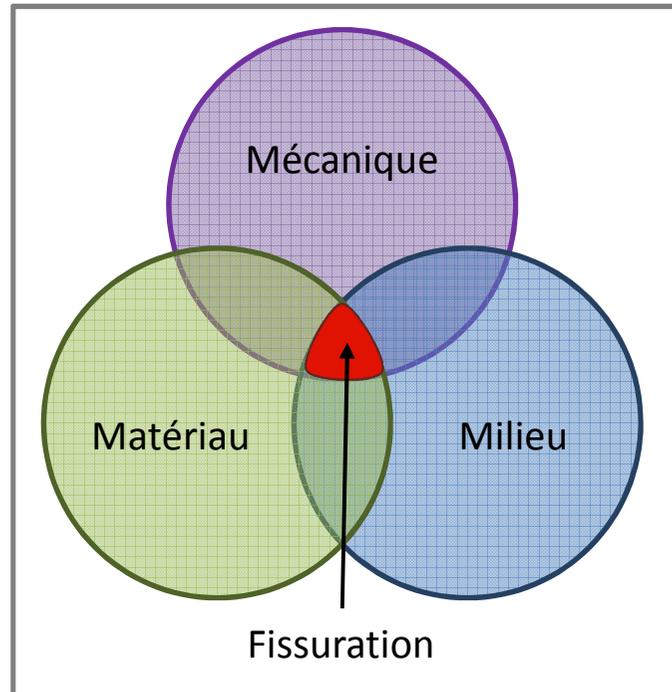
Centre des Matériaux, MINES ParisTech



1. Fissuration par corrosion sous contrainte

2. Couplage diffusion-plasticité

Fissuration intergranulaire assistée par l'oxydation

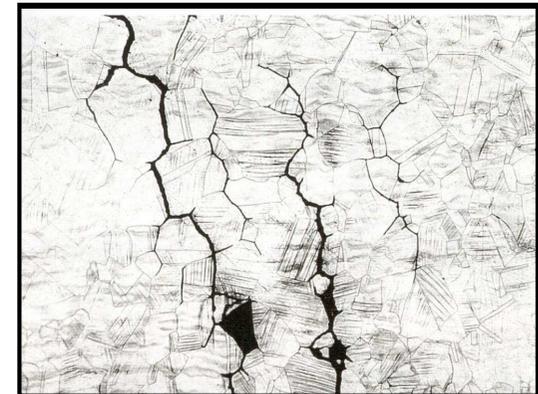


Matériaux d'intérêt:

- Alliages base nickel
 - Alliage 600: Ni-15Cr-10Fe
 - Alliage 182/82 (soudure)
- Aciers inoxydables austénitiques (304L/316L)

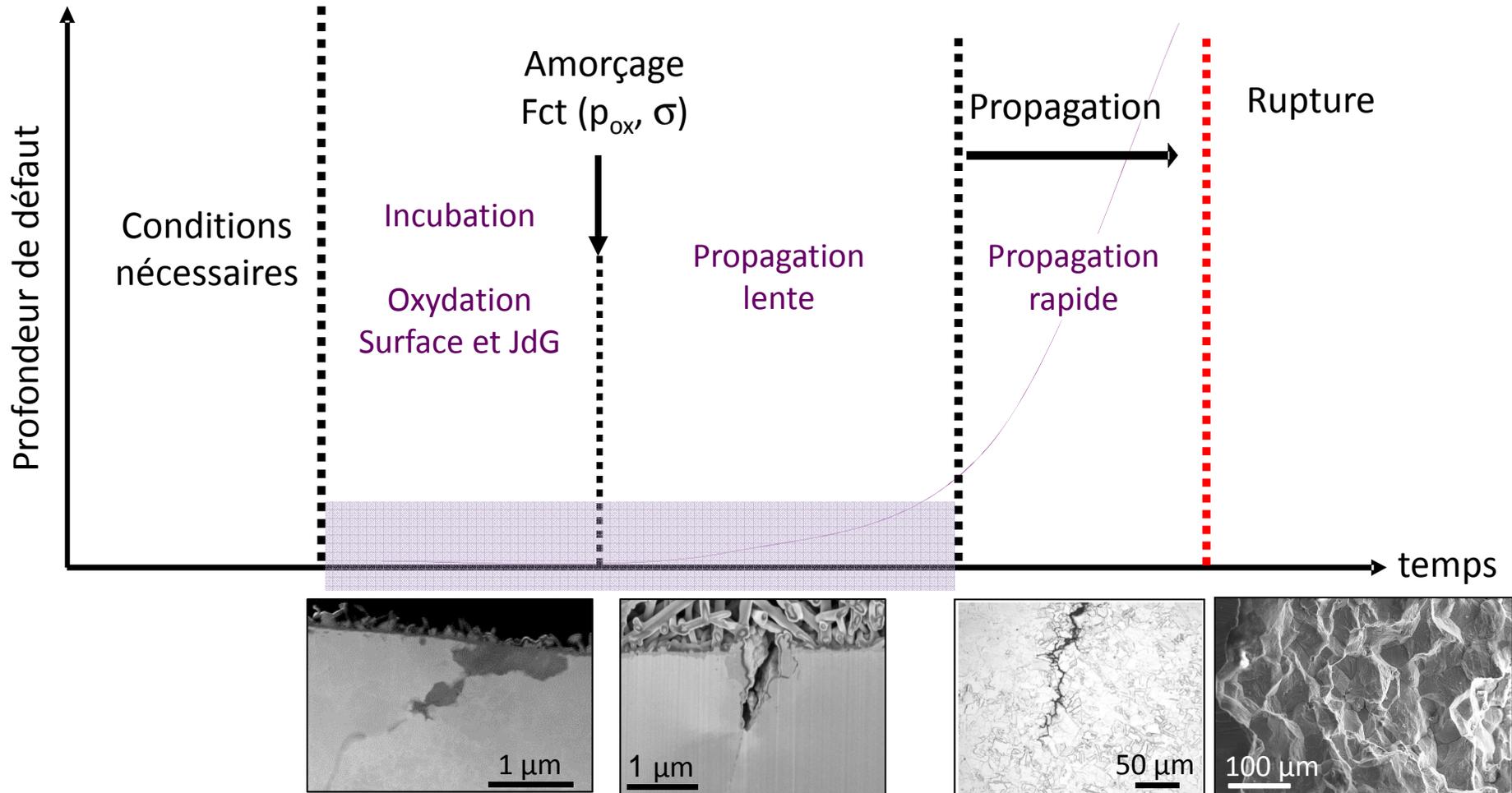
Milieu d'étude:

- Eau hydrogénée désaérée
- Ajout de B et Li
- 290-350°C
- 155 bar

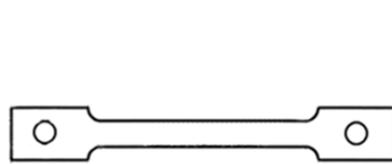


Problématique

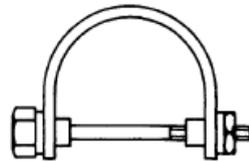
Etapes de la fissuration



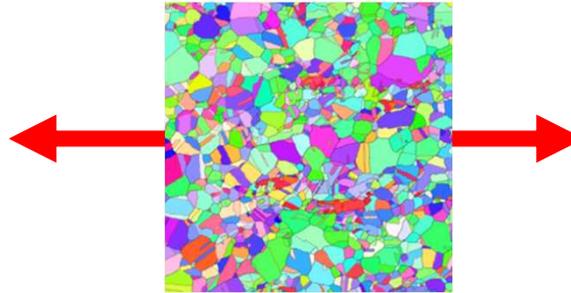
ECHELLE MACROSCOPIQUE



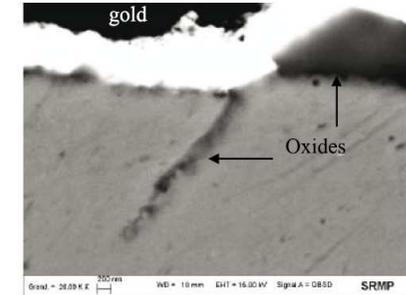
Traction lente
 $\dot{\epsilon} < 10^{-7} \text{ s}^{-1}$



