COnCOrD GdR 2081
COuplage méCanique Oxydation Diffusion

Etude de l'impact de la déformation plastique induite avant le traitement thermique d'oxydation sur la durabilité de l'acier inoxydable ferritique Fe-22,8Cr-0,4Mn (Crofer 22 APU)

Doctorante : MENOUN Ouardia
Directrice/Directeur de thèse : Jérôme FAVERGEON et Valérie PARRY
Encadrantes : Muriel BRACCINI et Marion RISBET
Unité de recherche : Roberval UTC – SIMaP UGA

LEM LABORATOIRE D'ETUDE DES MICROSTRUCTURES
ONERA THE FRENCH AEROSPACE LAB
ALLIANCE SORBONNE UNIVERSITÉ
utc Recherche Roberval
SIMaP
cnrs
anr
anr agence nationale de la recherche RACCOON

09.10.2025

PROJET ANR RACCOON

RelAtions miCrostructure méCanique OxydatiON

RACCOON

- *Jérôme FAVERGEON*
- *Marion RISBET*

- *Ouardia Menoun*

- *Valérie PARRY*
- *Muriel BRACCINI*

- *Antoine Ruffini*

PROJET ANR RACCOON

RelAtions miCrostructure méCanique OxydatiON

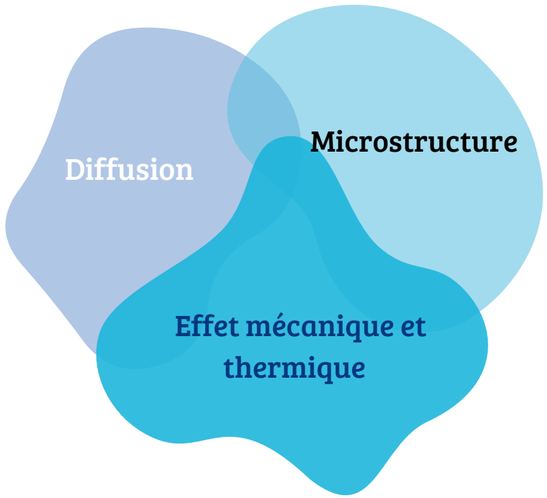
RACCOON

- ***Jérôme FAVERGEON***
- ***Marion RISBET***

- ***Ouardia Menoun***

- ***Valérie PARRY***
- ***Muriel BRACCINI***

- Caractériser les mécanismes fondamentaux à l'origine des modifications induites par le chargement mécanique avant l'oxydation sur la vitesse d'oxydation et la morphologie des couches d'oxyde
- Mettre en relation la microstructure résultant de l'oxydation et les propriétés mécaniques locales



Alliages :

- Fe-25Cr
- Fe-25Cr-1Si
- Fe-22,8Cr0,4Mn

- ***Antoine Ruffini***

- Proposer un modèle numérique qui décrit l'oxydation de systèmes modèles en tenant compte des mécanismes mécano-chimiques sous-jacents

CARACTÉRISATION DE L'ACIER FE–22,8CR0,4MN

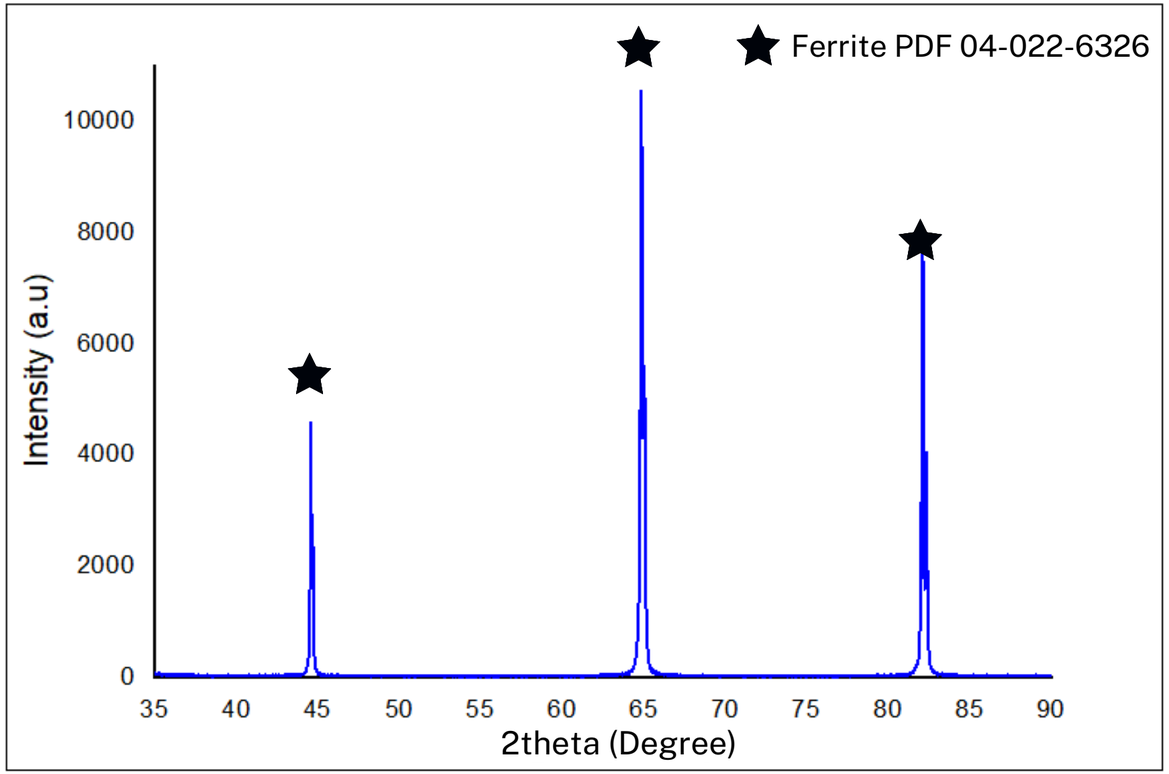


Diagramme DRX de l'acier Crofer 22 APU

Elément	Fe	C	Cr	Mn	Si	Ti	Cu	S	P	Al	La
% massique	Bal.	0,002	22,8	0,45	0,01	0,07	<0,01	<0,002	0,004	0,01	0,09

Composition chimique (%mass) du Crofer 22 APU

CARACTÉRISATION DE L'ACIER FE–22,8CR0,4MN

- Acier BCC ferritique avec une taille de grain de 20µm

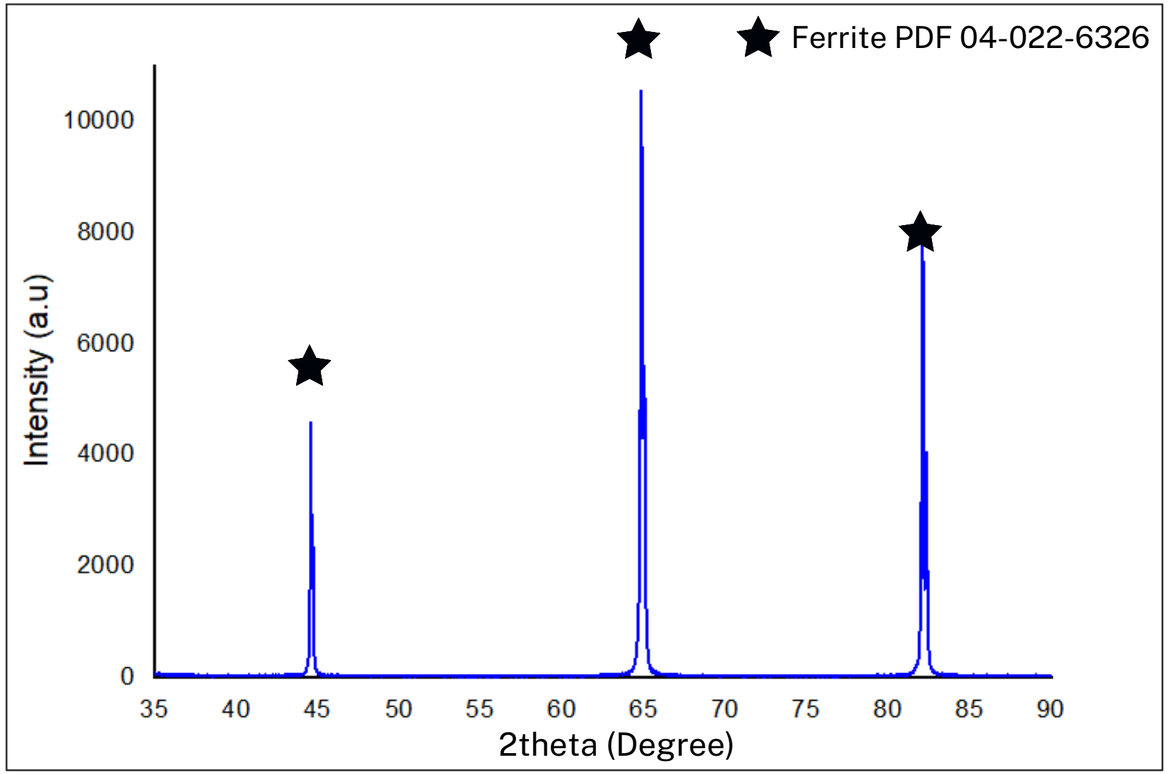
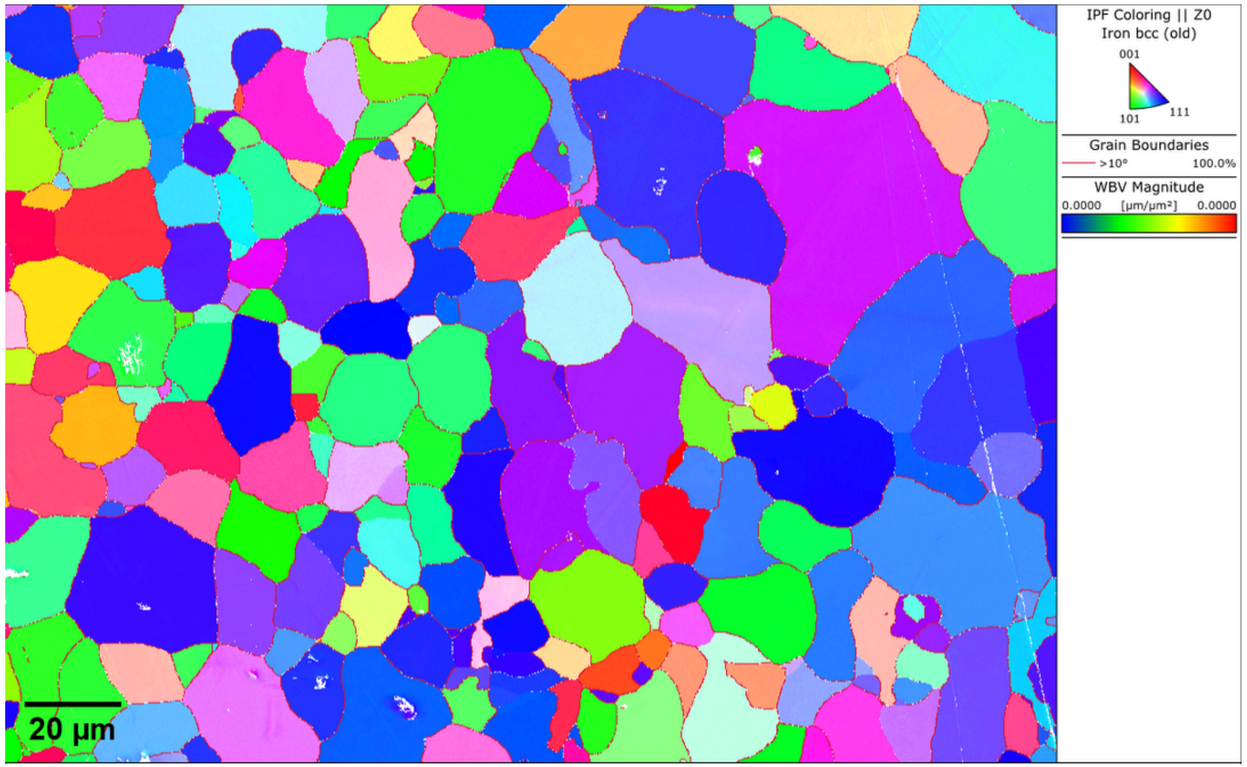


Diagramme DRX de l'acier Crofer 22 APU



Micrographie MEB en mode EBSD : Crofer 22 APU ((Fe-22.8Cr-0.4Mn) après traitement thermique à 850°C pendant une heure

Elément	Fe	C	Cr	Mn	Si	Ti	Cu	S	P	Al	La
% massique	Bal.	0,002	22,8	0,45	0,01	0,07	<0,01	<0,002	0,004	0,01	0,09

Composition chimique (%mass) du Crofer 22 APU

SOMMAIRE

01

Projet ANR et Contexte

02



Matériaux et méthodes

- Caractérisation de l'acier Crofer 22 APU
- **Déformation homogène par essai de traction**
- Conditions d'oxydation

03

Résultats et discussions

- Oxydation avant déformation plastique
- Oxydation après déformation plastique

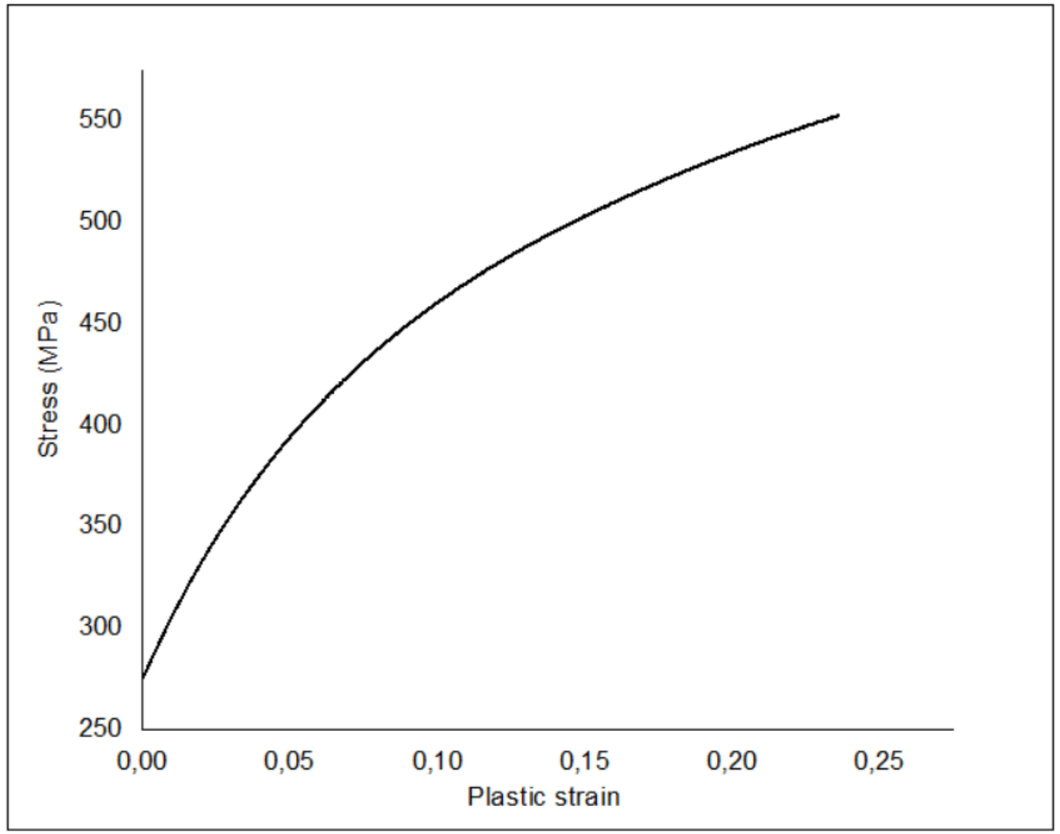
04

Conclusion et Perspectives

DÉFORMATION HOMOGÈNE PAR ESSAI DE TRACTION

Impact de la déformation plastique induite avant le traitement thermique d'oxydation sur la vitesse de diffusion des éléments de l'alliage (vitesse d'oxydation)

Déformation homogène par essai de traction



Courbe contrainte-déformation (domaine plastique) de l'acier Crofer 22 APU

IDENTIFICATION DES MODES D'ÉCROUISSAGE

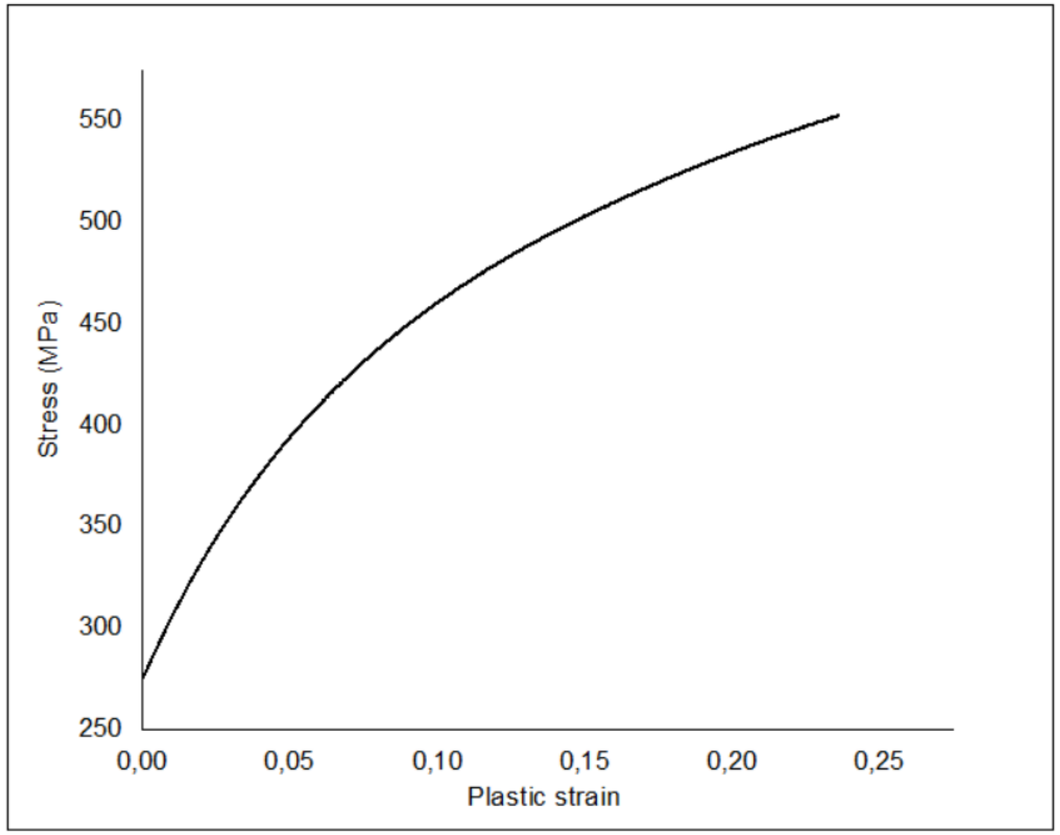
Impact de la déformation plastique induite avant le traitement thermique d'oxydation sur la vitesse de diffusion des éléments de l'alliage (vitesse d'oxydation)

Déformation homogène par essai de traction

Loi d'écrouissage :Voce

$$\sigma = \sigma_0 + \boldsymbol{Q}\left[1 - \exp\left(-\boldsymbol{b}\varepsilon_p\right)\right]$$

$$\frac{d\sigma}{d\varepsilon} = -\boldsymbol{b}(\sigma - \sigma_0 - Q)$$

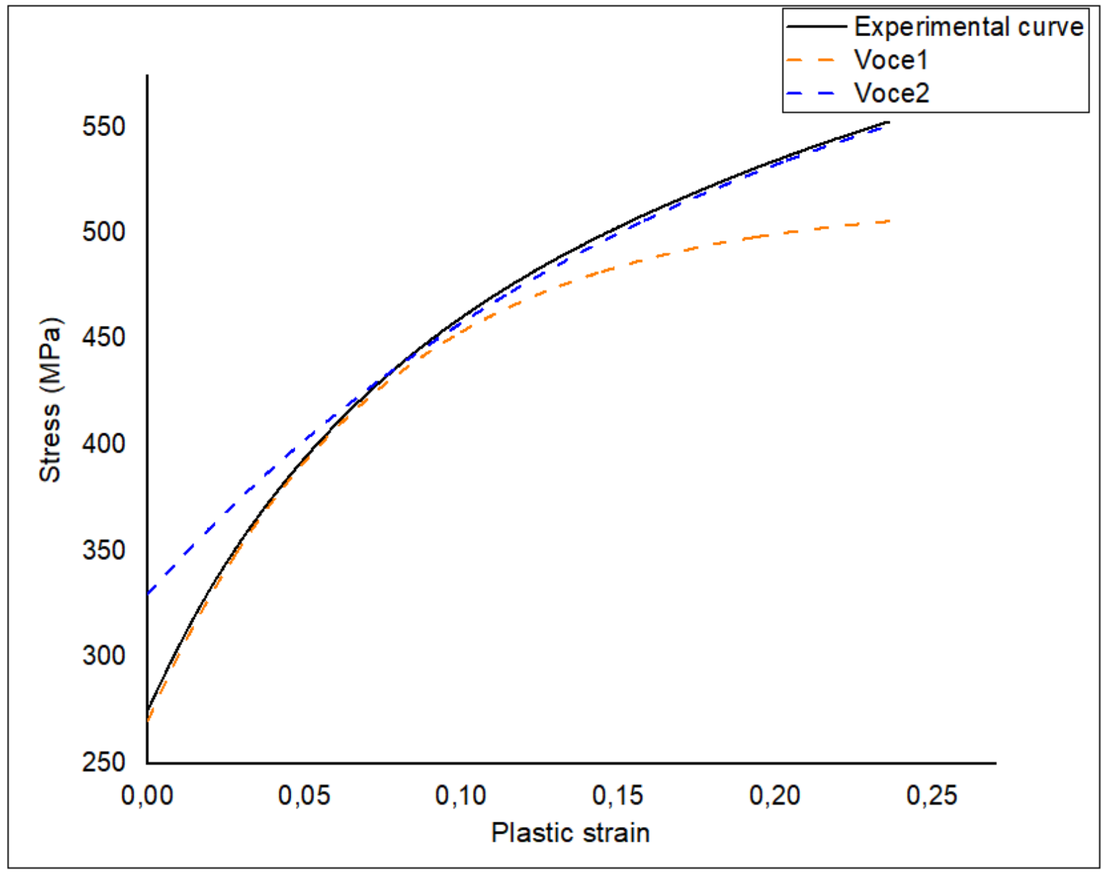


Courbe contrainte-déformation (domaine plastique) de l'acier Crofer 22 APU

IDENTIFICATION DES MODES D'ÉCROUISSAGE

Impact de la déformation plastique induite avant le traitement thermique d'oxydation sur la vitesse de diffusion des éléments de l'alliage (vitesse d'oxydation)

Déformation homogène par essai de traction



Courbes contrainte-déformation (domaine plastique) de l'acier Crofer 22 APU

Loi d'écrouissage :Voce

$$\sigma = \sigma_0 + \boldsymbol{Q}\left[1 - \exp\left(-\boldsymbol{b}\varepsilon_p\right)\right]$$

$$\frac{d\sigma}{d\varepsilon} = -\boldsymbol{b}(\sigma - \sigma_0 - Q)$$

Voce1	$\sigma_{0;1}$ (MPa)	270
	$Q_{0;1}$ (Mpa)	245
	$b_{0;1}$	14
Voce2	$\sigma_{0;2}$ (MPa)	330
	$Q_{0;2}$ (Mpa)	306
	$b_{0;2}$	5

IDENTIFICATION DES MODES D'ÉCROUISSAGE

Impact de la déformation plastique induite avant le traitement thermique d'oxydation sur la vitesse de diffusion des éléments de l'alliage (vitesse d'oxydation)

