



Étude des évolutions microstructurales lors de la transformation à chaud d'aciers ferritiques renforcés par dispersion d'oxydes

Abdellatif Karch

► To cite this version:

Abdellatif Karch. Étude des évolutions microstructurales lors de la transformation à chaud d'aciers ferritiques renforcés par dispersion d'oxydes. Science des matériaux [cond-mat.mtrl-sci]. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2014. Français. NNT : 2014ENMP0075 . tel-01145373

HAL Id: tel-01145373

<https://pastel.hal.science/tel-01145373>

Submitted on 24 Apr 2015

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.

École doctorale n° 364 : Sciences fondamentales et appliquées

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

Abdellatif KARCH

le 9 Décembre 2014

**Étude des évolutions microstructurales lors de la transformation à chaud
d'aciers ferritiques renforcés par dispersion d'oxydes**

Directeur de thèse : **Roland LOGÉ**

Co-encadrement de la thèse : **Denis SORNIN**

Jury

M. Thierry GROSDIDIER, Professeur, LEM3, Université de Lorraine, Metz

M. Damien FABREGUE, Maître de conférences, MATEIS, INSA de Lyon

Mme. Brigitte BACROIX, Directrice de Recherche, Université Paris 13

M. Yann de CARLAN, Ingénieur de recherche, SRMA, CEA Saclay

M. Roland LOGÉ, Professeur, LMTM, École Polytechnique Fédérale de Lausanne

M. Denis SORNIN, Ingénieur de recherche, SRMA, CEA Saclay

Rapporteur

Rapporteur

Examineur

Examineur

Examineur

Examineur

**T
H
È
S
E**

MINES ParisTech

Centre de Mise en Forme des Matériaux

1, rue Claude Daunesse B.P. 207 - 06904 Sophia-Antipolis Cedex, France

Remerciements

Cette étude a été réalisée au Service de Recherches Métallurgiques Appliquées (SRMA) du CEA Saclay.

A l'issue de ces trois années de travail, je souhaite tout d'abord remercier Denis Sornin pour avoir encadré et suivi le déroulement de cette thèse avec beaucoup d'intérêt et de dynamisme. Merci de m'avoir fait confiance, et de m'avoir donné une grande autonomie au quotidien, tout en restant disponible pour aider et encourager. Je tiens également à exprimer mes sincères remerciements à Roland Logé, mon directeur de thèse, pour ses conseils scientifiques, toujours très pertinents.

J'adresse tous mes remerciements aux membres du jury d'avoir accepté d'évaluer mon travail. Merci à M. Thierry Grosdidier de l'Université de Lorraine, et M. Damien Fabregue de l'INSA Lyon, qui ont accepté d'être les rapporteurs de cette thèse. Merci également à Mme. Brigitte Bacroix de l'université Paris 13 pour avoir présidé ce jury, et à Yann de Carlan pour avoir également fait partie du jury.

J'aimerais ensuite remercier Jean-Luc Béchade pour avoir mis à ma disposition les ressources du Laboratoire d'Analyse Microstructurale des Matériaux (LA2M) afin de mener à bien mon étude. Un grand merci à Françoise Barcelo pour les centaines d'heures dépensées afin de réaliser des belles cartographies EBSD, outil indispensable pour conduire cette étude. D'autres analyses microstructurales ont été réalisées grâce à Patrick Bonnaillie (MEB), Sophie Bosonnet (DRX) et Joël Malaplate (MET). Je tiens ici à les remercier pour leur aide, leur gentillesse et leur disponibilité.

Merci également à toutes les personnes du Laboratoire de Technologie des Matériaux Extrêmes (LTME) pour leur sympathie et pour leur contribution, de près ou de loin, à ce travail. Je pense plus particulièrement à Laurent Chaffron, le chef de laboratoire, que je remercie vivement pour la qualité de son accueil. Mes remerciements s'adressent également à Didier Bossu, Nicolas Lochet, Guillaume Loupias, Daniel Nunes, Patrick Olier, et Gilles Vaux pour leur aide dans la réalisation de certaines tâches de ce travail.

Une pensée particulière à mes proches qui n'ont cessé de me soutenir et de m'encourager malgré la distance, et sans forcément comprendre ce que je faisais. Enfin, merci à toi, Meryem, de m'avoir épaulé durant ces deux dernières années. Avec toi l'aventure continue...

Glossaire des acronymes employés

BCC	<i>Body-Centred Cubic</i>
CIC	<i>Compaction Isostatique à Chaud</i>
DNPA	<i>Diffusion des Neutrons aux Petits Angles</i>
dpa	<i>déplacement par atome</i>
DRX	<i>Diffraction des Rayons X</i>
EBSD	<i>Electron BackScattering Diffraction</i>
FEG	<i>Field Emission Gun</i>
LC	<i>Ligne Centrale</i>
LM	<i>Ligne Médiane</i>
MEB	<i>Microscope Électronique à Balayage</i>
MET	<i>Microscope Électronique en Transmission</i>
ODS	<i>Oxide Dispersion Strengthened</i>
PSN	<i>Paricles Simulated Nucleation</i>
RDC	<i>Recristallisation Dynamique Continue</i>
RDD	<i>Recristallisation Dynamique Discontinue</i>
RDG	<i>Recristallisation Dynamique Géométrique</i>
RNR-Na	<i>Réacteurs à Neutrons Rapides refroidis au sodium</i>
SFE	<i>Stacking Fault Energy</i>
SIBM	<i>Strain Induced Boundary Migration</i>
SPS	<i>Spark Plasma Sintering</i>
VPSC	<i>Visco-Plastic Self-Consistent</i>

TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION GÉNÉRALE	5
PARTIE I.	7
Chapitre 1. DÉVELOPPEMENT DES ACIERS ODS ET PHÉNOMÈNES MÉTALLURGIQUES LIÉS À LA DÉFORMATION À CHAUD.....	9
1.1 Systèmes nucléaires du futur.....	9
1.2 Matériaux de gainage dans un RNR-Na	10
1.3 Élaboration des aciers ODS	12
1.4 Propriétés mécaniques des nuances ferritiques	14
1.5 Rôles des joints de grains dans les aciers ODS.....	18
1.6 Endommagement à haute température des aciers ODS	22
1.7 Effet d'une seconde phase.....	23
1.8 Texture des structures BCC	25
1.9 Simulation du développement des textures pendant la déformation des structures BCC par un modèle viscoplastique auto-cohérent, VPSC.....	28
1.10 Évolution de la microstructure lors de la déformation à chaud	29
1.11 Critères de distinction entre la RDD, RDC, RDG	34
1.12 Transition RDC/RDD	35
1.13 Cas des aciers ferritiques.....	36
1.14 Évolution de la microstructure après déformation	41
1.15 Bilan.....	42
Chapitre 2. MATÉRIAUX ET MÉTHODES DE CARACTÉRISATION MICROSTRUCTURALE	43
2.1 Matériaux de l'étude	43
2.2 Caractérisation de la microstructure par EBSD	45
2.3 Diffraction des rayons X.....	48
2.4 Moyens de caractérisation complémentaires	49
2.5 Préparation des échantillons.....	49
PARTIE II. ÉTUDE DU PROCÉDÉ DE FILAGE À CHAUD	51
Chapitre 1. DÉTERMINATION DU CHARGEMENT THERMOMÉCANIQUE LIÉ AU PROCÉDÉ DE FILAGE PAR LA SIMULATION NUMÉRIQUE	53
1.1 Généralités	53
1.2 Procédé de filage au CEA	55

1.3	Simulation numérique du procédé par la méthode des éléments finis	59
1.4	Bilan du chapitre	64
Chapitre 2. ÉVOLUTION DE LA MICROSTRUCTURE LORS DU FILAGE À CHAUD		65
2.1	Prélèvement et préparation des échantillons	65
2.2	Caractérisation de la nuance ODS de référence	66
2.3	Caractérisation de la nuance renforcée Ti	80
2.4	Caractérisation de la nuance non renforcée	85
2.5	Étude de différents états filés de la nuance ODS de référence	91
2.6	Bilan du chapitre	99
PARTIE III. ESSAIS THERMOMÉCANIQUES		101
Chapitre 1. DISPOSITIFS EXPÉRIMENTAUX.....		103
1.1	Torsion à chaud.....	103
1.2	Compression à chaud	107
Chapitre 2. RHÉOLOGIE À HAUTE TEMPÉRATURE		113
2.1	Courbes contrainte déformation.....	113
2.2	Calcul des paramètres rhéologiques.....	119
2.3	Bilan du chapitre	130
Chapitre 3. ANALYSE DE LA MICROSTRUCTURE DE DÉFORMATION.....		131
3.1	Microstructure de torsion.....	131
3.2	Microstructure de compression	144
3.3	Synthèse et discussion.....	152
3.4	Conclusion	155
CONCLUSION GÉNÉRALE		157
PERSPECTIVES		159
BIBLIOGRAPHIE.....		161
ANNEXES		169
Annexe A-1. Identification d'une loi de comportement des aciers ODS à haute température		171
Annexe A-2. Cartographies EBSD en « Band Contrast ».....		173
Annexe A-3. Cartographies de désorientations intragranulaires.....		178
Annexe A-4. Cartographies des joints de grains.....		179
Annexe A-5. Caractérisation de la nuance renforcée en titane en torsion		181
Annexe A-6. Mesures dilatométrie et calométrie		183
Annexe A-7. Évolution de la dureté au cours du filage		186

INTRODUCTION GÉNÉRALE

Dans le cadre des recherches menées sur les réacteurs nucléaires de quatrième génération, prévus pour 2040, l'un des principaux enjeux consiste à développer des matériaux de cœur résistants aux conditions extrêmes de service envisagées. Dans ce contexte, le Commissariat à l'Énergie Atomique et aux Énergies Alternatives (CEA) et ses partenaires développent des matériaux innovants, notamment pour la filière des réacteurs à neutrons rapides refroidis au sodium (RNR-NA) pour laquelle l'effort de recherche et de conception est le plus important en France. Les conditions de fonctionnement envisagées pour ces réacteurs consistent en une température de 650°C, un taux d'irradiation qui peut dépasser 150 dpa en fin de cycle, et une durée de vie de plusieurs années. Dans ces conditions, le gainage combustible, constituant la première barrière de confinement, est également soumis à des contraintes mécaniques de l'ordre de 100MPa, générées par les gaz de fission, et à la corrosion du milieu sodium. Parmi les matériaux pouvant résister à ces conditions sévères, les aciers inoxydables renforcés par dispersion d'oxydes nanométriques, ou ODS (*Oxide Dispersion Strengthened*), sont des candidats prometteurs comme matériaux de gainage des futurs RNR-Na à fort taux de combustion.

Ces aciers ODS, élaborés par métallurgie des poudres, présentent de bonnes propriétés mécaniques à haute température et sous flux neutronique. Ces propriétés sont liées d'une part à leur structure cubique centrée qui gonfle peu sous irradiation, et d'autre part à la présence des nano-renforts de type Y-Ti-O qui améliorent considérablement le comportement mécanique de la matrice à haute température. En fonction de leur teneur en chrome, il existe deux grandes familles d'aciers ODS : les nuances ferrito-martensitiques (contenant généralement 9%Cr), et les nuances ferritiques à forte teneur en chrome (entre 12 et 18%Cr).

Afin d'obtenir la fine précipitation désirée, l'oxyde d'yttrium est mis en solution solide dans la matrice métallique par une opération de broyage mécanique, c'est le procédé du mécanosynthèse. Dans le but de fabriquer un tube de gainage, la poudre est ensuite consolidée, généralement par filage à chaud, sous forme d'un tube ébauche ou d'une barre avant une dernière étape de transformation à froid par laminage pour atteindre la géométrie finale. De nombreuses études sur l'optimisation des étapes de fabrication des aciers ODS ont été menées au CEA. Ainsi, l'étape de broyage a été notamment étudiée dans les travaux de thèses de [Ratti, M. - 2009], [Brocq, M. - 2010] et [Loyer-Prost, M. - 2014]. Ensuite, l'étape de consolidation par filage à chaud a fait l'objet des travaux de [Couvrat, M. - 2011], et a été complétée par d'autres études de techniques de consolidation alternatives, notamment le procédé SPS (*Spark Plasma Sintering*) par [Boulmat, X. - 2014]. Enfin, l'étape de la mise en forme à froid a été étudiée dans le cadre de la thèse de [Toualbi-Bénévise, L. - 2012].

Par ailleurs, de nombreuses études sont réalisées afin de caractériser le comportement mécanique de ces aciers ODS à différentes températures [Steckmeyer, A. - 2012], [Praud, M. - 2012], [Kasada, R, *et al.* - 2011], [Serrano, M., *et al.* - 2012]. Après filage, en l'absence de transformation de phase, les nuances ODS purement ferritiques présentent une microstructure très anisotrope, caractérisée par une texture morphologique et cristallographique marquée. La microstructure étant très stable, elle ne recristallise qu'à des températures extrêmement élevées (1400°C). Cette anisotropie est donc difficile à réduire, et elle persiste durant toutes les étapes ultérieures de la mise en forme jusqu'au produit fini. Les études mécaniques ont montré une forte influence de l'anisotropie microstructurale des produits filés sur leurs propriétés mécaniques, notamment pour les nuances ODS ferritiques. En effet, la ductilité dans le sens travers est généralement deux fois plus faible que dans le sens longitudinal. Ce comportement est pénalisant, car les contraintes appliquées aux tubes de gainage sont essentiellement de type circonférentiel. De ce fait, une meilleure connaissance de l'origine et du développement de l'anisotropie microstructurale

lors de la mise en forme à chaud des aciers ODS ferritiques s'avère nécessaire. C'est dans ce contexte que la présente étude a été développée.

L'objectif principal de ces travaux de thèse est d'identifier les différents mécanismes métallurgiques susceptibles de se produire au cours de la mise en forme à chaud des aciers ferritiques renforcés par une fine dispersion d'oxydes, et plus généralement, de mieux comprendre le comportement de ces matériaux sous sollicitation mécanique à haute température.

Ce manuscrit s'articule en trois grandes parties. La première partie est consacrée, d'abord, à une revue bibliographique donnant un aperçu sur le développement des aciers ODS, puis sur les différents phénomènes de recristallisation dynamique associés à la déformation à chaud. Enfin, elle présente les matériaux de cette étude et leurs modes d'élaboration, ainsi qu'une brève description des techniques expérimentales employées pour caractériser leurs microstructures.

La deuxième partie est consacrée à l'étude du procédé de filage. Une première étape consiste à évaluer le chargement thermomécanique subi par la matière pendant l'opération de filage. Difficile à déterminer par l'expérience, ce chargement a donc été estimé par des méthodes numériques. Pour cela, une loi de comportement est identifiée via des essais de torsion réalisés dans des conditions proches de celles du filage, et exploitée dans une simulation numérique du procédé par un code d'éléments finis. Parallèlement, des filage interrompus, donnant accès au trajet de chargement, ont été élaborés et caractérisés, notamment par EBSD, le long de lignes de courant. L'influence de ce chargement sur les évolutions de la microstructure a été analysée pour plusieurs nuances ferritiques à différents taux de renfort. Les mécanismes métallurgiques prépondérants lors du filage ont été identifiés, et l'impact de l'état de précipitation sur ces derniers a été étudié.

Enfin, la troisième partie se focalise sur des essais mécaniques réalisés à des températures de mise en forme à chaud (1000-1200°C). En effet, étant donné l'hétérogénéité et la complexité du chargement lié à l'opération du filage, et afin de mieux comprendre le comportement des aciers ODS à très hautes températures, des essais monotones sont entrepris. Pour cela, des essais de torsion et de compression ont été réalisés dans différentes conditions de températures et de vitesses de déformation. La rhéologie de ces matériaux a été ensuite analysée afin d'étayer la compréhension des mécanismes de déformation intervenant dans cette gamme de températures. Pour les deux modes de sollicitation, les microstructures après déformation ont été également caractérisées pour les divers matériaux de l'étude.

PARTIE I.

La première partie de ce manuscrit débute par une revue bibliographique donnant un aperçu sur le développement des aciers ODS, puis sur les différents phénomènes de recristallisation dynamique associés à la déformation à chaud. Enfin, elle présente les différents matériaux utilisés dans cette étude, leurs modes d'élaboration, ainsi qu'une brève description des techniques expérimentales employées pour caractériser leurs microstructures.

Chapitre 1. DÉVELOPPEMENT DES ACIERS ODS ET PHÉNOMÈNES MÉTALLURGIQUES LIÉS À LA DÉFORMATION À CHAUD

1.1 Systèmes nucléaires du futur

Les réacteurs nucléaires de quatrième génération sont actuellement à l'état de concepts faisant l'objet de recherches coordonnées au niveau international ; la mise en service d'un réacteur commercial fondé sur l'un de ces concepts n'est pas envisagée avant 2040. Lancé en 2000 par le ministère américain de l'énergie, le Forum International Génération IV (Generation IV International Forum - GIF), qui regroupe aujourd'hui 13 pays parmi lesquels la France, a permis dans le cadre d'une coopération internationale le développement de ces systèmes nucléaires de nouvelle génération, avec les objectifs suivants : améliorer la sûreté nucléaire, améliorer la résistance à la prolifération, minimiser les déchets, optimiser l'utilisation des ressources naturelles, et diminuer les coûts de construction et d'exploitation des réacteurs. Six systèmes nucléaires ont été sélectionnés :

- les réacteurs à neutrons rapides refroidis au sodium (« sodium fast reactors » – SFR),
- les réacteurs à neutrons rapides refroidis au gaz (« gas fast reactors » – GFR),
- les réacteurs à neutrons rapides refroidis au plomb (« lead fast reactors » – LFR),
- les réacteurs à sels fondus (« molten salt reactors » – MSR),
- les réacteurs à (très) hautes températures (« very high or high temperature reactors » – V/HTR),
- les réacteurs à eau supercritique (« supercritical water reactors » – SCWR).

La France s'implique préférentiellement dans les trois systèmes SFR, GFR et VHTR. D'une façon générale, les partenaires majeurs (USA, Japon, Russie, Chine) du Forum Génération IV s'investissent en priorité dans les systèmes SFR et VHTR.

Parmi les différentes options envisagées, la filière des Réacteurs à Neutrons Rapides refroidis au Sodium liquide (RNR-Na) est celle qui bénéficie du retour d'expérience le plus important grâce aux nombreux réacteurs expérimentaux, comme Phénix (France), EBR II (USA), Joyo (Japan) et BOR60 (Russie)...[Dubuisson, P., *et al.* - 2012].

Compte tenu de cette expérience, la filière RNR-Na apparaît dans un état de maturité permettant d'envisager à moyen terme (2020-2030) la réalisation d'un nouveau prototype industriel. Plusieurs projets sont en cours, avec un degré d'avancement variable :

- le projet japonais JSFR (« Japan Sodium cooled Fast Reactor »), d'une puissance de 1500 MWe ; l'avant-projet sommaire est prévu en 2015,
- la construction en Russie du réacteur BN 800 (800 MWe), arrêtée après l'accident de Tchernobyl en 1986, qui a été reprise ; la Russie envisage ensuite une version commerciale de 1200 MWe (BN 1200),
- l'achèvement du réacteur prototype indien PFBR (un réacteur semblable au réacteur français SuperPhénix fermé en 1998) de 500 MWe en 2013,
- le projet chinois de réacteur CDFR (« Chinese Demonstration Fast Reactor ») d'une puissance unitaire comprise entre 600 et 900 MWe, préfigurant l'étape commerciale du CCFR (« Chinese Commercial Fast Reactor ») de 1000-1500 MWe,
- le projet sud-coréen KALIMER (« Korean Advanced LIquid MEtal Reactor ») d'une puissance unitaire de 1200 MWe,

- le projet français ASTRID, d'une puissance de 600 MWe ; l'une des spécifications pour ce réacteur est que les solutions techniques qui seront retenues devront pouvoir autant que possible être extrapolées à un réacteur de puissance plus importante.

L'ensemble de ces réacteurs utilise des oxydes d'uranium appauvri et du plutonium, connus sous le nom de MOX, comme combustible.

1.2 Matériaux de gainage dans un RNR-Na

La gaine est la première barrière de confinement du combustible. Elle doit rester étanche depuis la fabrication de l'aiguille jusqu'au début du retraitement du combustible, dans toutes les situations de fonctionnement nominales et incidentelles.

Vue les conditions de service envisagées, les tubes de gainage dans un RNR-Na doivent répondre aux exigences suivantes :

➤ Supporter une très forte dose d'irradiation

Dans le cœur du réacteur RNR-Na, la dose maximale vue par la gaine sera comprise entre 150 et 180 dpa (déplacement par atome). Ces fortes doses sont supérieures à celles admissibles par les matériaux de gainage commercialisés jusqu'à présent. Même les plus avancés d'entre eux, les aciers austénitiques de type 15/15 Ti utilisés dans le réacteur Phénix, ne sont utilisables que jusqu'à des doses légèrement supérieures à 100 dpa. Au-delà, leur gonflement sous irradiation dépasse le seuil admis de 3% (Figure I-1). Il existe une autre grande classe d'aciers dont le comportement sous irradiation est bien connu : les ferrito-martensitiques de type Fe-9/18Cr (alliages composés majoritairement de fer, avec entre 9 et 18 % de chrome (Cr) et quelques pourcents d'éléments d'addition). Grâce à leur structure cubique centrée, ils offrent de nombreux atouts pour le gainage des éléments combustibles. En effet, comme le montre aussi la Figure I-1, ils présentent une excellente stabilité dimensionnelle sous irradiation.

➤ Avoir de bonnes propriétés mécaniques à haute température

La température de service envisagée est proche de 650°C. Les conditions accidentelles ne sont pas encore définies mais devraient conduire à une température maximale de gaine de l'ordre de 930°C. Outre ces températures de service élevées, les tubes de gainages sont soumis à des contraintes internes, exercées par les gaz de fission, qui peuvent atteindre en fin de vie 100 MPa. Le matériau doit donc présenter de bonnes propriétés en fluage thermique à 650°C afin d'éviter des déformations excessives perturbant l'écoulement du fluide caloporteur. Une des propriétés limitant actuellement l'utilisation des aciers ferrito-martensitiques est leur résistance au fluage. Cependant, lorsqu'ils sont renforcés par une dispersion d'oxydes nanométriques très stables, leur résistance mécanique se trouve considérablement améliorée, même à très haute température (1000 – 1100 °C). Ce type de matériaux est couramment appelé ODS (Oxide Dispersion Strengthened).

Pour illustrer ce point, la Figure I-2 compare les propriétés de fluage d'un acier ODS à 18% Cr et celles d'un acier ferritique conventionnel. Ce schéma montre clairement l'intérêt des ODS par rapport à une nuance conventionnelle. Dans les ODS, les fins oxydes bloquent le mouvement des dislocations, ce qui leur confère une bonne résistance au fluage à haute température [Alamo, A., *et al.* - 2004].

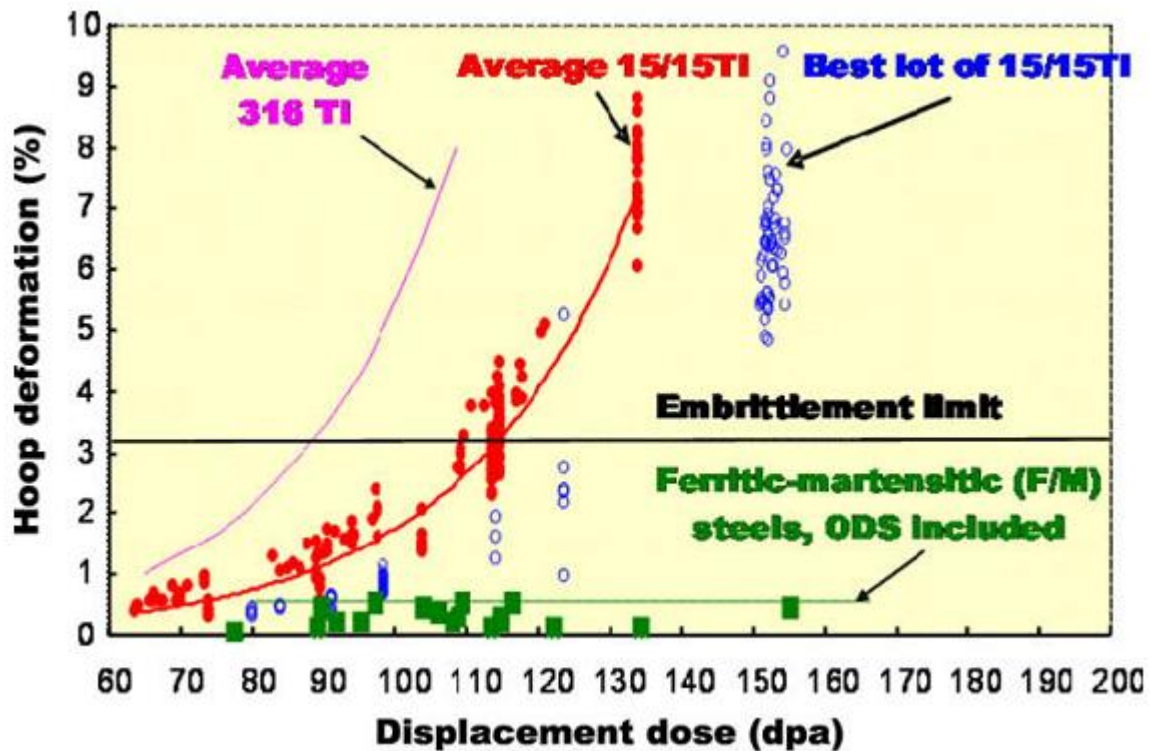


Figure I-1 : Gonflement sous irradiation de différentes nuances austénitiques (tubes de gainage Phénix), et de matériaux ferrito-martensitiques à des températures comprises entre 675 et 825K [Yvon, P. , et al. - 2009].

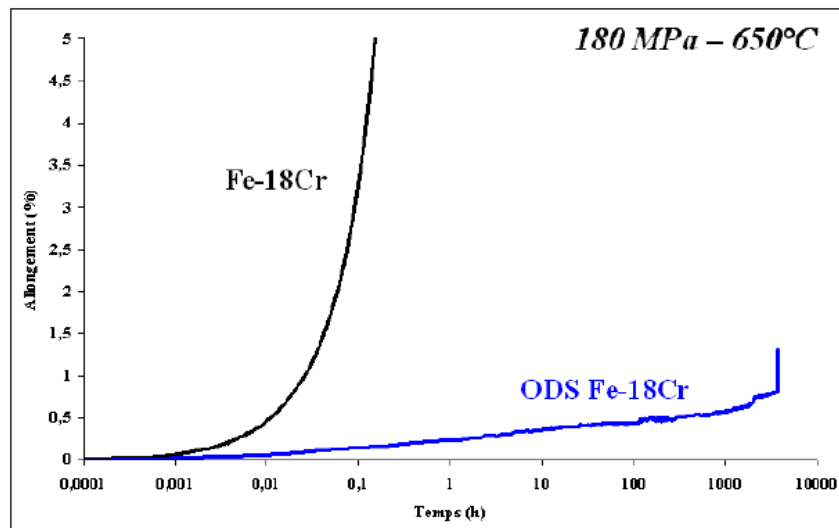


Figure I-2 : Courbe de fluage d'un alliage ferritique non renforcé comparée à celle d'un alliage ferritique Fe-18Cr ODS [Ratti, M. - 2009].

➤ Interaction avec l'environnement

En plus des sollicitations mécaniques appliquées à la gaine, différents phénomènes liés à l'environnement sont à considérer. Cela concerne essentiellement la corrosion du gainage en service sous environnement sodium, et durant l'étape de retraitement du combustible qui consiste à séparer le combustible de la gaine. Cette étape de séparation se fait par la dissolution du combustible dans un bain d'acide nitrique concentré. Il est donc nécessaire que la gaine résiste bien à la corrosion afin de permettre un recyclage efficace du combustible.

En l'état actuel, aucun matériau commercialisé ne répond à l'ensemble de ces spécifications. Les alliages ODS, en voie de développement depuis 20 ans, sont des candidats prometteurs comme matériaux de gainage. Ils sont potentiellement plus performants que les aciers austénitiques de dernière génération qui avaient été conçus pour les réacteurs Phénix et SuperPhénix.