U-bend



ECHELLE LOCALE

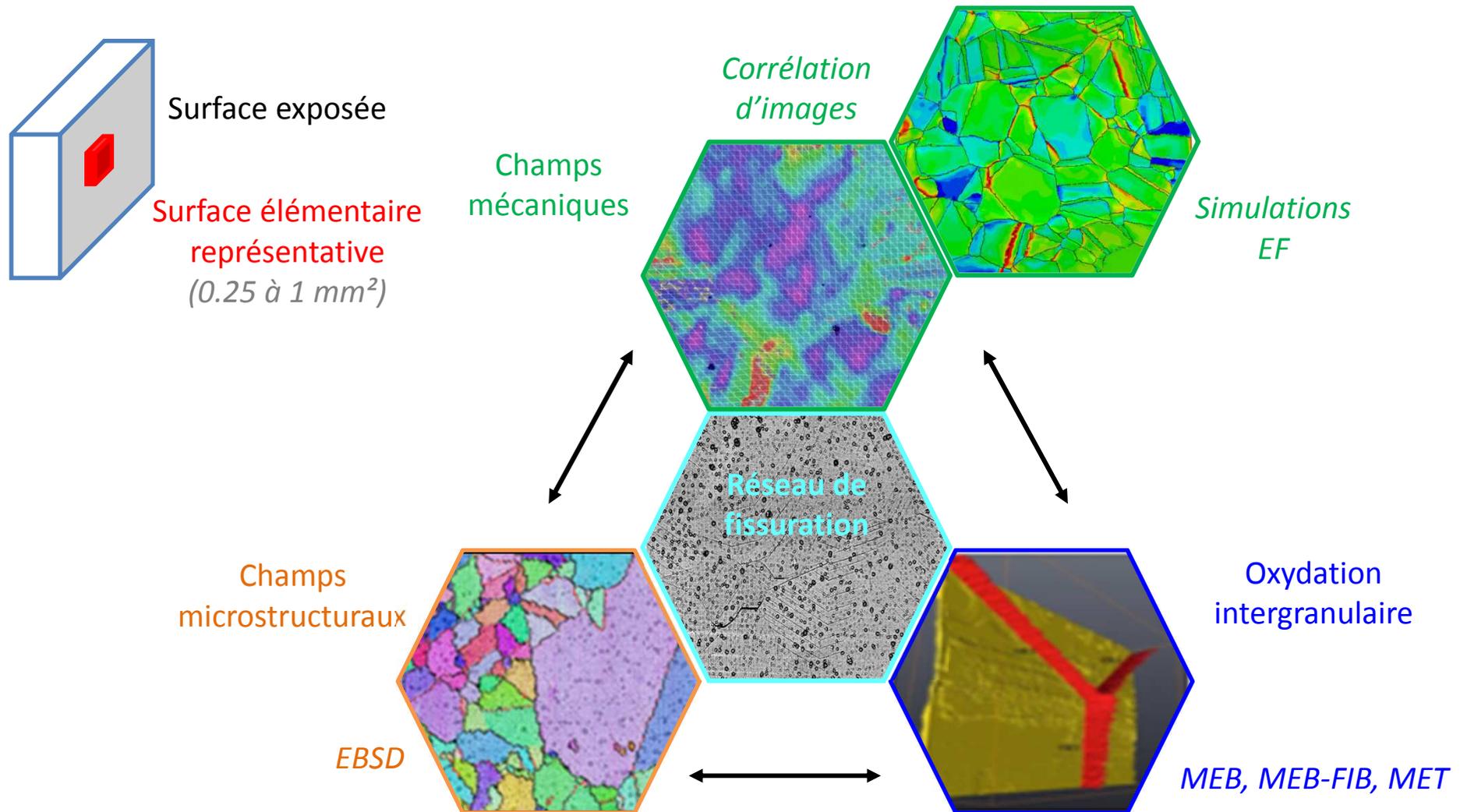


Connaître, sur une **surface élémentaire représentative des comportements moyens** du matériau, les **propriétés locales des joints de grains**.

⇒ **Quels sont les joints de grains qui fissurent et pourquoi?**

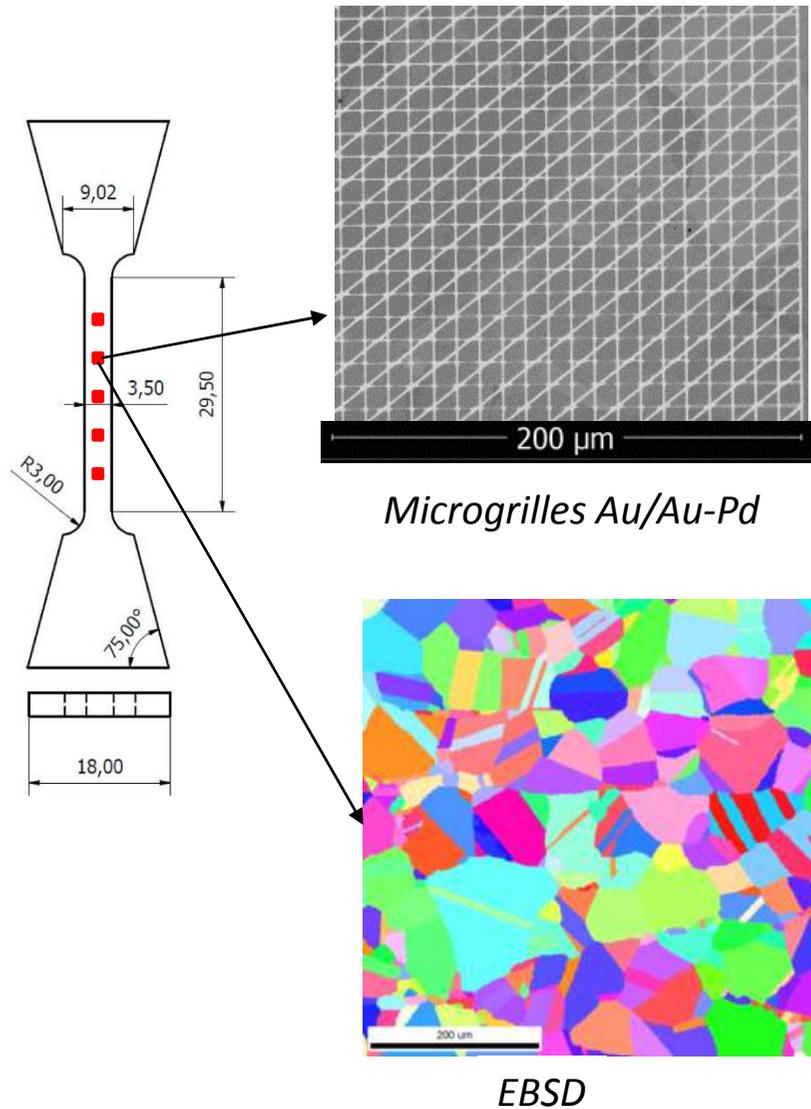
1. Etat mécanique au voisinage des joints de grains
localisation / incompatibilité de déformation, état de contrainte local
2. Cinétique d'oxydation intergranulaire
Effet de paramètres matériau, milieu, mécanique

Démarche



Etat mécanique local

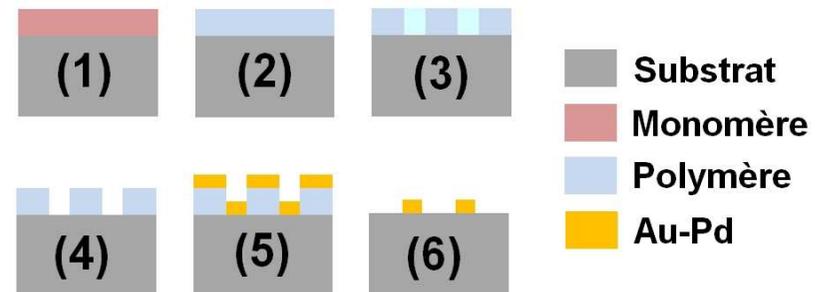
Méthodologie expérimentale



- 480 x 480 μm²
- Pas de grille: 9.5 μm
- 3^{ème} réseau incliné à 38° - d = 12 μm
- Vic 2D

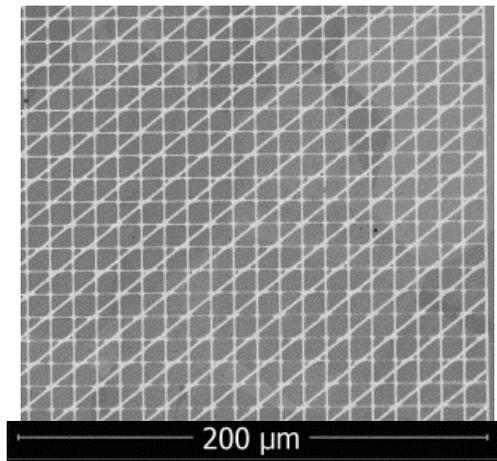
Dépôt des grilles par lithographie électronique

- (1) Dépôt de résine par centrifugation
- (2) Polymérisation en étuve
- (3) Irradiation de la résine
- (4) Dissolution des chaînes dégradées
- (5) Dépôt d'or-palladium
- (6) Dissolution du polymère



