

Chapitre III : Rupture des joints de grains oxydés en milieu primaire d'une soudure en alliage base nickel 182

Nous avons vu dans le chapitre de [synthèse bibliographique](#) que le mécanisme de fissuration par Corrosion Sous Contrainte (CSC) des soudures en alliages base nickel est exclusivement intergranulaire. Le scénario retenu consiste en l'oxydation intergranulaire qui entraîne une fragilisation des joints de grains qui, lorsqu'ils sont suffisamment sollicités mécaniquement peuvent fissurer.

Dans ce chapitre, un essai de traction monotone réalisé à 360°C dans un MEB sur une éprouvette de traction (soudure D1054) préalablement oxydée en milieu primaire va être présenté. A partir des résultats des analyses faites en surface ou sur coupe transverse de l'éprouvette, la relation entre oxydation intergranulaire, déformation locale et fissuration des joints de grains va être étudiée. L'objectif final est de dégager un critère, en profondeur d'oxydation et en contrainte pouvant conduire à la fissuration des joints de grains. Les paramètres microstructuraux tels que la nature des joints de grains peuvent de plus avoir un effet sur l'oxydation intergranulaire [106]. Les inspections sur coupe ont également permis de quantifier l'étendue des pénétrations d'oxyde le long des joints fortement et faiblement désorientés qui sont majoritaires dans les alliages base nickel 182 comme l'ont montré les caractérisations présentées dans le chapitre [matériau](#).

I) Rupture des joints de grains oxydés en milieu primaire

1) Présentation de l'essai

L'essai a été effectué sur une éprouvette de traction prélevée dans le moule de soudure D1054 (alliage 182 brut de soudage). Le schéma et les dimensions de l'éprouvette sont donnés sur la Figure 68.

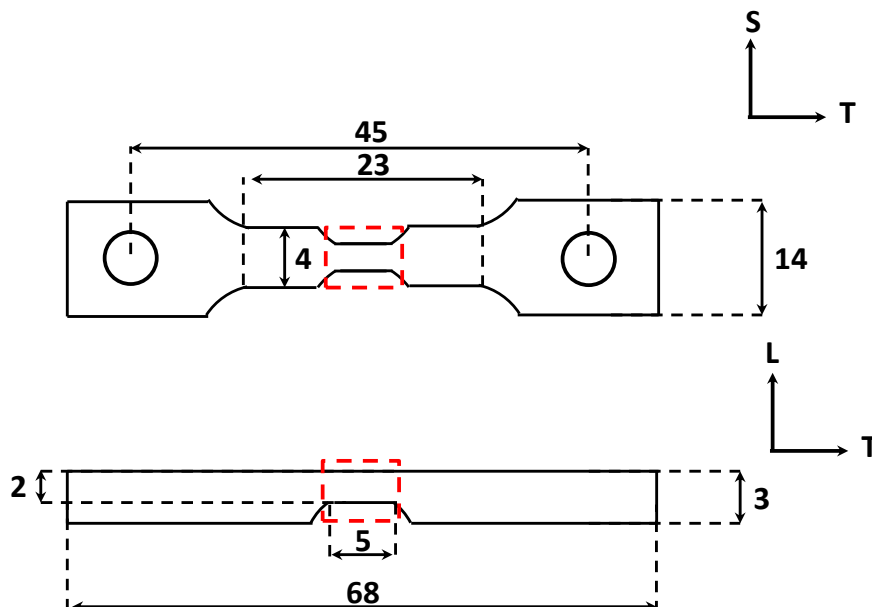


Figure 68 – Schéma de l'éprouvette de traction utilisée pour l'expérience de rupture des joints de grains oxydés en milieu primaire – les dimensions sont indiquées en mm

La zone utile de l'éprouvette est réduite de 1 mm dans l'épaisseur et de 0,5 mm dans la largeur, cette partie est encadrée par des pointillés rouges sur la Figure 68. La réduction de la section permet de localiser la déformation dans la partie centrale de l'éprouvette.

Comme le montre le schéma de la Figure 68, le prélèvement de l'éprouvette a été réalisé dans le plan TS, de manière à maximiser le nombre de joints de grains orthogonaux à l'axe de sollicitation principal choisi suivant T (ouverture en mode I). En effet, les résultats de Alexandreanu sur l'alliage 600 [28] présentés dans le chapitre de [synthèse bibliographique](#) avaient montré que cette sollicitation est la plus pénalisante pour l'amorçage de la CSC.

La mise en place de cet essai a nécessité la réalisation des étapes suivantes.

a) Polissage

Afin de retirer la couche de surface affectée par l'usinage par électroérosion, la gamme de polissage mécanique détaillée dans le Tableau 20 a été suivie.

Tableau 20 – Détails de la gamme de polissage de l'éprouvette de traction

Grade papier/drap de polissage	Force (N)	Durée (min)	Lubrifiant	Vitesse de rotation (tours/min)
Papier SiC 600 (Piano)	30	3	eau	300
Drap de polissage 9 μm (Allegro)	15	5	Pâte diamantée 9 μm	150
Drap de polissage 3 μm (Largo)	25	10	Pâte diamantée 3 μm	
Drap de polissage 3 μm (MD Dac)	20	8	Pâte diamantée 3 μm	
Drap de polissage 1 μm (MD Nap)	30	2	Pâte diamantée 1 μm	
Drap de polissage (MD Chem)	20	30 à 40	Silice colloïdale	

L'étape de polissage à la silice colloïdale permet d'assurer un bon état de surface, de révéler les joints de grains et de minimiser l'écaillage superficiel induit par le polissage mécanique.

b) Dépôt de microgrilles d'or par lithographie électronique

Afin de déterminer les champs de déformation en surface de l'éprouvette au cours de l'essai de traction, des microgrilles d'or ont été déposées au Laboratoire de Mécanique des Solides de l'école Polytechnique en suivant le protocole expérimental utilisé par Hériprié [107] et qui est détaillé en [Annexe III](#). Lors de ce procédé, un masque est tout d'abord créé par irradiation d'une résine sensible aux électrons (PMMA). Celui-ci peut prendre la forme d'une grille (motif régulier) ou d'un mouchetis (motif aléatoire). Un métal (or ou tungstène) est ensuite pulvérisé et évaporé sur la surface de l'échantillon avant dissolution de la résine restante.

Le choix du matériau constituant la microgrille joue un rôle d'une part sur la qualité du contraste chimique entre les barreaux de la grille et le matériau sous-jacent sur les images MEB en mode

rétrodiffusé, d'autre part sur sa tenue mécanique au cours de l'essai qui dépend de la sollicitation (facilité à se déformer) mais aussi de l'environnement (température ou milieu corrosif). Dans notre application, la microgrille doit supporter l'exposition au milieu REP à une température de 360°C. Le choix de l'or a déjà fait ses preuves dans le cadre de la thèse de Le Millier [108] bien que celle-ci ait mis en évidence une possible globulisation de la microgrille au cours de l'essai [77].

Neuf microgrilles de dimensions 500 µm x 500 µm ont été déposées dans la partie centrale de l'éprouvette de manière à couvrir une surface d'environ 2,25 mm² comme illustré sur la Figure 69. Le pas de la grille est de 4 µm et les barreaux ont une épaisseur d'environ 300 nm.

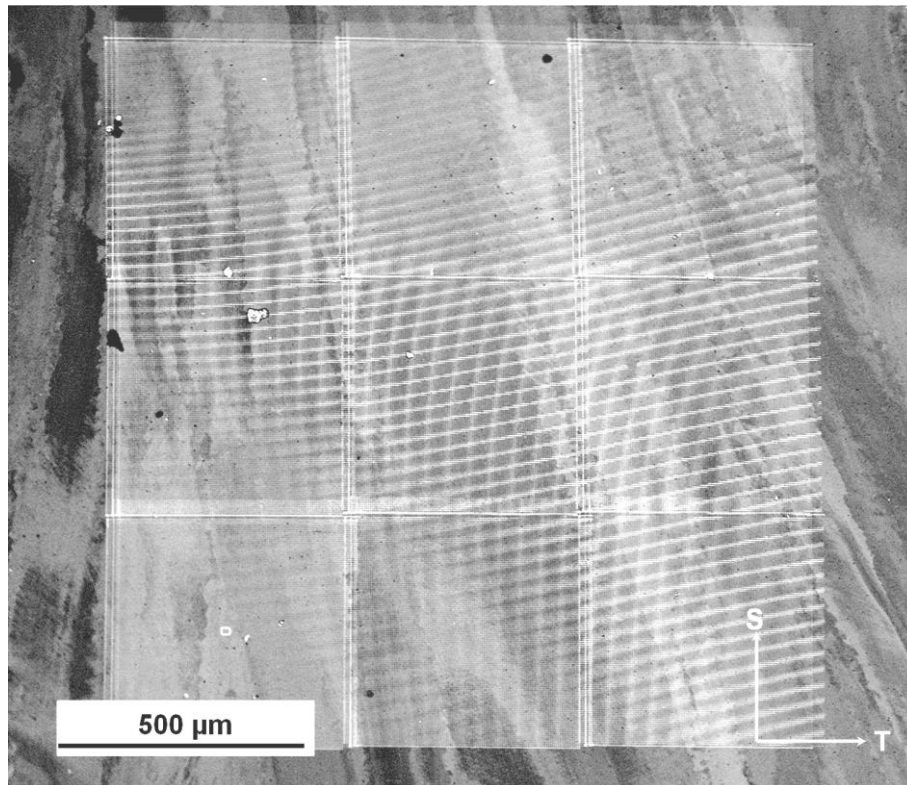


Figure 69 – Image MEB en mode rétrodiffusé de la microgrille déposée par lithographie électronique

c) Acquisition de cartographies par Electron Back Scattered Diffraction dans la zone d'analyse

Plusieurs cartographies EBSD ont été acquises (surface analysée : 600 µm x 600 µm et pas d'acquisition : 1 µm) de façon à couvrir l'ensemble de la zone recouverte de microgrilles d'or. Bien que les cartographies aient été acquises après le dépôt de la grille, aucun problème d'interaction avec les barreaux d'or n'est à noter pour les informations analysées (orientation cristallographique et facteurs de Schmid m_i).

L'EBSO renseigne sur l'orientation cristallographique des différents grains de la zone d'analyse ainsi que sur la nature et la désorientation des joints de grains. Il est également possible à l'aide du logiciel de traitement des données EBSD (TSL OIMTM), de calculer le facteur de Schmid m_i [109] (avec $0 < m_i \leq 0,5$) des différents grains en indiquant les systèmes de glissement activés (dans le cas d'une structure cubique à faces centrées, $\{111\}\langle 110 \rangle$) et l'axe suivant lequel est effectuée la sollicitation au cours de l'essai. La figure de pôles inverse de l'intégralité de la zone d'analyse est représentée sur la Figure 70.

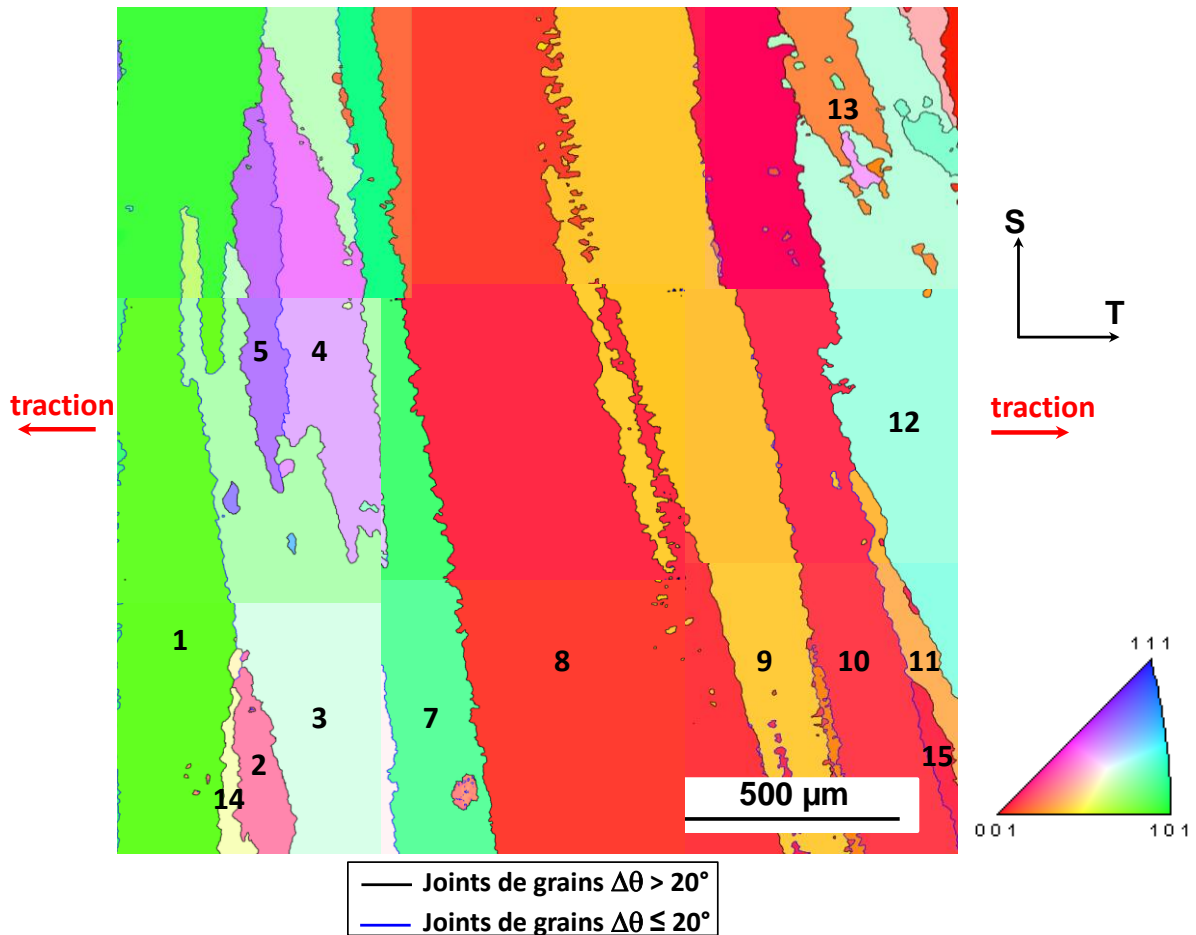


Figure 70 – Figure de pôles inverse (axe : L) de la zone suivie par corrélation d’images (taille du pas : 1 μm) – les joints de grains faiblement désorientés sont mis en évidence par un trait bleu et les numéros indiquent les grains étudiés par corrélation d’images

Des mesures de champs de déformation ont été réalisées à la surface des 15 grains numérotés sur la Figure 70. Les grains étudiés sont ceux pour lesquels les dimensions sont supérieures strictement à 30 μm suivant l’axe T et à 200 μm suivant l’axe S. La zone d’analyse contient 21 joints de grains pour une longueur totale de joints de 13,7 mm. En utilisant le critère de désorientation de 20°, on distingue 14 joints de grains fortement désorientés ($\Delta\theta > 20^\circ$) et 7 joints de grains faiblement désorientés ($\Delta\theta \leq 20^\circ$). Ces derniers sont mis en évidence sur la Figure 70 par des traits bleus. Aucun joint de coïncidence n’a été identifié dans la zone inspectée.