1.3 Élaboration des aciers ODS

Les aciers ODS sont caractérisés par une dispersion homogène des précipités d'oxydes de taille nanométrique renforçant la matrice métallique. La technique classique d'élaboration des métaux par fonderie ne permet pas d'obtenir un matériau contenant de fins oxydes distribués d'une manière homogène. Lorsque les oxydes sont introduits pendant la fusion, soit ils réagissent avec le creuset du four et ne sont plus présents après la coulée, soit ils coalescent dans le bain liquide et forment des oxydes de taille très grande pour provoquer un effet de renfort. De plus, leur distribution au sein de la matrice est trop hétérogène. Il est donc nécessaire de passer par une synthèse par voie mécanique issue de la métallurgie des poudres, appelée couramment mécanosynthèse, qui permet d'obtenir une précipitation présentant les caractéristiques voulues.

L'élaboration des gaines en aciers ODS fait appel à la métallurgie des poudres, et se fait selon trois étapes principales : le cobroyage, la consolidation et une étape de mise en forme à froid. Une brève description de chacune de ces étapes est donnée dans les paragraphes qui suivent.

1.3.1 Cobroyage

La première étape consiste à réaliser un co-broyage d'une poudre métallique avec une poudre d'oxyde d'yttrium. La poudre métallique est constituée soit d'une poudre pré-alliée (FeCrWTi) avec la composition chimique du matériau visé, excepté l'oxyde d'yttrium, soit de plusieurs poudres métalliques avec des compositions chimiques différentes qui vont, lors du broyage, former une poudre avec une répartition homogène de tous les éléments. Le broyage se fait dans un broyeur à boulet ou de type attriteur sous une atmosphère contrôlée, et pendant plusieurs heures (Figure I-3).

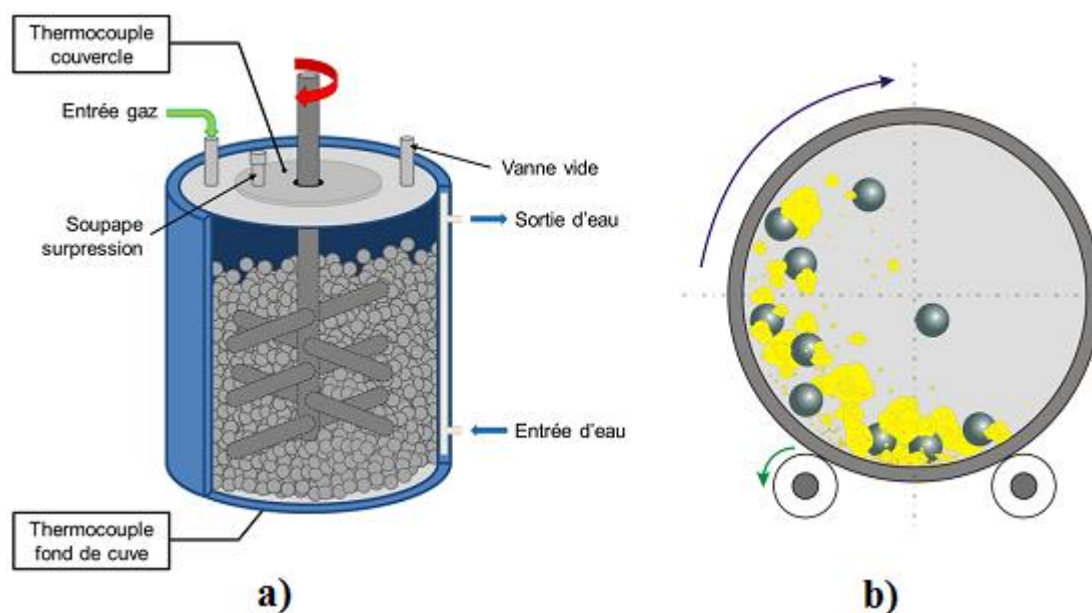


Figure I-3 : Schéma d'un broyeur : a) de type attriteur, et b) à boulets.

Lors de la thèse de M. Brocq, une nouvelle voie de synthèse inspirée du broyage réactif a été développée sur un broyeur instrumenté de faible capacité. L'yttrium et le titane sont alors introduits sous la

forme d'intermétalliques YFe_3 et Fe_2Ti , tandis que l'apport d'oxygène se fait par ajout de Fe_2O_3 . Ainsi, le taux d'oxygène est plus facilement contrôlé, et n'est plus corrélé à l'ajout d'yttrium. Cette étude a mis en évidence, pour la première fois, le début de la précipitation pendant l'étape de broyage. Des particules très fines (1 nm de rayon) riches en Y, Ti et O sont observées en Sonde Atomique Tomographique (SAT) dans la poudre broyée [Brocq, M., *et al.* - 2011]. Dans le cadre de sa thèse, [Loyer-Prost, M. - 2014] a exploité ce nouveau procédé pour élaborer des aciers ODS et faire le lien entre les conditions de broyage, la composition des poudres et la microstructure des aciers élaborés.

1.3.2 Consolidation

La consolidation a pour but de transformer une poudre en un matériau dense en exerçant une importante contrainte mécanique à haute température. Elle est réalisée soit par filage à chaud, soit par Compaction Isostatique à Chaud (CIC). D'autres procédés plus récents, comme le Spark Plasma Sintering (SPS), sont également étudiés.

Pendant la consolidation des ODS, les oxydes Y_2O_3 dissous durant le co-broyage précipitent sous forme d'oxydes complexes Y-Ti-O d'une façon fine et homogène dans la matrice. [Ratti, M. - 2009] a étudié la précipitation sous recuit à différentes températures dans un acier ODS Fe-18Cr-0,8Ti +0,3Y₂O₃ (% en masse). Il montre que la température définit la taille des nano-renforts ; elle est d'autant plus grande que la température est élevée (Figure I-4). Ces nano-renforts présentent une stabilité thermique remarquable grâce à leur forte cohérence avec la matrice. Cette cohérence existe entre les symétries cubique centrée et cubique à faces centrées, et n'est pas perdue pendant la croissance des particules sous recuit [Ribis, J., *et al.* - 2013]. La coalescence est alors très lente et la taille reste nanométrique, ce qui confère une grande stabilité à ces matériaux qui ne recristallisent qu'à des températures très élevées (1400°C) après filage à chaud [Zhong, S. Y. - 2012]. Ces nano-précipités sont aussi stables sous irradiation aux ions jusqu'à 45 dpa à 500°C [Lescoat, M. L., *et al.* - 2012].

L'influence des teneurs en Ti, Y, et O sur la nano-précipitation a été étudiée dans le cadre de la thèse de [Zhong, S. Y. - 2012], permettant de montrer que les ODS sont assez tolérants en terme de rapport Y/Ti et Ti/O pour conserver une précipitation nanométrique en relation avec de bonnes propriétés mécaniques.

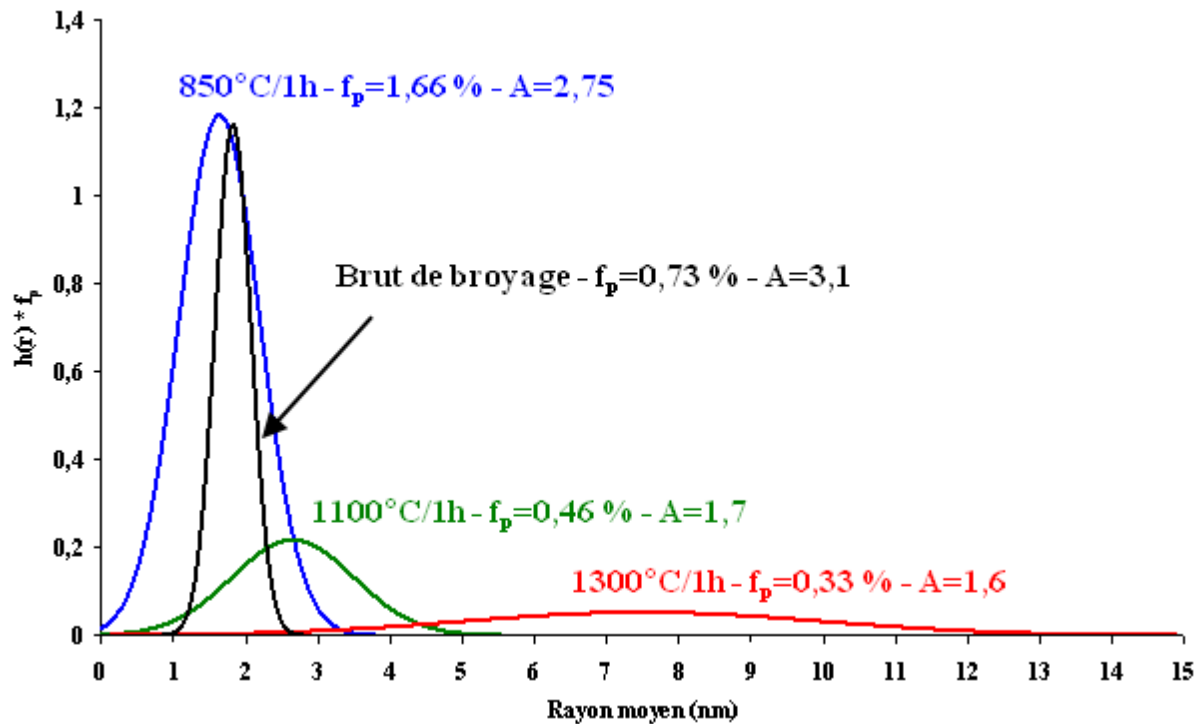


Figure I-4 : Distribution de taille des nano-particules après 48h de broyage et différents traitements thermiques de la nuance Fe-18Cr-0,8Ti-0,3Y₂O₃, caractérisées par DNPA [Ratti, M. - 2009].

D'une manière générale, la consolidation des matériaux ODS se fait soit par compaction isostatique à chaud soit par filage à chaud.

1.3.2.1 Compaction Isostatique à Chaud (CIC)

Le principe de la CIC consiste à soumettre une gaine remplie de poudre ODS à un traitement thermique sous pression isostatique appliquée par l'intermédiaire d'un gaz inerte dans une enceinte haute pression contenant un four à résistance. Le traitement thermique se fait usuellement à 1000-1100°C pendant 2 à 4h sous une pression de l'ordre de 200 MPa [de Castro, V., *et al.* - 2009] [Unifantowicz, P., *et al.* - 2011].

Ce procédé conduit à un matériau très dense avec une microstructure relativement homogène.

1.3.2.2 Filage à chaud

C'est de loin le procédé le plus approprié pour fabriquer les matériaux de gainage. Il permet à la fois de densifier la poudre et d'obtenir des produits semi-finis sous forme d'ébauches de tubes ou des produits pleins de section circulaire ou rectangulaire selon la géométrie de la filière. Pour cela, la billette (poudre ODS confinée dans une gaine en acier doux) est introduite dans le conteneur et refoulée à travers la filière à une grande vitesse. Une description détaillée de ce procédé est rapportée dans le chapitre 1 de la deuxième partie du manuscrit.

1.4 Propriétés mécaniques des nuances ferritiques

En fonction de leur teneur en chrome, les aciers ODS sont classés en deux grandes familles : les aciers martensitiques à bas pourcentage de chrome (entre 9% et 12%), et les aciers ferritiques contenant 12 à 20% de Cr (Figure I-5).

La gamme de fabrication des nuances martensitiques est relativement maîtrisée grâce notamment à la transformation de phase $\alpha \rightarrow \gamma$ qui permet de réduire l'anisotropie morphologique et cristallographique induite par les processus d'élaboration, notamment par le filage à chaud [Toualbi, L., *et al.* - 2012]. En revanche, les ODS ferritiques, plus favorables vis-à-vis des phénomènes liés à l'interaction avec l'environnement, posent encore quelques difficultés de mise en forme à cause notamment de l'absence de changement de phase. L'un des principaux obstacles au développement de ces nuances est leurs propriétés anisotropes.

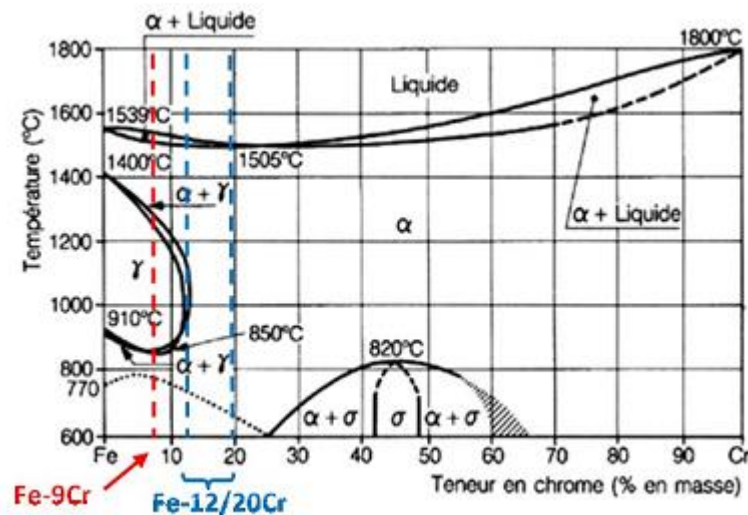


Figure I-5 : Diagramme d'équilibre binaire Fer-Chrome.

Ce comportement anisotrope a été mis en évidence dans de nombreuses études en se basant sur des essais de traction, de fluage ou encore de résilience. Les essais sont généralement réalisés sur des éprouvettes prélevées dans les directions axiale, transverse et à 45° par rapport à l'axe de filage (Figure I-6).

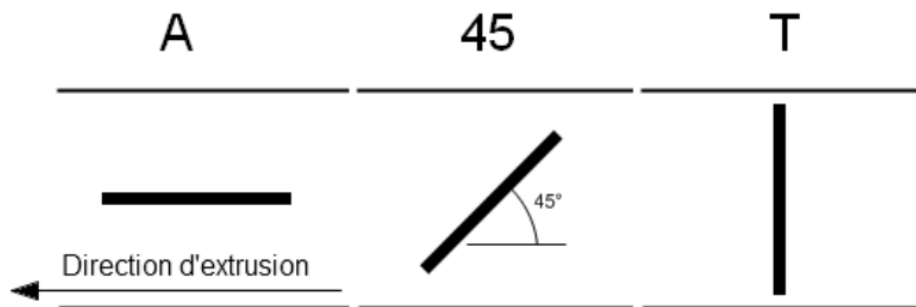


Figure I-6 : Schéma indiquant les trois directions de prélèvement des éprouvettes pour l'étude de l'anisotropie.

1.4.1 Propriétés en traction

Rapide et simple, l'essai de traction est très utilisé pour évaluer les propriétés mécaniques des matériaux ODS. La Figure I-7 présente l'anisotropie de comportement observée sur une nuance ferritique à 14% de chrome. Pour les différentes températures, la dépendance de la résistance mécanique et de la ductilité du matériau à la direction de sollicitation est observée.

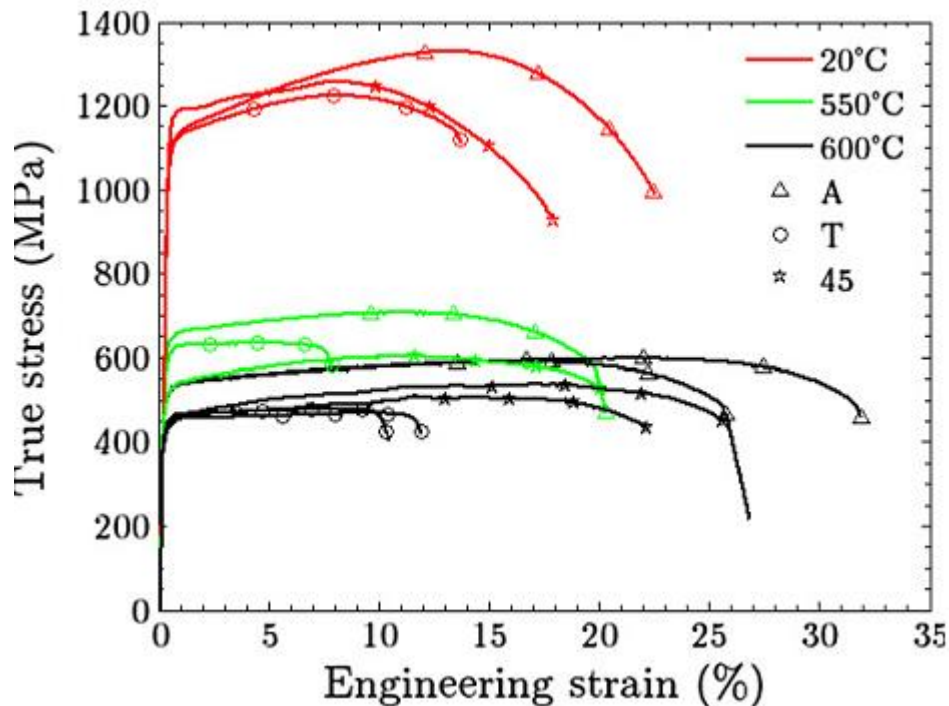


Figure I-7 : Courbes de traction d'un ODS 14Cr selon différentes directions de sollicitation : axiale (A), Transverse (T) et à 45° par rapport à l'axe de filage [Steckmeyer, A., *et al.* - 2012].

Les résultats montrent que la direction longitudinale présente des propriétés mécaniques (limite d'élasticité et ductilité) plus importantes que la direction transverse. Néanmoins, cette tendance n'est pas toujours respectée. En effet, les caractérisations menées sur la nuance 12YWT par [Sokolov, M. A., *et al.* - 2007] montrent qu'en fonction de la température de sollicitation, le sens transverse peut présenter des propriétés plus importantes que le sens longitudinal (Figure I-8). Les autres études de l'anisotropie de ces matériaux ODS ne confirment pas cependant les tendances observées sur la nuance 12YWT. [Ratti, M. - 2009], [Kasada, R, *et al.* - 2011], [Serrano, M., *et al.* - 2012], et [Garcia-Junceda, A., *et al.* - 2012] en sont quelques exemples.

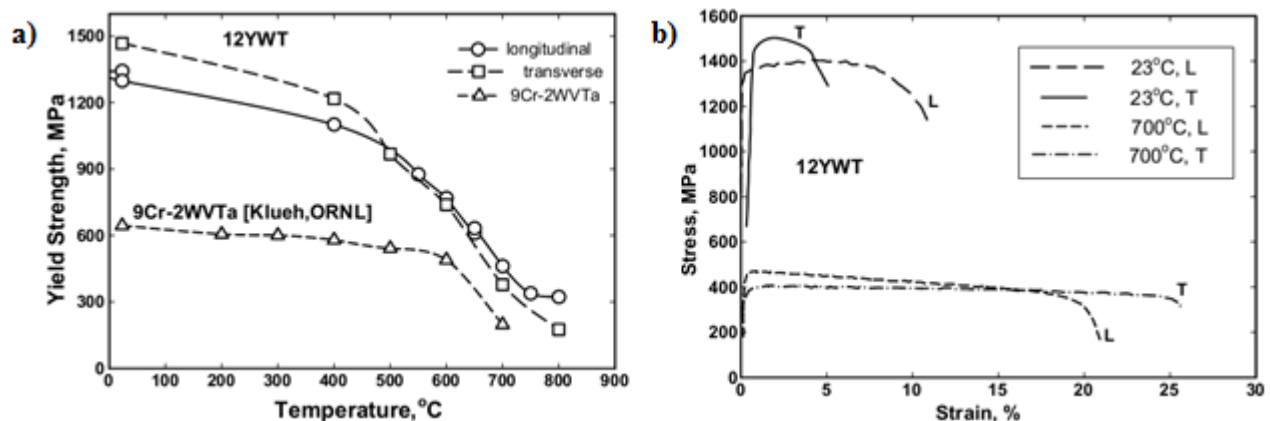


Figure I-8 : Anisotropie de comportement en traction de la nuance ODS 12YWT : a) Évolution de la limite d'élasticité en fonction de la température, et b) Courbes de traction dans les directions longitudinale et transverse. Essais réalisés à 10^{-3} s^{-1} [Sokolov, M. A., *et al.* - 2007].

1.4.2 Propriétés en fluage

La Figure I-9 présente les résultats de fluage pour la nuance d'acier ODS à 18%Cr (F20) à partir d'éprouvettes prélevées suivant trois directions du produit filé sous forme de larget. À 650°C et à contrainte

imposée de 300 MPa, le temps à rupture d'une éprouvette prélevée suivant la direction longitudinale est très supérieur aux deux autres directions. La direction transverse est la plus pénalisante, et correspond à la direction la plus sollicitée dans une gaine de combustible soumise au fluage en pression interne. Cela montre la nécessité absolue de réduire ce problème d'anisotropie en vue d'une éventuelle utilisation de ces nuances ferritiques comme matériaux de gainage.

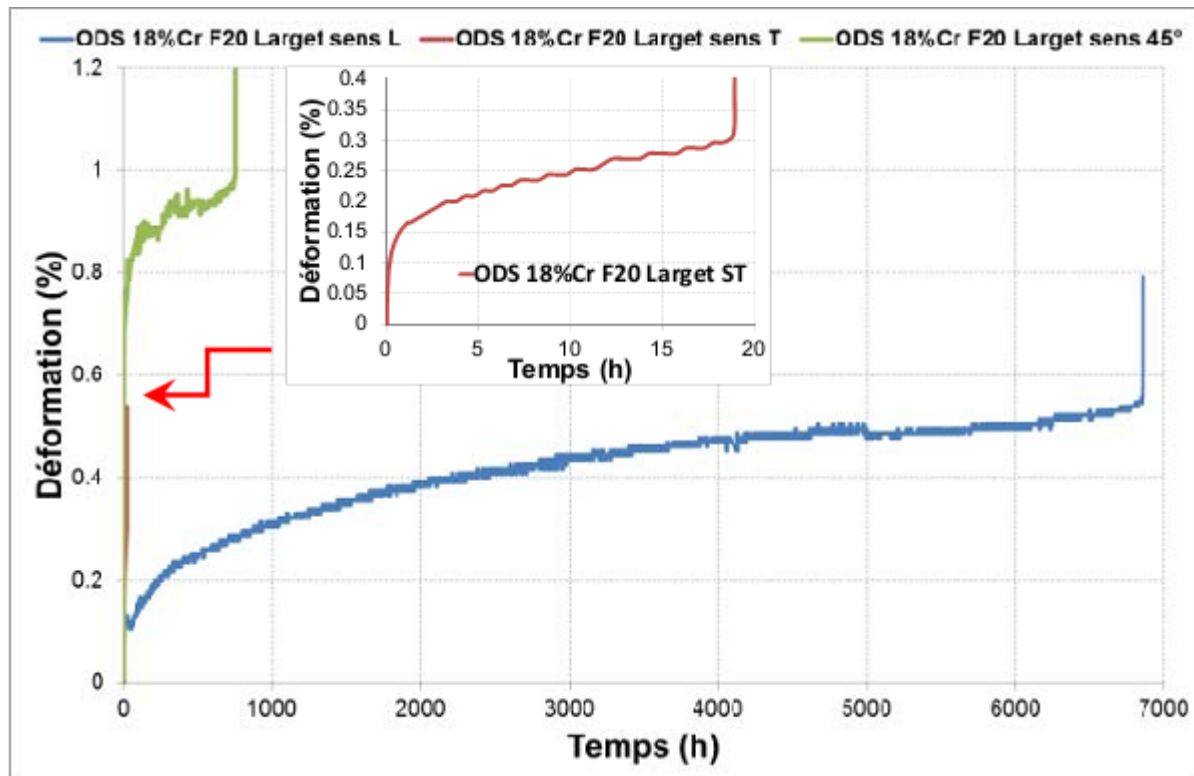


Figure I-9 : courbes de fluage d'un acier ODS à 18%Cr (éprouvettes prélevées dans trois sens SL, ST et S45° ; et sollicitées à 300 MPa / 650°C) [Ratti, M. - 2009]

1.4.3 Propriétés de résilience

Un essai de résilience permet de déterminer l'énergie de rupture d'un matériau à partir d'éprouvettes entaillées. Lorsque ces essais sont réalisés sur une grande plage de température, différents mécanismes de rupture dans les aciers sont distinguables : fragile (à basse température) et ductile (à haute température). La Figure I-10 présente des courbes de transition ductile-fragile obtenues avec des éprouvettes mini-Charpy pour un ODS Fe-14Cr qui présente une texture morphologique et cristallographique marquée (obtenue par filage). Les éprouvettes sont prélevées dans le sens long (SL), sens travers (ST) et à 45° par rapport à l'axe de filage. Là encore, le sens travers présente une résilience deux fois plus faible que le sens longitudinal avec une température de transition ductile fragile très élevée, 100 °C environ.

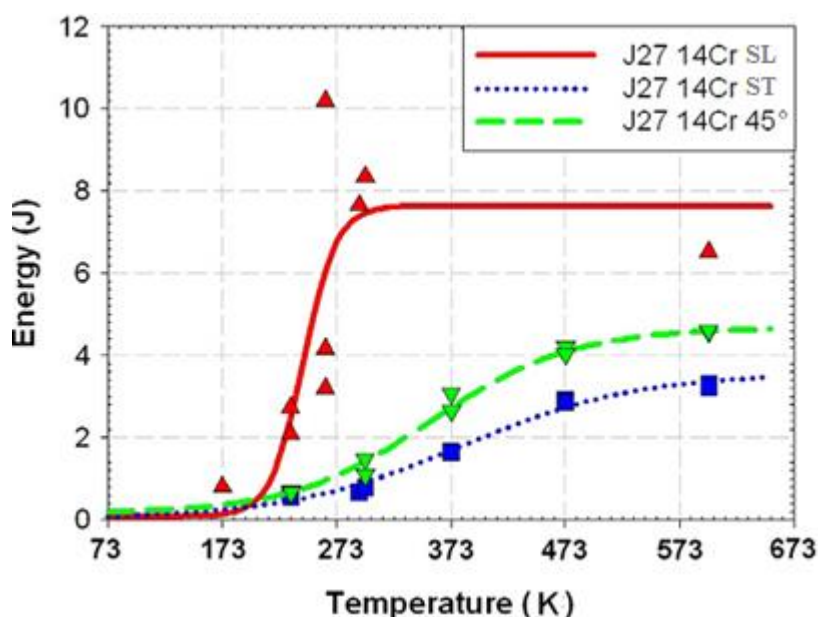


Figure I-10 : Transition ductile fragile dans une barre 14Cr sollicitée selon différentes orientations [Fournier, B., *et al.* - 2012].

L'ensemble de ces résultats s'accorde sur la présence d'une anisotropie forte dans les nuances ferritiques filées. En effet, la texture morphologique et cristallographique formée pendant le filage se traduit par une anisotropie des propriétés mécaniques avec une meilleure résistance dans la direction longitudinale.

1.5 Rôles des joints de grains dans les aciers ODS

Parmi les premières études révélant l'anisotropie de comportement en fluage des nuances ODS ferritiques, [Ukai, S., *et al.* - 2002] montrent que la rupture en fluage interne est très affectée par le phénomène de glissement aux joints de grains associé à la morphologie des grains. Ce glissement se fait préférentiellement près de joints spéciaux de type $\Sigma 9$, $\Sigma 11$ et $\Sigma 19$ dont l'axe commun est $\langle 110 \rangle$.

L'étude directe d'un éventuel glissement aux joints de grains dans les aciers ODS est très peu abordée dans la littérature. Seules deux études se penchant directement sur cette question ont pu être répertoriées.

➤ Étude de Yoshizawa, 1995

Cette étude, rapportée par [Okada, H., *et al.* - 1996] et [Inoue, M., *et al.* - 2007], met en évidence l'occurrence de glissement aux joints de grains dans un acier ODS ferritique à 12% Cr déformé en compression à 650°C et 10^{-4} s^{-1} .

Cette nuance a été élaborée par compaction isostatique à chaud, suivie d'une étape d'emboutissage et de passes de laminages, le tout à 1150°C. La déformation sévère du matériau (plus de 95% de réduction de l'épaisseur) a conduit à des grains très aplatis dans le plan de la tôle. La longueur des grains est estimée à quelques dizaines de μm , leur largeur à quelques microns et leur épaisseur est de l'ordre du dixième de μm . Des rayures ont été réalisées sur les parois du cube ayant subi l'essai de compression. Les observations réalisées après déformation sont présentées dans la Figure I-11. Ces observations mettent en évidence un glissement des joints de grains. La longueur moyenne entre deux glissements est de quelques microns, ce qui est nettement supérieur à l'épaisseur moyenne des grains, de l'ordre de 0.1 μm . Il est rapporté que seules les joints fortement désorientés subissent ce mécanisme, les joints de faible désorientation, en revanche, présentent une grande résistance au glissement. Compte tenu de la texture marquée de l'échantillon, la majorité des joints sont de faibles désorientations, la proportion des joints fortement

désorientés qui glissent pendant la déformation est alors faible. Les auteurs concluent au fait que le glissement aux joints de grains (Grain Boundary Sliding, GBS) est à l'origine des propriétés dégradées en fluage dans la direction transverse des tubes en aciers ferritiques.