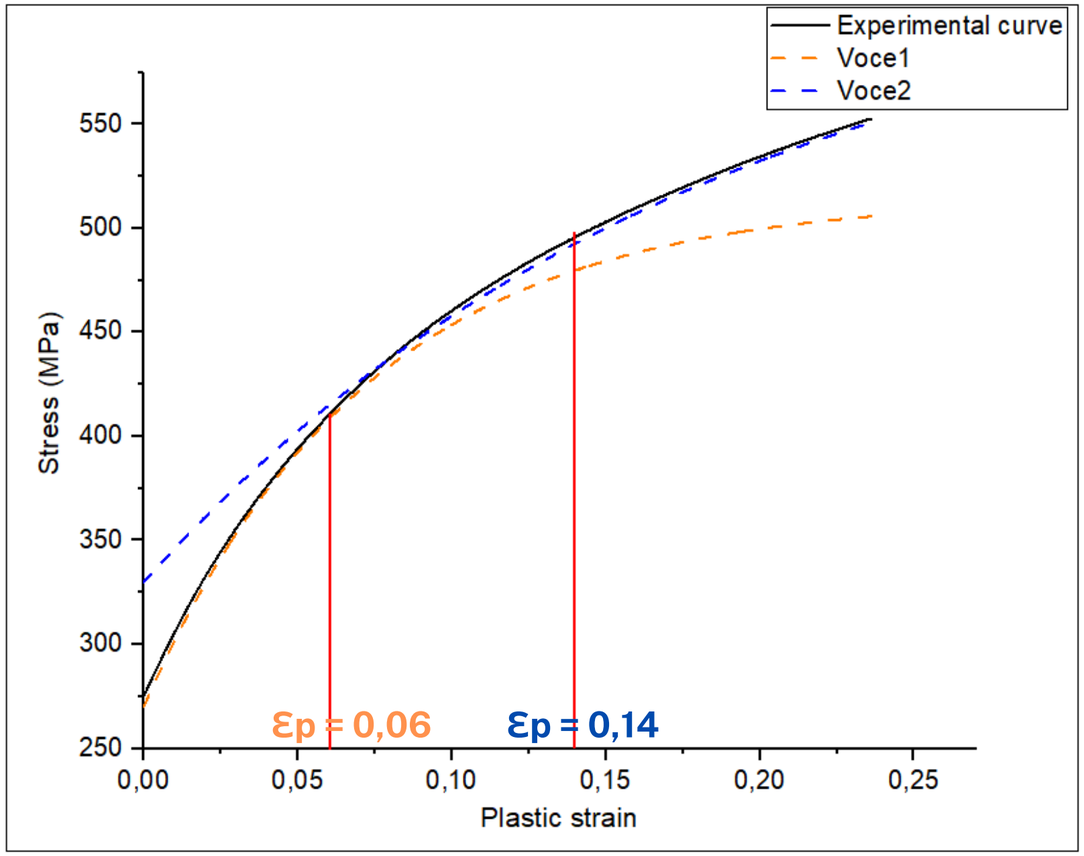
Une déformation homogène par essai de traction à **6%** et **14 % de déformation plastique** avant traitements d'oxydation

Loi d'écrouissage :Voce

$$\sigma = \sigma_0 + \boldsymbol{Q}\left[1 - \exp\left(-\boldsymbol{b}\varepsilon_p\right)\right]$$

$$\frac{d\sigma}{d\varepsilon} = -\boldsymbol{b}(\sigma - \sigma_0 - Q)$$

Voce1	$\sigma_{0;1}$ (MPa)	270
	$Q_{0;1}$ (Mpa)	245
	$b_{0;1}$	14
Voce2	$\sigma_{0;2}$ (MPa)	330
	$Q_{0;2}$ (Mpa)	306
	$b_{0;2}$	5



Courbes contrainte-déformation (domaine plastique) de l'acier Crofer 22 APU

SOMMAIRE

01 Projet ANR et Contexte

02 Matériaux et méthodes

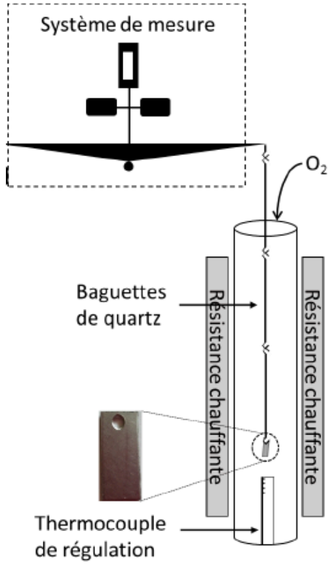
- Caractérisation de l'acier Crofer 22 APU
- **Déformation homogène par essai de traction**
- **Conditions d'oxydation**

03 Résultats et discussions

- Oxydation avant déformation plastique
- Oxydation après déformation plastique

04 Conclusion et Perspectives

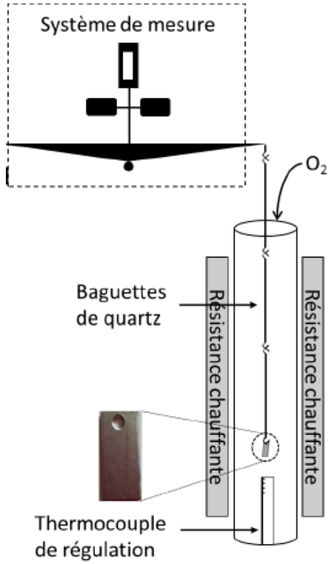
CONDITIONS D'OXYDATION



Suivi continu du gain de masse (TGA)

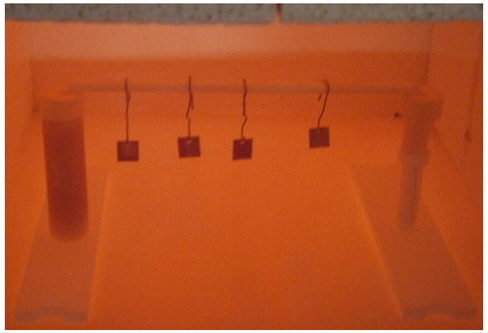
- **820h à 800°C sous air synthétique**
- Prise de masse globale, prenant en compte tous les oxydes formés

CONDITIONS D'OXYDATION



Suivi continu du gain de masse (TGA)

- **820h à 800°C sous air synthétique**
- Prise de masse globale, prenant en compte tous les oxydes formés



Suivi discontinu du gain de masse

- **4h - 2210h à 800°C sous air de laboratoire**
- Suivi des prises de masse et des épaisseurs des couches d'oxydes (coupe transverse) en fonction de la durée d'oxydation.

SOMMAIRE

01

Projet ANR et Contexte

02

Matériaux et méthodes

- Caractérisation de l’acier Crofer 22 APU
- Déformation homogène par essai de traction
- Conditions d’oxydation

03



Résultats et discussions

- **Oxydation avant déformation plastique**
- Oxydation après déformation plastique

04

Conclusion et Perspectives

FE–22,8CR0,4MN NON DÉFORMÉ 800°C–820 HEURES

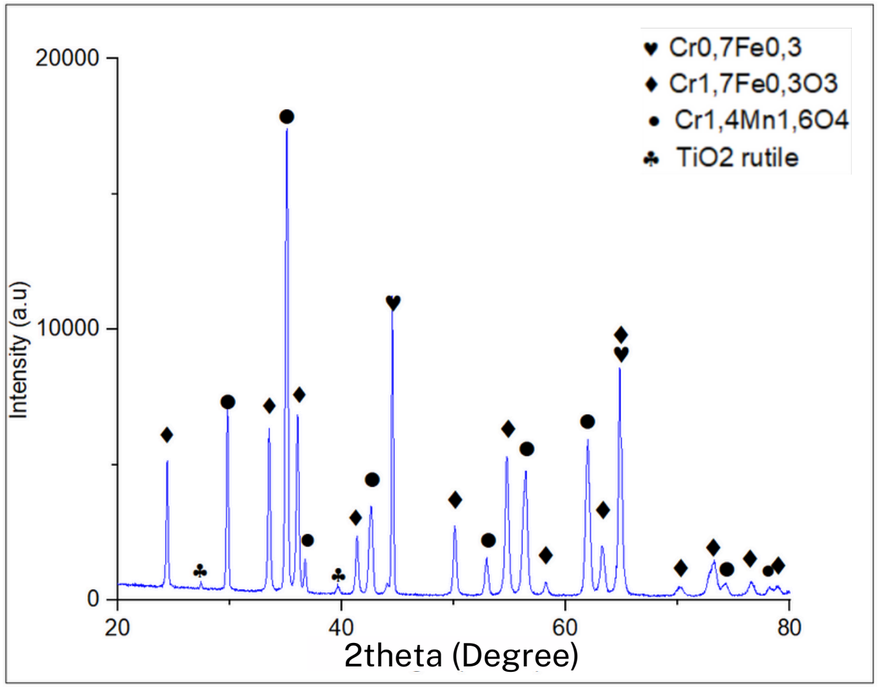
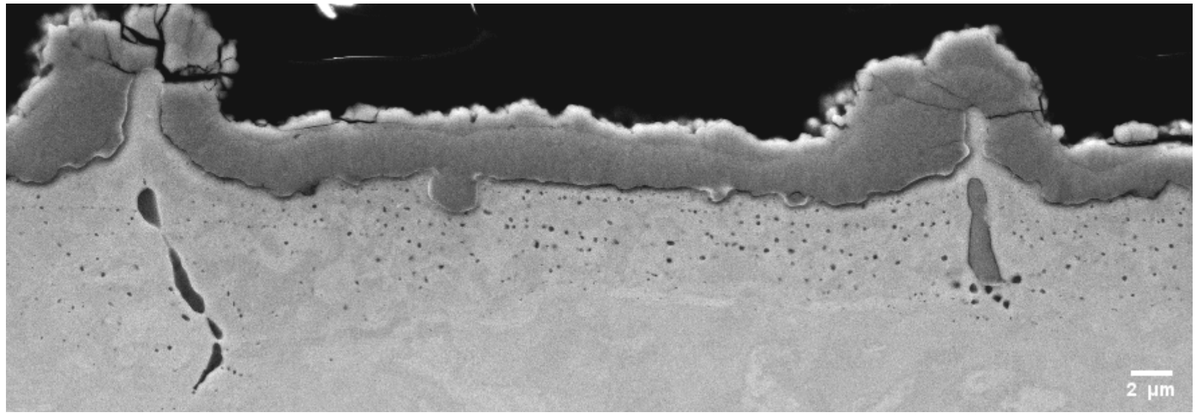
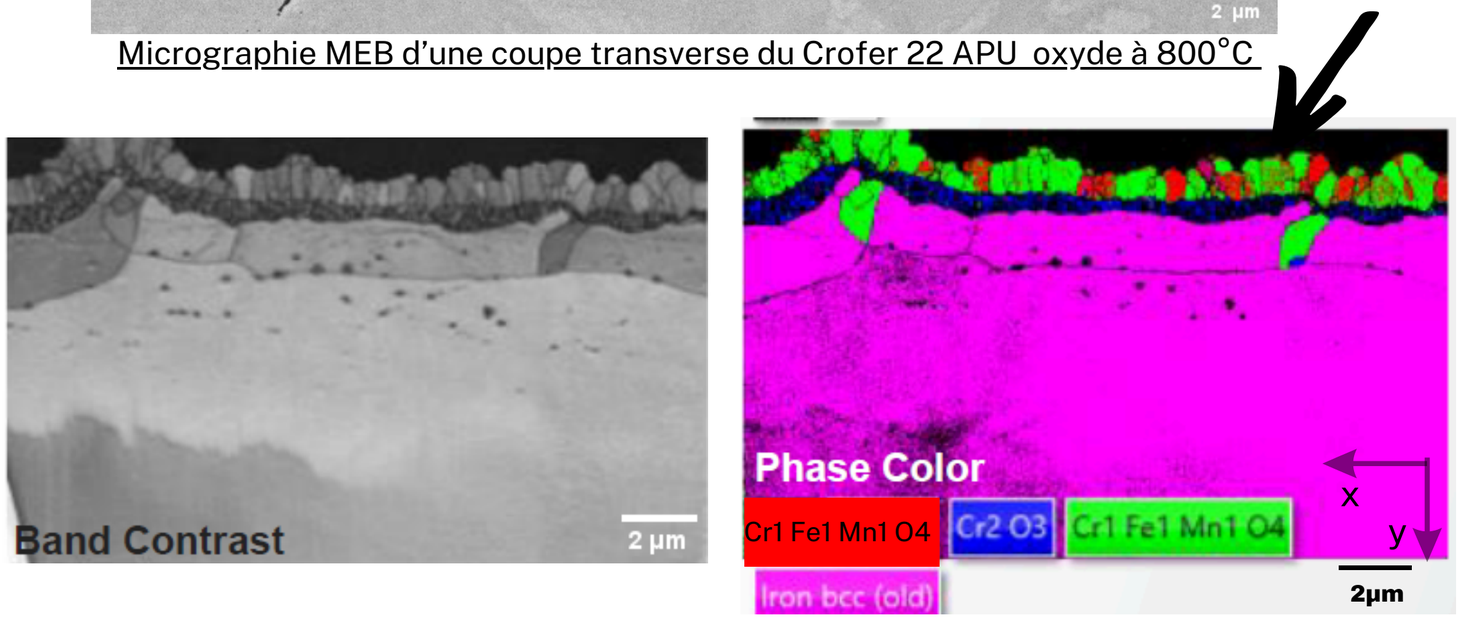


Diagramme DRX de l'acier Crofer 22 APU après oxydation à 800°C durant 820 h

- La spinelle se développe au-dessus de la couche de chromine



Micrographie MEB d'une coupe transverse du Crofer 22 APU oxyde à 800°C



Analyses TKD d'une coupe transverse du Crofer 22 APU oxyde à 800°C durant 820h (MEB FIB de ThermoFisher)

FE–22,8CR0,4MN NON DÉFORMÉ 800°C–820 HEURES

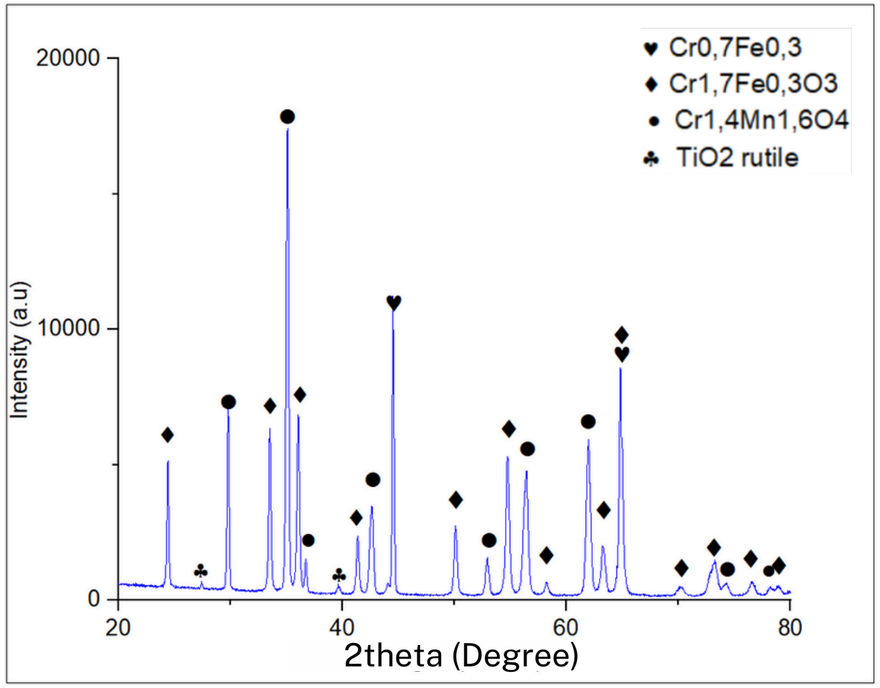
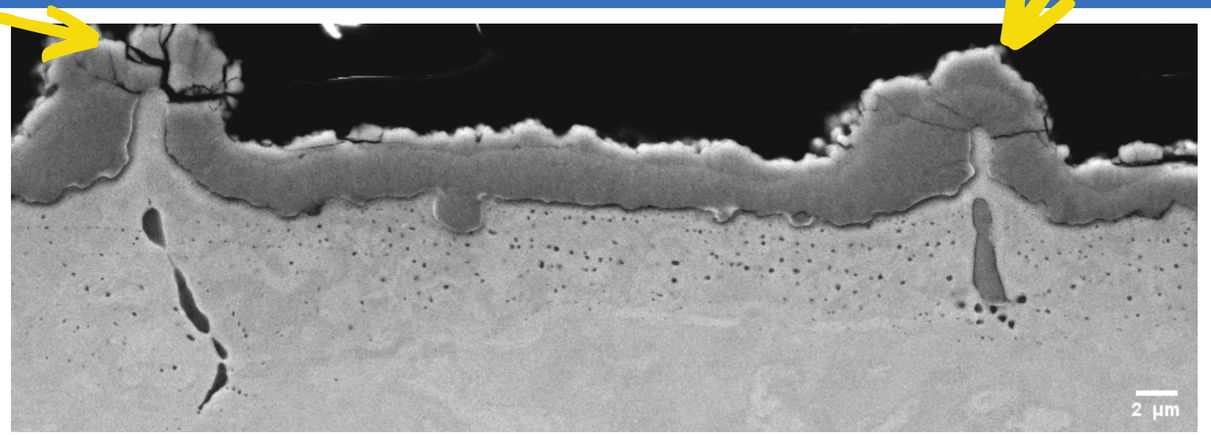
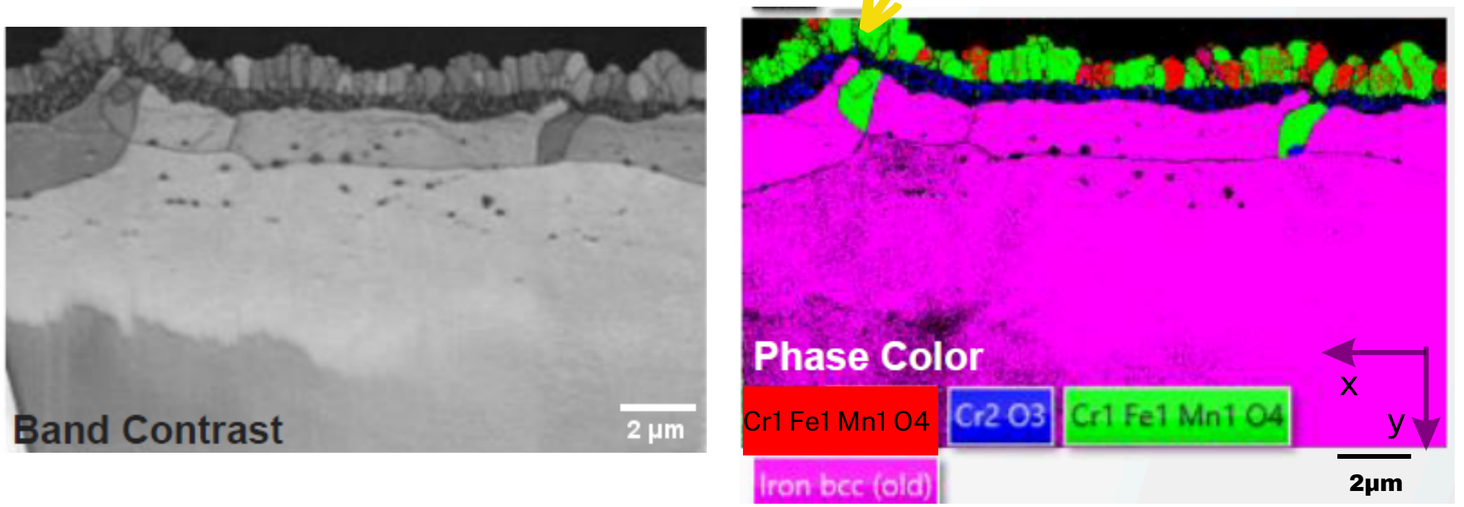


Diagramm DRX de l'acier Crofer 22 APU après oxydation à 800°C durant 820 h



Micrographie MEB d'une coupe transverse du Crofer 22 APU oxydé à 800°C

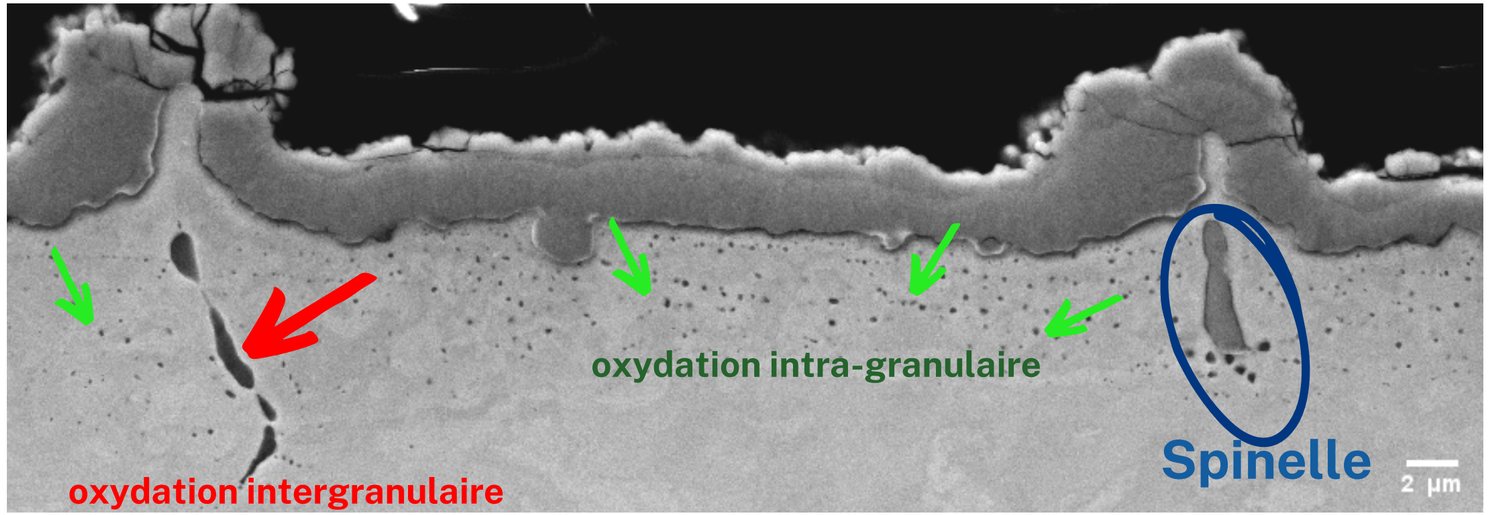


Analyses TKD d'une coupe transverse du Crofer 22 APU oxyde à 800°C durant 820h (MEB FIB de ThermoFisher)

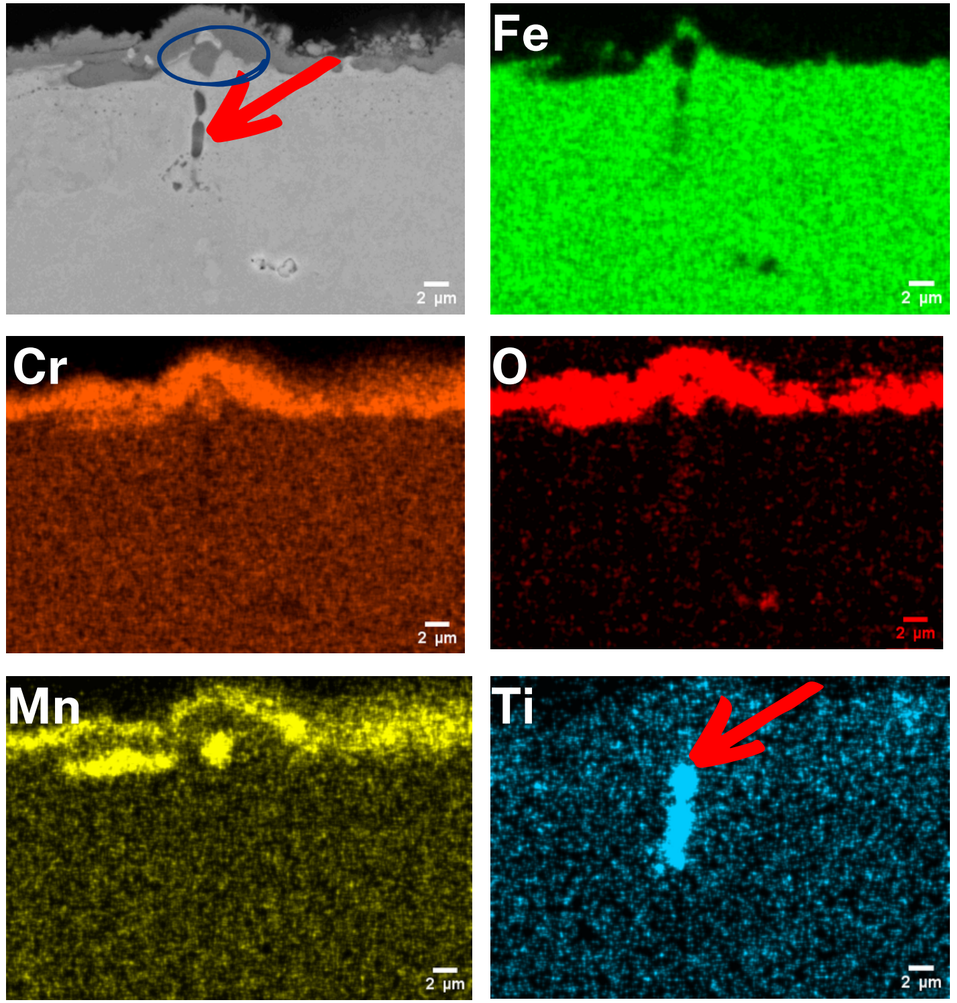
- La spinelle se développe au-dessus de la couche de chromine
- Surépaisseurs d'oxyde $(CrMn)_3O_4$ au niveau des joints de grains

