

Reconstruction 3D par logiciel des sillons d'attaque de corrosion des joints de grains

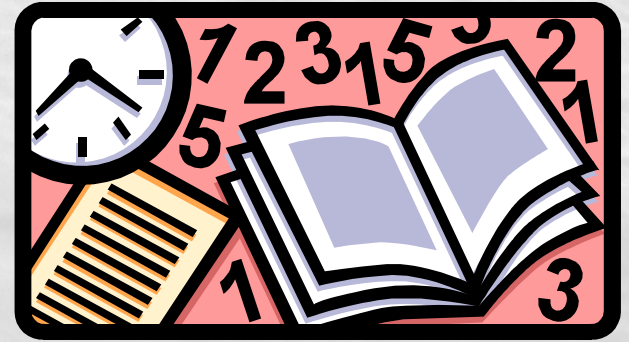
Marilyne CORNEN

René LE GALL

SF μ - 6 et 7 Juillet 2005 - Caen

Sommaire

- Introduction
- Techniques expérimentales
- Quelques résultats
- Perspectives



Problématique (1/2)

- ✚ Dans les matériaux métalliques, la ségrégation d'impuretés aux joints de grains affecte les propriétés physiques du métal de manière parfois spectaculaire.
- ✚ Le Soufre est reconnu depuis longtemps comme étant un élément qui modifie considérablement les propriétés du Nickel et des alliages de Ni.
- ✚ La ségrégation de S aux joints de grains peut être obtenue facilement par ségrégation dynamique.

Problématique (2/2)

✚ La ségrégation d'impuretés aux joints de grains dépend notamment de la désorientation de ceux-ci.



Mais : il n'existe pas de technique directe qui permette de mesurer simplement à la fois le taux de ségrégation et la désorientation d'un grand nombre de joints.



Nécessité d'une méthode indirecte permettant ces mesures dans un alliage polycristallin de Ni-S !!!

Le contexte

L'alliage étudié

Ni-S contenant 1 ppm atomique de S (270 Wiggins Alloys)

Ségrégation Dynamique = ségrégation due à l'effet de traînage des impuretés et obtenue par recristallisation d'un échantillon déformé

La cinétique de ce type de ségrégation peut être observée à une température relativement basse de 455°C

Préparation des échantillons

Polissage



1. Recuit

2. Laminage

Polissage



3. Découpe des échantillons

4. Attaque glycérol- H_3PO_4

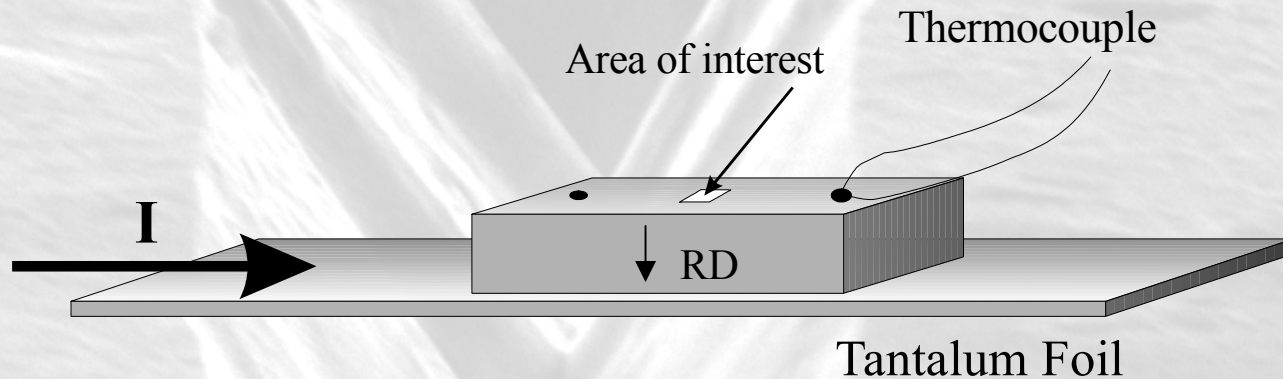
5. MEB : recuit in-situ

6. Attaque électrochimique

7. MEB pour reconstruction 3D

Montage MEB (1/2)

Montage pour le chauffage in-situ des échantillons :



Les échantillons sont rayés pour initier la recristallisation le long d'une ligne et sont ensuite portés à 455°C . (Humphreys, Huang, Acta Mat 1999)

Montage MEB (2/2)

Intérêts de la méthode :

- ✚ Chauffage rapide pour éviter la restauration
- ✚ Le recuit peut être arrêté avant la recristallisation complète grâce à l'observation directe

thermocouple échantillon Ta

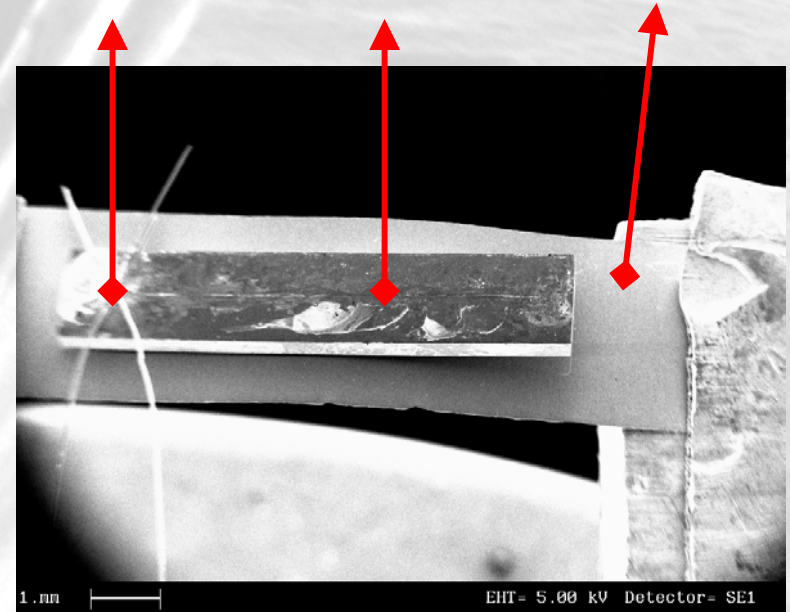
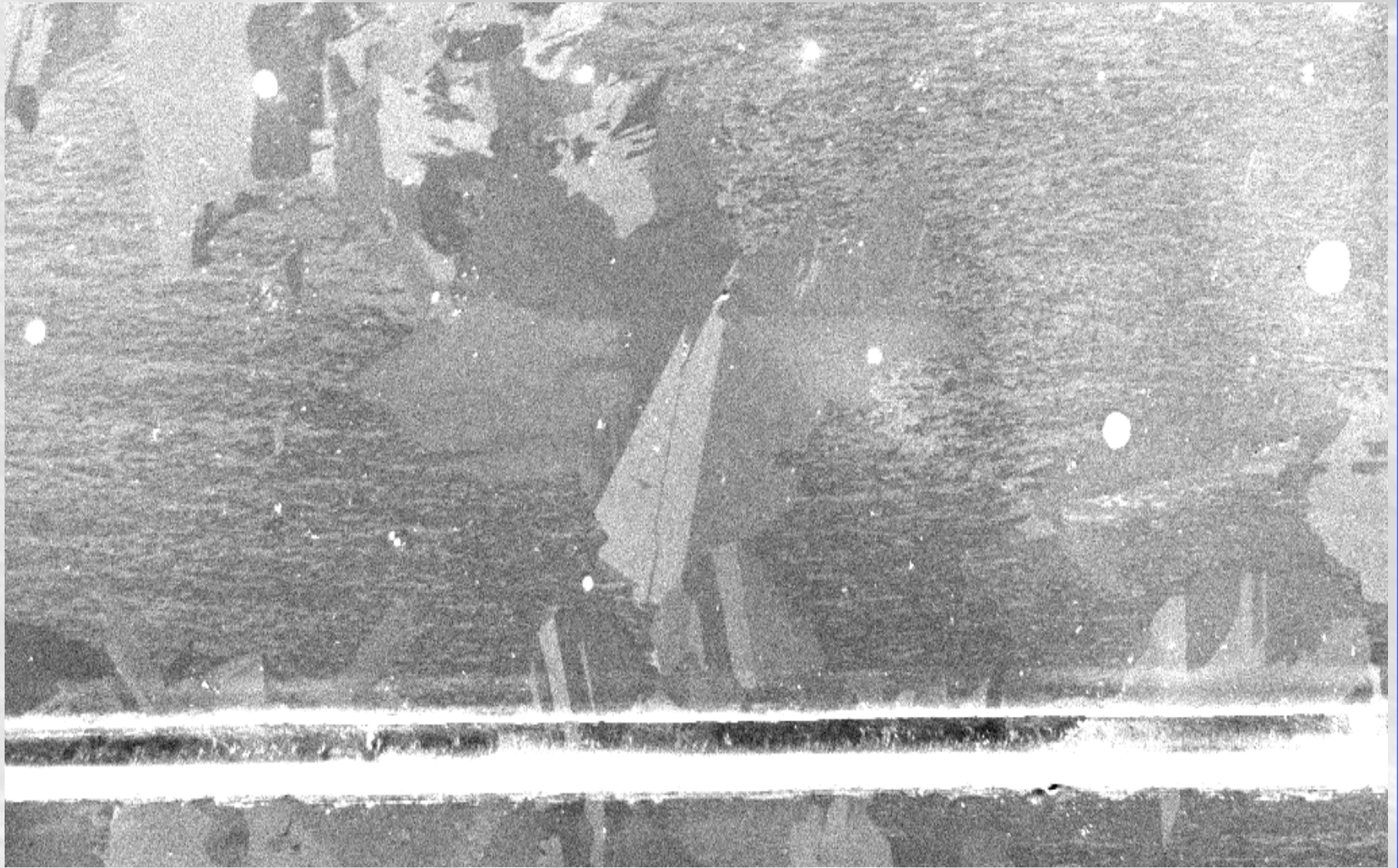
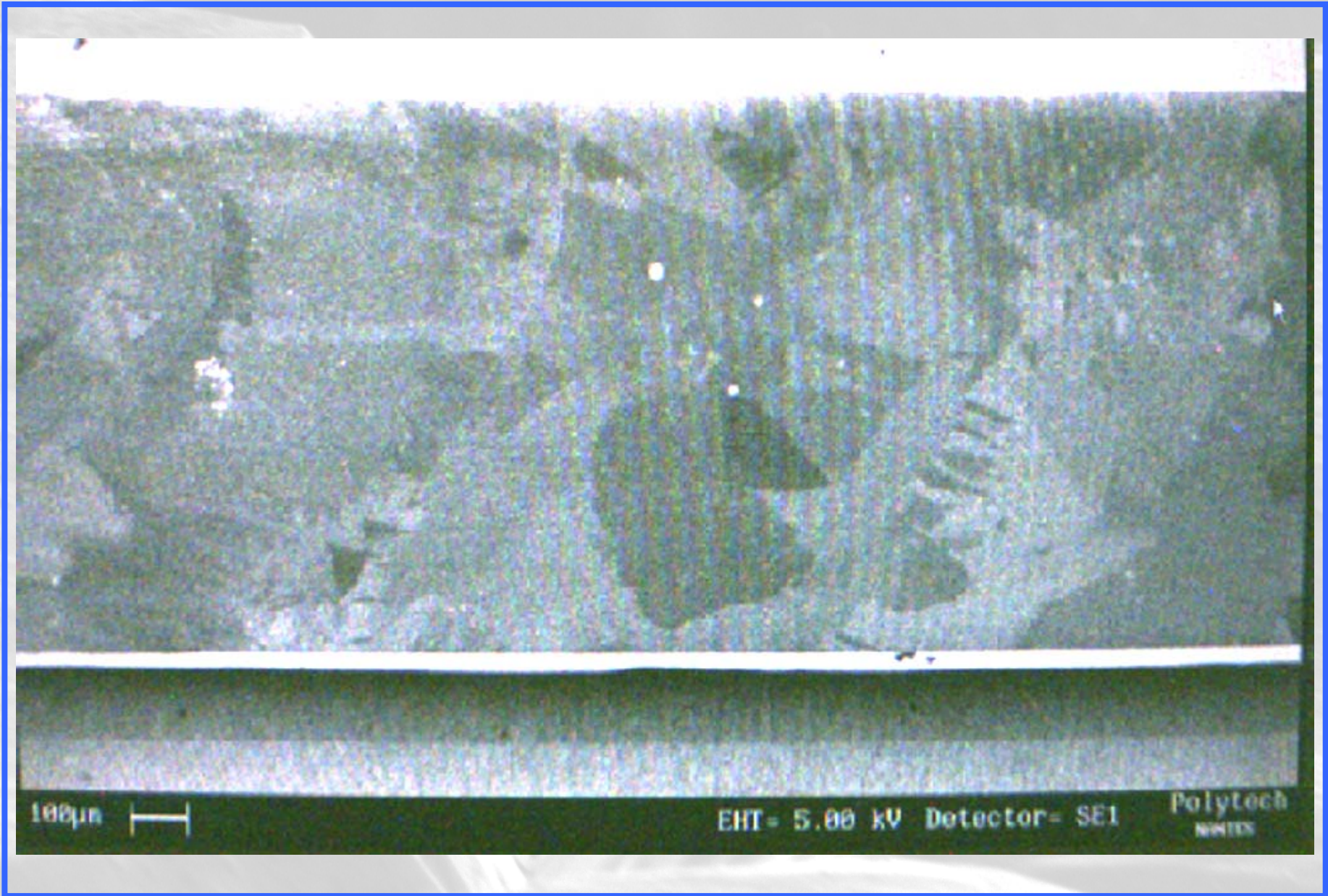


