Compréhension et modélisation de la rupture fragile des aciers renforcés par nano-précipitation : effets de texture, de vieillissement et de composition

Anne-Laure Rouffié

▶ **To cite this version:**

Anne-Laure Rouffié. Compréhension et modélisation de la rupture fragile des aciers renforcés par nano-précipitation : effets de texture, de vieillissement et de composition. Autre. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2014. Français. ⟨NNT : 2014ENMP0014⟩. ⟨pastel-01069061⟩

HAL Id: pastel-01069061

https://pastel.hal.science/pastel-01069061v1

Submitted on 26 Sep 2014

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

HAL Authorization

ParisTech
INSTITUT DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES
PARIS INSTITUTE OF TECHNOLOGY

MINES ParisTech

École doctorale n° 432 : Sciences des Métiers de l'Ingénieur

Doctorat ParisTech

T H È S E

pour obtenir le grade de docteur délivré par

l'École nationale supérieure des mines de Paris

Spécialité " Sciences et Génie des Matériaux "

présentée et soutenue publiquement par

Anne-Laure ROUFFIÉ

le 26 mai 2014

Compréhension et Modélisation de la rupture fragile des aciers renforcés par nano-précipitation - effets de texture, de vieillissement et de composition

Directeurs de thèse : **Jérôme CRÉPIN**
Benoît TANGUY

Jury

M. André PINEAU, Professeur, MINES ParisTech	Président
Mme. Clotilde BERDIN, Professeur, Université Paris-Sud 11	Rapporteur
M. Éric ANDRIEU, Professeur, CIRIMAT-ENSIACET	Rapporteur
M. Jean-Louis BOUTARD, Ingénieur de Recherche, CEA	Examinateur
M. Tomas KRUML, Professeur, Academy of Sciences of the Czech Republic	Examinateur
Mme. Véronique GARAT, Ingénieur, AREVA NP	Examinateur
M. Jérôme CRÉPIN, Maître de Recherche, MINES ParisTech	Examinateur
M. Benoît TANGUY, HDR, Ingénieur de Recherche, CEA	Examinateur
M. Benjamin FOURNIER, Ingénieur de Recherche, Manoir Industries	Invité
M. Sébastien VINCENT, Ingénieur de Recherche, CEA	Invité

T H È S E

MINES ParisTech
Centre des Matériaux – UMR CNRS 7633
B.P. 87 - 91003 Évry Cedex, France

Remerciements

Ce travail a été réalisé dans le cadre du projet tripartite sur les matériaux de cœur pour les réacteurs au sodium de génération IV (MACNA) entre le CEA, EDF et AREVA, et a été financé par un contrat AREVA – AREVA GRANT, dans le cadre du programme de recherche commun « CPR ODISSEE » entre le CEA, EDF, AREVA, CNRS et Mécachrome sous contrat n°070551.

Je remercie Jean-Louis Séran puis Marion Le Flem, chef du projet MACNA, Véronique Garat, tutrice AREVA, et Jean-François Baumard et Jean-Louis Boutard, co-directeurs du CPR ODISSEE. Je remercie également les responsables des laboratoires dans lesquels j'ai été accueillie pour mener à bien ces travaux de thèse : Jacques Besson, directeur du Centre des Matériaux de MINES ParisTech, Luc Paradis puis Philippe Chapelot, chef du Service de Recherches Métallurgiques Appliquées (SRMA) du CEA, Laurence Portier puis Laetitia Nicolas, chef du Laboratoire d'étude du Comportement Mécanique des Matériaux (LC2M), et Jean-Luc Béchade, chef du Laboratoire d'Analyse Microstructurale des Matériaux (LA2M).

Je remercie le Professeur André Pineau pour la présidence du jury de thèse et pour ses nombreux bons conseils dispensés tout au long de ce travail. Je remercie les professeurs Clotilde Berdin-Méric et Eric Andrieu pour avoir accepté d'être rapporteurs du manuscrit, et le professeur Tomas Kruml, Jean-Louis Boutard et Véronique Garat pour leur participation à ce jury en tant qu'examinateurs. Les questions et remarques émises lors de la soutenance ont en effet permis de confirmer et d'agrémenter les perspectives envisagées pour cette étude. Je remercie enfin chaleureusement mes deux directeurs de thèse Jérôme Crépin et Benoît Tanguy, ainsi que Benjamin Fournier, pour m'avoir donné la chance de me lancer dans cette aventure et de passer la ligne d'arrivée en étant fière du chemin accompli !

Je remercie Sébastien Vincent pour avoir accepté de suivre la seconde partie de ma thèse côté LC2M suite au départ de mon encadrant.

Je remercie Tien Nguyen pour la définition des plans d'usinage, Pierre Wident, Louis Ziolek et Jean-Luc Flament pour la réalisation et le dépouillement des essais mécaniques au LC2M, Abdennour Meddour et Régis Clément pour la réalisation des essais mécaniques au Centre des Matériaux. Je remercie également René Cluzet pour la rectification des éprouvettes AE, et Franck Tankoua pour son aide lors de la réalisation des essais.

Je remercie Frédéric Delabrouille, Lucie Saintoyant et Martine Blat d'EDF R&D pour les découpes de lames minces au FIB et les cartographies EBSD, Mohamed Sennour (CdM) et Joël Ribis (LA2M) pour les observations au MET, Françoise Barcelo (LA2M) pour la réalisation de cartographies EBSD et pour son aide précieuse sur le dépouillement des données.

Je remercie Didier Hamon (LA2M) pour la réalisation de cartographies à la microsonde de Castaing et pour son aide concernant l'identification de certaines phases apparues lors des vieillissements thermiques, Annick Bougault (LA2M) pour la formation à l'utilisation du MEB, Maria Betbeder (CdM) et Fabrice Gaslain (CdM) pour la formation sur le MEB-FEG. Je remercie également les membres du Service de Recherche en Métallurgie Physique (SRMP), en particulier Sylvie Poissonet pour les cartographies à la microsonde de Castaing, et Patrick Bonnaillie pour les observations au MEB-FEG.

Je remercie Marie-Hélène Mathon (Laboratoire Léon Brillouin), pour la réalisation des mesures et du dépouillement des analyses en DNPA, Thomas Guilbert pour les mesures du PTE et pour les analyses réalisées en DSC, Véronique Rabeau (LA2M) et Elodie Rouesne (LA2M) pour leur aide concernant la réalisation des coupes métallographiques et les mesures de microdureté, et Jean-Christophe Brachet (LA2M) pour ses bons conseils concernant les aspects métallurgiques de ce travail, en particulier en ce qui concerne le vieillissement thermique.

Je remercie Françoise Di-Rienzio (CdM) et Farida Azzouz (CdM) pour la formation sur le logiciel de calcul par éléments finis Z-Set et pour son utilisation.

Je remercie Konaly Sar (CdM) pour son aide concernant les aspects administratifs de la thèse.

Je remercie Odile Adam (CdM) pour son travail de relecture et pour les compléments apportés sur les références bibliographiques citées dans ce travail de thèse.

Julie et Sylvain, merci pour votre soutien et pour tous les bons moments de rigolade dans notre bureau ! Merci également aux autres doctorants avec qui j'ai pu partager cette expérience : Emma, Isabel, Isabelle, Raphaël C., Marie, Fatima, Xavier, Nicolas H., Nicolas S., Gilles, Hubert, Yiting, Abdellatif, merci aux « anciens » doctorants et post-doctorants qui m'ont montré la voie à suivre : Aurore, Léa, Alice, Mathilde, Marie-Laure, Antonin, Arthur, Pierre-François, Mathieu, Stéphanie, Charlotte, Louise, Katia... et merci à tous ceux que j'ai eu la chance de rencontrer lors de mon passage au CEA : France, Stéphane, Denis M., Caroline, Sophie, Nathalie, Liliane, Didier B., Denis S., Yann, Joël M., Khadija, Fabrice, Ludovic, Laurent, Benoît, Thierry…

Je remercie également tous ceux que j'ai eu la chance de côtoyer au CdM : mes compagnons de bureau Raphaël M. et Geoffrey, ainsi que Meriem, Raphaël C., Damien C., Bogdan, Caroline, Delphine, Damien R., Pierre, Toinou, Olivier T., Olivier D., Catherine… Les derniers mois de rédaction au CdM ont été difficiles, mais grâce à vous j'en garde un très bon souvenir !

Je remercie mes parents qui m'ont toujours soutenue dans mes choix d'études, et enfin Adrien pour sa patience et son soutien indéfectible tout au long de cette aventure.

Résumé

Les aciers ODS (Oxide Dispersion Strengthened) sont envisagés comme matériau de gainage du combustible pour les futurs réacteurs nucléaires au sodium de Génération IV. Ces matériaux présentent une excellente résistance au fluage à haute température et au gonflement sous irradiation, mais des interrogations subsistent quant à leur propriété de résilience. L'objectif de ce travail de thèse est alors de comprendre l'effet de différents paramètres (composition chimique, texture, vieillissement thermique…) sur le comportement à l'impact des aciers ODS et sur l'apparition de la rupture de type fragile. L'objectif à terme est d'appréhender l'apparition de ce type de rupture afin d'assurer l'intégrité des composants en acier ODS en conditions normales ou incidentelles.

Dans un premier temps, cette étude a permis d'évaluer la stabilité de deux nuances d'acier ODS contenant 14%Cr et 18%Cr dans des conditions de vieillissement thermique. La nuance à 18%Cr a été écartée à cause de la formation d'une phase intermétallique fragilisante de type σ à 600°C. Par contre, la nuance à 14%Cr est plus prometteuse puisque son comportement est resté stable entre 400°C et 600°C pour une durée de vieillissement maximale de 10000 heures, et ce même si des précipités de phases α', de Laves Fe_2W et des carbures de chrome ont été observés. D'autre part, la texture morphologique, caractérisée par des grains allongés selon la direction de filage, est propice à la propagation de fissures intergranulaires selon cette direction. La texture cristallographique régit, quant-à elle, les micromécanismes de clivage. En effet, les entités microstructurales qui contrôlent la propagation du clivage sont des groupes de grains faiblement désorientés les uns des autres d'un point de vue cristallographique, et qui sont associés à la notion de grains effectifs. Enfin, le comportement en traction et en flexion d'une nuance d'acier ODS à 14%Cr a été modélisé, et un critère de rupture fragile basé sur une valeur de contrainte critique a été proposé. Ce modèle nous a alors permis de simuler des essais sur différentes géométries et de prédire l'apparition de la rupture fragile sur cette nuance.

Mots clés : acier ODS, résilience, rupture fragile, clivage, vieillissement thermique, texture

Abstract

The Oxide Dispersion Strengthened (ODS) steels have been identified as potential materials for fuel cladding in Generation IV nuclear reactors. They are characterized by a very good resistance to swelling under irradiation and to high temperature creep, but questions still remain about the impact toughness of these materials. The first aim of this work is to understand the effects of different parameters (chemical composition, texture, thermal ageing...) on the impact behaviour of ODS steels. The final objective is to predict the occurrence of the brittle failure on the ODS steel components in normal or incidental conditions.

Firstly, this study assesses the stability of two ODS steel grades containing either 14%Cr or 18%Cr during thermal ageing. The 18%Cr steel grade has been discarded due to the growing of the brittle intermetallic σ phase at 600°C. However, the 14%Cr steel grade showed a promising behaviour given the stability of its mechanical properties after thermal ageing between 400°C and 600°C, for a maximum duration of 10000 hours, and regardless of the presence of chromium carbides, α' and Laves phases. Then, the morphological texture characterized by elongated grains along the extrusion direction enhances the propagation of intergranular cracks along this direction. Meanwhile, the crystallographic texture controls the cleavage micromechanisms. Indeed, the microstructural entities that control the propagation of the cleavage crack are groups of grains which are characterized by low crystallographic misorientations and referred to as effective grains. At last, the tensile and bending behaviour of a 14%Cr ODS steel grade has been modelled. A brittle failure criterion based on a critical stress value had also been suggested. This model allowed us to simulate mechanical tests on different geometries and to predict the occurrence of the brittle failure.

Keywords : ODS steel, impact resistance, brittle failure, cleavage, thermal ageing, texture

Sommaire

CHAPITRE I. Contexte et objectifs 13

1. Les réacteurs nucléaires de Génération IV 13
2. La gaine de combustible 14
3. Choix matériaux 14
4. Nuances étudiées 20
   a. Procédé de fabrication 20
   b. Composition chimique 21
   c. Questions soulevées par les premiers essais de résilience 22
5. Objectifs de la thèse 25

CHAPITRE II. Caractérisation des matériaux de l'étude 27

1. Précipités et inclusions 27
2. Caractérisations microstructurales 29
   a. Nuances à 14%Cr et 18%Cr 29
   b. Nuance à 9%Cr 31
   c. Récapitulatif des microstructures 32
3. Caractérisation du comportement en traction 33
   a. Nuance J27 à 14%Cr 33
   b. Autres nuances étudiées 37
4. Caractérisation de la résistance à l'impact 39
   a. Technique expérimentale 39
      Grandeurs caractéristiques des courbes en énergie à rupture 41
      Grandeurs caractéristiques des courbes instrumentées 41
   b. Résultats des essais de résilience 42
      Nuance F41 à 9%Cr filée sous forme de larget 42
      Nuance F40 à 14%Cr filée sous forme de larget 44
      Nuance J27 à 14%Cr filée sous forme de barre 47
      Autres nuances filées sous forme de barre 49
   c. Discussion des résultats 51
      Nuance F40 à 14%Cr filée sous forme de larget 51
      Nuance J27 à 14%Cr filée sous forme de barre 52
      Micromécanismes de clivage sur les nuances à 14%Cr filées sous forme de barre 53
5. Conclusions 54

CHAPITRE III. Effets du vieillissement thermique sur les nuances d'aciers ODS ferritiques à 14 et 18%Cr 55

1. Etude bibliographique 56

a. Diagrammes de phases 56

b. Caractéristiques métallurgiques des phases σ, χ, λ et des carbures $M_{23}C_6$ 60

La phase σ 60

La phase χ 63

Les phases de Laves λ ou η 63

Les carbures $M_{23}C_6$ 64

c. Effets du vieillissement thermique sur le comportement mécanique des aciers inoxydables conventionnels et ODS 65

Aciers ferritiques à 18%Cr 65

Aciers austéno-ferritiques (duplex) à 21-22%Cr 67

Vieillissement thermique de l'acier ODS PM2000 à 18,6%Cr 68

d. Vieillissement thermique des aciers ODS et non-ODS ferritiques à 13%-14%Cr 70

e. Conclusion 72

2. Effets du vieillissement thermique sur la nuance à 18%Cr 73

a. Comportement en traction 73

Courbes contrainte – déformation conventionnelles à 20°C 73

Fractographie 75

Conclusion des essais de traction 75

b. Résilience 76

Courbes en énergie à rupture 76

Courbes force-déplacement 77

Courbes en énergie à l'amorçage de la rupture brutale 79

Fractographie 80

Conclusion des essais de résilience 83

c. Microdureté 83

d. Microscopie optique 85

e. Microsonde de Castaing 87

f. Microscopie électronique en transmission (MET) 90

g. Conclusions des analyses microstructurales 93

h. Discussion 94

i. Conclusions de l'étude 94

3. Effets du vieillissement thermique sur la nuance à 14%Cr 95

a. Comportement en traction 95
b. Résilience 96
Courbes en énergies à rupture 96
Courbes force-déplacement (f-d) 99
Courbes de l'énergie à l'amorçage de la rupture brutale 100
Fractographie 101
Conclusions concernant l'effet du vieillissement sur le comportement mécanique 105
c. Microdureté 106
d. Microsonde de Castaing 107
e. Pouvoir thermoélectrique 110
f. Calorimétrie différentielle à balayage 111
g. Microscopie électronique en transmission 113
h. Conclusions de l'analyse microstructurale 115
i. Discussion 115
4. Conclusions 116
CHAPITRE IV. Etude des mécanismes de rupture sur des nuances d'acier ODS à 14%Cr 119
1. Etude du mécanisme de bifurcation 119
a. Etude bibliographique 119
Bifurcation concernant les alliages de tungstène 119
Bifurcation de fissures observée sur les matériaux stratifiés 120
Bifurcation et délaminage des aciers conventionnels 121
Bifurcation sur les aciers ODS 124
Bifurcation d'un acier ODS filé sous forme de tube 125
Facteurs favorisant la bifurcation de fissures 129
b. Interprétation des essais mécaniques 131
Essais de résilience sur les nuances F43 et J27 à 14%Cr 131
Effet de la vitesse de sollicitation sur l'apparition de la bifurcation 132
Essais de flexion arrêtés 135
c. Identification des micromécanismes de rupture 136
Propagation de la fissure de bifurcation 136
Changement de direction de la fissure de bifurcation 142
d. Etude des fissures de délaminage 143
Essais de résilience 143
Analyses chimiques 145

e. Discussion et conclusion 147
2. Micromécanismes de clivage 150
a. Etude bibliographique 150
Nature des sites d'amorçage du clivage rencontrés dans les aciers 151
Propagation et arrêt de la fissure de clivage dans les aciers conventionnels 152
Micromécanismes de clivage dans les aciers ODS 157
Conclusions 158
b. Identification d'un site d'amorçage du clivage dans une nuance d'acier ODS 159
c. Entités qui contrôlent la propagation du clivage dans les nuances d'acier ODS étudiées 162
Effet de la texture cristallographique 162
Effet des précipités 166
d. Discussion et conclusion 167
CHAPITRE V. Vers une modélisation de la rupture fragile 169
1. Définition d'une loi de comportement 169
a. Formalisme de la loi de comportement 169
b. Essais expérimentaux 170
Comportement élastoplastique 170
Comportement viscoplastique 173
c. Paramétrage de la loi de comportement 177
Contrainte seuil R_0 177
Description de l'écrouissage isotrope avec les paramètres Q_1, Q_2, b_1 et b_2 177
Première estimation des paramètres K et n relatifs à l'effet visqueux 178
Ajustement de la contrainte seuil R_0 182
2. Comparaison des simulations numériques avec les essais 183
a. Simulation des essais utilisés pour définir la loi de comportement 183
Essais de traction 183
Essais de flexion et de résilience 187
b. Simulation d'autres essais de flexion 188
3. Première estimation de la contrainte critique de clivage 191
4. Application du critère de rupture sur une autre géométrie d'éprouvette 196
a. Simulation numérique des essais et prédiction de l'apparition de la rupture 197
b. Comparaison avec les essais expérimentaux 199
c. Observations fractographiques 200
5. Discussion et conclusions 206

CHAPITRE VI. Conclusions et perspectives.....211

1. Composition chimique et vieillissement thermique 211

a. Nuance à 18%Cr 211

b. Nuance à 14%Cr 211

2. Effets de la texture morphologique et cristallographique 214

3. Modélisation de la rupture fragile 216

Références.....217

ANNEXE 1. Essais de résilience sur barres avec éprouvettes mini-Charpy fabriquées par soudage 224

ANNEXE 2. Courbes force-déplacement des nuances de l'étude testées en résilience 231

a. *Nuance d'acier ODS J03 à 18%Cr avant et après vieillissement thermique* 231

b. *Nuance d'acier ODS J27 à 14%Cr avant et après vieillissement thermique* 231

c. *Nuance d'acier ODS F40 à 14%Cr* 231

d. *Nuance d'acier ODS F43 à 14%Cr* 231

e. *Nuance d'acier ODS F41 à 9%Cr* 231

ANNEXE 3. Mesures des coefficients de striction sur les nuances J27 et J03 après vieillissement thermique.....255

ANNEXE 4. Mesures de DNPA sur la nuance J27 261

ANNEXE 5. Observations au MEB-FEG et cartographies EBSD de la nuance J27 ...263

CHAPITRE I.
Contexte et objectifs

1. Les réacteurs nucléaires de Génération IV

Les réacteurs nucléaires de Génération IV sont à l'étude pour répondre à la pénurie prévisible d'uranium d'ici 150 ans, voire 50 ans si le parc nucléaire mondial actuel est multiplié par 3. Il s'agira de répondre aux besoins énergétiques mondiaux croissants et de palier aux apports limités des énergies non-nucléaires non productrices de CO_2 [Garat-2012].

Parmi les six concepts de réacteurs retenus par le Forum International Génération IV en septembre 2002 [Clefs CEA-2007], un des principaux concepts à l'étude est le réacteur à neutrons rapides refroidi au sodium RNR-Na. Le schéma de la Figure I-1 représente le concept de RNR-Na proposé lors de ce forum [Clefs CEA-2007]. Ce réacteur peut être de type surgénérateur ; cela signifie qu'il produit plus de matière fissile, en l'occurrence du plutonium, qu'il n'en consomme. Un autre intérêt inhérent aux RNR est de limiter le volume des déchets ultimes grâce au recyclage infini du plutonium, mais aussi grâce à la conversion des actinides mineurs.

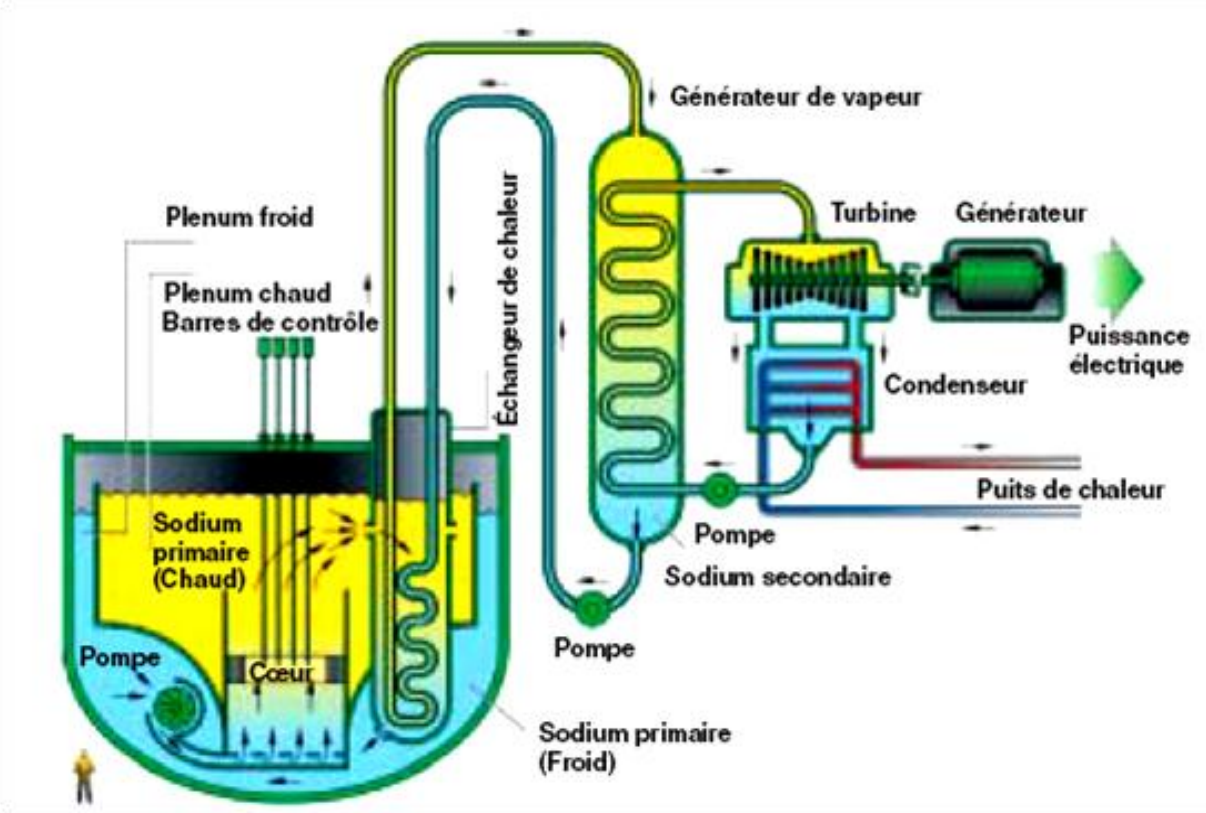


Figure I-1 : Concept de réacteur à neutrons rapides refroidi au sodium de Génération IV [Clefs CEA-2007].

2. La gaine de combustible

La première barrière de confinement de la matière fissile est la gaine de combustible, dont un schéma est présenté sur la Figure I-2. Les dimensions d'une gaine sont proches de 4m en longueur, 1cm de diamètre externe, et 0,5mm d'épaisseur pour la paroi du tube. Les assemblages de gaines de combustible constituent le cœur du réacteur et sont immergés dans le sodium liquide. Ces gaines seront soumises à des températures comprises entre 400°C et 650°C, voire 700°C à 800°C en conditions incidentelles. Le matériau de gainage devra également supporter une pression interne de 100 bars, et une dose d'irradiation de 200 dpa (déplacements par atomes) pour une durée de fonctionnement attendue de 50000 à 80000 heures. Enfin, le matériau de gainage devra également résister aux sollicitations dynamiques qui pourraient survenir lors des étapes de manutention et de transport, où la température pourrait être éventuellement inférieure à 0°C, et lors d'un potentiel séisme ou d'un phénomène de gerbage/compaction du cœur [Garat-2012].

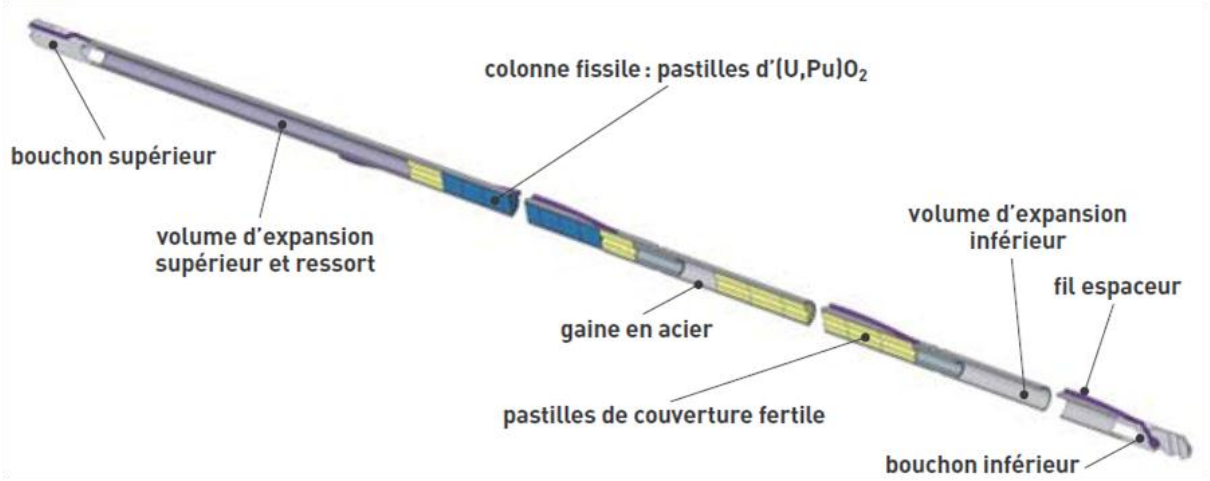


Figure I-2 : Schéma d'une gaine à combustible d'un RNR-Na [Clefs CEA-2007].

3. Choix matériaux

Le matériau de gainage de référence utilisé dans le RNR-Na Phénix est une nuance d'acier inoxydable austénitique référencée 15/15Ti, de composition Fe-15Cr-15Ni-Ti. Cependant, cette nuance a eu tendance à se déformer sous irradiation, provoquant ainsi une augmentation du diamètre externe de la gaine, on parle alors de gonflement de la gaine. Des études ont montré que les nuances d'aciers ferritiques et martensitiques, de structure cubique centrée, présentent un gonflement beaucoup plus faible que les nuances austénitiques de structure cubique face centrée, comme le montre le graphique de la Figure I-3 [Clefs CEA-2007]. Ces nuances ne sont toutefois pas encore qualifiées pour une dose de 200 dpa.

Parmi les nuances ferrito-martensitiques envisagées pour cette application de gainage, les aciers ODS (Oxide Dispersion Strengthened) sont à ce jour les meilleurs candidats car ils possèdent d'excellentes propriétés en fluage à haute température, en particulier grâce à la présence de nanorenforts qui limitent le mouvement des dislocations [Brandes-2012]. A l'heure actuelle, ces nanorenforts sont obtenus par ajout d'yttrine Y_2O_3 au cours du procédé d'élaboration de la nuance, procédé qui sera détaillé par la suite.

D'après les résultats d'Alamo et al. [Alamo-2004] présentés sur la Figure I-4, la nuance d'acier ODS MA957, de composition Fe–14Cr–1Ti–0,3Mo et renforcée par 0,25% d'yttrine Y_2O_3, présente une résistance au fluage améliorée par rapport à la nuance conventionnelle EM12, de composition Fe-9Cr-2Mo-Nb,V. Les propriétés en fluage de la nuance MA957 sont également proches voire meilleures que celles de la nuance austénitique de référence 15/15Ti. De plus, les nuances d'aciers ODS conservent leurs propriétés en fluage en milieu sodium [Furakawa-2009].

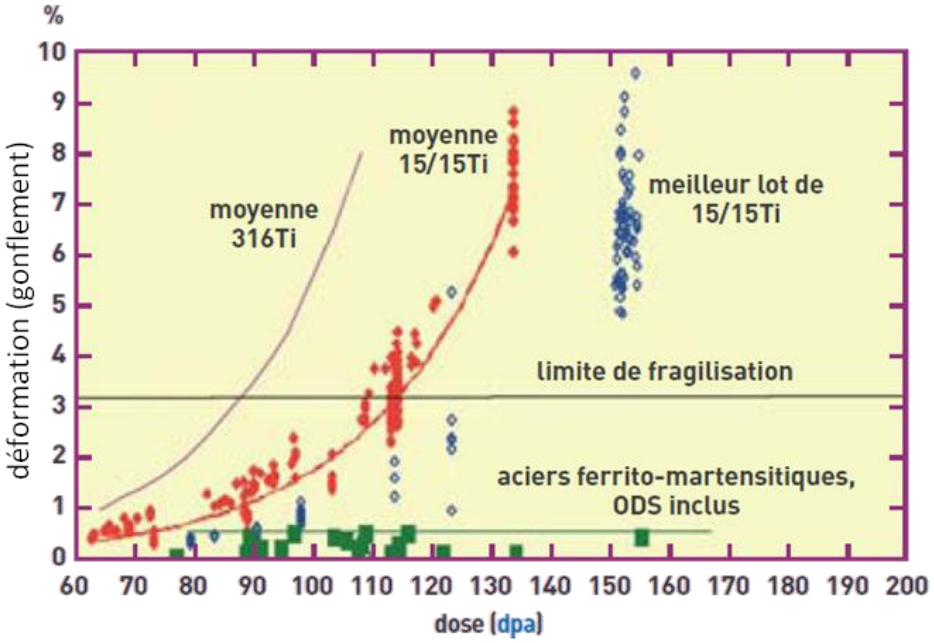


Figure I-3 : Gonflement sous irradiation des nuances d'aciers austénitiques (316Ti, 15/15Ti) et des aciers ferrito-martensitique, dont les aciers ODS [Clefs CEA-2007].

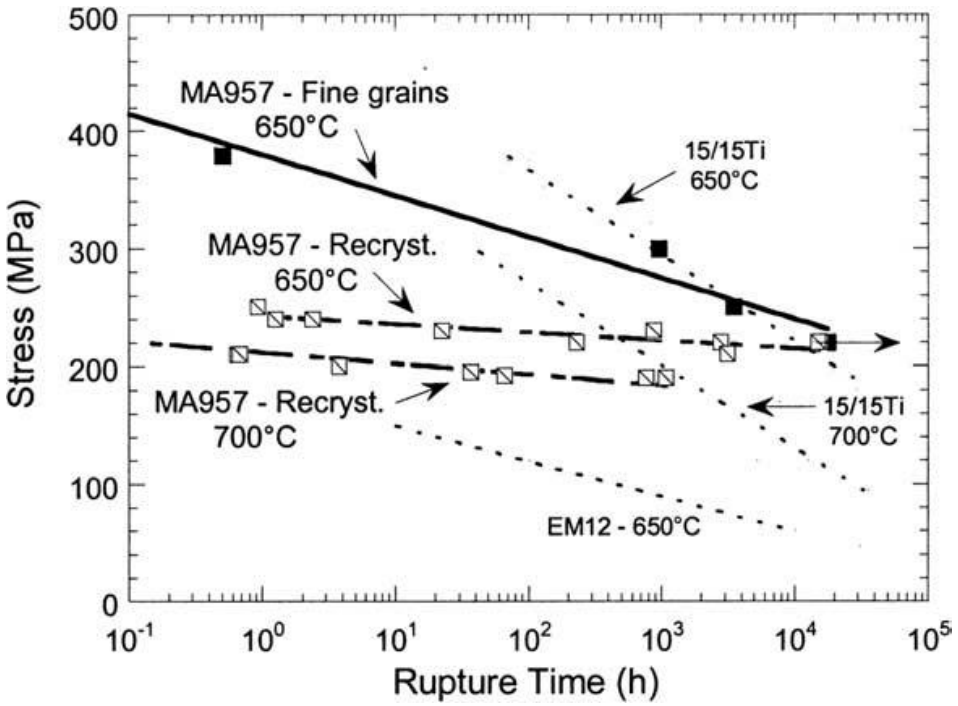


Figure I-4 : Propriétés en fluage à 650°C et 700°C de l'acier ODS MA957, à l'état de référence et à l'état recristallisé, comparées à celles de l'acier austénitique 15/15Ti et de l'acier ferrito-martensitique conventionnel EM12 [Alamo-2004].

Les nuances d'aciers ODS possèdent également une limite d'élasticité élevée par rapport aux nuances conventionnelles. Par exemple, Luçon [Luçon-2002] a comparé les propriétés en

traction d'une nuance EUROFER 97, de composition Fe-9Cr-1W-0,2V-0,1Ta, avec et sans ajout d'yttrine. D'après la Figure I-5, Luçon a mis en évidence une augmentation d'environ 50% de la limite d'élasticité de cette nuance EUROFER ODS par rapport à la nuance sans nano-renforts.

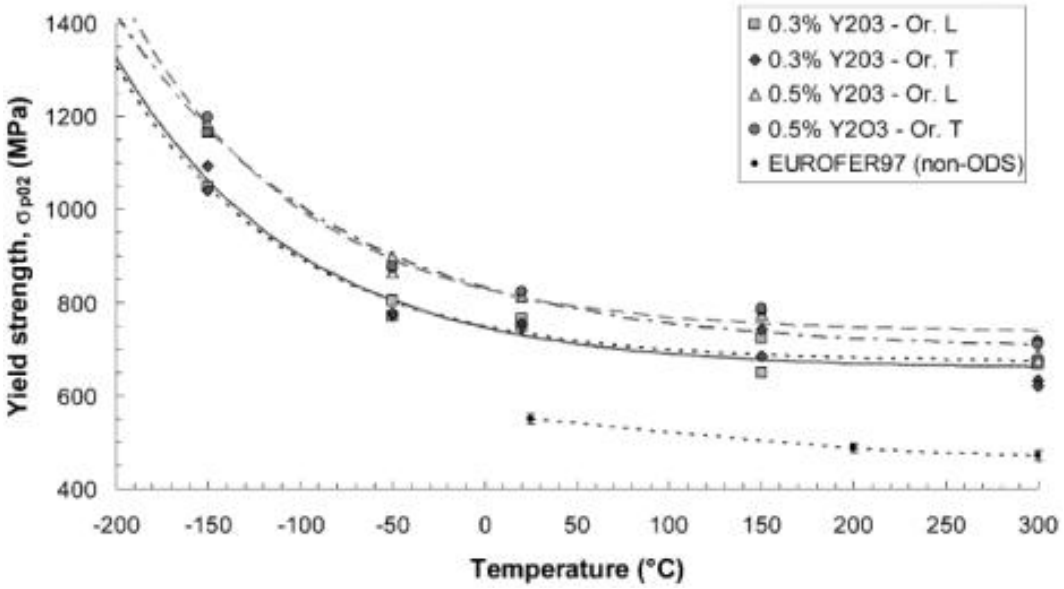


Figure I-5 : Comparaison de l'évolution de la limite d'élasticité avec la température de la nuance EUROFER97 non-renforcée et de la nuance EUROFER97 ODS renforcée avec 0,3% d'yttrine et 0,5% d'yttrine. Les nuances ODS ont été testées en sollicitation longitudinale L et transverse T [Luçon-2002].

Par contre, l'augmentation de la limite d'élasticité s'accompagne d'une dégradation de la tenue à l'impact. Luçon [Luçon-2002] a en effet montré une baisse de la résilience de la nuance EUROFER97 ODS par rapport à la nuance EUROFER97 non-renforcée. D'après la Figure I-6, cette dégradation se traduit par une augmentation de la température de transition ductile-fragile (TTDF) d'environ 150°C, et par une diminution d'environ 40% de l'énergie au palier ductile. L'augmentation de la TTDF signifie que la rupture fragile apparaît à plus haute température. Or, le matériau doit conserver une bonne résistance à l'impact à basse température, et ceci avant et après mise en service en réacteur. Il est donc nécessaire d'identifier les conditions favorables à l'apparition de la rupture fragile sur ces matériaux afin de pouvoir s'en affranchir, et ceci tout au long du cycle de vie de la gaine.

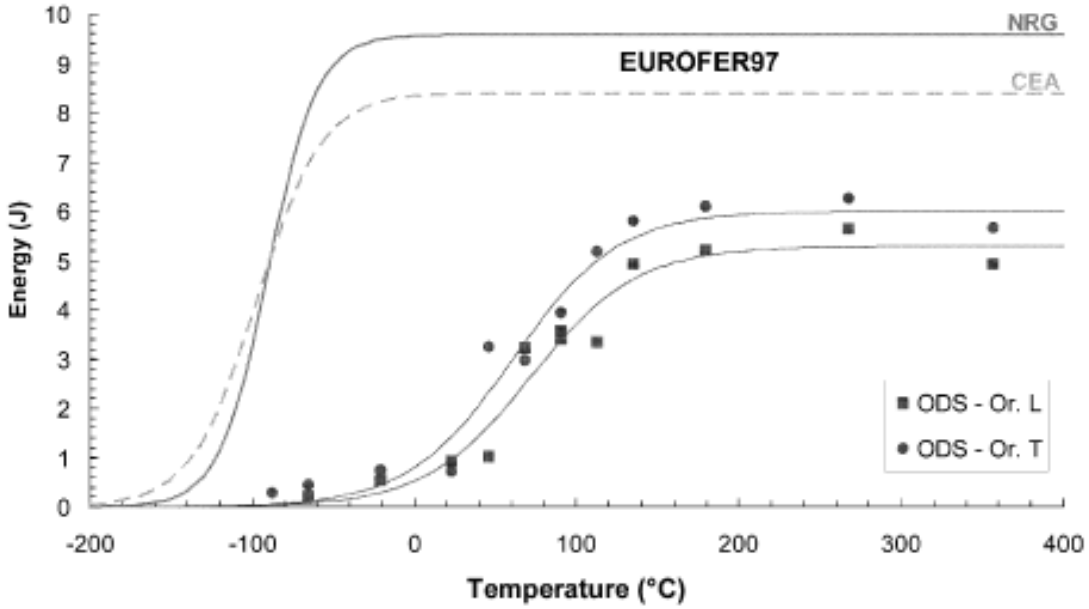


Figure I-6 : Comparaison des énergies à l'impact de la nuance EUROFER97 non renforcée et de la nuance EUROFER97 ODS. La nuance ODS a été testée en résilience en sollicitation longitudinale L, et transverse T [Luçon-2002]

En particulier, Luçon et al. [Luçon-2007] ont mis en évidence une dégradation de la résistance à l'impact après irradiation à 300°C et 1,86 dpa de la nuance EUROFER97 ODS, comme le montre la Figure I-7. Ces résultats sont confirmés par Lugiznova et al. [Lugiznova-2012] pour une dose d'irradiation de 3 dpa à 300°C, et d'après la Figure I-8, le matériau irradié aux températures de 450°C et 550°C pour une même dose de 3dpa a un comportement similaire au matériau à l'état de référence. D'après Lugiznova et al. [Lugiznova-2012], la dégradation du comportement mécanique de l'EUROFER97 ODS après irradiation à 300°C est due à une augmentation de la quantité de défauts qui représentent des obstacles au mouvement des dislocations, défauts qui seraient éliminés lorsque l'irradiation est effectuée à plus haute température, comme 450°C et 550°C. La fragilisation de la nuance à 300°C s'accompagne d'un durcissement significatif, comme le montre la Figure I-9. A 3 dpa, l'augmentation de la limite d'élasticité à température ambiante est de 400 MPa, soit 40% de plus que la valeur à l'état de référence [Lugiznova-2012]. On note également que l'augmentation de la limite d'élasticité en fonction de la dose d'irradiation est similaire entre les deux nuances EUROFER97 avec et sans nano-renforts.

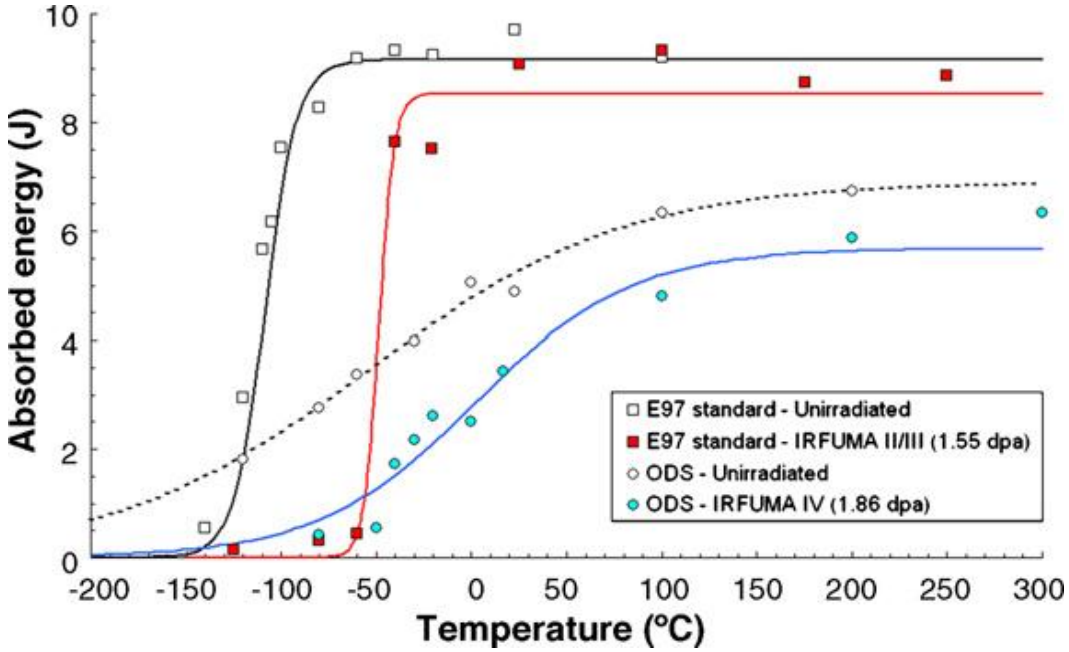


Figure I-7 : Comparaison des énergies à l'impact de la nuance EUROFER ODS et de la nuance EUROFER97 non-renforcée, avant et après irradiation à 300°C respectivement à 1,86 dpa pour la nuance ODS et à 1,55 dpa pour la nuance sans renforts [Luçon-2007].

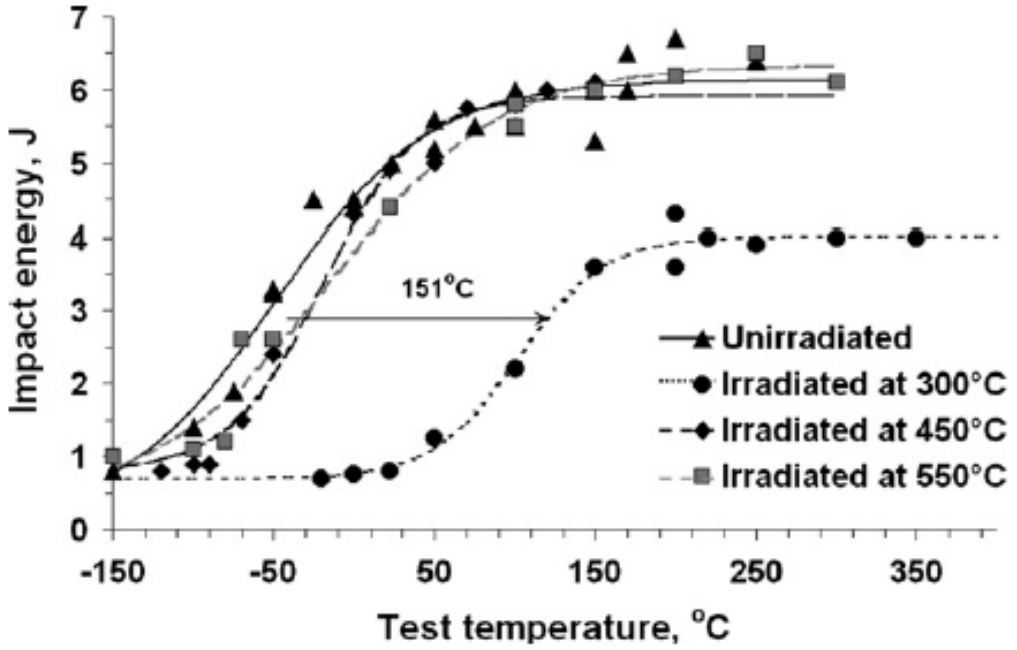


Figure I-8 : Comparaison des énergies à l'impact de la nuance EUROFER97 ODS avant et après irradiation à 300°C, 450°C et 550°C pour une dose de 3 dpa. Le décalage de la TTDF entre l'état de référence et l'état irradié à 300°C est de +151°C [Lugiznova-2012].

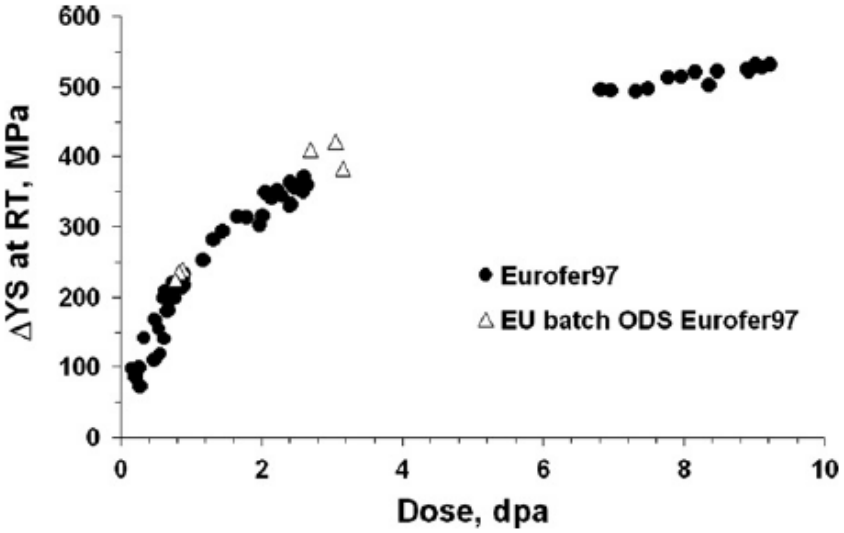


Figure I-9 : Evolution de l'augmentation de la limite d'élasticité à température ambiante des nuances EUROFER97 et EUROFER97 ODS sous irradiation à 300°C [Lugiznova-2012].

En ce qui concerne le vieillissement thermique sans irradiation, Capdevila et al. [Capdevila-2010] ont montré, comme l'atteste la Figure I-10, un durcissement de la nuance d'acier ODS PM2000 de composition Fe-18,6Cr–5,5Al–0,54Ti–0,39Y lors d'un vieillissement à 475°C, durcissement qui est donc susceptible de dégrader la résilience de cette nuance. En plus des dégâts d'irradiation, la formation de certaines phases fragilisantes, par exemple la phase α' riche en chrome dans le cas de la nuance PM2000 [Capdevila-2010], participent également à la dégradation du comportement mécanique des aciers ODS.

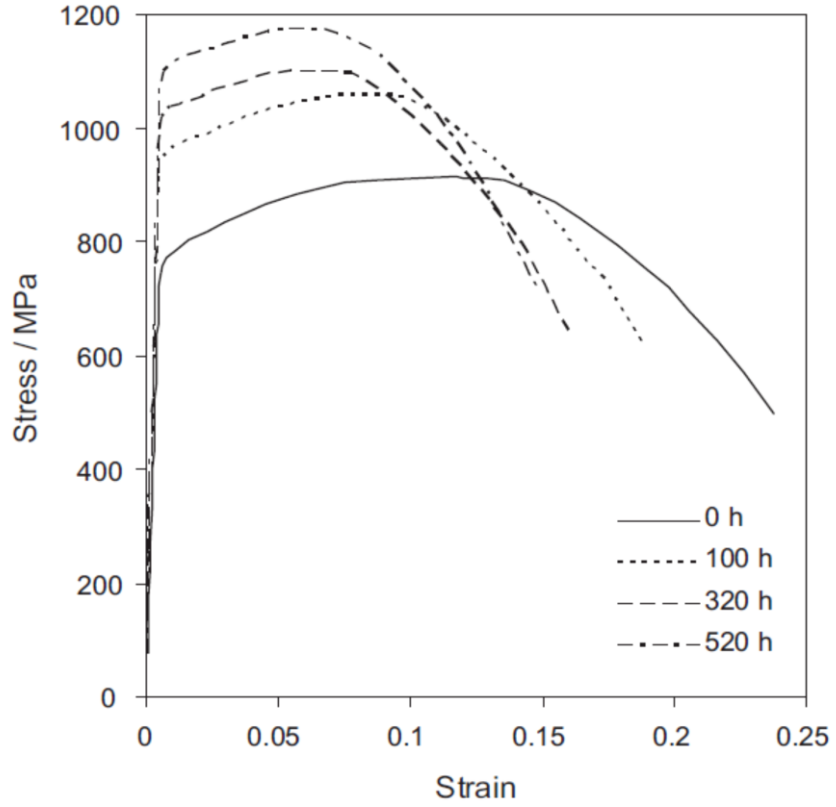


Figure I-10 : Evolution des courbes contrainte-déformation de la nuance d'acier ODS PM2000 en fonction de la durée de vieillissement à 475°C [Capdevila-2010].

A l'heure actuelle, peu de données sont disponibles concernant le vieillissement thermique des aciers ODS, en particulier en termes de résistance à l'impact et pour des durées longues. Ces travaux s'attacheront donc à comprendre les effets du vieillissement thermique pour s'assurer que les propriétés à l'impact en fin de cycle restent acceptables, dans un premier temps sans prendre en compte les effets de l'irradiation. Une étude sur la résilience des aciers ODS irradiés sera prochainement menée au CEA; les irradiations seront réalisées aux mêmes températures que les vieillissements thermiques, les échantillons vieillis serviront donc de témoins pour comprendre les effets de l'irradiation. D'autres études sur le comportement des aciers ODS sous irradiation sont actuellement en cours au CEA, en particulier sur la stabilité des nanorenforts [Ribis-2011, Lescoat-2012].

4. Nuances étudiées

a. Procédé de fabrication

La principale caractéristique métallurgique des aciers ODS est la présence d'oxydes de taille nanométrique, appelés nanorenforts, répartis uniformément dans la matrice. La voie d'élaboration traditionnelle par fonderie ne permet pas d'obtenir de telles caractéristiques, et actuellement seule la voie de la métallurgie des poudres est communément utilisée. L'étape clé réside dans le cobroyage des diverses poudres contenant les éléments d'alliage, et ce afin d'obtenir une répartition homogène des éléments chimiques qui participent à la formation des nanorenforts, comme le titane et l'yttrium [Brocq-2011, Olier-2013]. Cette opération est réalisée sous atmosphère neutre pour limiter l'oxydation des poudres.

La poudre cobroyée est ensuite scellée dans un conteneur en acier doux, dégazée puis compactée. Plusieurs procédés de compaction sont actuellement à l'étude. Ces procédés sont la compaction isostatique à chaud (CIC), le filage à chaud, et le frittage flash SPS (Spark Plasma Sintering) [Olier-2009, Boulnat-2013]. Les matériaux étudiés dans le cadre de cette thèse ont tous été compactés par filage à chaud puisque c'est, à l'heure actuelle, le seul procédé avec lequel des tubes en acier ODS ont pu être fabriqués [Toualbi-2012]. La Figure I-11 présente une schématisation de ce procédé de fabrication [Clefs CEA-2007]. Suivant la forme de la filière, les géométries de produits obtenues sont des barres de section ronde ou de section rectangulaire, alors appelées largets, et des ébauches de tubes [Olier-2009, Toualbi-2012]. Divers traitements thermiques ou thermomécaniques sont ensuite réalisés sur les produits filés.

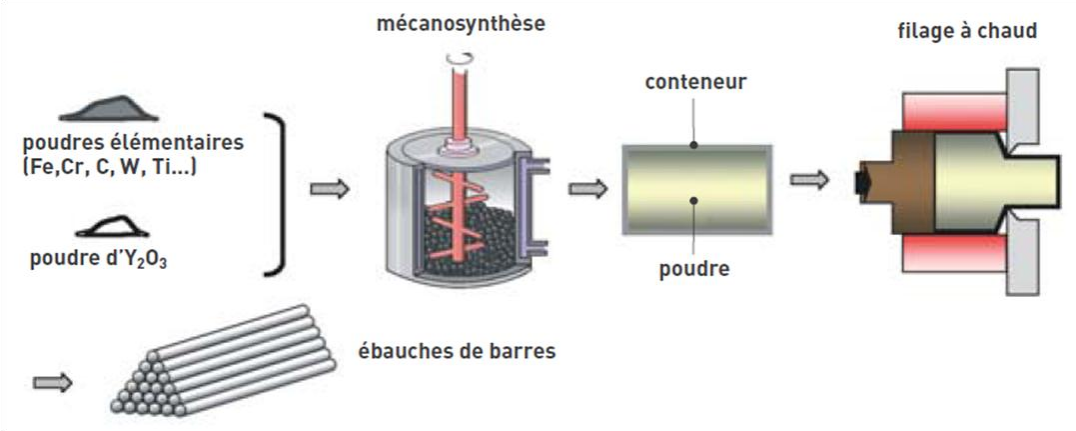


Figure I-11 : Schématisation du procédé de fabrication de barres en acier ODS par filage à chaud [Clefs CEA-2007].

b. Composition chimique

Les nuances d'aciers ODS étudiées contiennent entre 9% et 18%Cr pour des besoins de résistance à la corrosion, comme par exemple pour les opérations de retraitement du combustible [Gwinner-2012]. La composition chimique, les traitements thermiques ou thermomécaniques réalisés sur chacune de ces nuances et les dimensions des produits finis sont présentés dans le Tableau I-1 [TEMAS-2009]. Le Tableau I-2 présente les compositions chimiques complètes des nuances appelées F41, J04 et J24 à 9%Cr, des nuances J27, J20, J62, F43 et J05 à 14%Cr, et de la nuance J03 à 18%Cr [TEMAS-2009]. Les poudres utilisées dans la fabrication de ces nuances ont été fournies par la société Aubert & Duval, il s'agit d'une poudre d'yttrine Y_2O_3 et d'une poudre pré-alliée contenant les autres éléments d'alliage. Tous les cobroyages de poudres ont été réalisés sous hydrogène dans un attriteur par la société Plansee, sauf dans le cas de la nuance J20 où le cobroyage a été réalisé sous argon dans un broyeur à boulets par la société Mécachrome. La nuance J27 a été filée par la société CEFIVAL dans le cadre du programme européen GETMAT [Fazio-2011], et toutes les autres nuances ont été filées au LTMEX (Laboratoire des Technologies des Matériaux Extrêmes) du CEA.

Dans le cas de la nuance J27, les teneurs en oxygène, carbone et azote sont hautes par rapport aux nuances F43, J05 et J03 à cause d'une contamination des poudres lors de l'opération de cobroyage. En effet, ces teneurs en pourcentage massique étaient respectivement de 0,026%O, 0,0071%C, et 0,0041%N avant l'opération de cobroyage.

Tableau I-1 : Composition nominale, traitements thermomécaniques et géométrie des nuances d'aciers ODS étudiées

Composition chimique nominale en % massiques	Référence	Forme	Traitements thermomécaniques
9Cr-1W-0,19Ti-0,3Y_2O_3	F41	larget, section de 31mm x 4mm	filage 1100°C (CEA-LTMEX), recuit 780°C/2h, laminage 650°C (ε=20%), homogénéisation 1050°C/30mn, trempe à l'eau, recuit 750°C/1h, recuit 1050°C/30mn, refroidissement lent four coupé 30h
	J04/J24	barre ronde, diamètre de 16mm	filage 1100°C (CEA-LTMEX), recuit 1050°C/1h
14Cr-1W-0,26Ti-0,3Y_2O_3	F40	larget, section de 31mm x 4mm	filage 1100°C (CEA-LTMEX), laminage 650°C, (ε =20%), recuit 1050°C/1h
	J05/F43	barre ronde, diamètre de 16mm	filage 1100°C (CEA-LTMEX), recuit 1050°C/1h
14Cr-1W-0,39Ti-0,3Y_2O_3	J20 Mécachrome	barre ronde, diamètre de 16mm	filage 1100°C (CEA-LTMEX), recuit 1050°C/1h
14Cr-1W-0,39Ti-0,3Y_2O_3	J62	barre ronde, diamètre de 16mm	filage 1100°C (CEA-LTMEX), recuit 1050°C/1h
14Cr-1W-0,3Ti-0,3Y_2O_3	J27	barre ronde, diamètre de 36mm	filage 1100°C (CEFIVAL), recuit 1050°C/1h30
18Cr-1W-0,37Ti-0,56Y_2O_3	J03	barre ronde, diamètre de 16mm	filage 1100°C (CEA-LTMEX), recuit 1050°C/1h

Tableau I-2 : Compositions chimiques complètes en pourcentage massique après cobroyage des poudres utilisées pour fabriquer les nuances J27, F43/J05 et J03

	Cr	W	Ti	Y	Si	Ni	Mn	Mo	C	N	O
F43/J05	13,65	1,17	0,30	0,26	0,27	0,16	0,33	0,0014	0,052	0,0035	0,061
J27	12,96	0,97	0,35	0,29	non disp.	0,16	0,31	non disp.	0,034	0,14	0,23
J03	17,45	0,95	0,31	0,42	0,27	0,18	0,27	0,0025	0,045	0,0028	0,12

c. Questions soulevées par les premiers essais de résilience

Ces travaux de thèse ont pour objectif d'évaluer la fragilisation des aciers ODS en fonction de divers facteurs. L'essai le plus communément utilisé pour ce type de caractérisation est l'essai Charpy, les nuances citées dans le Tableau I-1 ont donc été testées en résilience. Les résultats de ces essais ont permis de soulever les principales questions auxquelles ces travaux de thèse s'attachent à répondre.

Dans un premier temps, une anisotropie de comportement apparaît sur les matériaux testés selon la direction transverse, notée TL, par rapport à une sollicitation selon la direction longitudinale, notée LT. Le sens de prélèvement et la position de l'entaille sur les éprouvettes de type LT et TL sont schématisés sur la Figure I-12. Dans le cas de la nuance à 14%Cr F40 filée sous forme de larget, les courbes de résilience présentées sur la Figure I-13 traduisent une fragilisation du matériau lorsqu'il est sollicité en sens TL par rapport au sens LT, cette fragilisation se caractérise principalement par un abaissement du palier ductile. De plus, des fissures de délaminage sont présentes sur les faciès de rupture, ces fissures sont repérées sur la Figure I-13. Il s'agit alors de comprendre l'origine du comportement anisotrope de cette nuance et de déterminer les facteurs qui favorisent l'apparition des fissures de délaminage.

D'autre part, d'après la Figure I-14, la nuance à 14%Cr F43 présente une transition ductile-fragile peu étendue en température. De plus, dans cette phase de transition, plusieurs éprouvettes sont caractérisées par une rupture de type bifurcation et par des énergies à rupture élevées, ces éprouvettes sont repérées par un cercle sur la Figure I-14. Le terme de bifurcation fait référence au changement d'orientation du plan de propagation de la fissure principale, ce qui donne lieu à des faciès de rupture en « zigzag ». Ce mécanisme est schématisé sur la Figure I-15. Deux questions se posent alors concernant ce mécanisme de bifurcation observé : quelle en est l'origine ? Et quelle est l'influence de la bifurcation sur les énergies à rupture mesurées ?

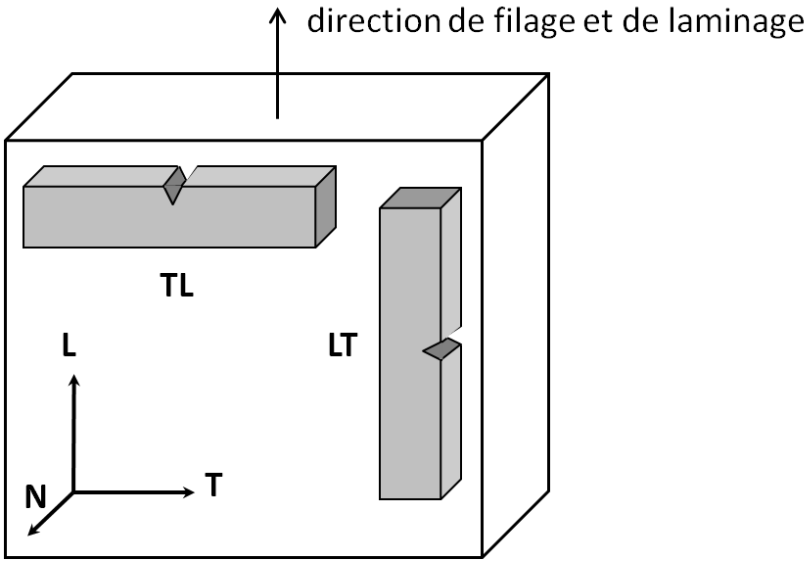


Figure I-12 : Schéma de prélèvement des éprouvettes de résilience en sens LT et TL dans le larget référencé F40.

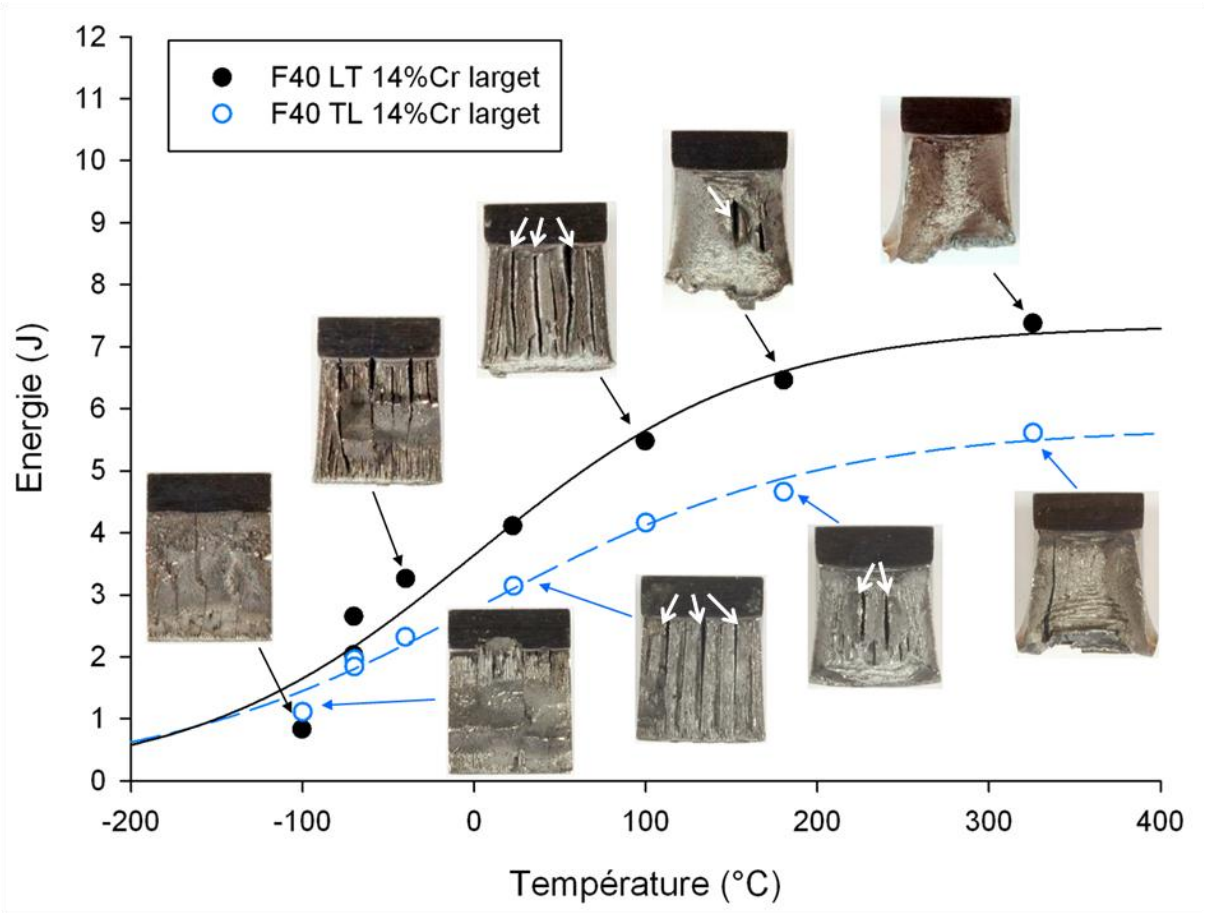


Figure I-13 : Courbes en énergie à rupture et vues macroscopiques des faciès de rupture de la nuance F40 à 14%Cr filée sous forme de larget, sollicitée en sens LT et TL. Les flèches indiquent des fissures de délaminage.

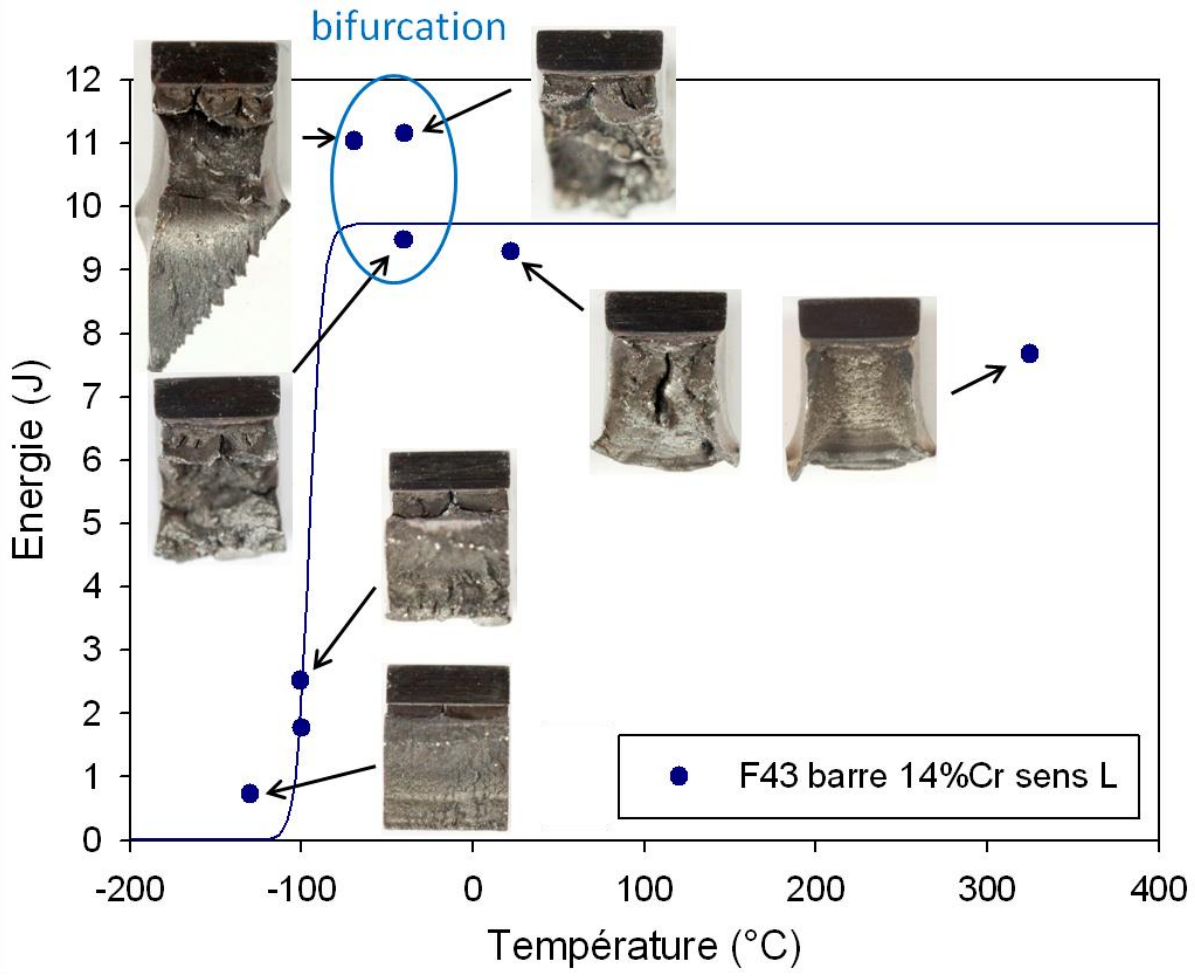


Figure I-14 : Courbes en énergie à rupture et faciès de rupture de la nuance d'acier ODS à 14%Cr F43. Les éprouvettes repérées par un cercle présentent une rupture par bifurcation.

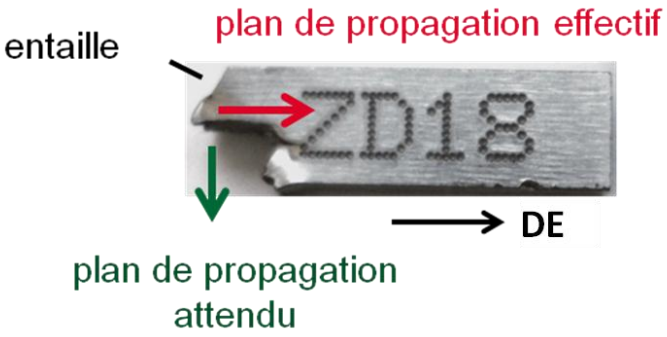


Figure I-15 : Schéma du mécanisme de bifurcation observé sur la nuance d'acier ODS F43. Le plan de propagation principal de la fissure est dévié le long de l'axe de filage (DE).

Enfin, une attention particulière est portée sur les mécanismes de rupture fragile à basse température. D'après la Figure I-16, le faciès de rupture obtenu lors d'un essai à -130°C sur la nuance F43 présente des facettes de clivage d'une taille de 15-20 µm, alors que les grains constituant la microstructure ont une taille de l'ordre de 0,5-1 µm. Ces premières observations montrent donc que l'entité microstructurale qui contrôle la propagation du clivage est plus grande que les grains observés en microscopie électronique en transmission (MET). Il s'agit donc de déterminer quelle est cette entité microstructurale effective du point de vue des mécanismes de clivage.

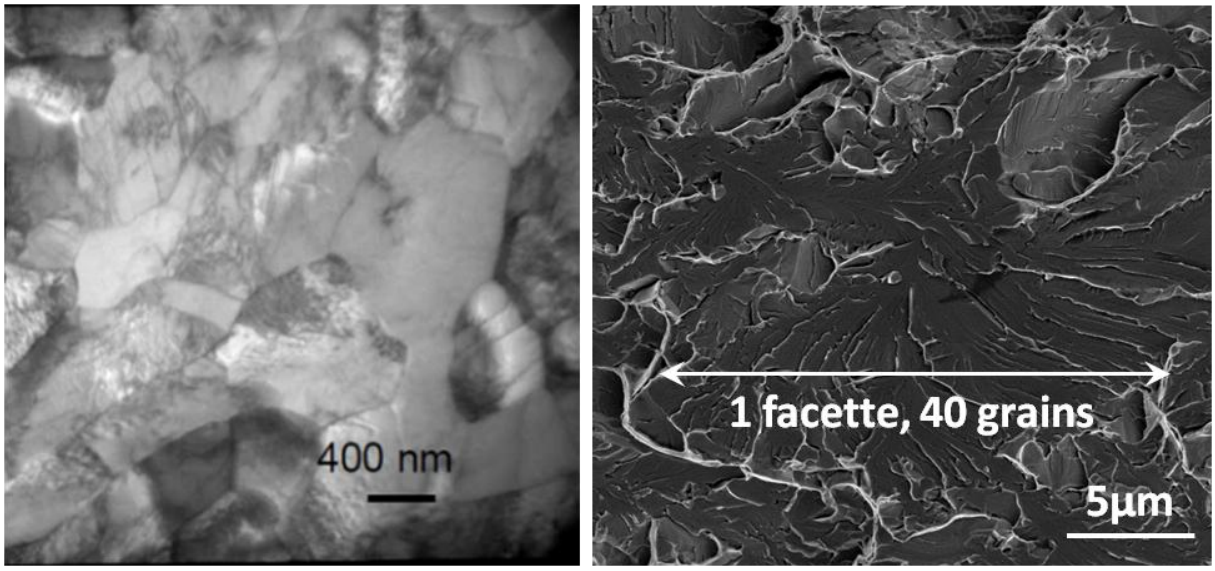


Figure I-16 : Comparaison entre la taille des grains observés au MET sur la nuance F43 et celle des facettes de clivage observées sur le faciès de rupture de l'éprouvette testée à -130°C. La facette de clivage observée correspond à environ 40 grains.

5. Objectifs de la thèse

Ces travaux de thèse ont pour objectif d'apporter des éléments de compréhension sur la fragilisation des nuances d'acier ODS puis de proposer une modélisation de la rupture fragile, dans le cadre de la problématique de transport et de stockage des gaines de combustible. Les facteurs à l'étude sont d'une part le procédé de fabrication et la composition chimique, qui déterminent à la fois les paramètres morphologiques de la microstructure mais aussi ceux de la texture cristallographique de la nuance, et d'autre part les effets du vieillissement thermique sur les évolutions microstructurales et leurs conséquences sur les propriétés mécaniques.

Les caractérisations microstructurales et mécaniques des nuances de l'étude sont présentées dans le chapitre II.

Les travaux présentés dans le chapitre III concernent les mécanismes de fragilisation des aciers ODS soumis au vieillissement thermique. Cette étude est réalisée sur des nuances de composition chimique différente, l'une à 14%Cr et l'autre à 18%Cr. Dans la littérature, les nuances d'acier ferritiques à 18%Cr sont connues pour se fragiliser dans la gamme de températures 400°C - 600°C [Nichol-1980]. Il s'agit donc de déterminer si la nuance d'acier ODS

à 18%Cr se comporte de la même manière que les nuances conventionnelles. Par contre, peu de résultats sont disponibles dans la littérature concernant le vieillissement thermique des nuances à 14%Cr conventionnelles et ODS. Il est donc nécessaire d'apporter un maximum d'éléments de compréhension pour pouvoir évaluer l'intérêt de cette nuance pour l'application de gainage visée.

Ensuite, nous nous intéresserons à l'origine des fissures de délaminage et de bifurcation présentes sur les faciès de rupture. Les principales pistes explorées sont liées à la composition chimique et au procédé de fabrication des nuances. Les facteurs d'influence évalués sont l'homogénéité de la composition chimique, la texture morphologique, la texture cristallographique, la nature et la dispersion des précipités et inclusions. De plus, l'une des questions soulevées concerne la différence significative entre la taille des grains mesurée au MET et la taille des facettes de clivage observées sur les faciès de rupture à basse température. Il s'agira de déterminer l'entité microstructurale effective du point de vue des micromécanismes de clivage. Les résultats de cette étude sur les mécanismes de rupture sont présentés dans le chapitre IV.

Enfin, la dernière partie de ce mémoire concerne la proposition d'une modélisation de la rupture fragile. La démarche suivie, les simulations numériques réalisées et la comparaisons des simulations avec les résultats expérimentaux sont présentées dans le chapitre V.

Ces travaux ont été réalisés dans le cadre du programme de recherche ODISSEE (Oxide Dispersion Strengthened StEEls), financé par le CEA, AREVA, EDF, CNRS et Mécachrome, qui porte sur le développement de nuances d'aciers ODS à 9-14%Cr pour le prototype de RNR-Na ASTRID [Blat-2013].

CHAPITRE II.
Caractérisation des matériaux de l'étude

1. Précipités et inclusions

Les aciers ODS contiennent des carbures et différent types d'oxydes. Les carbures observés sont principalement du type $(Fe,Cr)_{23}C_6$ et situés sur des joints de grains [Olier-2013, Serrano-2012]. D'après Olier et al. [Olier-2013], la présence de carbures est en partie liée à une contamination des poudres par le carbone lors de l'opération de mécanosynthèse, mais peut aussi diffuser à partir de l'acier utilisé comme conteneur des poudres. La taille de ces carbures peut atteindre 1 µm, comme le montre la Figure II-1.

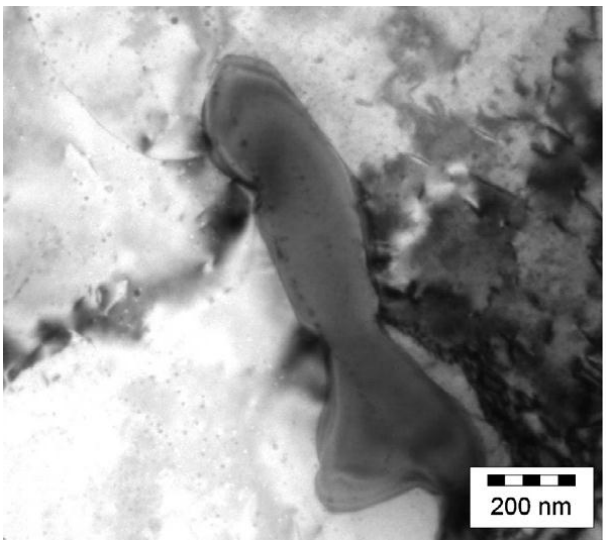


Figure II-1 : Carbure de chrome de type $(Cr,Fe)_{23}C_6$ observé dans une nuance d'acier ODS à 14%Cr-1%W-0,25Ti-0,3%Y_2O_3 [Olier-2013].

Le graphique de la Figure II-2, proposé par Sakasegawa et al. [Sakasegawa-2009], représente une classification des différentes natures d'oxydes observés dans la nuance d'acier ODS MA957 en fonction de leur taille. La nuance MA957 correspond à une nuance commerciale fabriquée par filage à chaud sous forme de larget, dont la composition chimique nominale est Fe-14Cr-1Ti-0,3Mo-0,25Y_2O_3. Cette composition est proche de celles des nuances à 14%Cr citées dans le Tableau I-1, où le molybdène a été remplacé par du tungstène. D'après ces résultats, les nanorenforts à base d'yttrium ont une taille comprise entre 1 nm et 50 nm, et contiennent du titane. Ces oxydes nanométriques sont repérés sur le cliché MET de la Figure II-3 [Sakasegawa-2009]. Toujours d'après la Figure II-2, les aciers ODS contiennent également des oxydes de titane d'une taille de l'ordre de 100 nm, et des agrégats d'oxydes dont la taille varie entre 100 nm et 500 nm. Enfin, des oxydes d'aluminium de taille micrométrique ont été également observés, alors que cet élément ne figure pas dans les compositions chimiques nominales des nuances filées au CEA. Les raisons évoquées pour expliquer la présence d'aluminium sont la pollution résiduelle présente dans la cuve de broyage et l'érosion des billes utilisées lors du cobroyage. Le cliché pris au microscope électronique à balayage (MEB) de la Figure II-4 met en

évidence la présence d'un oxyde d'aluminium d'une taille proche de 2 µm dans une nuance d'acier ODS de composition 14%Cr-1%W-0,25Ti-0,3%Y_2O_3 [Olier-2013]. Un oxyde de titane d'une taille proche de 200 nm est également repéré sur ce cliché. On notera aussi que la distribution des tailles de grains est bimodale : la majorité des grains a une taille de l'ordre de 1 µm alors que certains grains ont une taille de l'ordre de 10 µm.

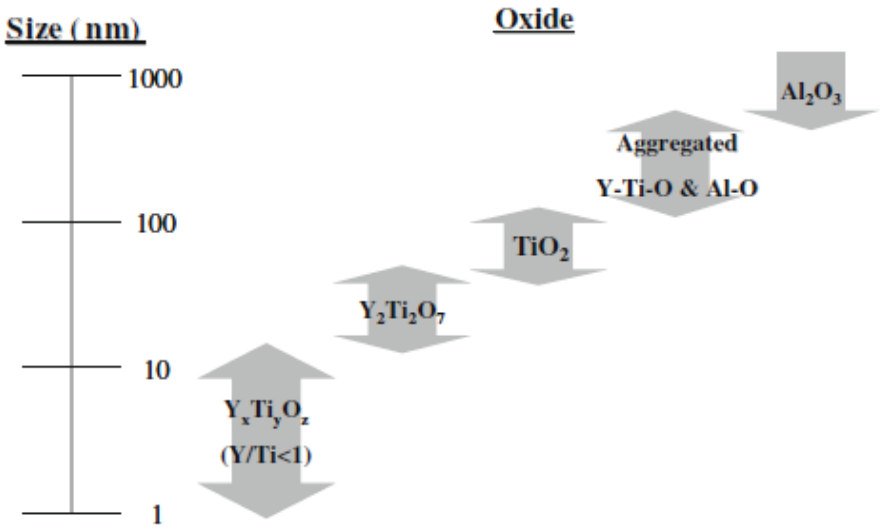


Figure II-2 : Récapitulatif des types d'oxydes et de leurs tailles observées dans le cas d'un acier ODS MA957 à 14%Cr-1%Ti-0,3%Mo-0,3%Y_2O_3 [Sakasegawa-2009].

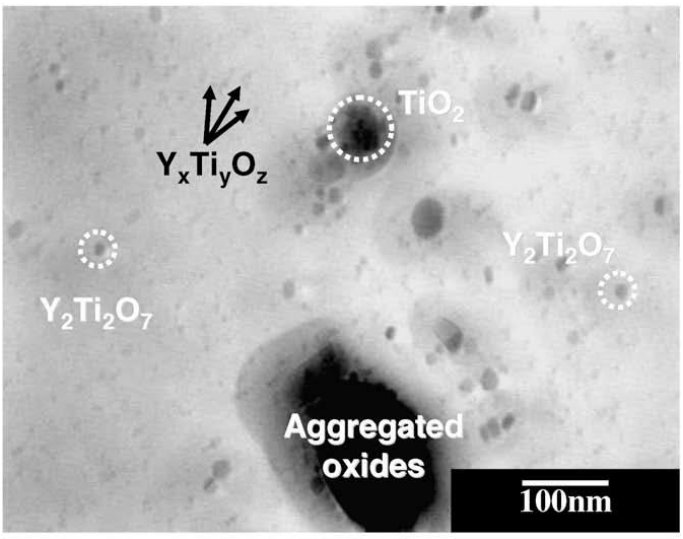


Figure II-3 : Cliché MET d'une réplique extractive réalisée sur la nuance d'acier ODS MA957 ; les nanorenforts repérés sur le cliché sont du type Y-Ti-O. Des oxydes de titane et des agrégats d'oxydes d'une taille supérieure à 100 nm sont également présents [Sakasegawa-2009].

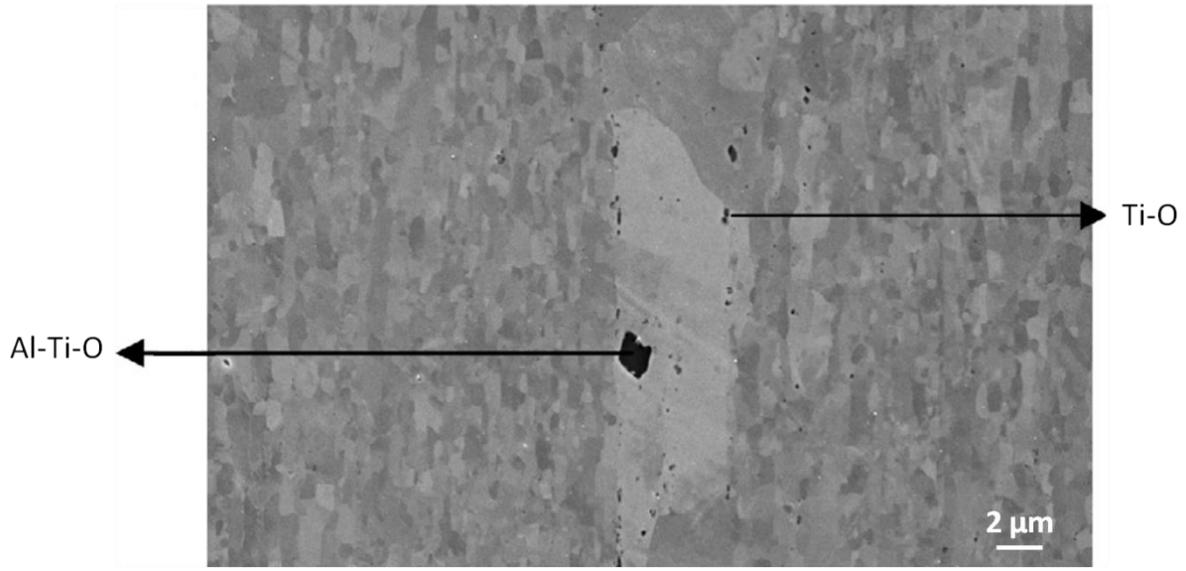


Figure II-4 : Oxydes de titane et oxydes d'aluminium observés dans une nuance d'acier ODS à 14%Cr-1%W-0,25Ti-0,3%Y_2O_3 [Olier-2013].

2. Caractérisations microstructurales

a. Nuances à 14%Cr et 18%Cr

Les nuances à 14%Cr et 18%Cr, élaborées sous forme de barre ou de larget, présentent une texture morphologique marquée. En effet, d'après les clichés MET de la Figure II-5 (larget F40) et de la Figure II-6 (barre J05), les grains ont une forme allongée dans la direction de filage, et ceci pour les deux géométries de produit. Dans le cas de la barre à 14%Cr J05, les grains ont un diamètre moyen de 550 nm dans le plan radial et une longueur de 1,2 µm dans le plan longitudinal [Steckmeyer-2010]. Dans le cas du larget F40 (Figure II-5), les grains ont une forme aplatie dans le plan transverse à cause de l'étape de laminage. Leur taille est de l'ordre de 200 nm x 400 nm dans ce plan, et leur longueur de 1,2 µm dans le plan longitudinal [TEMAS-2009]. La texture morphologique des nuances filées sous forme de barre J27 (14%Cr), J62 (14%Cr), J20 (14%Cr) et J03 (18%Cr) est similaire à celle de la nuance J05 (14%Cr).

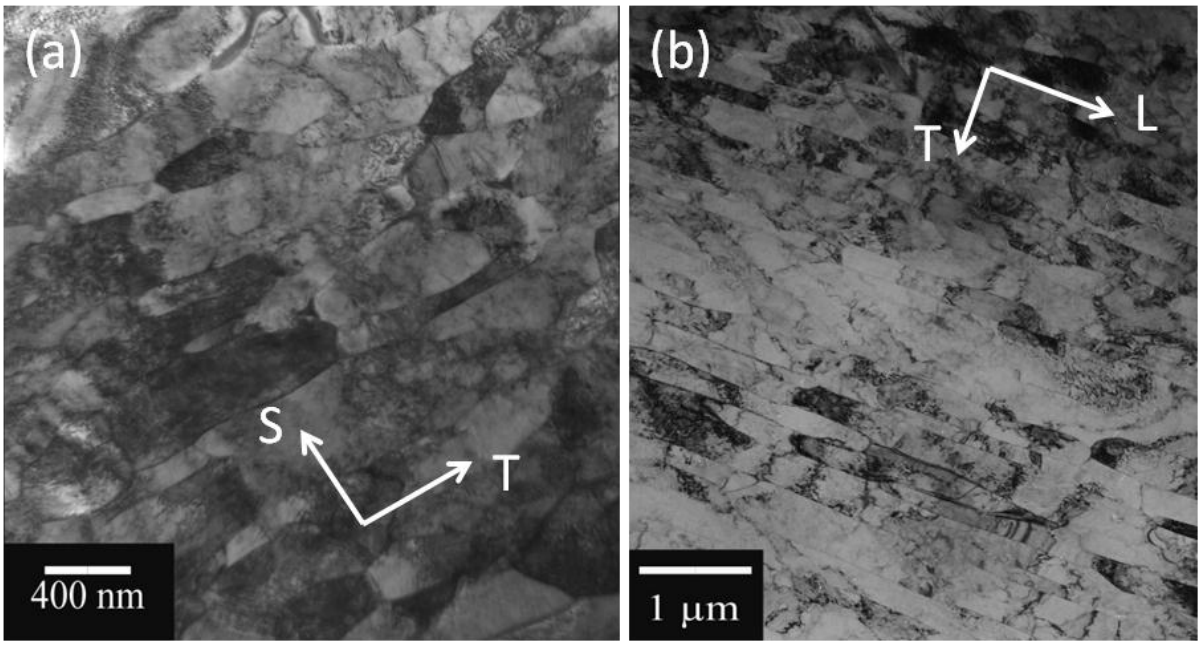


Figure II-5 : Microstructure de l'acier ODS F40 à 14%Cr a) dans le plan longitudinal, et b) dans le plan transverse [TEMAS-2009]. Les repères du larget sont indiqués sur la figure, la direction L correspond à la direction de filage, T à la direction transverse, et S au travers court.

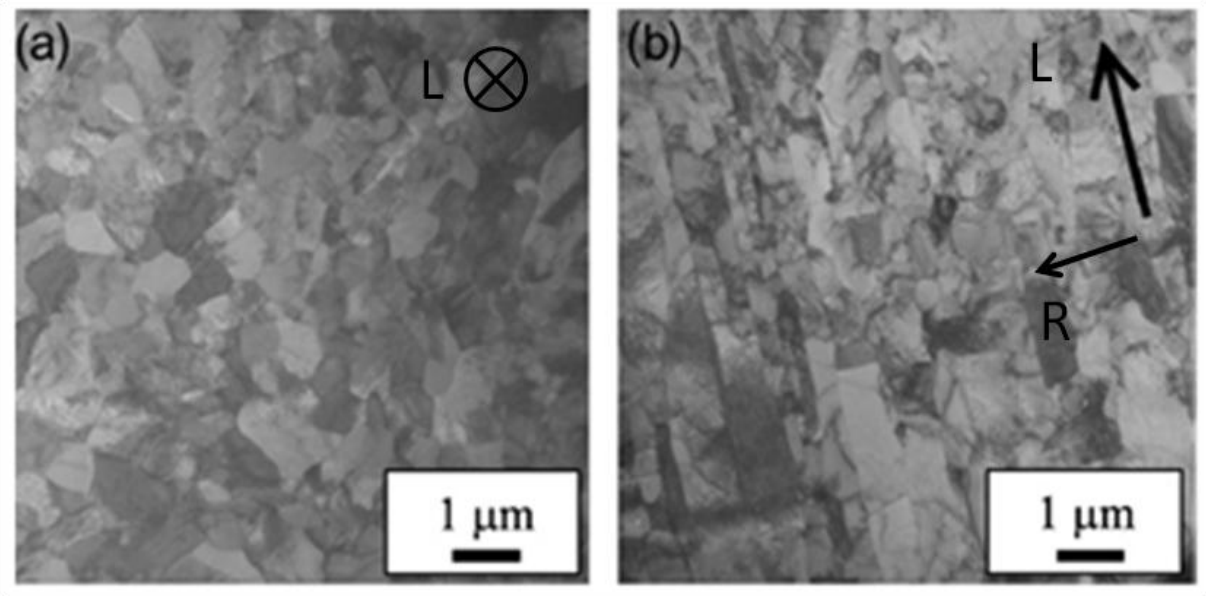


Figure II-6 : Microstructure de l'acier ODS J05 à 14%Cr a) dans le plan radial et b) dans le plan longitudinal [Steckmeyer-2010]. Le symbole L correspond à la direction de filage, et R à la direction radiale.

En plus de la texture morphologique, ces nuances présentent également une texture cristallographique prononcée. Les grains sont orientés de sorte que la direction <110> soit alignée avec l'axe de filage. Dans le cas de la géométrie barre J05, les figures de pôles de la Figure II-8 sont caractéristiques d'une texture de type fibre. La texture cristallographique de la géométrie larget F40 est similaire à celle de la nuance à 18%Cr (F20), nuance qui a été filée sous forme de larget selon le même procédé que la nuance F40, et dont la composition chimique est identique à celle de la nuance J03. D'après les figures de pôles de la Figure II-7 qui correspondent à cette nuance F20, la direction <110> est toujours alignée avec l'axe de filage,

mais on note la présence de renforts locaux sur les directions <110> et <200> [Hadraba-2011]. Cette texture particulière est due à l'étape de laminage à chaud.

La texture cristallographique des nuances filées sous forme de barre J27 (14%Cr), J20 (14%Cr) et J03 (18%Cr) est similaire à celle de la nuance J05 (14%Cr).

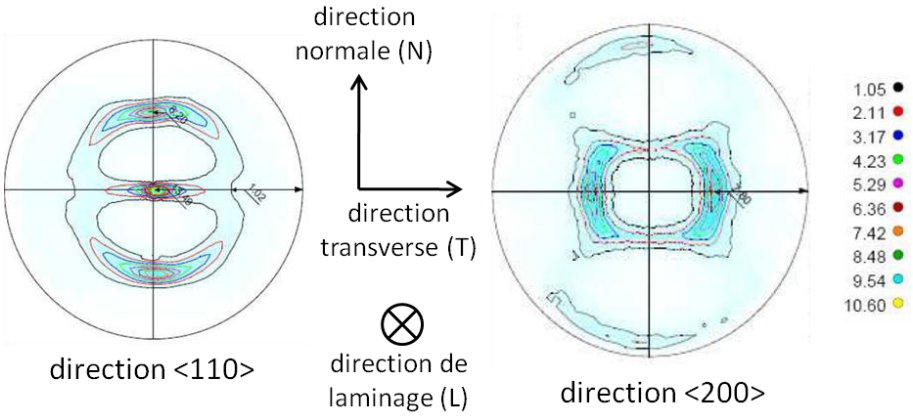


Figure II-7 : Figures de pôles d'une nuance à 18%Cr filée sous forme de larget F20 [Hadraba-2011].

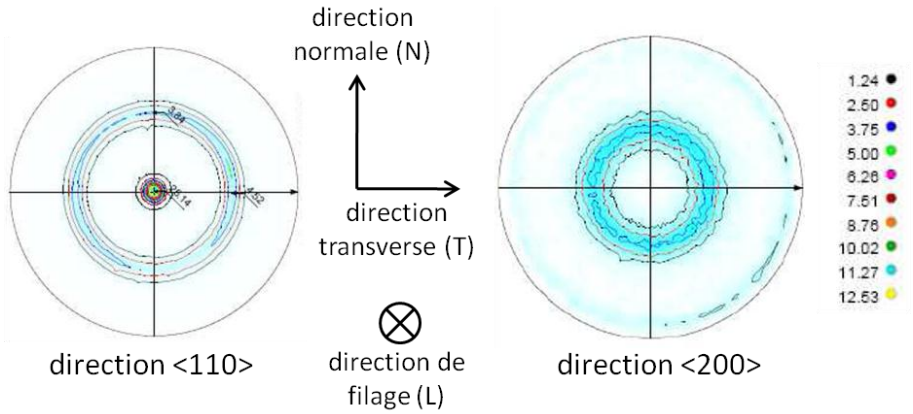


Figure II-8 : Figures de pôles de la nuance à 14%Cr filée sous forme de barre ronde J05 [Steckmeyer-2010].

b. Nuance à 9%Cr

Contrairement aux nuances à 14%Cr et 18%Cr, la nuance à 9%Cr-1%W, référencée F41 sous forme de larget et J04 sous forme de barre, présente une morphologie quasi isotrope. Les grains observés sur le larget F41 ont une forme équiaxe, comme le montre le cliché MET de la Figure II-9 [TEMAS-2009]. La taille des grains observés au MET est proche de 2-3 µm. D'après les figures de pôles de la Figure II-10 réalisées sur la barre, cette nuance ne présente pas de texture cristallographique particulière [Praud-2012]. Dans le cas de cette nuance, la texture donnée à l'origine par le filage à chaud a été effacée suite aux traitements thermiques d'austénitisation, de trempe et de recuit.

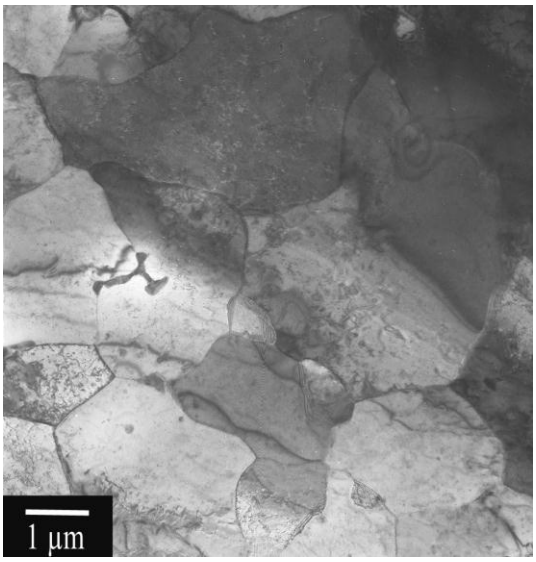


Figure II-9 : Cliché MET de la microstructure dans le plan longitudinal de la nuance d'acier ODS à 9%Cr-1%W élaborée sous forme de larget (F41) [TEMAS-2009].

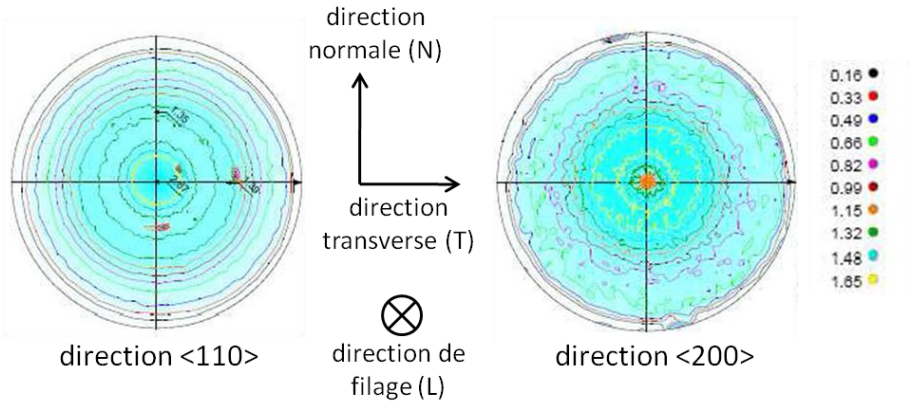


Figure II-10 : Figures de pôles de la nuance d'acier ODS à 9%Cr-1%W filée sous forme de barre J04 [Praud-2012].

c. Récapitulatif des microstructures

Le Tableau II-1 présente un résumé de la caractérisation microstructurale des grains et de la texture cristallographique des principales nuances étudiées.

Tableau II-1 : Textures morphologique et cristallographique des nuances de l'étude

	barres F43, J05, J03, J20, J62 Ø16 mm	barre J27 Ø36 mm	larget F40	larget F41, barre J04/J24
forme des grains	forme allongée dans la direction de filage	forme allongée dans la direction de filage	forme allongée et aplatie dans la direction de filage et de laminage	forme équiaxe
taille moyenne des grains	550 nm de diamètre 1,2 µm de long	530 nm de diamètre 850 nm de long	section de 200 nm x 400 nm 1,2 µm de long	2-3 µm (larget F41) 500 nm (barre J04)
texture cristallographique	<110> alignée avec l'axe de filage	<110> alignée avec l'axe de filage	<110> alignée avec l'axe de filage et renforts locaux sur les directions <110> et <200>	pas de texture cristallographique
références	[Steckmeyer-2010]	[Serrano-2012]	[TEMAS-2009]	[TEMAS-2009] [Praud-2012]

3. Caractérisation du comportement en traction

Le comportement en traction de la nuance J27 a été caractérisé dans le cadre de cette étude en utilisant des éprouvettes cylindriques présentées sur la Figure II-11. Les autres nuances ont été testées dans le cadre du projet MACNA [TEMAS-2009].

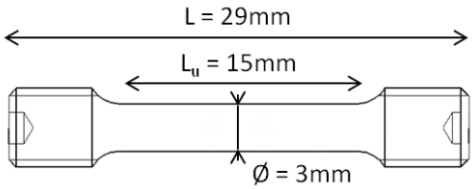


Figure II-11 : Schéma d'une éprouvette de traction cylindrique.

a. Nuance J27 à 14%Cr

Les essais de traction ont été réalisés en sollicitation axiale (A) et en sollicitation radiale (R) selon le schéma de prélèvement de la Figure II-12. La Figure II-13 et la Figure II-14 présentent respectivement les courbes de l'évolution de la contrainte nominale (F/S_0) en fonction de la déformation nominale ($\Delta L/L_0$) de la nuance J27 sollicitée à la vitesse de déformation de 10^{-3} s^{-1}. En sollicitation A, les essais à basse température, de -120°C à +20°C, ont été menés sur une machine hydraulique Instron. Les autres essais en sens A, de +20°C à +700°C, ont été réalisés sur une machine électromécanique Instron. En sollicitation R, les essais ont également été réalisés sur une machine électromécanique.

Des essais ont aussi été menés à la vitesse de 5.10^{-2} s^{-1} en sens A entre -120°C et +20°C sur une machine hydraulique, les courbes contrainte–déformation correspondantes sont présentées sur la Figure II-15. Les valeurs de la limite d'élasticité, de la contrainte maximale et des allongements de tous les essais réalisés sur la nuance J27 sont rassemblées dans le Tableau II-2.

Les courbes à 20°C en sens A à 10^{-3} s^{-1} présentent quelques différences entre les deux moyens d'essais utilisés. La limite d'élasticité est plus élevée de 70 MPa sur l'essai réalisé avec la

machine électromécanique, soit une différence de l'ordre de 6%, et l'allongement à rupture est de 25% sur la machine hydraulique contre 18% sur la machine électromécanique. L'allongement réparti est également plus faible sur l'essai réalisé à 20°C avec la machine hydraulique.

Les essais de traction en sollicitations A et R mettent en évidence le comportement anisotrope de la nuance J27. Bien que la limite d'élasticité et la contrainte maximale soient similaires entre les sens A et R à la vitesse de 10^{-3} s^{-1}, on observe une réduction significative de l'allongement à rupture à 20°C en sens R par rapport au sens A. En effet, l'allongement à rupture est de 18% en sollicitation axiale contre 5% en sollicitation radiale. L'allongement réparti est également réduit en sollicitation radiale, la valeur moyenne est de 8,9% pour le sens A contre 5% pour le sens R. La capacité d'écrouissage du matériau est alors plus faible dans le sens R par rapport au sens A.

En sollicitation axiale à 20°C à la vitesse de 5.10^{-2} s^{-1}, on observe une légère augmentation de la limite d'élasticité et de la contrainte maximale de 2% par rapport à la vitesse de 10^{-3} s^{-1}. A la température de -120°C, la limite d'élasticité est augmentée de 8% et la contrainte maximale de 4% à la vitesse de 5.10^{-2} s^{-1}. L'allongement à rupture et l'allongement réparti sont, quant à eux, réduits de 15% et de 25% à 5.10^{-2} s^{-1}.

Ces essais mettent donc en évidence une augmentation de la limite d'élasticité du matériau et une diminution de la ductilité et de l'écrouissage lorsque l'on augmente la vitesse de sollicitation de 10^{-3} s^{-1} à 5.10^{-2} s^{-1}. La perte significative de ductilité et la diminution de l'écrouissage en sens R par rapport au sens A ont également été mises en évidence. Ces essais montrent enfin que le comportement de cette nuance est presque de type plastique parfait, il y a très peu de durcissement en sollicitation A comme en sollicitation R, et cette tendance est confirmée à 5.10^{-2} s^{-1}.

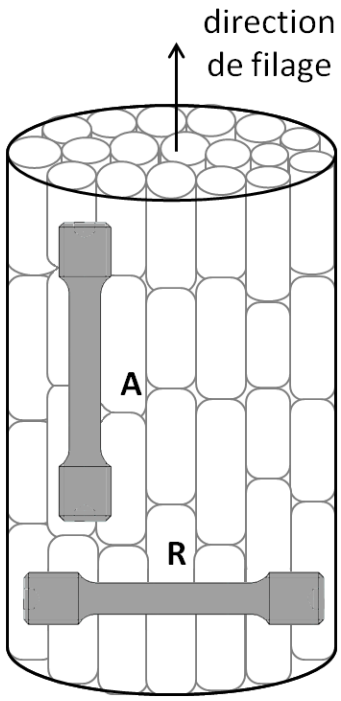


Figure II-12 : Schéma de prélèvement des éprouvettes de traction cylindriques en sens axial A et en sens radial R sur la nuance J27.

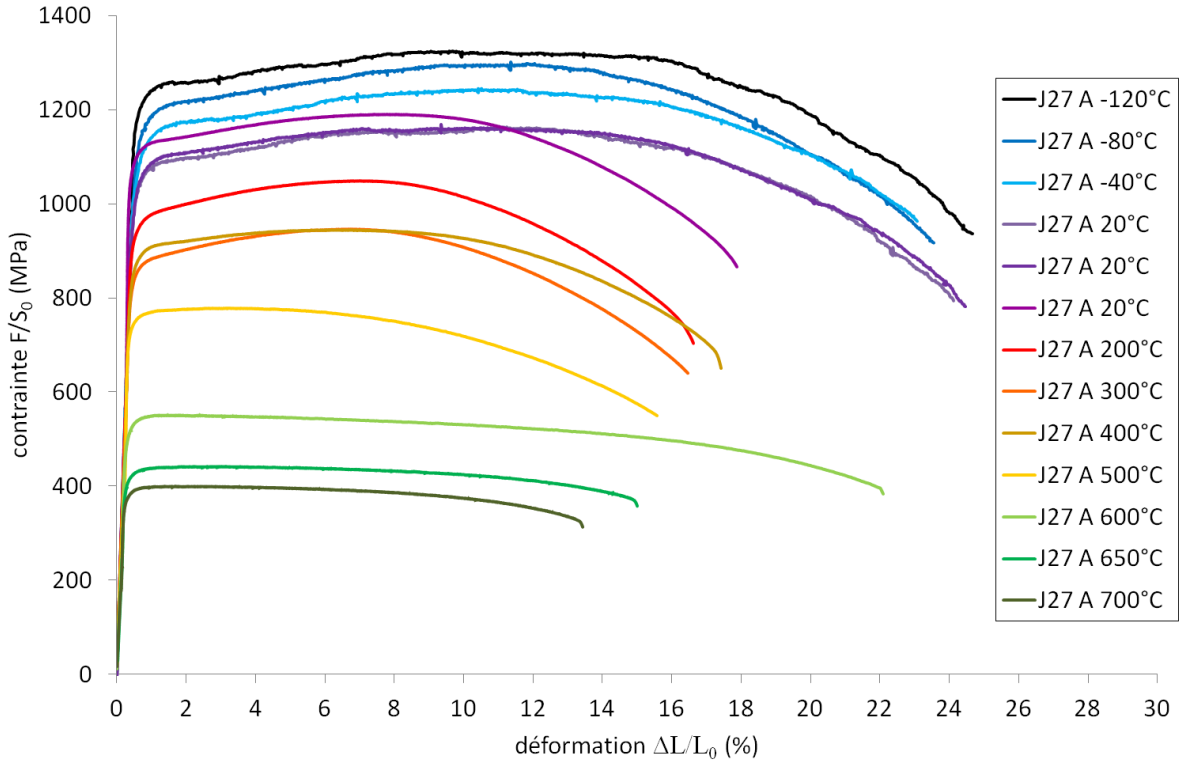


Figure II-13 : Courbes nominales contrainte - déformation de la nuance J27 sollicitée en sens axial A à la vitesse de 10^{-3} s^{-1}.

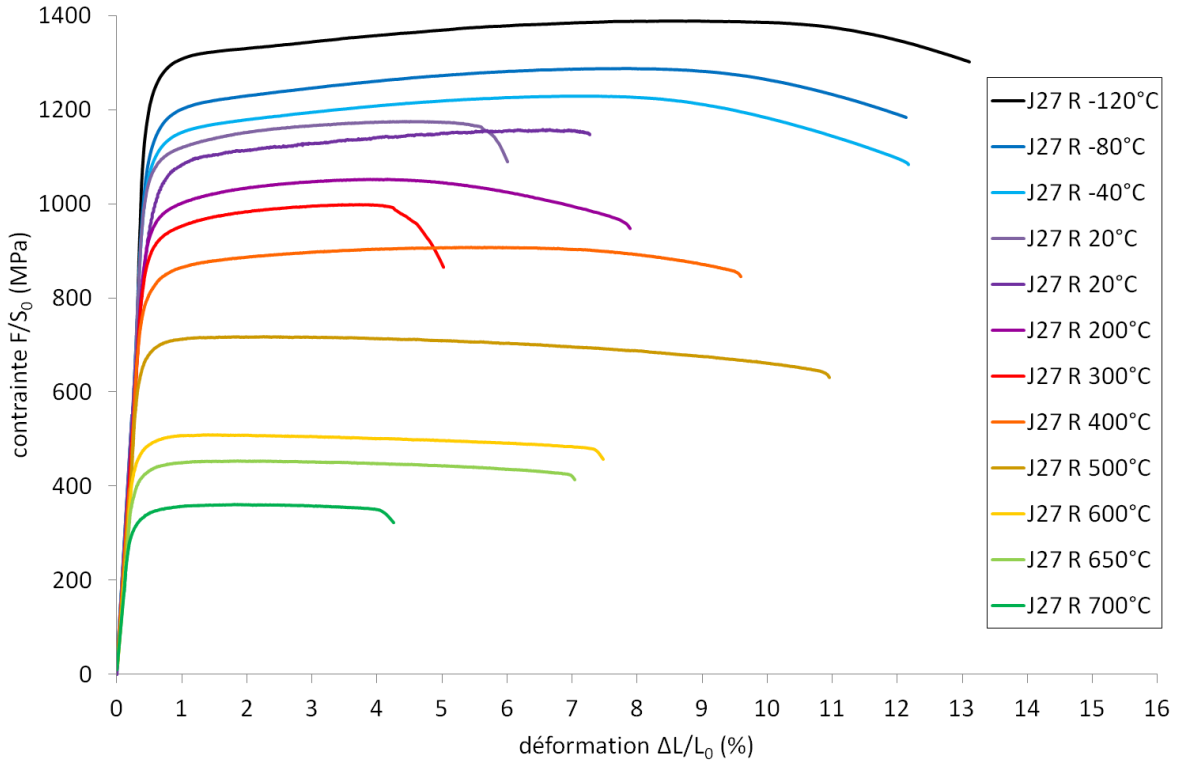


Figure II-14 : Courbes nominales contrainte - déformation de la nuance J27 sollicitée en sens radial R à la vitesse de 10^{-3} s^{-1}.

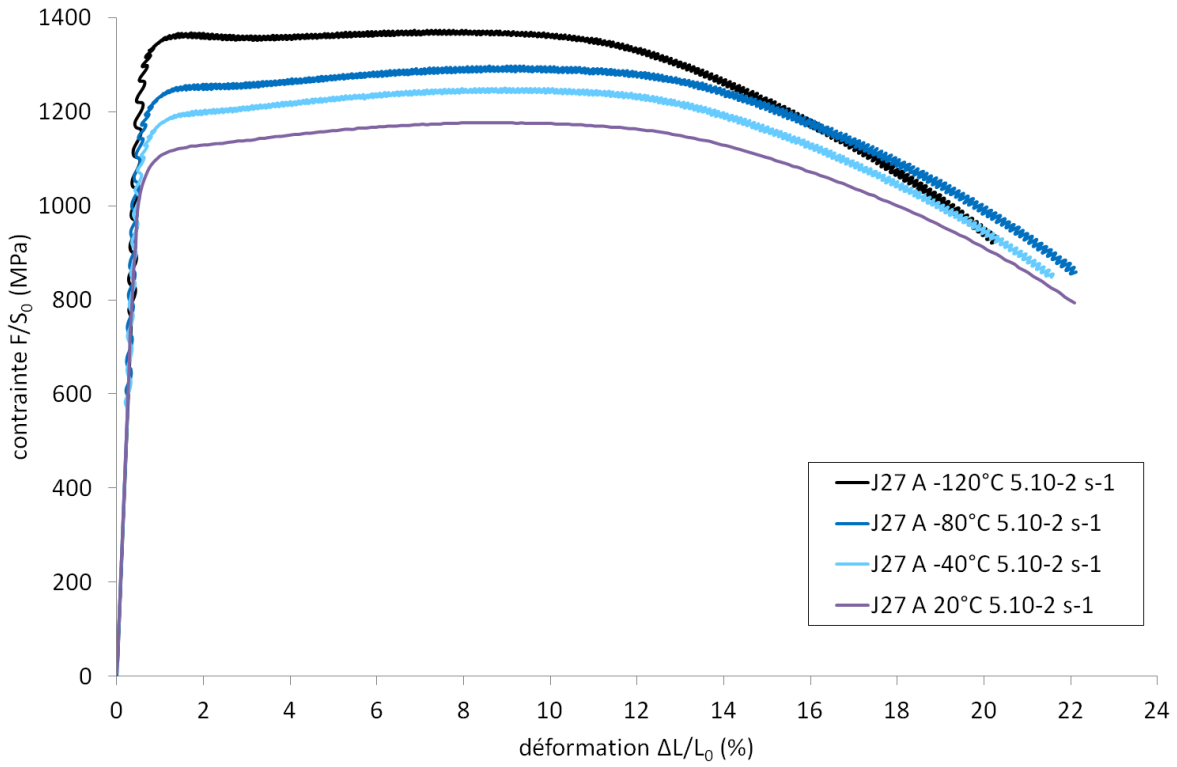


Figure II-15 : Courbes nominales contrainte - déformation de la nuance J27 sollicitée en sens axial A à la vitesse de 5.10^{-2} s^{-1}.

Tableau II-2 : Récapitulatif des résultats des essais de traction réalisés sur la nuance J27.

Moyen d'essais	Sens de sollicitation	Vitesse de déformation en s^{-1}	Température en °C	$Rp_{0,2\%}$ en MPa	Rm en MPa	Ap en %	At en %
Hydraulique	A	10^{-3}	-120	1213	1325	8,5	24,3
Hydraulique	A	10^{-3}	-80	1142	1301	10,8	23,1
Hydraulique	A	10^{-3}	-40	1087	1245	9,9	22,7
Hydraulique	A	10^{-3}	20	1039	1163	10,6	23,8
Hydraulique	A	10^{-3}	20	1048	1169	8,8	24,1
Électromécanique	A	10^{-3}	20	1113	1191	7,3	17,5
Électromécanique	A	10^{-3}	200	948	1048	6,5	16,3
Électromécanique	A	10^{-3}	300	857	947	6,2	16,2
Électromécanique	A	10^{-3}	400	881	944	5,8	17,1
Électromécanique	A	10^{-3}	500	755	778	2,2	15,3
Électromécanique	A	10^{-3}	600	532	551	2,1	21,9
Électromécanique	A	10^{-3}	650	424	442	2,9	14,8
Électromécanique	A	10^{-3}	700	388	400	1,4	13,2
Hydraulique	A	5.10^{-2}	-120	1328	1373	6,3	20,0
Hydraulique	A	5.10^{-2}	-80	1190	1297	8,0	21,7
Hydraulique	A	5.10^{-2}	-40	1125	1250	8,4	21,2
Hydraulique	A	5.10^{-2}	20	1062	1176	8,0	21,6
Électromécanique	R	10^{-3}	-120	1285	1388	7,9	12,5
Électromécanique	R	10^{-3}	-80	1169	1288	7,2	11,6
Électromécanique	R	10^{-3}	-40	1120	1229	6,6	11,7
Hydraulique	R	10^{-3}	20	1023	1158	6,0	6,8
Électromécanique	R	10^{-3}	20	1091	1175	4,0	5,5
Électromécanique	R	10^{-3}	200	969	1053	3,7	7,5
Électromécanique	R	10^{-3}	300	915	998	3,3	4,6
Électromécanique	R	10^{-3}	400	823	908	5,0	9,2
Électromécanique	R	10^{-3}	500	688	718	2	10,6
Électromécanique	R	10^{-3}	600	481	509	1,2	7,3
Électromécanique	R	10^{-3}	650	425	453	1,6	6,8
Électromécanique	R	10^{-3}	700	333	361	1,6	4,1

b. Autres nuances étudiées

Les essais de traction ont été réalisés en sollicitation A sur les nuances F43 et J03, et en sollicitations A et R sur les nuances J20 et J27 (14%Cr), entre 20°C et 750°C. On gardera les notations LT et TL dans le cas des nuances filées sous forme de larget, les deux nuances F40 et F41 ont été testées selon ces directions.

La Figure II-16 présente l'évolution de la limite d'élasticité de ces nuances, et également de la nuance J27, en fonction de la température pour une sollicitation axiale à 10^{-3} s^{-1}. L'évolution de la contrainte maximale est présentée sur la Figure II-17, l'allongement total sur la Figure II-18 et l'allongement réparti sur la Figure II-19.

D'après la Figure II-16 et la Figure II-17, la limite d'élasticité et la contrainte maximale des nuances F41, J20, J27 sont similaires entre les deux sens de sollicitation A et R. Dans le cas de la nuance F40, la limite d'élasticité est plus élevée de 50 MPa en sens R par rapport à celle mesurée en sens A, ce qui représente un écart d'environ 5%. D'après la Figure II-18 et la Figure II-19, pour toutes les nuances testées, l'allongement à rupture et l'allongement réparti sont plus faibles en sollicitation R par rapport à la sollicitation A, sauf dans le cas de la nuance F41. D'après Praud [Praud-2012], les pics d'allongement observés vers la température de 600°C seraient dus à un mécanisme de vieillissement dynamique caractérisé par un déplacement simultané de dislocations à faible et à grande vitesse.

En ce qui concerne l'effet de la composition chimique, la limite d'élasticité et la résistance maximale semblent augmenter avec la teneur en chrome, au détriment de la ductilité.

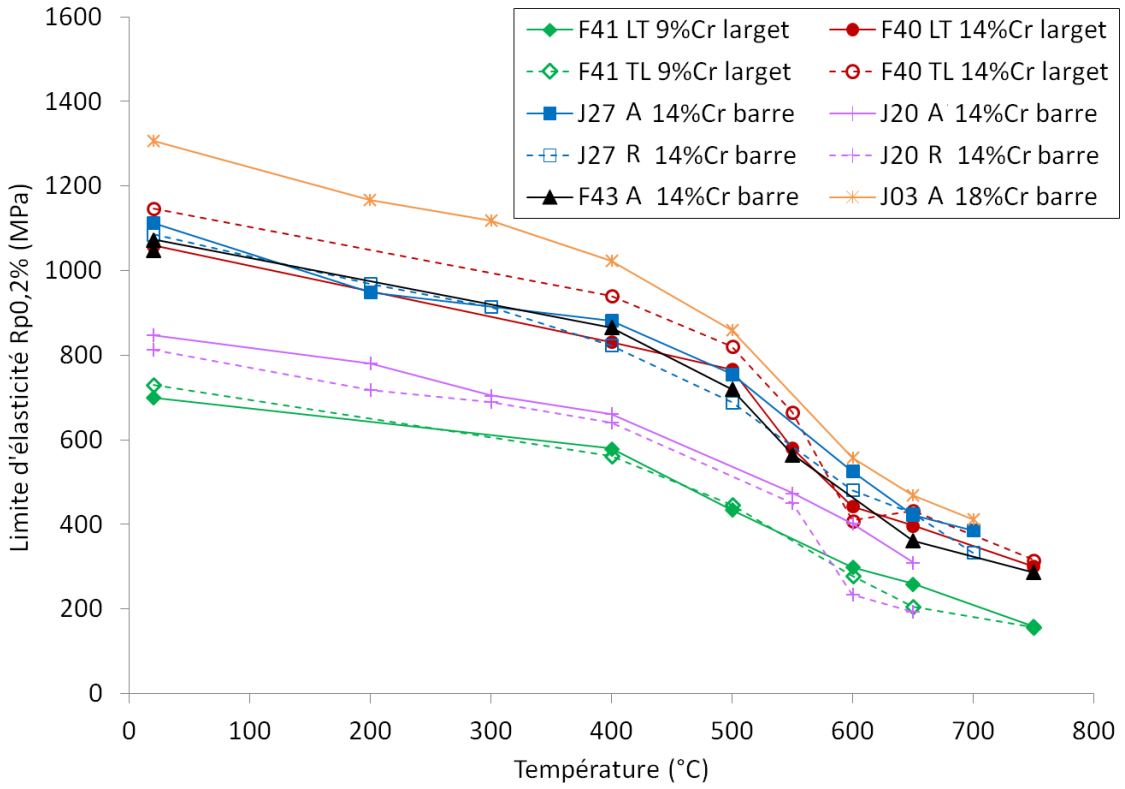


Figure II-16 : Evolution de la limite d'élasticité des nuances d'aciers ODS à 9%Cr, 14%Cr et 18%Cr en fonction de la température d'essai à la vitesse de 10^{-3} s^{-1} [TEMAS-2009].

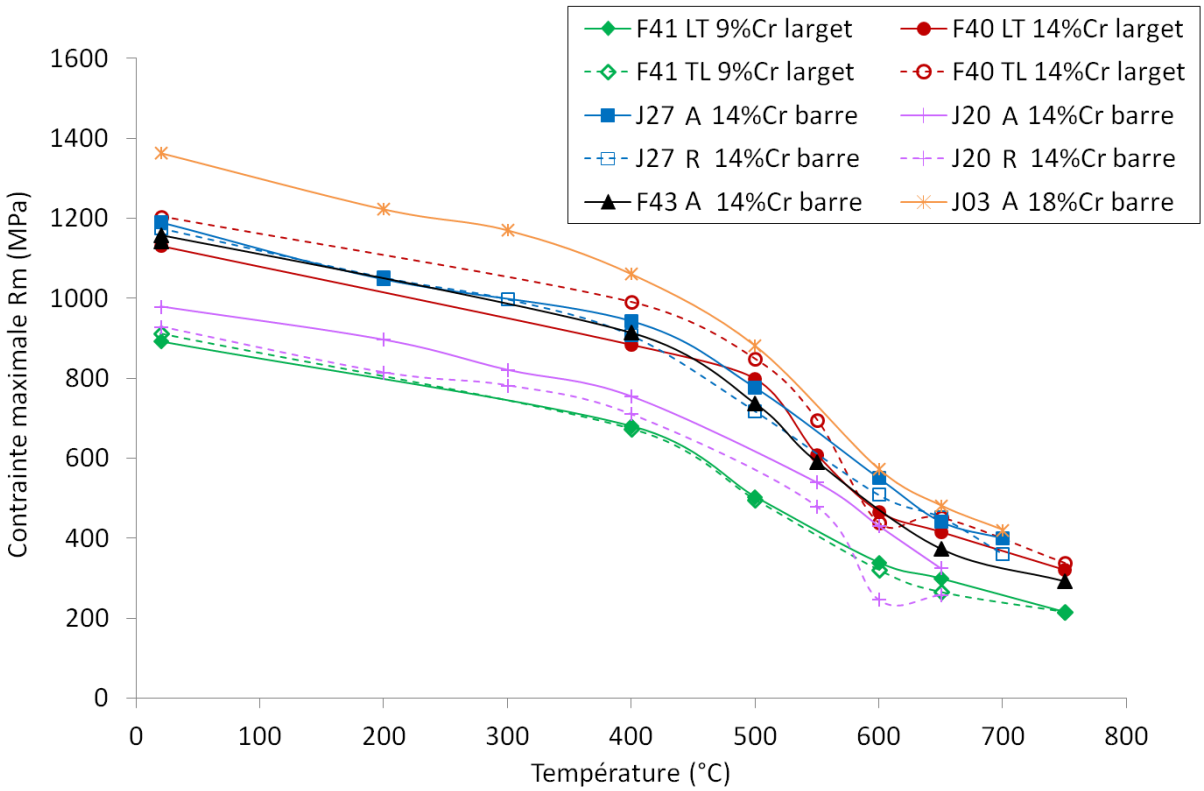


Figure II-17 : Evolution de la contrainte maximale des nuances d'aciers ODS à 9%Cr, 14%Cr et 18%Cr en fonction de la température d'essai à la vitesse de 10^{-3} s^{-1} [TEMAS-2009].

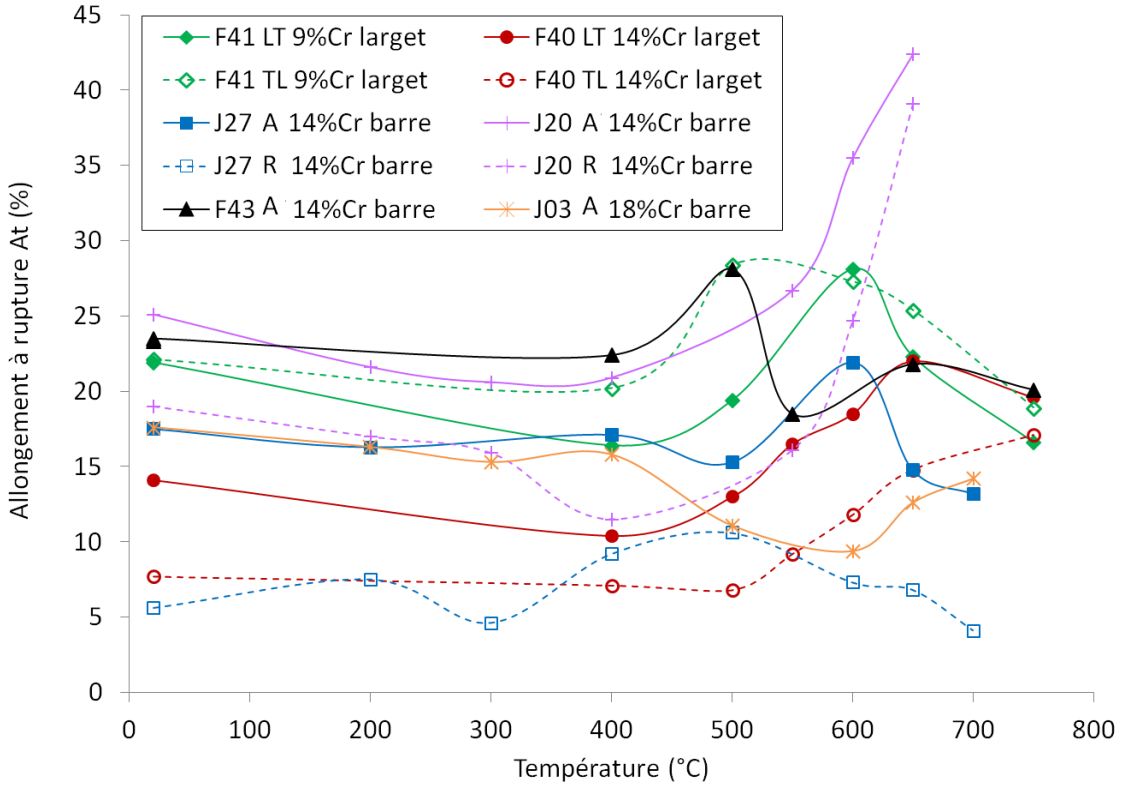


Figure II-18 : Evolution de l'allongement total des nuances d'aciers ODS à 9%Cr, 14%Cr et 18%Cr en fonction de la température à la vitesse de 10^{-3} s^{-1} [TEMAS-2009].

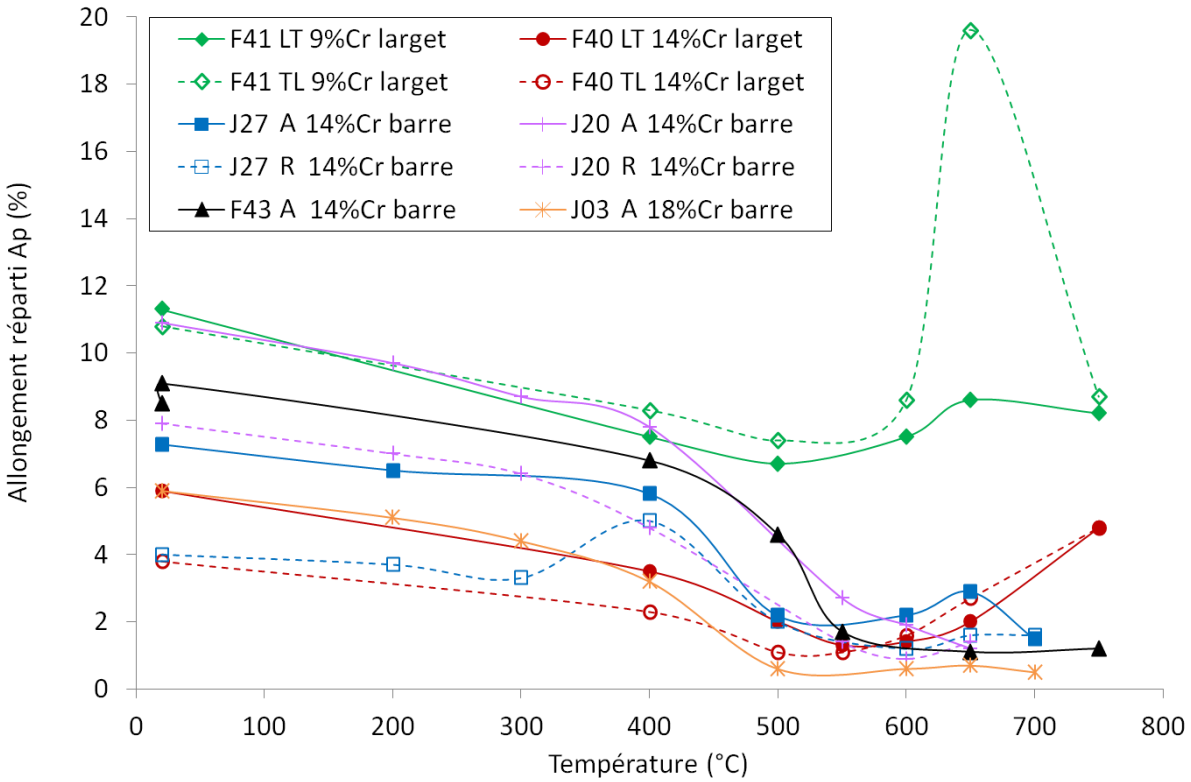


Figure II-19 : Evolution de l'allongement réparti des nuances d'aciers ODS à 9%Cr, 14%Cr et 18%Cr en fonction de la température à la vitesse de 10^{-3} s^{-1} [TEMAS-2009].

4. Caractérisation de la résistance à l'impact

a. Technique expérimentale

Les essais Charpy [Charpy-1901, François-2007] permettent de caractériser la résistance au choc des matériaux. Les éprouvettes, de forme rectangulaire, présentent une entaille en forme de U ou de V. Un mouton pendule vient impacter les éprouvettes au droit de l'entaille, et l'énergie consommée pour rompre l'éprouvette est mesurée.

Les nuances citées dans le Tableau I-1 ont été testées selon la procédure décrite dans la Norme NF EN ISO 14556 [ISO14556-2001], avec un mouton-pendule d'une capacité de 50J de marque Roell Amsler (Zwick). Les éprouvettes utilisées ont une dimension réduite de 27 mm x 4 mm x 3 mm et une entaille en V. Ces éprouvettes, référencées sous le nom de mini-Charpy, sont schématisées sur la Figure II-20. La marge d'erreur de mesure sur les énergies à rupture est de +/- 0,25 J.

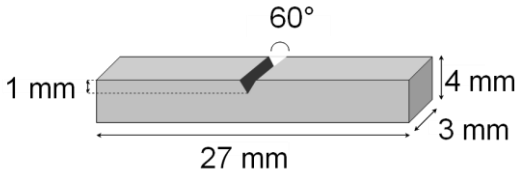


Figure II-20 : Schéma d'une éprouvette de résilience de type mini-Charpy.

Les nuances de l'étude ont été testées en sollicitation longitudinale (LT) et en sollicitation transverse (TL) selon les schémas de la Figure II-21. Le terme LT signifie que l'éprouvette est orientée dans la direction L et que l'entaille est faite suivant la direction T, et vice-versa pour la sollicitation TL. Les microstructures du larget et de la barre sont également représentées sur ces schémas, les grains schématisés sont grossis avec un facteur d'environ 10 000 par rapport à la microstructure réelle. A cause de leur petit diamètre, les nuances J20, J62 et F43 ont dans un premier temps été testées uniquement en sollicitation LT. Dans le cas de la nuance J62, des essais en sollicitation TL ont pu être réalisés grâce à l'utilisation d'éprouvettes « reconstituées ». La mise en place et la procédure de validation de ces essais avec éprouvettes reconstituées sont présentées en Annexe 1.

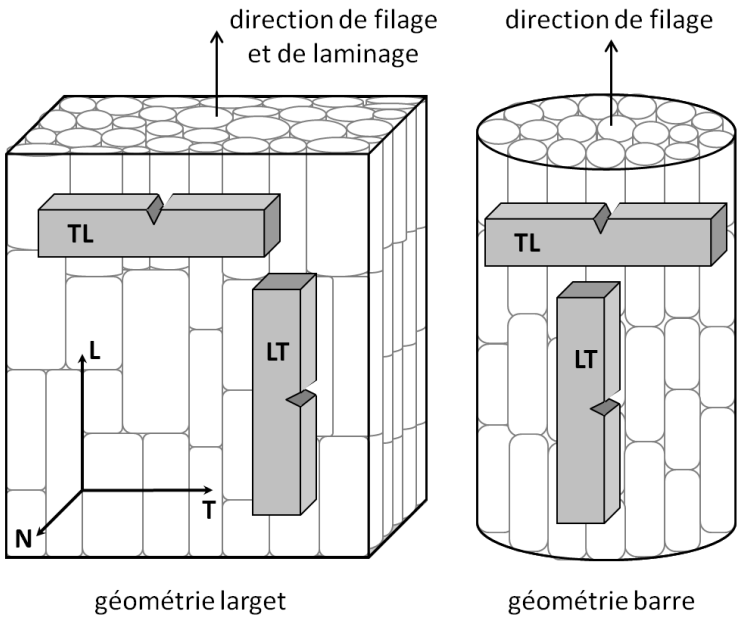


Figure II-21 : Schéma des éprouvettes mini-Charpy prélevées en sens LT et TL dans les géométries largets (F41 et F40) et dans la barre J27 de diamètre 36 mm, et de la microstructure sous-jacente.

Les essais de résilience ont été réalisés à des températures comprises entre -130°C et 325°C. Huit à douze éprouvettes ont été testées par matériau afin de construire les courbes de transition ductile-fragile.

Les essais réalisés sont instrumentés, ce qui permet d'accéder aux valeurs de force et de déplacement du marteau au cours de l'essai. Le déplacement du marteau est mesuré grâce à un capteur optique, et la force exercée sur l'éprouvette est déterminée à l'aide d'un pont de jauges de déformation placé sur le marteau. Ces mesures donnent lieu au tracé de courbes de type force-déplacement (f-d), qui permettent de décrire le comportement de l'éprouvette au cours de l'essai. L'aire sous la courbe force-déplacement correspond à l'énergie consommée par la déformation et par la rupture de l'éprouvette au cours de l'essai [Norme-2001]. Les courbes f-d correspondant aux essais réalisés sur les matériaux de l'étude sont présentées dans l'Annexe 2.

Grandeurs caractéristiques des courbes en énergie à rupture

A partir des courbes en énergie à rupture, il est possible de déterminer une température de transition ductile-fragile (TTDF) et une énergie de palier ductile USE (upper shelf energy). La TTDF est habituellement définie comme la température à laquelle l'énergie à rupture est égale à (USE + LSE)/2, avec LSE (lower shelf energy) l'énergie de palier fragile [François-2007].

Dans le cadre de cette étude, les courbes ont été lissées avec le logiciel SigmaPlot à partir de l'équation [François-2007] :

$$E(J) = \frac{(USE + LSE)}{2} + \frac{(USE - LSE)}{2} \times \tanh\left(\frac{T - TTDF}{C_0}\right) \qquad \text{Eq (II.1)}$$

où le terme USE (Upper Shelf Energy) fait référence à l'énergie de palier ductile, et le terme T correspond à la température d'essai. Le terme C_0 dépend de l'étalement en température de la phase de transition ductile-fragile. Les valeurs d'USE, de LSE, de la TTDF et de C_0 sont identifiés lors du lissage de la courbe.

La TTDF définie par cette méthode est un critère comparatif. Certains auteurs [Nichol-1980, Nam-2006] utilisent une valeur de TTDF basée sur l'observation des faciès de rupture et non sur les valeurs de résilience ou d'énergie à rupture. La TTDF est alors définie comme la température à laquelle la moitié de la surface de rupture est fragile, cette valeur est désignée par l'acronyme FATT (fracture appearance transition temperature).

Grandeurs caractéristiques des courbes instrumentées

La Figure II-22 présente une courbe instrumentée de type force-temps typique d'un matériau métallique dans sa phase de transition ductile-fragile [Chaouadi-2002]. Sur cette figure, Chaouadi et Fabry donnent également les correspondances entre les diverses parties de la courbe force-temps et la morphologie du faciès de rupture. Quatre valeurs caractéristiques sont définies sur cette courbe :

- la force F_{GY} (ou P_{GY}) : force d'écoulement généralisé
- la force F_M (ou P_M) : force maximale vue par l'éprouvette au cours de l'essai
- la force F_{IU} (ou P_{IU}) : force à l'amorçage de la propagation instable de la fissure, ce point marque l'amorçage d'une rupture brutale
- la force F_A (ou P_A): force à l'arrêt de la propagation instable de la fissure, ce point marque la reprise du mode de rupture stable

La partie de la courbe située entre la force F_{GY} et la force F_{IU} correspond à la déformation plastique de l'éprouvette suivie d'une rupture de type ductile. Sur le faciès, cela se traduit par la formation d'une zone rompue de manière ductile au droit de l'entaille. Ensuite, lorsque la force atteint la valeur F_{IU}, la fissure se propage de manière brutale. Lorsqu'il s'agit de rupture fragile, le faciès de rupture présente une zone clivée située au centre du faciès. Enfin, après l'arrêt de la fissure au point F_A, le mode de rupture redevient ductile : du cisaillement est alors observé sur le faciès de rupture.

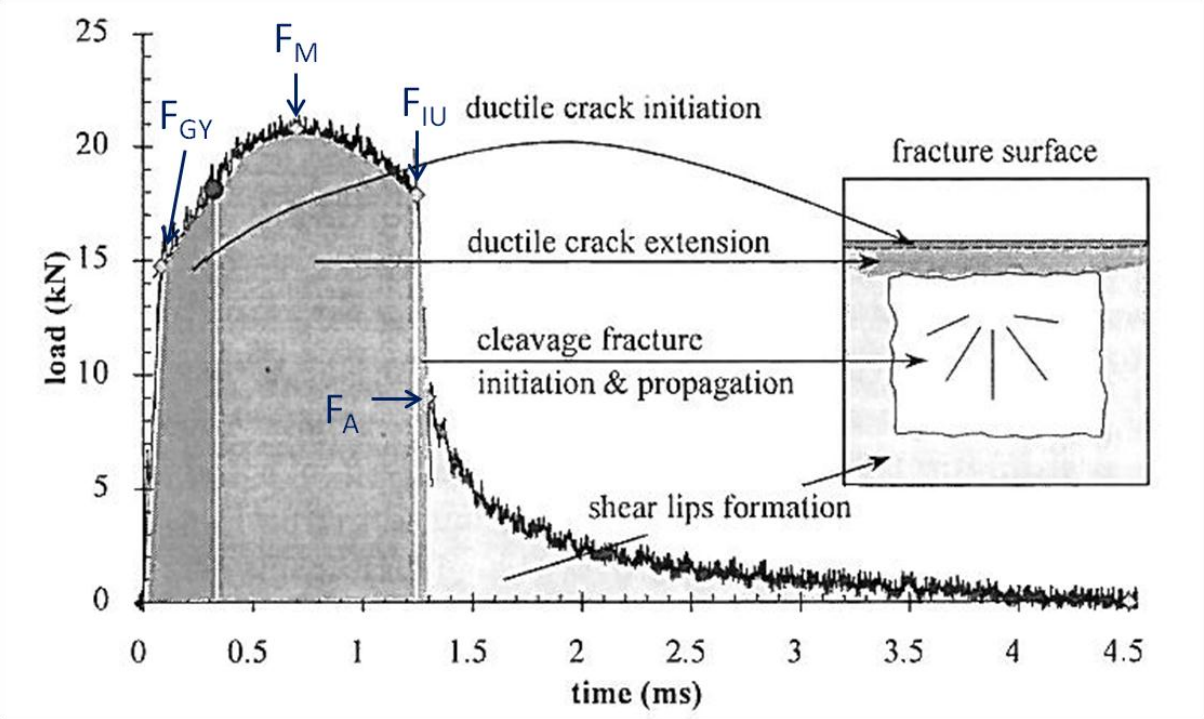


Figure II-22 : Courbe force (load) - temps (time) typique d'un matériau en transition ductile-fragile et correspondance entre les différentes parties de la courbe avec la morphologie du faciès de rupture [Chaouadi-2002].