FE–22,8CR0,4MN (CROFER22 APU) NON DÉFORMÉ

- Oxydation intergranulaire et intra-granulaire (oxydes de titane)
- Poches de spinelle dans le substrat



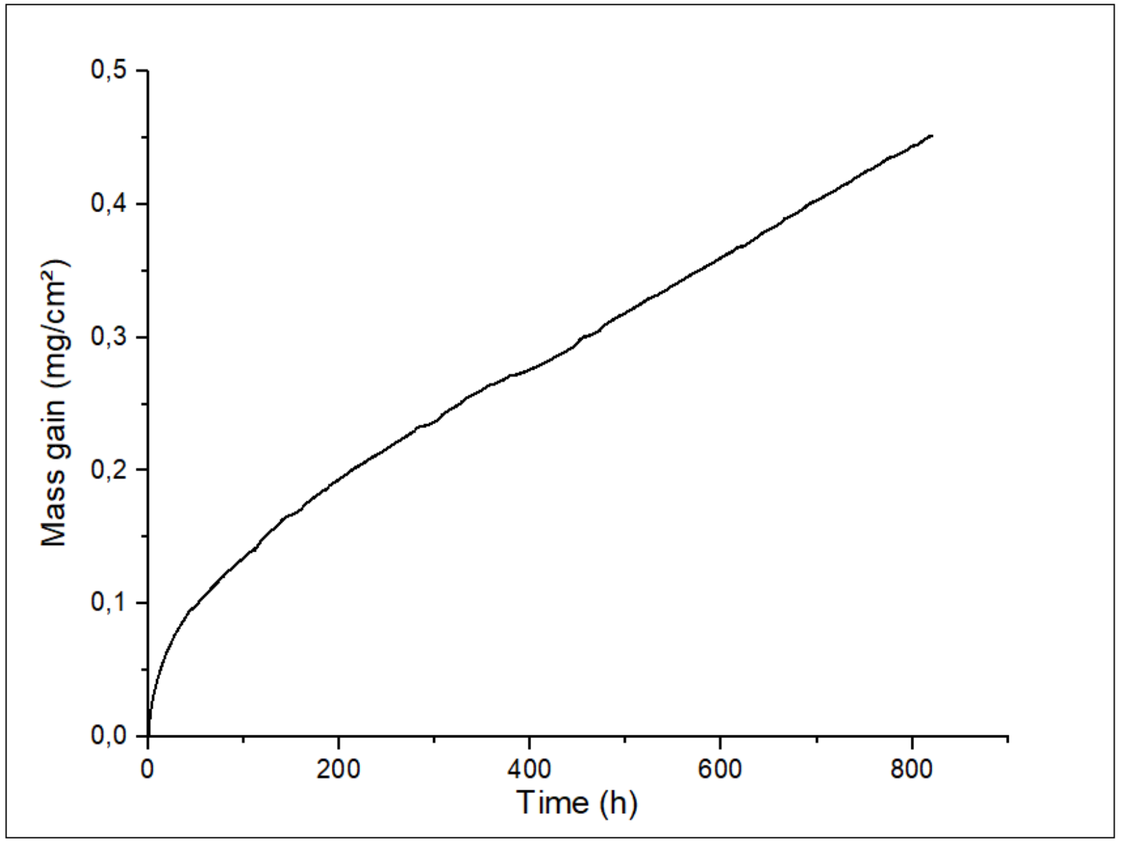
Micrographie MEB d'une coupe transverse du Crofer 22 APU oxyde à 800°C



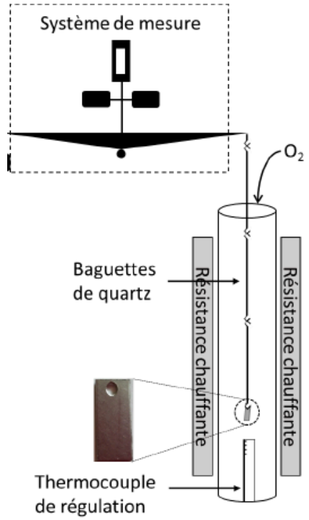
Analyse EDX de la coupe transverse de l'acier Crofer 22 APU oxydé à 800°C durant 1464h

FE–22,8CR0,4MN NON DÉFORMÉ 800°C–820 HEURES

- Suivi continu du gain de masse (TGA) : **800°C pendant 820 heures**
- 2 régimes paraboliques



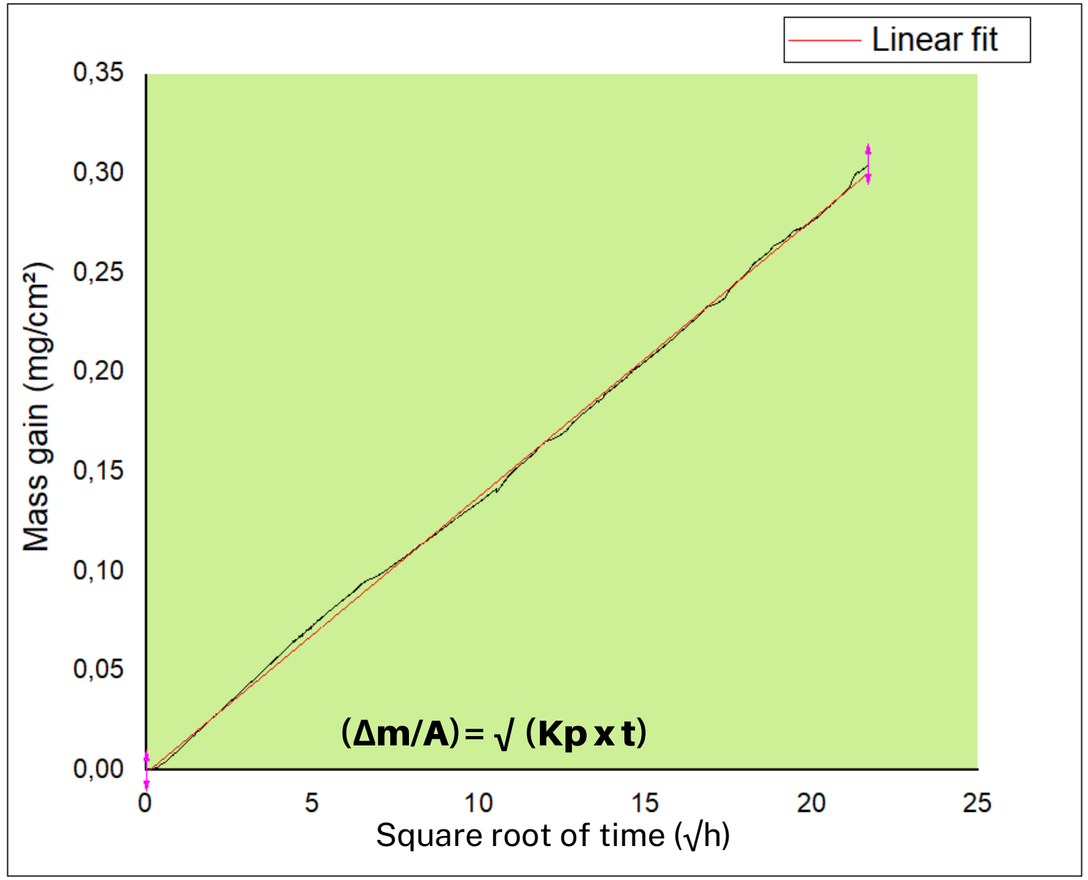
Résultat du test thermogravimétrique de l'acier Crofer 22 APU (800°C durant 820h)



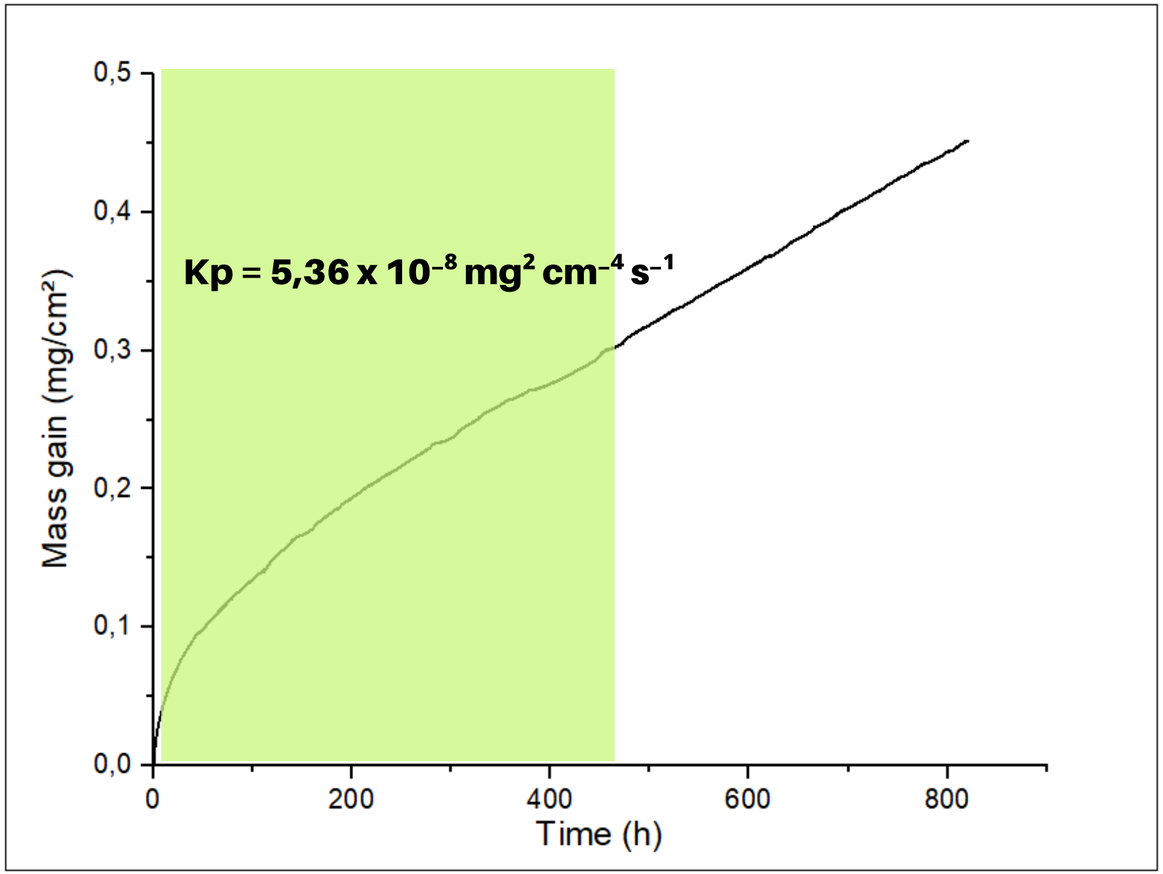
CINÉTIQUE D'OXYDATION DE L'ACIER FE–22,8CR0,4MN

Constante de vitesse parabolique Kp :

1. Premier régime : jusqu'à 470 heures



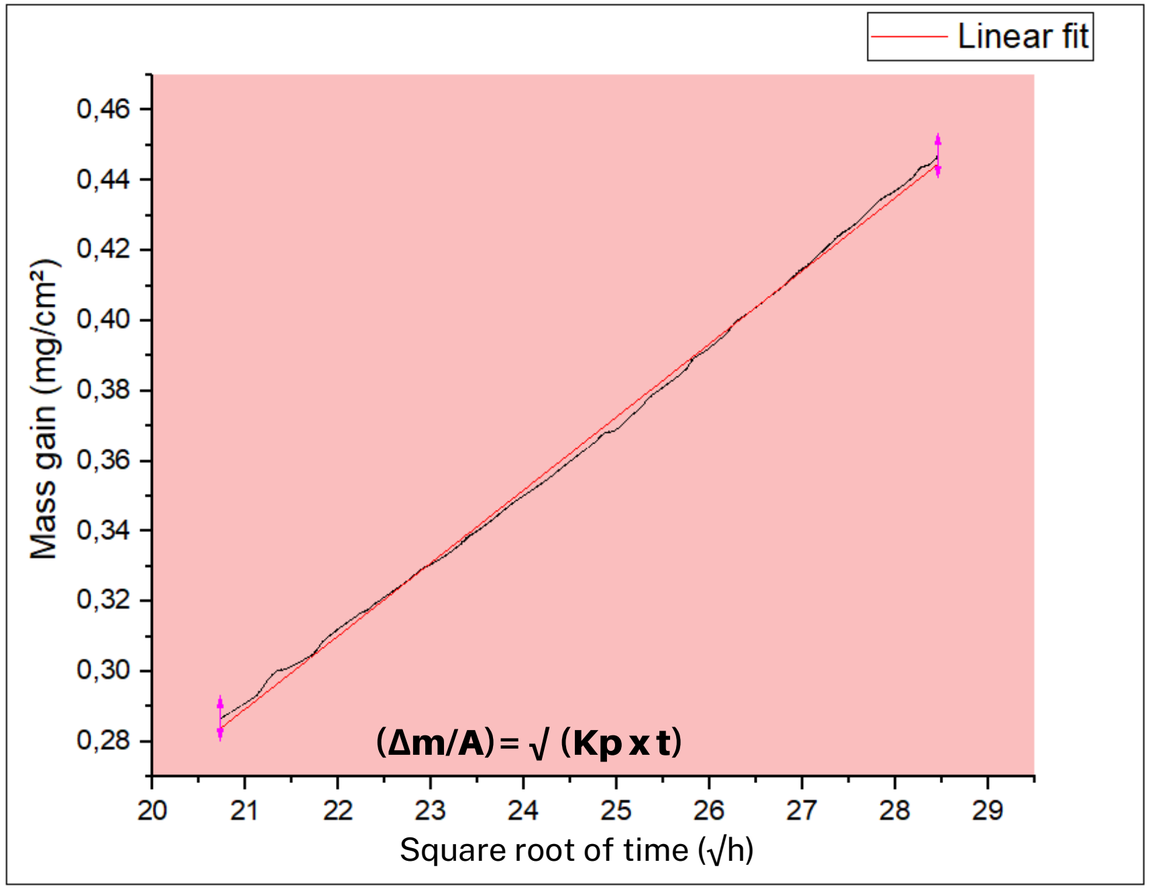
Représentation du gain de masse en fonction de la racine carrée du temps de 0 à470h Crofer 22 APU oxydé en TGA (800°C durant 820h)



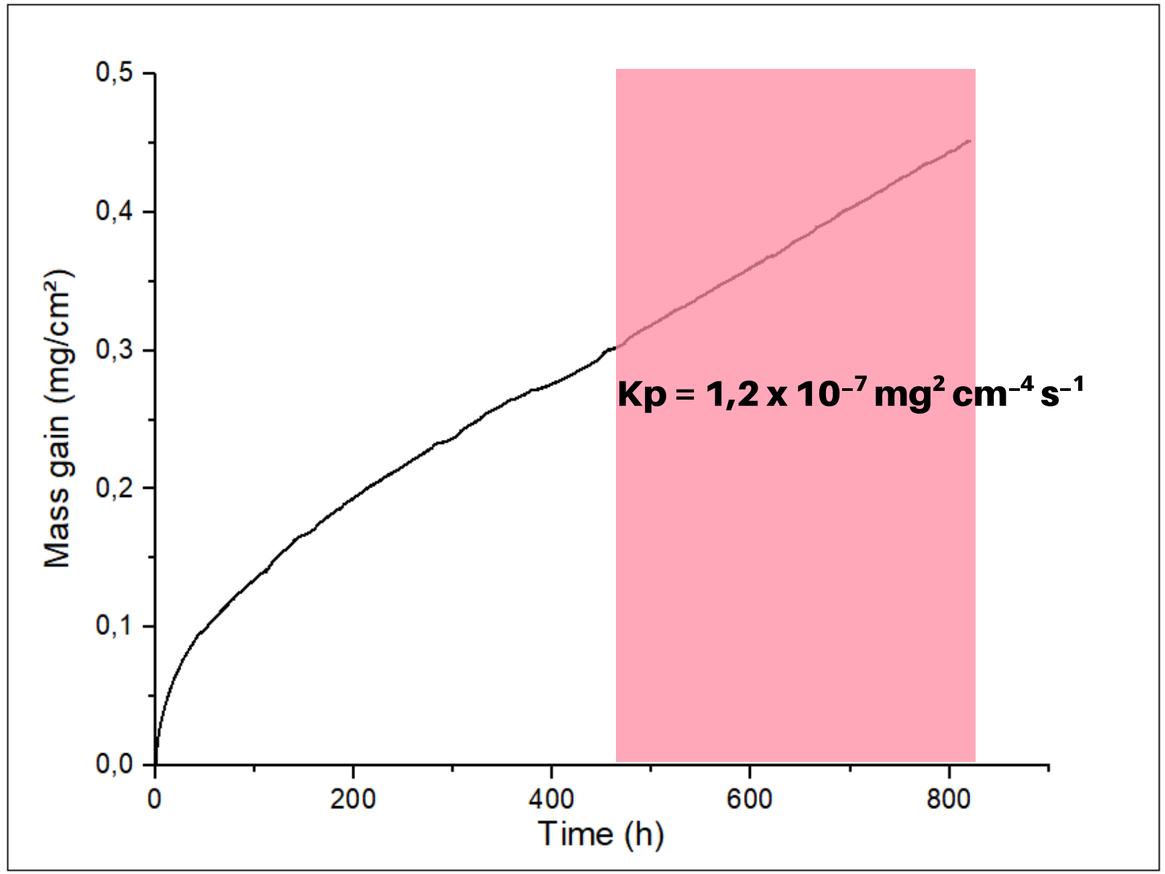
Résultat du test thermogravimétrique de l'acier Crofer 22 APU (800°C durant 820h)

CINÉTIQUE D'OXYDATION DE L'ACIER FE–22,8CR0,4MN

Constante de vitesse parabolique Kp : 2. Deuxieme régime : à partir de 470 heures



Représentation du gain de masse en fonction de la racine carrée du temps de de 470h à 820h Crofer 22 APU oxydé en TGA (800°C durant 820h)



Résultat du test thermogravimétrique de l'acier Crofer 22 APU (800°C durant 820h)

CINÉTIQUE D'OXYDATION DE L'ACIER FE–22,8CR0,4MN

Article : Thermal degradation mechanism of ferritic alloy (Crofer 22 APU)
Mansoo Park et al; Corrosion Science 134 (2018) 17-22

Le mécanisme d'oxydation de l'acier Crofer 22 APU se divise en 2 étapes

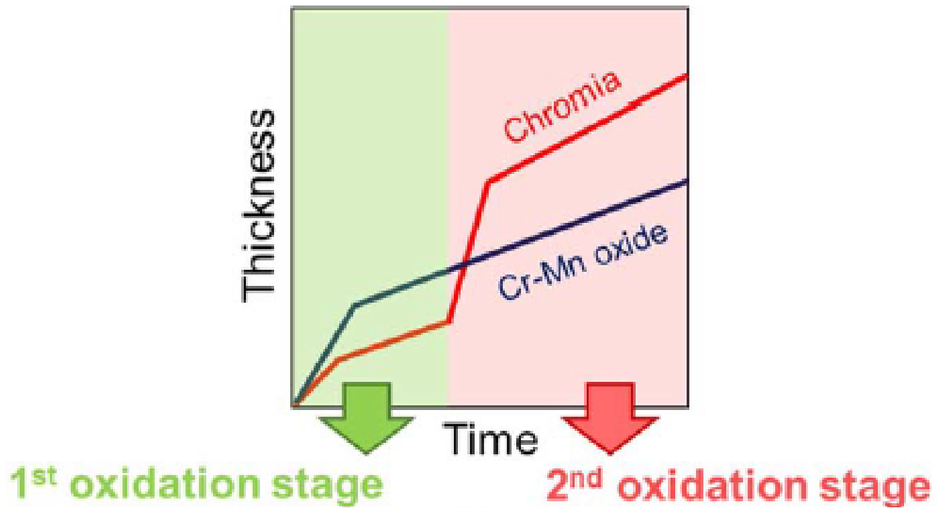
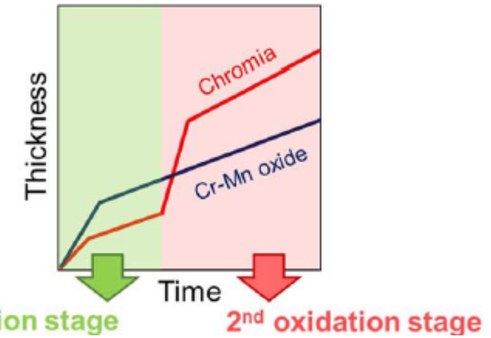


Schéma illustrant le comportement thermique des couches d'oxydes lors de l'oxydation de l'acier Crofer 22 APU.
Source : Mansoo Park et al; Corrosion Science 134 (2018) 17-22

CINÉTIQUE D'OXYDATION DE L'ACIER FE–22,8CR0,4MN

2 régimes d'oxydation : Article : Thermal degradation mechanism of ferritic alloy (Crofer 22 APU)

Mansoo Park et al; Corrosion Science 134 (2018) 17-22



Premier régime :

- Croissance rapide d'une couche de spinelle riche en Mn supprime le développement ultérieur de la chromine en empêchant son exposition à l'oxygène atmosphérique
- Croissance lente de la chromine grâce à l'oxygène présent dans la spinelle

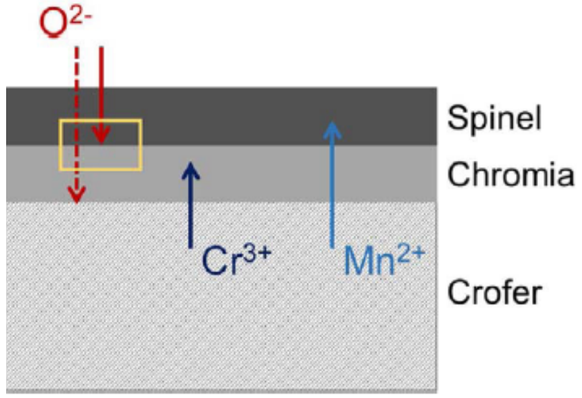
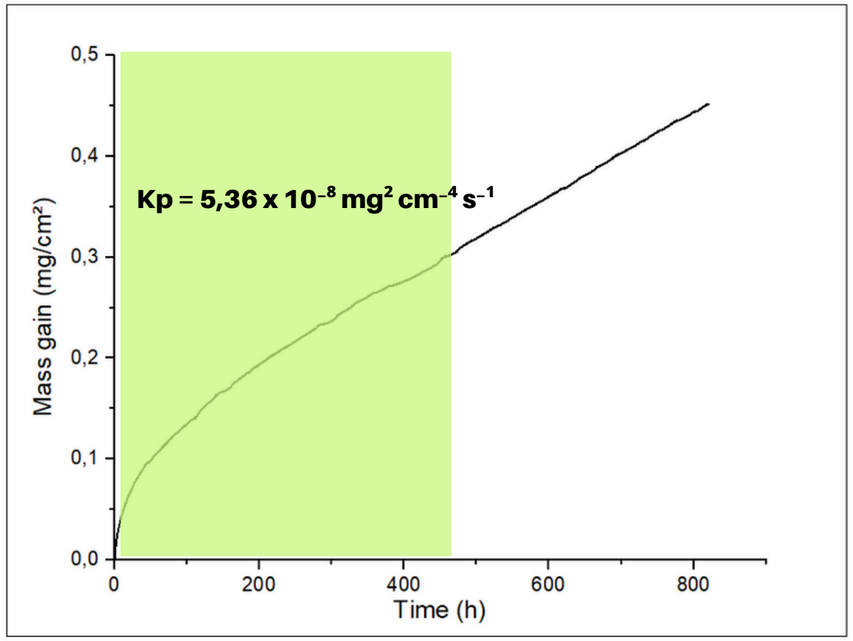


Schéma illustrant la diffusion des ions Mn, Cr et O lors de l'oxydation

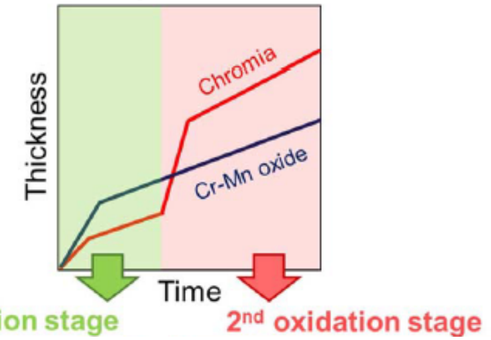


Résultat du test thermogravimétrique de l'acier Crofer 22 APU (800°C durant 820h)

CINÉTIQUE D'OXYDATION DE L'ACIER FE–22,8CR0,4MN

2 régimes d'oxydation : Article : Thermal degradation mechanism of ferritic alloy (Crofer 22 APU)

Mansoo Park et al; Corrosion Science 134 (2018) 17-22



2 -ème régime :

- Croissance brusque de la chromine due à l'oxygène additionnel qui pénètre dans la couche spinelle, et se stabilise par la suite.
- La couche de spinelle croît progressivement sans changement brusque.