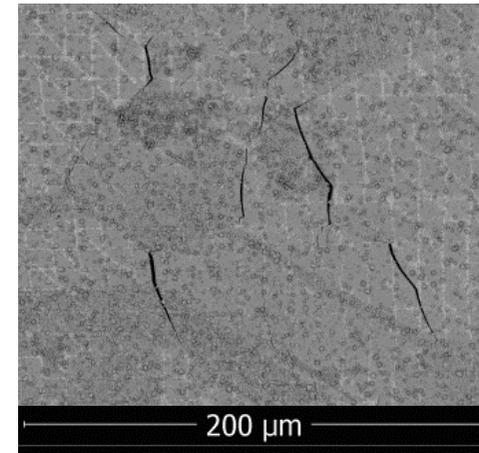
Etat mécanique local

Méthodologie expérimentale

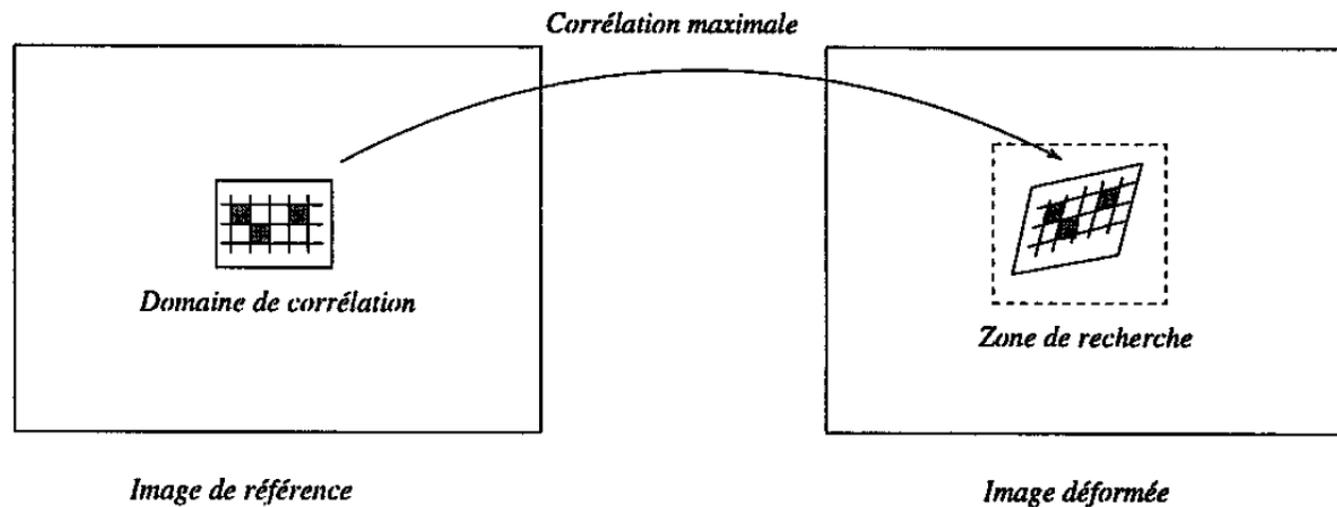


Microgrilles Au/Au-Pd
Image MEB
Avant déformation

Essai de CSC
Eau HT HP

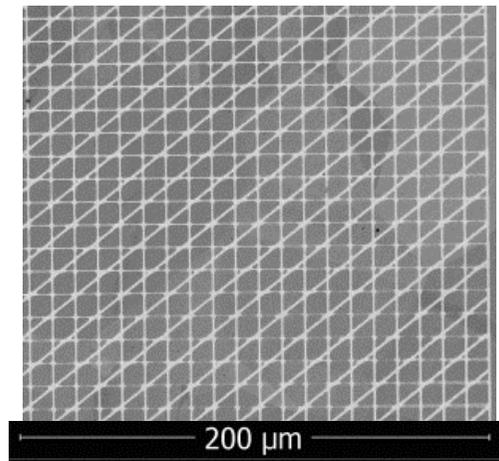


Microgrilles Au/Au-Pd
Image MEB
Après déformation



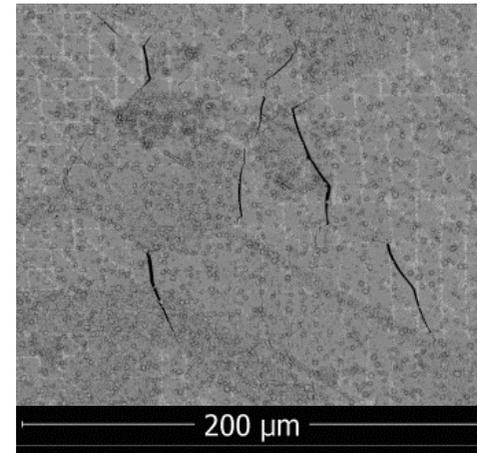
Etat mécanique local

Méthodologie expérimentale



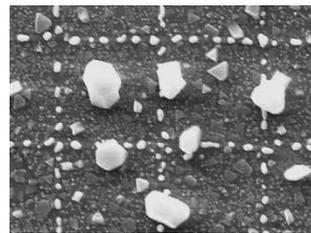
Microgrilles Au/Au-Pd
Image MEB

Essai de CSC
Eau HT / HP



Microgrilles Au/Au-Pd
Image MEB

Préoxydation
Eau HT/HP



Essai de CSC
Eau HT / HP

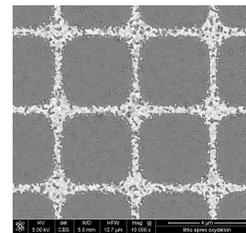


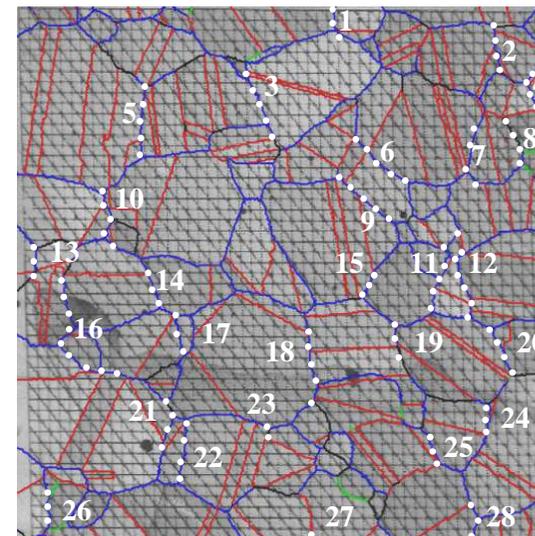
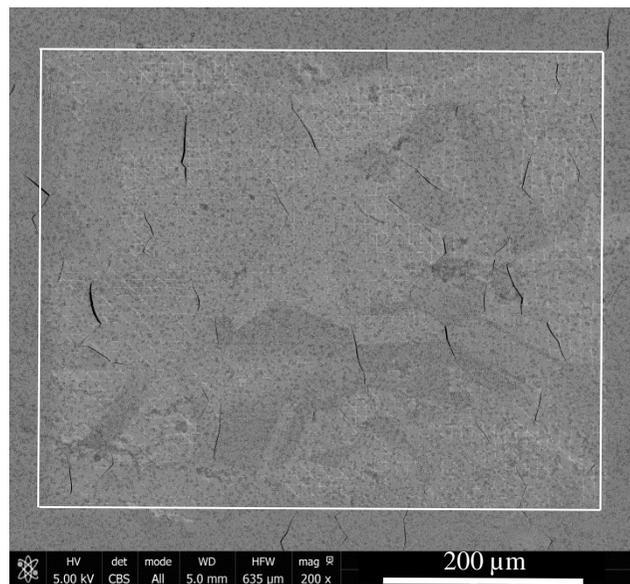
Image de référence

Couplage microstructure - fissuration

Analyse du réseau de fissuration et couplage avec la microstructure:

Les joints de grains qui fissurent sont:

- perpendiculaires à l'axe de traction;
- des joints de grains généraux;
- adjacents à au moins un grain avec un faible facteur de Schmid