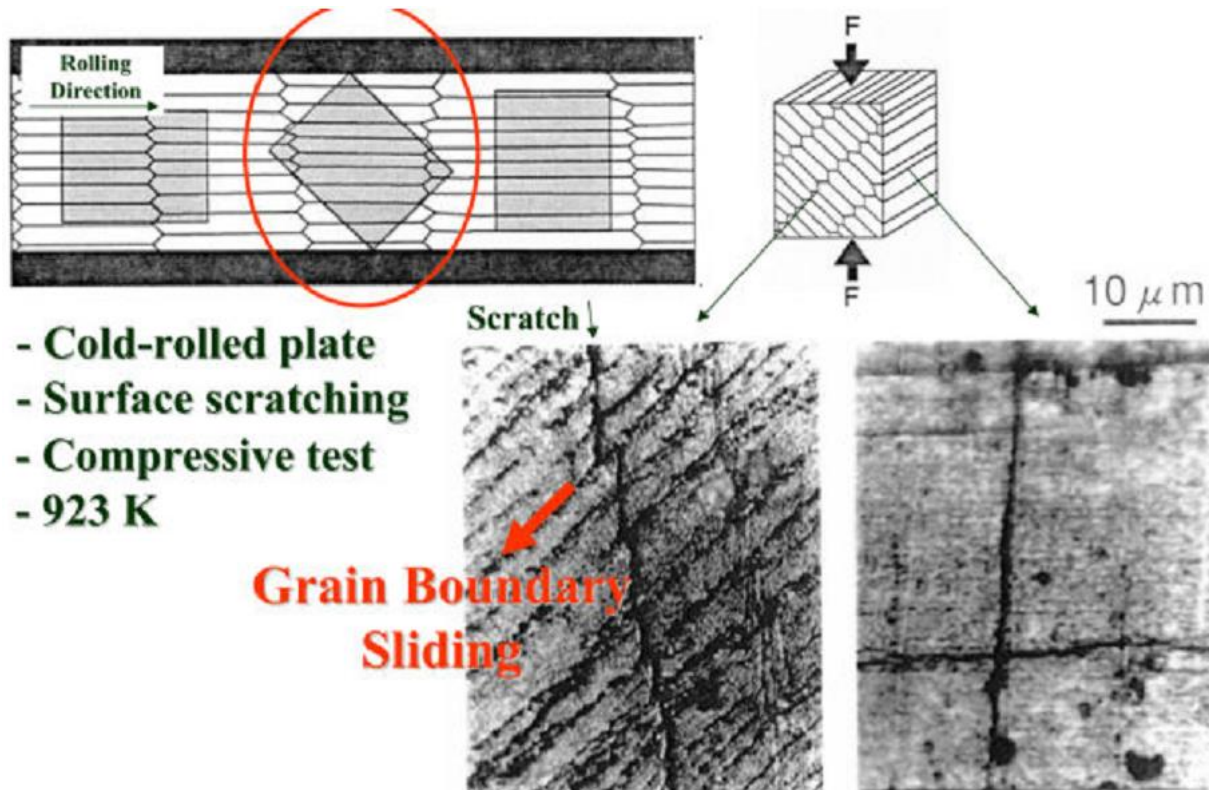


Figure I-11 : Observation du glissement aux joints de grains dans une nuance ODS 12Cr déformée en compression [Inoue, M., *et al.* - 2007].

➤ Étude de [Sugino, Y., *et al.* - 2011]

Cette étude a été réalisée sur un ODS 15Cr recristallisé. Des plaques prélevées dans une barre filée à 1150°C, sont laminées à froid jusqu'à 85% de réduction d'épaisseur, puis un traitement thermique à 1150°C conduit à la recristallisation du matériau. Les grains restent néanmoins allongés suivant la direction du laminage. Une éprouvette prélevée à 45° de la direction de laminage est alors sollicitée en traction à 800°C et à une vitesse de 10^{-4} s^{-1} . Une localisation importante de la déformation, très probablement gouvernée par un mécanisme de glissement, est observée au niveau des joints de grains (Figure I-12).

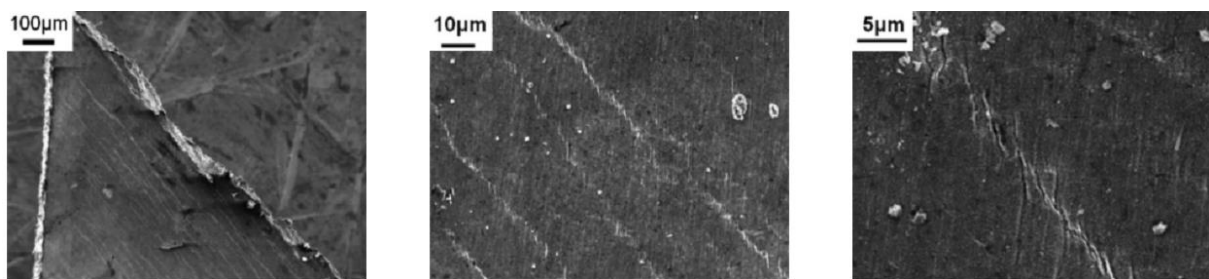


Figure I-12 : Micrographies des faciès de rupture en traction à 800°C et 10^{-4} s^{-1} d'une nuance ODS 15Cr recristallisée. L'éprouvette est prélevée à 45° de la direction de laminage et l'axe de traction est verticale [Sugino, Y., *et al.* - 2011].

La déformation à chaud des aciers ODS peut être intragranulaire par mouvement des dislocations dans le volume des grains, ou intergranulaire par des mécanismes d'accommodation de déformation aux joints de grains. L'étude montre que 75% de la déformation plastique totale est liée au glissement des joints de

grains. La déformation des joints de grains est alors le mécanisme de déformation prépondérant à haute température.

Plus récemment, [Sugino, Y., *et al.* - 2014] ont étudié la même nuance, mais sans traitement thermique, en traction dans le sens transverse. Les grains de la plaque laminée à froid font 50 μm de longueur et 2 à 5 μm de largeur, ce qui correspond à des facteurs de forme compris entre 10 et 25 (Figure I-13). Afin de suivre la déformation des joints de grains, et en particulier le glissement qui y pourrait apparaître, des rayures ont été réalisées sur la surface des éprouvettes déformées en traction. Les essais ont été effectués à 800°C et à des vitesses de déformation allant de 10^{-4} à 10^{-1} s^{-1} .

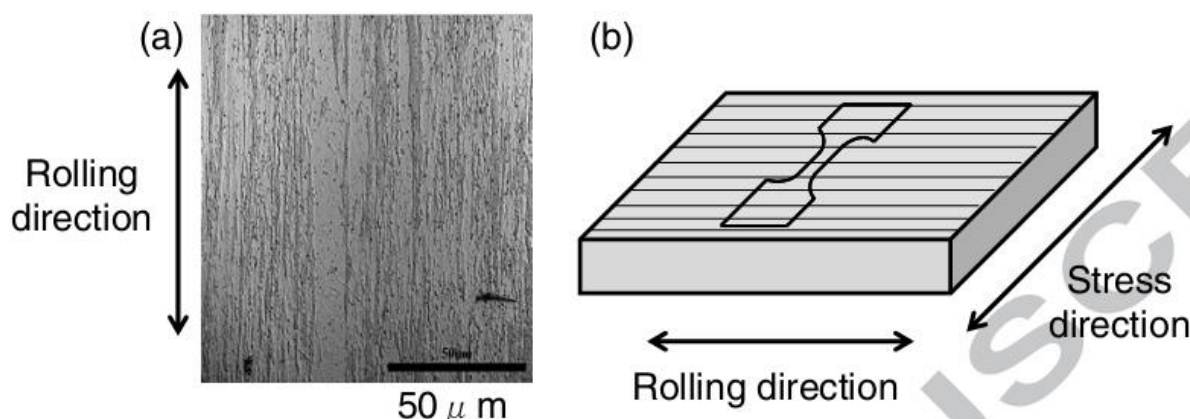


Figure I-13 : Essai de traction sur un acier ferritique ODS : (a) Microstructure de l'échantillon laminé à froid, et (b) Schéma de relation entre la direction de laminage et la direction de sollicitation [Sugino, Y., *et al.* - 2014].

La Figure I-14 présente les observations MEB des faciès de rupture à 800°C et 10^{-4} s^{-1} . Les lignes verticales correspondent aux rayures (Figure I-14-a). Après déformation, ces lignes ne sont plus droites, elles présentent des marches aux niveaux des joints de grains, ce qui signifie que ces derniers glissent les uns par rapport aux autres. La hauteur de marches est estimée à 2.8 μm (Figure I-14-b). Tenant en compte le nombre de grains présents dans la zone utile de l'éprouvette, la déformation induite par le glissement aux joints de grains présente environ 85% de la déformation totale de l'éprouvette, qui elle s'élève à 33%. Ces résultats montrent que la déformation dans la direction transverse (perpendiculaire aux grains allongés) est dominée par le glissement aux joints de grains, ce qui confère à cette direction un comportement « *superplastique* ». Notons que la déformation superplastique s'effectue généralement par un mécanisme de déformation spécifique, à savoir le glissement aux joints de grains [Blandin, J.J., *et al.* - 1996].

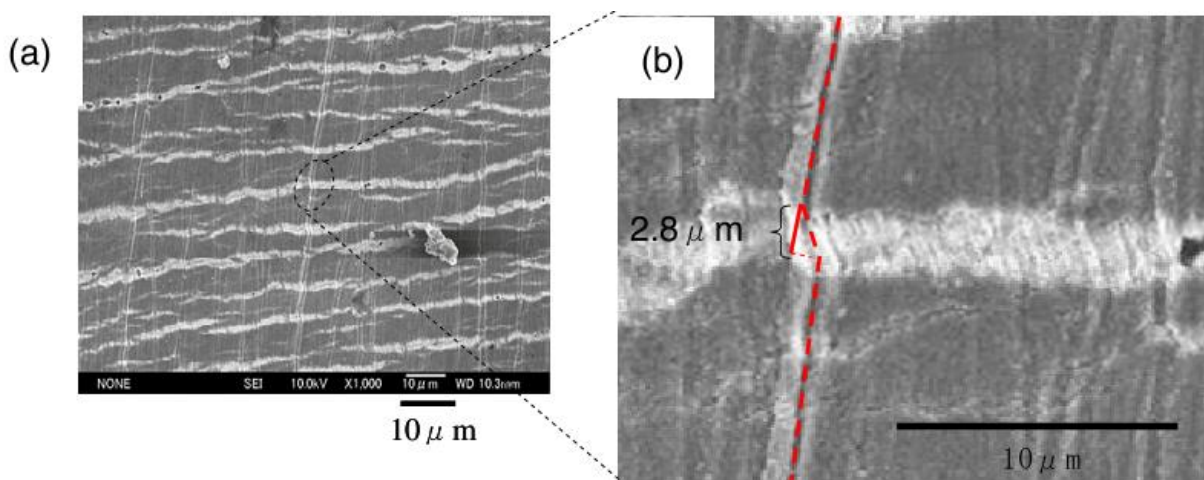


Figure I-14 : Micrographies des faciès de rupture en traction à 800°C et 10^{-2} s^{-1} d'une nuance ODS 15Cr non recristallisée. La direction de laminage est horizontale et l'axe de traction est verticale [Sugino, Y., *et al.* - 2014].

➤ Phénomène de superplasticité

Il est communément admis que le glissement aux joints de grains joue un rôle prépondérant dans la superplasticité des matériaux à grains fins, sa contribution à la déformation totale peut dépasser les 60% [Valiev, R. Z., *et al.* - 1983].

Ce phénomène du glissement n'est possible qu'au delà d'une température critique appelée température d'équicohésion [Montheillet, F., *et al.* - 2009a]. Lorsque la température de l'essai lui est supérieure, il est plus facile de provoquer le glissement aux joints de grains que de déformer les grains en volume. La température d'équicohésion est généralement supérieure à $0,5 T_f$ (T_f : température de fusion en Kelvin), et croît avec la vitesse de déformation. Ceci explique qu'il n'y ait généralement de superplasticité qu'aux faibles vitesses de déformation (en fluage par exemple). Cependant, pour certains matériaux à grains fins, la superplasticité peut être également observée pour des vitesses de sollicitation nettement accrues (supérieures à $10^{-2} s^{-1}$) [Padmanabhan, K. A., *et al.* - 2009], [Musin, F., *et al.* - 2004].

Le glissement aux joints de grains s'accompagne de mécanismes d'accommodation, mettant en œuvre des processus de diffusion de matière ou de mouvement de dislocations, afin d'éviter la formation de cavités au niveau des points triples. De nombreux modèles ont été proposés pour rendre compte du comportement superplastique à l'échelle microscopique. Ils diffèrent selon le mécanisme retenu pour accommoder le glissement aux joints de grains. Nous donnerons ici les deux modèles les plus souvent envisagés.

Modèle d'accommodation par diffusion

Le modèle d'Ashby et Verrall [Ashby, M. F., *et al.* - 1973] repose sur un mécanisme de fluage diffusion qui rend compte de nombreux résultats expérimentaux. La Figure I-15 représente schématiquement le mécanisme : l'état initial et l'état final présentent des tailles de grains similaires. Les grains ont subi des translations relatives par glissement aux joints. L'accommodation nécessite une diffusion de matière le long des joints.

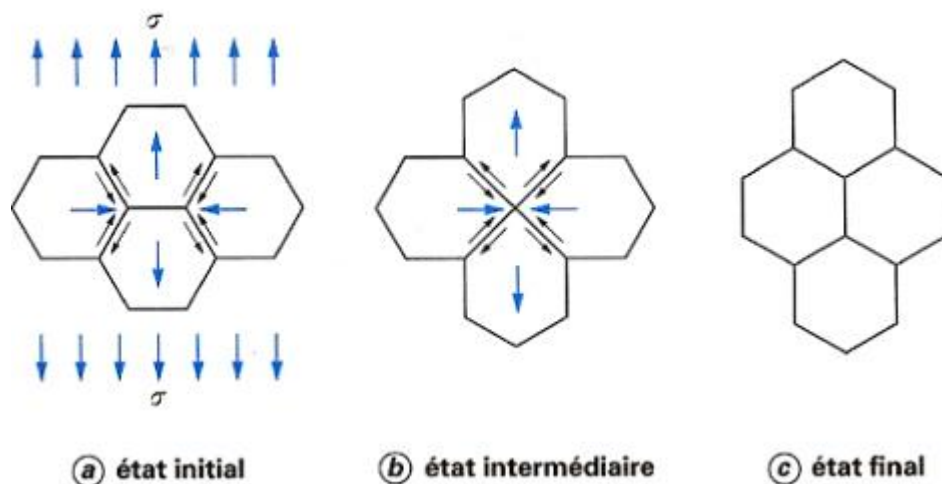


Figure I-15 : Illustration schématique de glissement aux joints accommodé par diffusion [Blandin, J.J., *et al.* - 1996].

Modèle d'accommodation par mouvement de dislocations

Dans le modèle de Ball et Hutchison (1969), révisé par [Ball, A. - 1997], le glissement se fait par groupes de grains (Figure I-16). Le blocage du glissement intergranulaire par des grains mal orientés ou des marches dans le joint conduit à l'émission des dislocations dans les grains. Ces dislocations interagissent avec les joints opposés. Leur accommodation dans les joints de grains permet la poursuite du glissement intergranulaire, et contrôle la déformation.

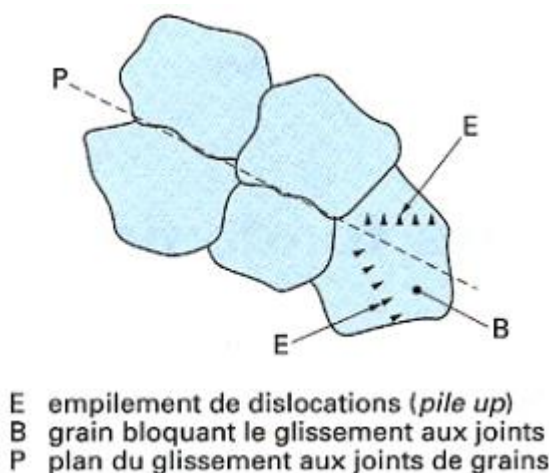


Figure I-16 : Illustration schématique de glissement aux joints accommodé par déformation plastique avec mouvement de dislocations [Blandin, J.J., *et al.* - 1996].

Tous les modèles proposés ont leurs mérites et leurs insuffisances respectifs, ce qui laisse à penser que la superplasticité est un phénomène complexe faisant intervenir de nombreux mécanismes simultanément (diffusion de la matière, mouvement de dislocation par glissement ou montée...). La contribution de chacun de ces mécanismes reste encore un sujet d'intérêt [Humphreys, F.J., *et al.* - 2004].

1.6 Endommagement à haute température des aciers ODS

L'observation des faciès de rupture des nuances ODS après déformation à différentes températures permet de distinguer entre deux modes de rupture : une rupture **intragranulaire** à des températures inférieures à 400-500°C, et une rupture majoritairement **intergranulaire** pour des températures supérieures.

La Figure I-17 présente les faciès de rupture des éprouvettes d'une nuance ODS à 14% de Cr rompue en traction sous différentes conditions d'essais [Praud, M. - 2012]. De la température ambiante jusqu'à 500°C, on remarque que les faciès présentent une rupture ductile avec des cupules clairement dessinées. À 20°C, d'importantes fissures secondaires, parallèles à l'axe de traction, sont observées. Ces fissures sont également observées sur la nuance 14YWT à la même température par [Kim, J. H., *et al.* - 2010].

À 600°C, la rupture semble être toujours ductile, et on peut apercevoir de nombreux débris en fond de cavités. Ces débris sont en réalité des petits grains de quelques centaines de nm. Il apparaît donc qu'un mécanisme d'endommagement intergranulaire a conduit à la décohésion de ces grains. Lorsque la vitesse de sollicitation est réduite, à 600°C, cette tendance est accrue.

Des observations similaires (endommagement intergranulaire au-delà de 600°C) ont été largement rapportées dans la littérature. A titre d'exemple par [Kim, J. H., *et al.* - 2010] sur la nuance 14YWT, et [Steckmeyer, A., *et al.* - 2010] sur un ODS 14% de Cr.

Ce changement de mode de rupture (intragranulaire → intergranulaire) au-delà de 600°C est à mettre en rapport avec la chute de ductilité observée dans les matériaux ODS à ces températures.

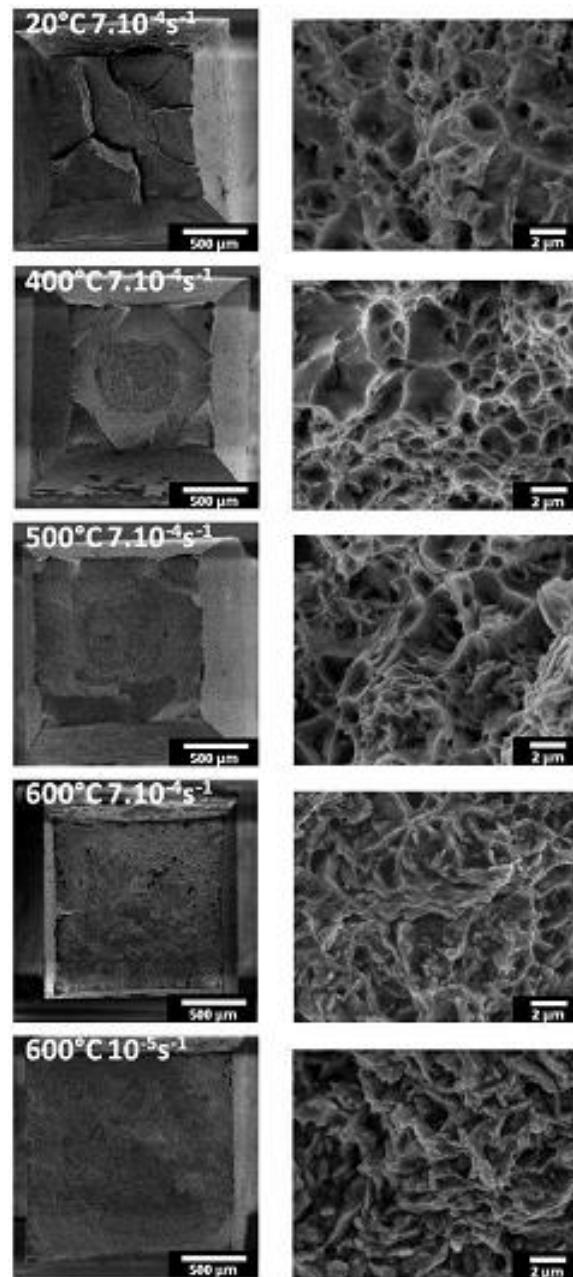


Figure I-17 : Faciès de rupture des éprouvettes de la nuance ODS 14Cr (J05) testées en traction à différentes températures et vitesses de déformation [Praud, M. - 2012].

En résumé, contrairement à ce qui a été constaté jusqu'à 500-600°C environ, à savoir le caractère intragranulaire de la plasticité, les mécanismes intervenant à plus haute température sont plutôt de type intergranulaire. Le rôle des joints de grains semble prépondérant lorsque les températures sont plus élevées et/ou les vitesses de sollicitation sont plus faibles.

1.7 Effet d'une seconde phase

L'influence d'une dispersion de particules de seconde phase sur la migration des joints de grains a été étudiée, entre autres, par [Smith, C.S. - 1948]. Il suppose le joint localement plan et rigide et la particule sphérique et immobile. Cette interaction peut être traduite par une force de freinage, connue aussi sous le

nom de la pression de Zener, exercée par une particule de rayon r sur le joint, et donnée par la loi de Zener :

$$P_z = \frac{3 \cdot \gamma \cdot F_v}{2r}$$

Où γ : l'énergie du joint de grain (J/m^2),

F_v : fraction volumique des précipités,

r : rayon moyen des précipités (m).

Cette relation montre que la force de freinage est proportionnelle à la fraction volumique des précipités, et inversement proportionnelle à leur rayon. Elle sera donc d'autant plus importante que les précipités sont nombreux et fins. C'est le cas des aciers ODS.

Pour l'estimer, il faut donc connaître ces deux paramètres. Ces données expérimentales sont accessibles par des techniques de caractérisation telles que la diffusion des neutrons aux petits angles (DNPA) ou le microscope électronique en transmission (MET).

Deux scénarios différents peuvent se produire lorsqu'une dislocation rencontre un précipité. Cela dépend de la taille du précipité, le caractère de leur interface avec la matrice (cohérente ou incohérente) et la température.

➤ Cisaillement des précipités

Lorsque les particules sont cohérentes avec la matrice, ce qui est généralement le cas dans les aciers ODS notamment pour les plus fines d'entre elles, la dislocation peut cisailer le précipité si son vecteur de Burgers est compatible avec l'orientation cristallographique de la matrice et du précipité. La Figure I-18 illustre ce mécanisme de franchissement dans un alliage base Ni.

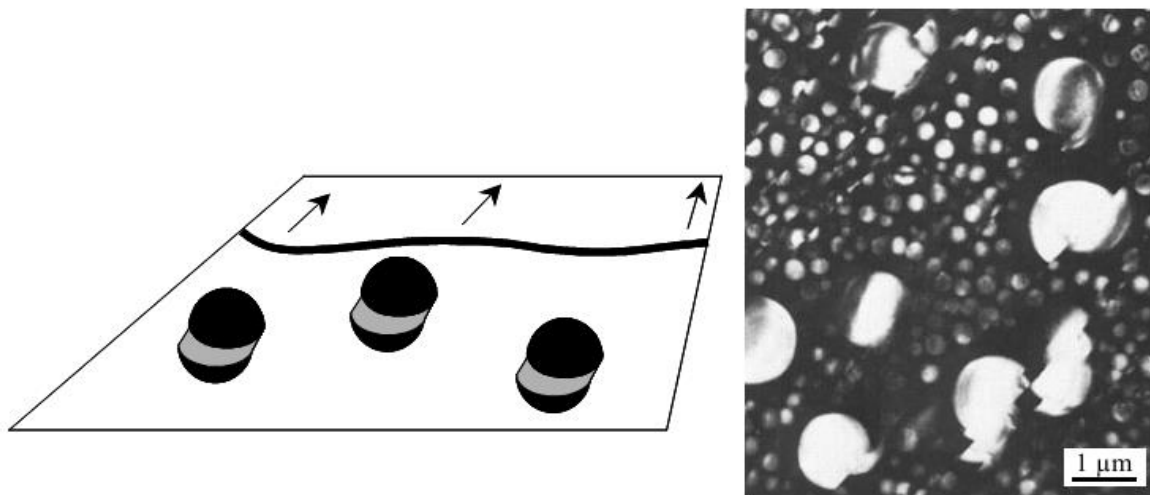


Figure I-18 : Cisaillement des précipités par les dislocations : Schéma du mécanisme (à gauche), et observation, par microscopie électronique en transmission, de précipités cisailés dans un superalliage à base nickel (à droite) [François, D., *et al.* - 1995].

➤ Contournement des précipités

Quand la dislocation ne peut pas cisailer le précipité, elle le contourne jusqu'à l'entourer totalement, formant ainsi une nouvelle ligne de dislocation devant le précipité tout en laissant une boucle autour de la particule (Figure I-19). C'est le mécanisme d'Orowan.

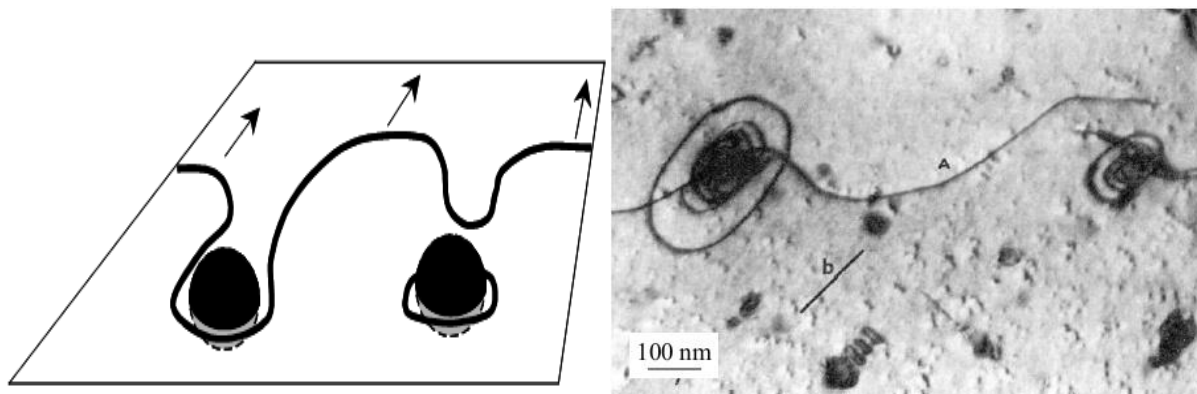


Figure I-19 : Contournement des précipités par les dislocations : Schéma du mécanisme d'Orowan (à gauche), et observation, par microscopie électronique en transmission, de boucles de dislocations autour des précipités dans un alliage d'aluminium. D'après www.enseeg.inpg.fr.

Ces deux mécanismes ont été observés dans un acier ODS à 14% de chrome à l'aide d'essais de traction en MET in-situ à différentes températures [Praud, M., *et al.* - 2012]. Il apparaît que la température joue un rôle important sur l'effet épinglant des précipités. En effet, à une température inférieure à 400°C, un mécanisme d'Orowan est suspecté. L'observation de boucles de dislocations autour des précipités de quelques nanomètres de taille reste néanmoins très difficile. Tandis qu'aux températures supérieures, l'activation thermique permet de passer au travers des particules de seconde phase plus aisément.

La force motrice de la recristallisation est freinée par l'effet des particules. On peut également noter que les nanoparticules présentes au sein des grains auront aussi un effet sur le mouvement des dislocations, et notamment leur capacité de se réorganiser, ce qui pourrait influencer les mécanismes de recristallisation qui entrent en jeu.