Image MEB de l'échantillon soudé sur la feuille de Ta





Préparation des échantillons

Polissage



1. Recuit

2. Laminage

Polissage



3. Découpe des échantillons

4. Attaque glycérol

5. MEB : recuit in-situ

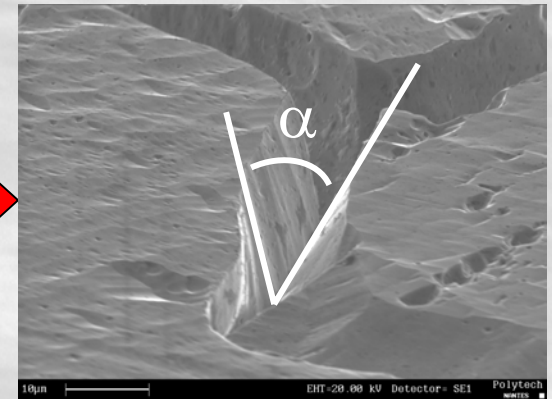
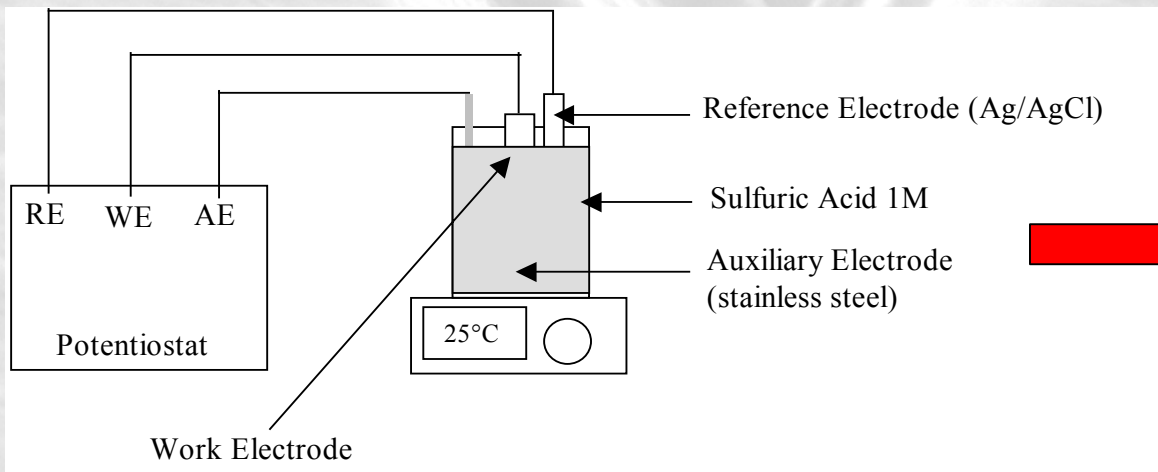
6. Attaque électrochimique