La plupart des joints sont donc des joints de grains fortement désorientés dont la trace est quasi perpendiculaire à l’axe de chargement (suivant T). D’après les résultats de la littérature, il s’agit de conditions favorables pour l’amorçage de fissures de CSC.

d) Oxydation en milieu primaire REP simulé

L’oxydation a été réalisée en milieu primaire REP (1000 ppm de bore, 2 ppm de lithium) hydrogéné (hydrogène dissous : 30 cc d’H₂/kg d’H₂O) pendant 1000 heures à une température de 360°C. Cette température est suffisamment élevée pour favoriser une pénétration de l’oxyde le long des joints de grains.

L’oxydation de l’éprouvette de traction a été réalisée dans un autoclave en acier inoxydable 316L (capacité de 4,2 L) alimenté en milieu primaire par une boucle à recirculation (débit : 70 L/h) ce qui permet de contrôler la chimie du milieu primaire au cours de l’essai (teneurs en hydrogène et oxygène

dissous, conductivité). La boucle comporte une bache d'alimentation de 200 L dans laquelle le milieu primaire est désaéré par barbotage d'azote puis mis sous ciel d'hydrogène. La bache est équipée d'une pompe afin d'assurer un brassage continu du milieu. Le milieu est mis en circulation par une pompe électrique haute pression. Il est chauffé à l'aide d'un réchauffeur/économiseur et alimente l'autoclave où il est maintenu à température par des colliers chauffants. Le milieu passe ensuite dans des résines échangeuses d'ions pour purifier le milieu puis dans un réfrigérant. Sa pression est abaissée à travers un déverseur dans le circuit froid basse pression dans lequel sont réalisés les mesures et prélèvements. Le liquide retourne ensuite dans la bache avant de recommencer un cycle de circulation.

Le milieu primaire est préparé avant essai. Après contrôle et validation de la chimie, il est injecté dans la bache de réserve. L'autoclave est rincé à l'eau déminéralisée et nettoyé à l'acétone avant chaque essai. Les éprouvettes sont montées sur un panier et des bagues en Zircaloy oxydé permettent d'éviter les couplages galvaniques.

Une fois les éprouvettes mises en place dans l'autoclave, un balayage d'azote de l'autoclave est effectué pendant 15 minutes. Celui-ci est ensuite rempli en milieu primaire et est mis en communication avec le circuit principal tout en contrôlant la pression dans ce dernier. Une fois la pression en équilibre avec le circuit principal, le chauffage de l'autoclave est mis en service (vitesse de chauffe : 60°C/h). Dès que la température de l'autoclave arrive à la température du circuit principal, le milieu est mis en circulation dans la boucle. Lors de l'arrêt d'un essai, le chauffage de l'autoclave est coupé puis celui-ci est isolé du circuit principal. On laisse refroidir l'autoclave jusqu'à ce que celui-ci atteigne 35°C avant de le vidanger.

Sur la Figure 71 est présentée une image MEB prise en surface de l'éprouvette en alliage 182 avant (a) et après (b) oxydation en milieu primaire.

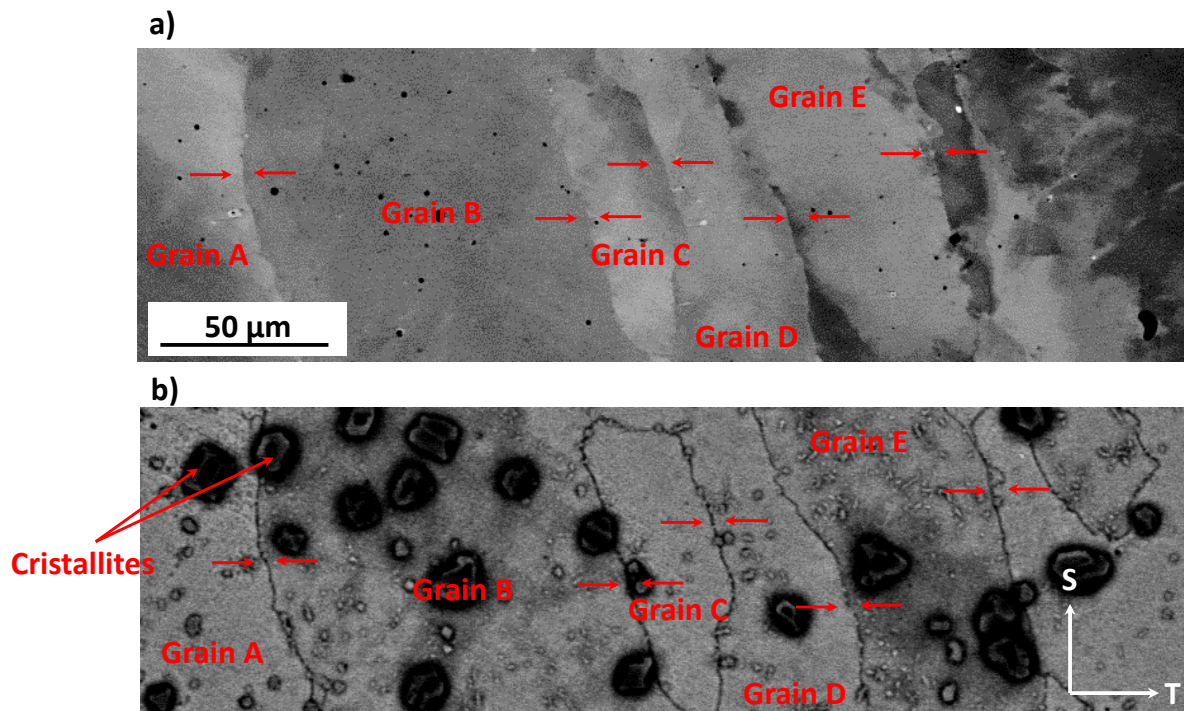


Figure 71 – Micrographie MEB (mode rétrodiffusé) de la surface de l'éprouvette (a) avant et (b) après une oxydation de 1000 h en milieu primaire REP hydrogéné (30 cc d'H₂/kg d'H₂O) à 360°C – les joints de grains sont mis en évidence par des flèches rouges

La présence de nombreuses cristallites formées à la surface de l'échantillon est mise en évidence sur la micrographie MEB de la Figure 71 (b). On note également un contraste plus sombre au niveau des joints de grains qui pourrait traduire la présence d'un oxyde intergranulaire. Un effet de gravage des joints de grains du fait du polissage à la silice colloïdale semble assez peu probable étant donné que ce contraste n'est pas observé sur les micrographies MEB acquises avant oxydation (a).

e) Essai de traction in-situ dans le MEB à 360°C sur une éprouvette oxydée

Après oxydation de l'éprouvette en milieu primaire, celle-ci a été sollicitée en tension suivant l'axe T de la soudure dans un MEB afin de provoquer la fissuration des joints de grains oxydés. La platine de traction in-situ DEBEN Microtest (cellule de force : 5 kN) qui est présentée sur la Figure 72 permet de réaliser l'essai en température (jusqu'à 400°C). La température est contrôlée par l'intermédiaire de deux thermocouples fixés par des points de soudure sur l'éprouvette de part et d'autre de la zone dont la section réduite.

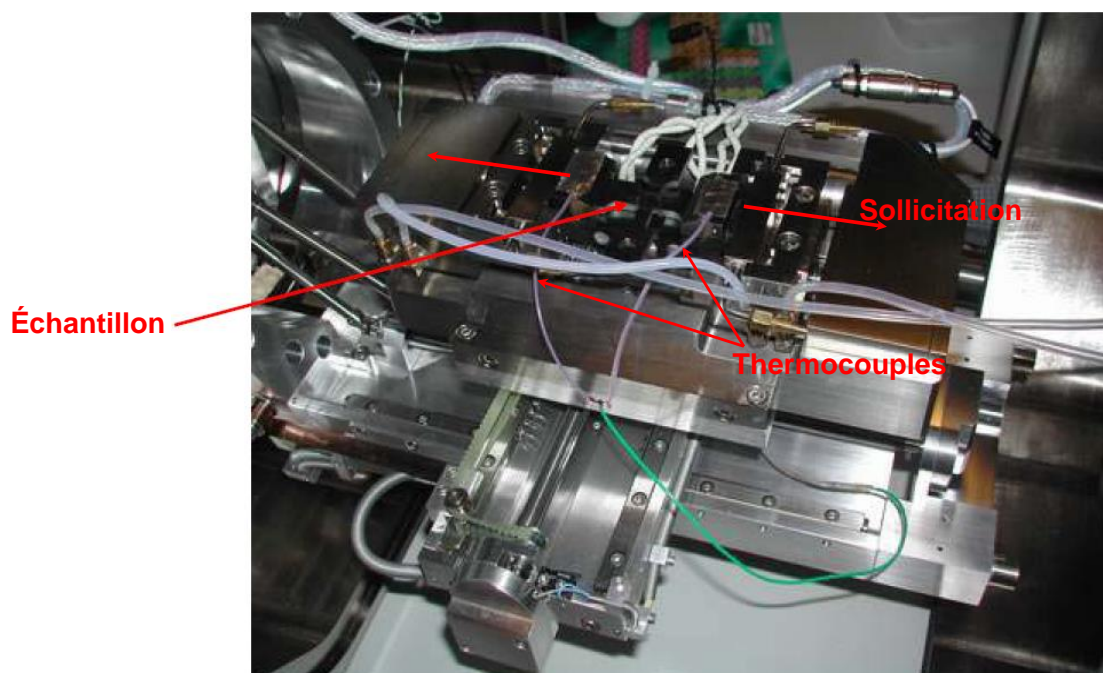


Figure 72 – Platine de traction in-situ (DEBEN Microtest 5 kN) chauffante utilisée pour l'essai d'ouverture des joints de grains

Après avoir placé l'éprouvette sur la platine de traction in-situ, celle-ci d'abord est montée à une température de 360°C qui sera maintenue pendant toute la durée de l'essai. Plusieurs images MEB (dimensions des images : 700 μm x 700 μm) sont acquises sur l'ensemble de la zone recouverte par la microgrille. Ce premier jeu d'images est pris à 360°C sur l'éprouvette non déformée, 20 à 30 minutes après avoir atteint la température d'essai de manière à s'affranchir des effets de dilatation thermique de l'éprouvette. A noter qu'un écart de 10°C à 15°C a été constaté entre un thermocouple et l'autre au cours de l'essai.

L'éprouvette est ensuite mise sous charge à une vitesse de 1.10^{-3} mm/s. Les courbes tracées sur la Figure 73 représentent la force enregistrée par la cellule de force (donnée avec une précision de 10^{-2} N) et le déplacement du mors de la platine (précision de 10^{-3} mm) au cours de l'essai de traction (durée de l'essai : ~ 2 h).

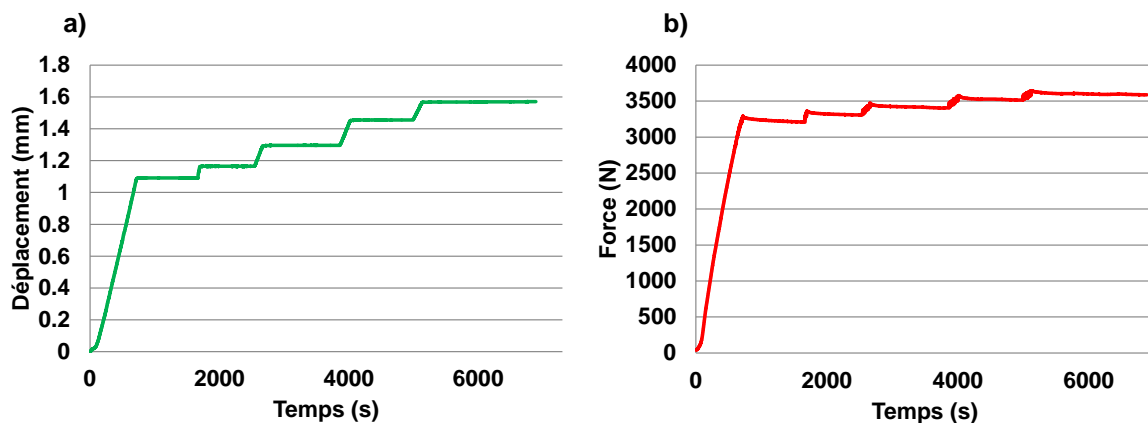


Figure 73 – Courbes de (a) déplacement et de (b) force en fonction du temps enregistrées au cours de l'essai de traction in-situ à 360°C

Comme le montre la Figure 73, l'essai de traction a été interrompu à 5 reprises (pour des déplacements successifs de : 1,09 mm ; 1,16 mm ; 1,30 mm ; 1,46 mm et 1,57 mm) pendant 15 à 30 minutes pendant lesquelles le déplacement a été figé à 360°C. Lors de chaque palier, des images MEB de la zone recouverte par la microgrille ont été acquises afin de suivre la fissuration au cours du temps et de faciliter la corrélation d'images.