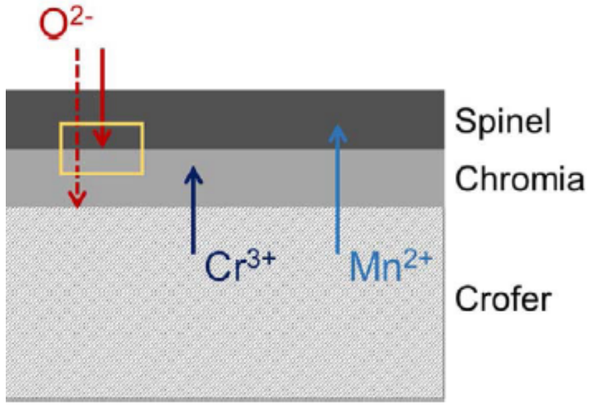
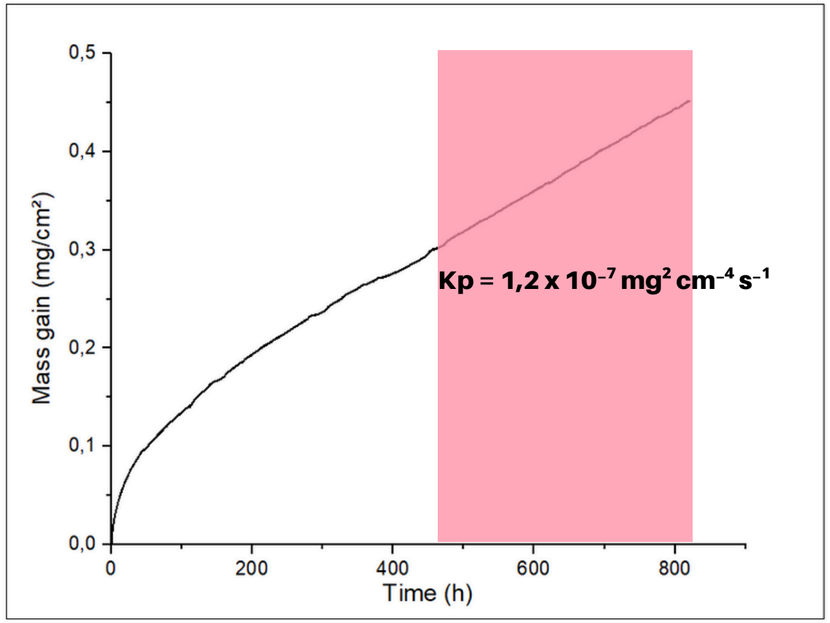


Schéma illustrant la diffusion des ions Mn, Cr et O lors de l'oxydation



Résultat du test thermogravimétrique de l'acier Crofer 22 APU (800°C durant 820h)

SOMMAIRE

01

Projet ANR et Contexte

02

Matériaux et méthodes

- Caractérisation de l’acier Crofer 22 APU
- Déformation homogène par essai de traction
- Conditions d’oxydation

03



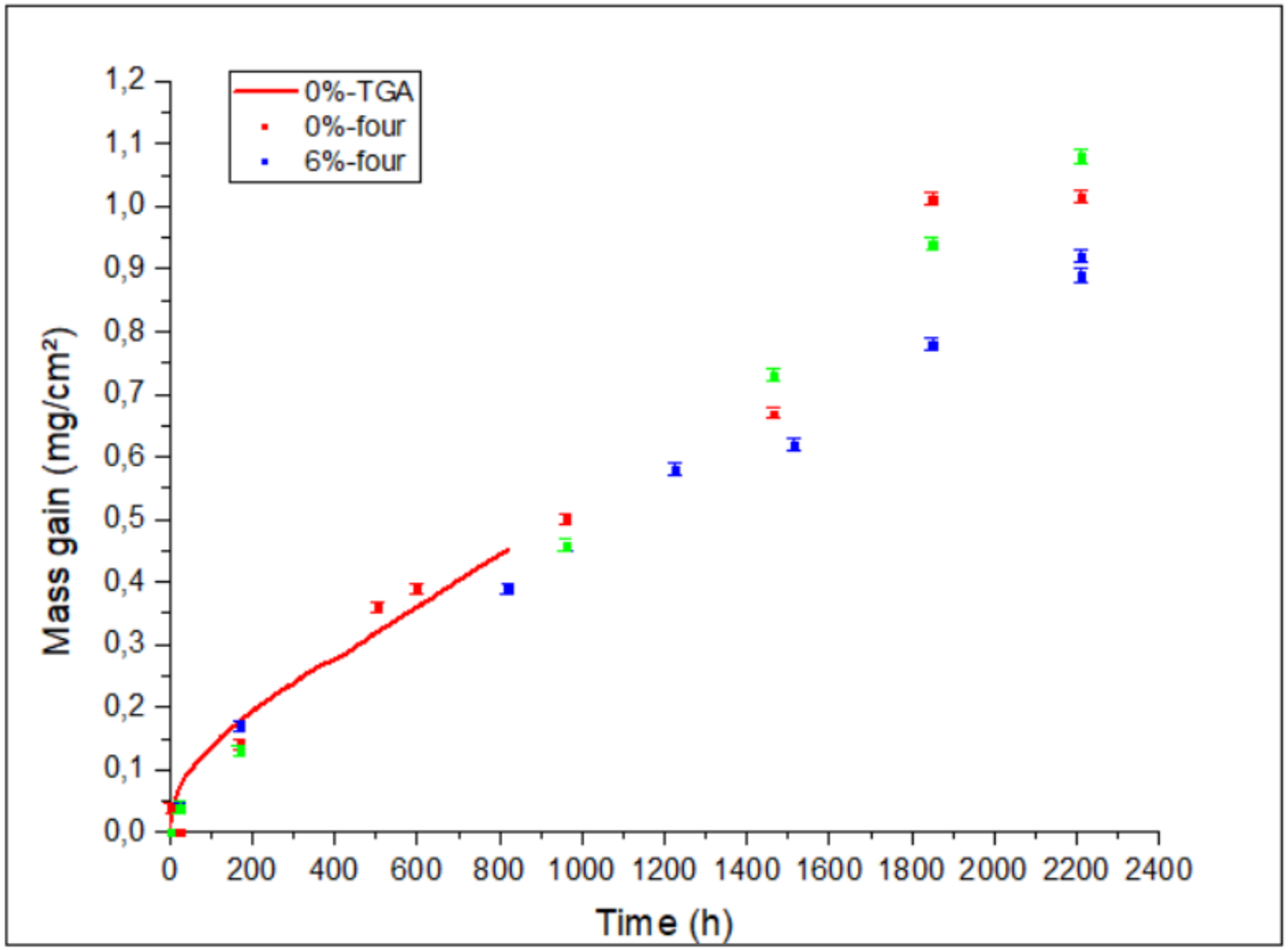
Résultats et discussions

- Oxydation avant déformation plastique
- **Oxydation après déformation plastique**

04

Conclusion et Perspectives

CROFER 0%, 6% ET 14% OXYDÉS ENTRE 24–2210 HEURES À 800°C : SUIVI DES PRISES DE MASSE



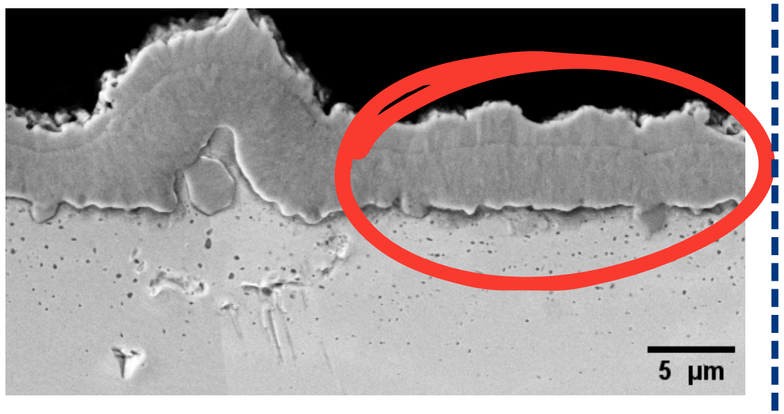
Résultats du test thermogravimétrique et des tests d'oxydation en four à moufle pour les échantillons Crofer non déformés et déformés à 6 et 14% de déformation plastique

- A partir de **1849h**, prise de masse plus importante du crofer non déformé (0%) et du crofer à 14% de déformation plastique contrairement au crofer à 6% de déformation plastique

Prise en compte de tous les oxydes (le gain de masse se réfère à la quantité d'oxygène qui diffuse dans l'échantillon)

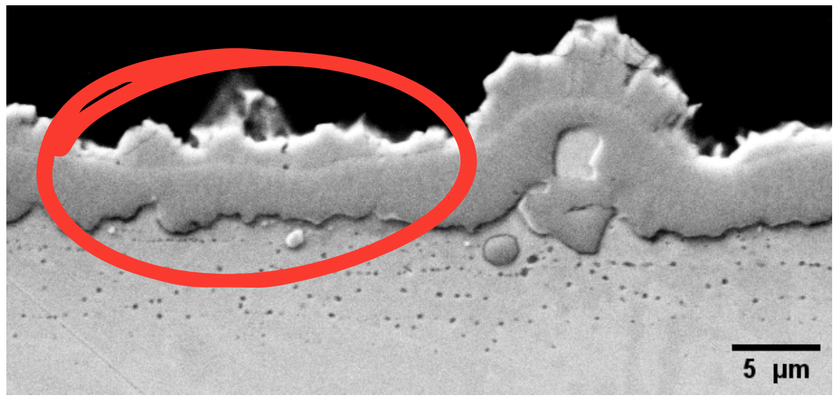
CARACTÉRISATION DES COUCHES D'OXYDES (CHROMINE ET SPINELLE CR–MN)

Crofer 0% : 800°C-1849 h



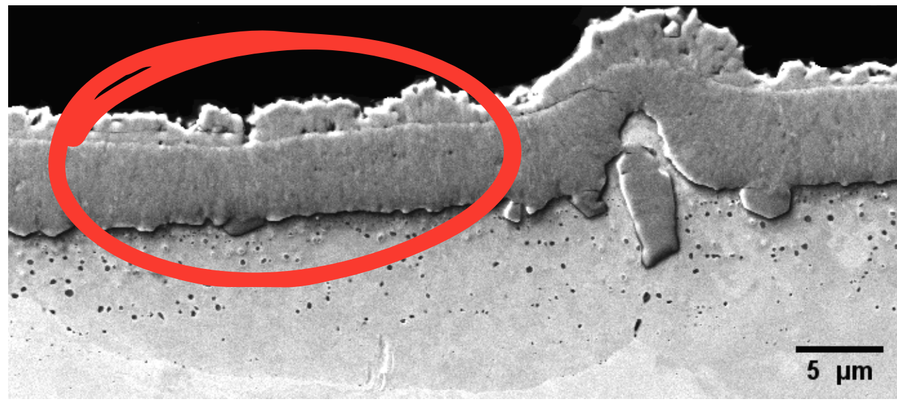
Micrographie MEB en coupe transverse du Crofer 22 APU non déformé oxydé à 800°C pendant 1849h

Crofer 6% : 800°C-1849 h



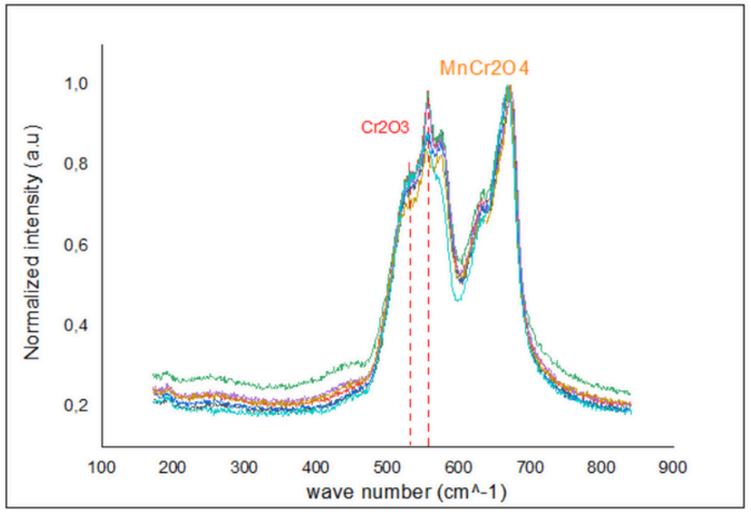
Micrographie MEB en coupe transverse du Crofer 22 APU déformé à 6% et oxydé à 800°C pendant 1849h

Crofer 14% : 800°C-1849 h



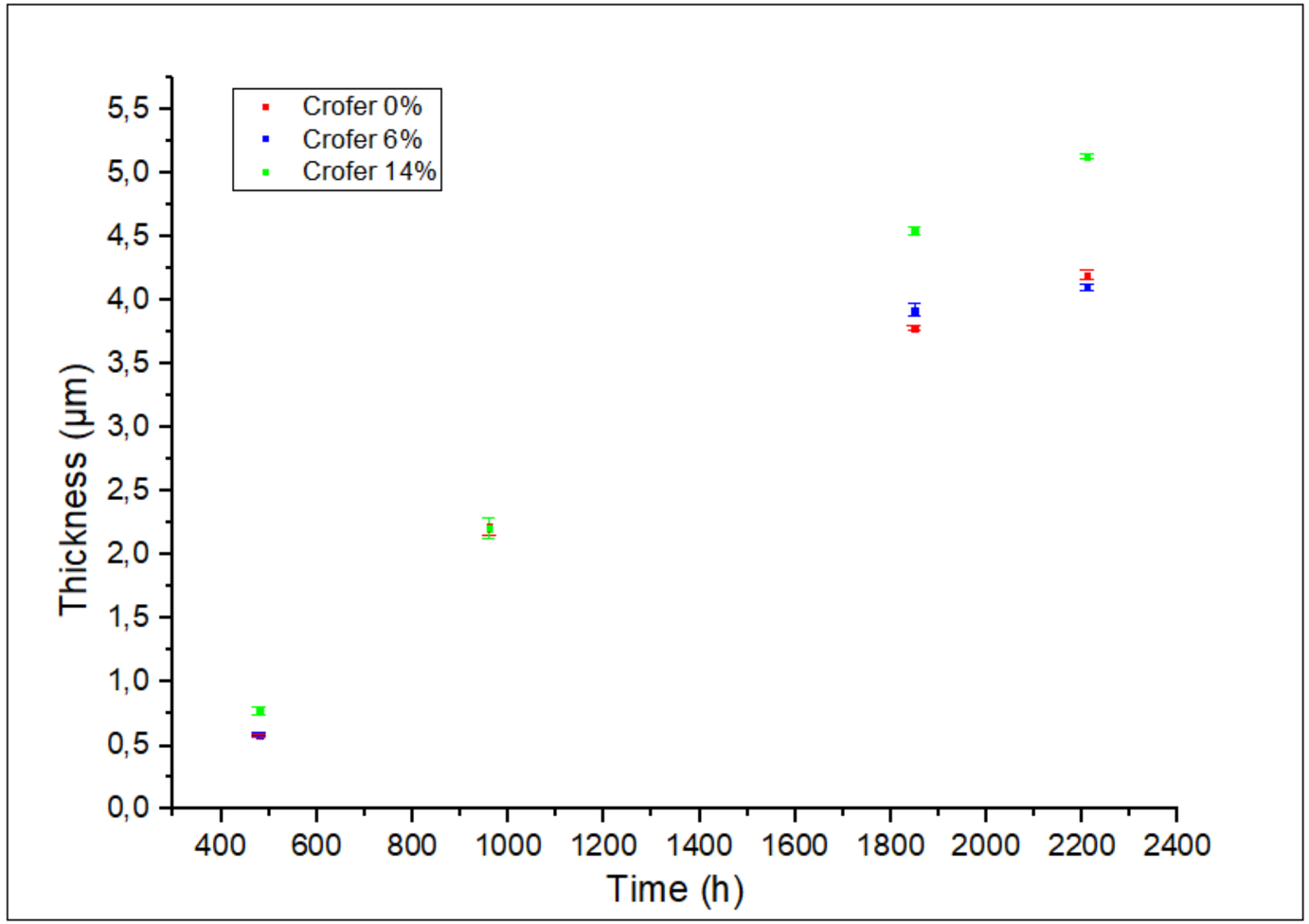
Micrographie MEB en coupe transverse du Crofer 22 APU déformé à 14% et oxydé à 800°C pendant 1849h

- Croissance de couches d'oxydes continues
- La couche de chromine est plus épaisse que la spinelle Cr-Mn (hors joints de grains)
- Pas de présence de fer dans les couches d'oxydes



Spectres Raman (sur 7 zones) d'un échantillon Crofer 6% oxydé en four à 800°C durant 1849h

CROFER 0%, 6% ET 14% OXYDÉS ENTRE 24–2210 HEURES À 800°C : SUIVI DES ÉPAISSEURS DES OXYDE

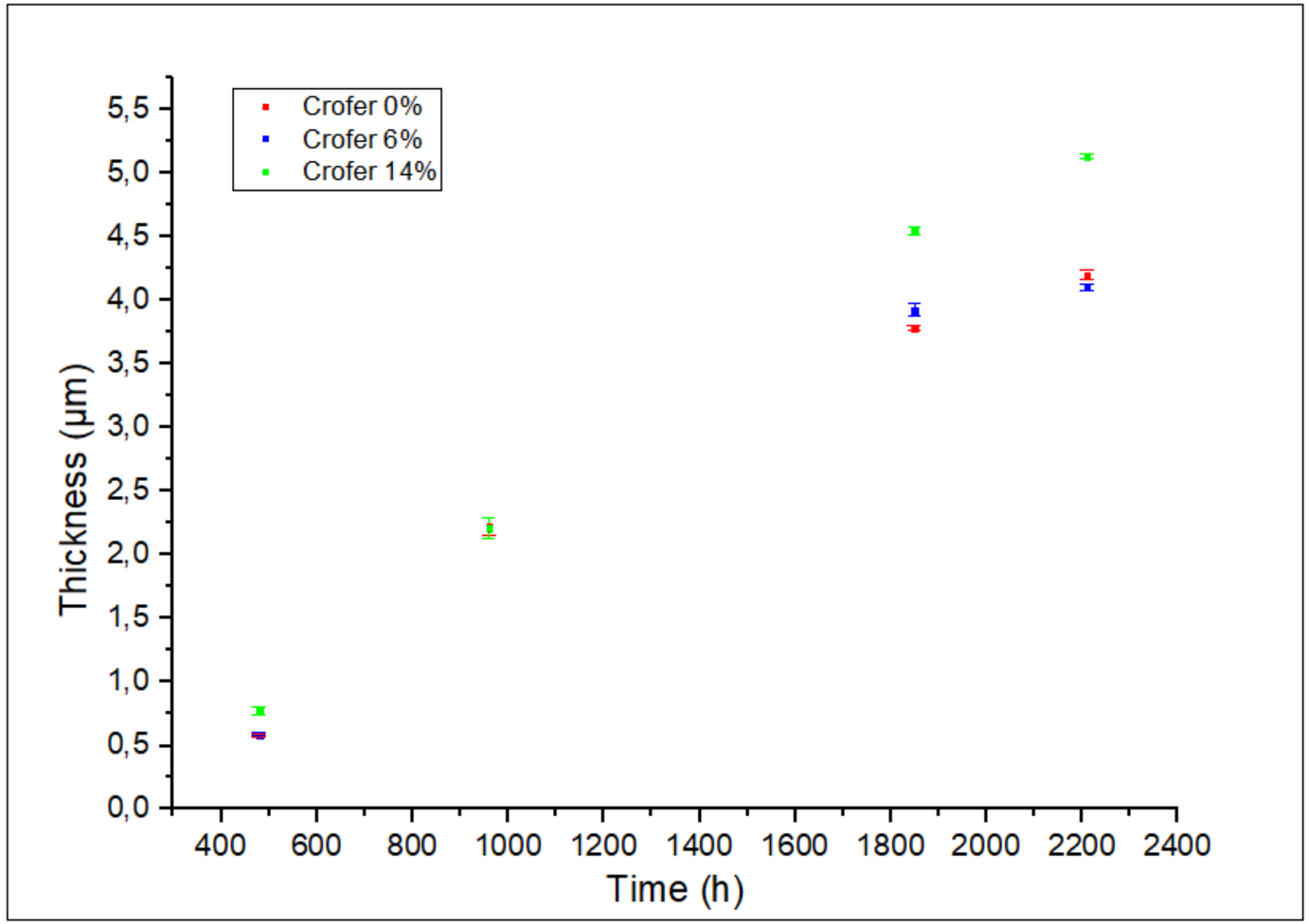


Représentation de l'épaisseur des oxydes des échantillons Crofer non déformés et déformés à 6 et 14% de déformation plastique, oxydés en four à moufle

- Pas de différences notable entre les épaisseurs d'oxydes (Cr2O3) entre le 0% et le 6% même aux temps longs

Prise en compte seulement des couches d'oxydes continues (ici Cr2O3)

CROFER 0%, 6% ET 14% OXYDÉS ENTRE 24–2210 HEURES À 800°C : SUIVI DES ÉPAISSEURS DES OXYDE



Représentation de l'épaisseur des oxydes des échantillons Crofer non déformés et déformés à 6 et 14% de déformation plastique, oxydés en four à moufle

- Pas de différences notable entre les épaisseurs d'oxydes (Cr2O3) entre le 0% et le 6% même aux temps longs
- Epaisseur d'oxyde (Cr2O3) plus importante du Crofer 14% surtout à 2210h d'oxydation

Prise en compte seulement des couches d'oxydes continues (ici Cr2O3)

SOMMAIRE

01 Projet ANR et Contexte

02 Matériaux et méthodes

- Caractérisation de l’acier Crofer 22 APU
- Déformation homogène par essai de traction
- Conditions d’oxydation

03 Résultats et discussions

- Oxydation avant déformation plastique
- Oxydation après déformation plastique

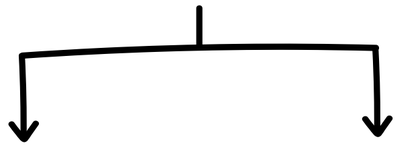
04 Conclusion et Perspectives

CONCLUSION

Cinétique d'oxydation

Crofer 0%

Deux régimes paraboliques



1er régime **2 -ème régime**

$5{,}36 \times 10^{-8}$ $mg^2\ cm^{-4}\ s^{-1}$ **$1{,}2 \times 10^{-7}$ $mg^2\ cm^{-4}\ s^{-1}$**