Par ailleurs, la présence des précipités sur les joints de grains peut favoriser la recristallisation dynamique dite continue (§ 1.10.3). En effet, [Adachi, H., *et al.* - 2005] montrent que l'augmentation de la quantité des précipités de type Al_3Zr , présents sur les joints de grains dans un alliage Al-Zn-Mg, élargit le domaine de l'existence de la recristallisation dynamique continue pendant le filage en empêchant le mouvement des joints de grains. Des joints de grains peu mobiles permettent aux sous-structures de se développer plus aisément à l'intérieur des grains.

1.8 Texture des structures BCC

Dans les matériaux polycristallins, la texture cristallographique est définie par la distribution statistique des orientations cristallographiques des grains. Un matériau est dit « texturé » lorsque ses grains ont des orientations cristallographiques préférentielles. La texture cristallographique est représentée par des figures de pôles directes (projection d'une famille de plan $\{hkl\}$ sur le repère macroscopique de l'échantillon), ou des figures de pôles inverses (projection d'une direction macroscopique sur le repère du cristal défini par un triangle standard), ou encore par la fonction de distribution d'orientations (une fonction de densité dans l'espace des orientations).

Sous contrainte, tous les grains ne se déforment pas de la même manière. En fonction de leurs orientations initiales, les grains n'activent pas les mêmes systèmes de glissement. Dans le même temps leur orientation cristallographique évolue sous chargement. Ceci conduit à des propriétés mécaniques et physiques anisotropes. La texture joue donc un rôle important dans la définition des propriétés des matériaux.

La texture de déformation des métaux et alliages de structures BCC sont généralement plus complexes que celle des structures CFC, et reste peu étudiée malgré l'importance des aciers ferritiques dans beaucoup

d'applications. Ici, nous donnerons les textures développées dans ces matériaux sous différents types de chargement.

1.8.1 Texture de filage

La principale fibre rencontrée au cours du filage des aciers ferritiques est la fibre α définie par $\{hkl\} \langle 110 \rangle$ avec les directions $\langle 110 \rangle$ parallèles à l'axe de filage [Garcia-Junceda, A., *et al.* - 2012], [Kasada, R., *et al.* - 2011], [Steckmeyer, A., *et al.* - 2010], [Serrano, M., *et al.* - 2012]. La Figure I-20 illustre la microstructure typique d'un acier ODS ferritique à l'état filé, et la texture cristalllographique correspondante.

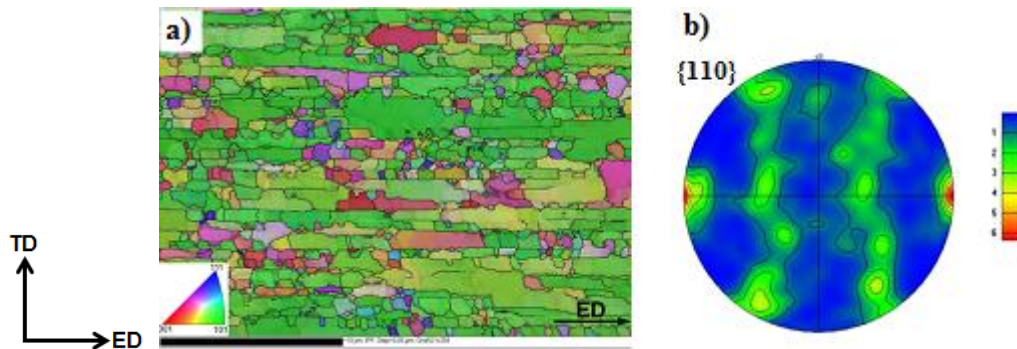


Figure I-20 : Microstructure d'un ODS Fe-14Cr-1W-0.4Ti-0.3Y₂O₃ filé à 1100°C: a) Cartographie d'orientations cristallines, et b) Figure de pôles $\{110\}$ correspondante [Garcia-Junceda, A., *et al.* - 2012].

1.8.2 Texture de torsion

Baczynski et Jonas [Baczynski, J., *et al.* - 1996] ont étudié la recristallisation dynamique d'alliages cubiques centrés (fer α et deux aciers IF) déformés à chaud par torsion (cisaillement). Les principales orientations idéales issues d'essais de torsion sont données dans le Tableau I-1 en termes de plan de cisaillement et de direction de cisaillement et aussi en termes d'angles d'Euler (ϕ_1 ; Φ ; ϕ_2) (selon la convention de Bunge). La figure de pôles $\{110\}$ représentant ces orientations idéales est donnée en Figure I-21. Ces orientations se situent sur deux fibres : la fibre $\{110\} \langle uvw \rangle$ qui correspond à la direction $\langle 110 \rangle$ parallèle à l'axe z , et la fibre $\{hkl\} \langle 111 \rangle$ qui correspond à la direction $\langle 111 \rangle$ parallèle à l'axe θ .

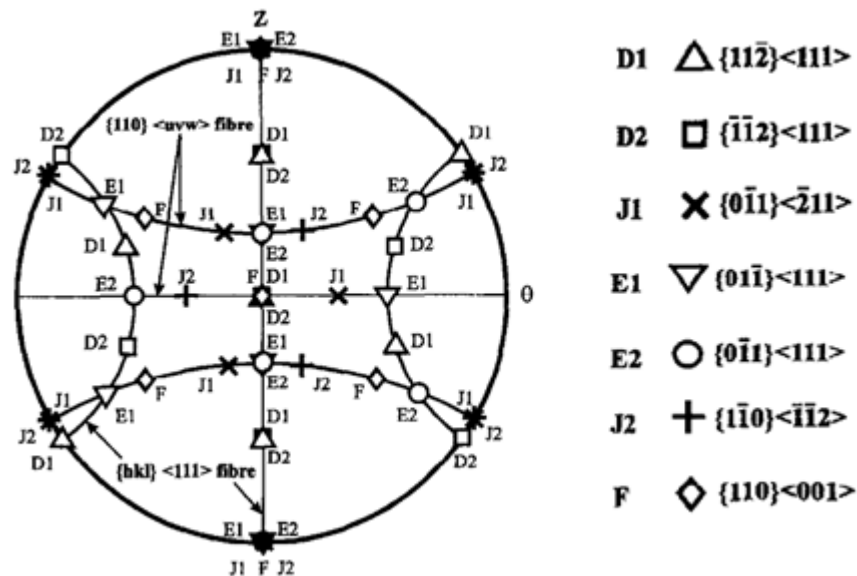
Pour conserver la symétrie de l'essai de torsion (symétrie monoclinique), certaines orientations idéales comme E1/E2 et J1/J2 doivent apparaître par paires. Elles sont appelées symétriques d'ordre deux. Les orientations D1, D2 et F sont, quant à elles, déjà symétriques par rapport à l'axe radial (le centre de la figure de pôle), et peuvent alors être présentes sans orientations complémentaires. Elles sont appelées auto-symétriques.

Tableau I-1 : Principales orientations idéales développées lors d'un essai de torsion d'un matériau BCC [Baczynski, J., *et al.* - 1996].

Orientation	Plan de cisaillement $r\theta$	direction de cisaillement θ	ϕ_1	Φ	ϕ_2
D1	$\{11\bar{2}\}$	$\langle 111 \rangle$	125.3	45.0	0.0
D2	$\{\bar{1}\bar{1}2\}$	$\langle 111 \rangle$	54.7	45.0	0.0
E1	$\{01\bar{1}\}$	$\langle 111 \rangle$	39.2	65.9	26.6
E2	$\{0\bar{1}1\}$	$\langle 111 \rangle$	90.0	35.3	45.0
F	$\{110\}$	$\langle 001 \rangle$	180.0	45.0	0.0
J1	$\{0\bar{1}1\}$	$\langle \bar{2}11 \rangle$	30.0	54.7	45.0
J2	$\{1\bar{1}0\}$	$\langle \bar{1}\bar{1}2 \rangle$	90.0	54.7	45.0

Dans le cas d'un cisaillement négatif (rotation de l'éprouvette dans le sens des aiguilles d'une montre), l'orientation la plus intense en domaine stationnaire pour un matériau cubique centré est l'orientation D2 $\{\bar{1}\bar{1}2\}\langle 111 \rangle$ [Oliveira, Tarcisio R., *et al.* - 2005], [Montheillet, F., *et al.* - 1984], [Baczynski, J., *et al.* - 1996]. Cette orientation préférentielle se développe généralement à des niveaux de déformation élevés, de l'ordre de 6 selon [Oliveira, Tarcisio R., *et al.* - 2005].

Il est intéressant de noter que des résultats symétriques sont obtenus lors d'un cisaillement positif (rotation de l'éprouvette dans le sens trigonométrique), c'est-à-dire que D1 devient l'orientation la plus intense comme le montre la Figure I-22 [Oliveira, Tarcisio R., *et al.* - 2005].

**Figure I-21 : Figure de pôles $\{110\}$ représentant les orientations idéales observées durant un essai de torsion d'un matériau BCC [Baczynski, J., *et al.* - 1996].**

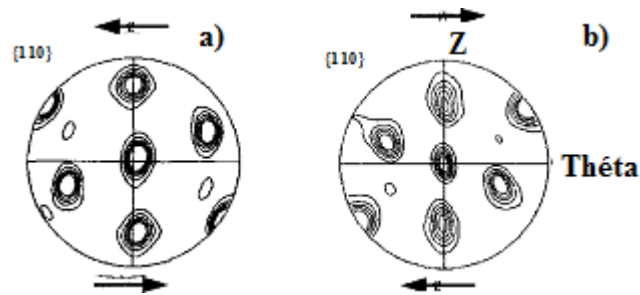


Figure I-22 : Figure de pôles {110} d'un acier 11CrTi après déformation en torsion à 900°C et 1 s^{-1} , $\bar{\epsilon} = 20$: a) la composante D2, et b) la composante D1. Les flèches indiquent le sens du cisaillement [Oliveira, Tarcisio R., *et al.* - 2005].

1.8.3 Texture de compression

Les deux principales fibres rencontrées dans les structures BCC (comme les aciers ferritiques) déformés en compression sont : {001} et {111} parallèles à l'axe de compression comme le représente la Figure I-23 [Kothari, M - 1997], [Onuki, Y, *et al.* - 2012]. À haute température, c'est la fibre {001} qui devient prépondérante [Onuki, Y, *et al.* - 2012].

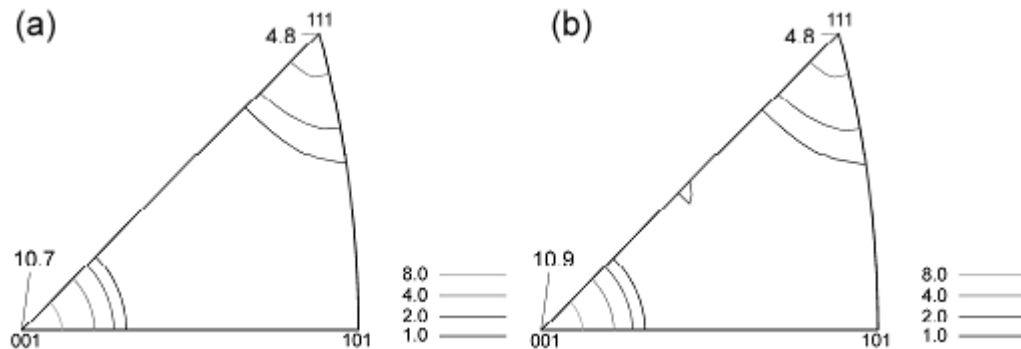


Figure I-23 : Figures de pôles inverses correspondant à l'axe de compression, a) Fe-3%Si comprimé à 1093K et $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ à une déformation égale à -0.96. b) Acier AISI430 comprimé à 1093K et $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ à une déformation égale à -0.98. Selon [Onuki, Y, *et al.* - 2012].

1.9 Simulation du développement des textures pendant la déformation des structures BCC par un modèle viscoplastique auto-cohérent, VPSC

Le modèle VPSC, pour *Visco-Plastic Self-Consistent*, développé par Lebensohn & Tomé [Lebensohn, R.A. , *et al.* - 1993], est largement utilisé pour simuler le développement de texture de déformation pour différents alliages, y compris les structures cubiques centrées (BCC). Ce modèle considère le comportement viscoplastique (VP) de chaque grain, et utilise ensuite un schéma d'homogénéisation auto-cohérent (SC) pour la transition à l'échelle du polycristal. Contrairement au modèle de *Taylor* ou encore celui de *Full-Constraint*, qui attribuent les mêmes conditions de déformation à tous les grains, et qui sont celles du polycristal, la formulation auto-cohérente permet aux grains de se déformer différemment en fonction de leur orientation et de leur interaction avec les grains voisins.

L'approche consiste à remplacer l'interaction d'un grain dans un polycristal par une inclusion ellipsoïdale de même comportement dans un Milieu Homogène Équivalent (HEM) dont les propriétés sont les propriétés moyennes du polycristal (Figure I-24). Cette interaction est traitée selon le formalisme de l'inclusion d'Eshelby.

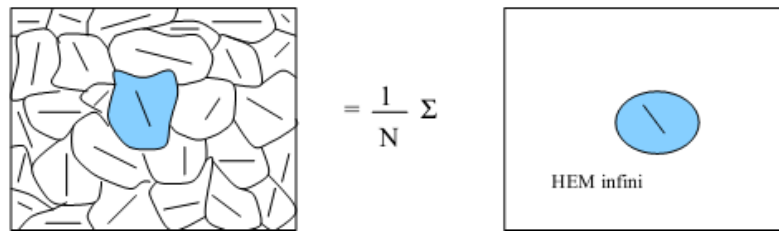


Figure I-24 : Schéma de la représentation du polycristal dans le modèle VPSC.

Au cours de la sollicitation mécanique, la déformation plastique est accommodée par le glissement de dislocations selon des directions et des plans de glissement propres au cristal étudié. Dans la présente étude, la structure BCC a été incorporée en désignant les systèmes de glissement suivant : $\{110\}\langle 111 \rangle$, $\{112\}\langle 111 \rangle$, et $\{123\}\langle 111 \rangle$, soit 48 systèmes au total. Les cissions critiques de ces plans sont supposées similaires.

1.10 Évolution de la microstructure lors de la déformation à chaud

1.10.1 Introduction

On parle de la déformation à chaud lorsque la sollicitation est effectuée à une température $T > 0.5 T_{\text{fusion}}$ (T_{fusion} : température du solidus en Kelvin). Pendant la déformation plastique, les alliages métalliques stockent une quantité d'énergie sous forme de dislocations. Il est largement admis que seulement une fraction de l'ordre de 10% de l'énergie mécanique fournie est stockée sous forme de dislocations, et le reste est dissipé sous forme de chaleur [Cram, D.G. - 2009]. Ces dislocations se trouvent hors équilibre et tendent donc à évoluer vers un état plus stable lors d'un traitement thermique post-déformation. Ce dernier permet l'élimination des dislocations soit par restauration (un processus lent et continu), soit par recristallisation statique (un processus rapide et discontinu). En revanche, quand la déformation plastique se fait à haute température, la création des dislocations (écrouissage) et leur élimination par les différents mécanismes d'adoucissement coexistent : c'est le phénomène de la recristallisation dynamique [Humphreys, F.J., *et al.* - 2004], [Sakai, Taku, *et al.* - 2014]. Il est reconnu comme étant le phénomène le plus influant sur l'évolution microstructurale au cours de la déformation à chaud, et souvent responsable de l'obtention des microstructures fines [Ning, Yongquan, *et al.* - 2011].

La recristallisation dynamique signifie simplement que la recristallisation agit pendant la déformation, par opposition à la recristallisation statique qui se produit sous l'effet d'une activation thermique, lors d'un recuit par exemple.

La compréhension des phénomènes physiques prépondérants et la bonne maîtrise de l'influence des différents paramètres opératoires liés à la déformation à chaud s'avèrent primordiales pour obtenir un produit final avec les propriétés voulues. La recristallisation qui se produit au cours des procédés de mise en forme des matériaux métalliques est d'intérêt scientifique et technologique [Liu, J. - 2011], [Ning, Yongquan, *et al.* - 2011] car elle joue un rôle clé dans l'évolution de la microstructure.

Lorsque l'on examine l'effet de la température (T) et de la vitesse de déformation sur la microstructure finale obtenue, il est souvent utile de combiner ces deux facteurs dans le paramètre de Zener-Hollomon (Z) défini par la relation suivante : $Z = \dot{\epsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right)$

Où $\dot{\epsilon}$: la vitesse de déformation en s^{-1} , T : la température en Kelvin, $R = 8,314 J/K.mol$: la constante des gaz parfaits, et Q : l'énergie d'activation de déformation (J/mol).

La recristallisation dynamique se manifeste par l'apparition de nouveaux grains pendant la déformation. Différents mécanismes peuvent en être à l'origine; les plus connus sont ceux de la recristallisation

dynamique discontinue (RDD), la recristallisation dynamique continue (RDC) et la recristallisation dynamique géométrique (RDG). La recristallisation dynamique des aciers ODS étant très peu traitée dans la littérature, nous nous concentrerons sur des études réalisées sur d'autres matériaux conventionnels (aciers ferritiques / austénitiques, aluminium...).

1.10.2 Restauration dynamique

La restauration dynamique se traduit par le réarrangement et l'annihilation des dislocations générées par la déformation, pour former des sous-joints faiblement désorientés, subdivisant ainsi les grains initiaux en plusieurs sous-grains (Figure I-25). Elle s'accompagne donc d'une réduction globale de la densité de dislocations. Les mécanismes de glissement dévié et de montée de dislocations sont les moteurs essentiels de ce phénomène. Ils impliquent des mécanismes thermiquement activés (diffusion de lacune, ...). Ainsi, les fortes températures de déformation et les faibles vitesses favorisent l'amplitude de la restauration [Humphreys, F.J., *et al.* - 2004]. La courbe contrainte-déformation dans ce cas est généralement caractérisée par une hausse suivie d'un plateau de contrainte d'écoulement stationnaire.

Ce mécanisme dépend étroitement de l'énergie de défaut d'empilement du matériau, γ_{SFE} (SFE pour *Stacking Fault Energy*). Cette énergie, liée aux liaisons atomiques de la matière, détermine la capacité des dislocations unitaires à se dissocier en dislocations partielles. Cette dissociation, qui est promue par une faible valeur de γ_{SFE} , empêche la montée et le glissement dévié des dislocations, qui sont les mécanismes de base responsables de la restauration. Par conséquent, la restauration est beaucoup plus efficace dans les matériaux à forte SFE (aciers ferritiques, aluminium $\gamma_{SFE} \sim 170 \text{ mJ/m}^2$, ...) que dans ceux à faible SFE (Nickel, aciers austénitiques $\gamma_{SFE} \sim 20 \text{ mJ/m}^2$...).

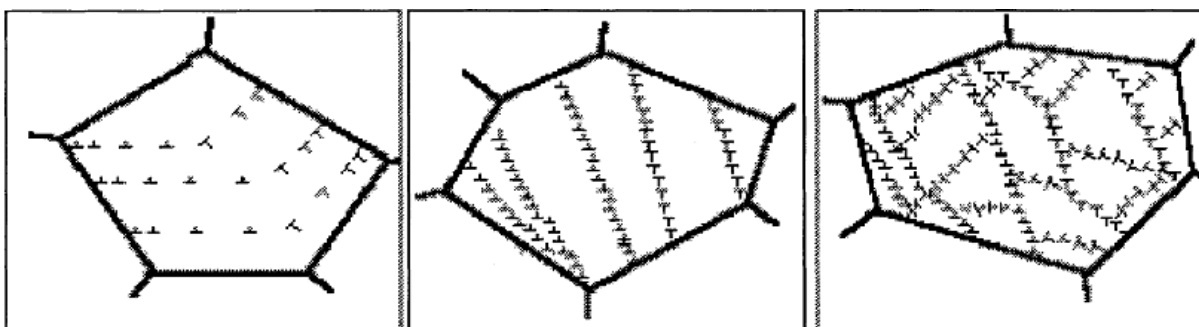


Figure I-25 : Schéma de formation des sous-grains par restauration dynamique avec l'augmentation de la déformation (de gauche à droite) [Gao, F., *et al.* - 2000].

1.10.3 Recristallisation dynamique continue (RDC)

Ce comportement est associé aux matériaux qui possèdent une énergie de défaut d'empilement élevée, soit quelques 10^{-1} J/m^2 (aluminium, fer α , titane β , aciers ferritiques...) qui facilite le glissement dévié des dislocations et la restauration dynamique (réarrangement et annihilation des dislocations pendant la déformation). Contrairement à la recristallisation classique, la RDC est un processus continu et lent ; il n'y a pas d'étape de germination claire. En effet, les nouvelles sous-structures (ou cristallites), formées par restauration dynamique, vont voir leurs désorientations augmenter progressivement sous l'effet de la déformation, et se transformer en joints quand une valeur critique de désorientation est atteinte (typiquement $10\text{-}15^\circ$) [Humphreys, F.J., *et al.* - 2004].

Les principales caractéristiques de la RDC sont résumées par [Gourdet, S., *et al.* - 2003] :

- La courbe contrainte-déformation spécifique à la RDC présente un seul maximum suivi d'un lent adoucissement conduisant à un domaine stationnaire pour des déformations très élevées (qui ne peuvent être atteintes qu'en torsion). À l'état stationnaire, la contrainte d'écoulement et la taille des grains deviennent indépendantes de la déformation.
- Les sous-joints de grain se forment à des déformations faibles. Une partie d'entre eux commencent à se transformer en joints de grain par rotation à des déformations moyennes ($\varepsilon=1$).
- Aux grandes déformations, le matériau est fortement texturé.

La Figure I-26 montre la courbe contrainte-déformation caractéristique de la RDC, ainsi que les modifications structurales induites.

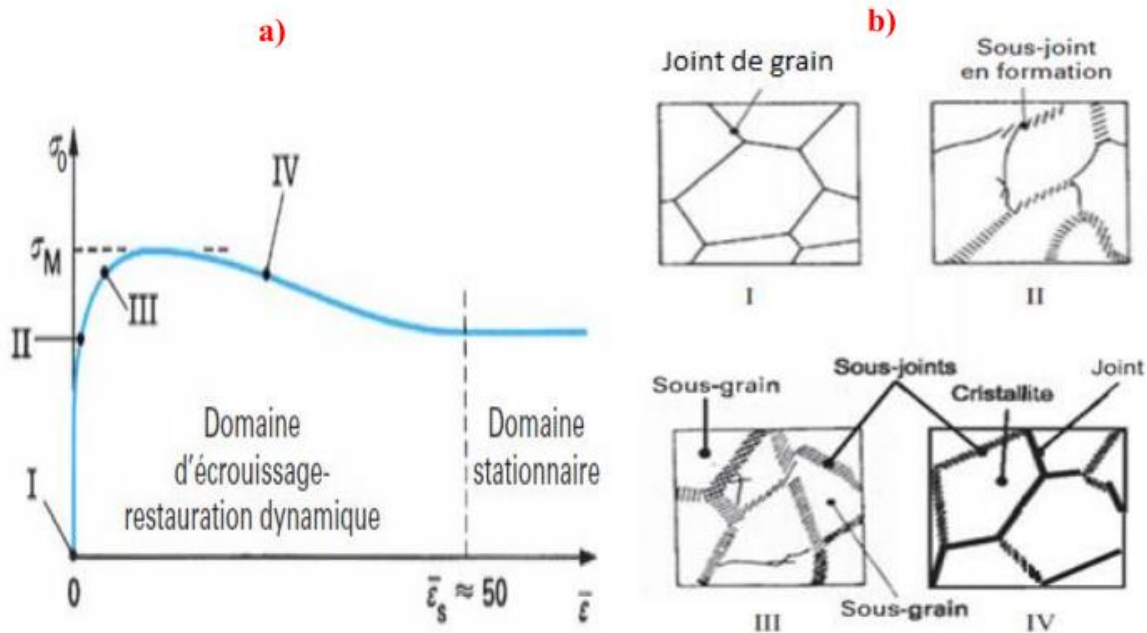


Figure I-26 : Représentation schématique des variations subies au cours de la RDC - a) courbes contrainte-déformation, b) modifications structurales [Montheillet, F. - 2009].

Jusqu'au maximum de la courbe contrainte-déformation, la combinaison des processus d'écrouissage et de restauration dynamique se traduit par une évolution microstructurale qui conduit à la formation des sous-joints subdivisant les grains initiaux en sous-grains (Figure I-26-b). Ces derniers vont s'orienter progressivement au cours de la déformation pour devenir des nouveaux grains.

1.10.4 Recristallisation dynamique discontinue (RDD)

Elle intervient pendant la déformation à haute température des matériaux à énergie de défaut d'empilement faible ou moyenne, soit quelques 10^{-2} J/m² (cuivre, fer γ , aciers austénitiques...) [Montheillet, F. - 2009] car la formation et la croissance des germes nécessitent le stockage d'une densité de dislocations importante [Gourdet, S., *et al.* - 1995]. La RDD exige la migration de joints à forte désorientation. Aux moyennes et grandes déformations, un régime stationnaire est atteint où la contrainte d'écoulement ainsi que la distribution de tous les paramètres microstructuraux deviennent indépendantes de la déformation [Montheillet, F., *et al.* - 2009b]. Les métaux exhibant une recristallisation dynamique discontinue présentent un certain nombre de caractéristiques phénoménologiques qui ont été résumées par [Montheillet, F., *et al.* - 2009b], [Cram, D.G. - 2009], et [Humphreys, F.J., *et al.* - 2004] comme suit:

- Une déformation critique doit être atteinte pour déclencher la recristallisation dynamique. Ce seuil décroît avec le paramètre de Zener-Hollomon.

- Les courbes contrainte-déformation présentent un ou plusieurs pics en fonction de la température et de la vitesse de déformation (paramètre de Zener-Hollomon) (Figure I-27-a).
- Le régime stationnaire est généralement atteint pour des déformations intermédiaires à l'inverse des matériaux subissant une recristallisation dynamique continue (Figure I-26). La contrainte d'écoulement de l'état stationnaire et les paramètres microstructuraux sont indépendants de la taille de grain initiale.
- Les grains recristallisés dynamiquement sont équiaxes avec une taille stationnaire (D_s) qui n'évolue pas au cours de la déformation.
- une loi de puissance inversée est couramment observée entre la contrainte d'écoulement en régime stationnaire et la taille moyenne des grains (Figure I-27-c).
- La recristallisation dynamique discontinue est généralement initiée sur les joints de grains préexistants.

L'ensemble de ces caractéristiques sont illustrées dans la Figure I-27:

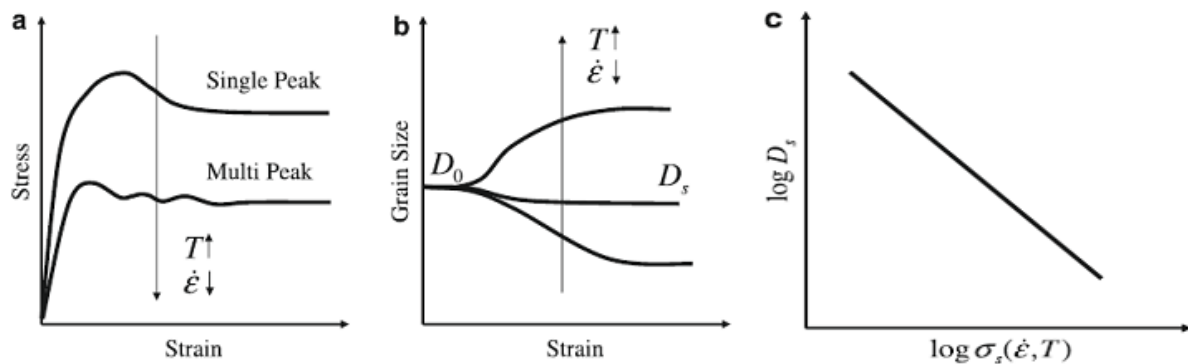


Figure I-27 : Illustration des observations expérimentales liées à la RDD : a) courbes contrainte-déformation montrant le passage d'un seul pic à plusieurs en fonction de Z , b) évolution de la taille initiale des grains D_0 à la taille stationnaire D_s en fonction de Z , c) relation entre D_s et σ_s : paramètres de l'état stationnaire [Cram, D.G. - 2009].

Le mécanisme de germination le plus commun pour la RDD est le SIBM (pour *Strain Induced Boundary Migration*). Il considère la migration d'un joint de grain préexistant à l'intérieur du grain adjacent le plus déformé conduisant à l'apparition d'une zone pauvre en dislocations qui se développe pour devenir un nouveau grain comme illustré dans la Figure I-28.