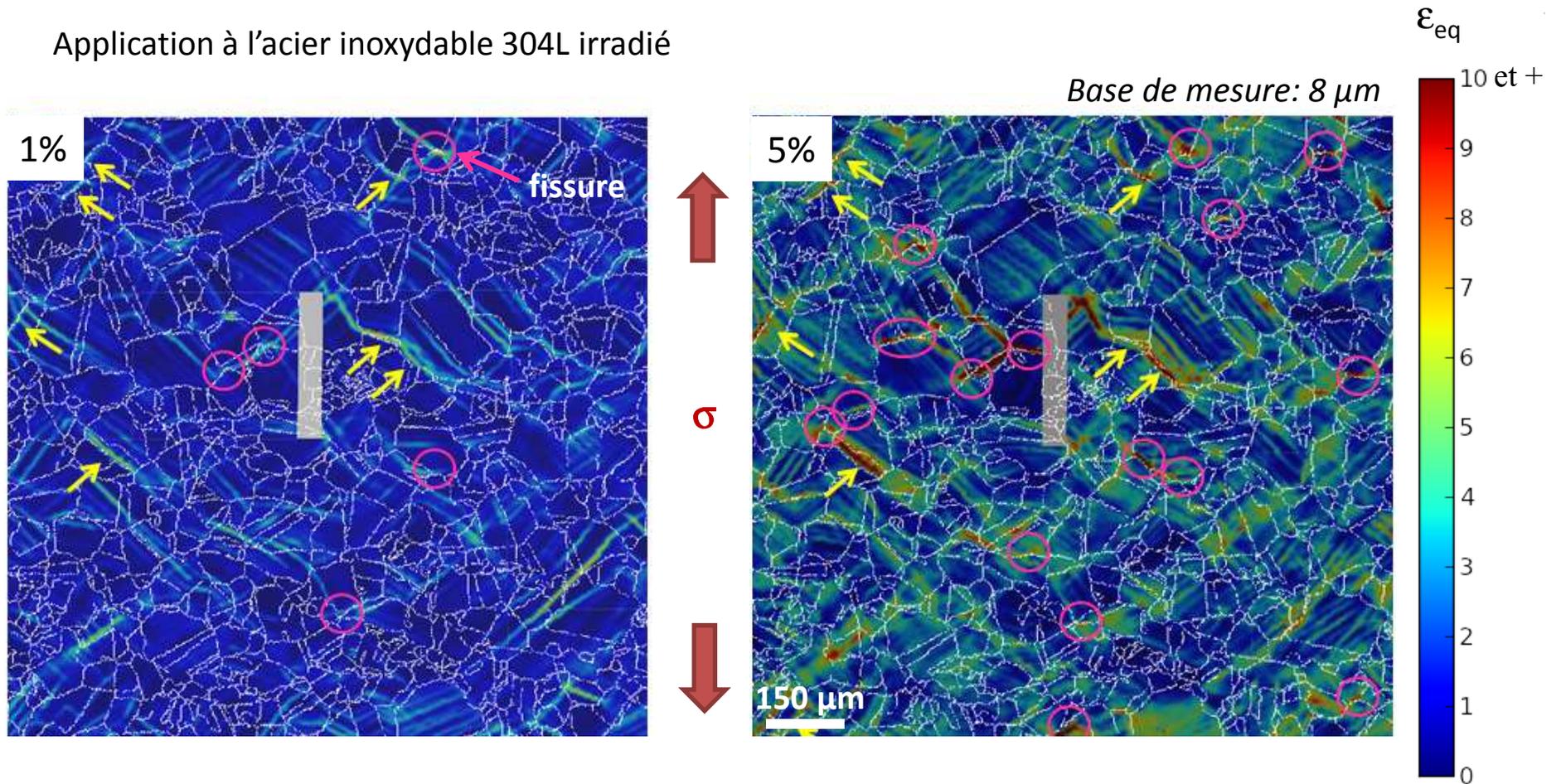


- LAGB
- HAGB
- $\Sigma 3$
- $\Sigma 5 - \Sigma 29$

Apport des champs de déformation

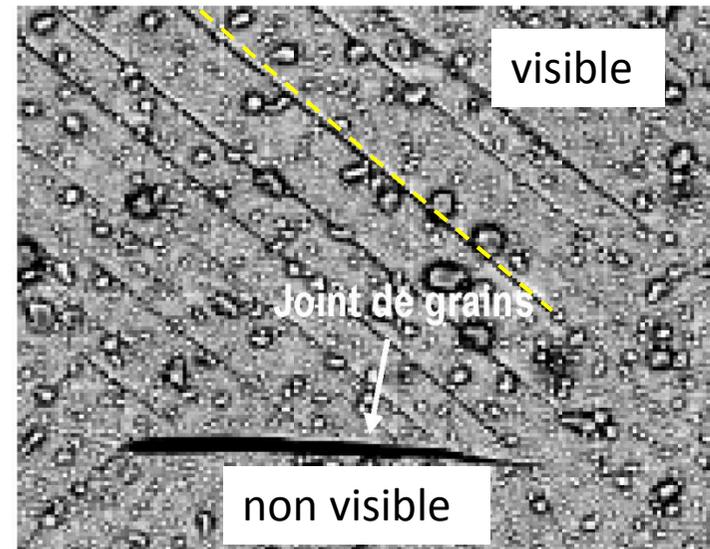
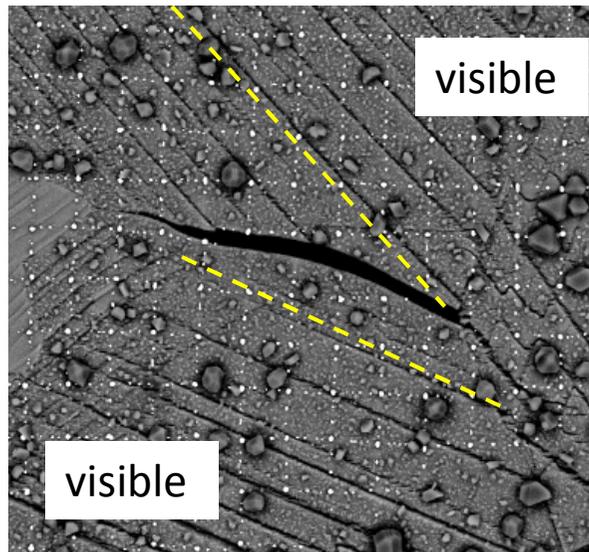
Rôle de la localisation et des incompatibilités de déformation

Application à l'acier inoxydable 304L irradié



- Les joints qui fissurent ne sont pas nécessairement ceux pour lesquels le taux de déformation local est le plus élevé.
- Localisation de la déformation à l'intérieur d'au moins un des grains adjacents

Discontinuité des bandes de déformation pour presque **100% des joints de grains fissurés**



Rôle prépondérant des **incompatibilités de déformation** de part et d'autre du joint de grains

Conditions nécessaires pour la fissuration

- Ouverture des fissures en **mode I**
- **Localisation** de la déformation
- **Incompatibilité** de la déformation
- Joints de grains **généraux**

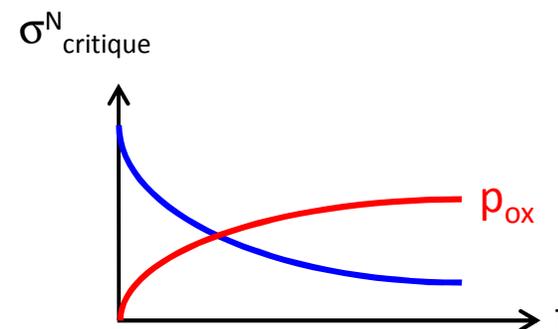
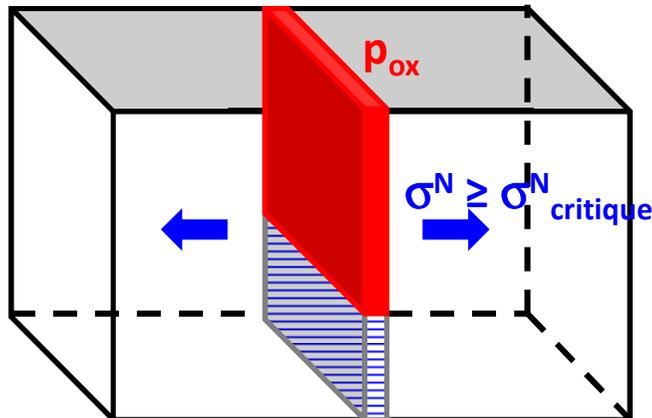
⇒ Contrainte locale d'ouverture critique $\sigma^N_{\text{critique}}$
Amorçage quand $\sigma^N \geq \sigma^N_{\text{critique}}$

⇒ Zones de concentration de contrainte
 $\sigma^N_{\text{critique}}$ atteint plus rapidement dans ces zones

⇒ Energie de cohésion du joint de grains Γ_{JdG}

$$\sigma^N_{\text{critique}} = f(\Gamma_{\text{JdG}})$$

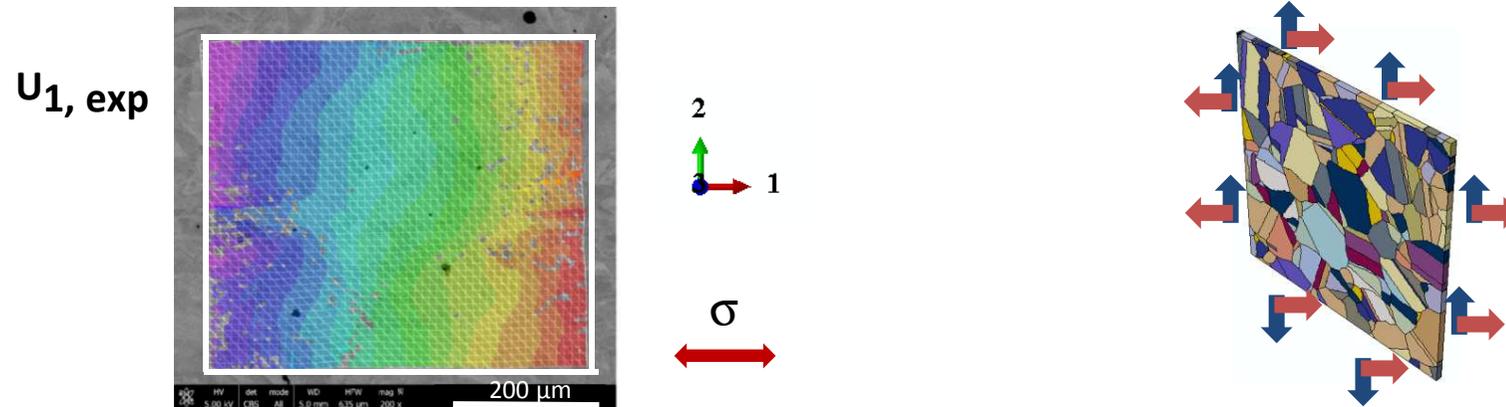
$$\Gamma_{\text{JdG}} = f(\text{nature du JdG, ségrégation, oxydation})$$



- **Microstructure réelle:** agrégat polycristallin obtenu à partir des cartographies EBSD