Spinelle Cr-Mn croit plus rapidement que la chromine

Augmentation de la vitesse de croissance de la chromine

CONCLUSION

Cinétique d'oxydation

Crofer 0%

Deux régimes paraboliques

1er régime **2 -ème régime**

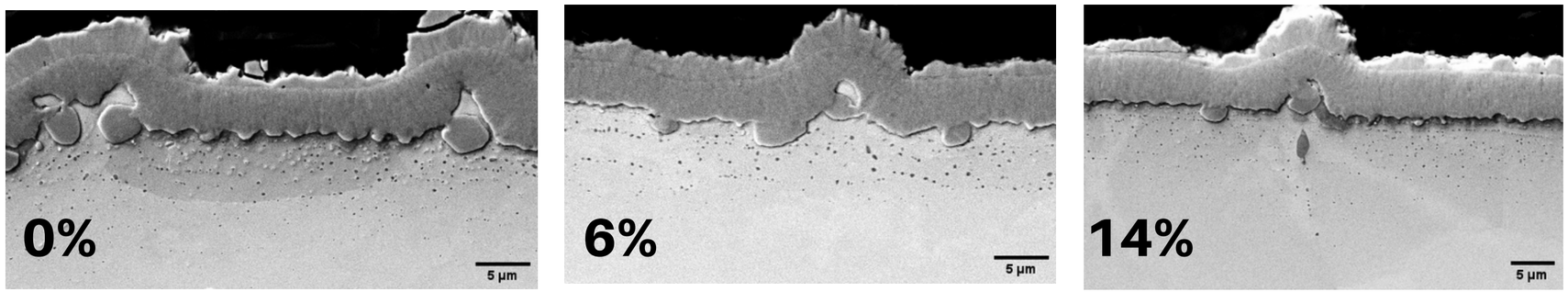
$5{,}36 \times 10^{-8}$ mg^2 cm^{-4} s^{-1} **$1{,}2 \times 10^{-7}$ mg^2 cm^{-4} s^{-1}**

Spinelle Cr-Mn croit plus rapidement que la chromine

Augmentation de la vitesse de croissance de la chromine

Caractérisation des couches d'oxydes

- Croissance de deux couches d'oxyde



Micrographie MEB de coupes transverses du Crofer 22 APU oxydé à 800°C pendant 2210h

- Epaisseur d'oxyde (Cr2O3) plus importante du Crofer 14% notamment à 2210h d'oxydation

CONCLUSION

Cinétique d'oxydation

Crofer 0%

Deux régimes paraboliques

1er régime **2 -ème régime**

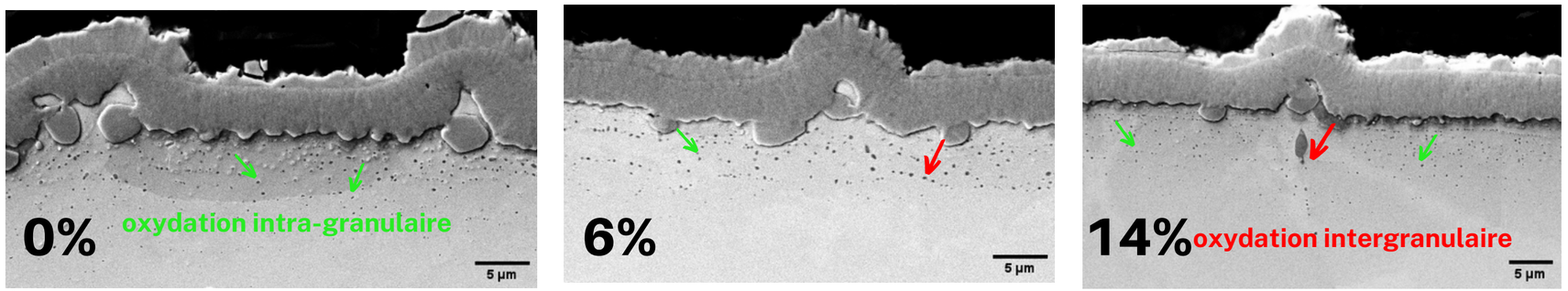
$5{,}36 \times 10^{-8}$ mg^2 cm^{-4} s^{-1} **$1{,}2 \times 10^{-7}$ mg^2 cm^{-4} s^{-1}**

Spinelle Cr-Mn croit plus rapidement que la chromine

Augmentation de la vitesse de croissance de la chromine

Caractérisation des couches d'oxydes

- Croissance de deux couches d'oxyde



Micrographie MEB de coupes transverses du Crofer 22 APU oxydé à 800°C pendant 2210h

- Epaisseur d'oxyde (Cr2O3) plus importante du Crofer 14% notamment à 2210h d'oxydation

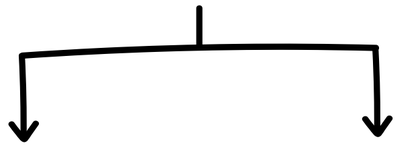
- Oxydation intergranulaire et intra granulaire (oxydes de titane)

CONCLUSION

Cinétique d'oxydation

Crofer 0%

Deux régimes paraboliques



1er régime **2 -ème régime**

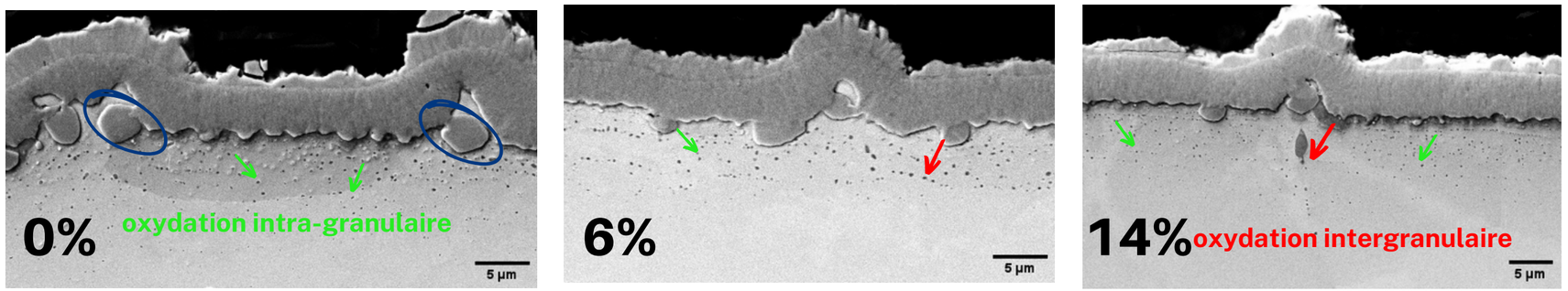
$5{,}36 \times 10^{-8}$ mg^2 cm^{-4} s^{-1} **$1{,}2 \times 10^{-7}$ mg^2 cm^{-4} s^{-1}**

Spinelle Cr-Mn croit plus rapidement que la chromine

Augmentation de la vitesse de croissance de la chromine

Caractérisation des couches d'oxydes

- Croissance de deux couches d'oxyde



Micrographie MEB de coupes transverses du Crofer 22 APU oxydé à 800°C pendant 2210h

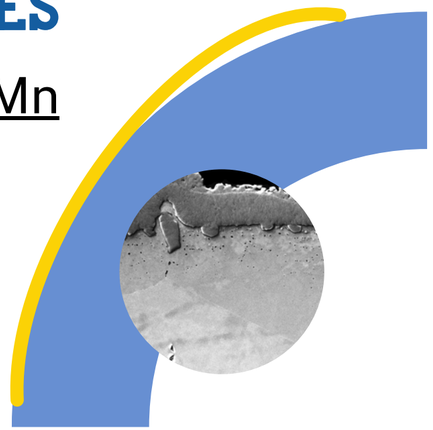
- Epaisseur d'oxyde (Cr2O3) plus importante du Crofer 14% notamment à 2210h d'oxydation
- Oxydation intergranulaire et intra granulaire (oxydes de titane)
- Présence de spinelle Cr-Mn dans le substrat

PERSPECTIVES

MORPHOLOGIE DES OXYDES

- Présence de spinelle Cr-Mn dans le substrat

Recherche d'une origine mécanique

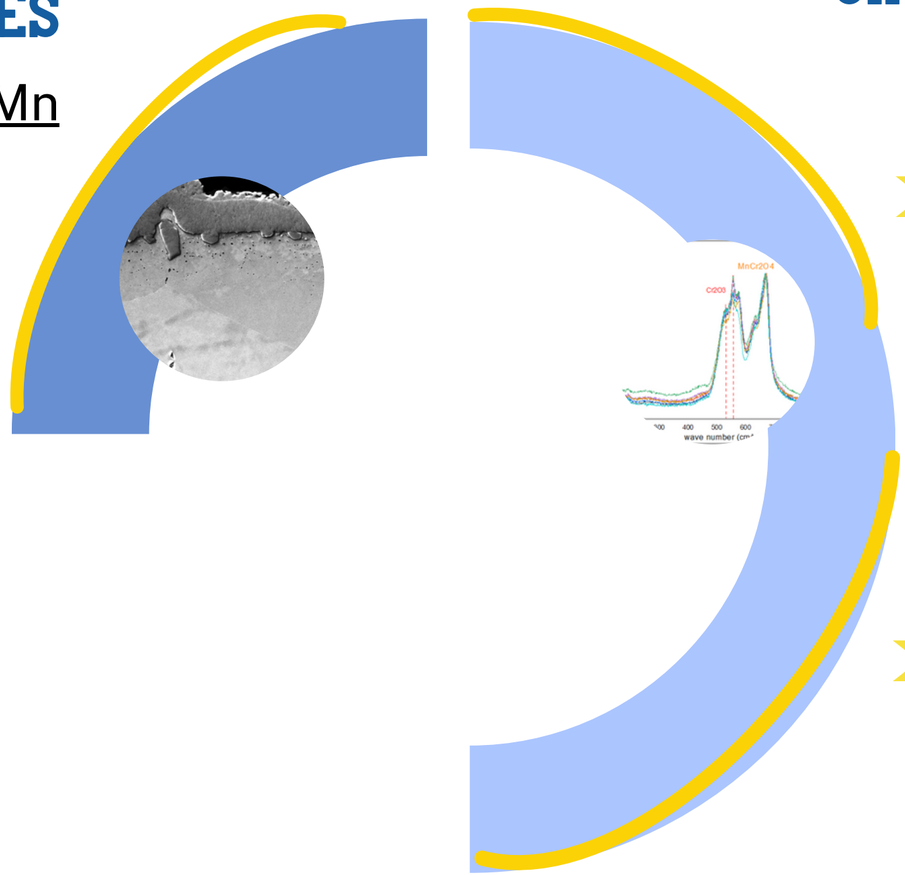


PERSPECTIVES

MORPHOLOGIE DES OXYDES

- <u>Présence de spinelle Cr-Mn dans le substrat</u>

Recherche d'une origine mécanique



CINÉTIQUE D'OXYDATION

- Test thermogravimétrique pour l'état à 6% et 14% de déformation plastique 800°C-860 heures

- <u>Prise de masse plus importante aux temps longs dans le cas du 0% et 14%</u>

- Analyses Raman (présence de fer dans les couches d'oxyde ?)

PERSPECTIVES

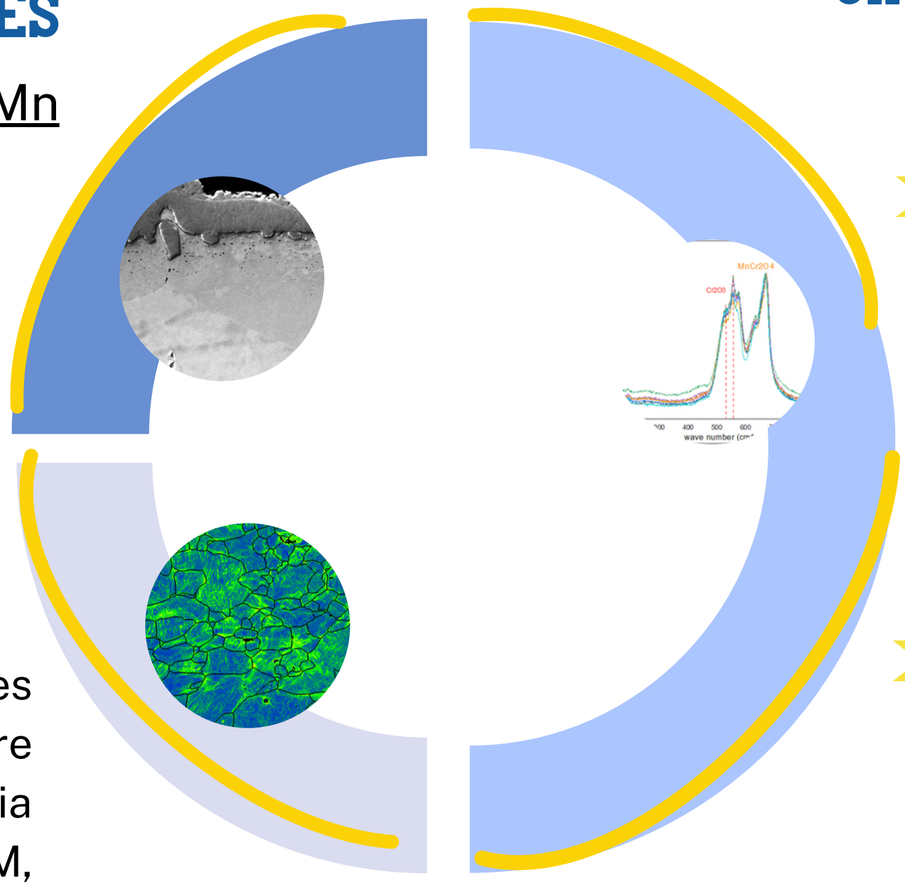
MORPHOLOGIE DES OXYDES

- <u>Présence de spinelle Cr-Mn dans le substrat</u>

Recherche d'une origine mécanique

COUPLAGE DÉFORMATION PLASTIQUE ET OXYDATION

Étude EBSD avant et après déformation/oxydation pour suivre l'évolution de la microstructure via des indicateurs de plasticité (KAM, GOS)



CINÉTIQUE D'OXYDATION

Test thermogravimétrique pour l'état à 6% et 14% de déformation plastique 800°C-860 heures

- <u>Prise de masse plus importante aux temps longs dans le cas du 0% et 14%</u>

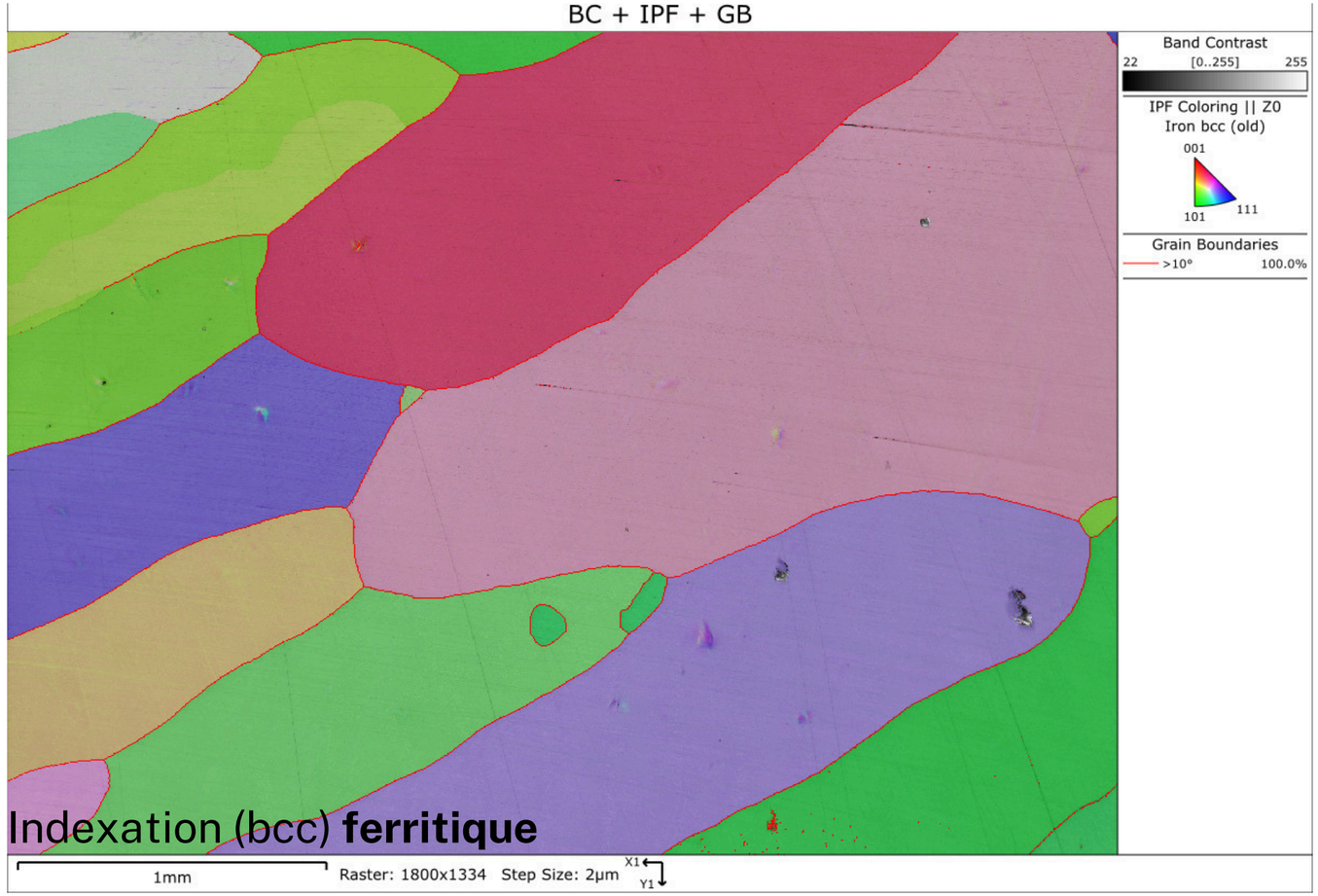
Analyses Raman (présence de fer dans les couches d'oxyde ?)

MERCI POUR VOTRE ATTENTION !

IMPACT DE LA DÉFORMATION PLASTIQUE SUR LA VITESSE D'OXYDATION ACIER FE-25CR1SI

- Une déformation à l'échelle d'un ou plusieurs grains par micro- ou nano-indentation pour l'alliage modèle

- **Taille de grain de l'ordre de 1 mm**

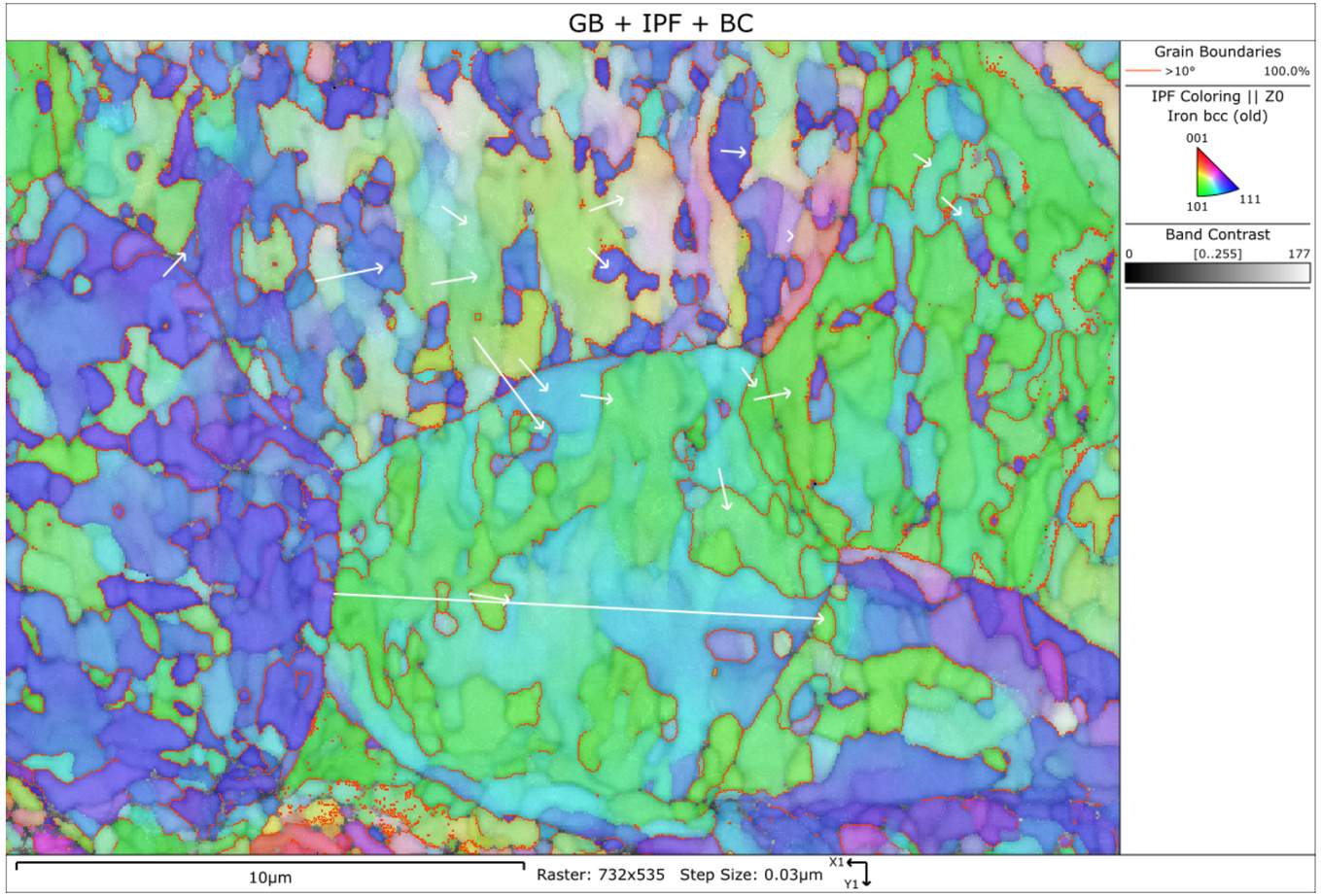


Micrographie MEB en mode EBSD : Fe-25Cr-1Si

MICROSTRUCTURE: ACIER CROFER 22 APU TEL QUE REÇU

- Indexation (bcc) **ferritique**
- **Microstructure hétérogène.** Grands domaines de l'ordre de la dizaine de um sous divise en petits grains <1um

Procédé à un traitement thermique d'homogénéisation

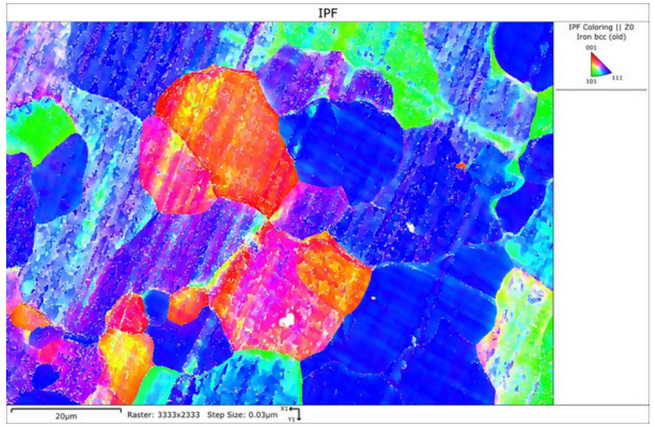


Micrographie MEB en mode EBSD : Crofer 22 APU (Fe-22.8Cr-0.4Mn) tel que reçu

MICROSTRUCTURE: ACIER CROFER 22 APU APRES TRAITEMENTS THERMIQUE D'HOMOGÉNÉISATION

1. 30 minutes à 850°C sous air de laboratoire

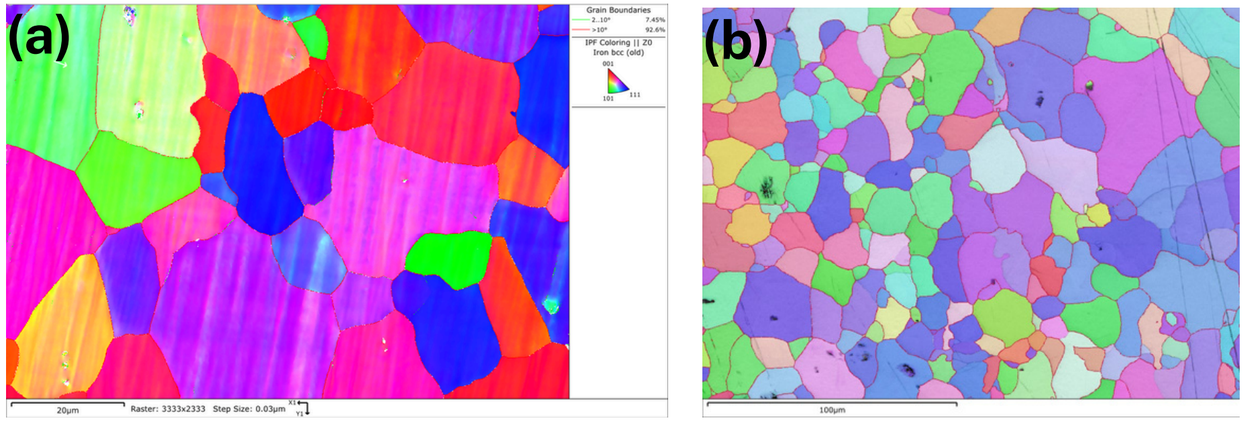
- Légères désorientations à l'échelle d'un même grain