7. MEB pour reconstruction 3D

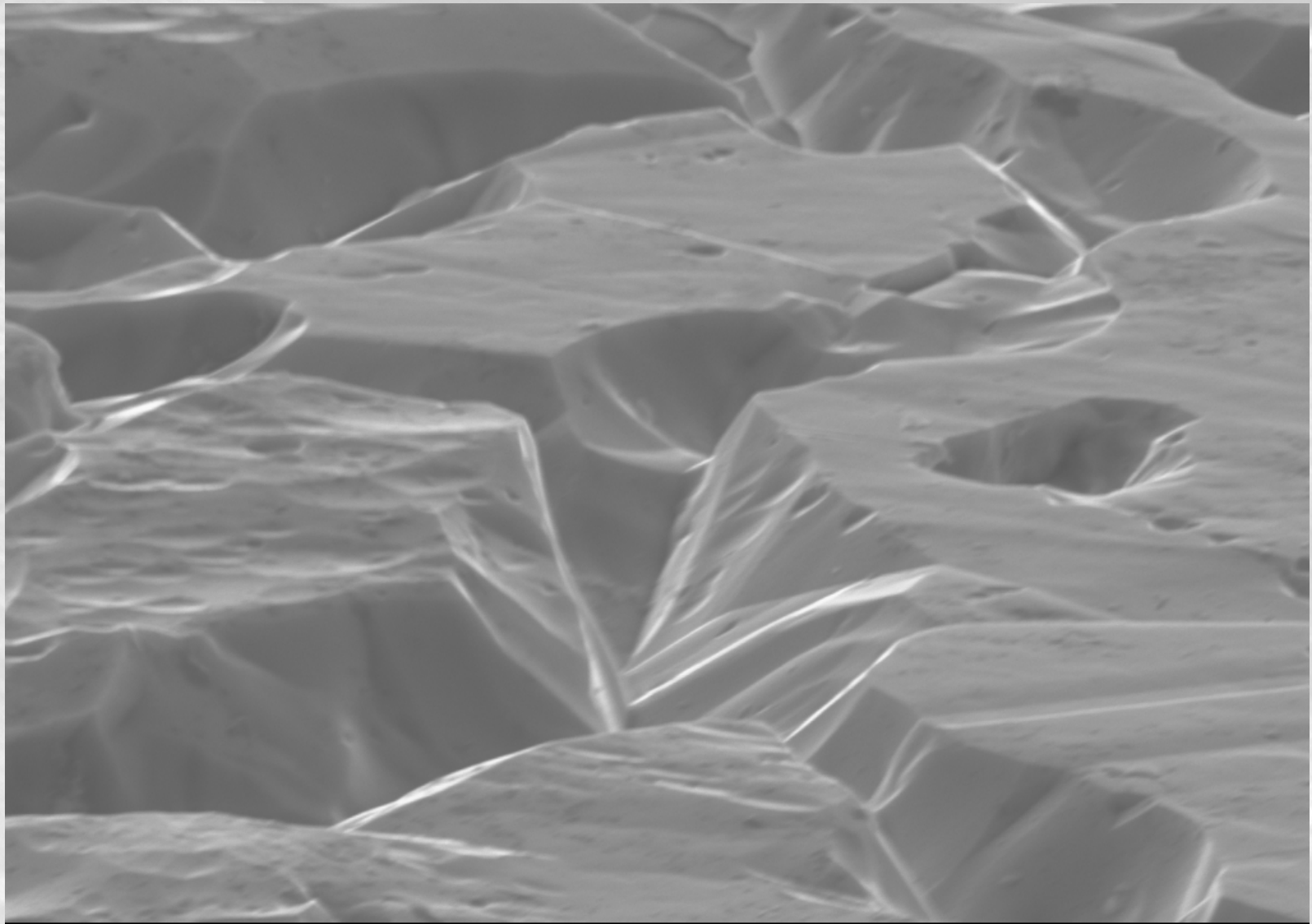
Attaque électrolytique

(Beaunier et al. 1980)

- Le but : obtenir une dissolution sélective des jdg
- L'attaque se fait près du potentiel transpassif dans une solution 1M H_2SO_4 (1550 mV vs. Ag/AgCl) pendant 5 min.



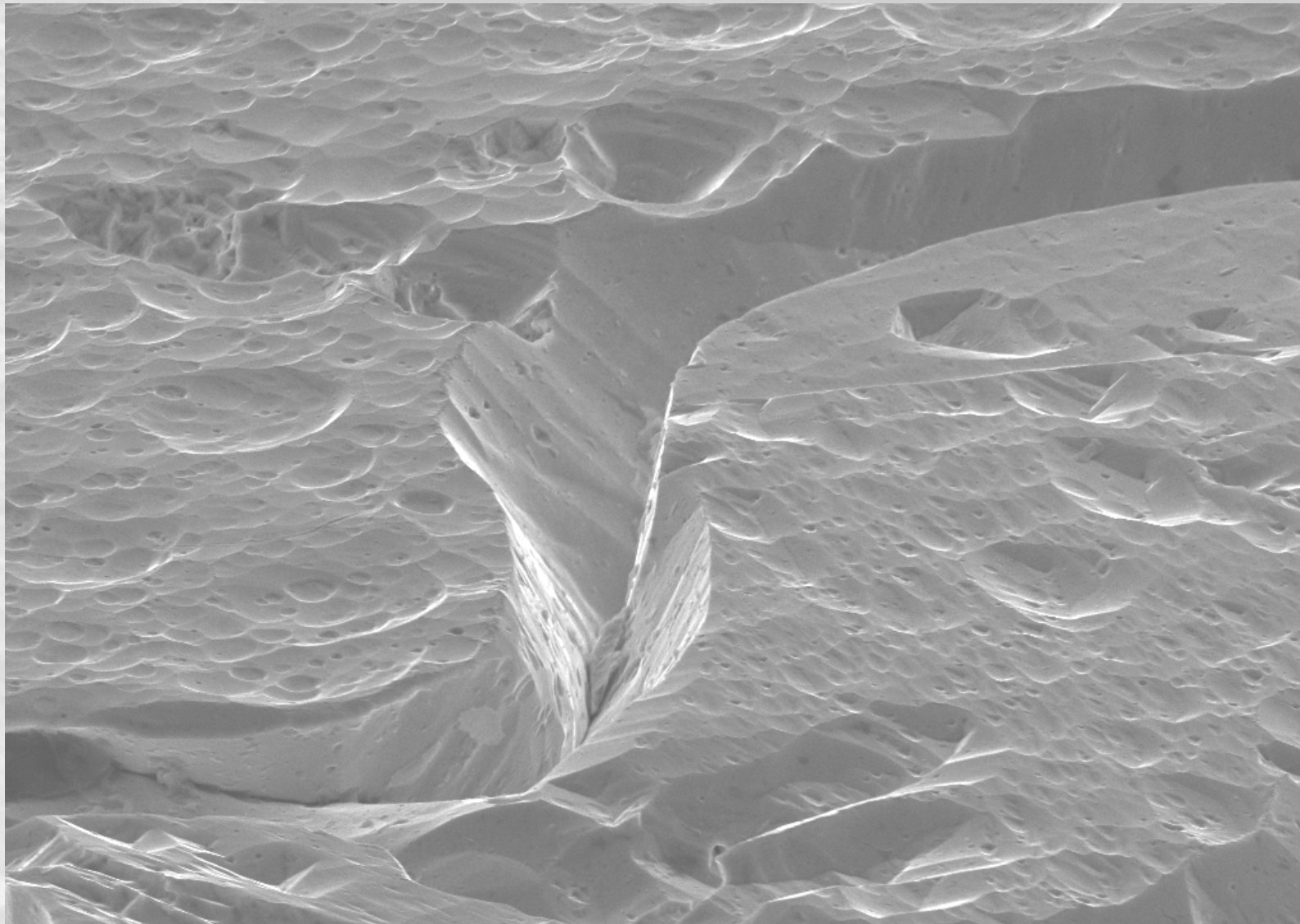
Géométrie du sillon \rightarrow estimation de la concentration en S dans le joint