La courbe de la Figure 73 (b) représentant l'évolution de la force au cours du temps met en évidence une relaxation lors des phases de maintien du déplacement à 360°C. La valeur de la force chute alors de 50 à 70 N. Cependant, cela ne semble pas avoir d'influence sur la fissuration.

La série d'images finale (déplacement de la platine : 1,57 mm) a été prise à 360°C avec maintien du chargement. Lors de l'arrêt de l'essai, l'éprouvette est tout d'abord déchargée puis la température est abaissée.

Le niveau de contrainte dans la zone centrale de l'éprouvette a été calculé à partir de la force enregistrée par la cellule de force sachant que la section initiale de la zone centrale est de 7 mm². L'évolution de la contrainte en fonction du temps est rapportée sur la Figure 74.

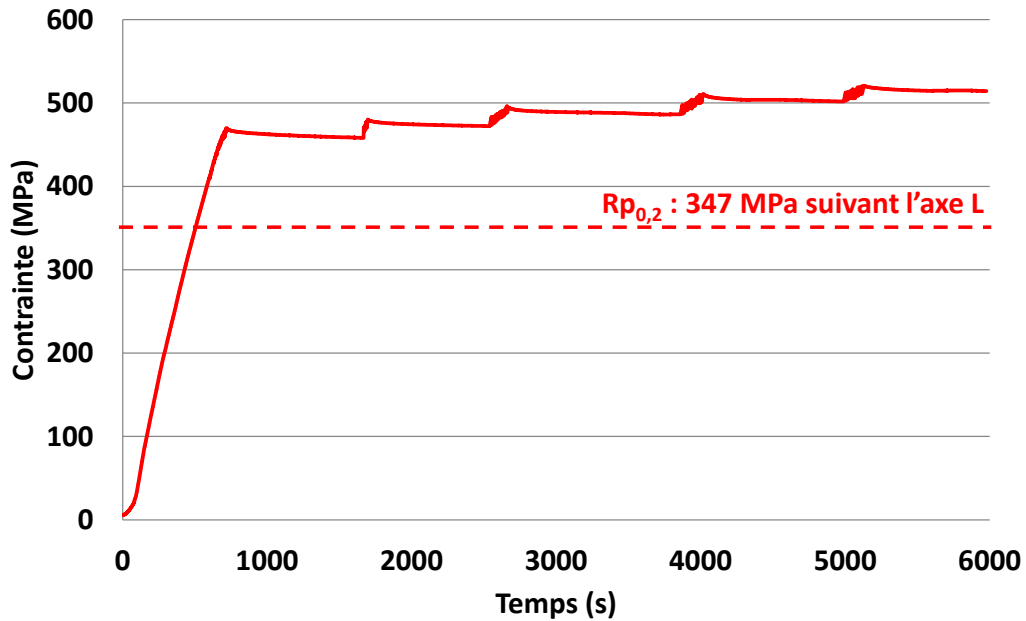


Figure 74 – Evolution de la contrainte en fonction du temps au cours de l’essai de traction à 360°C

Comme l’illustre la Figure 74, les paliers ont été réalisés au-delà de la limite d’élasticité si l’on se réfère la valeur indiquée pour la soudure repérée D1054 testée à 360°C. Nous précisons toutefois que la valeur de 347 MPa est issue d’un essai de traction de référence réalisé suivant l’axe L pour une vitesse de 10^{-5} s^{-1} . L’essai sur l’éprouvette plate a été réalisé suivant l’axe T, la limite d’élasticité n’est très probablement pas la même comme cela a été rapporté dans le chapitre matériaux pour l’alliage 82. Celle-ci est supérieure suivant l’axe L que suivant T. De plus la vitesse de déformation plus importante pour l’essai présenté dans ce chapitre, ce qui peut également donner lieu à une augmentation de la limite d’élasticité atteinte. Le niveau de contrainte final de la zone centrale de l’éprouvette (après relaxation) est de 500 MPa.

Sur les différentes images MEB de la surface après déformation est observée la présence de bandes de glissement qui émergent à la surface de certains grains comme mis en évidence par des pointillés blancs sur la Figure 75, celles-ci sont à 45° de l’axe de chargement principal (T).

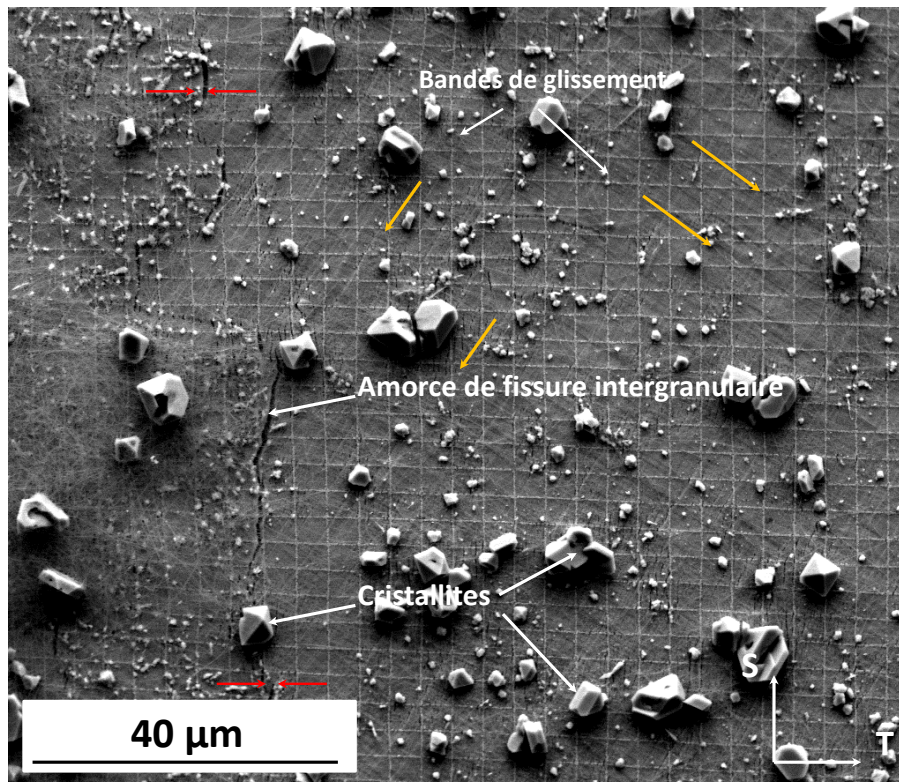


Figure 75 – Micrographie MEB de la surface de l'éprouvette après oxydation en milieu primaire REP hydrogéné (30 ccd'H₂/kg d'H₂O) à 360°C puis traction monotone suivant l'axe T de la soudure jusqu'à une déformation de 0,07 – la présence d'un joint de grains est mise en évidence par des flèches rouges et des bandes de glissement émergentes sont identifiées par des flèches oranges

A partir des différentes images MEB de la surface, il apparaît que l'ouverture des joints de grains est d'une manière générale inférieure au micromètre (Figure 75), ne gêne pas la mesure des champs de déformation. Les cristallites étant présentes en surface des échantillons sur les images de référence, celles-ci ne posent pas de problèmes pour la corrélation d'images.

f) Calcul des champs de déformation locaux par corrélation d'images

Principe de la corrélation d'images :

La corrélation d'images numériques permet d'obtenir le champ de déplacement des points d'une grille virtuelle entre un état initial i et un état $i+1$. Pour chaque point de la grille virtuelle, un domaine de corrélation est défini dans l'image de l'état i . Ce domaine sera recherché dans l'image de l'état $i+1$, l'objectif étant de trouver un domaine de pixels dont les niveaux de gris sont semblables à ceux de l'image i . Au cours de cette étape, une fonction de corrélation est minimisée [110]. Une fois le champ de déplacement des intersections de la grille connu, celui-ci est utilisé pour calculer le champ de déformation via le tenseur des déformations de Green-Lagrange. Pour plus de détails, le lecteur pourra se référer aux travaux de thèse de Héripré [107].

Calcul des champs de déformation à la surface de l'éprouvette par corrélation d'images :

Le logiciel VIC-2D® (kilonewton) a été utilisé pour calculer les champs de déformation à la surface de l'éprouvette en suivant la démarche suivante.

Pour une zone d'analyse donnée, les micrographies MEB acquises au cours des 5 paliers (Figure 73) sont utilisées. Une aire d'intérêt sur laquelle va être réalisée la corrélation est tout d'abord définie sur

l'image initiale acquise à 360°C sur l'éprouvette non-déformée (taille : 400 μm x 400 μm). Un point de départ est ensuite placé dans l'aire d'intérêt, celui-ci est placé sur un point facilement identifiable (intersection de barreaux ou cristallites en surface). Un domaine de corrélation et un pas sont ensuite définis autour du point de départ (domaine de corrélation : 20 pixels x 20 pixels et pas : 15 pixels), ces informations définissent le pas de la grille virtuelle. Dans notre application, la grille ainsi que les cristallites ont été utilisés pour calculer les champs de déformation. Le pas de la grille virtuelle a été défini de manière à ce qu'il soit égal au pas de la microgrille déposée ce qui définit une base de mesure de 8 μm (soit environ 2 fois l'espacement entre deux barreaux de la microgrille). Si la déformation est importante ($> 0,1$), la corrélation peut nécessiter une intervention manuelle en définissant 3 points sur l'image initiale (à proximité du point de départ) et en indiquant leurs positions respectives sur l'image déformée. Dans notre cas, nous avons 5 images de la même zone correspondant à différents instants de l'essai de traction, l'opération doit donc être répétée entre les étapes i et $i+1$.

L'analyse est ensuite lancée (corrélation, calcul des déplacements et déformations), l'incrément de déformation entre les étapes i et $i+1$ puis la déformation cumulée entre l'état initial non-déformé à 360°C et l'état final sous un chargement de 500 MPa à 360°C sont calculés. Le logiciel calcule les déformations : ϵ_{TT} , ϵ_{SS} , ϵ_{TS} et $\epsilon_{von\ Mises}$.

2) Etude de la corrélation entre la déformation locale et l'ouverture des joints de grains

Dans cette partie, nous allons présenter comment ont été exploités les résultats donnés par la corrélation d'images ainsi que la méthodologie utilisée pour quantifier la fissuration des joints de grains.

a) Exploitation des mesures de champs de déformation par corrélation d'images

A partir des résultats de corrélation d'images, la déformation moyenne a été estimée à la surface des 15 grains et à proximité des 21 joints de grains de la zone d'analyse (Figure 70).

La Figure 76 présente, sur une partie de la zone d'analyse faisant 420 μm x 500 μm , l'utilisation des informations microstructurales provenant des analyses EBSD faites avant oxydation et les champs de déformation locaux à la surface de la région d'intérêt pour différentes étapes de l'essai de traction.

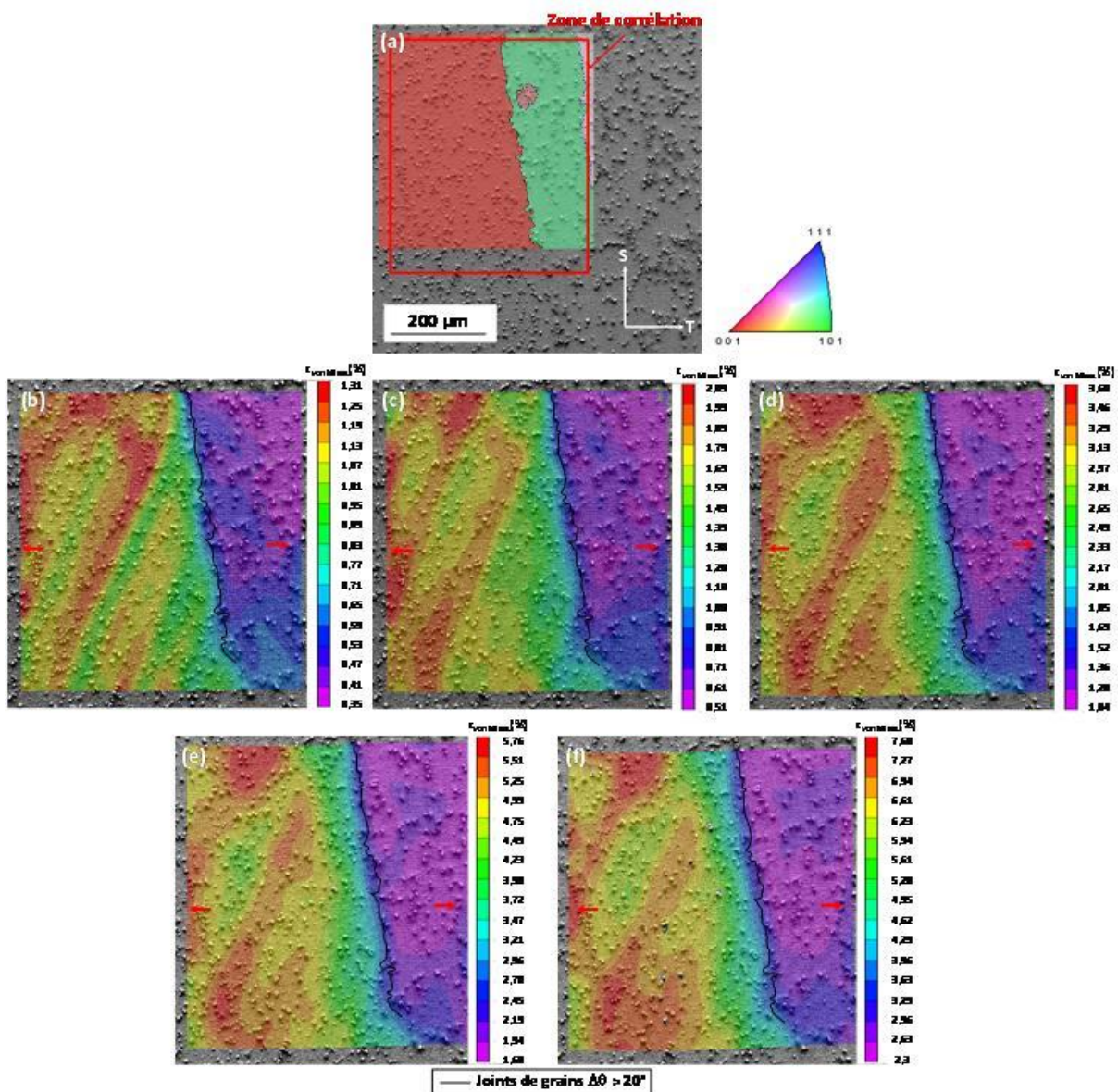


Figure 76 – Couplage des informations issues de l'EBSD (a) figure de pôles inverse (axe : L) et des champs de déformation locaux (au sens de von Mises) aux différentes étapes de l'essai de traction monotone à 360°C (b à f) - les champs représentés correspondent à la déformation équivalente de von Mises (base de mesure : 8 μm) et l'axe de sollicitation est représenté par des flèches rouges