- **Conditions aux limites:** déplacements U issus de la corrélation d'images

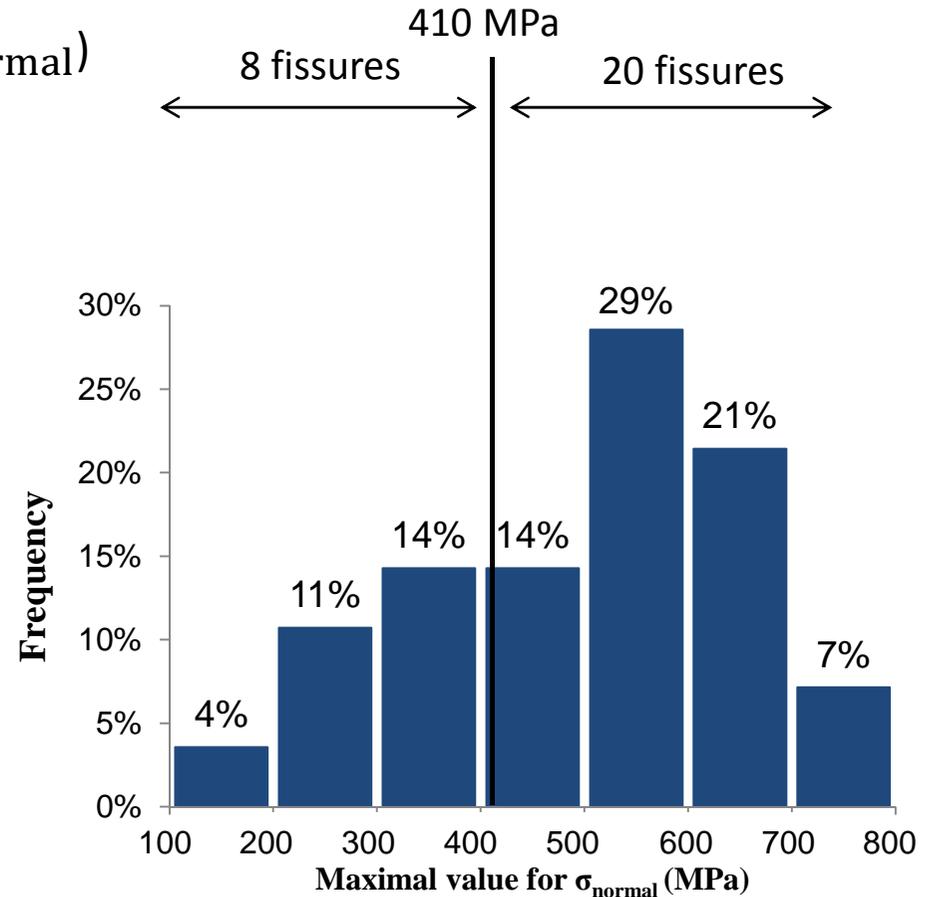
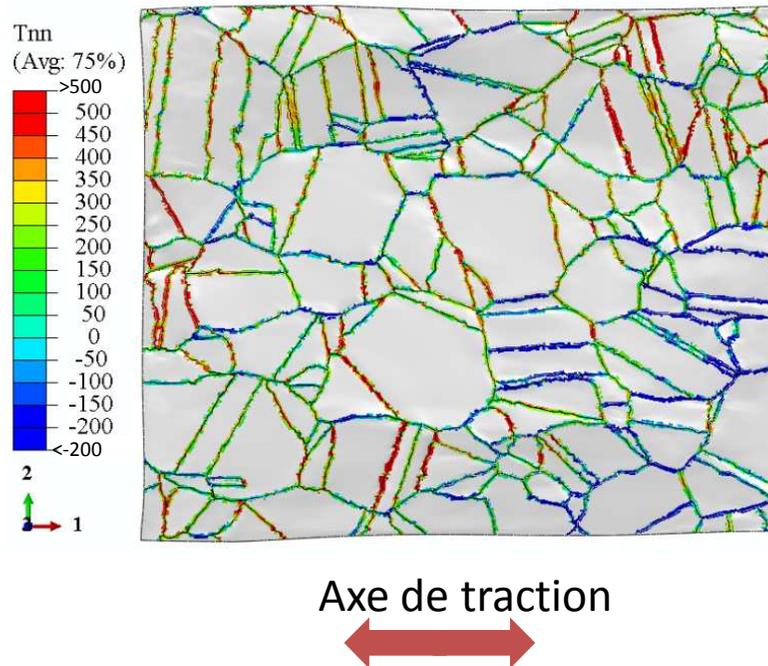


- **Plasticité cristalline:** loi de comportement élasto-viscoplastique avec écrouissage isotrope sur les systèmes de glissement

Contraintes normales aux joints de grains

Application à l'acier inoxydable 316L

- Champs des contraintes normales (σ_{normal})

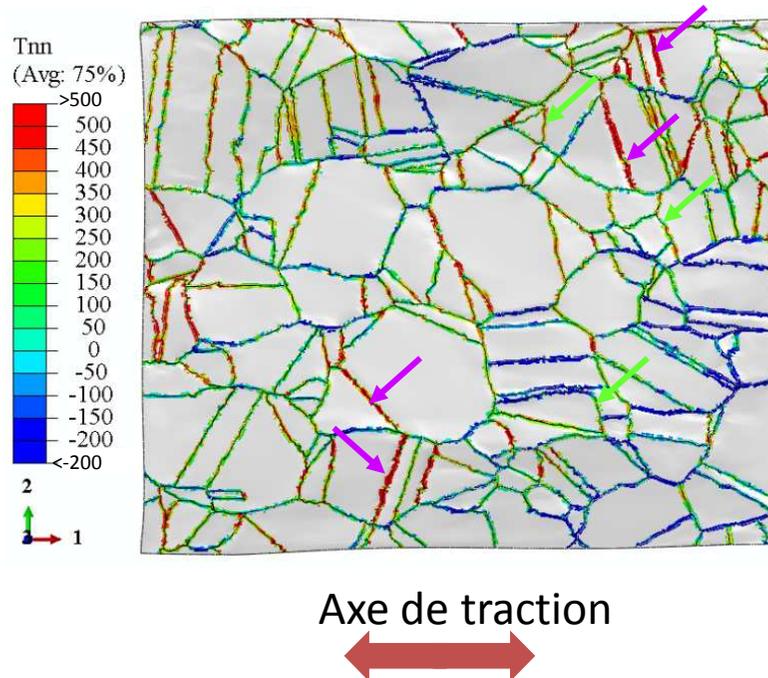


- σ_{normal} maximal le long des JdG fissurés: en moyenne 504 MPa
- $\sigma_{\text{normal}} > 0$ pour tous les JdG fissurés
- $\sigma_{\text{normal}} > 410$ MPa pour la majorité des JdG fissurés

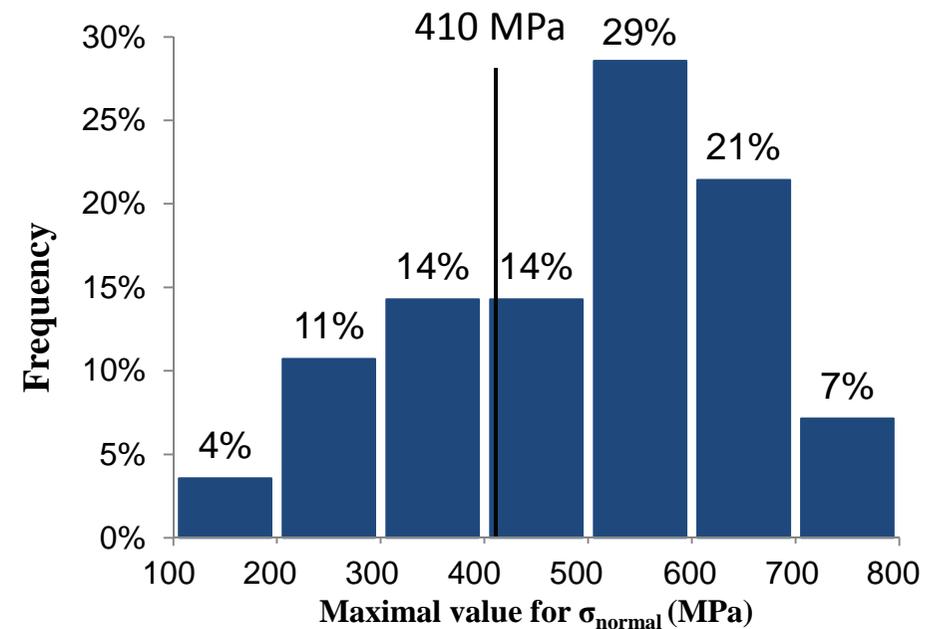
Contraintes normales aux joints de grains

Application à l'acier inoxydable 316L

Champs des contraintes normales (σ_{normal})



Distribution de σ_{normal} pour les JdG fissurés



- $\sigma_{\text{normal}} > 650$ MPa pour les joints $\Sigma 3$ perpendiculaires à l'axe de traction → pas de fissure
- HAGB (\perp axe de traction) avec $\sigma_{\text{normal}} > 410$ MPa → pas de fissure



Objectifs:

- Détermination expérimentale et quantitative de la cinétique d'oxydation intergranulaire définie comme une vitesse de progression de l'oxyde le long du joint de grains.
 - Etudier l'effet de divers paramètres influents au premier ordre sur l'amorçage de la CSC
 - ❑ métallurgiques
 - ❑ environnementaux
 - ❑ mécaniques
- ➔ Développement d'un modèle d'oxydation intergranulaire

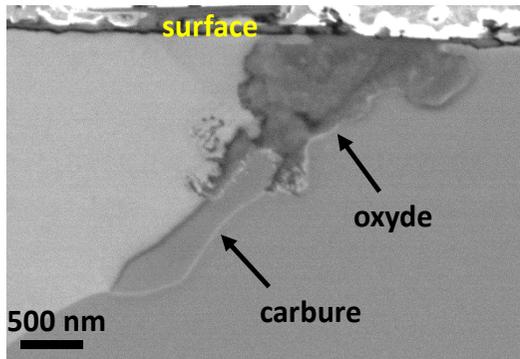
Difficultés:

- Profondeurs d'oxydation faibles ($< 1.5 \mu\text{m}$) pour des durées d'oxydation longues
 - Phénomène localisé
- ➔ Mesures locales mais statistiquement représentatives