2 μ m 

EHT=20.00 kV Detector= SE1

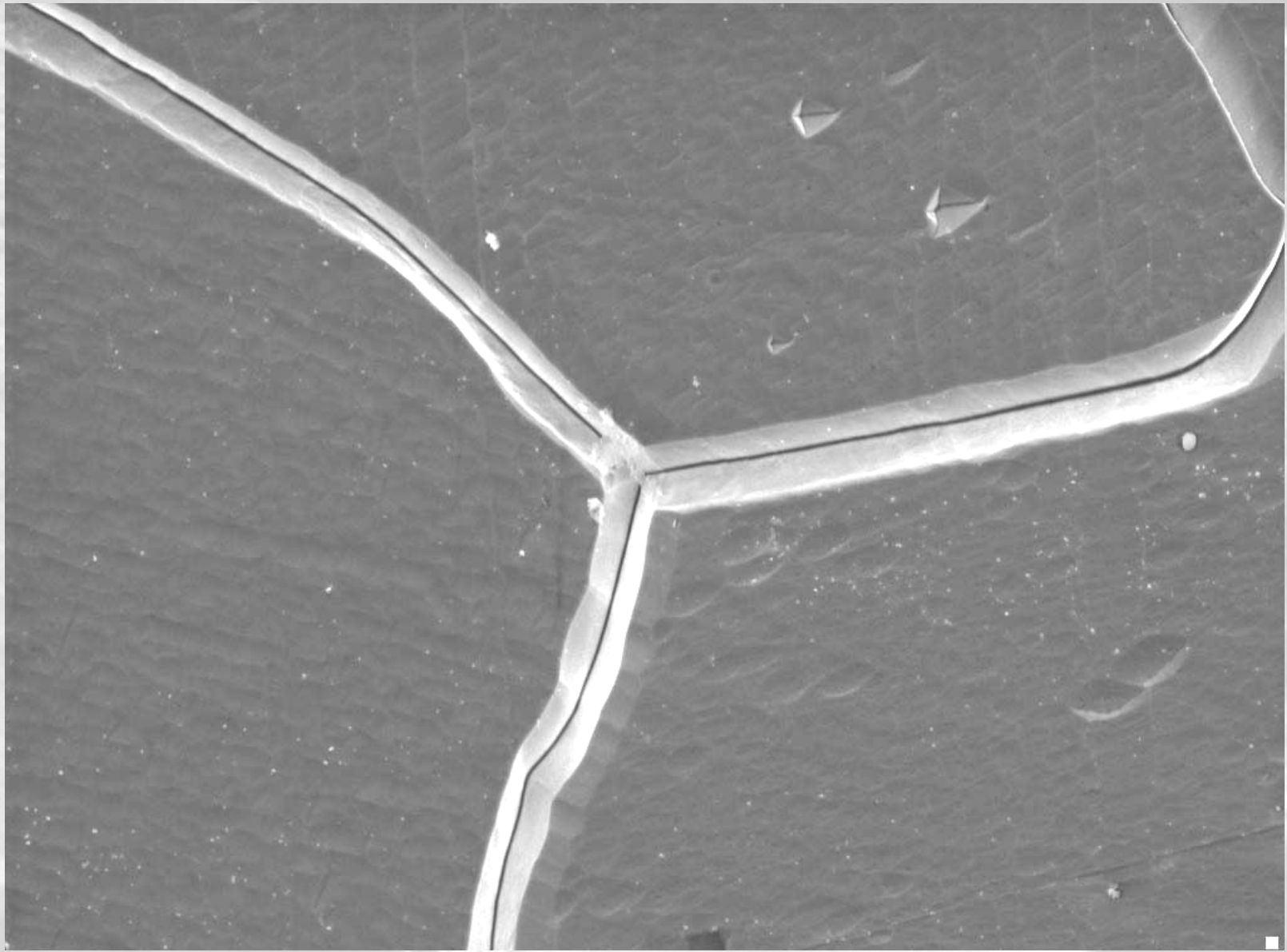
Polytech
NANTES 

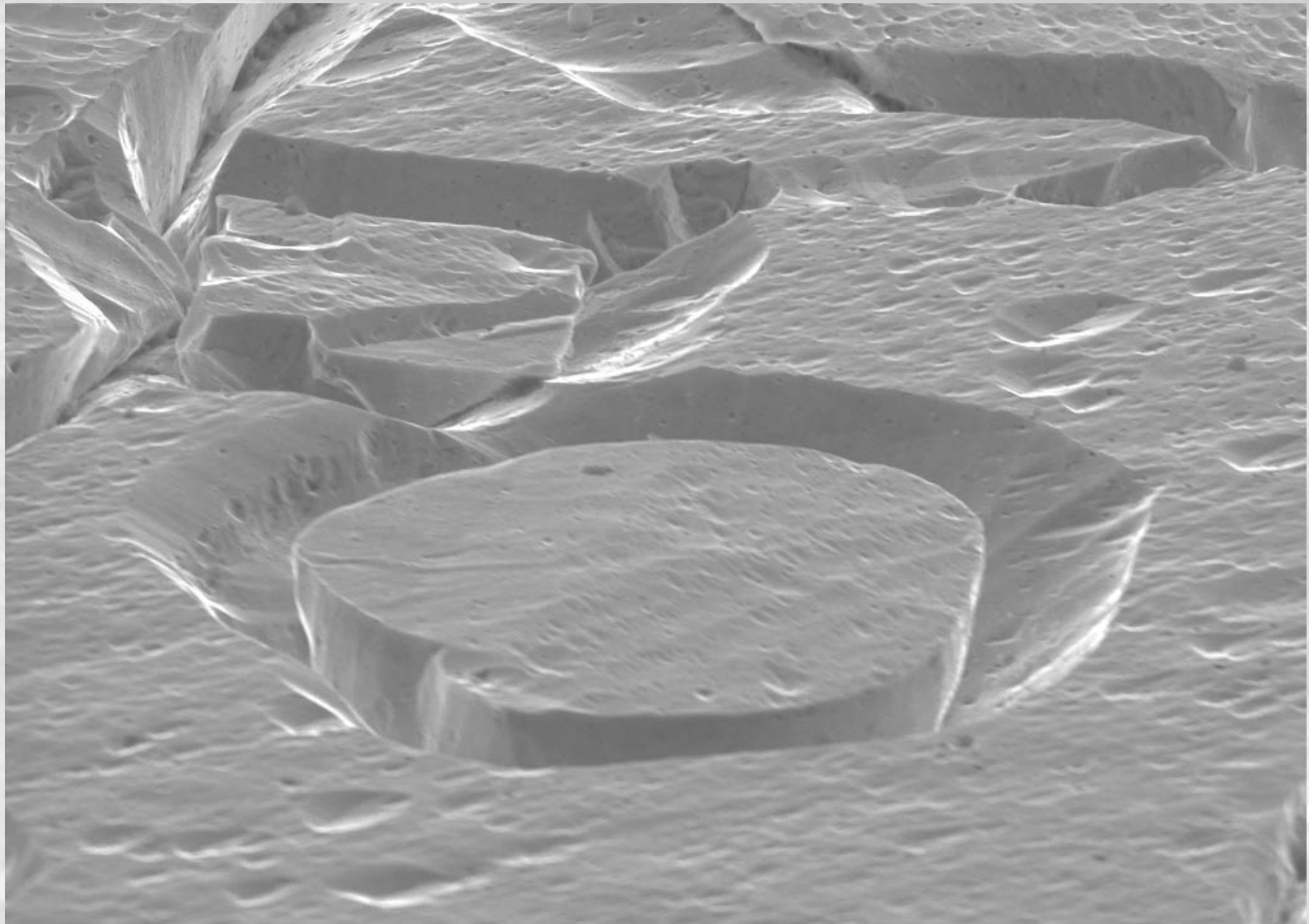


10µm

EHT=20.00 kV Detector= SE1

Polytech
NANTES





20µm



EHT=20.00 kV Detector= SE1

Polytech
NANTES

Préparation des échantillons

Polissage



1. Recuit

2. Laminage

Polissage



3. Découpe des échantillons

4. Attaque glycérol

5. MEB : recuit in-situ

6. Attaque électrochimique

7. MEB pour reconstruction 3D

Reconstruction 3D (1/3)

But : obtenir la topographie du joint

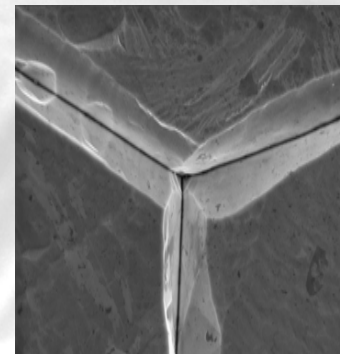
Le principe :

- ✚ 2 images MEB stéréoscopiques
- ✚ reconstruction par le logiciel MeX®

Tilt = 0°



Tilt = 10°



Reconstruction 3D (2/3)

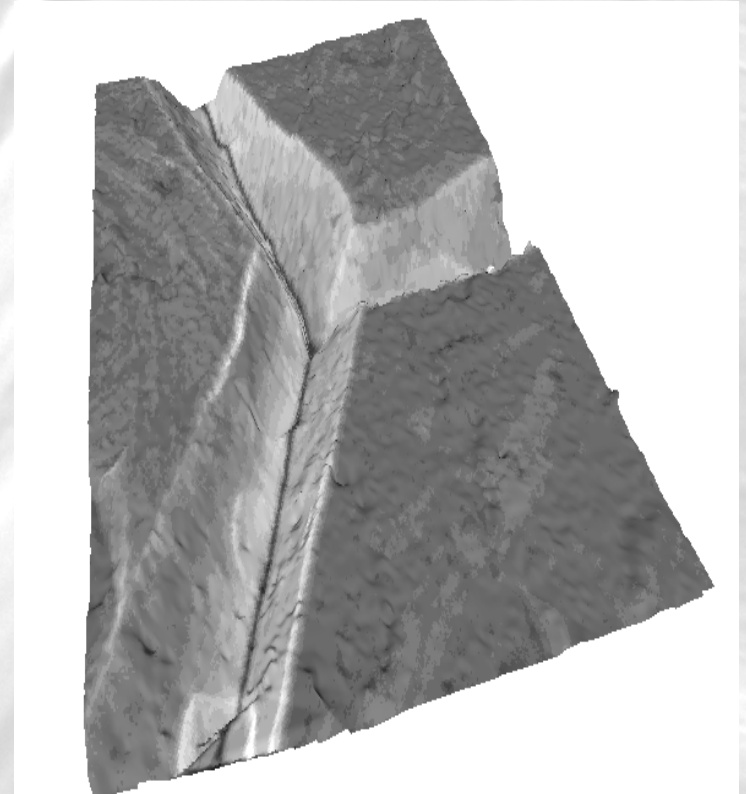
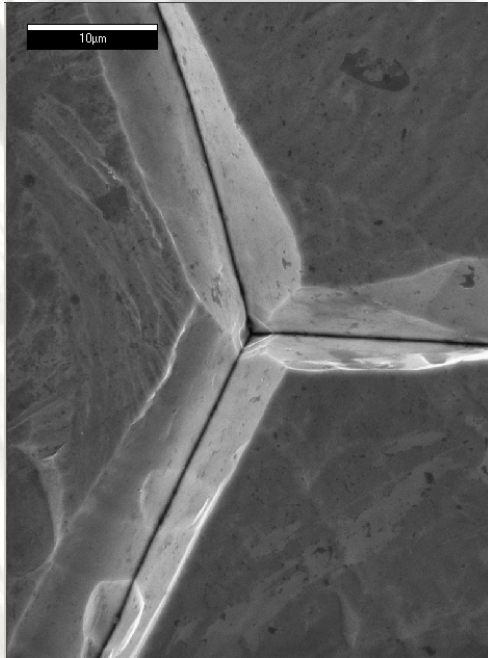
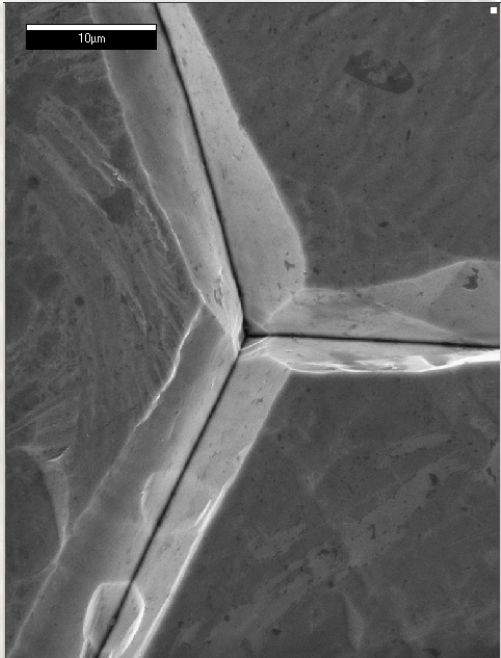
Les conditions requises pour la prise d'images :