Les énergies à l'amorçage de la rupture brutale E_{am} ont été calculées à partir des courbes force-déplacement, l'énergie E_{am} correspond à l'aire sous la courbe lorsque la force atteint la valeur F_{IU}. Les courbes des énergies à l'amorçage en fonction de la température d'essai ont été lissées avec l'équation :

$$E_{am}(T) = E_{am}(T = 0) \times e^{bT} \qquad \text{Eq (II.2)}$$

La température d'essai T est exprimée en °C, et la valeur b exprimée en $°C^{-1}$ est en lien avec la courbure de la courbe exponentielle, plus cette valeur est grande et plus l'énergie à l'amorçage augmente rapidement avec la température.

b. Résultats des essais de résilience

Nuance F41 à 9%Cr filée sous forme de larget

Les courbes en énergie à rupture obtenues pour la nuance à 9%Cr F41 filée sous forme de larget, sollicitée en sens LT et TL, sont présentées sur la Figure II-23. Les faciès de rupture observés à l'échelle macroscopique sont également présentés sur cette figure. Les valeurs de la TTDF et de l'énergie de palier ductile sont similaires en sollicitation LT et TL ; la valeur de la TTDF est proche de -47°C et l'USE est proche de 4,8 J. A l'échelle macroscopique, les faciès de rupture présentés sur la Figure II-23 sont identiques en sollicitation LT et TL. Des fissures de délaminage sont également présentes quel que soit le sens de la sollicitation.

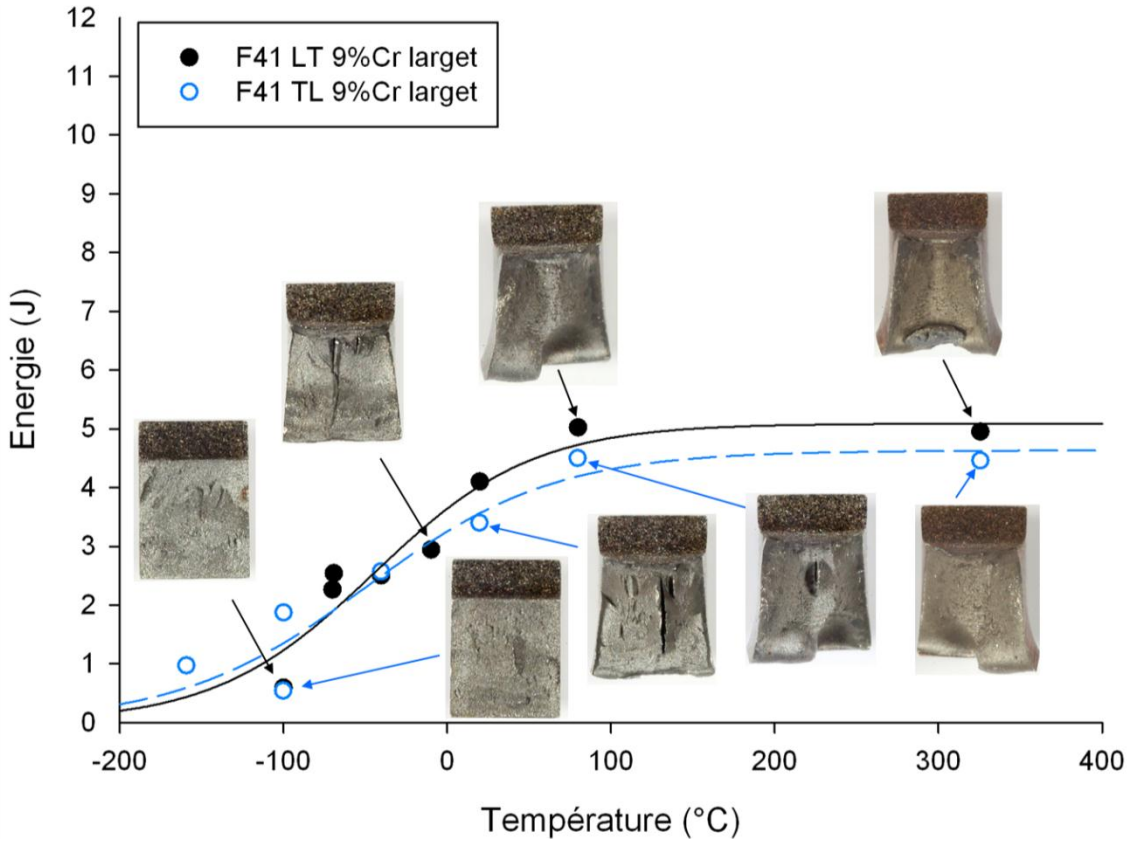


Figure II-23 : Courbes en énergie à rupture et vues macroscopiques des faciès de rupture de la nuance F41 à 9%Cr filée sous forme de larget, sollicitée en sens LT et TL.

A l'échelle microscopique, comme le montrent les clichés MEB de la Figure II-24, les mécanismes de rupture sont identiques en sollicitation LT et TL. A -100°C le matériau a rompu par clivage et les facettes ont une forme équiaxe et une taille de 2-3 µm. A +20°C la nuance est en transition ductile-fragile, le faciès de rupture présente alors des facettes de clivage ainsi que des cupules. Enfin, à +325°C, le faciès de rupture est entièrement ductile à cupules.

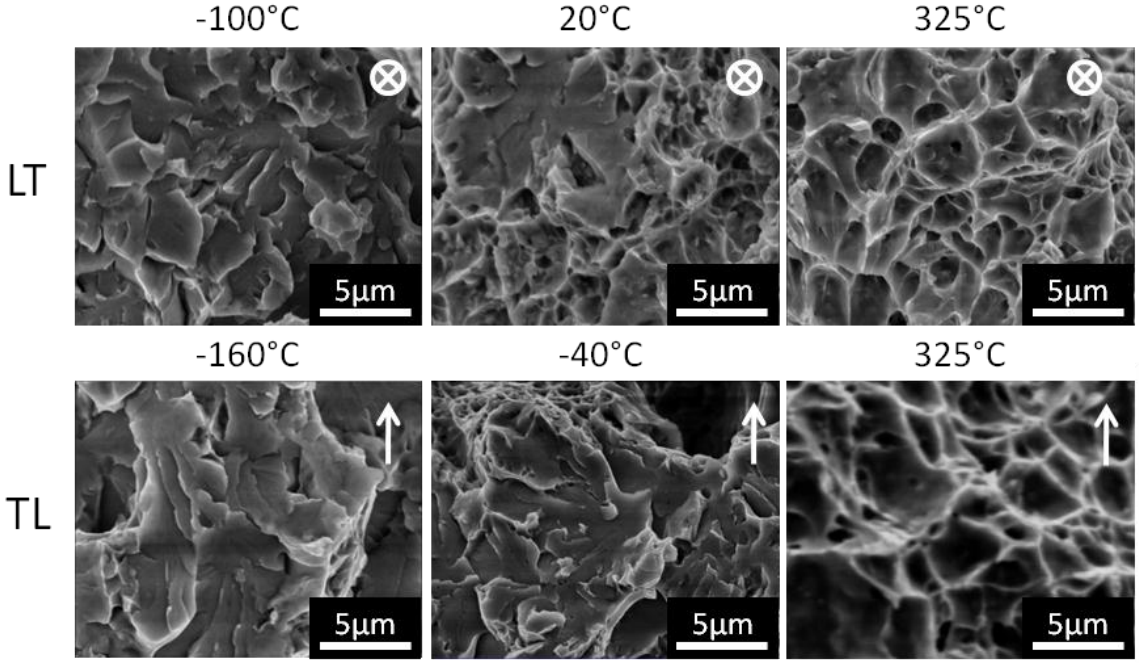


Figure II-24 : Fractographies réalisées au MEB sur les faciès de rupture de la nuance F41 à 9%Cr filée sous forme de larget, sollicitée en sens LT et TL. La direction de filage est représentée.

La Figure II-25 présente les courbes en énergie à l'amorçage de la rupture brutale, obtenues pour la nuance F41. Comme pour les énergies à rupture, il y a un bon accord entre les valeurs obtenues en sollicitation LT et TL au-dessus de -80°C. En dessous de cette température, le nombre d'essais est insuffisant pour pouvoir comparer le comportement de la nuance dans les deux sens de sollicitation.

Nous concluons donc que ce matériau présente un comportement quasi-isotrope entre -80°C et 325°C.

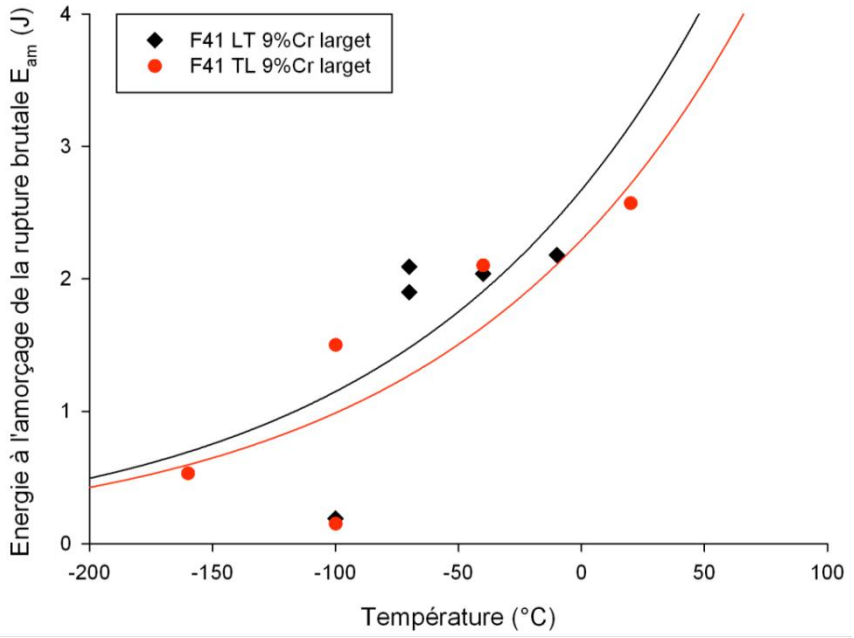


Figure II-25 : Courbes en énergie à l'amorçage de la rupture brutale de la nuance F41 sollicitée en sens LT et TL.

Nuance F40 à 14%Cr filée sous forme de larget

Les courbes en énergie à rupture et les faciès de rupture obtenus dans le cas de la nuance à 14%Cr F40 filée sous forme de larget, sollicitée en sens LT et TL, sont présentés sur la Figure II-26. Contrairement à la nuance précédente, le comportement à l'impact de la nuance F40 est anisotrope. Même si la TTDF est semblable pour les deux sens de sollicitation LT et TL et proche de 3°C, l'énergie de palier ductile est pour sa part réduite de 22% en sollicitation TL par rapport à la sollicitation LT, passant de 7,3 J à 5,7 J.

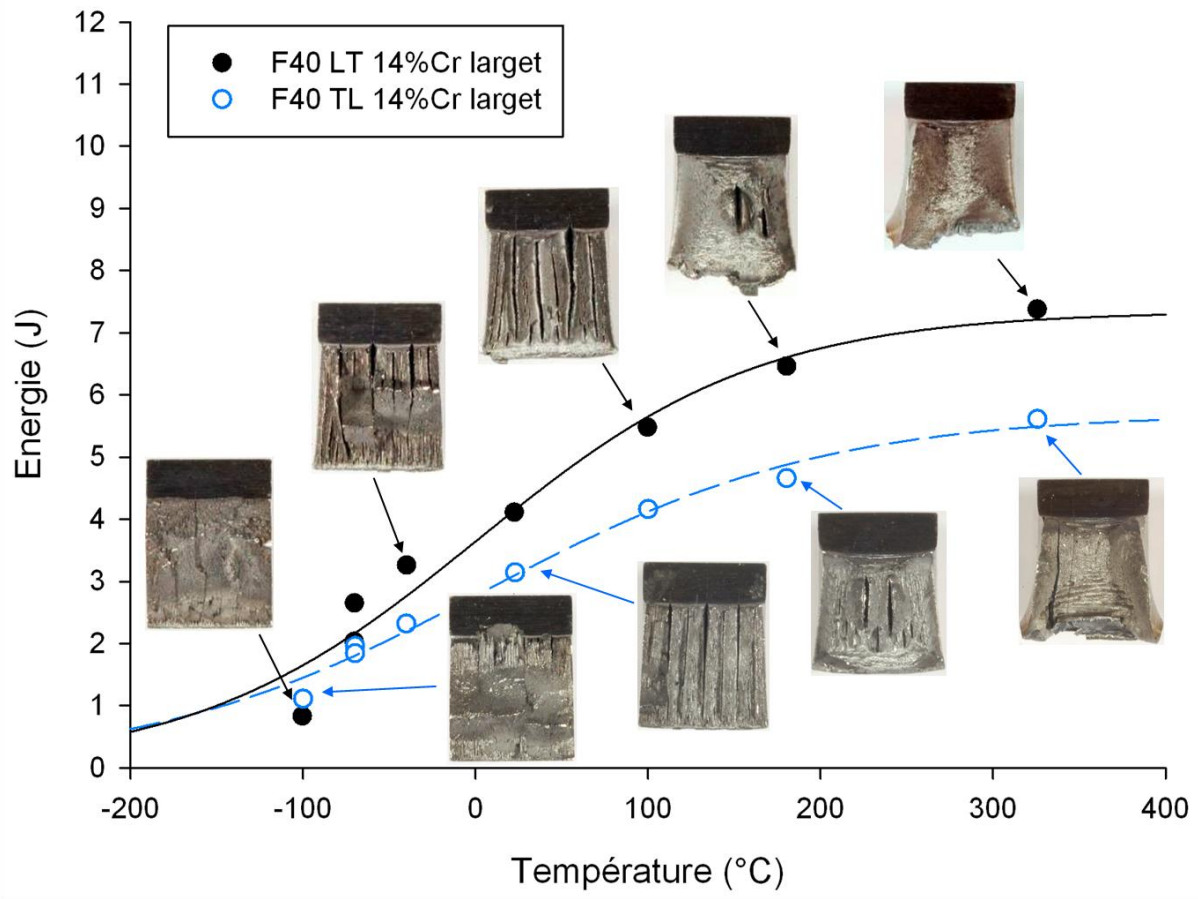


Figure II-26 : Courbes en énergie à rupture et vues macroscopiques des faciès de rupture de la nuance F40 à 14%Cr filée sous forme de larget, sollicitée en sens LT et TL.

En ce qui concerne les faciès de rupture présentés sur la Figure II-26, des fissures de délaminage sont apparues quel que soit le sens de sollicitation, et majoritairement lorsque le matériau est en phase de transition ductile-fragile. Dans les deux cas de figure, les fissures observées sont orientées dans le plan de laminage du larget. Les observations à l'échelle microscopique de ces faciès de rupture sont présentées sur la Figure II-27. A -100°C, les faciès LT et TL présentent tous deux des facettes de clivage de forme allongée, dont la taille est proche de 1µm de large et 5-10 µm de long. A +180°C en sens LT, hormis la présence d'une fissure de délaminage, le faciès de rupture est de type ductile à cupules et des inclusions riches en aluminium sont observées au fond des plus grandes cupules (20 µm). Par contre, en sollicitation TL, les éléments microstructuraux observés à +180°C ont une forme allongée dans l'axe de filage et une taille de l'ordre de plusieurs dizaines de micromètres. Ces éléments ressemblent à des facettes de clivage mais de nombreux ligaments ductiles sont présents, on parle alors de quasi-clivage. Enfin, à +325°C, les faciès LT et TL sont entièrement ductiles et les cupules ont une forme équiaxe en sollicitation LT, alors qu'elles sont allongées dans l'axe de filage en sollicitation TL. Ces cupules allongées en sollicitation TL ont une taille de l'ordre d'une dizaine de micromètres.

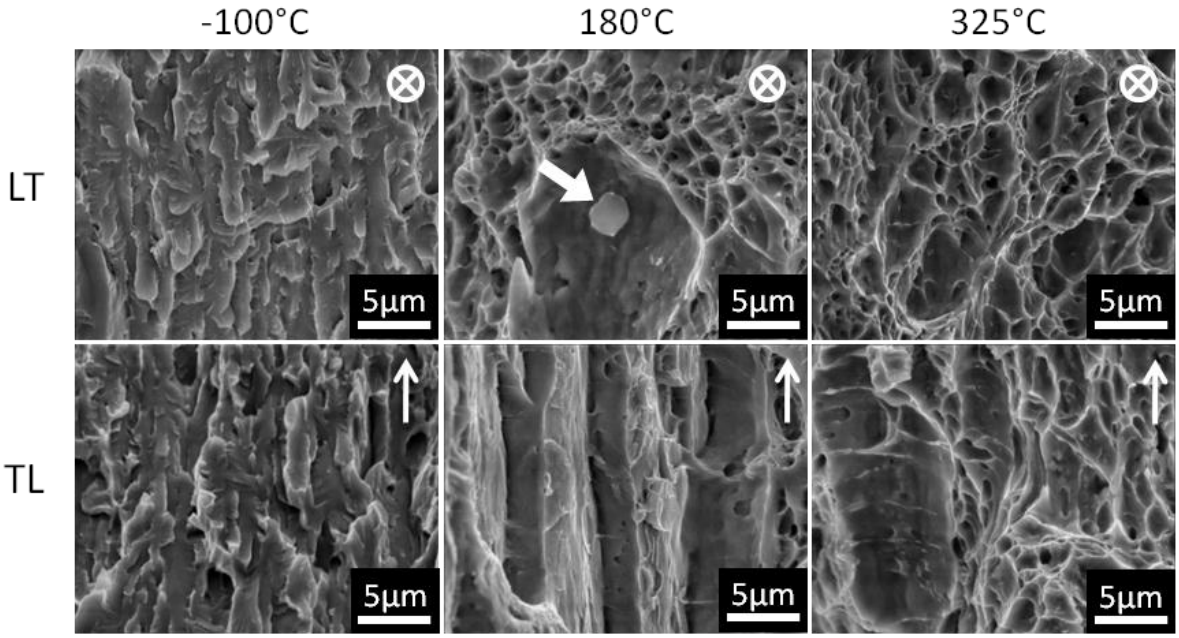


Figure II-27 : Fractographies réalisées au MEB sur les faciès de rupture de la nuance F40 à 14%Cr filée sous forme de larget, sollicitée en sens LT et TL. La direction de filage est représentée. La flèche blanche sur le faciès rompu à 180°C en sens LT désigne une particule riche en aluminium.

La Figure II-28 présente les courbes en énergie à l'amorçage de la rupture brutale obtenues pour cette nuance F40. Contrairement aux courbes en énergies à rupture, il n'y a pas de différence entre les deux sens de sollicitation au niveau des énergies à l'amorçage de la rupture brutale.

Ce matériau apparaît donc isotrope en termes d'amorçage de la rupture brutale, et anisotrope en termes d'énergies à rupture.

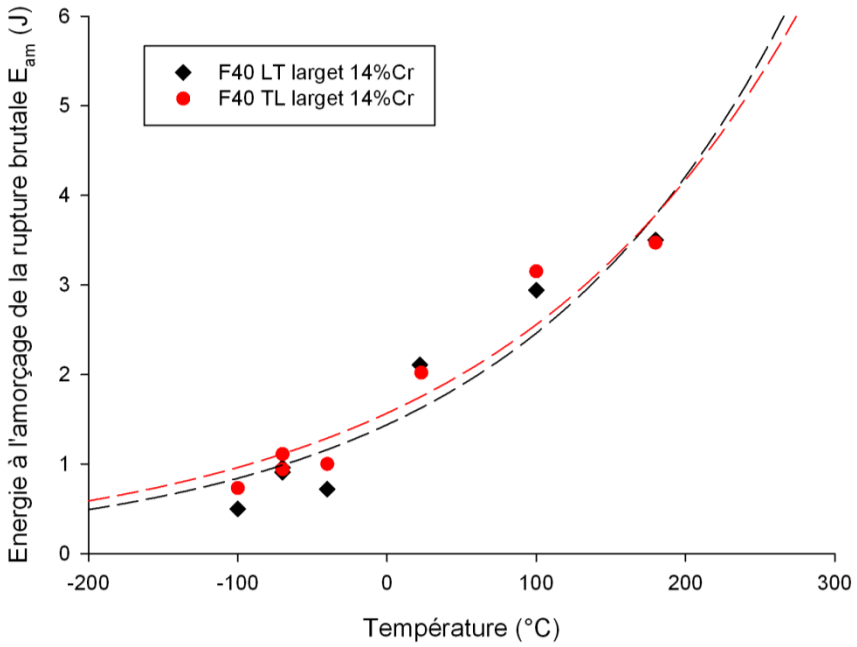


Figure II-28 : Courbes en énergie à l'amorçage de la rupture brutale de la nuance F40 sollicitée en sens LT et TL.

Nuance J27 à 14%Cr filée sous forme de barre

Les courbes en énergie à rupture et les faciès de rupture obtenus pour la nuance à 14%Cr filée sous forme de barre J27, sollicitée en sens LT et TL, sont présentés sur la Figure II-29. Comme dans le cas du larget F40, le comportement à l'impact de la nuance J27 est anisotrope. Les valeurs de la TTDF et de l'USE en sens LT sont respectivement de -30°C et 7,7 J. En sens TL, la TTDF est décalée de +130°C et l'USE est diminuée de 55%. En sollicitation LT, on note une dispersion importante en énergies à rupture lorsque le matériau est en transition ductile-fragile. En effet, les énergies à rupture mesurées à -10°C sont comprises entre 3 J et 10,5 J. De plus, la phase de transition ductile-fragile est étendue sur environ 100°C en sollicitation LT, contre 400°C en sollicitation TL.

D'après la Figure II-29, les faciès de rupture des éprouvettes testées à -10°C en sollicitation LT présentent un mécanisme de rupture de type bifurcation, comme dans le cas de la nuance F43 citée dans le chapitre I. A cette température de -10°C, plus l'énergie à rupture est élevée et plus le relief du faciès semble marqué. En sollicitation TL les faciès ne présentent pas de bifurcation, et il n'y a pas de fissures de délaminage contrairement à ce qui a été observé sur le larget F40.

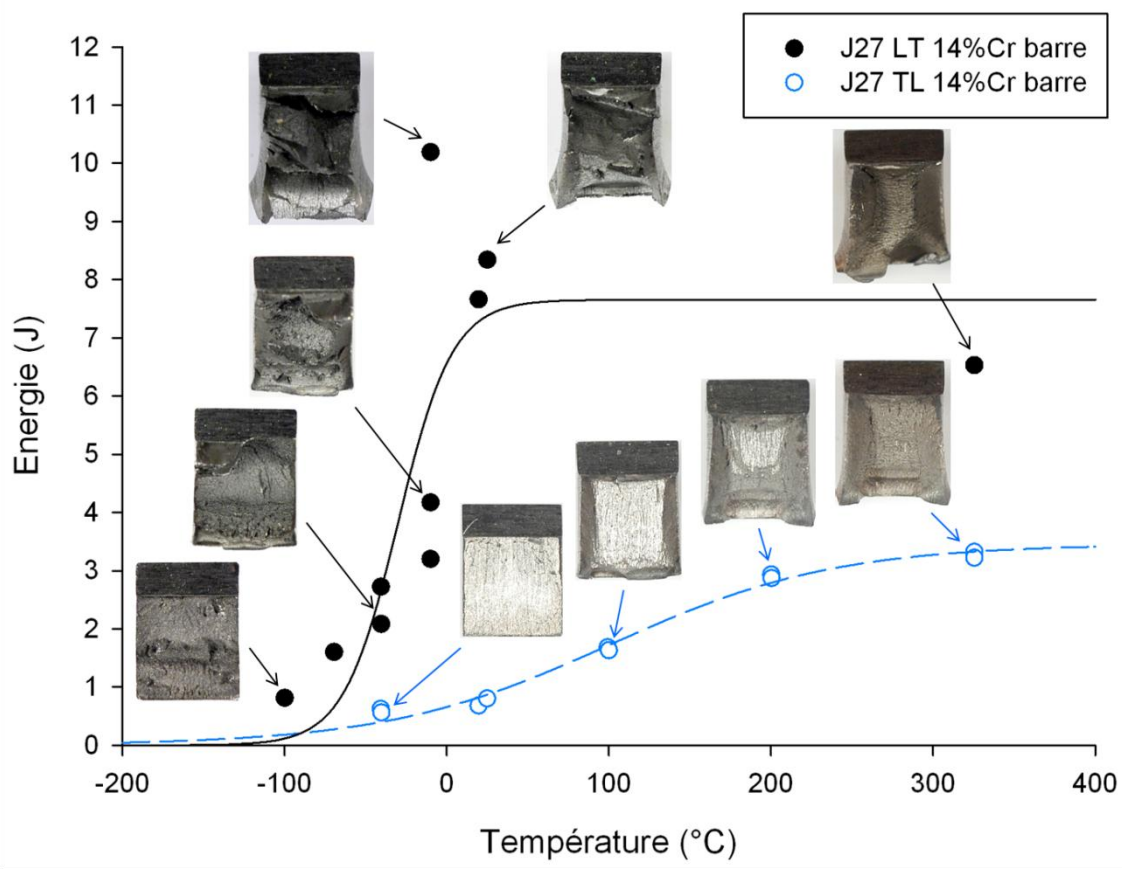


Figure II-29 : Courbes en énergie à rupture et vues macroscopiques des faciès de rupture de la nuance J27 à 14%Cr filée sous forme de barre, sollicitée en sens LT et TL.

Les observations fractographiques des faciès de rupture de la nuance sont présentées sur la Figure II-30. En sollicitation LT, les facettes de clivage observées à -100°C ont une forme équiaxe et une taille de 2-3 µm. A +20°C, le faciès de rupture correspondant au sens LT comporte quelques facettes de clivage d'une taille comprise entre 5 et 20 µm, ce qui est largement supérieur à la taille des grains observés au MET (0,5 – 1 µm). Enfin, à +325°C, le faciès est

entièrement ductile et les cupules ont une forme équiaxe. En sollicitation TL, comme dans le cas de la nuance F40, du quasi-clivage apparaît sur les faciès de rupture à -40°C et à +100°C, et la rupture est de type ductile à +325°C avec des cupules de forme allongée selon la direction de filage.

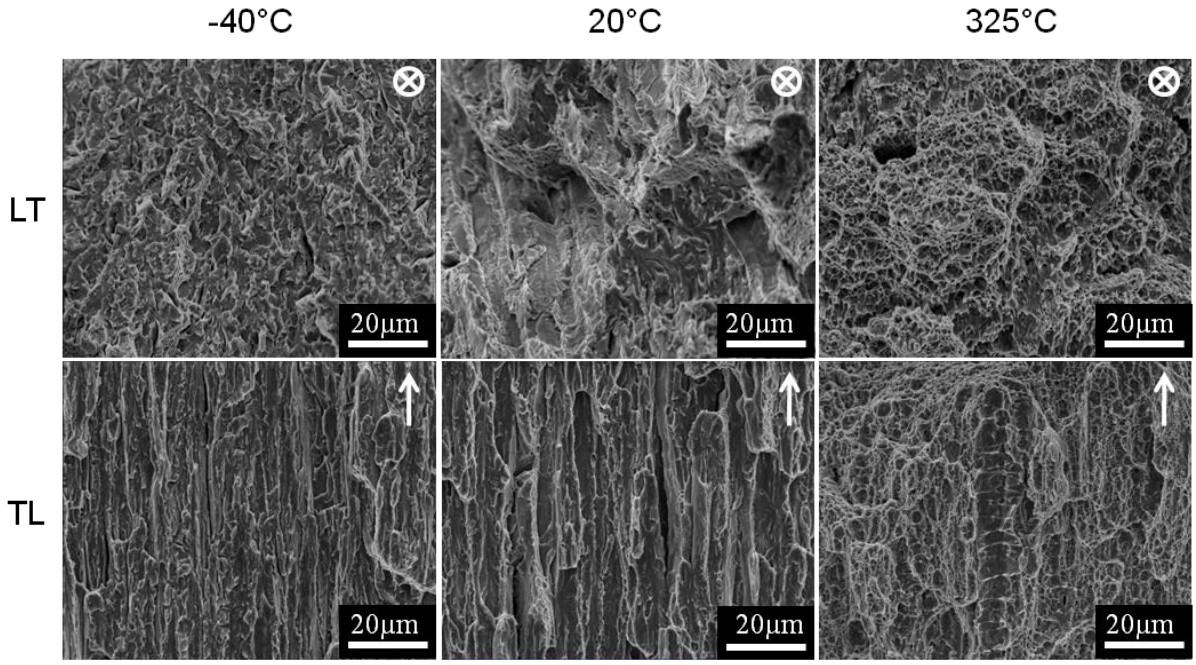


Figure II-30 : Fractographies réalisées au MEB sur les faciès de rupture de la nuance J27 à 14%Cr filée sous forme de barre, sollicitée en sens LT et TL. La direction de filage est représentée.

La Figure II-31 présente les courbes en énergie à l'amorçage de la rupture brutale obtenues pour cette nuance J27. La courbe correspondant au sens TL est décalée de 200°C vers les hautes températures par rapport au sens LT.

Cette nuance est donc anisotrope en termes d'énergies à rupture, mais aussi en termes d'énergies à l'amorçage de la rupture brutale.

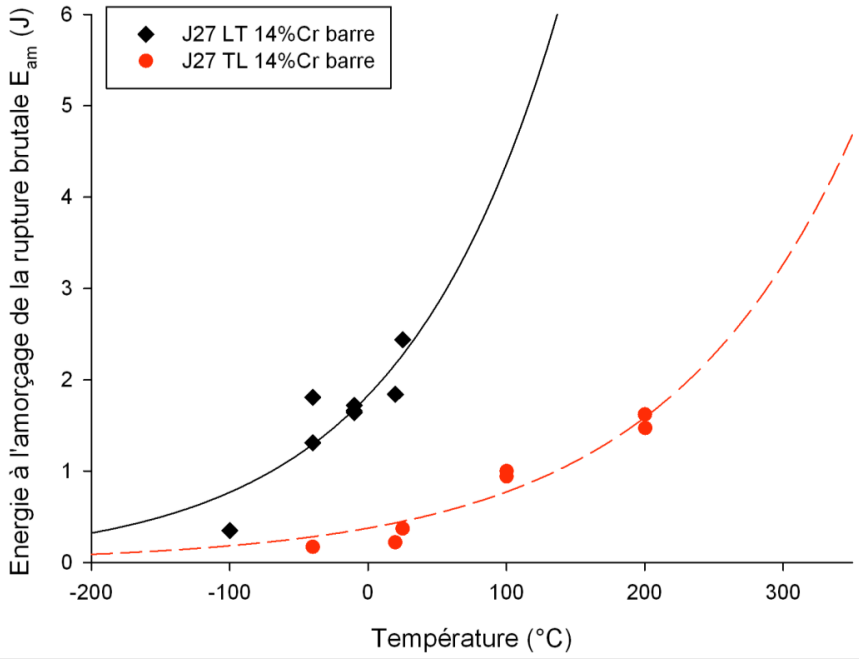


Figure II-31 : Courbes en énergie à l'amorçage de la rupture brutale de la nuance J27 sollicitée en sens LT et TL.

Autres nuances filées sous forme de barre

Les courbes en énergie à rupture des nuances F43, J20, J04 et J03 sont présentées sur la Figure II-32. Le Tableau II-3 regroupe les valeurs de la TTDF et de l'USE déterminées pour chacune de ces nuances. La nuance J04 à 9%Cr présente un comportement similaire à celui du larget F41 de référence, ce qui est en accord avec le fait que les nuances F41 et J04 ont une microstructure similaire et isotrope.

Par contre, comme pour la nuance J27, la nuance J03 à 18%Cr et les nuances F43 et J20 à 14%Cr présentent une transition ductile-fragile peu étendue en température, les énergies en zone de transition ductile-fragile sont plus élevées que l'énergie de palier ductile, et plusieurs éprouvettes présentent une rupture par bifurcation. Les faciès de rupture de ces éprouvettes sont également présentés sur la Figure II-32. L'apparition de la bifurcation semble donc être favorisée par un facteur commun entre toutes ces nuances à 14%Cr et 18%Cr.

A basse température, d'après la Figure II-33, le faciès de rupture de la nuance F43 testée à -130°C en sollicitation LT présente des facettes de clivage d'une taille de 15-20 µm, comme dans le cas de la nuance J27. La présence d'une différence entre la taille des facettes de clivage et la taille des grains observés au MET semble donc être une autre tendance récurrente sur les nuances à 14%Cr.

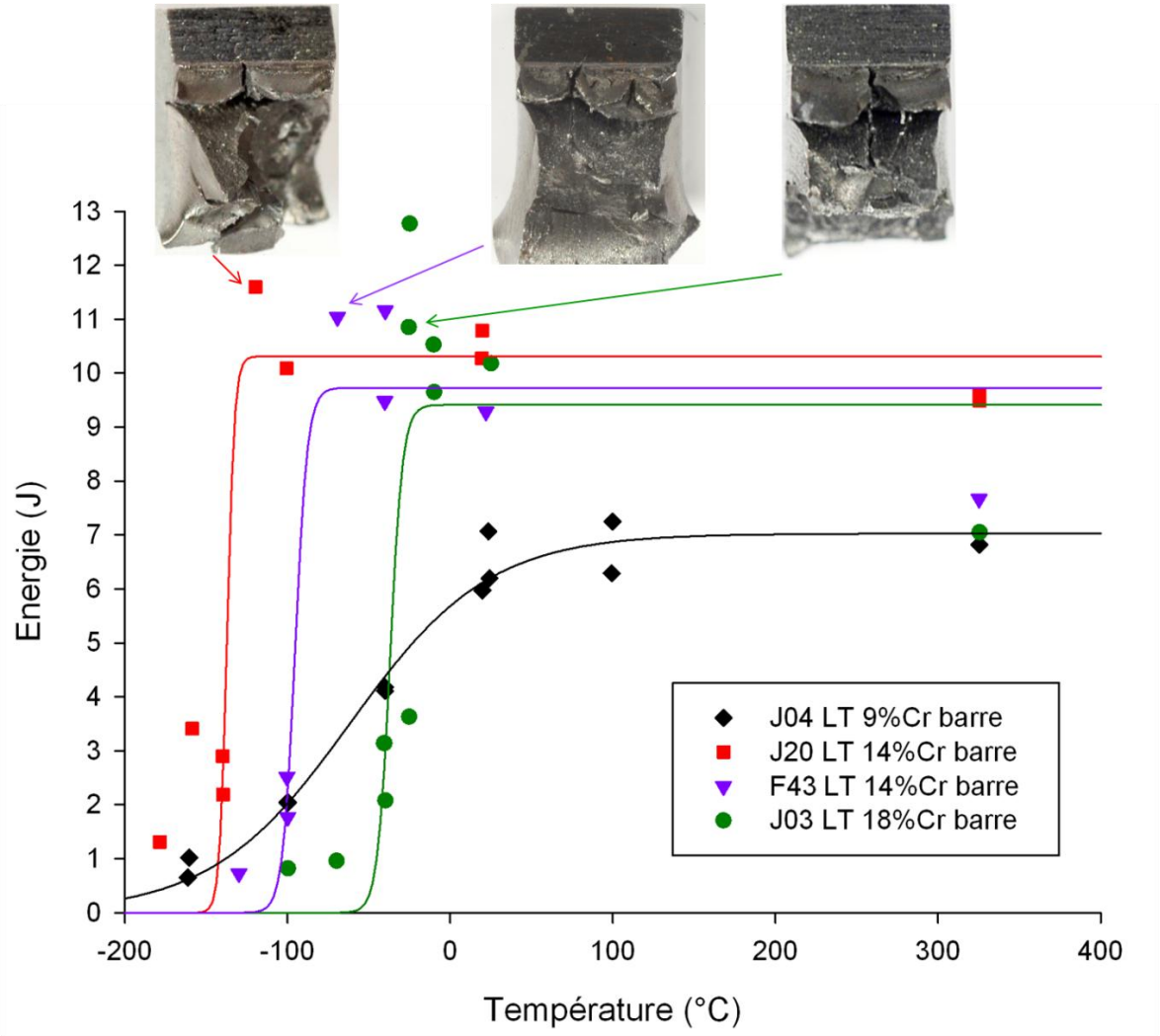


Figure II-32 : Courbes en énergie à rupture des nuances J04, J20, F43 et J03 sollicitées en sens LT. Les trois faciès de rupture présentés correspondent à des éprouvettes rompues par bifurcation.

Tableau II-3 : Valeurs de la TTDF et de l'USE des nuances étudiées obtenues à partir de l'équation II.1

Nuance	TTDF (°C)		USE (J)	
	LT	**TL**	**LT**	**TL**
F41 (larget 9%Cr)	-45	-49	5,1	4,6
J04 (barre 9%Cr)	-62	non disp.	7,1	non disp.
F40 (larget 14%Cr)	1	6	7,3	5,7
J27 (barre 14%Cr)	-30	101	7,7	3,5
F43 (barre 14%Cr)	-95	non disp.	9,7	non disp.
J62 (barre 14%Cr)	-79	42	5,9	2,5
J20 (barre 14%Cr)	-137	non disp.	10,2	non disp.
J03 (barre 18%Cr)	-37	non disp.	9,4	non disp.

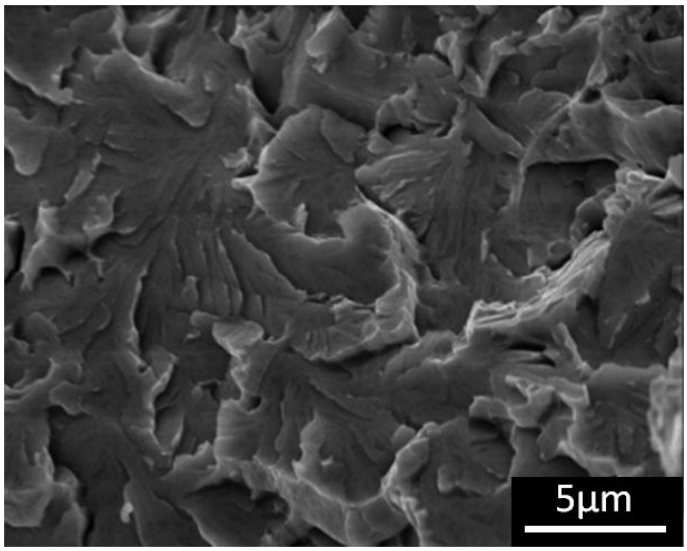


Figure II-33 : Fractographie réalisée au MEB sur les faciès de rupture de la nuance F43 à 14%Cr filée sous forme de barre, sollicitée en sens LT à -130°C.

Du fait des nombreuses similitudes observées en sollicitation LT entre la nuance J27 et les nuances J03, F43 et J20, nous nous attendons à ce que le comportement de ces trois dernières nuances soit dégradé en sollicitation TL, comme dans le cas de la nuance J27. Etant donné qu'il n'était pas possible de tester ces barres en sens TL à cause de leur petit diamètre, des essais ont été mis au point en utilisant des éprouvettes mini-Charpy reconstituées par soudage d'ailes supplémentaires, ces travaux font l'objet de l'Annexe 1. Par manque de matière, les essais ont été réalisés sur une autre nuance à 14%Cr, référencée J62, dont la composition chimique, les traitements thermiques et la texture sont similaires aux barres de l'étude. Les résultats de ces essais sont présentés sur la Figure II-34. La TTDF de la nuance J62 est de -79°C en sollicitation LT, contre +42°C en sollicitation TL, et les énergies du palier ductile sont respectivement de 5,9 J et de 2,5 J. Le décalage de la TTDF est donc de +120°C en sollicitation TL par rapport à la sollicitation LT, et l'abaissement du palier ductile de 58%. Ces décalages sont très proches de ceux observés sur la nuance J27 (+130°C et -55%).

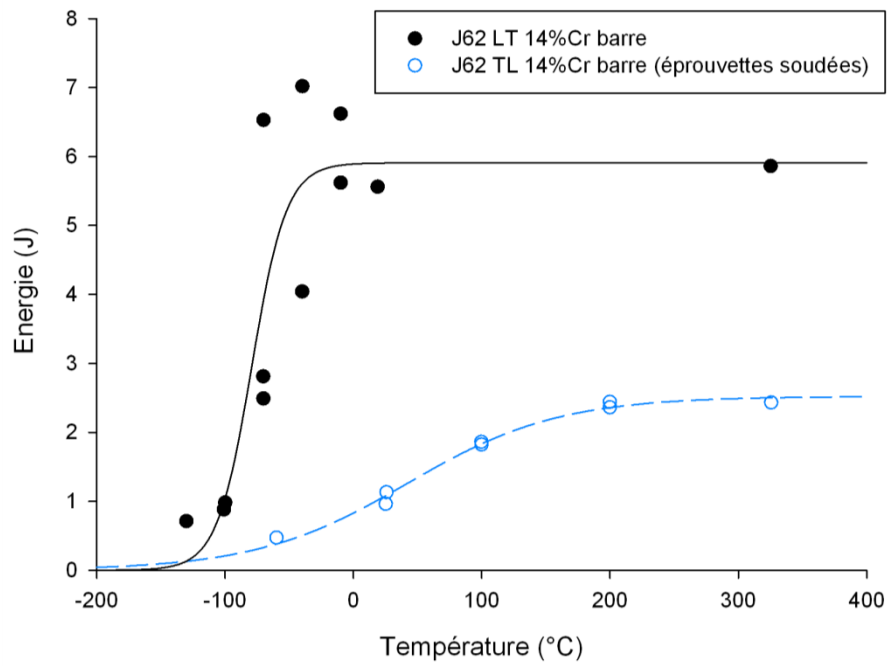


Figure II-34 : Courbes en énergie à rupture de la nuance J62 à 14%Cr filée sous forme de barre, sollicitée en sens LT et TL. Les éprouvettes correspondant au sens TL ont été reconstituées par soudage.

c. Discussion des résultats

La nuance F41 à 9%Cr est considérée comme le matériau de référence, du fait de sa microstructure quasi isotrope et de son comportement également isotrope en traction et en résilience.

Nuance F40 à 14%Cr filée sous forme de larget

La nuance F40 a un comportement en traction anisotrope caractérisé par une hausse de la limite d'élasticité et par une baisse de la ductilité en sens transverse. En résilience, la nuance F40 a également un comportement à l'impact anisotrope du point de vue des énergies à rupture, en particulier lorsque le palier ductile est atteint. D'après les courbes force-déplacement présentées sur la Figure II-35 obtenues lors des essais de résilience à +180°C, l'anisotropie en énergie à rupture est due à une différence de comportement mécanique : la nuance F40 est majoritairement ductile en sollicitation LT, alors que le comportement est ductile-fragile en sollicitation TL. Une rupture par quasi-clivage a en effet été observée sur le faciès de rupture obtenu en sollicitation TL à +180°C. En sollicitation LT, le faciès de rupture obtenu à +180°C présente deux fissures de délaminage, qui sont très probablement responsables de la présence d'oscillations sur la courbe f-d. Bien que le comportement global de cette éprouvette soit ductile, une énergie à l'amorçage a tout de même été calculée à l'instant où apparaissent ces oscillations pour prendre en compte la présence des fissures de délaminage.

De plus, ces courbes f-d sont en accord avec les essais de traction puisque l'augmentation de la limite d'élasticité en sollicitation radiale s'accompagne d'une augmentation de la valeur de la force F_{GY} en sollicitation TL. De plus, sur la plage de températures de +20°C à +400°C, l'allongement réparti et l'allongement total de la nuance F40 sont réduits respectivement de

50% et 30% en sens TL par rapport au sens LT. Cela peut expliquer la chute de charge finale plus rapide en sollicitation TL sur la courbe f-d, et de ce fait en partie la diminution de l'énergie à rupture au niveau du palier ductile sur la courbe de transition ductile-fragile.

Enfin, la stabilité de la TTDF de la nuance F40 entre les sollicitations LT et TL est en accord avec la stabilité de l'énergie à l'amorçage de la rupture brutale entre -100°C et +180°C.

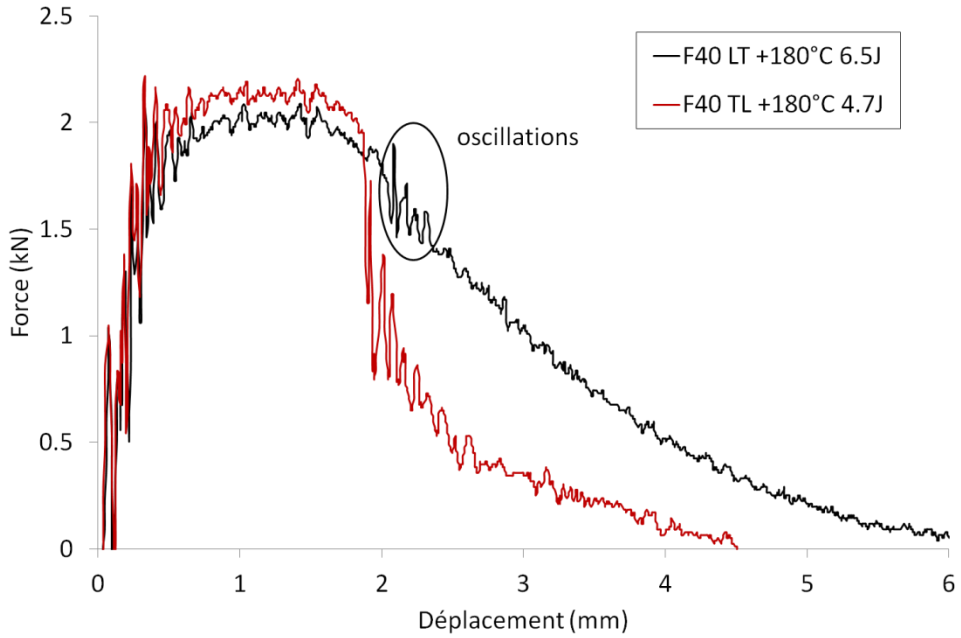


Figure II-35 : Courbes force-déplacement de la nuance F40 testée en résilience en sollicitation LT et TL à +180°C. Des oscillations sont présentes sur la courbe correspondant au sens LT, probablement à cause de la formation de fissures de délaminage.

Nuance J27 à 14%Cr filée sous forme de barre

La nuance J27 a également un comportement anisotrope, caractérisé en traction par une baisse des allongements à rupture et réparti en sens R, alors que la limite d'élasticité et la contrainte maximale sont similaires en sens A et R. En termes de résilience, cette anisotropie se traduit par une baisse de l'USE et par une augmentation significative de la TTDF. Contrairement à la nuance F40, les énergies à l'amorçage de la rupture brutale sont significativement réduites en sollicitation TL par rapport à la sollicitation LT, et on observe un décalage de la TTDF de +130°C en sens TL. On peut alors supposer que la contrainte nécessaire pour activer le défaut à l'origine de la rupture brutale soit plus faible en sens TL par rapport au sens LT, ce qui signifierait que les défauts activés en sollicitation TL ont une taille plus grande qu'en sollicitation LT, selon le critère de Griffith donné par l'équation II.3 [Griffith-1921] :

$$\sigma_c = \sqrt{\frac{2E\gamma_s}{\pi a}} \qquad \text{Eq. (II.3)}$$

avec σ_c la contrainte critique pour propager une fissure de longueur 2a, γ_s l'énergie de surface et E le module d'Young.

Comme pour le larget F40, la réduction significative de l'énergie de palier ductile de la nuance J27 en sens TL peut être liée à la perte de ductilité en traction dans le sens radial. D'après les courbes f-d présentées sur la Figure II-36 obtenues lors des essais de résilience à 325°C, la valeur de F_{GY} est similaire entre les deux sollicitations, ce qui est en accord avec la stabilité de la limite d'élasticité observée en traction entre les sens A et R. Cependant, l'amorçage de la rupture se fait beaucoup plus tôt dans le cas du sens TL, ce qui semble lié à la forte diminution de l'allongement réparti. De plus, après l'amorçage de la fissure stable, la diminution de la force exercée sur l'éprouvette est plus rapide dans le cas du sens TL, l'aire sous la courbe et donc l'énergie consommée sont significativement réduites.

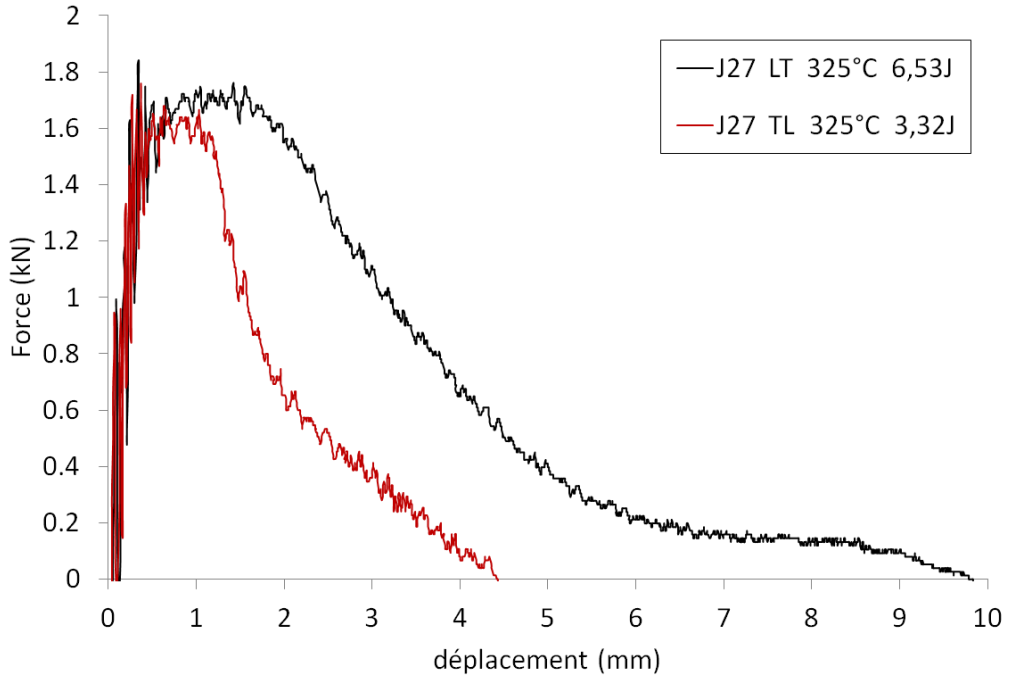


Figure II-36 : Courbes force-déplacement de la nuance J27 testée en résilience en sollicitation LT et TL à 325°C.

En sollicitation LT, la courbe en énergie à rupture (Figure II-29) présente une transition "rapide" et des énergies à rupture plus élevées que l'énergie de palier ductile. Or, les courbes en énergies à l'amorçage de la rupture brutale ne suivent pas cette tendance, les énergies croissent avec la température. Les énergies élevées mesurées en transition ductile-fragile sont donc dues à un mécanisme de propagation de la fissure principale très consommateur en énergie. D'après l'examen des faciès de rupture, la principale piste à explorer est le phénomène de bifurcation. Ce phénomène est de plus récurrent sur toutes les nuances étudiées à 14%Cr et 18%Cr filées sous forme de barre.

Micromécanismes de clivage sur les nuances à 14%Cr filées sous forme de barre

Les observations microscopiques réalisées sur les barres F43 et J27 sollicitées en sens LT mettent en évidence des facettes de clivage de forme équiaxe et d'une taille beaucoup plus grande que celle des grains observés au MET. Les facettes de clivage observées ont une taille de l'ordre de 15-20 µm, alors que la taille des grains n'est que de 0,5-1 µm. Par contre, dans le cas de la nuance de référence F41, les facettes de clivage et les grains ont une taille similaire et

proche de 3 µm. La présence d'un facteur 10 voire 20 entre la taille des grains et la taille des facettes de clivage semble être un phénomène récurrent sur les nuances à 14%Cr filées sous forme de barre.

5. Conclusions

Le comportement à l'impact de la nuance à 14%Cr F40 filée sous forme de larget est anisotrope et semble lié à la perte de ductilité en sens transverse. La stabilité de la TTDF est due au fait que les énergies à l'amorçage de la rupture brutale sont similaires entre les sollicitations LT et TL.

Dans le cas de la nuance à 14%Cr J27 filée sous forme de barre, un décalage significatif de la TTDF vers les hautes températures a été observé en sollicitation TL par rapport à la sollicitation LT. Cela peut être lié à une différence entre les deux sens de sollicitation concernant l'entité microstructurale qui contrôle l'amorçage de la rupture brutale. La diminution de l'énergie de palier ductile en sens TL semble liée à une perte de ductilité, comme dans le cas du larget F40.

Le mécanisme de bifurcation est récurrent sur les nuances filées sous forme de barre à 14%Cr et 18%Cr sollicitées en sens LT. De plus, ce mécanisme semble être responsable des énergies à rupture élevées mesurées dans la phase de transition ductile-fragile.

Toujours dans le cas des nuances à 14%Cr filées sous forme de barre et sollicitées en sens LT, la taille des facettes de clivage et la taille des grains diffèrent d'un facteur 10 à 20. Il s'agira donc de définir l'entité microstructurale qui contrôle la propagation du clivage, cette entité effective étant plus grande que les grains observés au MET.

Enfin, les nuances gardées pour la suite de l'étude sont les nuances à 14%Cr et 18%Cr, qui présentent donc un comportement à l'impact atypique par rapport à la nuance de référence à 9%Cr. La nuance qui aura le meilleur comportement après vieillissement thermique sera choisie pour réaliser les études sur les mécanismes de rupture (chapitre IV) et la modélisation de la rupture fragile (chapitre V).

CHAPITRE III.
Effets du vieillissement thermique sur les nuances d'aciers ODS ferritiques à 14 et 18%Cr

A l'heure actuelle, peu d'études ont été réalisées sur le vieillissement thermique des aciers inoxydables de type ODS entre les températures de 400°C et 650°C, issues du cahier des charges du matériau de gainage des RNR-Na. La problématique du vieillissement thermique a cependant été largement traitée dans le cas des aciers inoxydables conventionnels, de types ferritique et austéno-ferritique (aciers duplex), dans le cadre d'applications de matériaux de structure pour les réacteurs à eau pressurisée [Padilha-2007] et pour des applications dans le domaine de la chimie [Brown-1983] et de la pétrochimie [Chen-2001].

Dans un premier temps, une étude bibliographique a permis d'identifier les tendances générales concernant le vieillissement thermique des aciers inoxydables conventionnels. Cette étude fait un état des lieux des modifications microstructurales observées dans les aciers inoxydables vieillis, et de leurs effets sur les propriétés mécaniques de ces nuances. Dans le cas des aciers ODS, des données sont disponibles dans la littérature sur les effets du vieillissement thermique à 475°C de la nuance PM2000, de composition chimique Fe–18,6%Cr–5,5%Al–0,54%Ti–0,39%Y, pour des durées de vieillissement inférieures à 3600 heures [Capdevila-2008]. Des études ont également été réalisées par C. Zakine et al. sur la nuance d'acier ODS DY de composition Fe–13%Cr–1,5%Mo–2,2%Ti–0,5%Y_2O_3, fabriquée par filage à chaud et vieillie à 800°C pendant 24 heures [Zakine-1996]. Enfin, d'autres auteurs ont mis en évidence les effets du vieillissement thermique sur la nuance MA975, de composition Fe–14%Cr–1%Ti–0,3%Mo–0,25%Y_2O_3, lors d'essais de fluage à 650°C [Whilshire-2004], et sous irradiation à 400°C [Ribis-2013].

La présente étude a, quant à elle, pour objectif d'évaluer les effets du vieillissement thermique sur le comportement à l'impact de la nuance d'acier ODS référencée J03, de composition Fe–18%Cr–1%W–0,3%Ti–0,3%Y_2O_3, et de la nuance J27 de composition Fe-14%Cr-1%W-0,3%Ti-0,3%Y_2O_3. Par rapport à la nuance PM2000, la nuance J03 a une teneur en chrome proche, mais est enrichie en tungstène et non en aluminium. Cette nuance J03 a été vieillie à 400°C, 500°C et 600°C pour une durée de 5000 heures, soit environ 8 mois. La température de 650°C, testée dans le cadre d'études sur le fluage menées au CEA, n'a pas été retenue pour cette étude. Dans le cas de la nuance J27, dont la caractérisation est présentée dans le chapitre suivant, le molybdène présent dans les nuances DY et MA957 a été remplacé par du tungstène, et la teneur en titane réduite à 0,3% massique. La plage de températures testées est également de 400°C à 600°C.

1. Etude bibliographique

a. Diagrammes de phases

Dans un premier temps, les diagrammes de phases concernant les principaux éléments chimiques des nuances d'acier ODS à 18% et 14% de chrome ont été étudiés. Ces diagrammes permettent de connaître les phases à l'équilibre thermodynamique dans un système binaire ou ternaire à une température donnée. L'atteinte de cet état d'équilibre dépend de la durée du vieillissement thermique et des cinétiques de précipitation des différentes phases.

L'étude de ces diagrammes de phases a permis de repérer les phases susceptibles de se former dans un alliage de type Fe–Cr–W–Ti–C, entre 400°C et 650°C. Par exemple, d'après le diagramme de phases Fe–Cr de la Figure III-1, une teneur en chrome de 18% massiques peut engendrer la formation d'une phase intermétallique de type σ à haute température, et une séparation du Fe(α) et du Cr(α), dit α', en dessous de 520°C [Williams-1958]. Dans le cas d'une nuance à 14%Cr, la teneur en chrome est insuffisante pour former la phase σ, mais la phase α' est toujours susceptible de se former en dessous de 520°C.

De plus, d'après le diagramme Fe–W présenté sur la Figure III-2, la présence de 1% massique de W peut être à l'origine de la formation de phases de Laves (λ ou η) de type Fe_2W entre 400°C et 650°C, et ceci quelle que soit la teneur en chrome de la nuance [Gustafson-1988]. La phase μ présente sur ce diagramme, de type Fe_7W_6, n'est pas susceptible d'être rencontrée dans les nuances J03 et J27 du fait de leur faible teneur en tungstène.

Une phase ternaire de type intermétallique apparaît également dans le système Fe-Cr-Ti de la Figure III-3, il s'agit de la phase χ [Raghavan-1987]. Cette phase est stabilisée par quelques pourcents massiques de titane, pour une teneur en chrome supérieure à 12%. La teneur en titane des nuances J03 et J27 étant de 0,3%, la phase χ ne devrait pas être observée à l'état d'équilibre thermodynamique dans ces nuances, sauf en cas d'enrichissement local en titane.

Enfin, d'après les diagrammes de phases Fe–Cr–C de la Figure III-4 et de la Figure III-5, les carbures de type $Cr_{23}C_6$ sont stables à partir de 10%Cr à 527°C [Andersson-1988] et à partir de 8%Cr à 627°C [Raghavan-1994]. La phase σ apparaît également stable à 627°C pour une teneur de 18%Cr d'après ce diagramme Fe–Cr–C [Raghavan-1994], contrairement à ce qu'annonce le diagramme de phase Fe-Cr de la Figure III-1.

Les phases susceptibles de se former dans les nuances J03 et J27 en fonction de la température de vieillissement sont données dans le Tableau III-1.

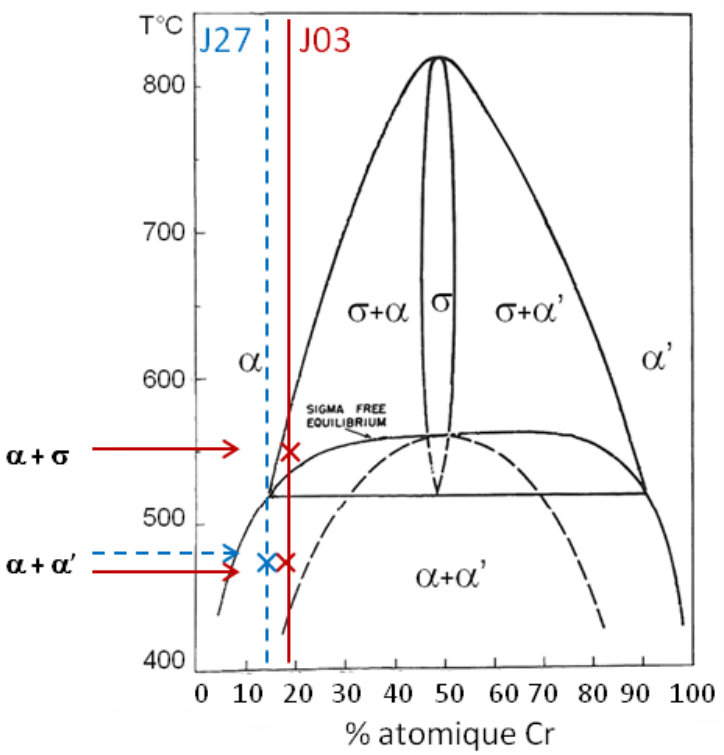


Figure III-1 : Diagramme de phases Fe–Cr, la phase α correspond au Fe(α), la phase α' correspond au Cr(α), et la phase σ est de type FeCr [Williams-1958]. Le trait rouge correspond à la teneur en chrome de la nuance J03, et le trait bleu en pointillés correspond à la teneur en chrome de la nuance J27.

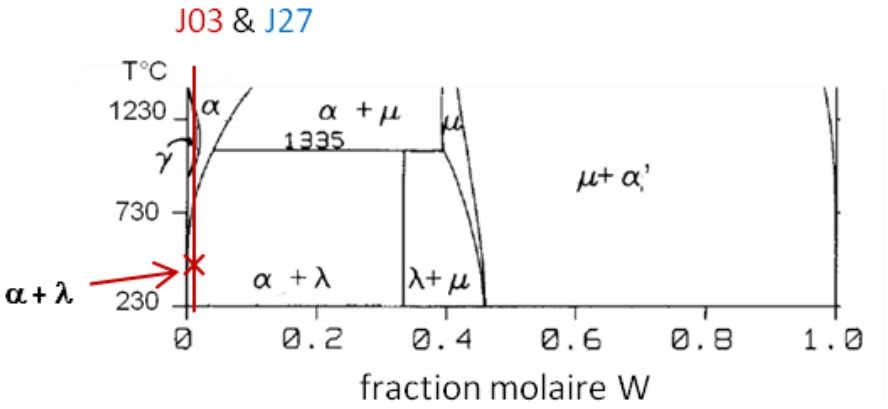


Figure III-2 : Diagramme de phases Fe–W, la phase de Laves λ est de type Fe_2W, la phase μ est de type Fe_7W_6 [Gustafson-1988]. Le trait rouge correspond à la teneur en tungstène des nuances J03 et J27.

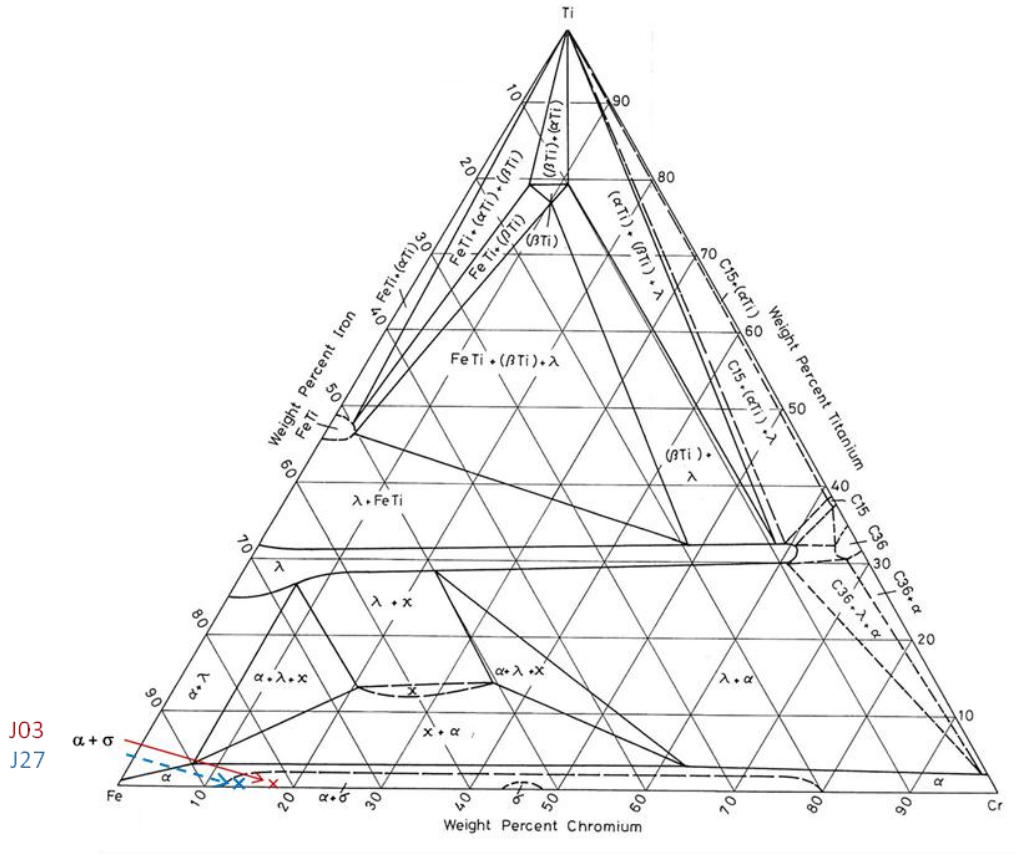


Figure III-3 : Diagramme de phases Fe–Cr–Ti à 550°C. La phase ternaire χ est de type $Fe_{32}Cr_{17}Ti_9$, la phase σ de type FeCr, et la phase de Laves λ de type Fe_2Ti [Raghavan-1987]. Le point marqué par une flèche rouge correspond à la teneur en chrome et en titane de la nuance J03, et le point indiqué par la flèche bleue en pointillés correspond à la teneur en chrome et en titane de la nuance J27.

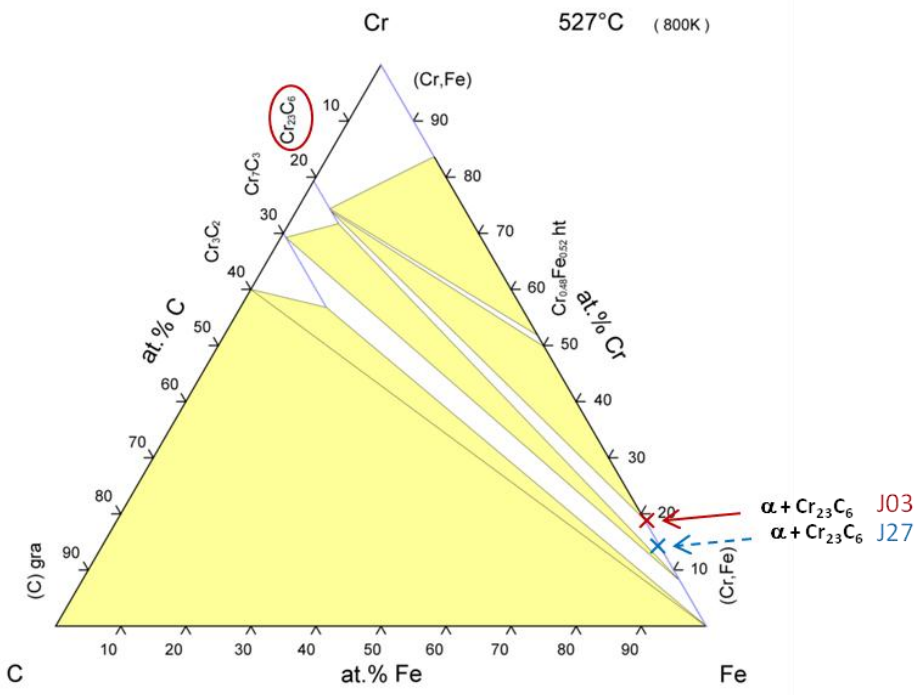


Figure III-4 : Diagramme de phases Fe–Cr–C à 527°C [Andersson-1988]. Le point marqué par une flèche rouge correspond à la teneur en chrome et en carbone de la nuance J03, et le point indiqué par la flèche bleue en pointillés correspond à la teneur en chrome et en carbone de la nuance J27.

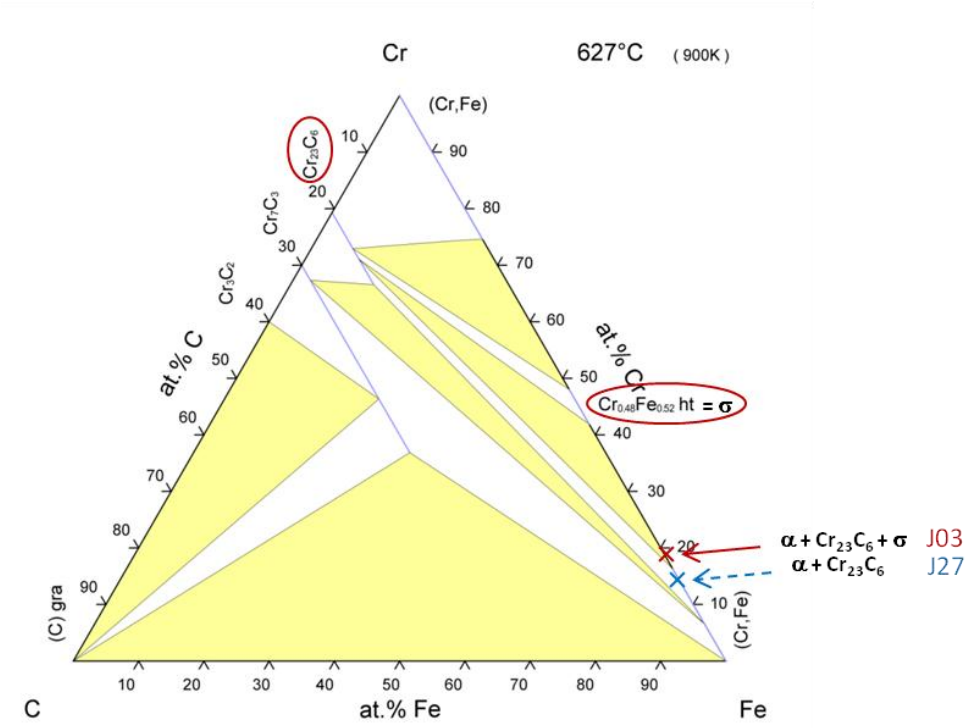


Figure III-5 : Diagramme de phases Fe–Cr–C à 627°C [Raghavan-1994]. Le point marqué par une flèche rouge correspond à la composition de la nuance J03 à 18%Cr, et le point indiqué par la flèche bleue en pointillés correspond à la composition de la nuance J27 à 14%Cr.

Tableau III-1 : Phases susceptibles de se former dans les nuances d'acier ODS J03 à 18%Cr-1%W-0,3%Ti et J27 à 14%Cr-1%W-0,3%Ti en fonction de la température de vieillissement

Température de vieillissement	400°C	450°C	500°C	550°C	600°C	650°C
Phases susceptibles de se former dans la nuance J03	Laves (λ) α'	Laves (λ) α'	Laves (λ) α' $M_{23}C_6$	Laves (λ) $M_{23}C_6$ σ	Laves (λ) $M_{23}C_6$ σ	Laves (λ) $M_{23}C_6$ σ
Phases susceptibles de se former dans la nuance J27	Laves (λ) α'	Laves (λ) α'	Laves (λ) α' $M_{23}C_6$	Laves (λ) $M_{23}C_6$	Laves (λ) $M_{23}C_6$	Laves (λ) $M_{23}C_6$

b. Caractéristiques métallurgiques des phases σ, χ, λ et des carbures $M_{23}C_6$

La phase σ

La phase σ est un composé intermétallique de structure tétragonale avec 30 atomes par maille. Sa structure possède un ratio c/a = 0,52 [Hall-1966], avec des paramètres de maille a = 0,8828 nm et c = 0,4597 nm à température ambiante [Weiss-1972]. Sa stœchiométrie est du type FeCr. Le nickel peut se substituer au fer, et les éléments qui peuvent se substituer au chrome sont principalement le tungstène, le vanadium, le silicium, le manganèse et le niobium [Raynor-1988]. Dans le cas d'un acier inoxydable contenant du tungstène, la phase σ a une composition proche de 57%Fe-31%Cr-9,7%W-2,1%Ni en pourcentages massiques [Kim-1998].

La teneur en titane a, quant à elle, un effet sur la cinétique de précipitation de la phase σ. D'après la Figure III-6, Blachowski et al. [Blachowski-2000] ont montré qu'une teneur en titane de 0,3% accélère significativement la précipitation de la phase σ dans un acier composé de 55%Fe-45%Cr, alors que des teneurs supérieures à 1,7% ralentissent la cinétique de précipitation. Grot et Spruiell [Grot-1975] ont obtenu un résultat similaire sur un acier austénitique de type 316TiM à 17,5%Cr-14%Ni-2,5%Mo-0,29%Ti-1,4%Mn, puisque les phases intermétalliques σ et χ précipitent plus rapidement lorsque le matériau contient 0,3% massiques de titane par rapport à une teneur de 0,5%.

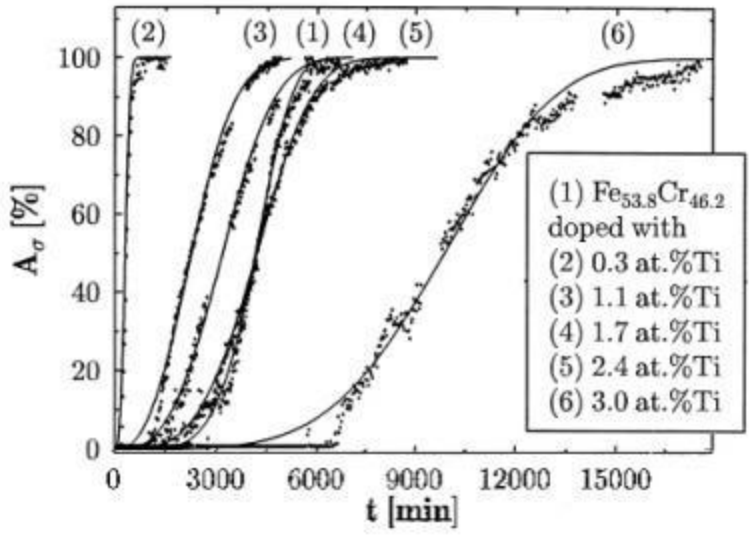


Figure III-6 : Fraction de phase σ dans un acier de composition 55%Fe-45%Cr en fonction de la durée de vieillissement à 700°C et de la teneur en titane [Blachowski-2000].

La phase σ précipite de préférence sur les joints de grains et autour des carbures et des oxydes [Grot-1975, Weiss-1972], comme présenté sur la Figure III-7 et sur la Figure III-8. On notera que la phase σ précipite à l'échelle du micromètre. De plus, d'après la Figure III-9, la répartition de la phase σ n'est pas homogène à l'échelle de la centaine de micromètre, puisque les précipités de phase σ forment des serpentins d'une longueur de 100µm à 200µm le long des joints de grains, et ces groupes de précipités sont espacés de plusieurs dizaines de micromètres les uns des autres [de Andrade-2008].

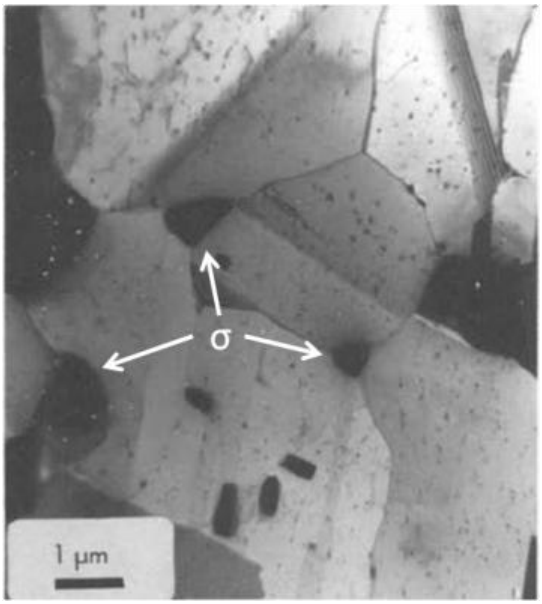


Figure III-7 : Précipités de phase σ localisés aux joints de grains sur un acier austénitique (type 316TiM) à 17%Cr vieilli pendant 20 heures à 750°C [Grot-1975].

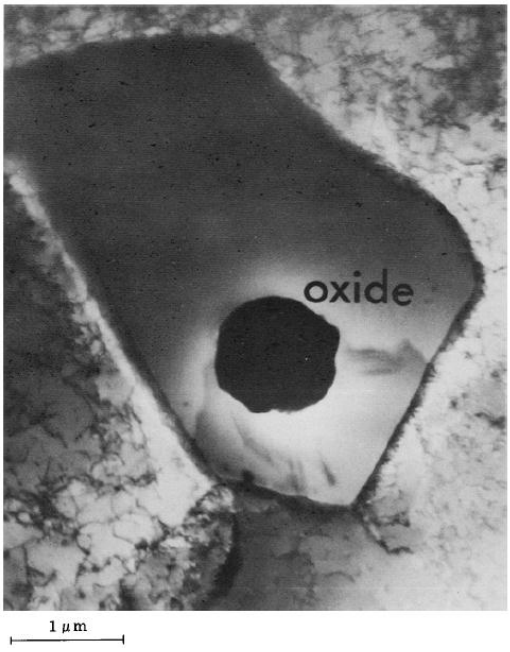


Figure III-8 : Précipitation de la phase σ autour d'un oxyde dans un acier austénitique (type 316) à 17%Cr après vieillissement de 3000 heures à 815°C [Weiss-1972].

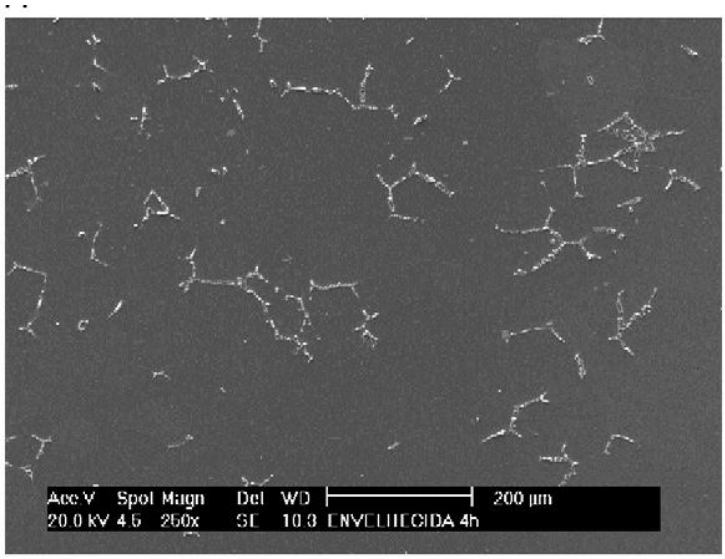


Figure III-9 : Précipitation inhomogène de la phase σ aux joints de grains d'un acier ferritique à 28%Cr vieilli à 850°C pendant 4 heures [de Andrade-2008].

La phase σ est souvent rapportée comme étant une phase fragile à cause de sa dureté élevée par rapport à une matrice ferritique ou austéno-ferritique. Les résultats de nanodureté d'Ohmura et al. [Ohmura-2006] présentés sur la Figure III-10 mettent en avant cette différence de dureté dans le cas d'un acier austénitique de type 316 vieilli à 700°C pendant 39332 heures. D'après Ohmura et al. [Ohmura-2006], la dureté de la matrice est directement liée à la présence d'éléments en solution solide comme le Cr, W et Mo. Comme ces éléments migrent vers la phase σ lors de sa germination, la matrice en est appauvrie et sa dureté diminue d'autant.

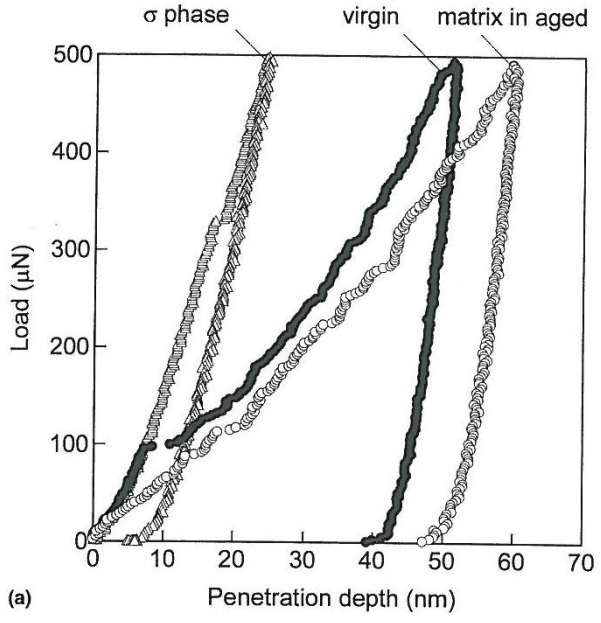


Figure III-10 : Courbes de nanodureté obtenues pour la matrice non vieillie, la matrice vieillie et la phase σ dans un acier austénitique (type 316) après vieillissement de 39332 heures à 700°C [Ohmura-2006].

La phase χ

La phase χ est une phase intermétallique de type cubique centrée composée de 58 atomes par maille [Kasper-1954]. La valeur du paramètre de maille de la phase χ est a = 0,8878nm à température ambiante [Weiss-1972]. Dans le cas d'un acier inoxydable contenant du tungstène, la phase χ a une stœchiométrie proche de $Fe_{28}Cr_{23}W_7$ [Gustafson-1988]. Par rapport à la phase σ, la phase χ contient moins de chrome et plus de tungstène ou de molybdène, et peut contenir du titane [Raynor-1988].

La précipitation de la phase χ commence généralement avant celle de la phase σ [Weiss-1972]. Les sites de germination sont identiques à ceux de la phase σ [Grot-1975, Weiss-1972]. D'après la Figure III-11, la phase χ joue elle-même le rôle de site de germination préférentiel pour la phase σ [Park-2006].

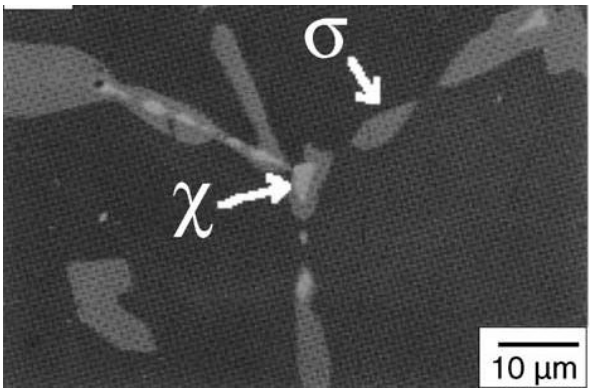


Figure III-11 : Phases σ et χ observées sur une nuance d'acier à 29%Cr-4%Mo vieillie à 850°C pendant 10 heures [Park-2006].

Les phases de Laves λ ou η

Les phases de Laves λ (ou η) sont des phases intermétalliques de structure hexagonale. Elles possèdent une stœchiométrie du type AB_2 [Versnyder-1955]. Les atomes sont séparés en deux catégories :

- les atomes A de grand rayon atomique : Ti (1,46 Ä), Mo (1,36 Ä), Al (1,43 Ä), W (1,37 Ä), Y (1,80 Ä), Nb (1,41 Ä)
- les atomes B de petit rayon atomique : Fe (1,26 Ä), Cr (1,27 Ä), Si (1,17 Ä), Ni (1,24 Ä)

Dans le cas des phases de Laves dont la stœchiométrie est proche de Fe_2Mo, les valeurs des paramètres de maille sont a = 0,473nm et c = 0,772nm à température ambiante.

D'après Sakasegawa et al. [Sakasegawa-2001] les phases de Laves précipitent préférentiellement autour des carbures de type $M_{23}C_6$, en formant des agglomérats d'une taille de l'ordre du micromètre. D'après Brachet [Brachet-1991], dans le cas d'un acier martensitique à 9%Cr-1%Mo, les phases de Laves apparaissent sous la forme d'un film le long des anciens joints de grains d'austénite de forte désorientation et autour des précipités. La Figure III-12 présente un cliché MET de la réplique extractive réalisée par Brachet sur un acier à 9%Cr-1%Mo vieilli à 550°C pendant 5000 heures [Brachet-1991]. Cette réplique met en évidence la présence de phases de Laves autour des carbures de type $M_{23}C_6$.

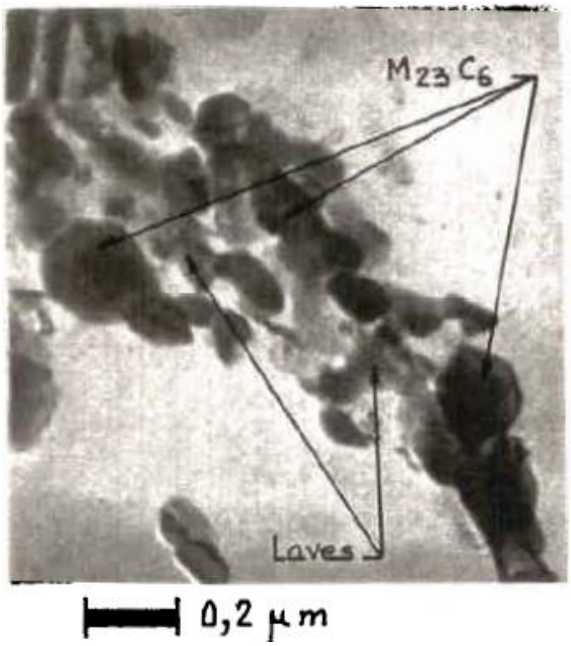


Figure III-12 : Phases de Laves apparues sous forme de film autour des carbures $M_{23}C_6$ sur un acier à 9%Cr-1%Mo vieilli à 550°C pendant 5000 heures [Brachet-1991].

Les carbures $M_{23}C_6$

Certains types de carbures peuvent précipiter ou coalescer au cours d'un vieillissement thermique. Parmi eux figure le carbure de stœchiométrie $M_{23}C_6$. Dans les aciers de type Fe-Cr, ce carbure est de structure cubique faces centrées avec 116 atomes par maille [Lai-1983]. La valeur de son paramètre de maille est a = 1,0638 nm à température ambiante [Goldschmidt-1967]. La composition de ces carbures est du type $(Cr,Fe,Mo,W)_{23}C_6$ [Weiss-1972].

Les carbures $M_{23}C_6$ observés par Weiss et Stickler [Weiss-1972] dans un acier austénitique de type 316 à 17,4%Cr-12,3%Ni-2%Mo ont une stœchiométrie de type $Cr_{16}Fe_5Mo_2C_6$. La composition chimique hors carbone est de 63%Cr-18%Fe-14%Mo-5%Ni en pourcentages massiques.

Les carbures $M_{23}C_6$ se forment en priorité sur les joints de grains, puis sur les joints de macles et sur les lignes de dislocations [Weiss-1972]. La Figure III-13 met en évidence la présence de ces carbures le long d'un joint de grains.

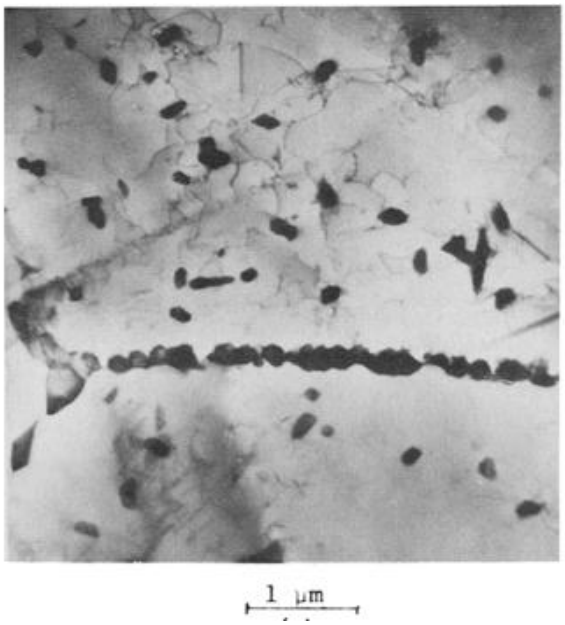


Figure III-13 : Précipitation des carbures $M_{23}C_6$ le long des joints de grains sur l'acier 316 à 17%Cr après vieillissement de 1500 heures à 650°C [Weiss-1972].

c. Effets du vieillissement thermique sur le comportement mécanique des aciers inoxydables conventionnels et ODS

Aciers ferritiques à 18%Cr

Nichol et al. [Nichol-1980] ont mis en évidence les effets de la phase α' et des phases de Laves sur les propriétés en traction et en résilience d'un acier ferritique de composition Fe-18,2%Cr-0,044%C-0,78%Ti-0,26%Ni. Dans cette nuance, la phase α' est apparue après vieillissement à 482°C et 371°C, pour des durées inférieures à 1000 heures. D'après la Figure III-14, la présence de la phase α' se traduit par une augmentation de la limite d'élasticité de 120% après vieillissement à 482°C pendant 1000 heures, et de 20% après vieillissement à 371°C pendant 1000 heures. En résilience, d'après la Figure III-15, la phase α' a pour effet d'augmenter la valeur de la TTDF. Le décalage de la TTDF vers les températures élevées est d'environ 160°C après vieillissement à 482°C pendant 1000 heures, et d'environ 50°C après vieillissement à 371°C pendant 1000 heures.

Sur cette même nuance à 18%Cr, des phases de Laves de type Fe_2Ti ont également été observées par Nichol et al. après vieillissement thermique de 1000 heures à 593°C [Nichol-1980]. La présence de ces phases a également pour effet de décaler la TTDF vers les températures élevées, ce décalage est d'environ 40°C (Figure III-15). Cependant, contrairement à la phase α', les phases de Laves n'ont pas d'effet significatif sur la limite d'élasticité du matériau à température ambiante, pour des durées de vieillissement inférieurs à 1000 heures (Figure III-14).

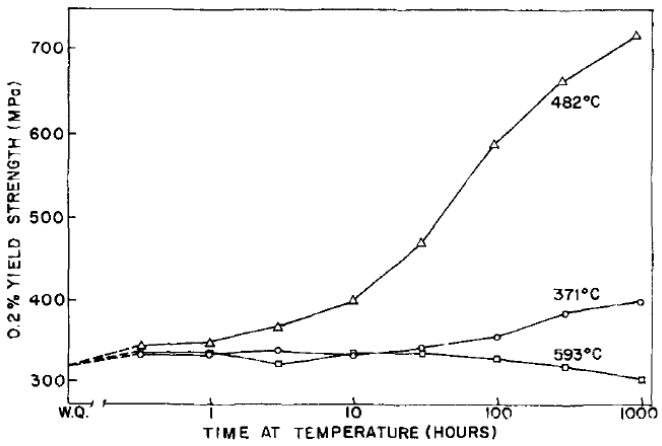


Figure III-14 : Limite d'élasticité à température ambiante d'un acier ferritique à 18%Cr en fonction de la durée du vieillissement à 371°C, 482°C et 593°C [Nichol-1980].

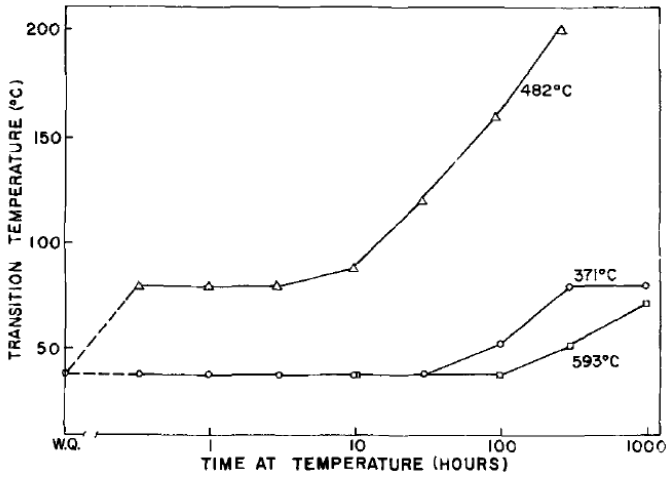


Figure III-15 : TTDF obtenue par mesure de la fraction surfacique du faciès rompu par clivage (Fracture Appearance Transition Temperature,) d'un acier ferritique à 18%Cr, en fonction de la durée du vieillissement à 371°C, 482°C et 593°C [Nichol-1980].

Alamo et al. [Alamo-1990] ont également mis en évidence les effets durcissant et fragilisant de la phase α' dans le cas d'un acier ferritique de composition Fe-17,3%Cr-0,35%Si-0,056%C (nuance F17). Après vieillissement à 450°C pendant 20000 heures, l'énergie de palier ductile de cette nuance a été abaissée de 50% et la TTDF s'est décalée de 300°C vers les températures élevées, à cause de la présence de la phase α'. La limite d'élasticité de cette nuance a triplé, passant de 250 MPa pour l'état de référence à 746 MPa pour l'état vieilli à 450°C pendant 20000 heures, et la dureté a augmenté de 150 HV_{5kg}. En termes de ductilité, l'allongement total et l'allongement réparti ont été réduits respectivement de 70% et de 25% suite à l'apparition de la phase α'. Ces mêmes effets ont été observés après vieillissement à 400°C pendant 20000 heures, et de manière moins significative, après vieillissement à 500°C pendant 20000 heures.

Sur cette même nuance F17, Alamo et al. [Alamo-1990] ont également observé la présence de phases σ après vieillissement à 550°C pendant 15000 heures. Ces phases σ n'ont pas d'effet significatif sur la limite d'élasticité de la nuance, mais l'allongement à rupture est réduit d'environ 30% par rapport à l'état de référence. En ce qui concerne les propriétés de résilience, la TTDF est décalée de 110°C vers les températures élevées, mais l'énergie de palier ductile est restée stable.

Aciers austéno-ferritiques (duplex) à 21-22%Cr

Kim et al. [Kim-1998] ont observé la formation des phases σ et χ dans un acier duplex de composition Fe-22%Cr-5,5%Ni-3%W après vieillissement à 850°C pendant 20 heures. Sur la micrographie de la Figure III-16, la phase χ a une taille de l'ordre du micromètre et la phase σ de l'ordre de la dizaine de micromètres. Kim et al. ont également mis en évidence le caractère fragilisant de ces deux phases. En effet, d'après la Figure III-17, l'énergie mesurée lors des essais Charpy à température ambiante décroit lorsque la fraction volumique des phases σ et χ augmente. Par rapport à la phase χ, la phase σ semble avoir un effet plus marqué sur la résistance à l'impact.

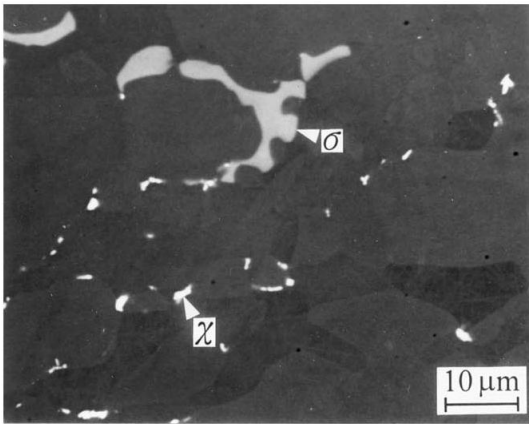


Figure III-16 : Micrographie prise au MEB en signal BSE des phases σ et χ observées dans un acier à 22%Cr-3W après 20 heures à 850°C [Kim-1998].

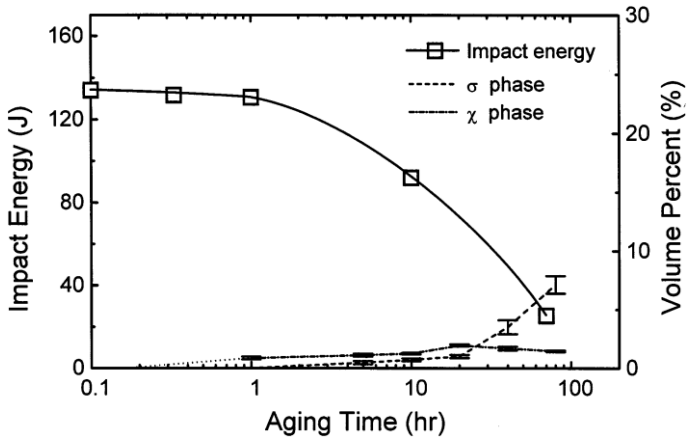


Figure III-17 : Evolutions de l'énergie à rupture mesurée lors des essais Charpy, en fonction de la fraction volumique de phases σ et χ et de la durée du vieillissement à 850°C d'un acier duplex à 22%Cr-5,5%Ni-3%W [Kim-1998].

Les résultats de Pohl et al. [Pohl-2007] confirment le caractère fragile de la phase σ. Ces auteurs ont réalisé un essai de traction in-situ dans un MEB sur un acier duplex de composition Fe-22%Cr-5%Ni-3%Mo-0,02%C, recuit à 950°C pour faire précipiter la phase σ. La Figure III-18a montre sa répartition dans le matériau avant essai. La Figure III-18b présente un cliché pris au cours de l'essai de traction in-situ. Ce cliché met en évidence la multiple fissuration des phases σ lors de l'essai, alors que la matrice est restée intacte. Cet essai montre la faible capacité de déformation de la phase σ par rapport à celle de la matrice.

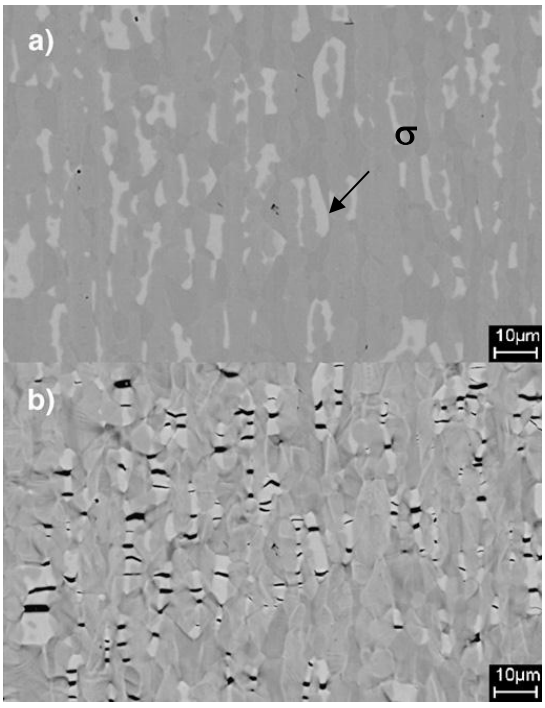


Figure III-18 : Evolution de la microstructure lors d'un essai de traction in-situ d'un acier duplex recuit à 950°C : a) microstructure après recuit, la phase σ apparaît en gris clair, et b) fissuration de la phase σ lors de l'essai de traction [Pohl-2007].

Vieillissement thermique de l'acier ODS PM2000 à 18,6%Cr

Dans le cas de l'acier ODS PM2000 à 18,6%Cr–5,5%Al–0,54%Ti–0,39%Y, Capdevila et al. [Capdevila-2010] ont mis en évidence un effet de durcissement lors du vieillissement thermique à 475°C. D'après la Figure III-19, la dureté Vickers du matériau augmente avec la durée de vieillissement et se stabilise après 1000 heures. Sur la Figure III-20, cela se traduit par une augmentation de la limite d'élasticité avec la durée du vieillissement. D'après Capdevila et al. [Capdevila-2008, Capdevila-2010], ce durcissement est dû à une réaction α–α'. La Figure III-21 montre en effet la formation de la phase α' riche en chrome et la coalescence de cette phase avec l'augmentation de la durée du vieillissement, ainsi que l'appauvrissement en chrome de la matrice α. Les zones enrichies en chrome après 3600 heures à 475°C ont une taille de 10nm.

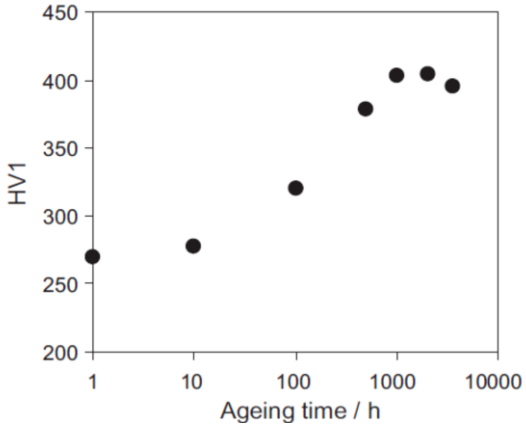


Figure III-19 : Evolution de la dureté Vickers de l'acier ODS PM2000 en fonction de la durée de vieillissement à 475°C [Capdevila-2010].

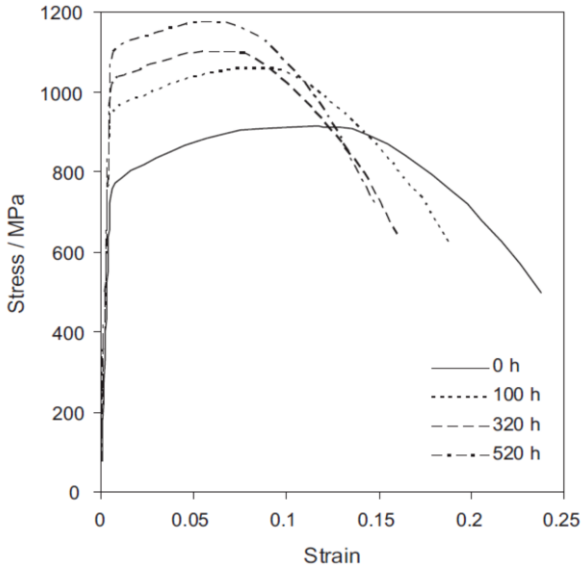


Figure III-20 : Evolution des courbes contrainte-déformation de l'acier ODS PM2000 en fonction de la durée de vieillissement à 475°C [Capdevila-2010].

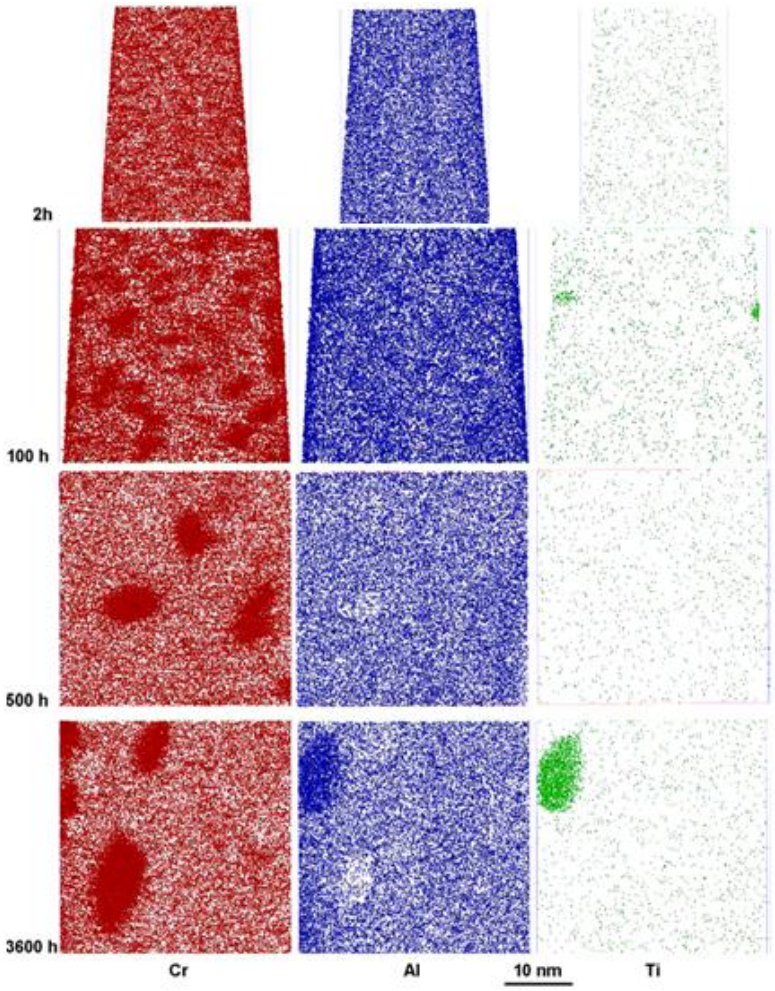


Figure III-21 : Cartographies du Cr, Al et Ti obtenues par sonde atomique tomographique sur la nuance d'acier ODS à 18,6%Cr PM2000 vieillie à 475°C. Les cartographies du Cr montrent la coalescence de précipités α' [Capdevila-2008].

d. Vieillissement thermique des aciers ODS et non-ODS ferritiques à 13%-14%Cr

Zakine et al. [Zakine-1996] ont mis en évidence le rôle de la phase χ sur les propriétés en traction d'une nuance d'acier ferritique de composition Fe-13%Cr-2,9%Ti-1,5%Mo (DT), et d'une nuance d'acier ODS de composition Fe-13%Cr-2,2%Ti-1,5%Mo-0,5%Y_2O_3 (DY). Ces nuances ont été fabriquées par filage à chaud, puis traitées à 800°C pendant 24 heures pour faire précipiter la phase χ. La nuance DT a ensuite été recuite pendant 1 heure à 1050°C pour dissoudre complètement les précipités de phase χ. D'après la Figure III-22, la nuance DT traitée, qui ne contient pas de phase χ, présente une limite d'élasticité légèrement plus élevée que la nuance DT qui contient de la phase χ. En ce qui concerne la nuance d'acier ODS DY, les valeurs élevées de la limite d'élasticité sont dues à la présence des nanorenforts. De plus, d'après la Figure III-23, la présence de la phase χ a aussi pour effet de réduire significativement l'allongement à rupture de la nuance DT. Zakine et al. [Zakine-1996] attribuent cette perte de ductilité à la faible capacité de déformation de la phase χ par rapport à la matrice, puisque la phase χ se fissure prématurément lors de l'essai comme le montre le schéma de la Figure III-24. D'après la Figure III-23, l'allongement à rupture de la nuance d'acier ODS DY est réduit par rapport à la nuance DT à cause des effets combinés des nanorenforts et des phases χ. D'après les conclusions de Zakine et al. [Zakine-1996], les effets des nanorenforts sont prépondérants en termes de résistance mécanique, et la phase χ est responsable de l'endommagement précoce de la nuance qui se traduit par une perte globale de ductilité.

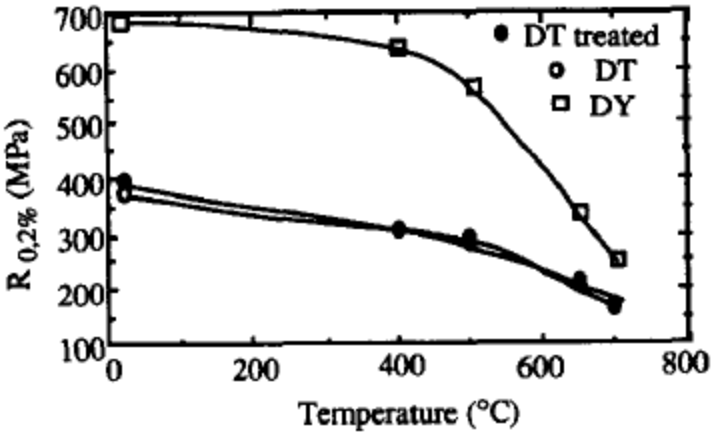


Figure III-22 : Evolution de la limite d'élasticité des nuances d'acier DT, DT traité et DY ODS en fonction de la température. La nuance DT traitée est la seule à ne pas contenir de phase χ [Zakine-1996].

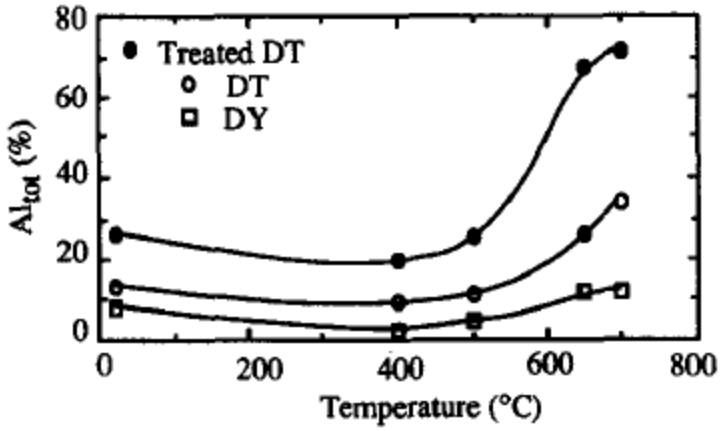


Figure III-23 : Evolution de l'allongement à la rupture des nuances d'acier DT, DT traité et DY ODS en fonction de la température. La nuance DT traitée est la seule à ne pas contenir de phase χ [Zakine-1996].

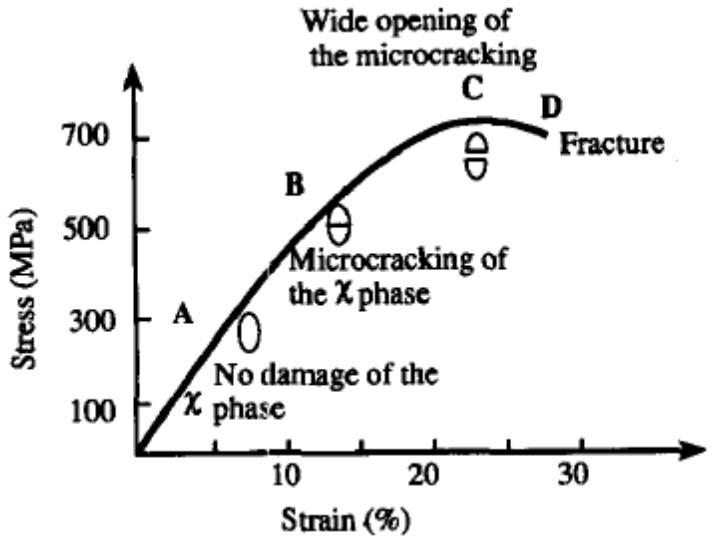


Figure III-24 : Schématisation du comportement de la phase χ au cours d'un essai de traction [Zakine-1996].

Steckmeyer et al. [Steckmeyer-2012] ont également mis en évidence la formation de la phase χ sur la nuance d'acier ODS MA957, de composition Fe-14%Cr-1%Ti-0,3%Mo-0,3%Y_2O_3. La phase χ est apparue lors d'un essai de fluage à 650°C et 250 MPa pour une durée de 3470 heures. D'après la Figure III-25, en accord avec les résultats de Wilshire et Lieu [Wilshire-2004] et de Zakine et al. [Zakine-1996], Steckmeyer et al. [Steckmeyer-2012] ont mis en évidence le caractère fragile de la phase χ qui s'est fissurée perpendiculairement à l'axe de sollicitation lors de l'essai.

Cependant, par rapport à la nuance J27, les nuances MA957, DT et DY contiennent plus de titane, élément qui stabilise la phase χ. Il est donc possible que cette phase n'apparaisse pas dans la nuance J27 à haute température. De plus, Steckmeyer et al. [Steckmeyer-2012] n'ont pas observé de phase χ sur la nuance J05 après fluage à 650°C et 350 MPa pendant 7200 heures. Notons que la composition et le procédé de fabrication des nuances J05 et J27 présentées dans le chapitre II sont similaires.

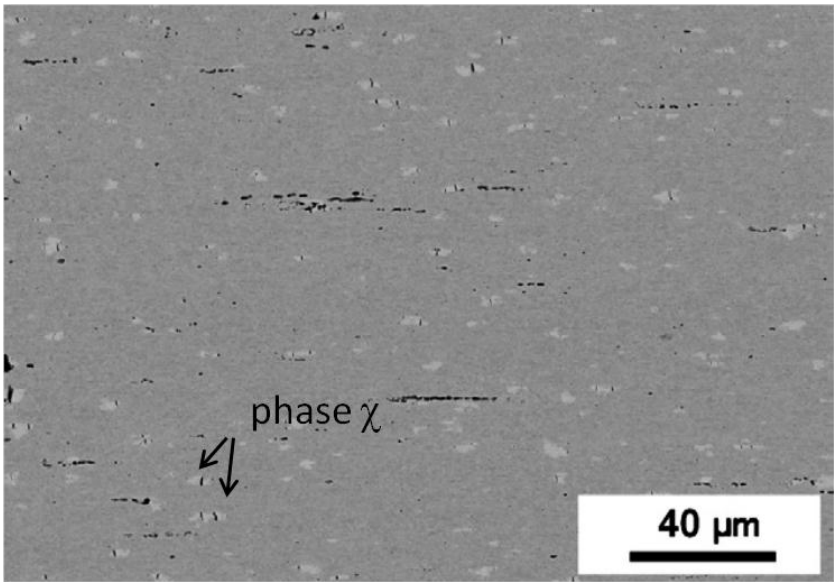


Figure III-25 : Phases χ fissurées perpendiculairement à l'axe de sollicitation observées sur la nuance MA957 après fluage à 650°C et 250 MPa pendant 3470 heures.

Ribis [Ribis-2013] a quant à lui mis en évidence la formation de phases α' dans la nuance MA957 après irradiation à 412°C – 50 dpa et 430°C – 75 dpa. Les particules α' observées ont un diamètre compris entre 1 nm et 9 nm. Cependant, la phase α' est apparue grâce aux effets combinés du vieillissement thermique et de l'irradiation. Les effets du vieillissement thermique sans irradiation sur la précipitation de phases α' sont encore à déterminer.

e. Conclusion

Cette étude bibliographique a permis de repérer les phases susceptibles de se former dans les nuances d'acier ODS J03 et J27 de l'étude et ce dans la gamme de températures de fonctionnement des gaines à combustible, c'est-à-dire entre 400°C et 650°C. La formation des différentes phases citées dans le Tableau III-1 dépend également de leurs cinétiques de précipitation. En effet, la présence d'enrichissements locaux en titane, tungstène ou chrome peut favoriser la formation de phases qui ne seraient pas présentes à l'état d'équilibre thermodynamique. De plus, la durée nécessaire pour atteindre l'état équilibre varie en fonction des cinétiques de diffusion des divers éléments d'alliage, qui dépendent de la température de vieillissement thermique et de la composition chimique de la nuance.

D'après la littérature, les phases σ, χ, Laves et α' ont des effets notables sur les propriétés mécaniques. En traction, la phase α' a pour effet d'augmenter la limite d'élasticité de la nuance et de réduire l'allongement à rupture. Les phases intermétalliques, telles que σ ou χ, n'ont pas d'effet significatif sur la limite d'élasticité, mais sont connues pour participer à la réduction de l'allongement à la rupture à cause de leur faible capacité de déformation. En termes de résistance à l'impact, les phases α', σ, χ et Laves sont associées à une diminution de l'énergie au palier ductile et à un décalage de la TTDF vers les températures élevées.

Cependant, les données de la littérature ne sont pas suffisantes, à notre connaissance, pour pouvoir prédire avec certitude la nature des phases qui se formeront dans les nuances d'acier ODS à 14%Cr et 18%Cr étudiées, ainsi que leurs cinétiques de germination et leurs effets éventuels sur le comportement à l'impact de ces nuances.

2. Effets du vieillissement thermique sur la nuance à 18%Cr

La nuance d'acier inoxydable ODS à 18%Cr, référencée J03, a été caractérisée après vieillissement thermique à 400°C, 500°C et 600°C pendant 5000 heures. L'objectif principal est de comprendre l'influence du vieillissement thermique sur la tenue à l'impact du matériau afin d'évaluer son intérêt pour l'application de gainage du combustible visée. Le comportement en traction de cette nuance a également été caractérisé pour discuter les résultats obtenus en résilience. Enfin, des analyses microstructurales ont été menées pour comprendre et interpréter les résultats des essais mécaniques.

a. Comportement en traction

Courbes contrainte – déformation conventionnelles à 20°C

Les courbes de traction obtenues en sollicitation axiale à la température d'essai de +20°C sont présentées sur la Figure III-26. Les évolutions de la limite d'élasticité $Rp_{0,2\%}$, de la contrainte maximale Rm, de l'allongement réparti $Ap_{\%}$ et de l'allongement total $At_{\%}$ à la température d'essai de +20°C sont représentées en fonction de la température de vieillissement sur la Figure III-27 et sur la Figure III-28. En complément, les mesures des coefficients de striction correspondant à ces essais sont présentées dans l'Annexe 3.

Après vieillissement à 400°C pendant 5000 heures, la limite d'élasticité et la contrainte maximale sont plus élevées de 100 MPa par rapport à l'état de référence, soit une augmentation de 8%. L'allongement réparti et l'allongement total restent stables.

Après vieillissement à 500°C pendant 5000 heures, la limite d'élasticité et la contrainte maximale sont aussi légèrement plus élevées par rapport à l'état de référence. Cette augmentation est d'approximativement 50 MPa, soit une augmentation de 4%. L'allongement réparti et l'allongement total restent là aussi stables.

Après vieillissement à 600°C pendant 5000 heures, une légère diminution de 1,5% de la limite d'élasticité et de la contrainte maximale a été observée. Si l'allongement réparti reste stable, l'allongement total passe de 18% à 11% entre l'état de référence et l'état vieilli à 600°C pendant 5000 heures. La ductilité globale de la nuance est donc significativement diminuée dans ces conditions de vieillissement thermique.

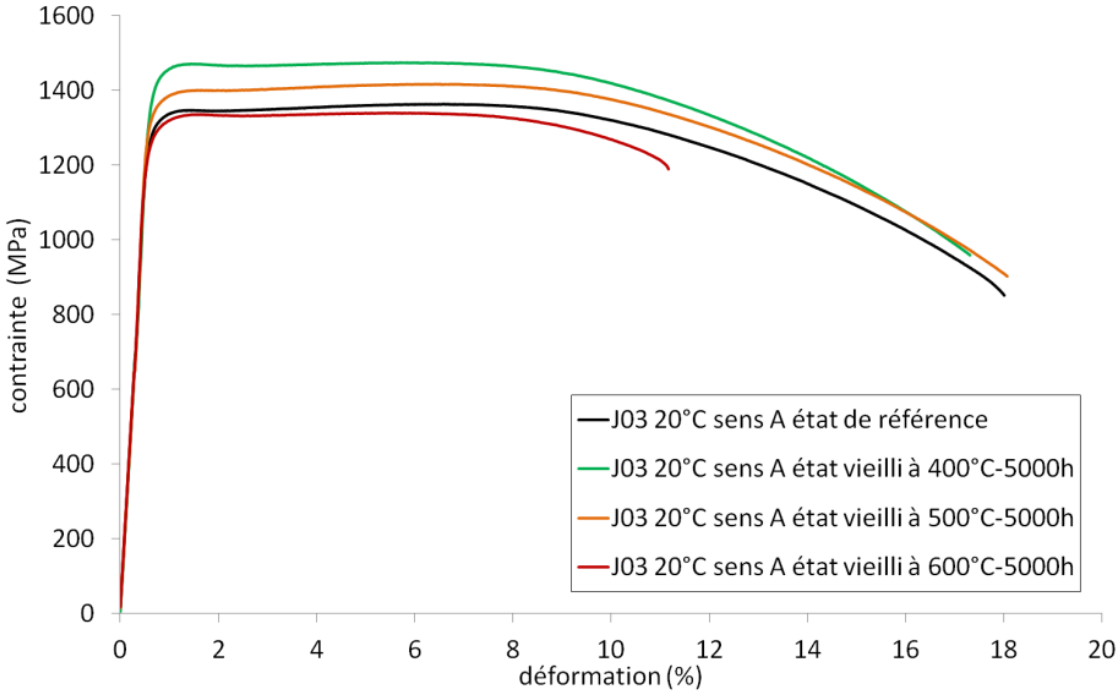


Figure III-26 : Courbes contrainte-déformation conventionnelles à 20°C obtenues pour la nuance J03 à l'état de référence et aux états vieillis à 400°C, 500°C et 600°C pendant 5000 heures.

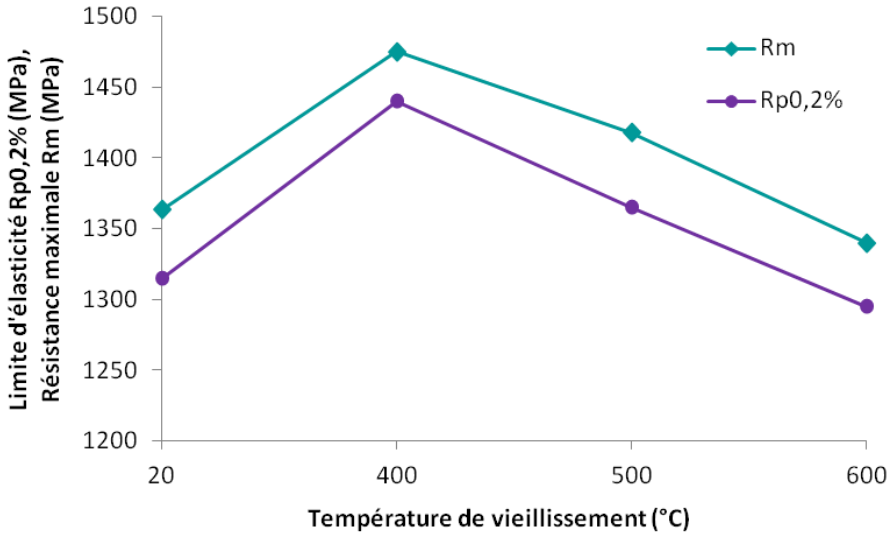


Figure III-27 : Evolution de la limite d'élasticité et de la contrainte maximale à 20°C de la nuance J03 en fonction de la température de vieillissement.

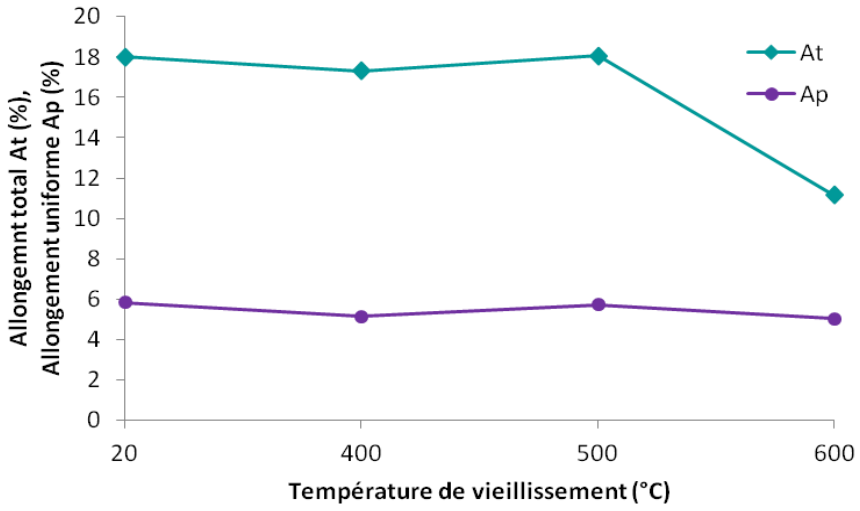


Figure III-28 : Evolution de l'allongement total et de l'allongement réparti à 20°C de la nuance J03 en fonction de la température de vieillissement.

Fractographie

Des examens fractographiques ont été réalisés pour tenter d'expliquer la perte de ductilité de la nuance J03 à l'état vieilli à 600°C pendant 5000 heures. Concernant l'essai de traction mené à la température de 20°C, les images MEB de la Figure III-29 montrent la présence de facettes de clivage d'une taille proche de 2-3 µm entourées de ligaments ductiles et de cupules. Les zones dans lesquelles apparaissent ces facettes de clivage ont une taille comprise entre 20 µm et 100 µm, et le reste du faciès de rupture est entièrement ductile.

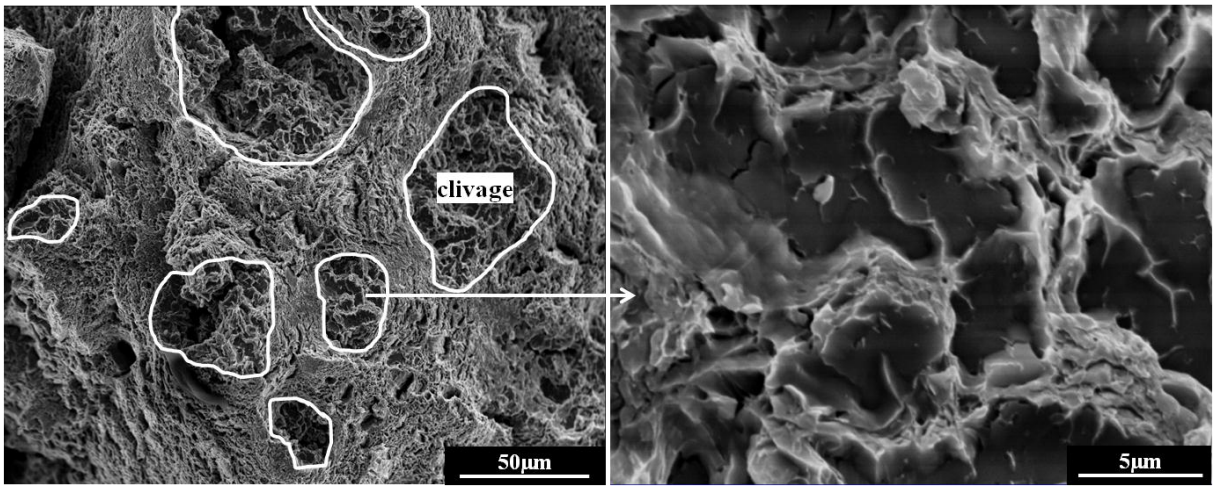


Figure III-29 : Micrographies du faciès de rupture en traction de la nuance J03, à la température d'essai de 20°C, du matériau vieilli à 600°C pendant 5000 heures. Des facettes de clivage sont repérées sur le faciès de rupture.

Conclusion des essais de traction

Les vieillissements thermiques réalisés à 400°C et 500°C ont pour effet d'augmenter la limite d'élasticité du matériau, ce qui rappelle les résultats de Capdevila et al. [Capdevila-2010]

concernant le vieillissement thermique à 475°C de la nuance d'acier ODS à 18%Cr PM2000, et dans laquelle est apparue la phase α'. Cependant, contrairement à ces auteurs, nous n'observons pas de réduction de l'allongement à rupture.

Suite au vieillissement thermique réalisé à 600°C, nous avons observé une baisse significative de la ductilité de la nuance J03 alors que la limite d'élasticité et la contrainte maximale restent stables. De plus, des facettes de clivages ont été mises en évidence sur les faciès de rupture. Ces observations rappellent donc les résultats de Zakine et al. [Zakine-1996] et de Pohl et al. [Pohl-2007] concernant les effets des phases intermétalliques χ et σ.

b. Résilience

Courbes en énergie à rupture

Sur la Figure III-30, les courbes en énergie obtenues pour les états vieillis à 500°C et à 600°C pendant 5000 heures en sollicitation LT sont comparées avec la courbe du matériau à l'état de référence. Les valeurs de la TTDF et de l'énergie de palier ductile (USE) sont données dans le Tableau III-2 pour les trois états du matériau. Deux valeurs sont données pour l'USE : la valeur expérimentale mesurée à la température d'essai de 325°C, et la valeur issue de l'équation utilisée pour tracer la courbe de lissage (équation II.1). Les valeurs modélisées sont supérieures aux valeurs expérimentales à cause de la présence de points de mesure très hauts lorsque le matériau est en phase de transition ductile-fragile, probablement en lien avec l'apparition du mécanisme de bifurcation. Ce point sera discuté dans le chapitre IV.

Les valeurs de la TTDF sont similaires entre l'état de référence et les états vieillis à 500°C et 600°C pendant 5000 heures. Par contre, l'USE expérimentale est réduite de 14% à l'état vieilli à 500°C, et cette diminution atteint 73% à l'état vieilli à 600°C.

Tableau III-2 : Valeurs de la TTDF et de l'énergie de palier ductile USE, avant et après vieillissement thermique de la nuance J03

	TTDF (°C)	USE (J) valeur expérimentale	USE (J) valeur modélisée
état de référence	-37	7,0	9,4
état vieilli à 500°C-5000h	-38	6,0	7,2
état vieilli à 600°C-5000h	-49	1,9	2,4

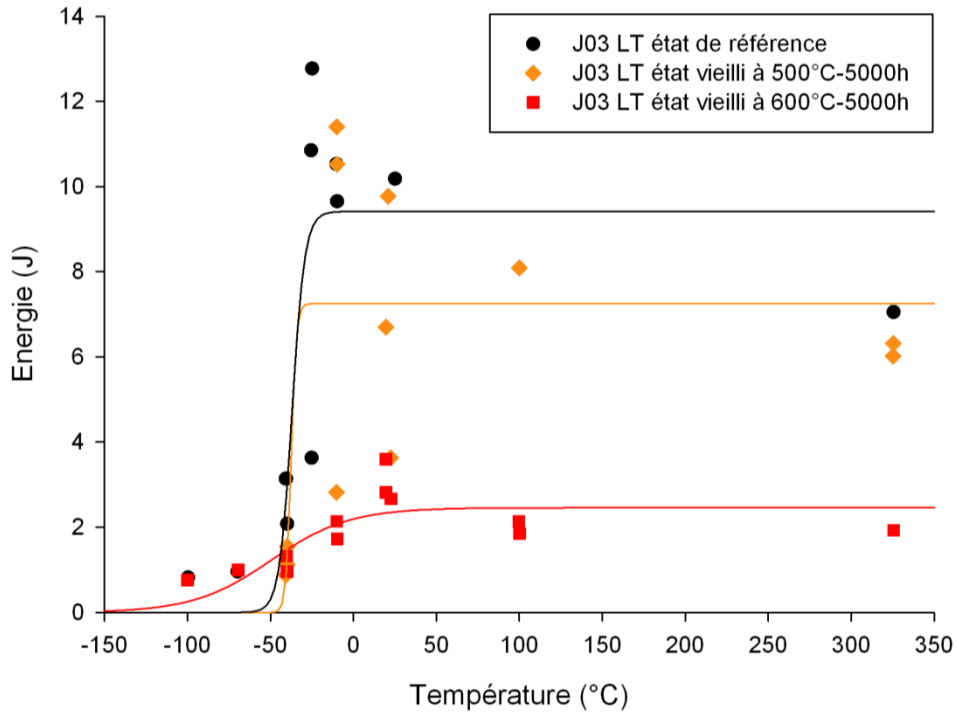


Figure III-30 : Courbes en énergie à rupture de la nuance J03, à l'état de référence et aux états vieillis à 500°C et 600°C pendant 5000 heures.

Courbes force-déplacement

Les courbes force-déplacement (f-d) de la Figure III-31 correspondent aux essais de résilience menés à +20°C sur la nuance J03, à l'état de référence et aux états vieillis à 500°C et 600°C pendant 5000 heures. Les courbes de la Figure III-32 correspondent aux essais de résilience menés à +325°C.

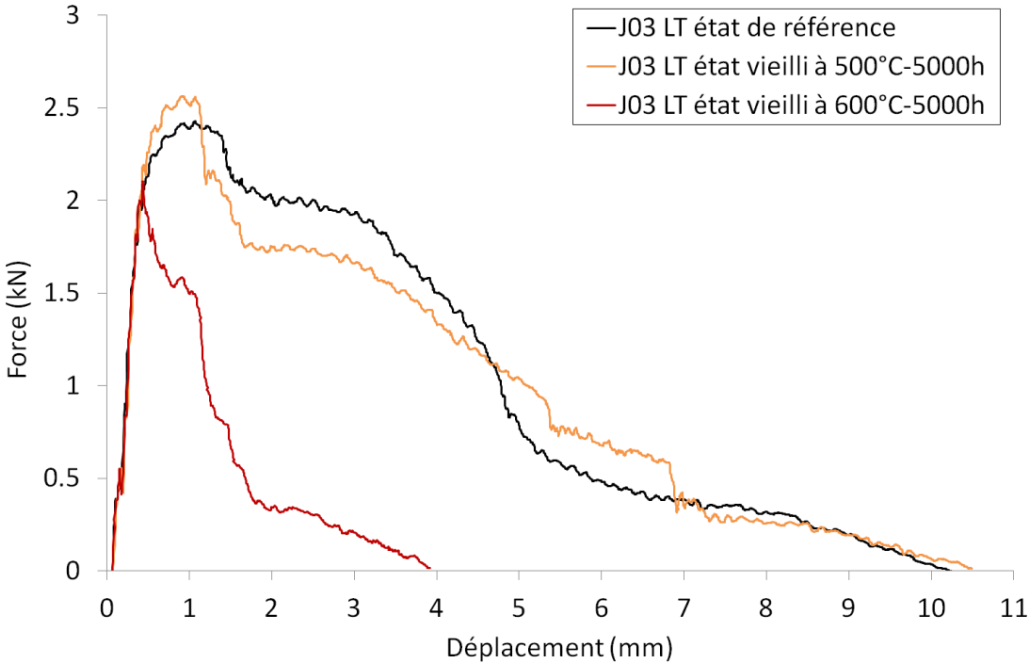


Figure III-31 : Courbes Force-déplacement enregistrées lors des essais de résilience à +20°C sur la nuance J03, à l'état de référence et aux états vieillis à 500°C et 600°C pendant 5000 heures.

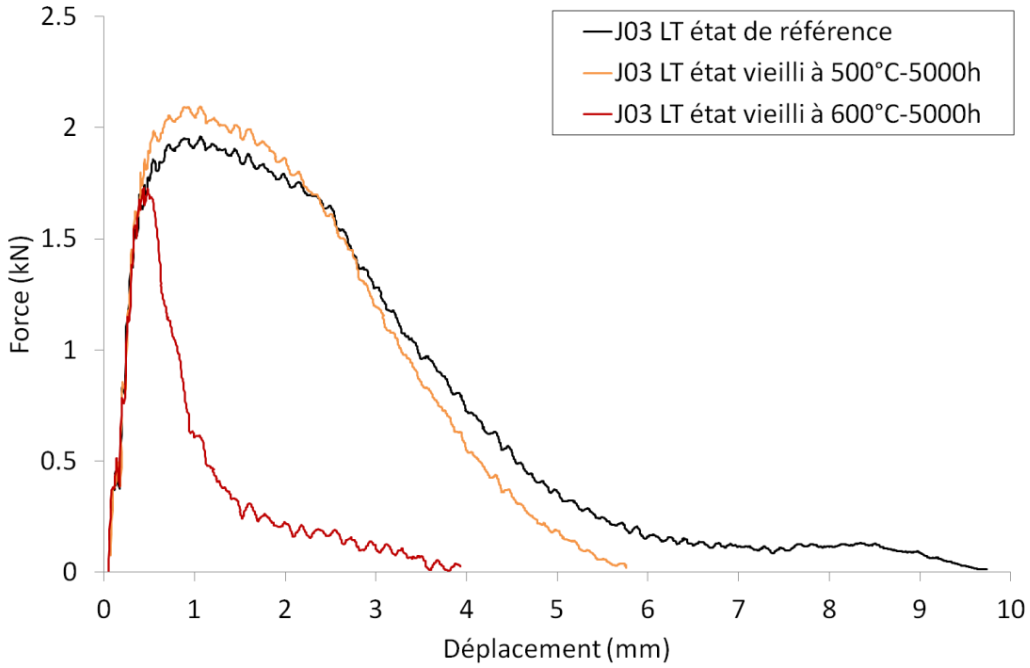


Figure III-32 : Courbes force-déplacement enregistrées lors des essais de résilience à +325°C sur la nuance J03, à l'état de référence et aux états vieillis à 500°C et 600°C pendant 5000 heures.

Les valeurs relevées sur ces courbes f-d sont les forces F_{GY} et F_M définies dans le chapitre II. Ces valeurs sont données dans le Tableau III-3 pour l'état de référence et les états vieillis à 500°C et 600°C pendant 5000 heures, et pour les deux températures d'essai de +20°C et +325°C.

Tableau III-3 : Valeurs des forces F_{GY} et F_M mesurées sur les courbes Force-déplacement de la nuance J03, à l'état de référence et aux états vieillis à 500°C et 600°C pendant 5000 heures. Les températures de +20°C et +325°C correspondent à la température de l'éprouvette lors de l'essai de résilience.

	F_{GY} (kN) à T = +20°C	F_M (kN) à T = +20°C	F_{GY} (kN) à T = +325°C	F_M (kN) à T = +325°C
état de référence	2,28	2,43	1,75	1,97
état vieilli à 500°C-5000h	2,42	2,55	1,90	2.10
état vieilli à 600°C-5000h	2,12	2,12	1,74	1,74

Les courbes f-d de la nuance J03 à l'état de référence et à l'état vieilli à 500°C pendant 5000 heures sont très similaires. Cependant, les forces F_{GY} et F_M sont plus élevées dans le cas de l'état vieilli à 500°C pendant 5000 heures par rapport à l'état de référence, et ceci pour les deux températures d'essai. A +20°C, l'augmentation de 6% de la force F_{GY} à l'état vieilli à 500°C est en accord avec l'augmentation de 4% de la limite d'élasticité mise en évidence par les essais de traction.

Contrairement à l'état de référence, le matériau à l'état vieilli à 600°C pendant 5000 heures montre un amorçage de la rupture dans la partie linéaire de la courbe f-d, caractéristique d'un comportement macroscopique fragile. Les forces F_{GY} et F_M sont en effet confondues sur la courbe correspondant à l'état vieilli à 600°C pendant 5000 heures, et ceci pour les températures d'essai de +20°C et +325°C. De plus, le mode de rupture est quasi brutal comparé aux courbes de l'état de référence et de l'état vieilli à 500°C pendant 5000 heures. Comme les essais de traction n'ont pas mis en évidence une diminution significative de l'allongement réparti ni une augmentation de la limite d'élasticité, cela tend donc à confirmer la présence d'un mécanisme d'endommagement fragilisant sur la nuance vieillie à 600°C pendant 5000 heures.

Courbes en énergie à l'amorçage de la rupture brutale

D'après les courbes de la Figure III-33, l'énergie à l'amorçage de la rupture brutale (E_{am}) à l'état vieilli à 500°C pendant 5000 heures est légèrement inférieure à celle de l'état de référence pour des températures supérieures à 0°C. Cette légère diminution devrait s'accompagner d'un décalage de la TTDF vers les hautes températures, or cela n'a pas été mis en évidence. Cependant, ce phénomène n'est pas exclu car les valeurs de la TTDF définies pour l'état de référence et l'état vieilli à 500°C pendant 5000 heures peuvent être remise en question, et ce à cause de la présence d'une forte dispersion en énergies à rupture entre -10°C et 50°C probablement due au mécanisme de bifurcation. De plus, la diminution de l'énergie E_{am} de la nuance à l'état vieilli à 500°C pendant 5000 heures par rapport à l'état de référence est en accord avec l'augmentation de la limite d'élasticité. Lorsque la limite d'élasticité augmente, la contrainte de clivage est atteinte pour une déformation plus faible de l'éprouvette, c'est-à-dire pour une course du marteau plus courte, et peut surtout être atteinte à des températures plus élevées. Enfin, la diminution de l'énergie E_{am} peut également être liée à une diminution de la valeur de la contrainte de clivage suite à l'apparition de nouveaux précipités lors du vieillissement thermique.

A l'état vieilli à 600°C pendant 5000 heures, la courbe de la Figure III-33 met en évidence une valeur constante de l'énergie à l'amorçage de la rupture brutale à partir de -10°C. Cette observation est en accord avec les hypothèses citées précédemment, c'est-à-dire avec la présence d'une phase fragile sur la plage de températures de -100°C à 325°C. En effet, l'énergie E_{am} augmente entre -100°C et 20°C, ce qui est en accord avec le fait que la nuance soit en transition ductile-fragile sur cette plage de températures (Figure III-30). Ensuite, à partir de 20°C, l'hypothèse avancée est que la rupture soit contrôlée par les précipités fragiles et non plus par la matrice ferritique. La stabilité de l'énergie E_{am} peut alors s'expliquer par le fait que les états de contrainte atteints dans l'éprouvette soient suffisants pour déclencher la rupture fragile de ces précipités entre +20°C et +325°C.