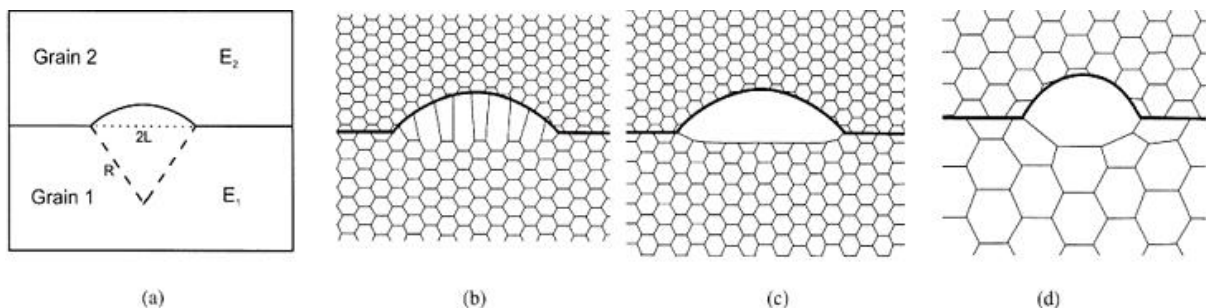


Figure I-28 : Schéma du mécanisme de SIBM : a) gonflement du joint de grains séparant un grain de faible énergie (E_1) d'un grain d'énergie plus grande (E_2), b) entraînement des structures de dislocations par le joint de grains mobile, c) joint de grains libéré des structures de dislocations, et d) sous-grain exempt de défauts issu du SIBM [Humphreys, F.J., et al. - 2004].

La suite du processus de recristallisation dynamique dépend du rapport entre la taille moyenne initiale des grains (D_0) et la taille D_s correspondant au régime stationnaire. Deux cas de figures existent :

- Si $D_0 > 2D_s$ (affinement des grains) : les nouveaux grains continuent à se former successivement via une germination à l'interface entre les grains recristallisés et la matrice non recristallisée, ce qui conduit à une structure en collier [Ponge, D., *et al.* - 1997] (Necklace structure en anglais) (Figure I-29-b).
- Si $D_0 < 2D_s$ (grossissement des grains) : ce cas se produit à faibles valeurs de Z (i.e. température élevée et vitesse de déformation faible). Ce phénomène ressemble à une recristallisation statique (Figure I-29-c).

Enfin, la Figure I-29-a représente les courbes contrainte-déformation associées à la RDD avec un caractère oscillant (si Z est faible) ou un seul pic (si Z est élevé).

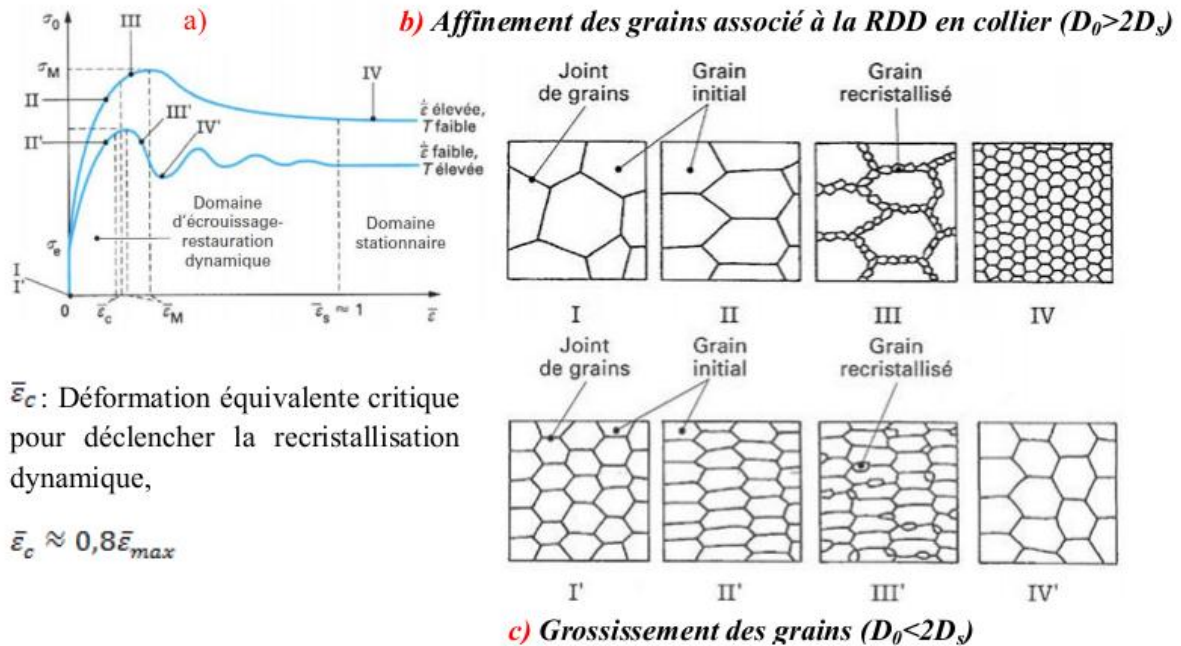


Figure I-29 : Représentation schématique des variations subies au cours de la RDD - a) courbes contrainte-déformation, b-c) modifications structurales [Montheillet, F. - 2009].

1.10.5 Recristallisation dynamique géométrique (RDG)

Un troisième mécanisme générateur de "nouveaux grains" aux grandes déformations fait intervenir le changement de forme des grains initiaux qui s'accompagne de l'augmentation de la surface des joints par unité de volume. Ce mécanisme est qualifié de recristallisation dynamique géométrique (RDG), illustré schématiquement en Figure I-30. Les joints de grains fortement désorientés (traits épais) deviennent de plus en plus ondulés (ou dentelés) au cours de la déformation tandis que les sous-grains, formés par restauration, garde une morphologie approximativement constante. Lorsque l'une au moins de leurs dimensions devient suffisamment faible (environ deux fois la taille des sous-grains), les grains peuvent subir des "pincements" locaux conduisant à leur fragmentation. Il en résulte une microstructure fine, formée essentiellement de joints fortement désorientés qui limitent des petits grains équiaxes de taille comparable à celle des sous-grains (Figure I-30-c). Ces grains peuvent contenir des sous-structures.

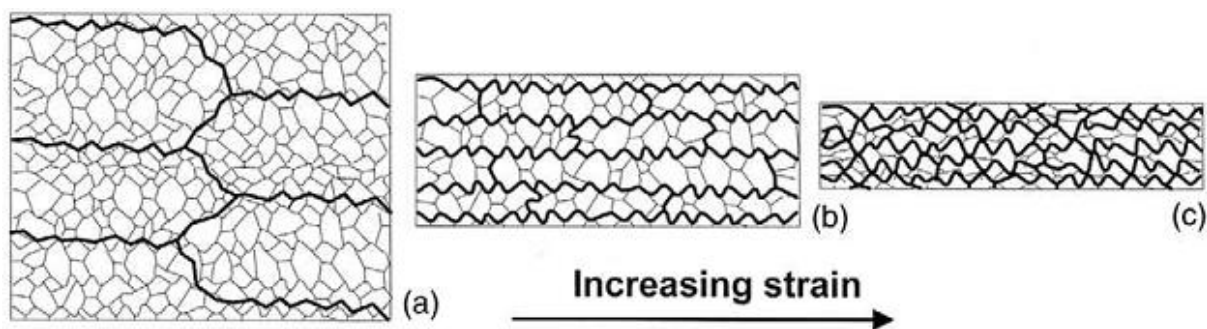


Figure I-30 : Représentation schématisée du mécanisme de recristallisation dynamique géométrique [Humphreys, F.J., *et al.* - 2004].

La production de la GDR dépend de la taille initiale de grains (D_0) et des conditions de déformation. Ce mécanisme est plus probable dans un matériau avec une taille de grains petite déformé à Z faible (haute température et faible vitesse de déformation) [Chauvy, C., *et al.* - 2006].

La GDR peut intervenir dans des matériaux à forte SFE déformés à des niveaux de déformation élevés, de l'ordre de 5 à 10 [Kassner, M. E., *et al.* - 2005]. Elle a été observée dans l'aluminium très déformé en torsion, jusqu'à un niveau de déformation de l'ordre de 60 [Solberg, J.K., *et al.* - 1989], et dans les alliages Al-Mg [Blum, W., *et al.* - 1996], ainsi que dans un acier inoxydable ferritique déformé en torsion [Kassner, M. E., *et al.* - 2005].

La GDR exige la présence de joints de grains dans le matériau avant déformation, alors que la RDD peut aussi se produire dans les monocristaux. Toutefois, il est vraisemblable que les deux mécanismes de RDD et RDG opèrent simultanément. Par exemple, [Chauvy, C., *et al.* - 2006] ont montré que la fragmentation des structures lamellaires de Zircaloy 4 est contrôlée par des mécanismes combinés de recristallisation dynamique continue et de recristallisation dynamique géométrique.

Enfin, il est important de ne pas confondre la RDG avec le mécanisme de migration des joints induite par la déformation (SIBM) discuté précédemment (Figure I-28). D'une part, le SIBM se produit lorsqu'il y a une différence d'énergie stockée de part et d'autre du joint de grains, alors que pour la RDG, cette différence est très faible. D'autre part, le SIBM est un mécanisme de formation des germes impliqués dans la RDD, tandis que les nouveaux grains formés par RDG ne croissent pas et, par conséquent, ne peuvent pas être considérés comme des germes.

1.11 Critères de distinction entre la RDD, RDD, RDG

1.11.1 Énergie de défaut d'empilement (SFE)

La RDD est particulièrement observée dans les matériaux à faible ou moyenne SFE où la restauration est retardée à cause du mouvement lent des dislocations. Pour les matériaux à forte SFE, ce sont les mécanismes de RDD et la RDG qui prédominent. Cependant, cette classification n'est pas systématique. En fonction des conditions de déformation, la pureté et la présence des précipités, la RDD peut aussi intervenir dans les matériaux à forte SFE.

1.11.2 Allure des courbes contrainte-déformation

Les courbes d'écoulement qui présentent un seul maximum à faibles valeurs de Z et des oscillations à Z élevé, puis un état stationnaire sont caractéristiques de la RDD. La RDD et la RDG présentent, en revanche, des courbes typiques de la restauration dynamique comme celle présentée en Figure I-26-a ; d'abord une augmentation de la contrainte au cours de la déformation plastique jusqu'à atteindre un pic, suivie d'une

décroissance lente conduisant à l'établissement d'un état stationnaire à des niveaux de déformation très élevés.

1.11.3 Évolution de la désorientation des parois

À partir d'une cartographie d'orientations cristallines obtenue par EBSD, la distribution des angles de désorientation entre pixels voisins peut donner une indication sur le type de recristallisation dynamique mis en jeu. Ainsi, dans le cas de la RDC, l'augmentation progressive, avec la déformation, de la désorientation des sous-joints et leur transformation en joints provoque une évolution des faibles désorientations vers des valeurs moyennes ($10-30^\circ$). Cela conduit à une distribution uniforme des désorientations dans le cas d'une recristallisation complète.

Inversement, l'observation d'une distribution bimodale avec des sous-joints à très faible désorientation, ($\theta < 3^\circ$) et des joints de grains à forte désorientation ($\theta > 10^\circ$) peut indiquer la présence de la RDD ou la RDG.

1.11.4 Texture de déformation

Les mécanismes de la RDC et de la RDG conduisent généralement à des matériaux très texturés, tandis que la RDD a pour effet traditionnel de rendre la texture plus aléatoire car les germes se forment suivant des orientations souvent variables.

1.12 Transition RDC/RDD

Nous avons vu que la RDD (germination et croissance des nouveaux grains) se produit généralement dans les matériaux à faible SFE. Néanmoins, dans certains cas ce mécanisme peut également intervenir dans les matériaux à forte SFE.

[Yamagata, H. - 1992] a mis en évidence l'existence de la RDD dans l'aluminium (mono et polycristal) de haute pureté 99.999 %wt déformé en compression. Les courbes contrainte-déformation obtenues présentent de fortes oscillations, typiques de la RDD. Ces résultats ont été ensuite confirmés par [Ponge, D., *et al.* - 1997] à l'aide d'essais de traction. La grande pureté induit deux effets opposés ; elle favorise la RDD par l'augmentation de la mobilité des joints de grains, mais en même temps elle peut aussi l'inhiber en limitant l'accumulation de dislocations, qui peuvent se déplacer librement (restauration efficace), et par conséquent réduire la force motrice de la RDD. Les expériences montrent que, *généralement*, c'est le premier effet qui prédomine (Figure I-31).

La RDD peut aussi apparaître lors de la déformation à chaud des alliages d'aluminium et de magnésium à cause de la présence des particules de type Al_6Mn ou Al_4Sr ($>1 \mu m$) qui peuvent devenir des sites de germination préférentielles (PSN en anglais, pour *Paricles Simulated Nucleation*) [Humphreys, F.J., *et al.* - 2004]. Par exemple, la présence de petits grains, formés par un processus de RDD, au voisinage de ces particules a été observée dans un alliage Mg-3%Al-1%Zn-(0.4-0.8)%Sr après filage par [Sadeghi, A., *et al.* - 2011].

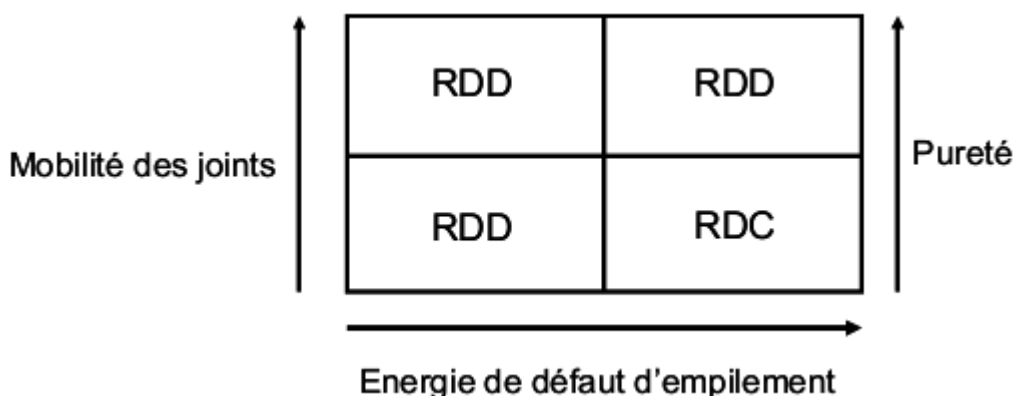


Figure I-31 : Domaines d'apparition de la recristallisation dynamique discontinue et de la recristallisation dynamique continue [Tanaka, K., *et al.* - 1999].

Enfin, il convient de souligner que cette transition recristallisation continue $\rightarrow$ discontinue peut aussi intervenir dans les conditions statiques. Ainsi, [Jazaeri, H., *et al.* - 2004] ont mis en évidence la possibilité d'un changement de mécanisme pendant le recuit de plusieurs alliages d'aluminium AA8006 laminés à froid à différents niveau de déformation. La recristallisation continue est favorisée par des grains plus fins et des niveaux de déformation importants (Figure I-32).

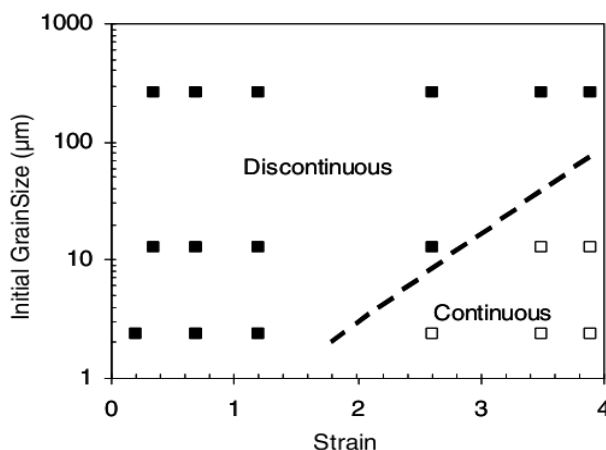


Figure I-32 : Effet de la taille initiale de grains et de la déformation sur la transition RDD/RDC dans l'alliage AA8006 [Jazaeri, H., *et al.* - 2004].

1.13 Cas des aciers ferritiques

Les aciers ferritiques présentent une forte énergie de défaut d'empilement, ce qui signifie que le mouvement de dislocations par montée et glissement dévié est très fluide. Ceci réduit la quantité d'énergie stockée, et par conséquent la force motrice de la recristallisation dynamique conventionnelle (germination et croissance). Celle-ci est donc peu susceptible de se produire lors de la déformation à chaud de ces matériaux [Gourdet, S., *et al.* - 2003]. Il est généralement admis, lors d'une déformation à chaud, que le fer α et ses alliages donnent lieu aux processus de recristallisation dynamique continue (RDC) et de recristallisation dynamique géométrique (RDG). Cependant, dans certaines conditions de déformation, il a été montré que ces alliages peuvent aussi donner lieu au processus de recristallisation dynamique discontinue (RDD).

Selon les travaux menés par [Glover G., *et al.* - 1973] sur la déformation du fer α de haute pureté en torsion, dans un domaine de température compris entre 500°C et 880°C, et des vitesses de déformation entre $3,78 \cdot 10^{-4}$ et $6,43 \text{ s}^{-1}$, l'évolution des microstructures est contrôlée par la restauration dynamique à

toute déformation lorsque la valeur du paramètre de Zener Hollomon (Z) est plus grande qu'une valeur critique. En dessous de cette valeur critique, la recristallisation dynamique discontinue intervient. Une déformation critique doit cependant être atteinte afin d'activer la RDD. La Figure I-33 montre des exemples de courbes contrainte-déformation obtenues à l'aide d'essais de torsion pour différentes températures et vitesses de déformation. Ces courbes présentent de fortes oscillations, typique de la RDD, pour les essais réalisés aux températures les plus élevées.

Dans une autre étude, [Tsuji, N., *et al.* - 1997] ont travaillé sur un acier IF déformé en compression à 850°C et à des vitesses de déformation comprises entre 10^{-3} et 10 s $^{-1}$ jusqu'à un taux de déformation d'environ 0,8. Dans ces conditions, les courbes d'écoulement (Figure I-34) ne présentent pas d'oscillations, et sont typiques des mécanismes de restauration dynamique et/ou RDC. Néanmoins, l'étude évoque la possibilité de la présence de la RDD aux vitesses de déformation les plus faibles (inférieures à 0.1 s $^{-1}$). En effet, des observations microstructurales au microscope électronique en transmission (MET) ont confirmé l'existence des grains recristallisés entourés par des joints fortement désorientés ($> 15^\circ$). Ainsi, ils ont montré qu'à des vitesses de déformation supérieures à 1 s $^{-1}$, il ne se produit que de la restauration dynamique alors qu'à des vitesses de déformation plus faibles, la recristallisation dynamique discontinue intervient. Une présence importante des sous-joints faiblement désorientés est observée dans l'échantillon déformé à 10 s $^{-1}$, tandis qu'après déformation à 10^{-3} s $^{-1}$, une proportion importante des joints fortement désorientés est observée, comme le montre les distributions des angles de désorientation de la Figure I-35.

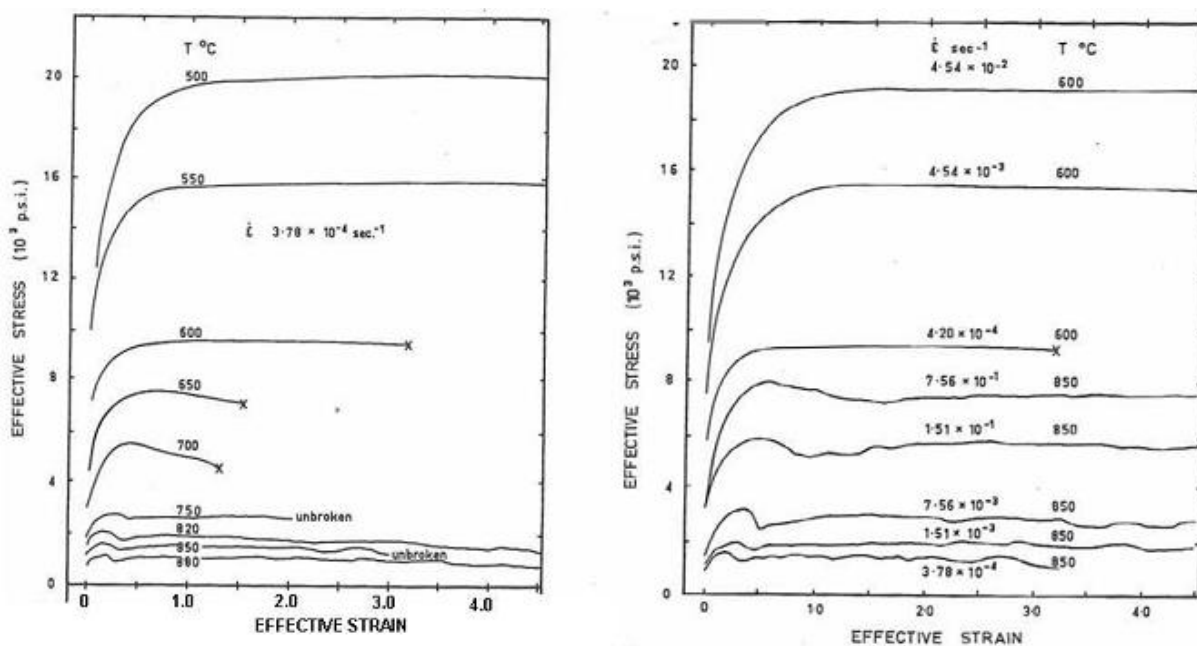


Figure I-33 : Courbes contrainte-déformation du fer α déformé en torsion dans différentes conditions [Glover G., *et al.* - 1973].

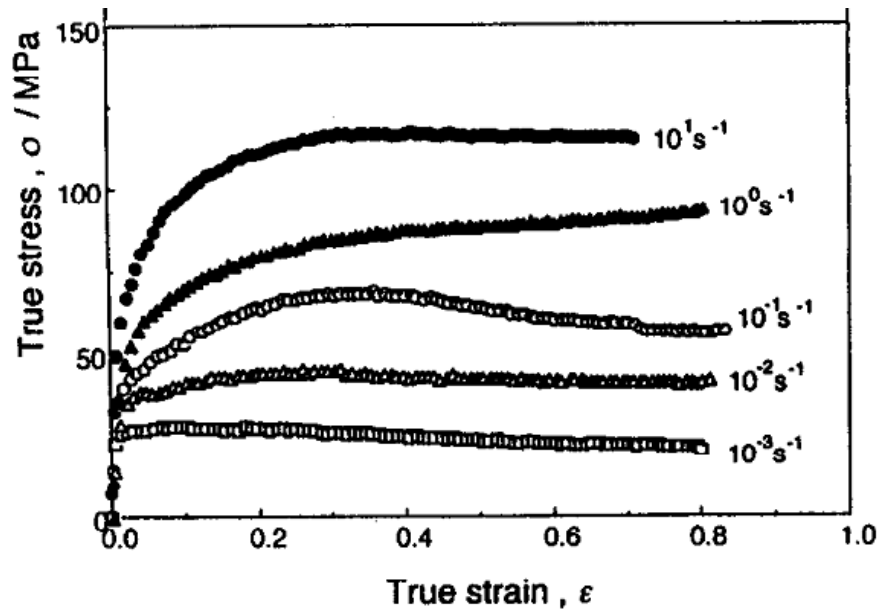


Figure I-34 : Courbes contrainte-déformation d'un acier IF comprimé à 850°C à différentes vitesses de déformation [Tsuji, N., *et al.* - 1997].

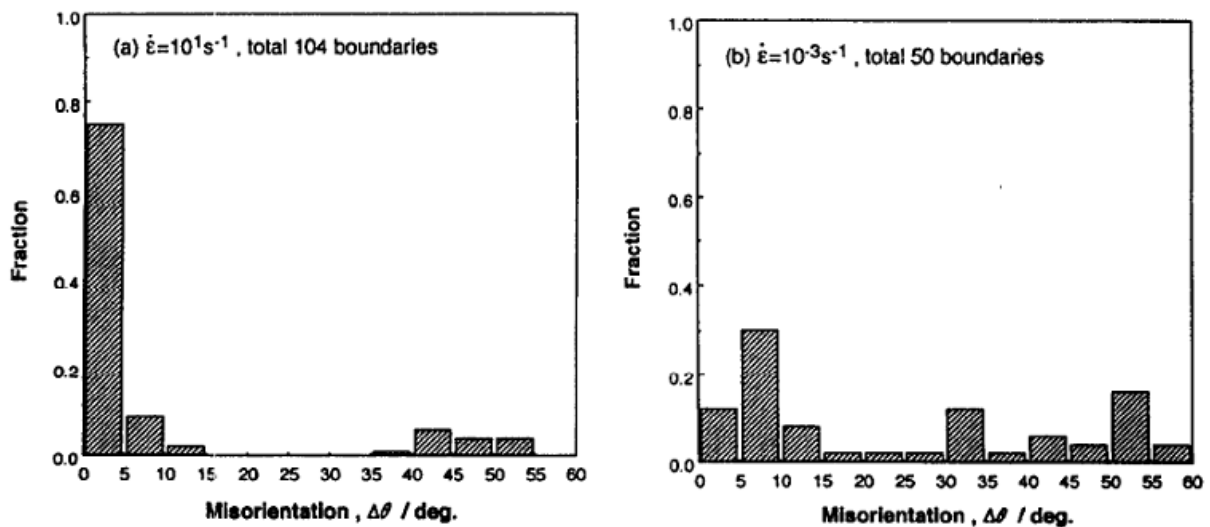


Figure I-35 : Distribution des angles de désorientation pour deux échantillons déformés à une température de 850°C jusqu'à une déformation de 0.8 pour une vitesse de 10 s^{-1} (à gauche), et 10^{-3} s^{-1} (à droite) [Tsuji, N., *et al.* - 1997].

En outre, dans l'étude [Oliveira, Tarcisio R., *et al.* - 2005], les évolutions de la microstructure et de la texture de trois aciers inoxydables ferritiques à 11%Cr, stabilisés au titane et/ou niobium, ont été analysées au cours d'essais de torsion à chaud aux températures de 900 et 1050°C, et pour une vitesse de déformation de 1 s^{-1} . Des essais interrompus à différents niveaux de déformation ont été réalisés dans une gamme de déformations équivalentes comprises entre 0 et 100. Les analyses des microstructures obtenues par la technique de diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) montrent l'existence d'un mécanisme de RDC. Pour les températures les plus basses, la RDG est aussi observée mais uniquement à des niveaux de déformation très élevés et près des joints triples.

Un autre acier inoxydable à 21%Cr déformé en compression aux températures de 950 et 1050°C, et aux vitesses de sollicitation de 0.01, 0.1 et 1 s^{-1} jusqu'à un niveau de déformation compris entre 0.2 et 0.6 a été étudié par [Mehtonen, S. V., *et al.* - 2013]. À l'aide des mesures EBSD, l'étude montre que le mécanisme mis en jeu dépend de la valeur du paramètre Z. En effet, aux valeurs de Z élevées (i.e hautes vitesses de

déformation et faibles températures), la restauration dynamique est le seul mécanisme adoucissant identifié, alors qu'à Z faibles, quelques petits grains recristallisés, vraisemblablement par un mécanisme de RDC, sont observés. Ils sont indiqués par des flèches sur la cartographie de la Figure I-36. Ces grains sont majoritairement formés près des joints de grains en raison de la quantité importante de dislocations dans cette région permettant ainsi l'augmentation des désorientations des sous-joints, et leur transformation progressive en joints fortement désorientés avec la déformation (Figure I-37).

Le même changement de mécanisme (restauration $\rightarrow$ RDC), en diminuant le paramètre Z , a été observé dans un acier ferritique à 26%Cr par [Gao, F., *et al.* - 2000]. Dans cette dernière étude, ce phénomène est traduit par un schéma spécifiant les évolutions de la microstructure en fonction de la valeur de Z (Figure I-38).