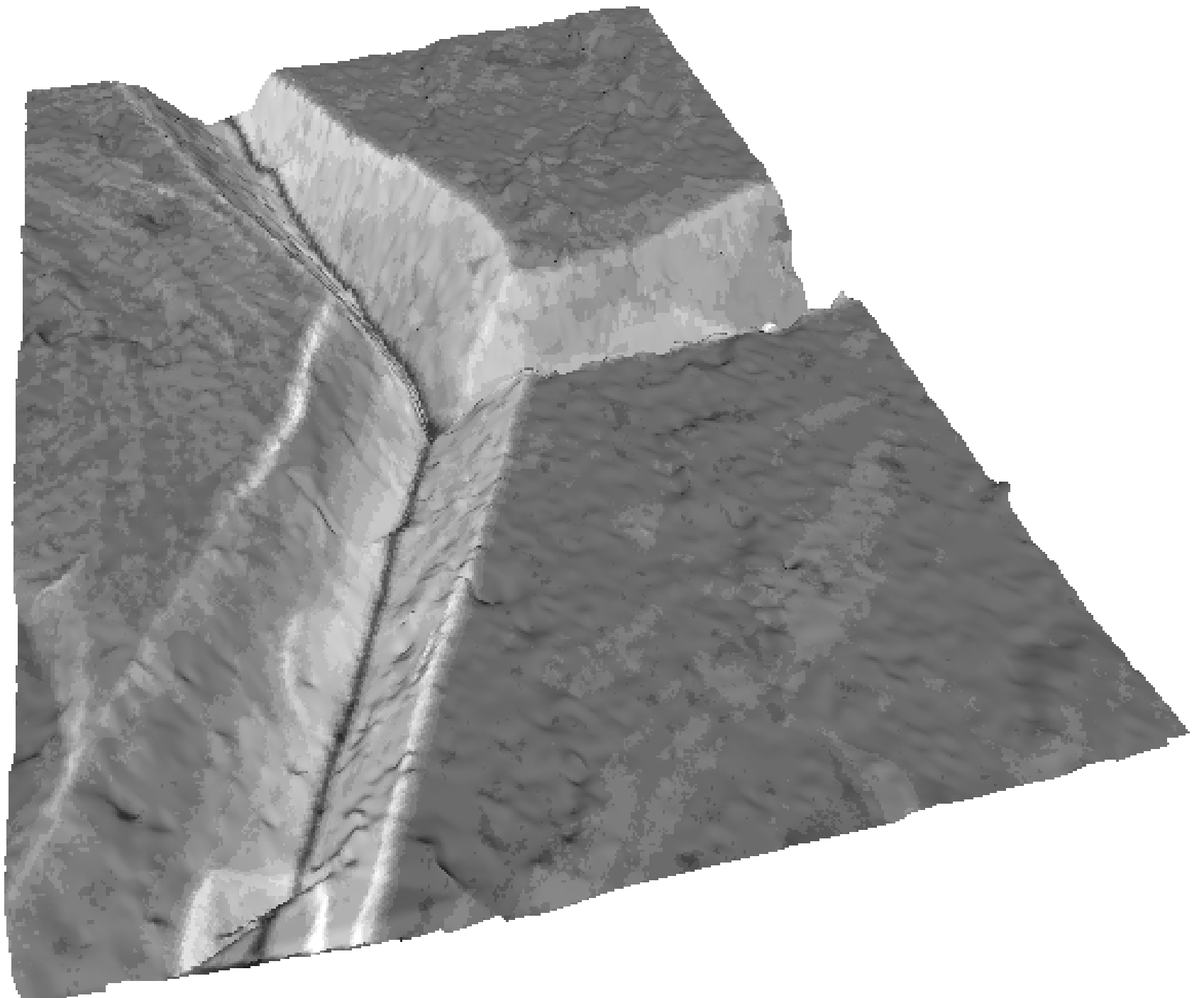
- aligner le sillon perpendiculairement à l'axe de tilt
- obtenir le maximum de contraste sans saturation de la brillance
- avoir une image nette même à fort grossissement
- réussir à atténuer la brillance des pentes les plus abruptes sans perdre le reste de l'image.

Exemples de reconstructions

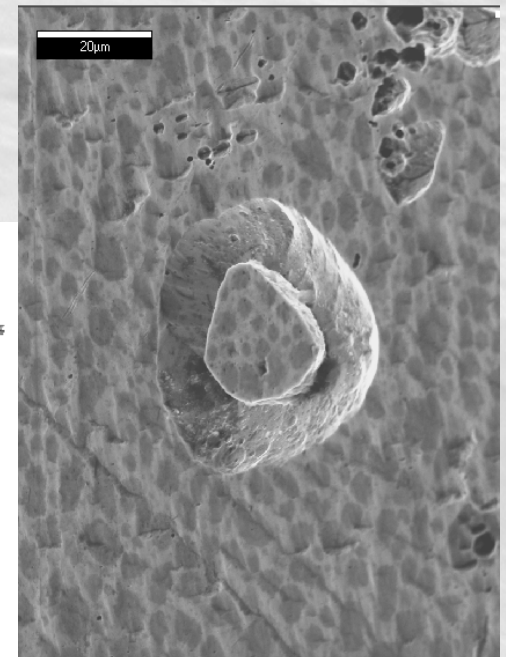
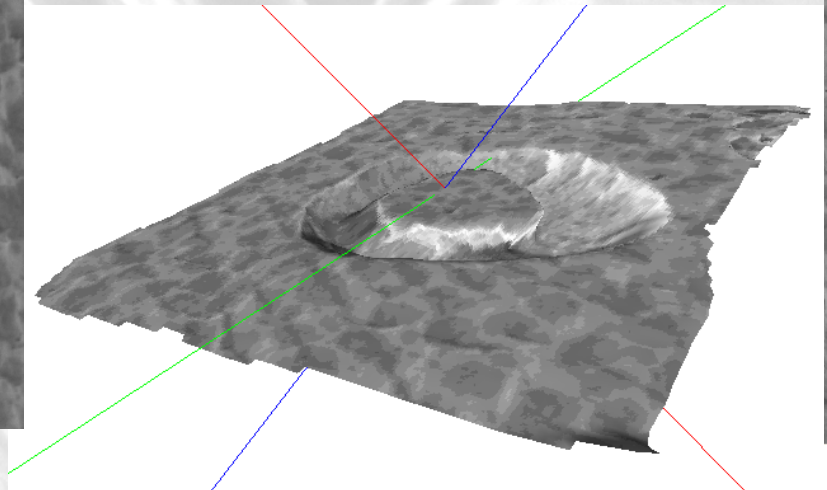
(3/3)