Micrographie MEB en mode EBSD : Crofer 22 APU après traitement thermique à 850°C pendant 30 minutes

2. 1 heure à 850°C sous air de laboratoire

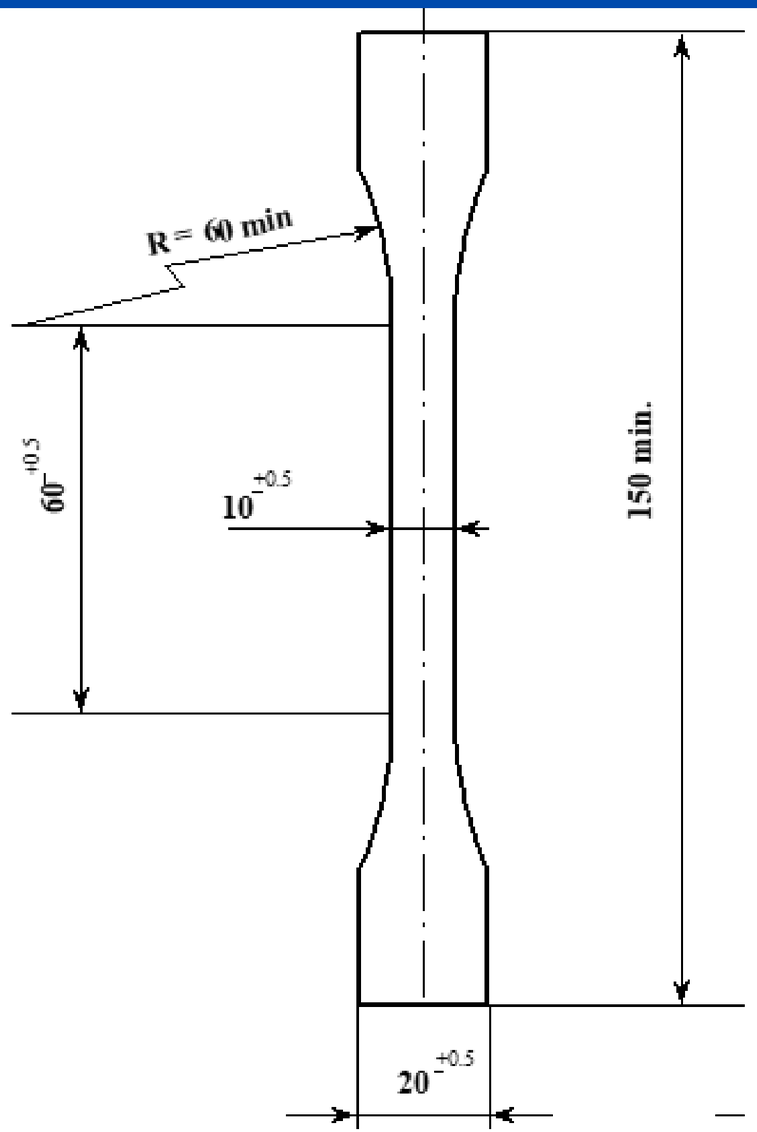
- Polissage manuel : Microstructure présente de légères désorientations.
- Polissage automatique : microstructure nettement améliorée



Micrographie MEB en mode EBSD : Crofer 22 APU après traitement thermique à 850°C pendant une heure (a) polissage manuel (b) polissage automatique

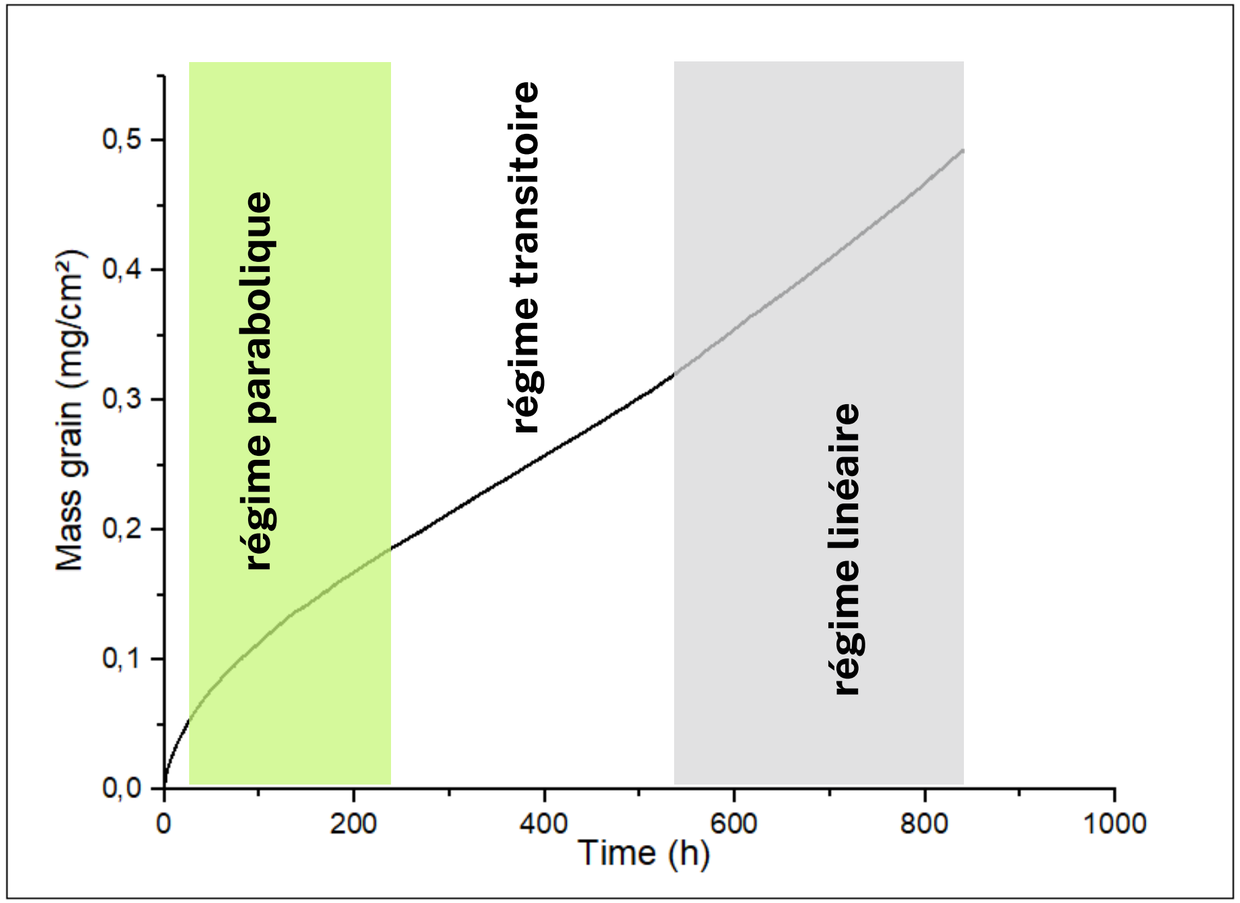
Essais de traction

- Crofer 22 APU : découper 13 éprouvettes sur une plaque de 299 mm x 222 mm x 1 mm

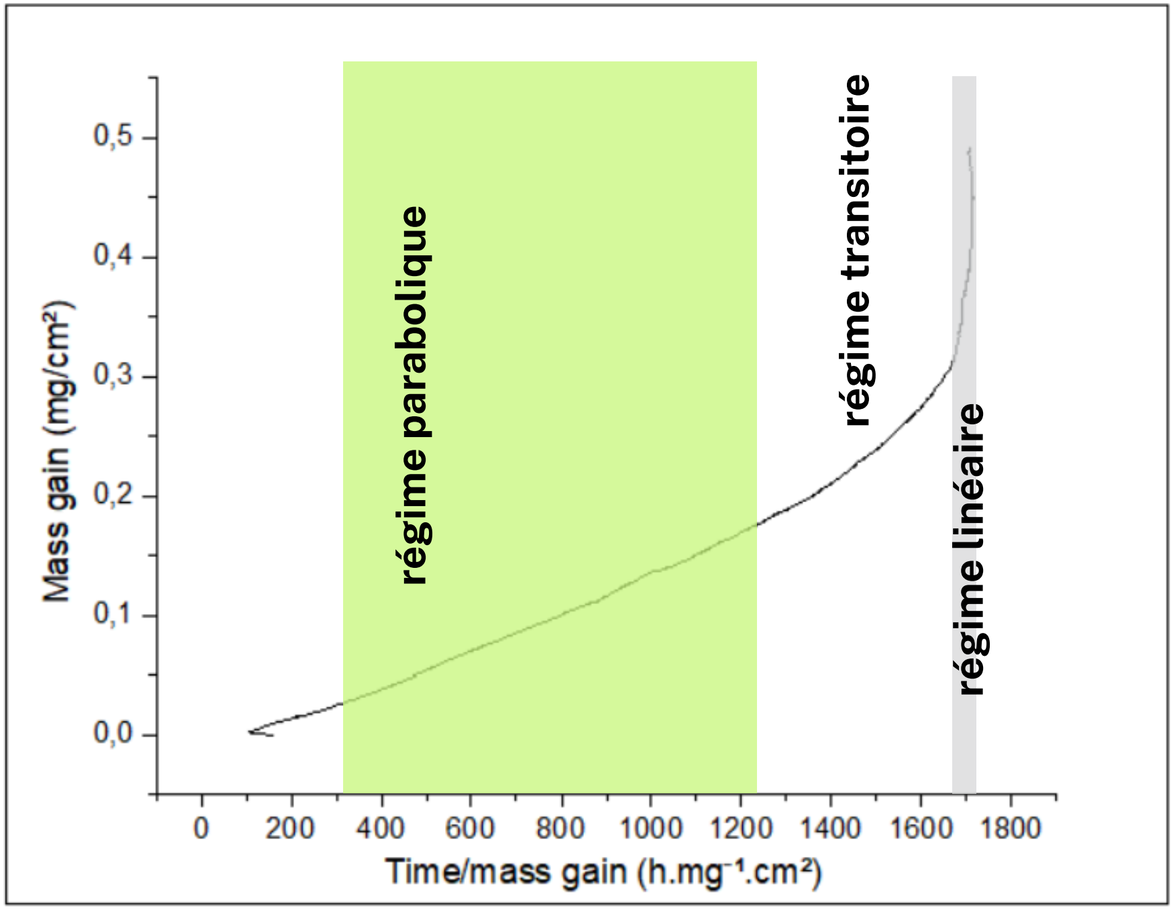


Plan des éprouvettes de traction

FE–22,8CR0,4MN À 6% DE DÉFORMATION PLASTIQUE 800°C–840 HEURES



Résultat du test thermogravimétrique de l'acier Crofer 22 APU à 6% de déformation plastique (800°C durant 840h)

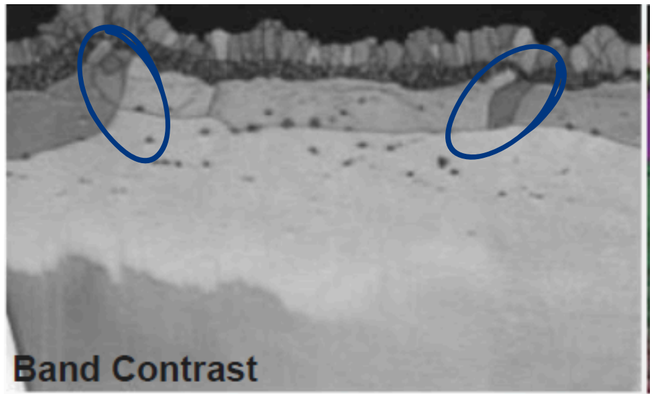


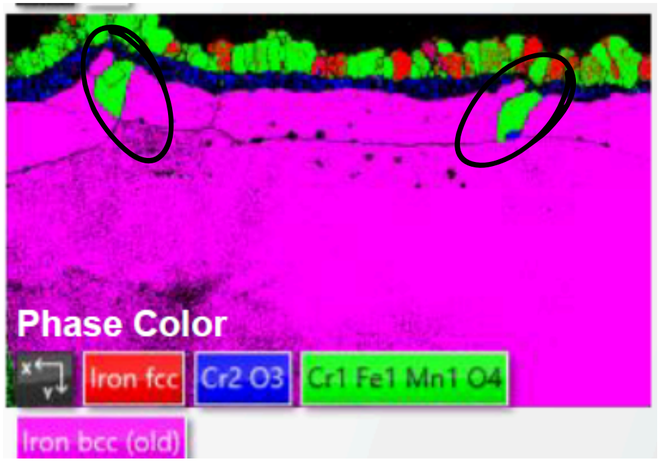
Représentation du gain de masse / surface en fonction du rapport temps d'oxydation / gain de masse par unité de surface pour Crofer 6%

CRATÉRISATION DES COUCHES D'OXYDES

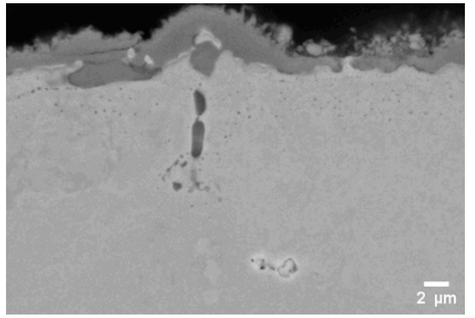
- Formation de poches de spinelle dans le substrat (le long des joints de grain) → coalescence de lacunes formation de vides sous la Cr2O3 → fissuration de la couche Cr2O3 → Exposition de l'alliage a l'atmosphère oxydante.

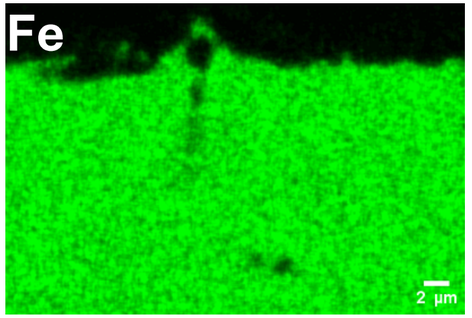
(Neal J. Magdefrau, Lei Chen, Ellen Y. Sun, Mark Aindow,Journal of Power Sources 241 (2013) 756-767)

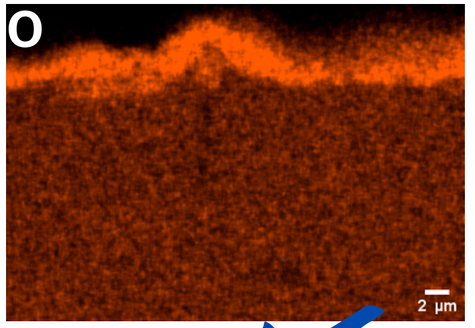


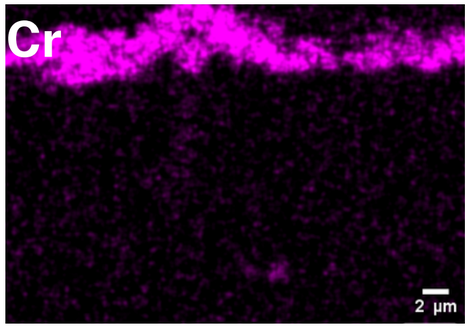


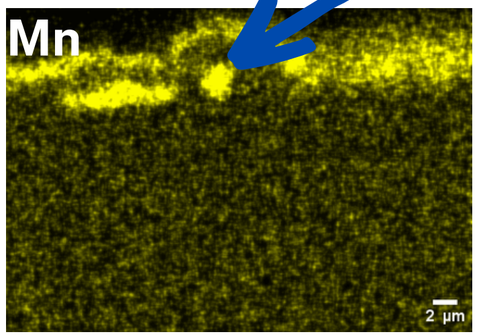
Analyses TKD d'une coupe transverse du Crofer 22 APU oxyde à 800°C durant 820h (MEB FIB de ThermoFisher)









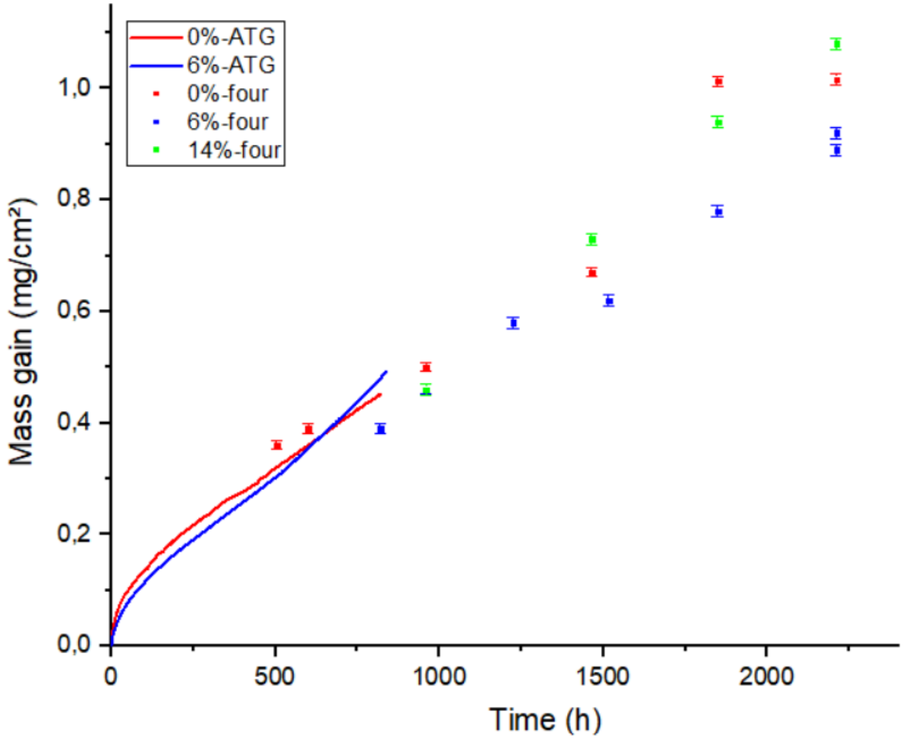


Analyse EDX de la coupe transverse de l'acier Crofer 22 APU oxydé à 800°C durant 1464h

CINÉTIQUE D'OXYDATION

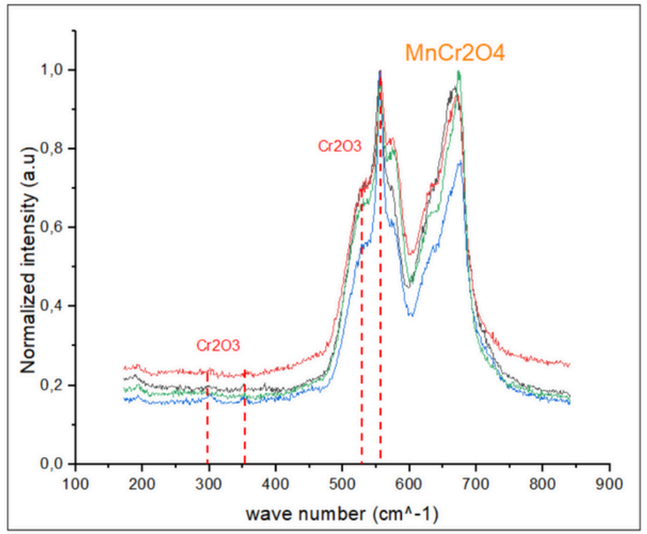
- Emballement cinétique aux temps longs dans le cas du crofer 0% et 14% et dans le cas du crofer 6% oxydé en TGA

  ➡ Analyses Raman (présence de fer dans Cr2O3 ?)



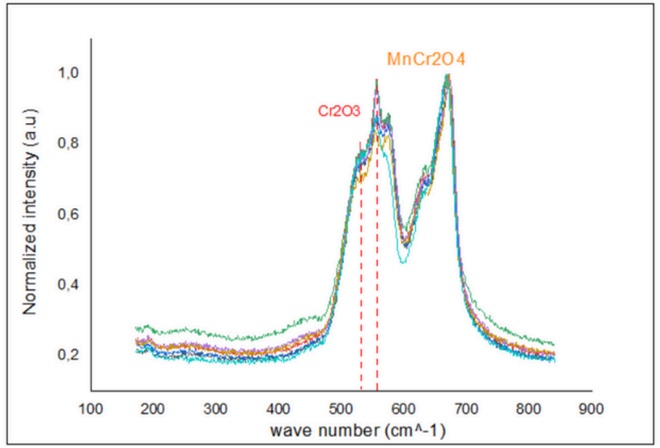
Résultats du test thermogravimétrique et des tests d'oxydation en four à moufle pour les échantillons Crofer non déformés et déformés à 6 et 14% de déformation plastique

0%
600h



Spectres Raman (sur 7 zones) d'un échantillon Crofer 0% oxydé en four à 800°C durant 600h

6%
1849h

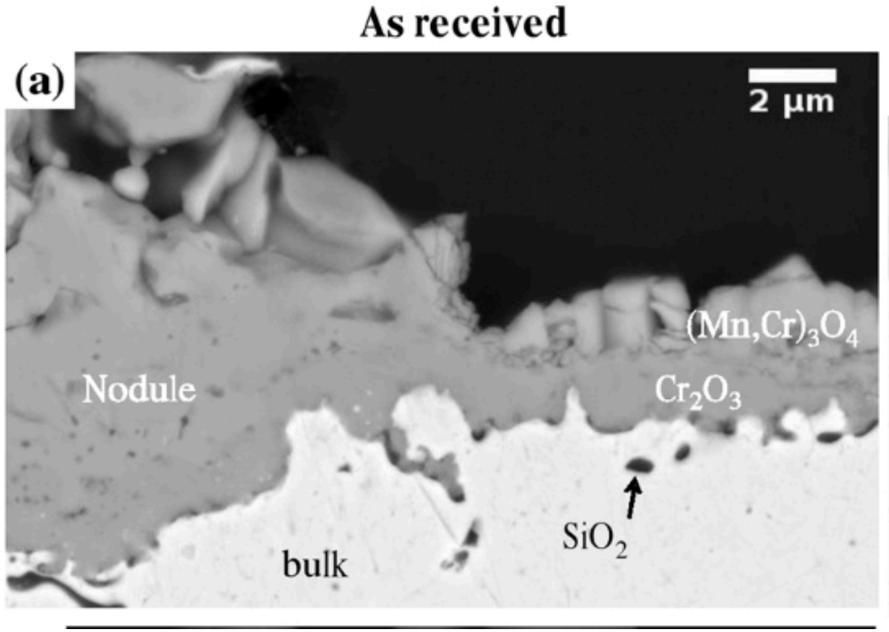


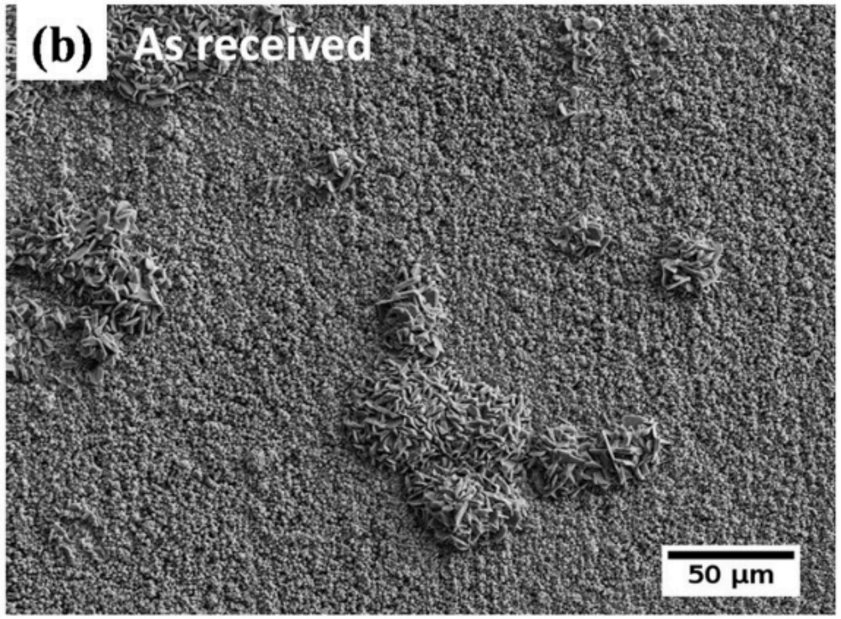
Spectres Raman (sur 7 zones) d'un échantillon Crofer 6% oxydé en four à 800°C durant 1849h

Oxydation catastrophique

- Formation de **nodules d'oxyde de fer.**

- Moitié externe composée d'oxydes riches en fer (Fe2O3), moitié interne, composée d'oxydes riches en chrome .