La corrélation d'images a été réalisée sur la partie située dans le cadre rouge de la Figure 76 (a). Les cartes de déformation équivalente de von Mises des Figure 76 (b) à (f) correspondent aux différents points d'arrêt représentés sur la courbe de déplacement en fonction du temps (Figure 73). La traction est réalisée suivant l'axe T de la soudure. Par la suite nous avons fait le choix de ne raisonner que sur les déformations équivalentes au sens de von Mises définies par l'Équation 13.

$$\varepsilon^{von\ Mises} = \sqrt{\frac{2}{3} * dev(\varepsilon)_i * dev(\varepsilon)_i} \quad \text{Équation 13}$$

avec,

$$dev(\varepsilon)_i = \varepsilon_i - \frac{1}{3} * tr(\varepsilon) * \delta_i \quad \text{Équation 14}$$

Dans l'Équation 14, $\text{tr}(\varepsilon)$ correspond à la trace de ε et δ_i correspond au symbole de Kronecker.

Sur les cartes de déformation de la Figure 76 sont observées des hétérogénéités de la déformation à la surface de l'éprouvette entre deux grains voisins avec le grain de droite qui présente un niveau de déformation moins élevé que le grain de gauche. Des hétérogénéités de déformation intragranulaires sont également mises en évidence dans le grain de gauche avec des bandes présentant des niveaux de déformation plus importants. On remarque que ces bandes sont à 45° de l'axe de sollicitation principal. Il est possible que celles-ci suivent des bandes de glissement semblables à celles qui ont été mises en évidence sur la Figure 75.

Sur la totalité des champs de déformation (surface inspectée $\sim 2,25 \text{ mm}^2$), $\varepsilon_{\text{von Mises}}$ sont respectivement évalués à 0,06. Les niveaux de déformation moyens ont été calculés pour chaque palier, à partir des champs de déformation évalués dans la partie centrale de l'éprouvette sont regroupés dans le Tableau 21.

Tableau 21 – Déformation équivalente de von Mises moyenne évaluée dans la zone centrale de l'éprouvette à partir des champs de déformation

Palier	Déformation équivalente de von Mises moyenne
1	0,01
2	0,02
3	0,03
4	0,04
5	0,06

A partir des cartes de déformation, VIC-2D® permet de calculer une valeur moyenne de déformation, au sens arithmétique du terme, sur une surface définie par l'utilisateur. Les valeurs de déformation ont été estimées à la surface de chaque grain pris indépendamment $\varepsilon_{\text{von Mises}}^{\text{grains}}$ et à proximité du joint de grains $\varepsilon_{\text{von Mises}}^{\text{Joints}}$, défini non pas comme une interface sans dimensions mais présentant une certaine largeur, comme illustré sur la Figure 77. La taille du domaine dans lequel est évaluée la déformation moyenne d'un grain peut donc varier d'un grain à l'autre. Elle dépend en effet de la taille de grains et de la position de l'analyse. Toutefois, celle-ci est choisie de manière à couvrir la surface la plus large possible tout en excluant les points appartenant aux grains voisins, puisque faisant partie de la zone d'intérêt définissant l'interface.

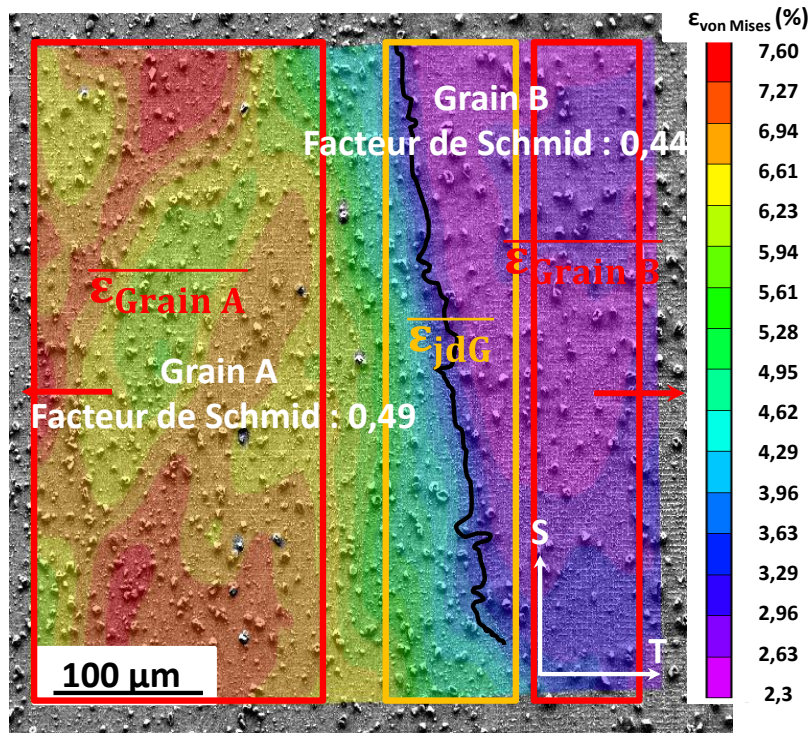


Figure 77 – Exemple de mesures de champ et de calcul de déformation moyens à la surface des grains et à proximité du joint de grains (carte de déformation équivalente de von Mises pour l'état de déformation final) – l'axe de sollicitation est indiqué par des flèches rouges

Comme indiqué sur la Figure 77, les facteurs de Schmid des grains A et B calculés avec le logiciel de traitement EBSD sont respectivement de 0,44 et 0,49. Sur l'exemple de la Figure 77, une déformation plus importante est calculée à la surface du grain possédant le facteur de Schmid le plus élevé. Toutefois cette observation n'est pas systématique sur toutes les zones inspectées. Sur la Figure 77, les valeurs $\varepsilon_{von Mises}^{grains}$ sont de 0,03 pour le grain A et de 0,06 pour le grain B, ce qui est cohérent avec notre intuition.

La déformation moyenne à proximité du joint de grains $\varepsilon_{von Mises}^{Joints}$, est toute subjective puisqu'elle dépend de la taille de la fenêtre choisie. Celle-ci est délimitée par le cadre orange (Figure 77). La valeur $\varepsilon_{von Mises}^{Joints}$ est de 0,04. Pour ce cas de figure, ceci est équivalent à la moyenne arithmétique des valeurs de déformation calculées dans chacune des boîtes à la surface des grains A et B.

Ces analyses ont été réalisées sur toutes les zones de la microgrille (la totalité des champs est donnée en [Annexe IV](#)). Des mesures de champs ont été effectuées en plusieurs régions d'un même grain (ou d'un même joint de grains).

Sur la Figure 78, la valeur moyenne de déformation équivalente de von Mises ($\varepsilon_{von Mises}^{grains}$) normalisée par la déformation équivalente de von Mises moyenne du grain est représentée pour les grains 7 et 8 (voir Figure 70) en fonction de la surface d'analyse normalisée par la surface du grain considéré. Les surfaces couvertes par les grains 7 et 8 dans la zone d'analyse sont respectivement de 0,15 et 0,50 mm² et les déformations équivalentes de von Mises moyennes sont de 0,03 et 0,06.

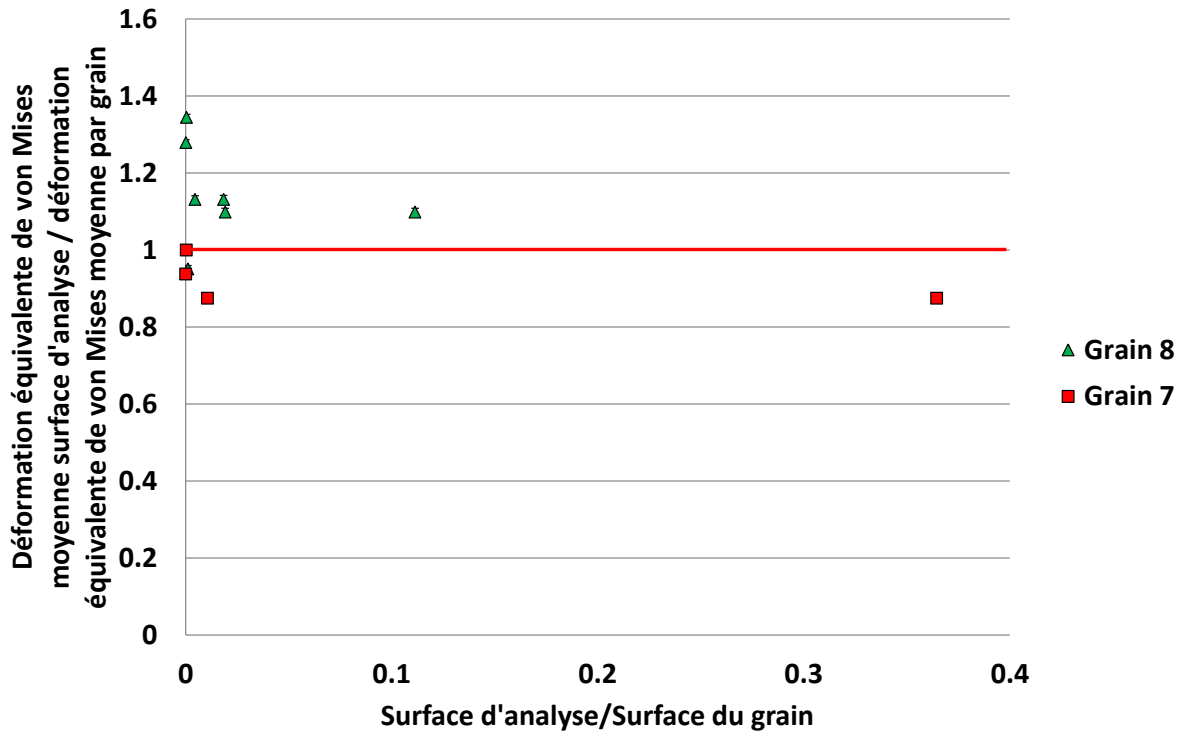


Figure 78 – Déformation équivalente de von Mises moyenne normalisée par la déformation équivalente de von Mises moyenne des grains 7 et 8 en fonction de la surface d'analyse normalisée par la surface du grain

La Figure 78 met en évidence une dispersion importante de la déformation équivalente de von Mises moyenne évaluée sur le grain 8 (surface : 0,50 mm²) pour de très petites surfaces d'analyse (inférieures à 0,01 mm² pour ce grain particulier). Le même type d'analyse réalisée sur le grain 7 montre sur un grain plus petit (surface : 0,15 mm²) qu'un écart d'environ 10 % est observé entre la déformation équivalente de von Mises évaluée et la déformation équivalente de von Mises moyenne du grain et ce, même pour une surface inspectée qui fait environ 35 % de la taille du grain.

Les analyses qui seront présentées par la suite n'ont pas été réalisées pour un ratio surface de la fenêtre d'analyse/surface du grain constante.

b) Etude de la fissuration des joints de grains

L'effet du taux de déformation local sur la fissuration des joints de grains a été évalué sur la zone d'analyse de la Figure 70 à partir des micrographies MEB prises après un allongement macroscopique final $\varepsilon_{von\ Mises}$ de 6 % comme illustré sur la Figure 79.