Point triple

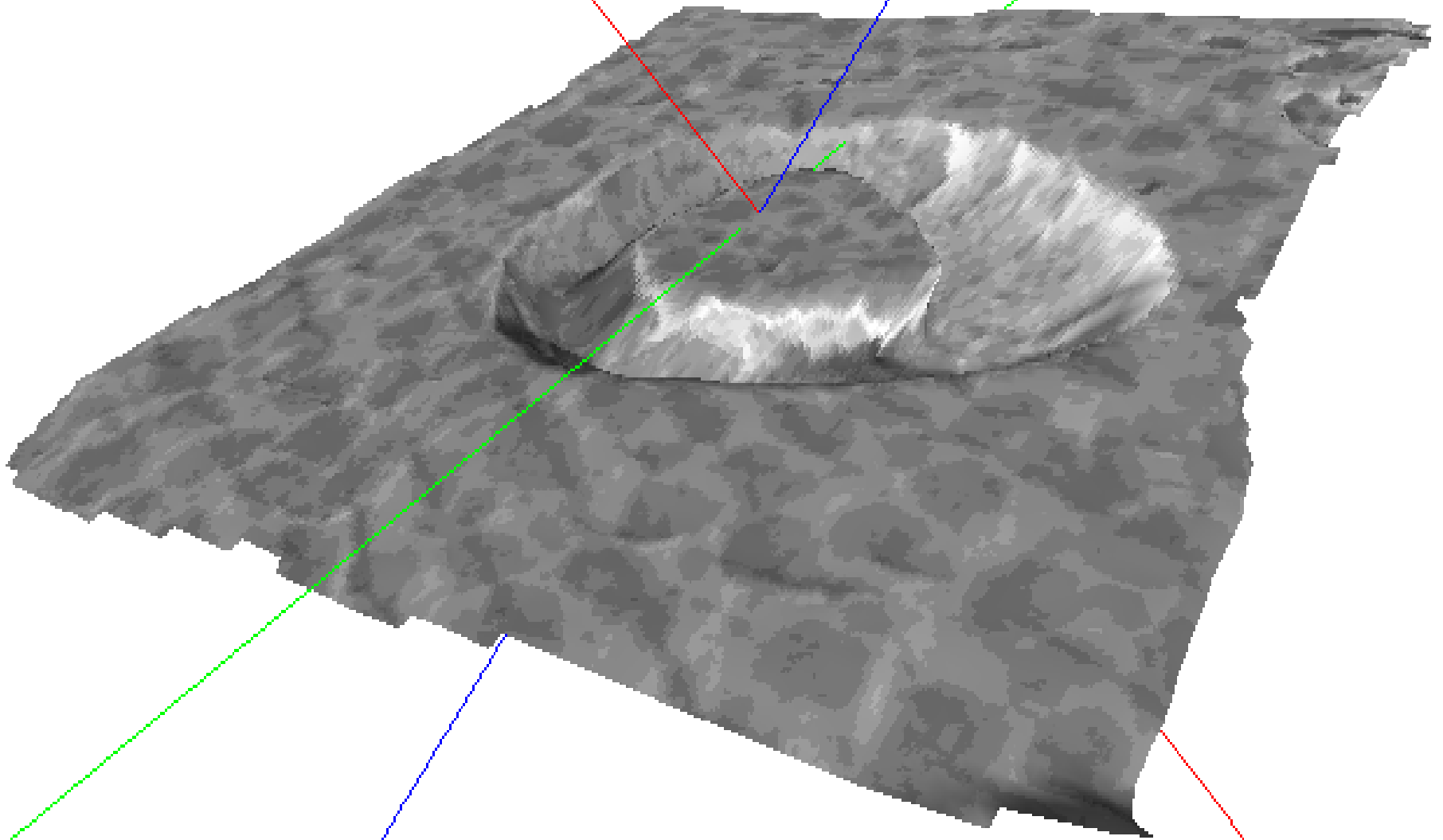




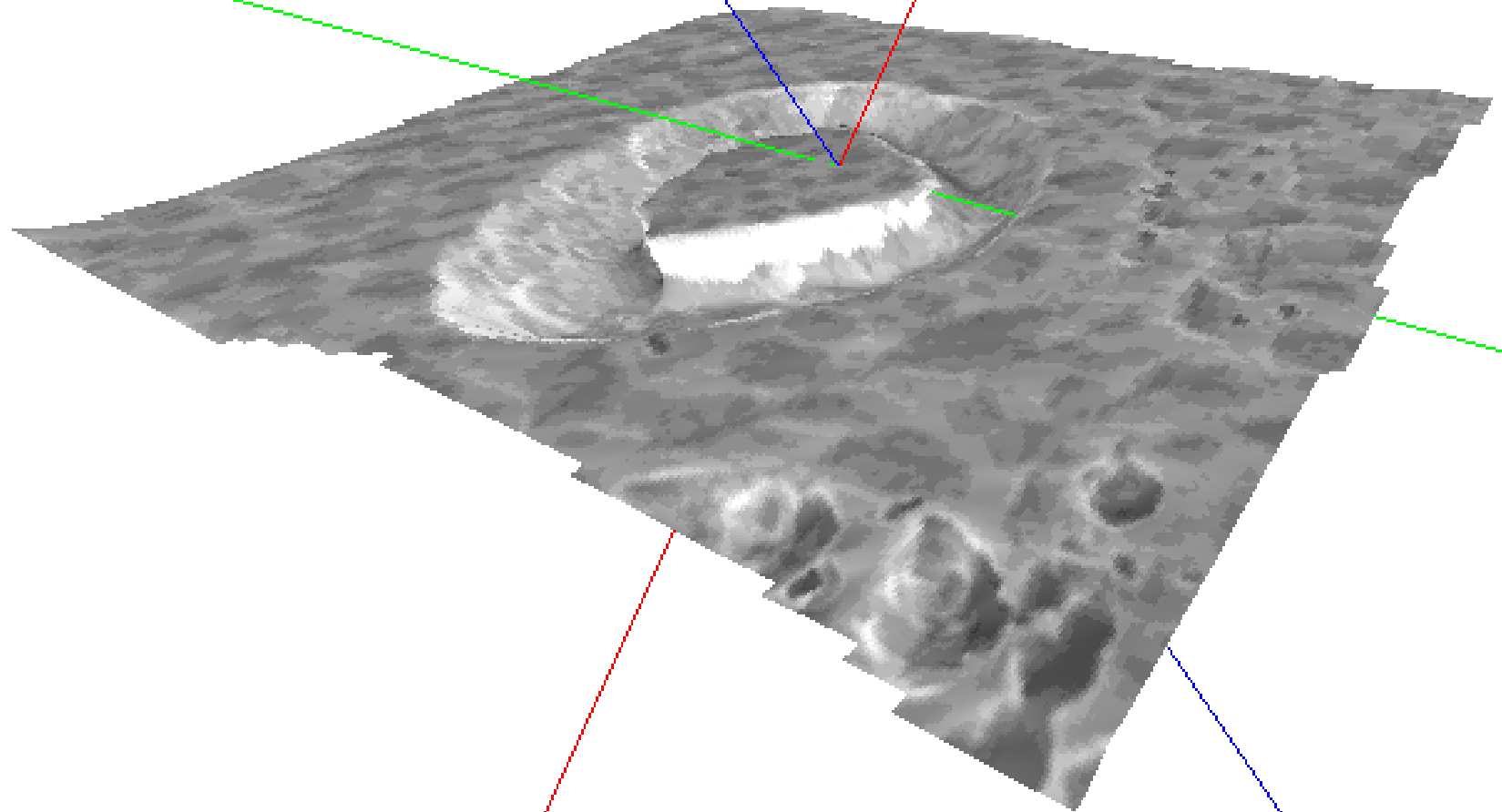
Recrystallisation in situ



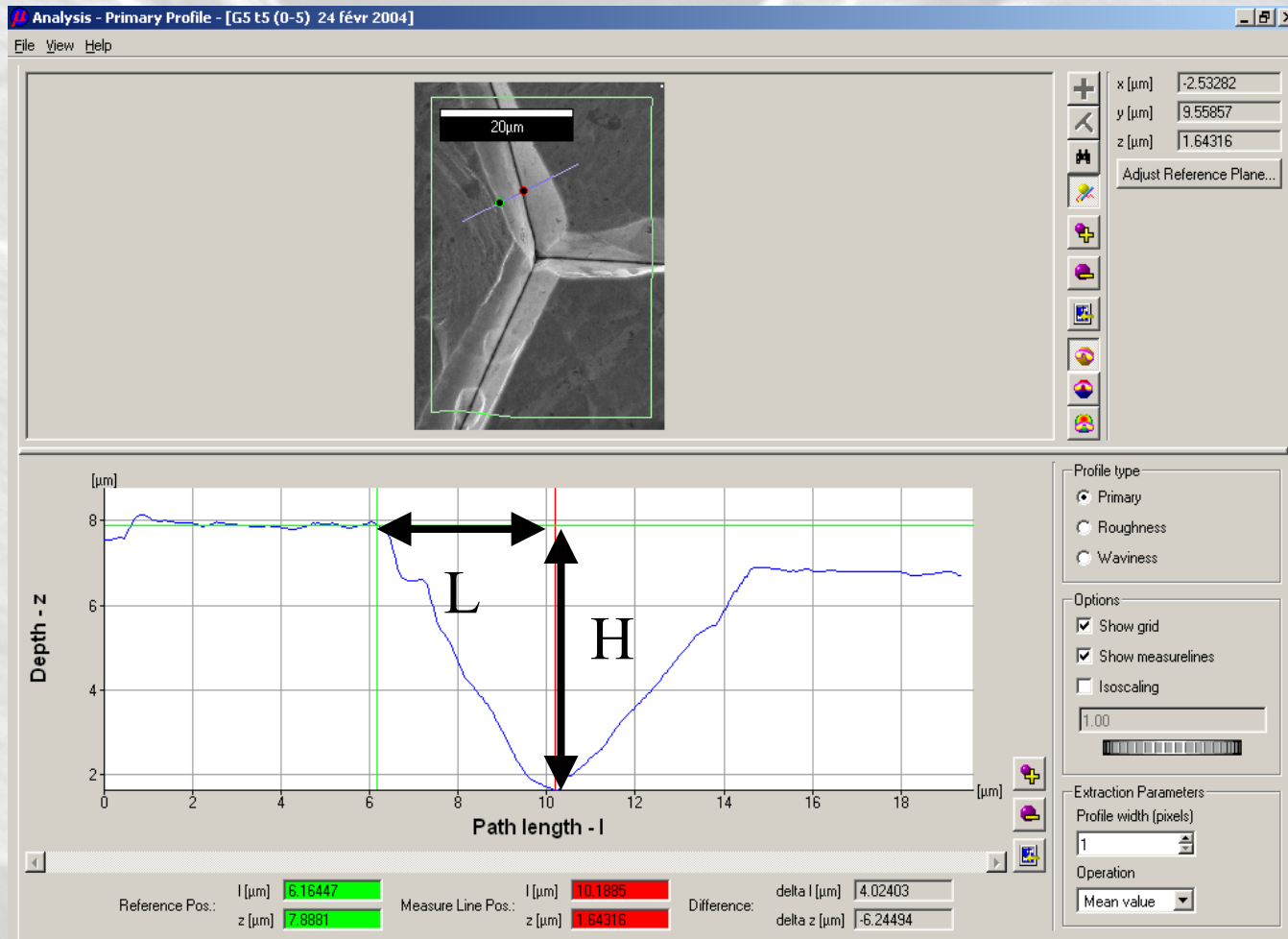
Recrystallisation in situ



Recrystallisation in situ



Géométrie du sillon de corrosion

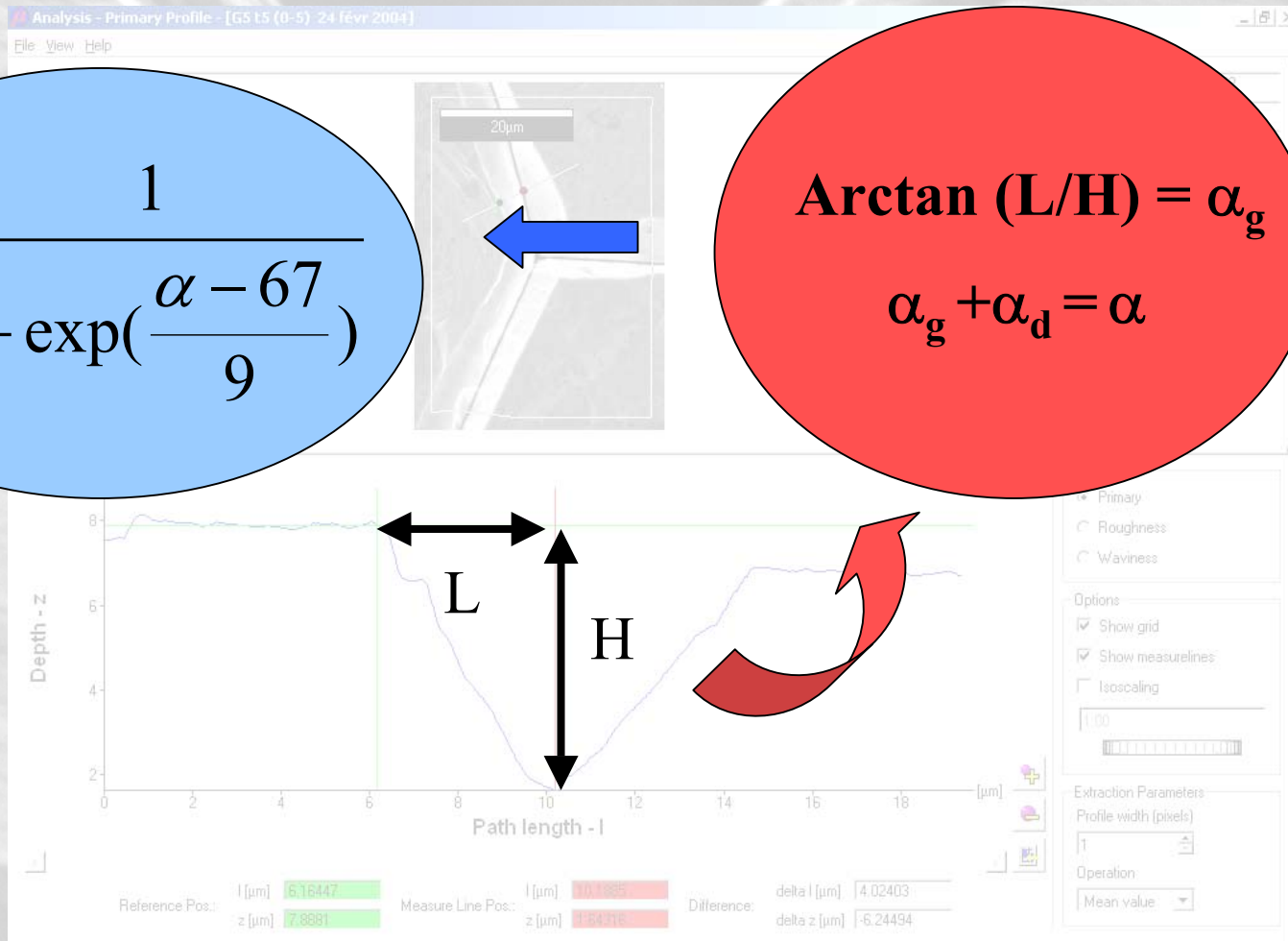


Géométrie du sillon de corrosion

$$\theta = \frac{1}{1 + \exp\left(\frac{\alpha - 67}{9}\right)}$$