Cinétique d'oxydation intergranulaire

Effet de la nature des joints de grains

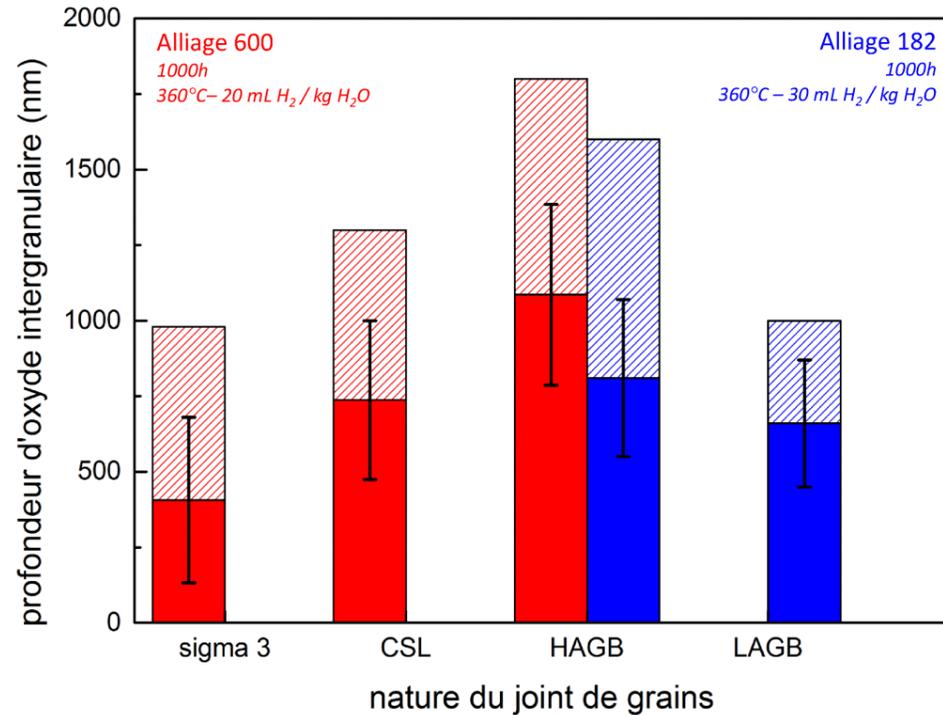
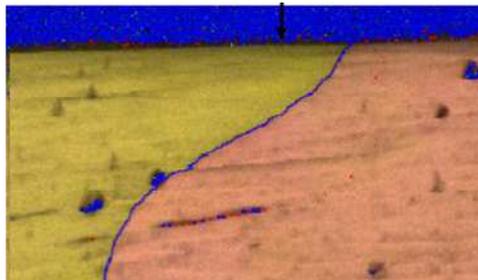
MEB



Statistique sur une population de joints de grains

Profondeur > 200 nm

Couplage avec EBSD



- Joints généraux > CSL hors $\Sigma 3$ > $\Sigma 3$
- Joints généraux > joints faiblement désorientés

Cinétique d'oxydation décroissante

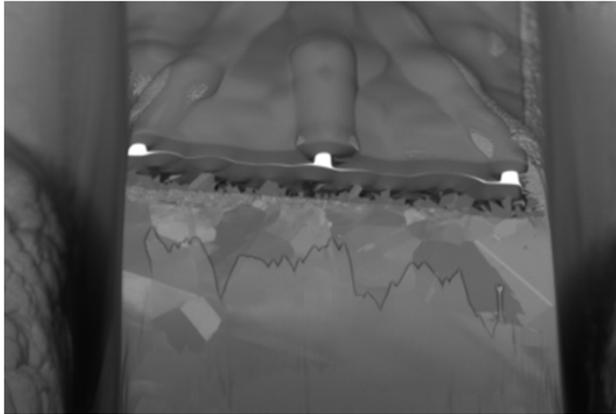
Sensibilité à l'amorçage de la CSC diminue

Cinétique d'oxydation intergranulaire

Homogénéité de la profondeur d'oxydation le long d'un joint de grains

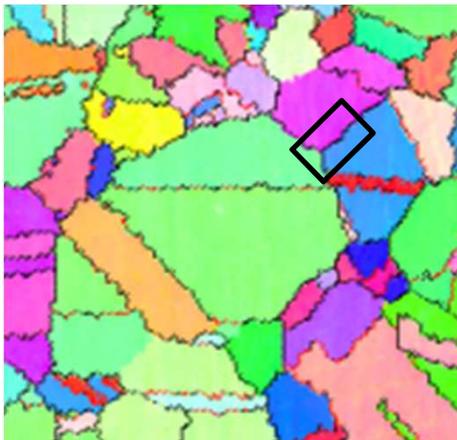
Stage de Hong-Thai Le (2015)

Tomographie par coupes sériées au FIB



Profondeur > 200 nm

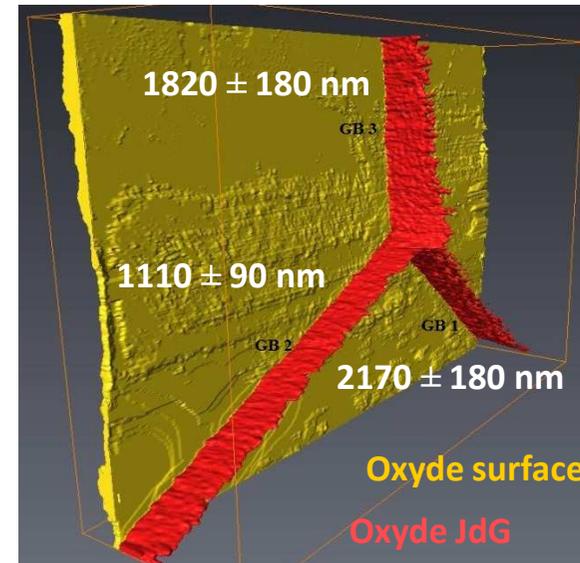
Choix possible de la zone d'analyse



Equipex MATMECA
coll. Fabrice Gaslain

Alliage 600

Milieu primaire - 1400h à 340°C



- Homogénéité le long d'un même JdG
- Variabilité d'un JdG à l'autre

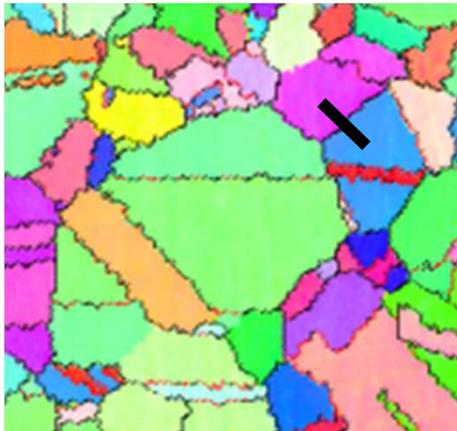
Gaslain et al., IOP Conf Series (2016)

Duhamel et al. Oxid. Met. (2017)