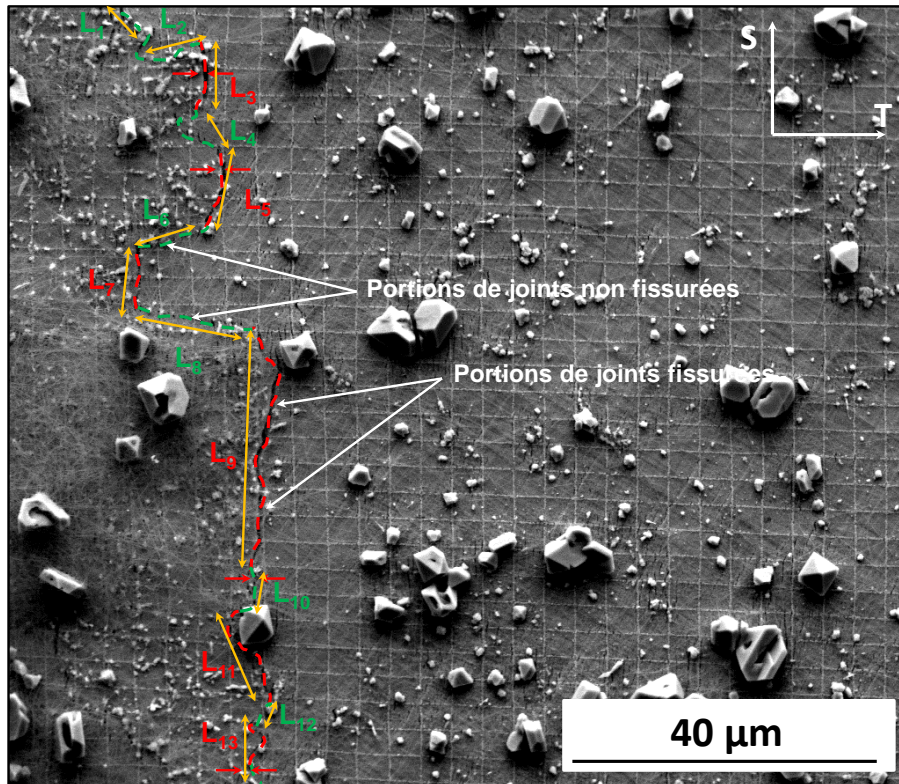


Figure 79 – Evaluation de la fraction linéique de joints de grains fissurés à partir d’une micrographie MEB prise à la fin de l’essai de traction (déformation équivalente de von Mises moyenne finale de 0,06). L’axe de chargement est horizontal (suivant l’axe T)

Sur la micrographie MEB de la Figure 79, prise à l’issue de l’essai de traction, un joint de grains dont la trace est mise en évidence par des flèches rouges présente des portions fissurées (pointillés rouges) et d’autres non fissurées (pointillés verts). Le prélèvement de l’éprouvette est tel que l’axe de chargement principal est orthogonal à la trace des joints de grains. Des portions de joints peuvent toutefois être quasi-parallèles à la sollicitation comme L_2 , L_6 et L_8 sur la Figure 79. Ces parties ne présentent pas d’amorces de fissures. Cette observation est en bon accord avec les résultats de Alexandreanu [28], présentés dans le chapitre de synthèse bibliographique et qui font état d’une grande sensibilité des joints de grains à l’amorçage de fissures de CSC lorsque ces derniers sont orientés perpendiculairement à la sollicitation, permettant une ouverture de ceux-ci en mode I.

La fraction linéique fissurée ($F_{fissurée}$) a été déterminée pour chaque joint de grains à partir des mesures de longueur de joints comme exprimé dans l’Équation 15.

$$F_{fissurée} = \frac{L_{fissurée}^{JdG}}{L_{totale}^{JdG}} \quad \text{Équation 15}$$

Avec $L_{fissurée}^{JdG}$, la longueur totale des portions du joint de grains qui ont fissuré et L_{totale}^{JdG} , la longueur totale du joint de grains inspecté. Sur l’exemple de la Figure 79, ces deux valeurs sont respectivement calculées comme il suit :

$$L_{fissurée}^{JdG} = L_3 + L_5 + L_7 + L_9 + L_{11} + L_{13} \quad \text{Équation 16}$$

et

$$L_{totale}^{JdG} = \sum_{i=1}^{13} L_i$$

Équation 17

Sur la totalité de la surface analysée, une longueur totale de joints de grains fissurés de 3,6 mm a été mesurée pour une longueur totale de joints de grains de 13,7 mm. Parmi les 13 joints de grains fissurés sur un total de 21, 3 sont des joints de grains faiblement désorientés (sur un total de 7) tandis que les 10 autres sont des joints de grains fortement désorientés (sur un total de 14).

Dans la partie suivante vont être présentés les corrélations entre microstructure, déformation locale et fissuration. L'objectif est de déterminer si la fissuration des joints de grains est conditionnée par le type de joints, la déformation locale et/ou encore les hétérogénéités de déformation entre grains adjacents.

c) Etude des résultats de mesures de champs de déformation et tentative de corrélation avec la microstructure et la fissuration intergranulaire

La Figure 80 propose une représentation des déformations équivalentes de von Mises de chaque grain tracées en fonction des facteurs de Schmid déterminés à partir des acquisitions EBSD. Parmi les différents grains de la zone inspectée, les facteurs de Schmid moyens sont compris entre 0,43 et 0,5.

Pour une valeur de facteur de Schmid donnée, la moyenne des déformations équivalentes de von Mises est calculée à partir des valeurs définies par les cadres, les zones de joints de grains sont exclues.

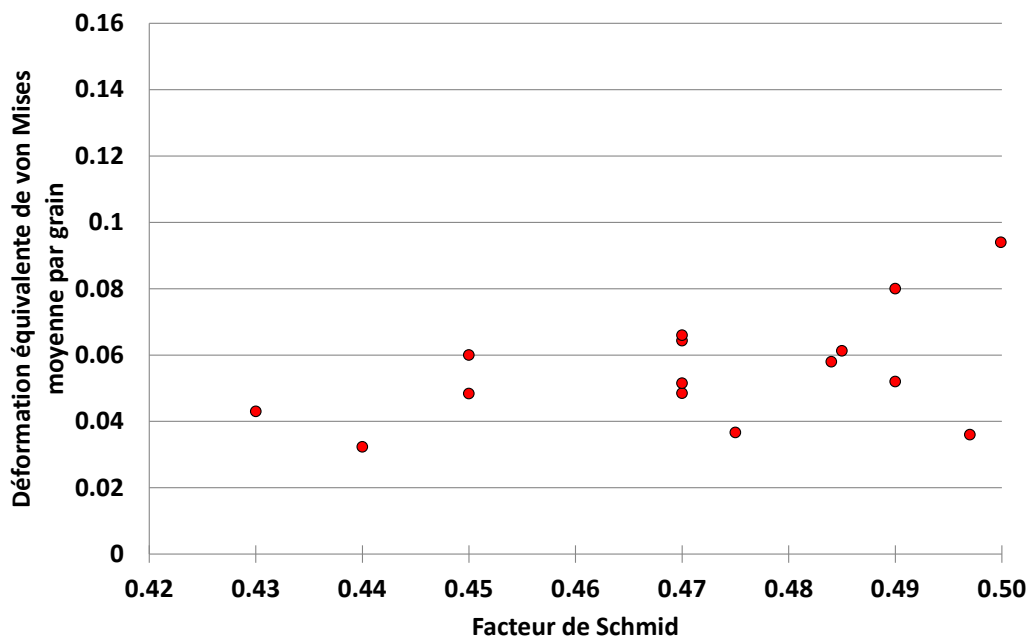


Figure 80 – Evolution du niveau de déformation équivalente de von Mises des différents grains en fonction du facteur de Schmid pour l'étape finale

Chaque point de la Figure 80 correspond à un grain de la zone d'analyse, nous observons une légère augmentation de la déformation équivalente de von Mises avec la valeur du facteur de Schmid. Notons toutefois, une forte dispersion pour une valeur de 0,5. Les fluctuations de déformation équivalente de von Mises observées sur la Figure 80 peuvent être expliquées par la faible statistique ou par le fait que les mesures de champs n'ont pas été réalisées à rapport taille de fenêtre/taille de

grain constant. Ces résultats ne mettent pas en évidence de corrélation nette entre la déformation intragranulaire à l'échelle du grain et le facteur de Schmid.

L'analyse de la fissuration intergranulaire, au travers de la fraction linéique de longueur de joint de grains fissuré après l'étape finale a été faite en fonction d'une part, de l'analyse de la déformation moyenne calculée aux joints de grains (Figure 81) et d'autre part de la différence de déformation moyenne, définie par sa valeur absolue, entre les grains séparés par le joint de grains inspecté (Figure 82). Ces analyses ont uniquement été réalisées sur des portions de joints de grains généraux qui sont quasi-perpendiculaires à l'axe de sollicitation.

Sur la Figure 81 et la Figure 82, les fractions linéiques moyennes de joints fissurés sont calculées à partir des différentes portions de joints de grains analysées pour une valeur donnée de déformation moyenne à proximité du joint de grains ou de différence de déformation équivalente de von Mises moyenne entre grains adjacents.

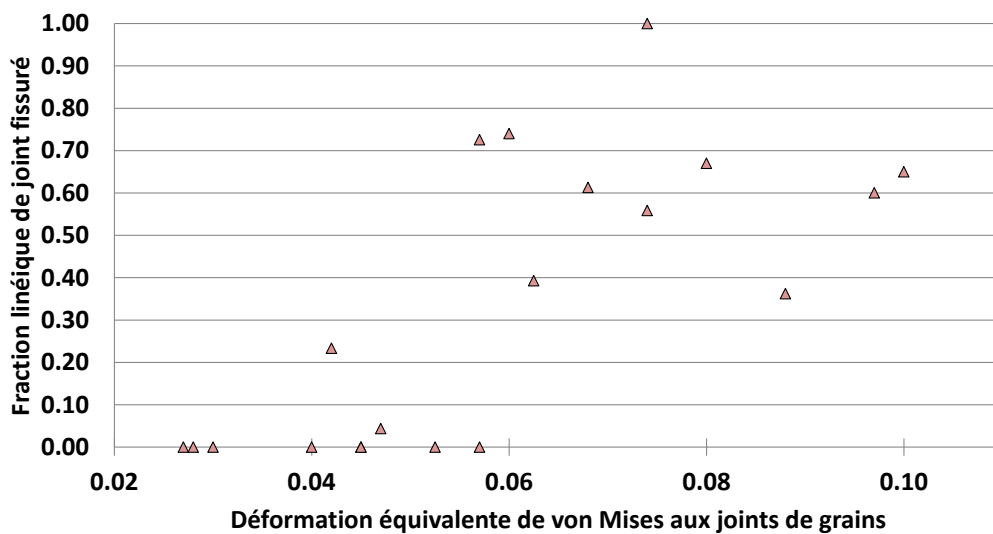


Figure 81 – Fraction linéique moyenne de joints fissurés en fonction de la déformation équivalente de von Mises moyenne estimée dans la zone du joint de grains pour l'étape finale

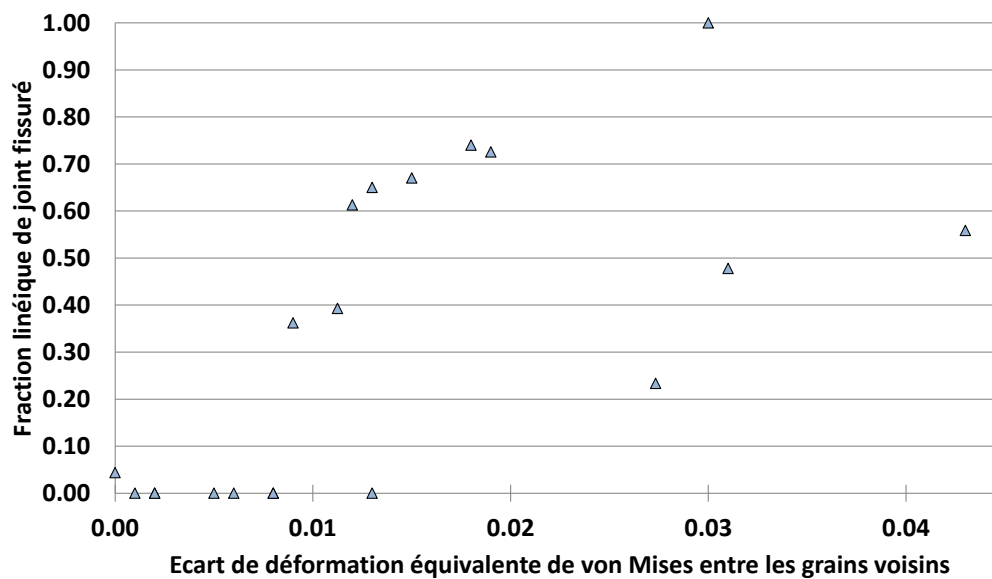


Figure 82 – Fraction linéique moyenne de joints fissurés en fonction de la différence de déformation équivalente de von Mises moyenne entre grains voisins pour l'étape finale

Sur la Figure 81 une valeur seuil de $\varepsilon_{von\ Mises}^{Joints}$ comprise entre 0,04 et 0,05 est mise en évidence. En-dessous de cette valeur, les joints de grains inspectés ne présentent pas d'amorces de fissures. Pour une déformation moyenne aux joints comprise entre 0,04 et 0,06 une augmentation progressive de la fraction linéique de joints fissurés est observée. Au-delà de ce niveau de déformation, la fraction linéique de joints fissurés est supérieure à 50 % et semble saturer ce qui est notamment lié à la présence de portions de joints de grains inclinées par rapport à l'axe de traction. La Figure 82 montre quant à elle une augmentation de la fraction linéique de joints fissurés avec la différence de déformation entre grains voisins, qui représente l'écart entre la déformation $\varepsilon_{von\ Mises}^{grains}$ évaluée à la surface d'un grain A et celle évaluée en surface d'un grain B.

La Figure 81 semble mettre en évidence le fait qu'un niveau de déformation minimal à proximité du joint de grains soit requis pour occasionner la rupture de l'oxyde intergranulaire. Une augmentation de la différence de déformation entre grains voisins apparaît comme étant un amplificateur néfaste pour la tenue des joints de grains. Ceux-ci sont plus prompts à la fissuration à mesure que l'incompatibilité de déformation augmente. La Figure 83 représente l'évolution de l'écart de déformation équivalente de von Mises entre grains voisins en fonction de la déformation équivalente de von Mises aux différents joints de grains inspectés.