$$\text{Arctan}(L/H) = \alpha_g$$

$$\alpha_g + \alpha_d = \alpha$$

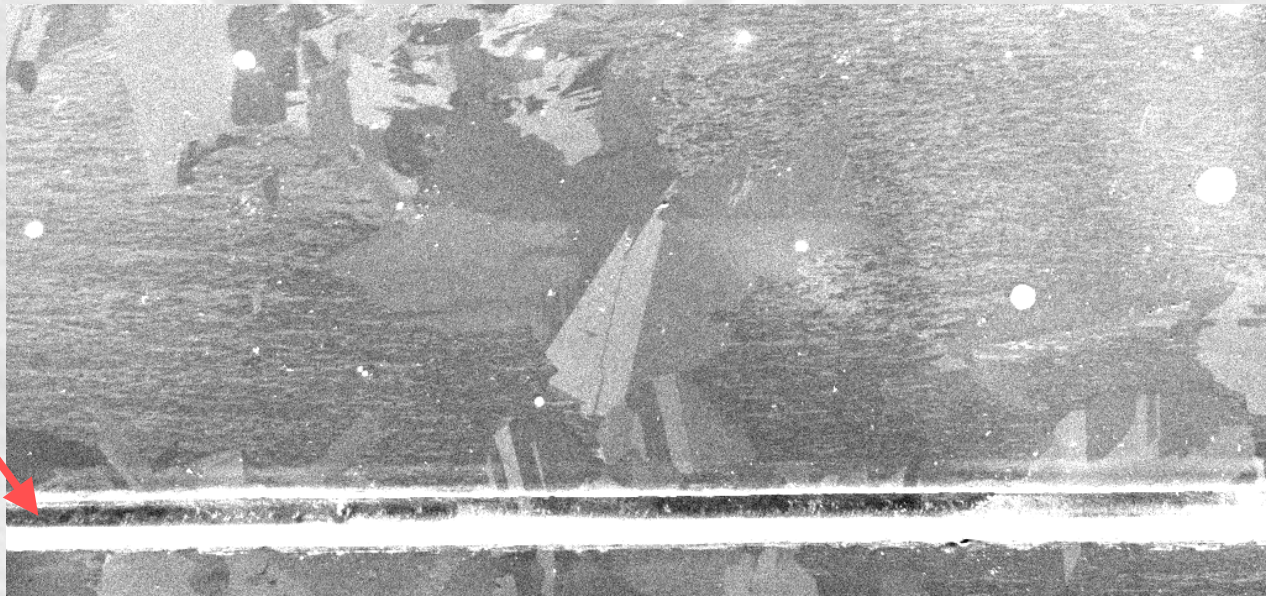


Quelques résultats (1/3)

taux de laminage équivalent Von Mises

$$\varepsilon = 0.92$$

rayure



Quelques résultats (2/3)

taux de laminage équivalent Von Mises

$$\varepsilon = 0.46$$



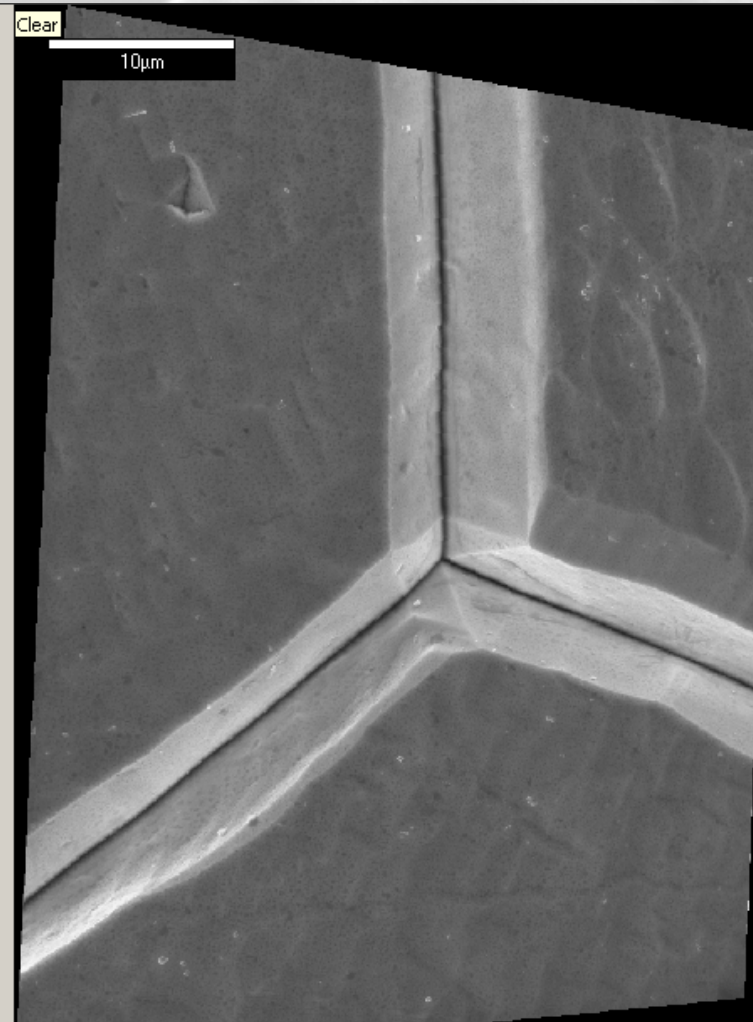
Quelques résultats (3/3)