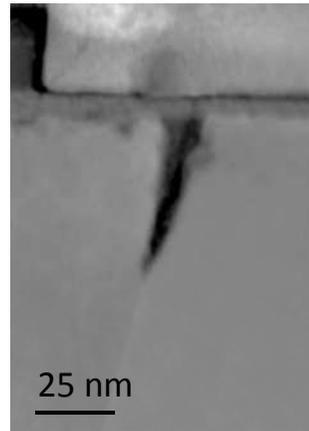
Cinétique d'oxydation intergranulaire

Etude de la nature et de la composition de l'oxyde intergranulaire formé

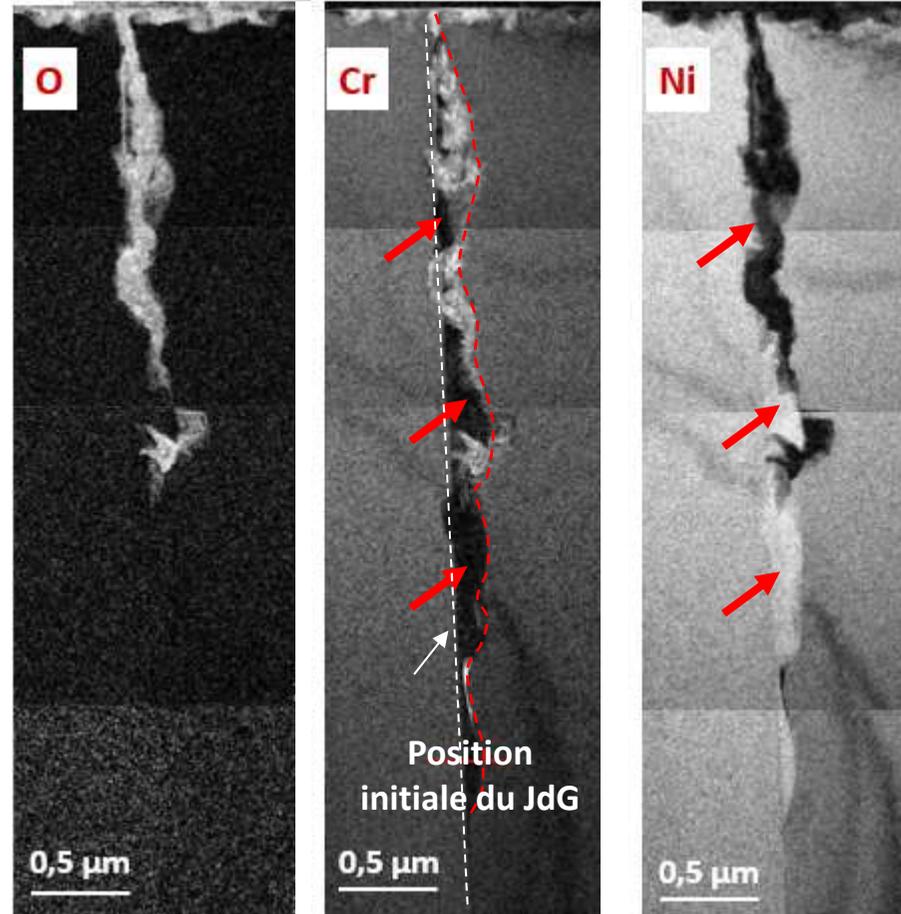
EBSD



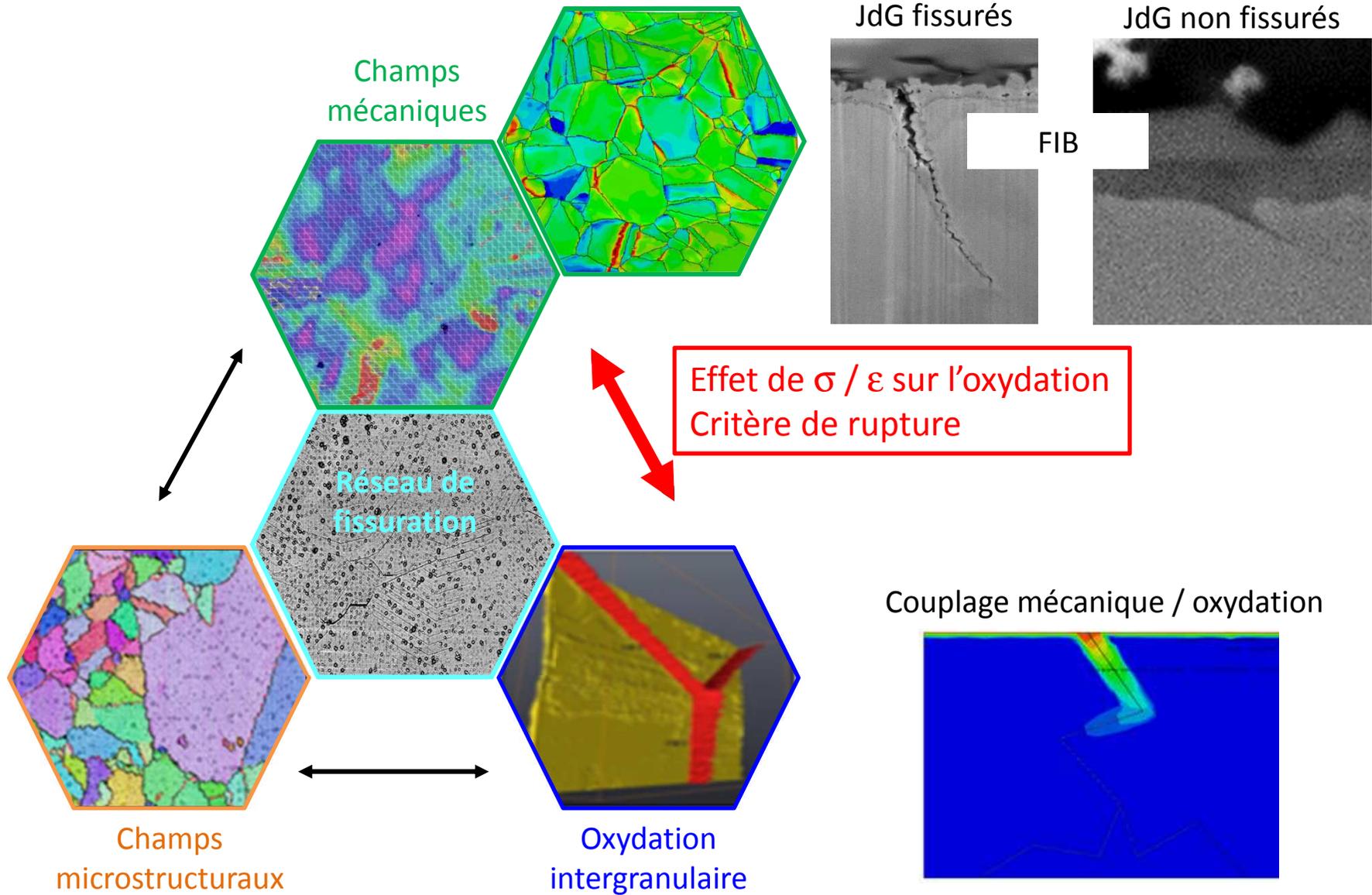
MET



Cartographies en énergie filtrée
A600, milieu primaire (340 °C – 1000h)

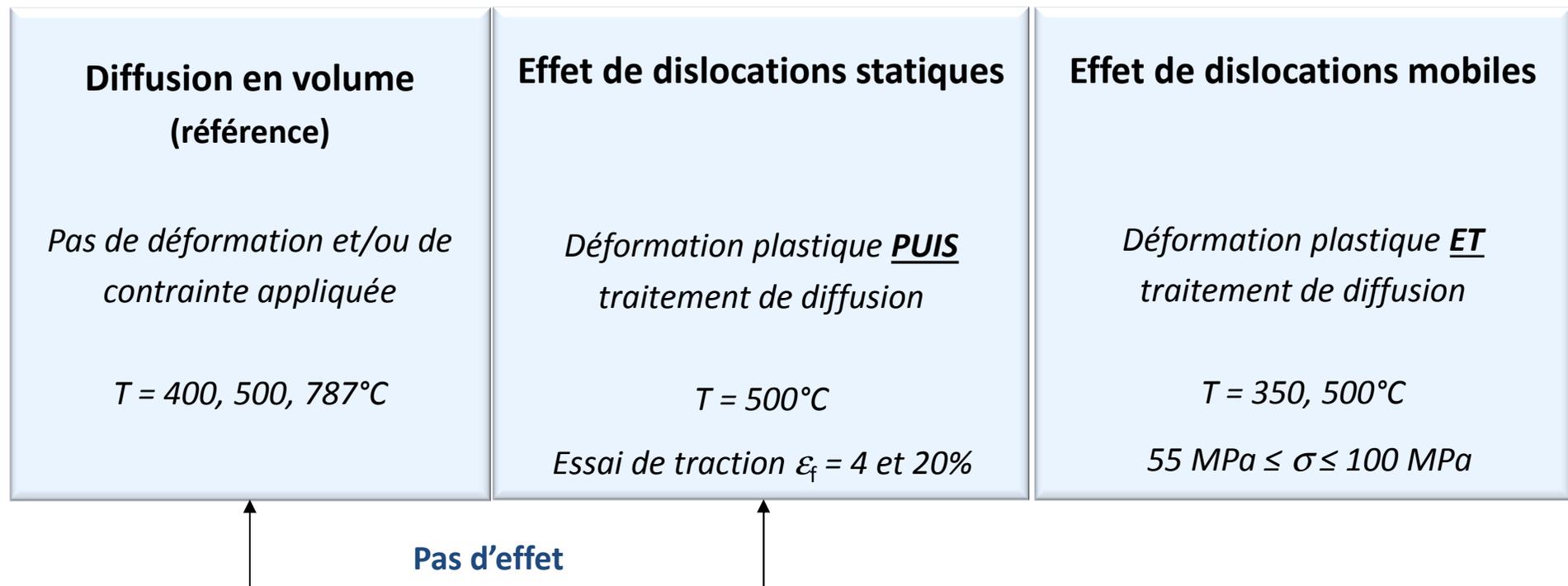


- Profondeurs d'oxydation courtes
- Choix possible de la zone d'analyse
- Peu de statistique
- Composition de l'oxyde intergranulaire
 - Oxyde de type spinelle $Ni_xCr_yO_4$
 - Appauvrissement en Cr / enrichissement en Ni dans l'alliage à l'interface avec l'oxyde



Diffusion accélérée par la plasticité

- Système étudié = Ni pur monocristallin revêtu de Cr
- Profils de concentration suivis par SIMS ➔ Collaboration: F. Jomard – GEMaC (UVSQ)



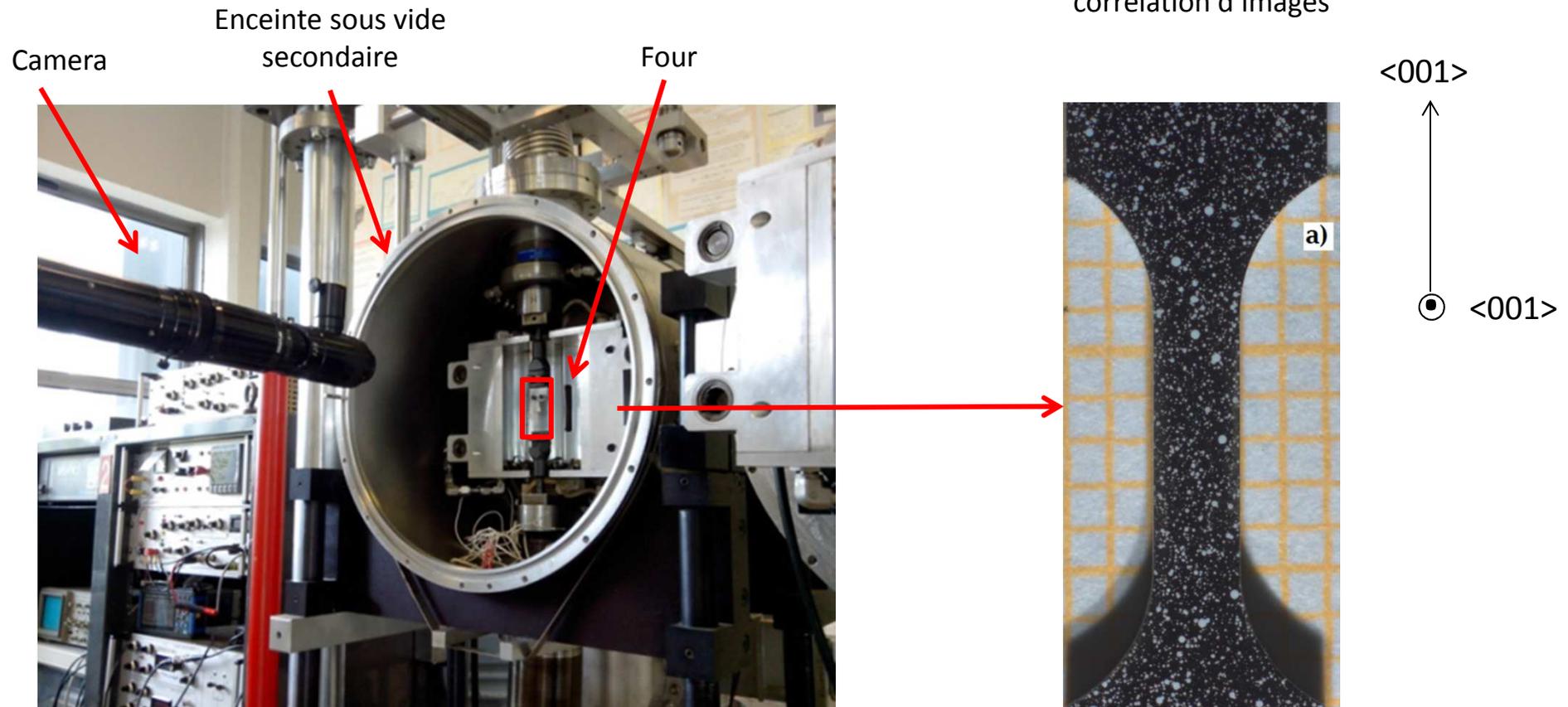
Thèse Bogdan Chetroiu (2015)
Thèse Josiane Nguejio (2016)