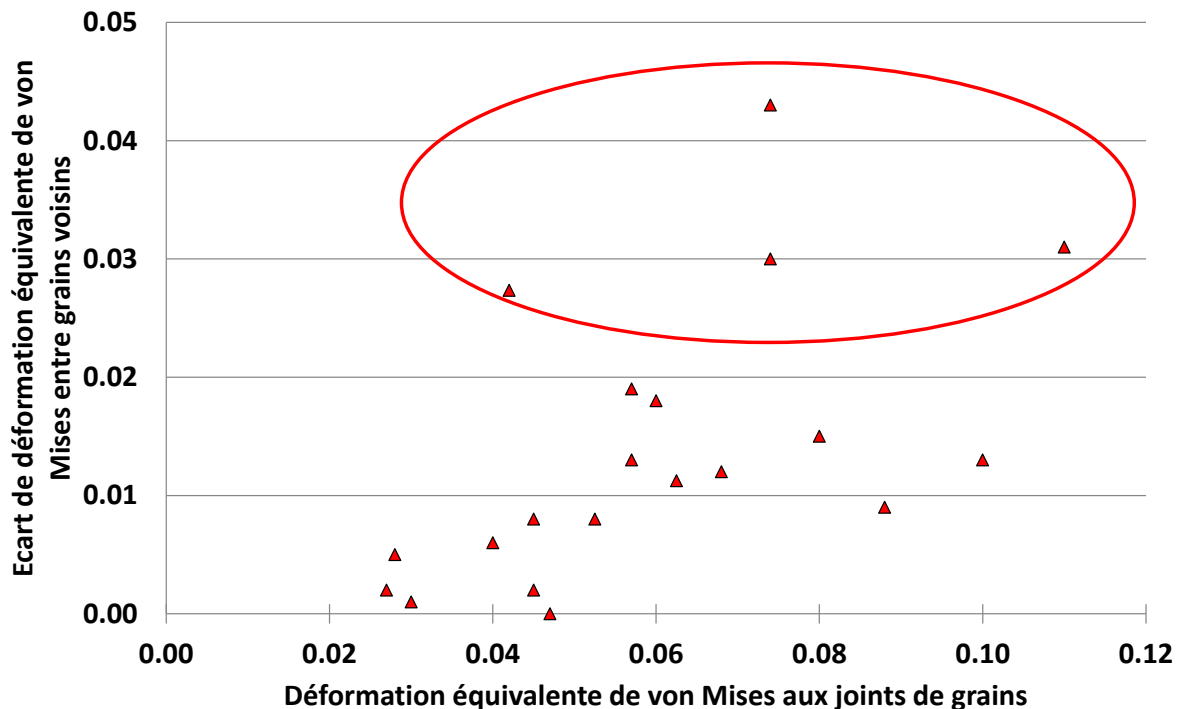


Figure 83 – Evolution de l'écart de déformation équivalente de von Mises entre grains voisins en fonction de la déformation équivalente aux joints de grains

Jusqu'à une déformation équivalente de von Mises de 0,06 il semble que l'écart de déformation entre grains voisins augmente avec la déformation aux joints de grains. Au-delà de 0,06 il semble que le delta de déformation entre grains voisins reste constant avec l'augmentation de la déformation équivalente de von Mises au niveau des joints ce qui pourrait mettre en exergue un effet aggravant de l'incompatibilité de déformation. Nous précisons que tous les points présentant un écart de déformation équivalente de von Mises entre les grains voisins qui est supérieur à 0,025 (points entourés en rouge sur la Figure 83) présentent une fraction linéique de fissuration supérieure ou égale à 0,23. Cette observation pourrait mettre en évidence l'importance des incompatibilités de déformation entre grains voisins sur la fissuration des joints de grains oxydés.

Il est probable que l'hétérogénéité de déformation entre deux grains voisins contribue au développement d'une concentration des contraintes au niveau des joints de grains provoquant ainsi leur fissuration. Le fait qu'un seuil de fissuration de joints de grains ($\varepsilon_{von\ Mises}^{joint} \geq 0,05$) ait été défini, nous permet d'estimer des critères en termes de déformation et d'hétérogénéité de déformation nécessaires. Ces critères traduiraient l'existence d'une contrainte critique nécessaire à l'amorçage de fissures au niveau des joints de grains oxydés.

3) Analyse de la propension à l'oxydation et à la fissuration des joints de grains

Les analyses de surface qui ont été présentées ont montré que tous les grains oxydés sollicités en mode I ne fissurent pas ou ne sont pas fissurés sur toute leur longueur.

D'après les résultats présentés dans la partie précédente, il semblerait qu'il y ait une corrélation entre déformation/hétérogénéité de déformation entre les grains voisins et fissuration. Cependant, ces analyses ne nous permettent pas de répondre aux questions suivantes :

- Est-ce que tous les joints de grains présentent des pénétrations d'oxyde ?
- Est-ce que tous les joints oxydés fissurent ?

- Si non, est-ce dû à un effet de la mécanique, de la nature des joints de grains ou encore de la profondeur des pénétrations d'oxyde intergranulaire ?

Dans cette partie, une coupe transverse a donc été préparée dans la partie centrale de l'éprouvette et des analyses couplées au MEB et par EBSD ont été réalisées le long de la face exposée au milieu primaire afin de répondre à ces questions.

Une représentation schématique de la coupe transverse est donnée sur la Figure 84.

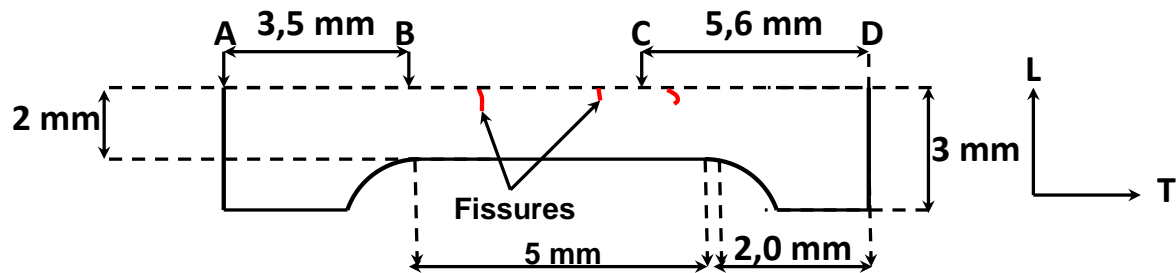


Figure 84 – Schéma de la coupe transverse préparée dans l'éprouvette de traction en alliage 182 – la face exposée au milieu primaire REP est représentée par une ligne en pointillés, la sollicitation est appliquée suivant l'axe T

La coupe transverse préparée intercepte le plan TL de la soudure. Les investigations ont été effectuées le long de la face de l'éprouvette qui est indiquée par une ligne en pointillés sur la Figure 84. L'analyse des profondeurs de pénétrations d'oxyde intergranulaires a été réalisée entre A et C sur 104 joints de grains. Parmi lesquels, 55 joints de grains localisés entre B et C ont été pris en considération pour l'analyse de la fissuration intergranulaire. La corrélation entre la fissuration intergranulaire et la profondeur d'oxydation intergranulaire a été réalisée dans la zone qui présente une réduction d'épaisseur est de 1 mm qui favorise la localisation de la déformation. Ce qui peut potentiellement avoir un effet sur la fissuration.

a) Démarche expérimentale

Préparation de la coupe transverse :

Après découpe à l'aide d'une micro-meule de la coupe transverse dans la zone utile de l'éprouvette de traction, celle-ci a été enrobée sous vide à température ambiante dans une résine époxy.

Afin de pouvoir faire des analyses par EBSD et observer la morphologie des grains au MEB en électrons rétrodiffusés, l'échantillon a été poli jusqu'à la silice colloïdale en suivant le protocole qui a été détaillé en début de ce chapitre.

Pour les analyses MEB, un dépôt de 1 à 1,5 nm d'épaisseur de platine-palladium (Pt-Pd) ainsi qu'un pontage à la laque d'argent entre l'échantillon et le support ont été effectués afin d'assurer une bonne conduction électrique lors des examens. En effet, la résine époxy peut engendrer une accumulation des charges ce qui entraîne une dérive du faisceau notamment visible à fort grandissement (~ 50 kX).

Acquisition des cartographies EBSD :

Des cartographies EBSD (pas : 2 μm) ont été acquises tout au long de la face supérieure de la coupe transverse (Figure 85).

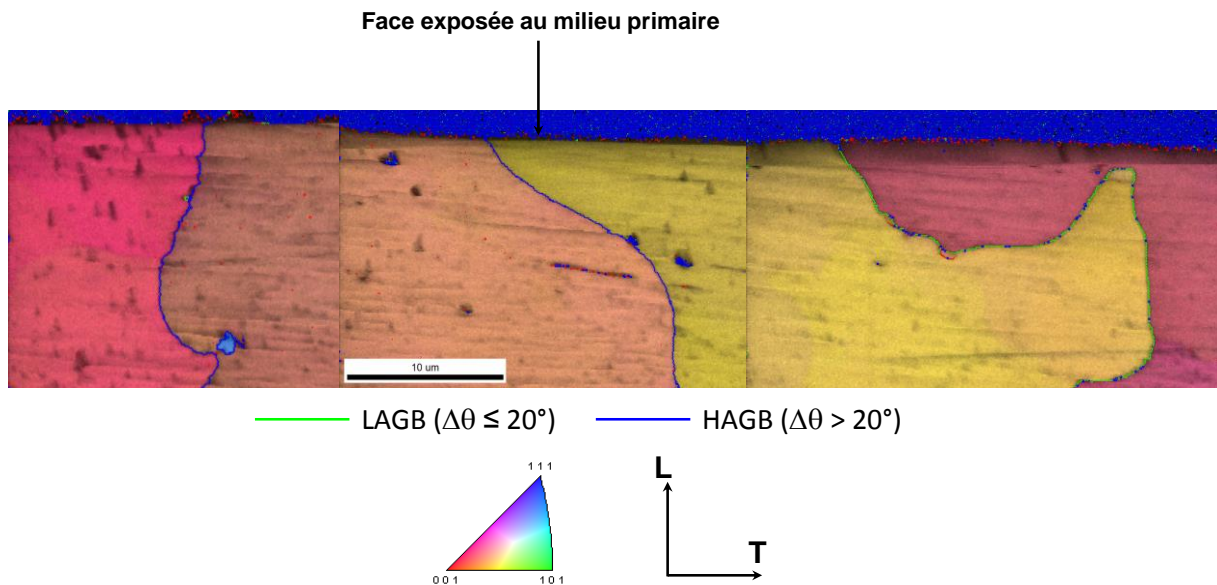


Figure 85 – Figure de pôles inverses (axe : S) acquise le long de la surface de la coupe transverse

Ces analyses permettent d'identifier la nature et la désorientation des différents joints de grains émergeant à la surface de l'échantillon. Les examens ont donné lieu à l'observation de 104 joints de grains généraux (aucun joint de coïncidence n'a été observé) dont 73 joints de grains fortement désorientés et 31 joints de grains faiblement désorientés (le critère de désorientation est rappelé sur la Figure 85).

Les cartographies acquises par EBSD permettent également de visualiser la morphologie des grains émergeants à la surface de l'échantillon ce qui aide à identifier les joints de grains lors des analyses successives EBSD/MEB. Ces derniers ne sont pas forcément perpendiculaires à la sollicitation appliquée, qui est ici horizontale.

Acquisition des micrographies MEB :

Des micrographies MEB (en électrons rétrodiffusés et secondaires) ont été obtenues au niveau des joints de grains, le long de la face supérieure de la coupe transverse comme illustré sur la Figure 86.