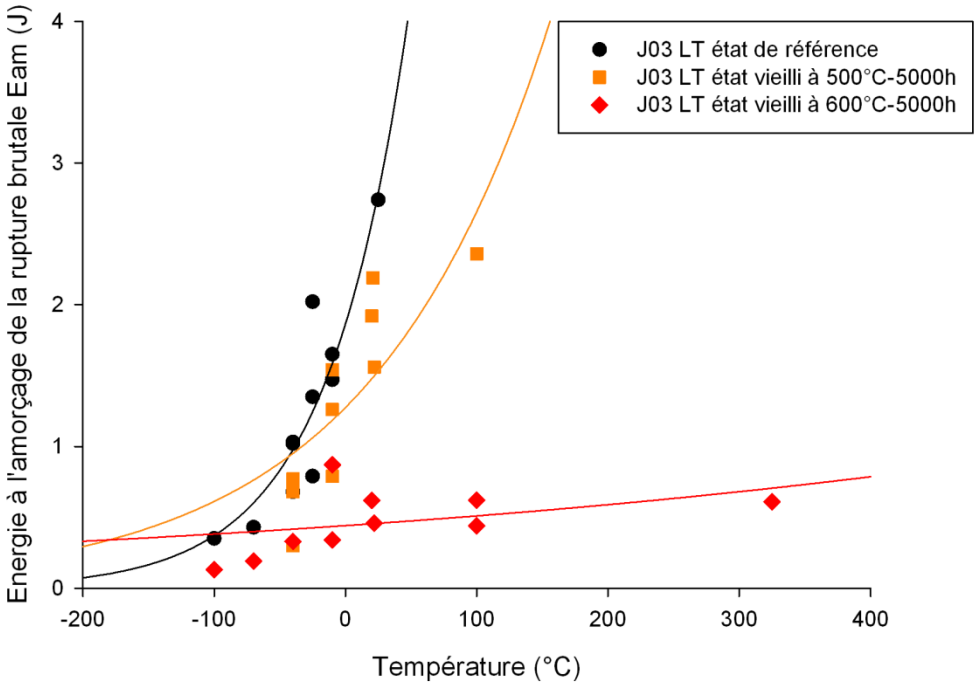


Figure III-33 : Evolution de l'énergie à l'amorçage de la rupture brutale en fonction de la température pour la nuance J03 à l'état de référence et aux états vieillis à 500°C et 600°C pendant 5000 heures.

Fractographie

Les faciès de rupture de la nuance d'acier ODS à 18%Cr, à l'état de référence et aux états vieillis à 500°C et 600°C pendant 5000 heures, ont été observés à différentes échelles. La Figure III-34 montre l'évolution de ces faciès de rupture à l'échelle macroscopique. Entre -40°C et +25°C, les éprouvettes issues des nuances à l'état de référence et à l'état vieilli à 500°C pendant 5000 heures ont rompu par bifurcation. Par contre, sur les faciès correspondants à l'état vieilli à 600°C pendant 5000 heures, il n'y a pas de bifurcation à -10°C ni de lèvres de cisaillement à la température d'essai de +325°C.

Les fractographies réalisées au MEB sont présentées sur la Figure III-35 et sur la Figure III-36. A basse température, les faciès de rupture sont très semblables entre les trois stades de vieillissement. Par contre, à la température d'essai de +325°C, du clivage apparaît sur le faciès de rupture correspondant à l'état vieilli à 600°C pendant 5000 heures, alors que le faciès est entièrement ductile à l'état de référence et à l'état vieilli à 500°C pendant 5000 heures.

La présence de facettes de clivage sur la nuance vieillie à 600°C pendant 5000 heures testée à +325°C est confirmée par des observations au MEB-FEG. Même si le mécanisme de rupture ductile reste majoritaire sur le faciès, la Figure III-37 met en évidence la présence de nombreuses zones clivées. D'après la Figure III-38, les facettes de clivage ont une forme de serpentins de 2µm d'épaisseur, et sont séparées par des ligaments ductiles. Les zones d'expansion des facettes de clivage, d'après la Figure III-37, ont une taille moyenne comprise entre 50 µm et 100 µm. La présence de clivage est donc en accord avec l'hypothèse de la présence d'une phase fragile.

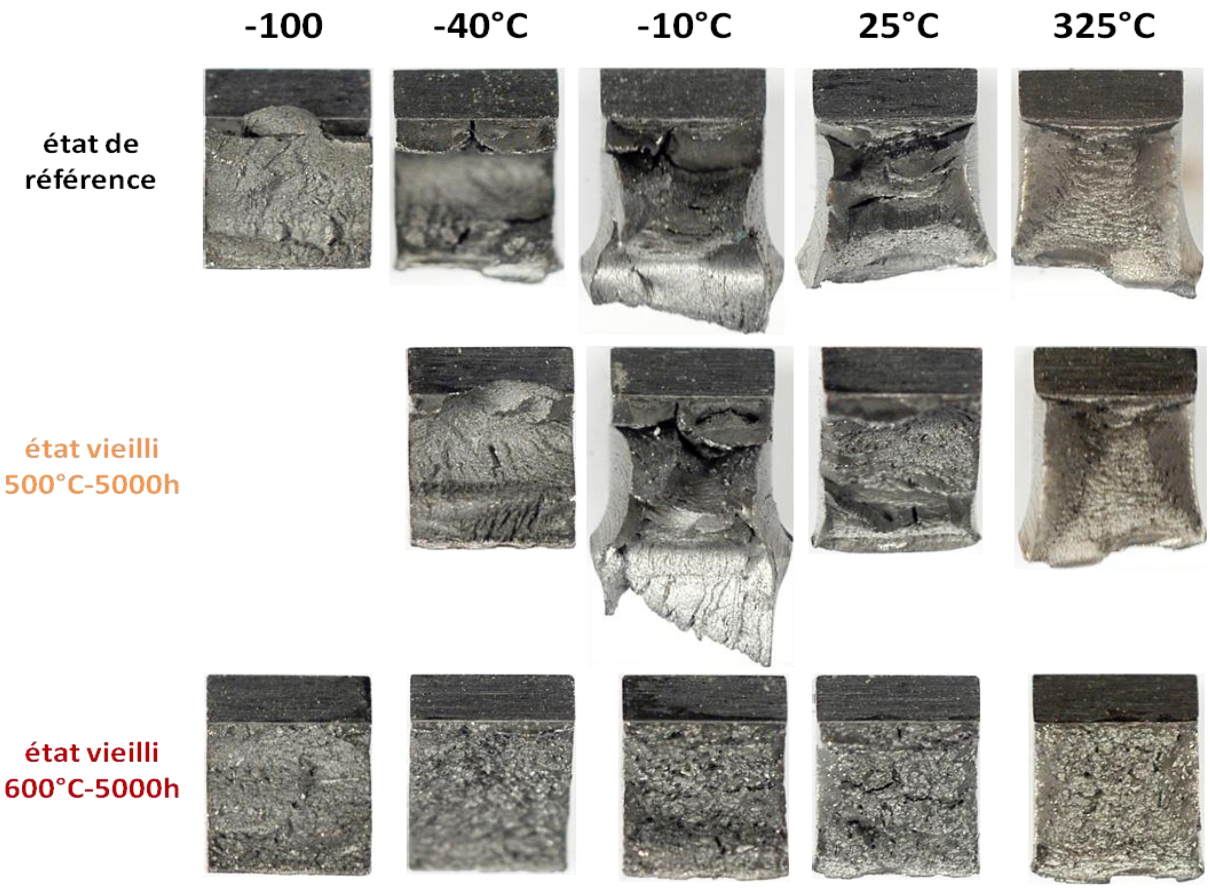


Figure III-34 : Faciès de rupture de la nuance J03, avant et après vieillissement thermique à 500°C et 600°C pendant 5000 heures.

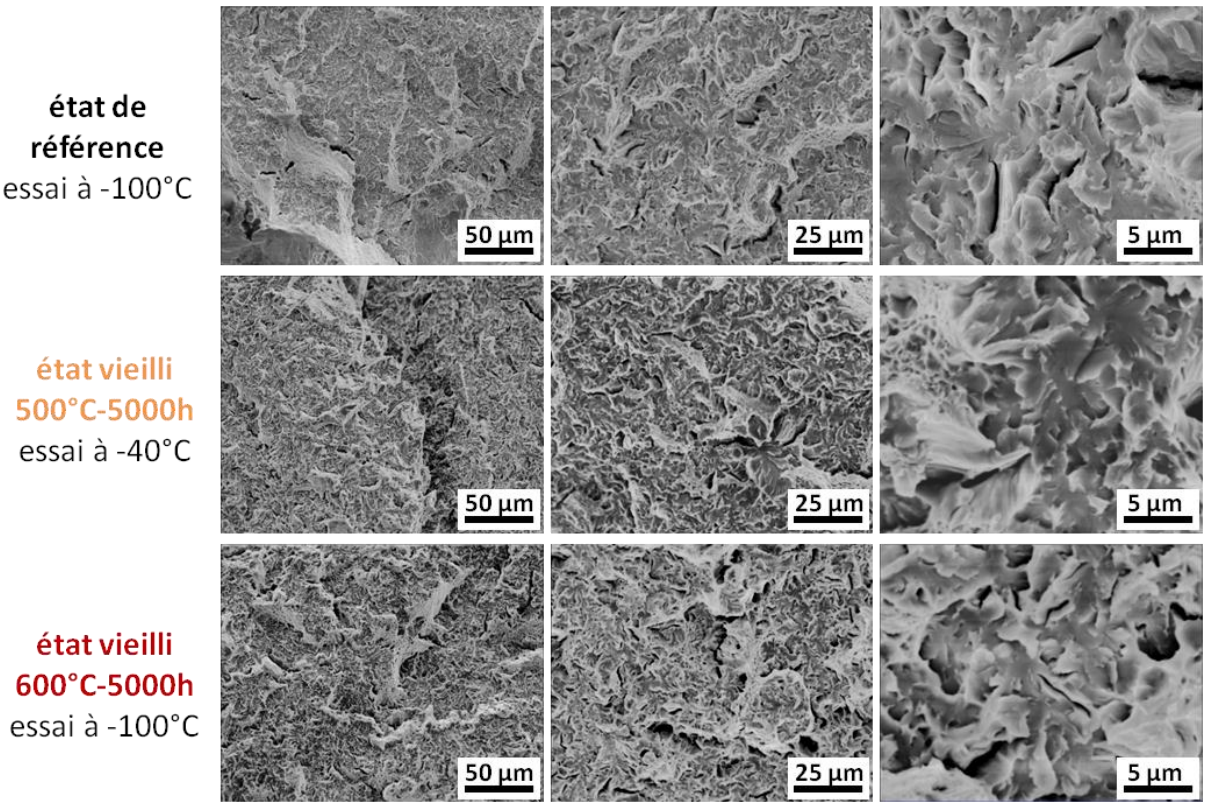


Figure III-35 : Faciès de rupture mini-Charpy de la nuance J03 testée entre -40°C et -100°C, avant et après vieillissement thermique à 500°C et 600°C pendant 5000 heures.

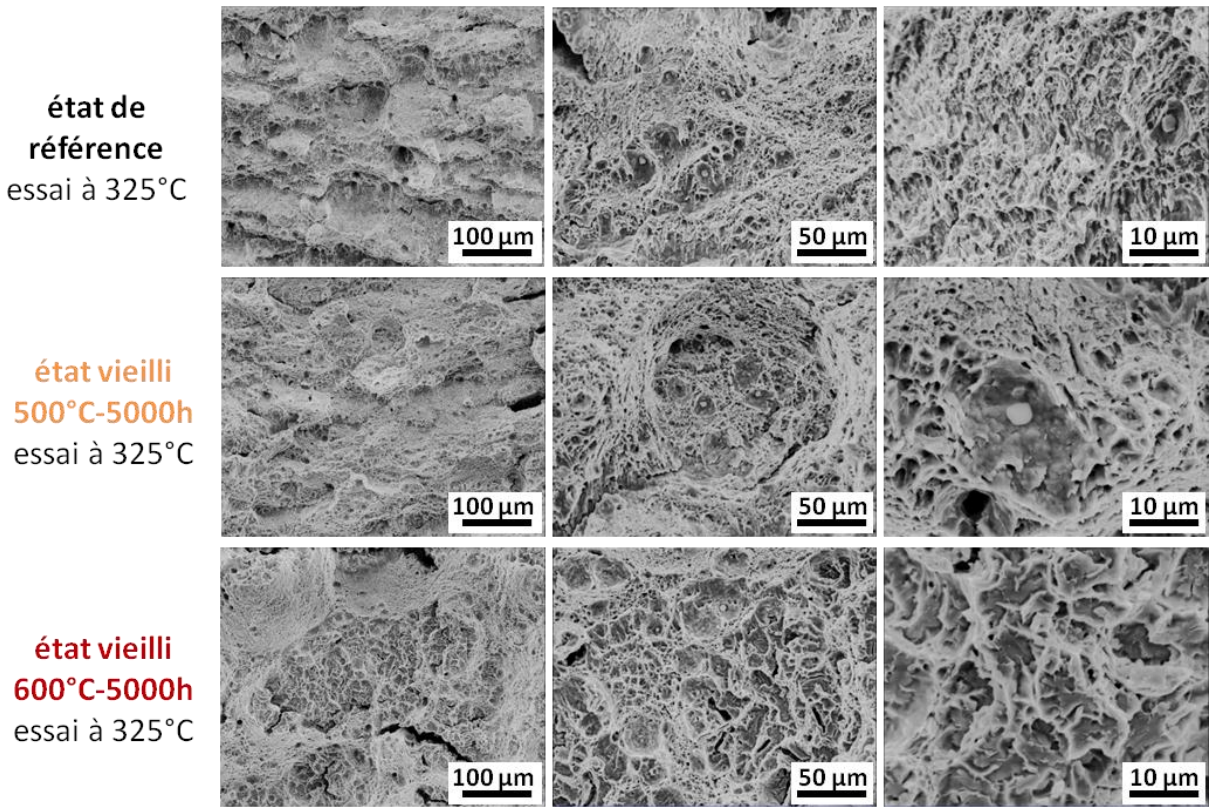


Figure III-36 : Faciès de rupture mini-Charpy de la nuance J03 testée à +325°C, avant et après vieillissement thermique à 500°C et 600°C pendant 5000 heures.

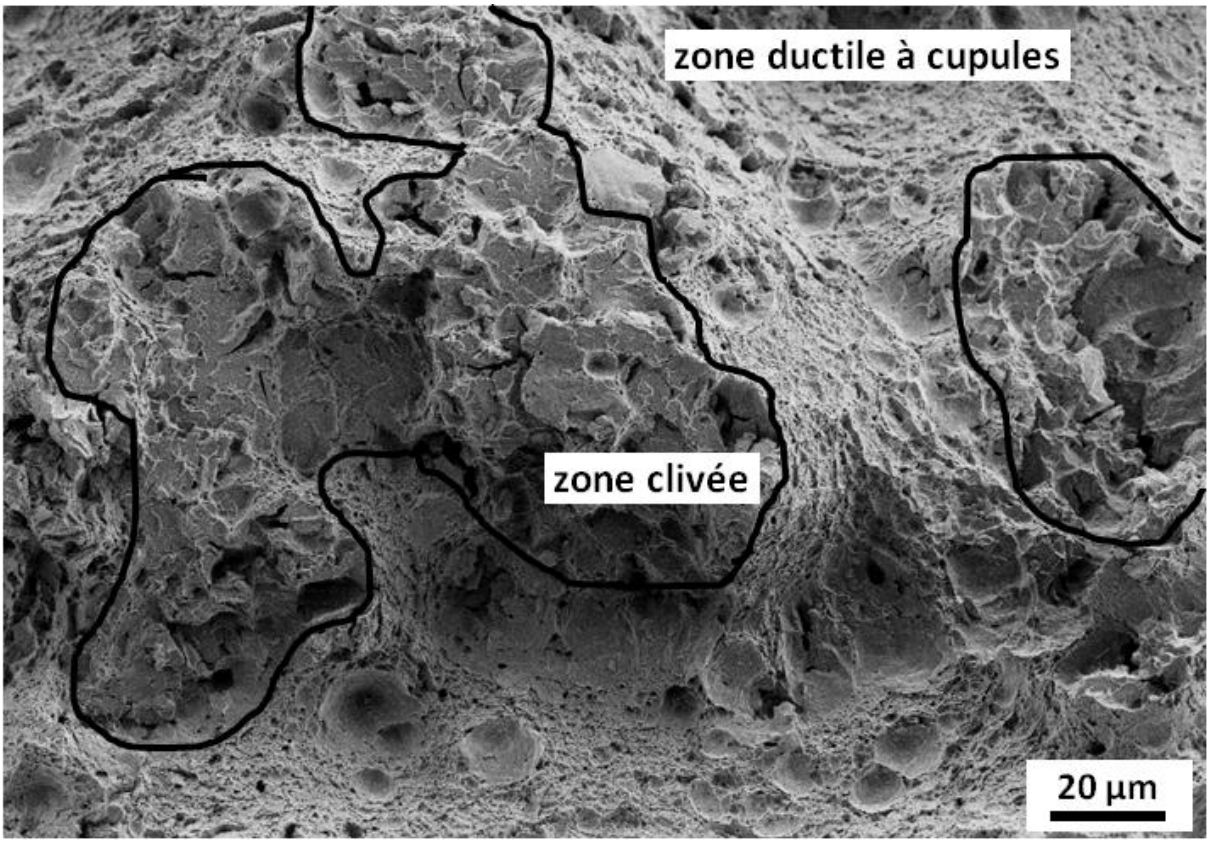


Figure III-37 : Faciès de rupture à +325°C de la nuance J03 vieillie à 600°C pendant 5000 heures, composé de zones ductiles à cupules et de zones rompues par clivage. Les zones rompues par clivage sont délimitées par un trait noir.

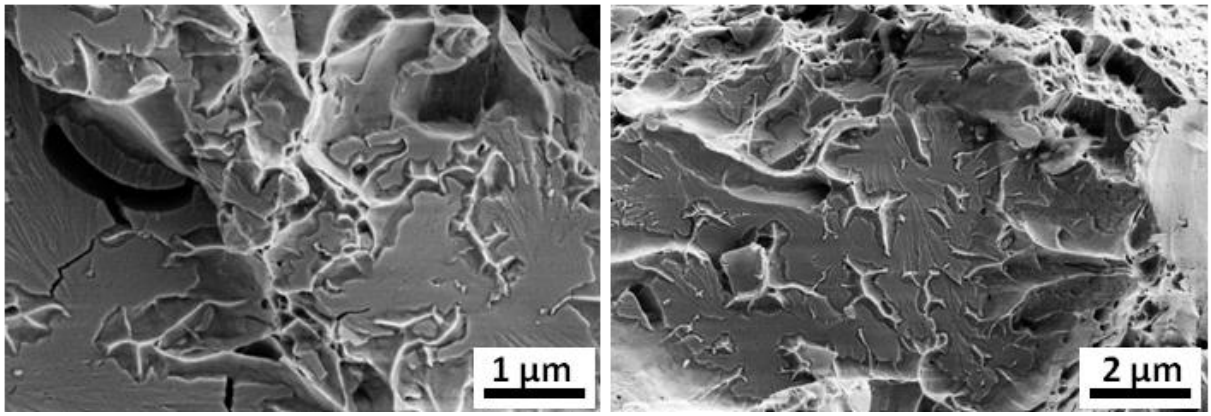


Figure III-38 : Micrographies réalisées dans les zones clivées du faciès de rupture à +325°C de la nuance J03 vieillie à 600°C pendant 5000 heures.

Conclusion des essais de résilience

Par rapport à l'état de référence, l'USE de la nuance J03 à l'état vieilli à 500°C pendant 5000 heures a été abaissée de 14%. Cependant, l'examen des faciès n'a pas permis de mettre en évidence une modification des mécanismes de rupture qui pourrait expliquer cette baisse. De plus, les essais de traction n'ont pas montré de perte de ductilité après vieillissement à 500°C. D'après la comparaison des énergies à l'amorçage de la rupture brutale, il semble que la rupture brutale apparaisse à plus haute température sur la nuance à l'état vieilli à 500°C, cette observation serait alors en accord avec une augmentation de la TTDF. Cependant, nous n'avons pas observé de modification des valeurs de TTDF obtenues à partir des courbes de transition ductile-fragile modélisées avec l'équation II.1. Néanmoins, un tel décalage apparaît si l'on prend en compte uniquement les points de mesure expérimentaux. En effet, la présence d'une forte dispersion des énergies à rupture dans la zone de transition ductile fragile, à l'état de référence comme à l'état vieilli à 500°C, semble ici remettre en cause la définition de la TTDF. Ce point sera discuté dans le chapitre IV. Une diminution de l'USE et un décalage de la TTDF vers les températures élevées tendraient alors à confirmer l'hypothèse de la présence de phases α' [Nichol-1980, Alamo-1990].

A l'état vieilli à 600°C pendant 5000 heures, la chute de l'énergie de palier ductile est liée à la présence d'îlots de clivage sur le faciès de rupture, le clivage étant un mécanisme de rupture peu consommateur en énergie. Ce résultat est en accord avec la réduction de l'allongement à la rupture et avec la présence de clivage sur les faciès de rupture des éprouvettes de traction. La valeur de l'énergie à l'amorçage de la rupture brutale est stable jusqu'à +325°C, ce qui est concordant avec la présence de clivage sur le faciès de rupture de l'éprouvette testée à +325°C. Ces éléments tendent à confirmer la présence d'une phase fragile à l'état vieilli à 600°C pendant 5000 heures. D'après l'étude bibliographique, la principale hypothèse est la présence d'une ou de plusieurs phases de type intermétallique telles que σ, χ et Laves.

c. Microdureté

Pour chaque état métallurgique, des mesures de microdureté Vickers ont été réalisées sur une section de barre de 16 mm de diamètre, en suivant une ligne allant du bord vers le centre de la section de barre. La charge appliquée est de 0,1 kg, la distance entre chaque point de mesure est de 500 µm, et la taille des marques est de l'ordre de 60µm. Une quinzaine de mesures ont été

effectuées sur chaque barre. La Figure III-39 présente les filiations effectuées pour chaque état métallurgique, les valeurs moyennes de dureté et les écarts-types correspondants sont reportés dans le Tableau III-4.

Les résultats de ces mesures montrent une augmentation de la dureté après vieillissement à 400°C pendant 5000 heures, en accord avec l'augmentation de la limite d'élasticité mise en évidence par les essais de traction. De même, la dureté a également augmenté après vieillissement à 500°C pendant 5000 heures, mais de manière moins significative qu'à 400°C. A l'inverse, le vieillissement à 600°C pendant 5000 heures a eu pour effet d'adoucir le matériau, toujours en accord avec la faible diminution de la limite d'élasticité. Cependant, de fortes élévations locales de dureté sont présentes à l'état vieilli à 600°C pendant 5000 heures, ce qui semble correspondre à la présence de nouvelles phases.

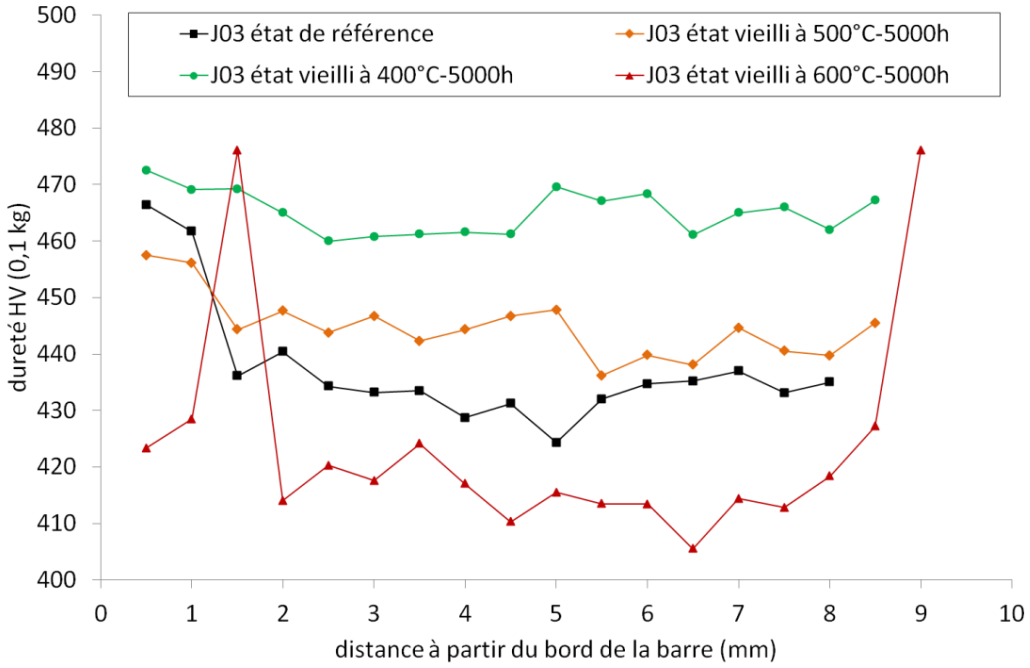


Figure III-39 : Profils de microdureté réalisés sur le matériau à l'état de référence et aux états vieillis à 400°C, 500°C et 600°C pendant 5000 heures.

Tableau III-4 : Dureté moyenne et écart-types obtenus pour les mesures situées entre 2 mm et 9 mm du bord de l'échantillon de 16 mm de diamètre, pour la nuance J03 à l'état de référence et aux états vieillis à 400°C, 500°C et 600°C pendant 5000 heures.

	dureté moyenne HV 0,1 kg	écart-type
état de référence	433	3,7
état vieilli à 400°C-5000h	464	3,1
état vieilli à 500°C-5000h	443	3,6
état vieilli à 600°C-5000h	416	5,3

d. Microscopie optique

Les observations au microscope optique ont été réalisées sur des échantillons polis avec une solution à base d'alumine. L'objectif est de repérer les éventuelles phases de taille micronique, telles que les phases intermétalliques σ et χ, qui pourraient correspondre aux élévations locales de dureté. A l'état de référence, des carbures d'une taille proche de 20 µm apparaissent sur les micrographies, un de ces carbures est repéré sur la Figure III-40. Des carbures sont également présents après vieillissement à 500°C et 600°C pendant 5000 heures, comme le montrent la Figure III-41 et la Figure III-42. Les évolutions de la taille et de la densité de ces carbures n'ont pas été évaluées, le principal résultat de cette étude concerne en effet la mise en évidence d'une ou de plusieurs nouvelles phases formées pendant le vieillissement à 600°C pendant 5000 heures. D'après la Figure III-42, on observe la présence d'une phase de forme allongée dans la direction de filage, et qui s'étend sur une distance d'environ 50 µm. Cette phase est qualifiée de fragile puisqu'elle s'est fissurée à proximité du faciès de rupture lors de l'essai de résilience mené à la température de -100°C.

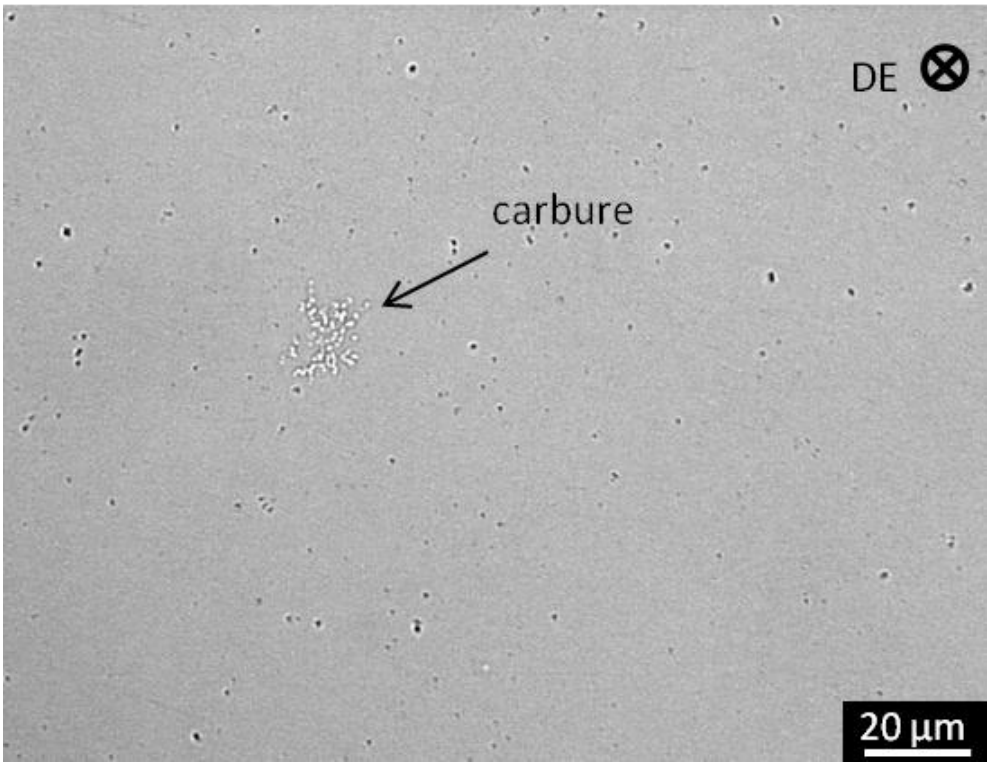


Figure III-40 : Carbure observé au microscope optique dans la nuance J03 à l'état de référence. La direction d'extrusion (DE) est représentée.

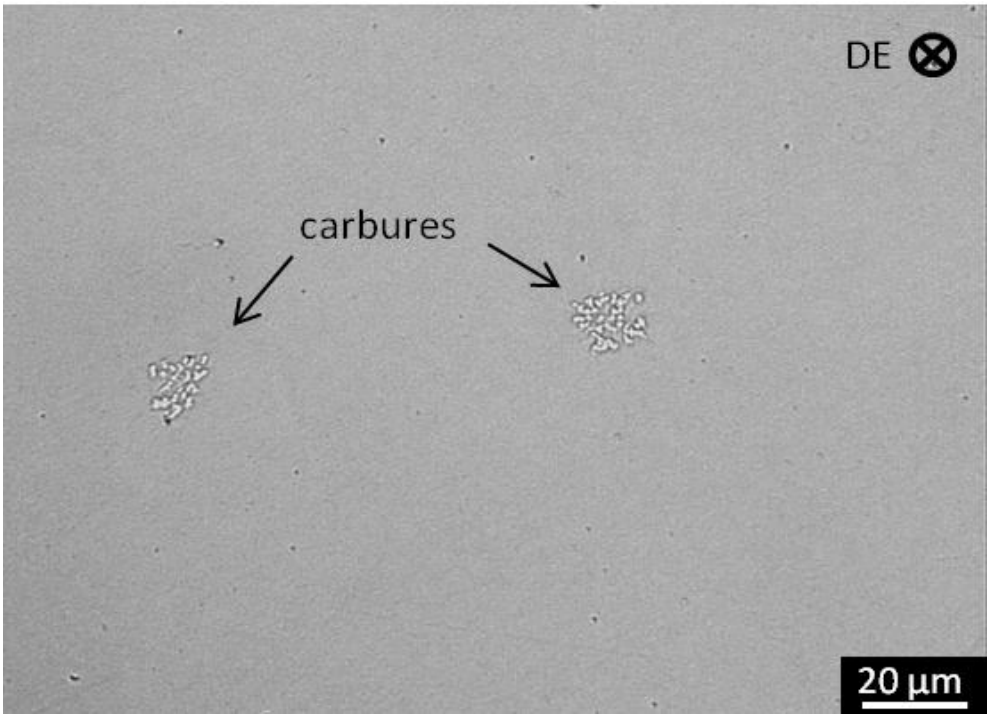


Figure III-41 : Carbures observés au microscope optique dans la nuance J03 à l'état vieilli à 500°C pendant 5000 heures. La direction d'extrusion (DE) est représentée.

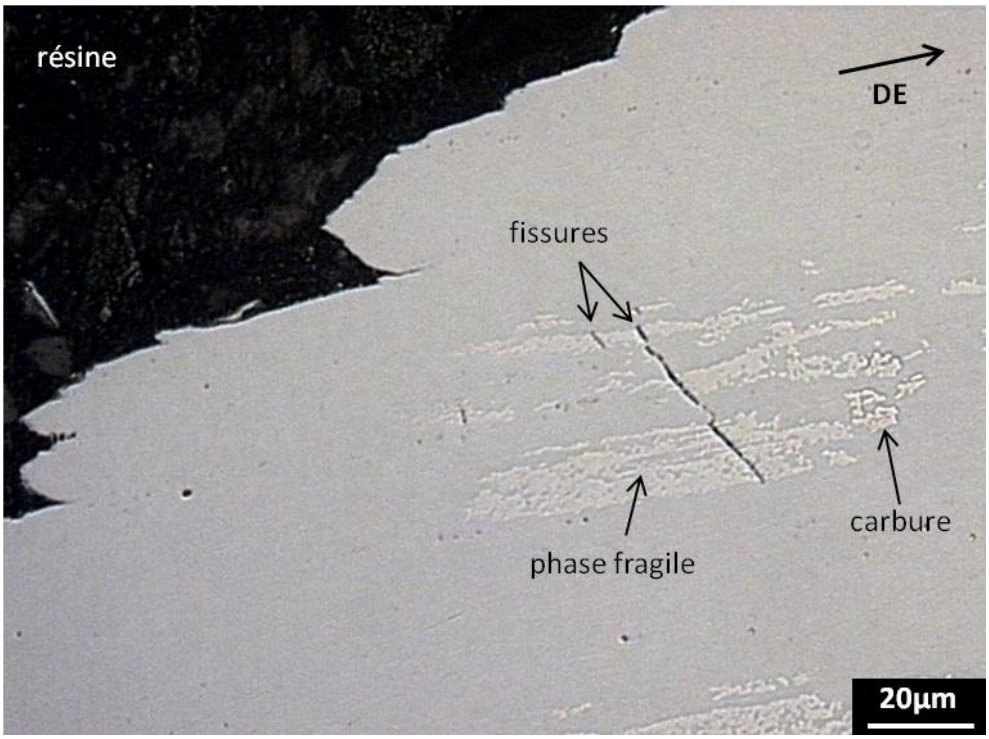


Figure III-42 : Phases fragiles fissurées et carbures observés au microscope optique dans la nuance J03 à l'état vieilli à 600°C pendant 5000 heures. L'échantillon observé est une éprouvette mini-Charpy rompue à -100°C. La direction d'extrusion (DE) est représentée.

e. Microsonde de Castaing

Des cartographies en éléments Cr, W, TI, Y et O ont été réalisées sur le matériau à l'état de référence et aux états vieillis à 500°C et 600°C pendant 5000 heures. Ces cartographies sont présentées sur la Figure III-43.

Pour les trois états du matériau, la répartition du titane n'est pas homogène et des oxydes de titane sont présents. Sur le matériau vieilli à 600°C pendant 5000 heures, la nouvelle phase repérée en microscopie optique apparaît enrichie en Cr et en W. Cette description peut correspondre à un carbure de chrome, à la phase σ ou à la phase χ. Des analyses complémentaires incluant d'autres éléments chimiques tels que le Si, le C, le Fe et le Mn ont donc été réalisées pour identifier cette phase.

Les cartographies de la Figure III-44 correspondent à la nouvelle phase formée lors du vieillissement à 600°C pendant 5000 heures. Cette phase, en plus d'être enrichie en Cr et en W, contient aussi du Si et du Mn, ce qui correspond à la description de la phase intermétallique σ [Raynor-1988]. Le profil de composition présenté sur la Figure III-45 met en évidence la déplétion en éléments Cr et W à proximité de la phase σ. La composition chimique de la phase σ déterminée à la microsonde de Castaing est donnée dans le Tableau III-5. Cette composition est proche de celle rapportée par Kim et al. [Kim-1998], mais la teneur en tungstène de la phase σ est plus faible dans le cas de la nuance J03. En effet, la teneur en tungstène de la nuance J03 à l'état de référence est de 1%W, contre 3%W pour la nuance étudiée par Kim et al. [Kim-1998].

Les cartographies de la Figure III-46 correspondent aux carbures observés dans la nuance J03 vieillie à 600°C pendant 5000 heures. Ces carbures sont enrichis en Cr et W, et appauvris en Si. Le profil de composition chimique de la Figure III-47 met en évidence une déplétion en éléments Cr et W à proximité des carbures. La composition chimique de ces carbures est donnée dans le Tableau III-6, leur stœchiométrie est du type $(Cr,Fe,W)_{23}C_6$. La composition chimique de ces carbures est approchante de celle donnée par Weiss et Stickler [Weiss-1972], en substituant le tungstène au molybdène.

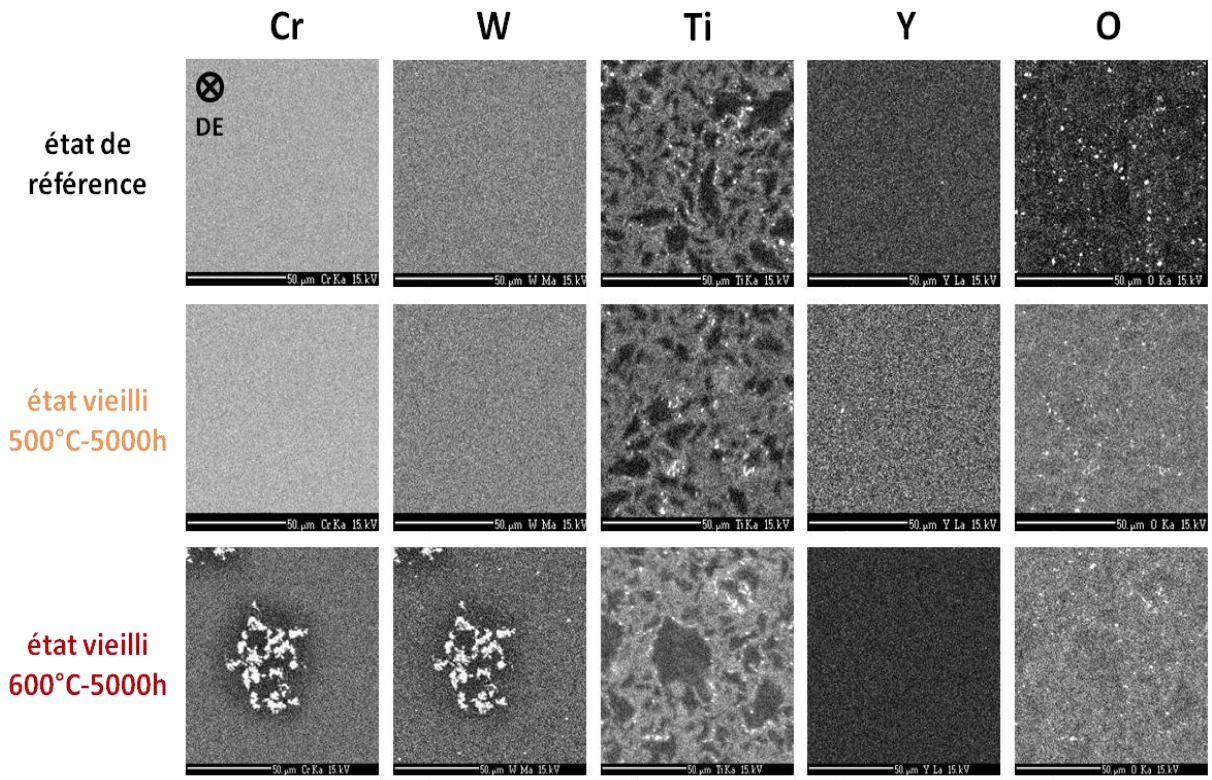


Figure III-43 : Cartographies réalisées à la microsonde de Castaing dans la nuance J03, à l'état de référence et aux états vieillis à 500°C et 600°C pendant 5000 heures. La direction d'extrusion (DE) est représentée.

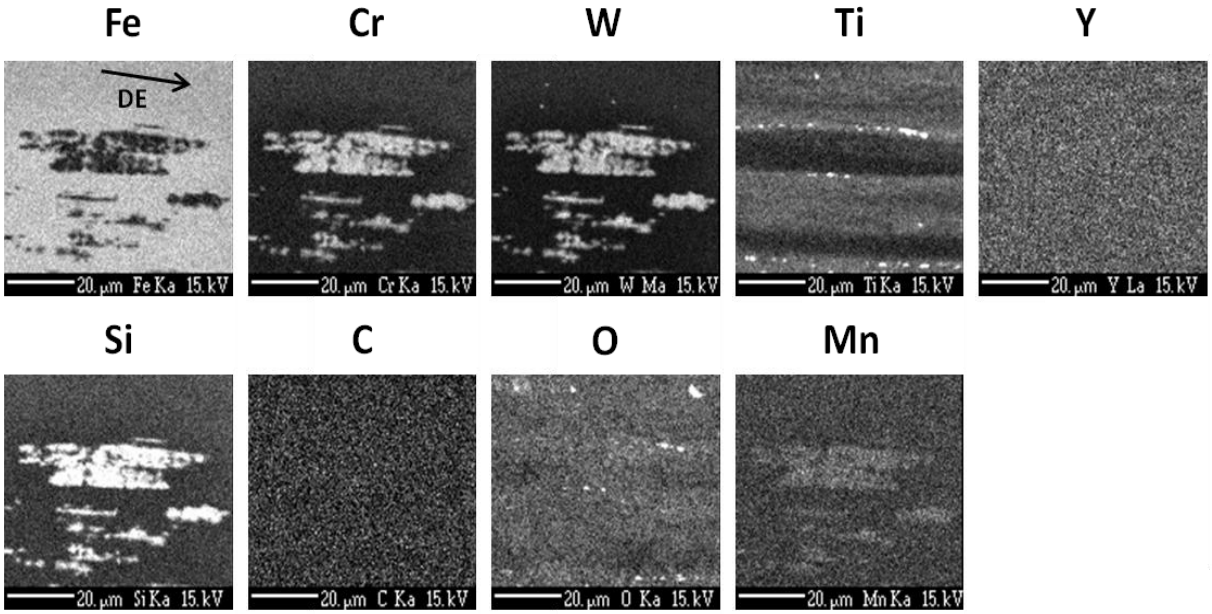


Figure III-44 : Cartographies réalisées à la microsonde de Castaing sur la phase σ observée dans la nuance J03 vieillie à 600°C pendant 5000 heures. La direction d'extrusion (DE) est représentée.

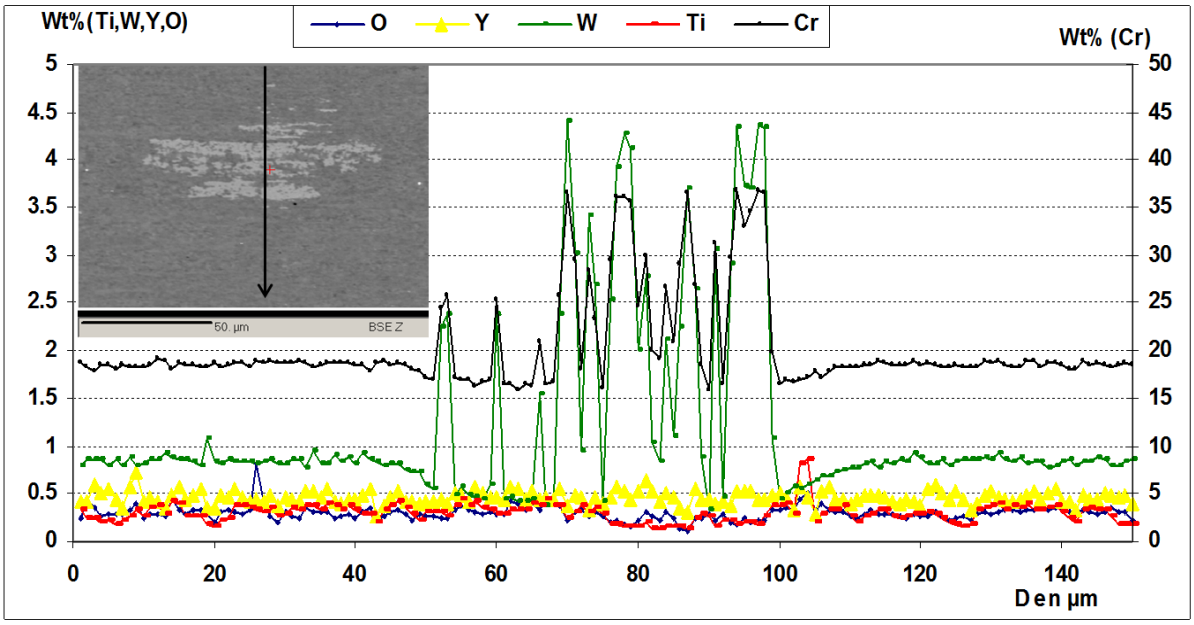


Figure III-45 : Traversée quantitative réalisée à la microsonde de Castaing sur la phase σ observée dans la nuance J03 vieillie à 600°C pendant 5000 heures.

Tableau III-5 : Composition chimique en % massiques de la phase σ observée dans la nuance J03 vieillie à 600°C pendant 5000 heures, d'après les mesures effectuées à la microsonde de Castaing

	Fe	Cr	W	Ti	O	Y	Ni	Mn	Si	Mo
teneur moyenne	58,1	36,3	3,8	0,18	0,20	0,47	0,20	0,11	1,11	0,23
écart type	0,95	0,68	0,27	0,04	0,06	0,07	0,04	0,06	0,06	0,24

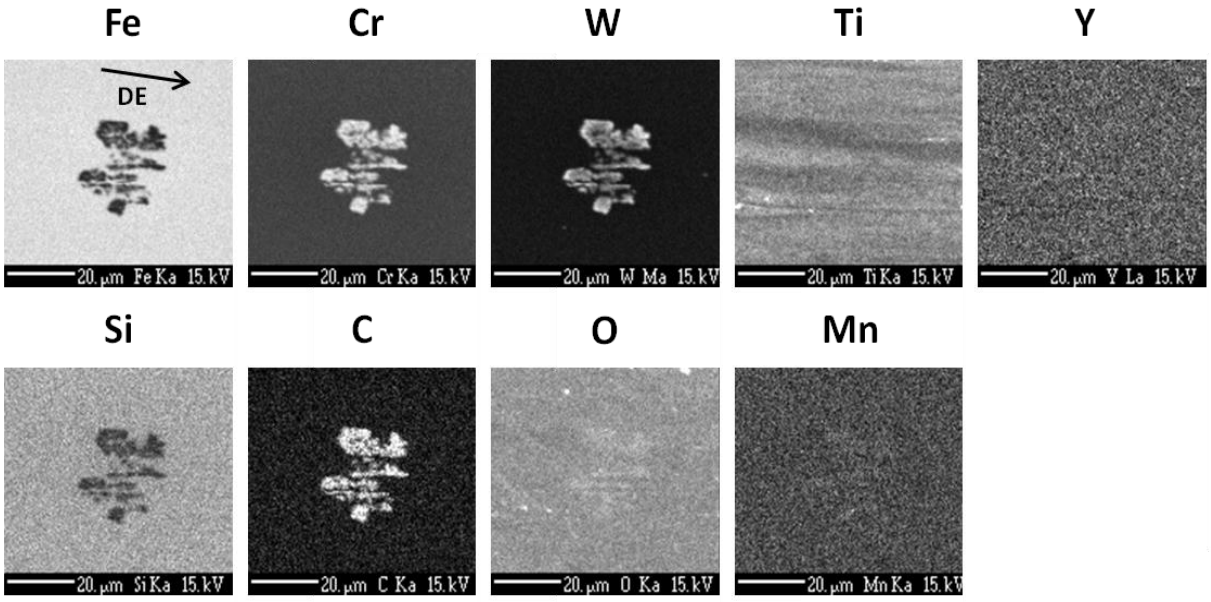


Figure III-46 : Cartographies réalisées à la microsonde de Castaing sur le carbure $M_{23}C_6$ observé dans la nuance J03 vieillie à 600°C pendant 5000 heures. La direction d'extrusion (DE) est représentée.

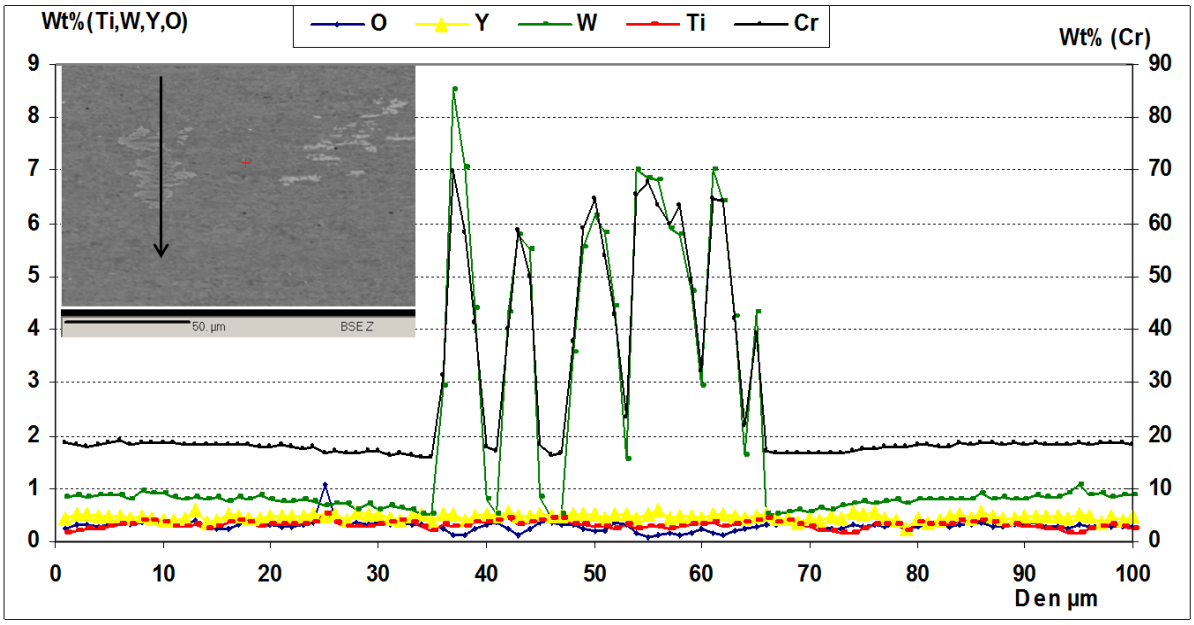


Figure III-47 : Traversée quantitative réalisée à la microsonde de Castaing sur un carbure $M_{23}C_6$ observé dans la nuance J03 vieillie à 600°C pendant 5000 heures.

Tableau III-6 : Composition chimique en % massiques des carbures $M_{23}C_6$ observés dans la nuance J03 vieillie à 600°C pendant 5000 heures, d'après les mesures effectuées à la microsonde de Castaing

	Fe	Cr	W	Ti	Y	Ni	Mo	C
teneur moyenne	24,6	64,5	6,0	0,2	0,4	0,3	0,1	5,9
écart type	5,6	4,0	1,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,5

f. Microscopie électronique en transmission (MET)

D'après le cliché MET de la Figure III-48, la phase σ a une taille de plusieurs micromètres alors que les grains de la matrice ont une taille inférieure à 1 µm. De plus, la taille de la phase σ est en accord avec celle des facettes de clivage en forme de serpentins de 2 µm de large observées sur les faciès de rupture. D'après la Figure III-49, les oxydes de type Y-Ti-O, à l'origine situés à l'intérieur des grains de la matrice, sont présents dans la phase σ. Les teneurs en éléments Fe, Cr et W de cette phase sont données dans le

Tableau III-7, ces mesures sont en accord avec la composition chimique donnée par la microsonde de Castaing. Les valeurs des paramètres de maille obtenus à la température ambiante à partir du cliché de diffraction présenté sur la Figure III-49 sont reportées dans le

Tableau III-9. Ces valeurs sont en accord avec ceux de la littérature [Kim-1998, Weiss-1972], la nature de la phase σ est donc confirmée.

La Figure III-50 présente un cliché MET d'un carbure $M_{23}C_6$. Les teneurs en éléments Fe, Cr, W et C de ce carbure sont données dans le

Tableau III-8. Ces valeurs sont également proches de celles obtenues avec la microsonde de Castaing. Le paramètre de maille de ce carbure est reporté dans le

Tableau III-9. Cette valeur, légèrement supérieure à celles reportées dans la littérature, correspond à un carbure de type $Cr_{23}C_6$ [Weiss-1972, Goldschmidt-1967]. Cette légère différence

peut être liée à la présence de tungstène dans le carbure, dont le rayon atomique de 1,37 Å est supérieur à celui du chrome, qui est de 1,27 Å. La forme en serpentin et la taille de plusieurs micromètres de large de ce carbure sont en accord avec les observations réalisées au microscope optique.

Tableau III-7 : Composition chimique en % massiques de la phase σ observée dans la nuance J03 à l'état vieilli à 600°C pendant 5000 heures, d'après les mesures effectuées au MET

phase σ	**Fe**	**Cr**	**W**
teneur moyenne	54,8	38,1	5,3

Tableau III-8 : Composition chimique en % massiques des carbures de chrome observés dans la nuance J03 à l'état vieilli à 600°C pendant 5000 heures, d'après les mesures effectuées au MET

carbure $M_{23}C_6$	**Fe**	**Cr**	**W**	**C**
teneur moyenne	13,2	73,1	7,7	4,6

Tableau III-9 : Paramètres de maille obtenus à la température ambiante pour le carbure $M_{23}C_6$ et la phase σ dans le cas de cette étude et provenant de la littérature

phase	structure cristallographique	paramètres de maille (nm)		
		dans cette étude	d'après la littérature	
σ	tétragonale	a = 0,891 c = 0,467	a = 0,8812 c = 0,4581	[Kim-1998]
			a = 0,8828 c = 0,4597	[Weiss-1972]
$Cr_{23}C_6$	cubique face centrée	a = 1,091	a = 1,0638	[Goldschmidt-1967]
			a = 1,0569	[Weiss-1972]

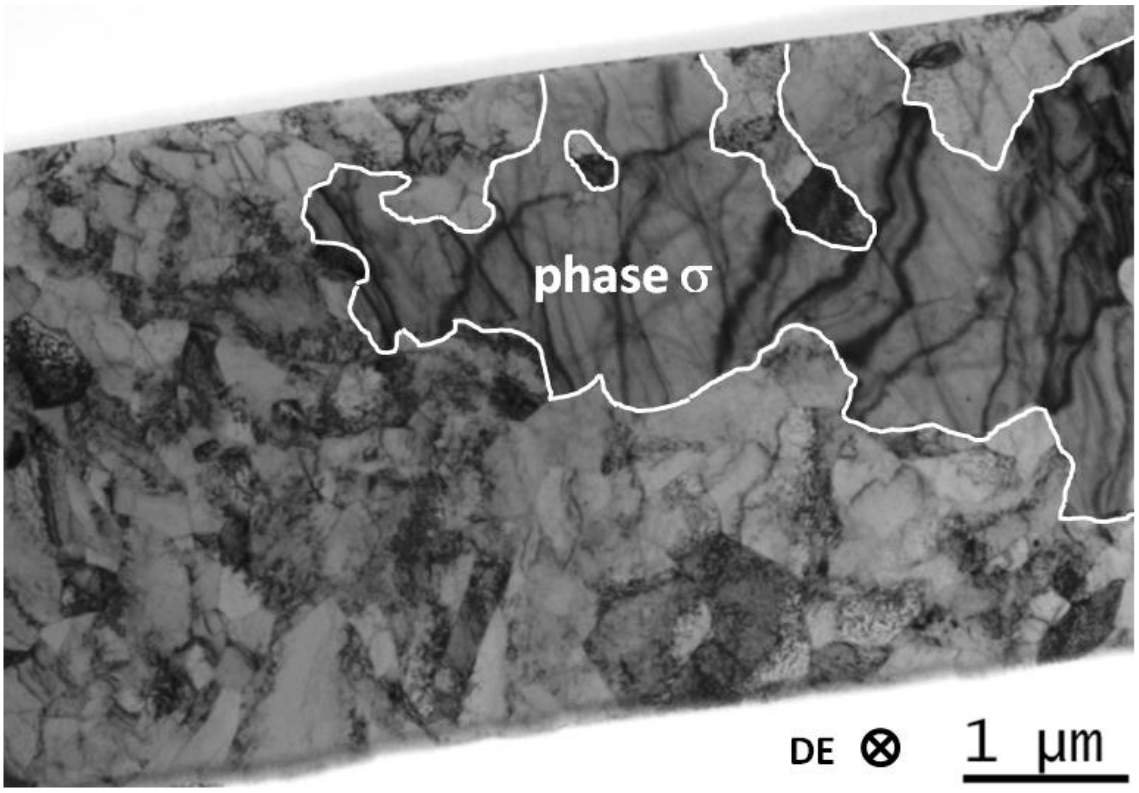


Figure III-48 : Cliché MET de la phase σ observée dans la nuance J03 vieillie à 600°C pendant 5000 heures. La direction d'extrusion (DE) est représentée. Les lignes noires à l'intérieur de la phase σ sont des bandes de contraste.

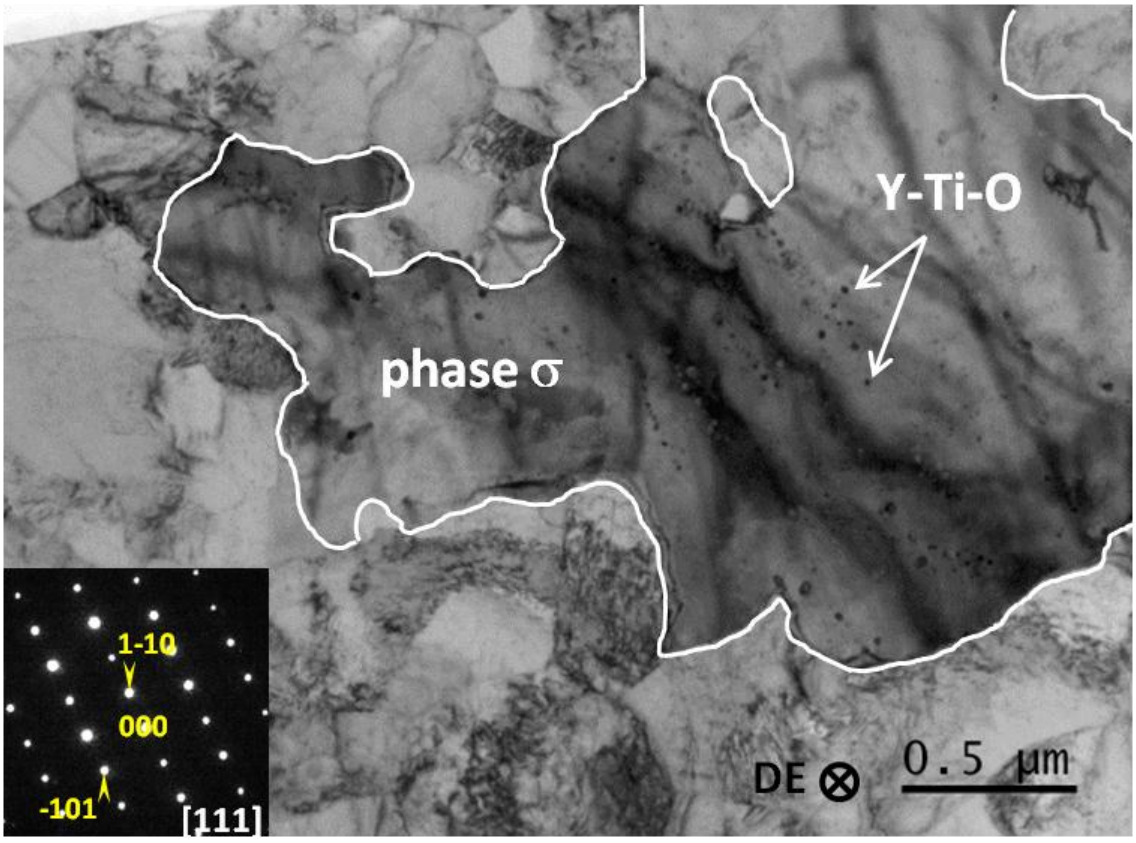


Figure III-49 : Cliché MET et cliché de diffraction de la phase σ observée dans la nuance J03 vieillie à 600°C pendant 5000 heures. Des oxydes de type Y-Ti-O sont présents à l'intérieur de la phase σ. La direction d'extrusion (DE) est représentée.

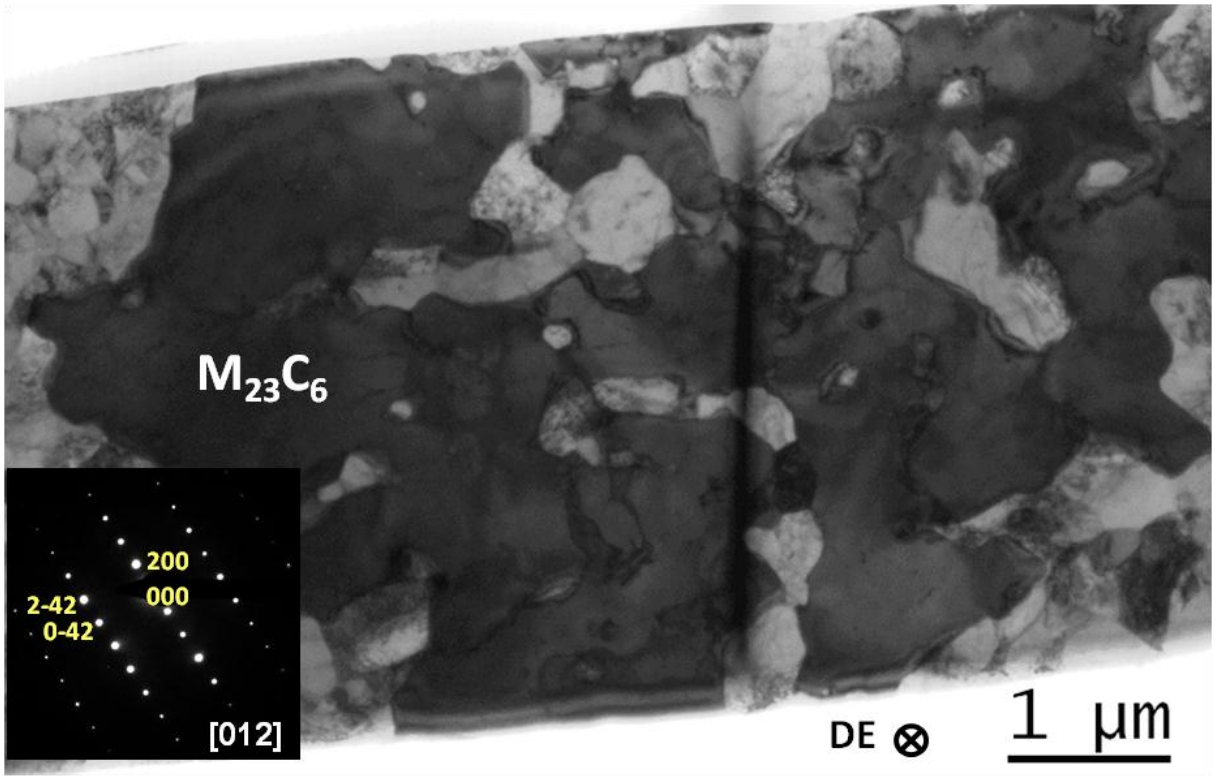


Figure III-50 : Cliché MET et cliché de diffraction d'un carbure de type $(Cr,Fe,W)_{23}C_6$ observé dans la nuance J03 vieillie à 600°C pendant 5000 heures. Le carbure apparaît en contraste sombre sur le cliché, les contrastes clairs à l'intérieur du carbure correspondent à la matrice. La direction d'extrusion (DE) est représentée.

g. Conclusions des analyses microstructurales

Les mesures de microdureté confirment le durcissement de la nuance après vieillissement à 400°C pendant 5000 heures. L'augmentation de la dureté est de 7% par rapport à l'état de référence, cette valeur est en accord avec l'augmentation de 7% de la limite d'élasticité à 20°C de cet état vieilli.

Dans le cas de l'état vieilli à 500°C pendant 5000 heures, seul un léger durcissement de 2% a été observé, également en accord avec la légère augmentation de 4% de la limite d'élasticité à 20°C.

Les modifications microstructurales les plus marquées sont apparues lors du vieillissement à 600°C pendant 5000 heures, puisqu'une phase intermétallique σ est apparue. La phase σ observée a une forme d'étoile dans le plan transverse et est allongée dans l'axe de filage. Les groupes de précipités de phase σ ont une taille de l'ordre de 50 µm et sont responsables des élévations locales de dureté. La dureté de la matrice est, quant-à-elle, réduite de 4%, en correspondance avec une diminution de 1,5% de la limite d'élasticité.

Des carbures d'une taille proche de 20 µm ont été observés sur le matériau avant et après vieillissement thermique, ces carbures sont du type $(Cr,Fe,W)_{23}C_6$. La germination ou la coalescence de ces carbures au cours du vieillissement thermique n'a pas été évaluée. Cependant, les cartographies réalisées à la microsonde de Castaing montrent qu'il n'y a pas eu de précipitation homogène de carbures lors du vieillissement thermique à 500°C et 600°C.

h. Discussion

D'après le diagramme de phase Fe-Cr de Williams [Williams-1958], la présence de la phase σ à haute température indique qu'une réaction de type α-α' est censée se produire en-dessous de 530°C. Le durcissement de la nuance J03 mis en évidence à 400°C, et de manière moins significative à 500°C, tend à valider cette hypothèse. De plus, Capdevila et al. [Capdevila-2010] ont observé une augmentation de la dureté et de la limite d'élasticité du matériau similaire sur l'acier ODS PM2000 vieilli à 475°C, dont la teneur en chrome est proche de celle de la nuance J03, et ont corrélé ce durcissement à la présence de phases α'. Lors du vieillissement à 500°C pendant 5000 heures, des carbures $M_{23}C_6$ ont également pu coalescer ou se former localement [Andersson-1988]. L'effet de ces carbures sur le comportement de la nuance J03 n'a toutefois pas été approfondi dans le cadre de cette étude, qui s'est en effet principalement focalisée sur le rôle de la phase σ.

Dans le cas de l'état vieilli à 600°C pendant 5000 heures, la taille de la phase σ et la taille des facettes de clivage observées sur les faciès de rupture en résilience et en traction sont concordantes. De plus, la fragilité de la phase σ par rapport à la matrice a été montrée sur la Figure III-42. La perte de ductilité du matériau vieilli à 600°C pendant 5000 heures est donc due à la fissuration prématurée de la phase σ, en accord avec le mécanisme de rupture proposé par Zakine et al. [Zakine-1996] dans le cas de la phase intermétallique χ. De plus, du fait de son caractère fragile, la phase σ est responsable de la stabilité de l'énergie à l'amorçage de la rupture brutale, et également de la stabilité de l'énergie à rupture totale entre +20°C et +325°C. La rupture de la nuance vieillie à 600°C pendant 5000 heures est en effet gouvernée par la phase σ sur cette plage de température. Cependant, la présence de la phase σ n'affecte pas de manière significative les propriétés de la matrice seule, puisque la limite d'élasticité, la TTDF et les mécanismes de rupture de la matrice sont similaires à ceux de la nuance à l'état de référence.

i. Conclusions de l'étude

Cette étude a mis en évidence une fragilisation significative de la nuance d'acier ODS J03 à 18%Cr après vieillissement à 600°C pendant 5000 heures. Cette fragilisation est due à la formation de la phase intermétallique de type σ. Les effets de la phase σ observés dans le cas de cette nuance d'acier inoxydable ODS sont similaires à ceux rapportés dans le cas des aciers inoxydables conventionnels. Cette étude confirme également l'intérêt de réaliser des essais de résilience de type Charpy pour déceler la fragilisation due à ce type de phase intermétallique. En effet, hormis une réduction de l'allongement total, les essais de traction n'ont pas permis de mettre en évidence la dégradation significative du comportement mécanique de cette nuance vieillie à 600°C pendant 5000 heures.

Concernant les états vieillis à 400°C et 500°C pendant 5000 heures, l'occurrence d'une réaction de type α-α' est très probable. Si la nuance J03 vieillie à 400°C pendant 5000 heures était testée en résilience, on observerait probablement une diminution de l'énergie du palier ductile et un décalage de la TTDF vers les températures élevées.

Suite à cette étude, la nuance d'acier ODS à 18%Cr J03 a été écartée pour l'application de gainage du combustible visée. La température de 600°C, à laquelle a été observée la perte la plus significative en termes de résistance à l'impact, figure en effet dans la gamme de températures de fonctionnement de la gaine. De plus, la durée de 5000 heures est largement inférieure aux 50000 heures spécifiées dans le cahier des charges.

3. Effets du vieillissement thermique sur la nuance à 14%Cr

Comme pour la nuance à 18%Cr, la nuance à 14%Cr référencée J27 a été testé en traction puis en résilience, et des analyses microstructurales ont été menées afin d'expliquer les résultats des essais mécaniques. D'après l'étude bibliographique, et contrairement à la nuance à 18%Cr, la phase σ ne devrait pas être rencontrée dans cette nuance. Par contre, les phases susceptibles d'apparaître sont la phase α', les phases de Laves et les carbures $M_{23}C_6$, et éventuellement la phase χ qui a déjà été rencontrée dans des aciers ODS à 14%Cr. Comme pour la nuance à 18%Cr, la nuance à 14%Cr a été vieillie à 400°C, 500°C et 600°C pour une durée de 5000 heures, mais aussi pour des durées de 10000 heures et de 30000 heures afin d'approcher la valeur seuil de 50000 heures spécifiée dans le cahier des charges. La matière vieillie pendant 30000 heures n'a cependant pas pu être testée dans le cadre de ces travaux et fera l'objet d'une autre étude.

a. Comportement en traction

Le comportement en traction de la nuance J27 a été caractérisé après vieillissement thermique à 400°C, 500°C et 600°C pendant 10000 heures. Les courbes contrainte (F/S_0) – déformation ($\Delta L/L0$) conventionnelles correspondant aux essais réalisés à 20°C sont présentées sur la Figure III-51. Les valeurs de la limite d'élasticité $Rp_{0,2\%}$, de la résistance maximale R_m, de l'allongement réparti A_p et de l'allongement à rupture A_t, pour chaque état de vieillissement thermique, sont reportées dans le Tableau III-10. En complément, les mesures des coefficients de striction correspondant à ces essais sont présentées dans l'Annexe 3.

D'après la Figure III-51, nous n'observons aucune évolution significative du comportement en traction de la nuance J27 à 20°C après vieillissement thermique à 400°C, 500°C et 600°C pour une durée de 10000 heures.

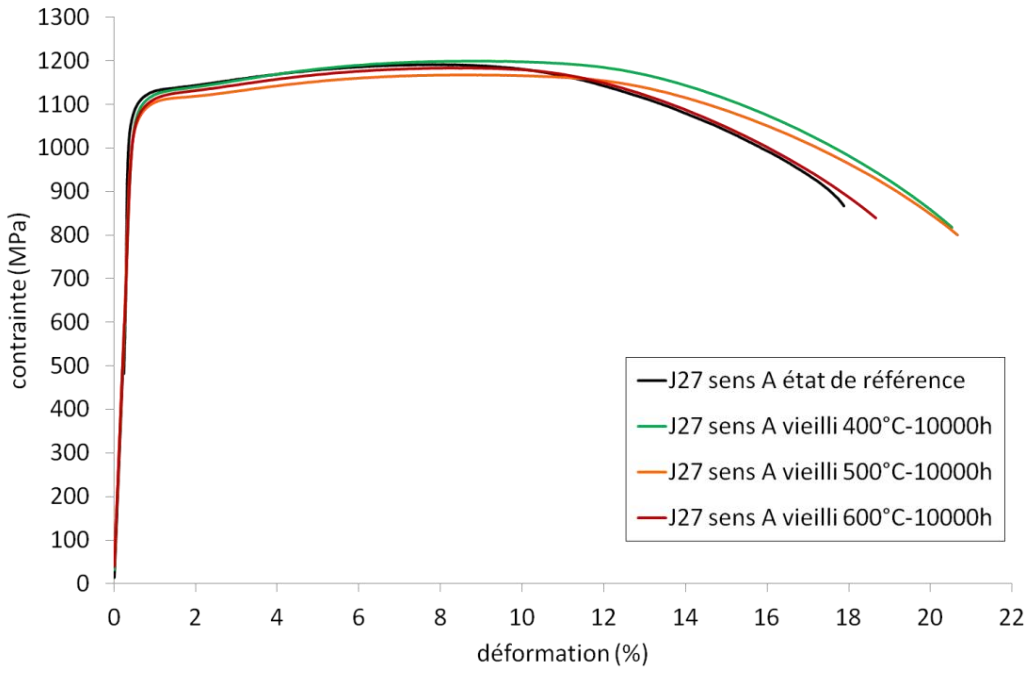


Figure III-51 : Courbes contrainte-déformation conventionnelles obtenues pour la nuance J27 à l'état de référence et aux états vieillis à 400°C, 500°C et 600°C pendant 10000 heures, en sollicitation axiale A à 20°C.

Tableau III-10 : Valeurs de $Rp_{0,2\%}$, R_m, A_g, A_t de la nuance J27 testée à 20°C à l'état de référence et aux états vieillis à 400°C, 500°C et 600°C pendant 10000 heures

	$Rp_{0,2\%}$ (MPa)	R_m (MPa)	A_g (%)	A_t (%)
état de référence	1113	1191	7,3	17,5
état vieilli à 400°C-10000h	1096	1199	8,3	20,2
état vieilli à 500°C-10000h	1076	1167	8,1	20,3
état vieilli à 600°C-10000h	1084	1184	7,9	18,3

b. Résilience

La nuance J27 a été testée en résilience à tous les stades de vieillissement thermique, selon la procédure décrite dans le chapitre II. Les résultats sont présentés et discutés ci-dessous.

Courbes en énergies à rupture

Les courbes en énergies à rupture de la nuance J27 vieillie aux températures de 400°C, 500°C et 600°C, pendant 5000 et 10000 heures, sont respectivement présentées sur la Figure III-52, la Figure III-53 et la Figure III-54. Les valeurs de la TTDF et de l'énergie de palier ductile sont reportées dans le Tableau III-11. Pour l'énergie de palier ductile, la valeur expérimentale à +325°C et la valeur obtenue avec l'équation II.1 sont données.

D'après la Figure III-52, le vieillissement thermique à 400°C pendant 5000 heures a eu pour effet de décaler la TTDF de 30°C vers les températures élevées, mais l'énergie de palier ductile est restée stable si l'on s'en réfère aux valeurs expérimentales en sollicitation LT. Comme cela a été évoqué dans les chapitres précédents, le mécanisme de bifurcation semble être à l'origine des énergies élevées en zone de transition ductile-fragile, ce qui se traduit par une surestimation de l'USE lorsque l'on utilise l'équation II.1 (cf. chapitre IV). Après une durée de vieillissement de 10000 heures, la TTDF est de nouveau décalée de 30°C vers les températures élevées et l'énergie de palier ductile a diminué de 26% par rapport à l'état de référence. En sollicitation TL, les résultats semblent confirmer le décalage de la TTDF de 30°C vers les températures élevées après vieillissement à 400°C.

D'après la Figure III-53, si l'on considère les points expérimentaux et non les courbes de lissage, l'énergie de palier ductile en sollicitation LT n'a pas évolué suite au vieillissement thermique à 500°C pendant 5000 et 10000 heures. Là encore, la courbe de lissage qui correspond à l'état de référence surestime la valeur de l'énergie de palier ductile à cause de la présence de bifurcation sur les faciès de rupture. Cependant, contrairement à l'état de référence, mais aussi contrairement aux tendances relevées sur les nuances d'acier ODS présentées dans le chapitre II, la nuance J27 vieillie à 500°C ne présente pas de valeurs élevées en énergie dans sa phase de transition ductile fragile. Il est donc possible que le vieillissement thermique à 500°C ait eu une influence sur le phénomène de bifurcation. En sollicitation TL, aucune évolution significative du comportement à l'impact n'a été observée.

Enfin, d'après la Figure III-56, le vieillissement thermique à 600°C semble n'avoir eu aucune influence, puisque les courbes correspondant à l'état de référence et aux états vieillis à 600°C

pendant 5000 et 10000 heures sont confondues. Comme pour l'état vieilli à 500°C, les courbes semblent indiquer un abaissement du palier ductile de 10%, mais les valeurs des énergies à rupture mesurées expérimentalement à 325°C sont confondues.

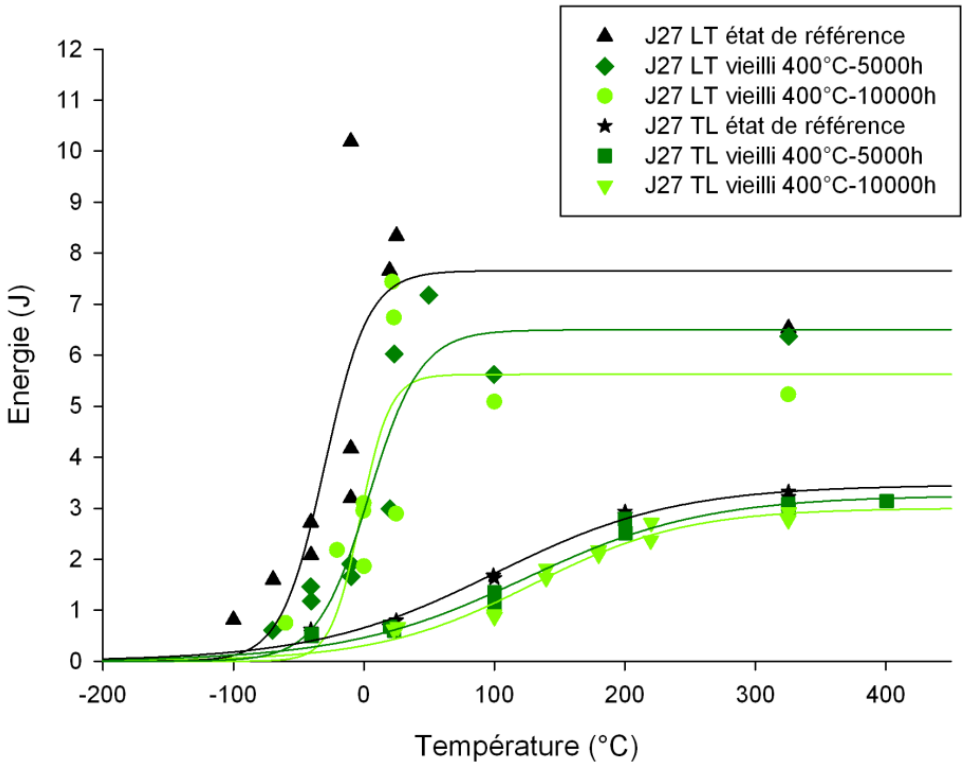


Figure III-52 : Courbes en énergies à rupture de la nuance J27, à l'état de référence et aux états vieillis à 400°C pendant 5000 et 10000 heures, en sollicitation LT et TL.

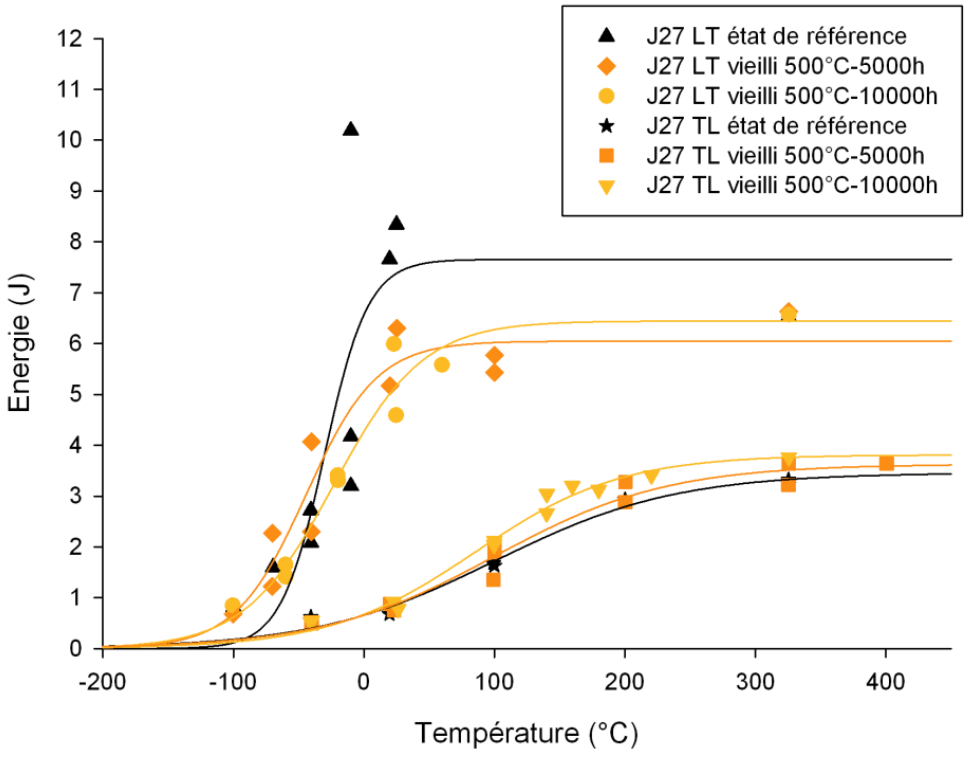


Figure III-53 : Courbes en énergies à rupture de la nuance J27, à l'état de référence et aux états vieillis à 500°C pendant 5000 et 10000 heures, en sollicitation LT et TL.

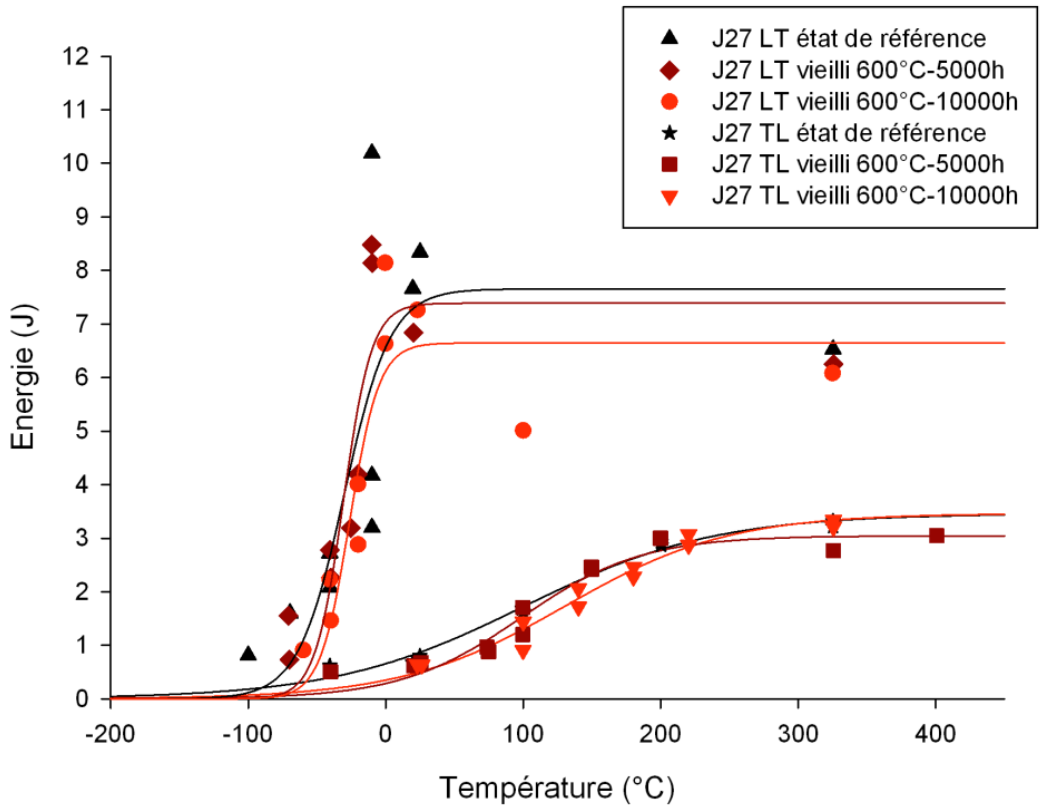


Figure III-54 : Courbes en énergies à rupture de la nuance J27, à l'état de référence et aux états vieillis à 600°C-5000 et 10000 heures, en sollicitation LT et TL.

Tableau III-11 : Valeurs de la TTDF et de l'énergie de palier ductile, avant et après vieillissement thermique de la nuance à 14%Cr

	sollicitation LT			*sollicitation TL*		
	TTDF (°C)	énergie de palier ductile (J)		TTDF (°C)	énergie de palier ductile (J)	
		simulée	exp.		simulée	exp.
état de référence	-30	7,6	6,5	101	3,5	3,3
état vieilli à 400°C-5000h	4	6,5	6,4	124	3,3	3,1
état vieilli à 400°C-10000h	-3	5,6	5,2	129	3,0	2,9
état vieilli à 500°C-5000h	-44	6,0	6,6	100	3,6	3,6
état vieilli à 500°C-10000h	-24	6,4	6,6	86	3,8	3,8
état vieilli à 600°C-5000h	-31	7,4	6,3	99	3,0	3,0
état vieilli à 600°C-10000h	-26	6,6	6,1	130	3,5	3,3

Courbes force-déplacement (f-d)

Les courbes f-d correspondant aux essais de résilience en sens LT réalisés aux températures d'essai de +20°C et de +325°C sont respectivement présentées sur la Figure III-55 et la Figure III-56. Les valeurs des forces F_{GY} et F_M définies dans le chapitre II sont reportées dans le Tableau III-12. La présence de paliers sur les courbes f-d à +20°C est typique du phénomène de bifurcation, qui sera discuté dans le chapitre suivant.

A l'état vieilli à 400°C pendant 10000 heures, pour les températures d'essai de +20°C et +325°C, les valeurs des forces F_{GY} et F_M sont proches des valeurs obtenues à l'état de référence, à l'exception de la valeur F_M qui est plus élevée de 3% à +20°C après vieillissement. A +325°C, sur l'état vieilli à 400°C pendant 10000 heures, on remarque cependant une diminution plus rapide de la charge avec le déplacement du pendule, ce qui traduit une plus faible résistance à la propagation de fissure par rapport à l'état de référence. L'aire sous la courbe f-d, qui correspond à l'énergie consommée pour rompre l'éprouvette, est réduite dans le cas de l'état vieilli à 400°C par rapport à l'état de référence. Cette observation est concordante avec la baisse de l'énergie de palier ductile mesurée après vieillissement à 400°C pendant 10000 heures.

D'après la Figure III-55, il semble que la nuance à l'état vieilli à 500°C pendant 10000 heures présenterait une résistance plus faible à la propagation de fissure. Cependant, l'allure atypique des courbes à cette température ne permet pas de comparer le comportement des quatre états matériau avec précision.

En accord avec les courbes d'énergie à rupture, les courbes f-d semblent confirmer qu'il n'y a pas eu d'évolution du comportement de la nuance J27 après vieillissement thermique à 600°C pendant 10000 heures.

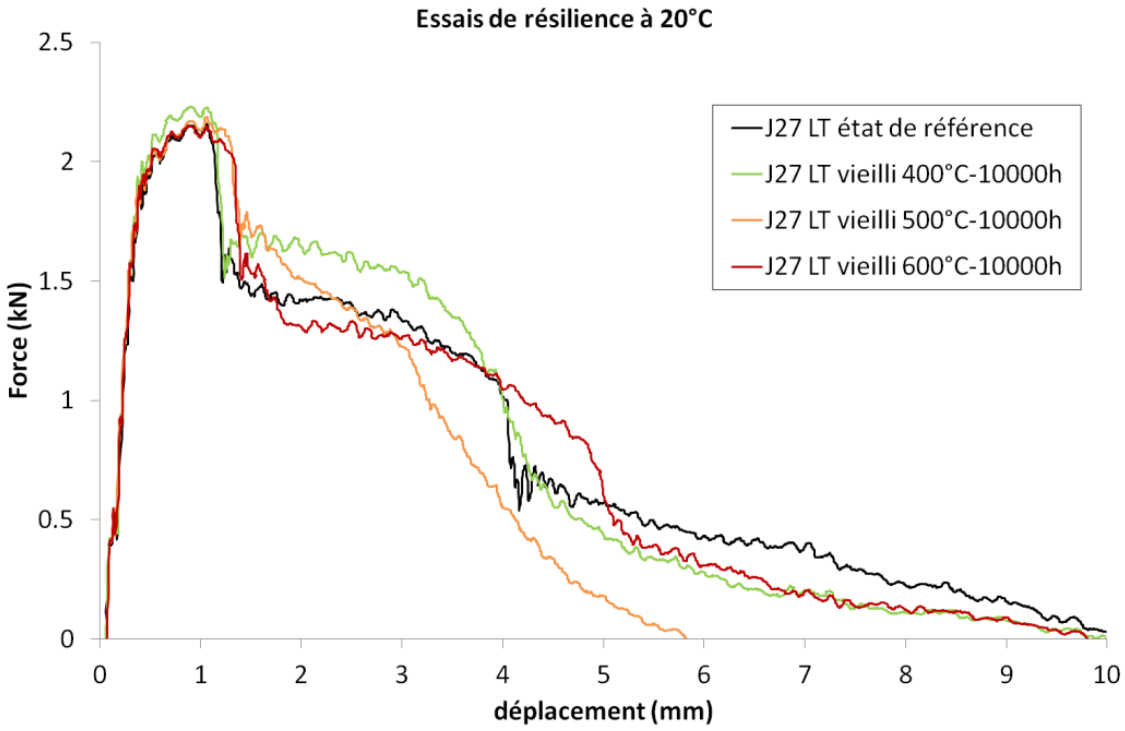


Figure III-55 : Courbes force-déplacement enregistrées lors des essais de résilience à +20°C sur la nuance J27, à l'état de référence et aux états vieillis à 400°C, 500°C et 600°C pendant 10000 heures, en sollicitation LT.

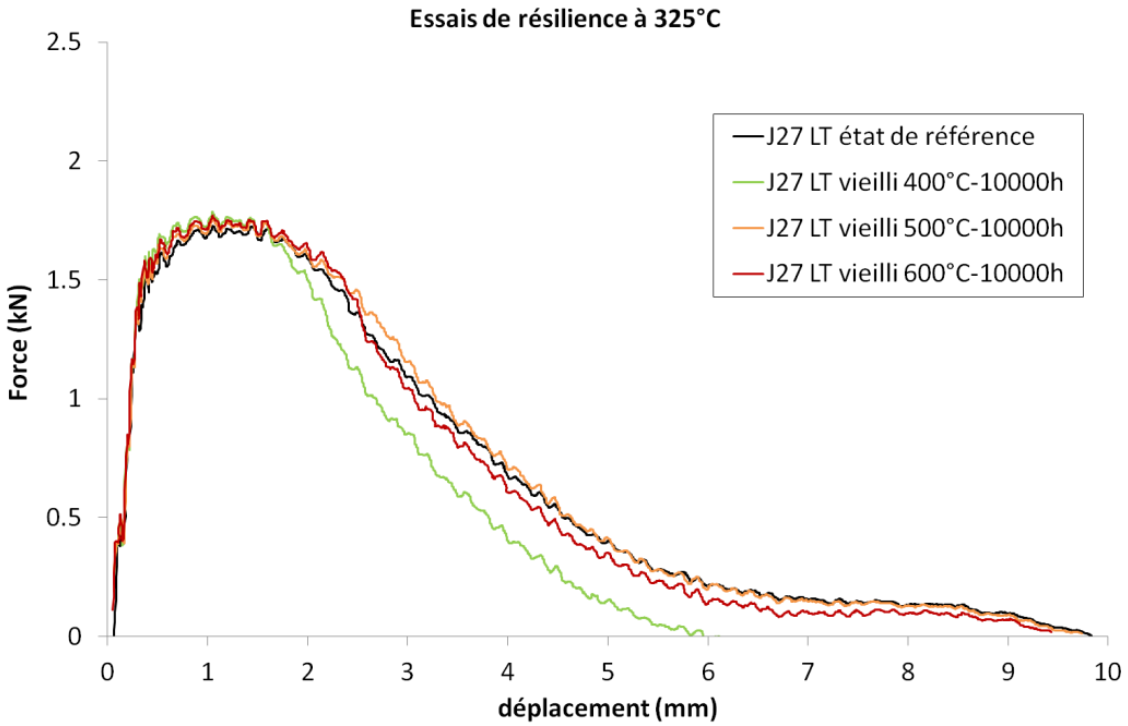


Figure III-56 : Courbes force-déplacement enregistrées lors des essais de résilience à +325°C sur la nuance J27, à l'état de référence et aux états vieillis à 400°C, 500°C et 600°C pendant 10000 heures, en sollicitation LT.

Tableau III-12 : Valeurs des forces F_{GY} et F_M mesurées sur les courbes force-déplacement de la nuance J27, à l'état de référence et aux états vieillis à 400°C, 500°C et 600°C pendant 5000 heures, en sollicitation LT à +20°C et 325°C.

sollicitation LT	F_{GY} (kN) à T = +20°C	F_M (kN) à T = +20°C	F_{GY} (kN) à T = +325°C	F_M (kN) à T = +325°C
état de référence	2,04	2,17	1,50	1,73
état vieilli à 400°C-10000h	2,05	2,23	1,55	1,78
état vieilli à 500°C-10000h	2,02	2,18	1,56	1,75
état vieilli à 600°C-10000h	2,03	2,15	1,55	1,76

Courbes de l'énergie à l'amorçage de la rupture brutale

Les courbes de l'énergie à l'amorçage présentées sur la Figure III-57 correspondent aux essais réalisés en sollicitation LT. Les énergies à l'amorçage de la rupture brutale des états vieillis à 400°C et 600°C pendant 10000 heures semblent être plus faibles que celles mesurées sur l'état de référence. Cette observation est en accord avec l'augmentation de la TTDF observée à 400°C, mais une telle augmentation n'a pas été mise en évidence pour l'état vieilli à 600°C. En ce qui concerne l'état vieilli à 500°C pendant 10000 heures, la stabilité de l'énergie à l'amorçage par rapport à l'état de référence est en accord avec la stabilité de la TTDF.

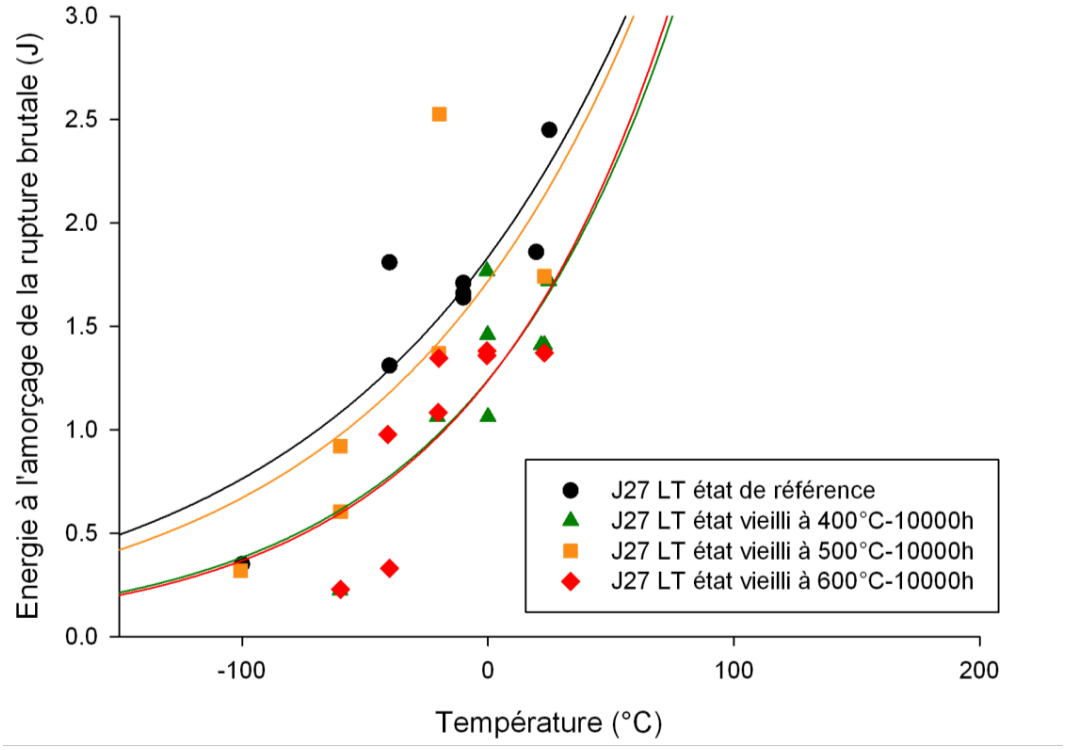


Figure III-57 : Evolution de l'énergie à l'amorçage de la rupture brutale de la nuance J27 à l'état de référence et aux états vieillis à 400°C, 500°C et 600°C pendant 10000 heures en sollicitation LT.

Fractographie

La Figure III-58 et la Figure III-59 présentent les faciès de rupture observés à l'échelle macroscopique de la nuance J27, respectivement sollicitée suivant le sens LT et le sens TL, à l'état de référence et aux états vieillis à 400°C, 500°C et 600°C pendant 5000 heures. Les faciès de rupture obtenus pour une durée de vieillissement de 10000 heures sont similaires à ceux obtenus pour une durée de 5000 heures, les fractographies correspondantes ne sont donc pas rapportées. A cette échelle d'observation, aucune modification significative de la morphologie des faciès n'est observée suite aux vieillissements thermiques réalisés. Les éprouvettes rompues à +25°C en sens LT présentent la morphologie typique du phénomène de bifurcation, même celle qui correspond à l'état vieilli à 500°C, alors que la dispersion en énergies est faible en zone de transition ductile-fragile pour cet état vieilli (Figure III-53). Cependant, contrairement aux autres états de vieillissement, l'éprouvette correspondant à l'état vieilli à 600°C et testée à +25°C présente une fissure de délaminage plutôt qu'une bifurcation. Dans le cas de la sollicitation TL, la surface blanche ou brillante observée sur les faciès de rupture et caractéristique d'une rupture brutale, présente la même taille pour tous les états de vieillissement pour une température d'essai donnée.

Les fractographies des faciès de rupture de la nuance J27 sollicitée en sens LT à -40°C et à +325°C sont respectivement présentées sur la Figure III-60 et sur la Figure III-61. De même, à l'échelle microscopique, aucune différence significative entre les faciès de rupture n'est observée entre l'état de référence et les états vieillis à 400°C, 500°C et 600°C pendant 5000 heures. A -40°C les faciès de rupture présentent tous des zones de clivage, et à +325°C le mécanisme de rupture est de type ductile à cupules pour tous les états de vieillissement thermique.

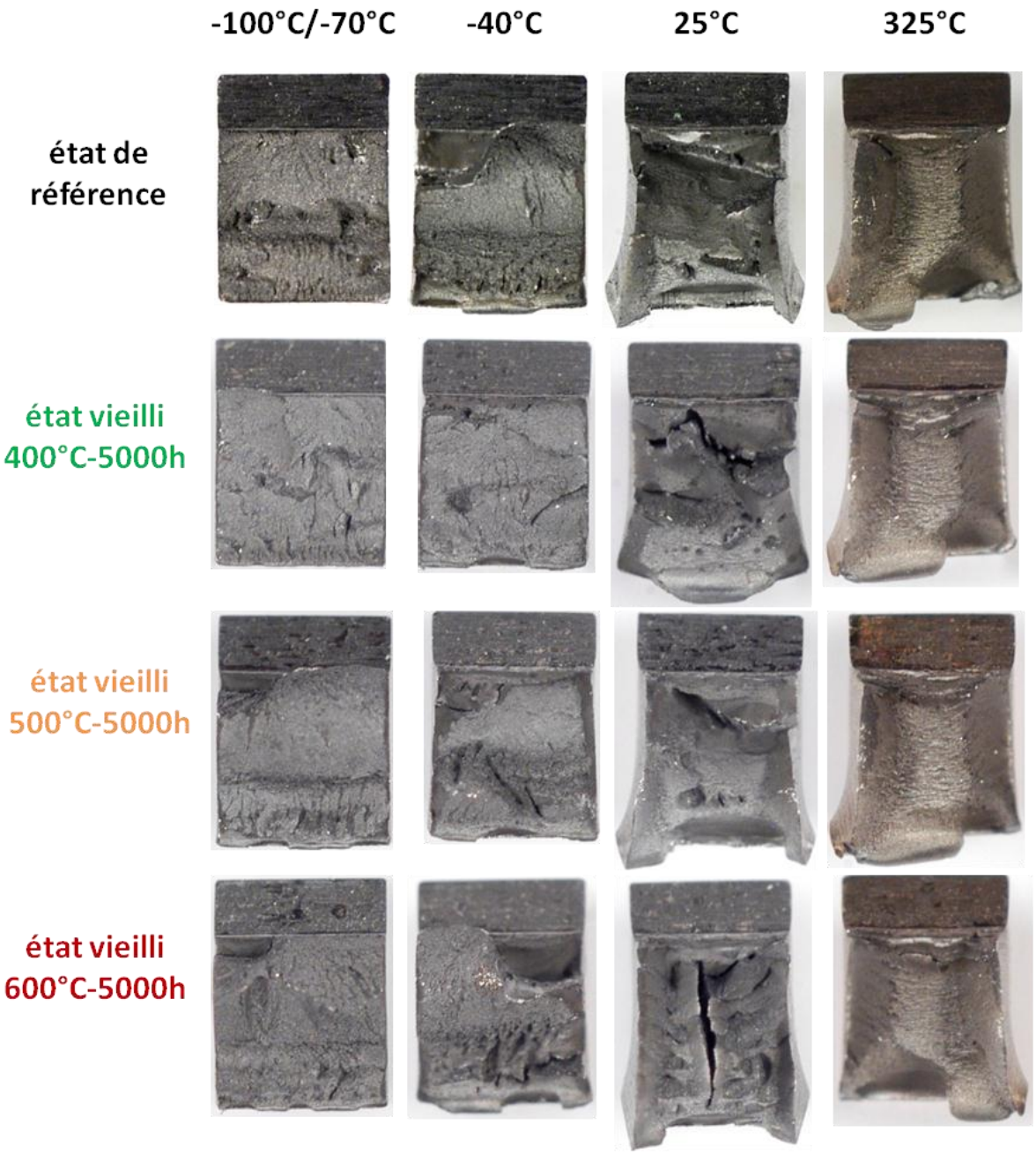


Figure III-58 : Faciès de rupture de la nuance J27 à l'échelle macroscopique, avant et après vieillissement thermique à 400°C, 500°C et 600°C pendant 5000 heures, suivant la direction de sollicitation LT.

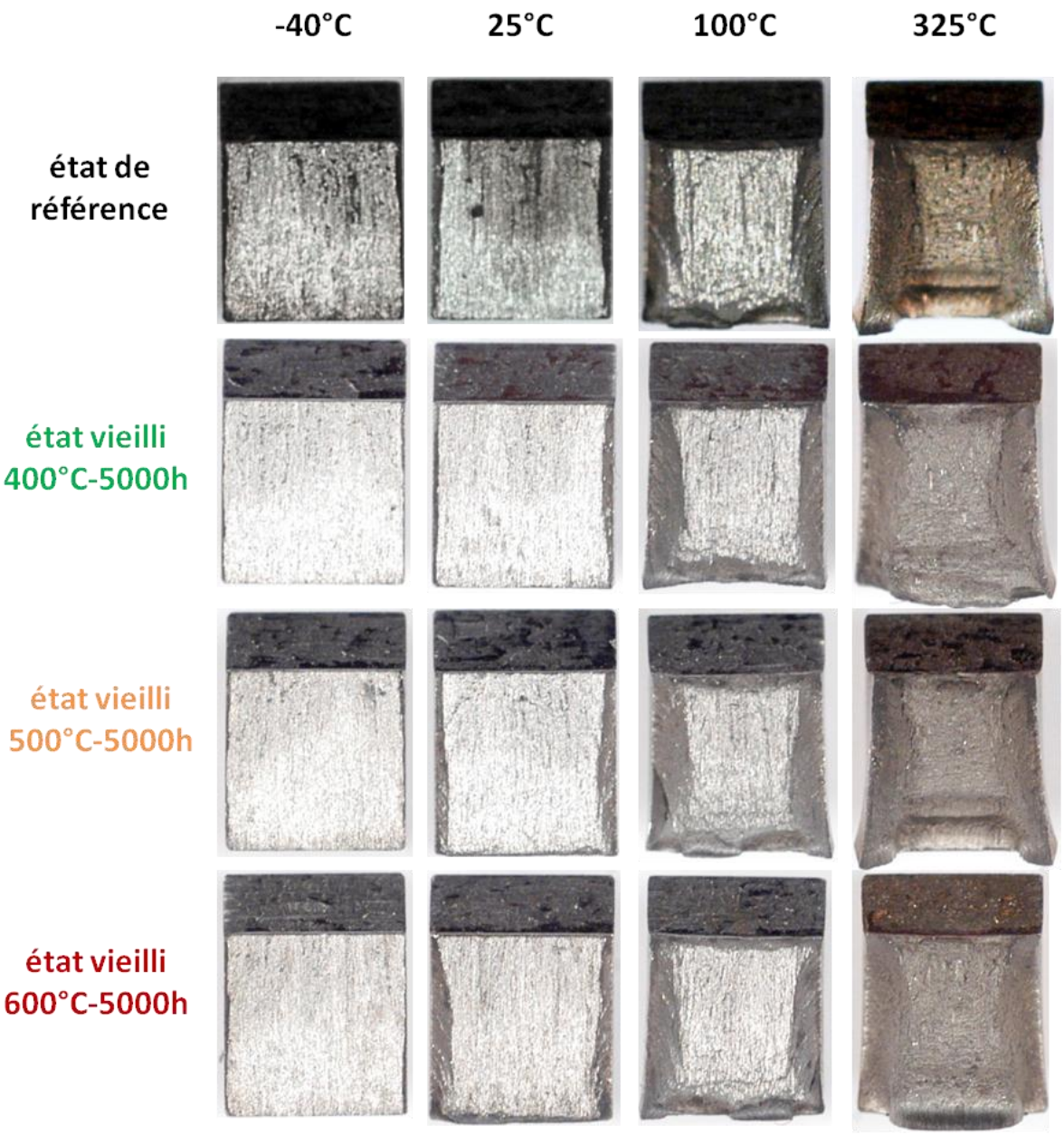


Figure III-59 : Faciès de rupture de la nuance J27 à l'échelle macroscopique, avant et après vieillissement thermique à 400°C, 500°C et 600°C pendant 5000 heures, suivant la direction de sollicitation TL.

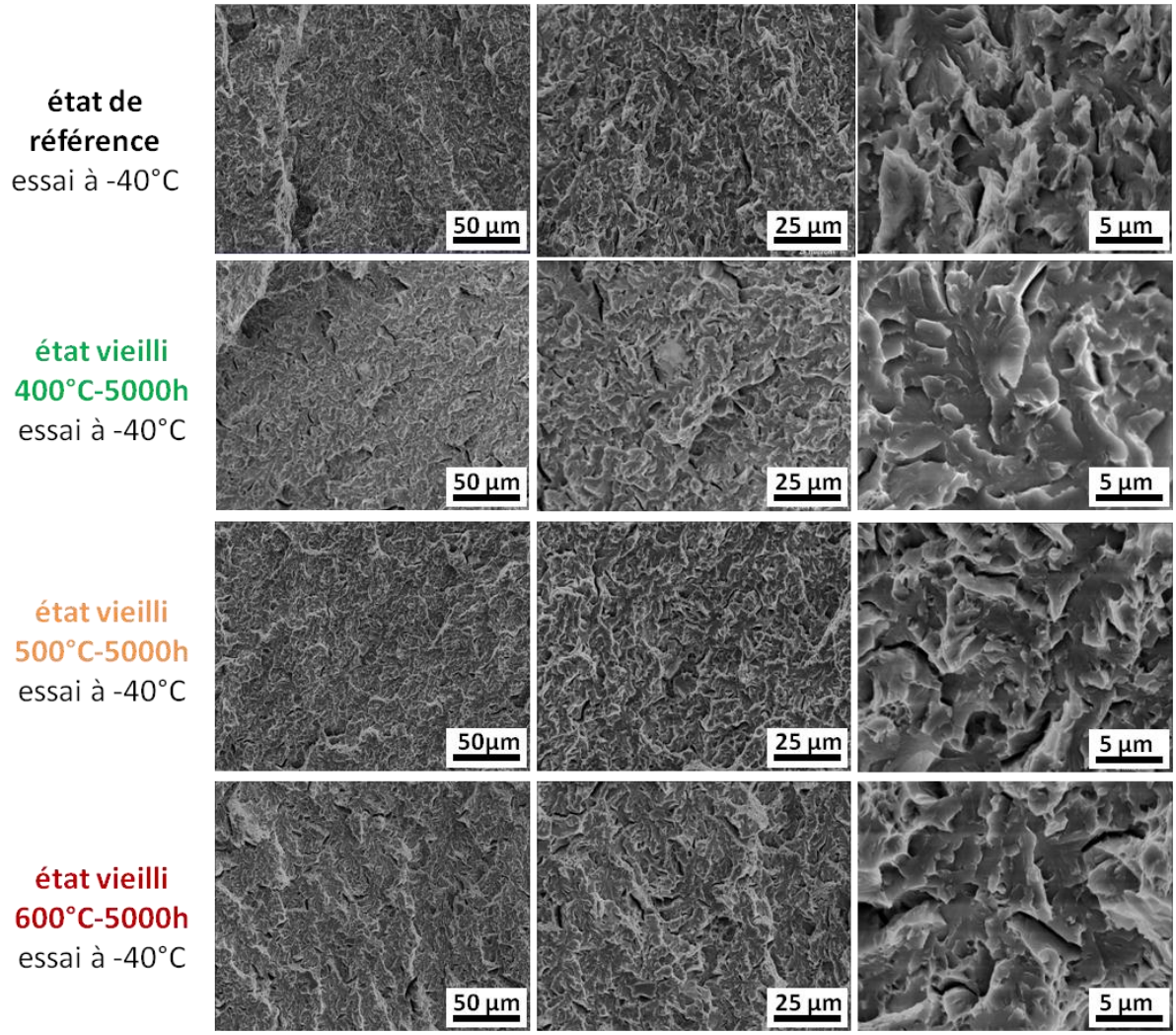


Figure III-60 : Faciès de rupture de la nuance J27 à l'échelle microscopique, avant et après vieillissement thermique à 400°C, 500°C et 600°C pendant 5000 heures, suivant la direction de sollicitation LT à -40°C.

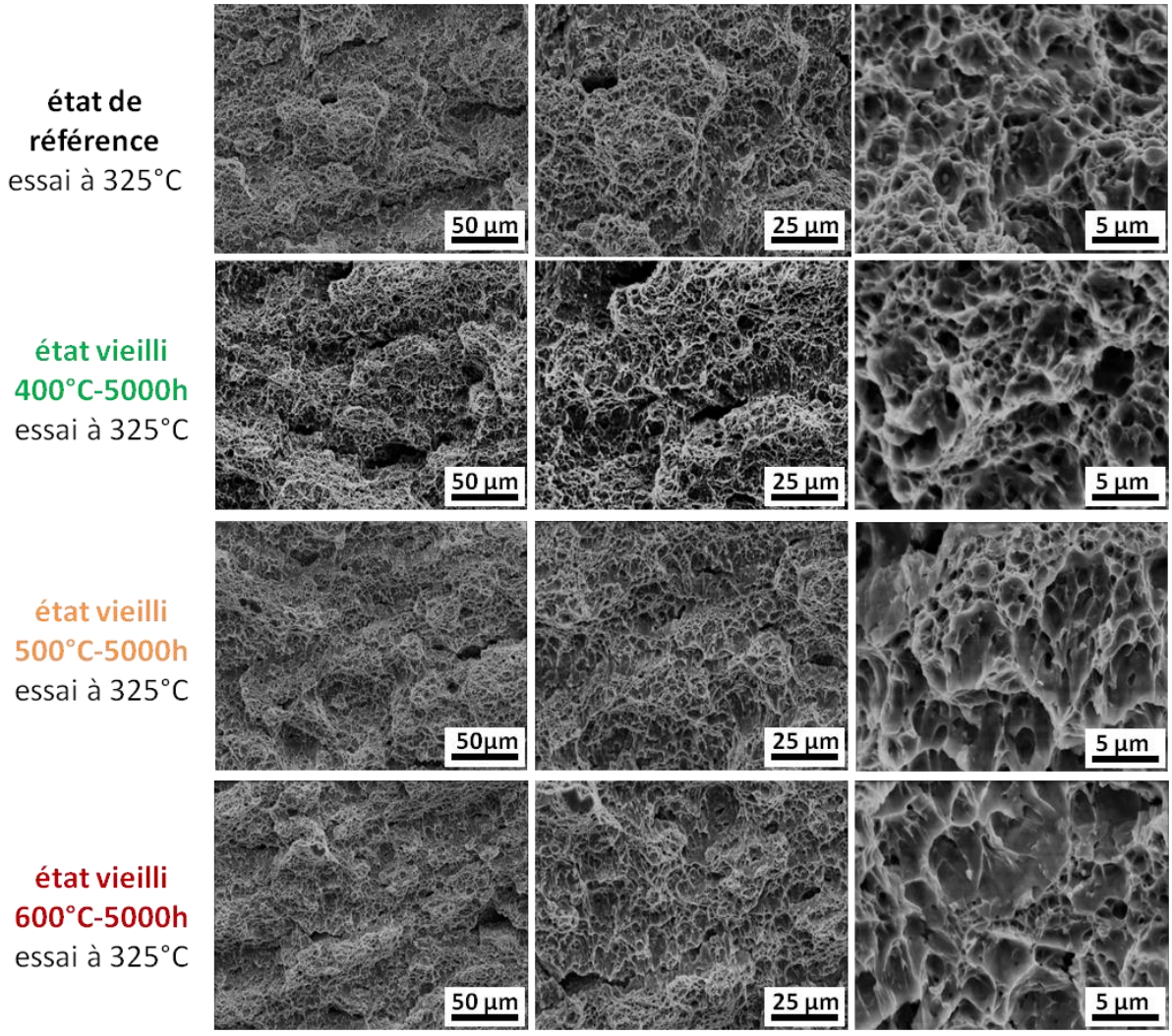


Figure III-61 : Faciès de rupture de la nuance J27 à l'échelle microscopique, avant et après vieillissement thermique à 400°C, 500°C et 600°C pendant 5000 heures, suivant la direction de sollicitation LT à 325°C.

Conclusions concernant l'effet du vieillissement sur le comportement mécanique

Un léger décalage de la TTDF vers les températures élevées et une diminution de l'énergie du palier ductile ont été observés sur la nuance J27 après vieillissement à 400°C pendant 5000 et 10000 heures. Cependant, ces évolutions ne s'accompagnent pas d'une augmentation de la limite d'élasticité ni d'une réduction de l'allongement à rupture. De plus, les observations fractographiques n'ont pas montré de modification morphologique des faciès de rupture, ce qui laisse supposer l'absence de modification des mécanismes de rupture. S'il y a eu une évolution de la microstructure au cours du vieillissement à 400°C, ses effets sur le comportement mécanique de la nuance J27 sont donc limités. D'après l'étude bibliographique, le décalage de la TTDF et l'abaissement du palier ductile peuvent être la conséquence de l'apparition de phases σ, χ, Laves ou α'. Or, à la température de 400°C, seule la phase α' serait stable d'après cette étude, la présence de phases α' est donc la piste privilégiée.

En ce qui concerne les effets du vieillissement thermique à 500°C, la principale évolution concerne la réduction de la dispersion en énergie à rupture en zone de transition ductile fragile. Cependant, l'étude bibliographique ne permet pas de proposer une hypothèse sur l'évolution

microstructurale qui a pu se produire lors du vieillissement à 500°C, et qui pourrait expliquer cette observation.

Le vieillissement thermique à 600°C est le seul qui n'a eu aucun effet significatif sur le comportement en traction et à l'impact de la nuance J27. Or, c'est pourtant à cette température que les évolutions microstructurales étaient le plus attendues, comme l'apparition des phases χ ou des phases de Laves, d'après une fois encore l'étude bibliographique. On notera toutefois un décalage de la courbe en énergie à l'amorçage vers les températures élevées, qui pourrait alors traduire la présence d'un mécanisme d'endommagement ou d'une entité microstructurale différente contrôlant l'apparition de la rupture brutale. Dans ce cas, le fait que la TTDF soit restée stable lors du vieillissement à 600°C pourrait alors être dû à un mécanisme compensateur.

c. Microdureté

Des mesures de microdureté ont été effectuées à tous les stades de vieillissement de la nuance J27. Huit points de mesures ont été réalisés sur chaque état matériau en utilisant une charge de 0,1 kg. La valeur de dureté moyenne et l'écart-type obtenu pour chaque état matériau sont reportés dans le Tableau III-13.

D'après ces résultats, une légère augmentation de dureté de 4% semble apparaître après vieillissement à 400°C pendant 5000 et 10000 heures. Le vieillissement thermique à 600°C pendant 10000 heures semble avoir eu pour effet de diminuer la dureté de la nuance de 5%.

La faible augmentation de dureté après vieillissement à 400°C est en accord avec le décalage de la TTDF vers les températures élevées et avec l'augmentation de la valeur F_m sur les courbes f-d, et également avec l'hypothèse de la présence de la phase α' d'après l'étude bibliographique. Cependant, on aurait dû également observer une augmentation de la limite d'élasticité. Quant à la diminution de la dureté après vieillissement à 600°C pendant 10000 heures, cela pourrait être en accord avec la migration des éléments d'alliage vers des phases de Laves, des carbures ou des intermétalliques de type σ ou χ. En effet, l'étude précédente sur le vieillissement thermique de la nuance J03 à 18%Cr a montré une diminution de la dureté de la matrice suite à la diffusion du tungstène vers les phases σ. Par contre, les essais de traction n'ont pas mis en évidence de diminution de la limite d'élasticité dans le cas de la nuance J27 vieillie à 600°C.

Tableau III-13 : Dureté moyenne obtenue pour la nuance J27 à l'état de référence et aux états vieillis à 400°C, 500°C et 600°C pendant 5000 et 10000 heures. La marge d'erreur donnée correspond à l'écart-type.

	dureté moyenne HV 0,1kg
état de référence	372,2 ± 5,8
état vieilli à 400°C-5000h	386,6 ± 3,9
état vieilli à 400°C-10000h	386,6 ± 2,7
état vieilli à 500°C-5000h	364,5 ± 3,6
état vieilli à 500°C-10000h	374,6 ± 4,5
état vieilli à 600°C-5000h	366,0 ± 4,9
état vieilli à 600°C-10000h	354,6 ± 4,8

d. Microsonde de Castaing

Des analyses chimiques ont été réalisées à la microsonde de Castaing. Les cartographies des éléments Fe, Cr, W et C à l'état de référence et aux états vieillis à 400°C, 500°C et 600°C pendant 10000 heures sont présentées sur la Figure III-62. Ces cartographies ont été réalisées dans le but de repérer les éventuelles phases de Laves enrichies en W, les carbures enrichis en W et Cr, et les phases intermétalliques χ et σ également enrichies en Cr et W, citées dans l'étude bibliographique.

Ces cartographies montrent la présence de carbures à l'état de référence, et également après vieillissement à 400°C, 500°C et 600°C pendant 10000 heures. La densité des carbures semble cependant être plus importante après vieillissement à 500°C pendant 10000 heures, et ces carbures se sont enrichis en chrome. Un autre type de phase est apparu après vieillissement à 600°C pendant 10000 heures. Il s'agit d'une phase riche en W, probablement une phase de Laves de type Fe_2W. Ces cartographies montrent également que le matériau n'est pas homogène en W et Cr à l'état de référence et aux états vieillis à 400°C et 500°C pendant 10000 heures.

Des profils d'analyse ont ensuite été réalisés sur ces différentes phases pour déterminer leur composition chimique. A l'état de référence, d'après la Figure III-63, le profil d'analyse met en évidence la présence de carbures enrichis en chrome et en tungstène, leur stœchiométrie est probablement du type $M_{23}C_6$, carbures déjà rencontrés dans la nuance J03 à 18%Cr.

A l'état vieilli à 600°C pendant 10000 heures, les deux profils de la Figure III-64 situés entre les distances de 0 et 30 µm présentent des élévations locales de la teneur en W, associées à une chute de la teneur en Fe. La variation de la teneur en chrome au niveau de ces précipités n'est pas significative. La quantification n'est pas précise du fait de la petite taille des particules, inférieure au micromètre, par rapport à la taille de la poire d'interaction du faisceau qui est proche de 1 μm^3. Cependant, cette quantification tend à confirmer la présence de phases de Laves de type Fe_2W. Les deux filiations suivantes concernent des carbures enrichis en Cr et W similaires à ceux observés dans la nuance à l'état de référence, la composition chimique de ces carbures est également imprécise.

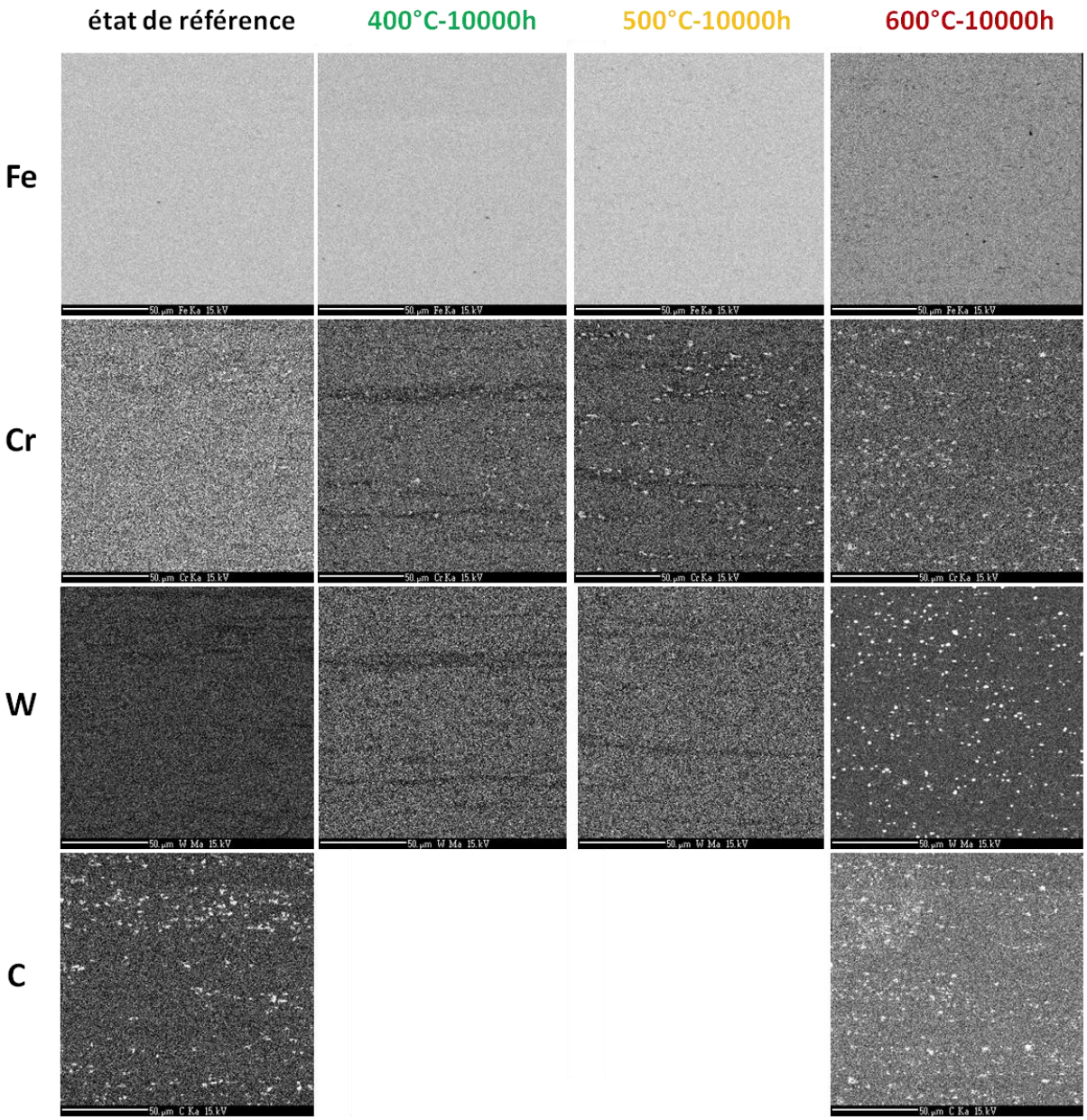


Figure III-62 : Cartographies des éléments chimiques Fe, Cr, W et C obtenues à la microsonde de Castaing pour la nuance J27 avant et après vieillissement thermique à 400°C, 500°C et 600°C pendant 10000 heures.

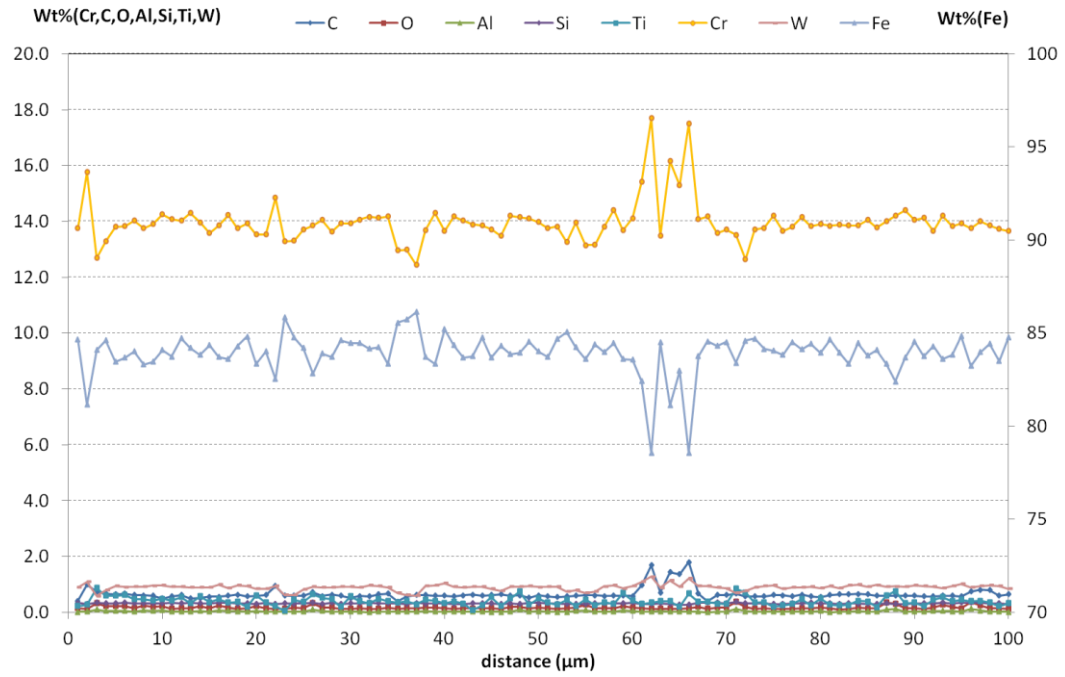


Figure III-63 : Profil d'analyse réalisé sur la nuance J27 à l'état de référence.

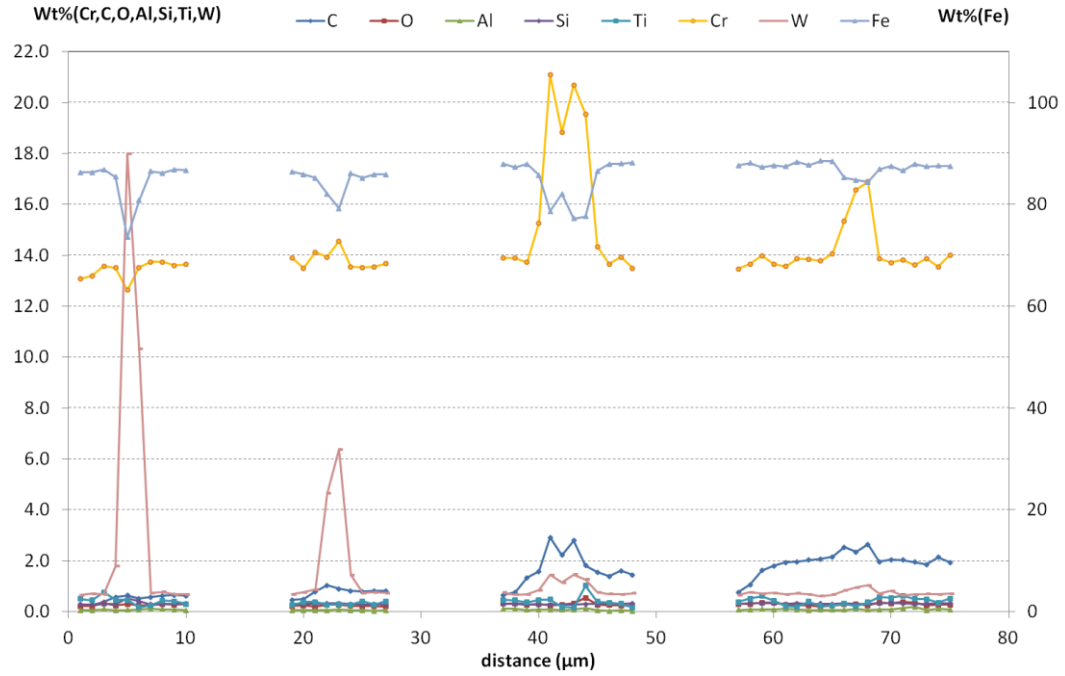


Figure III-64 : Profil d'analyse réalisé sur la nuance J27 à l'état vieilli à 600°C pendant 10000 heures. Les composés quantifiés entre les distances de 0 et 30 µm sont des phases de Laves Fe_2W, et ceux entre 30 et 80 µm sont des carbures de Cr, probablement de type $M_{23}C_6$.

Les résultats des analyses microstructurales sur les états vieillis à 500°C et 600°C pendant 10000 heures sont surprenants. En effet, aucune conséquence significative liée à l'augmentation de la densité de carbures ou à la présence des phases de Laves n'est observée sur la réponse des essais mécaniques. La baisse de dureté de la matrice est toutefois en accord avec la présence de phases de Laves après vieillissement à 600°C pendant 10000 heures, puisque le W en solution solide dans la matrice a migré pour participer à la formation de ces phases. De plus, la présence des phases de Laves pourrait être à l'origine du léger décalage de la courbe en énergie à l'amorçage de la rupture brutale. D'autre part, la présence de la phase χ n'a pas été mise en évidence dans cette nuance d'acier ODS à 14%Cr, contrairement aux résultats de Zakine et al. [Zakine-1996], de Whilshire et al. [Whilshire-2004] et de Steckmeyer et al. [Steckmeyer-2012]. D'après l'étude bibliographique, l'absence de la phase χ est probablement liée à la faible teneur en titane de la nuance J27.

Dans le cas de l'état vieilli à 500°C pendant 5000 heures, la réduction de la dispersion en énergies à rupture pourrait donc être liée à la présence de carbures, même si les éprouvettes présentent toujours un faciès de rupture avec bifurcation dans la zone de transition ductile fragile.

Enfin, à l'échelle du micromètre, ces analyses n'ont pas permis de mettre évidence la formation de nouvelles phases lors du vieillissement à 400°C. La présence de la phase α', dont la taille est de l'ordre de quelques nanomètres [Capdevila-2010], n'est alors pas exclue puisqu'elle n'aurait pas pu être détectée par cette technique du fait de sa petite taille. Les analyses microstructurales présentées ci-après concernent principalement la mise en évidence de cette phase α'.

e. Pouvoir thermoélectrique

Afin d'obtenir des indices sur la présence éventuelle de phases α', des mesures du pouvoir thermoélectrique (PTE) ont été réalisées sur la nuance J27 à l'état de référence et aux états vieillis à 400°C, 500°C et 600°C pendant 5000 et 10000 heures, car le PTE est particulièrement sensible à la population de défauts nanométriques, tels que les dislocations et les nano-précipités [Merlin-2005]. Les mesures ont été réalisées sur des demi-éprouvettes mini-Charpy rompues de manière fragile à basse température, en utilisant deux éprouvettes par état matériau et en réalisant une mesure sur chacune des faces des éprouvettes. Les résultats sont présentés sur la Figure III-65, les valeurs moyennes ont été calculées à partir des 8 mesures effectuées pour chaque état du matériau, et les barres d'erreur correspondent aux écarts-types.

Ces résultats montrent une forte élévation du PTE après vieillissement à 400°C pendant 5000 et 10000 heures. Ces données constituent donc la première preuve qui tend à confirmer la présence de la phase α' dans la nuance J27 après vieillissement à 400°C. En effet, la corrélation entre la présence de la phase α' et l'augmentation de la valeur du PTE a été montrée par Capdevila et al. [Capdevila-2012].

La valeur du PTE a légèrement augmenté après vieillissement à 500°C pendant 5000 et 10000 heures, éventuellement en lien avec la présence des carbures $M_{23}C_6$, mais aucune évolution n'a été observée sur l'état vieilli à 600°C malgré la présence des phases de Laves et des carbures $M_{23}C_6$. Plusieurs hypothèses sont proposées : soit les effets des différents précipités sont compensés par une diminution de la densité de dislocations lors du vieillissement thermique, soit les précipités sont trop gros ou incohérents avec la matrice ferritique et n'ont alors aucun effet sur la valeur du PTE [Merlin-2005]. La légère augmentation du PTE à l'état vieilli à 500°C

pourrait alors être due à une autre phase que les carbures, la présence de la phase α' à cette température n'est d'ailleurs pas exclue.

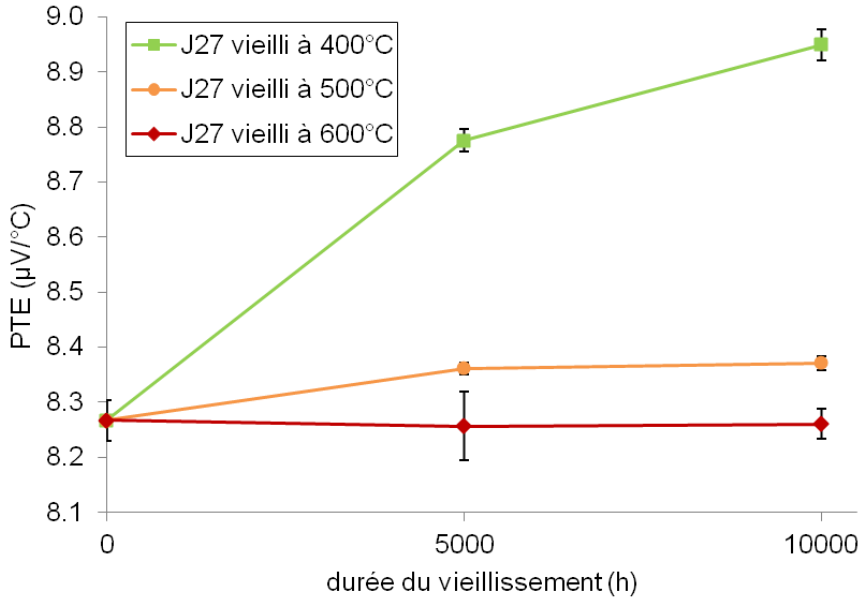


Figure III-65 : Evolution du pouvoir thermoélectrique (PTE) de la nuance J27 en fonction de la température et de la durée du vieillissement thermique. Les barres d'erreurs correspondent aux valeurs des écart-type.

f. Calorimétrie différentielle à balayage

Suite aux résultats des mesures de PTE, des expériences de calorimétrie différentielle à balayage (DSC) [Grenet-2010] ont été réalisées pour obtenir d'autres preuves de la présence de précipités α' après vieillissement à 400°C. Les éprouvettes utilisées sont celles qui ont servi à réaliser les mesures de PTE. Ces expériences consistent à réaliser un cycle de chauffage sur l'éprouvette de 10°C par minute entre 20°C et 800°C, suivi d'un cycle de refroidissement réalisé à la même vitesse de 10°C par minute. L'objectif est de mettre en évidence une remise en solution des précipités α' lors de la phase de chauffage. Les mesures ont été réalisées sur la nuance J27 à l'état de référence et aux états vieillis à 400°C, 500°C et 600°C pendant 5000 et 10000 heures. Les cycles de chauffage-refroidissement correspondant à la durée de vieillissement de 10000 heures sont présentés sur la Figure III-66.

Les cycles correspondant à l'état de référence et aux états vieillis à 500°C et 600°C pendant 10000 heures sont identiques. Ces mesures montrent tout d'abord que les carbures $M_{23}C_6$ et les phases de Laves sont stables dans la nuance J27 au moins jusqu'à la température de 800°C, puisqu'aucun pic endothermique qui pourrait être associé à la dissolution de ces phases n'est observé.

Sur la courbe de l'état vieilli à 400°C pendant 10000 heures, un pic endothermique apparaît vers 570°C lors du cycle de chauffage, traduisant la remise en solution de précipités. D'après le diagramme Fe-Cr de Williams [Williams-1958], la limite du domaine d'existence de la phase α' se situe vers 530°C. Le pic endothermique à 570°C peut donc correspondre à la remise en solution des phases α'. De plus, il n'y a pas de pic exothermique lors du cycle de refroidissement,

ce qui montre que les phases remises en solution à 570°C ne précipitent pas pour des temps relativement courts.

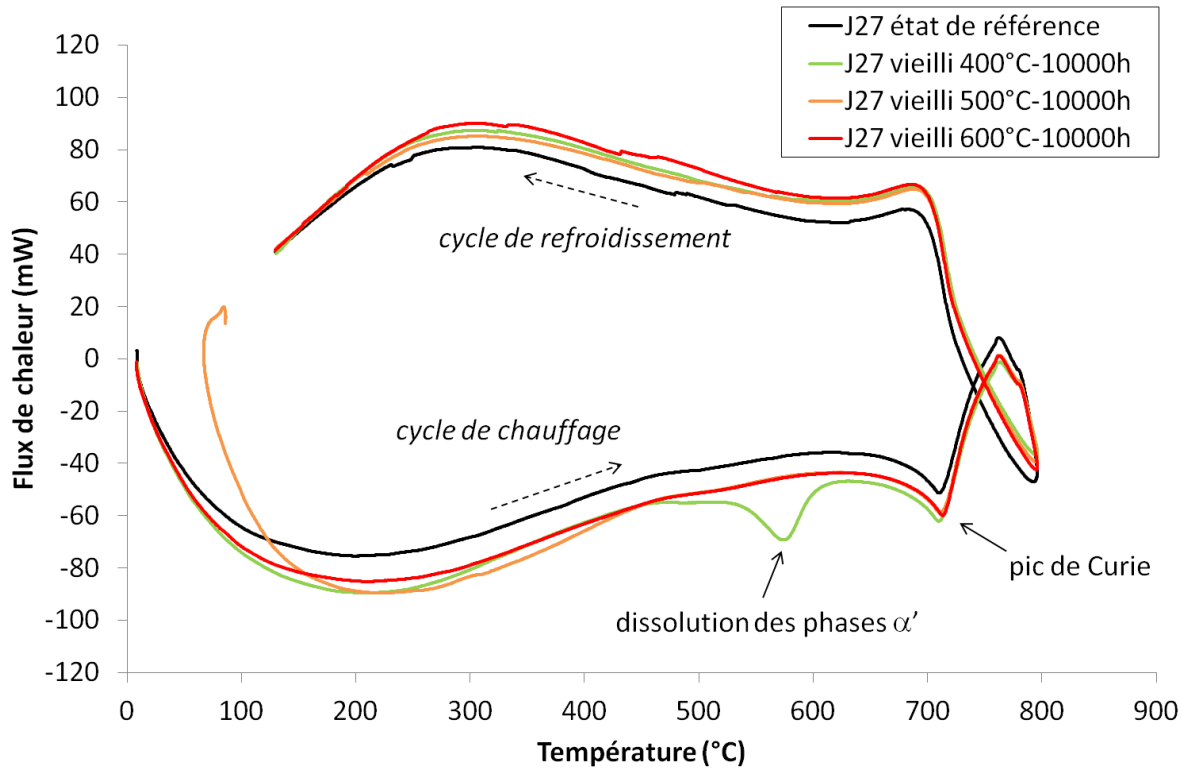


Figure III-66 : Cycles obtenus par calorimétrie différentielle pour la nuance J27 à l'état de réception et aux états vieillis à 400°C, 500°C et 600°C pendant 10000 heures. La vitesse de chauffage et de refroidissement est de 10°C/min. Le pic de Curie correspond à la transition ferro/paramagnétique de l'acier.