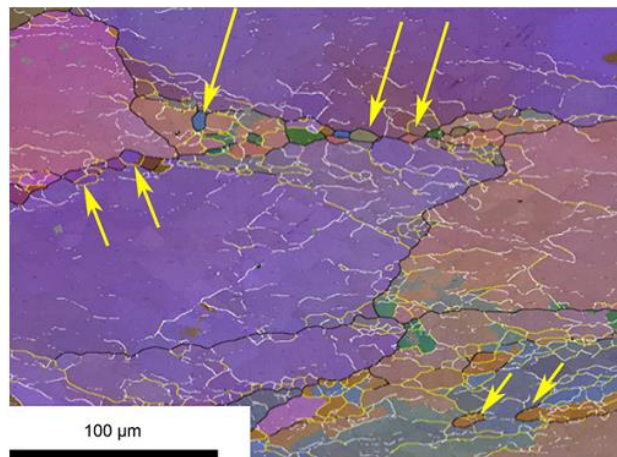


Figure I-36 : Microstructure d'un acier 21% Cr déformé à 1000°C et 1 s^{-1} à $\epsilon=0.6$. Les traits blancs et jaunes présentent les sous-joints de désorientations entre 2-5° et 5-15°, respectivement. Les traits noirs (>15°) représentent les joints de grains. Les flèches jaunes indiquent la présence des grains recristallisés, vraisemblablement par un mécanisme de la RDC [Mehtonen, S. V., *et al.* - 2013].

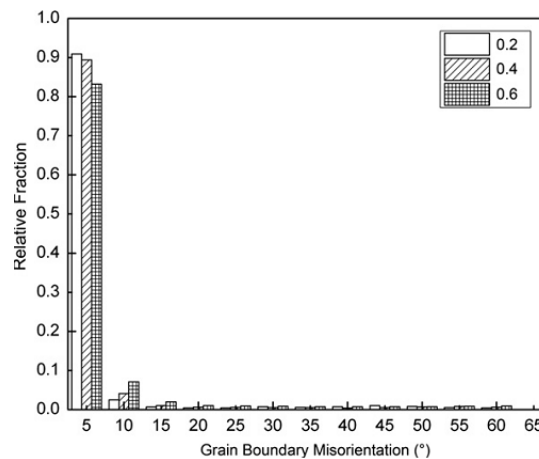


Figure I-37 : Augmentation de désorientations avec la déformation [Mehtonen, S. V., *et al.* - 2013].

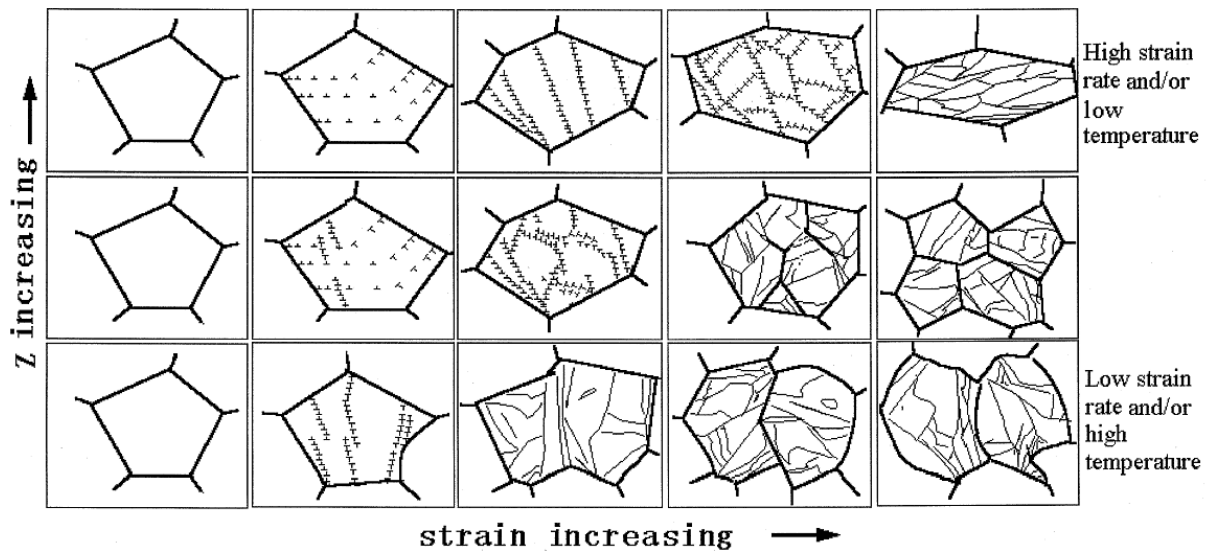


Figure I-38 : Schéma de la formation des sous-joints par restauration et l'apparition des nouveaux joints par recristallisation dynamique avec la déformation à différentes valeurs de Z [Gao, F., *et al.* - 2000].

La même équipe a ensuite étudié cet acier en compression plane dans la même gamme de températures (950-1050 °C) et à des vitesses de déformation allant jusqu'à 10 s^{-1} , ce qui correspond à des paramètres Zener-Hollomon compris entre $4.67 \times 10^{14} \text{ s}^{-1}$ et $8.91 \times 10^{17} \text{ s}^{-1}$ [Mehtonen, S. V., *et al.* - 2014]. Le matériau a été déformé en une seule passe jusqu'à des niveaux de déformation compris entre 0.2 et 1.5. L'étude montre que pour les valeurs élevées de Z , c'est la restauration dynamique qui se produit au début, ensuite la RDC et la RDG sont observés aux niveaux de déformation les plus élevés (1.5). Aux valeurs de Z faibles, la restauration dynamique et la RDC se produisent. Les mêmes mécanismes sont observés à Z intermédiaire avec néanmoins la possibilité d'une RDD.

Dans une autre étude, [Castan, C., *et al.* - 2013] ont étudié l'influence des conditions de déformation sur les phénomènes métallurgiques pour un alliage de Fe-8% Al via des essais de torsion à chaud. Les essais sont réalisés entre 900 et 1050°C, et à des vitesses de déformation comprises entre 0.1 et 10 s^{-1} . Dans cet alliage, deux types de recristallisation dynamique ont été identifiés. À haute température et à une vitesse de déformation élevée, la RDD est activée, tandis qu'à basse température et à une vitesse de déformation faible, c'est la RDC qui prédomine (Figure I-39).

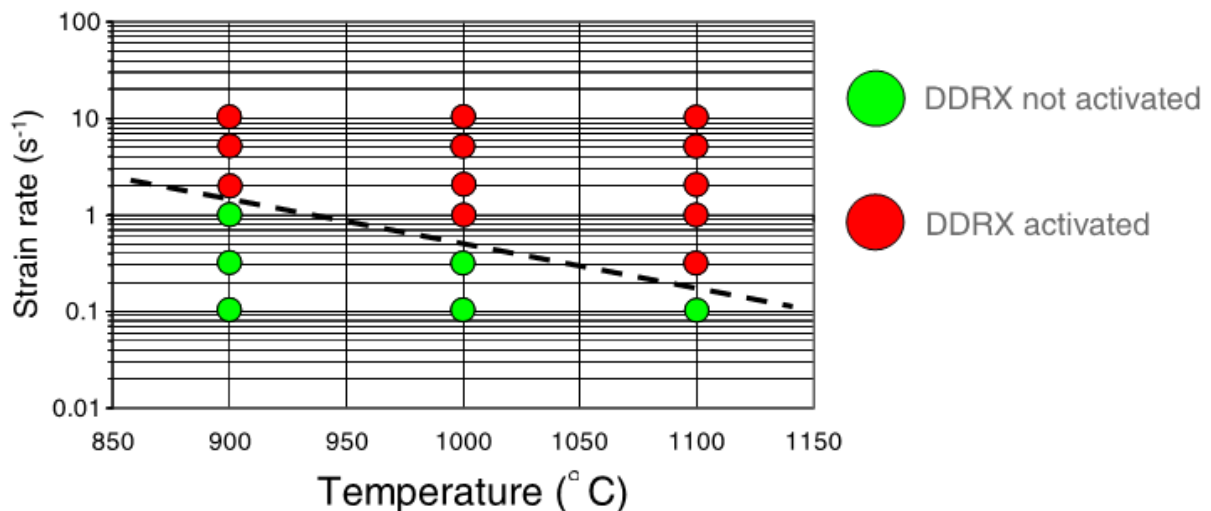


Figure I-39 : Domaines d'activation de la RDD dans un acier Fe-8%Al [Castan, C., *et al.* - 2013].

Par ailleurs, [Kim, Sung-Il, *et al.* - 2002] ont analysé la microstructure après déformation à chaud d'un acier ferritique inoxydable AISI 430. À l'aide d'essais de torsion dans une plage de température comprise entre 900 et 1100°C, et une vitesse de déformation comprise entre 0.05 et 5 s⁻¹, ils attribuent l'affinement de la microstructure observé à un mécanisme de RDC dont la cinétique croît avec une diminution de la température et/ou une augmentation de la vitesse.

Considérant tous ces résultats, il n'est pas facile de faire une corrélation systématique entre les conditions de déformation (paramètre de Zener-Hollomon) et le(s) mécanisme(s) de recristallisation sous-jacents. Dans les aciers ferritiques, l'existence et la cinétique de chacun des mécanismes (notamment la RDC et la RDD) peuvent varier d'une nuance à l'autre.

1.14 Évolution de la microstructure après déformation

Les différents mécanismes de recristallisation dynamique qui interviennent au cours de la déformation à chaud des matériaux métalliques conduisent à la formation de microstructures souvent instables. Ces microstructures peuvent contenir trois types de grains différents :

Type 1 : des petits grains recristallisés dynamiquement exempts de dislocations,

Type 2 : des grains plus gros recristallisés dynamiquement et contenant une densité moyenne de dislocations,

Type 3 : des grains non recristallisés, chargés de dislocations.

Durant le refroidissement final ou un traitement thermique post-déformation, chacun de ces trois types de grains aura un comportement différent. Ainsi,

Type 1 : les petits grains peuvent continuer à croître pendant le recuit par un mécanisme de recristallisation post-dynamique (ou méta-dynamique).

Type 2 : si la densité de dislocation stockée dépasse un seuil critique, ces grains vont connaître une recristallisation statique. Ou bien, ils vont évoluer vers un état plus stable par restauration, appelé restauration post-dynamique.

Type 3 : ces grains subissent un mécanisme de recristallisation. Quand le matériau est complètement recristallisé, l'ensemble des grains va croître davantage. La relation entre les différents processus de restauration et l'adoucissement global du matériau est schématisée en Figure I-40.

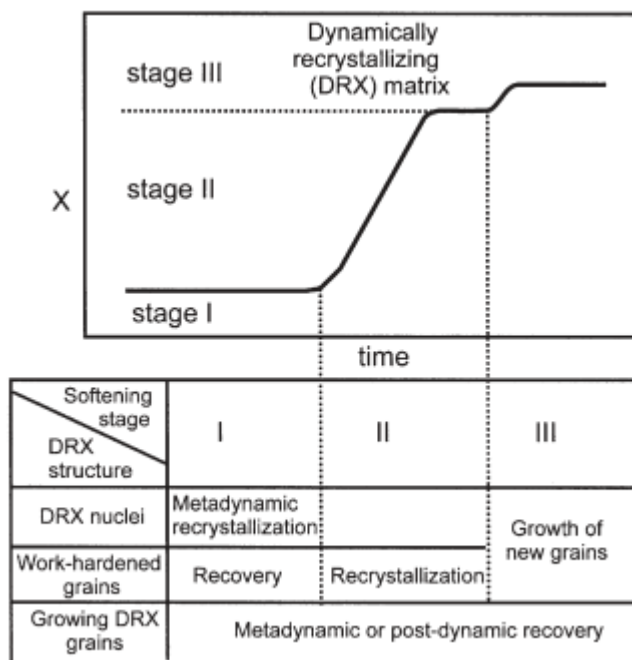


Figure I-40 : Différents étapes d'adoucissement et leurs mécanismes de restauration sous-jacents après déformation à chaud [Humphreys, F.J., *et al.* - 2004].

1.15 Bilan

Les évolutions de la microstructure accompagnant la déformation à chaud sont liées à des phénomènes de recristallisation dynamique. La recristallisation dynamique discontinue (RDD) intervient dans les matériaux à faible énergie de défaut d'empilement ; les nouveaux grains se forment par germination et croissance. Ce phénomène, très connu, est largement étudié depuis les années 1960. En revanche, pour les matériaux à forte énergie de défaut d'empilement, comme les aciers ferritiques, les évolutions sont souvent gérées par la formation des sous-structures faiblement désorientées, et leur transformation en nouveaux joints dans un processus continu, c'est la recristallisation dynamique continue (RDC).

Il est admis que la RDC est le mécanisme dominant lors de la déformation à chaud des aciers ferritiques. Cependant, il est aussi possible d'observer un changement de mécanisme, en fonction des conditions de déformation. L'existence de la RDD dans ces matériaux a été rapportée dans quelques études.

Dans le cas des aciers ODS ferritiques étudiés dans cette thèse, la forte densité des nanoparticules présentes dans la matrice applique une force d'épinglage importante à la fois sur les joints de grains et sur les dislocations, ce qui réduit considérablement leur mouvement. Sachant que des joints de grains peu mobiles sont défavorables à la RDD, et dans le même temps, que des dislocations peu mobiles sont défavorables à la RDC, ces précipités vont certainement jouer un rôle décisif dans la nature et la cinétique des mécanismes qui interviennent pendant la mise en forme à chaud de ces matériaux. L'effet de la précipitation couplé à l'hétérogénéité de la microstructure des aciers ODS rend leur analyse potentiellement très complexe.

Chapitre 2. MATÉRIAUX ET MÉTHODES DE CARACTÉRISATION MICROSTRUCTURALE

Ce chapitre présente les différentes nuances analysées dans cette étude, leurs conditions d'élaboration et les techniques de caractérisation employées pour analyser les microstructures de déformation.

2.1 Matériaux de l'étude

2.1.1 Composition chimique

De nombreux matériaux ont été élaborés et caractérisés dans cette étude. Ils sont tous issus d'une matrice ferritique contenant 14% de Cr et 1% de W en pourcentage massique. La principale différence résulte dans la quantité et la nature des renforts introduits dans la matrice. Ainsi, le rôle des précipités sur les mécanismes de déformation à chaud et les évolutions microstructurales sous-jacentes seront particulièrement mis en évidence. Quatre nuances ont été ainsi obtenues dont les compositions chimiques, en éléments majeurs, sont indiquées dans le Tableau I-2.

Tableau I-2 : Composition chimique des nuances étudiées, exprimée en pourcentage massique, des éléments majeurs.

Nuance	Fe	Cr	W	Ti	Y ₂ O ₃
ODS fortement renforcée	Bal.	14	1	0.4	0.3
ODS de référence	Bal.	14	1	0.3	0.25
Renforcée en Ti	Bal.	14	1	0.4	-
Non renforcée	Bal	14	1	-	-

À partir de la nuance ODS de référence, une cinquième nuance dite « surcuite » a été élaborée. La poudre a subi un traitement thermique à 1350°C pendant 3h avant consolidation afin d'induire une croissance des nano-précipités par murissement d'Ostwald [Williams, Ceri A., *et al.* - 2012]. Au total, nous avons donc étudié 5 nuances d'aciers inoxydables ferritiques.

Pour rappel, chaque élément d'alliage remplit une fonction distincte :

Le chrome : pour assurer une bonne résistance à la corrosion. Il donne aux aciers ODS leur caractère inoxydable par formation d'une couche de passivation constituée d'oxyde de chrome. C'est un élément α -gène qui rétrécit le domaine γ .

Le tungstène : pour durcir le matériau par effet de solution solide.

Le titane : pour améliorer la résistance mécanique à haute température, grâce à une homogénéisation et à un affinement de la dispersion d'oxydes [Ukai, S., *et al.* - 1993].

L'oxyde d'yttrium : pour former avec le titane des précipités très fins, de type Y-Ti-O, améliorant la résistance au fluage.

2.1.2 *Processus d'élaboration*

2.1.2.1 Nuances ODS

Les matériaux ODS utilisés dans cette étude ont été préparés selon le protocole standard du CEA. La poudre pré-alliée, atomisée au gaz (Ar) par la société *Aubert&Duval* et cobroyée avec de l'yttrine par la société *Plansee*, a été introduite dans une billette en acier doux (nuance C22) d'un diamètre extérieur de 72 mm et de 240 mm de longueur. La billette est fermée à l'aide d'un bouchon inséré sous une presse de 30 tonnes, puis soudé afin d'assurer l'étanchéité de la billette avant un dégazage à 400°C pendant 2h sous un vide secondaire de l'ordre de 2.10^{-5} mbar. Cette opération permet de limiter la présence des porosités dans le matériau final [Couvrat, M. - 2011]. La billette a ensuite subi un pré-frittage à 1100°C pendant 1h dans un four rayonnant sous air, avant d'être filée à chaud à l'aide d'une presse hydraulique (effort maximum 575 tonnes). Le filage est réalisé à une vitesse de fouloir de 25 mm/s et dure quelques secondes seulement. Le diamètre de sortie de la filière est de 21 mm, ce qui correspond à un rapport de filage de 13. La barre ainsi filée mesure plus d'un mètre de longueur et présente un cœur ODS de 17.5 mm de diamètre recouvert de 1.75 mm de gaine en acier doux. Le produit filé est ensuite refroidi à l'air.

Afin de pouvoir suivre l'évolution de la microstructure à différents instants du procédé de filage, des filages interrompus sont nécessaires. Ces essais interrompus sont conduits de la même manière que les filages de référence à l'exception de la course du fouloir, qui est limitée par une cale de 70 mm. Ainsi, on obtient un culot de filage constitué d'une partie complètement filée et d'une partie encore en amont de la filière (Figure I-41-a). Cette matière, appelé « état 0 », est entièrement consolidée [Sornin, D., *et al.* - 2013a], mais n'a pas subi les déformations liées au passage dans la filière. Elle est également utilisée pour usiner les éprouvettes d'essais thermomécaniques (torsion et compression) réalisés dans cette étude. De plus, l'analyse d'une coupe longitudinale du culot de filage (Figure I-41-b) permet de retracer l'histoire thermomécanique subie par la matière pendant son passage dans la filière. Ceci est possible via des observations microstructurales à différentes positions le long des lignes de courant.

2.1.2.2 Nuance renforcée au Ti

Cette nuance a été atomisée par *Aubert&Duval* et broyée, sans addition d' Y_2O_3 , au LTME_x-CEA. Le broyage a été effectué dans un attriteur vertical pendant 10h sous atmosphère d'argon, avec un rapport $V_{billes}/V_{poudre}=15/1$, et une vitesse de rotation nominale de 400 rpm. La poudre broyée, obtenue en deux lots, présente une granulométrie moyenne de 300 μm . Elle a été ensuite mise en gaine, dégazée et consolidée par filage interrompu dans les mêmes conditions que les nuances ODS précédentes.

2.1.2.3 Nuance non renforcée

Cette nuance sans renfort a été élaborée dans l'objectif d'analyser le comportement de la matrice seule, et par conséquent d'identifier l'effet des nano-renforts sur les mécanismes de déformation des nuances ODS. Atomisée par *Aubert&Duval*, la poudre présente un diamètre moyen de l'ordre de 250 μm . Elle est ensuite filée directement sans broyage. L'étape de filage est réalisée dans les mêmes conditions que les nuances précédentes.

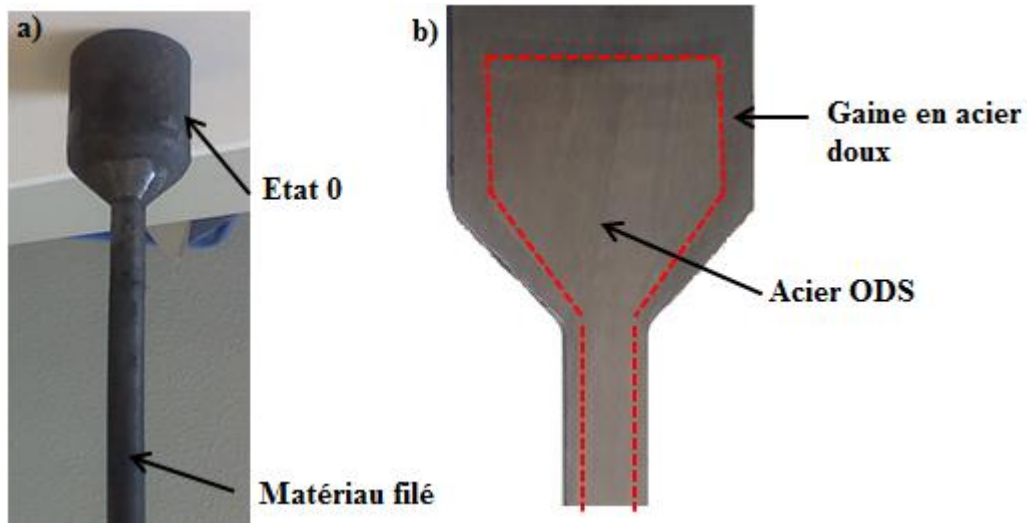


Figure I-41 : Matière obtenue par filage interrompu : a) culot de filage, et b) coupe longitudinale, par électroérosion, suivant le plan médian d'un culot de filage.

2.2 Caractérisation de la microstructure par EBSD

L'EBSD (Electron BackScattering Diffraction) est une technique basée sur la diffraction des électrons rétrodiffusés par un matériau cristallin placé sous le faisceau électronique d'un microscope électronique à balayage (MEB). Elle permet d'acquérir une multitude de données sur la microstructure analysée : la morphologie des grains, la distribution des joints de grains, les gradients d'orientations intragranulaires, la texture cristallographique... Contrairement aux autres techniques de diffraction (Rayons X ou Neutrons), l'EBSD permet de corréler texture morphologique et cristallographique, c'est-à-dire la taille et la forme des grains, et la distribution des orientations cristallographiques associée.

Dans cette étude, nous avons utilisé un MEB-FEG (*Field Emission Gun*) équipé d'un système EBSD Brücker. Le post-traitement des données acquises est effectué par le logiciel HKL Channel 5.

2.2.1 Principe de l'EBSD

Après diverses interactions élastiques et inélastiques entre le faisceau électronique et l'échantillon, une partie des électrons est diffusée et une autre rétrodiffusée en dehors de l'échantillon. Parmi ces électrons rétrodiffusés, certains sont nécessairement en condition de diffraction de Bragg avec les différentes familles de plans cristallographiques. Ces électrons rétrodiffusés et diffractés par certaines familles de plans forment des cônes de diffraction. L'intersection des cônes de diffraction avec un écran phosphorescent, placé face à l'échantillon, forme des bandes appelées **bandes de Kikuchi**, dont la largeur est inversement proportionnelle à la distance inter-réticulaire des plans diffractant. Pour augmenter la qualité des diagrammes de Kikuchi, l'échantillon est incliné à 70° (Figure I-42).

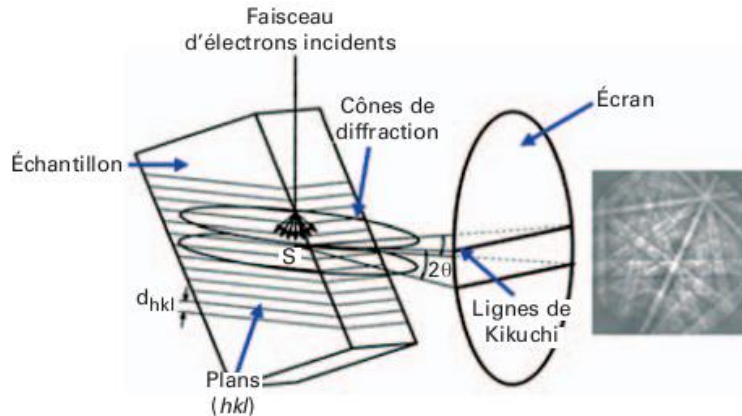


Figure I-42 : Principe de formation des lignes de kikuchi en EBSD [Baudin, T - 2010].

2.2.2 Indexation des diagrammes

Les diagrammes de Kikuchi étant formés, il convient alors de les indexer afin de caractériser l'orientation cristallographique correspondante. L'indexation se fait automatiquement grâce à des algorithmes de détection des bandes dans le diagramme numérisé. Elle peut se faire :

- *Online* quand les points sont indexés au fur et à mesure que l'échantillon est balayé,
- *Offline* quand l'indexation est effectuée après l'enregistrement de l'ensemble des clichés.

Dans la présente étude, le diagramme de Kikuchi est défini par la détection de 7 bandes minimum. L'indexation se fait *online* avec un temps d'indexation d'environ 7ms par point.

2.2.3 Traitement des données EBSD

Après acquisition, les données sont enregistrées dans un fichier « *.bcf » (codage spécifique au système Brûker). Ce fichier est converti par la suite en un fichier texte « *.ctf » contenant la liste de tous les points mesurés sous forme de tableau. Chaque point est défini par :

- La phase : si l'échantillon est multi-phasé, chaque phase correspond à un numéro (1 paramètre)
- Sa position (x,y) (2 paramètres)
- Son orientation cristallographique, si le point est indexé, donnée par les trois angles d'Euler (3 paramètres)
- L'indice de confiance évaluant la fiabilité de la mesure (1 paramètre)
- La qualité d'image (1 paramètre)

La première étape de traitement des données EBSD consiste à nettoyer les cartographies, c'est-à-dire remplacer les points non indexés par l'orientation des pixels voisins. Ces points non indexés, appelés aussi « zero solution », correspondent aux pixels auxquels le logiciel ne peut pas attribuer une orientation. Il s'agit généralement des zones fortement écrouies, des rayures sur la surface de l'échantillon, ou encore des joints de grains. Une fois la cartographie nettoyée, l'exploitation des mesures peut alors commencer.

2.2.4 Exploitation des données EBSD

Les aciers ODS présentent des microstructures fines et très hétérogènes, ce qui rend leur caractérisation complexe. En effet, la microstructure très fine nécessite un pas de mesure faible (50 nm), tandis que l'hétérogénéité mésoscopique nécessite d'étudier des zones suffisamment étendues pour être représentative de la microstructure. De plus, l'hétérogénéité de taille et de morphologie des grains rend difficile la

quantification des données microstructurales. Etant donné ces difficultés, divers paramètres caractéristiques ont été introduits afin de permettre une meilleure description des microstructures obtenues après déformation à chaud.

2.2.4.1 Distribution de la taille des grains

Deux méthodes sont utilisées pour estimer la taille des grains :

- **Diamètre de cercle équivalent** : diamètre du cercle formé avec une aire équivalente à l'aire de la section du grain, donné par : $D_{circle} = \sqrt{\frac{4 * A}{\pi}}$ où A est l'aire du grain.
- **Intersection linéaire ou méthode des intercepts** : elle consiste à mesurer la distance entre les points d'intersection entre des joints de grains et un segment de droite qui traverse le grain (Figure I-43). Cette mesure renseigne sur l'espacement entre tous les (sous) joints de grains présents dans la microstructure. Elle constitue un autre moyen de caractérisation de la taille des (sous) grains.

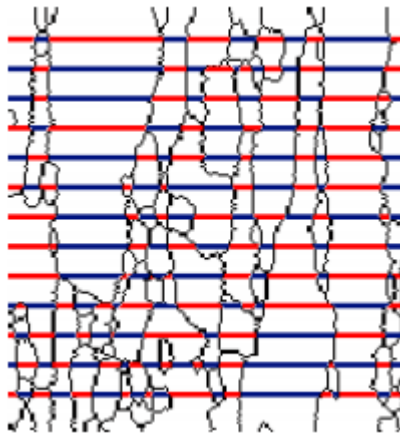


Figure I-43 : Illustration de la méthode des intercepts. Un changement de couleur indique la rencontre d'un (sous) joint de grains.

2.2.4.2 Facteur de forme des grains

Sa valeur est déterminée en ajustant une ellipse autour du grain, et en mesurant le rapport de la longueur du grand axe à la longueur du petit axe. Il permet de révéler l'anisotropie morphologique d'une microstructure. Un grain équiaxe possède un facteur de forme proche de 1, alors qu'un grain allongé présente un facteur de forme beaucoup plus élevé. Ainsi, la valeur du facteur de forme est toujours supérieure ou égale à l'unité.

2.2.4.3 Distribution des angles de désorientation

Il s'agit de la distribution en fréquence de la désorientation cristallographique entre deux pixels. Cette distribution peut être corrélée ou non corrélée.

- La distribution **corrélée** est la plus souvent utilisée. Les angles de désorientation sont mesurés entre pixels voisins. Elle permet de déterminer les proportions de parois de forte (%HAB pour *High Angle Boundaries*) et de faible (%LAB pour *Low Angle Boundaries*) désorientation, et par conséquent de suivre la transformation éventuelle des sous joints de grains en joints.