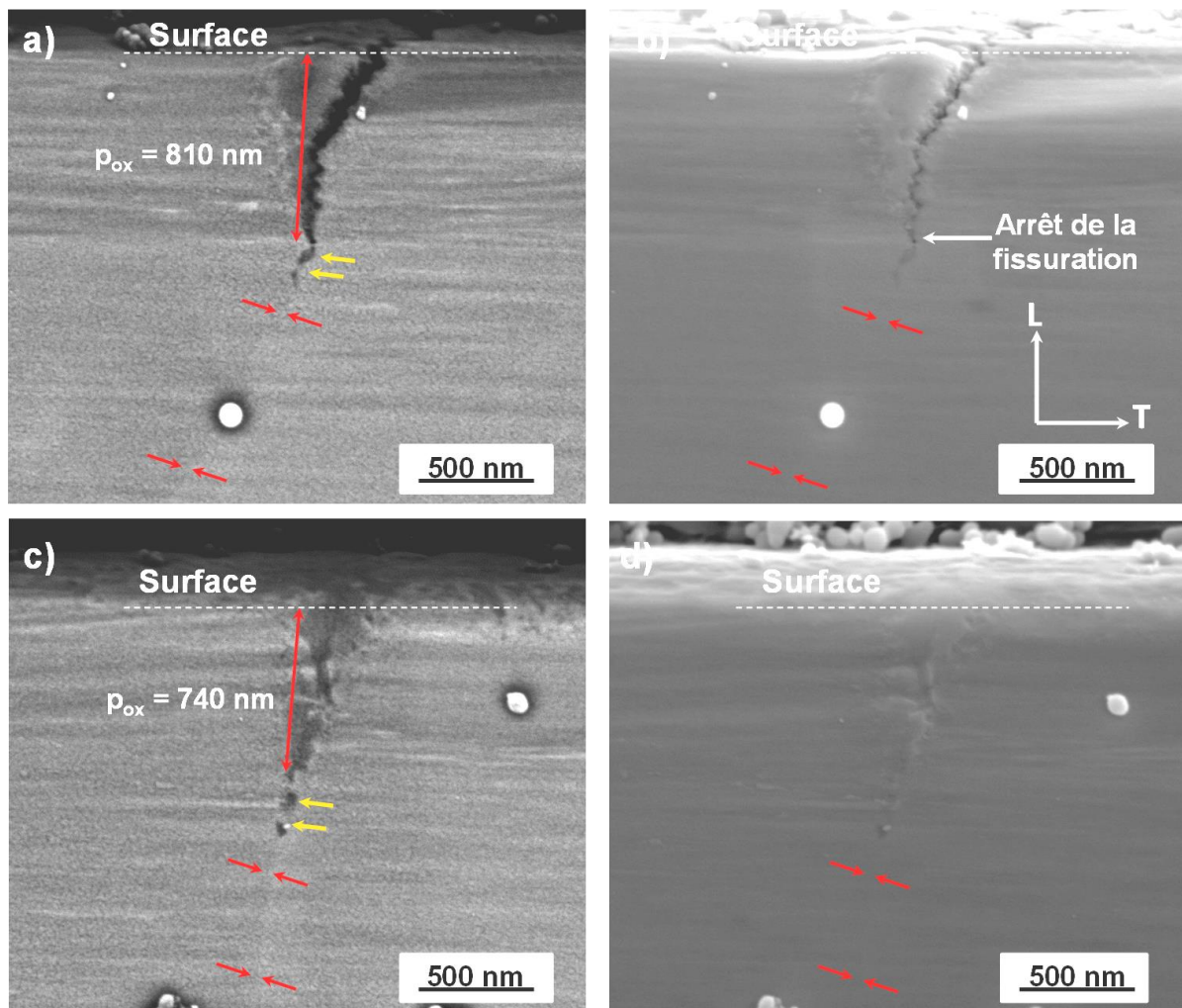


Figure 86 – Micrographies MEB (a) et (c) en mode rétrodiffusé, (b) et (d) en mode secondaire d'une fissure (a-b) et d'une pénétration d'oxyde (c-d) intergranulaires observées le long de la face supérieure de la coupe transverse après une déformation de 6 % – les flèches rouges indiquent la position des joints de grains tandis que les flèches oranges mettent en évidence la position d'éventuels précipités intergranulaires

Ces images MEB ont été utilisées pour évaluer la profondeur de l'oxydation et de la fissuration le long des joints de grains identifiés au cours des inspections par EBSD. Seront considérées par la suite, comme profondeur de pénétration, les longueurs de pénétrations d'oxydes observées ainsi que les longueurs de fissures. La valeur de profondeur d'oxydation est mesurée à partir de la surface de l'échantillon (identifiée via les images en électrons secondaires) jusqu'à la fin de la pénétration d'oxyde intergranulaire (détectée sur les images en électrons rétrodiffusés) comme illustré sur les Figure 86 (a) et (c). L'incertitude de mesure est d'environ +/- 50 nm.

Les valeurs de profondeur d'oxydation qui ont ainsi été évaluées sont de 810 nm sur la Figure 86 (a) et 740 nm sur la Figure 86 (b).

b) Analyse de l'oxydation et de la fissuration intergranulaire

Interaction entre la précipitation intergranulaire et l'oxydation des joints de grains :

Dans un certain nombre de cas (Figure 86), la présence de carbures intergranulaires est observée. Ceux-ci apparaissent avec un contraste légèrement plus sombre que l'oxyde et sont localisés par des

flèches orange en pointe de pénétration de l'oxyde intergranulaire, mais leurs dimensions (quelques dizaines de nm) sont trop petites pour pouvoir espérer faire des analyses chimiques en EDS. Sur 6 joints de grains (sur un total de 104), la pénétration de l'oxyde intergranulaire a été observée le long de précipités ressortant avec un contraste plus clair que la matrice en imagerie rétrodiffusée comme illustré sur la Figure 87.

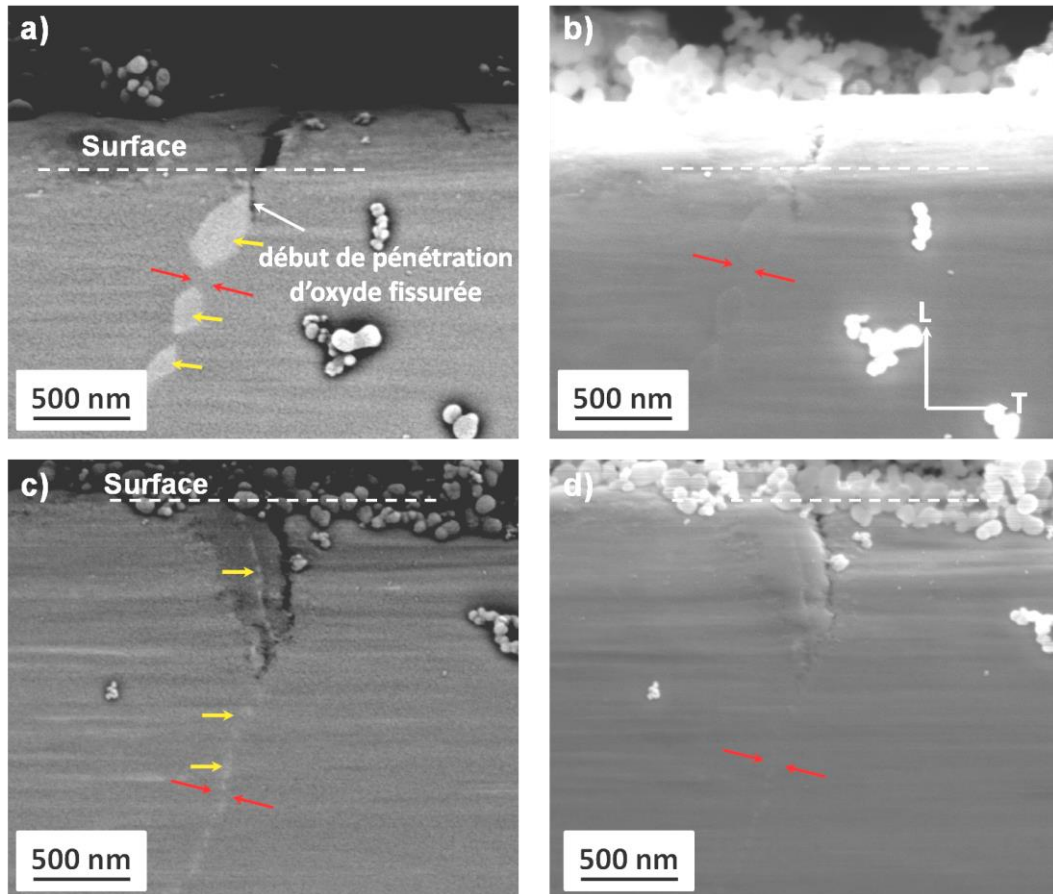


Figure 87 - Micrographies MEB (a) et (c) en mode rétrodiffusé, (b) et (d) en mode secondaire de fissures intergranulaires observées le long de la face supérieure de la coupe transverse après une déformation de 6 % – les flèches rouges indiquent la position des joints de grains tandis que les flèches oranges mettent en évidence la position de précipités intergranulaires

Sur la base des observations présentées sur la Figure 86 et la Figure 87, il apparaît que l'effet des précipités intergranulaires sur la pénétration d'oxyde soit dépendant de leur nature. En effet, la différence de contraste avec la matrice en mode rétrodiffusé semble indiquer la présence de carbures enrichis en éléments plus légers (Figure 86) et plus lourd (Figure 87) que le nickel. Ces résultats sont à corrélés à l'identification de carbures de chrome et de niobium aux joints de grains des soudures en alliage 182 dans le chapitre [matériaux](#). Ces observations devront toutefois être confortées par des analyses supplémentaires.

Analyse de la fissuration et localisation de la zone d'arrêt apparent des fissures :

Les examens réalisés dans la partie centrale de l'éprouvette (épaisseur de 2 mm) ont mis en évidence 33 joints de grains fissurés et 22 non fissurés. Bien que cette région de l'éprouvette présente une localisation de la déformation moindre, 27 joints de grains fissurés (sur un total de 49) ont été observés dans la zone d'épaisseur égale à 3 mm.

Sur la Figure 88, sont illustrés deux cas de fissuration se produisant au niveau de l'interface entre le métal et l'oxyde intergranulaire (Figure 88 (a)) et passant au centre de l'oxyde intergranulaire (Figure 88 (a)). Cette configuration semble toutefois être minoritaire puisque dans la partie centrale de l'éprouvette 24 fissures (sur un total de 33) sont localisées au niveau de l'interface métal/oxyde.

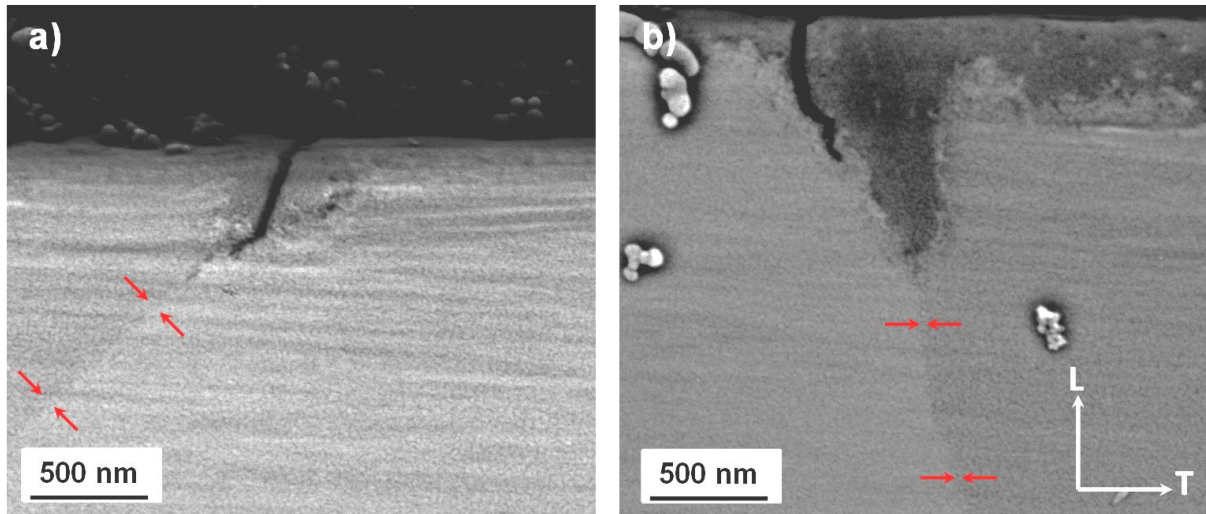


Figure 88 – Micrographies MEB (électrons rétrodiffusés) au niveau de joints de grains oxydés puis fissurés au cours de la traction suivant T (déformation finale : 6 %)

Sur la micrographie de la Figure 88 (b), la fissuration de l'interface métal/oxyde n'est que partielle. Dans la partie centrale de l'éprouvette (épaisseur : 2 mm), ce cas de figure n'a été observé que 5 fois sur les 33 joints de grains fissurés. Dans les autres cas, la fissure va jusqu'au bout de la pénétration d'oxyde intergranulaire. Pour 12 joints fissurés sur un total de 33, il semblerait même que la fissure s'arrête au-delà de la pénétration d'oxyde comme observé sur la Figure 89.

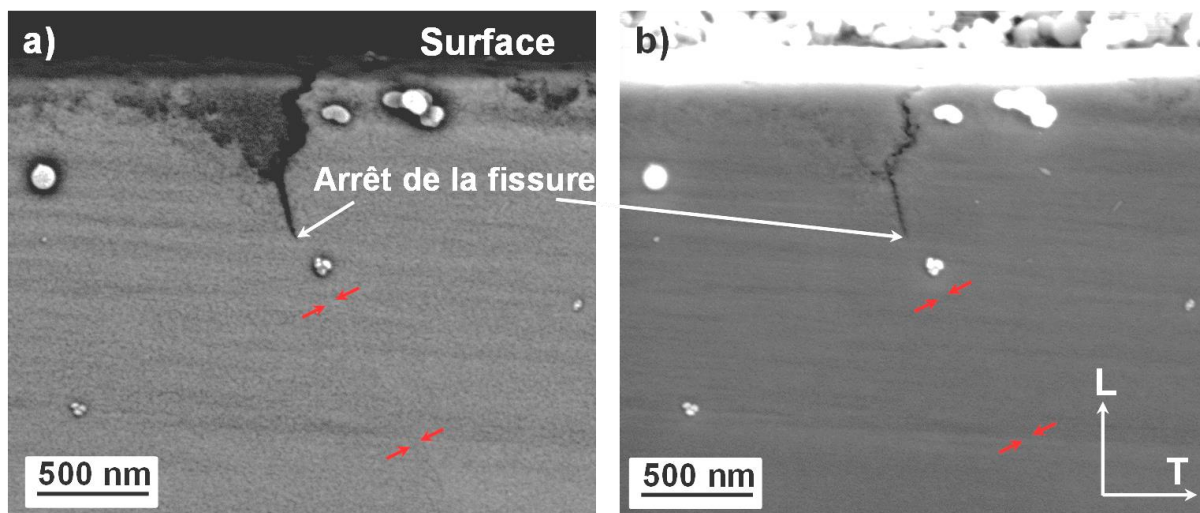


Figure 89 – Micrographies MEB (électrons rétrodiffusés et secondaires) au niveau de joints de grains oxydés (alliage 182 repéré D1054 oxydé 1000 h en milieu primaire REP hydrogéné à 30 cc d'H₂/kg d'H₂O, à une température de 360°C) puis fissurés au cours de la traction suivant T (déformation finale : 6 %)

Nous précisons que les observations au MEB ne permettent pas de disposer d'une résolution suffisante pour clairement distinguer la présence d'une pénétration d'oxyde intergranulaire très fine dans la zone d'arrêt de la fissure. On ne peut donc pas exclure à ce niveau que la rupture s'étende au-delà de la zone oxydée.