Suite à ces résultats, un cycle de chauffage – refroidissement a été réalisé sur l'état vieilli à 400°C pendant 5000 heures. Sur la Figure III-67, ce cycle est comparé à celui réalisé sur l'état vieilli à 400°C pendant 10000 heures. Le pic de dissolution situé vers 570°C est également présent à l'état vieilli à 400°C pendant 5000 heures. De plus, l'aire sous ce pic est plus petite à 5000 qu'à 10000 heures, ce qui montre que la fraction volumique des phases α' a augmenté entre les durées de 5000 et de 10000 heures, l'état de saturation de la matrice en phase α' n'était donc pas atteint après le vieillissement de 5000 heures.

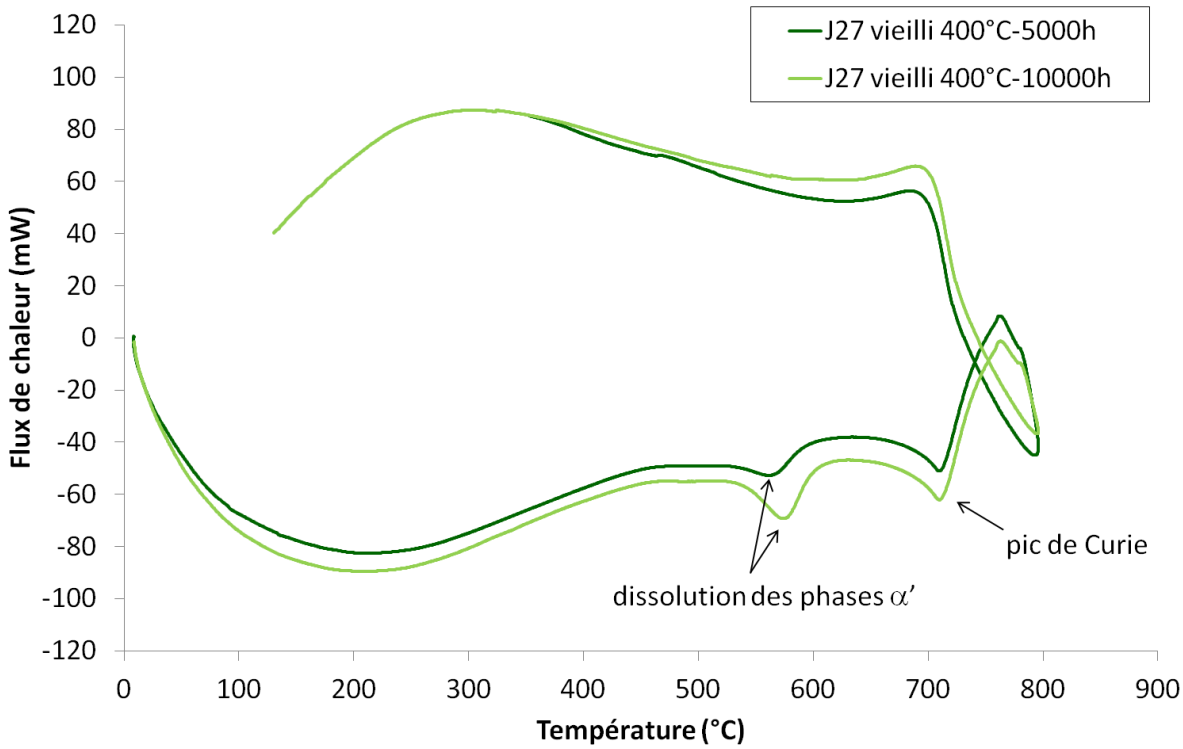


Figure III-67 : Cycles obtenues par calorimétrie différentielle pour la nuance J27 vieillie à 400°C pendant 5000 et 10000 heures. La vitesse de chauffage et de refroidissement est de 10°C/min.

g. Microscopie électronique en transmission

Les mesures de PTE et de calorimétrie suggèrent la formation de phases α' après vieillissement à 400°C pendant 5000 et 10000 heures. Des observations au microscope électronique en transmission (MET) (Figure III-68) ont donc été réalisées sur la nuance J27 vieillie à 400°C pendant 10000 heures pour confirmer la présence de ces phases α'. La technique d'imagerie filtrée (EFTEM, Energy Filtered TEM) a été utilisée, cette technique permet d'obtenir des cartographies chimiques du fer et du chrome en filtrant le faisceau d'électrons et en ne sélectionnant que les électrons dont l'énergie correspond à l'ionisation des couches M du fer et du chrome. Ces cartographies mettent en évidence la présence de précipités enrichis en chrome et appauvris en fer, d'une taille de l'ordre de 10 nm, ce qui correspond à la description des précipités α' rapportée par Ribis et Capdevila et al. [Ribis-2013, Capdevila-2008].

Par comparaison, les mêmes cartographies ont été réalisées sur la nuance J27 à l'état vieilli à 600°C pendant 10000 heures. Sur les cartographies de la Figure III-69, aucun enrichissement local en chrome n'est observé. Les particules localisées sur ces zones de faible teneur en fer et en chrome sont probablement des nanorenforts de type Y-Ti-O.

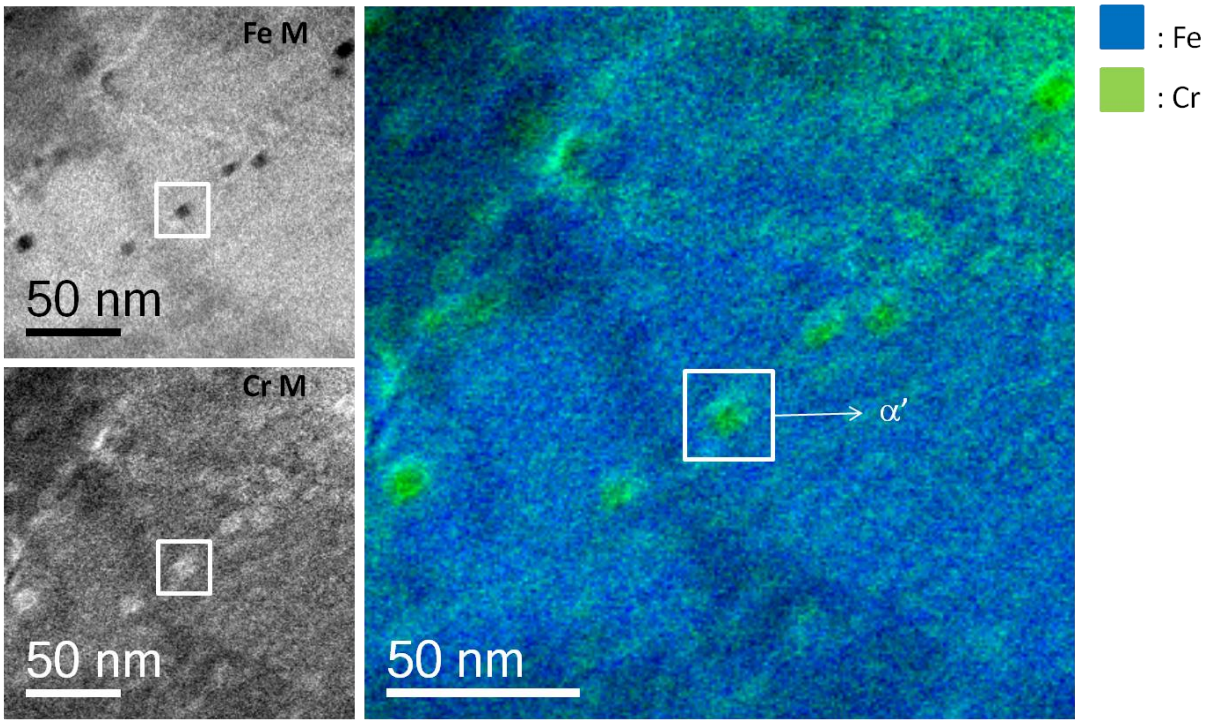


Figure III-68 : Cartographies des éléments Fe et Cr réalisées en EFTEM sur la nuance J27 vieillie à 400°C pendant 10000 heures. Les particules enrichies en Cr et appauvries en Fe sont des précipités α'.

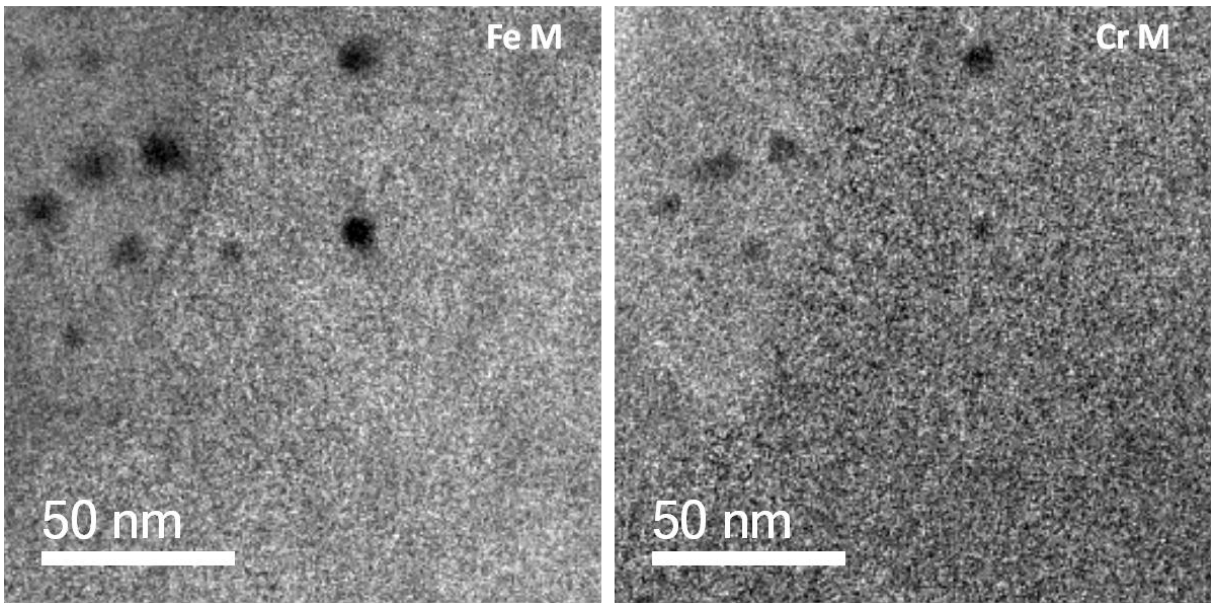


Figure III-69 : Cartographies des éléments Fe et Cr réalisées en EFTEM sur la nuance J27 vieillie à 600°C pendant 10000 heures. Les particules appauvries en Fe sont également appauvries en Cr, ces particules sont probablement des nanorenforts de type Y-Ti-O.

h. Conclusions de l'analyse microstructurale

L'analyse microstructurale a permis de construire le tableau des phases formées en fonction de la température de vieillissement thermique. Les résultats sont reportés dans le Tableau III-14. Par rapport au premier tableau proposé suite à l'étude bibliographique, il apparaît que les phases χ n'ont pas été observées. Les phases de Laves ont été mises en évidence mais seulement à 600°C, et la phase α' a été mise en évidence à 400°C mais pas à 500°C, pour des durées de vieillissement de 5000 et de 10000 heures. Les carbures $M_{23}C_6$ ont, quant à eux, été observés sur toute la plage de températures de vieillissement, conformément à ce qui était attendu.

Tableau III-14 : Phases observées dans la nuance J27 à l'état de référence et aux états vieillis à 400°C, 500°C et 600°C pendant 10000 heures.

Etat matériau	état de référence	vieilli 400°C-10000h	vieilli 500°C-10000h	vieilli 600°C-10000h
Phases observées dans la nuance J27	$M_{23}C_6$	$M_{23}C_6$ α'	$M_{23}C_6$	$M_{23}C_6$ Laves (λ)

i. Discussion

La phase α' a été observée sur la nuance J27 après vieillissement thermique à 400°C pendant 5000 et 10000 heures. La taille des particules α', de l'ordre de la dizaine de nanomètres, est similaire à celle des particules observées sur la nuance MA957 après irradiation à 412°C et 430°C par Ribis [Ribis-2013]. Concernant les essais de résilience, la présence de la phase α' semble être à l'origine de l'augmentation de la TTDF de +30°C et de la diminution de l'énergie de palier ductile de 15% après un vieillissement d'une durée 10000 heures. La fragilisation de la nuance J27 due à la présence de la phase α' apparaît cependant limitée par rapport aux résultats obtenus par Nichol et al. [Nichol-1980] et par Alamo et al. [Alamo-1990] concernant des aciers ferritiques conventionnels, où le décalage de la TTDF est supérieur à +100°C. On peut alors envisager que l'effet durcissant des particules α' soit négligeable par rapport à l'effet durcissant des nanorenforts, ou qu'il y ait un second mécanisme de précipitation qui entraîne un effet adoucissant.

Il est également intéressant de comparer nos résultats avec ceux de Capdevila et al. [Capdevila-2010] sur la nuance d'acier ODS à 18%Cr PM2000. Sur la nuance PM2000 vieillie à 475°C pendant 520 heures, Capdevila et al. ont en effet montré une forte augmentation de la limite d'élasticité et de la dureté suite à la formation des phases α'. La limite d'élasticité, proche de 750 MPa à l'état de référence, atteint 1100 MPa après vieillissement, et la dureté initialement proche de 270 HV_{1kg} atteint 400 HV_{1kg} après saturation en phases α'. Dans le cas de la nuance J27, de telles évolutions n'ont pas été mises en évidence, éventuellement à cause de la dureté déjà très élevée de la nuance J27 à l'état de référence, qui est de 370 $HV_{0,1kg}$. Cependant, notre étude n'a pas montré de saturation en phase α' après vieillissement à 400°C pendant 10000 heures, il est donc possible que la dureté de la nuance J27 augmente encore pour des durées plus longues. Les effets de la présence de la phase α' seront alors éventuellement plus marqués que ceux observés pour une durée de 10000 heures.

Des carbures de chrome, probablement de type $M_{23}C_6$, ont été repérés sur la nuance J27 à tous les stades de vieillissement. Ces carbures semblent être plus nombreux après vieillissement à

500°C pendant 10000 heures, mais sans que cela n'ait d'effet sur le comportement en traction. Sur les essais de résilience, seule une réduction de la dispersion en énergies en phase de transition ductile-fragile a été observée. En ce qui concerne le phénomène de bifurcation, la présence de ces carbures ne semble pas avoir éliminé le mécanisme mais il semble être moins consommateur en énergie. Dans ce cas également, il est possible que la population de carbures ne soit pas arrivée à saturation, et que le comportement à l'impact évolue pour des durées de vieillissement supérieures à 10000 heures.

Des phases de Laves ont été observées après vieillissement à 600°C pendant 10000 heures. La présence de ces phases a été mise en évidence uniquement à la microsonde de Castaing. La migration du tungstène vers les phases de Laves provoque un adoucissement de la matrice. Ces phases n'ont cependant eu aucun effet sur les propriétés en résilience et en traction de la nuance J27 pour une durée de vieillissement de 10000 heures, éventuellement à cause de la présence de carbures qui compense cet effet. Cependant, pour des durées plus longues, la population de phases de Laves pourrait croître et engendrer une dégradation de la résistance à l'impact de la nuance en termes de TTDF, comme le suggèrent Nichol et al. [Nichol-1980].

4. Conclusions

Contrairement à la nuance à 18%Cr J03, dont le comportement à l'impact est fortement dégradé à cause de la présence de phases σ après vieillissement à 600°C pendant 5000 heures, le comportement mécanique de la nuance à 14%Cr J27 n'a pas évolué de manière significative pour des températures de vieillissement comprises entre 400°C et 600°C, et ce même pour une durée de 10000 heures.

Des phases α', des carbures $M_{23}C_6$ et des phases de Laves Fe_2W ont toutefois été observés dans la nuance à 14%Cr après vieillissement thermique. Cependant, la phase α' observée après vieillissement à 400°C pendant 5000 et 10000 heures a un effet durcissant limité dans le cas de la nuance d'acier ODS J27 par rapport aux aciers inoxydables ferritiques conventionnels. Les carbures apparus après vieillissement à 500°C pendant 5000 et 10000 heures ont eu pour effet de limiter la dispersion en énergies à rupture observée sur les courbes de résilience par rapport à l'état de référence, sans pour autant faire disparaître le mécanisme de bifurcation. Quant aux phases de Laves, elles n'ont eu aucun effet notable sur les propriétés de traction et de résilience de cette nuance pour des durées de vieillissement de 5000 et 10000 heures à 600°C.

Cependant, les durées de fonctionnement des gaines attendues sont de l'ordre de 50000 heures. Il faudra donc prendre en compte les aspects cinétiques liés à la formation de ces différentes phases pour s'assurer qu'aucune dégradation significative ne survienne pour des durées supérieures à 10000 heures. Dans le cas de la nuance J27, les tendances observées dans le cadre de cette étude pourront être confirmées pour une durée de vieillissement de 30000 heures actuellement engagée. De plus, en ce qui concerne l'évolution de la population de phases α', des premières analyses ont été réalisées grâce à la technique de diffusion des neutrons aux petits angles (DNPA). Les valeurs de la fraction volumique de phases α' et la taille des précipités correspondants sont présentées dans le Tableau III-15, les courbes de l'intensité diffusée sont présentées dans l'Annexe 4. D'après ces mesures, il semblerait que la taille des précipités α', mesurée ici à environ 1,7 nm, soit restée stable entre les durées de vieillissement de 5000 et de 10000 heures, cette taille est inférieure à celle mesurée au MET. La fraction volumique de

précipités α' a, quant à elle, augmenté de 60% entre les durées de vieillissement de 5000 et de 10000 heures. On notera donc que l'augmentation de la fraction volumique de phases α' est liée à l'augmentation du nombre de précipités et non à leur croissance.

Enfin, grâce à ce type de mesure, il sera possible de corréler la fraction volumique des précipités α' avec les enthalpies de remise en solution qui pourront être mesurées à partir des courbes obtenues par calorimétrie différentielle à balayage présentées précédemment (Figure III-67). On pourra ainsi suivre plus facilement l'évolution de ces phases α' pour des durées de vieillissement plus longues, et être en mesure de proposer une estimation de leur population pour les durées indiquées par le cahier des charges.

Tableau III-15 : Rayon, écart-type et fraction volumique des précipités α' mis en évidence par la technique de DNPA sur la nuance J27 après vieillissement thermique à 400°C pendant 5000 et 10000 heures

État matériau	Rayon (nm)	Écart-type	Fraction volumique (%)
Vieilli à 400°C–5000h	1,7	0,4	1,3
Vieilli à 400°C–10000h	1,8	0,4	2,1

CHAPITRE IV.
Etude des mécanismes de rupture sur des nuances d'acier ODS à 14%Cr

Dans les chapitres précédents, un mécanisme de bifurcation a pu être observé sur les faciès de rupture de plusieurs nuances d'acier ODS testées en résilience suivant la direction de sollicitation LT, et ce même après vieillissement thermique. Ce mécanisme, qui correspond à un changement de plan de propagation de la fissure principale lors des essais mécaniques, semble être à l'origine de la dispersion des mesures et notamment des valeurs élevées de l'énergie dissipée lorsque le matériau dans la zone de transition ductile-fragile. Cela a pour effet de fausser le tracé des courbes modèles avec une méthode usuelle (équation II.1), en particulier pour la représentation du palier ductile. Il s'agit donc d'étudier ce mécanisme pour pouvoir proposer un nouveau critère de comparaison, qui permettrait alors de s'affranchir des effets de bifurcation. Ce chapitre présente donc dans un premier temps une étude bibliographique sur les mécanismes de bifurcation observés dans différents matériaux filés ou laminés, puis nous exposerons les résultats obtenus dans le cadre de notre étude sur les nuances d'acier ODS contenant 14%Cr. Notre étude se focalise en effet sur les nuances à 14%Cr car elles présentent une meilleure résistance que la nuance à 18%Cr au vieillissement thermique.

A basse température, lorsque le matériau rompt de manière fragile, les observations à l'échelle microscopique présentées dans le chapitre II mettent en évidence une différence significative entre la taille des grains observés au MET et la taille des facettes de clivage, ces dernières étant jusqu'à 20 fois plus grandes que la taille des grains réels. Afin de modéliser à termes l'apparition de la rupture fragile, nous devons tout d'abord identifier les micro-mécanismes associés à ce type de rupture. Ce chapitre présente donc, dans une deuxième partie, une étude bibliographique suivie des résultats obtenus sur l'identification des micro-mécanismes de clivage dans le cas de nuances d'acier ODS à 14%Cr. Il s'agira entre autres d'apporter des éléments de réponse sur le rôle des nano-renforts lors de la rupture par clivage, et d'expliquer la différence entre la taille des facettes et celle des grains.

Les travaux menés sur le thème de la modélisation seront présentés dans le chapitre suivant.

1. Etude du mécanisme de bifurcation

a. Etude bibliographique

Bifurcation concernant les alliages de tungstène

Rieth et al. [Rieth-2010] ont observé le phénomène de bifurcation pour des alliages de tungstène laminés à un taux de réduction de 90% et testés en résilience. La microstructure de ces alliages est constituée de grains allongés suivant l'axe de filage. Sur le schéma de la Figure IV-1, Rieth et al. [Rieth-2010] expliquent l'apparition de la bifurcation par la combinaison de la forme allongée des grains et de l'application d'une contrainte normale à ces grains allongés.

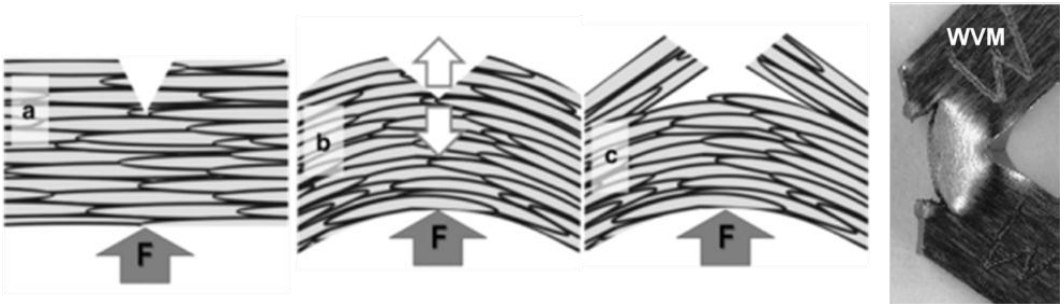


Figure IV-1 : a), b), c) Schématisation du mécanisme de bifurcation de fissure associé à la forme allongée des grains et à la présence d'une contrainte normale à ces grains, et d) vue de profil d'un faciès de rupture obtenu pour un alliage de tungstène laminé [Rieth-2010].

Bifurcation de fissures observée sur les matériaux stratifiés

Le phénomène de bifurcation est surtout rencontré dans le cas de matériaux composites ou stratifiés, qui sont analogues aux matériaux texturés obtenus par filage à chaud ou laminage. Par exemple, Pozuelo et al. [Pozuelo-2006] ont mis en évidence ce mécanisme de rupture dans le cas d'un acier stratifié testé en flexion trois points. La courbe contrainte-déformation, dont l'allure est identique à celle de la courbe force-déplacement, et le faciès de rupture correspondant à cet essai sont présentés sur la Figure IV-2. Il faut noter la présence d'un palier après la première chute de charge qui n'est pas explicitée dans la Norme associée aux essais Charpy instrumentés [Norme-2001]. Pozuelo et al. [Pozuelo-2006] attribuent la présence de ce palier à l'occurrence d'une rupture par bifurcation. D'après ces auteurs, la longueur du palier est liée à la ductilité des différentes strates du matériau testé. L'amorçage d'une fissure dans la couche suivante est alors d'autant plus difficile que la ductilité de la couche est grande. Dans le cas de ce matériau stratifié, deux bifurcations sont apparues successivement. Sur le faciès de rupture de la Figure IV-2, ces deux bifurcations sont matérialisées par la présence de deux languettes de matière. Sur la courbe f-d, la formation de ces deux languettes se traduit par la présence de deux paliers à charge constante. D'après Pozuelo et al. [Pozuelo-2006], plus le nombre de bifurcations est important et plus l'énergie consommée est grande, d'où l'importance du contrôle de la bifurcation pour optimiser la résistance à la propagation de fissure suivant l'axe perpendiculaire à la direction de laminage.

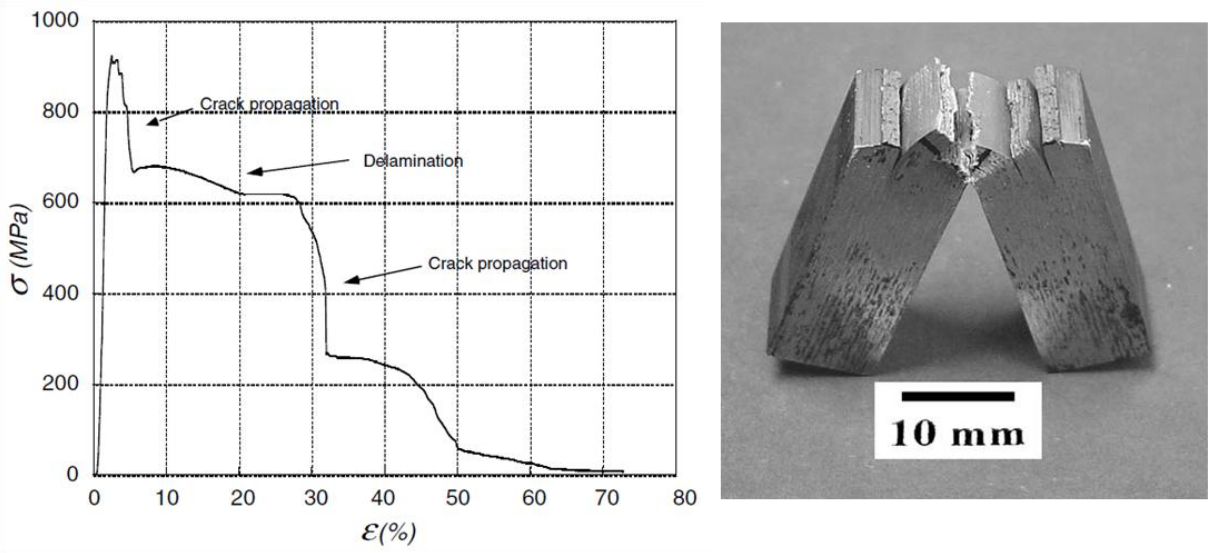


Figure IV-2 : Courbe contrainte – déformation et faciès de rupture avec deux bifurcations obtenus pour un acier stratifié et laminé testé en flexion 3 points [Pozuelo-2006].

Bifurcation et délaminage des aciers conventionnels

La nuance testée en résilience par Bramfitt et Marder [Bramfitt-1977] est un acier bas carbone de composition Fe-1%Mn, chauffé entre 1100°C et 1250°C pendant 2 heures puis laminé en dix passes, et recuit à 360°C. La texture cristallographique résultante est caractérisée par une orientation préférentielle de la direction cristallographique <111> suivant l'axe de laminage L. La Figure IV-3c met en évidence la forme allongée des grains dans la direction de laminage. D'après ces auteurs, dans le cas de nuances d'aciers ayant subi une étape de laminage, les fissures se forment préférentiellement dans le plan de laminage L-T, comme le montre la Figure IV-3b, et ceci quelle que soit la direction de sollicitation. Dans le cas des configurations B (LT) et C (L45°), les faciès de rupture présentent des fissures de délaminage, alors que dans le cas de la configuration A (LS), on observe une rupture de type bifurcation. Les directions de sollicitation L45° et LS font toutes deux référence à un prélèvement selon l'axe longitudinal, et l'entaille est tournée de 45° par rapport au plan de laminage pour le cas L45°, et orientée dans la direction S pour le sens LS. La nature des fissures observées, délaminage ou bifurcation, est donc déterminée par l'orientation du plan de laminage par rapport à la direction de sollicitation.

D'après Bramfitt et Marder [Bramfitt-1977], le principal élément microstructural qui favorise la présence des fissures de délaminage ou de bifurcation est le facteur de forme des grains. D'après ces auteurs, les fissures de délaminage se propagent préférentiellement le long des joints de grains de forme allongée. Les carbures, les inclusions et la texture cristallographique n'ont alors que peu d'influence sur la création ou la propagation de ces fissures. Sur la coupe d'un faciès de rupture présentée sur la Figure IV-4, ces auteurs ont mis en évidence des zones de striction localisées entre chaque fissure de délaminage. Par contre, ces auteurs rapportent qu'aucune facette de clivage n'a été observée à l'intérieur de ces fissures. D'après la Figure IV-5, le mécanisme de rupture identifié et associé à ces fissures est alors de type intergranulaire.

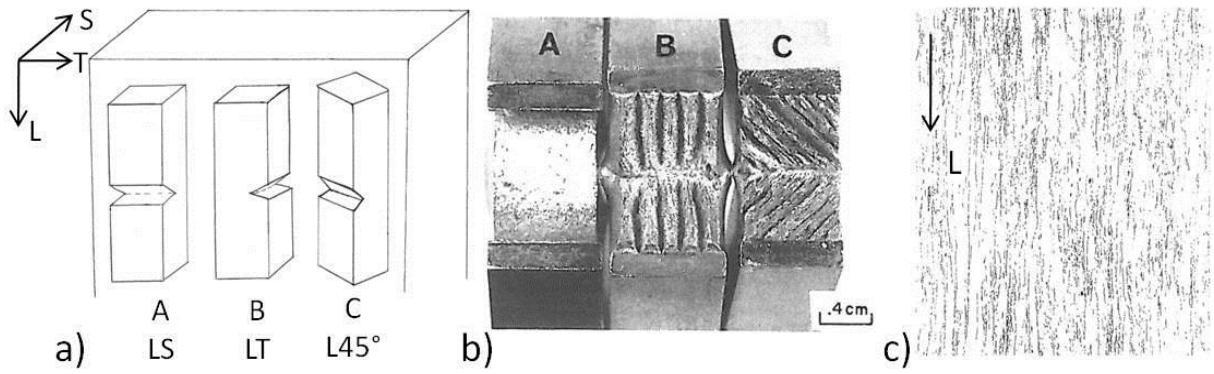


Figure IV-3 : a) Schéma de prélèvement des éprouvettes Charpy pour les trois types de sollicitation A (LS), B (LT) et C (L45°), b) Faciès de rupture obtenus présentant des fissures de délaminage alignées dans le plan de laminage et c) Microstructure dans le plan de laminage [Bramfitt-1977]. La direction L représente la direction de laminage.

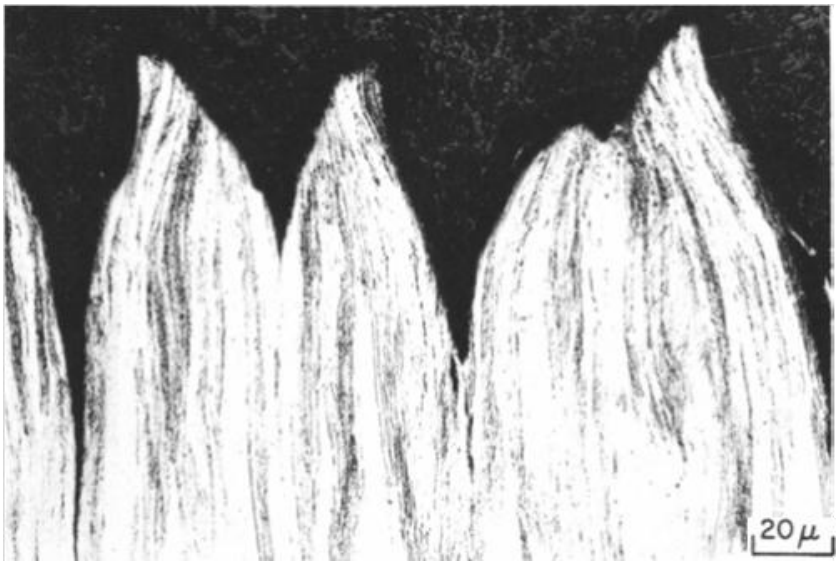


Figure IV-4 : Zones de striction localisées entre les fissures de délaminage [Bramfitt-1977].

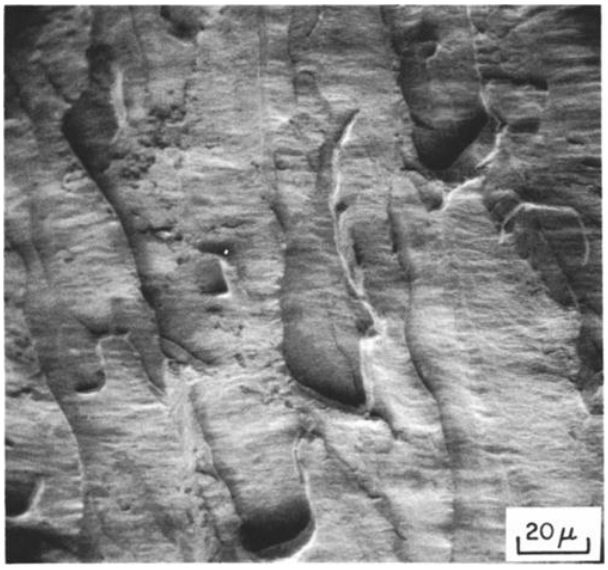


Figure IV-5 : Rupture intergranulaire observée à l'intérieur d'une fissure de délaminage [Bramfitt-1977].

Kimura et al. [Kimura-2010] ont également mis en évidence le rôle prépondérant de la texture morphologique sur le phénomène de bifurcation dans le cas d'un acier de composition Fe-0,6%C–2%Si–1%Cr, homogénéisé à 1200°C, puis laminé et revenu à 500°C pendant 90 min à plusieurs reprises jusqu'à atteindre un taux de réduction de 80%. La microstructure de ce matériau est présentée sur la Figure IV-6. Cependant, ces auteurs attribuent aussi un rôle significatif à la texture cristallographique dans la création des fissures de délaminage et de bifurcation, du fait de la présence de plans de clivage {100} orientés parallèlement à l'axe de laminage. D'après la Figure IV-7, Kimura et al. rapportent en effet la présence de « quasi-clivage » associée au mécanisme de bifurcation. Ces auteurs ont également proposé une schématisation des mécanismes de création des fissures. La Figure IV-8 présente ces deux mécanismes qui sont appelés «crack-divider » pour la création des fissures de délaminage, et « crack-arrester » pour la fissure de bifurcation. Le terme « crack-arrester » fait référence au fait que la fissure principale soit arrêtée dans sa direction de propagation initiale, puis déviée le long de l'axe de laminage. En accord avec Bramfitt et Marder [Bramfitt-1977], Kimura et al. [Kimura-2010] qualifient le plan de laminage comme étant le plan le moins résistant à la propagation de fissures. D'après ces différents auteurs, il s'agit donc du même mécanisme de rupture entre les deux configurations « crack-divider » et « crack-arrester », et leur manifestation ne dépend que de l'orientation du plan de laminage par rapport à la direction de sollicitation appliquée.

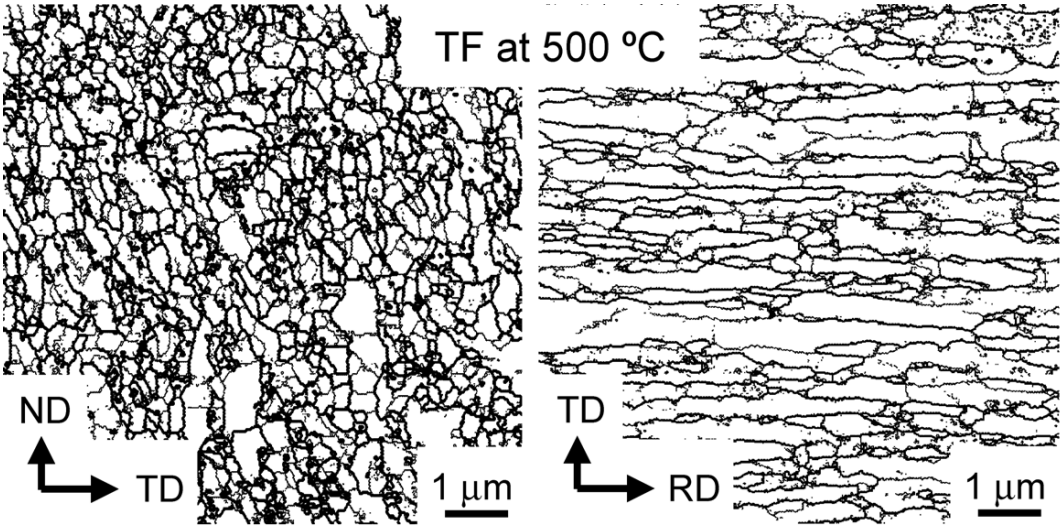


Figure IV-6 : Microstructure de l'acier de composition Fe-0,6%C–2%Si–1%Cr laminé à 500°C testé par Kimura et al. Les symboles ND, TD et RD font respectivement référence à la direction normale de la plaque, à la direction transverse et à la direction de laminage [Kimura-2010].

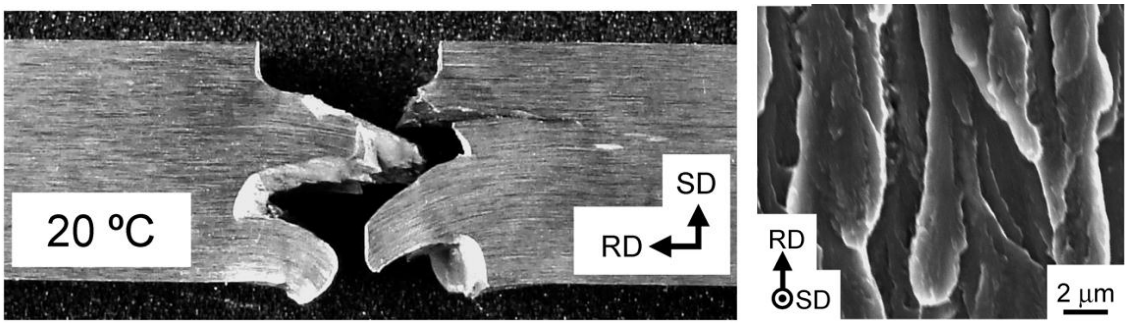


Figure IV-7 : Faciès de rupture d'une éprouvette Charpy avec entaille en U testée à 20°C et présentant une rupture par bifurcation et « quasi-clivage » [Kimura-2010].

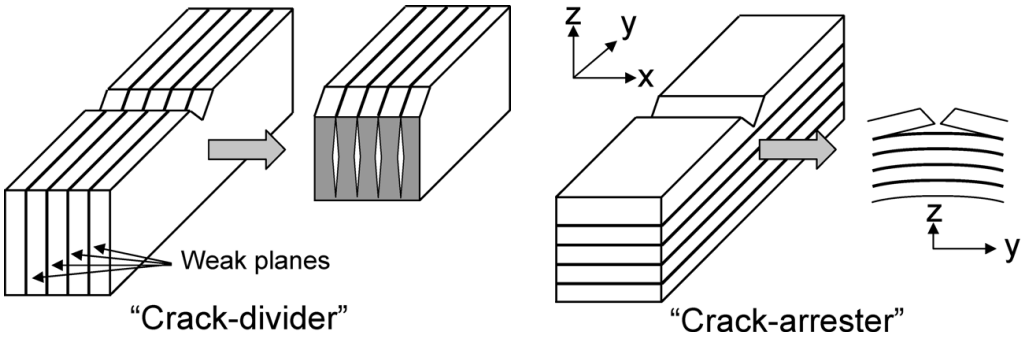


Figure IV-8 : Schématisation du mécanisme de formation des fissures de délaminage dit « crack-divider », et du mécanisme de formation d'une fissure de bifurcation « crack-arrester » [Kimura-2010].

Bifurcation sur les aciers ODS

Des fissures de bifurcation et de délaminage ont également été observées dans le cas de nuances d'acier ODS obtenues par filage à chaud. En particulier, Garcia et al. [Garcia-2012] ont mis en évidence ce mécanisme de rupture sur une nuance d'acier ODS à 14%Cr, nuance qui fait également l'objet de notre étude (J27). La courbe force-déplacement et le faciès de rupture d'une éprouvette testée en résilience à 20°C en sollicitation LT sont présentés sur la Figure IV-9. Ces auteurs ont observé deux phases d'amorçage et d'arrêt de la fissure sur la courbe f-d, comme l'ont montré Pozuelo et al. dans le cas d'un acier stratifié [Pozuelo-2006]. En accord avec nos observations, la courbe des énergies à rupture obtenue par Garcia et al. lors des essais de résilience sur la nuance J27, et présentée sur la Figure IV-10, est caractérisée par une forte dispersion en énergie lorsque le matériau est en phase de transition ductile-fragile, et ces énergies sont supérieures à celles mesurées lorsque le matériau rompt de manière entièrement ductile. Ces auteurs attribuent la présence d'une rupture par bifurcation à la forme allongée des grains suivant la direction de filage.

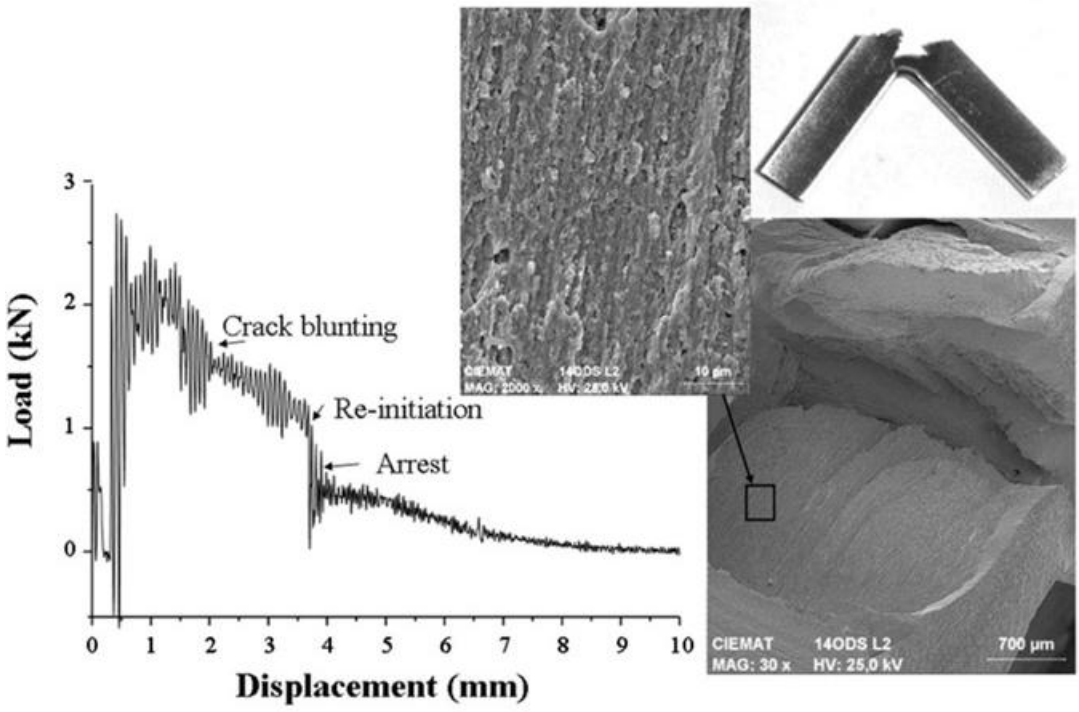


Figure IV-9 : Courbe force-déplacement et faciès de rupture d'une éprouvette issue de la nuance d'acier ODS à 14%Cr J27 testée en résilience à 20°C en sollicitation LT [Garcia-2012].

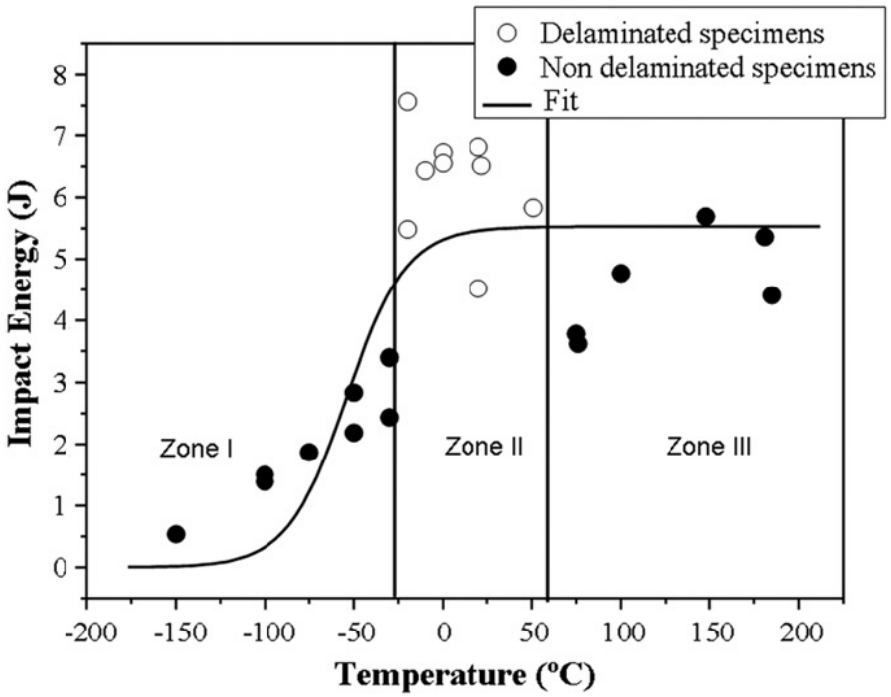


Figure IV-10 : Courbe des énergies à l'impact obtenues pour la nuance J27 testée en résilience en sollicitation LT. La zone I correspond à une rupture de type fragile, la zone II à une rupture par bifurcation, et la zone III à une rupture de type ductile [Garcia-2012].

Bifurcation d'un acier ODS filé sous forme de tube

Chao et al. [Chao-2013) ont réalisé des essais de résilience sur une nuance d'acier ODS contenant Fe-19%Cr-5,5%Al-0,5%Y_2O_3, référencée sous le nom de PM2000, et obtenue par laminage à chaud sous la forme d'un tube de 100 mm de diamètre avec une épaisseur de paroi de 8 mm. Le sens de prélèvement des éprouvettes de résilience et les notations des différents plans et directions du tube sont présentées sur la Figure IV-11. La microstructure de ce tube est, quant à elle, présentée sur la Figure IV-12. Ces auteurs rapportent que les grains ont une forme allongée suivant l'axe de laminage L et une section équiaxe dans le plan TS, leur taille est de l'ordre de 500 nm. En ce qui concerne la texture cristallographique, d'après la cartographie EBSD correspondant à l'axe Y présentée sur la Figure IV-13, on retrouve la texture de fibre décrite dans le chapitre II où la direction <110> est alignée suivant l'axe de laminage L. Ces auteurs rapportent également la présence d'une deuxième orientation préférentielle des grains puisque, d'après la cartographie EBSD correspondant à l'axe Z de la Figure IV-13, la direction <100> est majoritairement alignée suivant la direction normale S. La texture de ce tube est alors très proche de celle du larget F20 (et F40) décrite dans le chapitre II. Cependant, les grains de ce tube ont une forme équiaxe dans le plan TS, alors que les grains du larget décrit dans notre étude ont une forme aplatie dans ce même plan.

Les résultats des essais de résilience en sollicitation LT menés par Chao et al. sont présentés sur la Figure IV-14, ces essais ont été réalisés sur des éprouvettes dont les dimensions sont 55 x 6,2 x 6,2 mm^3. Comme dans le cas de notre larget F40, la nuance PM2000 testée en sollicitation LT présente des fissures de délaminage dans le plan de laminage LT, et non une rupture par bifurcation comme nous l'avons rencontrée dans le cas des géométries barre. Par contre, le

mécanisme de bifurcation apparaît lorsque le tube est testé en sollicitation LS, comme l'atteste la Figure IV-15. En sollicitation LS, la configuration à rupture est alors du type "crack-arrester", comme décrite par Kimura et al. [Kimura-2010], et les énergies à rupture mesurées lorsque la nuance est en transition ductile-fragile sont environ trois fois plus élevées qu'en sollicitation LT. Les valeurs des énergies du palier ductile sont, quant à elles, similaires entre les deux configurations d'essai. De plus, d'après la Figure IV-16, les courbes f-d de cette nuance PM2000 testée en sollicitation LS présentent un palier à charge quasi-constante déjà observé par plusieurs auteurs lorsque le mécanisme de bifurcation apparaît [Pozuelo-2006, Garcia-2012]. En sollicitation LT, il n'y a pas de bifurcation sur les faciès de rupture et ce palier n'apparaît pas. Dans le cas de la configuration LS, l'éprouvette se comporte comme un barreau sans entaille dès que la bifurcation est apparue. Un réamorçage de la fissure est alors nécessaire pour atteindre la rupture de l'éprouvette, et la charge appliquée reste quasi-constante jusqu'à l'apparition d'une nouvelle fissure [Chao-2013]. Enfin, Chao et al. ont observé le chemin de propagation d'une fissure de délaminage présente sur une éprouvette de type LT testée à température ambiante. Comme le montre la Figure IV-17, cette fissure semble suivre les joints de grains suivant la direction L.

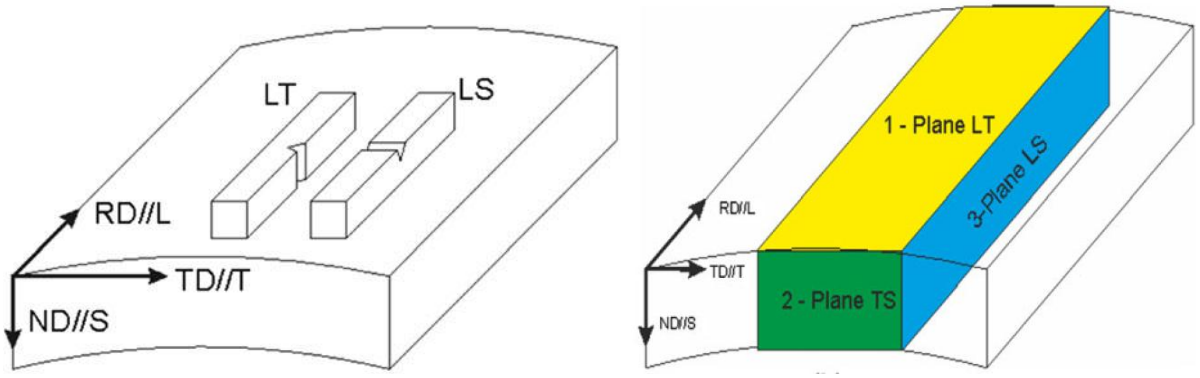


Figure IV-11 : Schéma du sens de prélèvement des éprouvettes de résilience de types LT et LS et dénominations des différents plans dans la nuance PM2000 laminage sous forme de tube [Chao-2013].

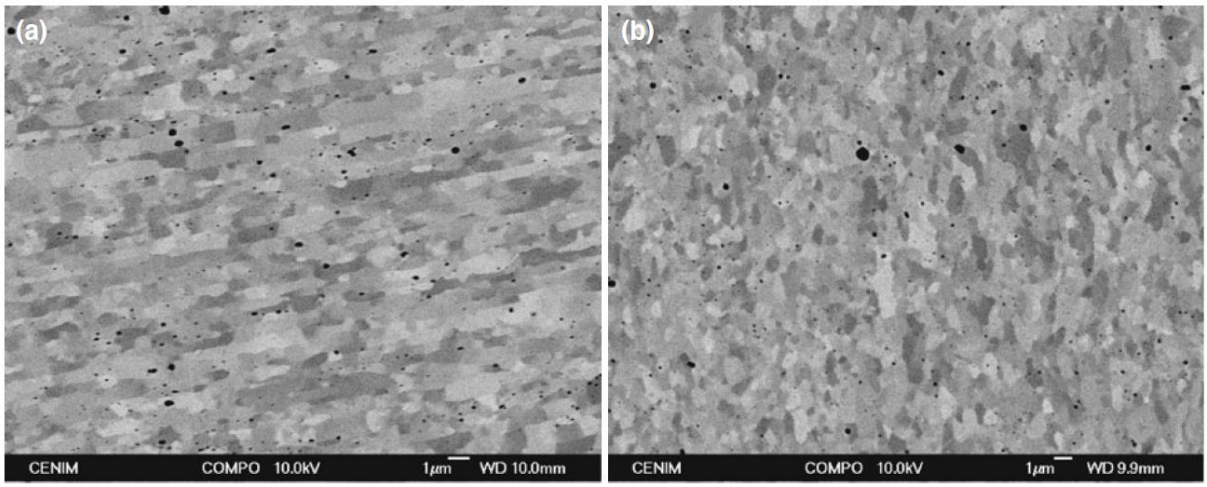


Figure IV-12 : Microstructure de la nuance PM2000 laminée sous forme de tube vue a) dans le plan LT et b) dans le plan LS [Chao-2013].

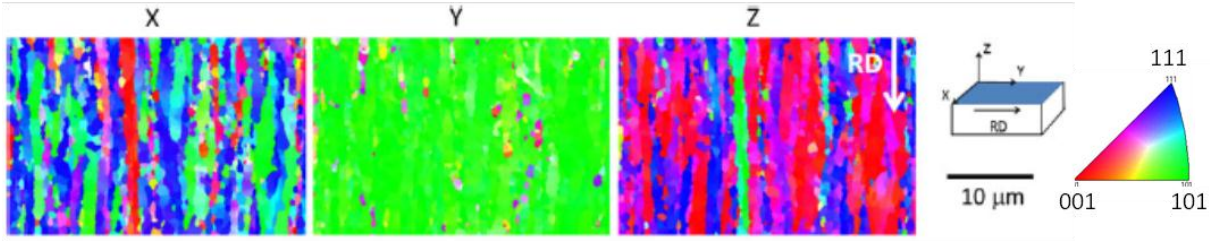


Figure IV-13 : Cartographies EBSD selon les directions X, Y et Z de la microstructure du tube observée dans le plan LT [Chao-2013]. L'axe X est confondu avec la direction transverse T, l'axe Y avec la direction de laminage L, et l'axe Z avec la direction normale S.

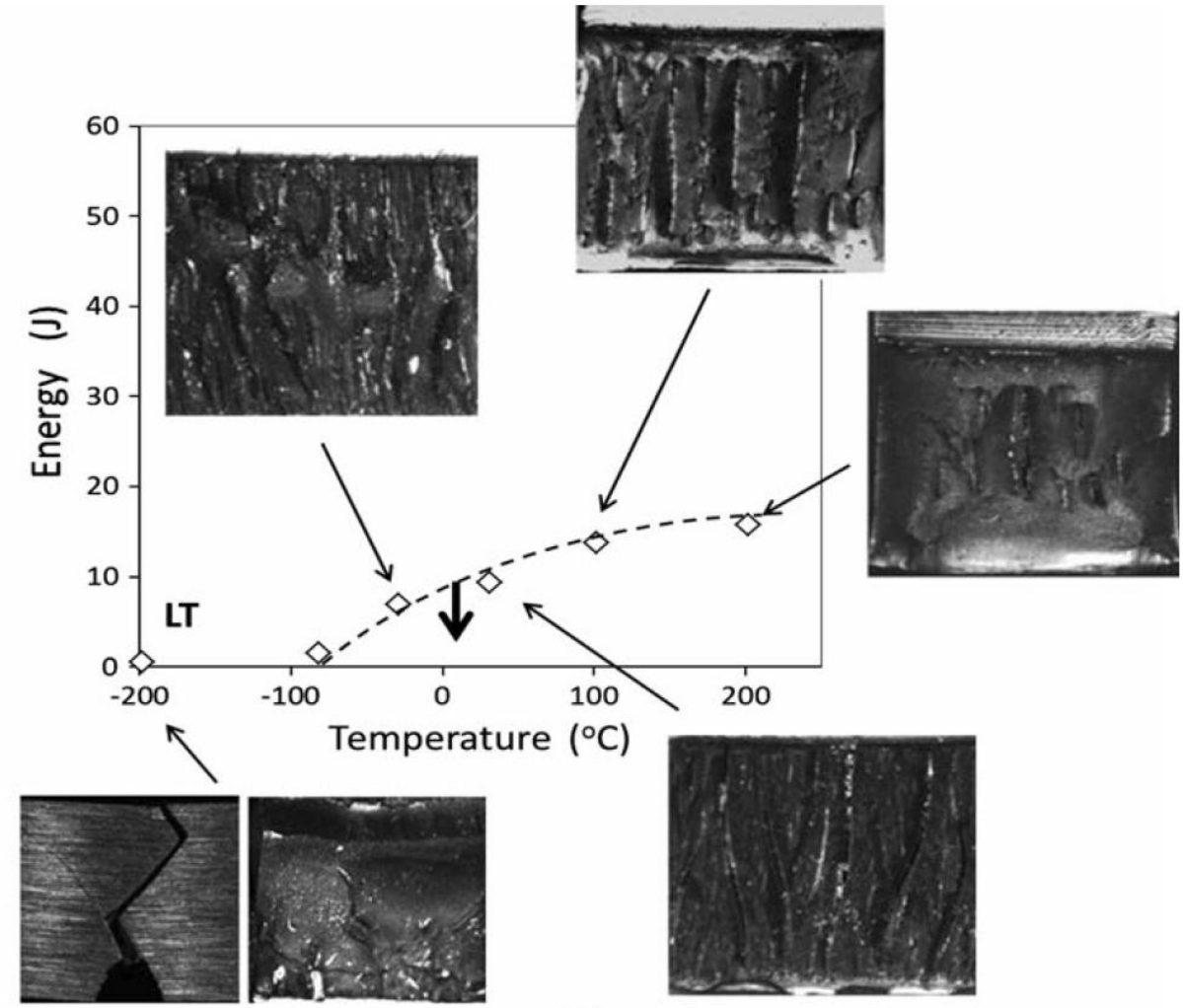


Figure IV-14 : Energies à rupture et faciès de rupture obtenus suite aux essais de résilience menés en sollicitation LT sur la nuance PM2000 laminée sous forme de tube [Chao-2013].

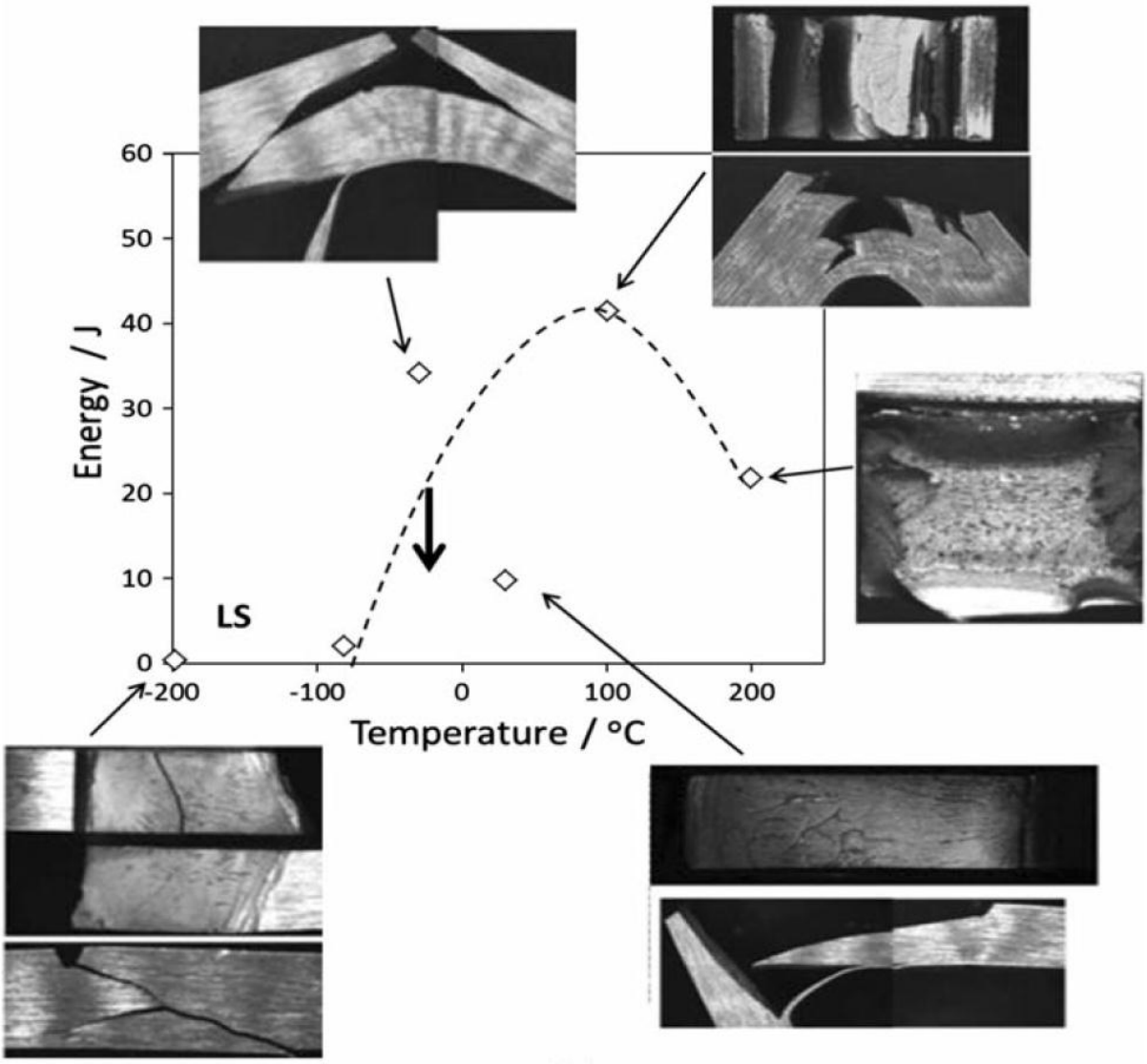


Figure IV-15 : Energies à rupture et faciès de rupture obtenus suite aux essais de résilience menés en sollicitation LS sur la nuance PM2000 laminée sous forme de tube [Chao-2013].

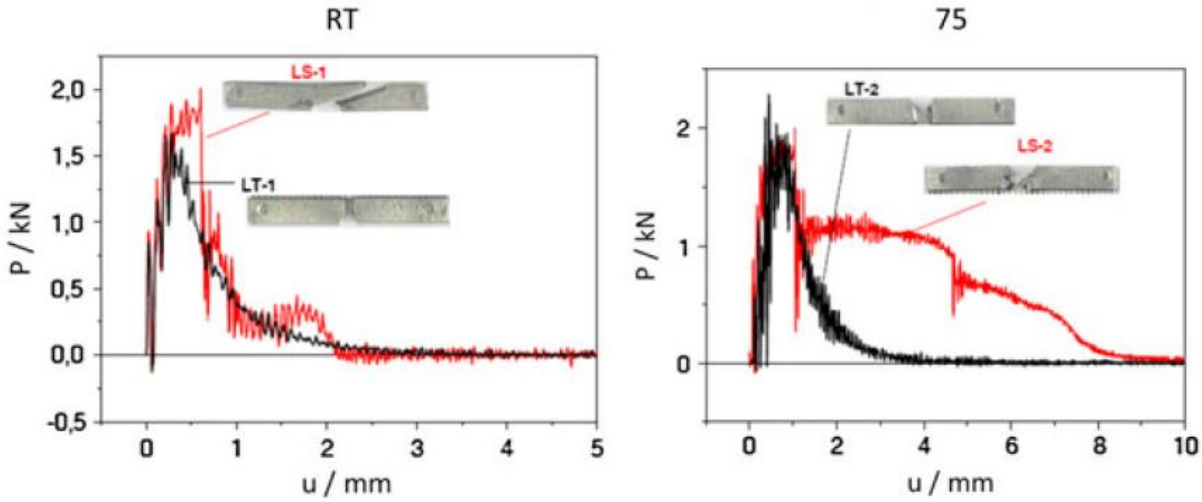


Figure IV-16 : Courbes force (P) - déplacement (u) obtenues lors des essais de résilience en sollicitation LT et LS sur la nuance PM2000 [Chao-2013].

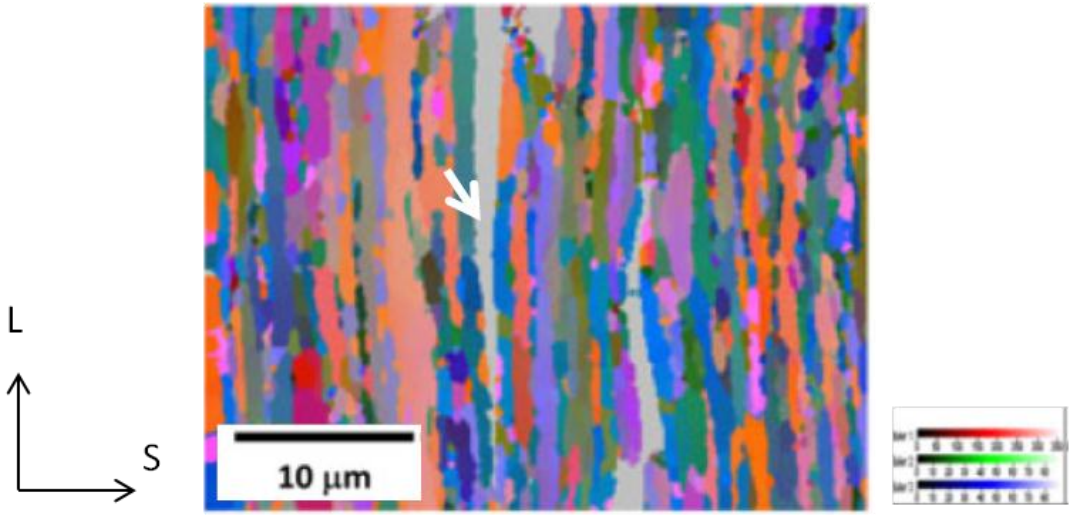


Figure IV-17 : Cartographie EBSD en angles d'Euler d'une fissure de délaminage de type intergranulaire observée sur une éprouvette de type LT rompue à température ambiante, la fissure est indiquée par une flèche [Chao-2013].

Facteurs favorisant la bifurcation de fissures

Nous venons de voir que les effets de la texture morphologique, assistée par la texture cristallographique, étaient du premier ordre sur la présence ou non du mécanisme de bifurcation. Certains auteurs expliquent toutefois la présence de bifurcation par une hétérogénéité chimique au niveau des joints de grains qui amoindrit leur résistance mécanique. Par exemple, dans le cas de l'alliage d'acier ODS PM2000 vieilli pendant 100 heures à 475°C, Chao et al. [Chao-2009] ont expliqué la présence de bifurcation sur l'éprouvette de traction présentée sur la Figure IV-18 par une fragilisation des joints de grains par l'hydrogène.

Ces auteurs ont également observé les faciès de rupture obtenus en traction à température ambiante sur la nuance PM2000 avant vieillissement thermique à différentes vitesses de sollicitation. D'après la Figure IV-19, des fissures apparaissent à la vitesse de sollicitation de 5.10^{-5} s^{-1} mais n'apparaissent plus à 5.10^{-2} s^{-1}. Chao et al. concluent alors que le mécanisme de fissuration est dépendant de la vitesse de déformation.

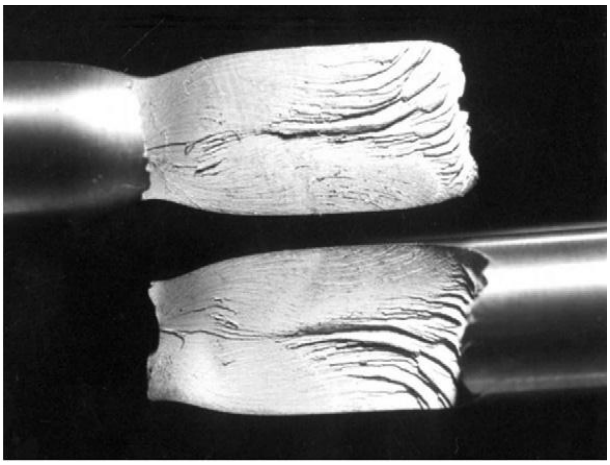


Figure IV-18 : Eprouvette de traction issue de l'acier ODS PM2000 vieilli à 475°C pendant 100 heures, rompue par bifurcation lors d'un essai à température ambiante dans la direction de sollicitation longitudinale [Chao-2009].

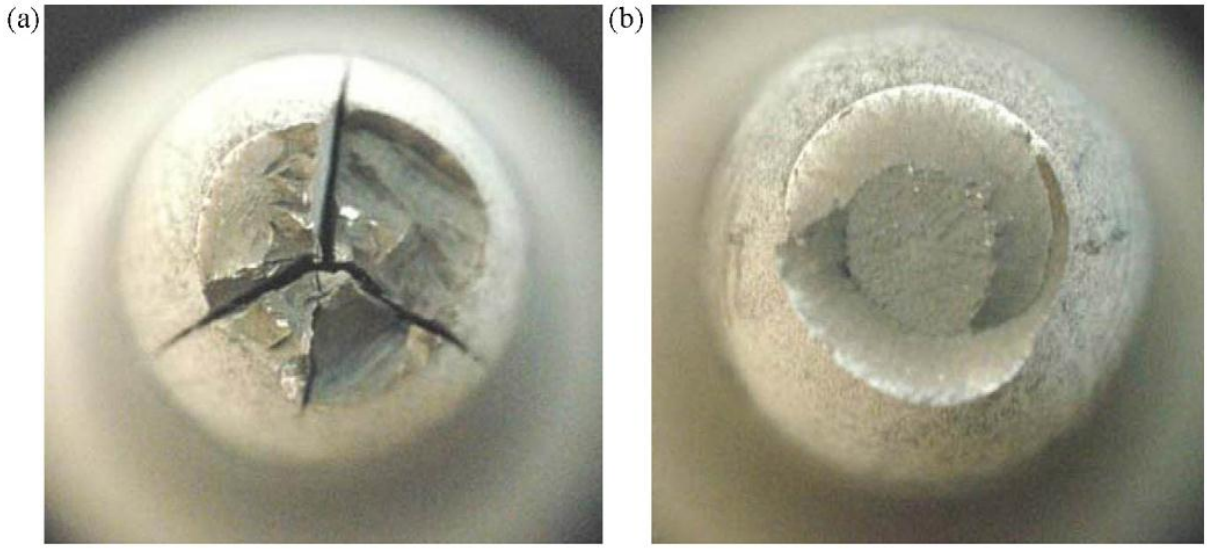


Figure IV-19 : Faciès de rupture de la nuance PM2000 non-vieillie obtenus en traction à température ambiante et en sollicitation longitudinale à la vitesse de a) 5.10^{-5} s^{-1} et b) 5.10^{-2} s^{-1} [Chao-2009].

Enfin, Henry et al. [Henry-2011] ont également observé ce phénomène de bifurcation sur une éprouvette de résilience issue de la nuance MA957 irradiée à 42 dpa à 325°C, le faciès de rupture de cette éprouvette est présenté sur la Figure IV-20. L'origine de ce phénomène n'est pas explicitée par les auteurs. Néanmoins, il est très intéressant de noter que le phénomène de bifurcation peut apparaître après irradiation, et suite aux résultats des études précédemment citées, ce phénomène semblerait même être amplifié par l'irradiation puisque la fissure de bifurcation s'est propagée jusqu'à une des deux extrémités latérales de l'éprouvette.

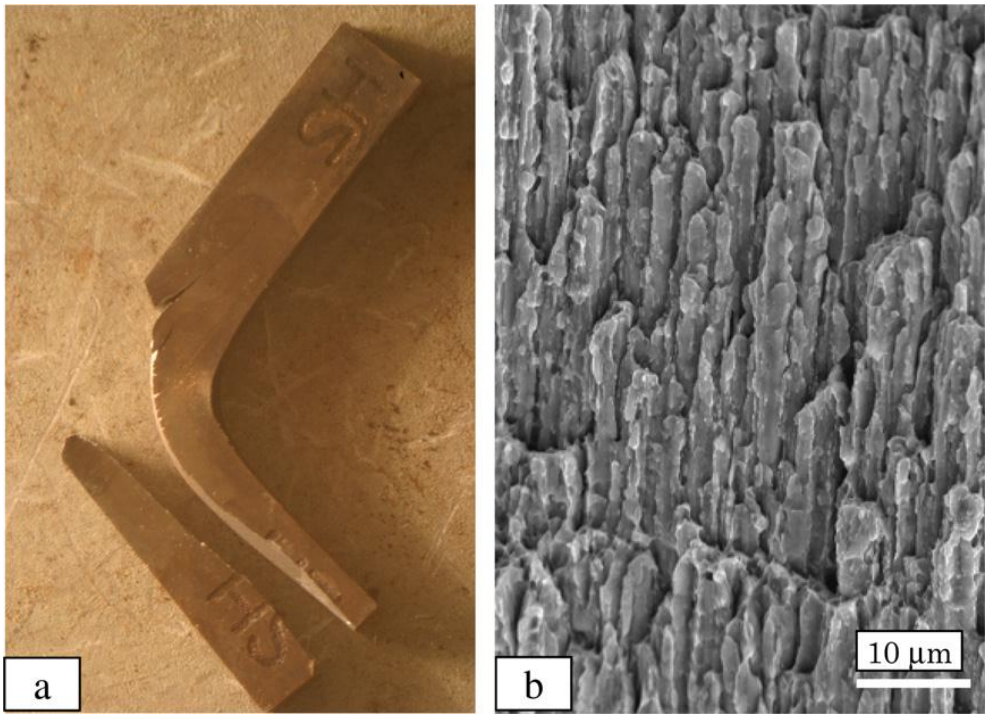


Figure IV-20 : Vues a) macroscopique et b) microscopique d'une éprouvette Charpy issue de l'acier ODS MA957 irradié à 42 dpa à 325°C rompue par bifurcation [Henry-2011].

b. Interprétation des essais mécaniques

Essais de résilience sur les nuances F43 et J27 à 14%Cr

Dans le cas de la nuance F43, deux éprouvettes ont été testées à la température de -40°C en sollicitation LT. Les courbes force-déplacement et les faciès de rupture de ces deux éprouvettes sont présentés sur la Figure IV-21. En accord avec les résultats de Pozuelo et al. [Pozuelo-2006], la rupture par bifurcation de fissure se traduit par la présence d'un palier à charge presque constante sur les courbes force-déplacement.

L'énergie à rupture de l'éprouvette n°1 est de 9,5 J, avec une énergie à l'amorçage mesurée à 2,6 J. Dans le cas de l'éprouvette n°2, les valeurs de ces énergies sont respectivement de 11,2 J et de 2,4 J. Les énergies à l'amorçage de ces éprouvettes sont donc globalement similaires (8% d'écart), ce qui confirme que la dispersion sur les mesures de l'énergie à rupture (16% dans ce cas précis) peut être attribuée à la présence du phénomène de bifurcation.

L'éprouvette n°2 présente l'énergie à rupture la plus haute et la bifurcation la plus marquée sur le faciès de rupture. En effet, la longueur de la bifurcation, définie comme la distance entre le fond d'entaille et le point d'arrêt de la fissure sur une demi-éprouvette, est de 6,7 mm pour l'éprouvette n°2, contre 2,3 mm pour l'éprouvette n°1. Il semble donc, dans un premier temps, que la longueur du palier sur la courbe force-déplacement, et donc la valeur de l'énergie à rupture, soit liée à la longueur de la bifurcation mesurée sur le faciès de rupture.

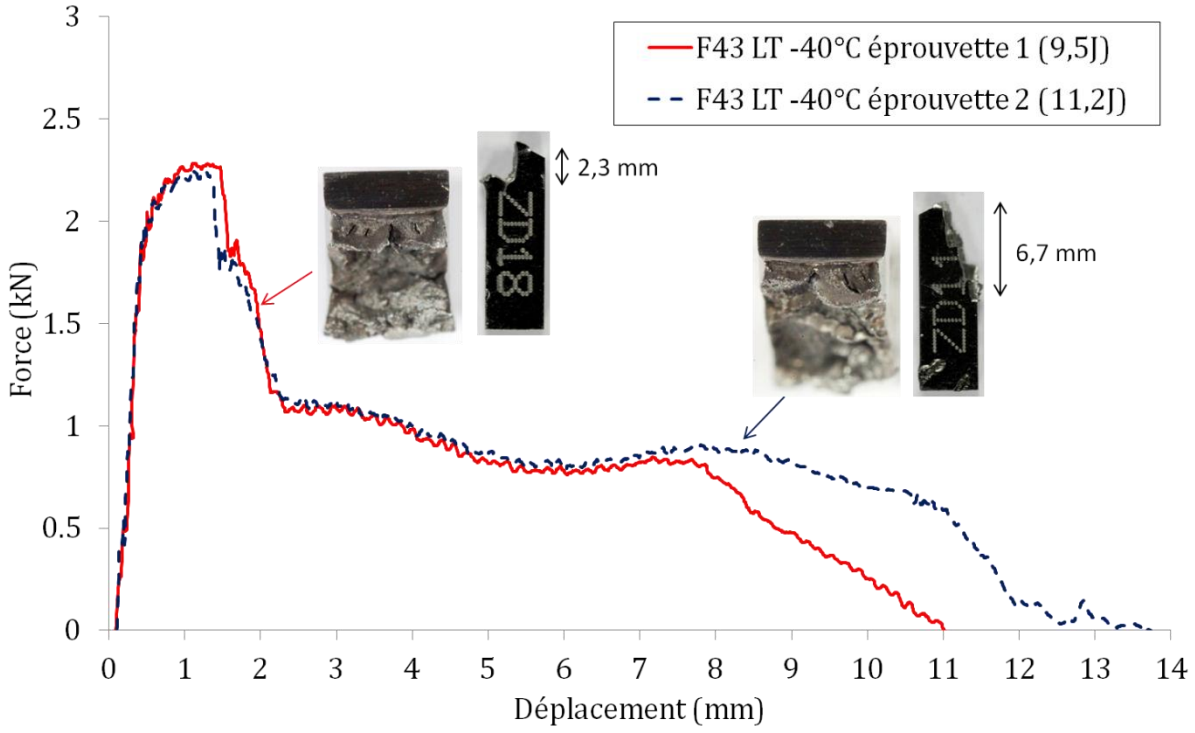


Figure IV-21 : Courbes force-déplacement et faciès de rupture des deux éprouvettes testées en résilience en sollicitation LT à -40°C issues de la nuance F43. Le mécanisme de rupture de type bifurcation est apparu sur ces deux éprouvettes.

Le mécanisme de bifurcation a également été observé dans le cas de la nuance J27 sur trois éprouvettes testées à la température de -10°C, les courbes force-déplacement et les faciès de

rupture de ces éprouvettes sont présentés sur la Figure IV-22. Les trois courbes sont confondues jusqu'à un déplacement de pendule de 1 mm, qui marque l'amorçage de la rupture brutale à une valeur d'énergie de 1,7 J. Ensuite, la courbe f-d correspondant à l'éprouvette n°1 présente un long palier à charge quasi-constante, alors que ce palier est beaucoup plus court voire inexistant pour les éprouvettes n°2 et n°3. Cependant, la longueur des fissures de bifurcation mesurées sur les faciès de rupture est proche de 1mm dans le cas des trois éprouvettes. Cette observation ne confirme donc pas la correspondance directe entre la longueur de la bifurcation sur le faciès de rupture et la longueur du palier sur la courbe f-d. Néanmoins, on remarque que l'éprouvette n°1, dont le palier est le plus long, s'est beaucoup plus déformée que les deux autres éprouvettes. On peut alors supposer que la longueur du palier, et donc l'énergie consommée, soit liée à la capacité de déformation de l'éprouvette après l'arrêt de la première fissure instable, comme l'ont suggéré Pozuelo et al. [Pozuelo-2006].

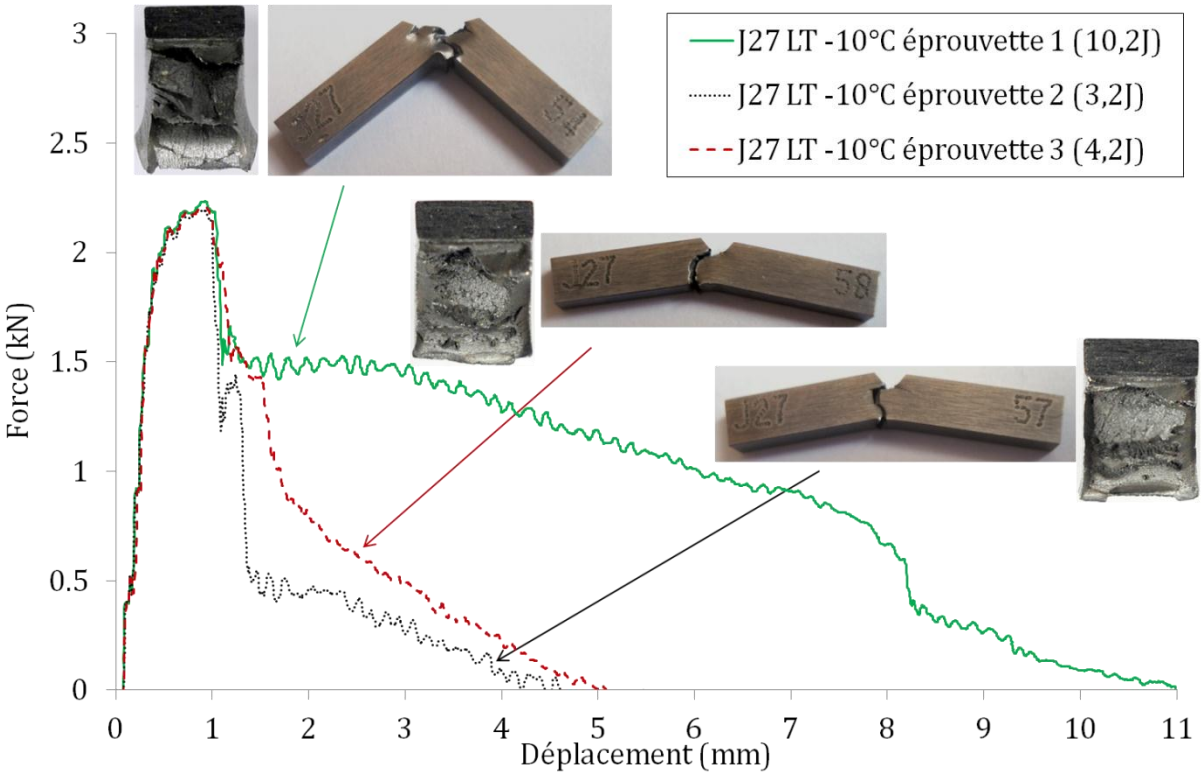


Figure IV-22 : Courbes force-déplacement et faciès de rupture des éprouvettes de résilience testées à -10°C issues de la nuance J27. Le mécanisme de rupture de type bifurcation est apparu de manière significative sur l'éprouvette n°1 dont l'énergie à rupture est de 10,2 J.

Effet de la vitesse de sollicitation sur l'apparition de la bifurcation

Des essais de flexion trois points ont été réalisés sur éprouvettes mini-Charpy afin d'évaluer l'effet de la vitesse de sollicitation sur le phénomène de bifurcation. Le dispositif de flexion utilisé reproduit à l'identique la configuration des essais de résilience. Les essais ont été réalisés à -10°C et à +20°C, températures pour lesquelles la nuance J27 est en phase de transition ductile-fragile, et aux vitesses de 1 µm/s, 100 µm/s et 500 µm/s. Sur la Figure IV-23, les courbes force-déplacement enregistrées lors des essais de flexion à +20°C sont comparées à celle de l'essai de résilience réalisé à la vitesse de 3,8 m/s. Les vues macroscopiques des faciès de rupture de ces quatre essais sont présentées sur la Figure IV-24. Les courbes f-d et les faciès de rupture obtenus à -10°C sont respectivement présentés sur la Figure IV-25 et sur la Figure IV-26.

D'après la Figure IV-24 et la Figure IV-26, les faciès de rupture de la nuance J27 testée à +20°C et -10°C présentent une rupture du type bifurcation, et ce quelle que soit la vitesse de sollicitation. Ces observations sont donc contraires à celles de Chao et al. sur la nuance PM2000 testée en traction [Chao-2009], on peut donc penser que la bifurcation soit également dépendante de la structure testée. D'après la Figure IV-23 et la Figure IV-25, le palier typique de ce mécanisme est également présent sur toutes les courbes f-d. Cela montre que, pour cette nuance, le mécanisme de bifurcation apparaît indépendamment de la vitesse de sollicitation entre l'état quasi-statique (1 µm/s) et 3,8 m/s. Cependant, l'énergie nécessaire pour amorcer la bifurcation à +20°C est de 2 J à 3,8 m/s, 1,6 J à 500 µm/s, 1,8 J à 100 µm/s, et atteint 5 J à 1 µm/s. A -10°C, cette énergie est de 1,8 J à 3,8 m/s, 1,5 J à 500 µm/s, 1,6 J à 100 µm/s, et 3,7 J à 1 µm/s. On remarque également que la force maximale atteinte lors de l'essai réalisé à la vitesse de 100 µm/s est inférieure à celle obtenue à 1µm/s, ce qui est contraire aux effets de vitesse observés à +20°C. Cette incohérence est probablement due à la dispersion inhérente au matériau.

Ces premiers résultats laissent donc supposer que le déclenchement de la bifurcation nécessiterait moins d'énergie lors d'une sollicitation dynamique par rapport à une sollicitation quasi-statique. Cependant, ce phénomène ne serait pas linéaire puisque les énergies à l'amorçage les plus faibles sont rencontrées aux vitesses de 100 µm/s et 500 µm/s. De plus, il semblerait que l'énergie à l'amorçage de la fissure de bifurcation soit plus faible lorsque l'on abaisse la température.

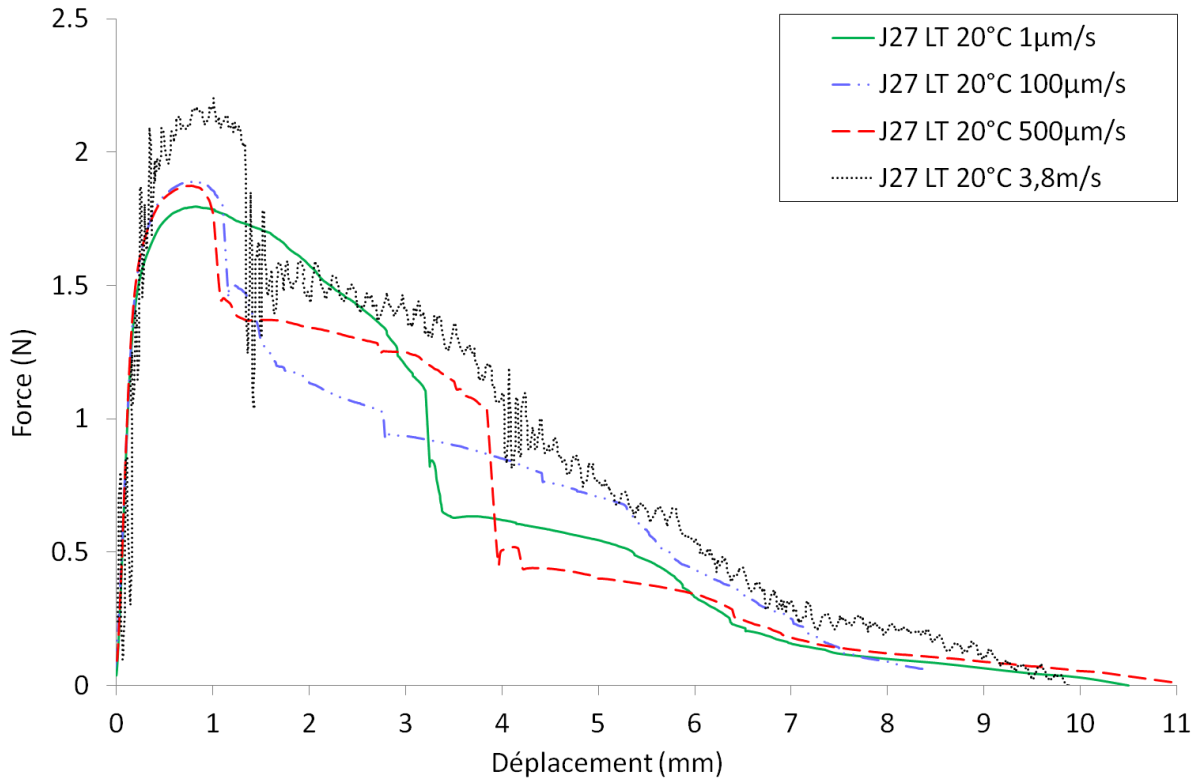


Figure IV-23 : Courbes force-déplacement enregistrées lors des essais de flexion et de résilience à 20°C en sollicitation LT sur la nuance J27.

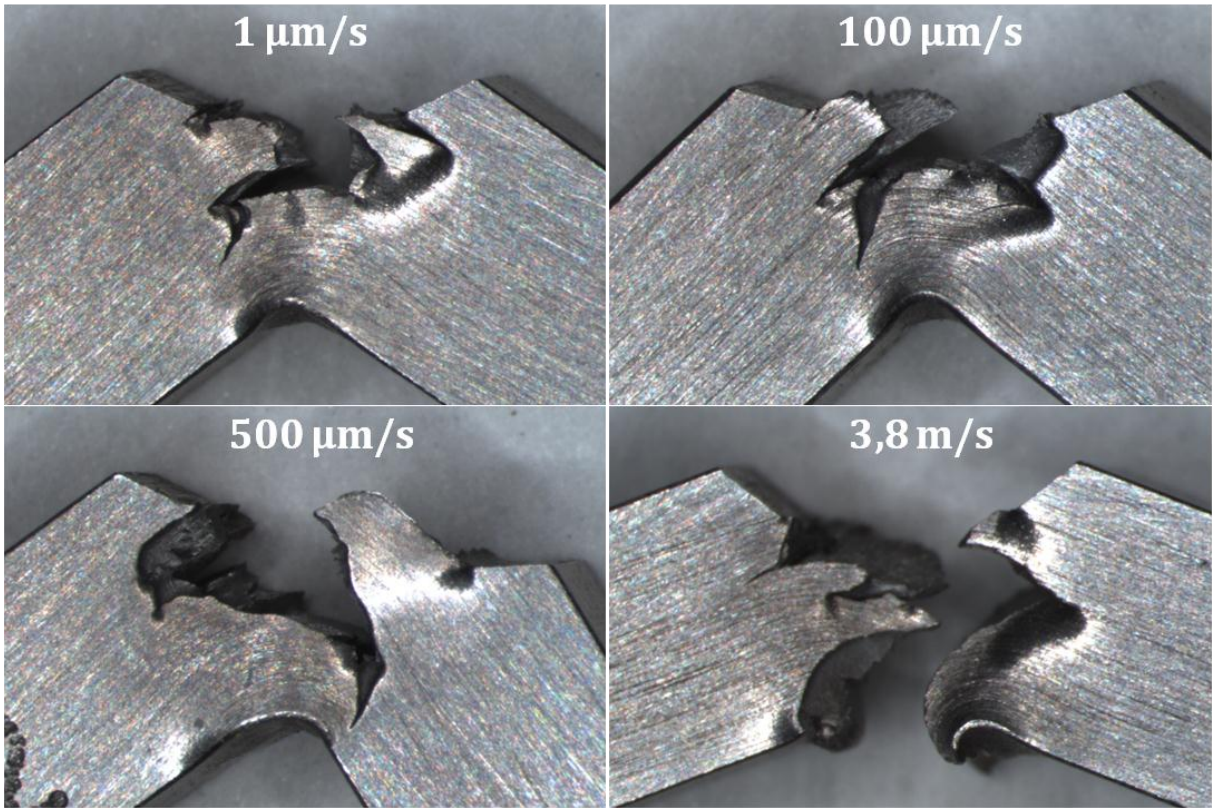


Figure IV-24 : Faciès de rupture obtenus pour les essais de flexion et de résilience réalisés à +20°C en sollicitation LT sur la nuance J27.

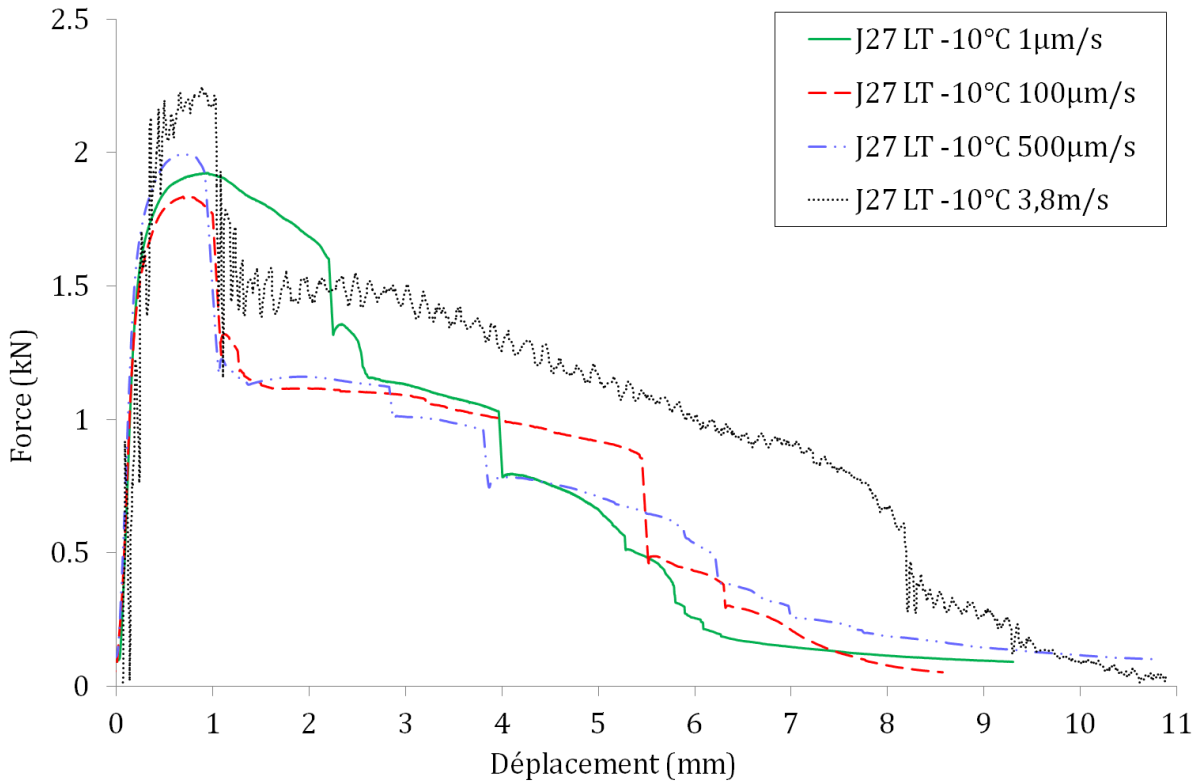


Figure IV-25 : Courbes force-déplacement enregistrées lors des essais de flexion et de résilience à -10°C en sollicitation LT sur la nuance J27.

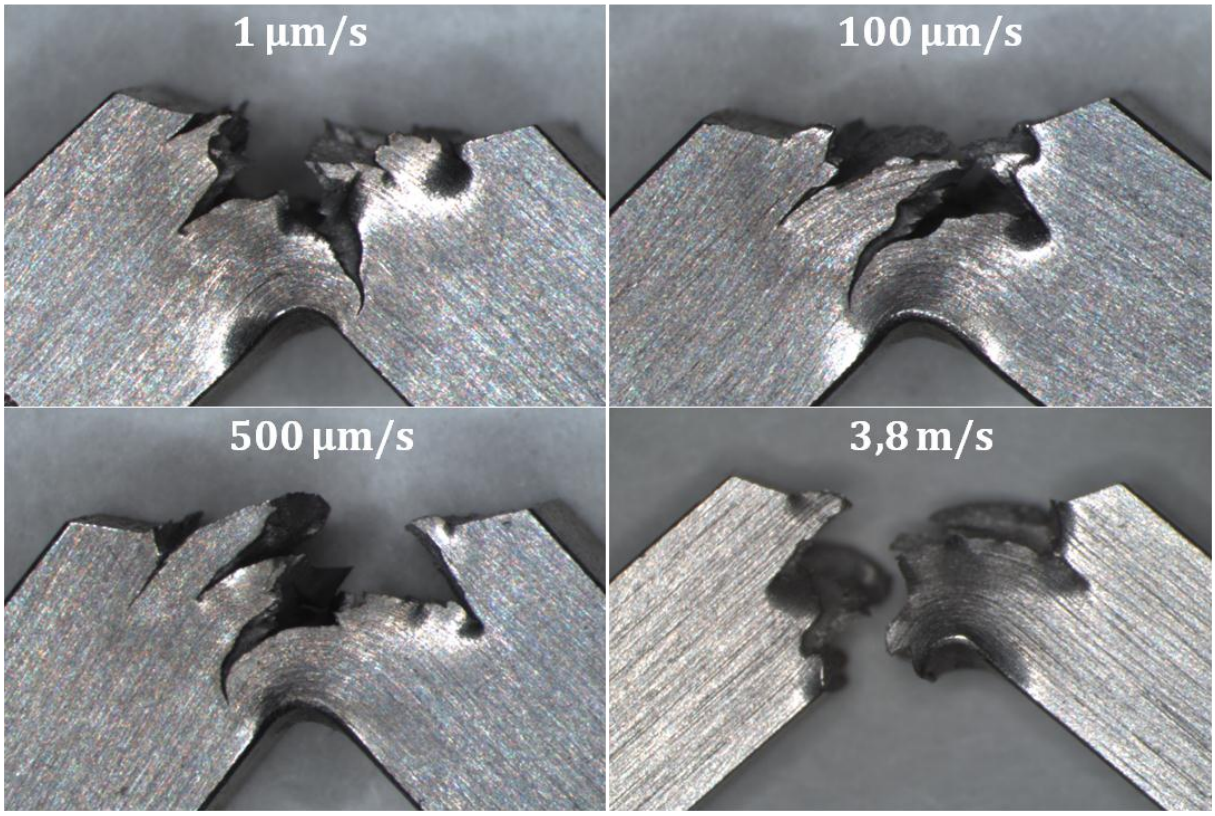


Figure IV-26 : Faciès de rupture obtenus pour les essais de flexion et de résilience réalisés à -10°C en sollicitation LT sur la nuance J27.

Essais de flexion arrêtés

Il s'agit maintenant de s'intéresser à la correspondance entre l'allure de la courbe force-déplacement et la morphologie du faciès de rupture, puis d'identifier les micromécanismes de rupture associés à la bifurcation.

Pour cela, deux essais de flexion à la température de +20°C et à la vitesse de 500µm/s ont été menés sur la nuance J27 en sollicitation LT, et ont été arrêtés en cours d'essai. Sur la Figure IV-27, les courbes force-déplacement et les vues de profil de ces éprouvettes sont comparées à l'essai de flexion non-arrêté.

L'essai n°1 a été arrêté juste après l'amorçage de la rupture brutale matérialisé par une chute de charge sur la courbe f-d. Sur l'éprouvette correspondante, on observe une fissure en fond d'entaille qui s'est propagée sur une distance d'environ 0,5 mm dans la direction de filage. La zone brillante et la zone sombre autour de ces deux fissures correspondent aux zones où la matière s'est plastifiée en fond d'entaille.

L'essai n°2 a été arrêté à la fin du palier de bifurcation sur la courbe f-d. Sur cette éprouvette, les deux fissures en fond d'entaille se sont ouvertes et leur longueur atteint plus de 0,5 mm de chaque côté du fond d'entaille. Ces fissures sont toujours orientées suivant la direction de filage, et on note toujours la présence d'une zone plastique à l'extrémité de chacune des fissures. On remarque également que l'éprouvette n°2 s'est déformée pendant la phase où la charge appliquée est restée quasi-constante.

Enfin, dans le cas de l'essai de flexion non-arrêté, la fissure de bifurcation a de nouveau changé de direction de propagation, formant ainsi un faciès de rupture en zigzag. Sur la courbe f-d, cette modification de trajectoire de la fissure bifurquée se traduit par une seconde chute de charge qui est de nouveau suivie par un palier.

En conclusion, la première chute de charge correspond à la création de deux fissures en fond d'entaille, qui se propagent de façon instable le long de l'axe de filage avant d'être arrêtées. Ensuite, la courbe présente un palier où la charge appliquée est quasi-constante, ce qui correspond à une phase de déformation de l'éprouvette et probablement à l'ouverture de la fissure de bifurcation. A la fin de ce palier, une seconde chute de charge apparaît lorsqu'une nouvelle fissure instable se propage en provoquant un changement de direction du plan de propagation principal, avant d'être de nouveau arrêtée. Le palier final correspond alors à la déformation de l'éprouvette jusqu'à la fin de l'essai. Ces résultats sont en accord avec ceux de Chao et al. obtenus dans le cas de la nuance PM2000 filée sous forme de tube [Chao-2013].

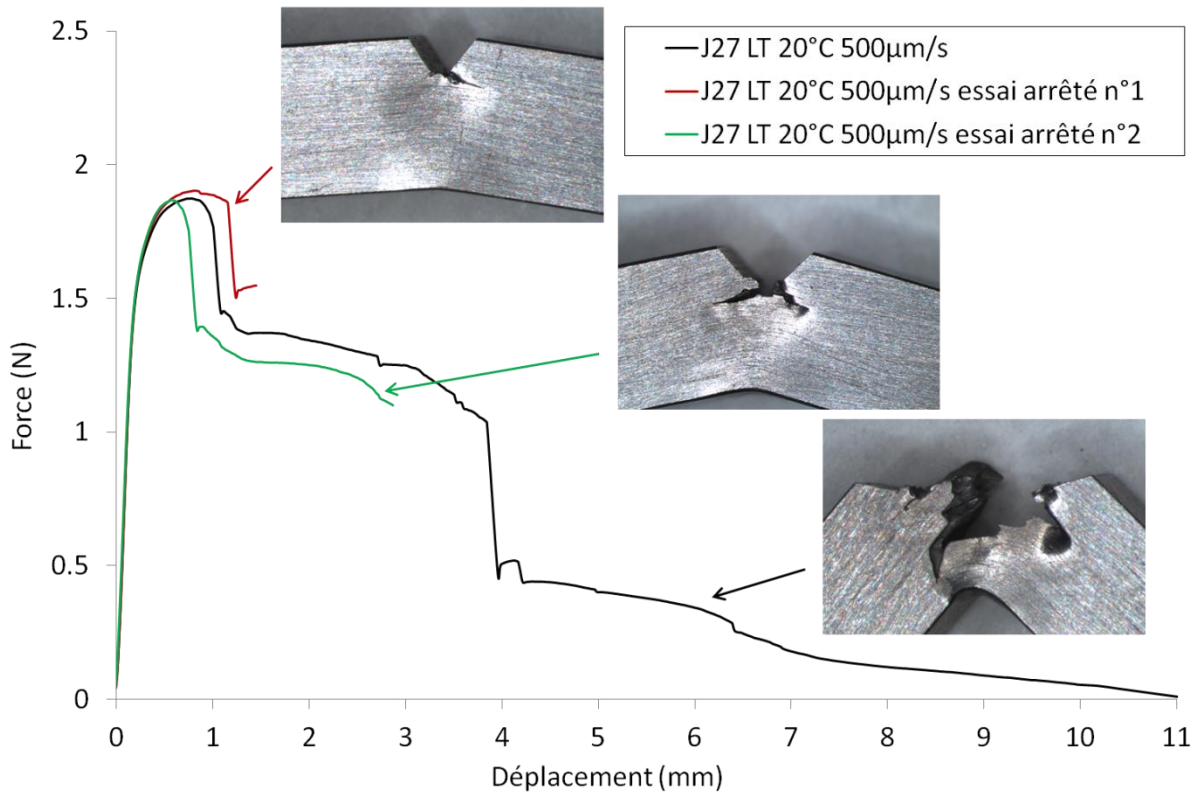


Figure IV-27 : Vues de profil des éprouvettes et courbes force-déplacement enregistrées lors des essais de flexion à +20°C en sollicitation LT à 500 µm/s sur la nuance J27. Deux des trois essais ont été arrêtés.

c. Identification des micromécanismes de rupture

Propagation de la fissure de bifurcation

Des observations fractographiques ont été réalisées sur les zones de rupture par bifurcation. Dans le cas de la nuance F43, les clichés MEB de la Figure IV-28 montrent la présence de formes alignées suivant l'axe de filage, avec localement des facettes de clivage de forme équiaxe. Les

formes allongées ont une dimension proche de 0,5 µm de large pour 5-10 µm de long, la largeur semble alors correspondre à celle des grains définis dans le chapitre II. Les facettes de clivage ont une taille de l'ordre de 5 µm.

Une découpe a été réalisée sur ce faciès avec le FIB (Focused Ion Beam) de marque F.E.I. du groupe Mécanique et Matériaux d'EDF R&D situé sur le site des Renardières. Sur la vue en coupe du faciès présentée sur la Figure IV-29, la fissure de bifurcation semble avoir suivi les joints de grains, il s'agit donc d'un mécanisme de rupture intergranulaire tel que l'ont décrit Bramfitt et Marder [Bramfitt-1977].

Ces premières observations tendent à montrer que la fissure de bifurcation se propage à la fois par rupture intergranulaire et par clivage, le mécanisme de rupture majoritaire étant la rupture intergranulaire.

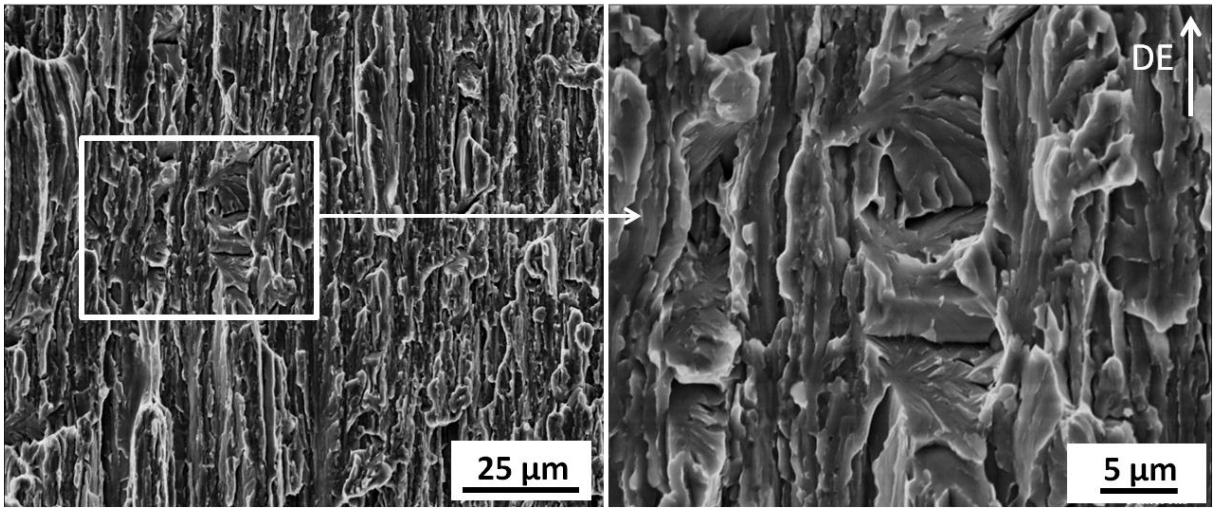


Figure IV-28 : Observations au MEB d'une zone rompue par bifurcation sur la nuance F43 testée à -130°C. La direction d'extrusion (DE) est représentée.

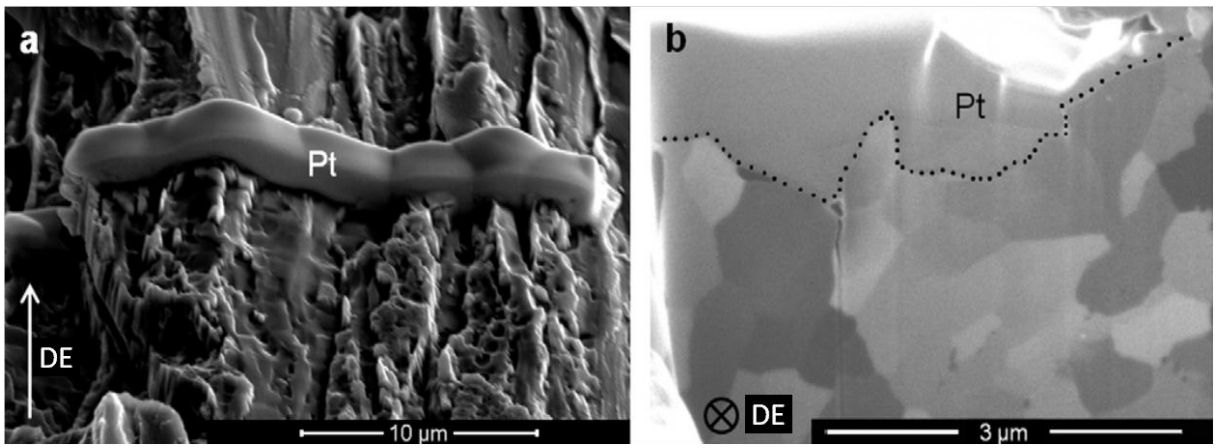


Figure IV-29 : Zone de prélèvement au FIB d'une zone rompue par délaminage sur un faciès de rupture de la nuance F43. a) position du dépôt de platine (Pt) et de la lame découpée, et b) vue en coupe du faciès de rupture sous le dépôt de platine. La direction d'extrusion (DE) est représentée.

La technique EBSD (Electron Backscatter Diffraction) a ensuite été utilisée sur la nuance J27 pour étudier le rôle de la texture cristallographique sur le mécanisme de bifurcation. L'éprouvette correspondant à l'essai de flexion arrêté n°1 de la Figure IV-27 a été analysée avec cette technique. Une cartographie EBSD a été réalisée sur la pointe de la fissure de bifurcation observée dans le plan longitudinal à l'endroit indiqué sur la Figure IV-30, cette cartographie est présentée sur la Figure IV-31. En complément, des cartographies EBSD de la nuance J27 réalisées dans le plan longitudinal et dans le plan transverse sont présentées dans l'Annexe 5, ainsi que des clichés réalisés au MEB-FEG au niveau de la pointe de la fissure observée. Les cartographies EBSD selon les axes de projection Y et Z correspondant à Figure IV-31 (axe X) sont également présentées dans cette annexe.

Les grains colorés en vert présentent une direction <110> qui est alignée avec l'axe de filage, l'orientation de ces grains est donc en concordance avec la texture de fibre <110> des nuances d'aciers ODS filées à chaud. De plus, ces grains ont une forme allongée suivant l'axe de filage.

Une seconde population de grains est toutefois observée, il s'agit de grains de forme équiaxe dont l'orientation cristallographique diffère de la composante majoritaire de la texture de cette nuance. Ces grains forment aussi des alignements suivant la direction de filage.

D'après la cartographie de la Figure IV-31, la fissure de bifurcation se propage bien suivant l'axe de filage et semble suivre préférentiellement les alignements de grains équiaxes. De plus, plusieurs grains colorés en rouge sur la Figure IV-31 sont coupés en deux par la fissure, ces grains présentent en effet un plan {100} aligné avec la direction de filage, et par conséquent avec la direction de propagation de la fissure. Or les plans {100} correspondent aux plans de clivage de la structure cristalline considérée, ce qui concorde avec la présence de facettes de clivage observées sur le faciès de rupture.

Sur le cliché réalisé au MEB-FEG de la Figure IV-32, des alignements de précipités sont aussi présents le long de l'axe de filage à proximité de la fissure de bifurcation. Aucun lien direct entre la présence des précipités et l'avancée de la fissure n'a cependant pu être établi, mais il semble y avoir une correspondance entre la localisation des grains équiaxes « hors texture » et celle des alignements de précipités. D'après les premières observations que nous avons réalisées au MET, et qui sont présentées sur la Figure IV-33, il semblerait que les zones où des gros précipités sont observés soient pauvres en petits précipités dont la taille est inférieure à 100 nm. De plus, dans cette zone à gros précipités, les grains semblent être plus gros que dans la zone à petits précipités. L'hypothèse envisagée serait alors que la population de précipités ait une influence sur la taille et éventuellement sur l'orientation cristallographique des grains, qui auraient elles-mêmes une influence sur la propagation de la fissure de bifurcation.

D'autres analyses à la microsonde de Castaing ont enfin été réalisées à proximité de la pointe d'une fissure de bifurcation observée sur une éprouvette de résilience testée à 20°C, à l'endroit indiqué sur la Figure IV-34. D'après les cartographies de la Figure IV-35, des particules d'oxydes d'aluminium sont observées et la répartition du chrome et du tungstène n'est pas entièrement homogène puisque des bandes de contraste apparaissent sur les cartographies de ces éléments. D'autres analyses seront ensuite réalisées sur la nuance à 14%Cr nommée F40 filée sous forme de larget et sur laquelle sont apparues des fissures de délaminage.

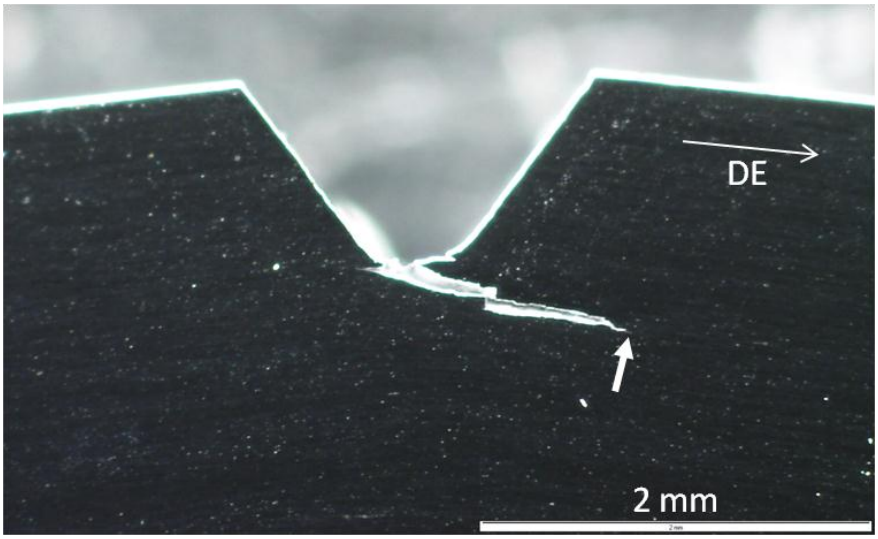


Figure IV-30 : Localisation de la pointe d'une fissure de bifurcation observée sur une éprouvette de flexion issue de la nuance J27 testée en sollicitation LT à 20°C et 500 µm/s et arrêtée en cours d'essai. La direction d'extrusion (DE) est représentée.

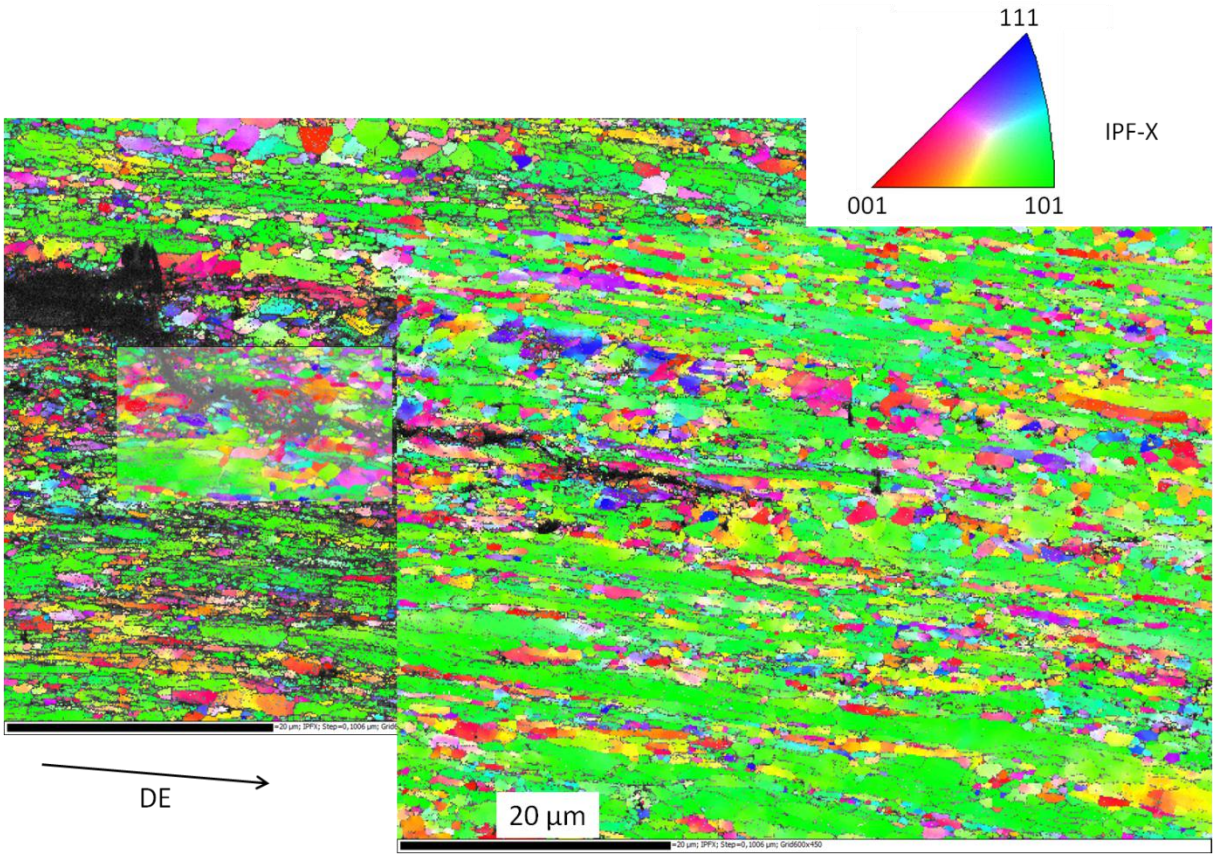


Figure IV-31 : Cartographie EBSD en IPF (Inverse Pole Figure) suivant l'axe X, qui correspond à la direction de laminage, réalisée en pointe de la fissure de bifurcation observée sur la nuance J27, sur une éprouvette de flexion testée en sollicitation LT à 20°C et 500 µm/s et arrêtée en cours d'essai. La direction d'extrusion (DE) est représentée.

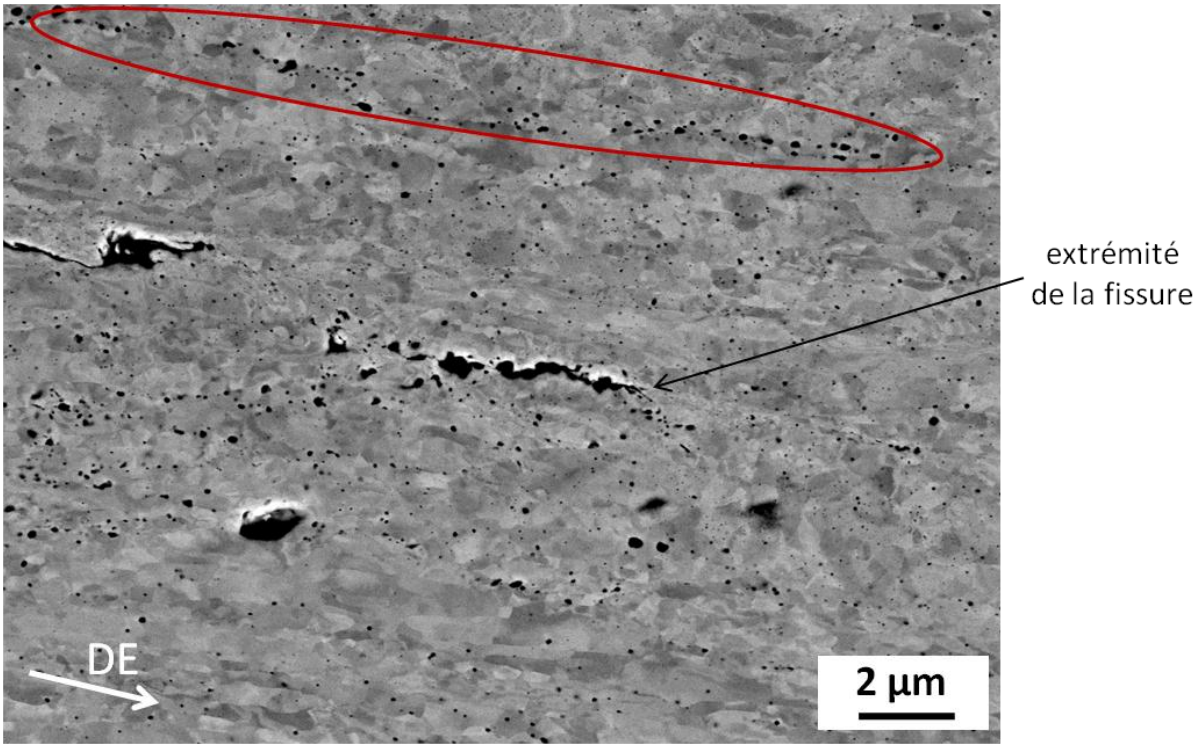


Figure IV-32 : Alignement de précipités observé à proximité de la fissure de bifurcation sur la nuance J27. La direction d'extrusion (DE) est représentée.

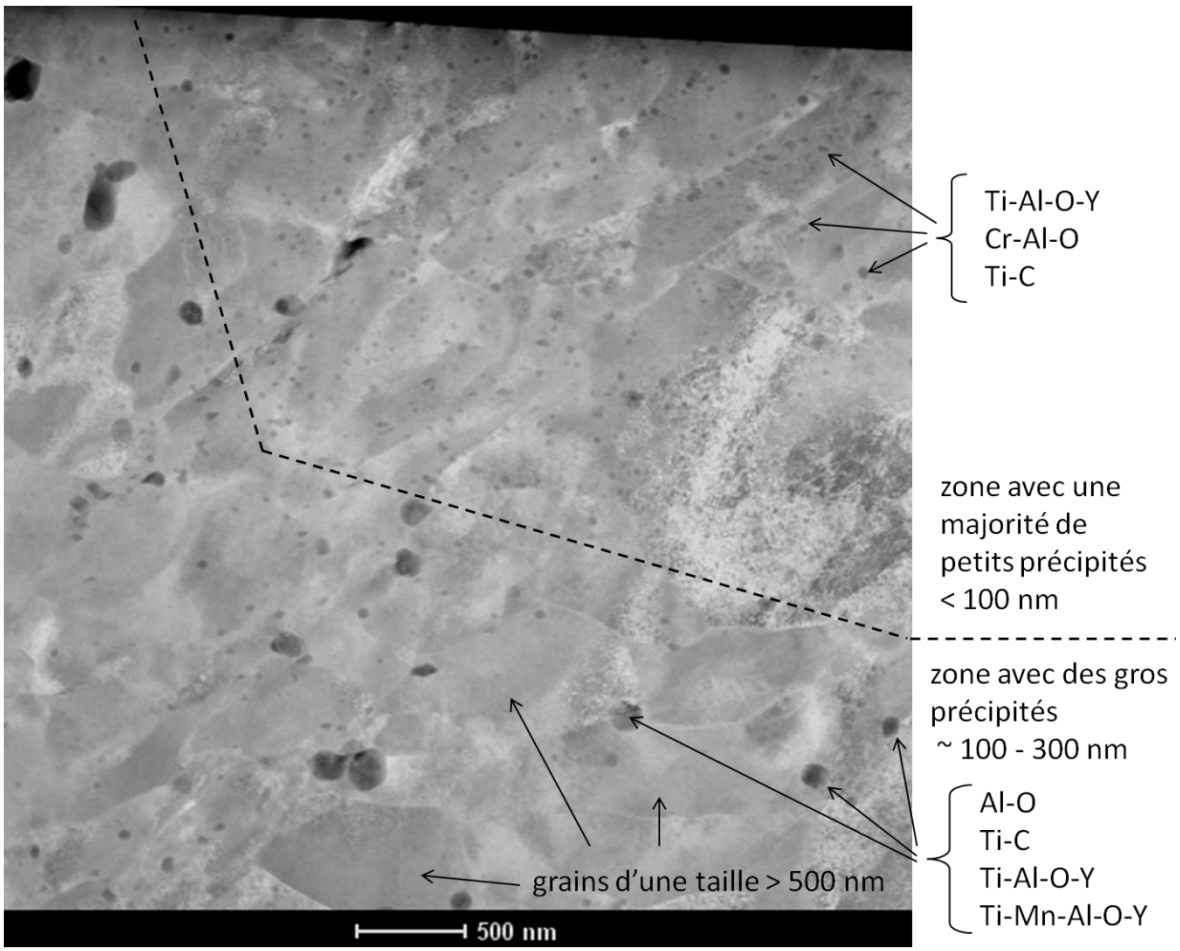


Figure IV-33 : Populations de précipités observées sur la nuance d'acier ODS J27 sur une lame mince prélevée au FIB. Deux zones apparaissent : une zone avec une majorité de petits précipités d'une taille inférieure à 100 nm, et une zone avec de nombreux précipités dont la taille dépasse 100 nm.

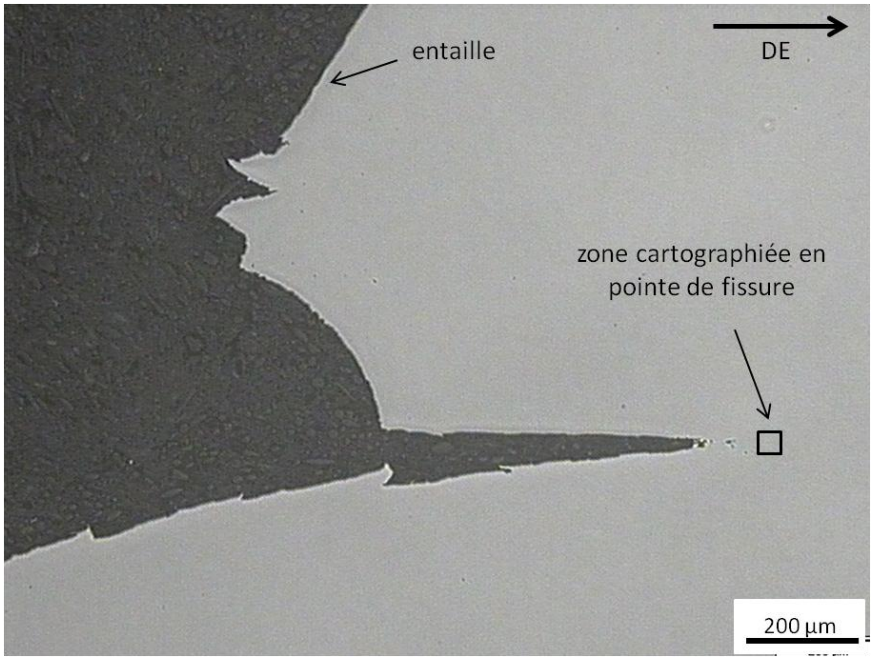


Figure IV-34 : Localisation de la zone cartographiée à la microsonde de Castaing sur la Figure IV-35, la zone se situe à proximité d'une fissure de bifurcation observée sur une éprouvette issue de la nuance J27 testée en résilience à 20°C. La direction d'extrusion (DE) est représentée.

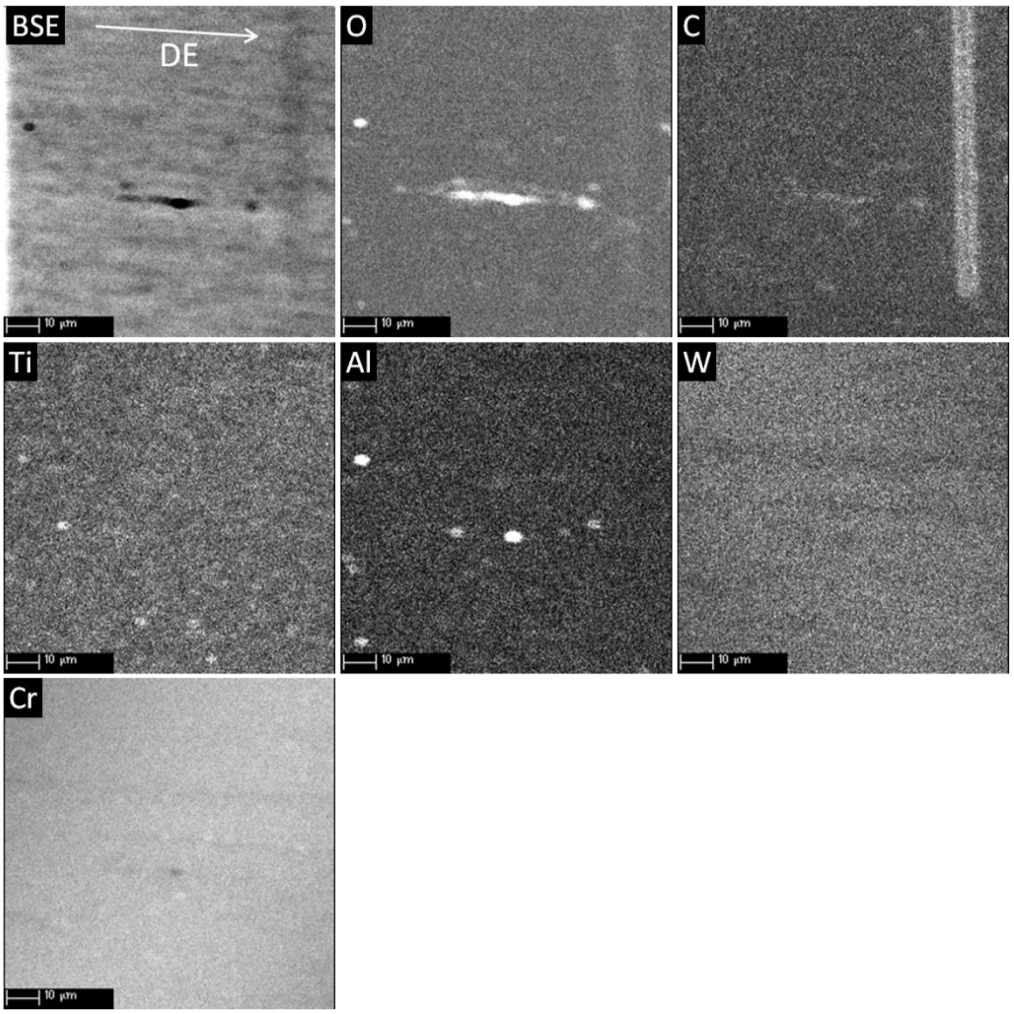


Figure IV-35 : Cartographies réalisées à la microsonde de Castaing sur la nuance J27 à proximité de la pointe d'une fissure de bifurcation. Le trait blanc vertical présent sur la cartographie du carbone est un artéfact de mesure. La direction d'extrusion (DE) est représentée.

Changement de direction de la fissure de bifurcation

Le changement de direction de la fissure de bifurcation, ou la création d'une nouvelle fissure instable, est caractérisée par une chute de charge sur la courbe force-déplacement. Un cliché MEB du faciès de rupture de la nuance J27 testée en résilience à +20°C est présenté sur la Figure IV-36. Sur ce faciès, du clivage apparaît à l'extrémité de la plage de rupture intergranulaire décrite précédemment, et des cupules caractéristiques d'une rupture ductile sont également présentes.

La présence de clivage à +20°C, qui est en accord avec l'occurrence d'une chute de charge caractéristique d'une rupture brutale sur la courbe f-d correspondante (Figure IV-27), invalide donc le tracé de la courbe en énergie à rupture défini dans le chapitre II. En effet, d'après nos observations fractographiques, la nuance est encore en transition ductile-fragile à +20°C alors que la courbe modélisée par l'équation II.1 (Figure II-29) semble indiquer que le palier ductile est atteint à cette même température.

Dans le cas des nuances qui présentent une rupture de type bifurcation, la valeur de l'énergie du palier ductile définie comme étant la valeur la plus élevée ne peut s'appliquer, et la valeur de la TTDF est sous-estimée. En effet, si l'on prend en compte l'évolution du taux de cristallinité présenté sur la Figure IV-37 et non l'évolution de l'énergie à rupture, la TTDF (température à laquelle le taux de cristallinité est égal à 50%) de cette nuance en sollicitation LT est d'environ -10°C au-lieu de -29°C, et le palier ductile semble être atteint vers +100°C d'après cette courbe et non +20°C.

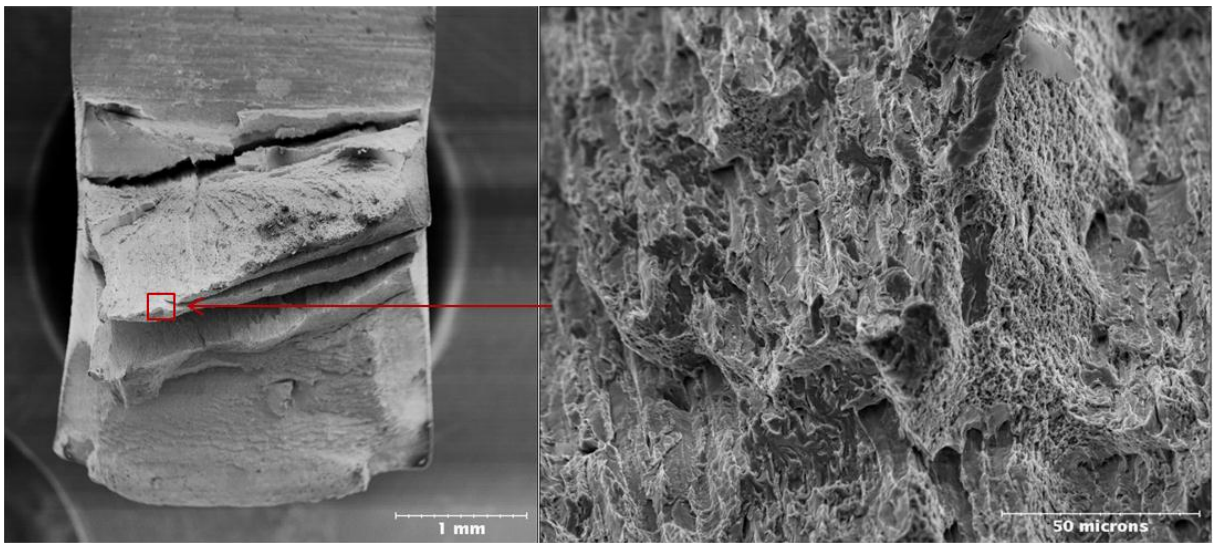


Figure IV-36 : Cliché MEB réalisé sur la zone de changement de direction d'une fissure de bifurcation de la nuance J27 testée en résilience à 20°C en sollicitation LT.

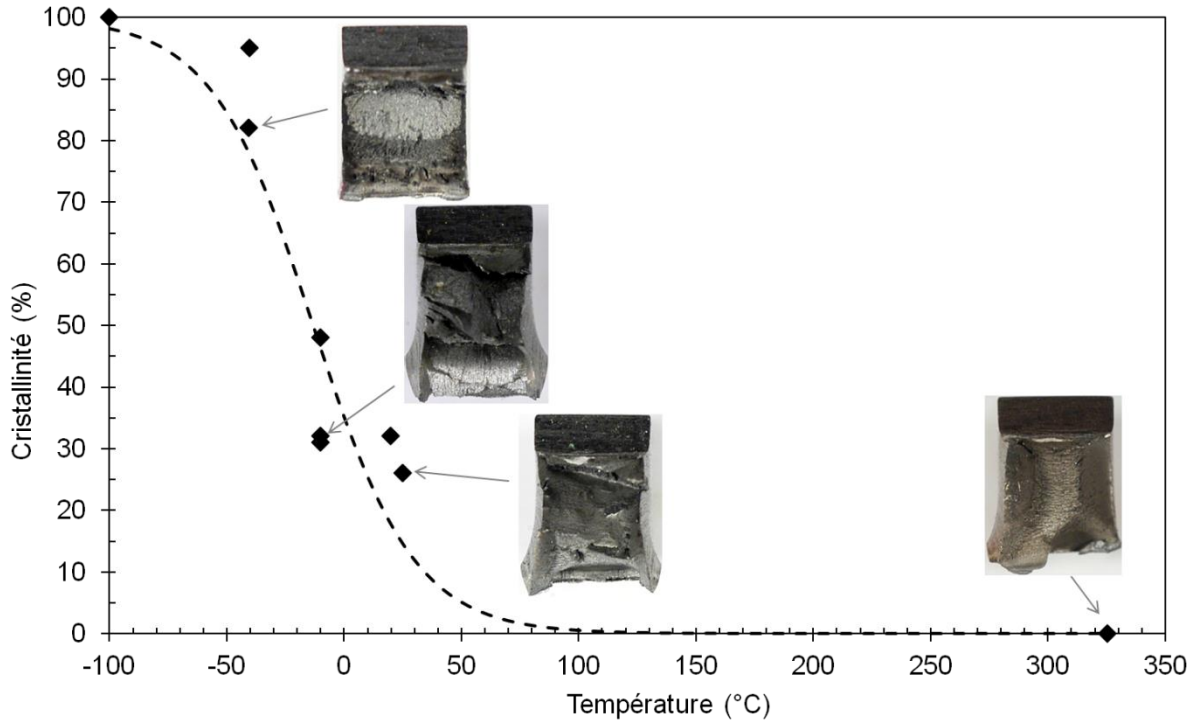


Figure IV-37 : Évolution du taux de cristallinité de la nuance J27 sollicité en résilience en sens LT en fonction de la température.

d. Etude des fissures de délaminage

D'après le schéma proposé par Kimura et al. [Kimura-2010] et présenté dans l'étude bibliographique (Figure IV-8), les mécanismes de rupture de type délaminage et bifurcation ont très probablement la même origine microstructurale, et l'orientation des fissures sur le faciès de rupture dépend du sens de sollicitation, comme l'ont montré Bramfitt et Marder [Bramfitt-1977]. Les effets des hétérogénéités chimiques seront donc étudiés sur les fissures de délaminage et les conclusions obtenues transposées aux fissures de bifurcation.

Essais de résilience

Dans le cas de la nuance à 14%Cr filée sous forme de larget et dénommée F40 présentée dans le chapitre II, des fissures de délaminage sont apparues sur les faciès de rupture de la nuance sollicitée en sens LT, comme le montre la Figure IV-38.

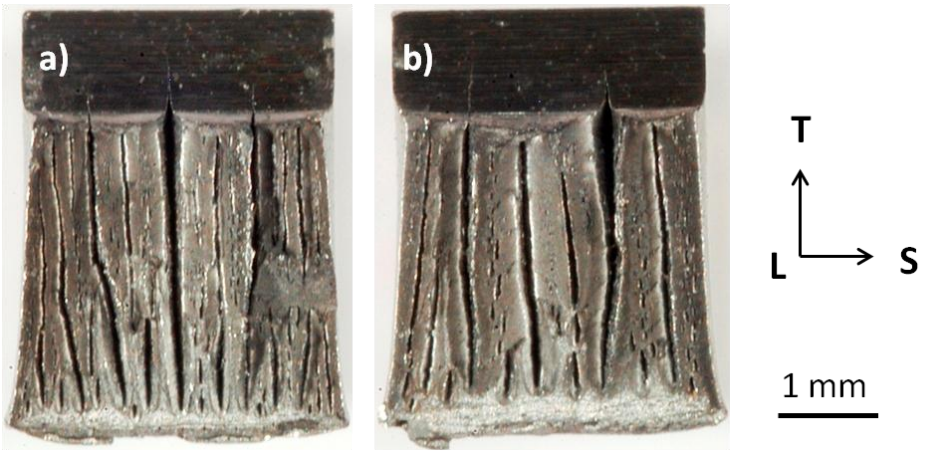


Figure IV-38 : Faciès de rupture de la nuance F40 testée en résilience en sollicitation LT a) à -40°C et b) à +100°C et présentant de nombreuses fissures de délaminage.