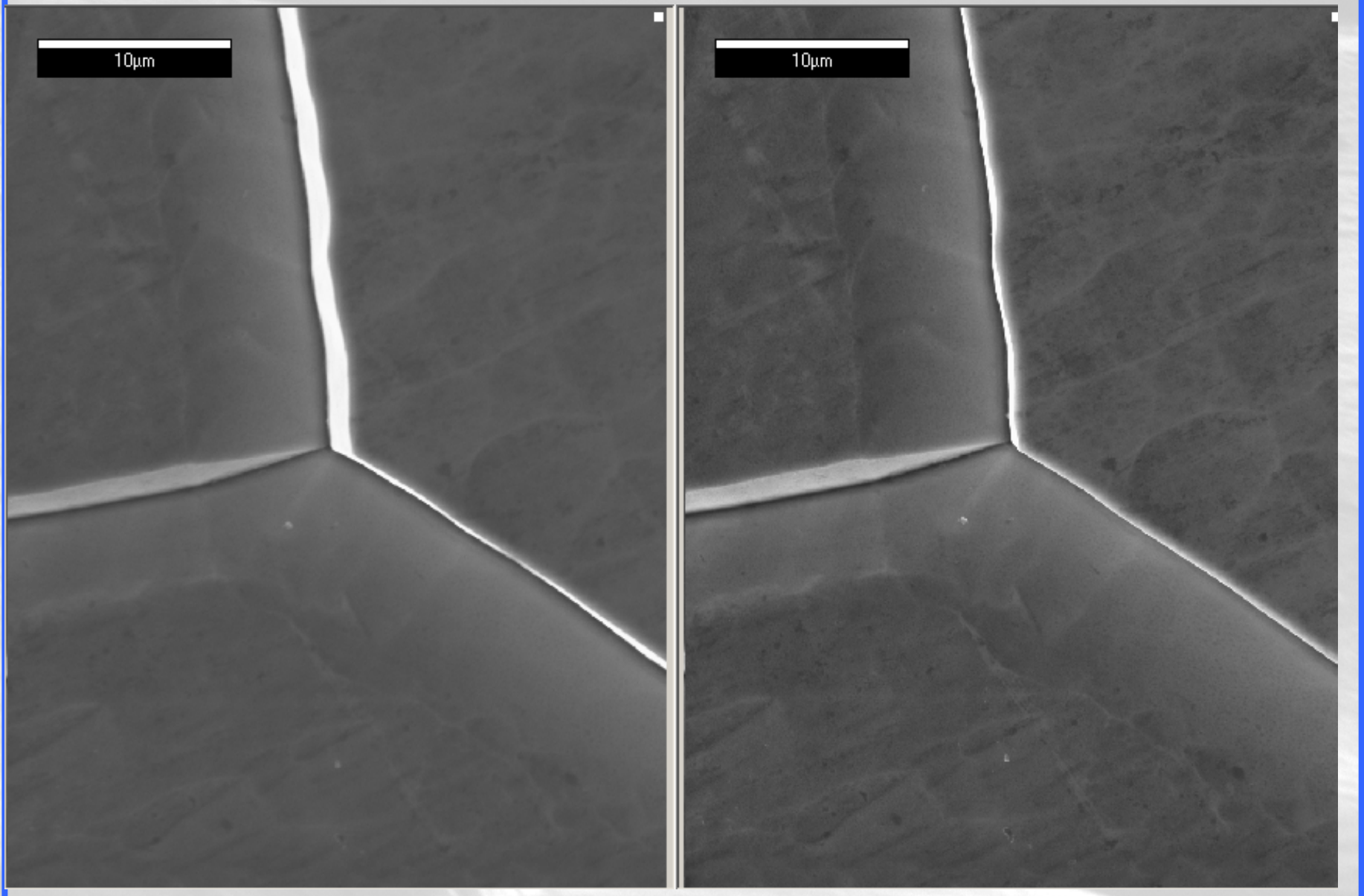
Grain	Vitesse de déplacement du jdg, V (10^{-8}m.s^{-1})	Angle du sillon, α ($^{\circ}$)	Taux de Ségrégation, θ
1	113		
2	48	120	0.3 %
3	77	160	≈ 0
4	41	141	≈ 0

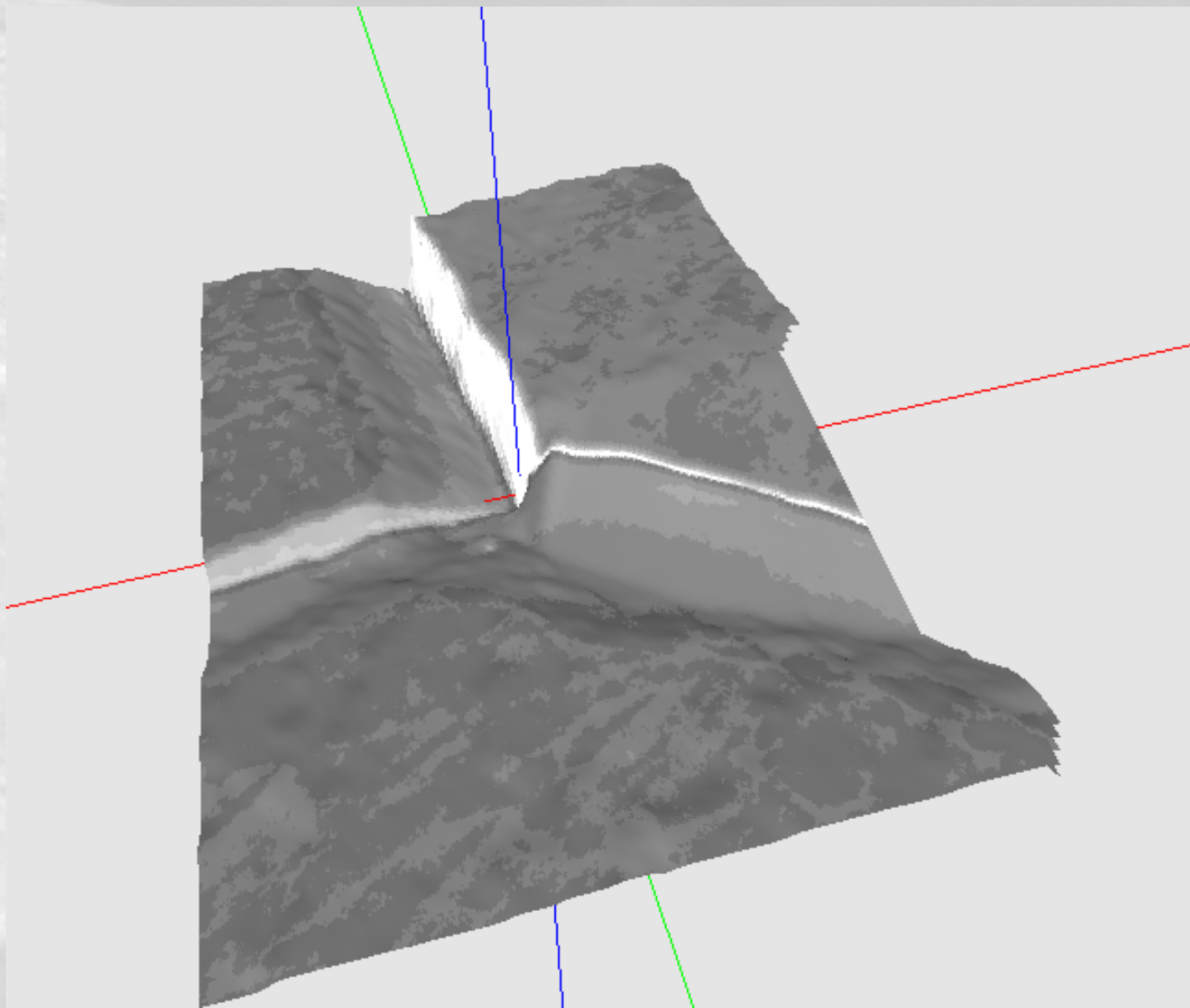
Quelques résultats (3/3)

Grain	Vitesse de déplacement du jdg, V (10^{-8}m.s^{-1})	Angle du sillon, α ($^{\circ}$)	Taux de Ségrégation, θ
1	10		
2	10		
3	14		
4	14	136	≈ 0
4 bis	26	113	1 %
5	51	70	41 %
6	42	95	4 %
7	11	103	2 %

Exemple de « mauvaises images »

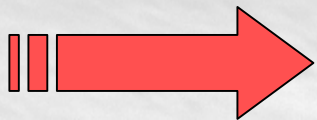






Couplage avec les données EBSD

- Vitesse de déplacement du joint
- Taux de ségrégation
- Désorientation des grains => type de joint (spécial ou bien général)

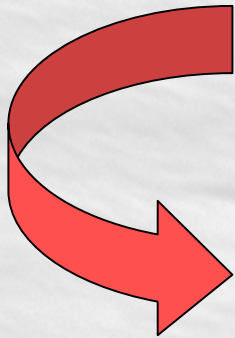


Fonction ségrégation-désorientation

Résumé

Données accessibles :

- + Estimation du taux de ségrégation dans le joint
- + Désorientation des grains de part et d'autre du joint



Avec simplement :

2 images MEB + 1 carto EBSD