De plus, sur l'acier inoxydable 316L, aucune fragilisation des joints de grains en avant de la pénétration d'oxyde n'avait été observé au MET [111]. Des observations réalisées sur un joint de grains prélevé sur une éprouvette oxydée puis déformée macroscopiquement de 5 % ont mis en évidence une fissuration de l'oxyde intergranulaire jusqu'à la pointe de la pénétration puis un émoussement de la fissure sans propagation dans l'alliage lorsque la déformation est poursuivie jusqu'à 10 %.

c) Corrélation entre nature des joints et oxydation intergranulaire

Notre intérêt portera sur l'analyse de la sensibilité à l'oxydation des LAGB par rapport aux HAGB. Il s'agira d'estimer une profondeur d'oxydation critique pour laquelle les joints de grains sollicités en mode I ont fissuré.

Sur la Figure 90 sont représentées les distributions des profondeurs d'oxydation mesurées le long des 73 HAGB et des 31 LAGB de la coupe transverse, ces observations ont été réalisées le long des joints fissurés et non fissurés. La totalité des mesures réalisées sur cet échantillon sont tracées en [Annexe V](#).

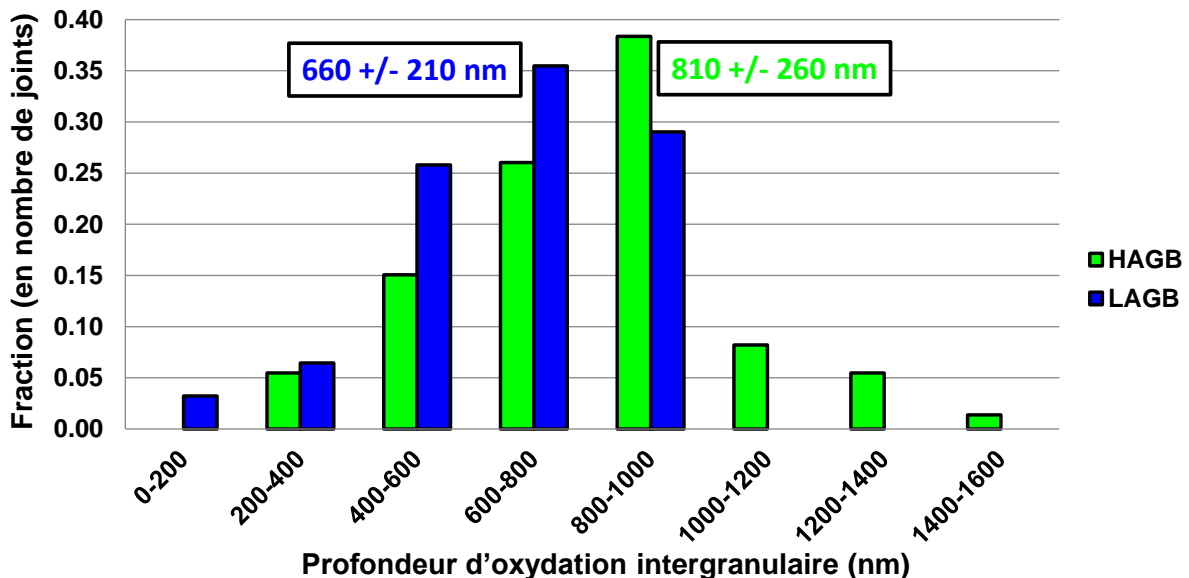


Figure 90 – Distribution des profondeurs d'oxydation intergranulaires mesurées le long des LAGB et des HAGB sur l'éprouvette oxydée 1000 h en milieu primaire REP hydrogéné (30 cc d'H₂/kg d'H₂O) à 360°C

Sur la Figure 90, les distributions de profondeurs d'oxydation le long des LAGB et les HAGB mettent clairement en évidence une profondeur de l'oxyde qui est plus importante le long des joints de grains fortement désorientés par rapport aux joints de grains faiblement désorientés. La gamme des profondeurs d'oxydation pour laquelle la fraction de joints est maximale est plus importante pour les HAGB (800 et 1000 nm) que pour les LAGB (600 et 800 nm), avec des profondeurs d'oxydation moyennes qui sont respectivement de 810 nm et 660 nm.

De plus, on observe une dispersion plus importante des profondeurs d'oxydation intergranulaires le long des HAGB (entre 200 nm et 1600nm). Pour les deux types de joints de grains, les écarts-types évalués sont toutefois comparables ~ 200 nm.

Tous types de joints confondus, la profondeur d'oxydation moyenne observée est de 770 nm (écart-type de 250 nm).

A la vue de ces résultats, on peut penser que les LAGB sont plus résistants à l'oxydation que les HAGB. Or nous avons vu dans le chapitre [matériaux](#) que le taux de couverture des LAGB par les carbures est plus important que celui des HAGB. La littérature montre que la précipitation intergranulaire de carbures de chrome est bénéfique pour la résistance à la CSC des alliages base nickel [112]. On peut donc s'interroger si, dans notre cas, c'est la nature des joints de grains ou la précipitation intergranulaire qui est à l'origine de la meilleure tenue à l'oxydation des LAGB.

d) Corrélation entre profondeur d'oxydation intergranulaire et fissuration des joints

Sur les 55 joints de grains inspectés dans la zone centrale de l'éprouvette, 33 joints présentent des amorces de fissures parmi lesquels on dénombre 7 LAGB et 26 HAGB. Si l'on rapporte au nombre de LAGB et HAGB observés sur la zone analysée il y a donc 37 % des LAGB qui sont fissurés contre 72 % des HAGB. Ce résultat met en évidence une sensibilité plus importante des HAGB à la fissuration.

Afin de savoir si cette plus grande sensibilité à la fissuration est corrélée à une profondeur d'oxydation plus importante, les distributions des profondeurs d'oxydation mesurées le long des joints de grains fissurés et non fissurés situés dans la partie centrale de la coupe transverse sont rapportées sur la Figure 91.

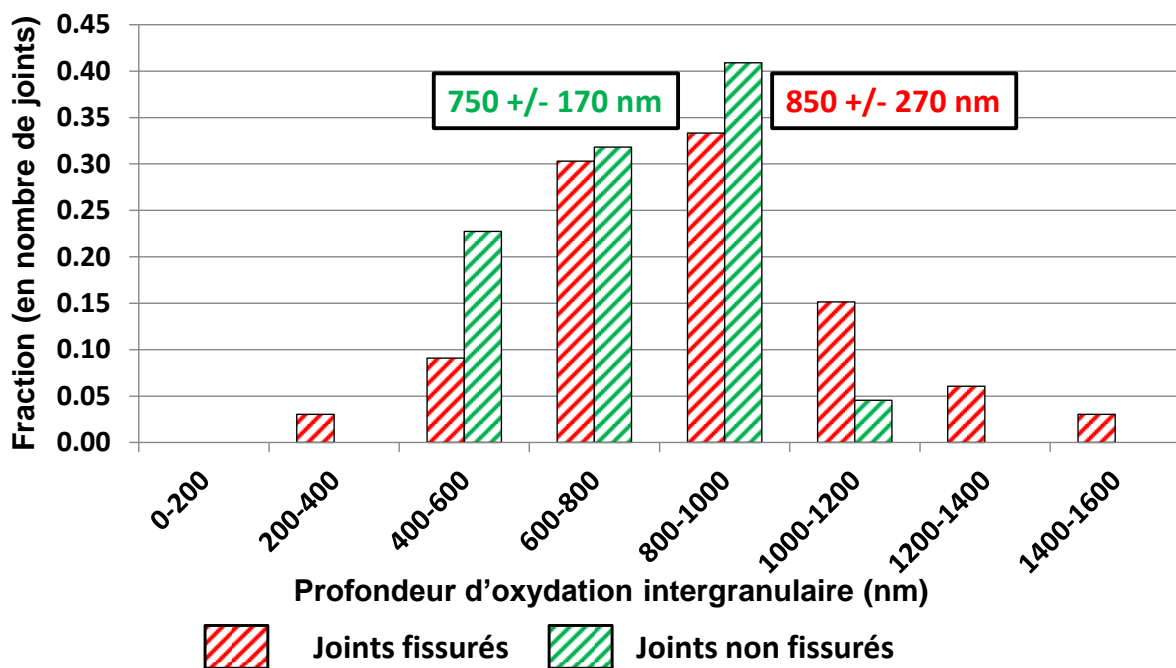


Figure 91 – Distribution des profondeurs d'oxydation intergranulaires mesurées le long des joints de grains fissurés et non fissurés sur l'éprouvette oxydée 1000 h en milieu primaire REP hydrogéné (30 cc d'H₂/kg d'H₂O) à 360°C)

Une pénétration de l'oxyde intergranulaire plus importante a été observée le long des joints de grains fissurés. En effet, comme indiqué sur la Figure 91, la profondeur d'oxydation moyenne est de 850 nm (écart-type : 270 nm) le long des joints fissurés contre 750 nm (écart-type : 170 nm) le long des joints de grains non-fissurés.

Sur la base des joints de grains analysés dans la partie centrale de l'éprouvette, il semble que pour une déformation macroscopique de 6 % et des valeurs de profondeur d'oxydation comprises entre 200 nm et 1200 nm, la fissuration des joints est possible comme le montre la Figure 91. Dans cette

gamme de profondeur d'oxydation, la fissuration ou non des joints de grains serait déterminée par une combinaison entre profondeur de l'oxyde et niveau de contrainte local.

Au-delà d'une profondeur d'oxydation de 1200 nm, seuls des joints de grains fissurés ont été observés ce qui pourrait traduire une pénétration d'oxyde suffisamment profonde pour donner lieu à l'amorçage de fissures quel que soit le niveau de contrainte à proximité du joint.

II) Synthèse des résultats obtenus

Dans ce chapitre a été décrite une expérience visant à faire fissurer des joints de grains préalablement oxydés en milieu primaire. Cette expérience a mis en évidence la fragilisation des joints de grains induite par la pénétration de l'oxyde et pouvant conduire à leur fissuration lors d'une sollicitation en mode I.

Les corrélations entre microstructure, déformation à proximité des joints de grains et fissuration des joints issus des examens de surface au MEB et par EBSD ont permis de montrer que la fissuration intergranulaire n'est observée qu'au-delà d'un seuil de déformation locale de 0,04-0,05 évalué à partir des mesures de champ au niveau des joints de grains.

De plus, il apparaît que la fissuration soit d'autant plus favorisée qu'il y a incompatibilité de la déformation de part et d'autre du joint de grains.

Bien que ces tendances aient été observées sur une surface contenant un nombre de grains et de joints de grains réduits, les résultats sont en accord avec les travaux de West [113] sur les aciers inoxydables 316L irradiés soumis à un essai de traction à vitesse constante (vitesse de déformation : $3 \cdot 10^{-7} s^{-1}$) en eau supercritique à 400°C. Le type de localisation de la déformation est toutefois différent dans notre cas.

Les observations effectuées sur une coupe transverse (sur plus de 100 joints de grains) ont mis en évidence une plus grande sensibilité des HAGB à l'oxydation par rapport aux LAGB.

Il est important de rappeler que la précipitation intergranulaire n'a pas été prise en compte lors de ces analyses. Comme nous l'avons évoqué dans le chapitre de [synthèse bibliographique](#), ce paramètre aurait un impact notable sur l'oxydation des joints de grains, notamment par l'intermédiaire des carbures de chrome intergranulaires pouvant jouer le rôle d'obstacles [47, 112] à la progression de l'oxyde. Or les caractérisations de la précipitation intergranulaire réalisées sur la soudure D1054 ont révélés une précipitation intergranulaire plus abondante le long des LAGB (taux de couverture compris entre 0,3 et 0,5) par rapport aux HAGB (taux de couverture compris entre 0,1 et 0,2). En l'état, il est donc difficile de conclure sur l'origine exacte de la meilleure résistance à l'oxydation des LAGB. A l'avenir des études seront nécessaires pour déterminer si celle-ci est due à la nature du joint ou bien à la densité de précipités.

L'analyse de la fissuration intergranulaire sur coupe transverse qui est présentée à la fin de ce chapitre a montré que la fissuration des joints de grains oxydés pourrait être corrélée à la profondeur d'oxydation critique. D'autres analyses présentées dans ce chapitre semblent mettre en exergue l'effet aggravant d'une incompatibilité de déformation entre grains voisins sur la fissuration des joints oxydés.

Les gradients de déformation entre les grains voisins pourraient favoriser l'augmentation du niveau de contrainte au niveau du joint de grains qui, lorsque celui-ci est suffisamment élevé serait susceptibles de fissurer. Un critère de rupture des joints de grains oxydés défini par la profondeur d'oxydation et le niveau de contrainte local pourrait alors être identifié.

D'après les observations réalisées, la fissuration se produirait principalement à l'interface oxyde/métal. Dans la grande majorité des cas, les fissures s'étendent sur toute la distance couverte par l'oxyde intergranulaire.

Les résultats de ce chapitre mettent en évidence une hétérogénéité des profondeurs d'oxydation le long de tous les joints de grains d'un même échantillon. Dans le [chapitre suivant](#), nous chercherons donc à déterminer l'influence de la précipitation locale, qui peut varier entre les LAGB et les HAGB sur l'oxydation intergranulaire, les observations actuelles ne nous permettant pas de conclure. De plus, une cinétique d'oxydation des joints de grains associée à la profondeur d'oxydation critique sera identifiée. Enfin, nous nous intéresserons à différents paramètres susceptibles de modifier cette cinétique d'oxydation.