Contrairement aux éprouvettes qui présentent une rupture par bifurcation, les courbes f-d de ces éprouvettes présentées sur la Figure IV-39 ne présentent pas de palier à charge constante. Dans le cas de l'éprouvette testée à +100°C, on note cependant la présence d'oscillations plus marquées sur la courbe f-d dans la zone qui correspond à l'avancée de la fissure stable, et qui pourraient être associées à la création d'une fissure de délaminage. Il faut noter que la présence de telles oscillations n'accroît pas l'aire sous la courbe f-d, et n'a donc que peu d'influence sur l'énergie à rupture. De plus, d'après la Figure IV-40, qui représente une coupe perpendiculaire du faciès de rupture présenté sur la Figure IV-38a suivant le plan L-S, la matière a rompu par striction entre chaque fissure de délaminage, comme l'a déjà décrit Bramfitt [Bramfitt-1977]. Dans ce cas, les fissures de délaminage se sont donc créées avant la propagation de la fissure principale.

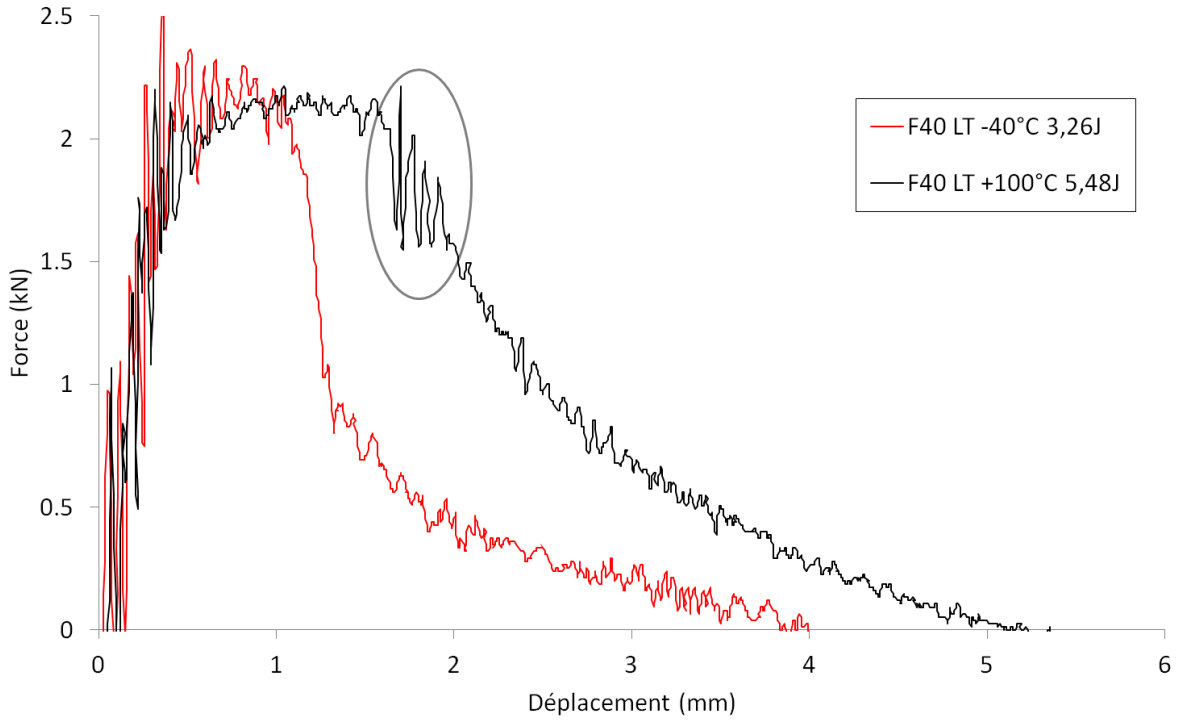


Figure IV-39 : Courbes force-déplacement associées aux éprouvettes de la nuance F40 testées en résilience en sollicitation LT à -40°C et +100°C. Les oscillations repérées sont probablement associées à l'apparition d'une fissure de délaminage.

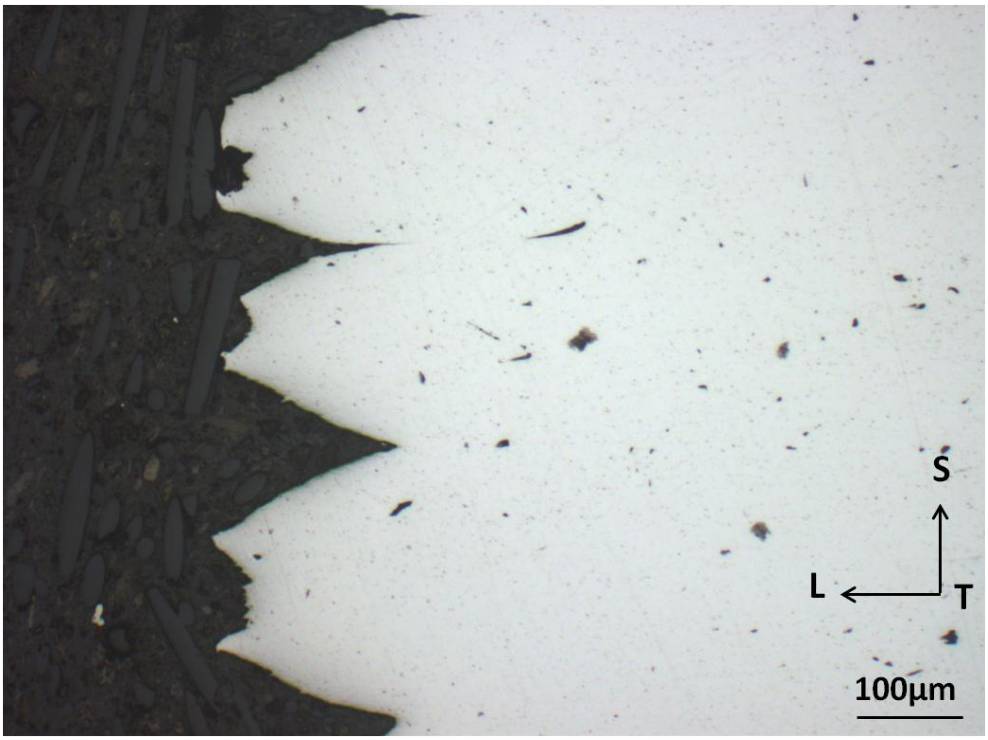


Figure IV-40 : Micrographie réalisée au microscope optique sur une éprouvette de résilience de la nuance F40 rompue à -40°C en sollicitation LT. L'éprouvette est observée dans le plan L-S, les directions L, T et S du larget sont représentées. Les éléments sombres sont des artéfacts dus au polissage.

Analyses chimiques

La Figure IV-41 présente les cartographies réalisées à la microsonde de Castaing à proximité de la pointe d'une de ces fissures de délaminage observée sur la Figure IV-40. On remarque la présence d'oxydes d'aluminium, de carbures, mais aussi de très nombreux alignements de précipités riches en titane le long de la direction de laminage. De plus, comme dans le cas de la nuance J27, la répartition du chrome et du tungstène ne semble pas être homogène.

On peut alors supposer que la présence de fissures de délaminage soit, d'une part, effectivement due à la forme allongée des grains dans la direction L et aplatie dans la direction T, comme rapporté par Bramfitt et Marder [Bramfitt-1977], et, d'autre part, que cet effet soit favorisé par la présence d'inclusions riches en titane alignées suivant la direction de laminage.

Cependant, à la température d'essai de -40°C, aucune relation n'apparaît entre la distance entre les alignements d'oxydes de titane (de 2 à 10 µm) et la distance entre les fissures de délaminage (de 200 à 250 µm sur la Figure IV-40). Par contre, d'après la Figure IV-42, la distance entre les micro-fissures observées à -100°C, qui est comprise entre 10 et 30 µm, se rapproche de la distance entre les alignements d'oxydes.

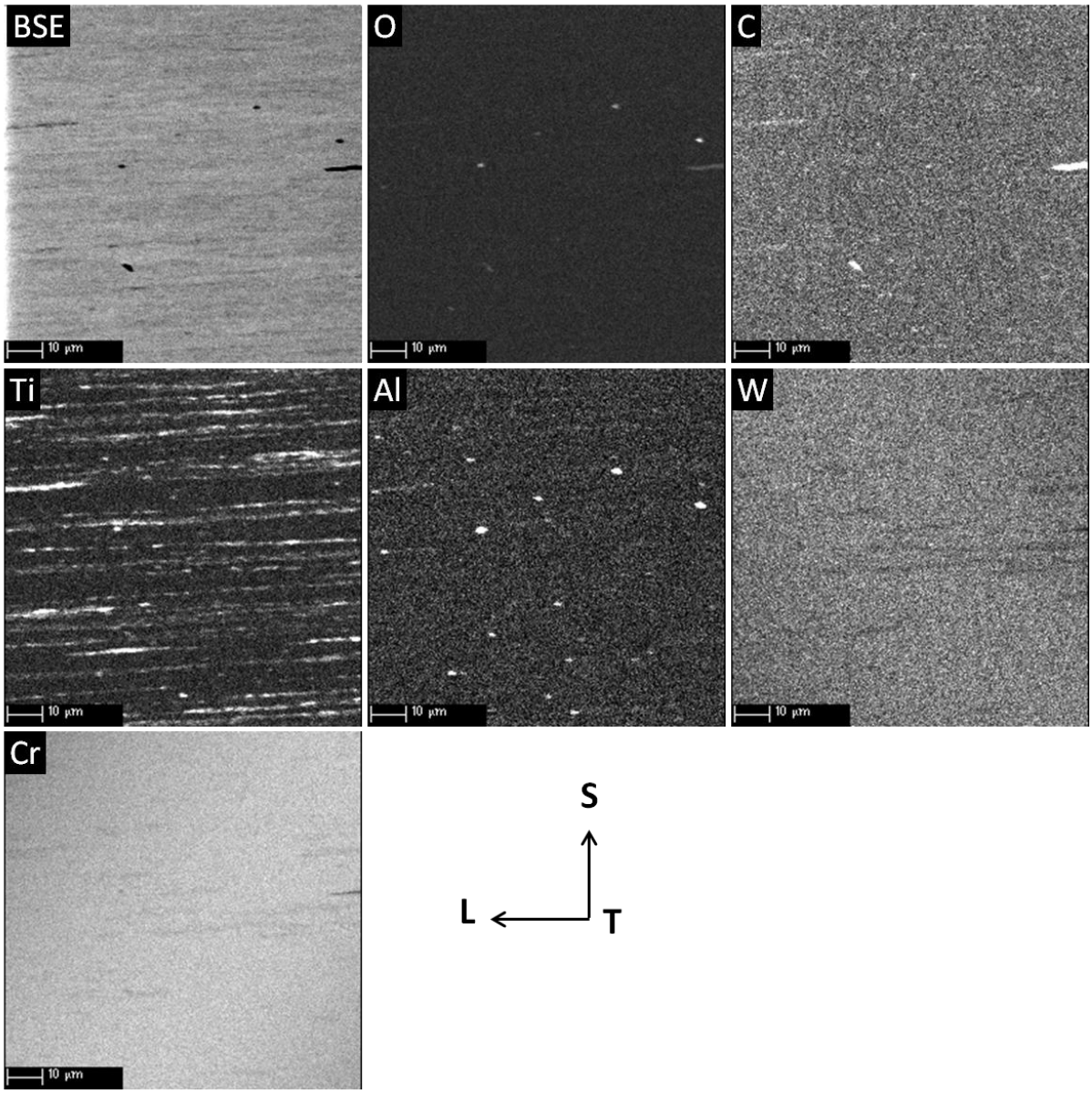


Figure IV-41 : Cartographies dans le plan L-S réalisées à la microsonde de Castaing à proximité de la pointe d'une fissure de délaminage observée sur la nuance F40 testée en résilience à -40°C selon la direction LT.

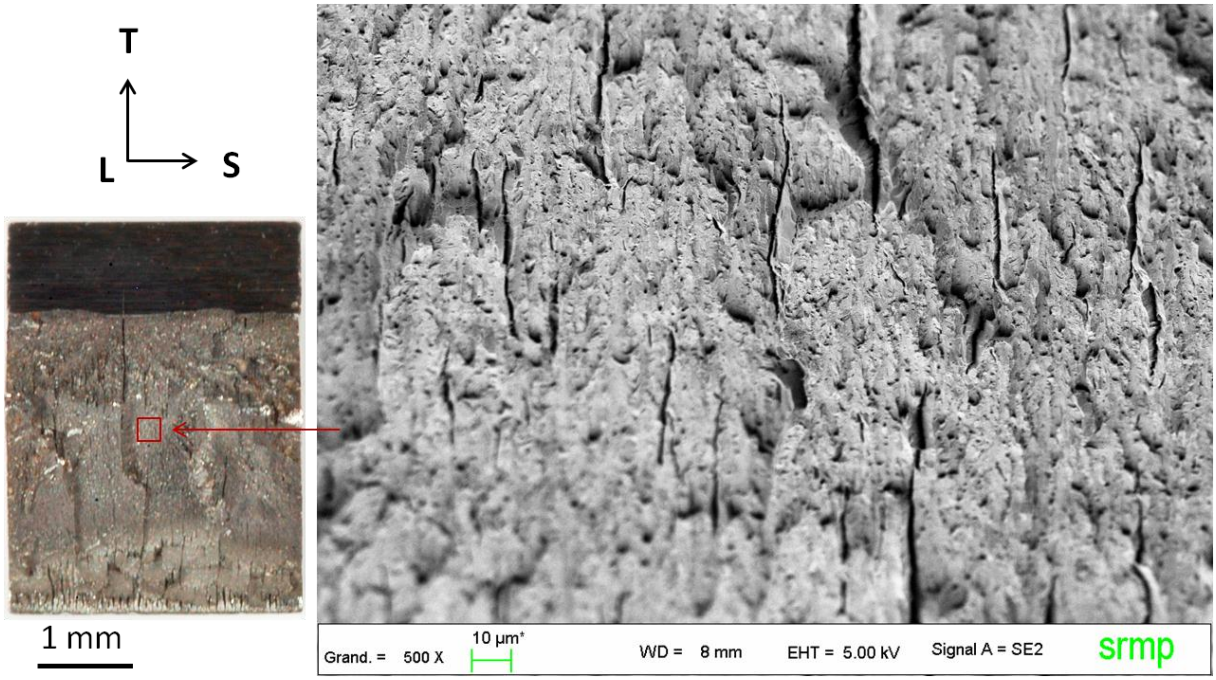


Figure IV-42 : Vue macroscopique du faciès de rupture de la nuance F40 testée en résilience à -100°C dans la direction de sollicitation LT, et cliché réalisé au MEB-FEG dans la zone repérée sur la vue macroscopique.

e. Discussion et conclusion

D'après plusieurs auteurs [Bramfitt-1977, Rieth-2010], et en accord avec nos résultats, la texture morphologique caractérisée par des grains allongés suivant l'axe de filage semble être le facteur prépondérant sur l'apparition du mécanisme de bifurcation observé sur la nuance J27. Au second ordre, la propagation de la fissure semble être favorisée par la présence d'alignements de grains dont l'orientation cristallographique ne correspond pas à la composante majoritaire de la texture, conséquence du procédé d'élaboration utilisé. Cela se traduit par la présence de facettes de clivage à l'intérieur de la fissure de bifurcation. On observe également des alignements de précipités au milieu de ces alignements de grains « hors-texture », mais leur rôle direct sur la propagation de la fissure n'est pas encore identifié. Toutefois, d'après nos premières observations au MET, il semblerait que la population de précipités puisse avoir une influence sur la taille et éventuellement sur l'orientation cristallographique des grains, ces dernières régissant les mécanismes de propagation des fissures de bifurcation.

Cependant, d'autres facteurs d'influence sont ici évoqués, comme la présence d'hétérogénéités chimiques et d'alignements d'oxydes. En ce qui concerne les alignements d'oxydes de titane, ils semblent favoriser la formation des fissures secondaires de clivage à basse température sur le larget F40, mais ce paramètre ne semble pas être facteur essentiel étant donné que la nuance J27 ne contient pas de tels alignements d'oxydes. Par contre, les deux nuances F40 et J27 présentent toutes deux des hétérogénéités sur la répartition du chrome et du tungstène, qui prennent la forme de bandes alignées suivant l'axe de filage. Toutefois, le lien direct entre ces hétérogénéités chimiques et la propagation de fissures n'a pas pu être établi.

D'autre part, en ce qui concerne le mécanisme de bifurcation, cette étude a également montré que l'amorçage de la fissure nécessite moins d'énergie lors d'une sollicitation dynamique que lors d'une sollicitation quasi-statique. De plus, la diminution de la température semble aussi abaisser cette énergie. L'apparition d'un tel mécanisme se traduit sur les courbes f-d par une

chute de charge qui correspond à l'amorçage de la fissure, suivie d'un « quasi-palier » à charge constante, ce qui correspond à la propagation stable de la fissure de bifurcation. Notre étude a également montré que, dans le cas de la nuance J27, ce n'est pas l'avancée de la fissure elle-même qui augmente l'énergie consommée, mais plutôt le fait que l'éprouvette se déforme jusqu'à l'apparition d'une nouvelle fissure instable. De même, l'énergie consommée lors de l'apparition des fissures de délaminage sur le larget F40 n'est pas significative par rapport à l'énergie à rupture.

Comme nous avons pu le voir dans les chapitres précédents, lorsque l'on utilise la méthode classique pour définir la TTDF et l'USE, la valeur de la TTDF est alors sous-estimée et celle de l'USE surestimée du fait des valeurs d'énergie élevées en zone de transition ductile-fragile, ces dernières étant dues à l'occurrence du mécanisme de bifurcation. Il est alors nécessaire de redéfinir un critère de comparaison pour les matériaux qui présentent ce type de comportement, et ce afin de s'affranchir des incohérences relevées entre les observations fractographiques et les courbes modèles. Contrairement à l'énergie à rupture mesurée en fin d'essai, l'énergie à l'amorçage de la rupture brutale E_{am} calculée à partir des courbes f-d n'est, quant-à elle, pas affectée par la présence de bifurcation. Cette énergie semble donc être un critère de comparaison adapté pour s'affranchir de la dispersion en énergies causée par la bifurcation. Nous pouvons alors définir une nouvelle température de référence à partir de ces courbes en énergie à l'amorçage. Par exemple, dans le cas des nuances d'acier ODS étudiées et d'après la Figure IV-43, il n'y a plus de rupture fragile ni de fissure de délaminage ou de bifurcation observée expérimentalement au-delà d'une énergie E_{am} de 4 J. Pour chaque nuance, on peut alors relever la température qui correspond à l'énergie à l'amorçage de 4 J et l'utiliser comme critère de comparaison, ce critère est ici noté $T_{Eam=4J}$. Les valeurs de $T_{Eam=4J}$ correspondantes aux nuances de l'étude ainsi que les valeurs de la TTDF définies avec l'équation II.1 sont reportées dans le Tableau IV-1. On remarque alors que le classement des nuances étudiées n'est pas modifié en utilisant le critère $T_{Eam=4J}$ plutôt que le critère TTDF, mais les températures $T_{Eam=4J}$ donnent une information supplémentaire sur la potentialité de voir apparaître une rupture brutale. En effet, à la température de 0°C donnée par le cahier des charges, ce critère montre qu'aucune nuance n'est affranchie de l'apparition d'une rupture brutale, que ce soit sous forme de fissure fragile, de fissure de délaminage ou de bifurcation. D'autre part, suivant le critère technologique qui sera retenu, il sera alors possible d'adapter la valeur de l'énergie à l'amorçage de la rupture brutale ici donnée à 4 J.

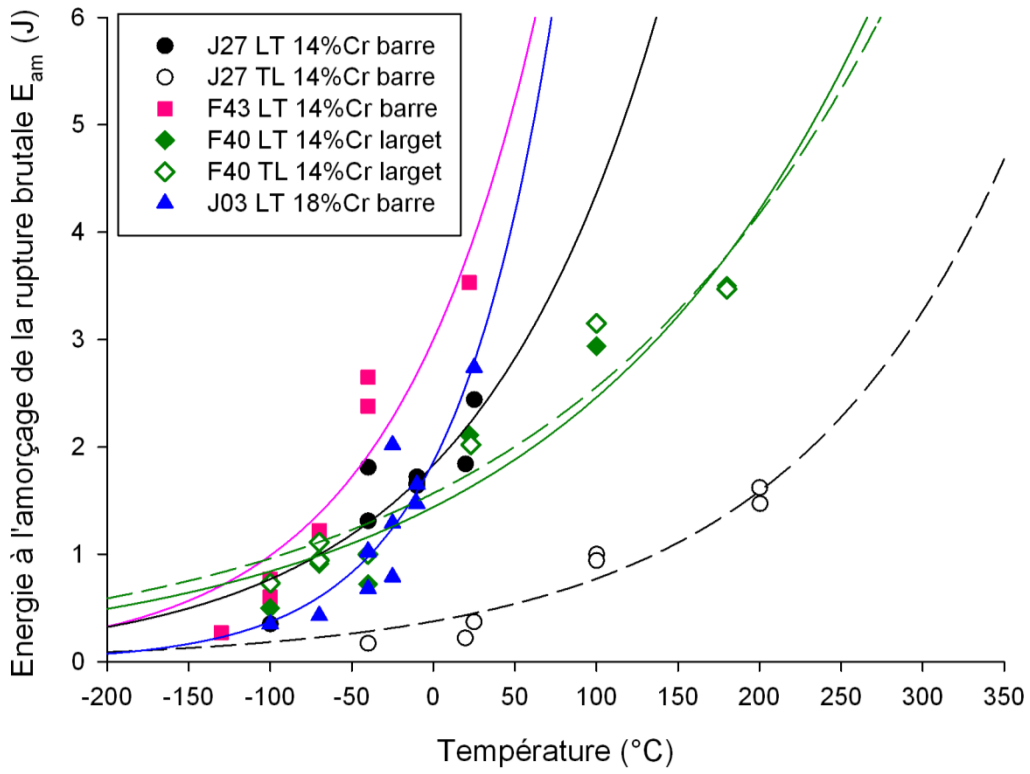


Figure IV-43 : Evolution de l'énergie à l'amorçage de la rupture brutale des nuances d'acier ODS étudiées.

Tableau IV-1 : Valeurs de TTDF et de $T_{Eam=4J}$ pour les nuances d'aciers ODS étudiées, classées de la TTDF la plus basse à la plus haute.

Nuance	F43 LT	J03 LT	J27 LT	F40 LT	F40 TL	J27 TL
TTDF	-95°C	-37°C	-30°C	+1°C	+6°C	+101°C
$T_{Eam=4J}$	+20°C	+40°C	+80°C	+180°C	+180°C	+320°C

En ce qui concerne la géométrie tubulaire, le mécanisme de bifurcation a été observé sur la nuance d'acier ODS PM2000 laminée sous forme d'un tube de 100 mm de diamètre et 8 mm d'épaisseur de paroi lorsque la nuance a été testée en sollicitation LS [Chao-2013]. Ce mécanisme est donc susceptible d'apparaître sur une géométrie de tube, dont le diamètre et l'épaisseur de paroi sont réduits d'un facteur 10 par rapport au tube caractérisé par Chao et al..

Enfin, dans le chapitre suivant, la modélisation de l'apparition de la rupture fragile par clivage sera étudiée. Les courbes f-d qui seront utilisées seront donc tronquées au niveau de l'apparition de la première fissure instable, étant donné que l'objectif de cette étude n'est pas de modéliser la phase de propagation de la fissure de bifurcation. Cependant, avant de proposer une modélisation de la rupture fragile, nous avons besoin d'identifier les micromécanismes qui régissent l'amorçage et la propagation de la rupture par clivage, ce qui fait l'objet de la partie suivante.

2. Micromécanismes de clivage

a. Etude bibliographique

La rupture par clivage se fait en plusieurs étapes. Tout d'abord, la fissure de clivage s'amorce en présence de déformation plastique lorsque les conditions de contraintes sont atteintes sur un certain type de défaut, par exemple un joint de grain ou une particule. Le schéma proposé par Pineau et al. et présenté sur la Figure IV-44 décrit les conditions d'amorçage d'une telle fissure de clivage [Pineau-2010]. Dans le cas d'une géométrie entaillée, le site d'amorçage est localisé à une distance égale à deux fois la valeur du CTOD (crack tip opening displacement) de l'entaille, qui est lui-même équivalent à la valeur $K^2/ERp_{0,2\%}$, avec K le facteur d'intensité de contraintes. L'amorçage du clivage est également caractérisé par une valeur de contrainte critique définie par Griffith [Griffith-1921] :

$$\sigma_c = \sqrt{\frac{2E\gamma_s}{\pi a}} \qquad \text{Eq. (IV.1)}$$

Avec σ_c la contrainte critique pour propager une fissure de longueur a, γ_s l'énergie de surface et E le module d'Young.

De plus, d'après ce schéma, l'avancée de la fissure de clivage est précédée d'une phase de déformation plastique. Ensuite, la fissure doit franchir différentes barrières microstructurales pour se propager dans le reste de la structure, ce qui accroît l'énergie consommée lors de la rupture [Pineau-2010]. Nous verrons par la suite que certaines de ces barrières peuvent dévier voire arrêter la fissure de clivage.

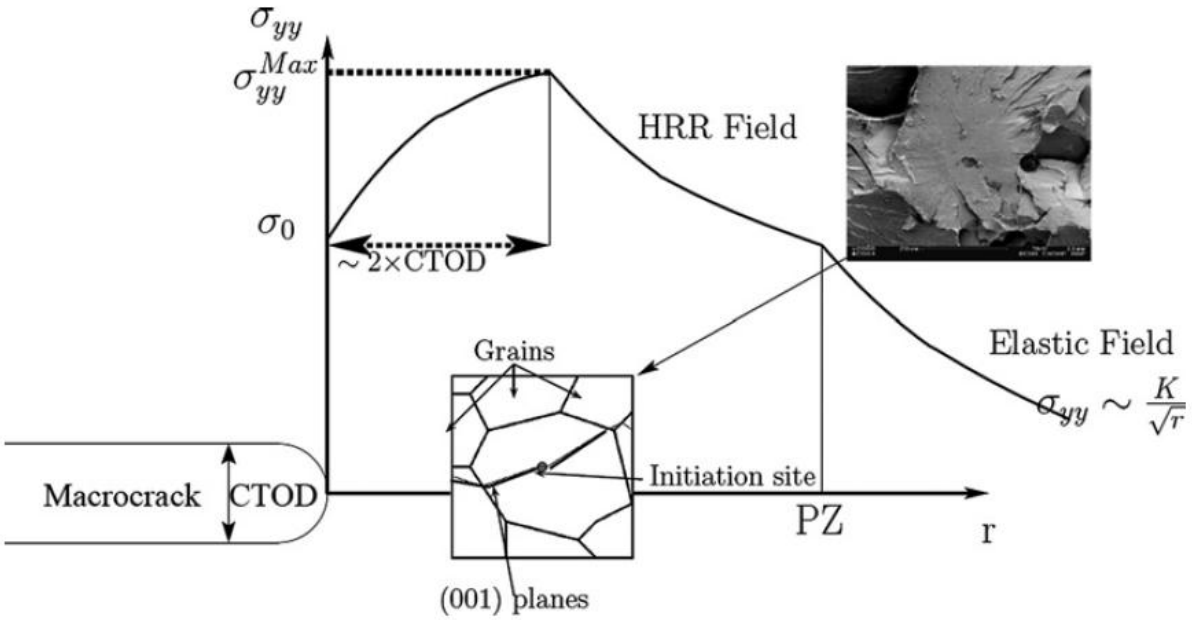


Figure IV-44 : Schéma représentant l'évolution de la contrainte d'ouverture σ_{yy} en avant d'une fissure émoussée, la plasticité étant confinée en pointe de la fissure. Le site d'amorçage est situé à une distance égale à 2 x CTOD à partir de la pointe de la fissure, ce qui correspond à la zone où la contrainte est maximale.

Nature des sites d'amorçage du clivage rencontrés dans les aciers

Dans le cas d'une nuance d'acier bainitique de type 16MND5, plusieurs types de site d'amorçage du clivage ont été identifiés [Tanguy-2005]. Ces différents sites sont principalement des précipités ou des inclusions tels que les carbures et les sulfures de manganèse, mais le site d'amorçage peut également correspondre à des grains faiblement désorientés entre eux ou à un joint de grains. Les clichés MEB réalisées par Tanguy et al. [Tanguy-2005] sur ces différents types de sites d'amorçage du clivage sont rapportés sur la Figure IV-45.

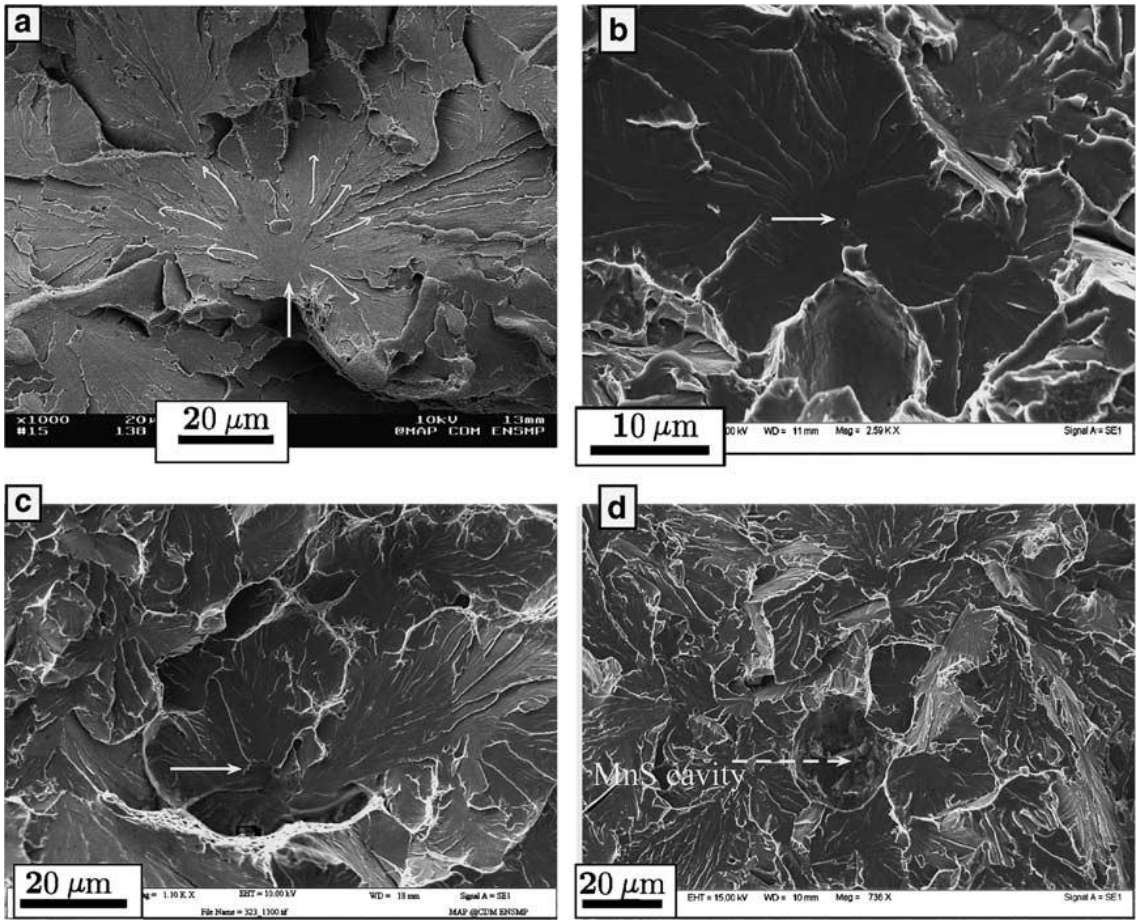


Figure IV-45 : Clichés MEB de sites d'amorçage du clivage dans le cas d'un acier bainitique 16MND5 : a) larges facettes de clivage faiblement désorientées entre elles, b) carbure de fer associé à une cavité ductile, c) carbure de titane, et d) sulfure de manganèse [Tanguy-2005].

Dans le cas des aciers ODS, l'amorçage du clivage semble également se produire sur des particules, comme l'ont montré Hadraba et al. dans le cas de la nuance à 9%Cr EUROFER 97 testée en résilience à -70°C [Hadraba-2009]. D'après le cliché MEB de la Figure IV-46, la taille de la particule observée sur le site d'amorçage du clivage est de l'ordre du micromètre, la nature de la particule n'est pas rapportée par les auteurs.

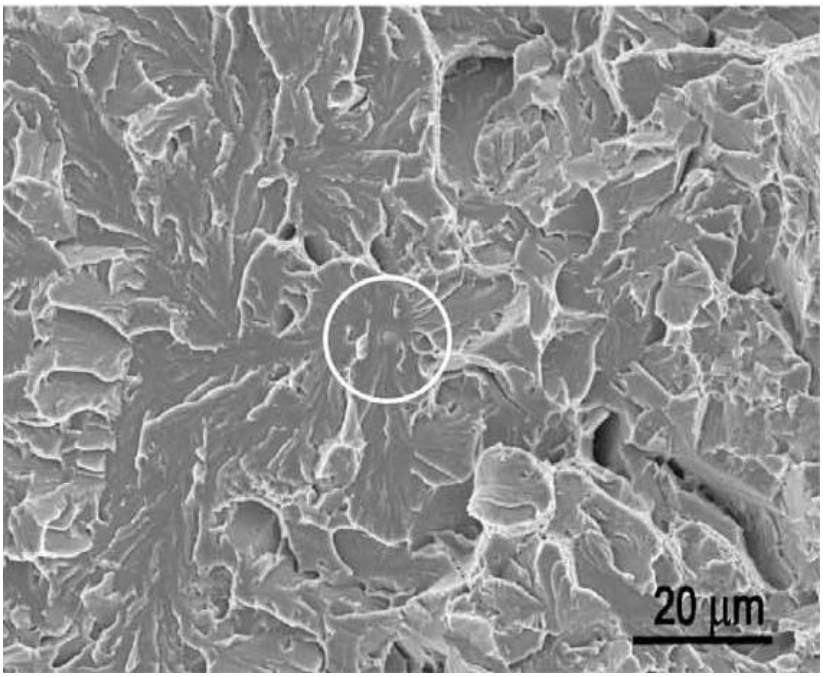


Figure IV-46 : Amorçage du clivage sur une particule sur la nuance d'acier ODS EUROFER 97 testée en résilience à -70°C [Hadraba-2009].

Propagation et arrêt de la fissure de clivage dans les aciers conventionnels

La fissure de clivage se propage en suivant les plans cristallographiques de faible densité, qui sont de type {100} dans le cas des métaux de structure cubique centrée [Pineau-1993]. Dans les matériaux polycristallins présentant une texture cristallographique isotrope, les plans de clivage sont désorientés d'un grain à l'autre. La fissure de clivage est donc généralement déviée lorsqu'elle atteint un joint de grains. La fissure peut également être déviée à l'intérieur d'un grain à cause de la présence de sous-joints de faible désorientation, d'inclusions, de dislocations ou d'autres défauts, on observe alors la présence de rivières de clivage [Kerlins-1987].

On distingue deux grands types de joints de grains. Les joints de type tilt sont caractérisés par une rotation du plan de clivage autour d'un axe perpendiculaire à la direction de propagation de la fissure. La schématisation du passage de la fissure de clivage sur un joint tilt proposée par Kerlins est présentée sur la Figure IV-47 [Kerlins-1987]. La Figure IV-48 présente un cliché MEB d'un faciès de rupture caractéristique du passage de la fissure de clivage sur un joint tilt, la distribution des rivières de clivage est conservée au passage de ce joint de grains.

Les joints de grains de type twist sont caractérisés par une rotation du plan de clivage autour d'un axe parallèle à la direction de propagation de la fissure. La schématisation du passage de la fissure de clivage sur un joint twist proposée par Kerlins est présentée sur la Figure IV-49 [Kerlins-1987]. D'après la Figure IV-50, contrairement au cas du joint tilt, le passage de la fissure de clivage sur un joint twist entraîne la formation de nombreuses rivières de clivage (ou segmentations du plan de rupture). Les récents travaux d'Andrieu [Andrieu-2013] ont montré que le nombre de segmentations formées lors du franchissement d'un joint de grain de type twist augmente avec la désorientation de ce dernier, ce qui a pour effet d'accroître l'énergie dissipée.

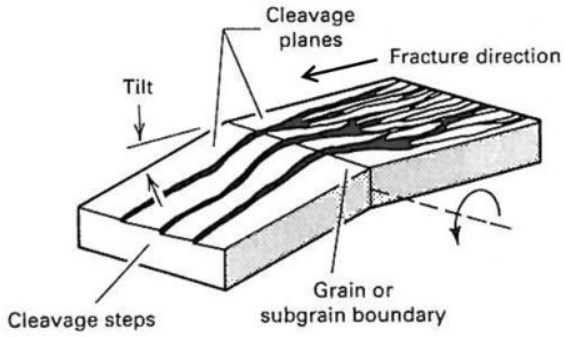


Figure IV-47 : Schéma du passage de la fissure de clivage sur un joint tilt [Kerlins-1987].

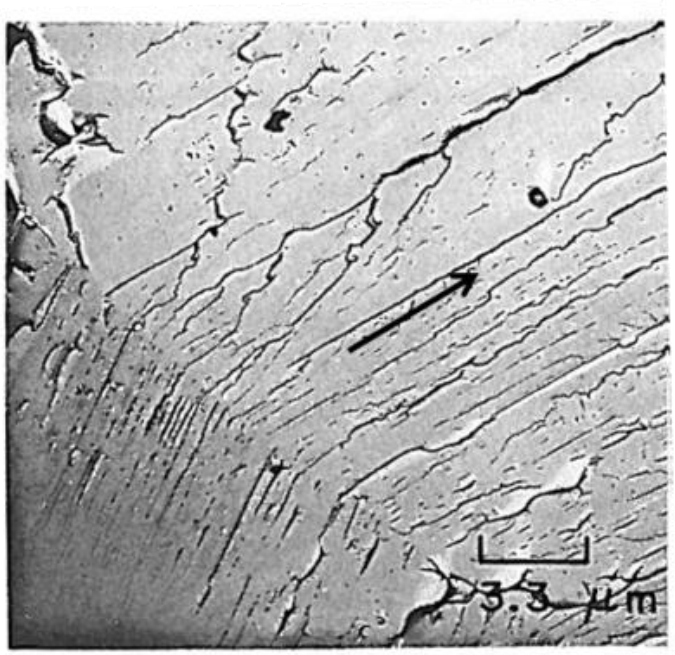


Figure IV-48 : Cliché MEB du passage d'une fissure de clivage sur un joint tilt, la flèche indique le sens de propagation de la fissure [Kerlins-1987].

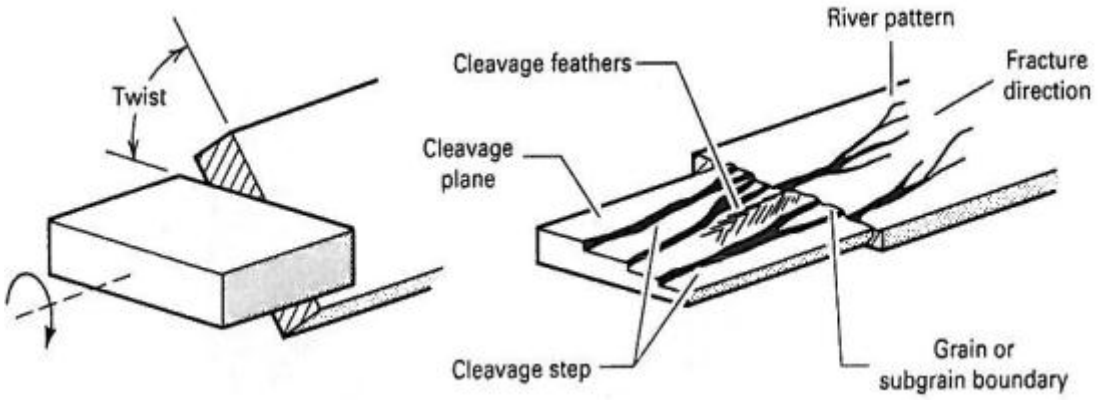


Figure IV-49 : Schéma du passage de la fissure de clivage sur un joint tilt [Kerlins-1987].

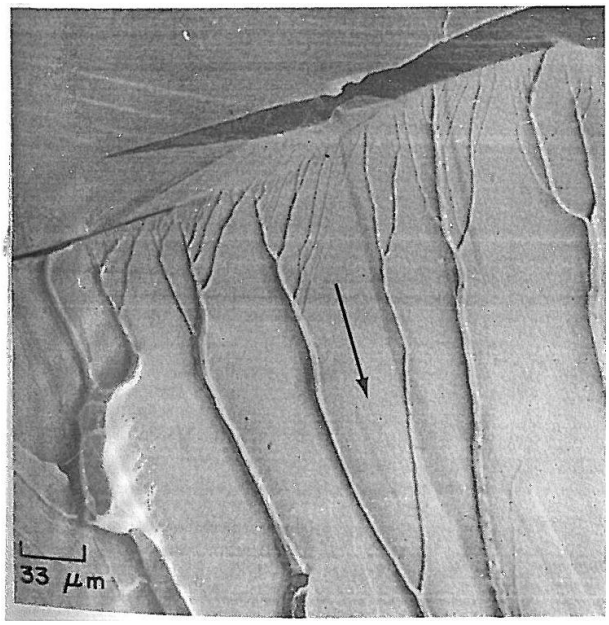


Figure IV-50 : Cliché MEB du passage d'une fissure de clivage sur un joint twist avec réarrangement des rivières de clivage, la flèche indique le sens de propagation de la fissure [Kerlins-1987].

Nohava et al. [Nohava-2003] ont évalué le rôle de la désorientation cristallographique des joints de grains sur la propagation des fissures secondaires de clivage dans l'acier bainitique 16MND5. En accord avec les observations de Kerlins [Kerlins-1987], d'après la Figure IV-51, ces auteurs ont mis en évidence la déviation de la fissure secondaire de clivage lors de la traversée d'un joint de grain de type tilt. De plus, d'après la Figure IV-52, Nohava et al. ont montré que les joints de grains de type twist dont la désorientation est supérieure à 50° arrêtent la propagation de la fissure secondaire de clivage.

Ces résultats sont en accord avec ceux de Lambert-Perlade et al. [Lambert-2004] obtenus dans le cas d'un acier bainitique. La Figure IV-53 montre en effet l'arrêt de la fissure de clivage aux joints de grains dont la désorientation cristallographique est supérieure à 40°. Les joints de grains dont la désorientation cristallographique est supérieure à 15° ont, quant à eux, pour effet de dévier la fissure secondaire de clivage [Lambert-2004].

Ces observations peuvent être expliquées par les résultats d'Andrieu [Andrieu-2013], puisque l'énergie nécessaire pour franchir un joint de grain augmente avec la désorientation de ce dernier.

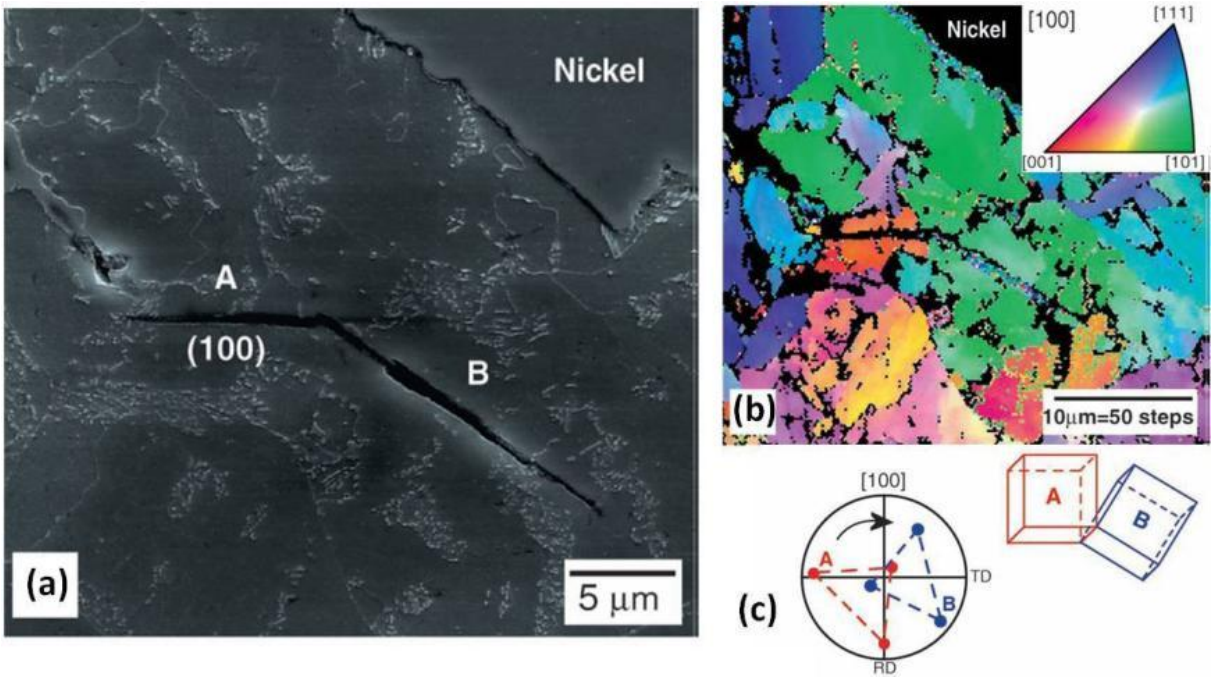


Figure IV-51 : a) Bifurcation d'une fissure de clivage sur un joint tilt, b) cliché EBSD montrant l'orientation des grains aux abords de la fissure et c) figure de pôles correspondant aux grains A et B [Nohava-2003].

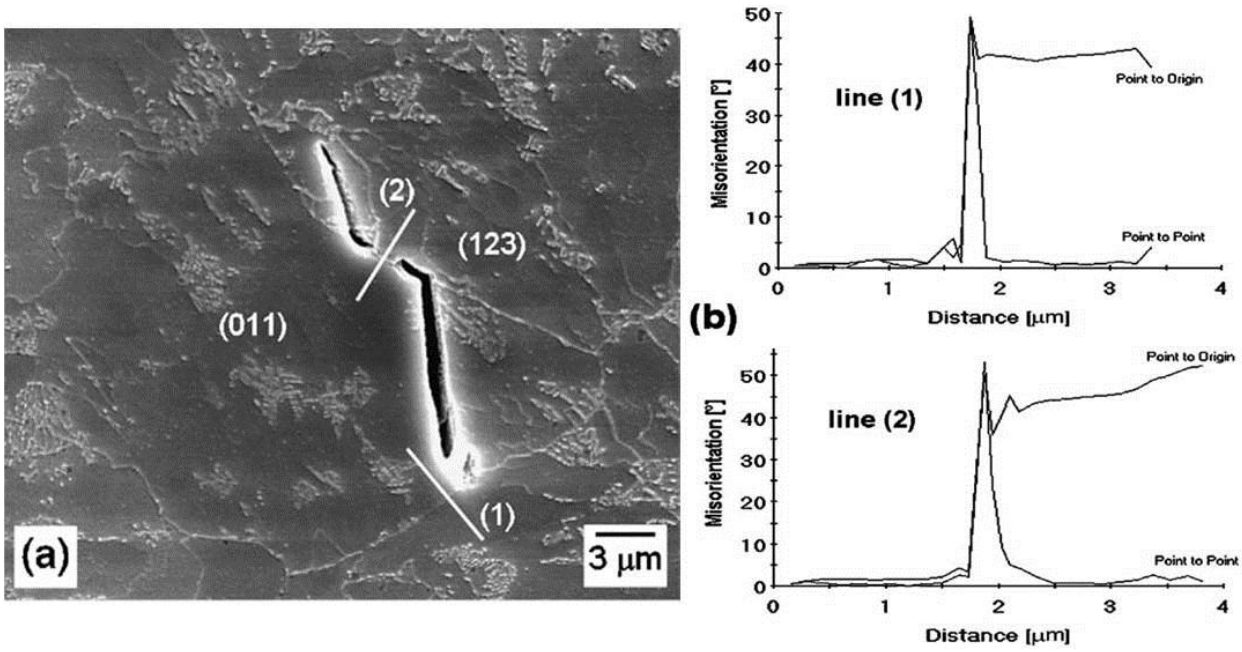


Figure IV-52 : a) Cliché MEB d'une fissure secondaire de clivage, et b) et c) profils de désorientation correspondant aux grains situés à proximité des points d'arrêt de la fissure [Nohava-2003].

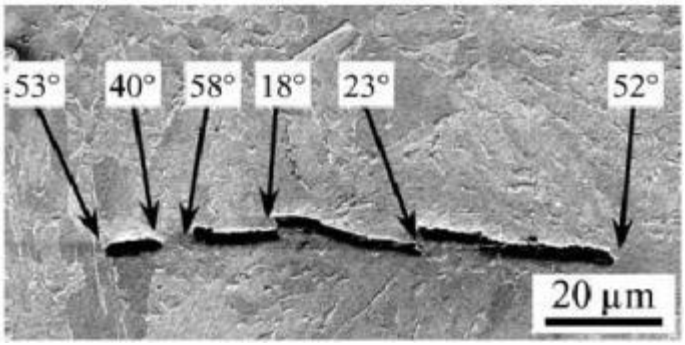


Figure IV-53 : Désorientations des joints de grains aux points de déviation et d'arrêt d'une fissure secondaire de clivage [Lambert-2004].

De plus, d'après Nohava et al. [Nohava-2003], les fissures secondaires de clivage peuvent également être arrêtées par des colonies de précipités. Par exemple, d'après la Figure IV-54a, la fissure s'est arrêtée sur un groupement de carbures pourtant situé sur un joint de grain de faible désorientation (Figure IV-54b).

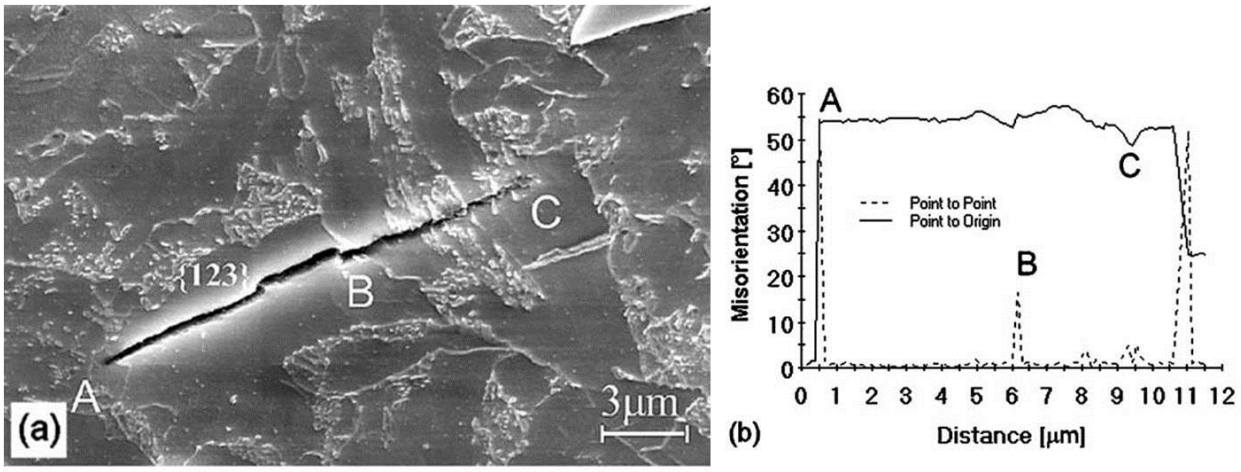


Figure IV-54 : Arrêt d'une fissure de clivage sur un amas de carbures : a) cliché MEB et b) ligne de désorientation des grains le long de la fissure [Nohava-2003].

Enfin, ces différents auteurs ont mis en évidence un lien entre la taille des facettes de clivage et la taille des « unités cristallographiques » [Lambert-2004, Nohava-2003]. Ces unités sont définies comme étant des groupes de grains faiblement désorientés entre eux. Nohava et al. [Nohava-2003] ont évalué la taille de ces paquets à 10 µm en utilisant une désorientation de 15° comme critère. La taille de ces paquets correspond à la taille des facettes de clivage repérées sur le faciès de rupture présenté sur la Figure IV-55. Les trois facettes de clivage A, B et C repérées sur cette figure correspondent alors à trois « grains effectifs » du point de vue du clivage.

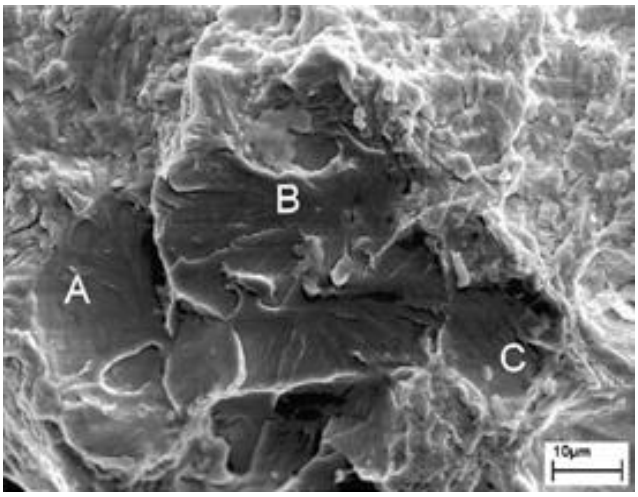


Figure IV-55 : Facettes de clivage observées sur le faciès de rupture de l'acier 16MND5 [Nohava-2003].

Micromécanismes de clivage dans les aciers ODS

Chao et al. [Chao-2013] ont analysé le chemin de propagation d'une fissure de clivage observée sur la nuance d'acier ODS PM2000 laminée sous forme de tube et testée à -196°C. D'après le faciès de rupture présenté sur la Figure IV-56 et le cliché EBSD présenté sur la Figure IV-57, la fissure de clivage a traversé les grains en formant un angle proche de 45° avec l'axe de laminage RD. D'après ces auteurs, l'orientation de la fissure coïncide avec la présence d'une famille de plans de clivage {100} également inclinés de 45° par rapport à l'axe de filage. L'orientation préférentielle des plans {100} est due aux étapes de laminage réalisées sur ce tube [Chao-2013].

De plus, d'après la Figure IV-58, la propagation de la fissure de clivage semble se faire par étapes, puisque des zones déformées plastiquement sont présentes tous les 10 µm environ. La localisation de ces zones déformées semble également correspondre à des légers changements de direction de propagation de la fissure de clivage. On remarque que plusieurs grains ont été traversés par la fissure de clivage entre deux zones déformées, et ces zones correspondent probablement à la présence d'un ligament ductile sur le faciès de rupture.

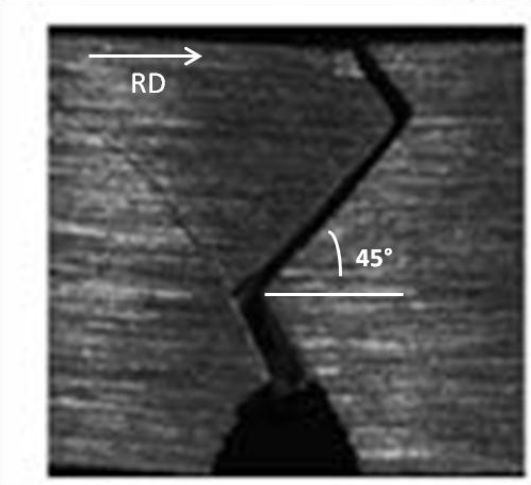


Figure IV-56 : Faciès de rupture de la nuance PM2000 filée sous forme de tube et testée en sollicitation LT à -196°C. Les plans de rupture sont inclinés à 45° par rapport à l'axe de laminage RD [Chao-2013].

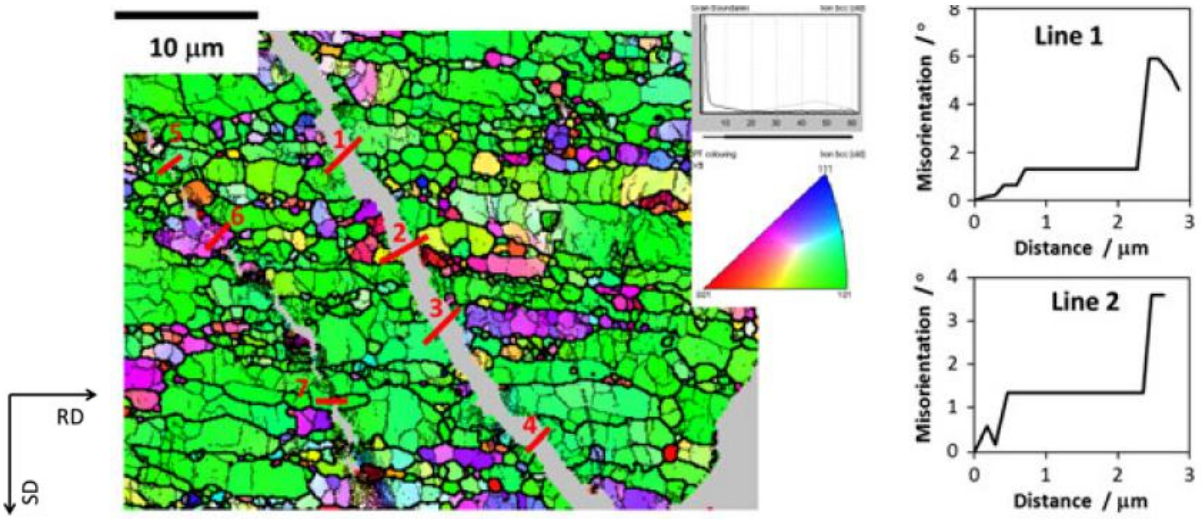


Figure IV-57 : Cartographie EBSD réalisée sur une fissure de clivage observée sur la nuance PM2000 laminée sous forme de tube et testée en résilience à -196°C en sollicitation LT [Chao-2013].

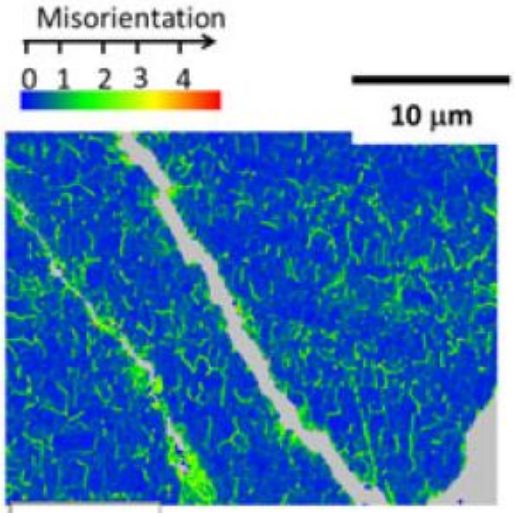


Figure IV-58 : Cartographie de type "Kernel" d'une éprouvette issue de la nuance PM2000 sollicitée en sens LT à -196°C, les zones désorientées correspondent à des zones déformées plastiquement [Chao-2013].

Conclusions

Dans le cas des aciers conventionnels, l'amorçage du clivage peut se produire sur des sites de nature différente, parmi lesquels figurent les inclusions ou précipités, les joints de grains et les carbures. De plus, le site d'amorçage de la rupture par clivage est souvent caractérisé par la présence de facettes de clivage de grande taille et faiblement désorientées entre elles. Dans le cas des aciers ODS, un amorçage du clivage de type particulaire a été observé.

La valeur de la désorientation cristallographique entre les grains a une forte influence sur la propagation du clivage dans les aciers conventionnels. Par exemple, les joints de grains de type twist de forte désorientation cristallographique peuvent arrêter la propagation des fissures secondaires de clivage. Les joints de grains de plus faible désorientation ont, quant à eux, pour effet de dévier la fissure de clivage. Du point de vue mécanique, plusieurs auteurs ont mis en

évidence la notion de taille de grain effective du point de vue du clivage. Ces unités structurales sont définies comme étant des ensembles de grains faiblement désorientés entre eux.

A notre connaissance, il n'y a eu que peu d'études sur les micromécanismes de clivage dans les aciers ODS. Cependant, certains mécanismes semblent être similaires à ceux des aciers conventionnels, puisque l'on retrouve des fissures de clivage qui traversent plusieurs grains avant d'être déviées [Chao-2013]. Cette étude a donc pour premier objectif d'identifier les entités microstructurales qui contrôlent le clivage dans les aciers ODS, et d'expliquer la différence entre la taille des facettes de clivage et la taille des grains observée dans le chapitre II. De plus, nous tenterons d'évaluer l'influence des nano-renforts sur ces micromécanismes de clivage.

b. Identification d'un site d'amorçage du clivage dans une nuance d'acier ODS

Un site d'amorçage de la rupture par clivage a été identifié sur l'éprouvette de résilience issue de la nuance à 14%Cr J27 testée à -100°C en sollicitation LT. Ce site est situé à une distance de 165 µm du fond de l'entaille, ce qui est proche de 2 fois la valeur du rayon de l'entaille (0,1 mm), soit 200 µm. La Figure IV-59 présente les clichés du site d'amorçage réalisés au MEB à différents grandissements, et la Figure IV-60 un cliché réalisé au MEB-FEG de la particule localisée sur le site d'amorçage. La particule a une taille proche de 500 nm, et d'après l'analyse EDS présentée sur la Figure IV-61, il s'agit d'une inclusion riche en titane et en aluminium. Il n'a cependant pas été possible de réaliser d'étude statistique sur la nature et sur la position des sites d'amorçage du clivage à cause du faible nombre d'éprouvettes disponibles.

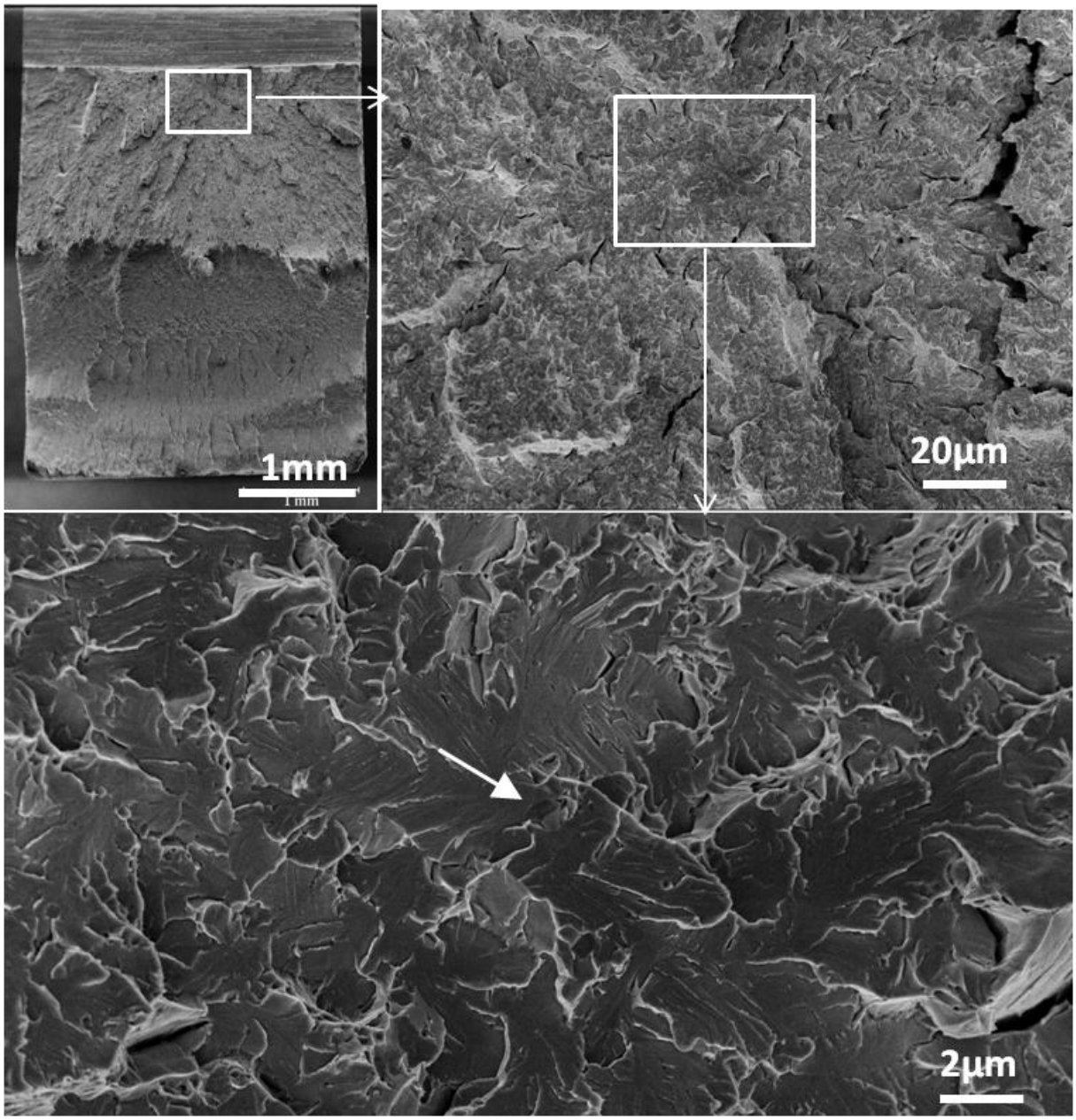


Figure IV-59 : Localisation du site d'amorçage de la rupture par clivage sur la nuance J27 testée en résilience en sollicitation LT à -100°C (énergie à rupture = 0,81 J).

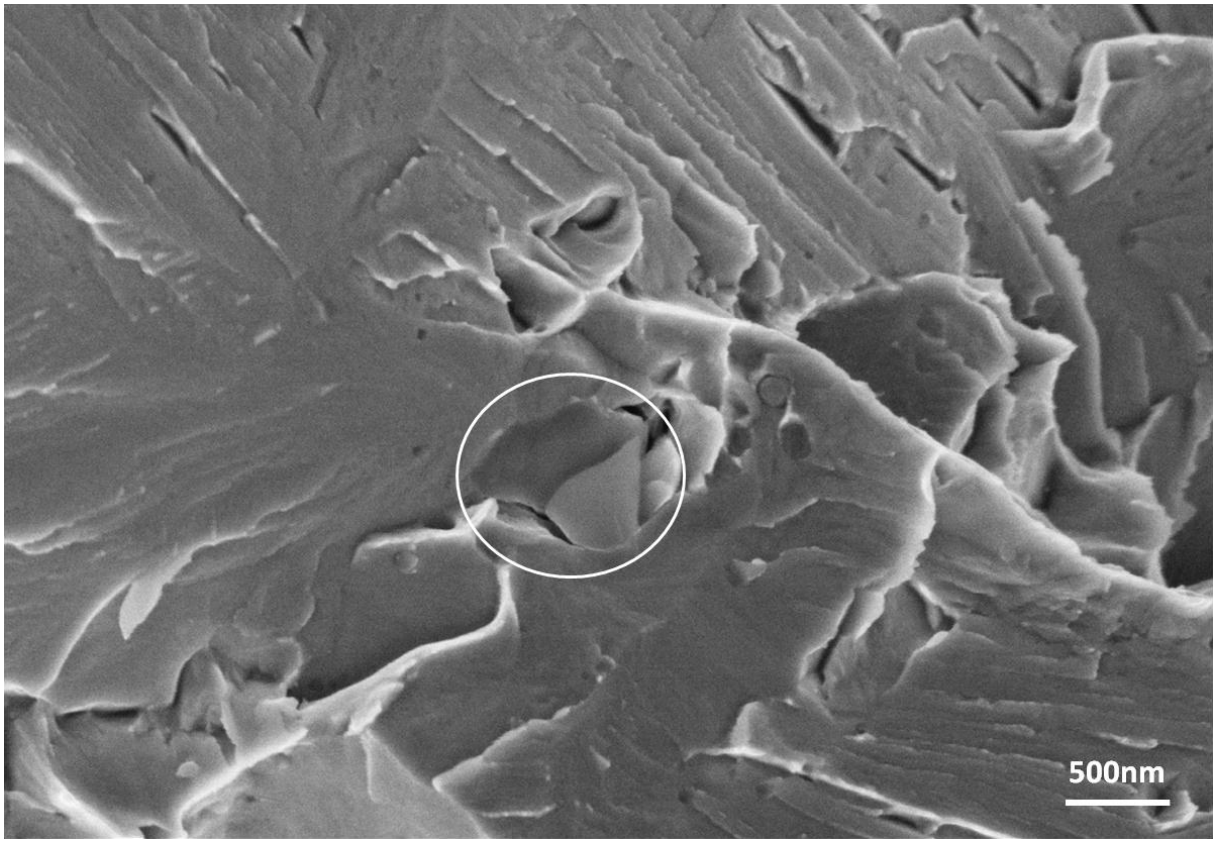


Figure IV-60 : Particule localisée sur le site d'amorçage de la rupture par clivage sur la nuance J27 testée en résilience à -100°C en sollicitation LT.

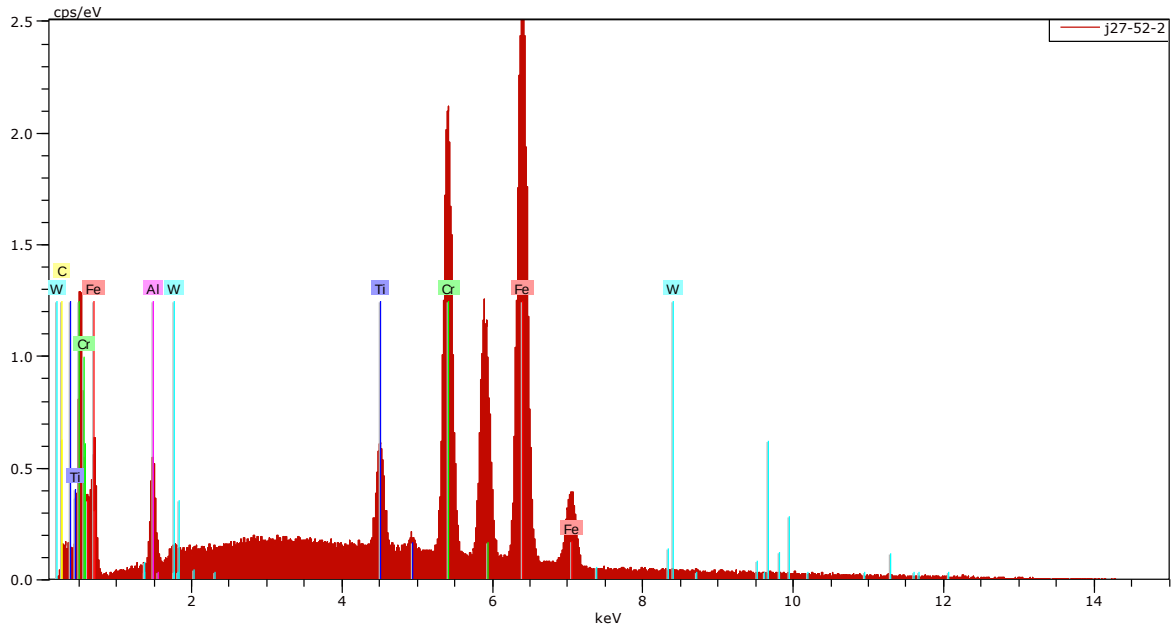


Figure IV-61 : Analyse EDS réalisée sur la particule observée sur le site d'amorçage de la rupture par clivage sur la nuance J27. La particule est enrichie en titane et en aluminium.

c. Entités qui contrôlent la propagation du clivage dans les nuances d'acier ODS étudiées

Dans le cas des nuances d'acier ODS étudiées et présentées dans le chapitre II, la taille des facettes de clivage observées sur les faciès de rupture (5-10 µm) est plus grande que la taille des grains mesurée au MET (0,5-1 µm). Dans le cas de la nuance F43, d'après la Figure IV-62, cette différence peut atteindre un facteur 40 sur les facettes de clivage les plus grandes. En référence aux résultats de Nohava et al. [Nohava-2003], il s'agit de définir la nature et la taille du grain effectif qui contrôle la propagation du clivage dans le cas de la nuance F43.

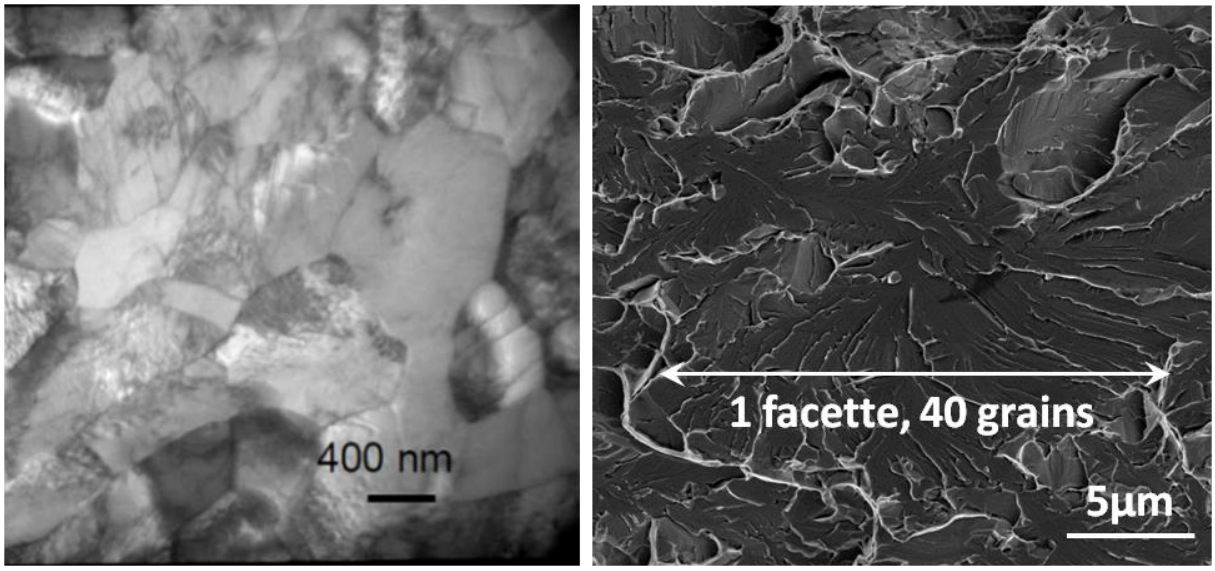


Figure IV-62 : Comparaison entre la taille des grains observés au MET sur la nuance F43 et celle des facettes de clivage observées sur le faciès de rupture de l'éprouvette testée à -130°C. La facette de clivage observée contient environ 40 grains.

Effet de la texture cristallographique

Une lame mince a donc été prélevée au FIB dans la facette de clivage présentée sur la Figure IV-62, cette facette se situe dans la zone de propagation de la fissure de clivage. Il s'agit d'obtenir une vue en coupe afin de pouvoir définir et comparer les orientations cristallographiques des grains situés sous la facette de clivage.

La Figure IV-63a présente la position de la lame sur la facette de clivage, la zone à observer en coupe est protégée par un dépôt de platine. Ensuite, la matière a été retirée de part et d'autre de ce dépôt pour mettre en forme la lame, comme le montre la Figure IV-63b. Enfin, la lame a été retirée du faciès pour pouvoir procéder aux analyses EBSD.

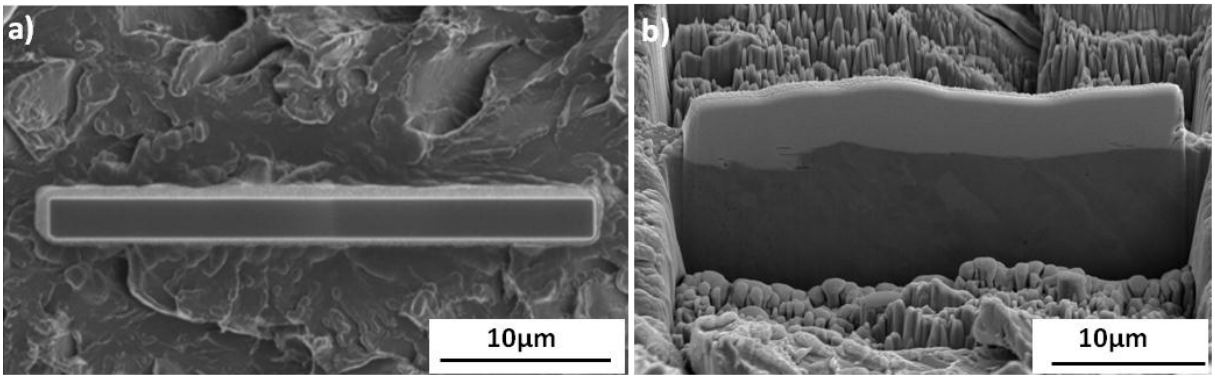


Figure IV-63 : Découpe d'une lame au FIB sur une facette de clivage de la nuance F43 : a) réalisation d'un dépôt de platine sur la zone à observer en coupe et b) retrait de la matière de part et d'autre du dépôt de platine.

La vue en coupe de la facette de clivage et la cartographie EBSD réalisée sur cette coupe sont présentées sur la Figure IV-64. Sur cette figure, les lignes en pointillés marquent les correspondances entre la vue de dessus et la vue de profil de la facette de clivage. Sur la cartographie EBSD, les lignes noires correspondent aux joints de grains dont la désorientation cristallographique est supérieure à 15°, et les lignes jaunes les joints de grains dont la désorientation est supérieure à 50°.

En accord avec les résultats de Nohava et al. [Nohava-2003] et de Lambert-Perlade et al. [Lambert-2004], les frontières de la facette de clivage sont situées au niveau des joints de grains dont la désorientation cristallographique est supérieure à 50°. A cet endroit, la fissure de clivage a été arrêtée par le joint de grains. Le franchissement de l'interface s'est produit par déchirement ductile, ce qui se traduit par la présence d'un ligament au niveau de la frontière de la facette.

D'après la Figure IV-64, plusieurs grains consécutifs de couleur rouge ont été traversés par la fissure de clivage sans la dévier, la rupture par clivage s'est produite selon un plan {100}. Ces groupes de grains correspondent donc aux grains effectifs recherchés du point de vue du clivage, la désorientation cristallographique entre ces grains est inférieure à 15°. Dans le cas de la nuance F43, la taille du grain effectif est donc proche de 5 µm.

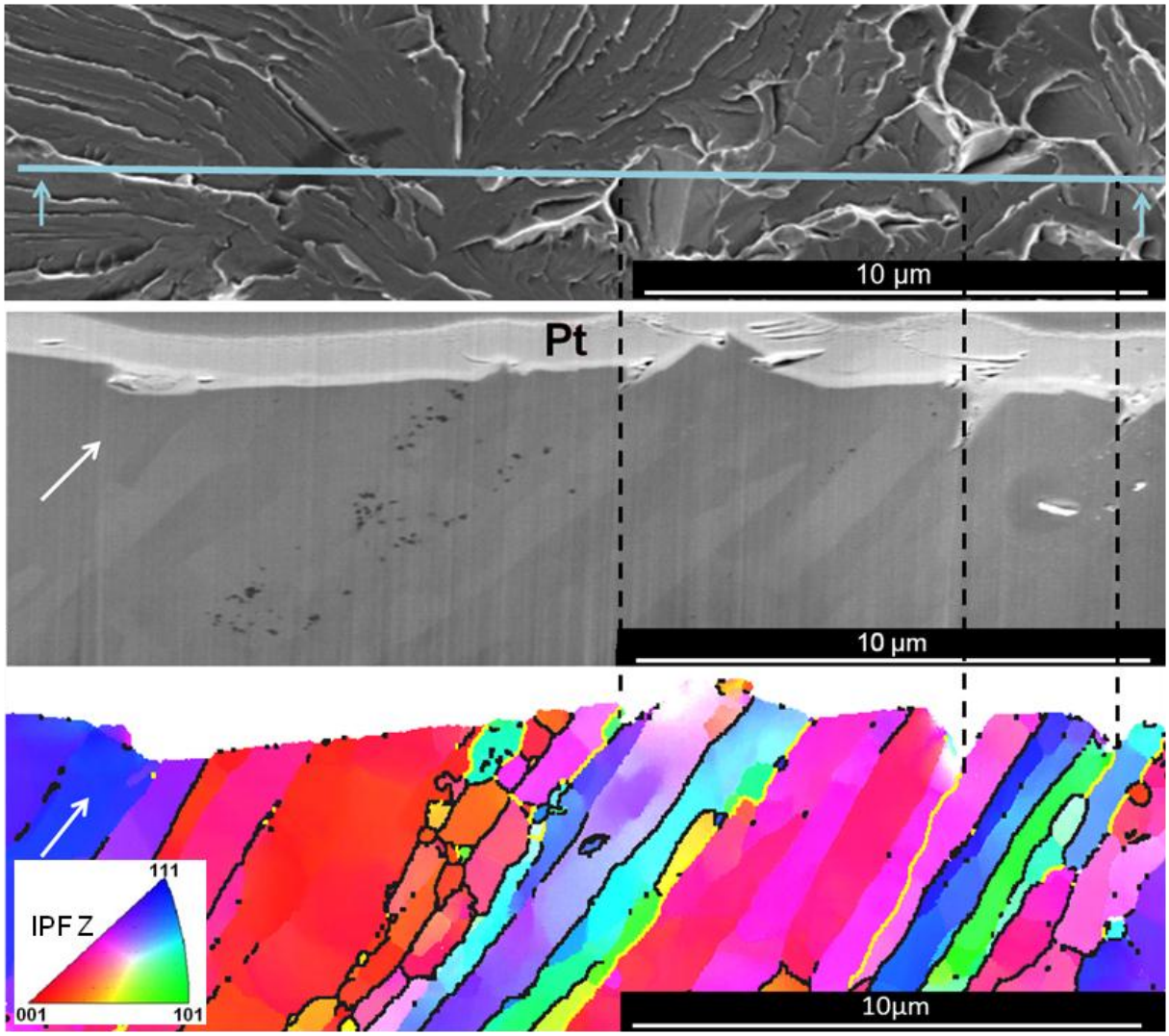


Figure IV-64 : Lame prélevée au FIB, cartographie EBSD et position de la ligne de découpe sur la facette de clivage de la nuance F43. Sur la cartographie, les joints de grains marqués en noir présentent des désorientations > 15° et les jaunes des désorientations > 50°. Les trois traits en pointillés marquent les frontières de la facette de clivage marquées par la présence de ligaments ductiles.

Les mêmes analyses ont été réalisées dans le cas de la nuance J27. La lame prélevée sur le faciès de rupture et la cartographie EBSD réalisée sur la lame sont présentées sur la Figure IV-65. Sur la cartographie, on observe la présence d'un grain effectif du point de vue du clivage d'une taille de 3 µm délimité par les deux lignes en pointillés. La désorientation des grains à l'intérieur du grain effectif est inférieure à 15°, comme cela a été observé dans le cas de la nuance F43. Une fissure intergranulaire est également présente sur cette lame et semble avoir été arrêtée par un joint de grain d'une désorientation cristallographique supérieure à 50°, ici coloré en jaune.

Par rapport à la nuance F43, le critère de désorientation cristallographique de 15° utilisé pour définir le grain effectif du point de vue du clivage est validé sur la nuance J27. Par contre, d'après la cartographie EBSD de la Figure IV-65, il y a davantage de joints de grains dont la désorientation cristallographique est supérieure à 15° dans la lame issue de la nuance J27. Les grains effectifs du point de vue du clivage sont alors plus petits, ce qui limite la taille des facettes de clivage. En effet, dans le cas de la nuance J27, les facettes les plus grandes ont une taille de 5 µm contre 20 µm sur la nuance F43.

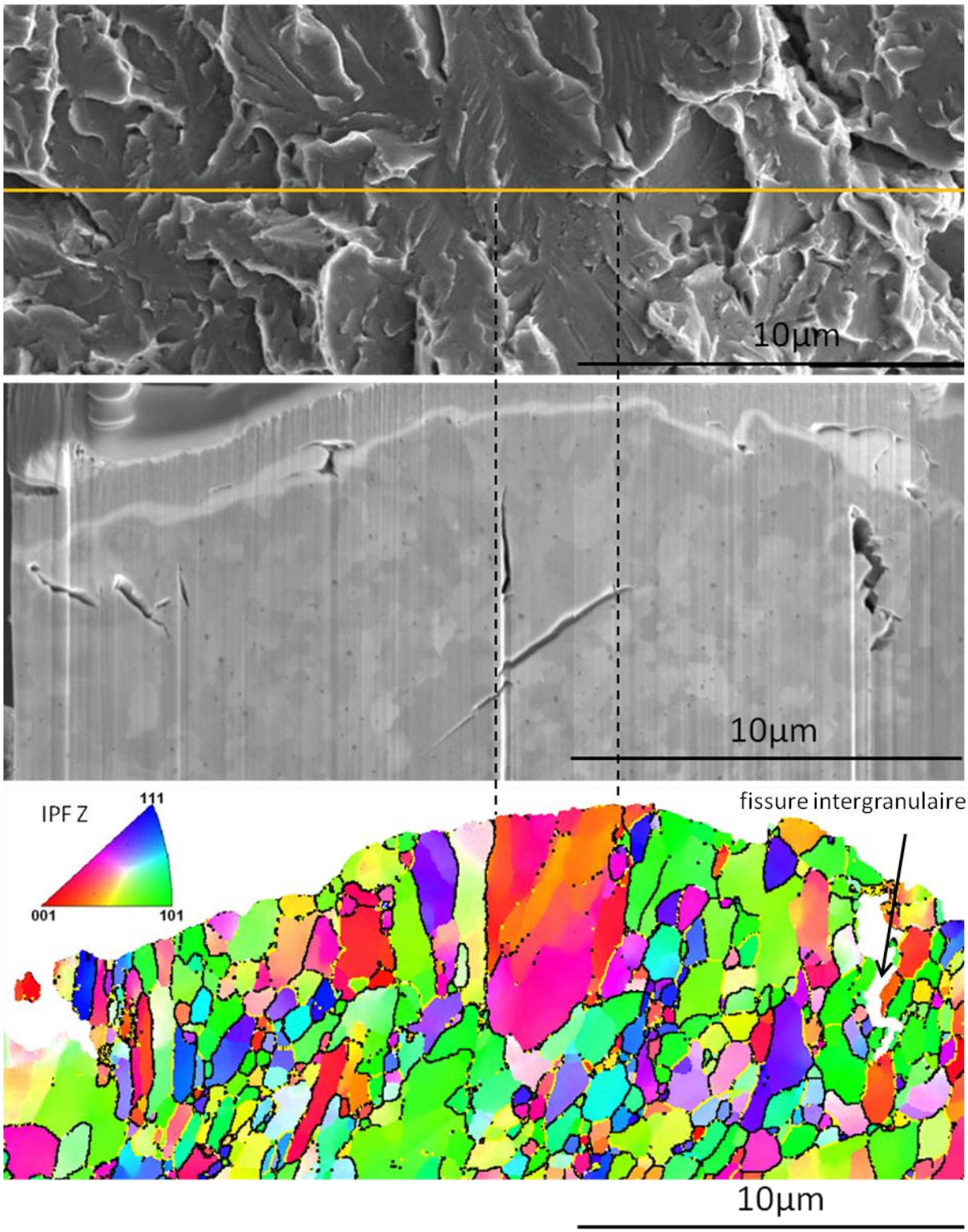


Figure IV-65 : Position de la ligne de découpe sur le faciès de rupture de la nuance F43, lame prélevée au FIB et cartographie EBSD réalisée sur la lame. Sur la cartographie, les joints de grains marqués en noir présentent des désorientations cristallographiques > 15° et les jaunes des désorientations > 50°. Une fissure intergranulaire est observée sur cette coupe.

Effet des précipités

Des observations au MET ont été réalisées sur une deuxième lame mince prélevée en coupe sur le faciès de rupture de la nuance J27 testée à -100°C en sollicitation LT. L'objectif est de déterminer le rôle éventuel des oxydes et des inclusions sur la propagation du clivage.

D'après la Figure IV-66, l'arrêt des fissures secondaires de clivage semble être contrôlé par les joints de grains, comme l'ont montré Nohava et al. [Nohava-2003] et Lambert-Perlade et al. [Lambert-2004]. La désorientation du joint de grains à l'origine de l'arrêt de la fissure secondaire présentée sur la Figure IV-66 n'est pas connue, mais elle est probablement de l'ordre de ou supérieure à 50° d'après les résultats de ces auteurs et ceux de notre étude sur la nuance F43.

Figure IV-66 : Fissure secondaire de clivage arrêtée sur un joint de grain sur la nuance J27.

D'après la Figure IV-67, il y a très peu de particules sous la surface de rupture à l'échelle d'une centaine de nanomètres. Les oxydes de titane et d'aluminium observés sous le faciès et repérés par le sigle Al-Ti-O, dont la taille est proche de 50 nm, ont été cisaillés par la fissure de clivage et ne l'ont donc pas déviée. Par contre, le groupement d'oxydes de titane indiqué par le sigle Ti-O sur la Figure IV-67 semble avoir dévié la fissure, la taille de ce groupe d'oxydes est proche de 150 nm. Par comparaison avec les effets de la texture cristallographique, la présence de précipités ne semble donc pas jouer de rôle significatif sur la propagation des fissures de clivage dans le cas de cette nuance J27. De même, bien que nous n'ayons pas pu observer la répartition des nano-renforts (2-6 nm) sous la surface de rupture, nous supposons qu'ils ne jouent pas de rôle prépondérant sur les micro-mécanismes de clivage.

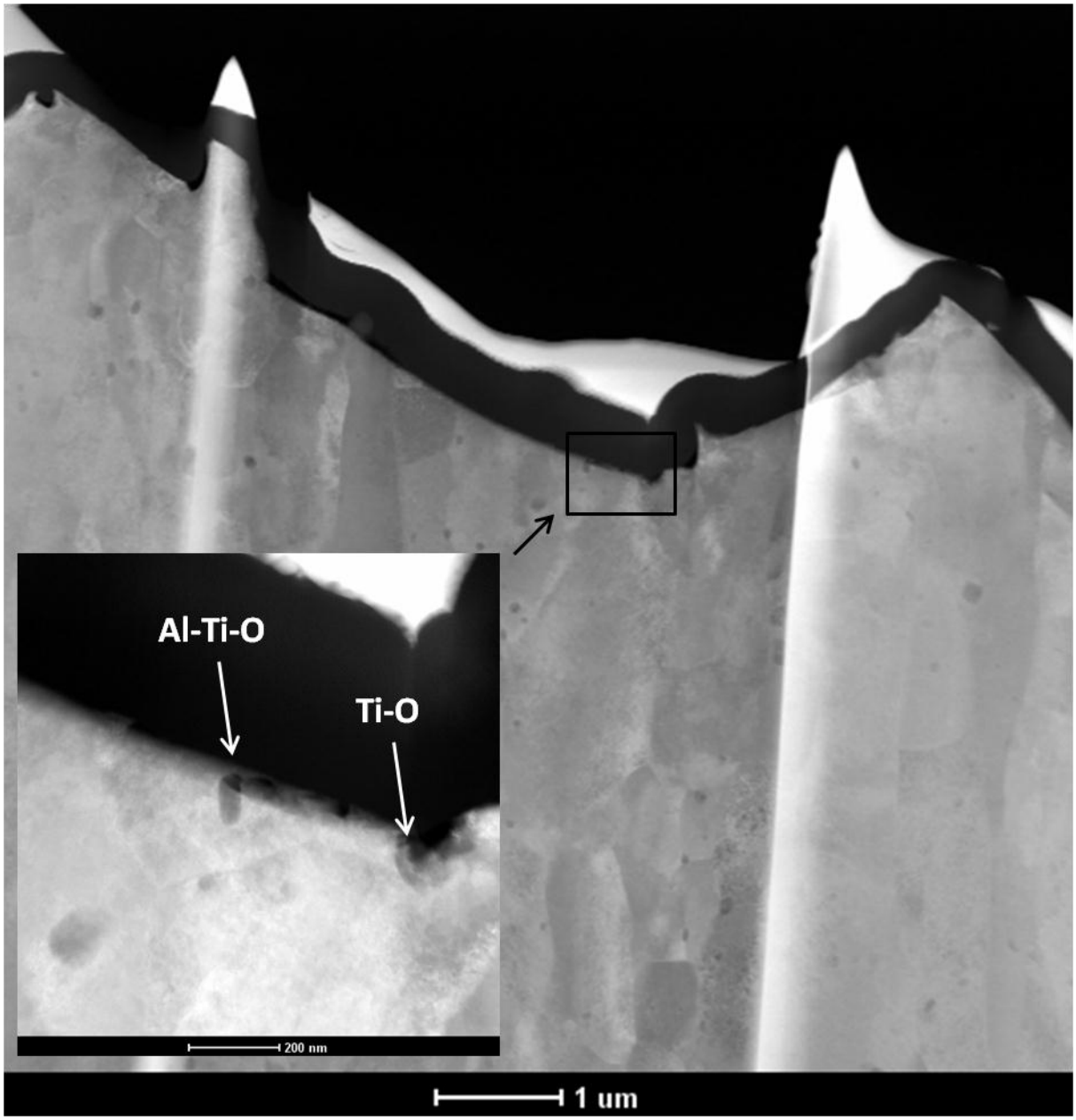


Figure IV-67 : Oxydes de titane et d'aluminium observés sur la vue en coupe du faciès de rupture de la nuance J27. Les lignes blanches et les surépaisseurs de matières au niveau de ces lignes sont des artéfacts dus à la découpe de la lame au FIB.

d. Discussion et conclusion

Sur une éprouvette de la nuance J27 qui a rompu de manière fragile, le site d'amorçage de la rupture brutale a été identifié comme étant une inclusion riche en titane et en aluminium et dont la taille est similaire à celle des grains (environ 500 nm). Comme l'aluminium a été introduit involontairement dans l'alliage, et dans le cas où la réalisation de nouveaux essais nous permettrait de conclure que le clivage s'amorce de manière systématique sur une particule riche en aluminium, on pourrait alors s'attendre à ce que la contrainte de clivage de la nuance J27 augmente dans une même nuance mais dépourvue d'aluminium. On modifierait alors le défaut à l'origine du déclenchement de la rupture par clivage et la TTDF serait de ce fait décalée vers les températures inférieures.

En ce qui concerne la propagation du clivage, les grains effectifs sont définis comme des groupes de grains dont la désorientation cristallographique est inférieure à 15°. Il a été montré que les joints de grains d'une désorientation supérieure à 50° marquent les frontières des facettes de clivage et sont caractérisés par la présence d'un ligament ductile. Ces joints de grains de forte désorientation sont également des points d'arrêt pour les fissures secondaires de clivage.

Enfin, malgré le caractère nanostructuré des aciers ODS, cette étude montre que les micromécanismes de clivage sont majoritairement gouvernés par une entité dont la taille est supérieure à la taille des grains, en référence à la notion de grains effectifs. A basse température, la rupture est donc essentiellement contrôlée par ces grains effectifs, qui sont une conséquence de la texture cristallographique, elle-même résultat du procédé d'élaboration utilisé.

CHAPITRE V.
Vers une modélisation de la rupture fragile

L'objectif de ce travail est de prédire l'apparition de la rupture fragile des aciers ODS et plus particulièrement celle de la nuance J27. Plus précisément, nous cherchons à reproduire les courbes de type force-déplacement des essais de résilience menés entre -120°C et +20°C. Pour cela, nous avons besoin de décrire le comportement élastoplastique et viscoplastique de cette nuance, ce qui correspond à définir une loi de comportement et à identifier ses paramètres. Cette loi sera définie sur la plage de températures de -120°C à +20°C, et pour des vitesses de déformation adaptées à une vitesse de chargement de l'éprouvette Charpy allant de 1 µm/s à 3,8 m/s, vitesse maximale du déplacement du marteau lors de nos essais de résilience. La méthode appliquée pour définir cette loi est décrite dans la première partie de ce chapitre, et les essais de validation sont présentés dans une seconde partie.

Ensuite, nous tenteront de compléter ce modèle avec l'introduction d'un critère de rupture piloté par une contrainte critique de clivage, contrainte qui sera estimée dans le cas d'un essai de résilience. Des essais sur d'autres géométries à rupture seront enfin simulés en utilisant la loi de comportement et le critère de rupture définis, puis confrontés aux résultats des essais expérimentaux.

1. Définition d'une loi de comportement

a. Formalisme de la loi de comportement

Cette partie présente les étapes d'identification des paramètres de la loi de comportement retenue pour la nuance J27. Etant donné que nous cherchons à simuler le comportement fragile de la nuance, l'intervalle de définition de cette loi sera compris entre -120°C et +20°C, domaine où nous avons observé de la rupture fragile sur les éprouvettes de résilience dans le chapitre II (Figure II-30). Nous avons également besoin de décrire le comportement de la nuance pour des vitesses de déformation élevées, et également pour des grandes déformations, afin de pouvoir simuler correctement les essais de résilience [Tanguy-2005(2)].

Bien que le comportement en déformation à la rupture de la nuance J27 soit anisotrope, son comportement en termes de contrainte d'écoulement ($Rp_{0,2\%}$) et de contrainte maximale (R_m) est similaire suivant les deux directions de sollicitation axiale et radiale, comme nous avons pu le voir dans le chapitre II (Tableau II-2). Nous choisissons donc un formalisme de loi de comportement isotrope, loi qui sera identifiée en utilisant les résultats des essais menés suivant la direction de sollicitation longitudinale. Par contre, le critère de rupture sera uniquement valide suivant la direction longitudinale.

Le formalisme utilisé dans cette étude pour la loi de comportement est de type élasto-viscoplastique et a été proposé par Tanguy et al. [Tanguy-2001, Tanguy-2005(2)] dans le cadre de la modélisation de l'essai Charpy dans la transition ductile-fragile.

La loi d'écoulement plastique est donnée par l'équation suivante :

$$R(p,T) = R_0(T) + Q_1(1 - e^{-pb_1}) + Q_2(1 - e^{-pb_2}) \quad \text{Eq (V.1)}$$

Avec T la température, p la déformation plastique cumulée, Q_1, Q_2, b_1, b_2 des paramètres matériaux, R_0 représente la contrainte seuil d'écoulement plastique.

Pour représenter le comportement viscoplastique du matériau on utilise une fonction d'écoulement viscoplastique de type Norton :

$$\dot{p} = \langle \frac{\sigma_{eq} - R(p)}{K} \rangle^N \quad \text{Eq (V.2)}$$

Avec $\langle f \rangle = \max(f;0)$, K et N des coefficients matériaux à identifier, et σ_{eq} la contrainte équivalente au sens de von Mises.

b. Essais expérimentaux

Comportement élastoplastique

Le comportement élastoplastique a été déterminé à partir des essais de traction réalisés sur des éprouvettes lisses, entre -120°C et +20°C, et à la vitesse de déformation moyenne de 10^{-3} s^{-1}. Ces essais ont déjà été présentés dans le chapitre II (Figure II-13, Tableau II-2), les valeurs des coefficients de striction correspondant à ces essais sont présentées dans l'annexe 3. Les réponses donnant la contrainte vraie (F/S) en fonction de la déformation vraie (ΔL/L) sont présentées sur la Figure V-1, ce sont ces courbes que nous allons chercher à reproduire avec le modèle. Les valeurs de F/S et ΔL/L sont données par les équations suivantes :

$$\sigma = \frac{F}{S} = \frac{F}{S_0}\left(1 + \frac{\Delta L}{L_0}\right) \quad \text{Eq (V.3)}$$

$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{L} = \ln\left(1 + \frac{\Delta L}{L_0}\right) \quad \text{Eq (V.4)}$$

Le comportement de la nuance est ainsi défini jusqu'à l'apparition du phénomène de striction de l'éprouvette. Au-delà de la striction, la valeur de la contrainte vraie appliquée sur la section de plus petit diamètre a été déterminée à partir des équations de Bridgman [Bridgman-1964] qui permettent de prendre en compte la localisation de déformation. La contrainte équivalente est définie alors par l'équation V.5, et la déformation équivalente par l'équation V.6 :

$$\sigma_{eq} = \frac{\frac{F}{\pi a^2}}{\left(1 + \frac{2R}{a}\right)\ln\left(1 + \frac{a}{2R}\right)} \quad \text{Eq (V.5)}$$

$$\varepsilon_{eq} = 2\ln\left(\frac{a_0}{a}\right) \quad \text{Eq (V.6)}$$

Où le paramètre R fait référence au rayon de la zone de striction, le paramètre 2a au diamètre de l'éprouvette au niveau de la zone de striction (section minimale), le paramètre $2a_0$ au diamètre initial de l'éprouvette, et le paramètre F est la force appliquée sur l'éprouvette. Un exemple de la mesure du rayon R et du diamètre 2a sur une éprouvette de traction rompue à -120°C est présenté sur la Figure V-2. Les marges d'erreur sur les valeurs de la contrainte équivalente et de déformation à rupture, en considérant une incertitude de ± 0,05 mm sur la mesure du rayon R du diamètre de 2a, sont respectivement de l'ordre de ± 120 MPa, soit de ± 6%.

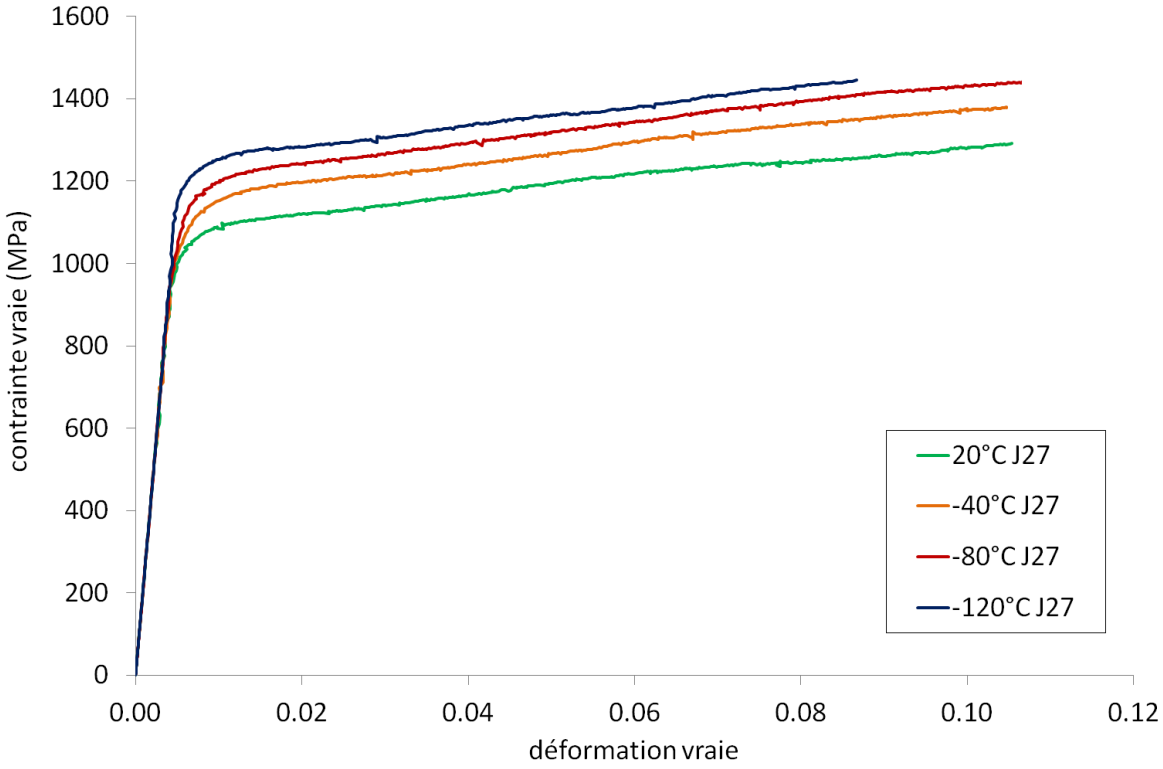


Figure V-1 : Contrainte vraie en fonction de la déformation vraie de la nuance J27 sollicitée en sens axial à la vitesse de 10^{-3} s^{-1}.

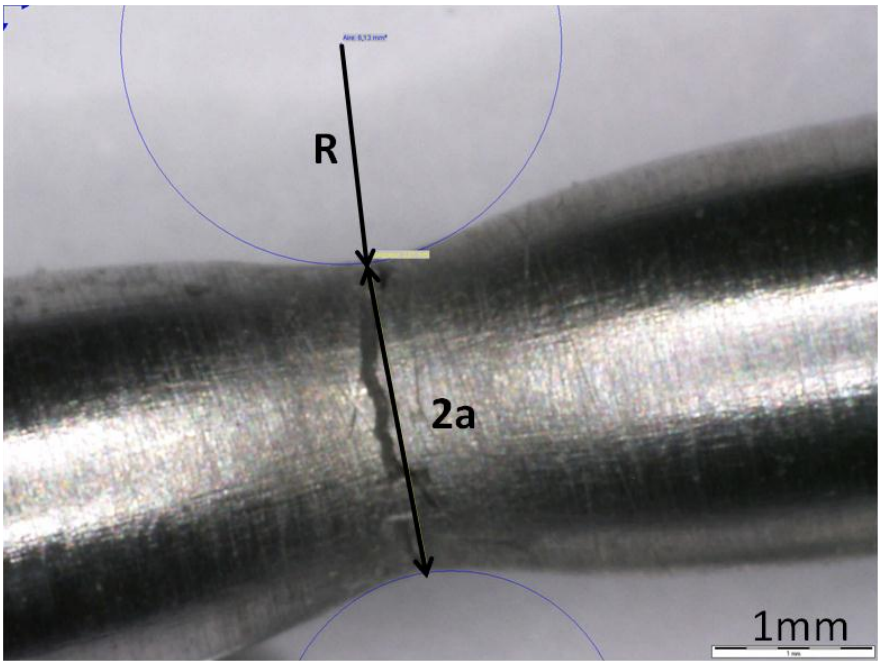


Figure V-2 : Mesure du rayon de striction R et du diamètre de striction 2a sur une éprouvette de traction en sens axial issue de la nuance J27 et testée à -120°C à la vitesse de 10^{-3} s^{-1}.

Steckmeyer et al. [Steckmeyer-2010] ont associé les méthodes de Bridgman et de corrélation d'images pour décrire le comportement de la nuance d'acier ODS J05 à 14%Cr présentée dans le chapitre II, et ceci pour des déformations équivalentes comprises entre 5% et 90%. La courbe contrainte équivalente – déformation équivalente obtenue par ces auteurs, pour une sollicitation selon la direction axiale à la vitesse de 10^{-3} s^{-1}, est présentée sur la Figure V-3.

Les courbes obtenues dans cette étude sur la nuance J27 et celle correspondant à la nuance J05 sont reportées sur la Figure V-4. On note que les valeurs des contraintes équivalentes sont similaires entre ces deux nuances avant l'apparition de la striction et à l'instant de la rupture. Etant donné que nous ne disposons pas de telles données pour la nuance J27, on pourra alors utiliser la courbe obtenue par Steckmeyer et al. [Steckmeyer-2010] pour ajuster notre modèle élastoplastique pour des valeurs de déformation comprises entre 10% et 90%.

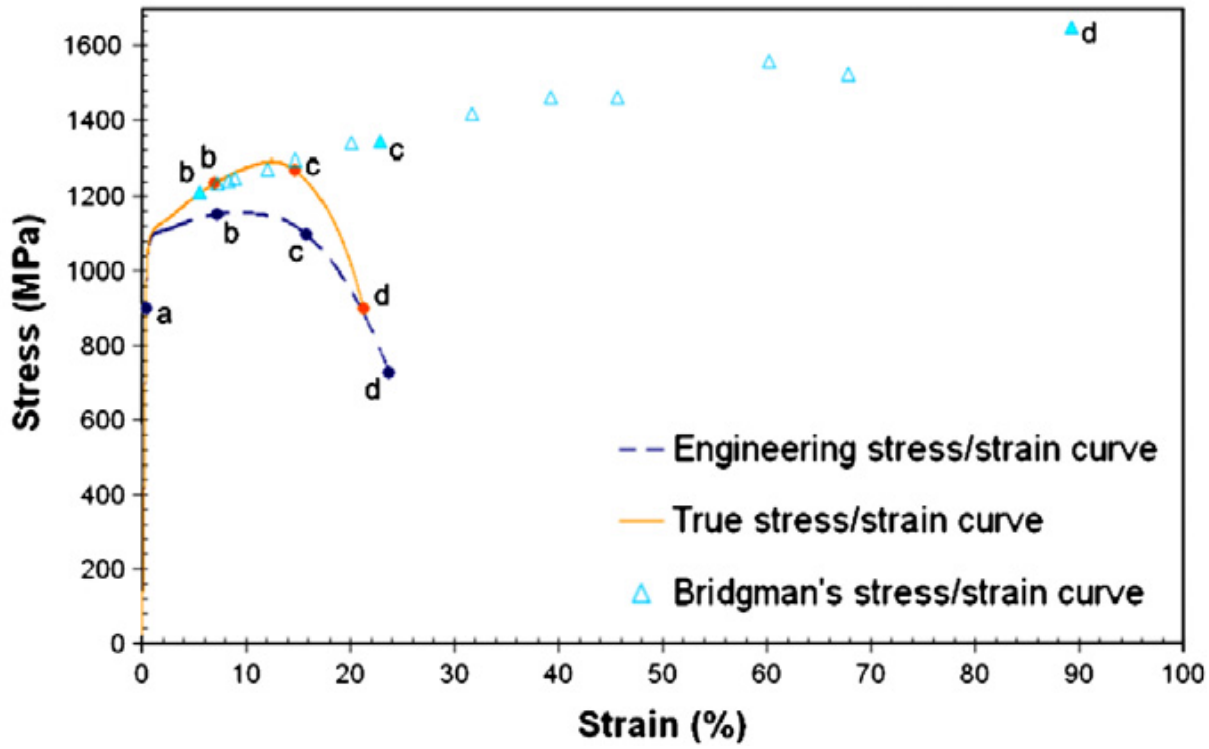


Figure V-3 : Evolution de la contrainte en fonction de la déformation de la nuance J05 sollicitée dans la direction axiale à la vitesse de 10^{-3} s^{-1}. La courbe contrainte équivalente – déformation équivalente a été obtenue par corrélation d'image avec la méthode de Bridgman [Steckmeyer-2010].

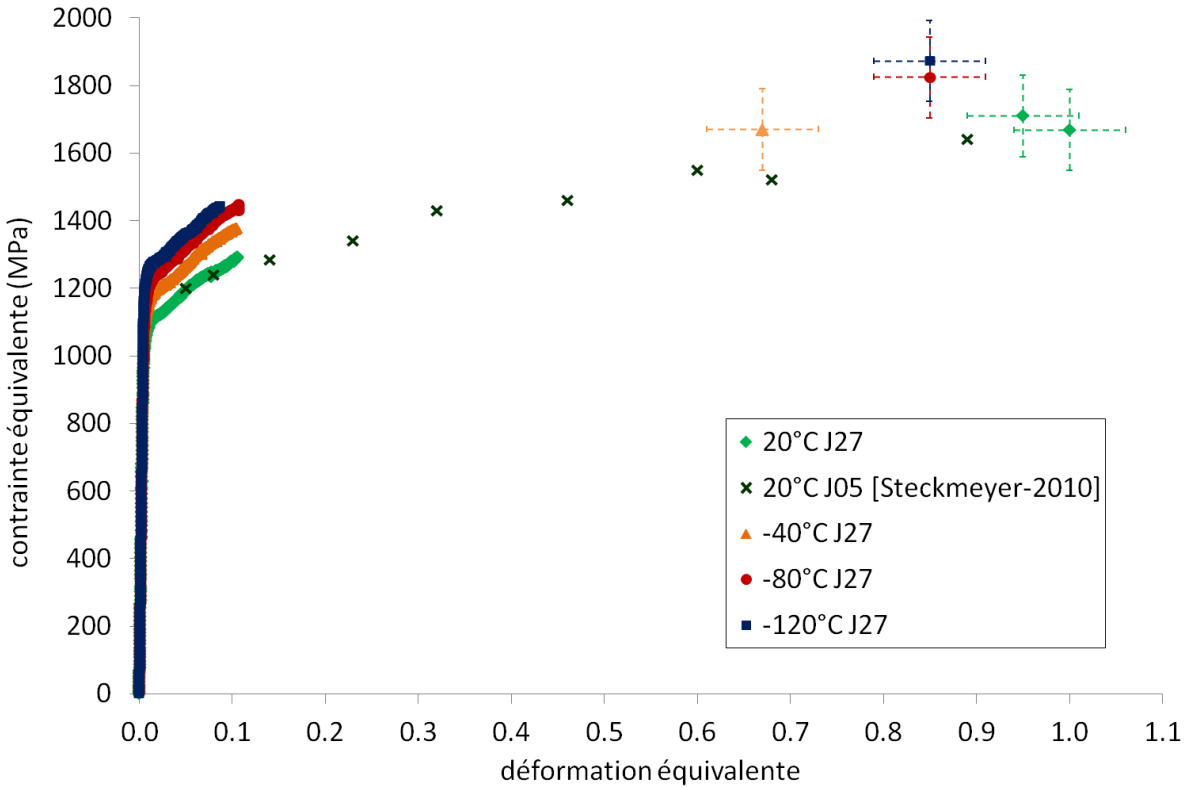


Figure V-4 : Evolution de la contrainte équivalente en fonction de la déformation équivalente des nuances J27 et J05 sollicitées en sens axial à la vitesse de 10^{-3} s^{-1}. Les points correspondant aux grandes déformations sont obtenus par analyse de Bridgman, les barres d'erreur sont représentées pour ces points.

Comportement viscoplastique

Les évolutions de la contrainte équivalente en fonction de la déformation équivalente à la vitesse de 5.10^{-2} s^{-1} pour chaque température d'essai (+20°C, -40°C, -80°C, -120°C) sont présentées sur la Figure V-5. Pour chaque essai, la valeur de la contrainte à l'instant de la rupture dans la zone de striction a été déterminée par la méthode de Bridgman, comme pour les essais à 10^{-3} s^{-1} présentés précédemment.

Les valeurs des surcontraintes déterminées à 0,2% de déformation plastique ($\Delta Rp_{0,2\%}$) définies par rapport à la vitesse de référence de 10^{-3} s^{-1} sont reportées dans le Tableau V-1.

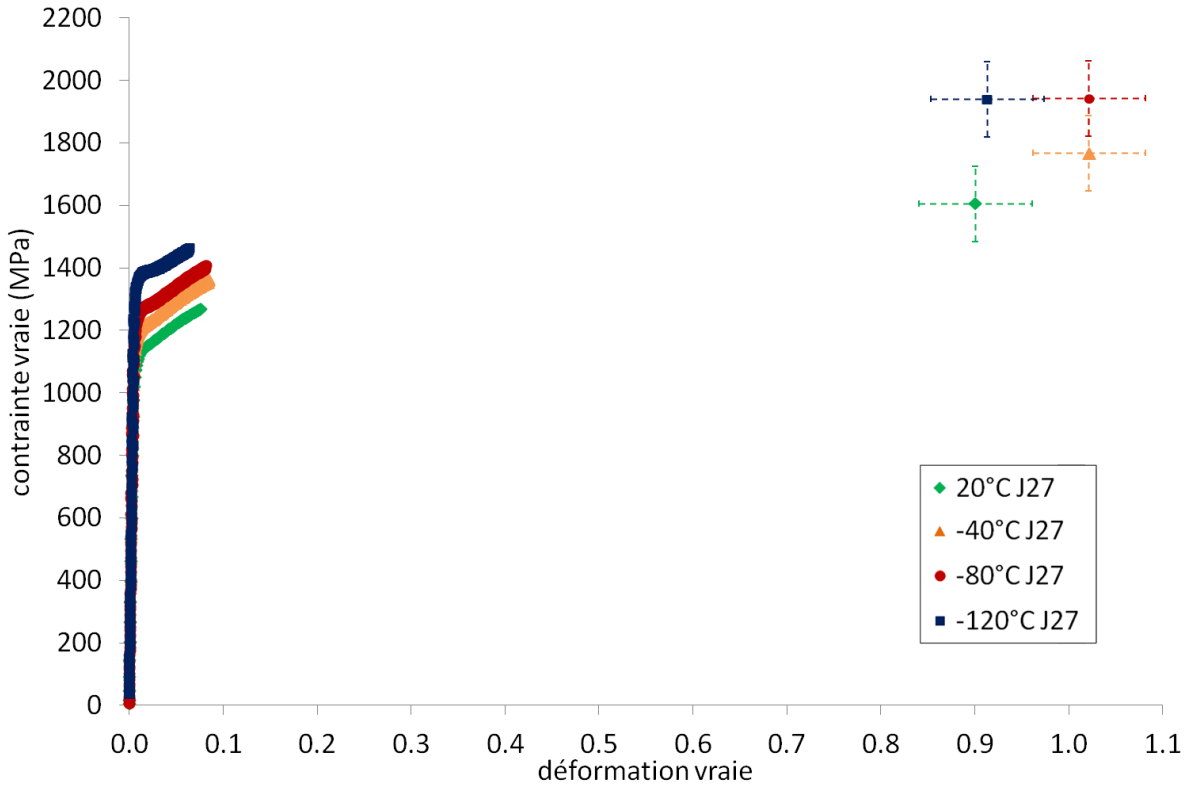


Figure V-5 : Courbes de la contrainte équivalente en fonction de la déformation équivalente de la nuance J27 sollicitée en sens axial à la vitesse de 5.10^{-2} s^{-1}.

Tableau V-1 : Valeurs de la limite d'élasticité (définie conventionnellement à 0,2% de déformation plastique) de la nuance J27 sollicitée en sens axial en fonction de la température et de la vitesse de sollicitation. La valeur de la surcontrainte correspond à l'augmentation de la limite d'élasticité entre les essais à 10^{-3} s^{-1} et à 5.10^{-2} s^{-1}.

Température	+20°C	-40°C	-80°C	-120°C
$Rp_{0,2\%}$ à 10^{-3} s^{-1} (MPa)	1044	1087	1142	1213
$Rp_{0,2\%}$ à 5.10^{-2} s^{-1} (MPa)	1062	1125	1190	1328
$\Delta Rp_{0,2\%}$ (MPa)	18	38	48	115

Les paramètres K et n ont alors été estimés par identification inverse à partir des essais de traction à 10^{-3} s^{-1} et 5.10^{-2} s^{-1}, mais aussi à partir des essais de flexion menés aux vitesses de sollicitation de 1 µm/s et de 3,8 m/s. En effet, ne disposant pas d'essais de traction à des vitesses de déformation représentatives de celles rencontrées dans la zone de rupture en avant de l'entaille d'une éprouvette Charpy (~250 s^{-1}), les essais de résilience eux-mêmes ont été utilisés pour pouvoir décrire les effets visqueux à grande vitesse. L'estimation des paramètres K et n à partir des essais de résilience a été réalisée à +20°C et -120°C, températures qui correspondent aux deux bornes du domaine de définition de notre loi. Cette estimation n'a pas été réalisée pour les autres températures car nous souhaitons conserver des essais qui n'ont pas été utilisés pour définir la loi, et ce afin de pouvoir tester sa validité par la suite, en particulier à grande vitesse.

La valeur de la limite d'élasticité $Rp_{0,2\%}$ à la vitesse de déformation de 250 s^{-1} a alors été estimée à partir de l'équation suivante [Fearnehough-1964] :

$$Rp_{0,2\%}(\dot{\varepsilon},T) = Rp_{0,2\%}(\dot{\varepsilon} = 0, T_0)\frac{F_{GY}(V,T)}{F_{GY}(V=0,T_0)} \quad \text{Eq. (V.7)}$$

En première approximation, les valeurs de contrainte qui seront obtenues à partir des essais menés à la vitesse de sollicitation de 3,83 m/s représenteront l'effet visqueux pour une vitesse de déformation de 250 s^{-1}, et celles obtenues à 1 µm/s représenteront l'effet visqueux à 10^{-3} s^{-1}. De plus, la vitesse de déformation de 10^{-3} s^{-1} et la vitesse de sollicitation de 1 µm/s sont considérées comme étant les vitesses de référence dans cette équation V.7.

Les courbes associées aux essais de flexion utilisées pour définir les valeurs de F_{GY} (voir définition sur la Figure II-22) sont présentées sur la Figure V-6 pour la température de +20°C, et sur la Figure V-7 pour la température de -120°C.

Il faut noter que pour la température de -120°C, les essais de flexion et de résilience concernent une autre nuance d'acier ODS à 14%Cr référencée J20 et présentée dans le chapitre II, dont la composition chimique et la texture morphologique et cristallographique sont similaires à celles de la nuance J27. Cependant, étant donné que la limite d'élasticité à +20°C de la nuance J27 est supérieure de 23% par rapport à celle de la nuance J20, un facteur correctif de 23% sera appliqué en première approximation sur les valeurs de F_{GY} obtenues pour la nuance J20 à -120°C.

Les valeurs de $Rp_{0,2\%}$ et les surcontraintes $\Delta Rp_{0,2\%}$ résultantes de l'augmentation de la vitesse de déformation entre 10^{-3} s^{-1} et 250 s^{-1} sont reportées dans le Tableau V-2, pour les températures de +20°C et -120°C.

Tableau V-2 : Estimation des valeurs de $Rp_{0,2\%}$ aux températures de +20°C et -120°C à la vitesse de 250 s^{-1} à partir de l'équation V.7. La valeur de la surcontrainte correspond à l'augmentation de la limite d'élasticité entre les vitesses de 10^{-3} s^{-1} et 250 s^{-1}.

Température	+20°C	-120°C
$Rp_{0,2\%}$ à 10^{-3} s^{-1} (MPa)	1044	1213
$Rp_{0,2\%}$ à 250 s^{-1} (MPa)	1452	1572
$\Delta Rp_{0,2\%}$ (MPa)	408	359

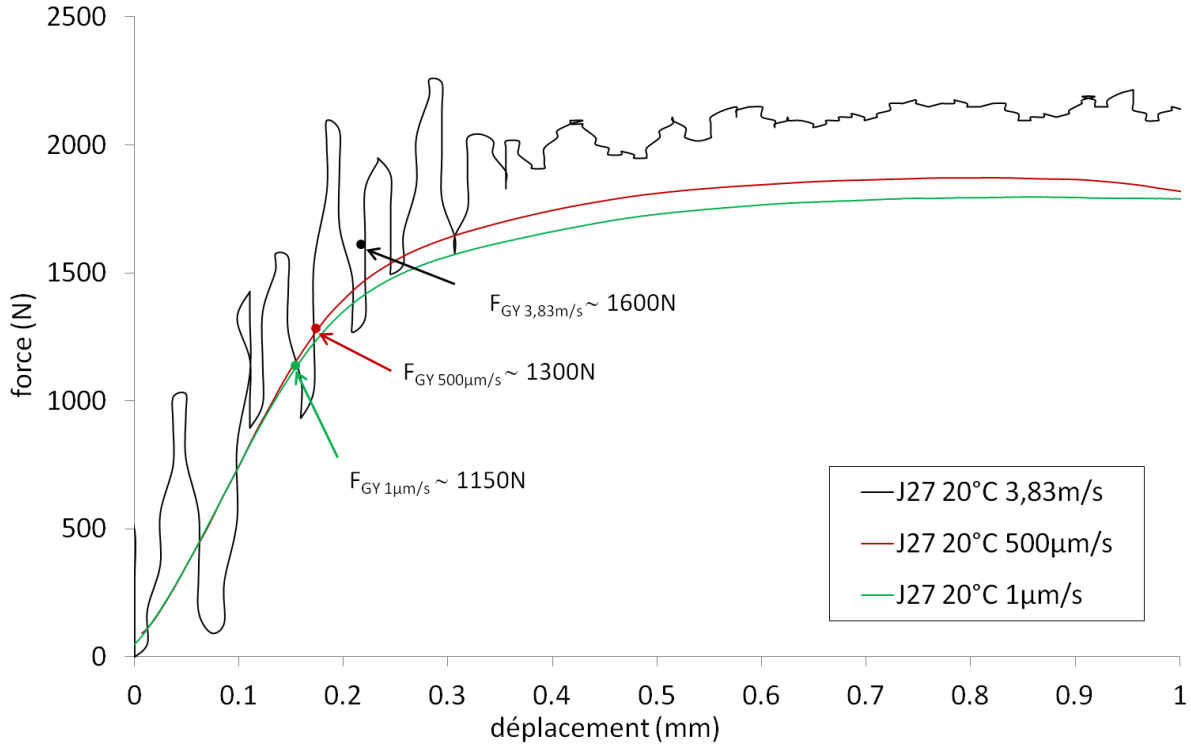


Figure V-6 : Courbes de flexion et de résilience et valeurs de F_{GY} de la nuance J27 à la vitesse de 1 µm/s, 500 µm/s et 3,8 m/s, à la température de 20°C en sollicitation LT.

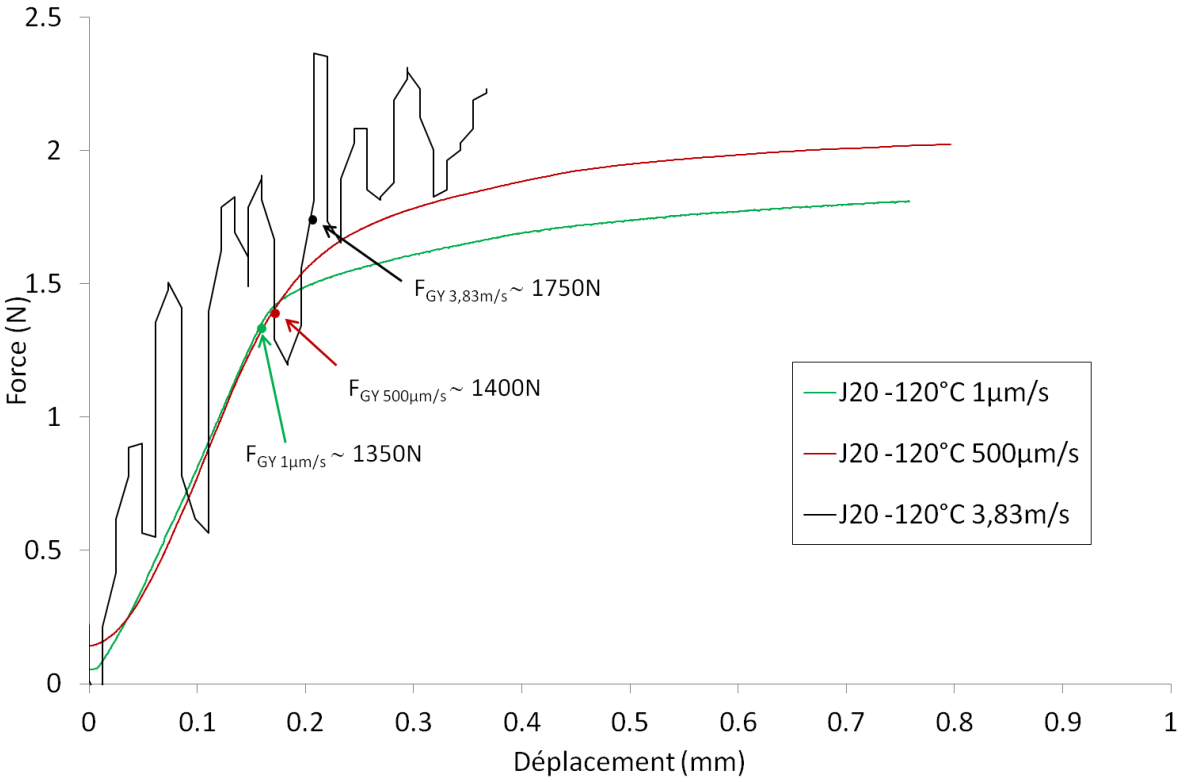


Figure V-7 : Courbes de flexion et de résilience et valeurs de F_{GY} de la nuance J20 à la vitesse de 1 µm/s, 500 µm/s et 3,8 m/s, à la température de -120°C en sollicitation LT.

c. Paramétrage de la loi de comportement

Le paramétrage de la loi de comportement a été effectué en plusieurs étapes. Tout d'abord, nous nous sommes intéressés à la partie élastique et élastoplastique à la vitesse de référence 10^{-3} s^{-1}, c'est-à-dire aux paramètres R_0, Q_1, Q_2, b_1 et b_2. Dans un second temps, nous avons proposé une estimation des paramètres K et n (avec n = 1/N) qui régissent les effets visqueux, en utilisant les estimations des valeurs de surcontraintes sur la limite d'élasticité reportées dans le Tableau V-2.

Contrainte seuil R_0

Pour chaque température d'essai, la contrainte de début d'écoulement plastique R_0 a été relevée sur les courbes expérimentales des essais de traction menés à la vitesse de 10^{-3} s^{-1}. Ces valeurs, qui sont reportées dans le Tableau V-3, sont cependant surestimées car elles tiennent compte d'une composante liée à l'effet visqueux à 10^{-3} s^{-1}. Ce terme sera donc ajusté après avoir défini les paramètres K et n de la loi de Norton (équation V.2).

Tableau V-3 : Valeurs de la contrainte seuil R_0 à la vitesse de 10^{-3} s^{-1} en fonction de la température pour la nuance J27

	20°C	-40°C	-80°C	-120°C
R_0 (MPa) à 10^{-3} s^{-1}	890	920	970	1040

Description de l'écrouissage isotrope avec les paramètres Q_1, Q_2, b_1 et b_2

Les paramètres b_1 et b_2 définissent l'allure de la courbe d'écrouissage respectivement aux petites déformations et aux grandes déformations. Ils ont été choisis de manière à reproduire l'allure des courbes expérimentales de la Figure V-4, en particulier la courbe obtenue par Steckmeyer et al. dans le cas de la nuance J05 [Steckmeyer-2010]. Les valeurs de ces paramètres ont été fixées à $b_1 = 600$ et $b_2 = 4$, pour une température comprise entre -120°C et +20°C.

Les paramètres Q_1 et Q_2 permettent, quant à eux, de régler les niveaux de contrainte atteints respectivement vers 1% de déformation et vers 100% de déformation. Ces paramètres ont été déterminés expérimentalement à partir des courbes de traction obtenues à la vitesse de 10^{-3} s^{-1} sur la nuance J27, et entre -120°C et +20°C. Nous avons représenté l'évolution des paramètres Q_1 et Q_2 en fonction de la température par les équations V.8 et V.9, ces évolutions sont présentées sur la Figure V-8 pour le paramètre Q_1, et sur la Figure V-9 pour le paramètre Q_2.

$$Q_1 = 217{,}5 - 0{,}538 \times T^{\circ C} - 0{,}005 \times T^{\circ C 2} \qquad \text{Eq (V.8)}$$

$$Q_2 = 612 - 0{,}46 \times T^{\circ C} \qquad \text{Eq (V.9)}$$

Ces deux paramètres Q_1 et Q_2 auraient pu être fixés à une valeur constante étant donné que nous souhaitons conserver l'allure de la courbe obtenue par Steckmeyer et al.. Cependant, comme

nous n'avons que peu d'essais expérimentaux, ces valeurs sont restées variables afin de reproduire au mieux chacune des courbes expérimentales disponibles.

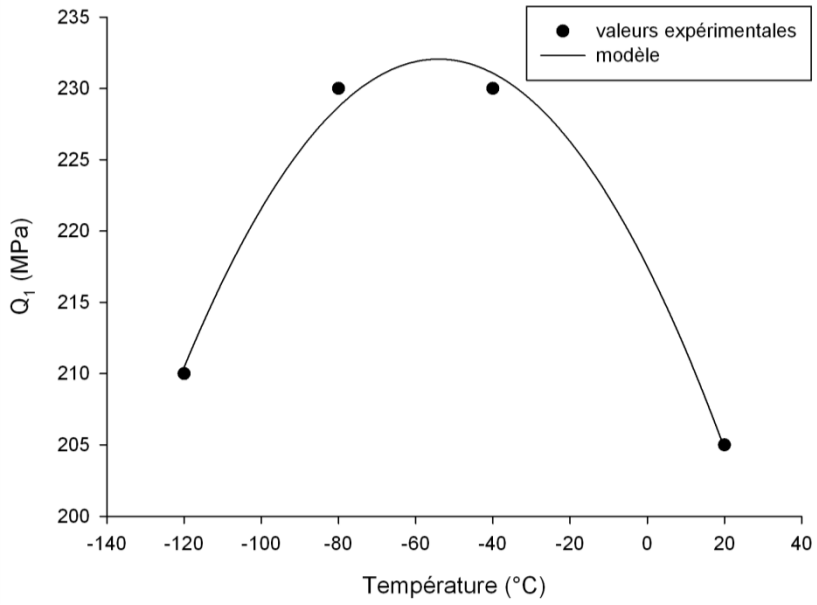


Figure V-8 : Evolution du paramètre Q_1 (équation V.8) en fonction de la température.

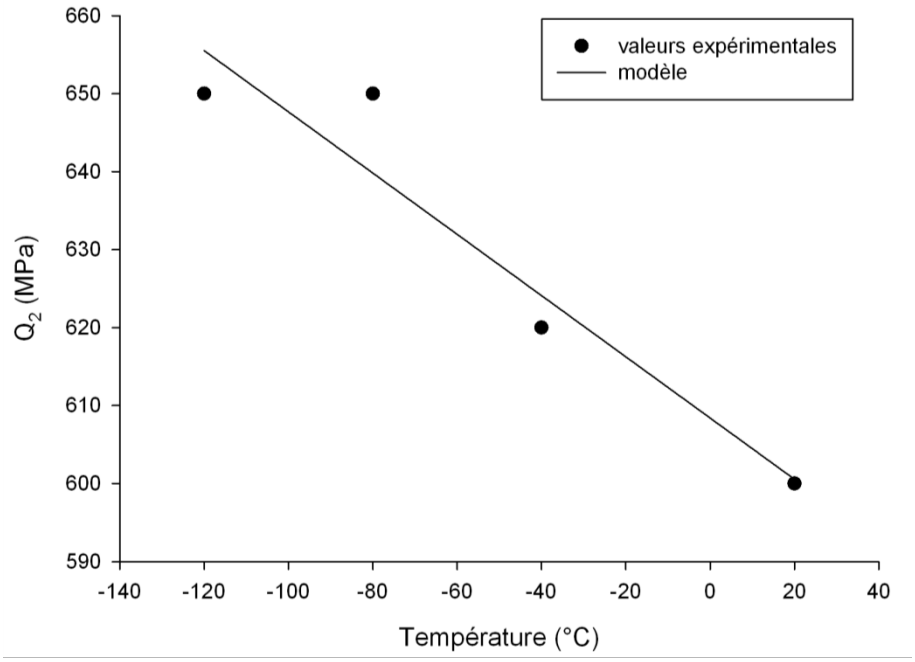


Figure V-9 : Evolution du paramètre Q_2 (équation V.9) en fonction de la température.

Première estimation des paramètres K et n relatifs à l'effet visqueux

Les paramètres K et n relatifs à l'effet visqueux ont dans un premier temps été estimés à partir des valeurs de surcontrainte sur la limite d'élasticité $Rp_{0,2\%}$ reportées dans le Tableau V-2. Les essais menés à la vitesse de 10^{-3} s^{-1} sont considérés comme les essais de référence. Nous avons

donc écrit les équations suivantes afin de pouvoir estimer les paramètres K et n à +20°C et à -120°C :

Pour la température de +20°C :

$$\Delta Rp_{0,2\%} (5 .10^{-2} s^{-1}) = K \times 0,05^{1/n} \approx 18 \text{ MPa}$$

$$\Delta Rp_{0,2\%} (250 s^{-1}) = K \times 250^{1/n} \approx 408 \text{ MPa}$$

Pour la température de -120°C :

$$\Delta Rp_{0,2\%} (5 .10^{-2} s^{-1}) = K \times 0,05^{1/n} \approx 115 \text{ MPa}$$

$$\Delta Rp_{0,2\%} (250 s^{-1}) = K \times 250^{1/n} \approx 359 \text{ MPa}$$

Les solutions de ces équations sont :

$$K = 54 \text{ MPa et } n = 2,7 \text{ à } +20°C$$

$$K = 171 \text{ MPa et } n = 7,5 \text{ à } -120°C$$

Ces valeurs semblent montrer que le paramètre K augmente fortement lorsque la température diminue, de même que le paramètre n. D'après la Figure V-10, les simulations numériques réalisées avec ces paramètres sont proches des courbes de traction expérimentales à +20°C. Cependant, ces valeurs ne sont pas satisfaisantes lorsque l'on simule les courbes de traction à la température de -120°C à la vitesse de 5.10^{-2} s^{-1}. En effet, comme le montre la Figure V-11, les simulations numériques à -120°C sous-estiment l'effet visqueux à 5.10^{-2} s^{-1}, alors que la simulation du comportement à 10^{-3} s^{-1} est plutôt satisfaisante.

Enfin, étant donné que nous cherchons à modéliser l'apparition de la rupture fragile à basse température, nous avons choisi de privilégier l'adéquation entre le modèle et l'expérience à la température de -120°C. De ce fait, la valeur du paramètre K a été augmentée empiriquement de manière à reproduire au mieux le comportement de la nuance à la vitesse de déformation de 5.10^{-2} s^{-1}. Les paramètres K et n ont alors été fixés aux valeurs suivantes :

$$K = 300 \text{ MPa et } n = 7 \text{ à } -120°C$$

Les courbes ainsi obtenues à la température de -120°C sont présentées sur la Figure V-12. En augmentant la valeur de K à 300 MPa et en diminuant la valeur de n à 7, la valeur de surcontrainte obtenue à 250 s^{-1} est maintenant de 660 MPa, soit 85% plus élevée que la valeur de 359 MPa donnée dans le Tableau V-2 à partir de l'équation V.7. Cette valeur de K égale à 300, bien que relativement élevée, permettra néanmoins une modélisation correcte du comportement de l'essai de résilience à -100°C qui sera présenté par la suite.

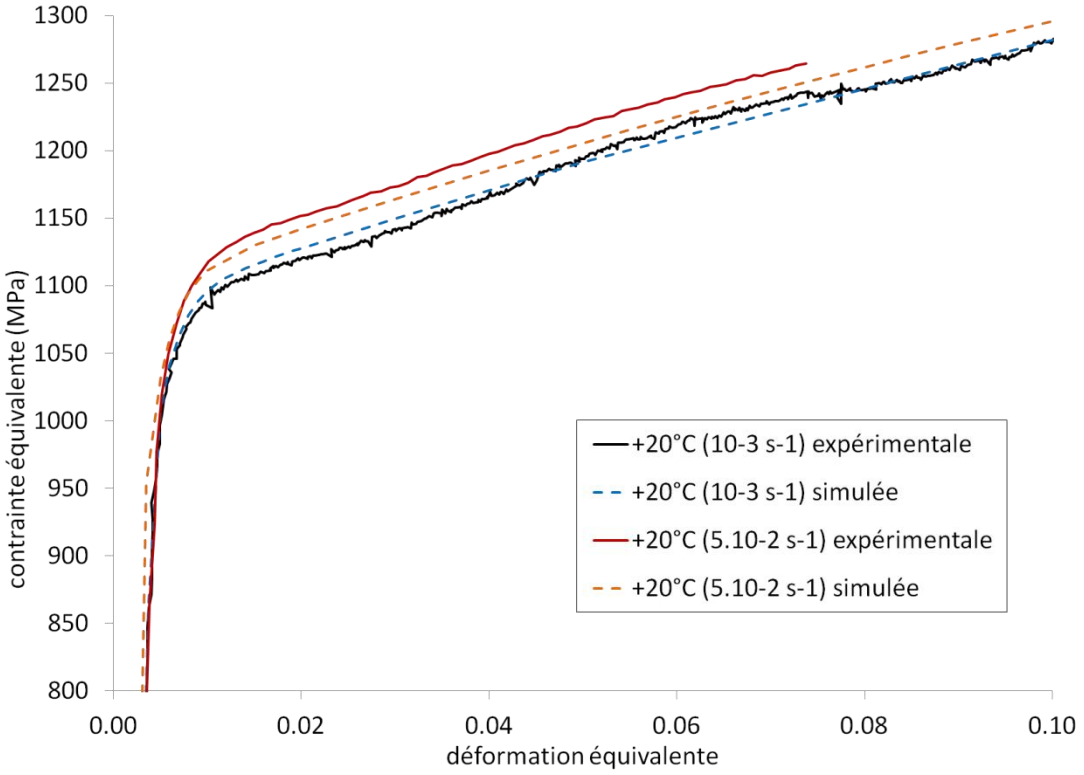


Figure V-10 : Premières simulations numériques des essais de traction à +20°C avec K=54 MPa et n=2,7.