Acier 304L (a) Coupes transversales SEM après oxydation à 830 °C durant 312 h; (b) micrographies de surface en mode BSE de la couche d'oxyde ,*(Valérie Parry, Audrey Col, Céline Pascal ; Corrosion Science 160 (2019) 108149)*

Oxydation catastrophique

- Apport insuffisant en Cr par diffusion dans l'alliage → oxydation du fer.

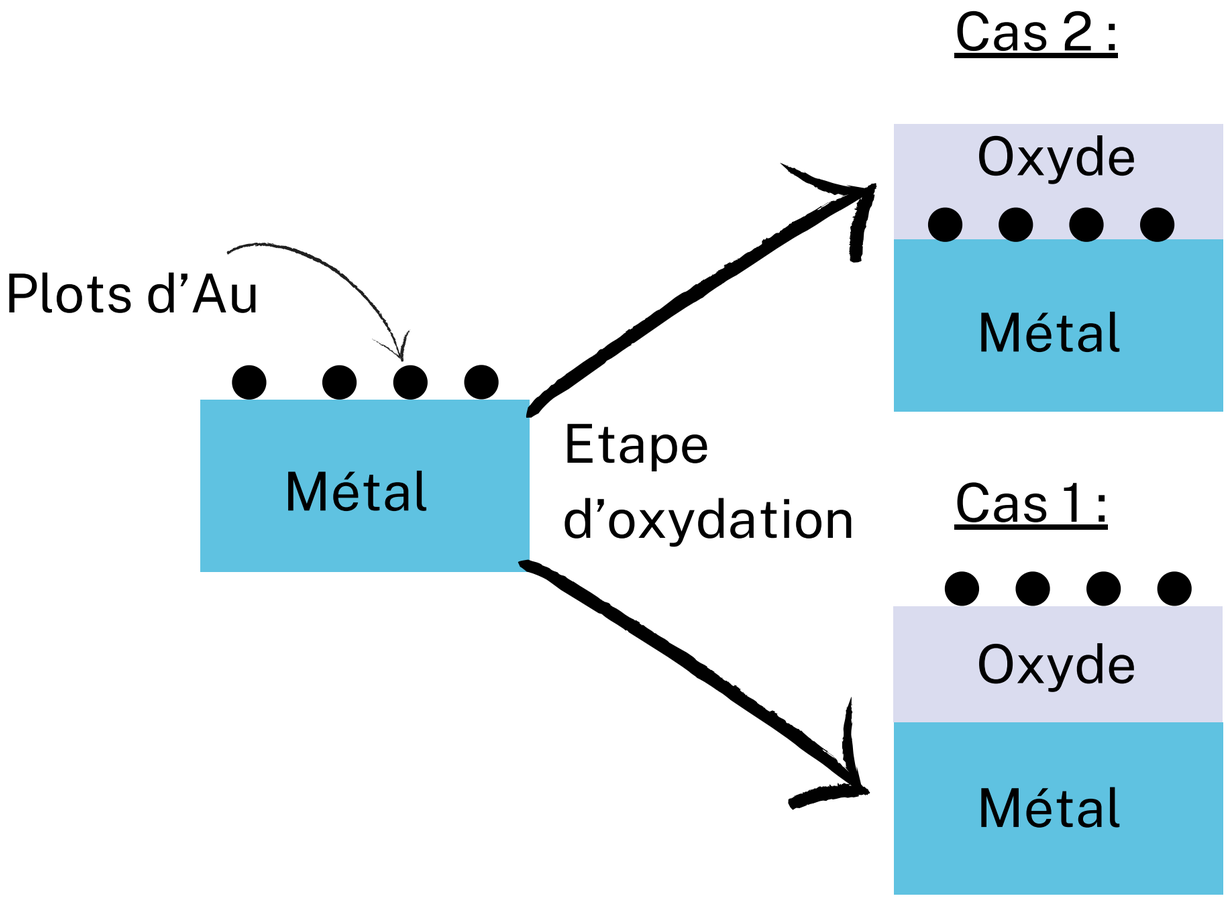
- **Endommagement de la couche protectrice de chromine** par écaillage ou fissuration (wedging ou buckling) ce qui permet au gaz oxydant d'accéder à l'acier partiellement déchromé.

- Cas ou on a une **volatilisation de la chromine.**

SUIVI DE LA CROISSANCE DES COUCHES D'OXYDES PAR DÉPÔT D'OR

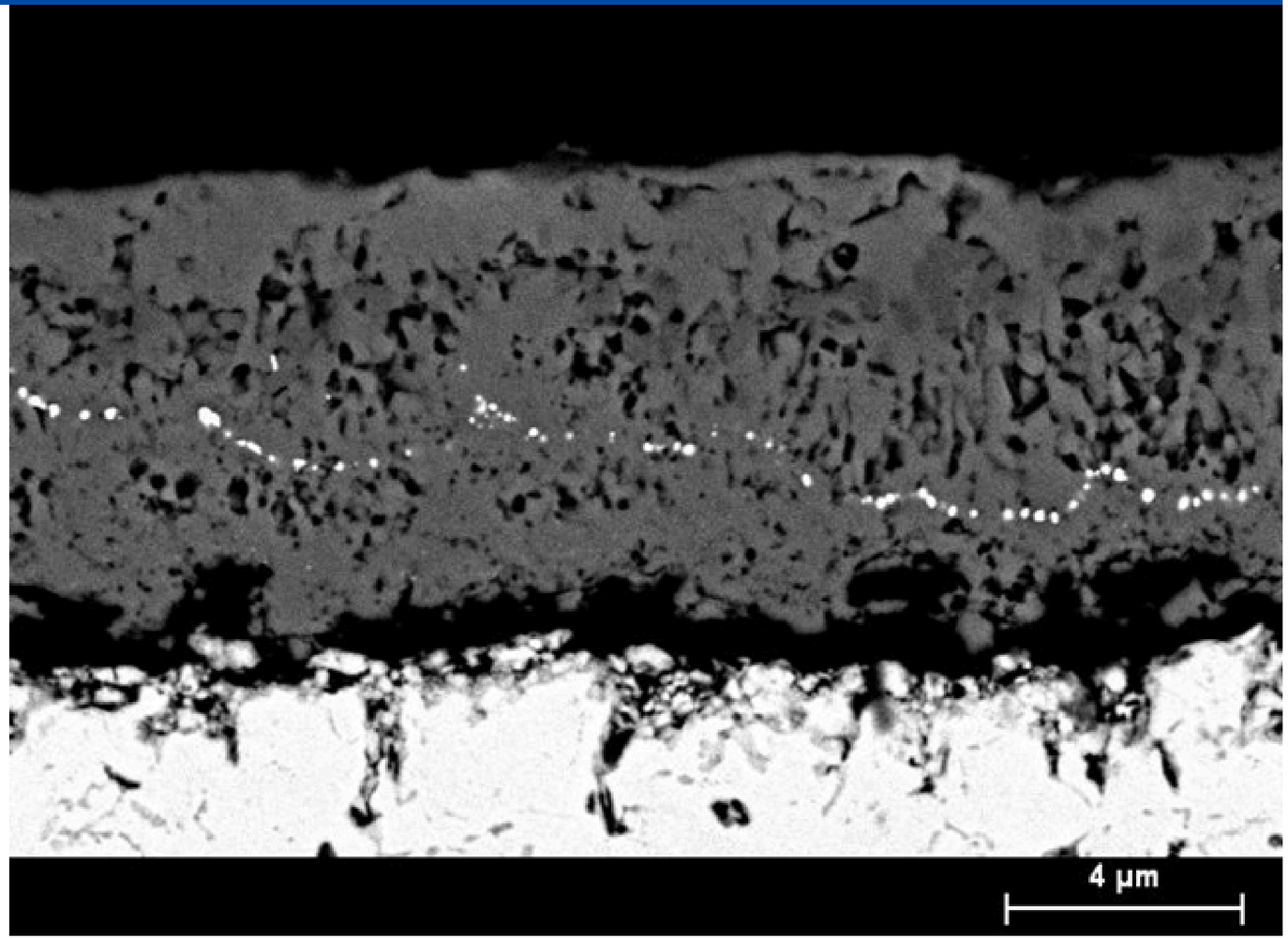
- Cas 1 : Croissance interne, caractérisée par la diffusion anionique. Croissance de l'oxyde à l'interface métal/oxyde

- Cas 2 : Croissance externe, caractérisée par la diffusion cationique. Croissance de l'oxyde à l'interface oxyde/gaz



SUIVI DE LA CROISSANCE DES COUCHES D'OXYDES PAR DÉPÔT D'OR

- Line of golden marker : Below NiFe2O4, above CoFe2O4 and Fe3O4



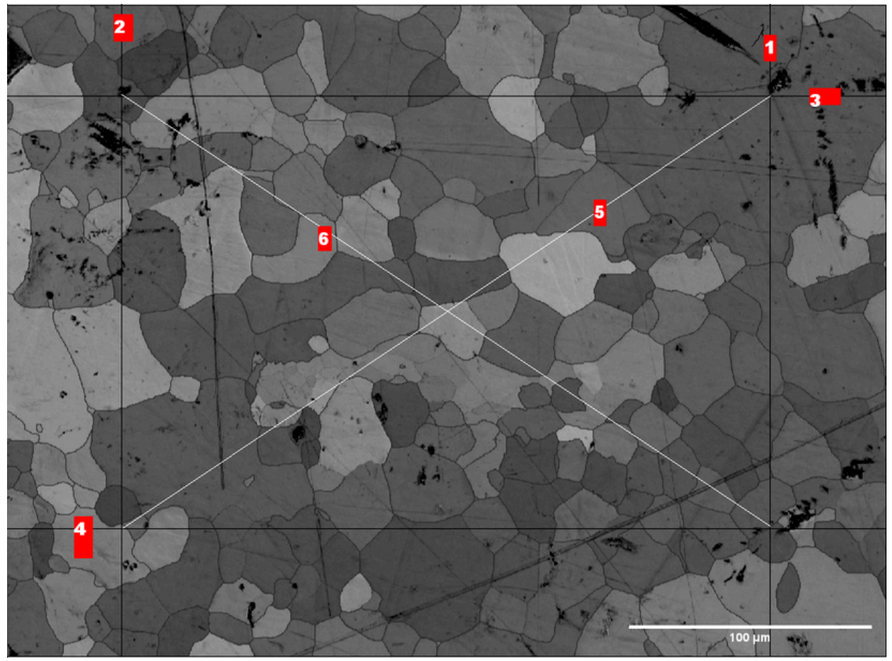
localisation de l'interface de croissance des couches d'oxydes; Oxydation de l'acier FeNiCo

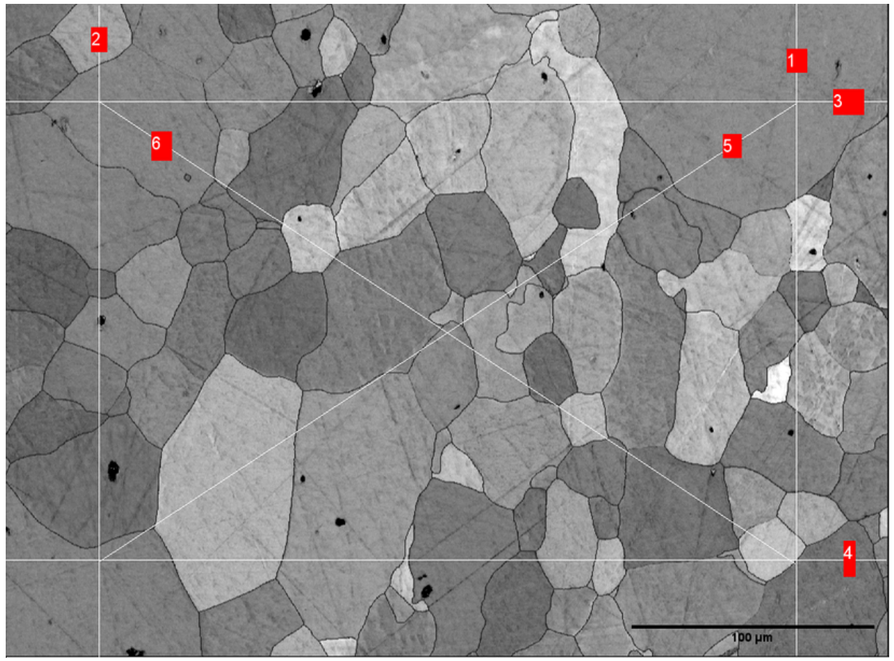
EFFET DU TRAITEMENT D'OXYDATION SUR LA MICROSTRUCTURE

24 h d'oxydation à 800°C : croissance ou non de la taille des grains

- Essai sur 3 zones d'un échantillon Crofer non déformé

$$AGI = \frac{number\ of\ intercepts}{line\ length}$$





Application de la méthode AGI sur les cartographies du Crofer 0% avant 24h d'oxydation (gauche) et après 24 h d'oxydation (droite)

EFFET DU TRAITEMENT D'OXYDATION SUR LA MICROSTRUCTURE



24 h d'oxydation à 800°C : croissance ou non de la taille des grains

- Essai sur 3 zones d'un échantillon Crofer non déformé

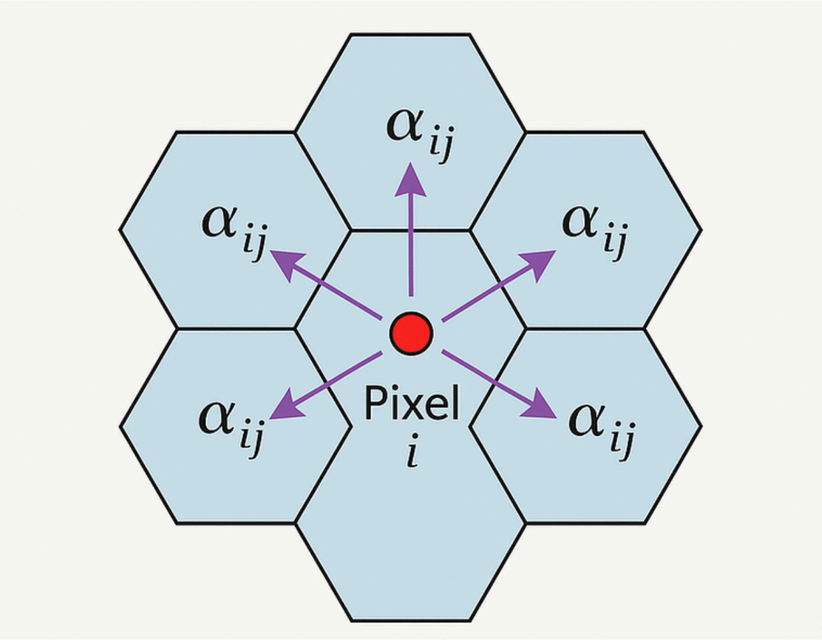
$$AGI = \frac{number\ of\ intercepts}{line\ length}$$

- Légère augmentation de la taille moyenne des grains après 24 heures d'oxydation

Zone	AGI avant oxydation	AGI après oxydation
Zone 1	22,5	30,6
Zone 2	19,6	27
Zone 3	18,4	27,2

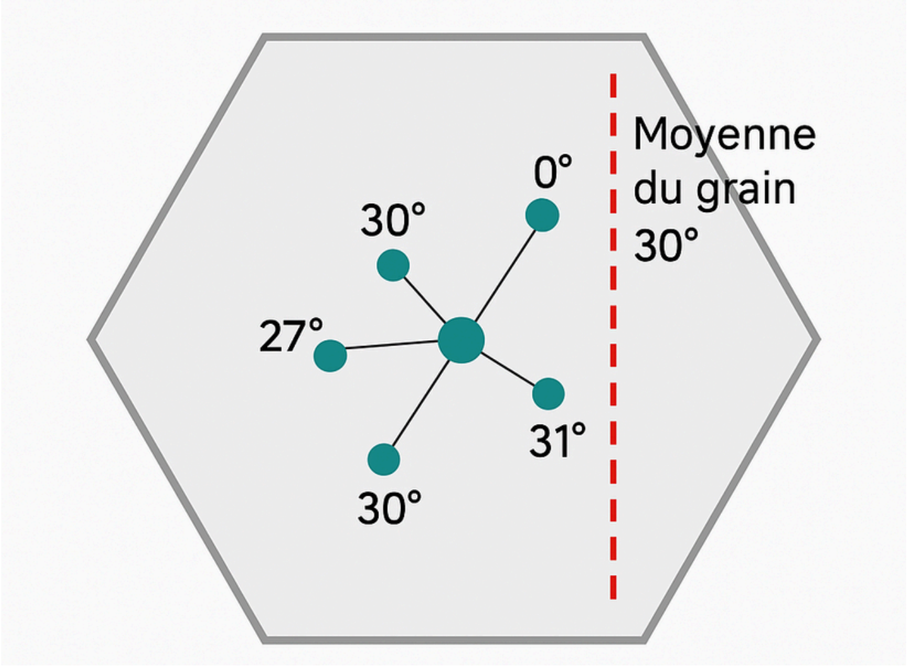
CARACTÉRISATION DES ÉTATS D'ÉCROUISSAGE AVANT OXYDATION

KAM (Karnel Averange Disorientation)

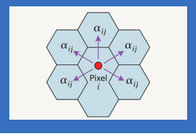


- Analyse plus locale de la déformation

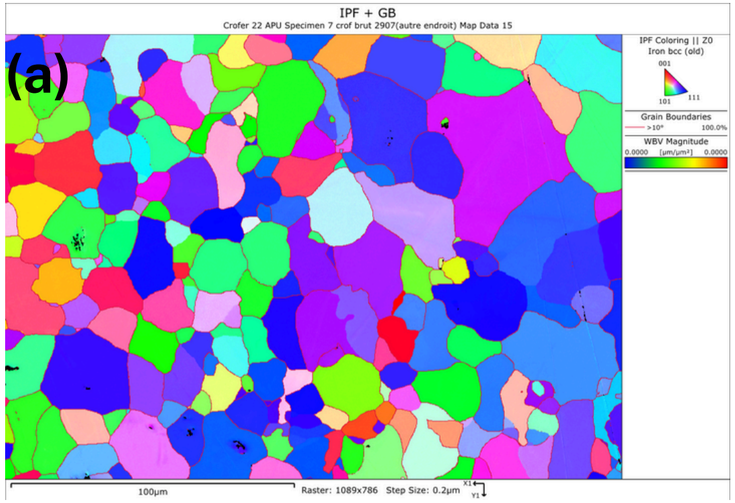
GOS (Grain Orientation Spead)

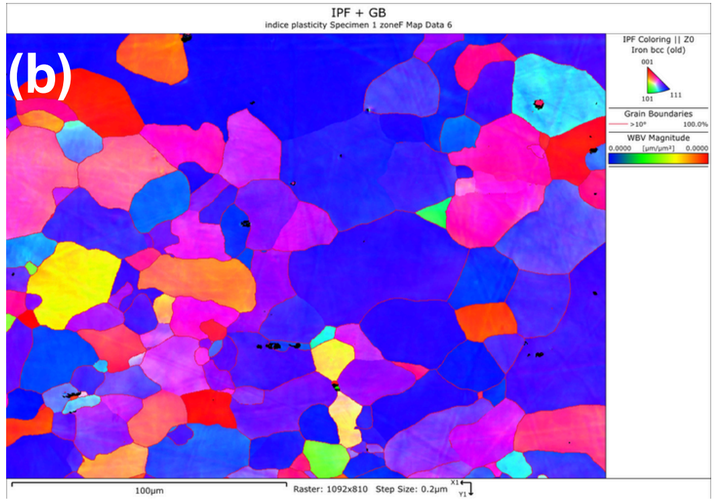


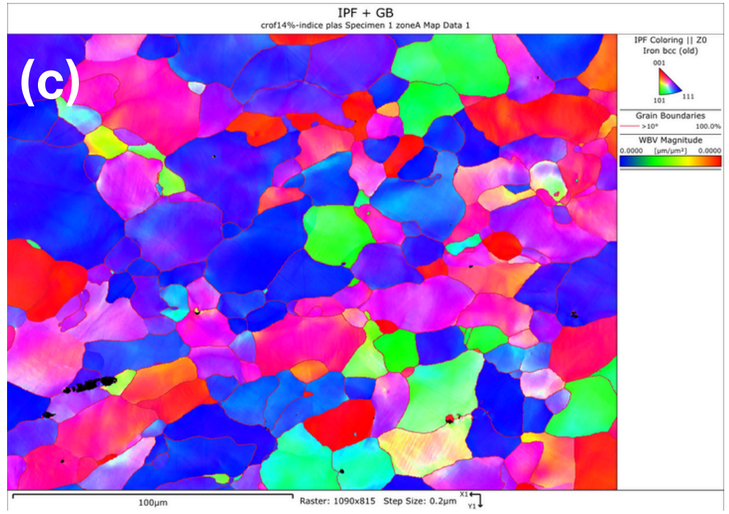
- Evaluer la déformation plastique à l'échelle du grain

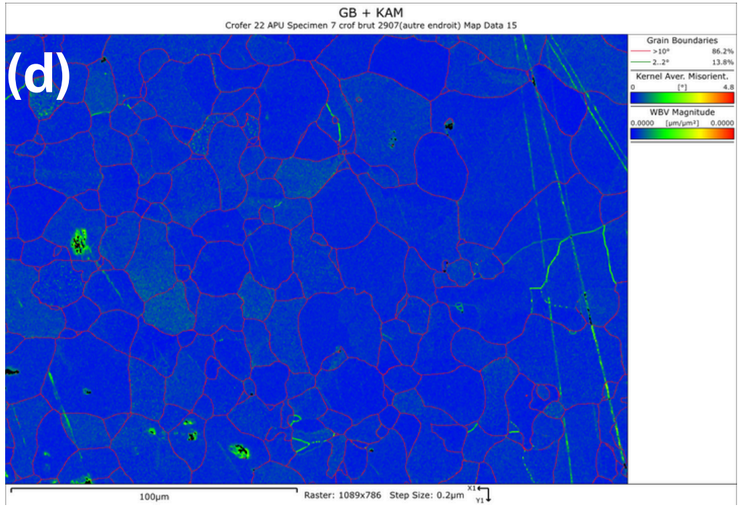


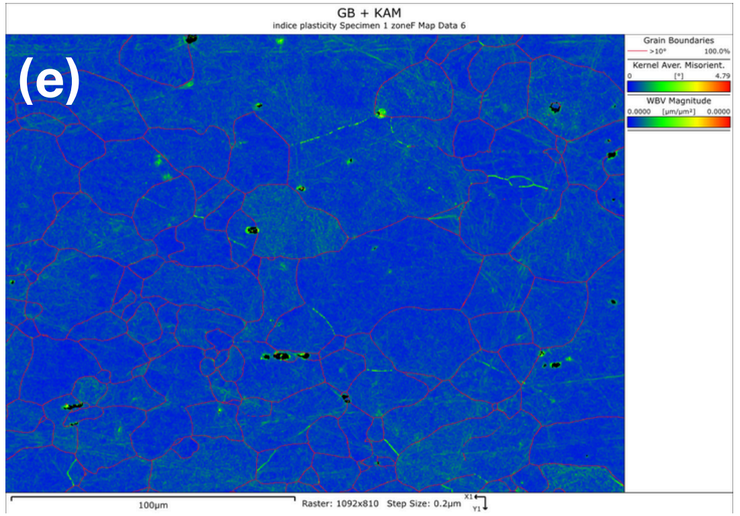
KAM (KARNEL AVERANGE DISORIENTATION)