- La distribution **non corrélée** contient, quant à elle, des informations concernant la désorientation entre points sélectionnés d'une manière aléatoire, et qui ne sont donc pas forcément voisins. Cette distribution, comparée à la distribution de *Mackenzie*, renseigne sur le degré d'isotropie de l'échantillon analysé. Pour cette étude, seule la distribution corrélée est employée.

2.2.4.4 Distribution des désorientations intragranulaires

Les désorientations au sein des grains peuvent être quantifiées grâce au KAM (Kernel Average Misorientation). Ce paramètre permet de mesurer la désorientation moyenne entre le pixel considéré et ses voisins (Figure I-44), en excluant du calcul toutes les désorientations supérieures à la valeur de l'angle critique (Θ_{JdG}), choisi pour définir un joint de grain. Il est égal à 10° dans notre cas. Le KAM s'exprime en degrés, et est associé à un pixel.

$$KAM = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \theta_i$$

Avec N le nombre de pixel voisins, définissant le rayon du kernel, et θ_i l'angle de désorientation entre le pixel considéré et son voisin i ($\theta_i < \Theta_{JdG}$). Le KAM peut être directement corrélé à la densité de *dislocations géométriquement nécessaires* (GND) présentes dans le matériau déformé [Kubin, L. P., *et al.* - 2003], [Gao, H., *et al.* - 1999].

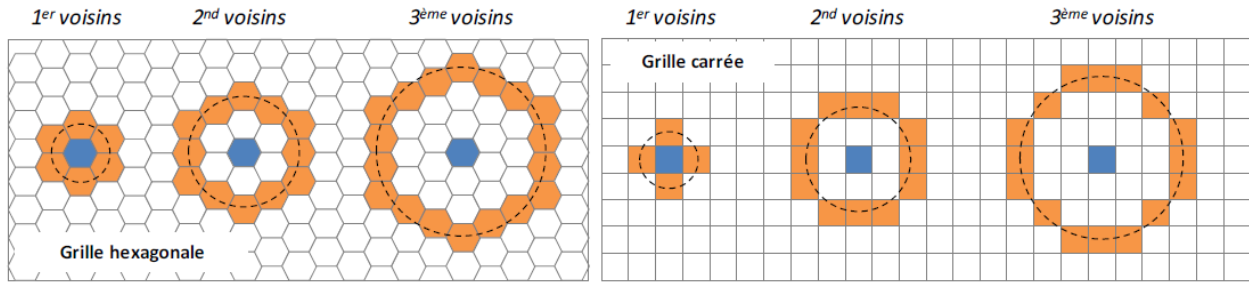


Figure I-44 : Représentation du KAM, suivant le nombre de voisins choisi, en fonction du type de grille de la cartographie EBSD.

2.3 Diffraction des rayons X

Les analyses DRX présentées dans cette étude sont réalisées au SRMA/LA2M par S. Bosonnet sur un diffractomètre Bruker D8-Discover équipé d'un berceau d'Euler $\frac{1}{4}$ de cercle, au centre duquel se trouve une platine porte-échantillon mobile selon 3 axes de directions orthogonales. Le collimateur de diamètre 1 mm est mis en place pour limiter l'analyse aux zones d'intérêt. Les analyses de texture ont été réalisées par mesure des plans $\{110\}$, $\{200\}$ et $\{211\}$. Ici, nous ne présentons que les plans $\{110\}$.

Pour mesurer la texture des échantillons issus du filage, le repère lié à l'échantillon est défini selon la direction d'extrusion (ED), la direction transversale (TD) et la direction normale (ND). ND est au centre des figures de pôles. La position $\chi=0^\circ$ correspond au centre de la figure et $\chi=90^\circ$ est à la périphérie. La position $\varphi=0^\circ$ est donnée par la direction axiale (ED) et la direction transverse (TD) coïncide avec $\varphi=90^\circ$.

Rappel sur les angles du goniomètre :

Le générateur de RX est fixe. En plus de la rotation de l'échantillon d'un angle θ autour de l'axe X, et de la rotation du détecteur d'un angle 2θ par rapport au faisceau incident (montage θ - 2θ), la configuration du goniomètre permet deux autres rotations : la rotation φ autour de l'axe Z et la rotation χ autour de l'axe Y (Figure I-45).

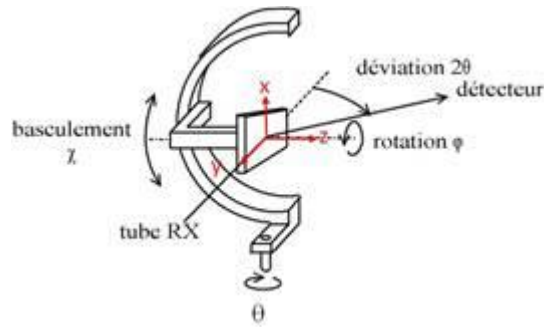


Figure I-45 : Schéma du montage de diffraction des rayons X utilisé pour mesurer la texture.

2.4 Moyens de caractérisation complémentaires

En plus de techniques de l'EBSD et de la DRX, d'autres moyens de caractérisation microstructurale sont également utilisés dans cette étude afin de compléter et enrichir les analyses. Ces moyens sont :

- La diffraction des neutrons : pour mesurer la texture cristallographique d'un volume important, de l'ordre du cm^3 .
- La microscopie électronique en transmission : pour caractériser les précipités fins présents dans les matériaux étudiés.
- Les mesures de dureté. Il s'agit de dureté Vickers généralement réalisée avec des charges de 1 à 5 Kg.

2.5 Préparation des échantillons

Afin de réaliser des observations microstructurales, les échantillons prélevés ont été polis. Le polissage mécanique s'effectue sur des papiers abrasifs au carbure de silicium jusqu'au grade 1200, puis grâce à des pâtes diamantées d'une granulométrie allant de 9 à $1\ \mu\text{m}$. Une solution de silice colloïdale (OPS) permet ensuite d'éliminer les fines rayures résiduelles. Cet état de surface est suffisant pour faire des observations au MEB ou des analyses de texture par DRX.

En revanche, compte tenu du caractère superficiel de l'analyse EBSD, il est important d'apporter des soins supplémentaires à la surface d'observation. Une étape de finition à l'OPS sur un plateau vibrant pendant plusieurs heures (6 à 8 h) est donc réalisée.

PARTIE II.

ÉTUDE DU PROCÉDÉ DE FILAGE À CHAUD

Chapitre 1. DÉTERMINATION DU CHARGEMENT THERMOMÉCANIQUE LIÉ AU PROCÉDÉ DE FILAGE PAR LA SIMULATION NUMÉRIQUE

Ce chapitre a pour but d'étudier les évolutions des paramètres thermomécaniques durant le procédé de filage. Compte-tenu de la complexité du chargement, la simulation numérique reste le moyen adéquat pour le déterminer. Pour cela, une loi de comportement a été identifiée avec des essais de torsion à chaud, et utilisée pour simuler le procédé par la méthode des éléments finis. Avant d'aborder cette partie numérique, une présentation du procédé de filage des aciers d'une manière générale suivi d'un focus détaillé sur le procédé de filage à chaud du CEA est faite.

1.1 Généralités

Le filage (« extrusion » en anglais) est un procédé de transformation appliqué notamment aux matériaux métalliques. Il consiste à exercer une pression sur un bloc métallique pour qu'il traverse une filière dont l'orifice définit la géométrie du produit obtenu. Le procédé permet d'obtenir en pratique des taux de déformation très élevés.

À l'origine, ce procédé a été développé pour la transformation du cuivre mais il fut très vite appliqué à la plupart des métaux dits "mous" dès la fin du XIX^e siècle. Le filage des aciers est quant à lui relativement récent (milieu du XX^e siècle) [Evans, G. - 1938] ; le procédé est pourtant identique à celui utilisé pour les métaux « mous ». Son développement fut ralenti en raison des températures beaucoup plus hautes à atteindre (autour de 1200°C) pour que la déformabilité de l'acier soit meilleure. Ces conditions ont soulevé deux défis technologiques :

- Le filage doit être réalisé en un temps très bref ; d'une part pour ne pas faire chuter la température au contact des outils qui ne peuvent pas être chauffés à de telles températures, et surtout pour ne pas dégrader ces mêmes outils par un contact prolongé. Les presses hydrauliques modernes permettent des filages extrêmement rapides (quelques secondes) et lèvent donc cette difficulté.

- Le deuxième point déterminant était d'obtenir une lubrification efficace à ces températures. Celle-ci doit réduire au maximum les frottements entre la billette et les outils mais aussi jouer le rôle d'isolant thermique pour protéger davantage les outils. Ceci a été rendu possible par la mise au point du filage lubrifié par le verre (procédé Ugine-Séjournet vers 1945) [Sejournet, J. - 1975].

Le procédé de filage de poudre est tout à fait similaire à celui du filage des métaux massifs. Dans ce cas, la poudre est soit pré-compactée par des techniques telles que la compaction isostatique à chaud ou Spark Plasma Sintering (SPS), soit chargée directement à l'état pulvérulent dans une gaine en métal. La problématique se rapproche alors du cofilage de deux métaux massifs.

Les principaux paramètres décrivant le procédé de filage sont :

- Rapport de filage ou de réduction de section qui est le rapport entre l'aire des sections de la billette et du produit sortant de la filière,
- Angle et géométrie de la filière,
- Vitesse de filage,
- Température et durée de préchauffage de la billette,
- Lubrification et tribologie,
- Propriétés mécaniques et thermiques du matériau filé.

La majeure partie de ces paramètres influe sur la nature du chargement thermomécanique subi par la matière lors de son filage, et par conséquent sur la microstructure qui en résulte. Habituellement, des rapports de réduction de section de 10 à 25 sont utilisés. Pour le filage des poudres, il est important de filer avec un rapport de filage et une température suffisante afin d'obtenir un matériau parfaitement dense.

Les principaux outillages dans un procédé de filage sont :

- Le conteneur qui constitue l'enceinte dans laquelle la billette est mise en pression,
- La filière qui définit la géométrie du produit obtenu après déformation,
- Le fouloir, qui vient appliquer les efforts de presse sur la billette et assurer l'écoulement de la matière à travers la filière,
- Le grain de poussée, qui sert simultanément de tête d'étanchéité et de barrière thermique entre le fouloir et la billette,
- L'aiguille, généralement montée sur le fouloir pour les alliages durs, dont la section droite correspond au profil intérieur souhaité pour le produit. Elle est utilisée dans le cas de filage de tubes.

Par ailleurs, l'écoulement pendant le filage lubrifié se divise en trois régimes :

- Un premier régime transitoire dit « *de soie* » est observé, durant lequel les déformations ne sont pas homogènes, et ce jusqu'à ce que toute la face avant de la billette soit filée (Figure II-1).
- Un deuxième régime dit « *permanent* » pendant lequel la déformation est régulière. Une droite initialement perpendiculaire à l'axe de la billette est transformée en une courbe de forme parabolique. Ceci signifie simplement que le centre de la billette file avant l'extérieur à cause du frottement (Figure II-1).

Sur le rayon du produit filé, la déformation n'est pas réellement homogène. En effet, la partie extérieure suit un chemin de déformation plus long pour passer dans la filière et subit une déformation plastique plus importante. Cette hétérogénéité de déformation implique une hétérogénéité de propriétés mécaniques avec des variations qui restent cependant limitées pour un filage ayant une lubrification et une température maîtrisés.

- Enfin, le régime « *transitoire* » du culot, au cours duquel ce dernier doit rattraper le retard pris par l'extérieur sur le centre de la billette.

La déformation plastique lors du filage est associée à un échauffement du matériau qui n'est pas négligeable vis-à-vis de la température de mise en forme. Par exemple, pour un acier conventionnel filé à 1200°C, l'échauffement est estimé à l'aide de la formule suivante : $\Delta T \sim 2p$, avec p : la pression dans le conteneur en kgf/mm² [Jacob, G. - 1976]. Pour un filage qui nécessite une pression de l'ordre de 50 kgf/mm², l'échauffement est alors de l'ordre de 100°C. Les phénomènes observés en pratique confirment l'ordre de grandeur de l'échauffement trouvé par la formule précédente.



Avant de la barre en régime transitoire de soie



Milieu de la barre en régime permanent

Figure II-1 : Écoulement du métal pendant le filage [Jacob, G. - 1976].

1.2 Procédé de filage au CEA

1.2.1 Introduction

La Figure II-2 présente un schéma du filage de poudre tel qu'il est réalisé sur les installations du SRMA/LTMEx. Sur la Figure II-2-a, la poudre (ici en bleu) est contenue dans un gainage (orange) initialement cylindrique constitué d'acier doux (C22).

La filière est fixe, et maintenue hydrauliquement par le conteneur (jaune). La portée conique permet d'assurer la transmission des efforts radiaux de filage vers le conteneur plus massif. Lors du filage, un fouloir cylindrique solidaire de la traverse de la presse vient déplacer le grain de poussée vers le bas. La présence d'un joint torique en cuivre permet d'éviter que le gainage ne soit extrudé dans le jeu entre le grain et le conteneur. La billette (gainage + poudre) préalablement chauffée à 1100°C est ainsi filée sous la pression appliquée (Figure II-2-b). Une lubrification à base de graphite adaptée aux hautes températures est interposée entre le gainage et les outillages. Le conteneur est équipé de résistors qui permettent de le préchauffer à 380°C environ. Par conduction, la filière est portée à la même température. Par contre, le grain de poussée positionné dans le conteneur après la billette est à température plus basse (200°C environ). Le filage standard au CEA se fait à 1100°C avec un rapport de filage de 13, et une vitesse de presse de l'ordre de 25 mm/s.

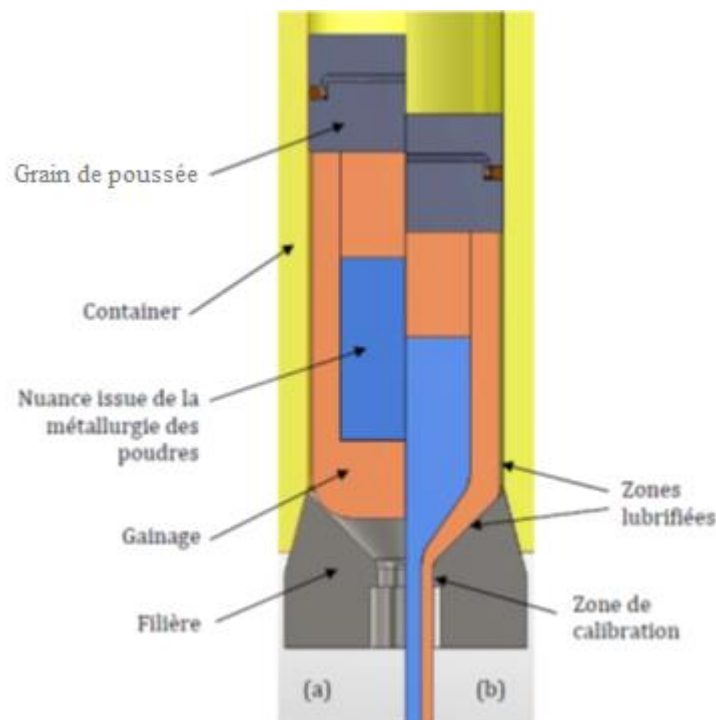


Figure II-2 : Schéma du filage réalisé au CEA Saclay (SRMA-LTMEx).

1.2.2 Déroulement du filage

1.2.2.1 Remplissage

Les gaines de filage standards mises en œuvre au laboratoire contiennent de 1 à 3 kg de poudre. De géométrie cylindrique, la gaine a un diamètre extérieur de 72 mm et un diamètre intérieur de 64 mm avec une hauteur de 180 à 240 mm. La gaine est usinée en acier doux (C22) pour différentes raisons

technologiques, notamment la possibilité de l'éliminer par attaque chimique après filage. Elle est munie d'un « queusot », tube de petit diamètre, permettant le dégazage de la billette (Figure II-3).

Pour préparer une billette, la poudre d'acier ODS est chargée dans une gaine. Le bouchon est inséré sous une presse de 30 tonnes qui soumet la poudre à une première compaction à froid, et lui confère une densité relative d'environ 60 %. Le bouchon est ensuite soudé afin d'assurer l'étanchéité de la billette. La billette est ainsi prête pour être dégazée.

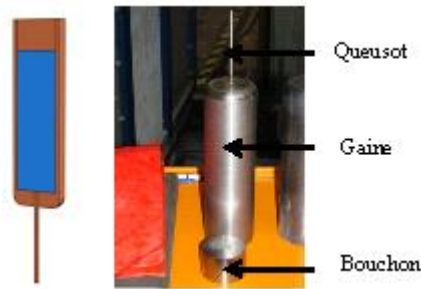


Figure II-3 : Gaine de filage en acier doux (diamètre 72 mm), munie d'un queusot ; tube de petit diamètre permettant un dégazage de la billette.

1.2.2.2 Dégazage

Cette opération permet d'évacuer les gaz et l'humidité de la billette afin que ceux-ci ne se retrouvent pas occlus pendant le filage, ce qui pourrait engendrer des porosités et une contamination de la poudre par l'oxygène ou l'azote. Le dégazage est habituellement réalisé à 400°C pendant deux heures, avec un pompage sous vide secondaire par le queusot. Après cette étape, le queusot est pincé et soudé. La réelle nécessité du dégazage a cependant été remise en question par des analyses chimiques de matériaux filés avec et sans dégazage préalable [Couvrat, M. - 2011].

1.2.2.3 Préchauffage

Avant d'être filée, la billette est chauffée à la température de filage souhaitée, généralement 1100°C. Elle est introduite en four chaud sous air pour une heure, durée choisie pour s'assurer de l'homogénéité de la température dans le matériau. [Couvrat, M. - 2011] a suivi l'évolution de la température pendant ce traitement thermique via 3 thermocouples donnant la température à la gaine, à l'interface gaine/ODS, et au cœur de la billette (Figure II-4-a). La poudre atteint 1100°C après seulement 20 minutes de chauffe comme l'illustre la Figure II-4-b.

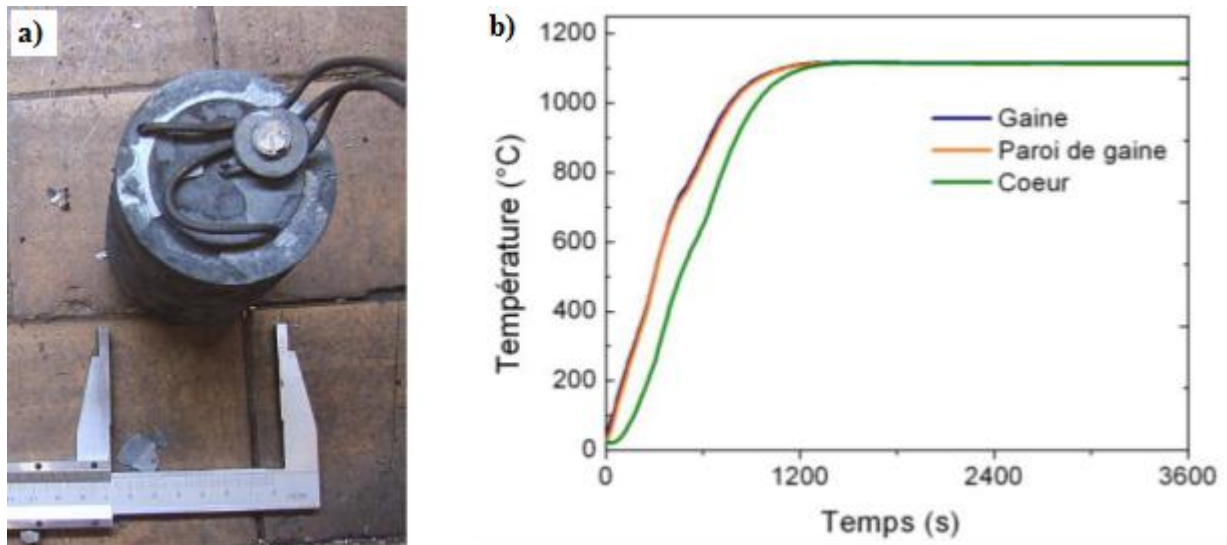


Figure II-4 : a) Billette de poudre avec 3 thermocouples, et b) Évolution de la température de la billette lors du traitement de réchauffage [Couvrat, M. - 2011].

Après une heure en four, la billette est sortie et immédiatement installée dans le conteneur de la presse à filer. Toute cette partie de la presse (conteneur et filière) est préchauffée à 380°C environ (température maximale atteignable par le matériau du conteneur) afin de limiter le refroidissement de la billette par conduction. L'opération chronométrée depuis l'ouverture du four jusqu'au moment où la presse peut être lancée correspond au maximum à 15 secondes. Lors de ce laps de temps, la perte de température relevée est nulle à cœur et inférieure à 5°C en paroi de gaine [Couvrat, M. - 2011]. Ce refroidissement assez lent de la billette s'explique, entre autres, par une couche de calamine de 0,4 mm qui se forme en surface de la gaine lors du préchauffage ; elle joue le rôle d'isolant thermique. Le refroidissement est donc négligeable et l'on peut considérer que la température au départ du filage est égale à la température de chauffage.

1.2.2.4 Filage

La billette réchauffée est transférée dans le conteneur de la presse et filée. Le filage se fait à l'aide d'une presse hydraulique verticale d'une capacité de 575 tonnes (Figure II-5). Les paramètres à prendre en compte sont alors d'une part le rapport de filage, égal à 13 pour la gamme standard ; il est obtenu avec une filière de diamètre 21 mm pour un conteneur de 75 mm de diamètre, et d'autre part la vitesse d'avance de la presse de 25 mm.s⁻¹.

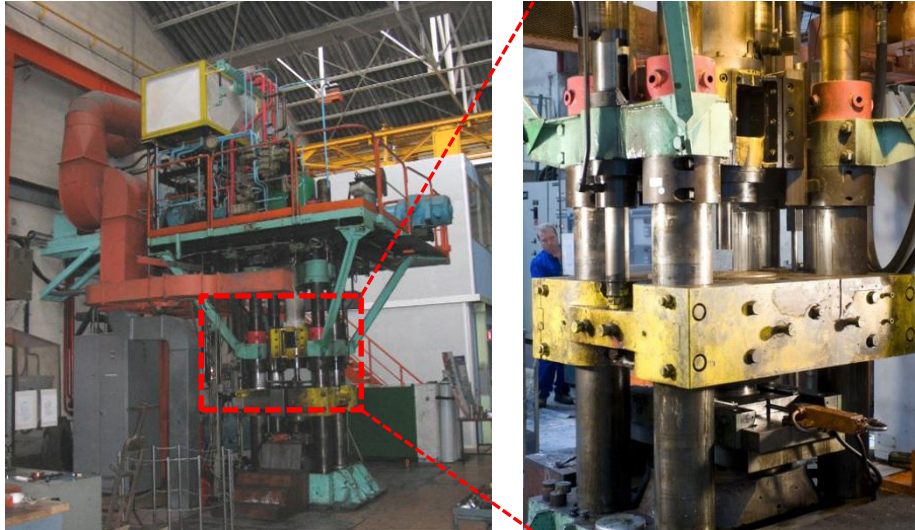


Figure II-5 : Presse hydraulique verticale de 575 tonnes du CEA Saclay (SRMA-LTMEEx).

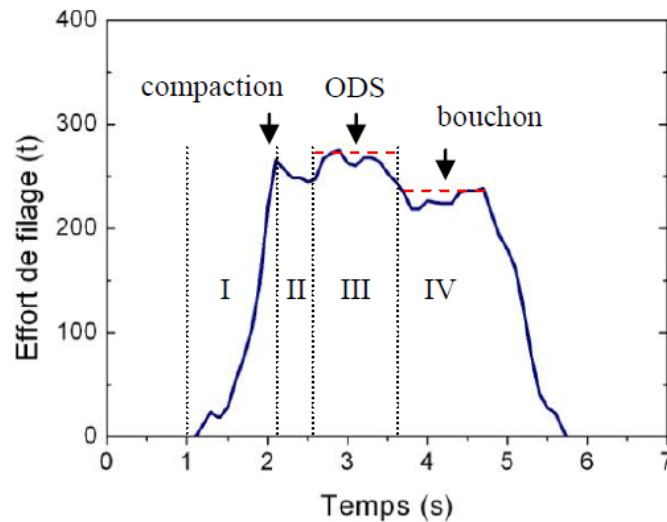


Figure II-6 : Effort de filage en fonction du temps [Couvrat, M. - 2011].

La Figure II-6 montre un exemple de courbe d'effort de filage ; plusieurs stades peuvent être identifiés :

I- Écrasement de la billette et compaction de la poudre, caractérisé par un pic d'effort. À ce stade, la poudre est très dense [Sornin, D., *et al.* - 2013a]. Pendant le filage, la poudre présente donc un comportement similaire à celui d'un matériau dense.

II- Filage de la partie avant de la gaine en acier doux.

III- Filage de l'acier ODS, plus résistant, qui nécessite donc un effort plus élevé.

IV- Filage du bouchon.

L'étude [Couvrat, M. - 2011] montre une croissance progressive de l'effort maximale pour une température décroissante selon l'équation :

$$\text{Effort (tonnes)} = -0.72 \times T (^{\circ}\text{C}) + 1090.$$

L'effort maximal varie de la même manière avec le rapport de filage (R) en suivant l'équation :

$$\text{Effort (tonnes)} = 15 \times R + 105.$$

1.3 Simulation numérique du procédé par la méthode des éléments finis

1.3.1 Objectifs et modèle

La production d'un tube ou d'une barre se confronte toujours à la capacité des outillages et du matériel. La capacité maximale de la presse est un seuil technique à prendre en compte lors de la conception d'une billette de filage. En effet, l'effort nécessaire dépend des nuances mises en jeu, des températures respectives des outils et du lopin, du choix de la lubrification, ainsi que de la vitesse de sollicitation. La simulation numérique du filage permet d'évaluer la sensibilité de l'effort de filage aux paramètres de mise en forme. Elle permet également d'accéder au chargement thermomécanique vécu par la matière durant l'opération de filage.

La mise en forme de poudres requière l'utilisation d'un gainage afin d'éviter la pollution et la corrosion lors du filage. Cette particularité implique la prise en compte des deux matériaux dans la simulation numérique.

Dans cette étude, des simulations numériques ont été réalisées à l'aide du code de calcul par éléments finis MSC-Marc[®]. Il s'agit d'un modèle 2D axisymétrique avec 4 corps différents (Figure II-7) :

- Le lopin ODS (orange) : corps 2D déformable.
- Le gainage en acier doux (violet) : corps 2D déformable.
- L'outil (conteneur + filière) (jaune): corps 1D indéformable et fixe.
- Le poussoir (vert) : corps 1D indéformable et mobile, avec une vitesse de translation constante, et égale à la vitesse de filage (25 mm/s).

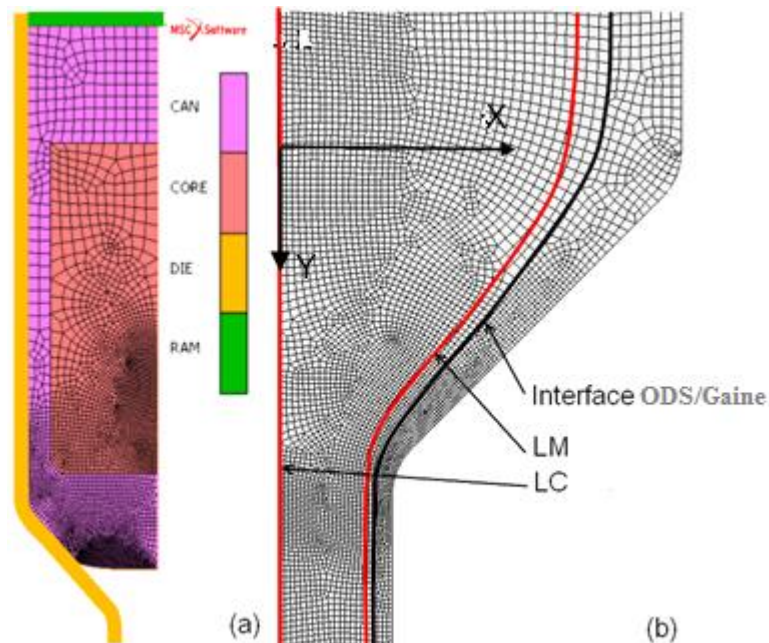


Figure II-7 : Modèle axisymétrique pour la simulation numérique du filage.