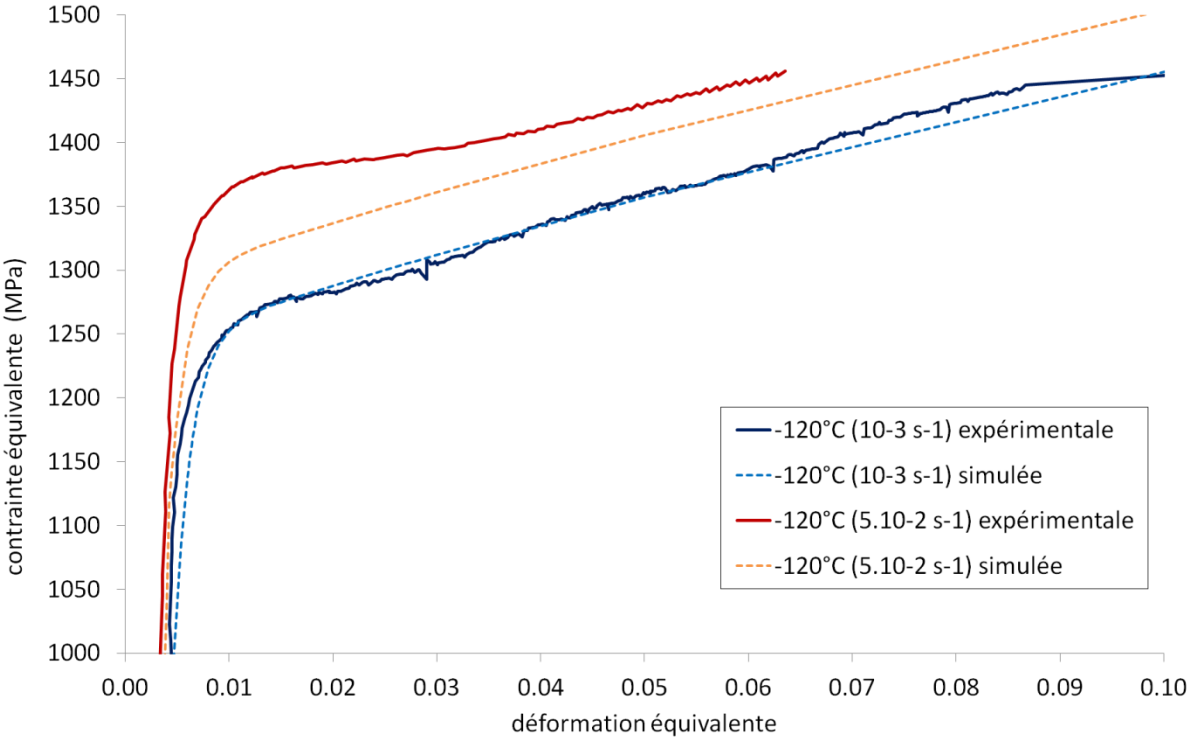


Figure V-11 : Premières simulations numériques des essais de traction à -120°C avec K=171 MPa et n=7,5.

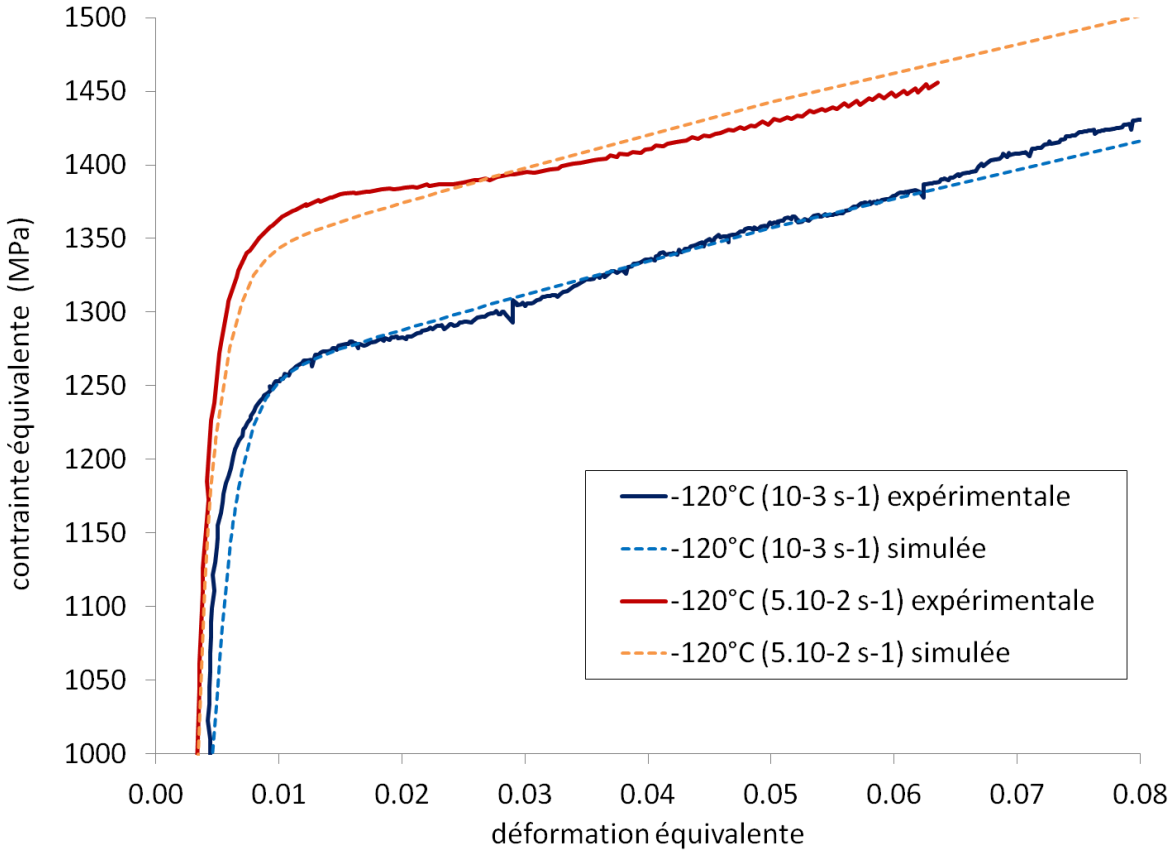


Figure V-12 : Simulations numériques des essais de traction à -120°C avec K=300 MPa et n=7.

En ce qui concerne les autres températures, la valeur du paramètre K a été estimée à 75 MPa à -40°C, et à 130 MPa à -80°C, en se basant uniquement sur les essais de traction menés aux vitesses de déformation de 10^{-3} s^{-1} et 5.10^{-2} s^{-1}. La valeur de K a été légèrement augmentée à 20°C pour accroître l'écart entre les courbes modèles correspondant aux deux vitesses de déformation. De plus, afin de limiter le nombre de paramètres variables dans ce premier modèle, le paramètre n a été fixé pour toutes les températures à la valeur :

$$n = 7$$

L'évolution du paramètre K en fonction de la température obtenue dans le cadre de cette étude est alors donnée par l'équation V.10 et représentée sur la Figure V-13.

$$K = 66 + 4{,}5\, e^{-0{,}033 \times T^{\circ}C} \qquad \text{Eq (V.10)}$$

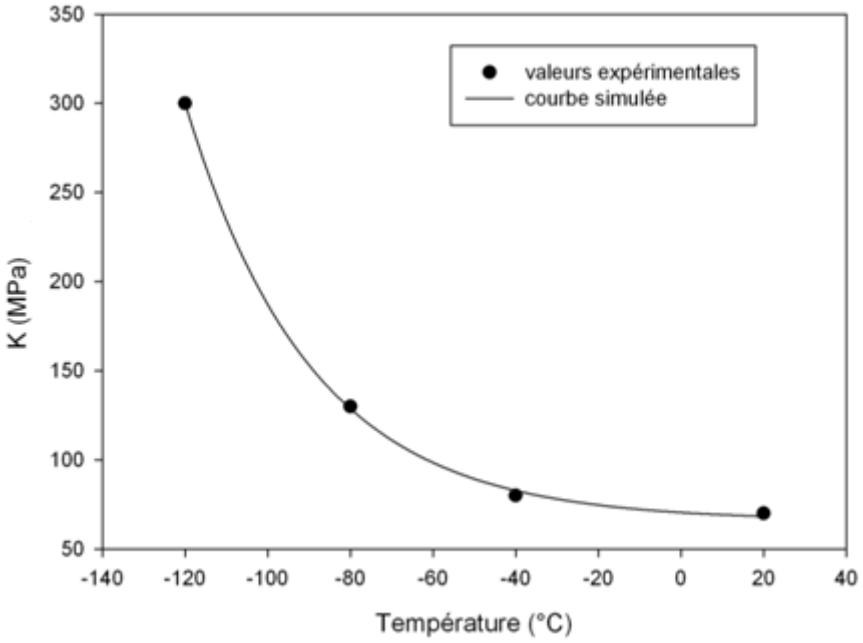


Figure V-13 : Evolution du paramètre K (équation V.10) en fonction de la température.

Ajustement de la contrainte seuil R_0

Pour chaque température d'essai, la valeur de la contrainte associée à l'effet visqueux présent à la vitesse de 10^{-3} s^{-1} a été retranchée à la valeur expérimentale de R_0. La variation du terme R_0 à la vitesse de référence (dite à vitesse nulle) en fonction de la température est alors définie par l'équation V.11 et représentée sur la Figure V-14.

$$R_{0\ (\dot{\varepsilon}=0)} = 874 - 0{,}49\ \times T^{\circ C} \qquad \text{Eq (V.11)}$$

Les valeurs de R_0 et le modèle à vitesse nulle n'observent pas la même évolution qu'à 10^{-3} s^{-1}, et ce à cause de la valeur très élevée du paramètre K, en particulier à -120°C.

Enfin, notons qu'il n'y a pas d'unicité du jeu de paramètres du fait du couplage existant entre ces derniers, notamment entre R_0 et les paramètres de Norton n et K.

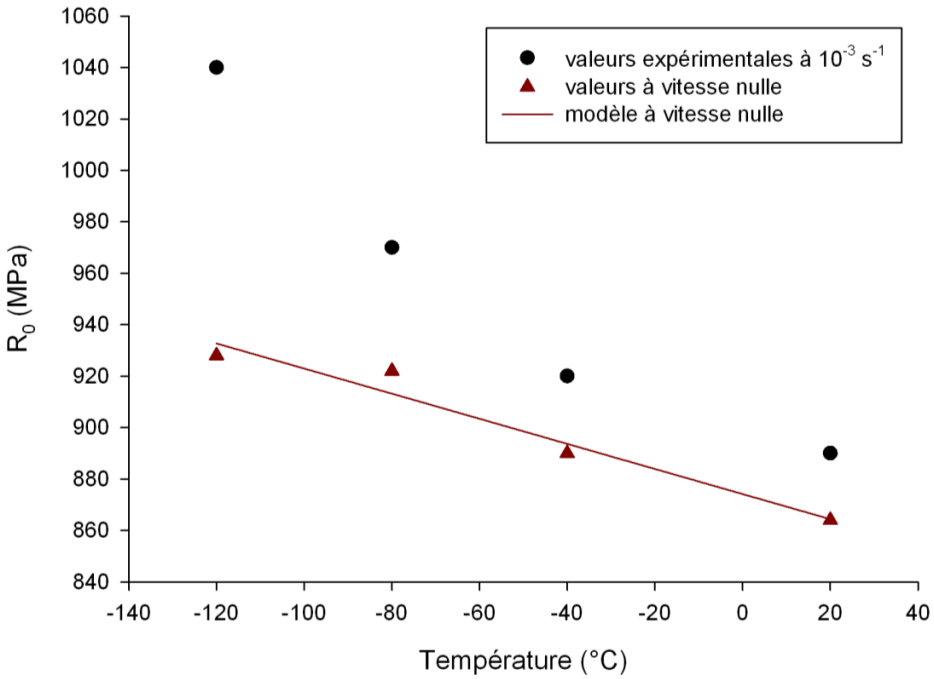


Figure V-14 : Evolution du paramètre R_0 (équation V.11) en fonction de la température, à la vitesse de déformation de 10^{-3} s^{-1} et à la vitesse de référence.

2. Comparaison des simulations numériques avec les essais

a. Simulation des essais utilisés pour définir la loi de comportement

Essais de traction

Tout d'abord, nous avons vérifié que notre jeu de paramètre final représente correctement les essais de traction menés aux vitesses de 10^{-3} s^{-1} et 5.10^{-2} s^{-1}. Les simulations numériques des essais réalisés à +20°C, -40°C et -80°C pour des faibles déformations sont respectivement présentées sur la Figure V-15, la Figure V-16 et la Figure V-17. Les courbes simulées pour des grandes déformations sont présentées sur la Figure V-18 pour la vitesse de sollicitation de 10^{-3} s^{-1}, et sur la Figure V-19 pour la vitesse de 5.10^{-2} s^{-1}. Enfin, les simulations réalisées à -120°C sur la gamme de températures allant de 10^{-3} s^{-1} à 250 s^{-1} sont présentées sur la Figure V-20.

Les simulations numériques sont satisfaisantes pour les essais menés aux températures de +20°C, -40°C et -120°C, et celles obtenues pour la température de -80°C sous-estiment légèrement les valeurs de contraintes atteintes aux deux vitesses de sollicitation, mais l'écart observé reste en dessous des 5% de marge d'erreur acceptable. A 250 s^{-1}, la limite d'élasticité simulée est proche de 1800 MPa (Figure V-20), ce qui représente environ 600 MPa de plus qu'à 10^{-3} s^{-1}.

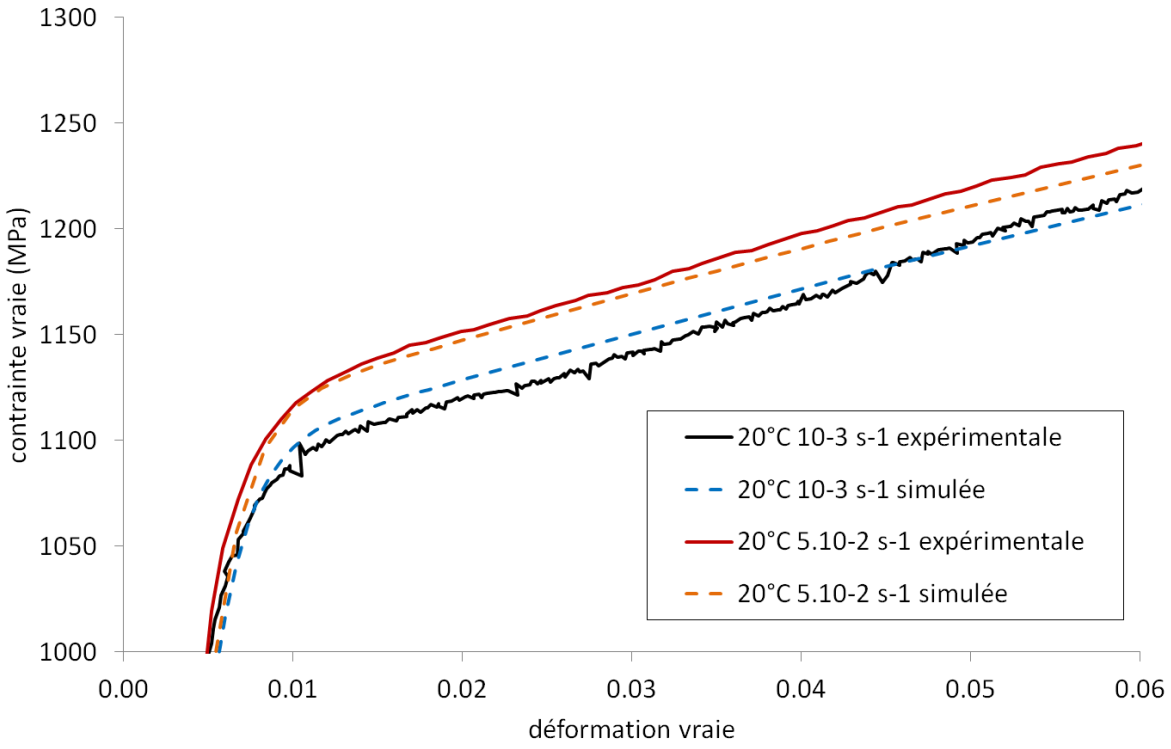


Figure V-15 : Simulations numériques des essais de traction à +20°C aux vitesses de 10^{-3} s^{-1} et 5.10^{-2} s^{-1}.

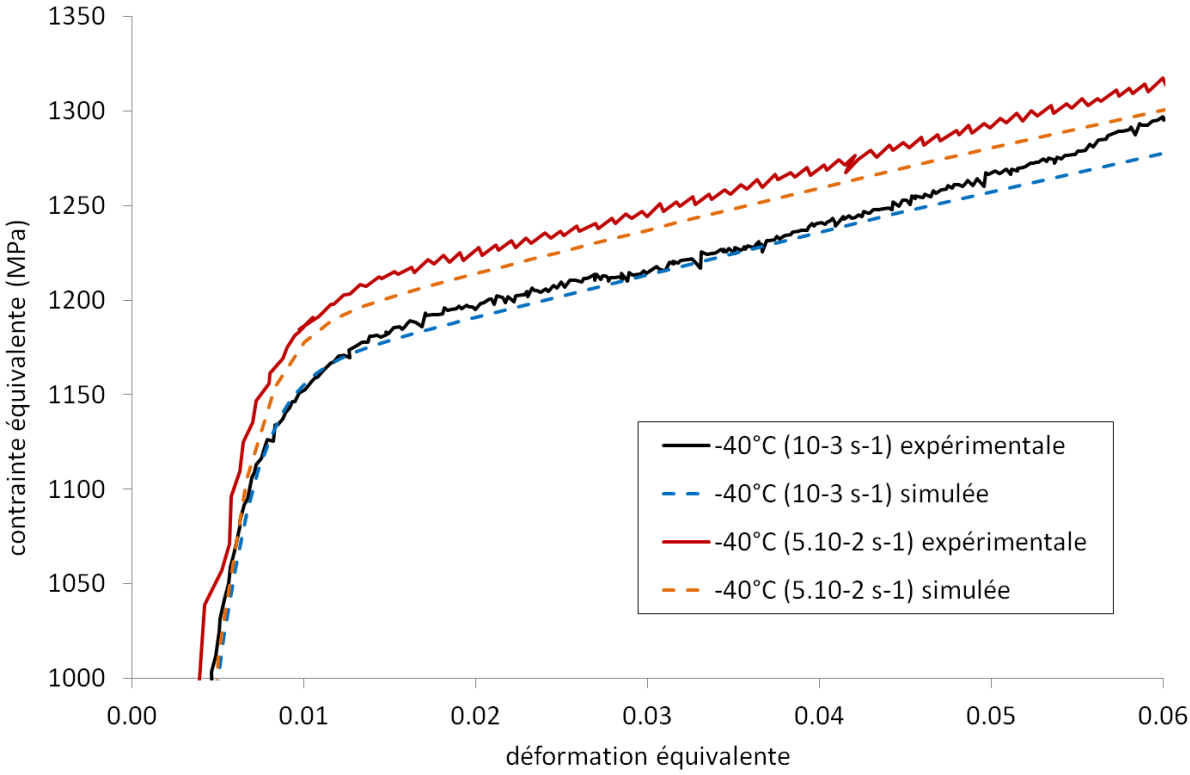


Figure V-16 : Simulations numériques des essais de traction à -40°C, aux vitesses de 10^{-3} s^{-1} et 5.10^{-2} s^{-1}.

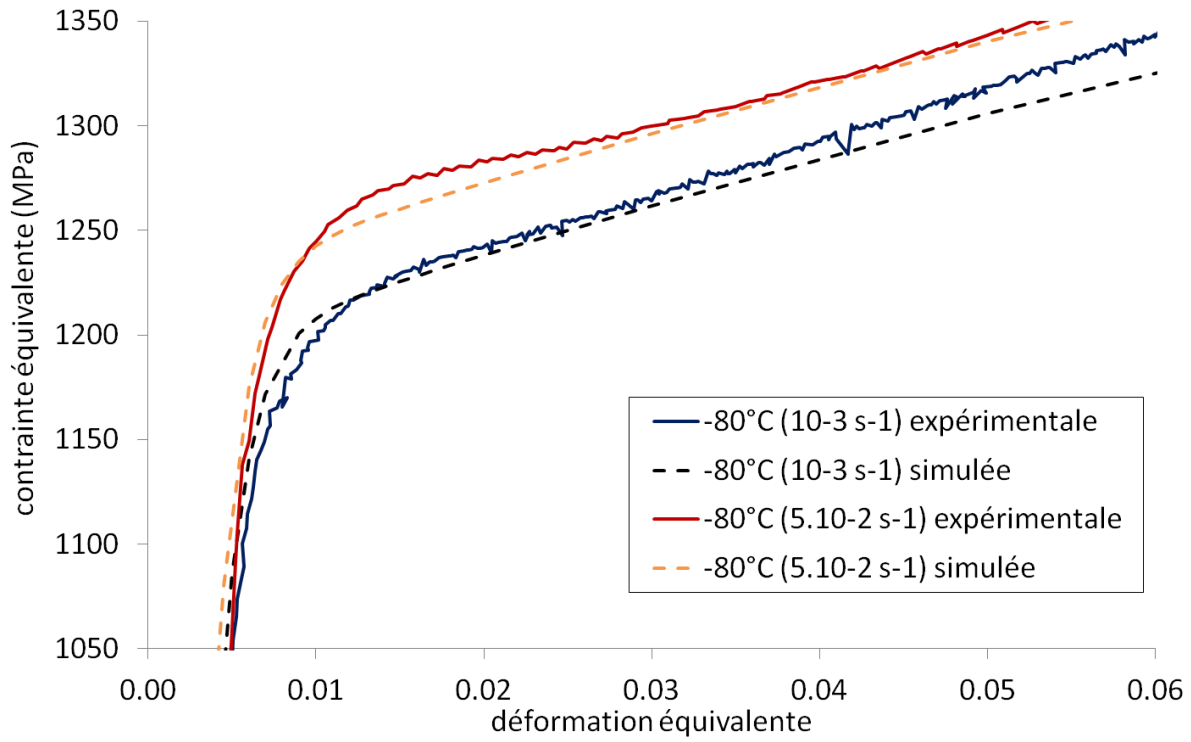


Figure V-17 : Simulations numériques des essais de traction à -80°C, aux vitesses de 10^{-3} s^{-1} et 5.10^{-2} s^{-1}.

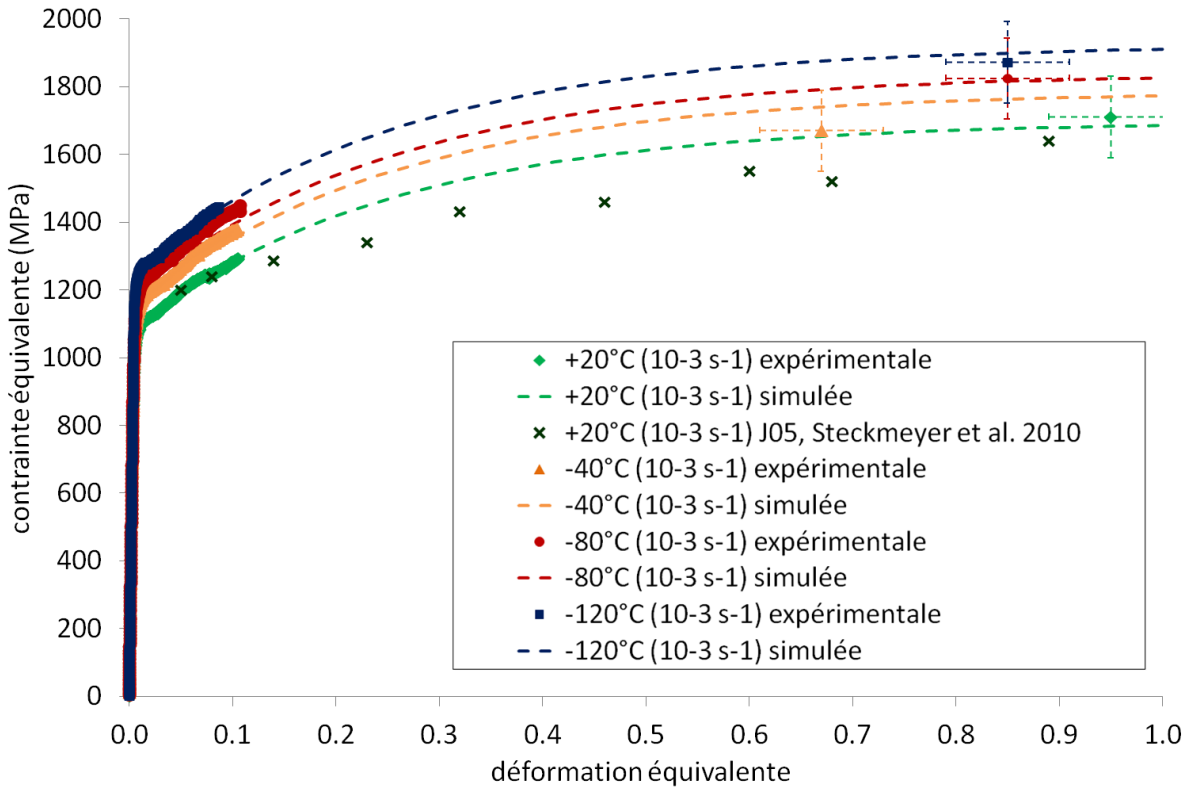


Figure V-18 : Simulations numériques des essais de traction menés en sollicitation axiale entre -120°C et +20°C, à la vitesse de 10^{-3} s^{-1}.

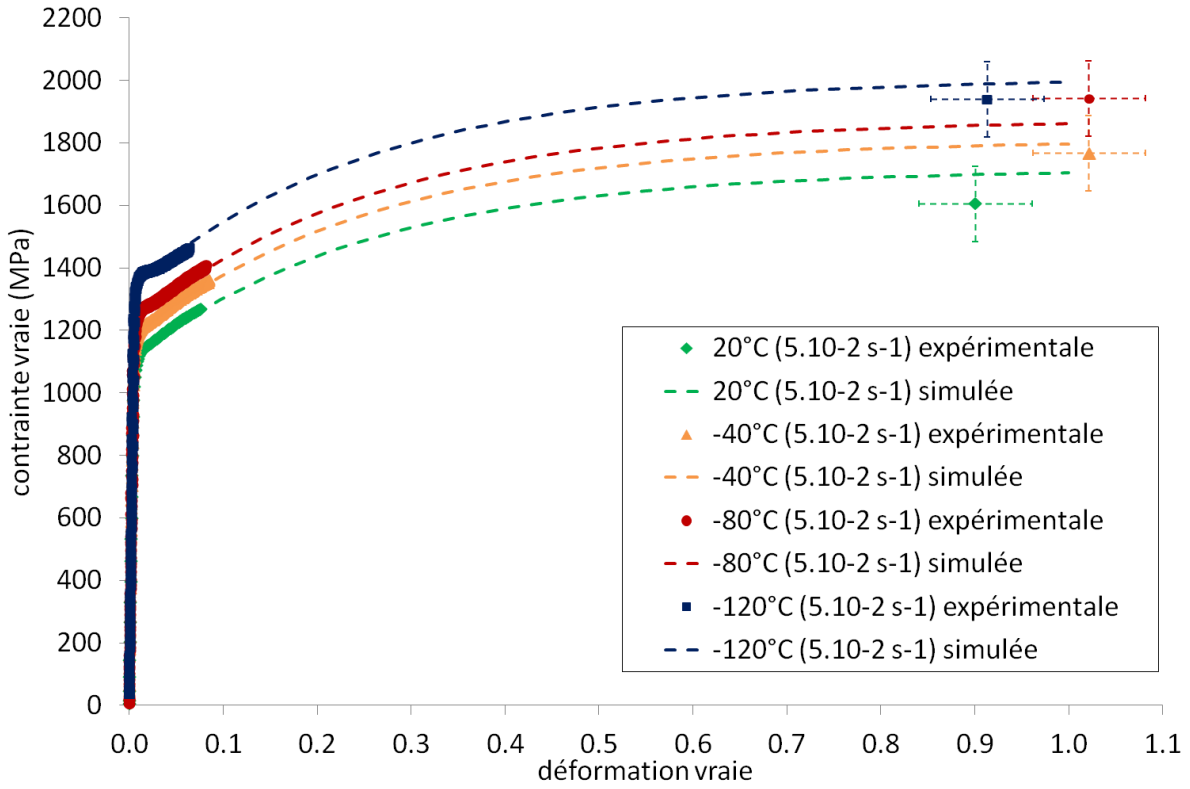


Figure V-19 : Simulations numériques des essais de traction menés en sollicitation axiale entre -120°C et +20°C, à la vitesse de 5.10^{-2} s^{-1}.

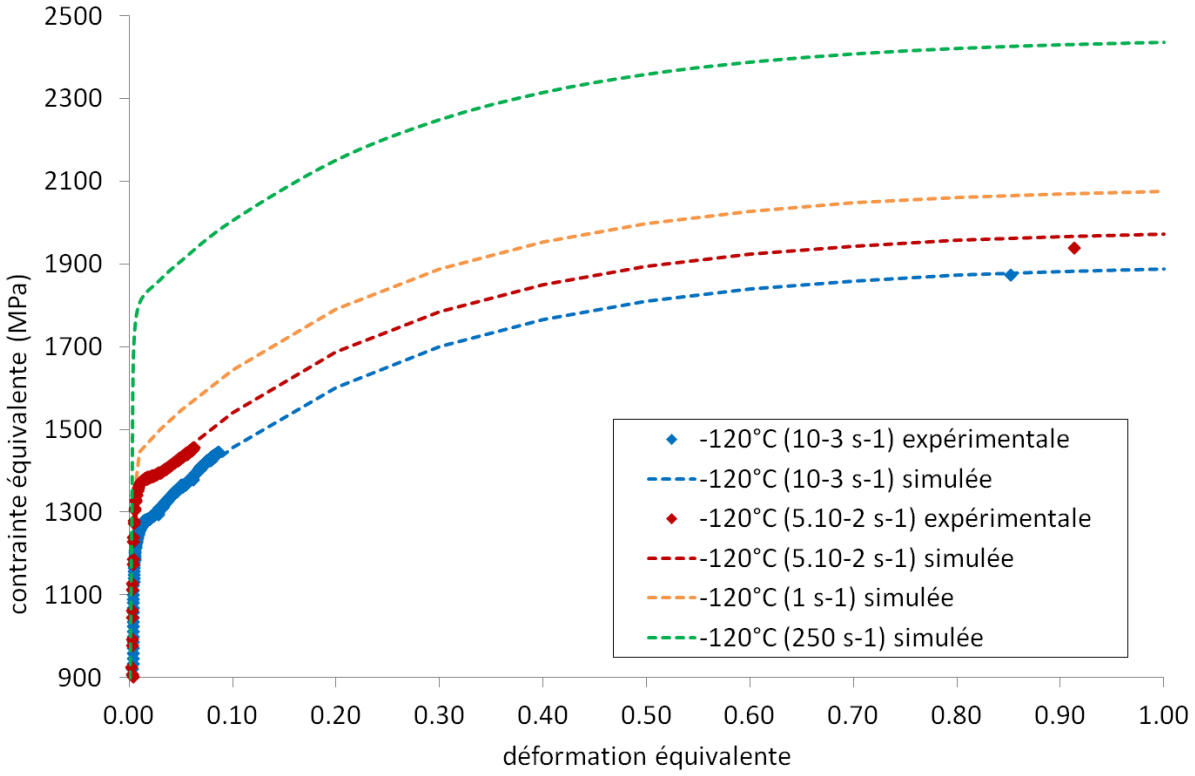


Figure V-20 : Simulations numériques des essais de traction menés en sollicitation axiale à -120°C aux vitesses de 10^{-3} s^{-1}, 5.10^{-2} s^{-1}, 1 s^{-1} et 250 s^{-1}.

Essais de flexion et de résilience

Les simulations numériques des essais de flexion ont été réalisées avec le code de calcul par éléments finis Z-set, développé conjointement par le Centre des Matériaux de MINES ParisTech, l'ONERA et Northwest Numerics. Le maillage utilisé pour réaliser ces simulations représente le quart d'une éprouvette de type mini-Charpy, dont les dimensions ont été données dans le chapitre II (Figure II-20). La géométrie maillée est présentée sur la Figure V-21, le maillage est inspiré de celui de l'éprouvette Charpy proposé par Tanguy et al. [Tanguy-2005(2)]. Les éléments de maillage utilisés sont des éléments quadratiques à intégration complète, sauf au niveau des zones de contact entre le marteau et l'éprouvette et entre l'appui et l'éprouvette, où les éléments sont linéaires. Les géométries de l'appui et du marteau sont celles données par la norme sur les essais mini-Charpy [NORME-1999].

En ce qui concerne les conditions aux limites, l'appui est bloqué en déplacement dans les trois directions x, y et z, le marteau et la face interne de l'éprouvette se déplacent uniquement selon l'axe y, et le déplacement de la face située au droit de l'entaille est bloquée selon l'axe x. Le coefficient de frottement appliqué entre l'appui et l'éprouvette, et entre le marteau et l'éprouvette, est de 0,1. La vitesse du déplacement du marteau est fixée en fonction de l'essai simulé.

D'après la Figure V-22, notre modèle reproduit de manière satisfaisante les essais de flexion menés à la température de +20°C aux vitesses de 1 µm/s, 500 µm/s et 3,83 m/s, essais que nous avons utilisés pour identifier les paramètres de notre modèle. Il s'agit maintenant de tenter de reproduire des essais de flexion qui n'ont pas été utilisés dans le cadre de cette identification.

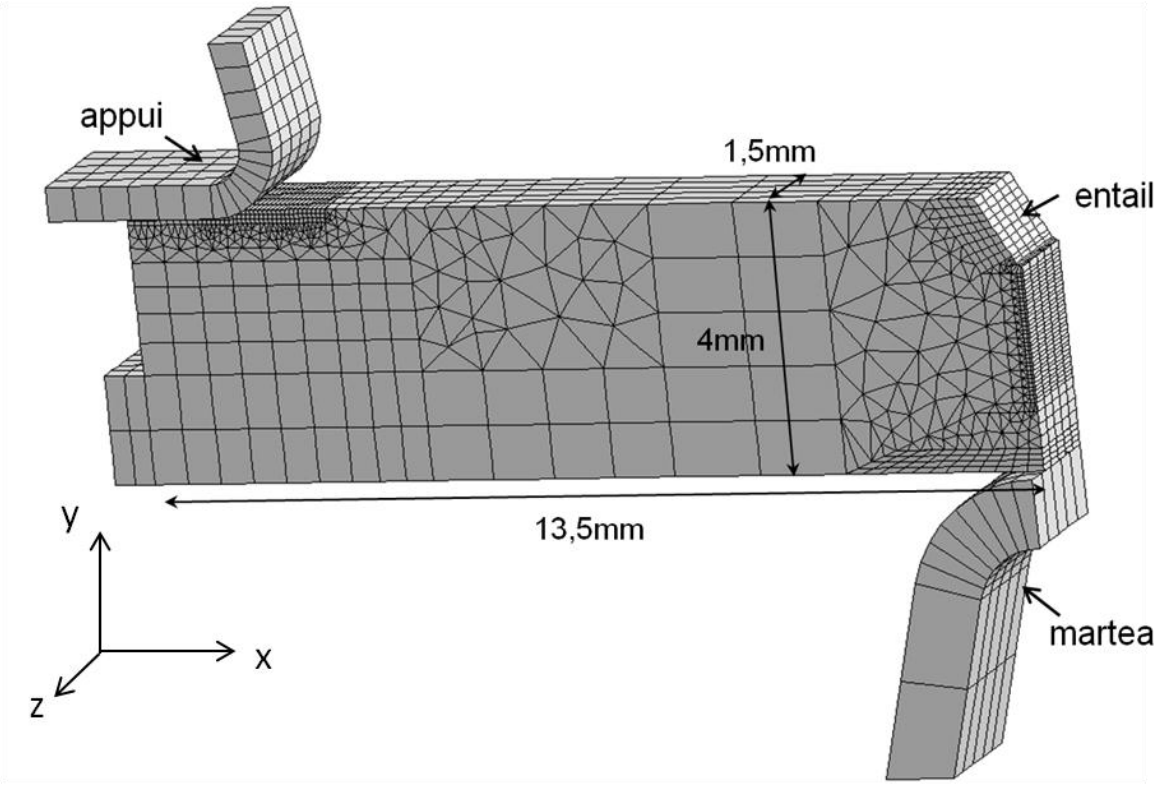


Figure V-21 : Maillage du quart d'une éprouvette mini-Charpy utilisé pour réaliser les simulations numériques avec le code de calcul Z-set. Un appui et la moitié du marteau sont également représentés.

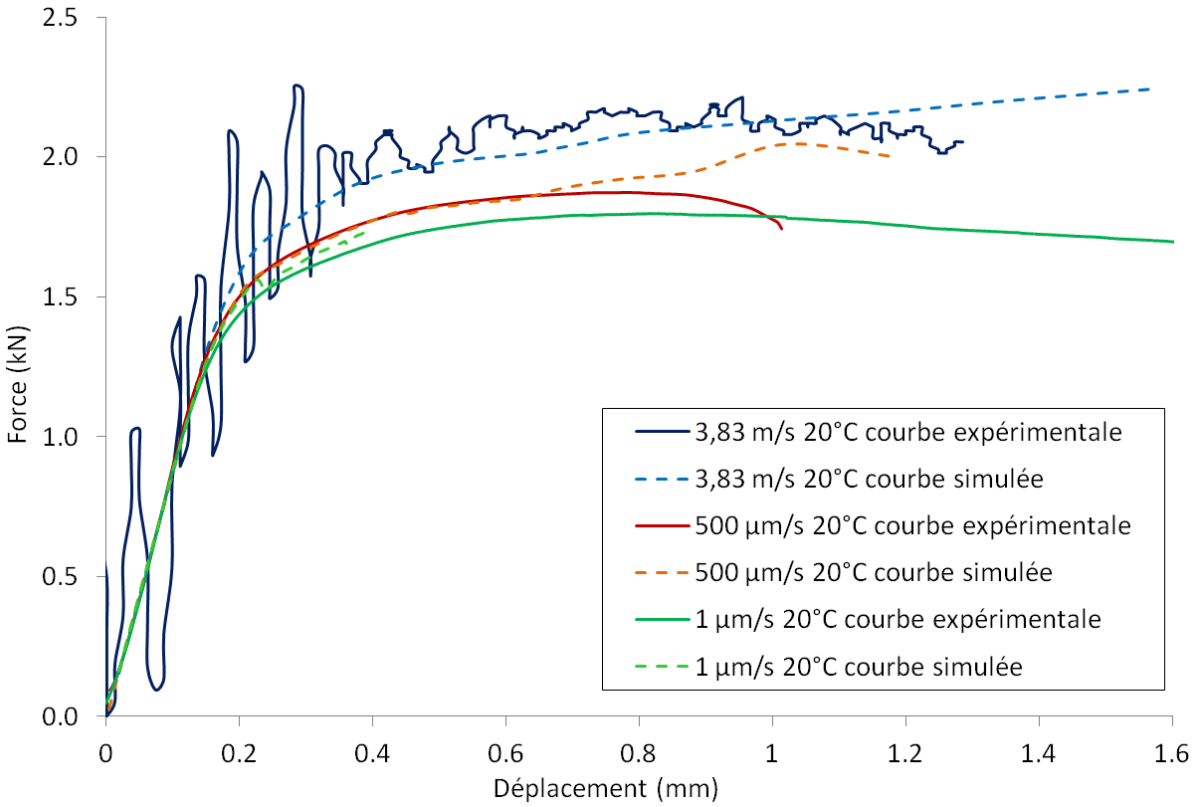


Figure V-22 : Simulations numériques et réponses expérimentales correspondant aux essais de flexion menés à la température de 20°C et aux vitesses de 1 µm/s, 500 µm/s et 3,83 m/s.

b. Simulation d'autres essais de flexion

Les essais de flexion menés en sollicitation LT aux températures intermédiaires de -10°C, -40°C, -70°C et -100°C ont été simulés. Les comparaisons entre les courbes force-déplacement expérimentales et simulées à ces quatre températures sont respectivement présentées sur la Figure V-23, Figure V-24, la Figure V-25, et la Figure V-26. Conformément aux conclusions du chapitre précédent, nous n'avons pas considéré la partie de la courbe f-d qui se situe après la première apparition de la rupture brutale, car nous ne cherchons pas à simuler le phénomène de propagation instable de la fissure.

Les simulations numériques des essais menés aux températures de -10°C, -40°C et -70°C sont satisfaisantes. A la température de -70°C, un essai avait été réalisé à la vitesse de 500 µm/s mais a été écarté car les valeurs de charge obtenues étaient similaires à celles mesurées lors des essais menés à la vitesse de 3,83 m/s, alors qu'elles auraient dû être inférieures comme cela a été observé pour les autres températures. Enfin, à -100°C, la partie élastique de la courbe f-d correspondant à l'essai de résilience est correctement simulée.

Nous pouvons alors conclure que la loi de comportement que nous avons définie est validée sur la gamme de température comprises entre -120°C et +20°C, puisque nous avons obtenu des simulations satisfaisantes à des températures intermédiaires. De plus, la loi a été validée pour les vitesses de sollicitation comprises entre 1 µm/s et 3,83 m/s. Nous pouvons alors utiliser les simulations numériques des éprouvettes qui ont rompu par clivage, par exemple à -100°C, pour définir un critère de rupture fragile.

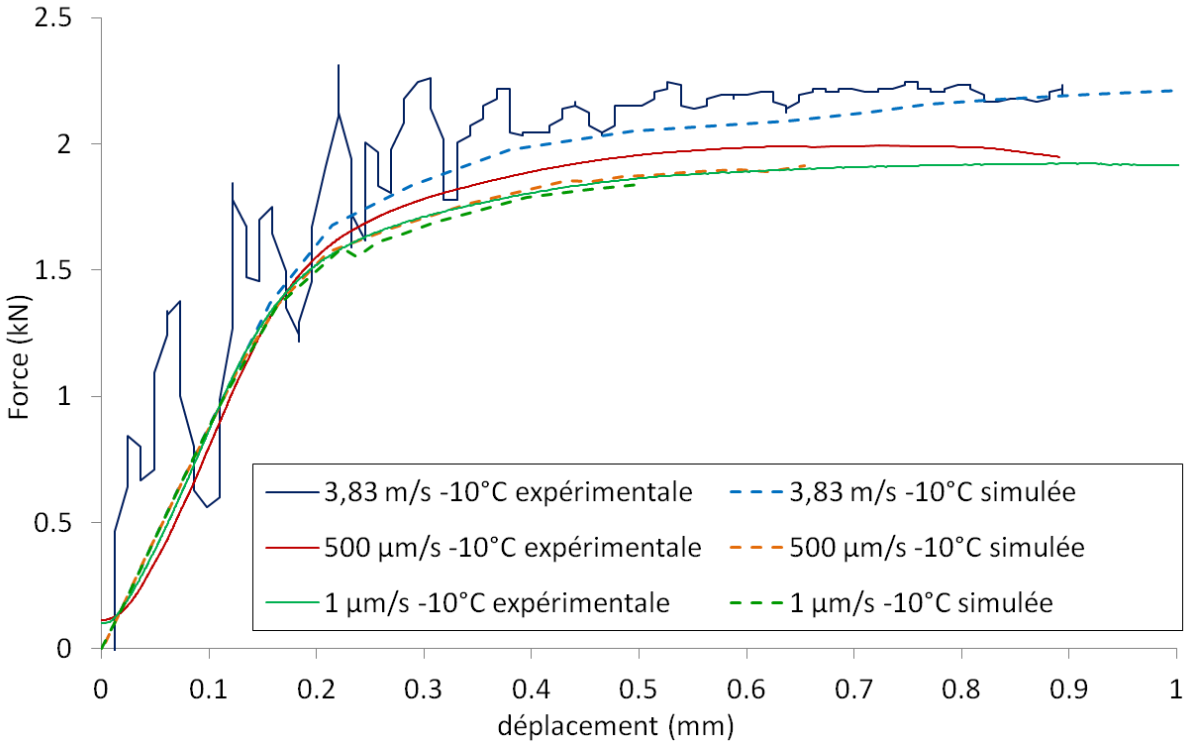


Figure V-23 : Réponses expérimentales et simulées des essais de flexion et de résilience réalisés à -10°C sur la nuance J27 aux vitesses de 1 µm/s, 500 µm/s et 3,8 m/s, en sollicitation LT.

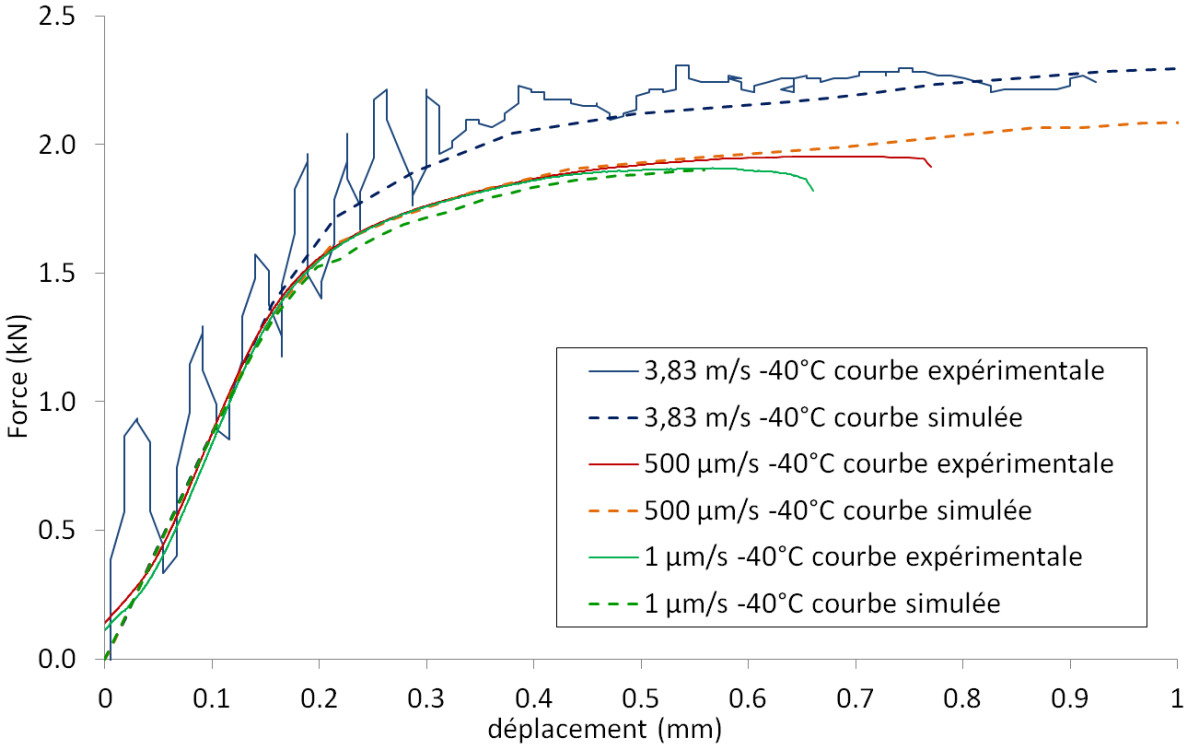


Figure V-24 : Réponses expérimentales et simulées des essais de flexion et de résilience réalisés à -40°C sur la nuance J27 aux vitesses de 1 µm/s, 500 µm/s et 3,8 m/s, en sollicitation LT.

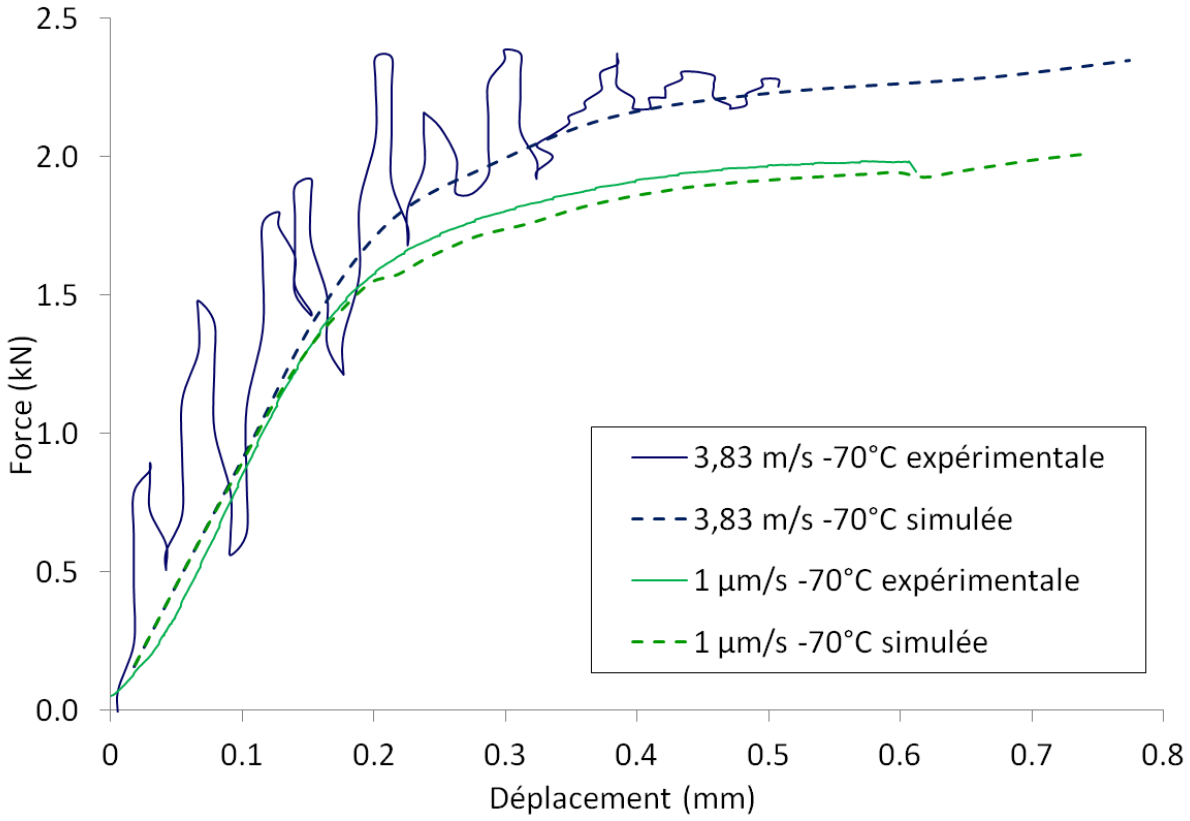


Figure V-25 : Réponses expérimentales et simulées des essais de flexion et de résilience réalisés à -70°C sur la nuance J27 aux vitesses de 1 µm/s et 3,8 m/s, en sollicitation LT.

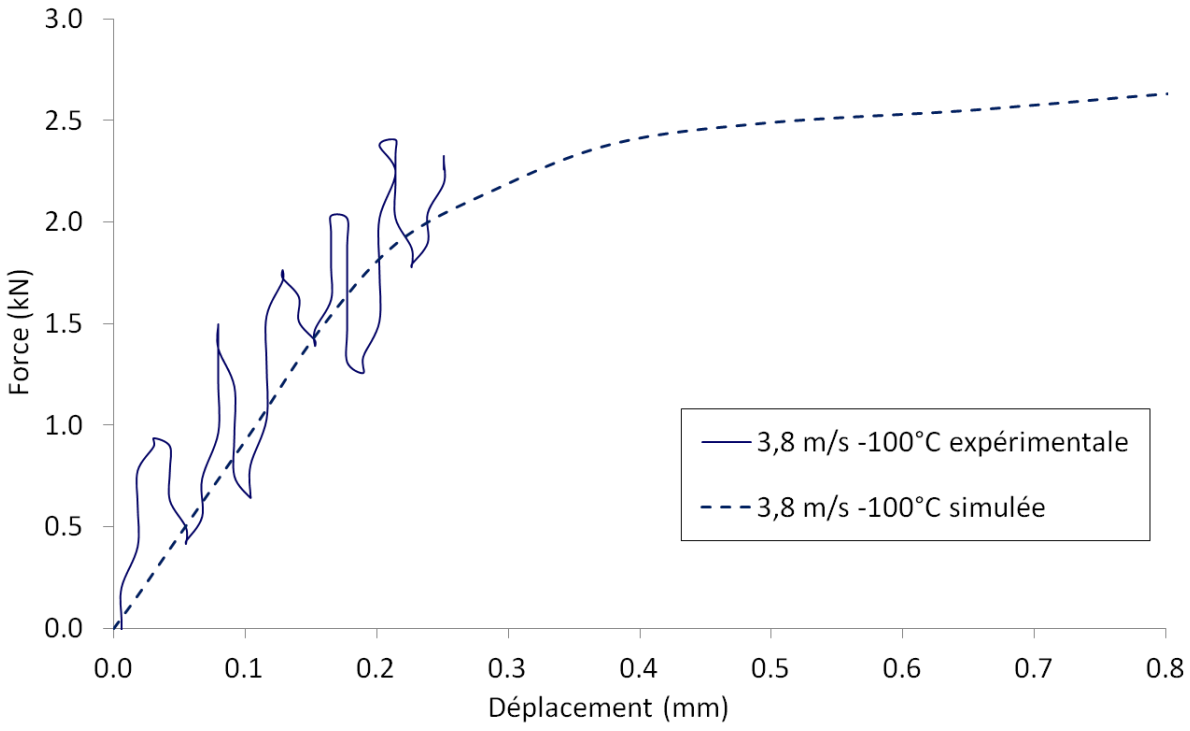


Figure V-26 : Réponse expérimentale et simulée de l'essai de résilience réalisé à -100°C sur la nuance J27 à la vitesse de 3,8 m/s, en sollicitation LT.

3. Première estimation de la contrainte critique de clivage

Les simulations numériques nous ont également permis d'accéder aux champs de contraintes présents dans une éprouvette mini-Charpy lors des essais de flexion, comme le montre la Figure V-27. En particulier, en suivant l'hypothèse que la rupture soit contrôlée par la contrainte maximale d'ouverture, nous avons pu estimer la valeur de la contrainte locale à rupture dans le cas de l'essai de résilience mené à la température de -100°C en sollicitation LT, et sur lequel la position et la nature du site d'amorçage du clivage ont été identifiés et décrits dans le chapitre précédent (Figure IV-59). La position du site d'amorçage sur le maillage utilisé est présentée sur la Figure V-28, les valeurs de contraintes que nous recherchons ont alors été relevées à partir du point de Gauss correspondant.

Comme le plan de rupture est incliné à 27° de l'axe horizontal $\vec{x}$ sur l'éprouvette de résilience d'après la Figure V-29, le vecteur contrainte sur la facette de clivage est obtenu en projetant le tenseur des contraintes sur l'axe normal $\vec{n}$:

$$\overrightarrow{T_n}=\bar{\bar{\sigma}}.\vec{n}=\begin{pmatrix}\sigma_{xx} & \sigma_{xy} & \sigma_{xz}\\ \sigma_{yx} & \sigma_{yy} & \sigma_{yz}\\ \sigma_{zx} & \sigma_{zy} & \sigma_{zz}\end{pmatrix}.\begin{pmatrix}\cos\theta\\ \sin\theta\\ 0\end{pmatrix}=\begin{pmatrix}\sigma_{xx}\cos\theta+\sigma_{xy}\sin\theta\\ \sigma_{yx}\cos\theta+\sigma_{yy}\sin\theta\\ \sigma_{zx}\cos\theta+\sigma_{zy}\sin\theta\end{pmatrix}$$

La composante du vecteur contrainte selon l'axe normal $\vec{n}$ à la facette de clivage (contrainte de rupture) est ensuite déterminée en projetant le vecteur contrainte sur l'axe $\vec{n}$:

$$\sigma_r=\overrightarrow{T_n}.\vec{n}=\sigma_{xx}\cos^2\theta+2\sigma_{xy}\sin 2\theta+\sigma_{yy}\sin^2\theta \qquad \text{Eq. (V.12)}$$

L'évolution de la contrainte en fonction du déplacement est représentée sur la Figure V-30 pour σ_{xx}, sur la Figure V-31 pour σ_{xy}, et sur la Figure V-32 pour σ_{yy}. Les champs de contrainte correspondants aux contraintes σ_{xx}, σ_{xy} et σ_{yy} sont respectivement présentés sur la Figure V-33, la Figure V-34 et la Figure V-35.

A l'instant de la rupture, on obtient donc σ_{xx} = 3500 MPa, σ_{xy} = -14 MPa et σ_{yy}=1720 MPa d'après les simulations numériques, et θ = 27° d'après la Figure V-29. La valeur de la contrainte locale à rupture sur cette éprouvette est alors estimée à :

$$\sigma_r = 3110 \text{ MPa}$$

Cette valeur σ_r est associée au volume représenté par le point de Gauss considéré, qui a une taille de l'ordre de 10 µm x 13 µm x 23 µm (le volume de l'élément considéré est de 30 µm x 40 µm x 70 µm, et l'élément contient 27 points de Gauss).

La contrainte critique de clivage est alors définie à 3110 MPa dans le cas de la nuance J27, et cette valeur de contrainte est ici associée à un amorçage du clivage sur une inclusion riche en titane et aluminium d'une taille proche de 500 nm. Pour la suite de notre étude, cette contrainte critique sera considérée comme étant indépendante de la température.

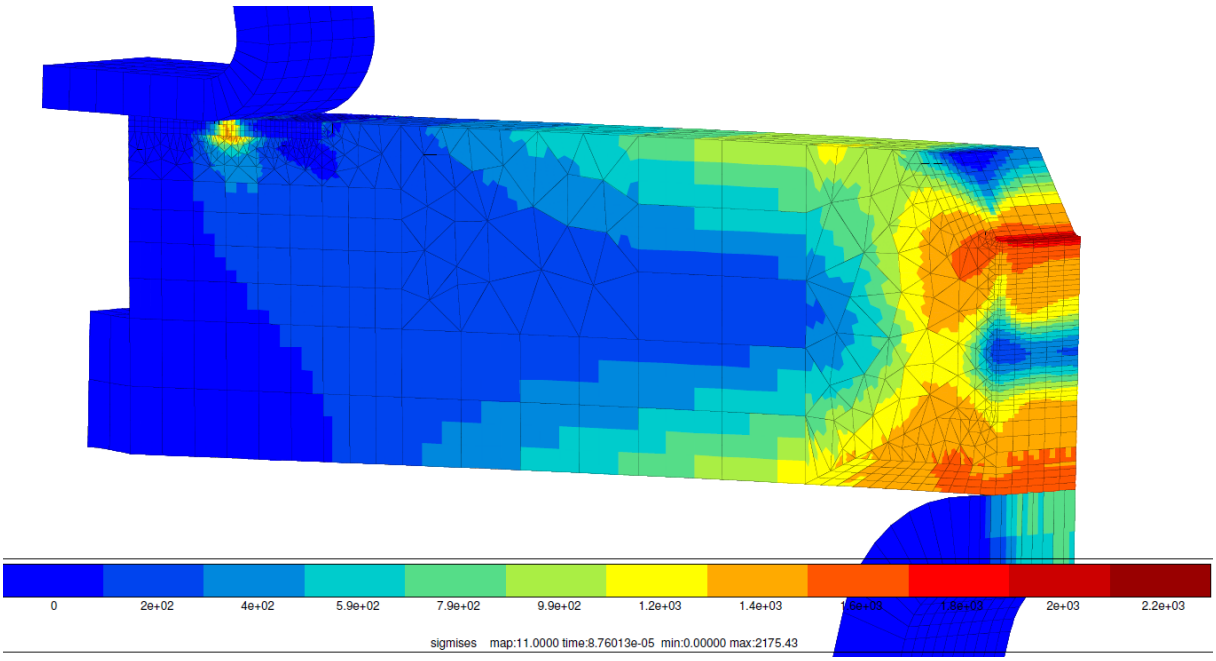


Figure V-27 : Champs de contrainte équivalente de von Mises observé au cours d'un essai de flexion à -100°C à la vitesse de 3,83 m/s.

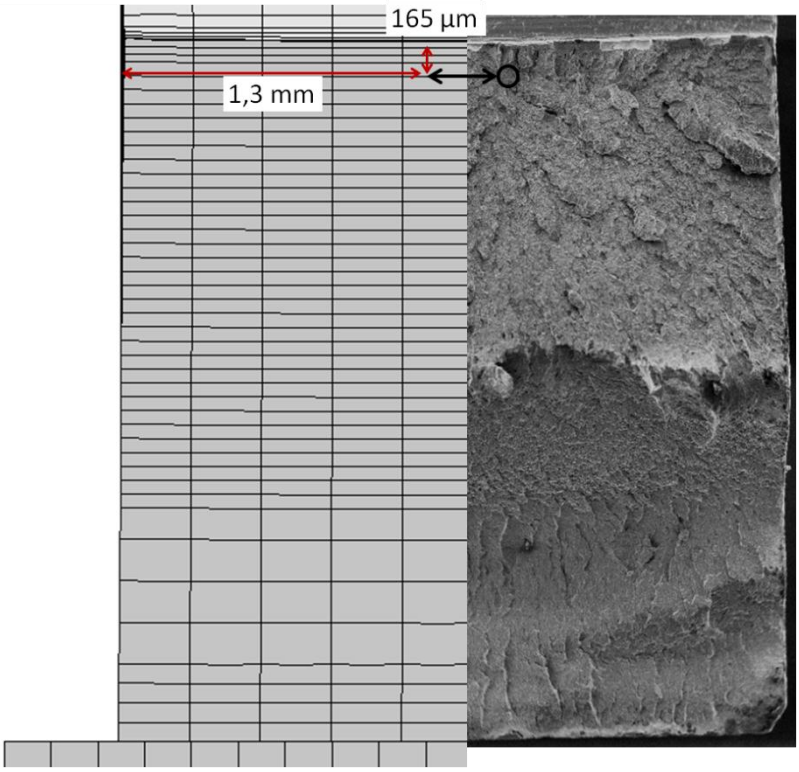


Figure V-28 : Localisation sur le maillage de l'éprouvette mini-Charpy du site d'amorçage observé sur l'essai réalisé à -100°C.

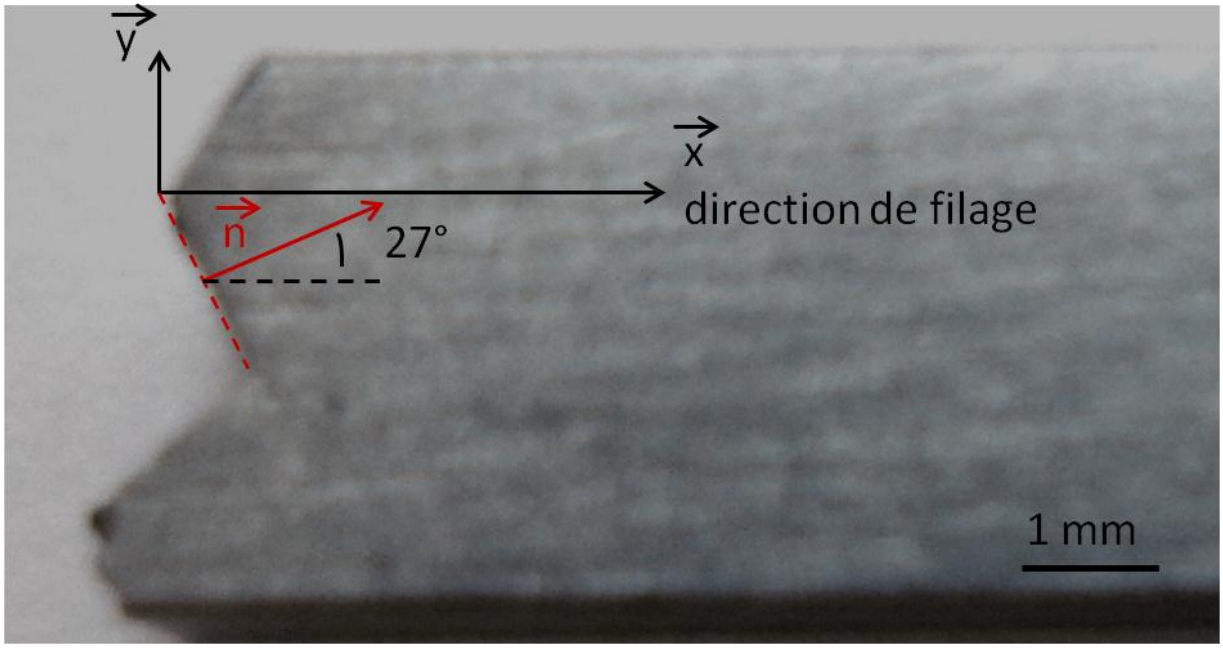


Figure V-29 : Orientation de la surface de rupture par rapport au repère de l'éprouvette dans le cas de l'essai de résilience mené à -100°C en sollicitation LT sur la nuance J27.

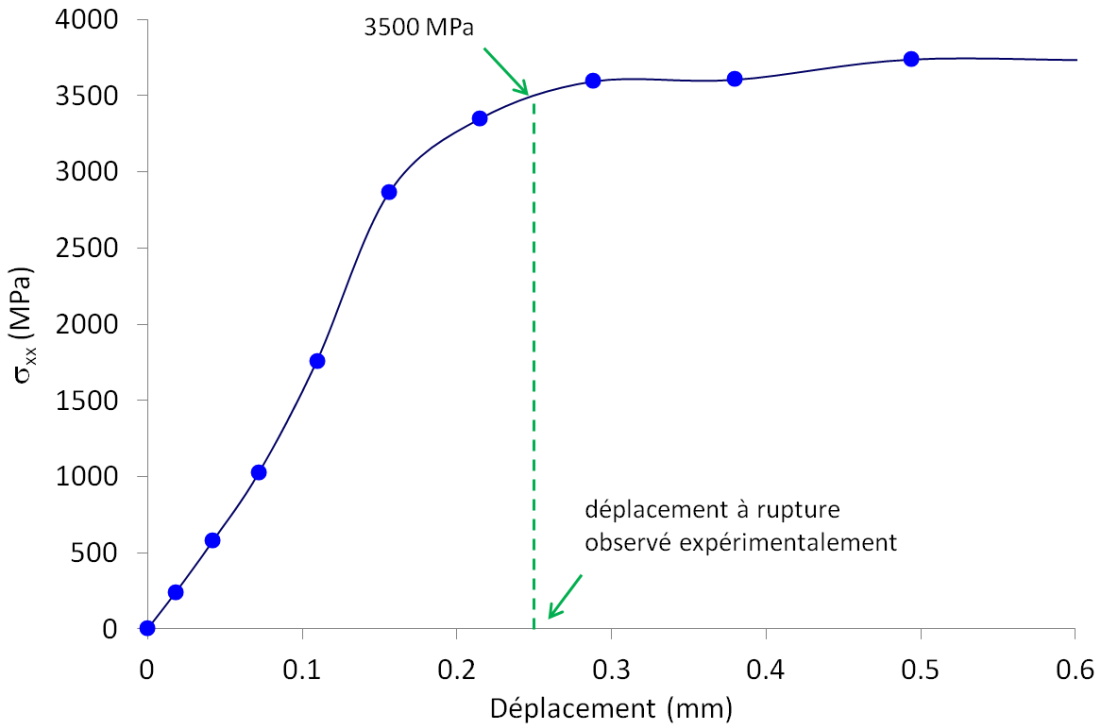


Figure V-30 : Evolution de la contrainte σ_{xx} au point de Gauss correspondant à la position du site d'amorçage du clivage de l'éprouvette mini-Charpy sollicitée à la vitesse de 3,83 m/s à la température de -100°C.

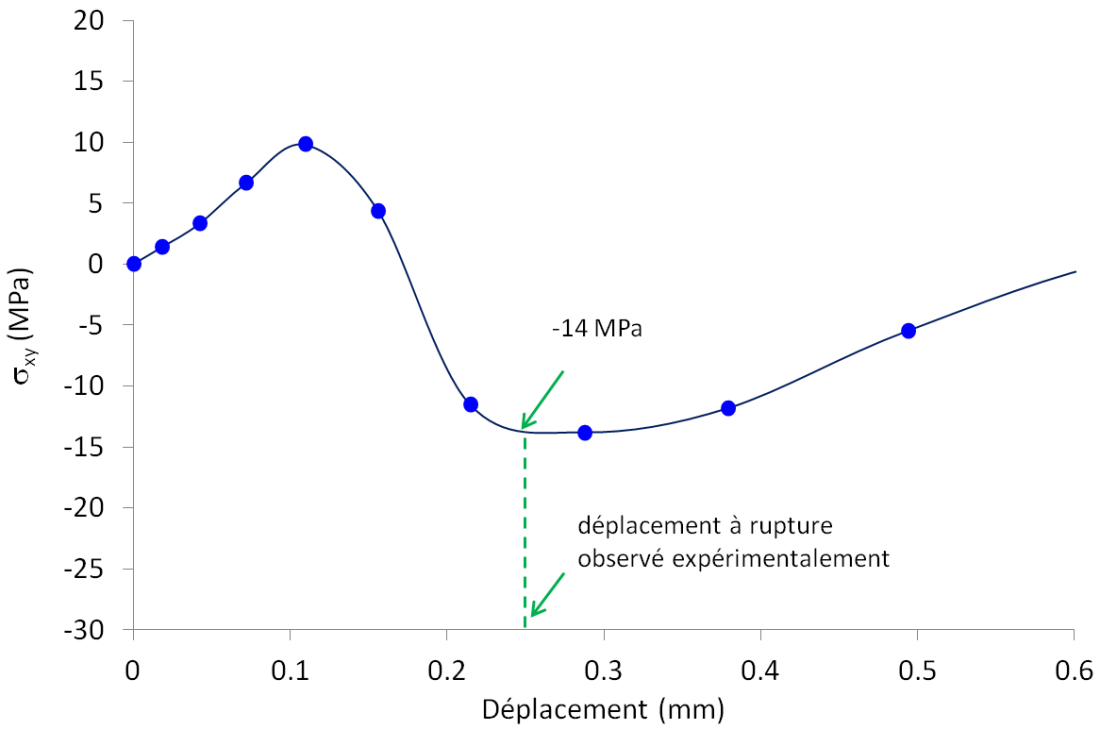


Figure V-31 : Evolution de la contrainte σ_{xy} au point de Gauss correspondant à la position du site d'amorçage du clivage de l'éprouvette mini-Charpy sollicitée à la vitesse de 3,83 m/s à la température de -100°C.

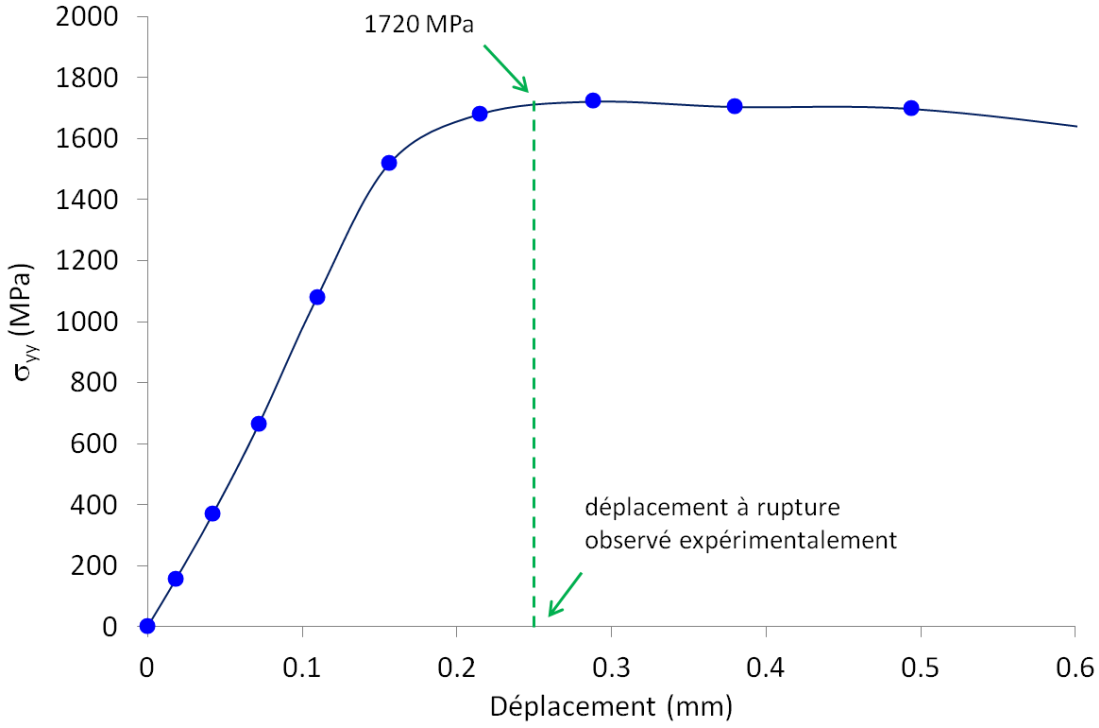


Figure V-32 : Evolution de la contrainte σ_{yy} au point de Gauss correspondant à la position du site d'amorçage du clivage de l'éprouvette mini-Charpy sollicitée à la vitesse de 3,83 m/s à la température de -100°C.

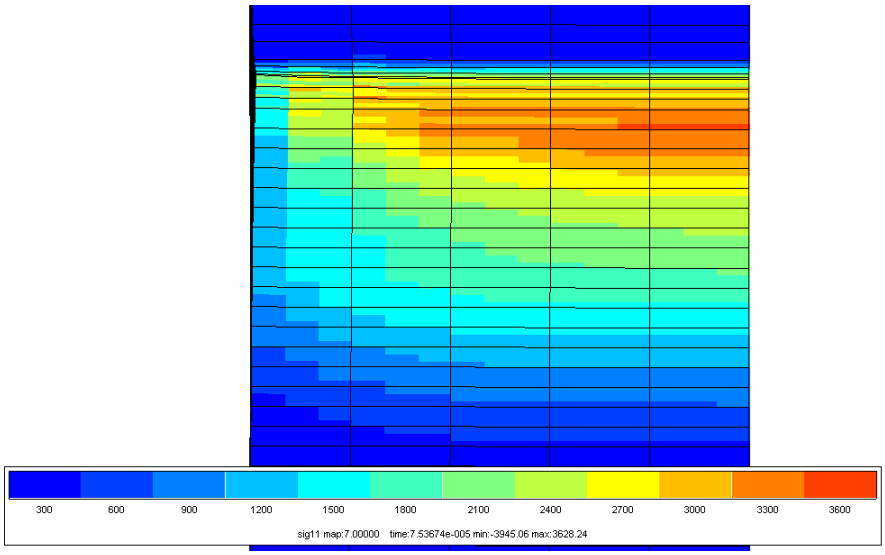


Figure V-33 : Champs de contrainte σ_{xx} à l'instant de la rupture de l'éprouvette mini-Charpy sollicitée à la vitesse de 3,83 m/s à la température de -100°C.

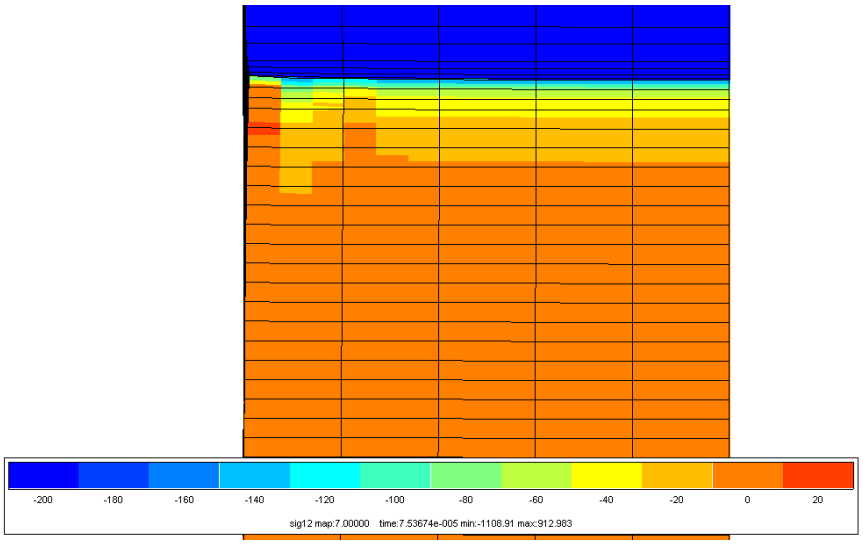


Figure V-34 : Champs de contrainte σ_{xy} à l'instant de la rupture de l'éprouvette mini-Charpy sollicitée à la vitesse de 3,83 m/s à la température de -100°C.

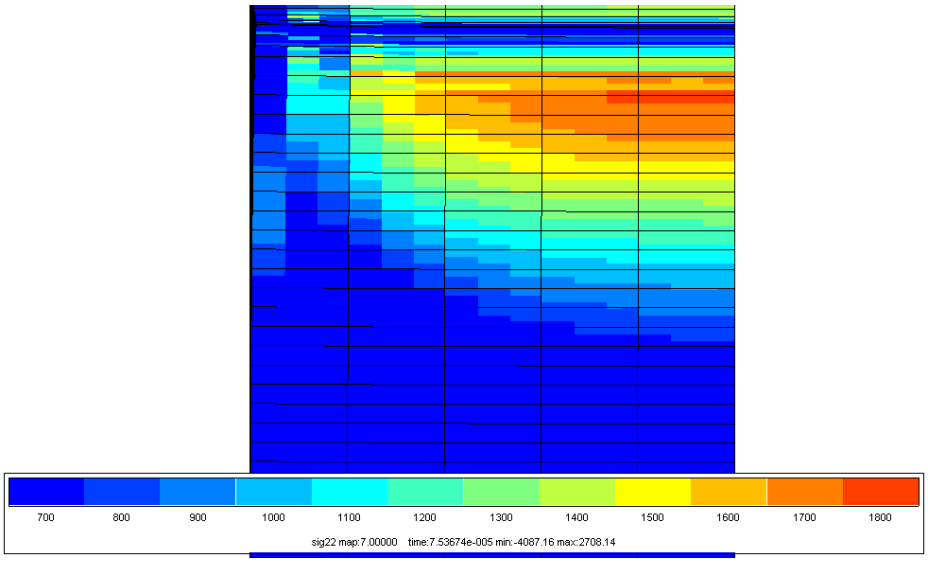


Figure V-35 : Champs de contrainte σ_{yy} à l'instant de la rupture de l'éprouvette mini-Charpy sollicitée à la vitesse de 3,83 m/s à la température de -100°C.

4. Application du critère de rupture sur une autre géométrie d'éprouvette

Pour la suite de cette étude, nous avons choisi de tester une autre géométrie d'éprouvettes afin d'évaluer la validité de la loi de comportement définie, mais surtout pour pouvoir tester le critère de rupture fragile proposé précédemment. Les éprouvettes utilisées sont du type axisymétrique entaillée (AE), classiquement utilisées dans le cadre de l'approche locale de la rupture [Beremin-1983, Mudry-1987, Rossol-1998, Tanguy-2001]. L'intérêt est de pouvoir accéder à des valeurs de contrainte plus précises que sur la géométrie mini-Charpy car l'éprouvette AE est beaucoup plus simple à calculer par éléments finis.

Les éprouvettes de notre étude ont une longueur utile de 15 mm, un diamètre de fût de 3 mm en dehors de la zone entaillée, et une entaille d'un rayon de 0,4 mm (géométrie AE-R2) ou de 0,8 mm (géométrie AE-R4). Le diamètre en fond d'entaille, avant rectification de la surface des éprouvettes, est de 2 mm. Ces dimensions sont reportées sur la Figure V-36.

Etant donné que l'état de surface n'était pas convenable après l'usinage initial, une opération de rectification a été ajoutée sur les deux éprouvettes utilisées et le diamètre en fond d'entaille s'en est trouvé réduit. Les éprouvettes ont alors été mesurées à l'aide d'un profilomètre afin de pouvoir reconstituer leur géométrie exacte sur le logiciel de calcul. Le diamètre final de l'éprouvette AE-R2 est de 1,83 mm, et celui de l'éprouvette AE-R4 est de 1,88 mm. Les maillages utilisés pour simuler les essais sont présentés sur la Figure V-37, les éléments sont de type axisymétrique, quadratique à intégration réduite et possèdent 8 nœuds. La géométrie maillée représente une vue en coupe d'un quart de l'éprouvette, du fait de la présence d'un axe de symétrie x et d'un axe de rotation y.

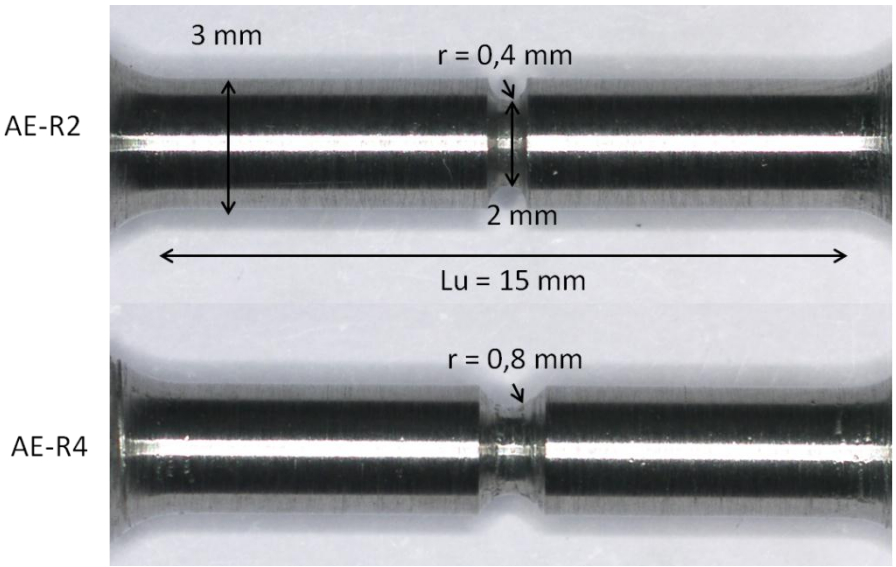


Figure V-36 : Dimensions des éprouvettes de type axisymétrique entaillée de type AE-R2 et AE-R4, dont le rayon d'entaille est respectivement de 0,4 mm et 0,8 mm.

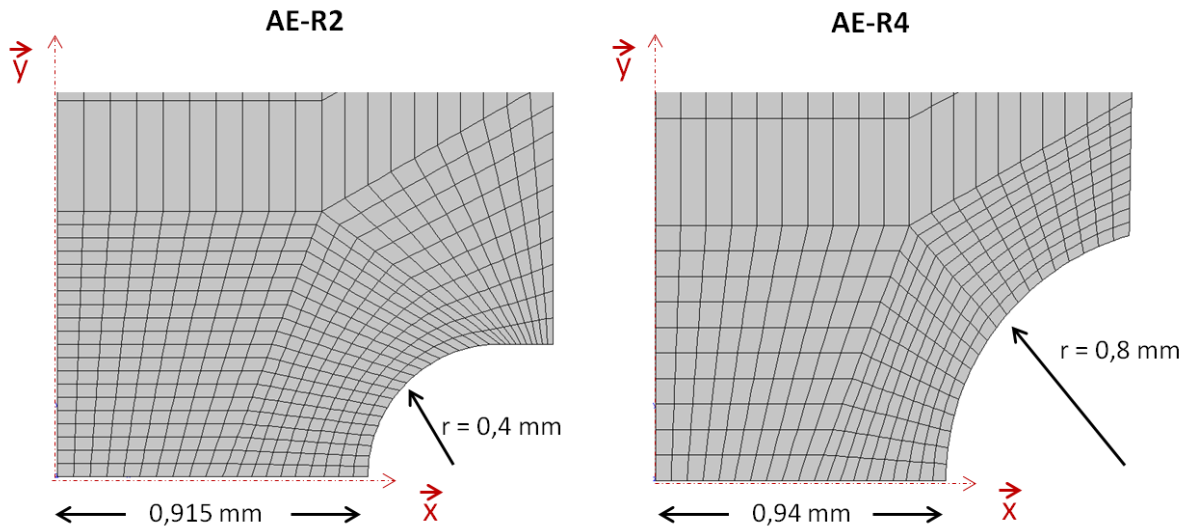


Figure V-37 : Maillages réalisés avec le logiciel Z-Set et utilisés pour simuler les essais sur éprouvettes AE de type R2 et R4, dont le rayon d'entaille est respectivement égal à 0,4 mm et 0,8 mm. La hauteur de la géométrie maillée est de 7,5 mm, la vue présentée ici est un zoom sur la partie entaillée.

La taille d'un élément de maillage dans la zone d'intérêt, c'est-à-dire au centre de l'éprouvette, est proche de 45 µm x 45 µm sur la géométrie AE-R2 (2D), 45 µm x 80 µm sur la géométrie AE-R4 (2D), et 65 µm x 280 µm x 50 µm pour la géométrie mini-Charpy (3D). Si l'on observe la répartition des particules riches en aluminium dans la nuance J27 et présentée sur la Figure V-38, on remarque que la taille des éléments de maillage est suffisante pour supposer qu'ils contiennent au moins une inclusion riche en aluminium sur laquelle la rupture par clivage est susceptible de s'amorcer.

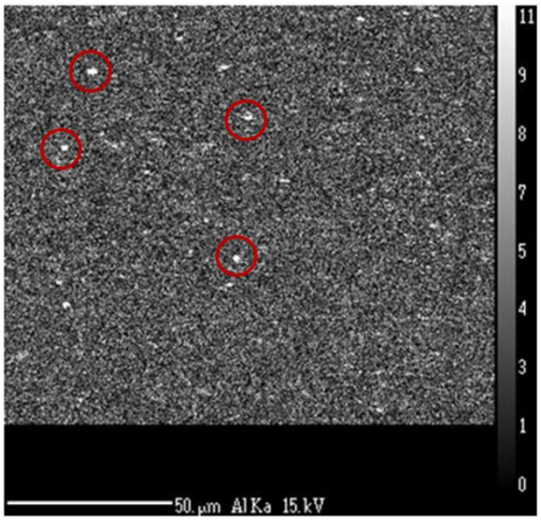


Figure V-38 : Cartographie de l'élément aluminium réalisée à la microsonde de Castaing sur la nuance J27, les inclusions d'aluminium sont considérées comme les sites d'amorçage préférentiels de la rupture par clivage.

a. Simulation numérique des essais et prédiction de l'apparition de la rupture

Des essais de traction ont été simulés avec le logiciel Z-Set sur les deux géométries d'éprouvettes AE-R2 et AE-R4 à la température de -120°C, température à laquelle nous pouvons observer du clivage. Les vitesses de sollicitation appliquées aux éprouvettes sont de 0,0008 mm/s pour la

géométrie AE-R2, dont la longueur utile est égale à deux fois la valeur du rayon d'entaille de 0,4 mm, et de 0,0016 mm/s pour la géométrie AE-R4, ce qui correspond à une vitesse de déformation moyenne de 10^{-3} s^{-1}.

Nous avons ensuite tenté de prédire la rupture de ces éprouvettes AE en utilisant le critère de rupture défini précédemment. Sur ce type de géométrie, les valeurs de charge et de contrainte sont communément tracées en fonction de la réduction diamétrale de l'éprouvette en fond d'entaille [Tanguy-2001]. L'instant de la rupture sera alors défini par la valeur de la réduction diamétrale obtenue lorsque la contrainte critique de 3110 MPa sera atteinte au centre de l'éprouvette.

Comme dans le cas de l'essai de résilience, nous considérons que la rupture est contrôlée par la contrainte d'ouverture maximale, qui est ici dirigée selon l'axe y et notée σ_{yy}. L'évolution de la contrainte σ_{yy} au centre de l'éprouvette en fonction de la réduction diamétrale a alors été tracée pour les deux géométries, les courbes obtenues sont présentées sur la Figure V-39. La valeur de la réduction diamétrale à l'instant où la contrainte critique est atteinte est alors relevée sur ces courbes. Dans le cas de la géométrie AE-R2 testée en traction à -120°C, le modèle prédit une rupture par clivage lorsque la réduction diamétrale atteint la valeur de 0,26 mm, et cette valeur est de 0,35 mm dans le cas de la géométrie AE-R4.

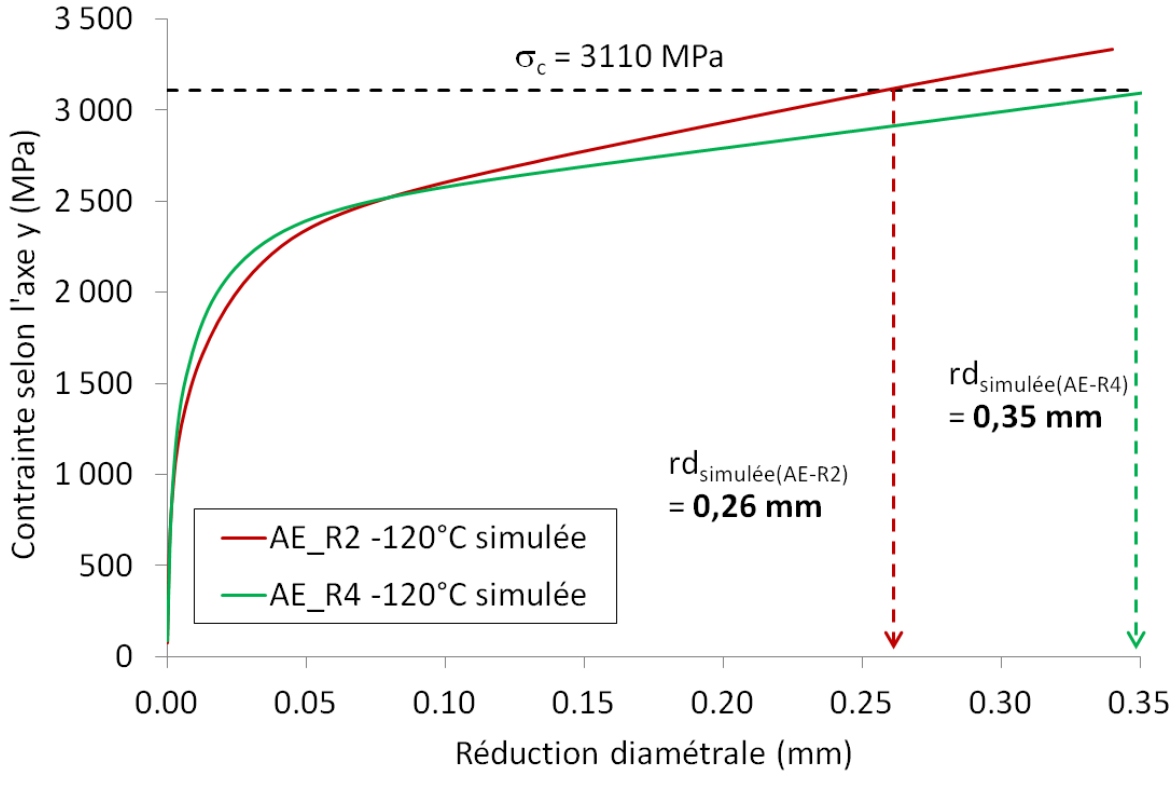


Figure V-39 : Simulation de l'évolution de la contrainte σ_{yy} en fonction de la réduction diamétrale donnée dans le cas des essais de traction à -120°C sur les géométries AE-R2 et AE-R4. D'après le modèle, la contrainte critique de 3110 MPa est atteinte lorsque la réduction diamétrale de la section en fond d'entaille est égale à 0,26 mm sur la géométrie AE-R2 et 0,35 mm sur la géométrie AE-R4.

b. Comparaison avec les essais expérimentaux

Nous avons ensuite comparé nos prévisions avec les essais expérimentaux sur les éprouvettes AE-R2 et AE-R4. Les courbes expérimentales et simulées correspondantes sont présentées sur la Figure V-40.

Dans le cas de la géométrie AE-R2, le modèle surestime de 5% les valeurs de charge atteintes lors de l'essai. Toutefois, la réduction diamétrale mesurée expérimentalement (0,26 mm) correspond à la valeur prédite par le modèle. Dans le cas de la géométrie AE-R4, le comportement est reproduit de manière satisfaisante, mais la rupture s'est produite plus tôt que ce qui a été prédit par le modèle. D'après la Figure V-41, la contrainte à rupture serait alors de 2930 MPa dans le cas de cette géométrie AE-R4, soit -5% d'écart sur la valeur de la contrainte critique.

D'autre part, la rupture de ces deux éprouvettes s'est produite en deux temps, puisqu'on observe une phase de propagation instable de la fissure suivie d'un arrêt (Figure V-40). Dans le cas de la géométrie AE-R2, une fissure instable s'est de nouveau amorcée et a mené à la rupture complète de l'éprouvette. Par contre, dans le cas de la géométrie AE-R4, la rupture complète a été précédée d'une phase de propagation stable de la fissure. Des examens fractographiques sont alors nécessaires pour identifier les mécanismes de rupture survenus lors de ces essais.

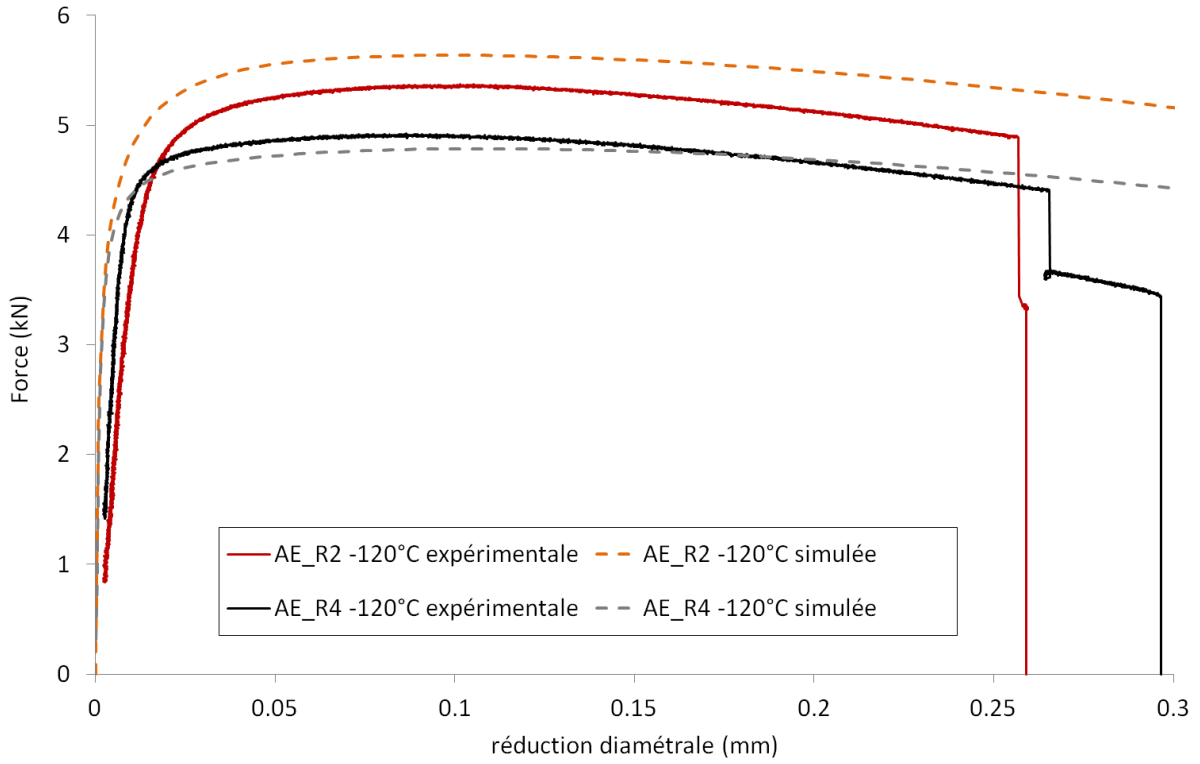


Figure V-40 : Courbes expérimentales et simulées de l'évolution de la force en fonction de la réduction diamétrale, dans le cas des géométries AE-R2 et AE-R4 testées en traction à -120°C.

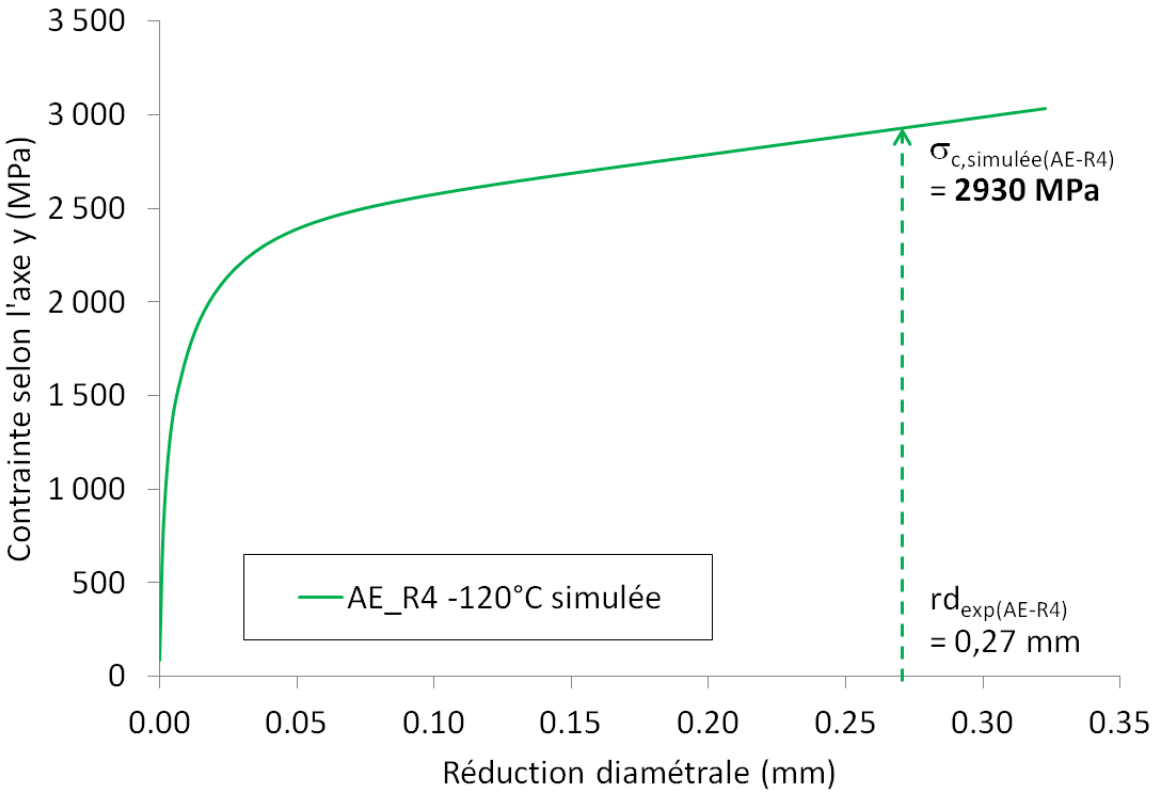


Figure V-41 : Estimation de la valeur de la contrainte d'ouverture à l'instant où la rupture s'est produite sur la géométrie AE-R4 testée à -120°C.

c. Observations fractographiques

Sur la géométrie AE-R2, d'après la Figure V-42, une fissure de délaminage a traversé toute la section de l'éprouvette lors de l'essai. De plus, des facettes de clivage ont été observées à proximité de cette fissure, signe de l'apparition d'une rupture brutale. Le reste du faciès présente majoritairement une rupture de type ductile à cupules comme présentée sur la Figure V-43. En ce qui concerne les facettes de clivage, la particule repérée sur la Figure V-42 et localisée au centre de l'éprouvette, c'est-à-dire dans la zone où les contraintes d'ouverture sont les plus élevées, pourrait être l'origine de l'amorçage de la rupture par clivage, ce qui validerait notre modèle de prédiction de l'apparition de la rupture fragile. Cependant, la présence d'une fissure de délaminage pourrait également être liée à la phase de propagation instable observée sur la Figure V-40. En effet, l'alternance de plusieurs chutes de charge au cours d'un essai rappelle ce que nous avons décrit dans le chapitre IV concernant le mécanisme de bifurcation. Dans le cas où la fissure de délaminage se serait effectivement créée avant les facettes de clivage, nous pouvons toutefois conclure que la contrainte critique de clivage est supérieure à la contrainte d'ouverture calculée à l'instant de la rupture, qui est ici de 3120 MPa, mais qui est éventuellement surestimée à cause de l'écart de 5% entre les valeurs de force mesurées expérimentalement et simulées.

Comme pour l'éprouvette AE-R2, le faciès de rupture de l'éprouvette AE-R4 présente une fissure de délaminage qui traverse toute la section de l'éprouvette. De plus, d'après la Figure V-44, un site d'amorçage du clivage potentiel est également est situé à proximité de cette fissure, et de nombreuses particules sont présentes sur ce site d'après la Figure V-45. Enfin, comme pour l'éprouvette AE-R2, le reste du faciès a rompu de manière majoritairement ductile comme

présenté sur la Figure V-46. Dans le cas de cet essai, si la fissure de délaminage est apparue avant les facettes de clivage, cela expliquerait pourquoi la rupture s'est produite beaucoup plus tôt que ce qu'avait prévu le modèle. Là encore, si le délaminage est effectivement apparu en premier, on ne pourrait que conclure sur le fait que la contrainte critique de clivage soit supérieure à 2930 MPa.

Dans les deux cas, les sites d'amorçage potentiels des fissures de clivage observées semblent être associés à la présence de particules dont la taille est comprise entre 300 nm et 1 µm. D'après nos analyses microstructurales réalisées dans les chapitres précédents (Figure III-62 « état de référence », Figure IV-35), les seules particules qui peuvent atteindre une taille de 1 µm sont des inclusions riches en aluminium. La nature de ces sites d'amorçage potentiels est donc en accord avec les conditions de validité de notre critère de rupture.

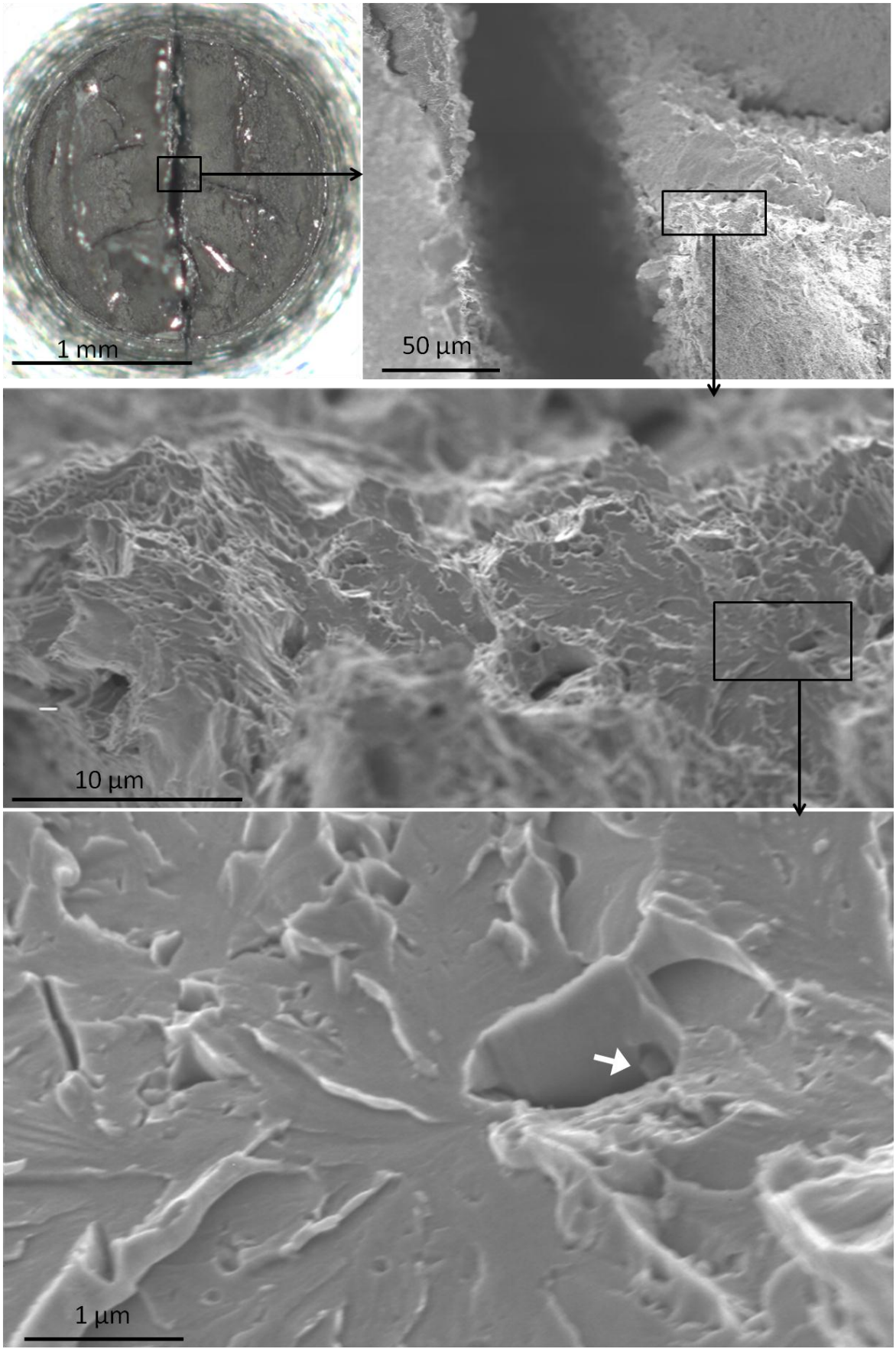


Figure V-42 : Localisation d'un site d'amorçage potentiel de la rupture par clivage situé au centre de l'éprouvette AE-R2 testée en sollicitation axiale à -120°C. Une particule est repérée par une flèche.

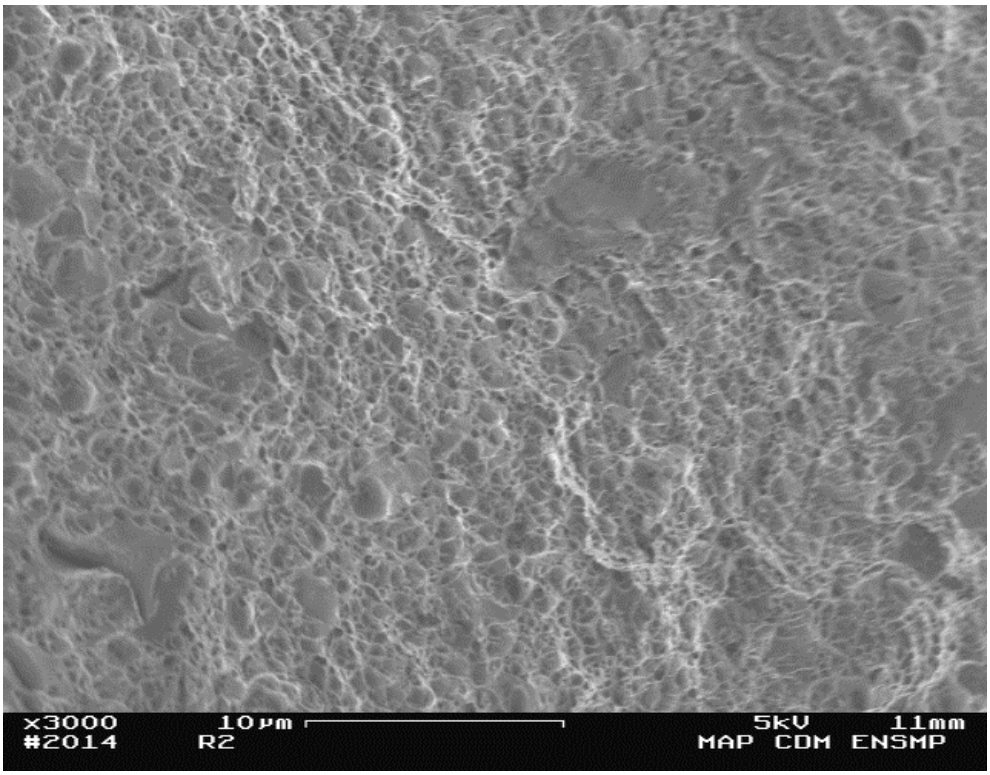


Figure V-43 : Rupture ductile observée sur le faciès de rupture de l'éprouvette AE-R2 testée en sollicitation axiale à -120°C.

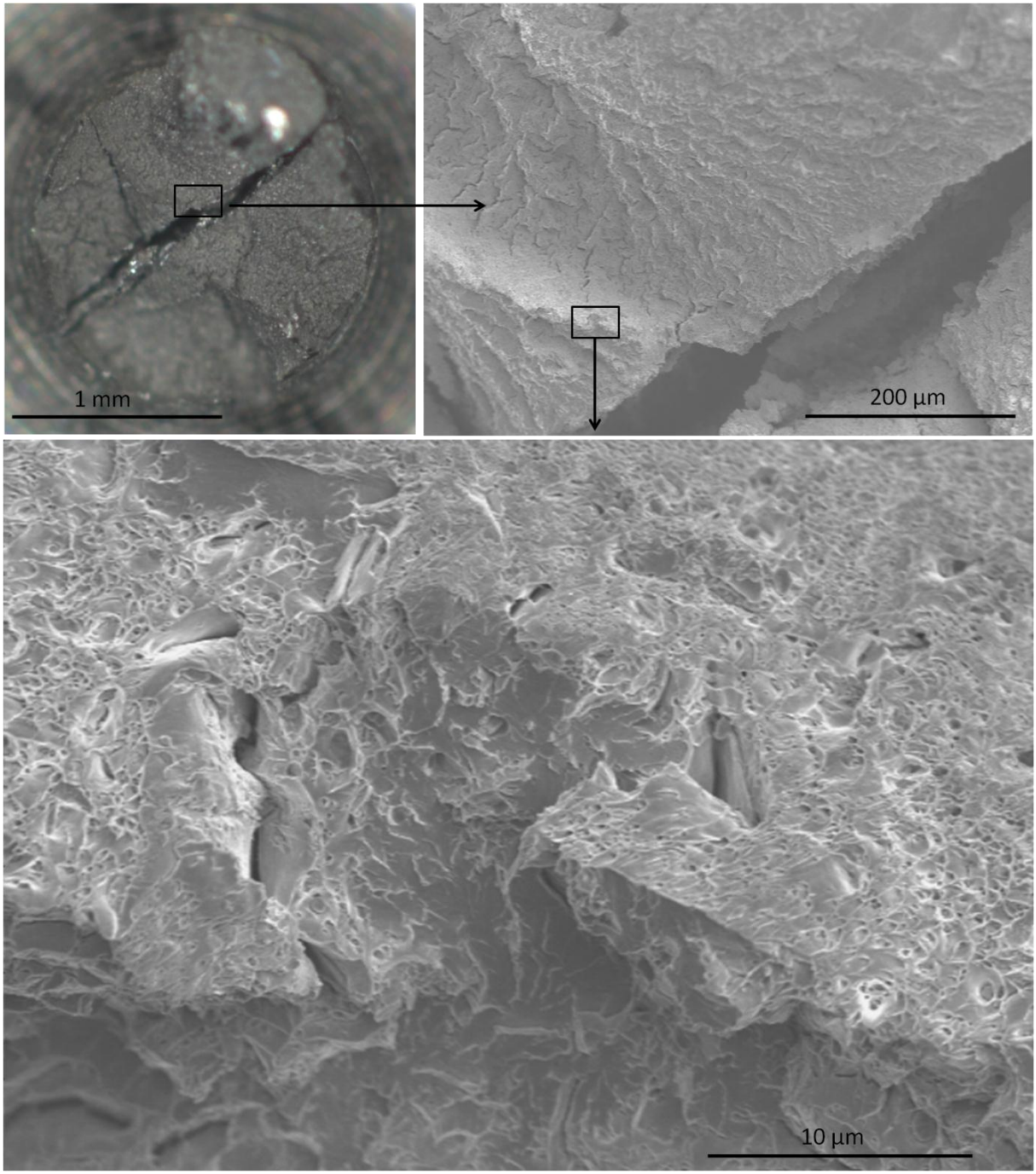


Figure V-44 : Identification d'un site d'amorçage potentiel de la rupture par clivage situé au centre de l'éprouvette AE-R4 testée en sollicitation axiale à -120°C.

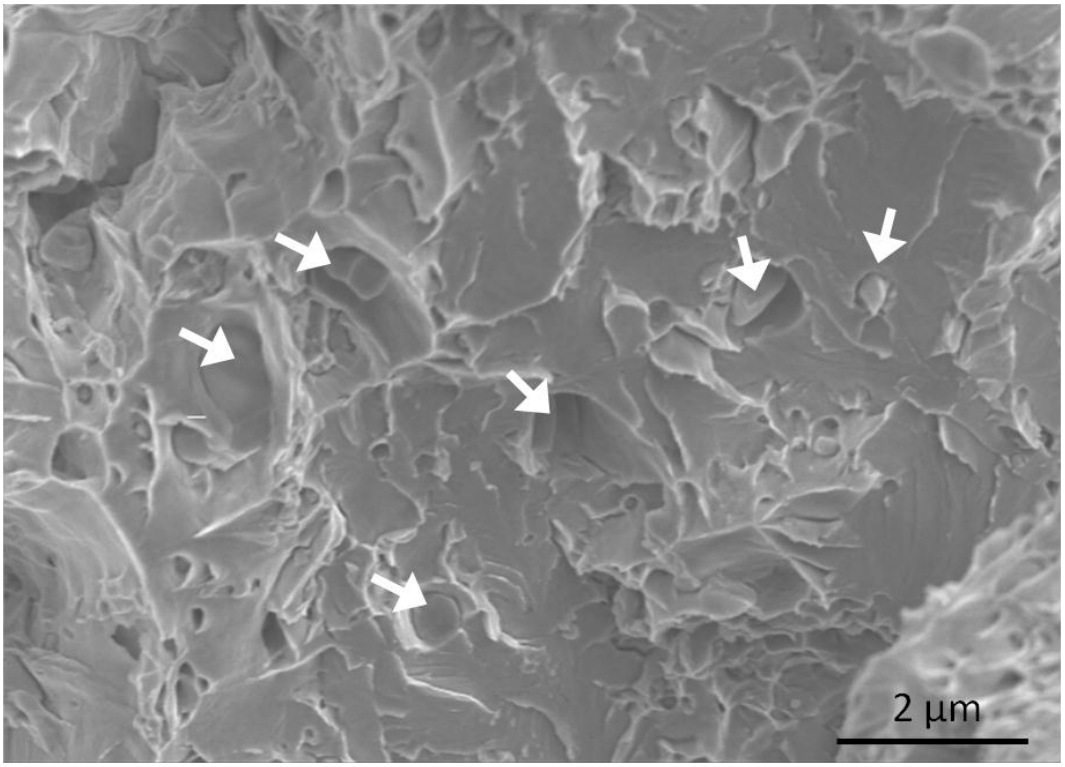


Figure V-45 : Présence de nombreuses particules repérées par des flèches sur des facettes de clivage situées au centre de l'éprouvette AE-R4, et qui pourraient correspondre à un site d'amorçage de la rupture par clivage.

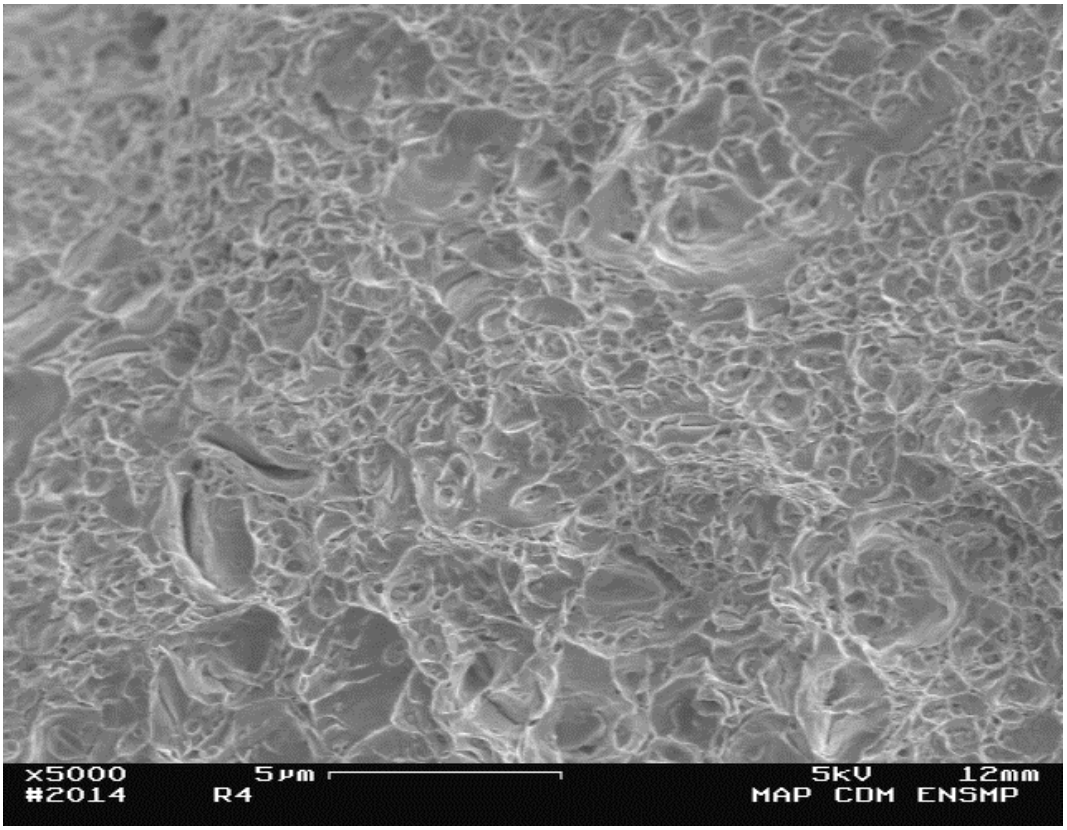


Figure V-46 : Rupture ductile observée sur le faciès de rupture de l'éprouvette AE-R4 testée en sollicitation axiale à -120°C.

5. Discussion et conclusions

Suite à cette étude, nous disposons d'une loi de comportement fiable puisque nous avons simulé avec succès des essais sur des géométries diverses : traction lisse, mini-Charpy et axisymétrique entaillée, pour différentes vitesses de sollicitation, comprises entre l'état quasi-statique et 3,83 m/s, et pour différentes températures comprises entre -120°C et +20°C.

Ces simulations numériques nous ont permis d'estimer la valeur de la contrainte critique de clivage sur la nuance d'acier ODS J27 à 14%Cr, qui est de 3110 MPa. Cette valeur de contrainte serait associée à un amorçage du clivage sur une inclusion riche en aluminium d'une taille de l'ordre de 500 nm. Ce résultat laisse supposer que, dans le cas où la pollution en aluminium serait évitée, la contrainte critique de clivage pourrait être supérieure à cette valeur de 3110 MPa puisque l'on modifierait la nature du site déclencheur de la rupture fragile.

Le critère de rupture a ensuite été testé sur des éprouvettes axisymétriques entaillées. Cependant, la rupture de ces éprouvettes s'est produite en deux temps et une fissure de délaminage est observée. De ce fait, il n'est pas possible de relier directement l'apparition du clivage à une valeur de contrainte à rupture, étant donné que nous n'avons pas pu définir quel mécanisme était apparu en premier. Néanmoins, dans le cas où la fissure de délaminage serait apparue en premier, nous pouvons tout de même conclure que la contrainte critique de clivage est supérieure à la contrainte d'ouverture à l'instant de la rupture, soit 2920 MPa dans le cas de la géométrie AE-R4. Dans le cas de la géométrie AE-R2, nous avons réduit la valeur du paramètre R_0 de 5% pour se rapprocher de la courbe expérimentale, comme le montre la Figure V-47. La contrainte d'ouverture à l'instant de la rupture est alors de 3000 MPa, ce qui tendrait également à confirmer notre critère de 3110 MPa.

D'autre part, il ne semble pas y avoir de lien entre la valeur de la contrainte dans la direction radiale et l'apparition de la fissure de délaminage. En effet, dans le cas où la fissure de délaminage se serait créée lors de la première chute de charge observée sur les réponses expérimentales, la valeur de la contrainte radiale à cet instant est de 1520 MPa sur la géométrie AE-R2 (après réduction de 5% de la valeur de R_0) et de 1200 MPa sur la géométrie AE-R4.

Enfin, une première campagne d'essais comportant 12 éprouvettes avait été réalisée précédemment à ces deux essais, mais les résultats se sont révélés être inexploitables à cause d'un amorçage systématique de la rupture sur des défauts d'usinage en surface. Une observation au microscope optique de ces défauts est présentée sur la Figure V-48, et un cliché MEB sur la Figure V-49. Les faciès de rupture de deux éprouvettes de type AE-R2 testées à -120°C, et pour lesquelles l'amorçage de la rupture s'est produit sur un défaut d'usinage en surface, sont présentés sur la Figure V-50 et sur la Figure V-51. Ces observations tendent donc à montrer que la rupture brutale de la nuance d'acier ODS J27 est sensible aux défauts d'usinage.

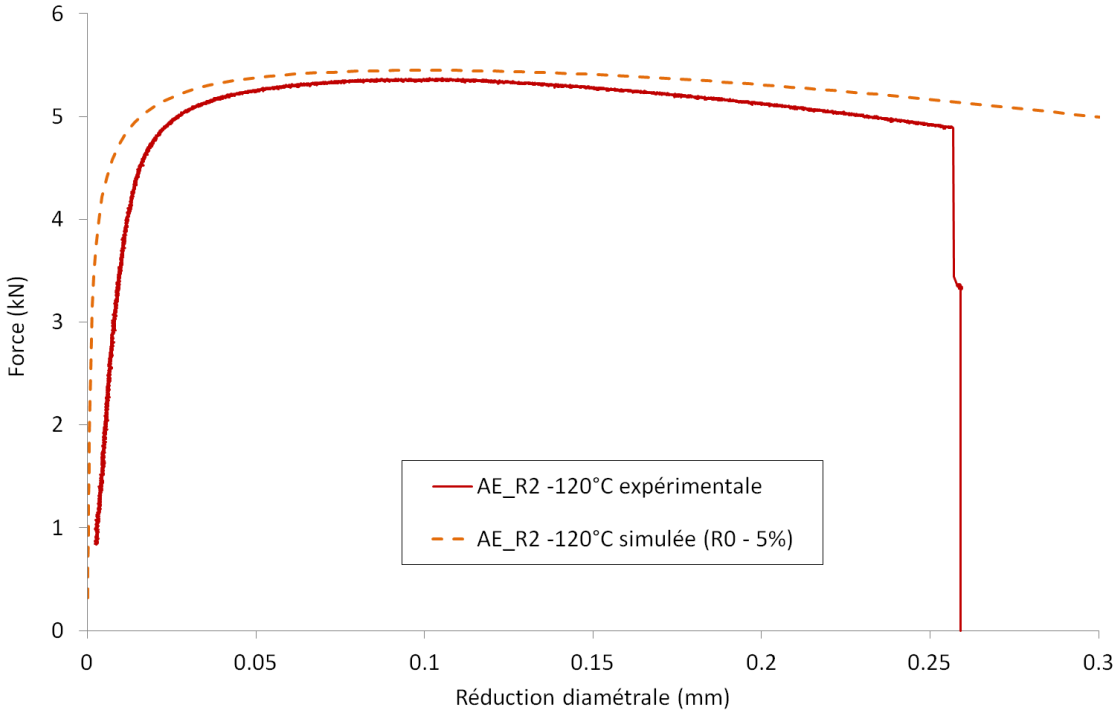


Figure V-47 : Courbes expérimentales et simulées de l'évolution de la force en fonction de la réduction diamétrale dans le cas des géométries AE-R2, sur laquelle a été appliqué un correctif de -5% sur la valeur du paramètre R_0 utilisé pour la simulation.

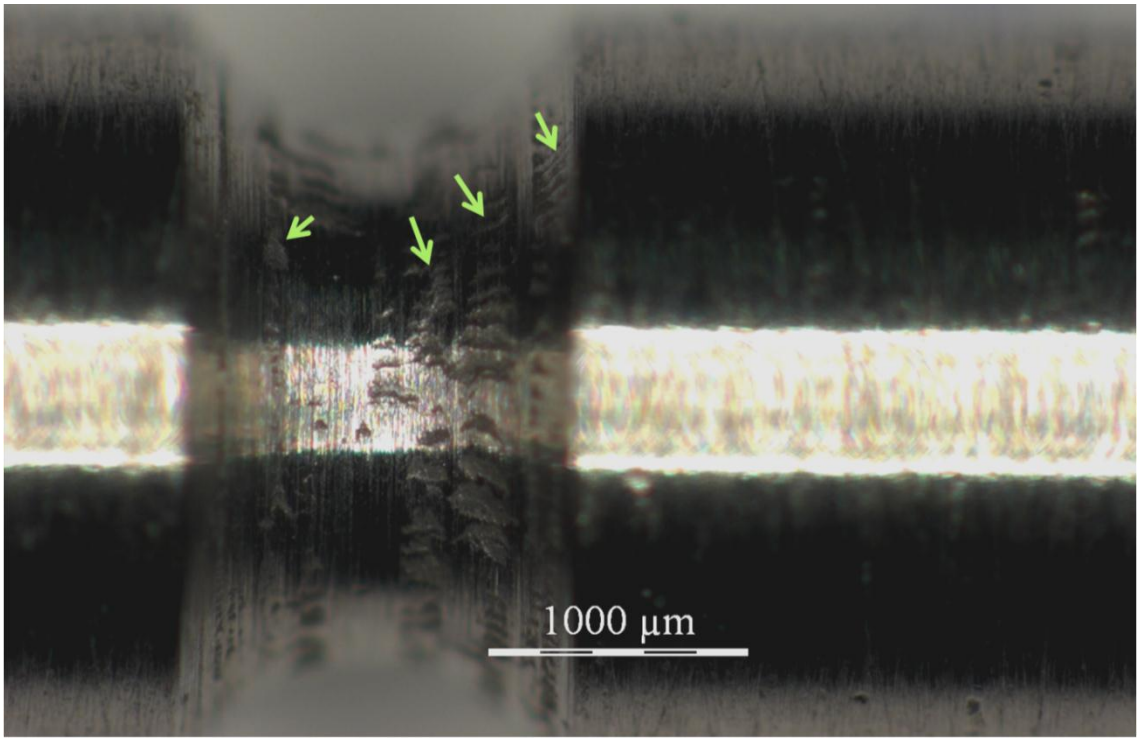


Figure V-48 : Présence d'arrachements de matière sur les flancs de l'entaille d'une éprouvette de type AE-R4, ces défauts sont liés à l'usinage des entailles au tour.

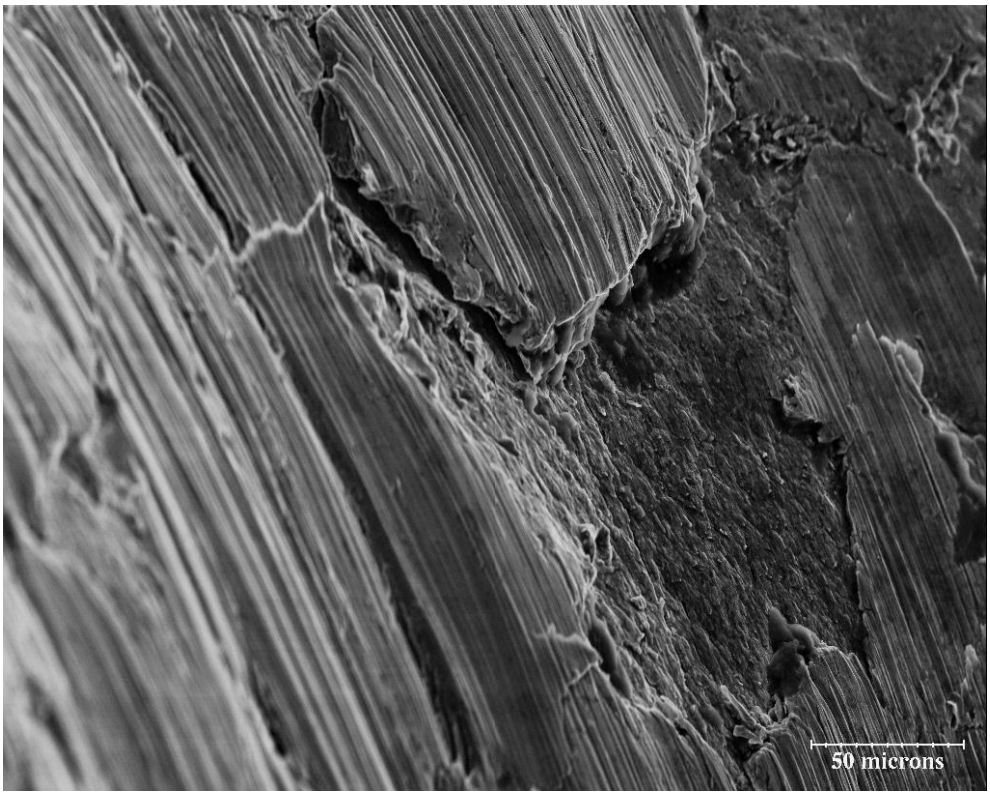


Figure V-49 : Cliché MEB d'un défaut apparu après usinage au tour de la nuance J27 et responsable de l'amorçage de la rupture en surface de l'éprouvette.

Figure V-50 : Amorçage de la rupture en surface à partir d'un défaut d'usinage sur une éprouvette de type AE-R2 testée à -120°C.

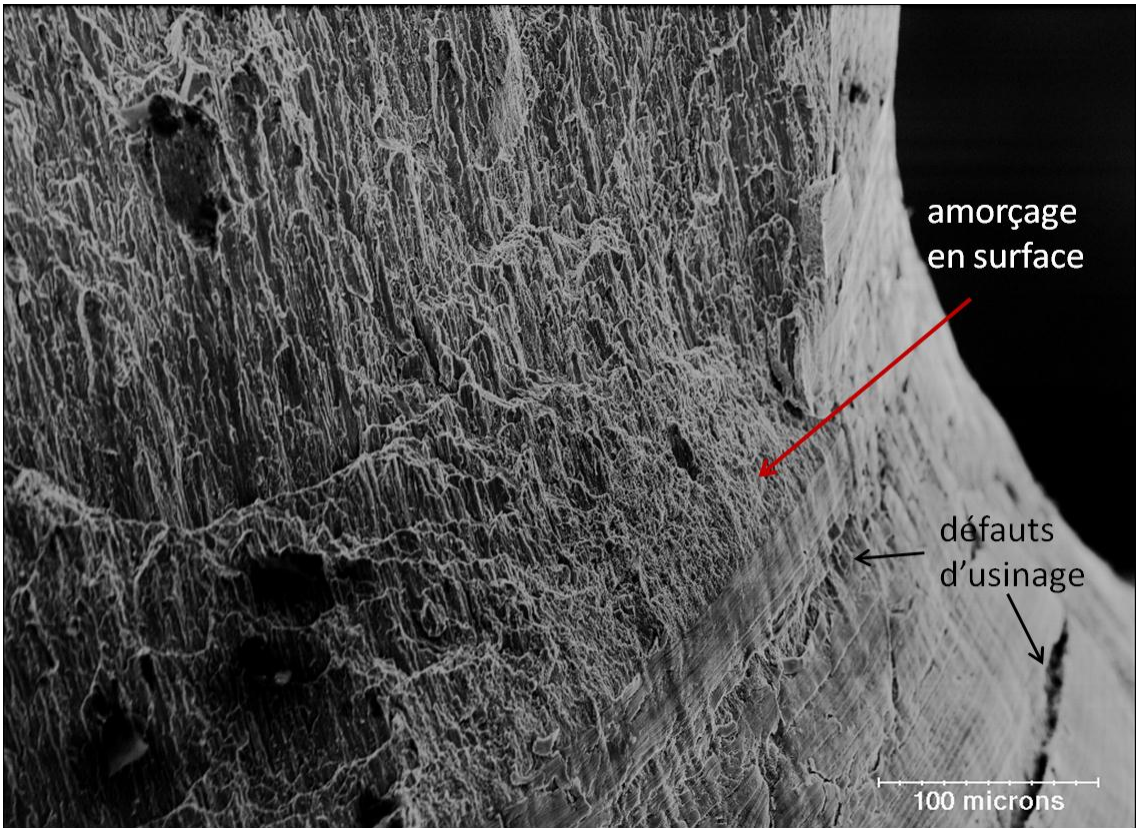


Figure V-51 : Amorçage de la rupture en surface à partir d'un défaut d'usinage sur une éprouvette de type AE-R2 testée à -120°C.

CHAPITRE VI.
Conclusions et perspectives

Les objectifs de ces travaux de thèse étaient de comprendre les effets de la texture, de la composition chimique, et du vieillissement thermique sur les propriétés à l'impact des aciers ODS et sur l'apparition de la rupture fragile, puis de proposer une modélisation de la rupture fragile.

1. Composition chimique et vieillissement thermique

Cette étude a mis en évidence les effets du vieillissement thermique sur le comportement à l'impact de deux nuances d'acier ODS, l'une contenant 18%Cr et l'autre 14%Cr. Le comportement de ces nuances a été évalué en traction et en résilience, puis l'identification des phases observées au sein de la microstructure a été réalisée grâce à des mesures à la microsonde de Castaing, des prélèvements au FIB et des mesures de paramètres de maille en microscopie électronique en transmission.

a. Nuance à 18%Cr

La phase σ, de composition Fe-38%Cr-5%W, et des carbures de type $M_{23}C_6$, de composition Fe-73%Cr-8%W, ont été observés dans la nuance J03 après un vieillissement de 5000 heures à 600°C. Les tailles de ces précipités sont de l'ordre de plusieurs micromètres, ce qui est supérieur à la taille des grains (500 nm) de la nuance.

En termes de résistance mécanique, la présence de la phase σ a eu pour effet d'abaisser de 70% l'énergie de palier ductile lors des essais de résilience, et de réduire de 40% l'allongement à rupture en traction à +20°C. Cette fragilisation est directement liée à la rupture par clivage de la phase σ entre -100°C et +325°C. Cependant, la présence de cette phase n'a eu aucun effet significatif sur la limite d'élasticité ni sur la résistance maximale, éventuellement à cause d'un effet compensateur lié à la présence des carbures. Conformément à ce qui était attendu, l'essai de résilience est bien la technique de caractérisation mécanique la plus adaptée pour mettre en évidence la présence d'une telle phase intermétallique.

Etant donné que la température (600°C) et la durée (5000 heures), auxquelles est apparue la phase σ, sont comprises dans la gamme de fonctionnement du matériau de gainage, la nuance d'acier ODS J03 a été écartée pour l'application visée.

b. Nuance à 14%Cr

Contrairement à la nuance à 18%Cr, la phase σ n'a pas été observée sur la nuance à 14%Cr vieillie à 600°C pendant 5000 heures, ni même après 10000 heures. En effet, d'après l'étude bibliographique, une teneur de 14% en chrome est insuffisante pour stabiliser la phase σ, et ce quelle que soit la température. De plus, nous n'avons pas observé de phase χ, une autre phase intermétallique déjà rencontrée dans les nuances d'acier ODS à 13-14%Cr [Zakine-1996,

Steckmeyer-2012], et qui a des effets similaires à ceux de la phase σ sur les propriétés en traction et en résilience. La raison probable est la faible teneur en titane de la nuance J27 (0,3%) par rapport aux nuances étudiées par Zakine et al. (2,2%) et par Steckmeyer et al. (1%).

D'autres phases ont cependant été observées dans la nuance à 14%Cr que nous avons caractérisée après vieillissement thermique. A la température de vieillissement de 600°C, des phases de Laves de type Fe_2W d'une taille de l'ordre de 1 µm ont été mises en évidence à la microsonde de Castaing, de même que des carbures de chrome. Cependant, nous n'avons pas observé de modification sur le comportement en traction et en résilience de cette nuance, et ce pour des durées de vieillissement de 5000 heures et de 10000 heures. Or, d'après l'étude bibliographique, la présence de phases de Laves aurait dû s'accompagner d'une augmentation de la TTDF. Il se pourrait alors que la présence des carbures ou qu'un adoucissement de la matrice due à la migration des éléments Cr et W vers ces différentes phases ait compensé l'effet des phases de Laves.

De nombreux carbures de chrome sont également apparus après vieillissement à la température de 500°C. Mais, comme dans le cas de l'état vieilli à 600°C, aucune modification significative du comportement en traction n'a été observée après des durées de vieillissement de 5000 et de 10000 heures. Par contre, il semblerait que la dispersion en énergie à rupture mesurée sur les courbes de résilience, et due au mécanisme de bifurcation, soit atténuée par la présence de ces carbures. Il sera alors intéressant d'étudier cet aspect plus en détail, étant donné que l'on recherche des solutions pour limiter les effets de la bifurcation (dispersion et énergies élevées, valeurs de la TTDF sous-estimée, USE surestimée).

A la température de 400°C, la présence de la phase α' a été mise en évidence après des vieillissements d'une durée de 5000 heures et de 10000 heures. La présence de cette phase a eu pour principal effet d'augmenter de +20°C la valeur de la TTDF, mais l'influence de la phase α' sur les propriétés mécaniques de la nuance d'acier ODS J27 apparait très limitée par rapport aux résultats rapportés dans l'étude bibliographique présentée dans le chapitre III.

Contrairement aux autres phases citées précédemment, la phase α' de taille nanométrique ne peut pas être mise en évidence à la microsonde de Castaing. Sa présence a été repérée tout d'abord grâce à la mesure du pouvoir thermoélectrique puis par calorimétrie différentielle à balayage (DSC). Cette technique nous a également permis d'identifier la température de remise en solution de ces précipités, qui est de 570°C dans le cas de la nuance J27. Enfin, nous avons pu observer des précipités α' en microscopie en transmission, et quantifier leur taille et leur fraction volumique par diffusion des neutrons aux petits angles (DNPA). Ces premiers résultats montrent que le nombre de précipités α' augmente avec la durée de vieillissement à 400°C, alors que leur taille reste stable à environ 1,7 nm.

Suite à cette étude, nous avons conclu que la technique de DSC, qui est relativement simple à mettre en œuvre, est la plus appropriée pour suivre l'évolution de la fraction volumique de précipités α'. De plus, les enthalpies (exprimées en J) associées à la remise en solution des précipités α' pourront être mesurées à partir des courbes de DCS que nous avons obtenues, et ce pour les deux échantillons vieillis à 400°C. L'enthalpie de réaction est en effet proportionnelle à la surface du pic apparu sur les cycles [Grenet-2010]. Etant donné que nous disposons de premières estimations de la fraction volumique des précipités α' dans chacun de ces échantillons grâce aux mesures de DNPA, il sera alors possible de déterminer l'enthalpie de dissolution de la phase α' (exprimée en J/g). En connaissant cette valeur, on pourra alors être en mesure de

quantifier directement les fractions volumiques de précipités α' par la DSC pour d'autres durées et températures de vieillissement.

Suite à ces résultats, nous pouvons également proposer une estimation des valeurs de fraction volumique de précipités α' pour des durées de 30000 heures, durée pour laquelle des mesures pourront prochainement être effectuées pour vérifier notre estimation, et pour la durée de 50000 heures issue du cahier des charges. D'après les estimations proposées sur la Figure VI-1, la fraction volumique de précipités α' pourrait doubler entre les durées de vieillissement de 10000 heures et de 50000 heures. Cependant, étant donné que les effets de 2,1% de précipités α' sur le comportement mécanique de la nuance J27 sont très limités, il est probable que la fragilisation de la nuance J27 soit également limitée pour des durées de vieillissement plus longues. Toutefois, il serait judicieux de tenter de corréler l'évolution de la fraction volumique de précipités α' avec l'élévation de la limite d'élasticité de la nuance, en particulier lorsque la matière vieillie pendant 30000 heures sera disponible, et ce afin de pouvoir évaluer les propriétés mécaniques de la nuance après un vieillissement de 50000 heures.

Enfin, on notera que la taille des précipités α', évaluée à 10 nm en microscopie en transmission et à 1,7 nm en DNPA, est similaire à celle des nano-renforts (2 – 6 nm) de la nuance J27. C'est éventuellement pour cette raison que les précipités α' ont un effet limité sur la dureté de la nuance, qui est déjà élevée (400 HV) à cause de la population de nano-renforts. D'autre part, la présence d'un mécanisme de décomposition spinodale du fer et du chrome est également probable, en parallèle du mécanisme de germination-croissance que nous avons observé.