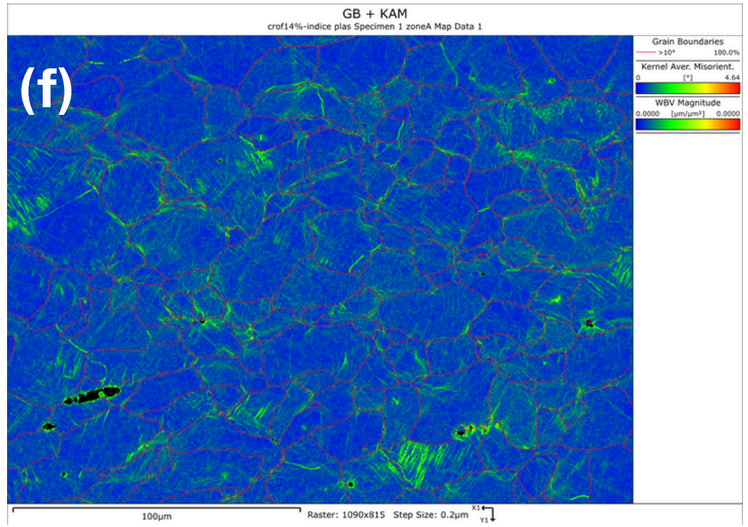




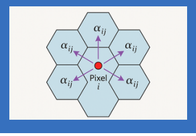






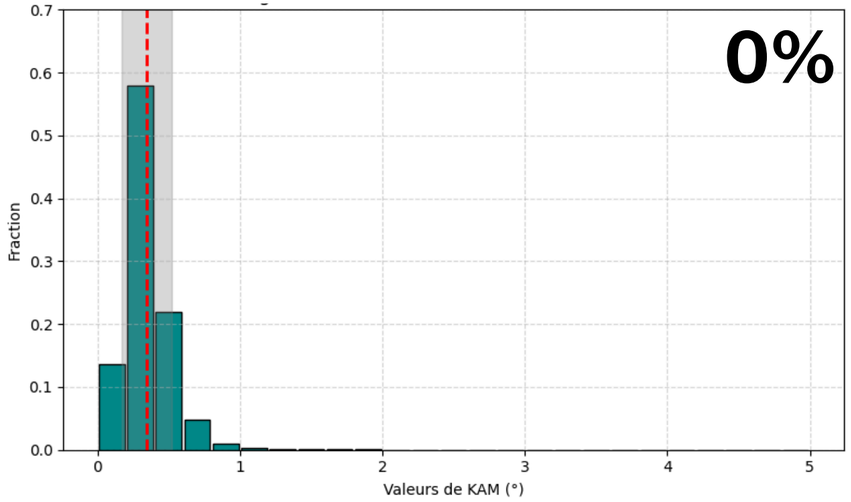


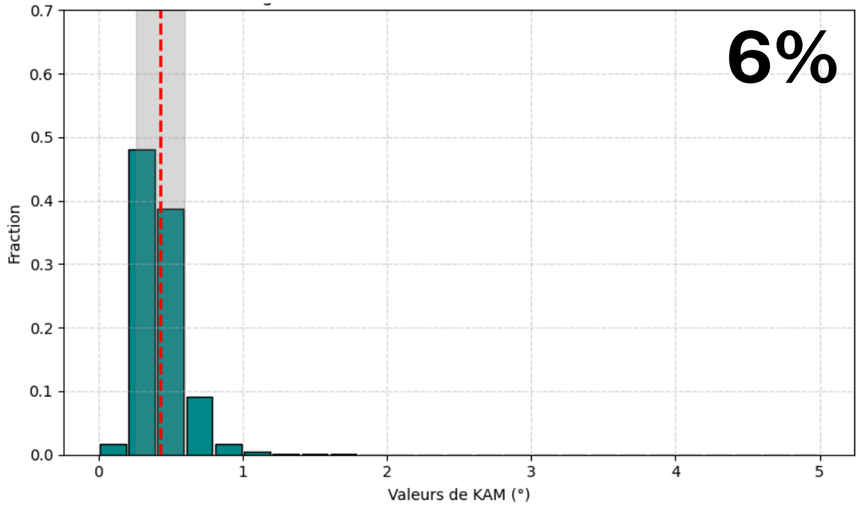
(a,b,c) Micrographie MEB en mode EBSD et (d,e,f) cartographies KAM du Crofer 22 APU (a,d) non déformé, avec (b,e) 6% et à (c,f) 14% de déformation plastique

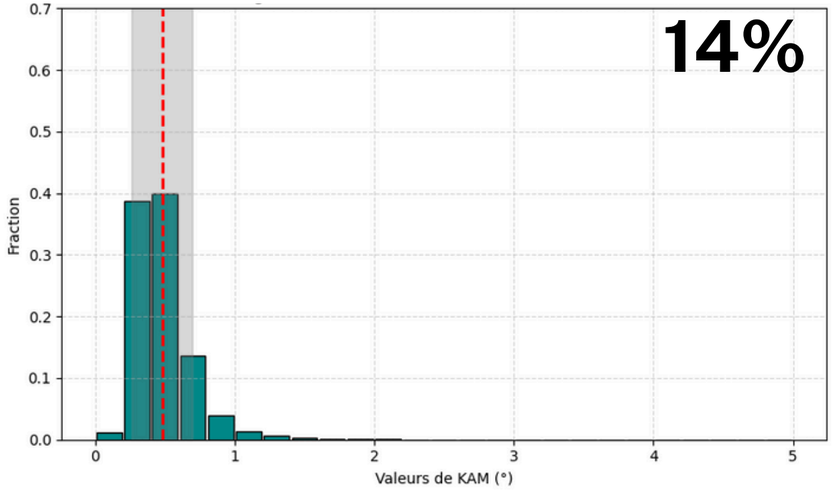


KAM (KARNEL AVERANGE DISORIENTATION)

- Augmentation des valeurs de KAM avec une distribution plus étalée des échantillons déformés par rapport à l'état non déformé.
- Cela reflète une accumulation de désorientations locales liées à la déformation plastique.

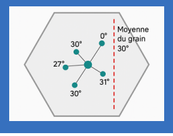




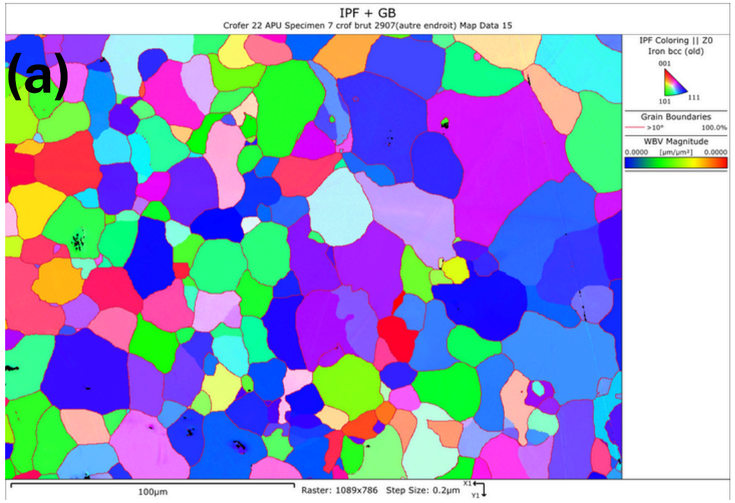


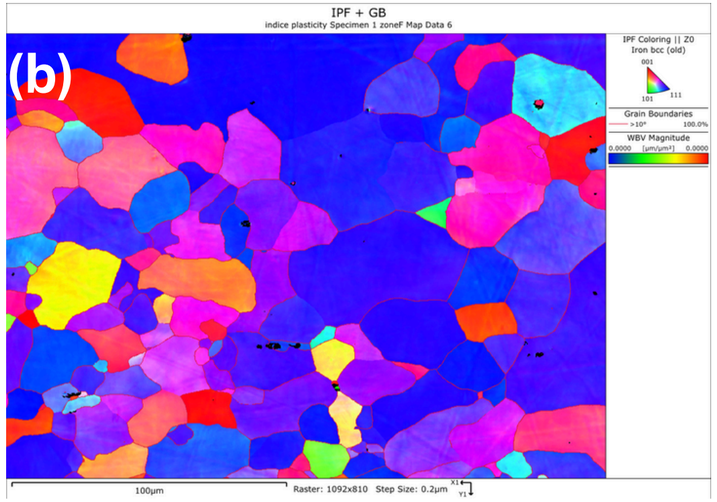
Moyenne : 0,34° ± 0,17° | **Moyenne : 0,43° ± 0,16°** | **Moyenne : 0,48° ± 0,21°**

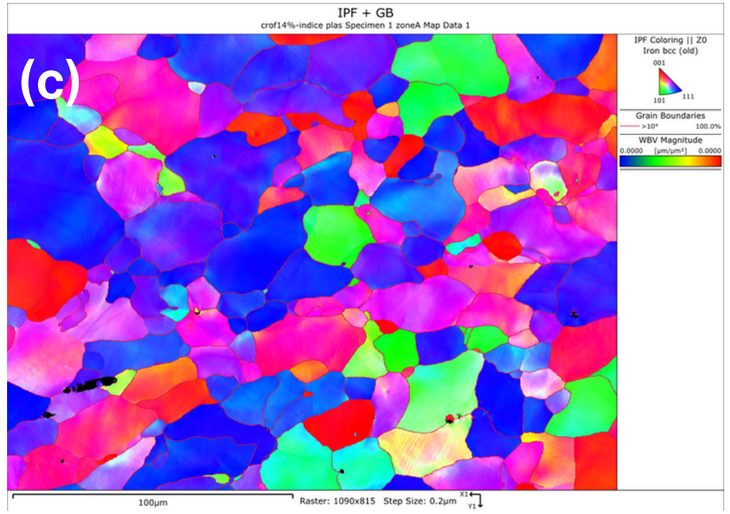
Histogramme des valeurs de KAM pour les états : non déformé, déformé à 6 % et à 14 % de déformation plastique

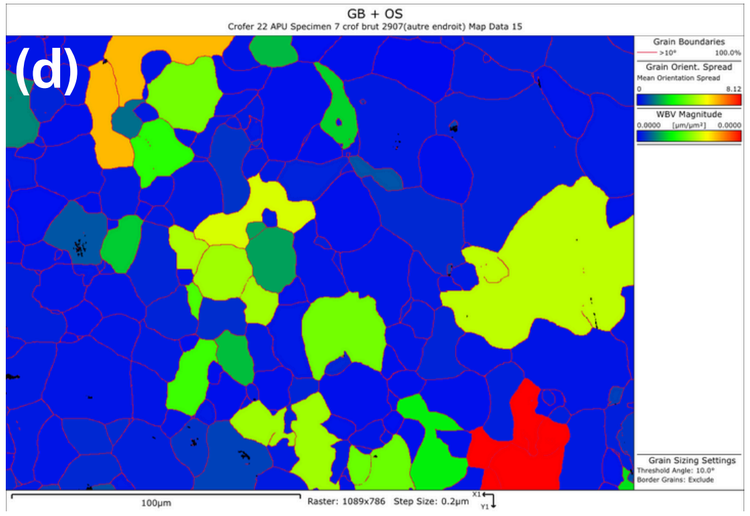


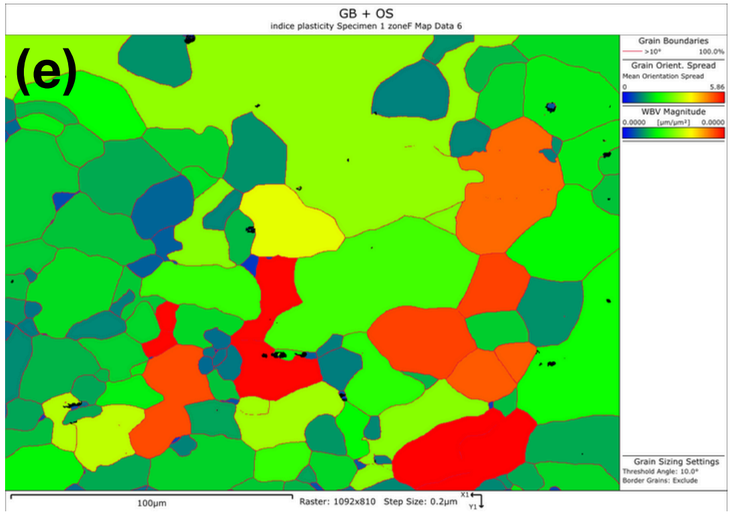
GOS (GRAIN ORIENTATION SPEAD)

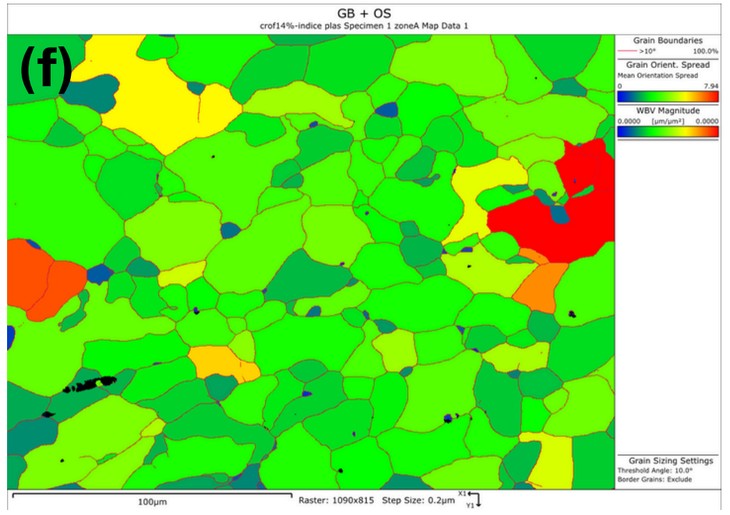




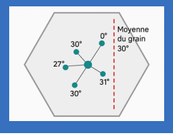








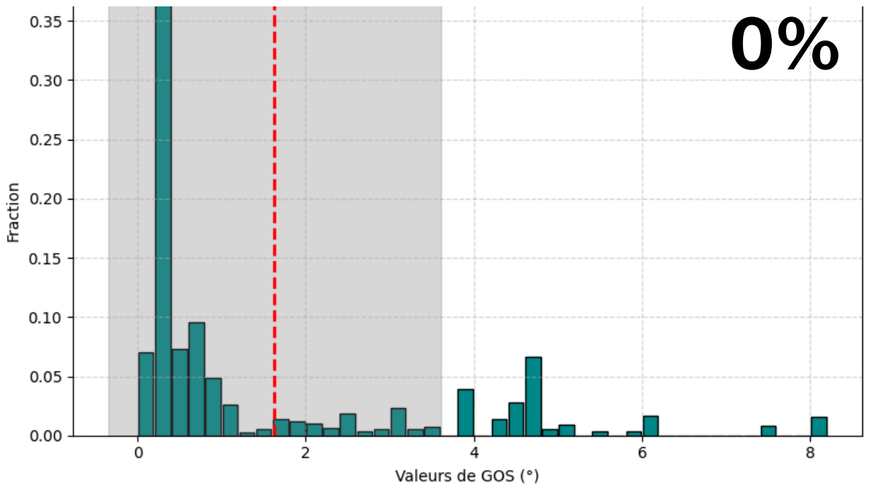
(a,b,c) Micrographie MEB en mode EBSD et (d,e,f) cartographies GOS du Crofer 22 APU (a,d) non déformé, avec (b,e) 6% et à (c,f) 14% de déformation plastique

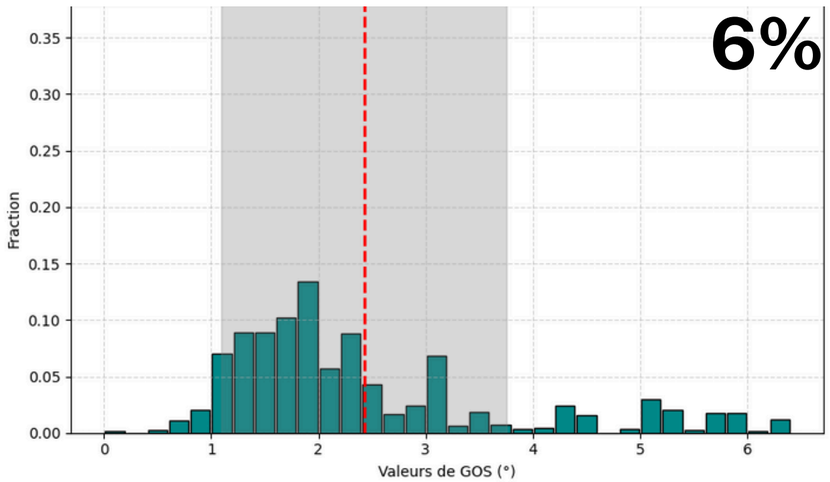


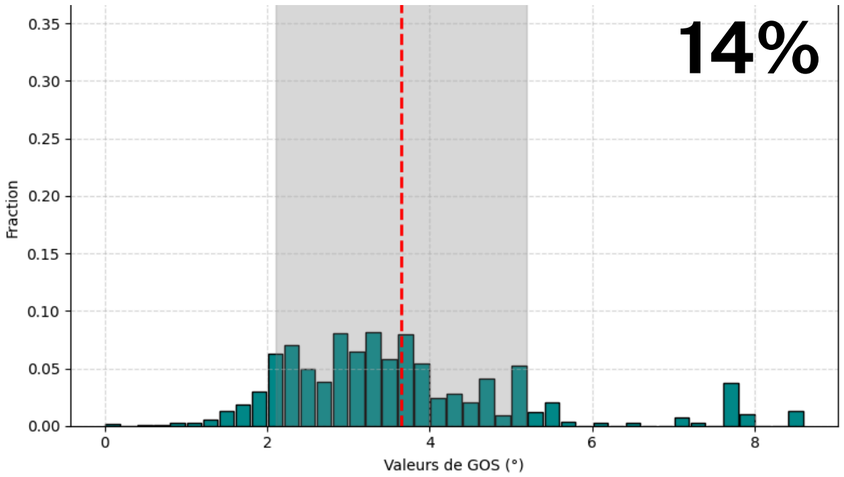
GOS (GRAIN ORIENTATION SPEAD)

- Augmentation des valeurs de GOS avec une distribution plus étalée vers des valeurs élevées des échantillons déformés par rapport à l'état non déformé

- Cela reflète une augmentation de la désorientation intra-granulaire





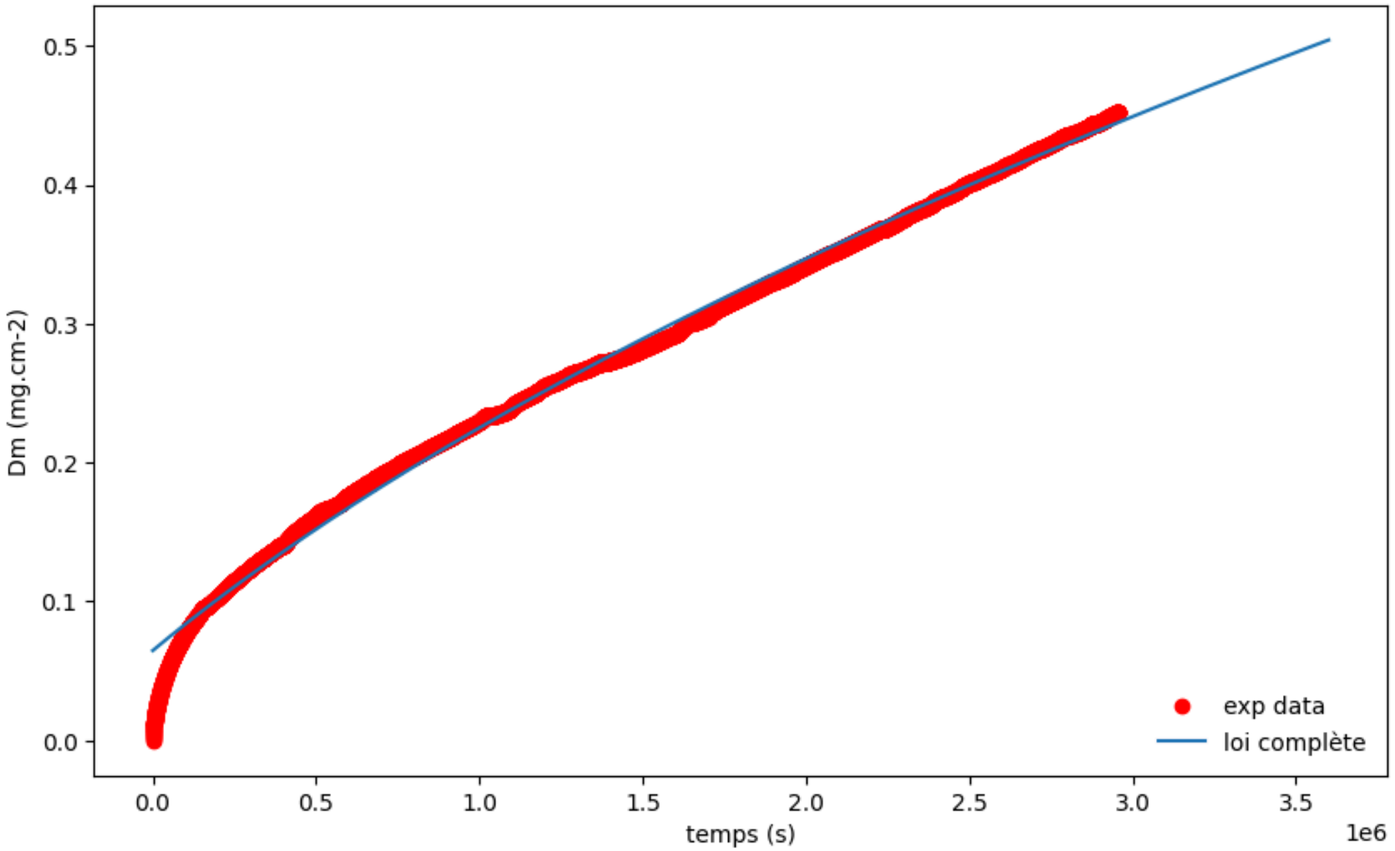


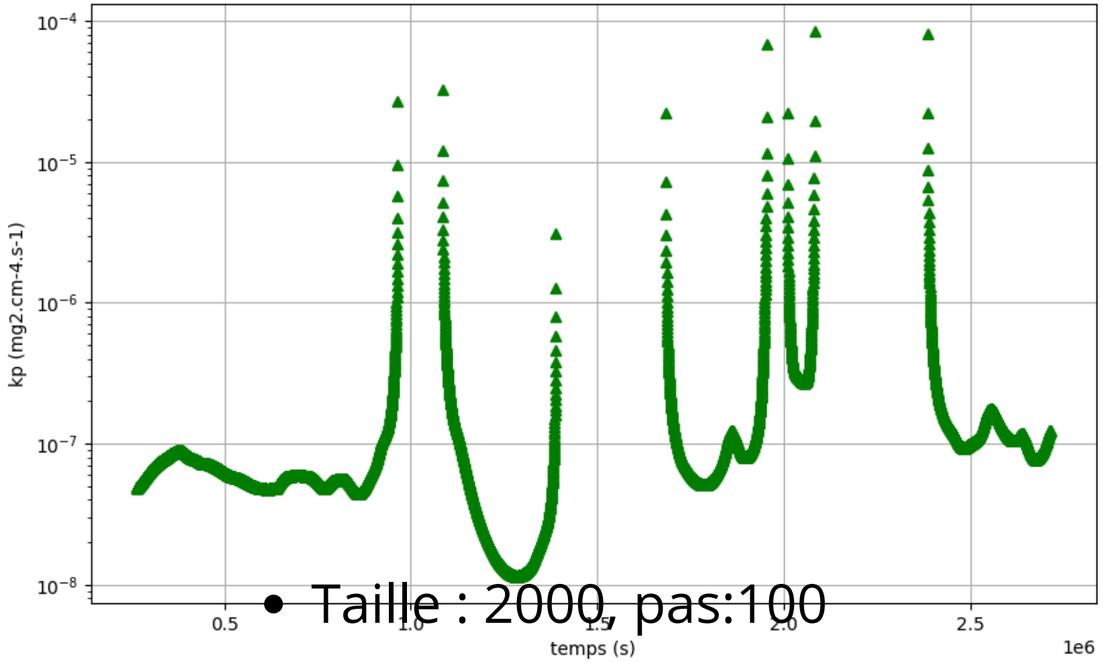
Moyenne : 1,63° ± 1,9° | **Moyenne : 2,42° ± 1,32°** | **Moyenne : 3,64° ± 1,54°**

Histogramme des valeurs de GOS pour les états : non déformé, déformé à 6 % et à 14 % de déformation plastique

KP: MÉTHODE MONCEAU ET PIERAGGI

de 0 à 820h





- Taille : 2000, pas:100

- **kp (entre 240s et 3 x 10^6 s) = 1,42 x 10^-7 mg².cm^-4.s^-1**

KP: MÉTHODE MONCEAU ET PIERAGGI

de 200 à 820h