Couplage diffusion-plasticité

Dispositif expérimental

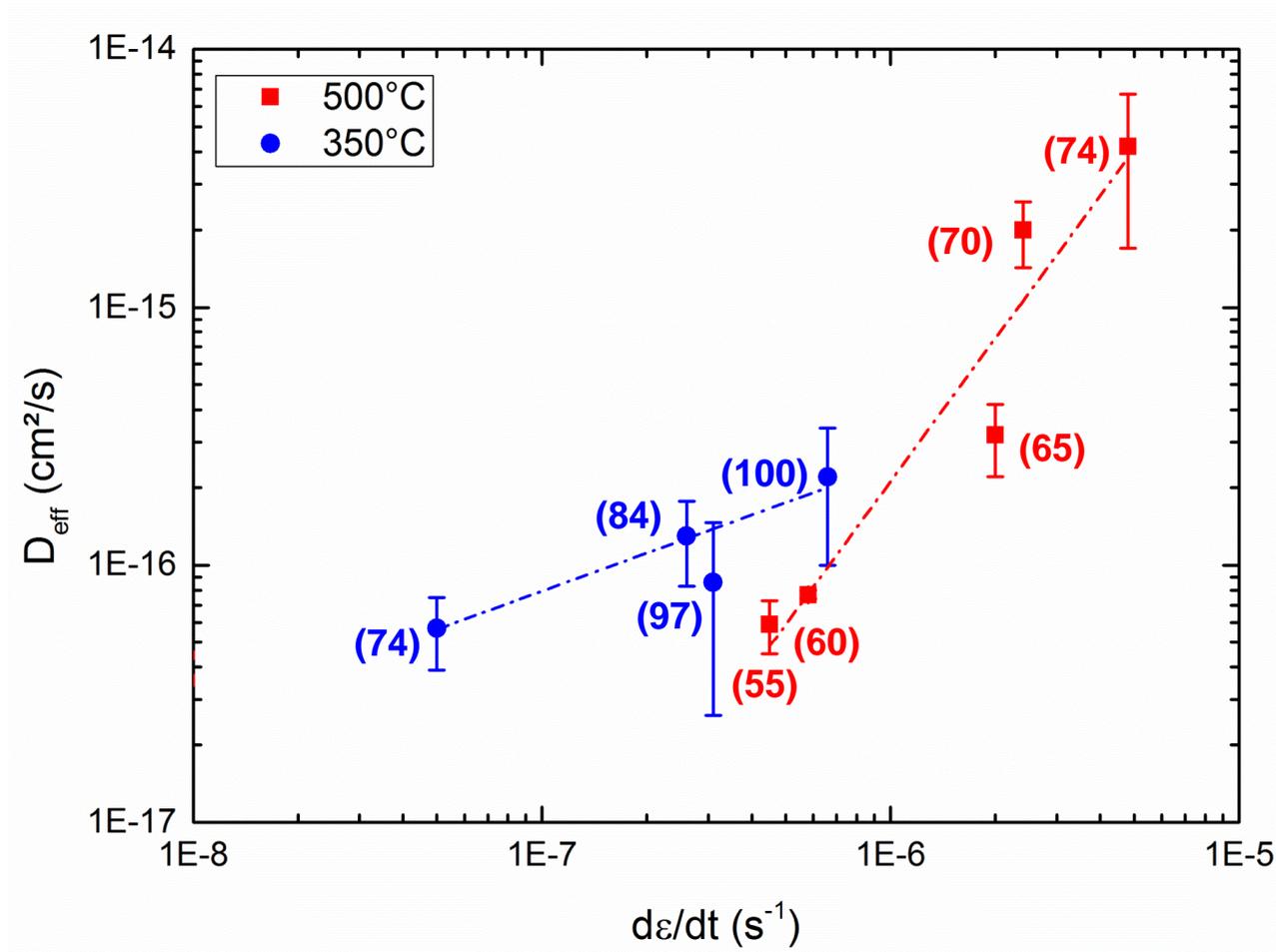
Déformation suivie par
corrélation d'images



- 2 températures d'essai: 350°C et 500°C
- Pour chaque température: plusieurs niveaux de contrainte avec $\sigma > R_e$
- Régime de fluage-dislocation
- Essais arrêtés pour des taux de déformation finaux similaires (qq %)

Diffusion accélérée par la plasticité

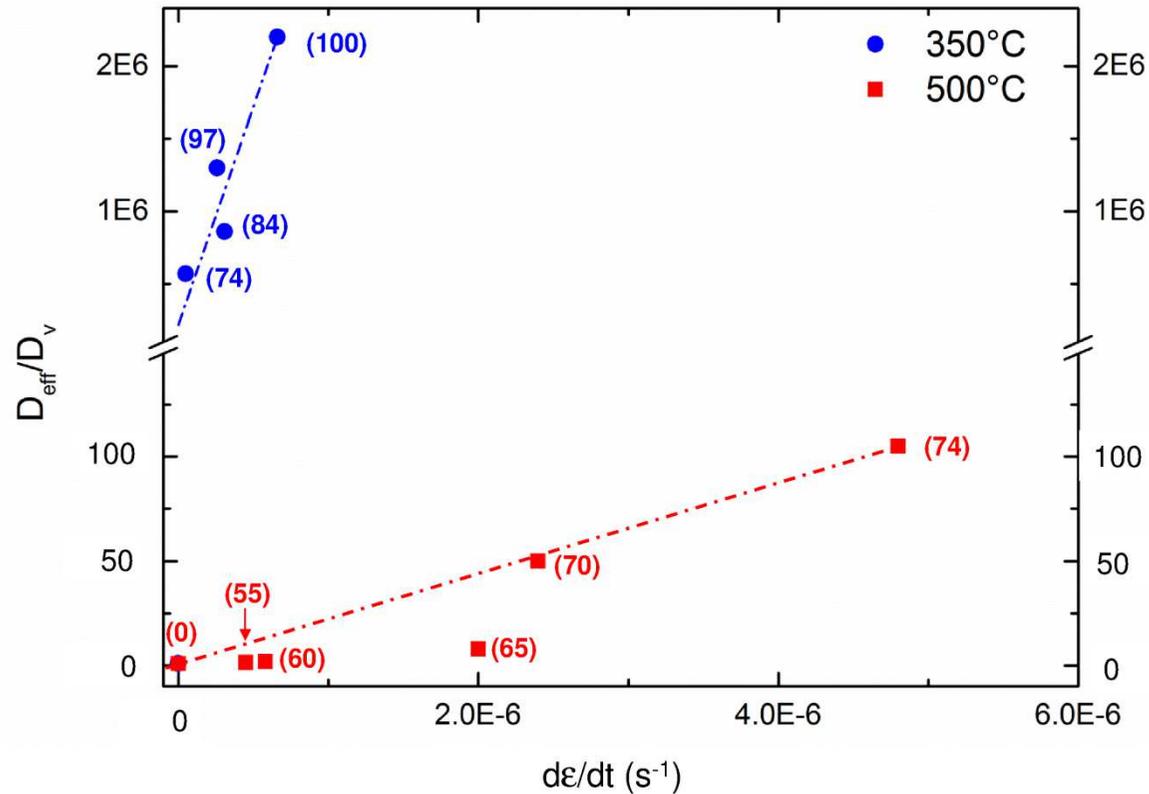
Coefficient de diffusion apparent et vitesse de déformation



Augmentation linéaire de D_{eff} avec la vitesse de déformation à 350°C et 500°C

Diffusion accélérée par la plasticité

Facteur d'accélération



Accélération de la diffusion sous l'effet des dislocations mobiles dans un domaine (T, $\dot{\epsilon}$) donné

- Etude du couplage diffusion-plasticité dans des alliages binaires Ni-Cr
- Compréhension des mécanismes de diffusion en présence d'activité plastique
 - ⇒ Etude des microstructures de déformation
- Rôle de l'activité plastique sur la diffusion aux joints de grains

ANR **Projet ANR franco-allemand DIPLOX**