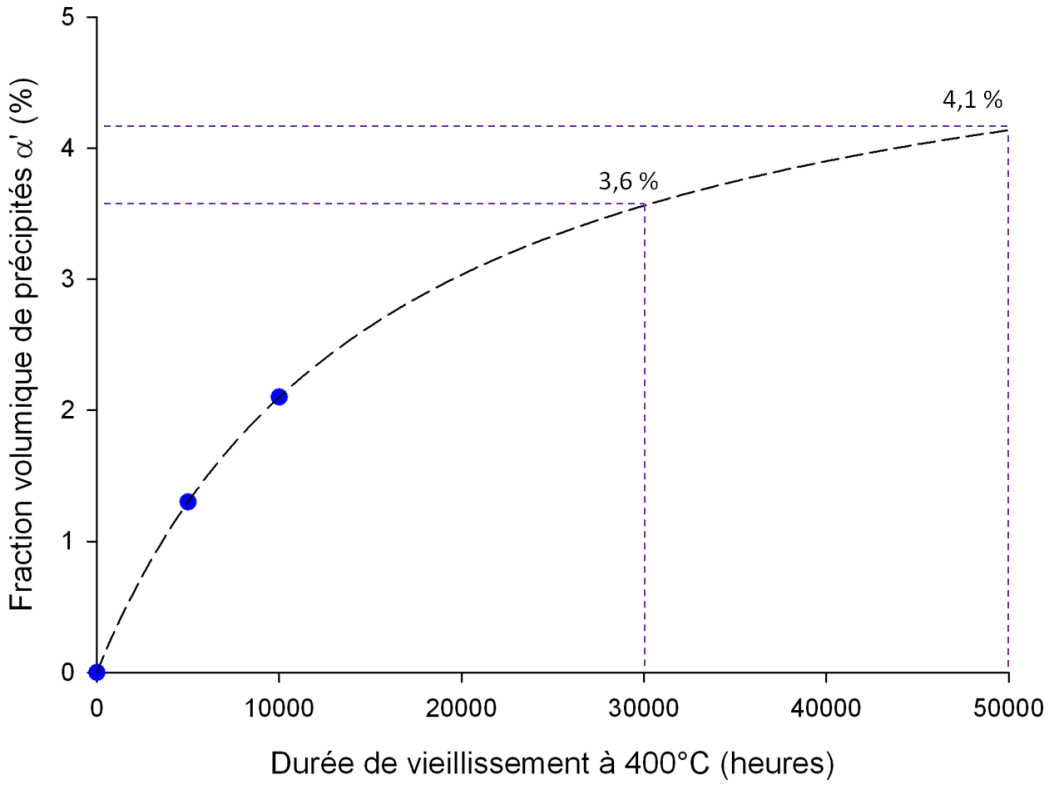


Figure VI-1 : Evolution de la fraction volumique des précipités α' lors du vieillissement thermique à 400°C entre 5000 heures et 10000 heures, et estimations de ces valeurs pour des durées de 30000 et 50000 heures.

2. Effets de la texture morphologique et cristallographique

Cette étude a en outre mis en évidence le rôle prépondérant de la texture morphologique et cristallographique sur les mécanismes de rupture des aciers ODS. A basse température, la propagation du clivage est régie par la notion de grains effectifs, qui sont constitués de grains faiblement désorientés (<15°) les uns par rapport aux autres. Les particules et les nano-renforts semblent, quant à eux, n'avoir aucun effet sur la propagation du clivage.

Cependant, la répartition des différents types de particules (oxyde d'yttrium, oxydes de titane, carbure de titane, oxyde d'aluminium) semble influencer la taille et l'orientation cristallographique des grains, qui régissent eux-mêmes les mécanismes de propagation du clivage. En effet, il semblerait que deux populations de précipités soient présentes dans la nuance à 14%Cr J27, l'une constituée majoritairement de gros précipités d'une taille comprise entre 100 nm et 1 µm, et l'autre constituée majoritairement de petits précipités d'une taille inférieure à 100 nm. La localisation des plus gros grains, dont l'orientation cristallographique diffère de la composante majoritaire de la texture globale, semblerait alors correspondre aux zones caractérisées par une population de gros précipités. Cette tendance reste toutefois à confirmer par d'autres observations.

D'autre part, les nuances texturées sont sujettes à l'apparition du mécanisme de bifurcation lorsque le matériau est en phase de transition ductile fragile. La bifurcation est un mécanisme de rupture majoritairement intergranulaire, et semble être également favorisé dans une moindre mesure par la présence de grains dont l'orientation cristallographique diffère de la texture de fibre globale. Ce mécanisme est très consommateur en énergie et engendre de la dispersion sur les énergies à rupture mesurées, ce qui se traduit par des valeurs en énergies plus élevées en zone de transition que sur le palier ductile. En conséquence, la méthode conventionnelle utilisée pour définir les valeurs de la TTDF et de l'énergie de palier ductile n'est pas adaptée à ce type de comportement, puisque la valeur de la TTDF est sous-estimée et l'énergie de palier ductile est surestimée. Un critère de comparaison basé sur les énergies à l'amorçage de la rupture brutale a donc été proposé. Dans le cadre de cette étude, ce critère correspond à la température à laquelle l'énergie à l'amorçage de la rupture atteint la valeur de 4 J. La valeur seuil de l'énergie à l'amorçage peut ensuite être ajustée en fonction du critère technologique qui sera retenu. Bien que le classement des nuances reste inchangé en utilisant ce critère plutôt que la valeur de la TTDF, le principal intérêt est de se baser sur des valeurs comparables entre elles puisqu'on s'affranchit de la composante aléatoire due au mécanisme de bifurcation. De plus, on évite ainsi les désaccords entre les observations fractographiques et l'allure de la courbe simulée, en référence au fait que l'on observait parfois du clivage sur les faciès de rupture alors que la courbe modèle indiquait que le palier ductile était atteint.

Le mécanisme de bifurcation apparaît quelle que soit la vitesse de sollicitation sur les éprouvettes de type mini-Charpy et, comme le montre le cliché de la Figure VI-2, apparaît également lorsque l'on teste des éprouvettes de ténacité en sens transverse. Cet essai à été mené à la température de +20°C selon la direction de sollicitation matérialisée par des flèches sur la Figure VI-2. Sur cette éprouvette, la fissure principale a bifurqué à la perpendiculaire de la direction attendue, de manière identique à ce qui a été observé sur les éprouvettes de résilience et de flexion. Dans le cas de la géométrie tube, le mécanisme de bifurcation a également été observé par Chao et al. [Chao-2013], comme cela a été décrit dans le chapitre IV. L'occurrence de la rupture par bifurcation est donc une tendance forte dans le cas des nuances d'acier ODS

texturées. De plus, d'après l'étude bibliographique présentée dans le chapitre IV, on peut s'attendre à ce que le phénomène de bifurcation soit amplifié par l'irradiation.

Une étude plus approfondie de ce mécanisme est alors nécessaire pour tenter de s'en affranchir. Suite à cette étude, la géométrie larget apparait comme étant la plus représentative de la texture et des mécanismes de rupture observés sur les tubes. Une sollicitation de type LS sera la plus appropriée pour déclencher le mécanisme de bifurcation sur cette géométrie larget. En ce qui concerne l'amorçage de la fissure de bifurcation, des études montrent que ce mécanisme semble s'amorcer sur des fissures ductiles dans le cas d'aciers bainitiques [Tankoua-2013], on pourra alors étudier cette piste dans le cas des aciers ODS.

En parallèle, une modification du procédé de fabrication semble nécessaire pour tenter de contrôler les textures morphologiques et cristallographiques résultantes. Dans le cas où l'étape de filage à chaud serait conservée, des recuits à très haute température peuvent être envisagés pour tenter de recristalliser la microstructure, ainsi qu'une augmentation de la température de laminage comme l'ont testé Buyn et al. [Byun-2014]. Ces auteurs sont en effet parvenus à renforcer la cohésion au niveau des joints de grains dans le cas d'une nuance d'acier ODS à 9%Cr en favorisant les phénomènes de diffusion. Le procédé de fabrication utilisé par ces auteurs comprend plusieurs étapes successives de mise en température à 900–1000°C pendant 30 min suivies d'une passe de laminage entre 900 et 1000°C, avec un taux de réduction total compris entre 20 et 50%. Bien que la nuance étudiée par ces auteurs ait la possibilité de se transformer en phase austénitique entre 850 et 1000 °C, contrairement à la nuance J27, le travail sur la diffusion des éléments présents aux joints de grains est une piste intéressante. En effet, la présence d'alignements de précipités dans certaines nuances de notre étude, en particulier des oxydes de titane, peuvent correspondre à la contamination des poudres en surface lors du procédé. De plus, la longueur d'onde entre les fissures de délaminage à basse température (20 µm) est proche de la taille moyenne des poudres (50 µm). Une meilleure maîtrise de la contamination en surface des poudres, associée à une meilleure diffusion des éléments chimiques qui pourraient se trouver en surface, semble être une piste d'amélioration de la tenue mécanique de ces nuances d'acier ODS compactées par filage à chaud. Le filage à chaud est en effet le seul procédé de compaction qui permette actuellement d'obtenir des tubes. Une diminution de la teneur en chrome est également envisageable pour s'affranchir des effets de la texture mais au détriment de la tenue à la corrosion.

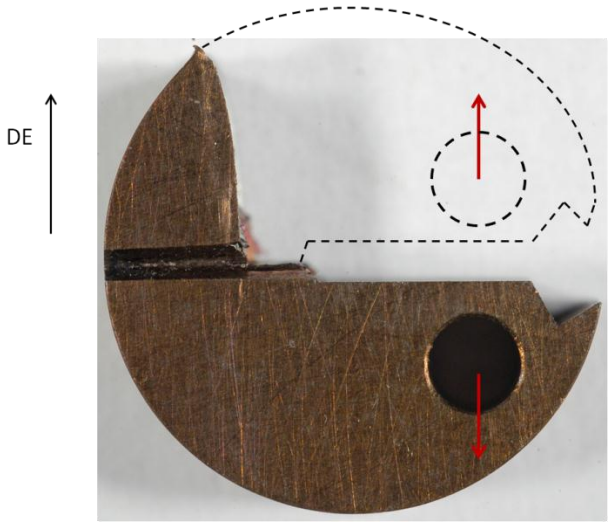


Figure VI-2 : Eprouvette de ténacité issue de la nuance J05 rompue par bifurcation à la température de 20°C. Les flèches indiquent la direction de traction. La direction d'extrusion (DE) est représentée.

3. Modélisation de la rupture fragile

Une loi de comportement a été définie et validée pour la nuance d'acier ODS à 14%Cr J27 à partir d'essais de traction et de flexion. Ce modèle a ensuite été complété par un critère de rupture fragile dans le cas d'une sollicitation longitudinale. Il s'agit d'un critère basé sur une valeur de contrainte critique de clivage, ici évaluée à 3110 MPa. D'après les observations fractographiques, ce critère est associé à un amorçage du clivage sur des particules riches en aluminium. Etant donné que l'aluminium a été introduit de manière non intentionnelle dans la nuance, on peut s'attendre à ce que la contrainte de clivage, et donc la TTDF de la nuance, augmentent dans le cas où il n'y aurait plus de telle pollution lors de la fabrication.

Cependant, on notera que la nuance ODS utilisée pour notre étude liée à la modélisation de la rupture fragile par l'approche locale de la rupture a montré une très grande sensibilité à l'usinage. Cela a conduit, à partir d'éprouvettes usinées de façon classique, à un amorçage de la rupture de l'éprouvette à partir des stries d'usinage, ce qui n'a pas permis d'exploiter ces essais à partir des simulations numériques réalisées. Par ailleurs, sur cette nuance, il a été observé post-mortem la présence de délaminage au centre de l'éprouvette conduisant à la modification des champs de contraintes à l'intérieur de l'éprouvette, ce qui n'a pas été pris en compte dans les premières simulations réalisées dans cette étude. Il sera important, par la suite, d'évaluer l'effet de ce délaminage sur la valeur de la contrainte critique d'amorçage du clivage qui a été déterminée dans cette étude.

Cette étude confirme donc la nécessité de contrôler la composition chimique, la texture morphologique et cristallographique de la nuance, ainsi que la tenue des joints de grains. De plus, l'identification d'un critère de rupture anisotrope est apparue comme étant indispensable pour pouvoir modéliser le comportement des aciers ODS de l'étude, et en particulier l'apparition des fissures de délaminage et de bifurcation. Par ailleurs, la modélisation du comportement à rupture de la géométrie larget semble être une étape de transition appropriée vers la modélisation de la structure de tube finale.

Références

[Alamo-1990] A. Alamo, A. Castaing, C. Foucher, Note Technique CEA SRMA 90.1841 (1990).

[Alamo-2004] A. Alamo, V. Lambard, X. Averty, M.H. Mathon, *Assessment of ODS-14%Cr ferritic alloy for high temperature applications*, Journal of Nuclear Materials 329–333 (2004) 333–337.

[Andersson-1988] J. O. Andersson, C-Cr-Fe Phase Diagram (1988), ASM Alloy Phase Diagrams Center, P. Villars ed., H. Okamoto and K. Cenzual, section ed., http://www1.asminternational.org/AsmEnterprise/APD, ASM International, 2006.

[Andrieu-2013] A. Andrieu, *Mécanismes et modélisation multi-échelle de la rupture fragile trans- et inter-granulaire des aciers pour Réacteurs à Eau sous Pression, en lien avec le vieillissement thermique*, Thèse, Ecole des Mines de Paris, (2013).

[Bates-1987] R. C. Bates, *Micromechanical modeling for prediction of lower shelf, transition region, and upper shelf fracture properties*, in : Fracture mechanics : microstructure and micromechanisms, ASM Materials Science Seminar, 10-11 October 1987, Cincinnati, Ohio, 131–167.

[Beremin-1983] F. M. Beremin, *A Local Criterion for Cleavage Fracture of a Nuclear Pressure Vessel Steel*, Metallurgical Transactions A 14A (1983) 2277–2287.

[Blachowski-2000] A. Blachowski, J. Cieslak, S.M. Dubiel, J. Zukrowski, *Effect of titanium on the kinetics of the s-phase formation in a small grain Fe–Cr alloy*, Journal of Alloys and Compounds 308 (2000) 189–192.

[Boulnat-2013] X. Boulnat, D. Fabregue, M. Perez, M.H. Mathon, Y. De Carlan, *High-Temperature Tensile Properties of Nano-Oxide Dispersion Strengthened Ferritic Steels Produced by Mechanical Alloying and Spark Plasma Sintering*, Metallurgical and Materials Transactions A 44A (2013) 2461–2465.

[Blat-2013] M. Blat, J.L. Boutard, V. Garat, O. Martin, C. Vahlas, *Oxide Dispersion Strengthened Ferritic Steels A Basic Research Joint Program in France*, in : 16th International Conference on Fusion Reactor Materials (ICFRM16), October 20-26, 2013, Beijing, China.

[Brachet-1991] J.C. Brachet, *Alliages martensitiques 9Cr-1Mo : effets de l'addition de l'azote, du niobium et du vanadium sur la microstructure, les transformations de phase et les propriétés mécaniques*, Thèse, Université de Paris Sud Orsay (1991).

[Bramfitt-1977] B. L. Bramfitt, A. R. Marder, *A study of the delamination behavior of a very low-carbon steel*, Metallurgical Transactions A 8A (1977) 1263–1273.

[Brandes-2012] M.C. Brandes, L. Kovarik, M.K. Miller, G.S. Daehn, M.J. Mills, *Creep behavior and deformation mechanisms in a nanocluster strengthened ferritic steel*, Acta Materialia 60 (2012) 1827–1839.

[Bridgman-1964] P. W. Bridgman, *Studies in large plastic flow and fracture with special emphasis on the effects of hydrostatic pressure,* Harvard University Press, (1964) 9–37.

[Brocq-2011] M. Brocq, B. Radiguet, S. Poissonnet, F. Cuvilly, P. Pareige, F. Legendre, *Nanoscale characterization and formation mechanism of nanoclusters in an ODS steel elaborated by reactive-inspired ball-milling and annealing*, Journal of Nuclear Materials 409 (2011) 80–85.

[Brown-1983] E.L. Brown, M.E. Burnett, R T. Purtscher and G. Krauss, *Intermetallic Phase Formation in 25Cr-3Mo-4Ni Ferritic Stainless Steel*, Metallurgical Transactions A 14A (1983) 791–800.

[Byun-2014] T.S. Byun, J.H. Yoon, S.H. Wee, D.T. Hoelzer, S.A. Maloy, *Fracture behaviour of 9Cr nanostructured ferritic alloy with improved fracture toughness*, Journal of Nuclear Materials 449 (2014) 39–48

[Capdevila-2008] C. Capdevila, M.K. Miller, K.F. Russell, J. Chao, J.L. Gonzalez-Carrasco, *Phase separation in PM 2000TM Fe-base ODS alloy: Experimental study at the atomic level*, Materials Science and Engineering A 490 (2008) 277–288.

[Capdevila-2010] C. Capdevila, M.K. Miller, I. Toda, J. Chao, *Influence of the α-α' phase separation on the tensile properties of Fe-base ODS PM 2000 alloy*, Materials Science and Engineering A 527 (2010) 7931–7938.

[Capdevila-2012] C. Capdevila, M.K. Miller, J. Chao, *Phase separation kinetics in a Fe–Cr–Al alloy*, Acta Materialia 60 (2012) 4673–4684.

[Chao-2009] J. Chao, C. Capdevila-Montes, J.L. Gonzalez-Carrasco, *On the delamination of FeCrAl ODS alloys*, Materials Science and Engineering A 515 (2009) 190–198.

[Chao-2013] J. Chao, C. Capdevila , M. Serrano, A. Garcia-Junceda, J.A. Jimenez, G. Pimentel, and E. Urones-Garrote, *Notch Impact Behavior of Oxide-Dispersion-Strengthened (ODS) Fe20Cr5Al Alloy*, Metallurgical and Materials Transactions A 44A (2013) 4581–4594.

[Chaouadi-2002] R. Chaouadi, A. Fabry, *On the utilization of the instrumented Charpy impact test for characterizing the flow and fracture behaviour of reactor pressure vessel steels*, in : From Charpy to present impact testing, ed. D. François, A. Pineau, Elsevier (2002) 103-117.

[Charpy-1901] G. Charpy, *Sur l'essai des métaux par flexion de barreaux entaillés*, Mémoires de la Société des Ingénieurs Civils de France, (1901) 848–877

[Chen-2001] T.H. Chen, J.R. Yang, *Effects of solution treatment and continuous cooling on σ-phase precipitation in a 2205 duplex stainless steel*, Materials Science and Engineering A 311 (2001) 28–41.

[Clefs CEA-2007] *Les systèmes nucléaires du futur – Génération IV,* Clefs CEA n°55 (2007).

[de Andrade-2008] T.F. de Andrade, A.M. Kliauga, R.L. Plaut, A.F. Padilha, *Precipitation of Laves phase in a 28%Cr–4%Ni–2%Mo–Nb superferritic stainless steel*, Materials Characterization 59 (2008) 503–507.

[Echeverria-2003] A. Echeverria, J.M. Rodriguez-Ibabe, *The role of grain size in brittle particle induced fracture of steels*, Materials Science and Engineering A 346 (2003) 149–158.

[Fazio-2011] C. Fazio, D. Briceno, M. Rieth, A. Gessi, J. Henry, L. Malerba, *Innovative materials for Gen IV systems and transmutation facilities: The cross-cutting research project GETMAT*, Nuclear Engineering and Design 241 (2011) 3514–3520.

[Fearnehough-1964] G. Fearnehough, C. Hoy, *Mechanism of deformation and fracture in the Charpy test as revealed by dynamic recording of impact loads*, Journal of the Iron and Steel Institute 202 (1964) 912–920.

[François-2007] D. François, *Essais de rupture - Essais par choc*, Techniques de l'Ingénieur M4165 (2007).

[Furakawa-2009] T. Furukawa, S. Kato, E. Yoshida, *Compatibility of FBR materials with sodium*, Journal of Nuclear Materials 392 (2009) 249–254.

[Garat-2012] V. Garat, *Eléments de compréhension sur les réacteurs à neutrons rapides refroidis au sodium*, présentation faite à la réunion du CPR ODISSEE des 13 et 14 décembre 2012 à Châlon-sur-Saône, France.

[Garcia-2012] A. Garcia-Junceda, M. Hernandez-Mayoral, M. Serrano, *Influence of the microstructure on the tensile and impact properties of a 14Cr ODS steel bar*, Materials Science & Engineering A 556 (2012) 696–703.

[Goldschmidt-1967] H.J. Goldschmidt, Interstitial Alloys, Butterworths (1967) 108.

[Grenet-2010] J. Grenet, B. Legendre, *Analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC)*, Techniques de l'Ingénieur P1205 (2010).

[Griffith-1921] A.A. Griffith, *The Phenomena of Rupture and Flow in Solids*, Philosophical Transactions of the Royal Society of London A 221 (1921) 163–198.

[Grot-1975] A.S. Grot, J.E. Spruiell, *Microstructural Stability of Titanium-Modified Type 316 and Type 321 Stainless Steel*, Metallurgical Transactions A 6A (1975) 2023–2030.

[Gustafson-1988] P. Gustafson, *An Experimental Study and a Thermodynamic Evaluation of the Cr-Fe-W System*, Metallurgical Transactions A 19A (1988) 2531–2546.

[Gwinner-2012] B. Gwinner, M. Auroy, D. Mas, A. Saint-Jevin, S. Pasquier-Tilliette, *Impact of the use of the ferritic/martensitic ODS steels cladding on the fuel reprocessing PUREX process*, Journal of Nuclear Materials 428 (2012) 110–116.

[Hadraba-2009] H. Hadraba, I. Dlouhy, *Effect of thermal ageing on the impact fracture behaviour of Eurofer'97 steel*, Journal of Nuclear Materials 386–388 (2009) 564–568.

[Hadraba-2011] H. Hadraba, B. Fournier, L. Stratil, J. Malaplate, A.L. Rouffié, P. Wident, L. Ziolek, J.L. Béchade, *Influence of microstructure on impact properties of 9–18%Cr ODS steels for fusion/fission applications*, Journal of Nuclear Materials 411 (2011) 112–118.

[Hall-1966] E.O. Hall, S.H. Algie, *The Sigma Phase*, Metallurgical Reviews 11 (1966) 61–88.

[Henry-2011] J. Henry, X. Averty, A. Alamo, *Tensile and impact properties of 9Cr tempered martensitic steels and ODS-FeCr alloys irradiated in a fast reactor at 325°C up to 78 dpa*, Journal of Nuclear Materials 417 (2011) 99–103.

[Kasper-1954] J.S. Kasper, *The ordering of atoms in the chi-phase of the iron-chromium-molybdenum system,* Acta Metallurgica 2 (1954) 456–461.

[Kerlins-1987] V. Kerlins, A. Phillips, *Modes of fracture*, Metals Handbook 9th ed, vol. 12 Fractography (1987) 12.

[Kim-1998] S.B. Kim, K.W. Paik, Y.G. Kim, *Effect of Mo substitution by W on high temperature embrittlement characteristics in duplex stainless steels*, Materials Science and Engineering A 247 (1998) 67–74.

[Kimura-2010] Y. Kimura, T. Inoue, F. Yin, K. Tsuzaki, *Delamination Toughening of Ultrafine Grain Structure Steels Processed through Tempforming at Elevated Temperatures*, ISIJ International, 50 (2010) 152–161.

[Lambert-2004] A. Lambert-Perlade, A.F. Gourgues, J. Besson, T. Sturel, A. Pineau, *Mechanisms and Modeling of Cleavage Fracture in Simulated Heat-Affected Zone Microstructures of a High-Strength Low Alloy Steel*, Metallurgical and Materials Transactions A 35A (2004) 1039–1053.

[Lai-1983] J.K.L. Lai, *A Review of Precipitation Behaviour in AISI Type 316 Stainless Steel*, Materials Science and Engineering 61 (1983) 101–109.

[Lescoat-2012] M.L. Lescoat, J. Ribis, A. Gentils, O. Kaïtasov, Y. de Carlan, A. Legris, *In situ TEM study of the stability of nano-oxides in ODS steels under ion-irradiation*, Journal of Nuclear Materials 428 (2012) 176–182.

[Luçon-2002] E. Luçon, *Mechanical tests on two batches of oxide dispersion strengthened RAFM steel (EUROFER97)*, Fusion Engineering and Design 61–62 (2002) 683–689.

[Luçon-2007] E. Luçon, A. Leenaers, W. Vandermeulen, *Mechanical response of oxide dispersion strengthened (ODS) EUROFER97 after neutron irradiation at 300°C,* Fusion Engineering and Design 82 (2007) 2438–2443.

[Lugiznova-2012] N.V. Luzginova, H.S. Nolles, P. ten Pierick, T. Bakker, R.K. Mutnuru, M. Jong, D.T. Blagoeva, *Irradiation response of ODS Eurofer97 steel*, Journal of Nuclear Materials 428 (2012) 192–196.

[Merlin-2005] J. Merlin, V. Massardier, X. Kleber, *La mesure du pouvoir thermoélectrique : une technique originale de contrôle des alliages métalliques*, Techniques de l'Ingénieur RE39 (2005).

[Mudry-1987] F. Mudry, *A local approach to cleavage fracture*, Nuclear Engineering and Design 105 (1987) 65–76.

[Nam-2006] Y.H. Nam, Y.I Kim, S.H. Nahm, *Evaluation of fracture appearance transition temperature to forged 3Cr–1Mo–0.25V steel using ultrasonic characteristics*, Materials Letters 60 (2006) 3577–3581.

[Nichol-1980] T. J. Nichol, A. Datta, G. Aggen, *Embrittlement of Ferritic Stainless Steels*, Metallurgical Transactions A 11A (1980) 573–585.

[Nohava-2003] J. Nohava, P. Hausild, M. Karlik, P. Bompard, *Electron backscattering diffraction analysis of secondary cleavage cracks in a reactor pressure vessel steel*, Materials Characterization 49 (2003) 211–217.

[Norme-1990] *Essai de flexion par choc sur éprouvette Charpy*, Norme NF EN 10045-1, Octobre 1990, A 03-011 90.

[Norme-1999] *Proposed standard method for instrumented impact testing of sub-size Charpy V-notch specimens of steels*, ESIS, TC 5.

[Norme-2001] *Essai de flexion par choc sur éprouvette Charpy à entaille en V*, Norme NF EN ISO 14556, Avril 2001, ISO 14556: 2000(F).

[Ohmura-2006] T. Ohmura, K. Tsuzaki, K. Sawada, K. Kimura, *Inhomogeneous nano-mechanical properties in the multi-phase microstructure of long-term aged type 316 stainless steel*, Journal of Materials Research 21 (2006) 1229–1236.

[Olier-2009] P. Olier, A. Bougault, A. Alamo, Y. de Carlan, *Effects of the forming processes and Y_2O_3 content on ODS-Eurofer mechanical properties*, Journal of Nuclear Materials 386–388 (2009) 561–563.

[Olier-2013] P. Olier, M. Couvrat, C. Cayron, N. Lochet, L. Chaffron, *Incidence of mechanical alloying contamination on oxides and carbides formation in ODS ferritic steels*, Journal of Nuclear Materials 442 (2013) S106–S111.

[Padilha-2007] A.F. Padilha, D.M. Escriba, E. Materna-Morris, M. Rieth, M. Klimenkov, *Precipitation in AISI 316L(N) during creep tests at 550 and 600°C up to 10 years*, Journal of Nuclear Materials 362 (2007) 132–138.

[Park-2006] C.J. Park, M.K. Ahn, H.S. Kwon, *Influences of Mo substitution by W on the precipitation kinetics of secondary phases and the associated localized corrosion and embrittlement in 29% Cr ferritic stainless steels*, Materials Science and Engineering A 418 (2006) 211–217.

[Pineau-1993] A. Pineau, D. Francois, A. Zaoui, Comportement mécanique des matériaux Vol. 2 (1993).

[Pineau-2010] A. Pineau, B. Tanguy, *Advances in cleavage fracture modelling in steels: Micromechanical, numerical and multiscale aspects*, Comptes Rendus Physique 11 (2010) 316–325.

[Pohl-2007] M. Pohl, O. Storz, T. Glogowski, *Effect of intermetallic precipitations on the properties of duplex stainless steel*, Materials Characterization 58 (2007) 65–71.

[Pozuelo-2006] M. Pozuelo, F. Carreno, O. A. Ruano, *Delamination effect on the impact toughness of an ultrahigh carbon–mild steel laminate composite*, Composites Science and Technology 66 (2006) 2671–2676.

[Praud-2012] M. Praud, *Plasticité d'alliages renforcés par nano-précipitation*, Thèse, Université de Toulouse (2012).

[Raghavan-1987] V. Raghavan, Phase diagrams of ternary iron alloys Part 1, ASM International (1987).

[Raghavan-1994] V. Raghavan, C-Cr-Fe Phase Diagram (1994), ASM Alloy Phase Diagrams Center, P. Villars, ed., H. Okamoto, K. Cenzual, section ed., http://www1.asminternational.org/AsmEnterprise/APD, ASM International, 2006.

[Raynor-1988] G.V. Raynor, V.G. Rivlin, Phase Equilibria in Iron Ternary Alloys, The Institute of metals (1988).

[Ribis-2011] J. Ribis, M.L. Lescoat, Y. de Carlan, J.-M. Costantini, I. Monnet, T. Cozzika, F. Delabrouille, J. Malaplate, *Stability of nano-oxides upon heavy ion irradiation of an ODS material*, Journal of Nuclear Materials 417 (2011) 262–265.

[Ribis-2013] J. Ribis, *Structural and chemical matrix evolution following neutron irradiation in a MA957 oxide dispersion strengthened material*, Journal of Nuclear Materials 434 (2013) 178–188.

[Rieth-2010] M. Rieth, A. Hoffmann, *Influence of microstructure and notch fabrication on impact bending properties of tungsten materials*, International Journal of Refractory Metals and Hard Materials 28 (2010) 679–686.

[Rossol-1998] A. Rossol, *Détermination de la ténacité d'un acier faiblement allié à partir de l'essai Charpy instrumenté*, Thèse, Ecole Centrale de Paris (1998).

[Sakasegawa-2001] H. Sakasegawa, T. Hirose, A. Kohyama et al., *Correlation between creep properties and microstructure of reduced activation ferritic/martensitic steels*, in : Effects of Radiation on Materials : 20th International Symposium, ASTM STP 1405, American Society for Testing Materials, (2001) 546–556.

[Sakasegawa-2009] H. Sakasegawa, L. Chaffron, F. Legendre, L. Boulanger, T. Cozzika, M. Brocq, Y. de Carlan, *Correlation between chemical composition and size of very small oxide particles in the MA957 ODS ferritic alloy*, Journal of Nuclear Materials 384 (2009) 115–118.

[Serrano-2012] M. Serrano, M. Hernández-Mayoral, A. García-Junceda, *Microstructural anisotropy effect on the mechanical properties of a 14Cr ODS steel*, Journal of Nuclear Materials 428 (2012) 103–109.

[Steckmeyer-2010] A. Steckmeyer, M. Praud, B. Fournier, J. Malaplate, J. Garnier, J.L. Béchade, I. Tournié, A. Tancray, A. Bougault, P. Bonnaillie, *Tensile properties and deformation mechanisms of a 14Cr ODS ferritic steel*, Journal of Nuclear Materials 405 (2010) 95–100.

[Steckmeyer-2012] A. Steckmeyer, R. Vargas Hideroa, J.M. Gentzbittel, V. Rabeau, B. Fournier, *Tensile anisotropy and creep properties of a Fe-14CrWTi ODS ferritic steel*, Journal of Nuclear Materials 426 (2012) 182–188.

[Tanguy 2001] B. Tanguy, *Modélisation de l'essai Charpy par l'approche locale de la rupture. Application au cas de l'acier 16MND5 dans le domaine de transition,* Thèse, Ecole des Mines de Paris (2001).

[Tanguy-2005] B. Tanguy, J. Besson, R. Piques, A. Pineau, *Ductile to brittle transition of an A508 steel characterized by Charpy impact test, Part I: experimental results*, Engineering Fracture Mechanics 72 (2005) 49–72.

[Tanguy-2005(2)] B. Tanguy, J. Besson, R. Piques, A. Pineau, *Ductile to brittle transition of an A508 steel characterized by Charpy impact test, Part II: modelling of the Charpy transition curve*, Engineering Fracture Mechanics 72 (2005) 413–434.

[TEMAS-2009] A. Bougault, J. Malaplate, B. Fournier, J.L. Béchade, L. Allais, A. Steckmeyer, M. Praud, M. Ratti, P. Wident, *Caractérisations microstructurales et mécaniques des ODS CEA : 2ème* rapport d'avancement, DEN/DANS/DMN/SRMA/LA2M/NT/2009-3052/A (2009).

[TEMAS-2010] J. Malaplate, B. Fournier, M. Praud, A. Steckmeyer, A.-L. Rouffié, L. Toualbi-Bénévise, M. Couvrat, C. Cayron, J.-L. Béchade, D. Menut, M.-L. Lescoat, J. Ribis, D. Sornin, N.Lochet, V. Rabeau, E. Rouesne, D. Hamon, J. Garnier, P. Wident, P. Olier, *Caractérisations microstructurales et mécaniques des ODS CEA :* 3ème rapport d'avancement, DEN/DANS/DMN/SRMA/LC2M&LA2M/NT/2010-3173/A (2010).

[Toualbi-2012] L. Toualbi, C. Cayron, P. Olier, J. Malaplate, M. Praud, M. H. Mathon, D. Bossu, E. Rouesne, A. Montani, R. Logé, Y. de Carlan, *Assessment of a new fabrication route for Fe–9Cr–1W ODS cladding tubes*, Journal of Nuclear Materials 428 (2012) 47–53.

[Versnyder-1955] F.L. Versnyder, H. J. Beattie, *The laves and chi phases in a modified 12cr stainless alloy*, Transactions of the ASM, 47 (1955) 211–230.

[Weiss-1972] B. Weiss, R. Stickler, *Phase Instabilities During High Temperature Exposure of 316 Austenitic Stainless Steel*, Metallurgical Transactions 3 (1972) 851–865.

[Williams-1958] R.O. Williams, *Further Studies of the Iron-Chromium System*, Transactions of the Metallurgical Society of AIME 212 (1958) 497–502.

[Wilshire-2004] B. Wilshire, T. D. Lieu, *Deformation and damage processes during creep of Incoloy MA957*, Materials Science and Engineering A 386 (2004) 81–90.

[Zakine-1996] C. Zakine, C. Prioul, D. François, *Influence of the χ-phase on the tensile properties of ODS steels*, Journal of Nuclear Materials 230 (1996) 78–83.

ANNEXE 1. Essais de résilience sur barres avec éprouvettes mini-Charpy fabriquées par soudage

Afin de caractériser la résilience en sens travers des nuances filées sous forme de barre de diamètre 16mm, et de pouvoir comparer les résultats avec les autres nuances, il est nécessaire de pouvoir utiliser des éprouvettes de géométrie mini-Charpy de type TL. Comme le diamètre de ces barres est trop faible, la solution retenue est de prélever le cœur entaillé de l'éprouvette (appelé insert) dans la section de barre de 16mm, puis de souder deux ailes aux extrémités pour obtenir la géométrie souhaitée. Le schéma d'une éprouvette mini-Charpy ainsi reconstituée est présenté sur la Figure A1-1.

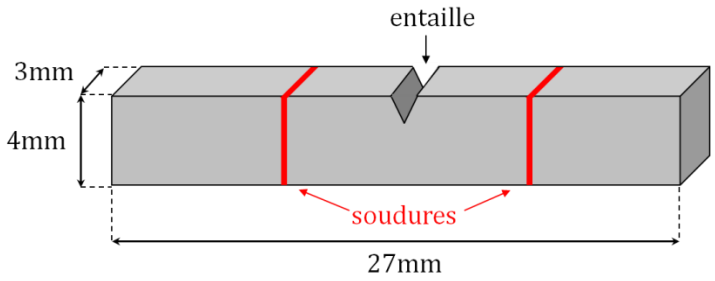


Figure A1-1 : Schéma d'une éprouvette mini-Charpy reconstituée par soudage.

Les éprouvettes ont été soudées par blocs de 10. Les soudures ont été réalisées au LASER CO_2 par la société SAFEL. Le dispositif de soudage présenté sur la Figure A1-2 comprend :

- un bloc central, appelé aussi insert, prélevé dans la nuance à tester et contenant les 10 cœurs des éprouvettes mini-Charpy (bloc MILIEU)
- deux blocs latéraux contenant les ailes à souder (blocs COTE) issues de la même nuance que celle testée
- deux talons de soudure pour démarrer, régler et arrêter le faisceau (blocs TALON). Ces blocs sont réutilisables après usinage des éprouvettes.

Les dimensions des blocs prennent en compte les surépaisseurs nécessaires à l'usinage. Ces surplus de matière peuvent également être utiles dans le cas où les blocs seraient déformés par l'opération de soudage.

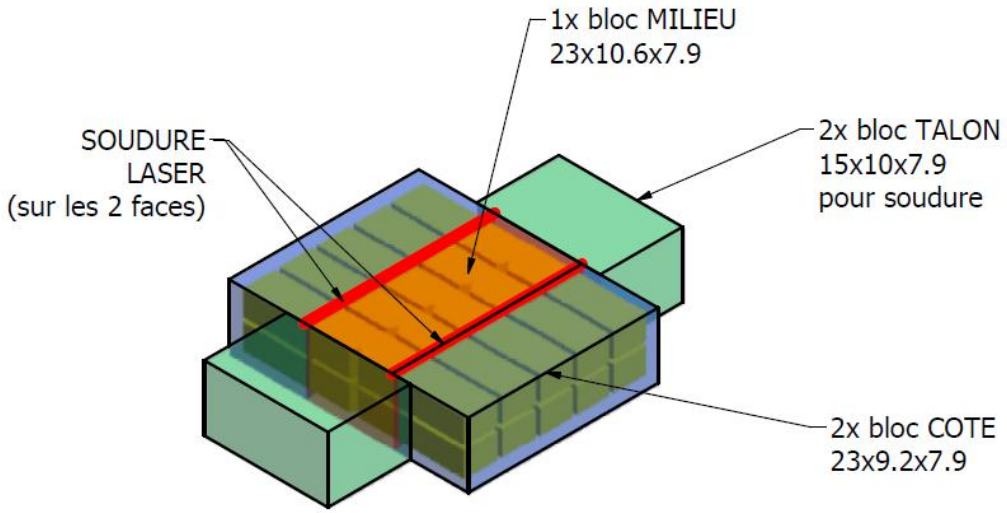


Figure A1-2 : Schéma de la disposition des différents blocs lors du soudage au LASER CO_2.

Le soudage a été réalisé en deux passes, une sur chacune des faces du dispositif. Cette technique permet de limiter la taille de la zone fondue ainsi que les déformations résiduelles des blocs soudés. Des essais ont été réalisés pour évaluer l'étendue de la zone fondue et de la zone affectée thermiquement. Ces essais ont été réalisés "à l'aveugle", l'alignement des deux passes n'est donc pas optimal dans ce cas précis. D'après la Figure A1-3, la largeur maximale de la zone fondue ajoutée à celle de la zone affectée thermiquement (ZAT) est d'environ 2mm. La longueur de la zone utile de l'éprouvette entre les deux ZAT est alors de 8,5mm environ, ce qui est suffisant pour usiner une entaille dans de la matière saine.

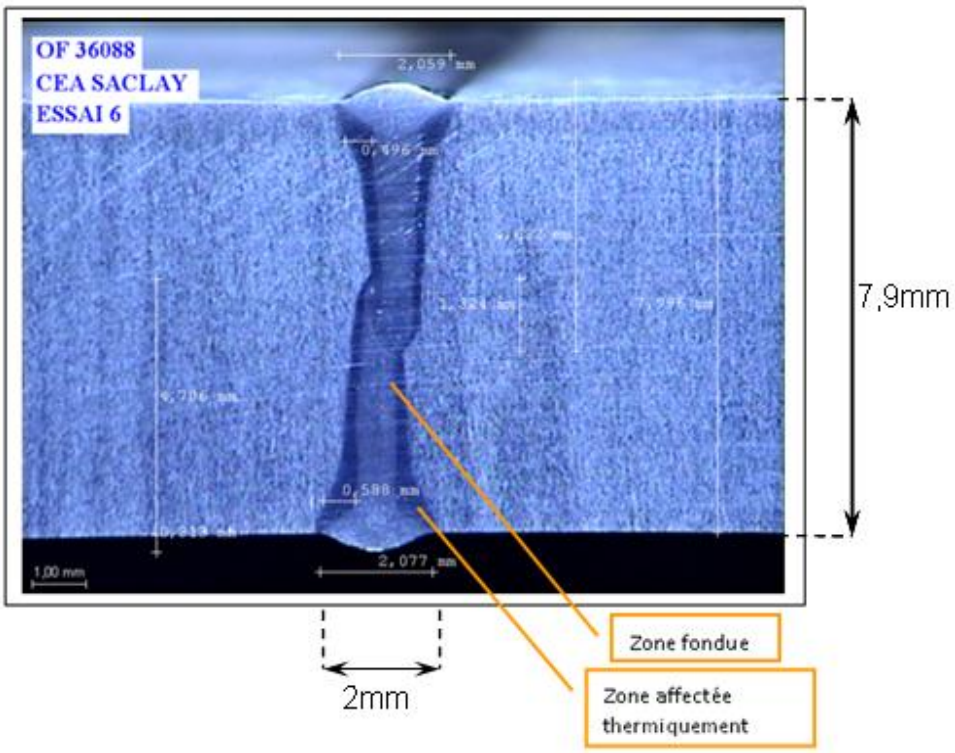


Figure A1-3 : mesures de la zone fondue et de la zone affectée thermiquement après soudage au LASER CO_2 par la société SAFEL.

Des essais de validation ont ensuite été réalisés pour vérifier qu'il n'y avait pas de différence de comportement entre les éprouvettes mini-Charpy classiques et celles reconstituées par soudage. Le matériau choisi pour valider ces essais est la nuance d'acier ODS à 14%Cr J27, filée sous forme de barre de section ronde de 35mm de diamètre. Le grand diamètre de cette barre permet donc de prélever des éprouvettes en sens TL qui serviront de référence aux essais sur éprouvettes soudées.

Les résultats des essais réalisés avec les éprouvettes classiques et les éprouvettes soudées ont été comparés. D'après la Figure A1-4, les énergies à rupture obtenues en sollicitation LT avec les deux types d'éprouvettes sont similaires. De plus, la dispersion en énergie la plus marquée est située à -10°C dans les deux cas. En sollicitation TL, les énergies à rupture mesurées sont là aussi identiques entre les deux types d'éprouvettes. Les faciès de rupture correspondant à ces essais sont présentés dans le Tableau A1-1. Là encore, aucune différence n'apparaît entre les essais sur éprouvettes classiques et sur éprouvettes soudées.

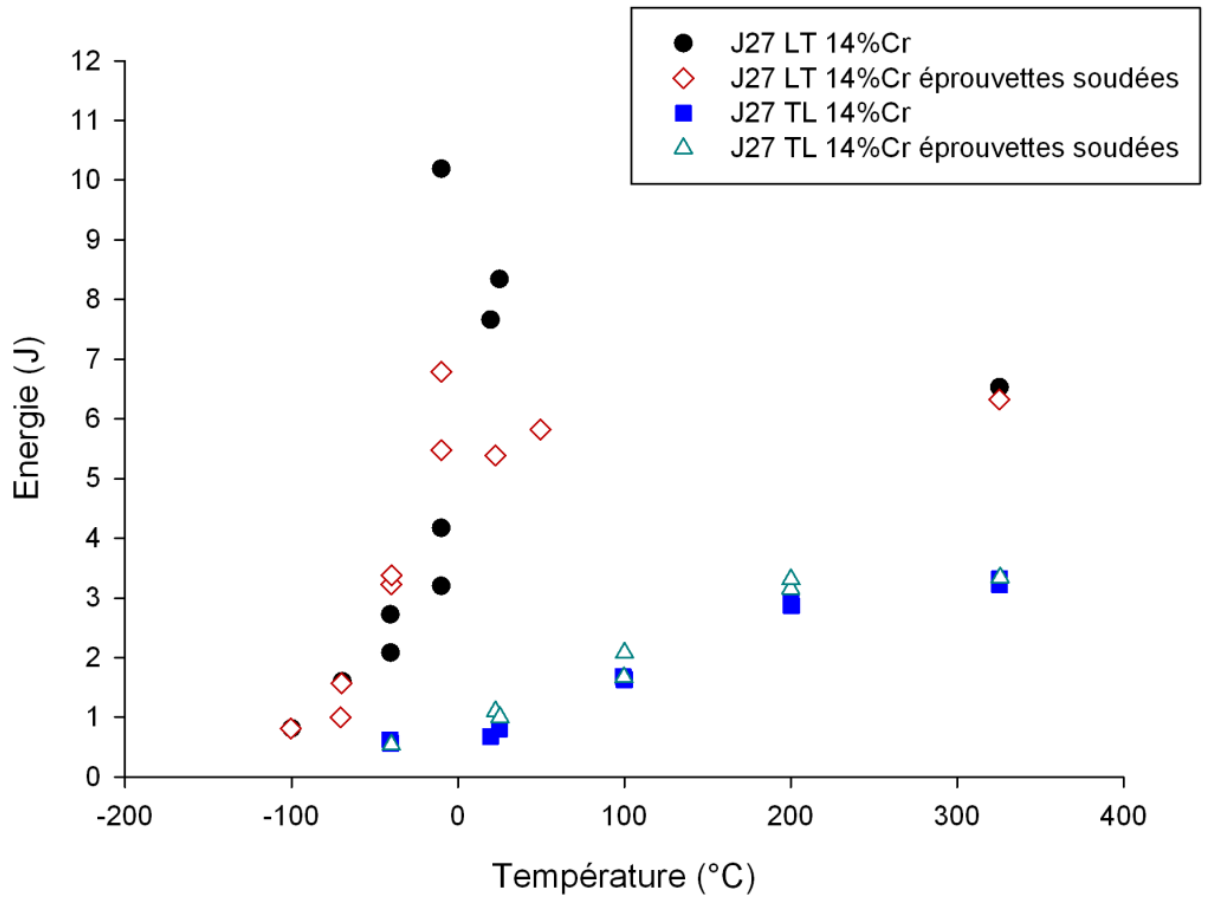
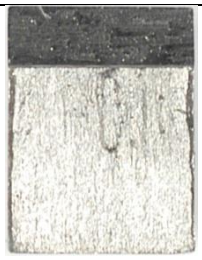


Figure A1-4 : Comparaison des énergies à rupture obtenues avec des éprouvettes mini-Charpy classiques et des éprouvettes soudées, en sollicitations LT et TL, dans le cas de la nuance J27.

Tableau A1-1 : Faciès de rupture des éprouvettes mini-Charpy classiques et soudées prélevées en sens LT et TL dans la nuance J27.

sollicitation LT	T°C essai	-100°C	-10°C	325°C
	éprouvettes classiques			
	éprouvettes soudées			
sollicitation TL	T°C essai	-40°C	100°C	325°C
	éprouvettes classiques			
	éprouvettes soudées			

Les courbes force-déplacement et les énergies à l'amorçage de la rupture ont également été comparées afin de confirmer la validité des essais avec ce type d'éprouvettes soudées.

Les courbes force-déplacement ont été comparées en sens LT à -10°C (Figure A1-5) et à 325°C (Figure A1-6), et en sens TL à 100°C (Figure A1-7) et 325°C (Figure A1-8). En sollicitation LT à -10°C, on remarque une légère diminution de la charge maximale atteinte dans le cas des éprouvettes soudées. Cependant, cet écart de 4% n'est pas significatif. Sur ces 4 Figures, les allures des courbes sont les mêmes entre les deux types d'éprouvettes, ce qui confirme que les éprouvettes prélevées dans la nuance d'acier ODS J27 se comportent de la même manière avec ou sans soudure. De plus, d'après la Figure A1-9, les énergies à l'amorçage de la rupture calculées à partir des courbes force-déplacement sont similaires entre les deux types d'éprouvettes.

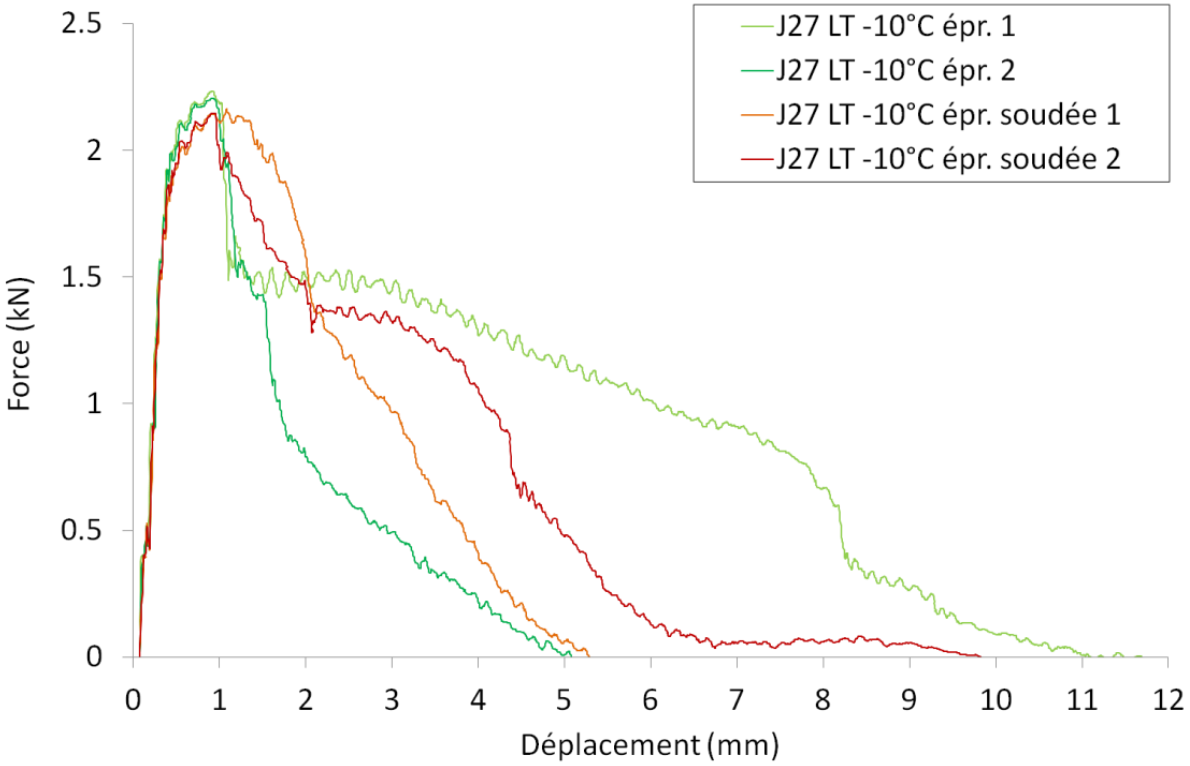


Figure A1-5 : Comparaison des courbes force-déplacement obtenues avec des éprouvettes mini-Charpy classiques et des éprouvettes soudées, dans le cas de la nuance J27 en sollicitations LT à -10°C.

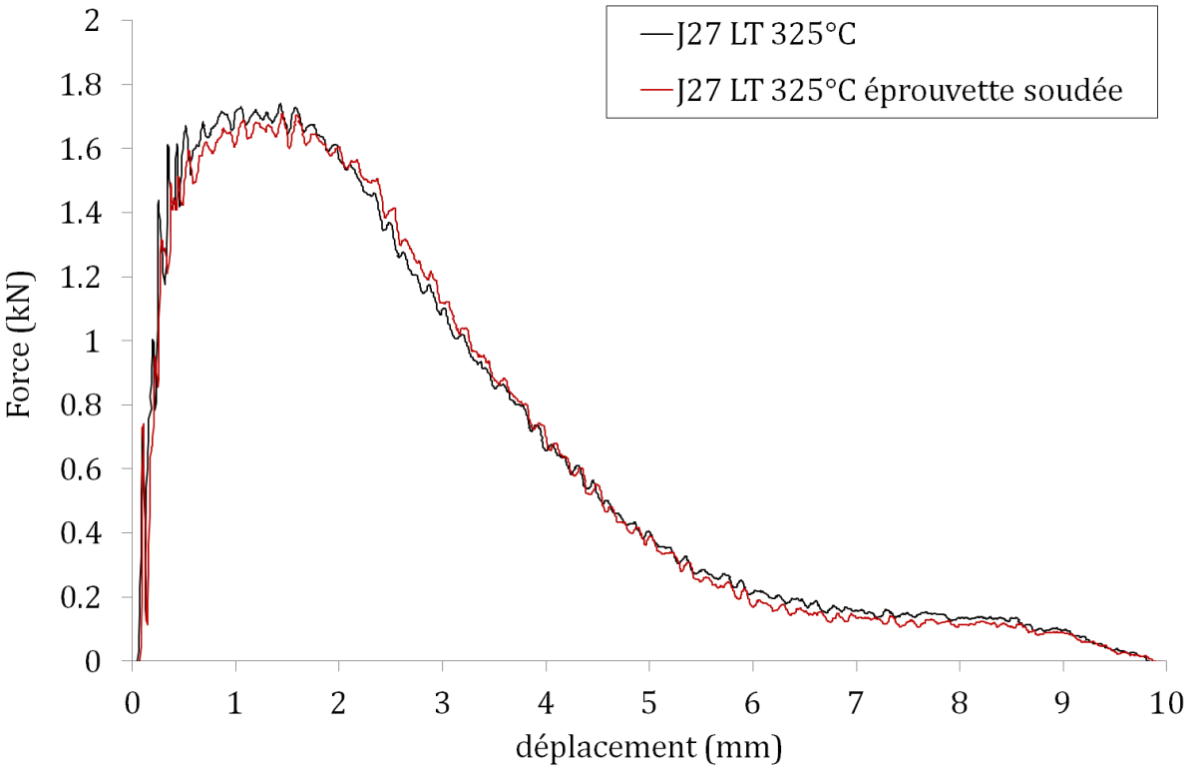


Figure A1-6 : Comparaison des courbes force-déplacement obtenues avec des éprouvettes mini-Charpy classiques et des éprouvettes soudées, dans le cas de la nuance J27 en sollicitations LT à 325°C.

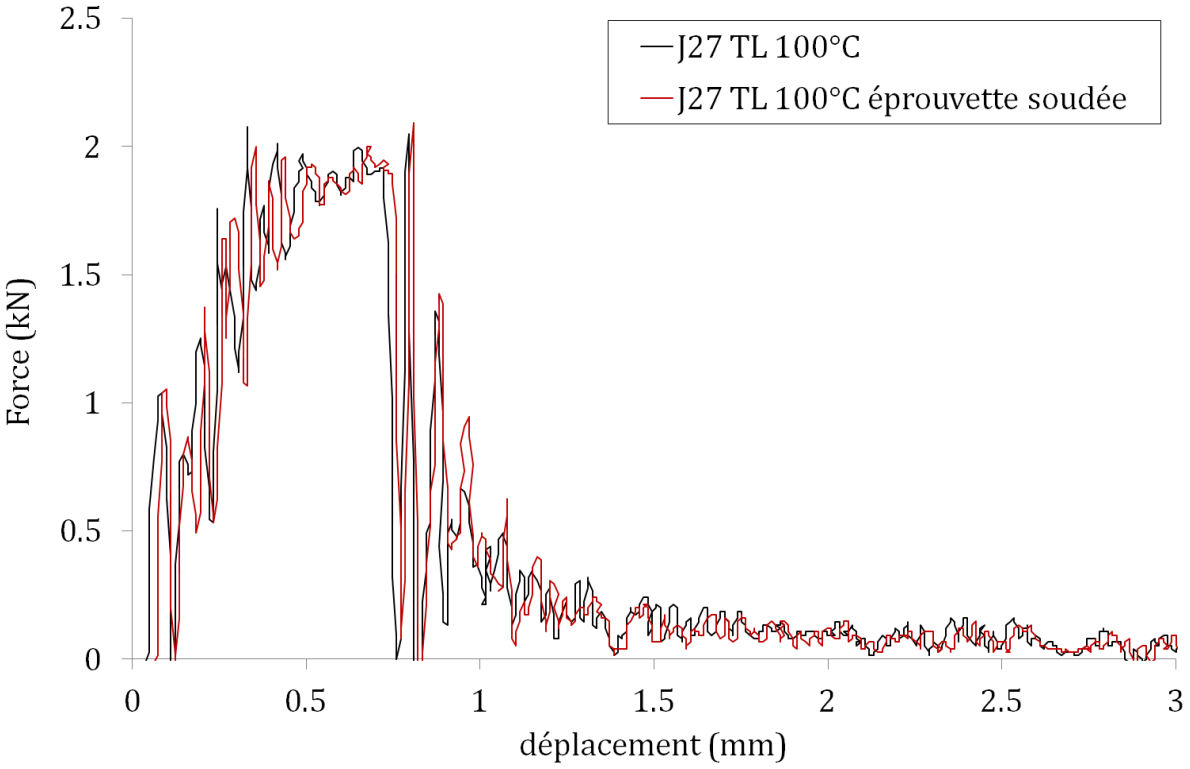


Figure A1-7 : Comparaison des courbes force-déplacement obtenues avec des éprouvettes mini-Charpy classiques et des éprouvettes soudées, dans le cas de la nuance J27 en sollicitations TL à 100°C.

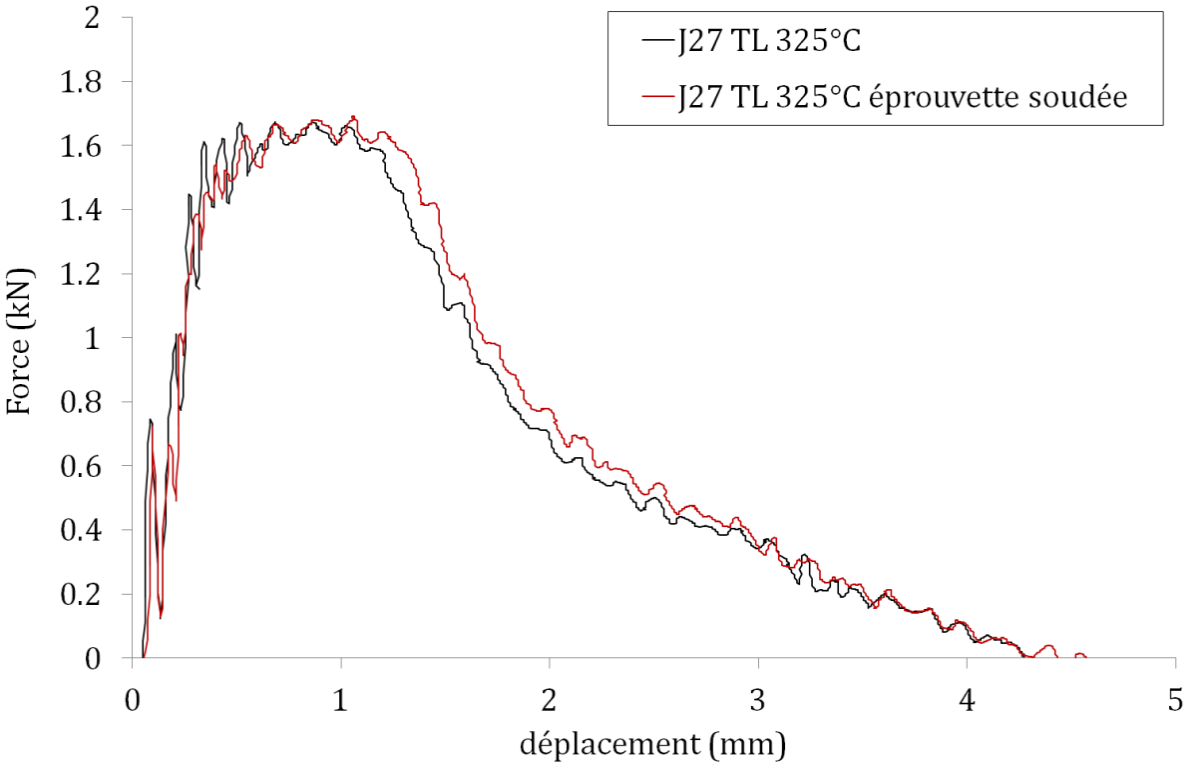


Figure A1-8 : Comparaison des courbes force-déplacement obtenues avec des éprouvettes mini-Charpy classiques et des éprouvettes soudées, dans le cas de la nuance J27 en sollicitations TL à 325°C.

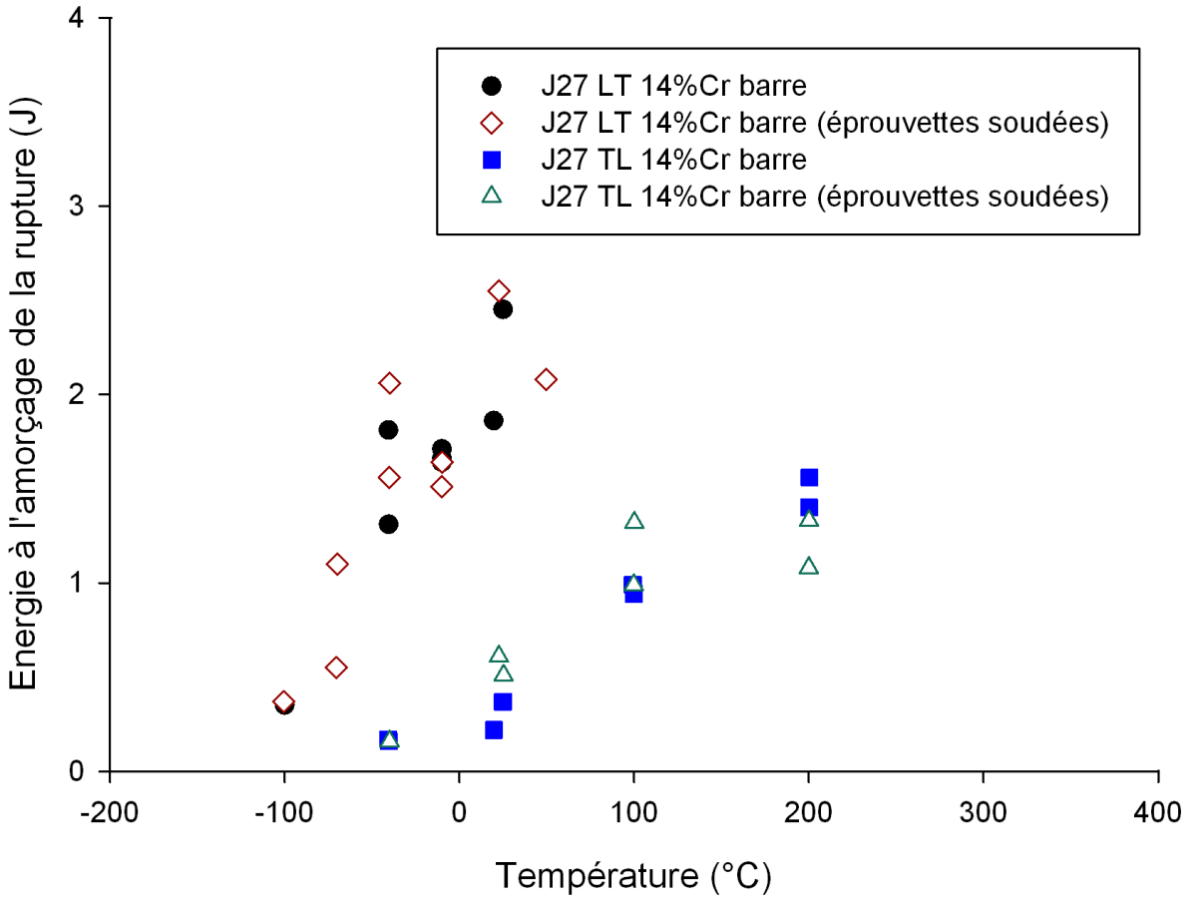


Figure A1-9 : Comparaison des énergies à l'amorçage de la rupture obtenues avec des éprouvettes mini-Charpy classiques et des éprouvettes soudées, en sollicitations LT et TL, dans le cas de la nuance J27.

Cette géométrie d'éprouvette est donc validée et peut être utilisé pour caractériser le comportement en sollicitation TL des autres nuances d'acier ODS.

ANNEXE 2. Courbes force-déplacement des nuances de l'étude testées en résilience

a. *Nuance d'acier ODS J03 à 18%Cr avant et après vieillissement thermique*
b. *Nuance d'acier ODS J27 à 14%Cr avant et après vieillissement thermique*
c. *Nuance d'acier ODS F40 à 14%Cr*
d. *Nuance d'acier ODS F43 à 14%Cr*
e. *Nuance d'acier ODS F41 à 9%Cr*

a. Nuance d'acier ODS J03 à 18%Cr avant et après vieillissement thermique

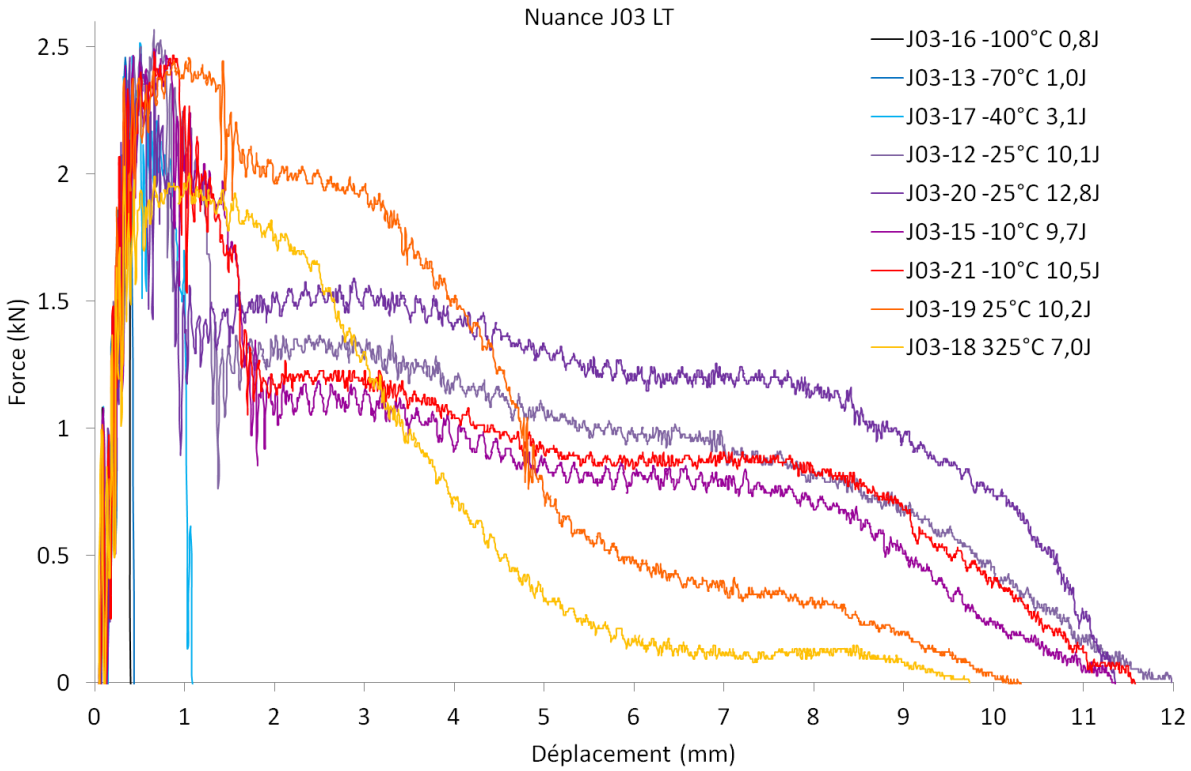


Figure A2-1 : Courbes force-déplacement correspondant aux essais de résilience menés sur la nuance J03 en sollicitation LT.

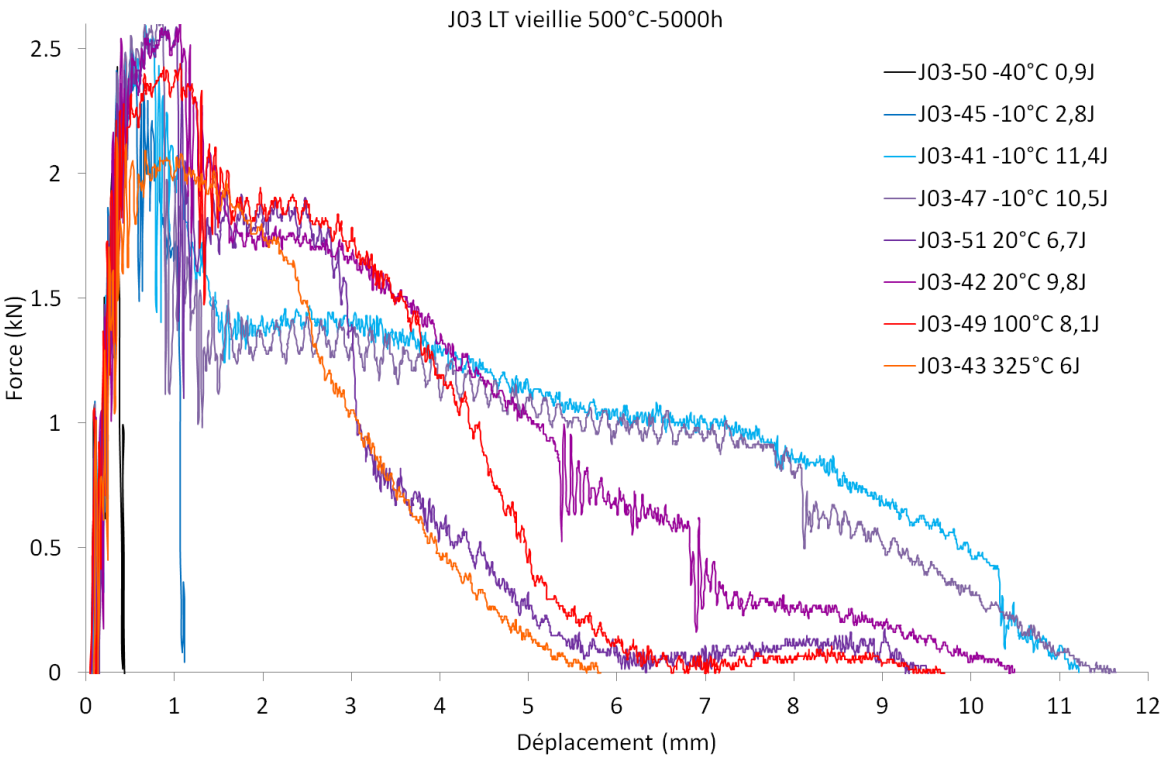


Figure A2-2 : Courbes force-déplacement correspondant aux essais de résilience menés en sollicitation LT sur la nuance J03 après vieillissement thermique de 5000 heures à 500°C.

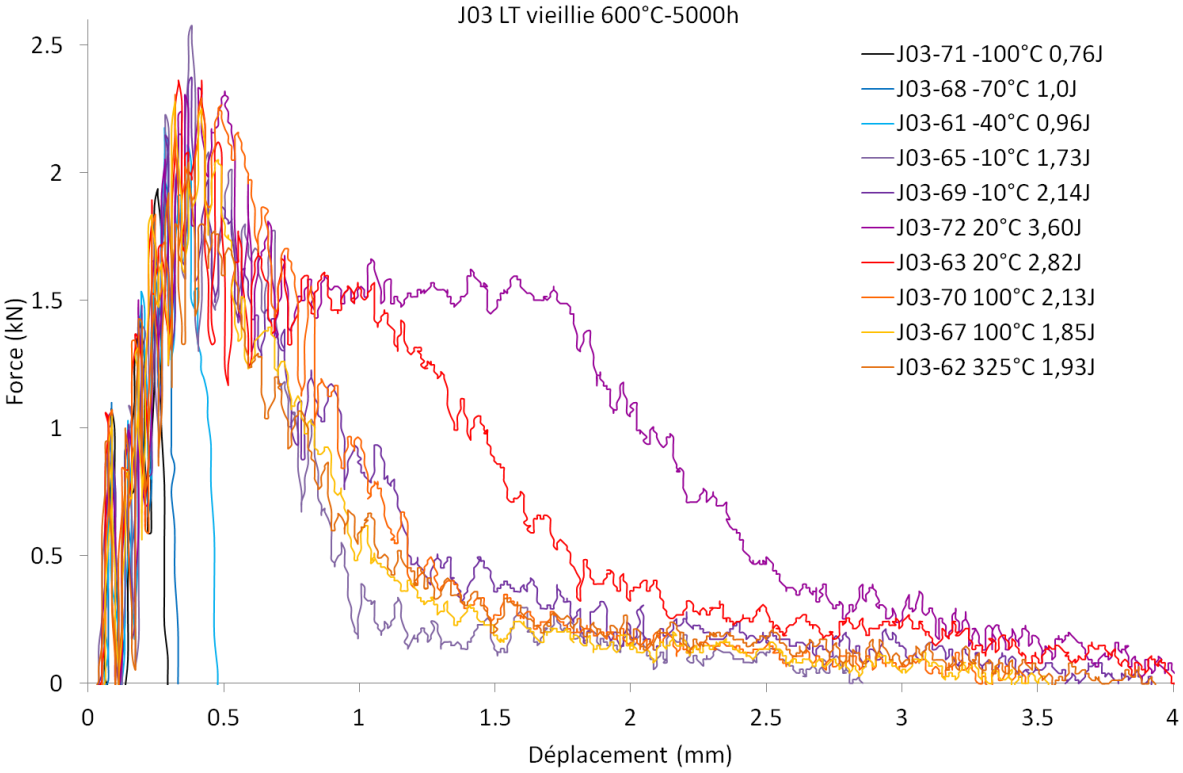


Figure A2-3 : Courbes force-déplacement correspondant aux essais de résilience menés en sollicitation LT sur la nuance J03 après vieillissement thermique de 5000 heures à 600°C.

b. Nuance d'acier ODS J27 à 14%Cr avant et après vieillissement thermique

Sollicitation LT avant vieillissement thermique

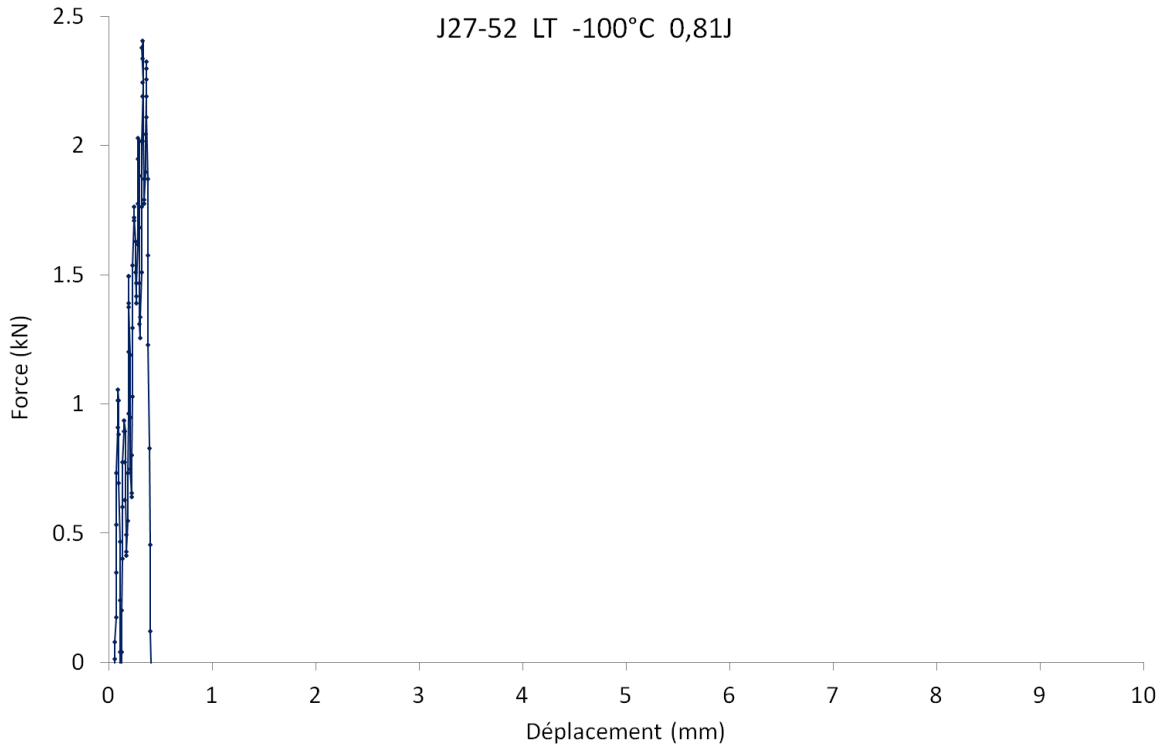


Figure A2-4 : Courbe force-déplacement correspondant à un essai de résilience mené sur la nuance J27 en sollicitation LT à -100°C.

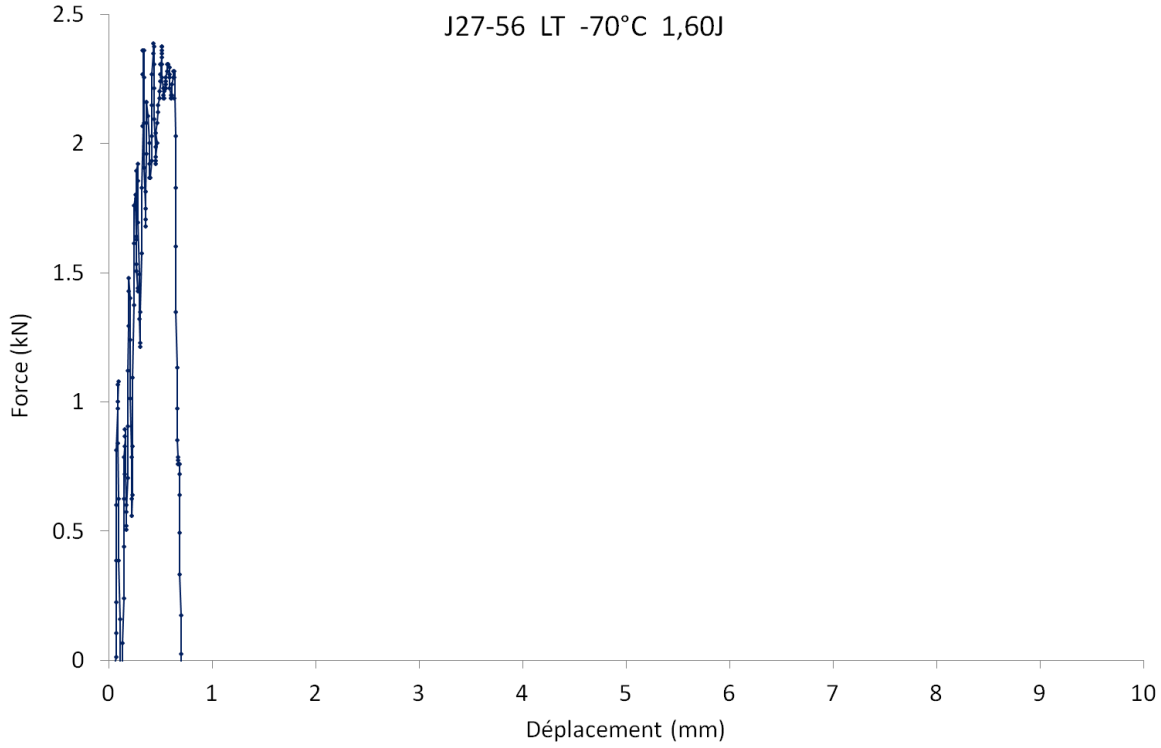


Figure A2-5 : Courbe force-déplacement correspondant à un essai de résilience mené sur la nuance J27 en sollicitation LT à -70°C.

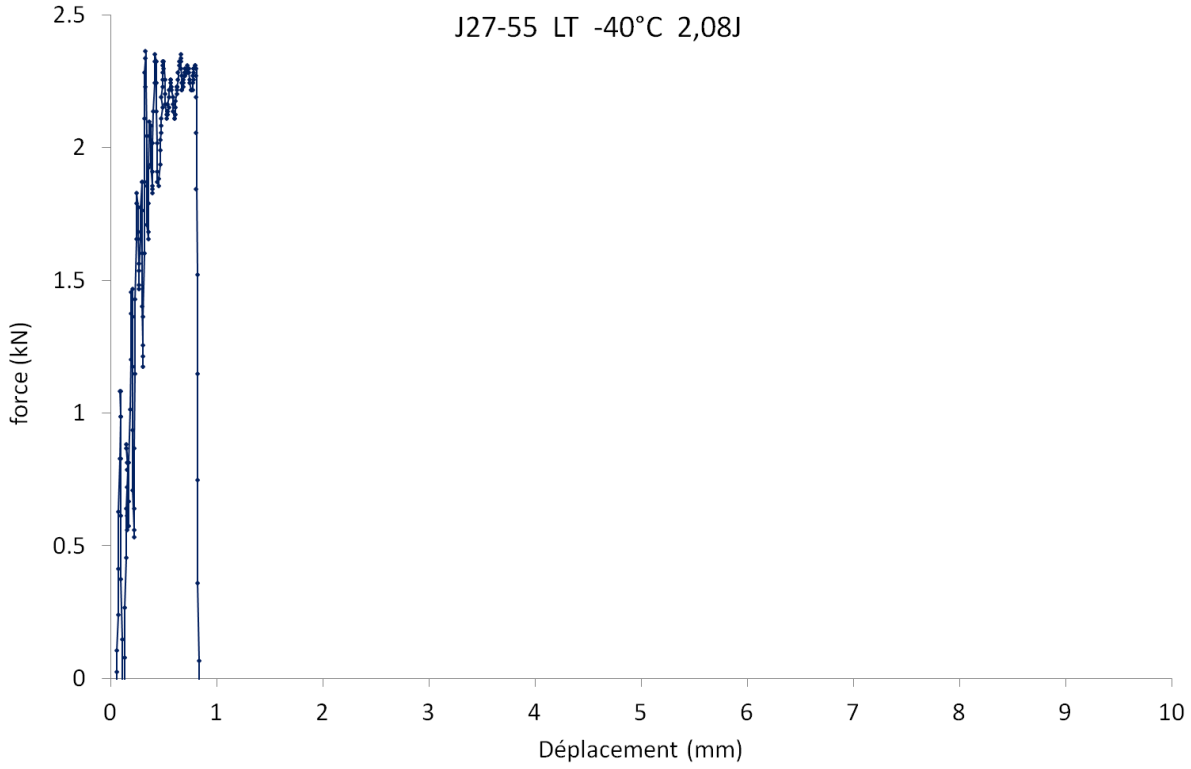


Figure A2-6 : Courbe force-déplacement correspondant à un essai de résilience mené sur la nuance J27 en sollicitation LT à -40°C.

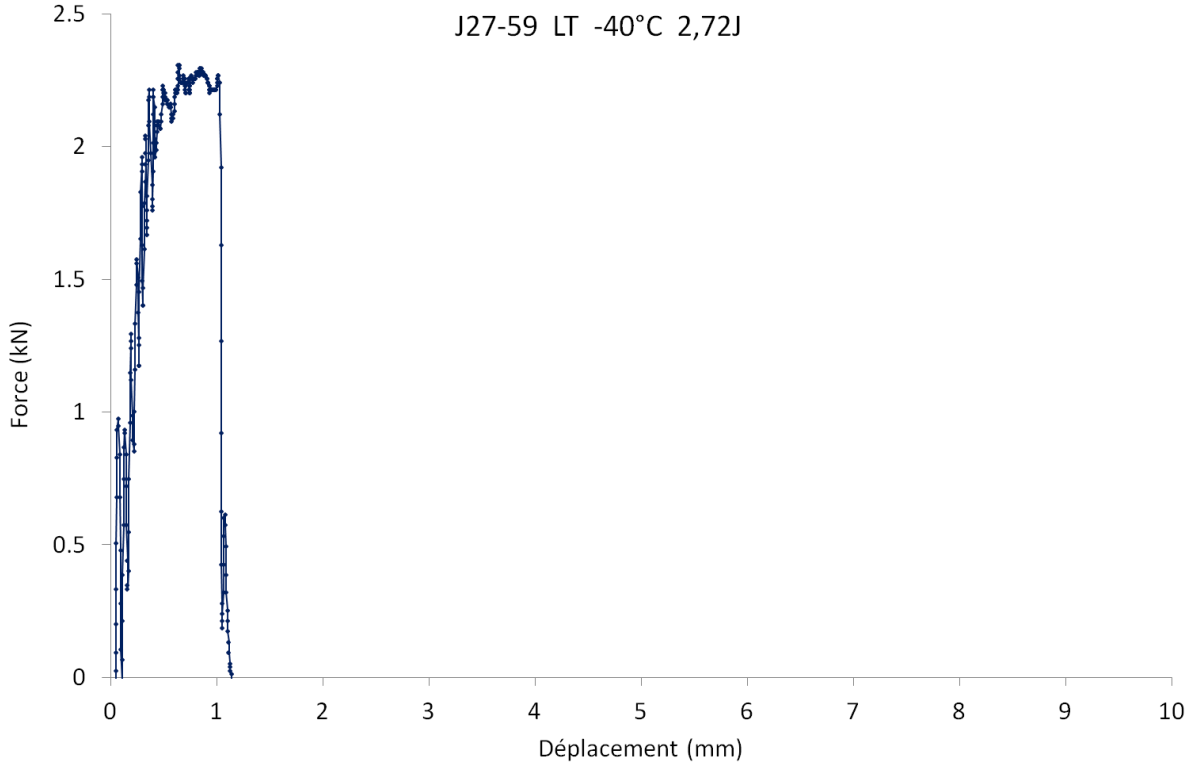


Figure A2-7 : Courbe force-déplacement correspondant à un essai de résilience mené sur la nuance J27 en sollicitation LT à -40°C.

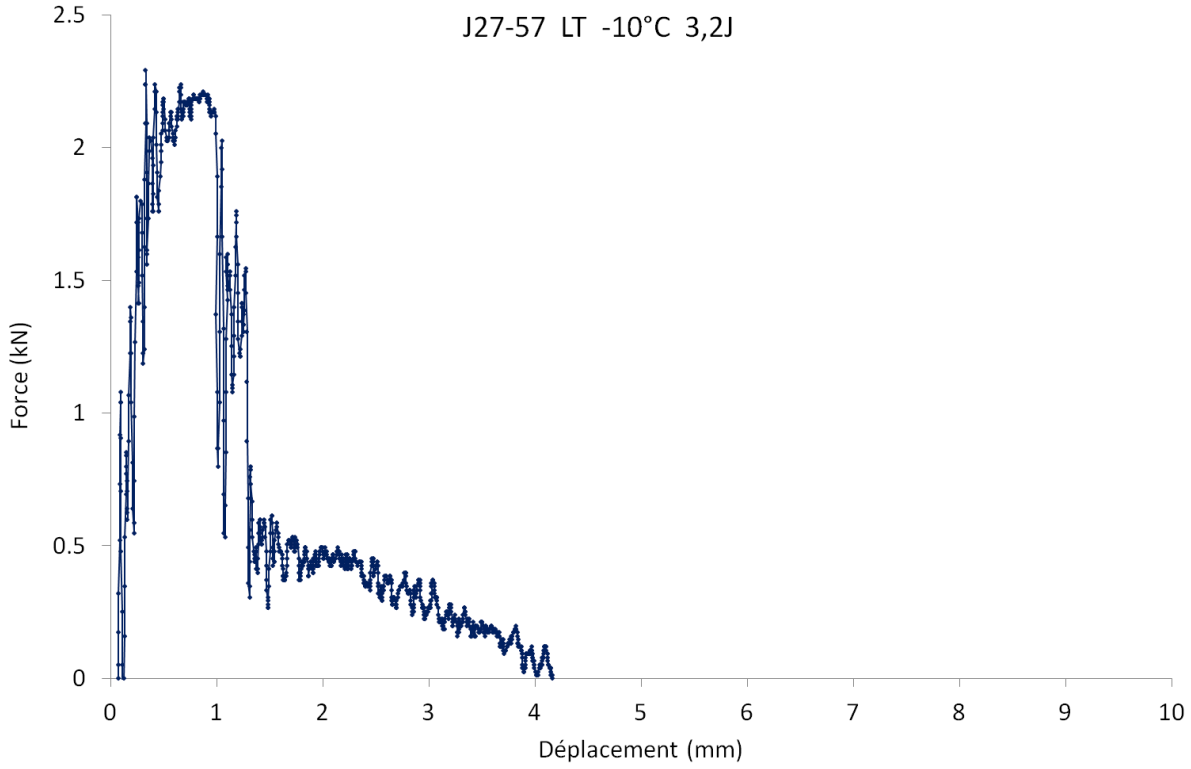


Figure A2-8 : Courbe force-déplacement correspondant à un essai de résilience mené sur la nuance J27 en sollicitation LT à -10°C.

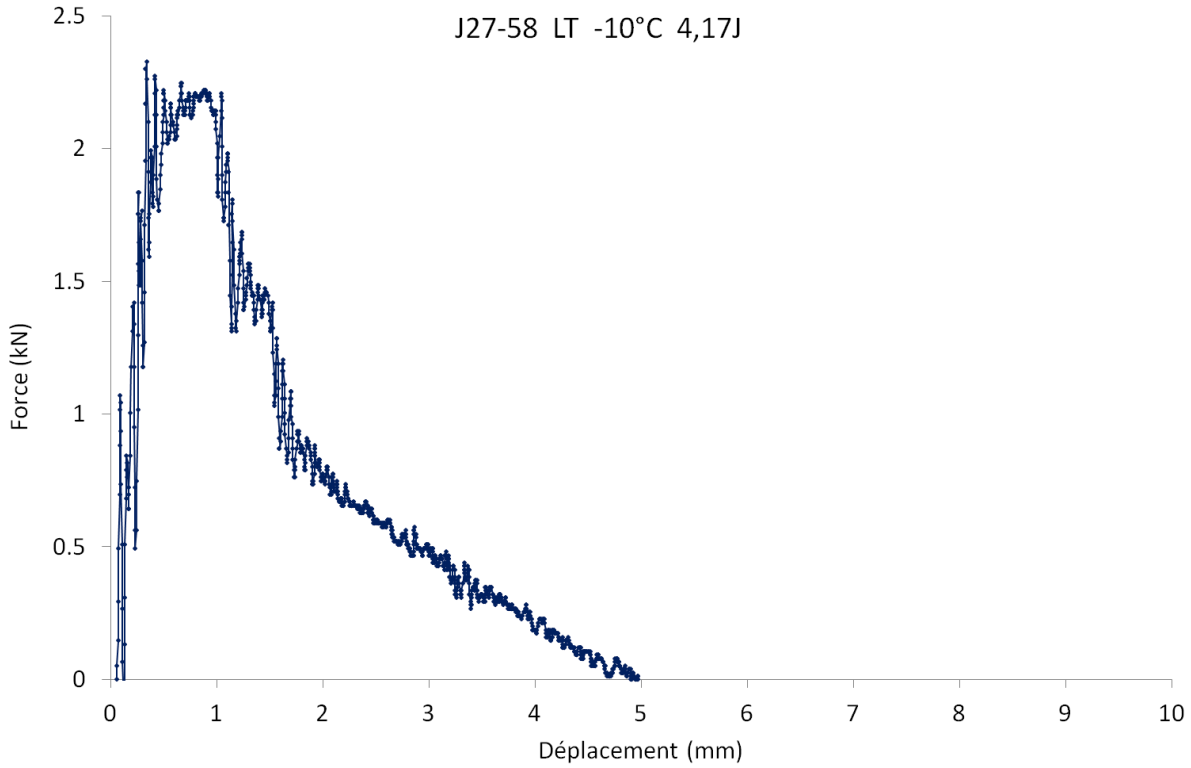


Figure A2-9 : Courbe force-déplacement correspondant à un essai de résilience mené sur la nuance J27 en sollicitation LT à -10°C.

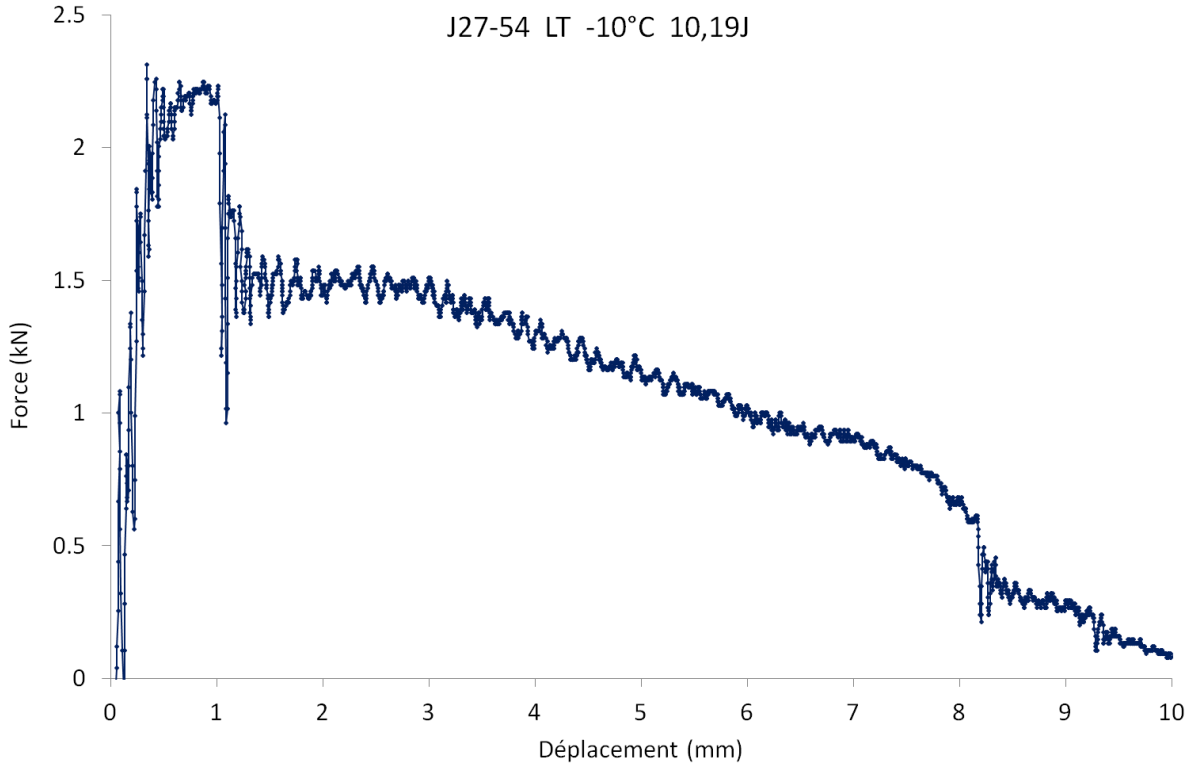


Figure A2-10 : Courbe force-déplacement correspondant à un essai de résilience mené sur la nuance J27 en sollicitation LT à -10°C.

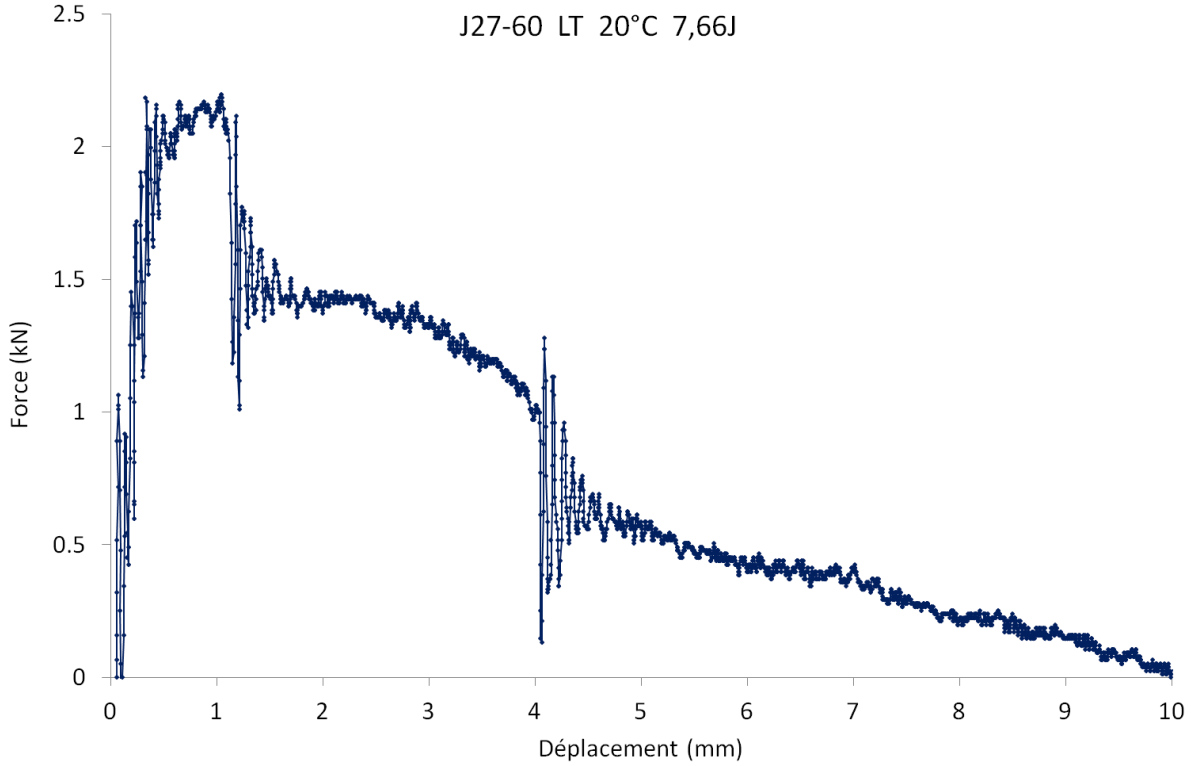


Figure A2-11 : Courbe force-déplacement correspondant à un essai de résilience mené sur la nuance J27 en sollicitation LT à +20°C.

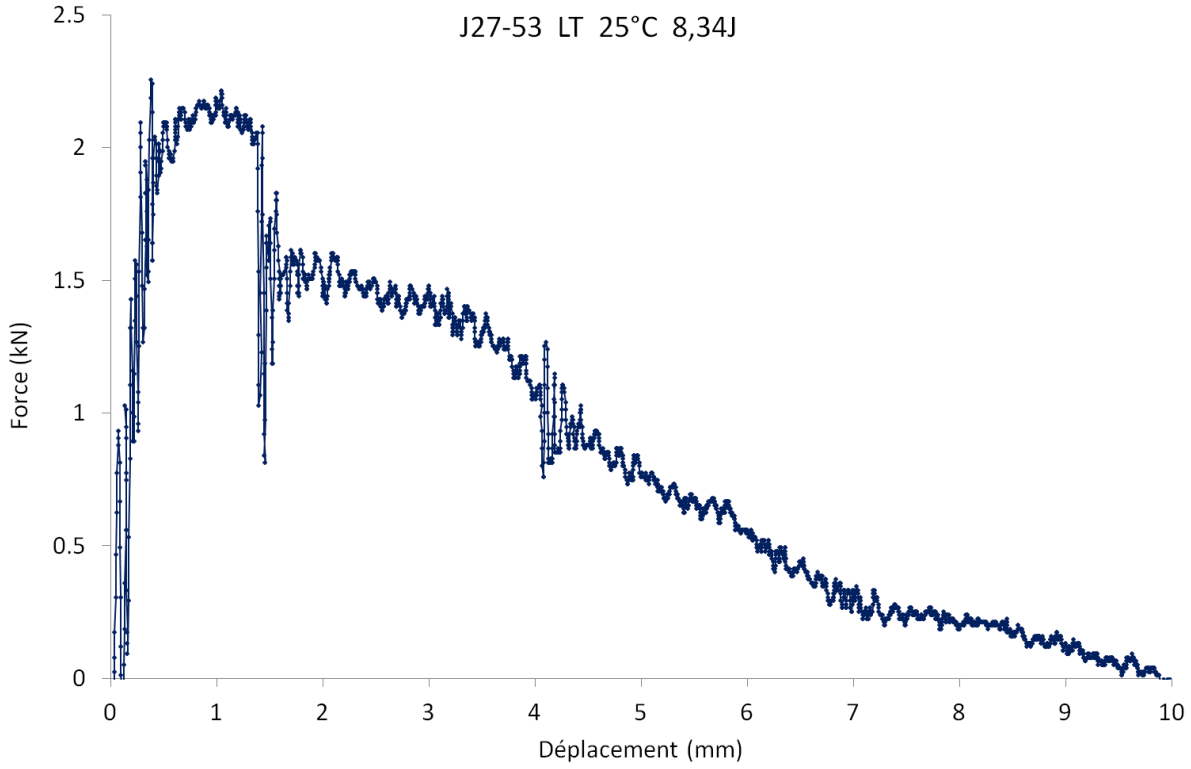


Figure A2-12 : Courbe force-déplacement correspondant à un essai de résilience mené sur la nuance J27 en sollicitation LT à +25°C.

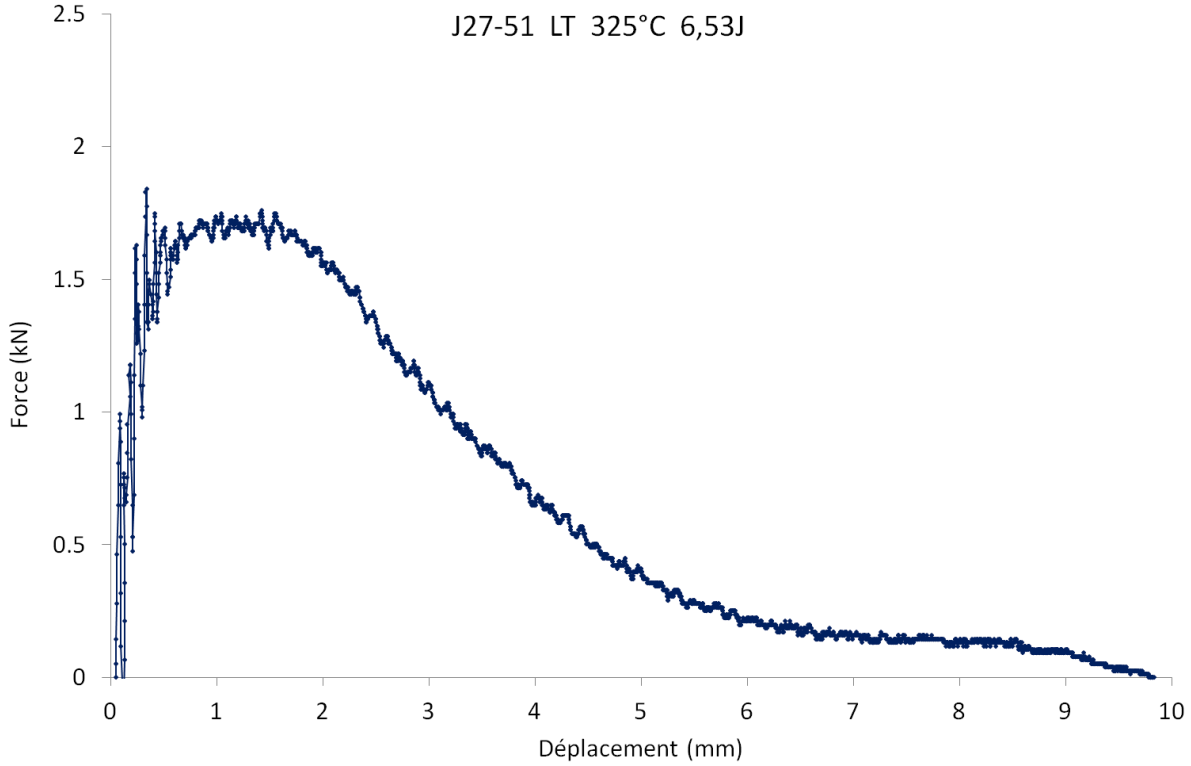


Figure A2-13 : Courbe force-déplacement correspondant à un essai de résilience mené sur la nuance J27 en sollicitation LT à +325°C.

Sollicitation TL avant vieillissement thermique

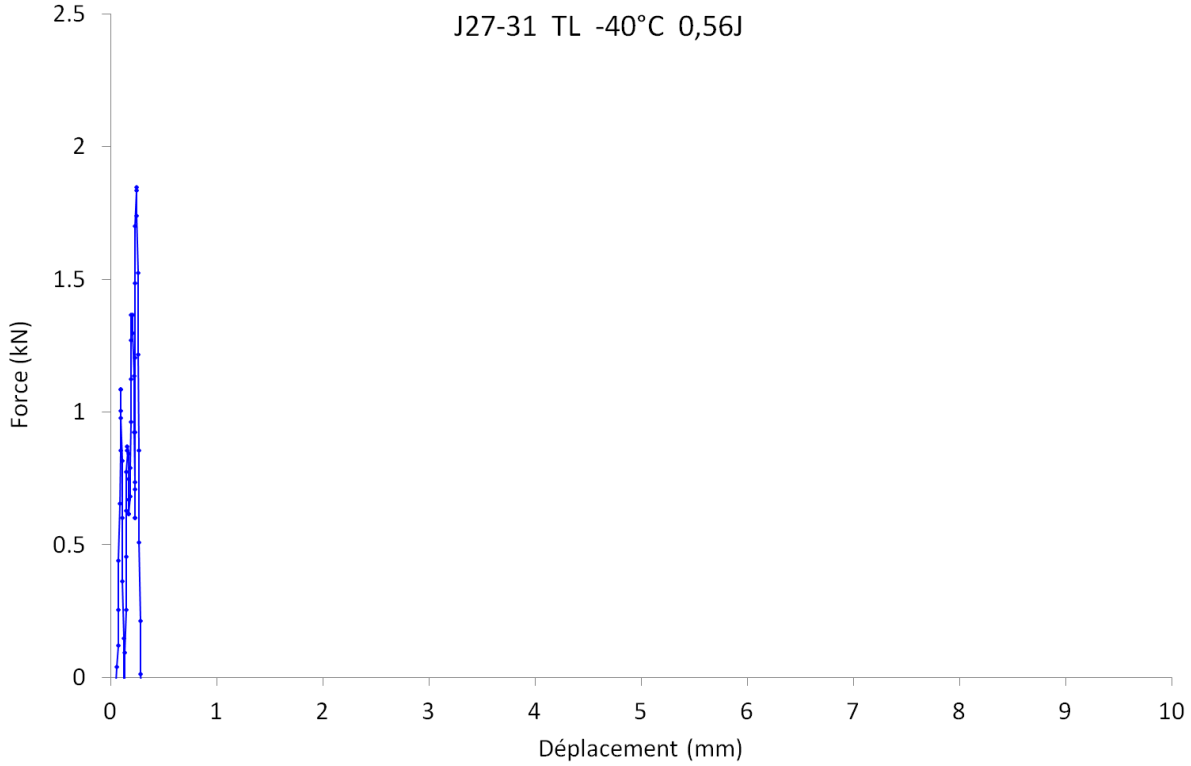


Figure A2-14 : Courbe force-déplacement correspondant à un essai de résilience mené sur la nuance J27 en sollicitation TL à -40°C.

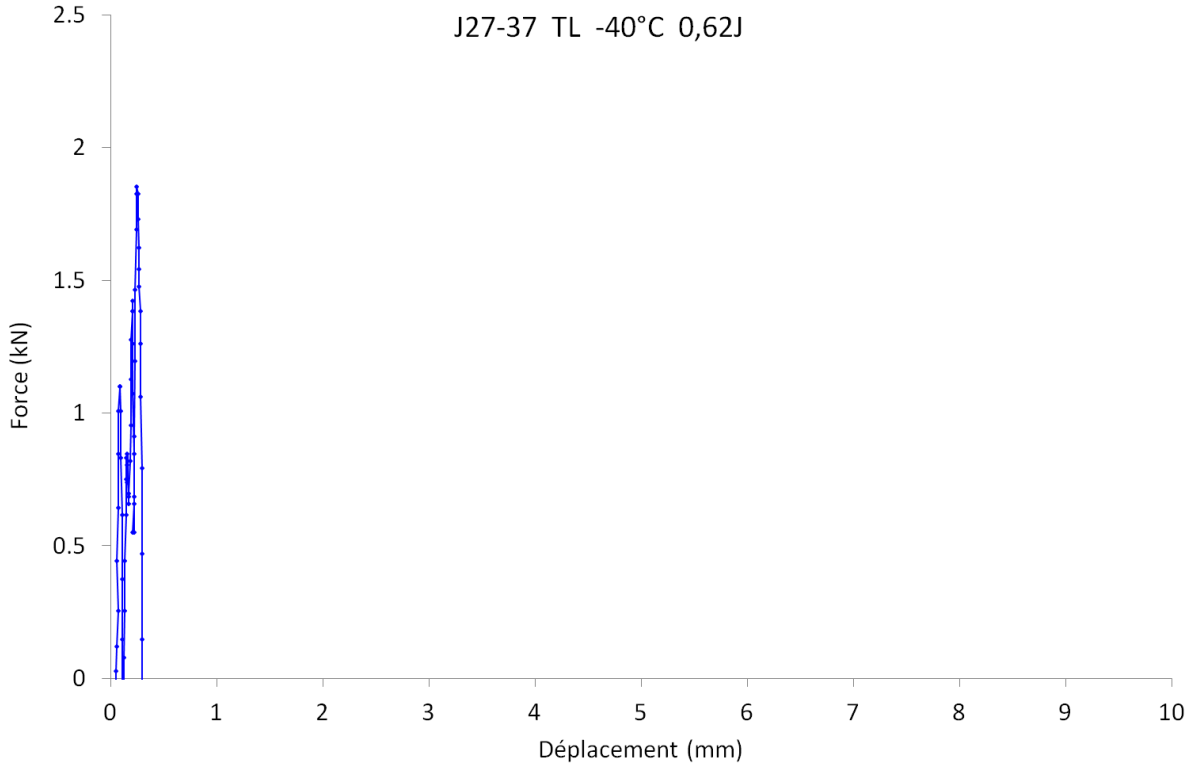


Figure A2-15 : Courbe force-déplacement correspondant à un essai de résilience mené sur la nuance J27 en sollicitation TL à -40°C.

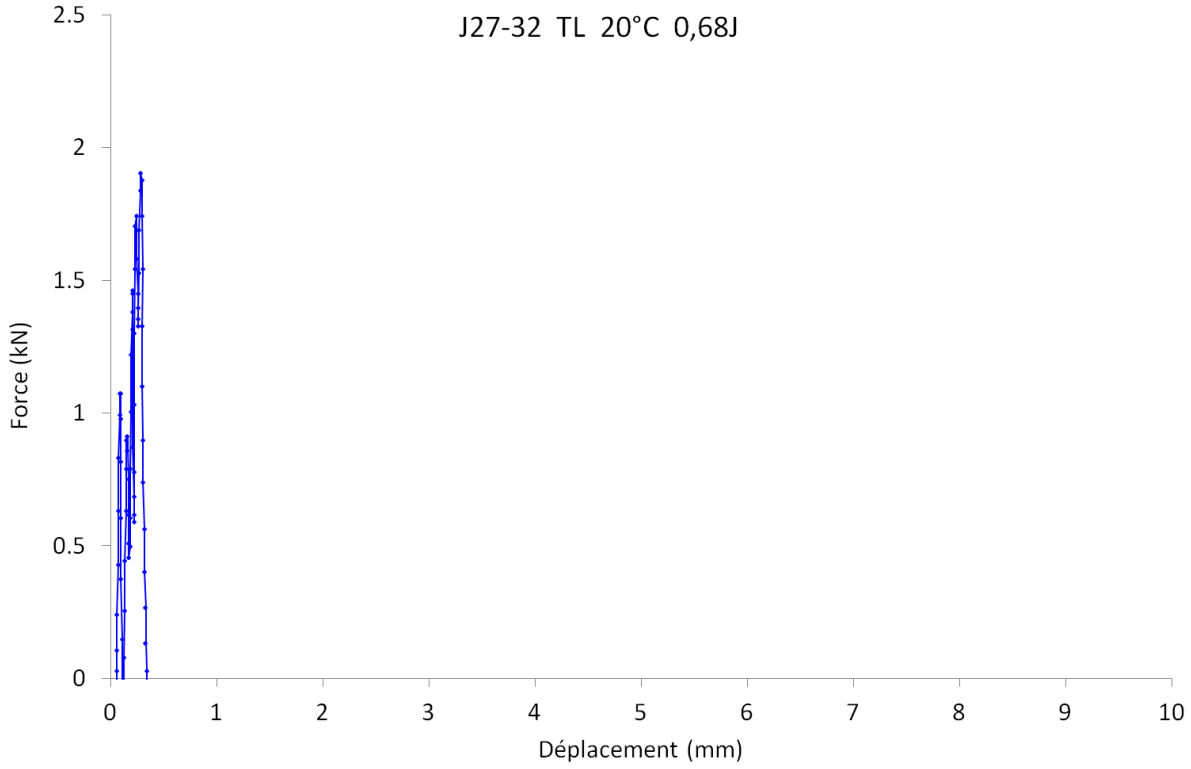


Figure A2-16 : Courbe force-déplacement correspondant à un essai de résilience mené sur la nuance J27 en sollicitation TL à +20°C.

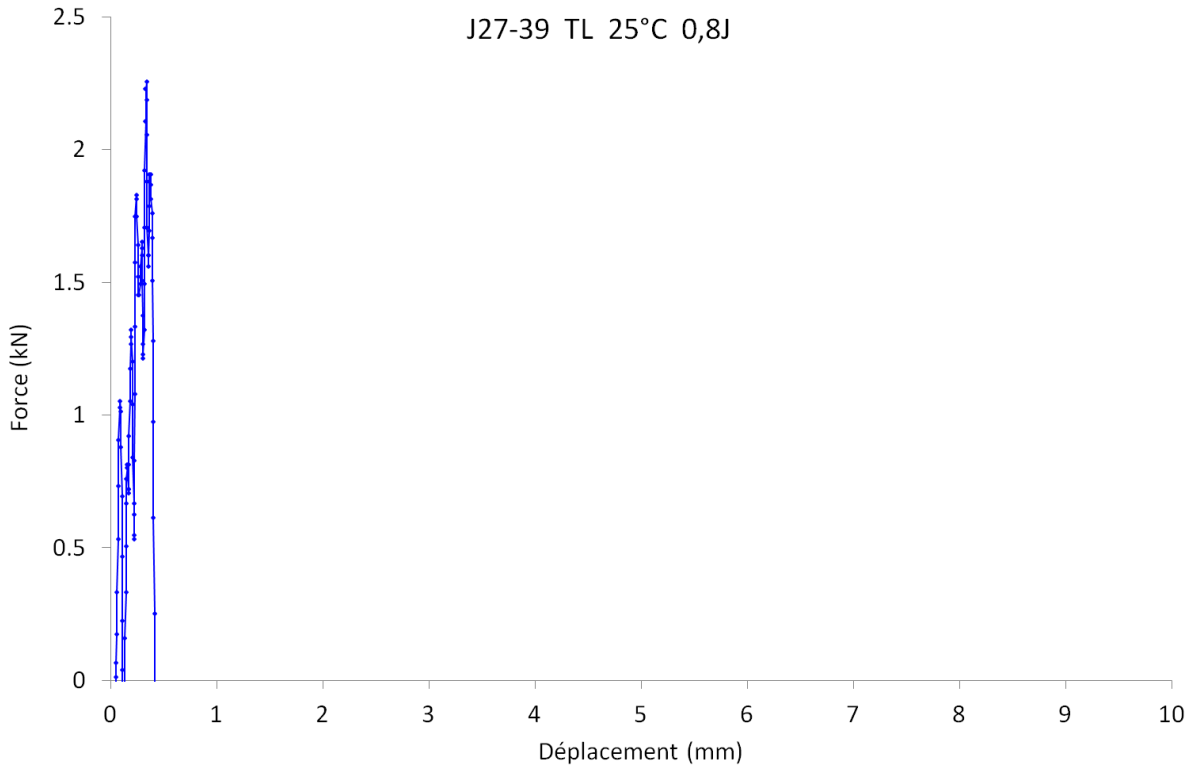


Figure A2-17 : Courbe force-déplacement correspondant à un essai de résilience mené sur la nuance J27 en sollicitation TL à +25°C.

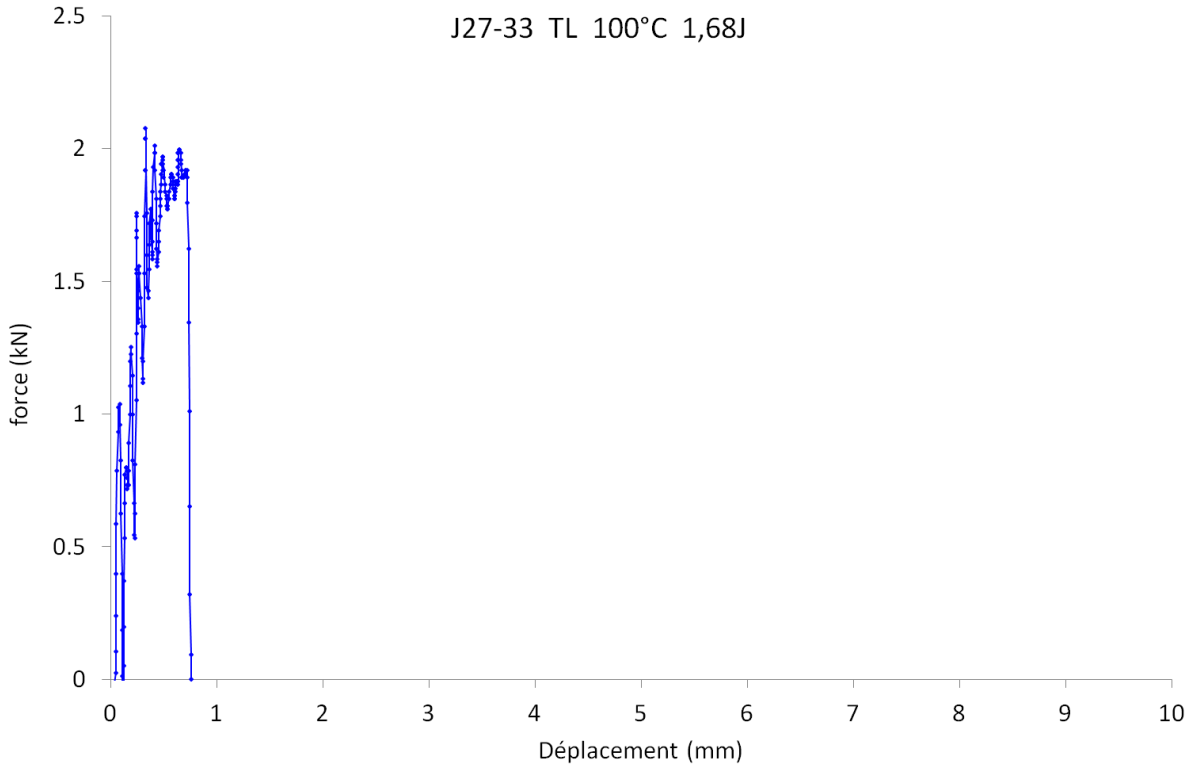


Figure A2-18 : Courbe force-déplacement correspondant à un essai de résilience mené sur la nuance J27 en sollicitation TL à +100°C.

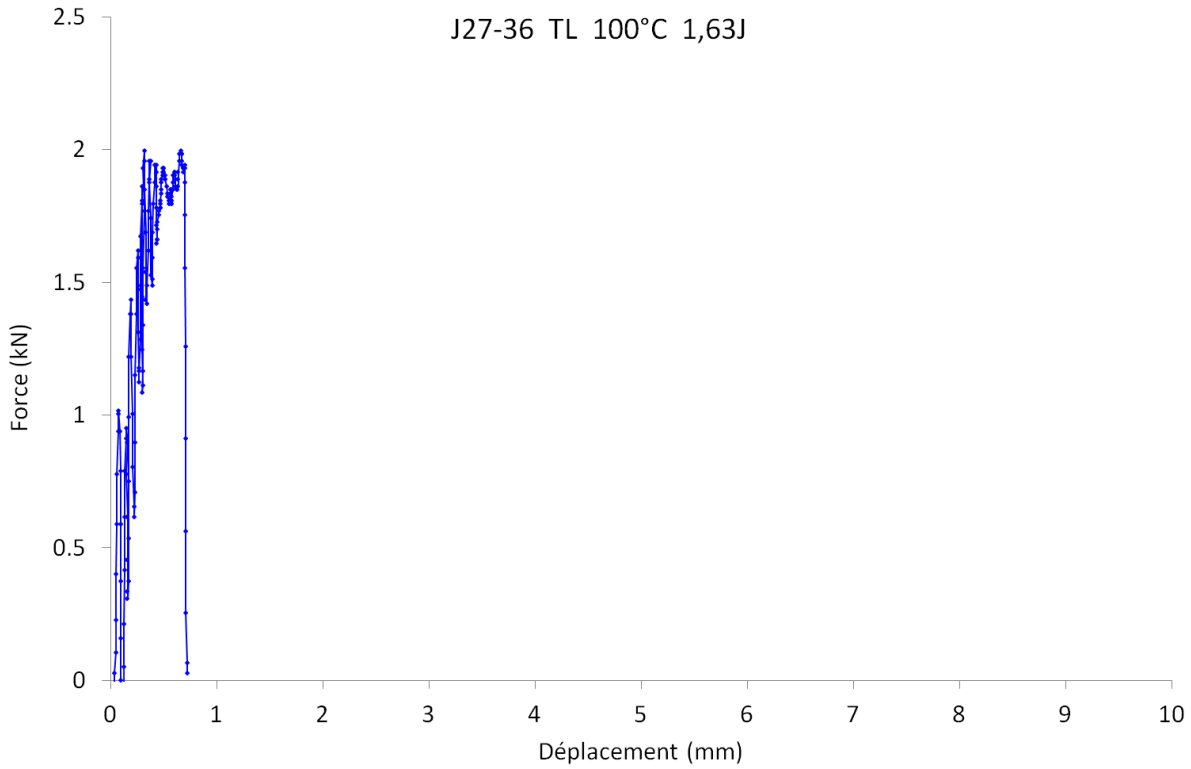


Figure A2-19 : Courbe force-déplacement correspondant à un essai de résilience mené sur la nuance J27 en sollicitation TL à +100°C.

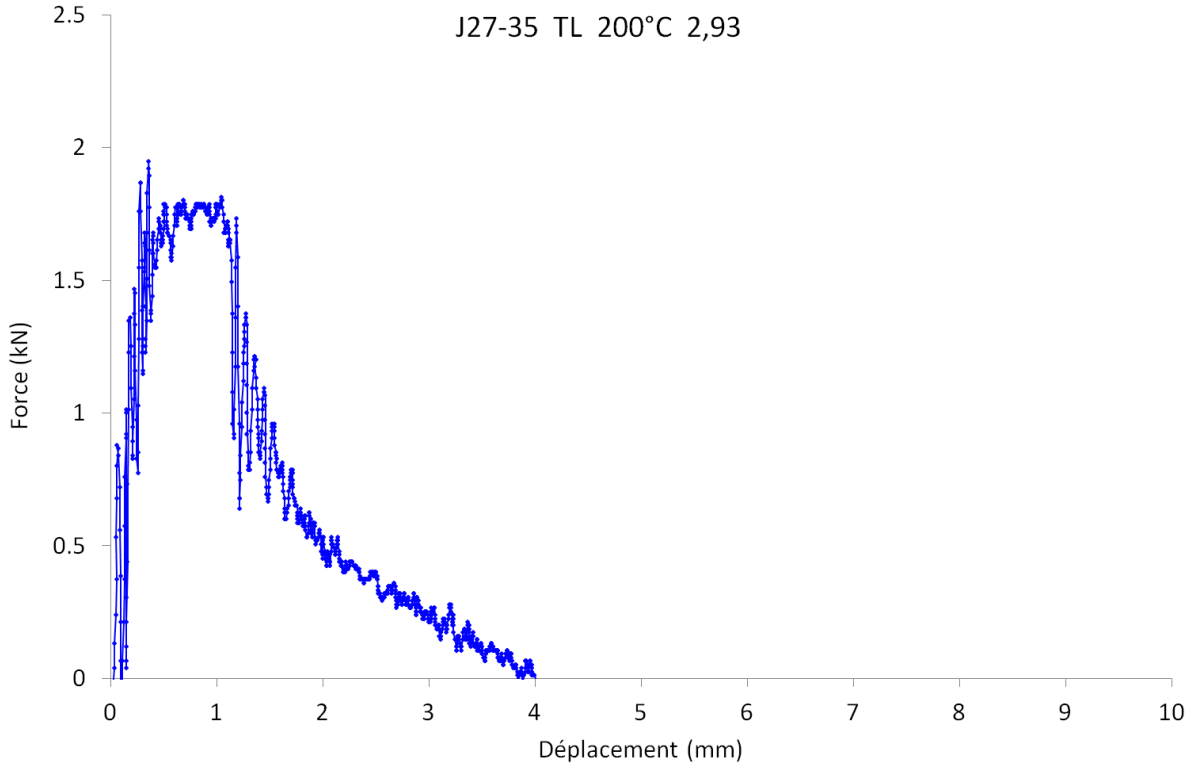


Figure A2-20 : Courbe force-déplacement correspondant à un essai de résilience mené sur la nuance J27 en sollicitation TL à +200°C.

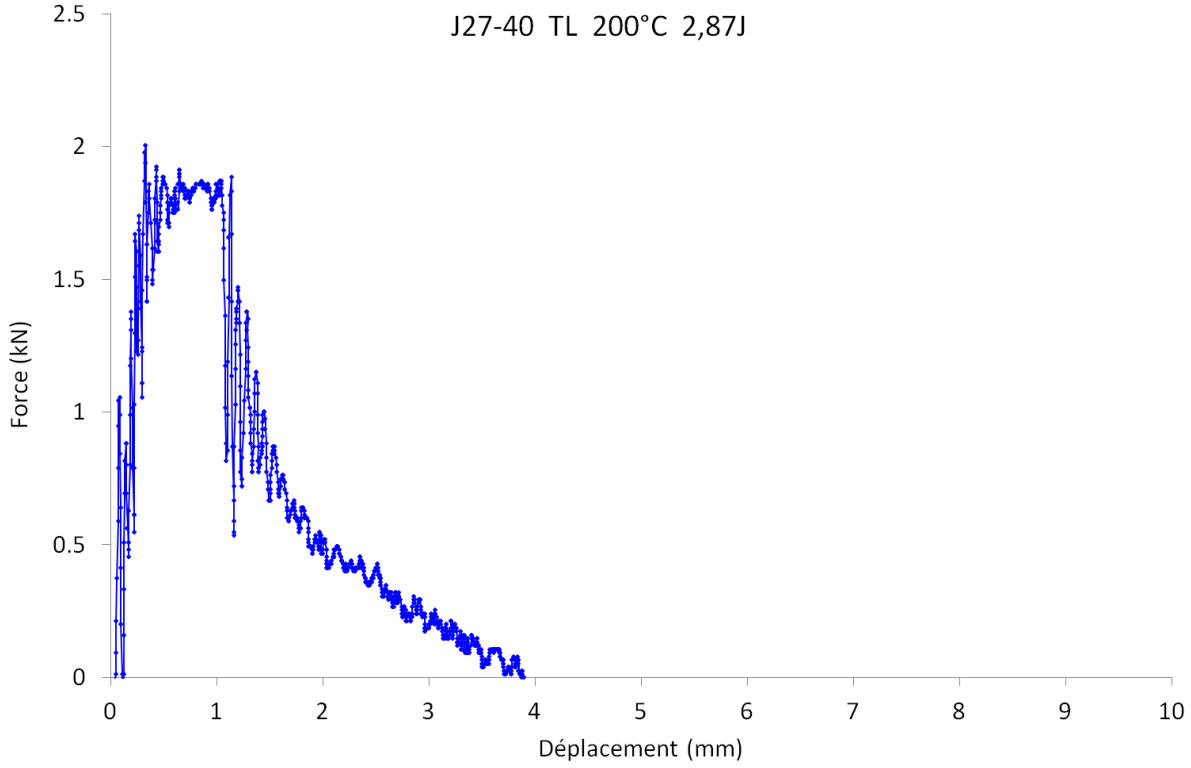


Figure A2-21 : Courbe force-déplacement correspondant à un essai de résilience mené sur la nuance J27 en sollicitation TL à +200°C.

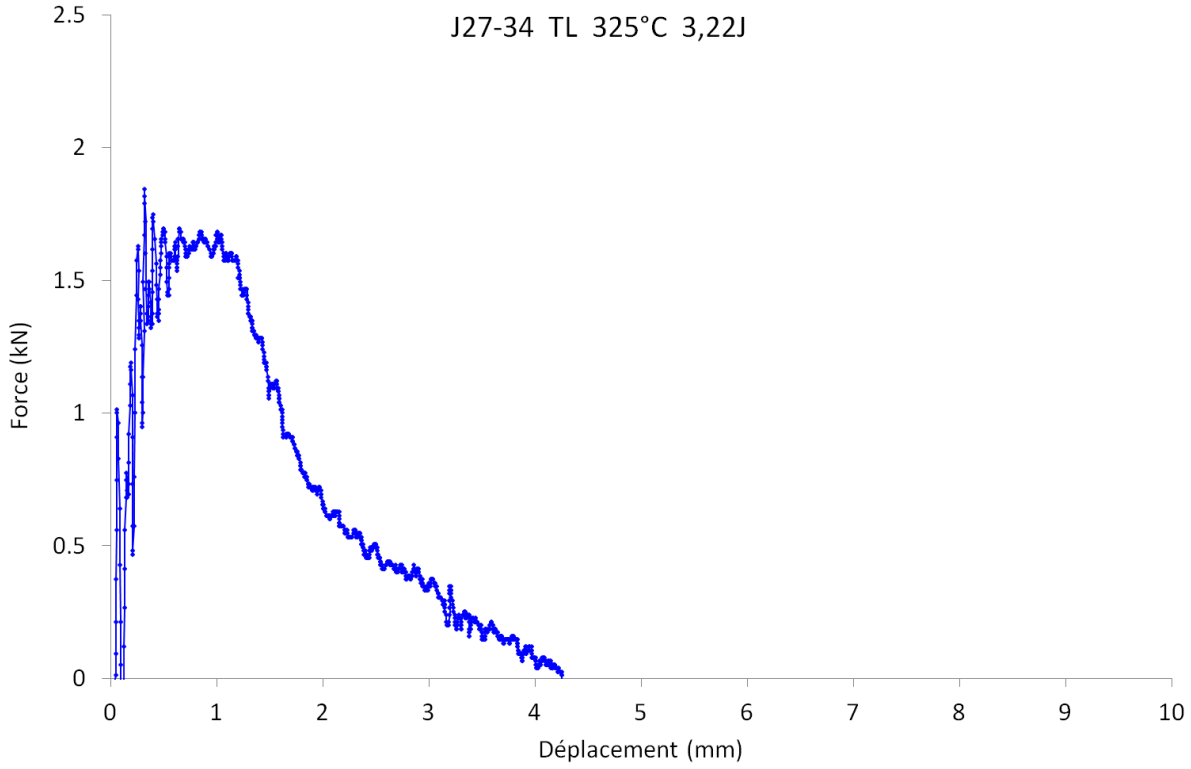


Figure A2-22 : Courbe force-déplacement correspondant à un essai de résilience mené sur la nuance J27 en sollicitation TL à +325°C.

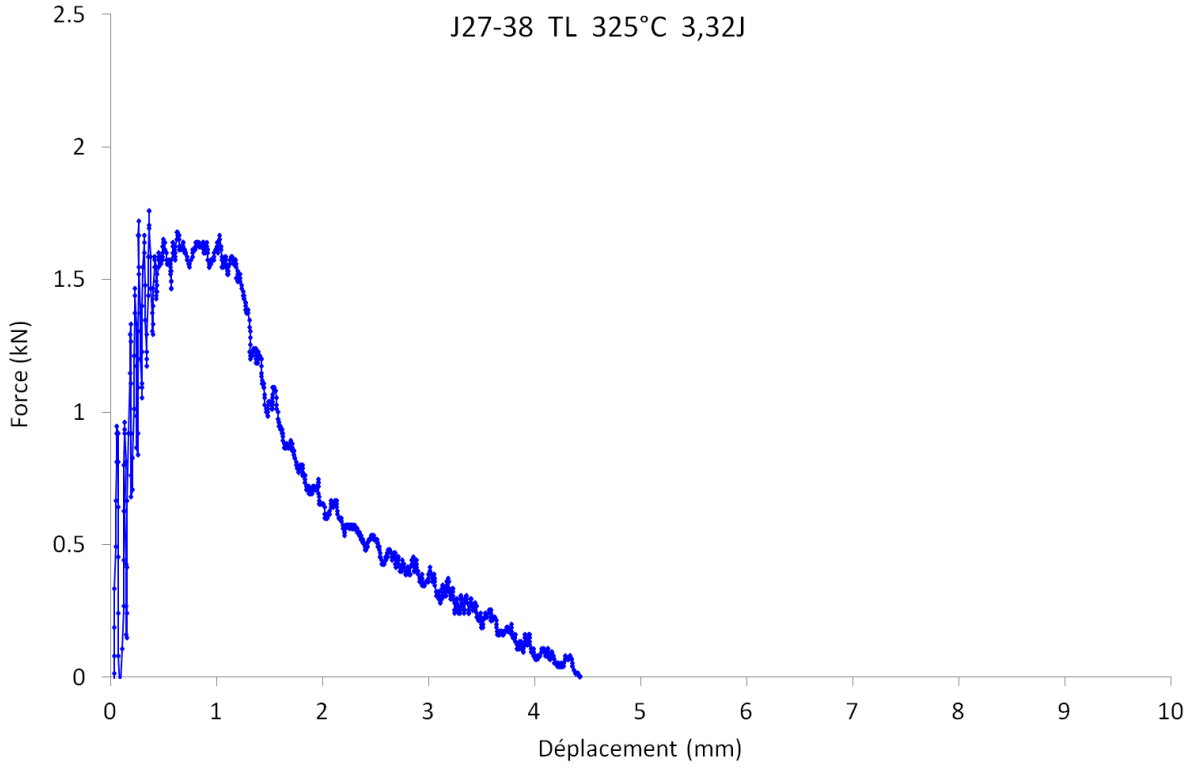


Figure A2-23 : Courbe force-déplacement correspondant à un essai de résilience mené sur la nuance J27 en sollicitation TL à +325°C.

Sollicitation LT après vieillissement thermique

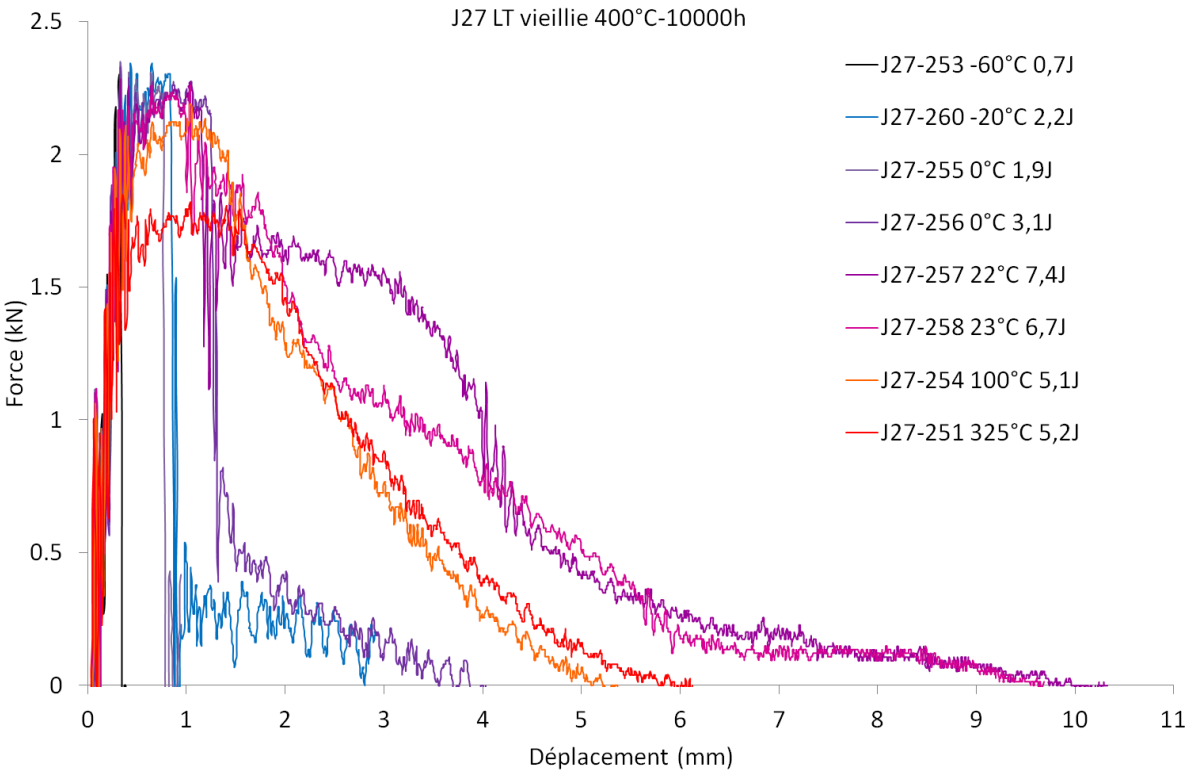


Figure A2-24 : Courbe force-déplacement correspondant aux essais de résilience menés sur la nuance J27 en sollicitation LT après vieillissement thermique de 10000 heures à 400°C.

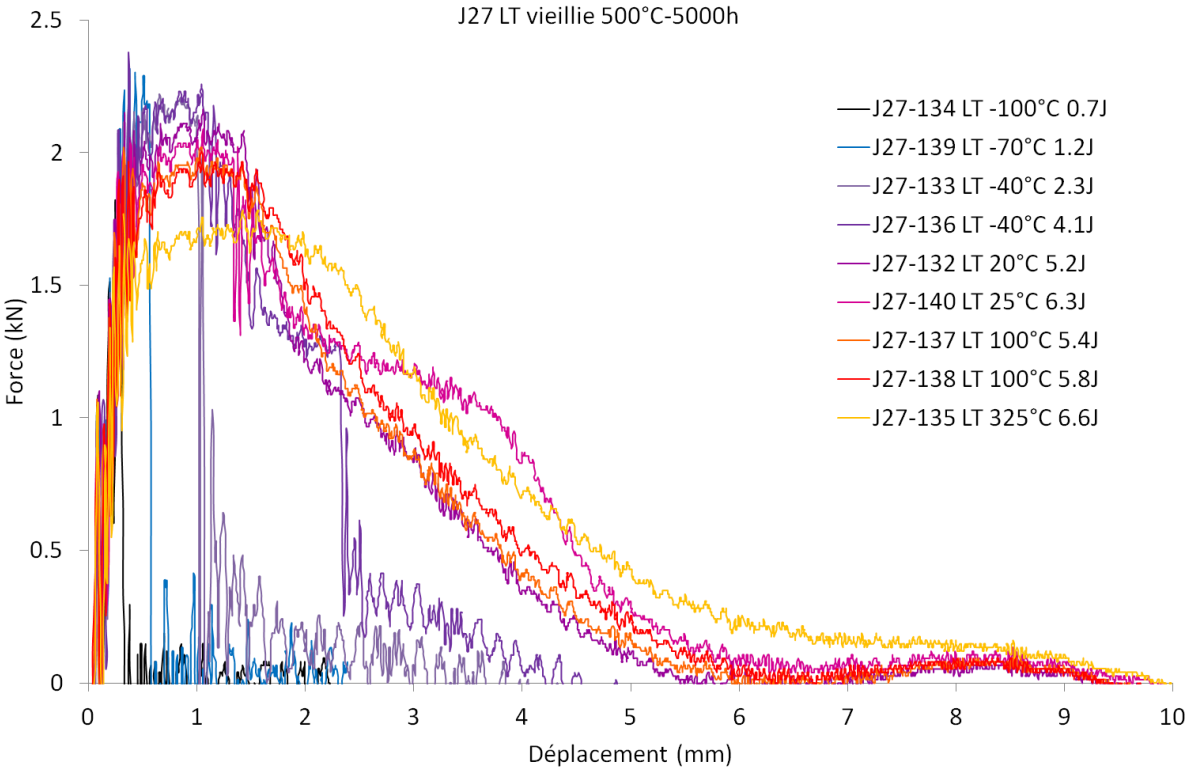


Figure A2-25 : Courbe force-déplacement correspondant aux essais de résilience menés sur la nuance J27 en sollicitation LT après vieillissement thermique de 5000 heures à 500°C.

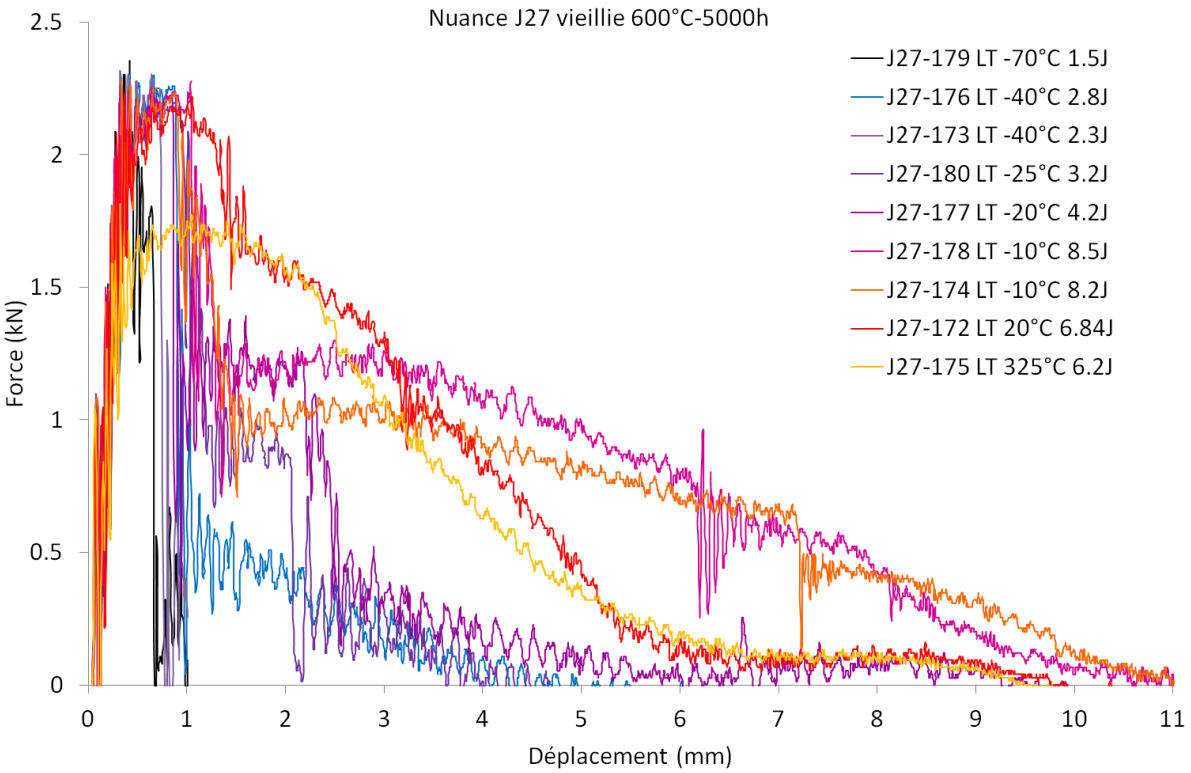


Figure A2-26 : Courbe force-déplacement correspondant aux essais de résilience menés sur la nuance J27 en sollicitation LT après vieillissement thermique de 5000 heures à 600°C.

c. Nuance d'acier ODS F40 à 14%Cr

Sollicitation LT

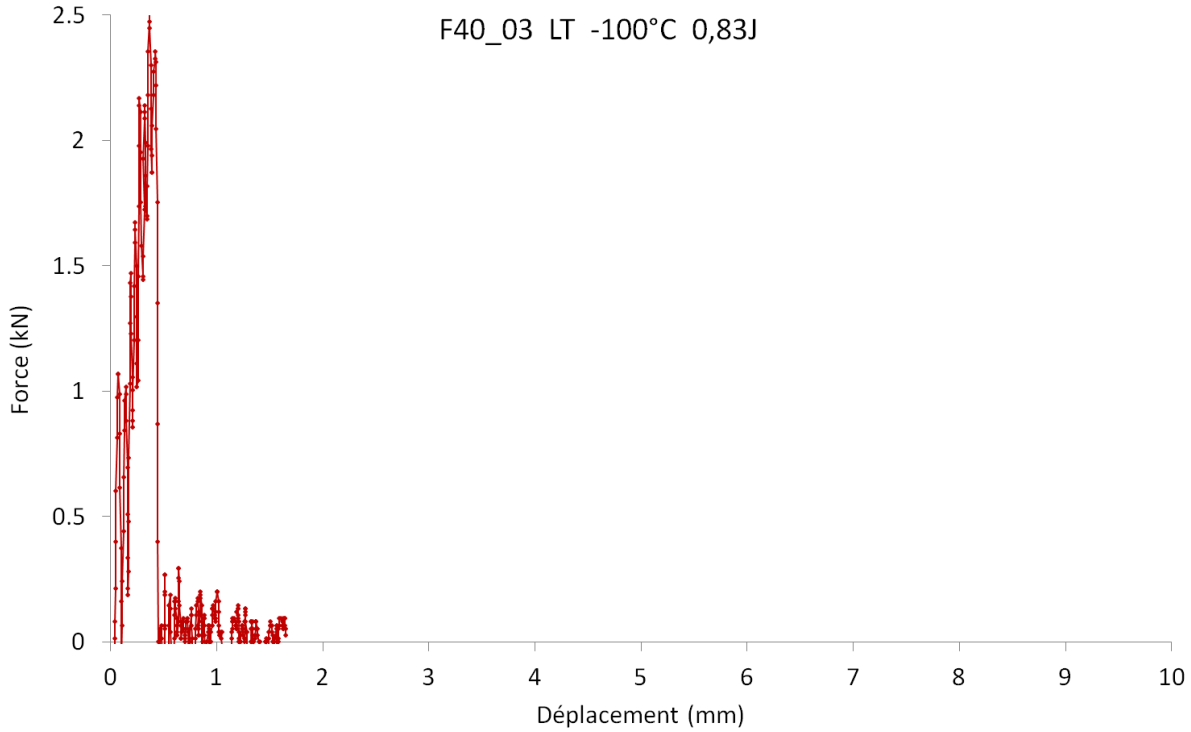


Figure A2-27 : Courbe force-déplacement correspondant à un essai de résilience mené sur la nuance F40 en sollicitation LT à -100°C.

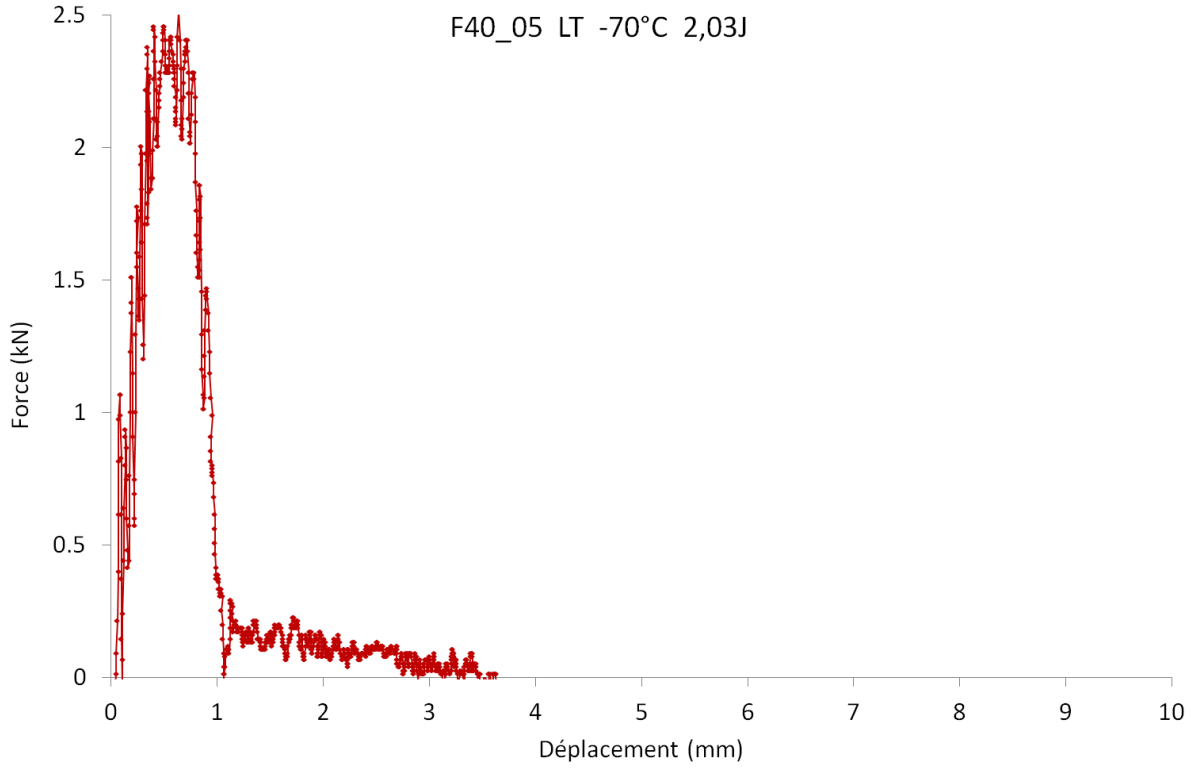


Figure A2-28 : Courbe force-déplacement correspondant à un essai de résilience mené sur la nuance F40 en sollicitation LT à -70°C.

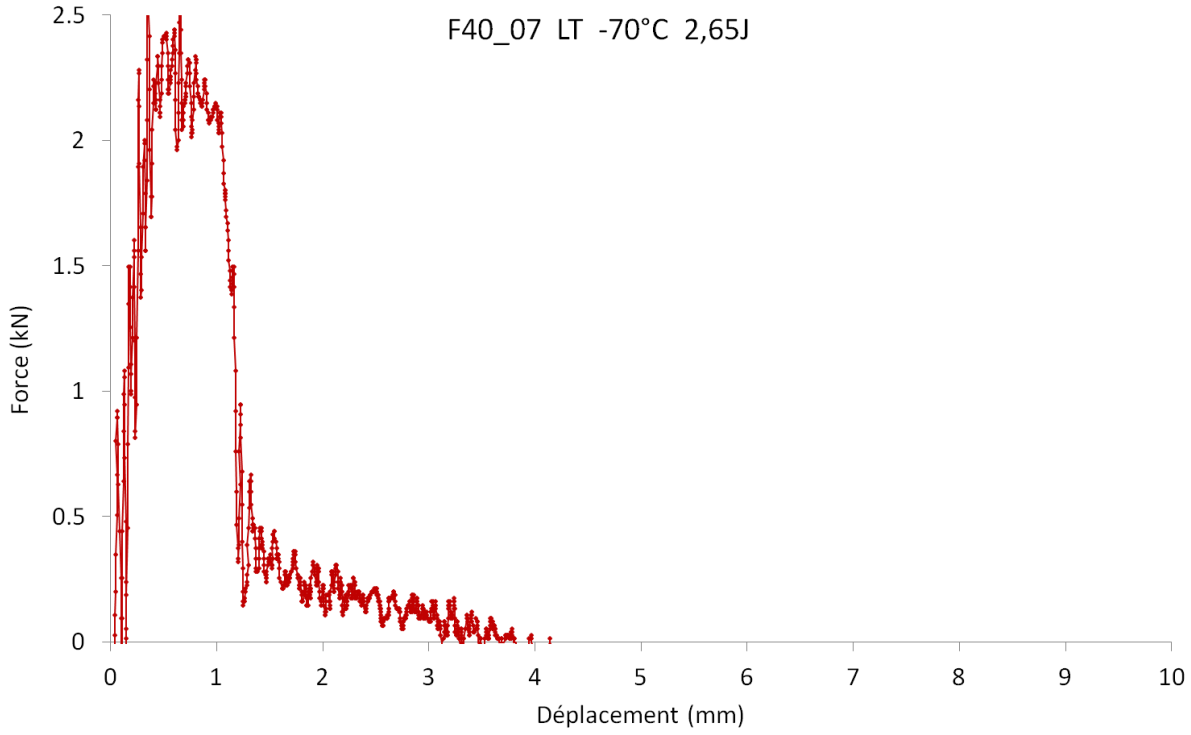


Figure A2-29 : Courbe force-déplacement correspondant à un essai de résilience mené sur la nuance F40 en sollicitation LT à -70°C.

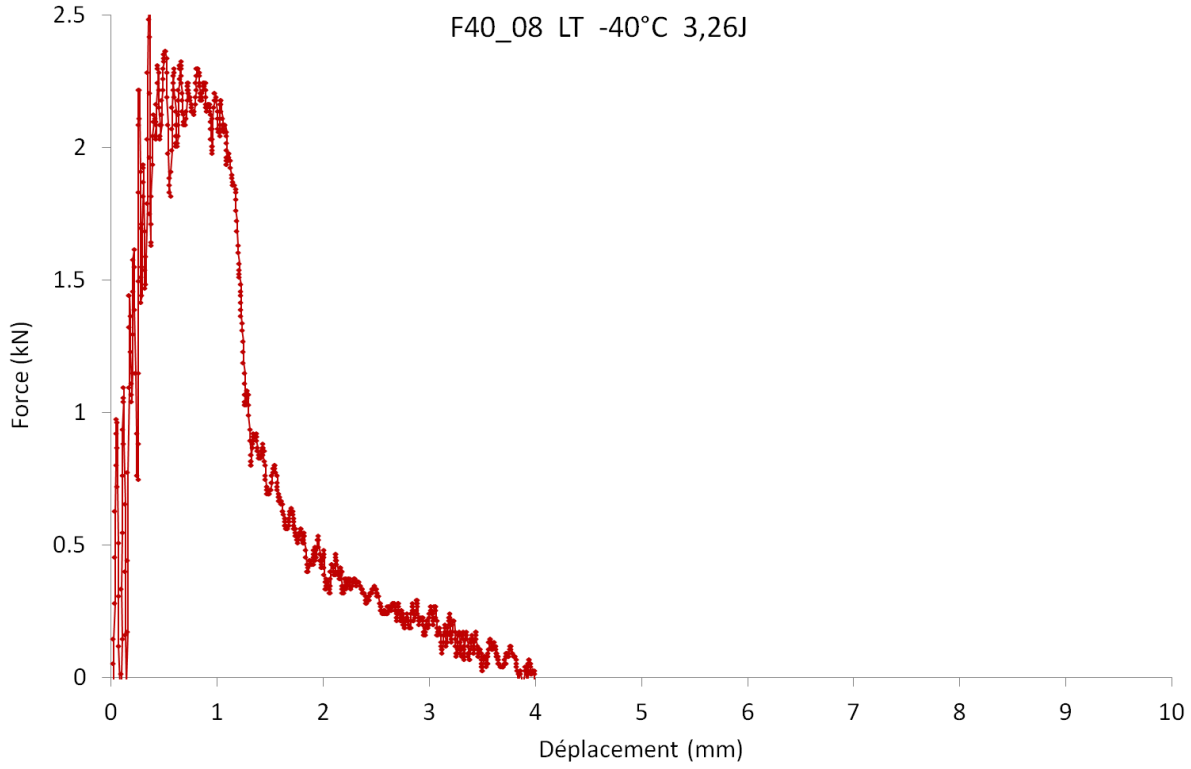


Figure A2-30 : Courbe force-déplacement correspondant à un essai de résilience mené sur la nuance F40 en sollicitation LT à -40°C.

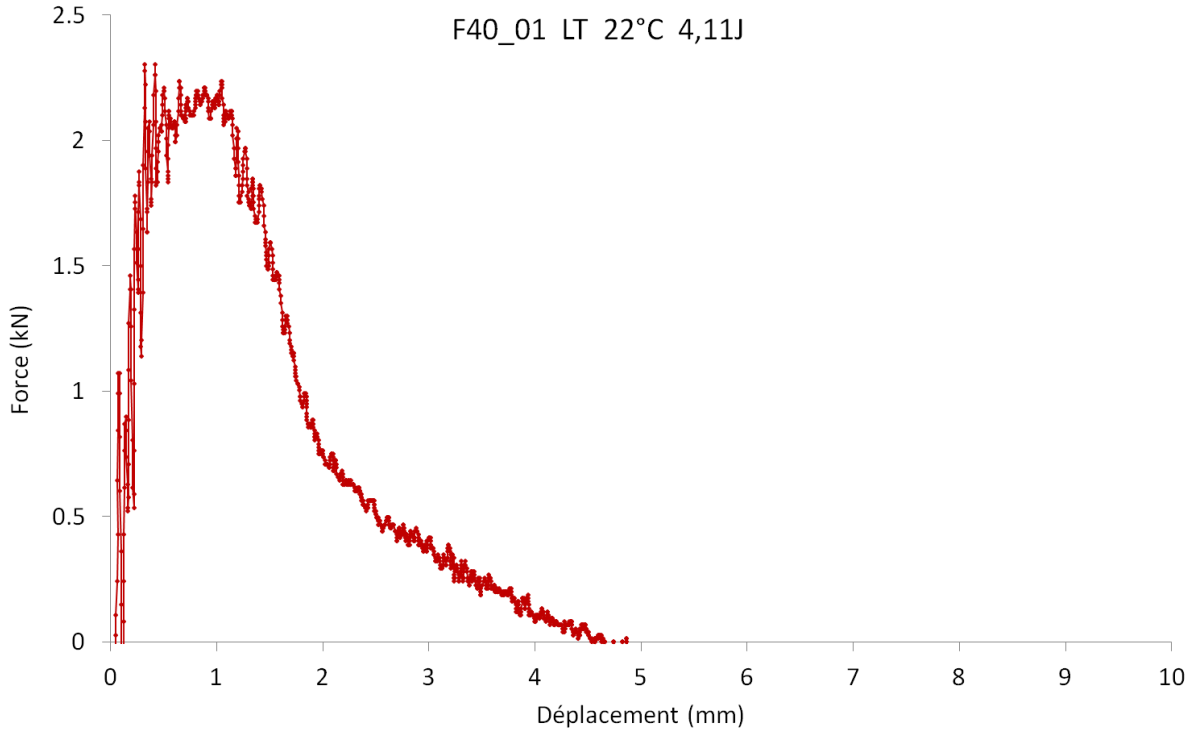


Figure A2-31 : Courbe force-déplacement correspondant à un essai de résilience mené sur la nuance F40 en sollicitation LT à +22°C.

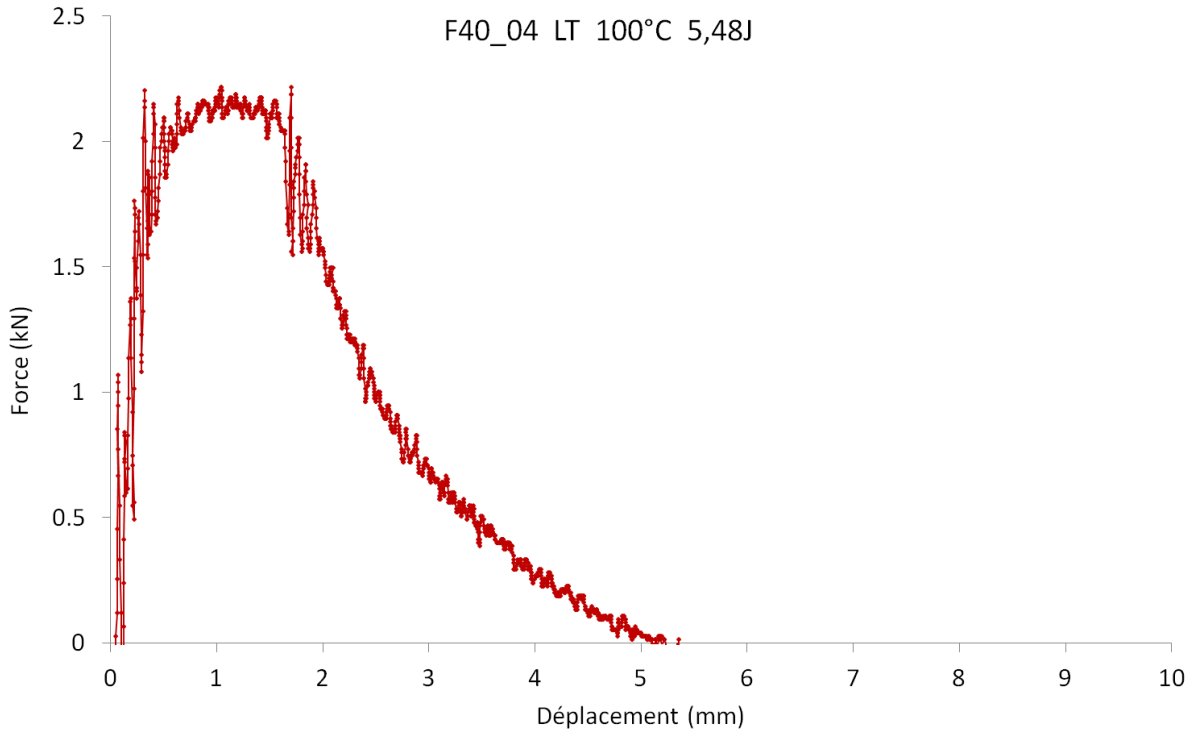


Figure A2-32 : Courbe force-déplacement correspondant à un essai de résilience mené sur la nuance F40 en sollicitation LT à +100°C.

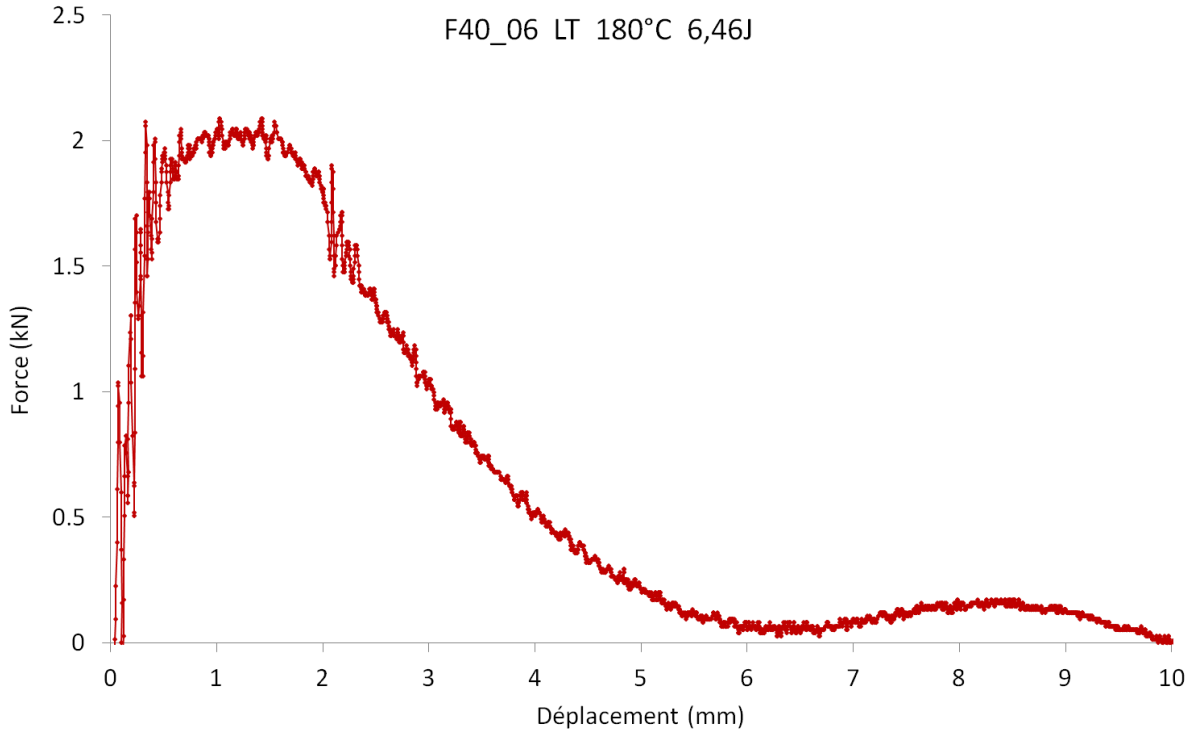


Figure A2-33 : Courbe force-déplacement correspondant à un essai de résilience mené sur la nuance F40 en sollicitation LT à +180°C.

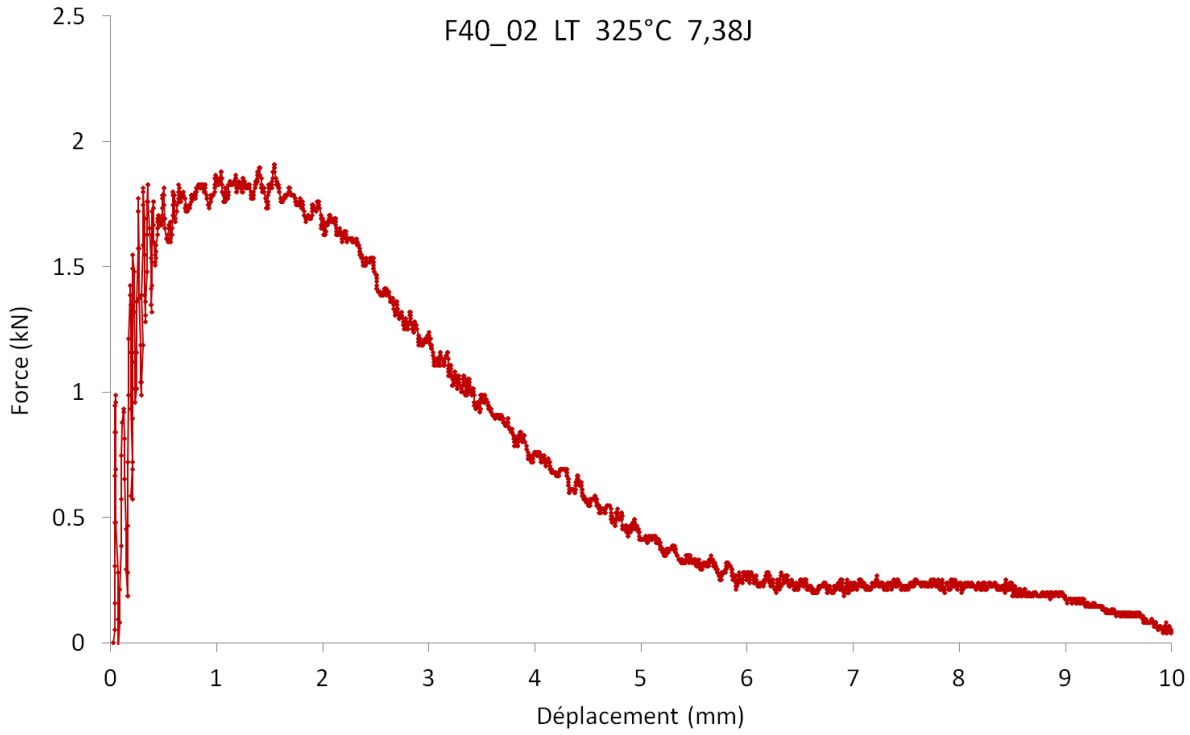


Figure A2-34 : Courbe force-déplacement correspondant à un essai de résilience mené sur la nuance F40 en sollicitation LT à +325°C.

Sollicitation TL

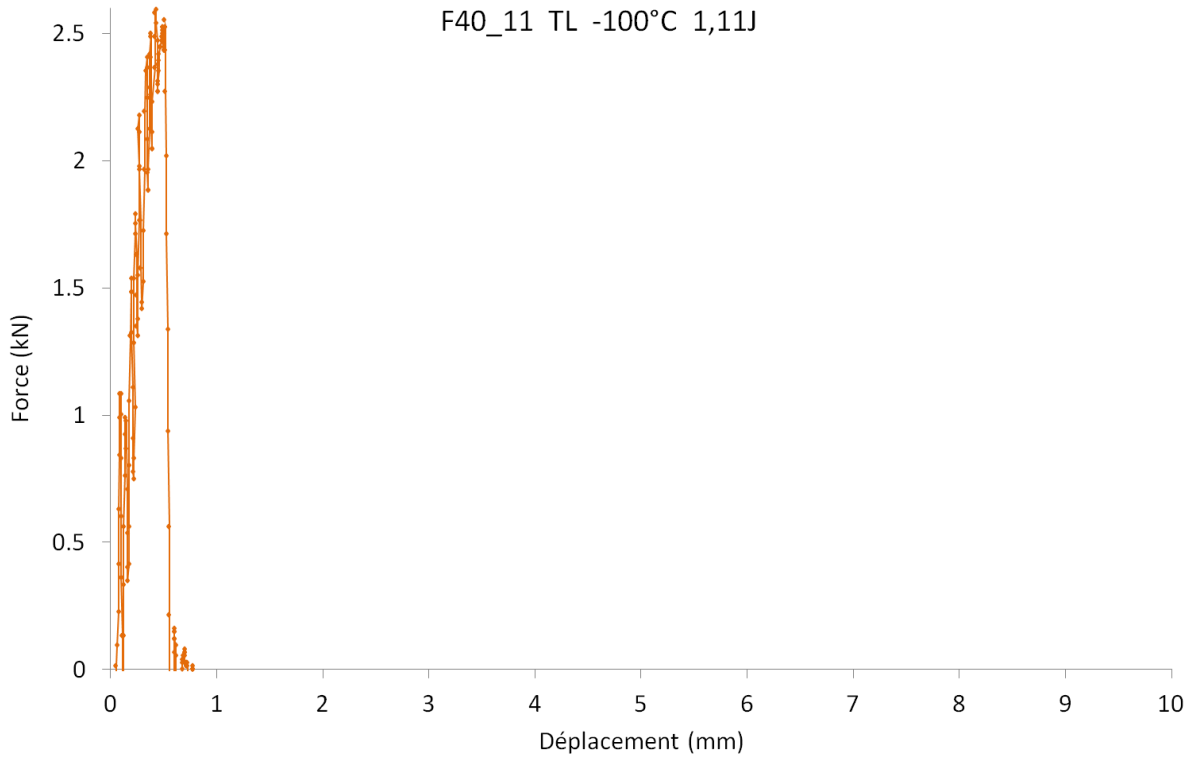


Figure A2-35 : Courbe force-déplacement correspondant à un essai de résilience mené sur la nuance F40 en sollicitation TL à -100°C.

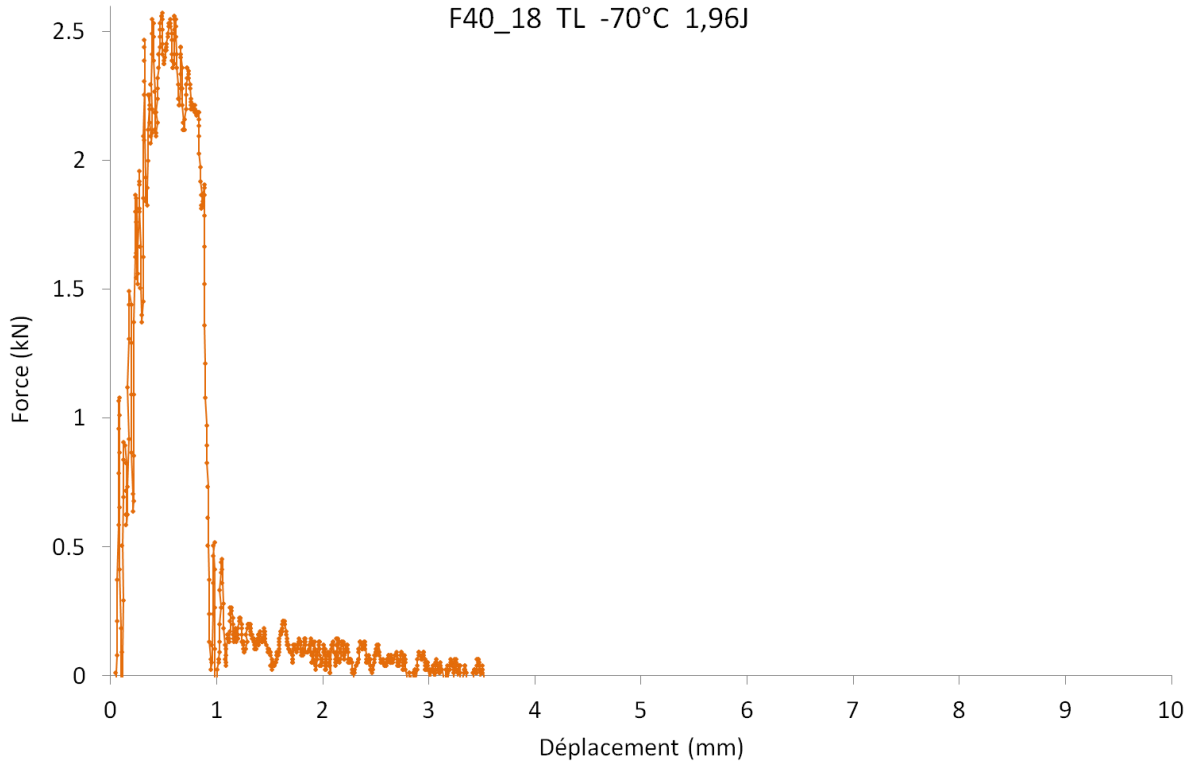


Figure A2-36 : Courbe force-déplacement correspondant à un essai de résilience mené sur la nuance F40 en sollicitation TL à -70°C.

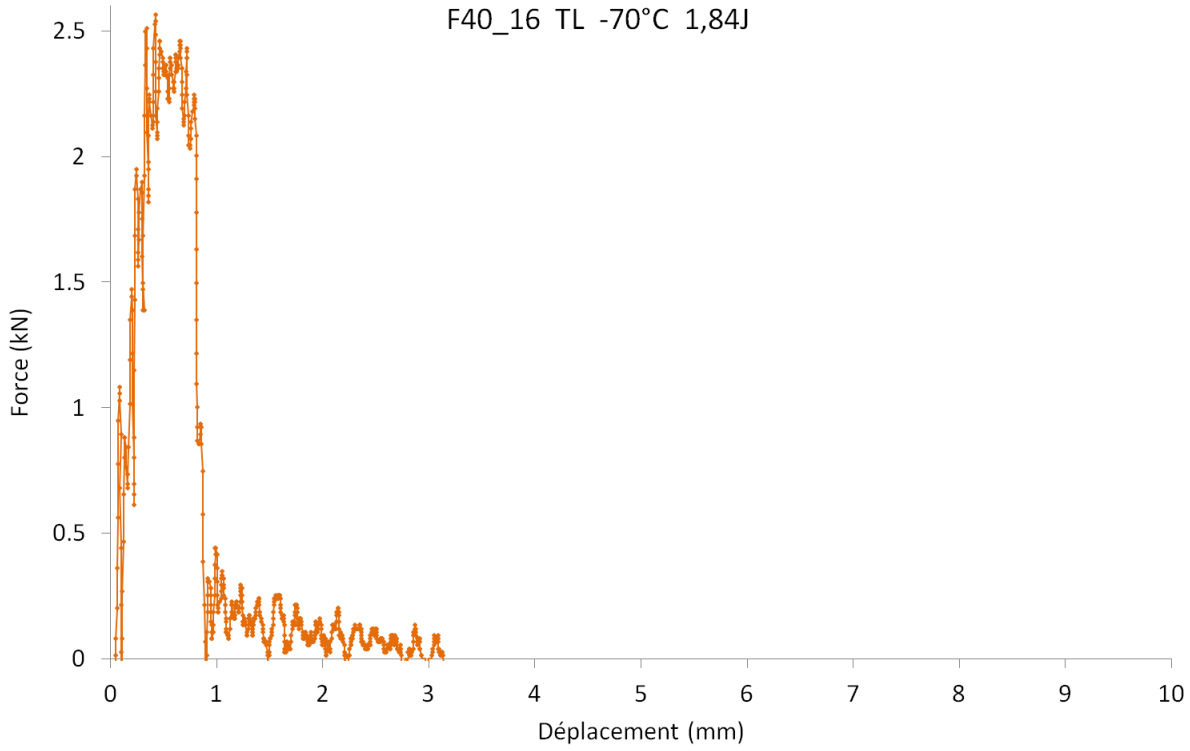


Figure A2-37 : Courbe force-déplacement correspondant à un essai de résilience mené sur la nuance F40 en sollicitation TL à -70°C.

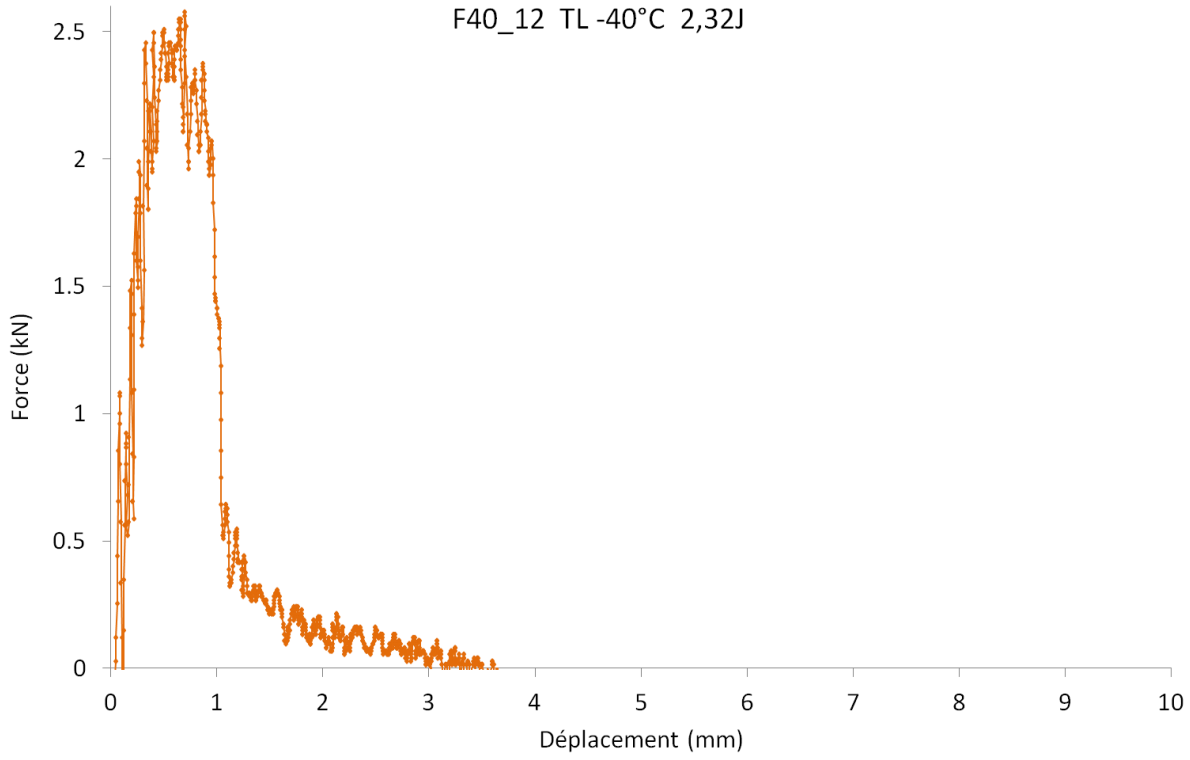


Figure A2-38 : Courbe force-déplacement correspondant à un essai de résilience mené sur la nuance F40 en sollicitation TL à -40°C.

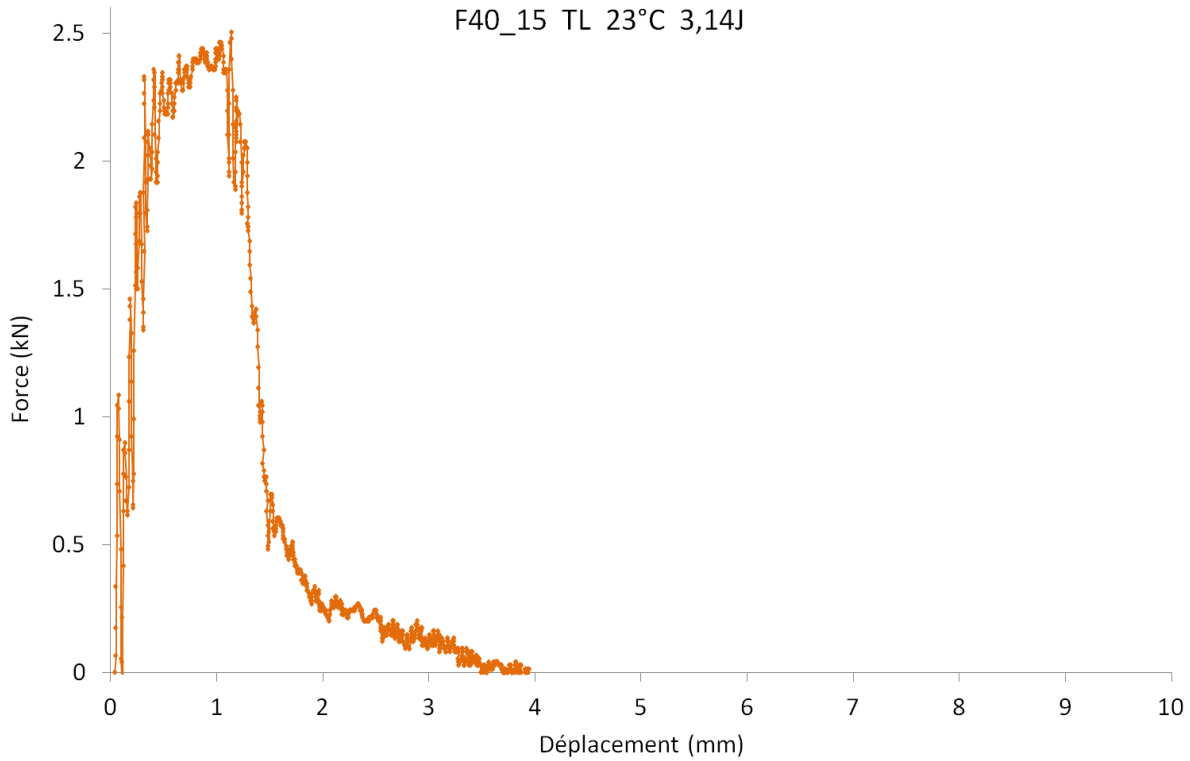


Figure A2-39 : Courbe force-déplacement correspondant à un essai de résilience mené sur la nuance F40 en sollicitation TL à +23°C.

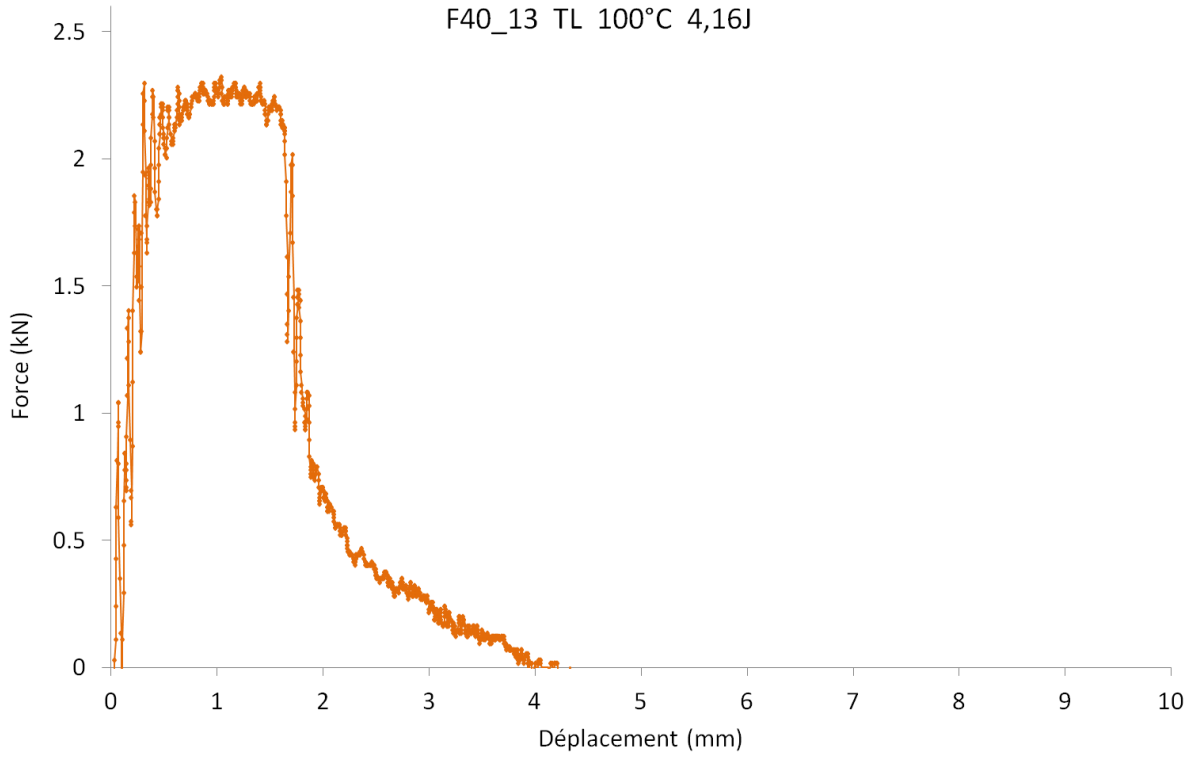


Figure A2-40 : Courbe force-déplacement correspondant à un essai de résilience mené sur la nuance F40 en sollicitation TL à +100°C.

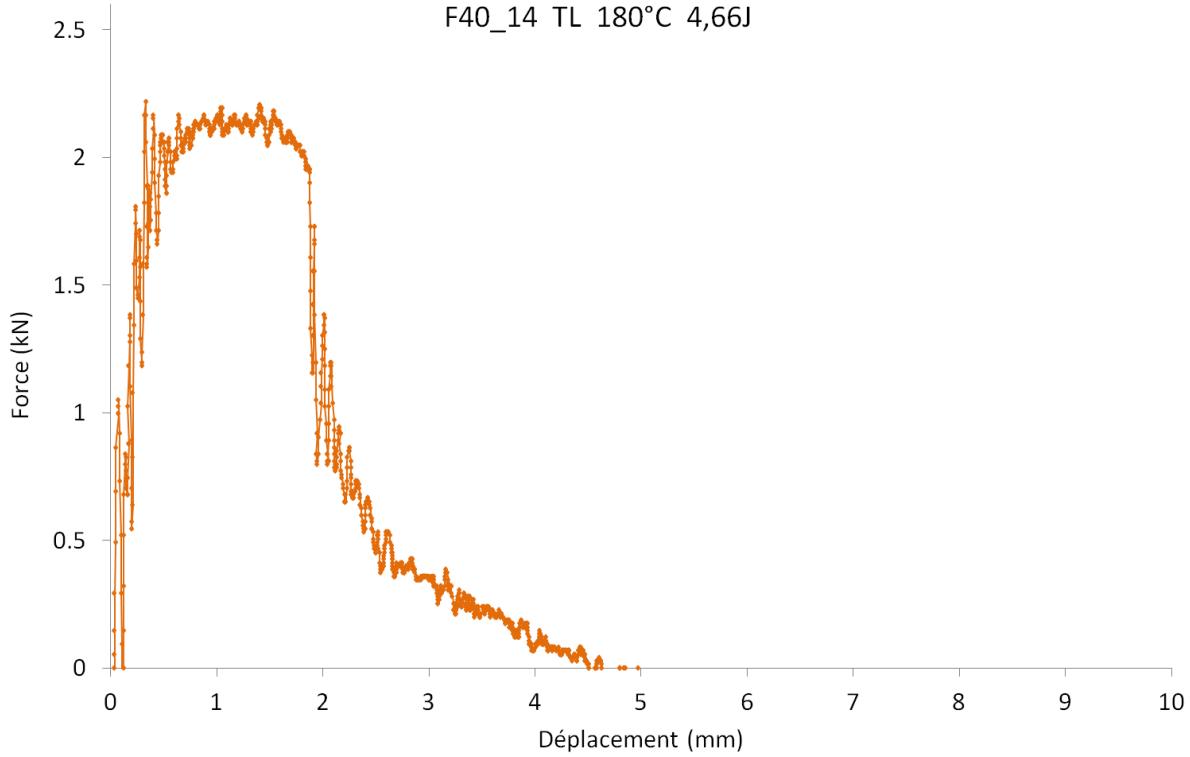


Figure A2-41 : Courbe force-déplacement correspondant à un essai de résilience mené sur la nuance F40 en sollicitation TL à +180°C.

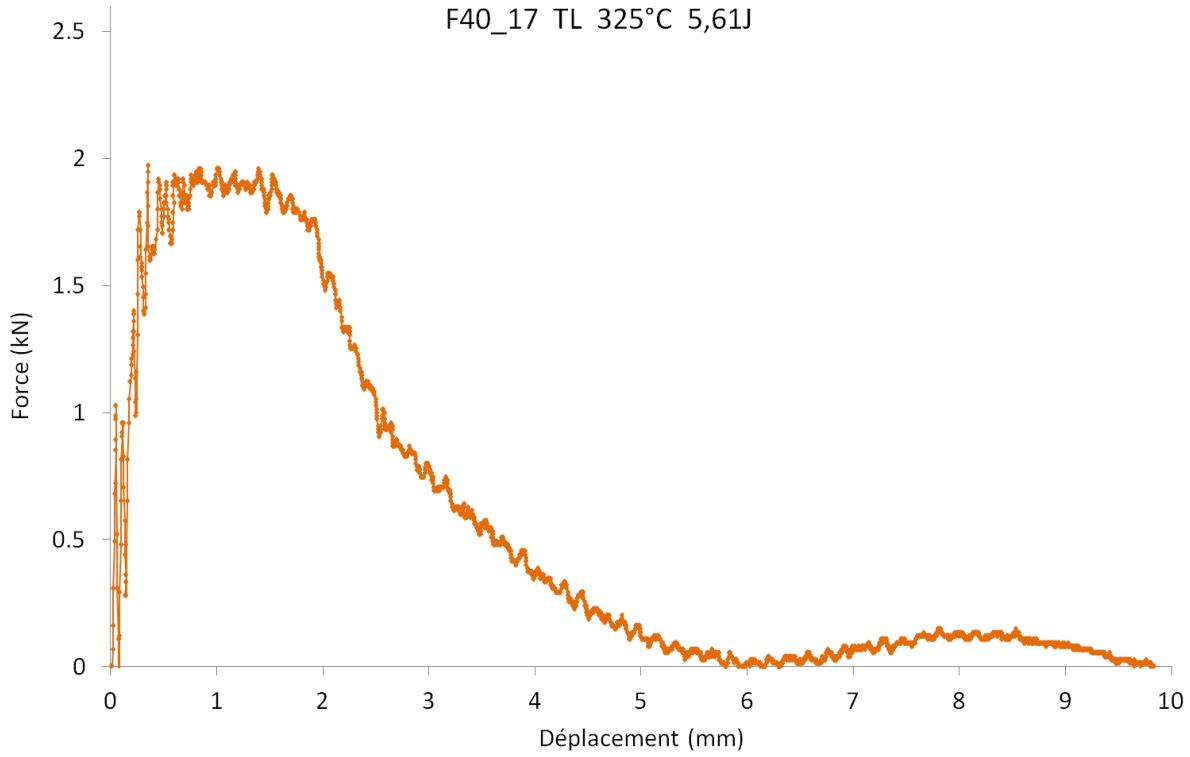


Figure A2-42 : Courbe force-déplacement correspondant à un essai de résilience mené sur la nuance F40 en sollicitation TL à +325°C.

d. Nuance d'acier ODS F43 à 14%Cr

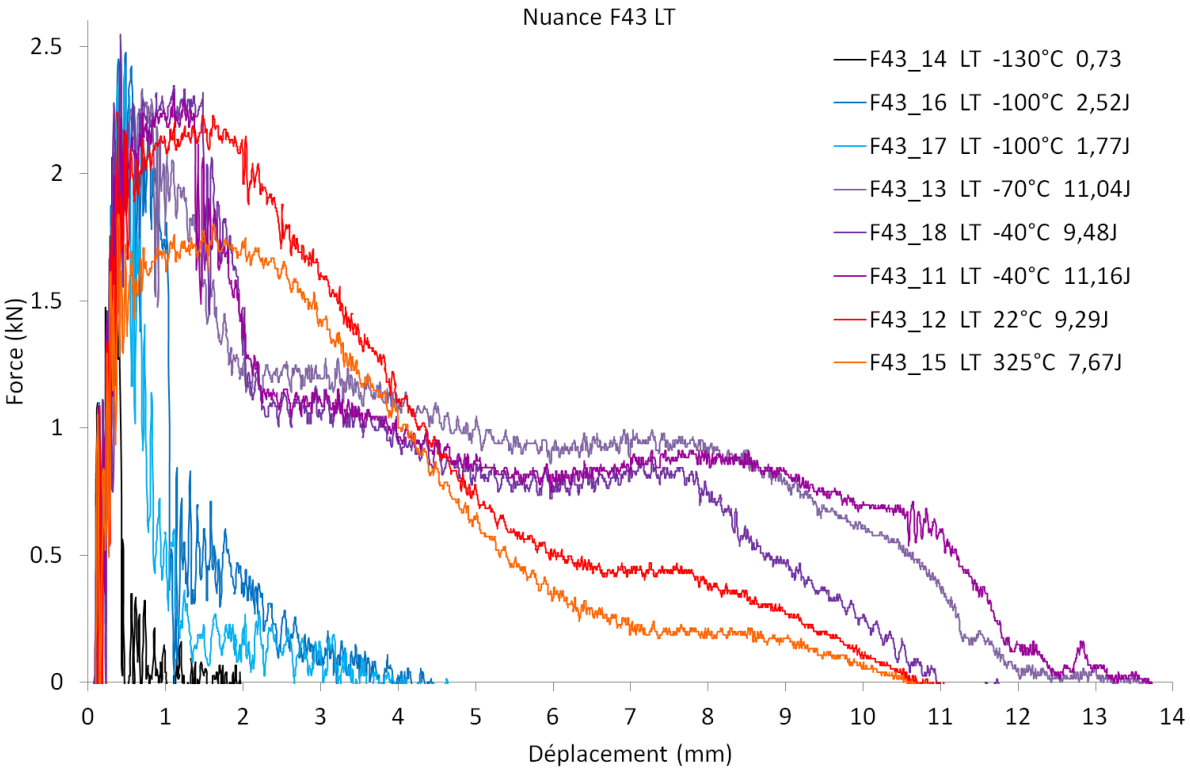


Figure A2-43 : Courbes force-déplacement correspondant aux essais de résilience menés sur la nuance F43 en sollicitation LT.

e. Nuance d'acier ODS F41 à 9%Cr

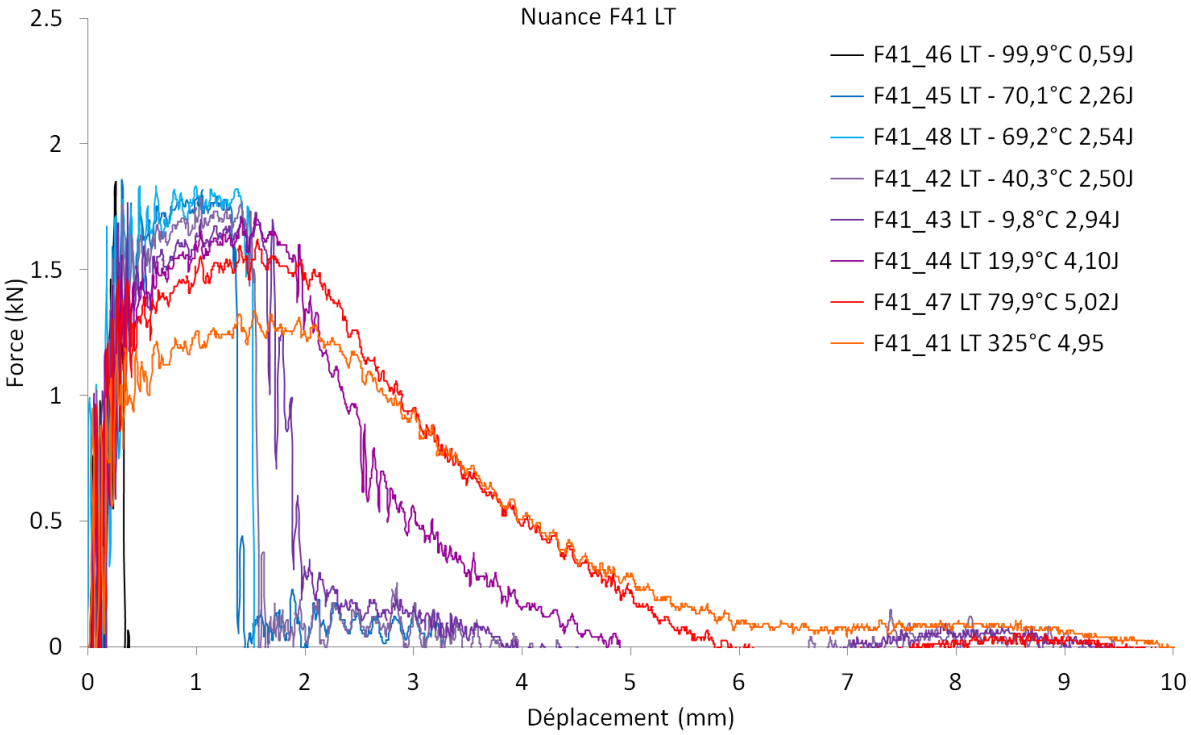


Figure A2-44 : Courbes force-déplacement correspondant aux essais de résilience menés sur la nuance F41 en sollicitation LT.

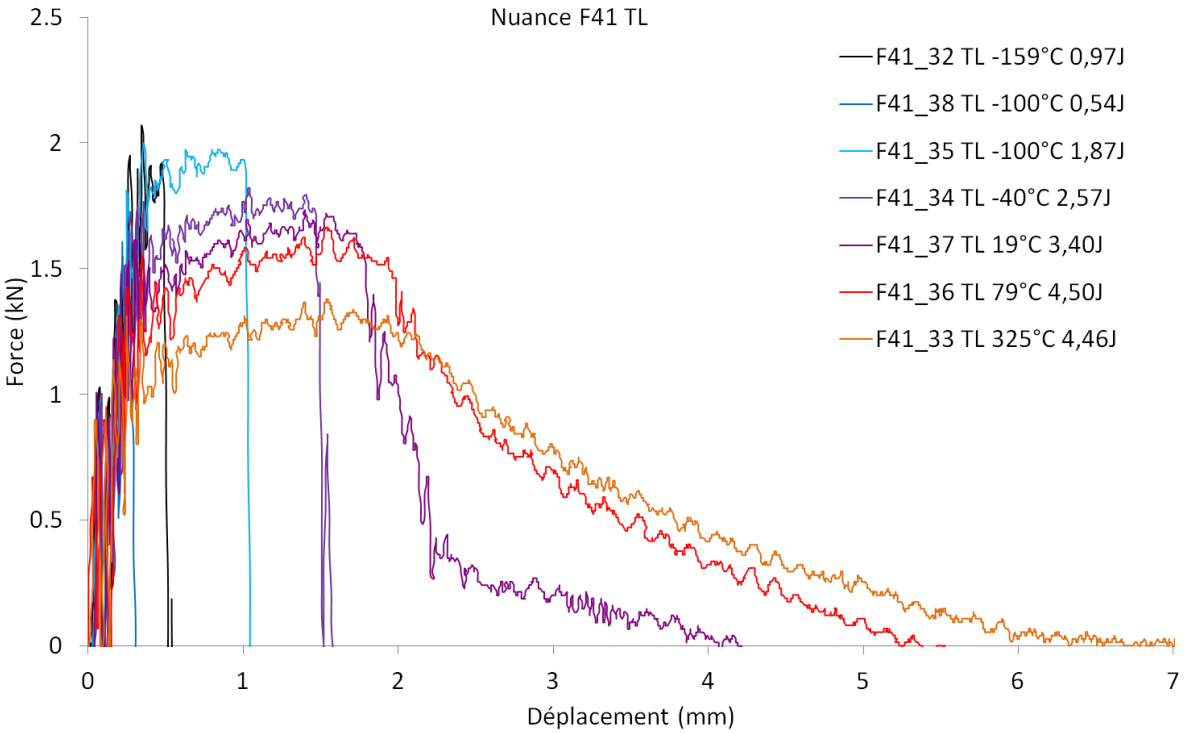


Figure A2-45 : Courbes force-déplacement correspondant aux essais de résilience menés sur la nuance F41 en sollicitation TL.

ANNEXE 3. Mesures des coefficients de striction sur les nuances J27 et J03 après vieillissement thermique

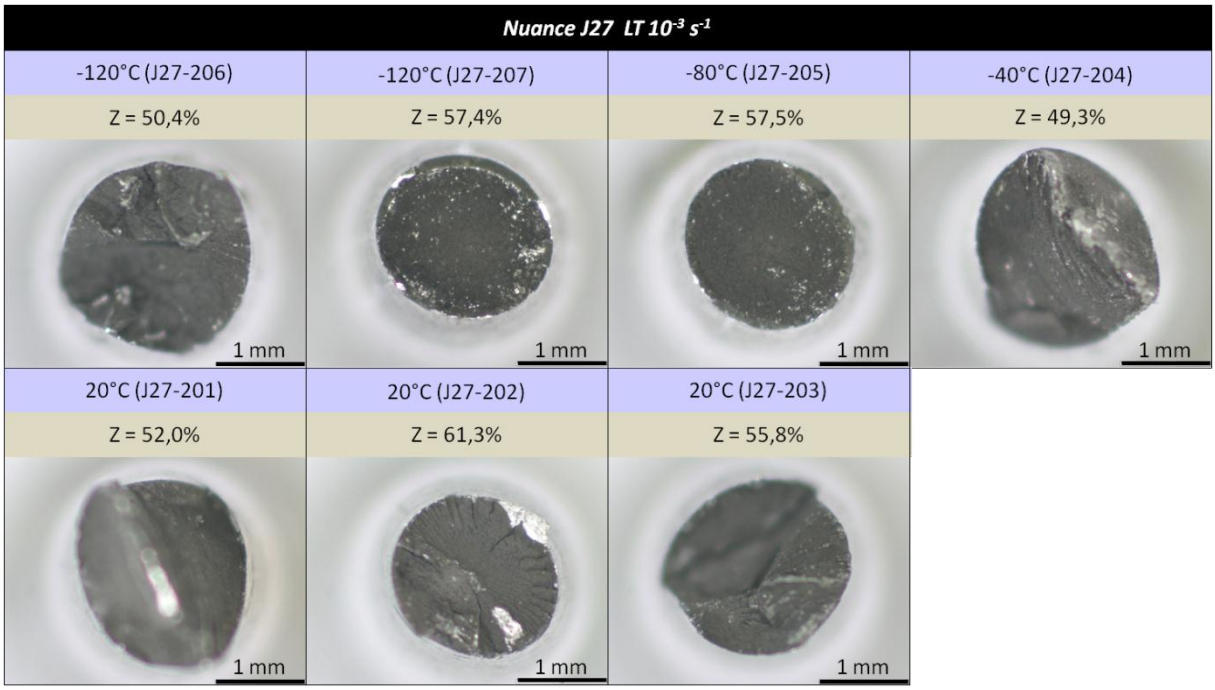


Figure A3-1 : Vues macroscopique des faciès de rupture et coefficients de striction de la nuance J27 testée en traction à basse température à la vitesse de déformation moyenne de 10^{-3} s^{-1}.

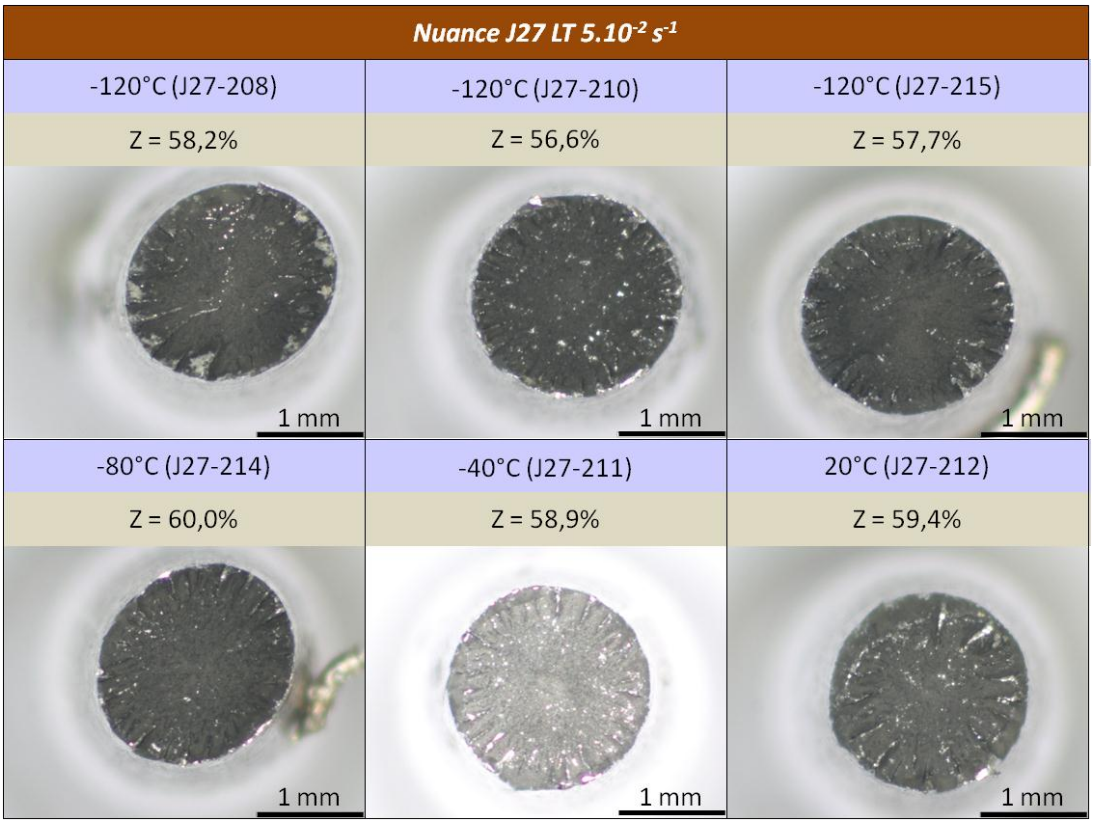


Figure A3-2 : Vues macroscopique des faciès de rupture et coefficients de striction de la nuance J27 testée en traction à basse température à la vitesse de déformation moyenne de 5.10^{-2} s^{-1}.

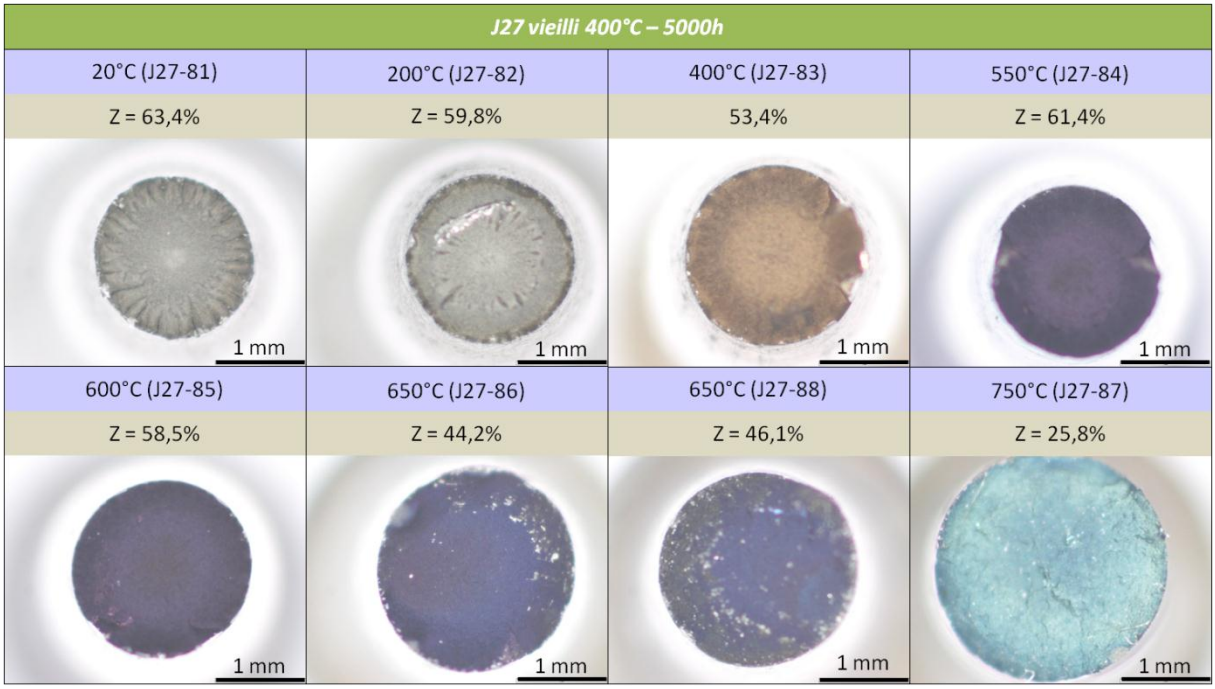


Figure A3-3 : Vues macroscopique des faciès de rupture et coefficients de striction de la nuance J27 vieillie à 400°C pendant 5000 heures et testée en traction à la vitesse de déformation moyenne de 10^{-3} s^{-1}.

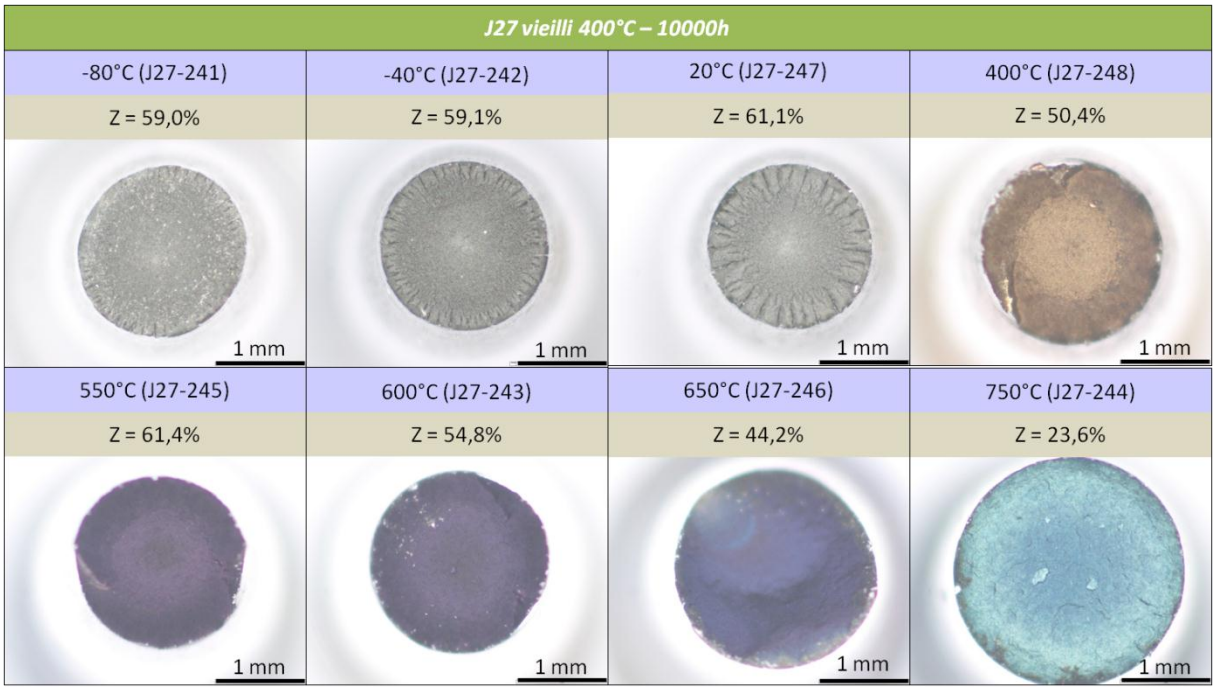


Figure A3-4 : Vues macroscopique des faciès de rupture et coefficients de striction de la nuance J27 vieillie à 400°C pendant 10000 heures et testée en traction à la vitesse de déformation moyenne de 10^{-3} s^{-1}.

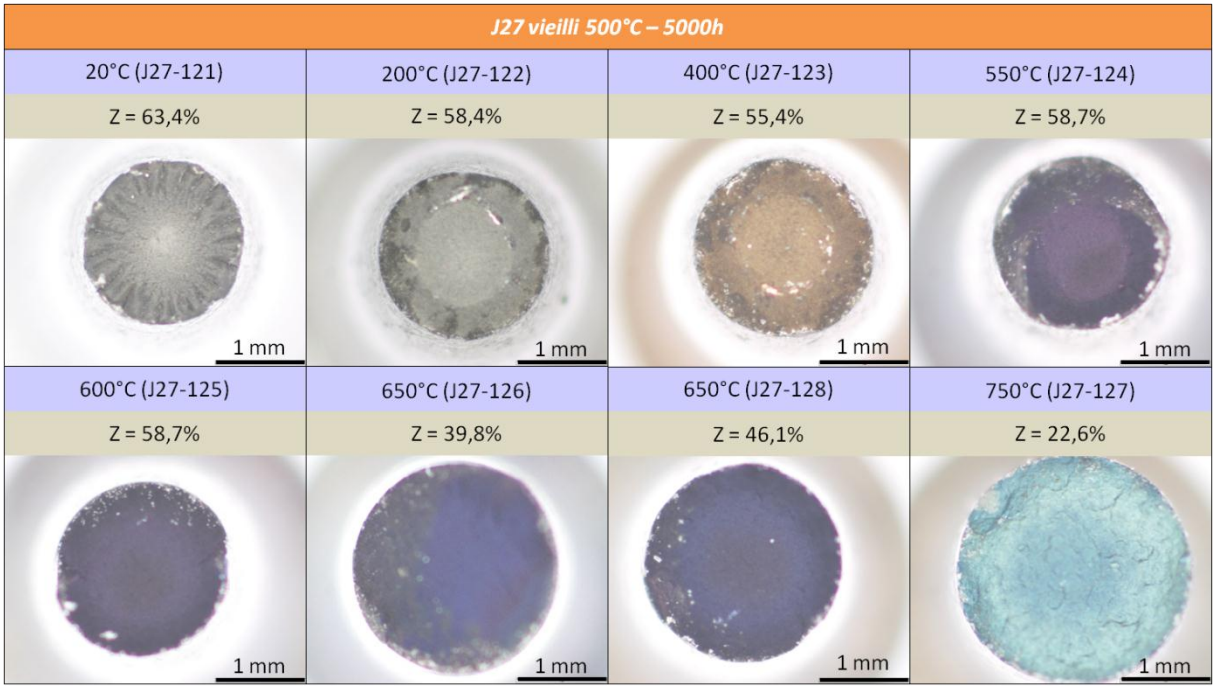


Figure A3-5 : Vues macroscopique des faciès de rupture et coefficients de striction de la nuance J27 vieillie à 500°C pendant 5000 heures et testée en traction à la vitesse de déformation moyenne de 10^{-3} s^{-1}.

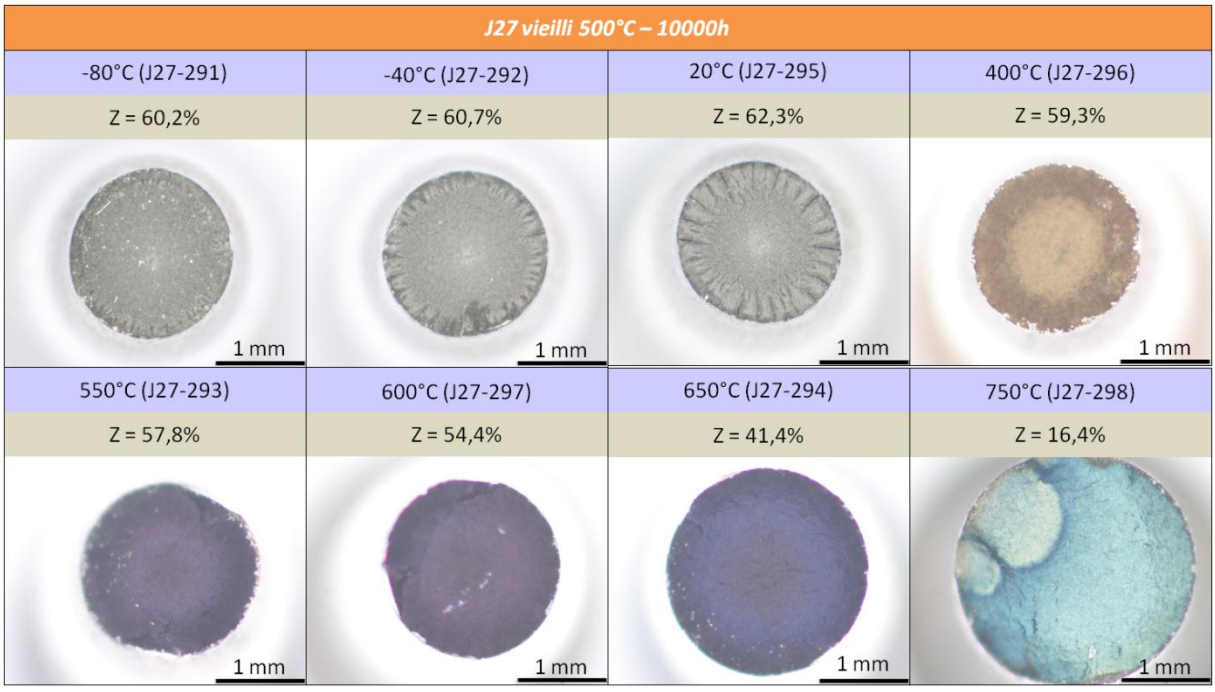


Figure A3-6 : Vues macroscopique des faciès de rupture et coefficients de striction de la nuance J27 vieillie à 500°C pendant 10000 heures et testée en traction à la vitesse de déformation moyenne de 10^{-3} s^{-1}.

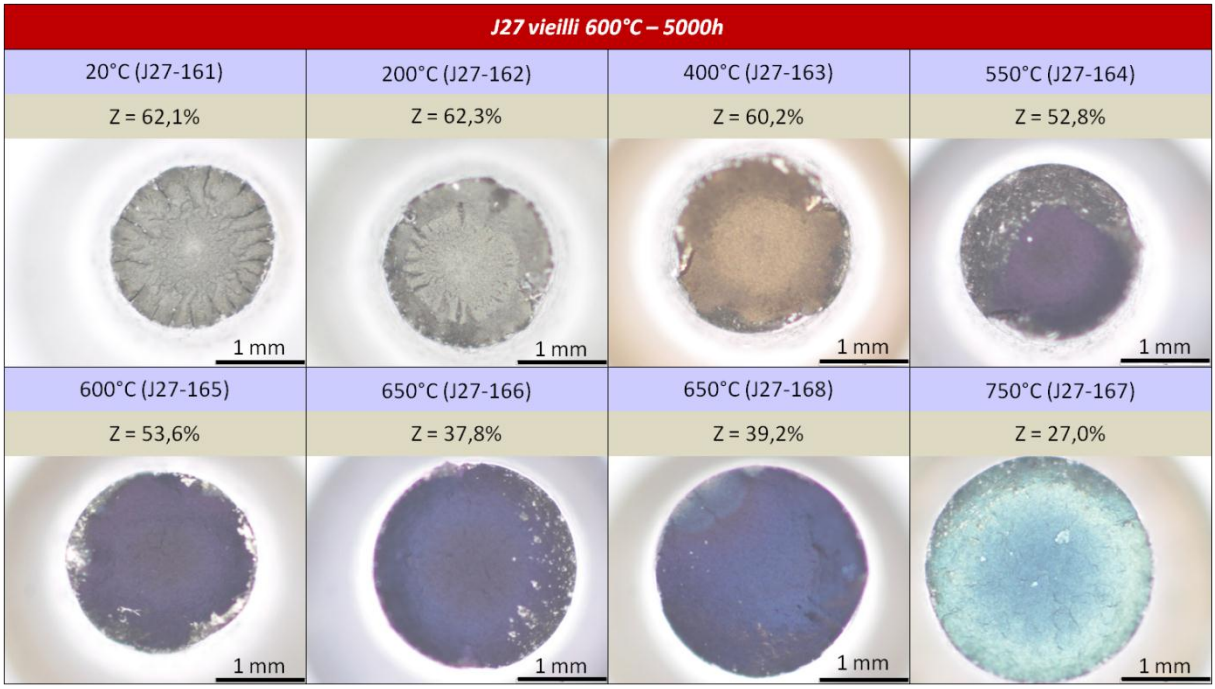


Figure A3-7 : Vues macroscopique des faciès de rupture et coefficients de striction de la nuance J27 vieillie à 600°C pendant 5000 heures et testée en traction à la vitesse de déformation moyenne de 10^{-3} s^{-1}.

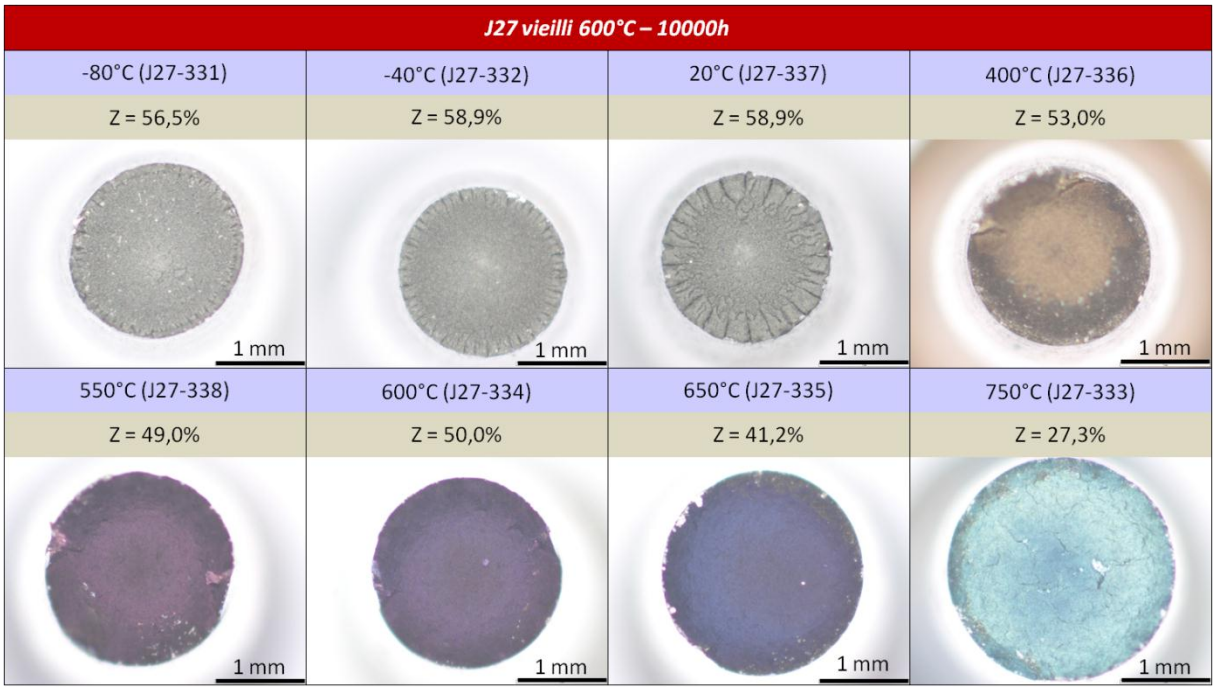


Figure A3-8 : Vues macroscopique des faciès de rupture et coefficients de striction de la nuance J27 vieillie à 600°C pendant 5000 heures et testée en traction à la vitesse de déformation moyenne de 10^{-3} s^{-1}.

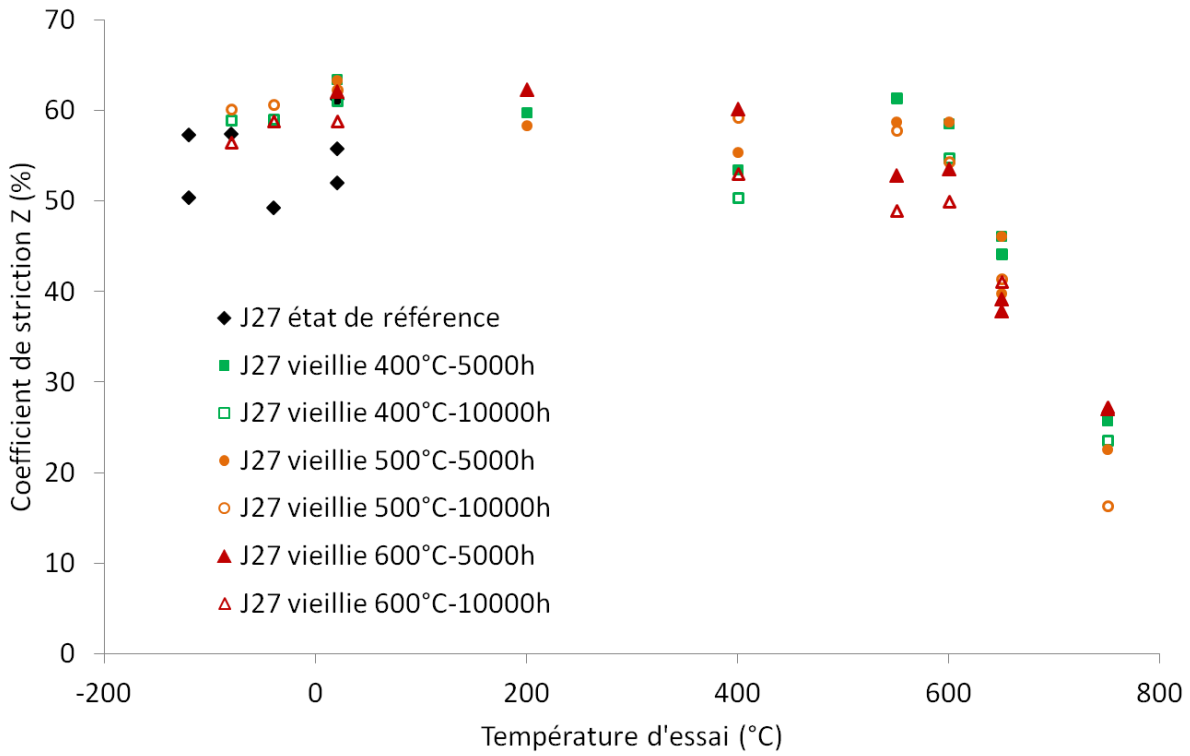


Figure A3-9 : Evolution du coefficient de striction avec la température d'essai de la nuance J27 après vieillissement thermique.

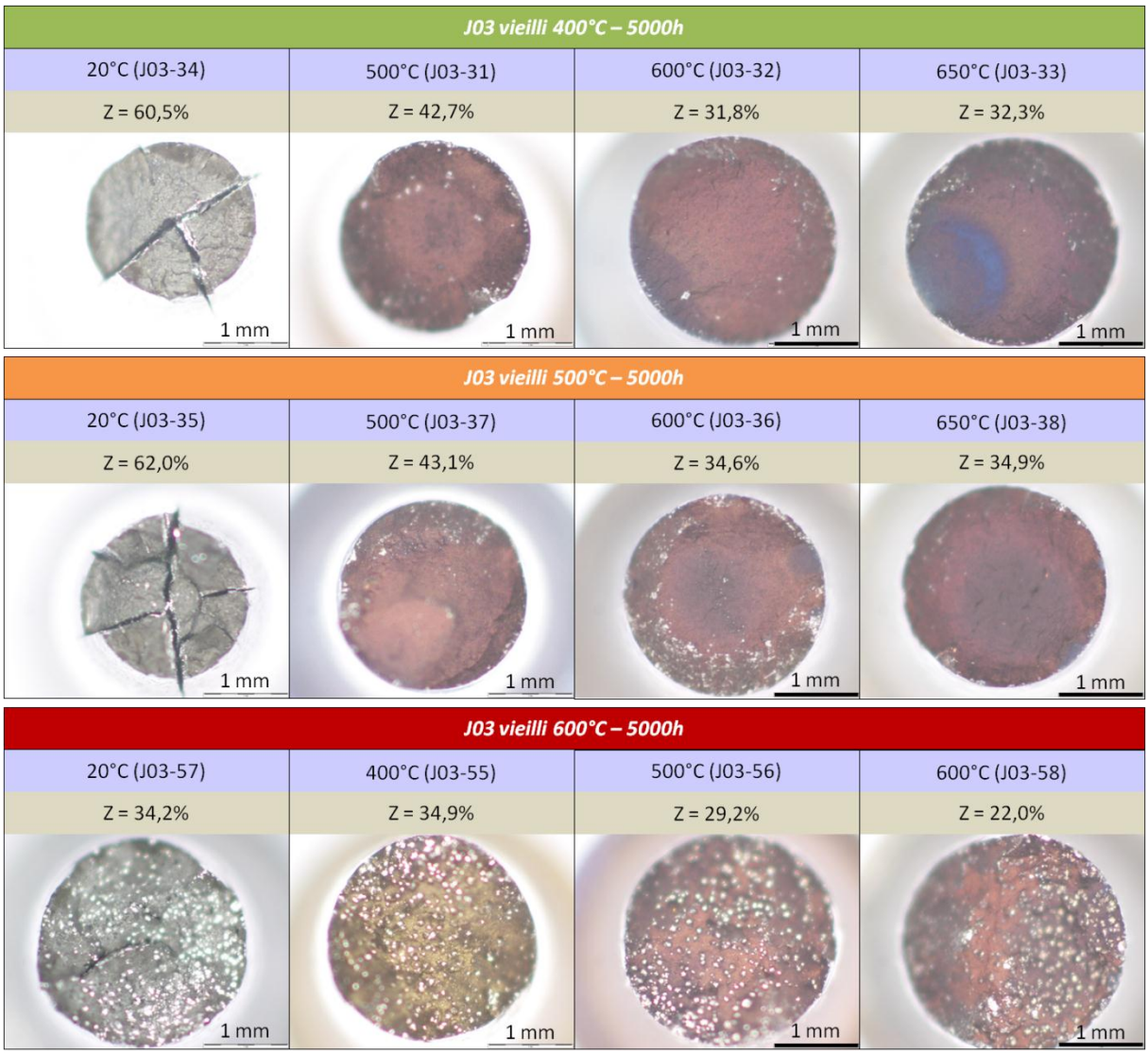


Figure A3-10 : Vues macroscopique des faciès de rupture et coefficients de striction de la nuance J03 vieillie à 400°C, 500°C et 600°C pendant 5000 heures et testée en traction à la vitesse de déformation de 10^{-3} s^{-1}.

ANNEXE 4. Mesures de DNPA sur la nuance J27

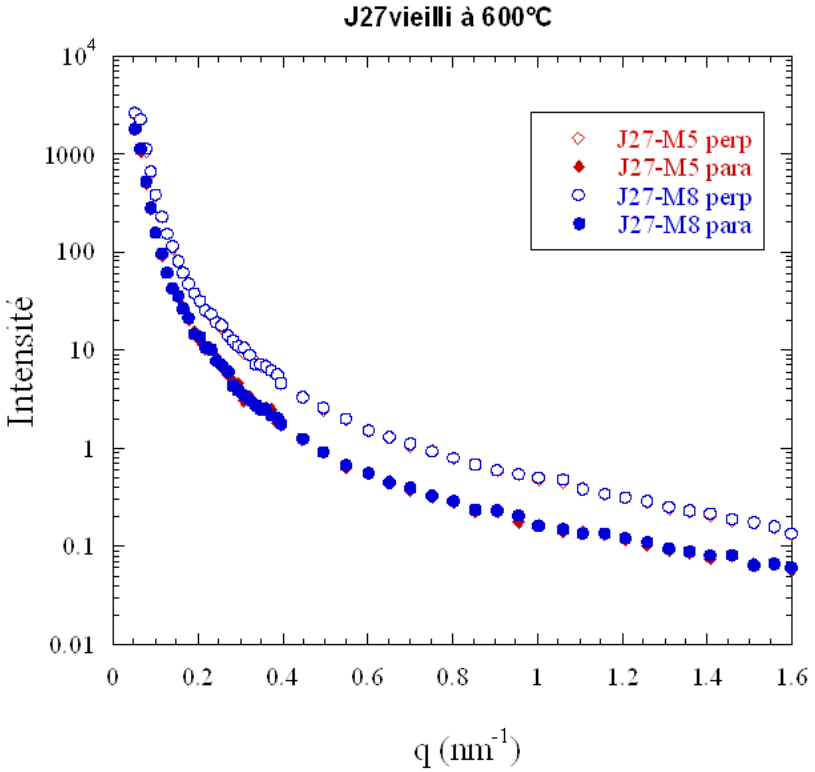


Figure A4-1 : Evolution de l'intensité diffusée selon les directions perpendiculaire et parallèle de la nuance J27 vieillie à 600°C pendant 5000 heures (J27-M5) et pendant 10000 heures (J27-M8).

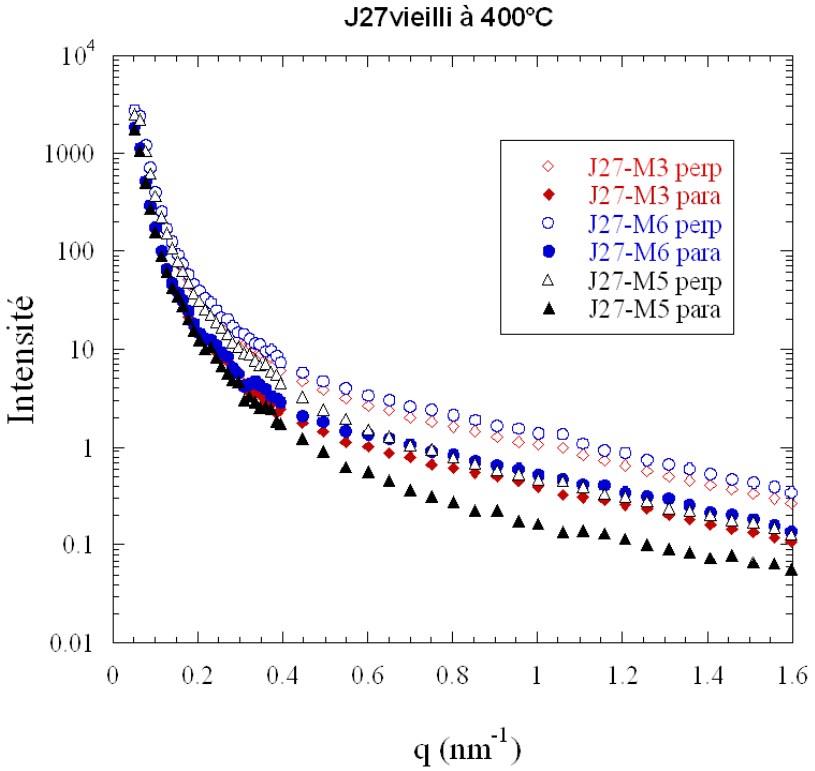


Figure A4-2 : Evolution de l'intensité diffusée selon les directions perpendiculaire et parallèle de la nuance J27 vieillie à 600°C pendant 5000 heures (J27-M5), et à 400°C pendant 5000 (J27-M3) et 10000 heures (J27-M6). L'état vieilli à 600°C pendant 5000 heures est considéré comme étant la référence car pas d'évolution entre 5000 et 10000 heures.

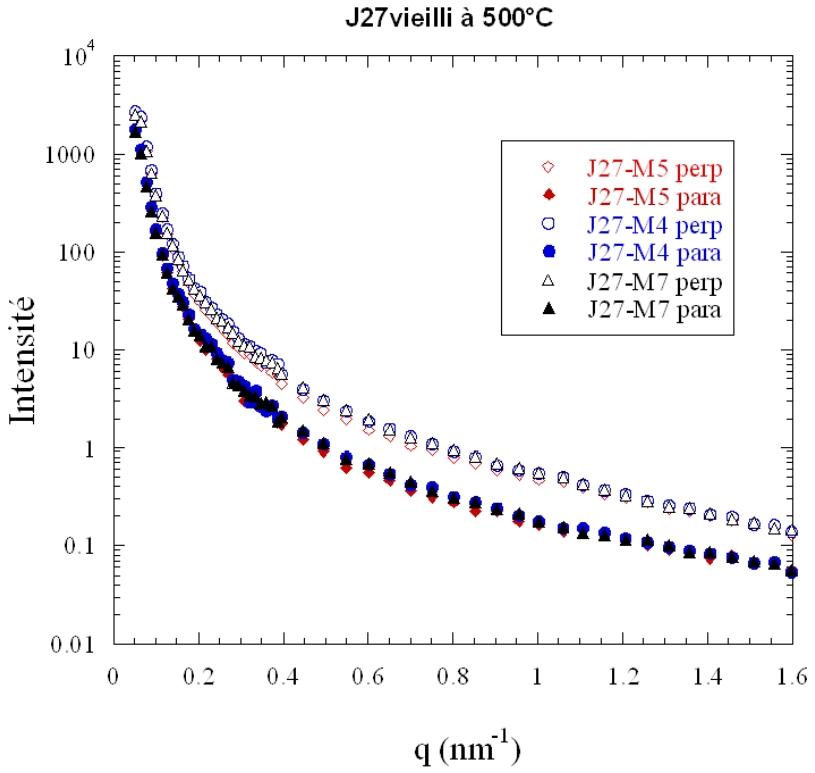


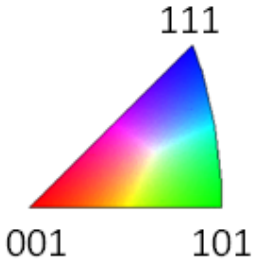
Figure A4-3 : Evolution de l'intensité diffusée selon les directions perpendiculaire et parallèle de la nuance J27 vieillie à 500°C pendant 5000 heures (J27-M4) et pendant 10000 heures (J27-M7). L'état vieilli à 600°C pendant 5000 heures (J27-M5) est considéré comme la référence.

Tableau A4-1 : Taille et fraction volumique des nano-renforts $Y_2Ti_2O_7$ dans la nuance J27 après vieillissement thermique.

Echantillon	rayon moyen (nm)	écart-type	fraction volumique (%)	rayon moyen (nm)	écart-type	fraction volumique (%)
J27-M3 (400°C-5000h)	6.3	2	0.25	2	0.3	1.25
J27-M6 (400°C-10000h)	6.3	2	0.6	1.8	0.4	1.25
J27-M4 (500°C-5000h)	5.5	1.7	0.6	1.6	0.5	1.4
J27-M7 (500°C-10000h)	5.7	1.6	0.5	1.8	0.5	1.5

ANNEXE 5. Observations au MEB-FEG et cartographies EBSD de la nuance J27

Le code couleur ci-dessous est le même pour toutes les cartographies présentées dans cette partie.



Cartographies de la microstructure

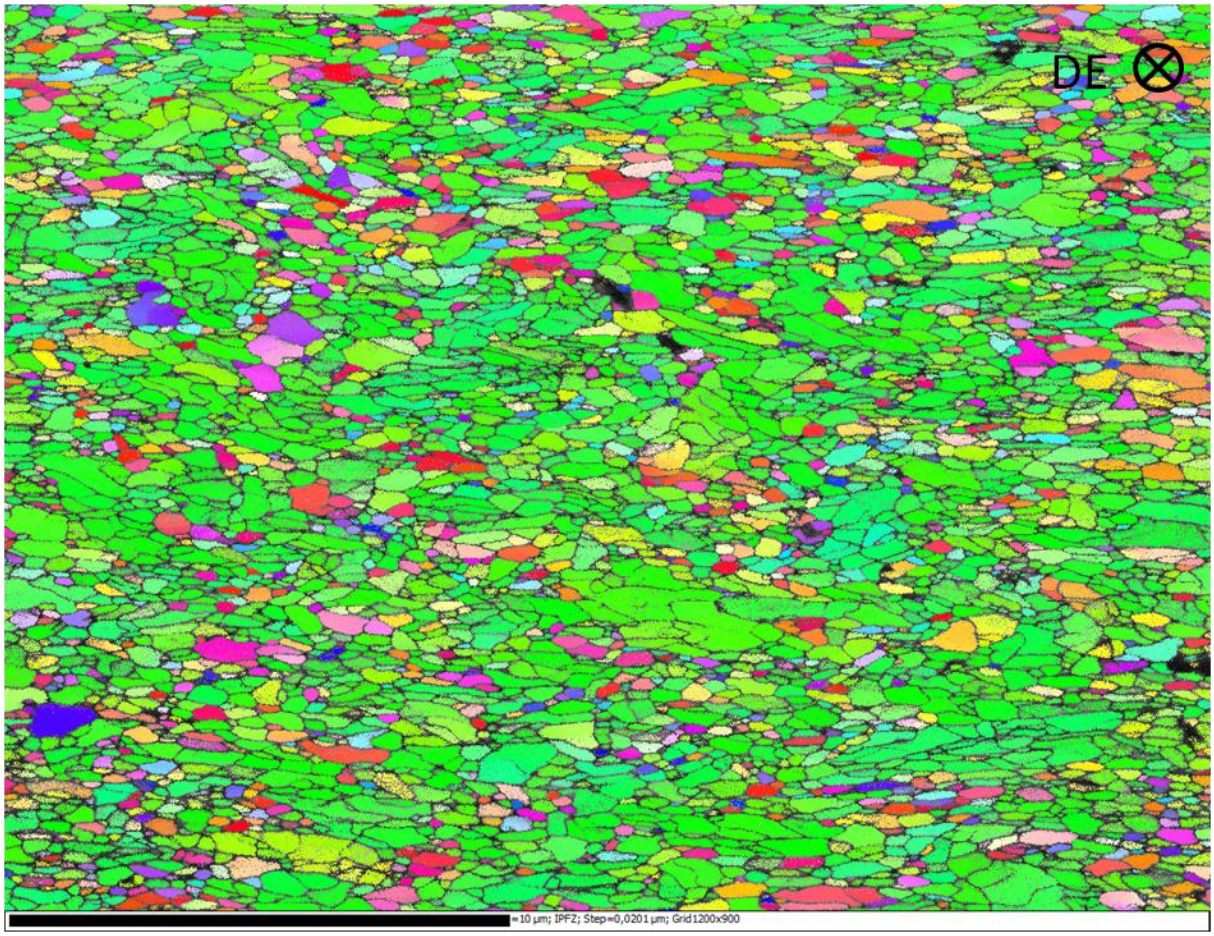


Figure A5-1 : Cartographie dans le plan transverse selon la direction z, qui est confondue ici avec la direction de filage (DE).

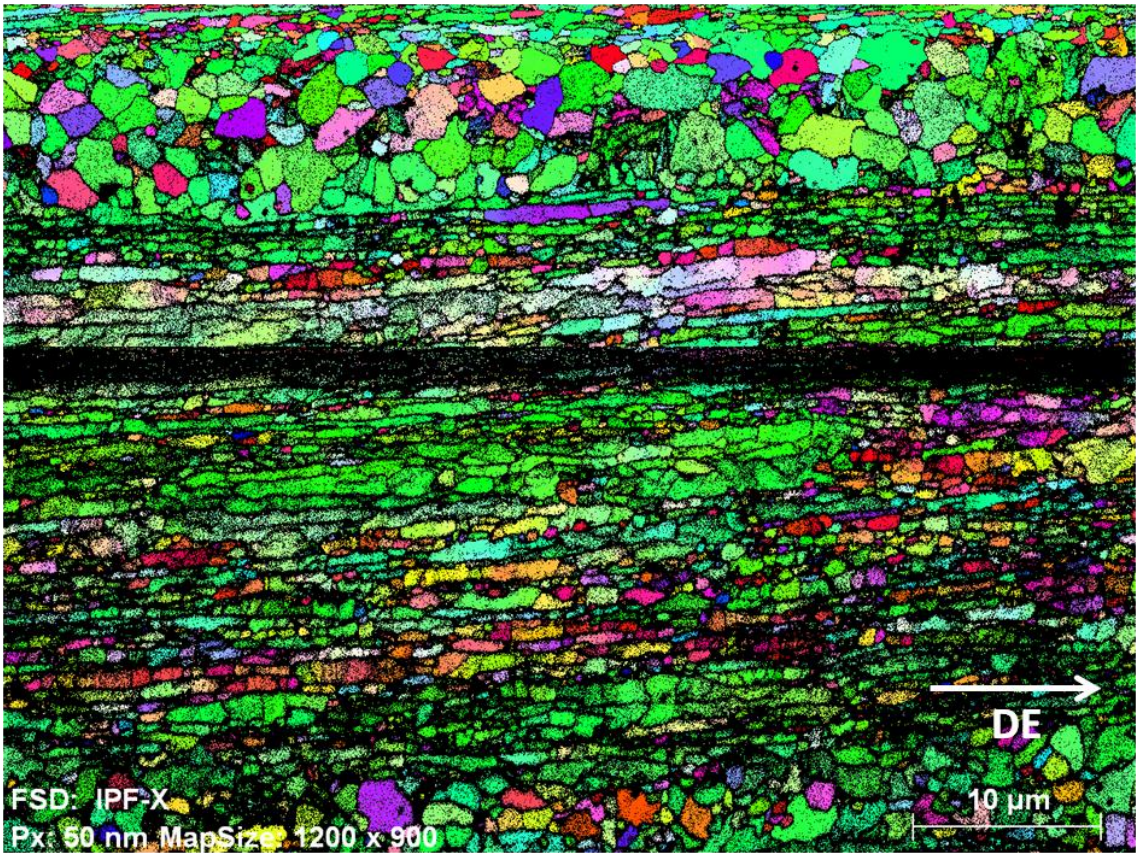


Figure A5-2 : Cartographie dans le plan longitudinal selon la direction x, qui est confondue ici avec la direction de filage (DE).

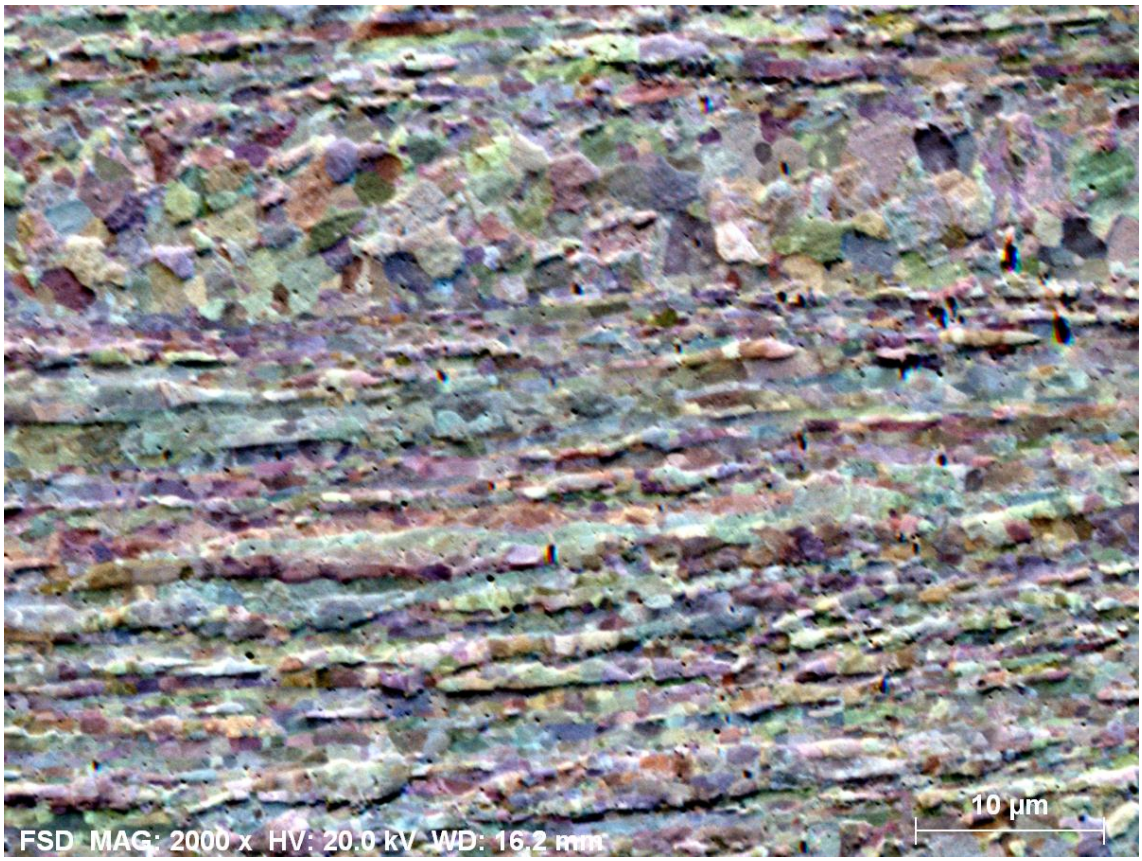


Figure A5-3 : Cliché réalisé au MEB-FEG correspondant à la zone cartographiée sur la Figure A3-2.

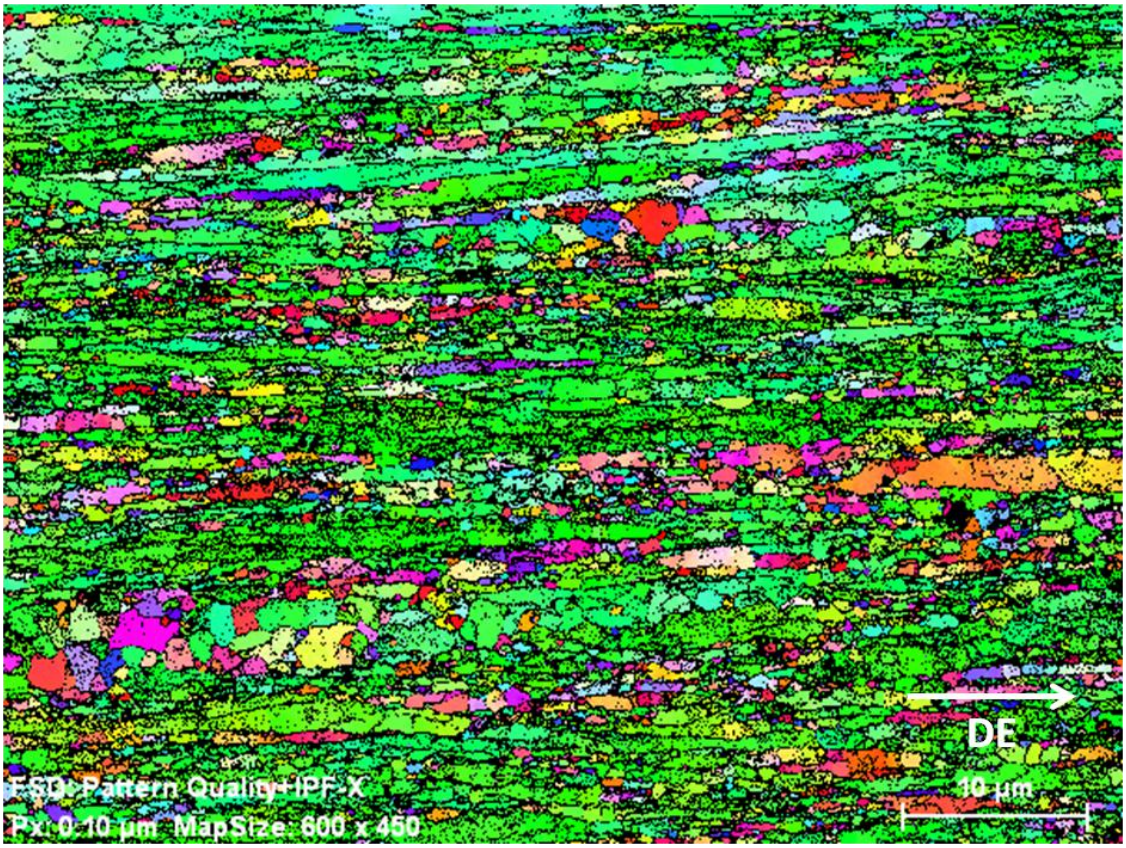


Figure A5-4 : Cartographie dans le plan longitudinal selon la direction x, qui est confondue ici avec la direction de filage (DE).

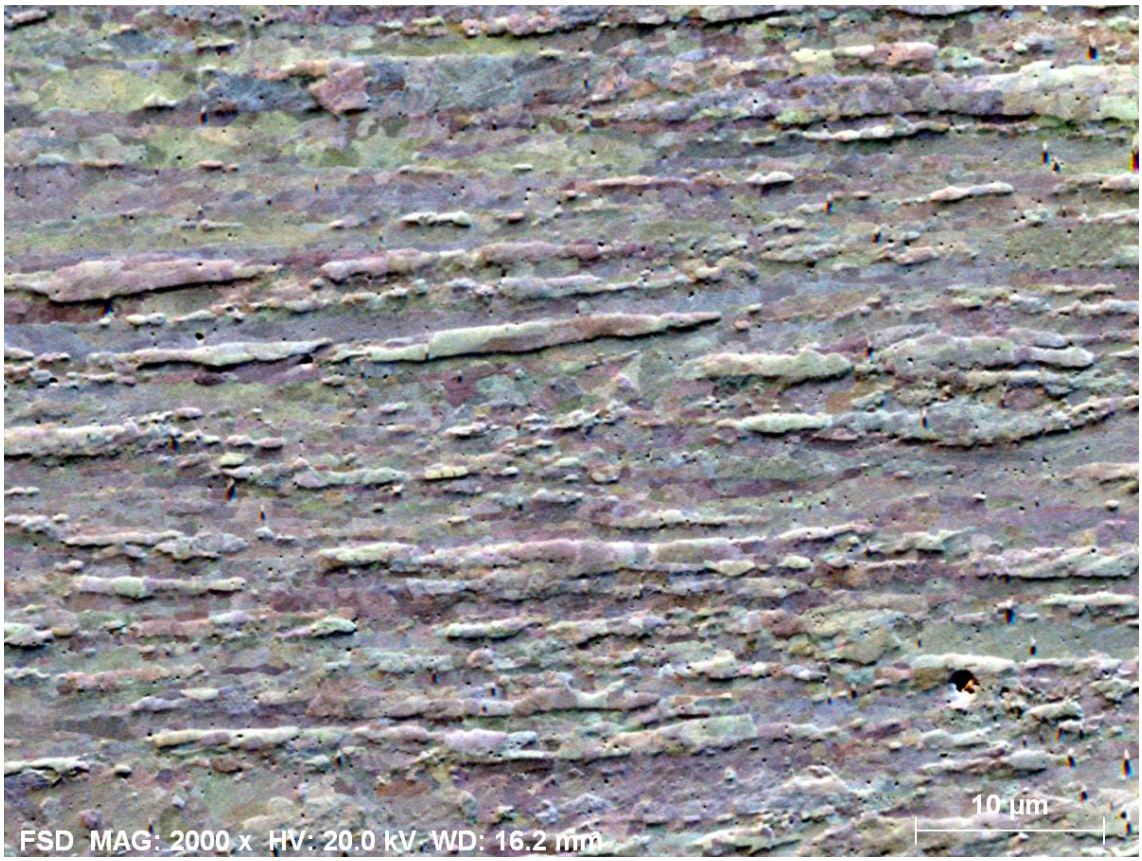


Figure A5-5 : Cliché réalisé au MEB-FEG correspondant à la zone cartographiée sur la Figure A3-4.

Cartographies autour de la fissure de bifurcation observée dans le chapitre IV

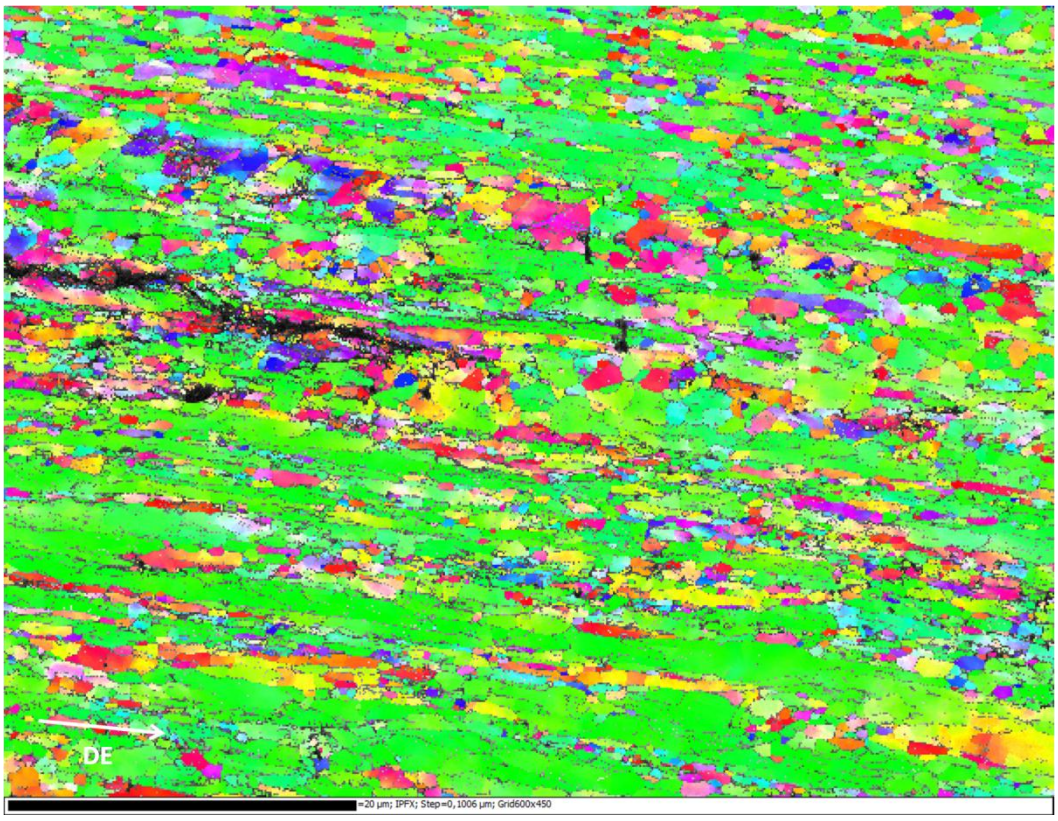


Figure A5-6 : Cartographie de la fissure de bifurcation décrite dans le chapitre IV dans le plan longitudinal selon la direction x, qui est confondue ici avec la direction de filage (DE).

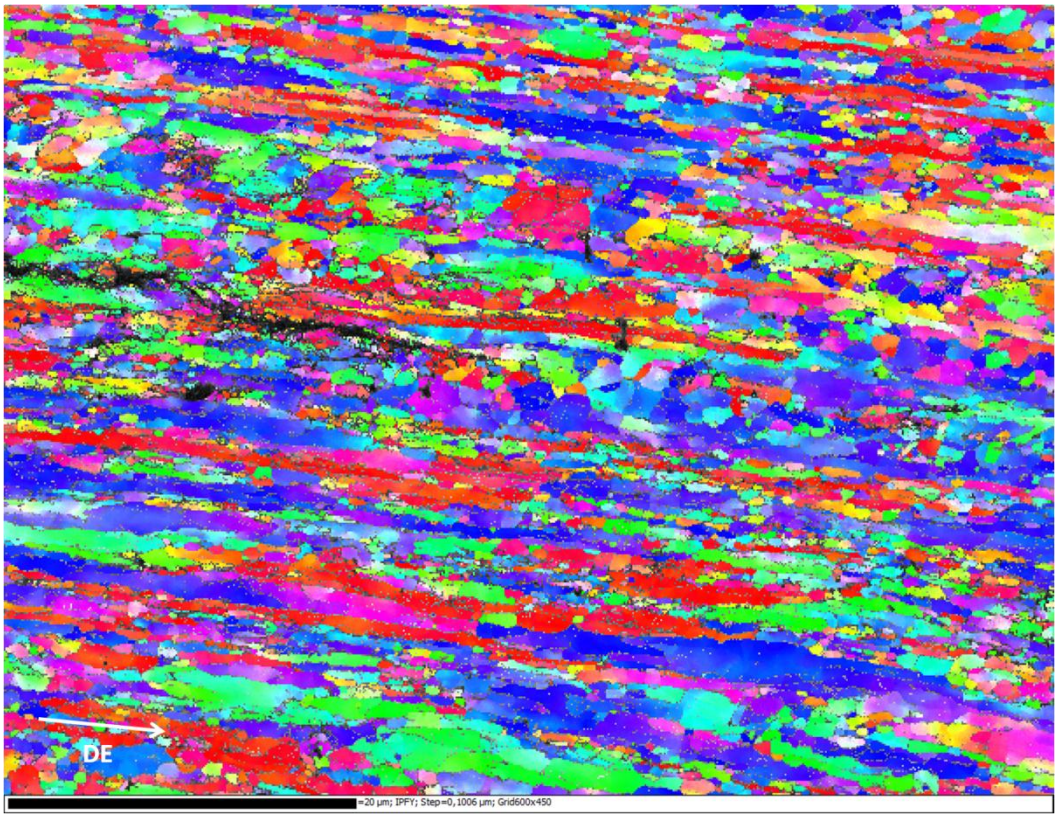


Figure A5-7 : Cartographie de la fissure de bifurcation décrite dans le chapitre IV dans le plan longitudinal selon la direction y, qui est ici perpendiculaire à la direction de filage (DE), donc dirigée selon l'axe radial.

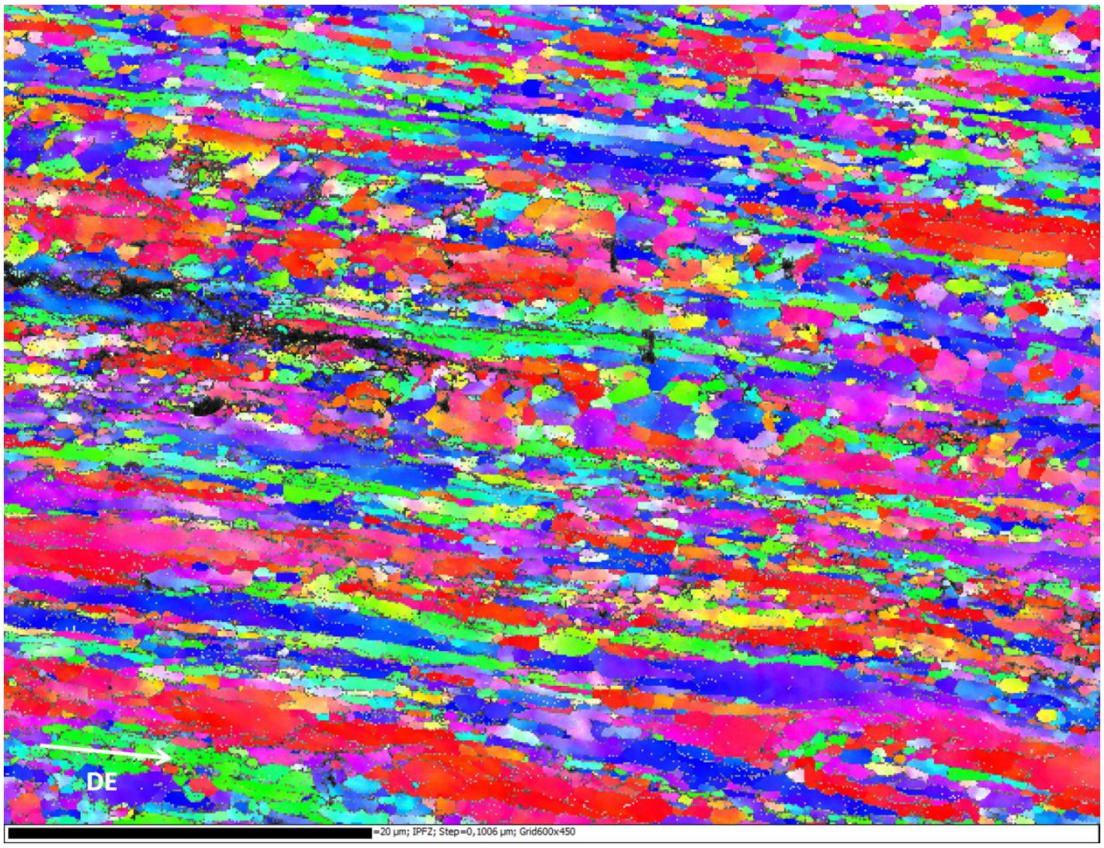


Figure A5-8 : Cartographie de la fissure de bifurcation décrite dans le chapitre IV dans le plan longitudinal selon la direction z, qui est ici perpendiculaire à la direction de filage (DE), donc dirigée selon l'axe radial comme pour l'axe y.

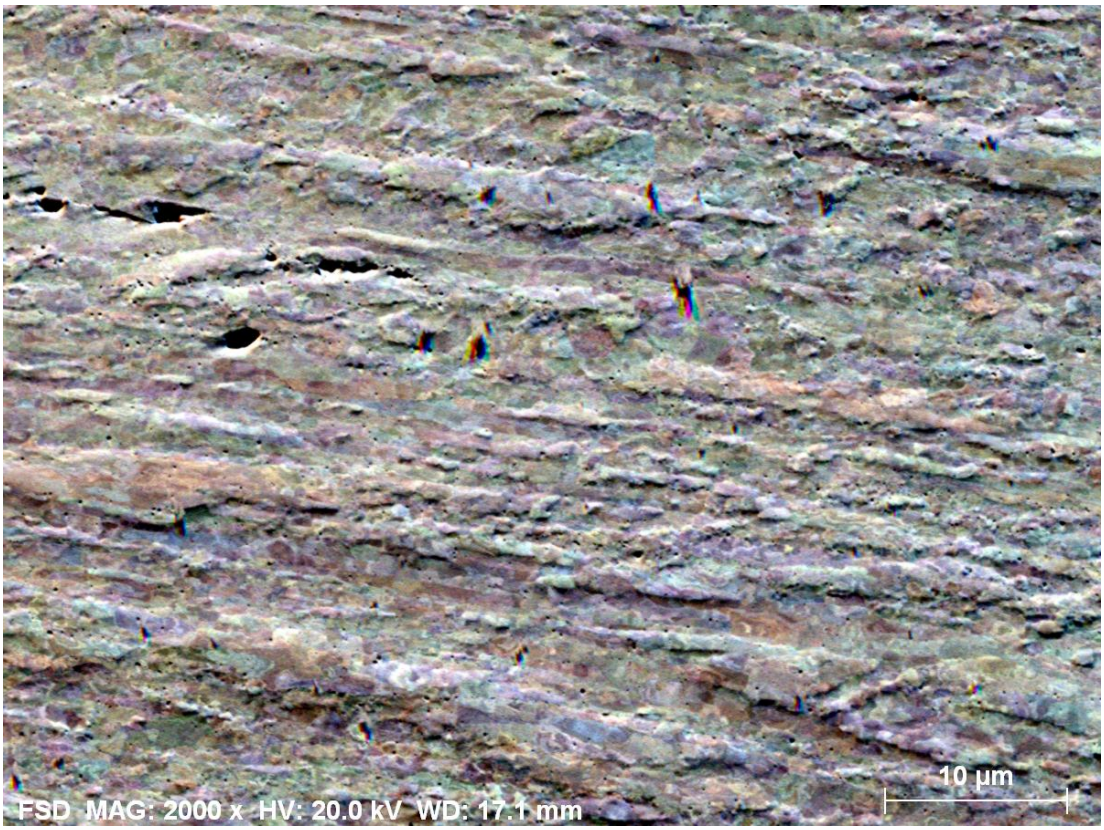


Figure A5-9 : Cliché réalisé au MEB-FEG de la fissure de bifurcation décrite dans le chapitre IV dans le plan longitudinal et dans la zone cartographiée.

Clichés réalisés au MEB-FEG autour de la fissure observée dans le chapitre IV

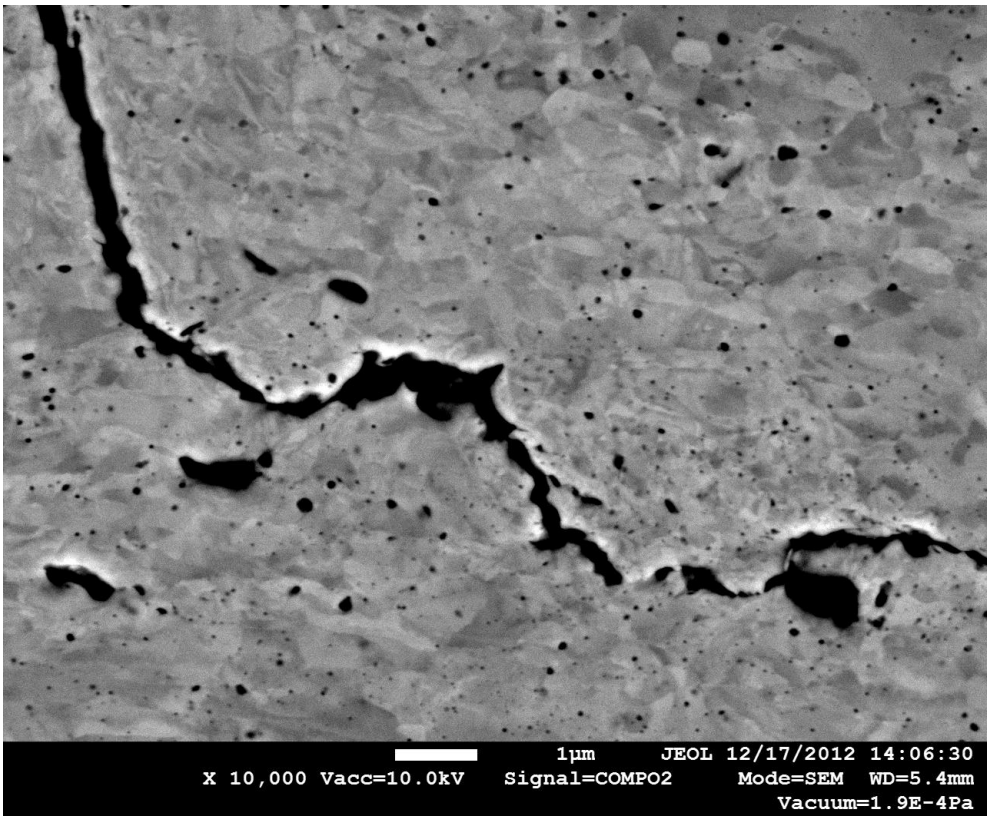


Figure A5-10 : Cliché réalisé au MEB-FEG de la fissure de bifurcation décrite dans le chapitre IV dans le plan longitudinal.

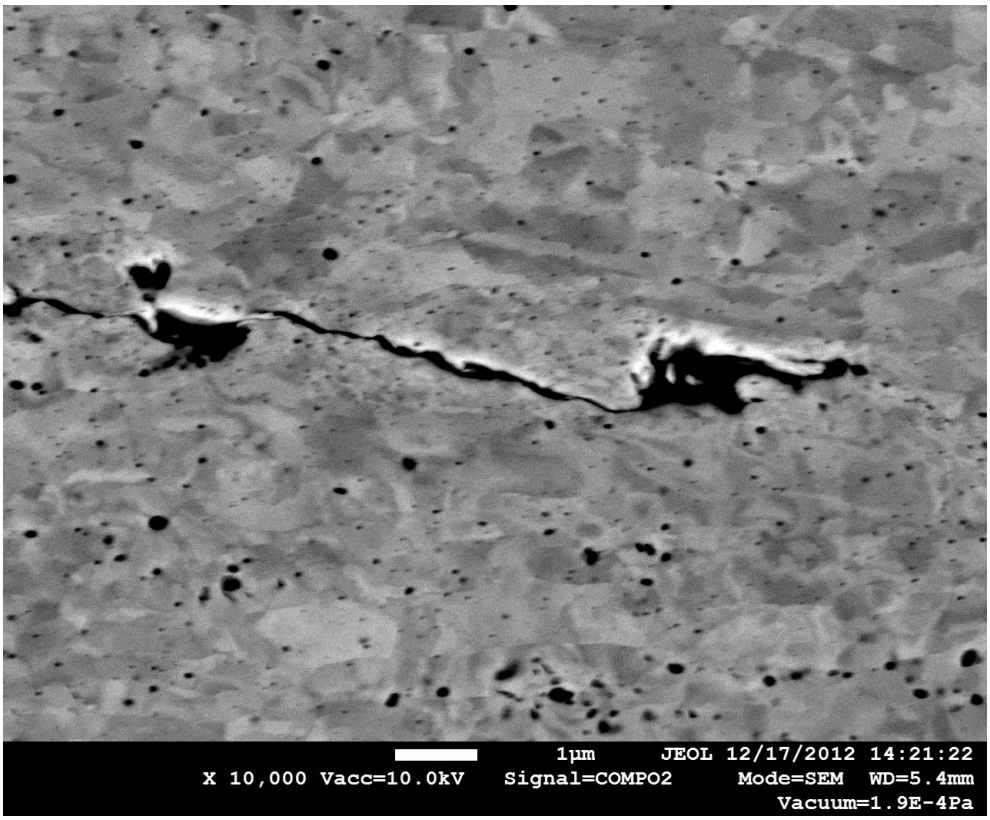


Figure A5-11 : Cliché réalisé au MEB-FEG de la fissure de bifurcation décrite dans le chapitre IV dans le plan longitudinal.

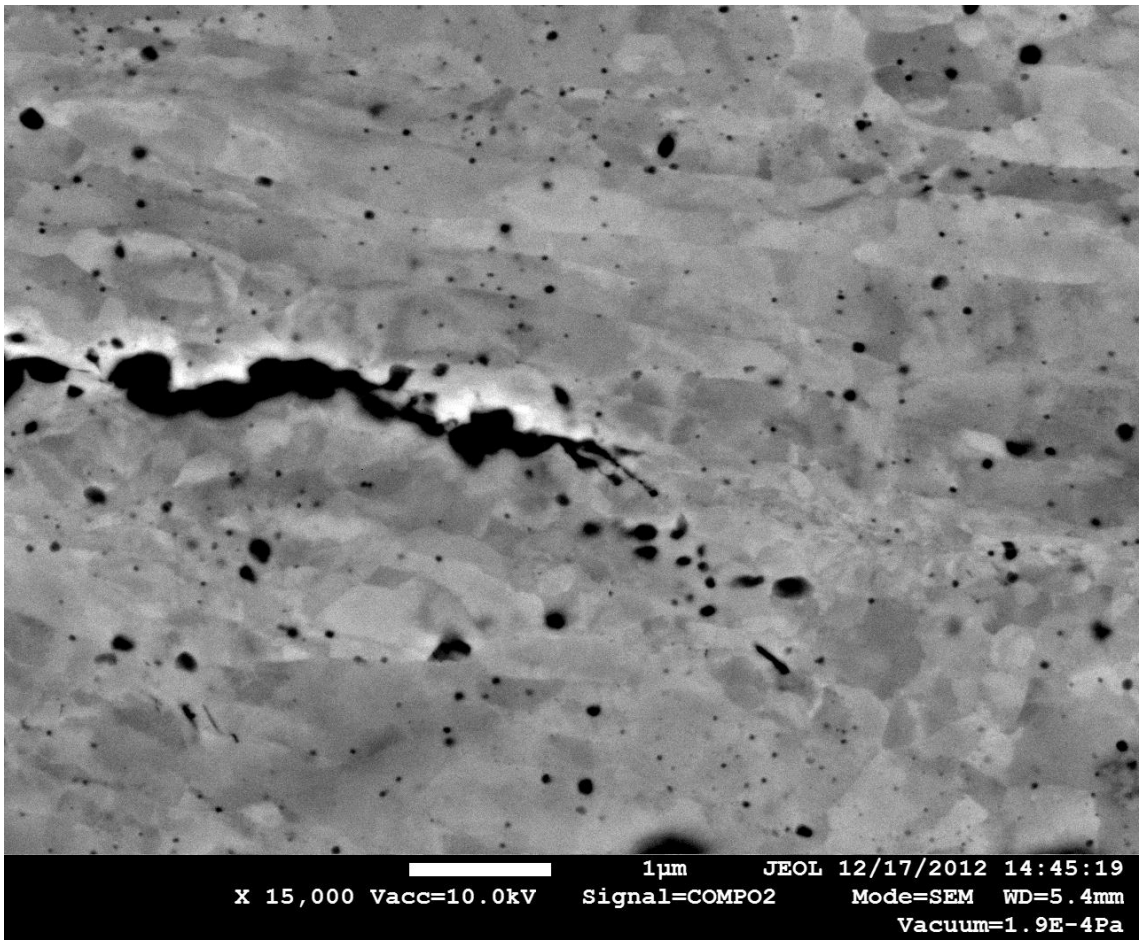


Figure A5-12 : Cliché réalisé au MEB-FEG de la fissure de bifurcation décrite dans le chapitre IV dans le plan longitudinal.

Compréhension et modélisation de la rupture fragile des aciers renforcés par nano-précipitation - effets de texture, de vieillissement et de composition

RESUME : Les aciers ODS (Oxide Dispersion Strengthened) sont envisagés comme matériau de gainage du combustible pour les futurs réacteurs nucléaires au sodium de Génération IV. Ces matériaux présentent une excellente résistance au fluage à haute température et au gonflement sous irradiation, mais des interrogations subsistent quant à leur propriété de résilience. L'objectif de ce travail de thèse est alors de comprendre l'effet de différents paramètres (composition chimique, texture, vieillissement thermique…) sur le comportement à l'impact des aciers ODS et sur l'apparition de la rupture de type fragile. L'objectif à terme est d'appréhender l'apparition de ce type de rupture afin d'assurer l'intégrité des composants en acier ODS en conditions normales ou incidentelles.

Dans un premier temps, cette étude a permis d'évaluer la stabilité de deux nuances d'acier ODS contenant 14%Cr et 18%Cr dans des conditions de vieillissement thermique. La nuance à 18%Cr a été écartée à cause de la formation d'une phase intermétallique fragilisante de type σ à 600°C. Par contre, la nuance à 14%Cr est plus prometteuse puisque son comportement est resté stable entre 400°C et 600°C pour une durée de vieillissement maximale de 10000 heures, et ce même si des précipités de phases α', de Laves Fe_2W et des carbures de chrome ont été observés. D'autre part, la texture morphologique, caractérisée par des grains allongés selon la direction de filage, est propice à la propagation de fissures intergranulaires selon cette direction. La texture cristallographique régit, quant-à elle, les micromécanismes de clivage. En effet, les entités microstructurales qui contrôlent la propagation du clivage sont des groupes de grains faiblement désorientés les uns des autres d'un point de vue cristallographique, et qui sont associés à la notion de grains effectifs. Enfin, le comportement en traction et en flexion d'une nuance d'acier ODS à 14%Cr a été modélisé, et un critère de rupture fragile basé sur une valeur de contrainte critique a été proposé. Ce modèle nous a alors permis de simuler des essais sur différentes géométries et de prédire l'apparition de la rupture fragile sur cette nuance.

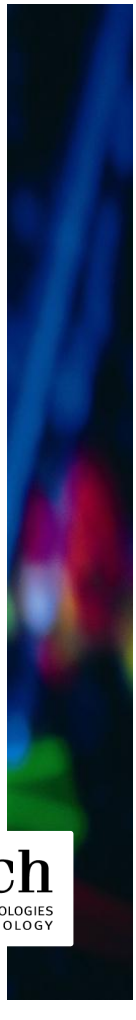
Mots clés : acier ODS, résilience, rupture fragile, clivage, vieillissement thermique, texture

Understanding and modelling of the brittle failure of oxide dispersion strengthend steels – texture, thermal ageing and chemical composition effects

ABSTRACT : The Oxide Dispersion Strengthened (ODS) steels have been identified as potential materials for fuel cladding in Generation IV nuclear reactors. They are characterized by a very good resistance to swelling under irradiation and to high temperature creep, but questions still remain about the impact toughness of these materials. The first aim of this work is to understand the effects of different parameters (chemical composition, texture, thermal ageing...) on the impact behaviour of ODS steels. The final objective is to predict the occurrence of the brittle failure on the ODS steel components in normal or incidental conditions.

Firstly, this study assesses the stability of two ODS steel grades containing either 14%Cr or 18%Cr during thermal ageing. The 18%Cr steel grade has been discarded due to the growing of the brittle intermetallic σ phase at 600°C. However, the 14%Cr steel grade showed a promising behaviour given the stability of its mechanical properties after thermal ageing between 400°C and 600°C, for a maximum duration of 10000 hours, and regardless of the presence of chromium carbides, α' and Laves phases. Then, the morphological texture characterized by elongated grains along the extrusion direction enhances the propagation of intergranular cracks along this direction. Meanwhile, the crystallographic texture controls the cleavage micromechanisms. Indeed, the microstructural entities that control the propagation of the cleavage crack are groups of grains which are characterized by low crystallographic misorientations and referred to as effective grains. At last, the tensile and bending behaviour of a 14%Cr ODS steel grade has been modelled. A brittle failure criterion based on a critical stress value had also been suggested. This model allowed us to simulate mechanical tests on different geometries and to predict the occurrence of the brittle failure.

Keywords : ODS steel, impact resistance, brittle failure, cleavage, thermal ageing, texture



MINES ParisTech

ParisTech
INSTITUT DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES
PARIS INSTITUTE OF TECHNOLOGY