1.3.2 Hypothèse d'incompressibilité plastique

Le co-filage de poudre fait appel à une mécanique spécifique permettant de traduire le caractère compressif de la poudre. De nombreux critères intégrant la compressibilité plastique ont été développés [Shima, S., *et al.* - 1976], [Abouaf, M. - 1986], [Kim, S. I., *et al.* - 2003], et des simulations numériques ont

été menées dans des cas de consolidation simples et quasi statiques [Baccino, R., *et al.* - 2000], [Lasalmonie, D. - 1999]. Dans le cas du filage, le milieu pulvérulent initialement poreux est consolidé avant d'être fortement corroyé par le passage dans la filière. La modélisation simultanée par un même critère traduisant le caractère compressif et le comportement écrouissant lors de l'écoulement à chaud étant trop complexe, le problème a été simplifié. En effet, l'étude de culots de filage interrompu permet de qualifier la microstructure de l'état zéro. Ce dernier état est identifié comme parfaitement dense et isotrope [Sornin, D., *et al.* - 2013a]. À ce stade, le lopin ODS peut être considéré comme un milieu incompressible, et les critères de plasticité incompressible standard peuvent donc être exploités.

1.3.3 Identification de la loi de comportement

Pour réaliser la simulation numérique du filage, une loi de comportement doit être identifiée à haute température et à vitesse de déformation élevée pour être proche des conditions réelles du procédé. Dans cette étude, la loi de comportement a été identifiée via des essais de torsion à chaud pour l'acier ODS et pour l'acier doux formant la gaine. Ces essais sont détaillés dans la partie relative aux essais thermomécaniques (Partie III de ce manuscrit).

Le comportement des matériaux est décrit par une fonction de charge, de type Prandtl-Reuss, de la forme suivante :

$$f(\underline{\sigma}) = \|\underline{\sigma}\| - \sigma_0 \quad \text{Eq. 1}$$

Où $\|\underline{\sigma}\|$ est la contrainte équivalente de Von-Mises, et σ_0 le seuil d'écoulement défini par une loi viscoplastique, de type Hansel-Spittel, prenant en compte la température, la déformation, et la vitesse de déformation.

$$\sigma_0 = \left(\sigma_y + A \cdot e^{-\left(\frac{n1}{\dot{\epsilon}}\right)} \cdot \dot{\epsilon}^{\frac{n2}{[Ts-T]}} \right) \cdot e^{\frac{-n3}{[Ts-T]}} \quad \text{Eq. 2}$$

Cette loi de comportement est implémentée via une routine utilisateur VKSPL, et interfacée avec le code. Un ensemble de 6 paramètres σ_y , A, n1, n2, n3 et Ts définit la rhéologie de chaque matériau.

Ces paramètres sont déterminés par des essais de torsion réalisés à 1000-1200°C et 0.05-5 s⁻¹ pour l'acier ODS, et 0.15-15 s⁻¹ pour l'acier doux de la gaine. Les paramètres identifiés sont regroupés dans le Tableau II-1 [Sornin, D., *et al.* - 2013b] (voir aussi Annexe 1).

Tableau II-1: Paramètres de la loi de comportement.

	σ_y	A	n1	n2	n3	Ts
Acier ODS	40	375	0.025	21	145	1310
Acier C22	85	180	0.075	130	600	1480

Dans ce domaine de températures, le module d'Young et le coefficient de poisson sont estimés à 120 GPa et 0.3, respectivement.

1.3.4 Conditions limites

Afin de conduire une simulation numérique avec un critère de plasticité incompressible, à l'état initial de la simulation, la billette est considérée comme consolidée mais entièrement placée en amont de la filière (Figure II-7-a). Ainsi, le gainage est supposé en contact avec le conteneur. La géométrie du gainage et du lopin sont définies à partir de mesures effectuées sur des essais interrompus. En raison de la compression de la poudre, le gainage se trouve comprimé et son épaisseur augmente dans cette première partie du processus. L'état initial du calcul est présenté en Figure II-7-a. La température du conteneur est fixée à 380°C, et celle du grain de poussée est estimée à 200°C. La température du lopin et du gainage est supposée homogène et égale à 1100°C. La vitesse du grain de poussée est constante, et égale à 25mm/s. Le conteneur et la filière sont fixes.

Le contact entre le gainage et les outils rigides est unilatéral glissant (c-à-d le décollement est possible) avec un frottement de type Coulomb, et un coefficient de friction choisi à 0.15. L'interface entre le lopin ODS et le gainage est supposée parfaite, c.à.d. qu'une même température est imposée aux deux matériaux sur l'interface. Un contact collant est appliqué à l'interface entre les deux matériaux. L'interaction thermique entre le gainage et les outils est une pure conduction définie par un coefficient de conduction de l'ordre de $0.5 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$. Il est estimé expérimentalement en suivant l'évolution du refroidissement d'une billette insérée dans le conteneur. Ce paramètre prend en compte l'effet de la lubrification et la présence de calamine à la surface de la billette. Un terme radiatif (émissivité $\xi=0.67$) est appliqué aux surfaces en contact avec l'air (partie filée) [Snape, Guy, *et al.* - 2002]. L'effet de ce dernier terme est limité compte tenue du temps de filage très bref (moins de 10 secondes). L'auto-échauffement lié à la dissipation du travail plastique est pris en compte via un paramètre supposé constant au cours de l'étude, et fixé conventionnellement, pour les deux matériaux, à 90% [Hsiang, Su-Hai, *et al.* - 1997], [Kang, C. G., *et al.* - 2002], [Cram, D.G. - 2009], ce qui signifie que 90% du travail de déformation est transformé en chaleur. La capacité calorifique du lopin ODS à 1100°C (température du filage) est estimée à $650 \text{ J.K}^{-1}.\text{Kg}^{-1}$. C'est la valeur souvent donnée pour les aciers dans ce domaine de températures [Bogaard, R. H., *et al.* - 1993]. La même valeur est retenue pour le gainage en acier doux. Par ailleurs, la conductivité thermique des deux matériaux est fixée à $25 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ [Bogaard, R. H., *et al.* - 1993].

1.3.5 Résultats de la simulation

1.3.5.1 Chargement thermomécaniques induit par le procédé

Les évolutions thermomécaniques accompagnant l'opération de filage sont présentées en Figure II-8.

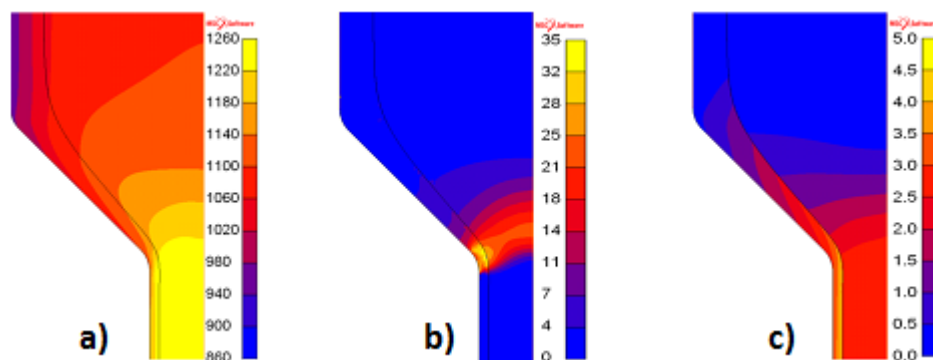


Figure II-8 : Iso-valeurs de la température (a), vitesse de déformation (b) et déformation plastique cumulée (c), en régime permanent lors du filage d'un acier ODS 14Cr mis en gaine dans les conditions standard CEA.

Pendant le filage, un important auto-échauffement dû à la déformation plastique est observé. À partir de la Figure II-8-a, il est estimé à 120°C. Ainsi, la température du lopin, initialement introduit dans la filière à 1100°C, dépasse 1220°C à la fin du filage. On trouve une valeur très similaire en utilisant la formule proposée par [Jacob, G. - 1976] ($\Delta T \sim 2p$). Dans notre cas, la pression dans le conteneur est estimée, par simulation numérique, à 550 MPa, équivalent à 56 kgf/mm², ce qui donne un auto-échauffement $\Delta T \sim 112$ °C.

On note également une intense localisation de la vitesse de déformation au niveau du 2^{ème} congé de la filière (Figure II-8-b). Dans l'acier ODS, elle dépasse 20 s⁻¹. Cette vitesse est très difficilement accessible par les essais mécaniques standards, et elle reste faible pour être prospectée par les machines à très grandes vitesses de sollicitation (type barre de Hopkinson). De plus, la simulation montre que le matériau subit une déformation maximale de l'ordre de 3 durant cette opération (Figure II-8-c).

Par ailleurs, la Figure II-9 présente l'évolution de la déformation plastique équivalente et de la déformation plastique cumulée suivant le rayon de la barre. Ces deux paramètres sont respectivement calculés par les expressions suivantes :

$$\begin{aligned} \|\underline{\varepsilon}_p\| &= \sqrt{\frac{3}{2} \underline{\varepsilon}_p : \underline{\varepsilon}_p} \\ \bar{\varepsilon} &= \int_0^t \sqrt{\frac{3}{2} \dot{\underline{\varepsilon}}_p : \dot{\underline{\varepsilon}}_p} \end{aligned} \quad \text{Eq. 3}$$

La position R=0 correspond au centre de la barre et R=8.7 mm à l'interface ODS/ Gaine. Au centre de la barre, les deux courbes se superposent. Ensuite, la déformation plastique équivalente reste pratiquement constante tout au long du rayon, ce qui montre une déformation normale homogène. La déformation cumulée en revanche croît légèrement à cause du cisaillement généré par les congés de la filière. Une forte discontinuité est observée au niveau de l'interface ODS/Gaine (R=8.7 mm) ; la gaine en acier doux se déformant beaucoup plus que le matériau de cœur. Ces résultats montrent que le chargement lié au passage dans la filière n'est pas homogène selon le rayon, un cisaillement cyclique se superpose à la déformation normale pour les lignes de courant les plus éloignées de l'axe de filage.

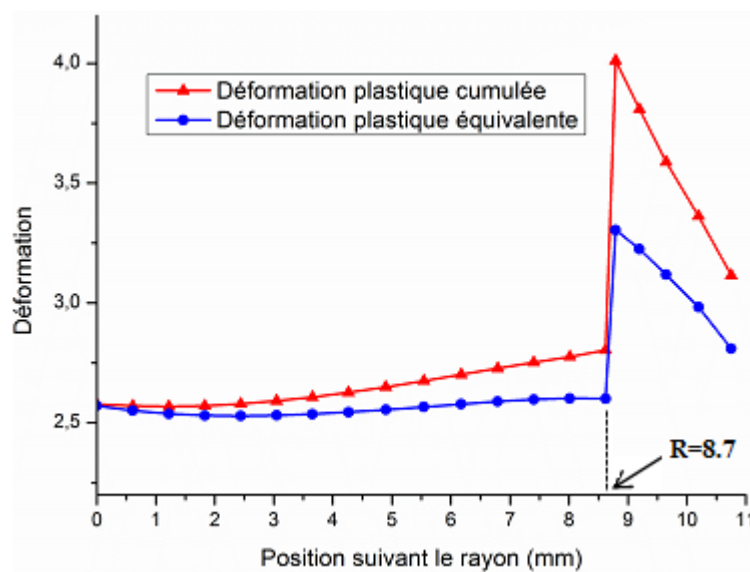


Figure II-9 : Évolution de la déformation plastique suivant le rayon de la barre. R=8.7 mm correspond à l'interface ODS/ Gaine.

De plus, la simulation montre également, Figure II-10, que la triaxialité des contraintes est inférieure à $-1/3$ dans l'ensemble du domaine déformé plastiquement (vitesse de déformation non nulle). Dans ces conditions, pour les matériaux ductiles, l'endommagement macroscopique est complètement inhibé [Bao, Yingbin, *et al.* - 2005]. Ceci explique la capacité du filage à induire une déformation plastique élevée sans apparition d'endommagement macroscopique.

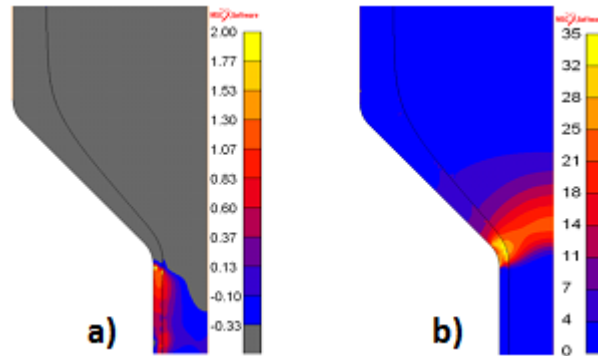
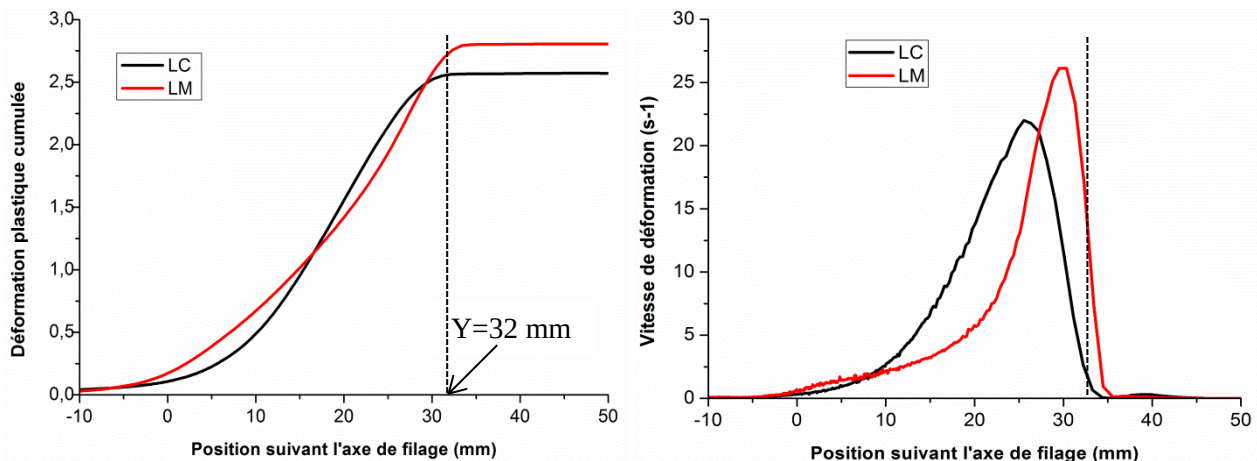


Figure II-10 : Iso-valeurs de la triaxialité des contraintes (a), vitesse de déformation (b).

1.3.5.2 Étude de deux lignes d'écoulement

L'hétérogénéité du chargement selon le rayon a été identifiée dans le paragraphe précédent. Afin d'étudier cette hétérogénéité, nous avons suivi l'histoire thermomécanique de deux lignes d'écoulement de matière ; la ligne centrale (LC) et une ligne médiane (LM) placée à 90% du rayon du cœur de lopin, soit à 7.8 mm du centre de la barre. La Figure II-11 présente l'évolution temporelle des conditions de déformation suivant ces deux lignes. La position 0 correspond à l'entrée de filière (Figure II-7-b). Avant ce point, le matériau subit très peu de déformation. Ensuite, la déformation cumulée augmente au fur et à mesure que la matière avance dans la filière pour atteindre son maximum à la sortie de filière (32 mm).

Comme observé à la Figure II-8-b, la vitesse de déformation présente un extremum plus élevée sur la ligne médiane que sur la ligne centrale.



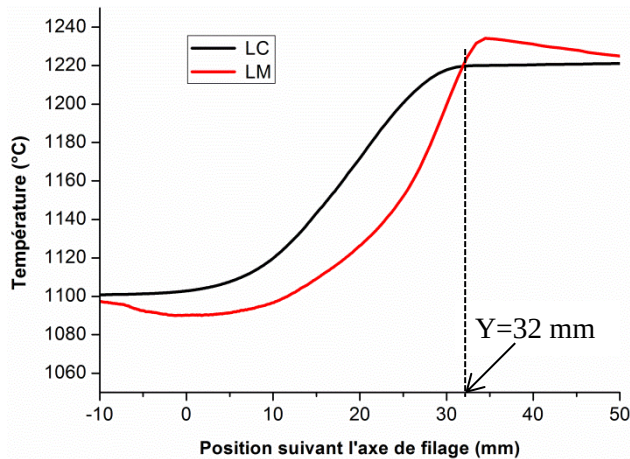


Figure II-11 : Évolution de la déformation plastique, la vitesse de déformation et la température suivant les deux lignes de courant étudiées. $Y=32$ mm correspond à la sortie de filière.

En outre, au début du procédé, la vitesse de déformation augmente très lentement. Ensuite, quand la matière s'approche de la sortie de filière (à partir de $Y=25$ mm, 2^{ème} congé), on observe un pic de vitesse dépassant 20 s^{-1} pour la ligne centrale, et 25 s^{-1} pour la ligne médiane. La majeure partie de la déformation se fait dans cette zone.

Par ailleurs, les courbes de température montrent un auto-échauffement de l'ordre de 120°C . Le transfert de chaleur par conduction entre la gaine (1100°C) et le conteneur (380°C) conduit à un léger refroidissement de la ligne médiane (plus proche de la gaine) en sortie de filière, et explique aussi le petit décalage en température enregistré entre les deux lignes.

1.4 Bilan du chapitre

La simulation numérique, à l'aide d'un code de calcul d'éléments finis, a permis d'accéder au chargement thermomécanique subi par la matière durant l'opération de filage réalisée dans les conditions standards du CEA, à savoir une température de 1100°C , un rapport de filage égal à 13 et une vitesse de fouloir de 25 mm/s . L'étude montre que cette opération est associée à une augmentation de température estimée à 120°C . L'énergie mécanique dissipée par le matériau couplée au frottement de la billette avec les outils sont à l'origine de cet auto-échauffement. De plus, la matière subit une déformation plastique de l'ordre de 3, et la vitesse de déformation peut dépasser 20 s^{-1} avec un maximum situé juste avant la sortie de la filière (2^{ème} congé). Ceci montre l'hétérogénéité et la non-linéarité du chargement lié au filage. La simulation montre également que la triaxialité des contraintes est largement négative ($< -1/3$) sur l'ensemble du procédé, ce qui empêche le développement de l'endommagement macroscopique. Le chargement thermomécanique est déterminé pour deux lignes de courant, la ligne centrale et une ligne médiane située à proximité de l'interface gaine/ODS. En régime permanent, la connaissance du chargement appliqué aux points situés le long de ces lignes de courant permet de faire le lien entre conditions de déformation et microstructure. L'étude des évolutions de la microstructure accompagnant ce chargement le long de ces deux lignes de courant fait l'objet du chapitre suivant.

Chapitre 2. ÉVOLUTION DE LA MICROSTRUCTURE LORS DU FILAGE À CHAUD

Afin d'étudier les évolutions de la microstructure au cours de l'opération de filage, des filages interrompus de plusieurs nuances ferritiques à 14%Cr-1%W (en pourcentage massique), à différents taux de renfort (Ti et Y_2O_3), issues de la métallurgie des poudres ont été réalisés au LTMEx avec les paramètres de référence CEA. Les culots de filage ainsi obtenus ont été caractérisés au MEB couplé à l'EBS en différentes positions le long de lignes de courant. Le présent chapitre fait le bilan de l'ensemble des caractérisations menées sur ces culots de filage.

2.1 Prélèvement et préparation des échantillons

Afin d'analyser finement l'évolution de la microstructure au cours du filage de ces nuances, 4 échantillons ont été prélevés dans le sens longitudinal, et à différents endroits le long de la ligne centrale ; ils sont notés LCI avec $i=1, 2, 3$ et 4. La Figure II-12 montre le positionnement des échantillons dans le culot de filage. La position $Y=0$ correspond à l'entrée de filière.

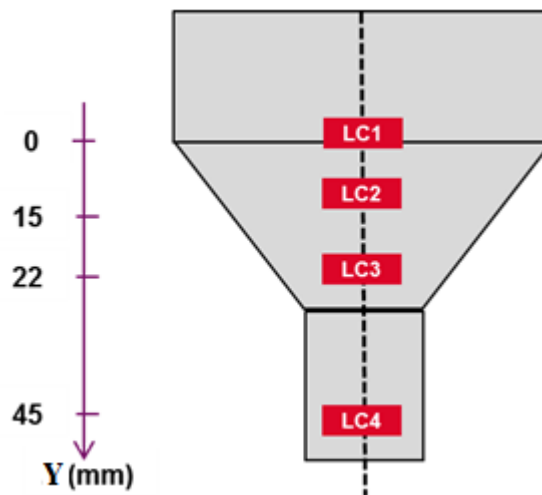


Figure II-12 : Schéma de prélèvement des échantillons pour les analyses microstructurales suivant la ligne centrale.

Pour la nuance ODS de référence, en plus de ces échantillons de la ligne centrale, 4 échantillons supplémentaires ont été prélevés suivant une ligne médiane, située à plus de 1 mm de la gaine protectrice, et notés LMi avec $i=1, 2, 3$ et 4 (Figure II-13). L'objectif étant d'étudier l'hétérogénéité de la microstructure suivant le rayon du lopin. La préparation des échantillons se fait selon le protocole expliqué en chapitre matériaux et méthodes.

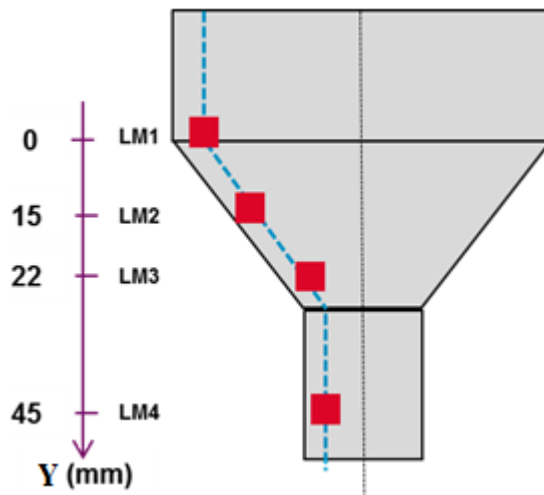


Figure II-13 : Schéma de prélèvement des échantillons pour les analyses microstructurales suivant une ligne médiane.

2.2 Caractérisation de la nuance ODS de référence

2.2.1 Caractérisation de la poudre recuite 1h à 1100°C

La poudre (Fe-14Cr-1W-0.3Ti-0.25Y₂O₃) recuite à 1100°C pendant 1h a été caractérisée par C. Cayron, au CEA Grenoble, dans le cadre du projet MACNA (collaboration entre CEA, EDF et AREVA). La microstructure est présentée en Figure II-14 et Figure II-15. Les particules sont de formes sphérique ou aplatie, de taille variant de 20 à 100 µm environ. En outre, les analyses EBSD montrent que ces particules de poudre sont constituées de quelques dizaines de grains ferritiques de taille comprise entre 5 et 20 µm. Les grains dans les particules aplaties sont souvent allongés dans le sens long de la particule. Par ailleurs, aucune texture cristallographique n'est observée. Ce matériau est ensuite consolidé et mis en forme par filage à chaud.

Il importe de noter que cette nuance présente une précipitation très fine (diamètre ~3-4 nm), avec une densité volumique importante, de l'ordre de 10²³ particules/m³.

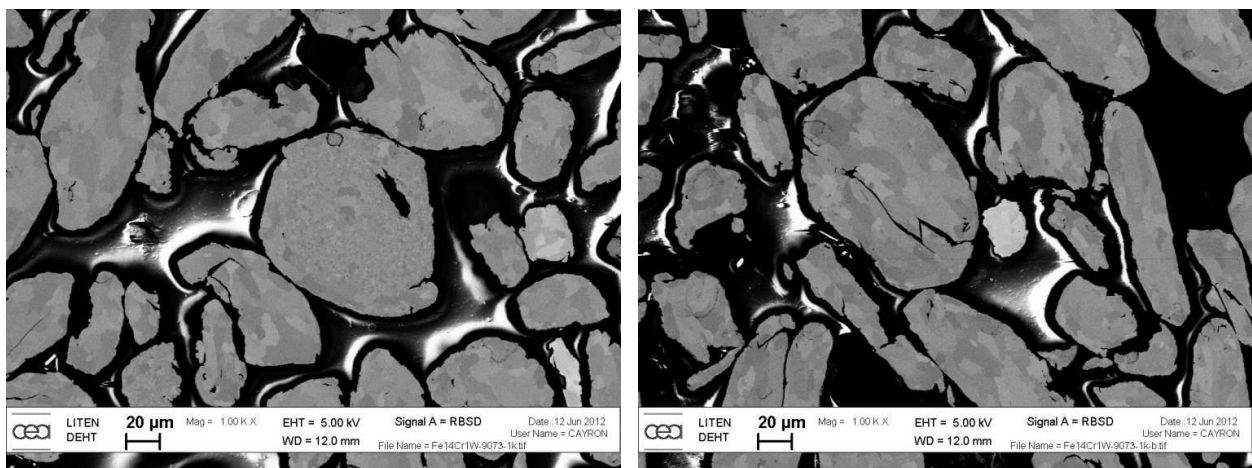


Figure II-14 : Microstructure de la poudre ODS recuite à 1100°C pendant 1h.

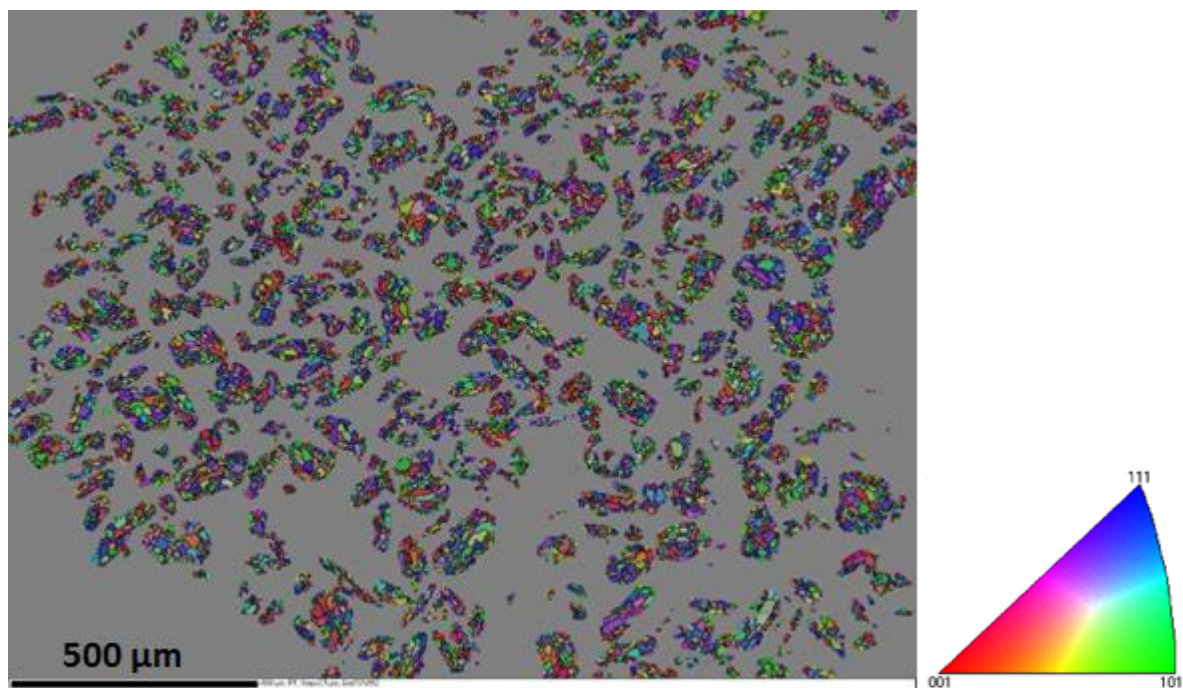


Figure II-15 : Cartographie EBSD de la poudre ODS recuite à 1100°C pendant 1h.

2.2.2 Cartographies d'orientations cristallines

Dans cette étude, les cartographies EBSD sont représentées à l'aide d'un code couleur dépendant de l'orientation des grains. Nous utilisons la figure de pôle inverse (IPF) associée à la direction du filage (Figure II-16).

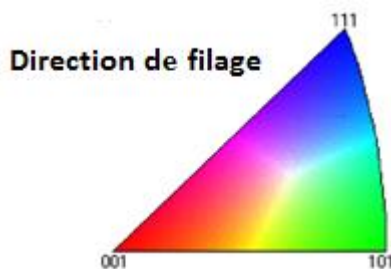
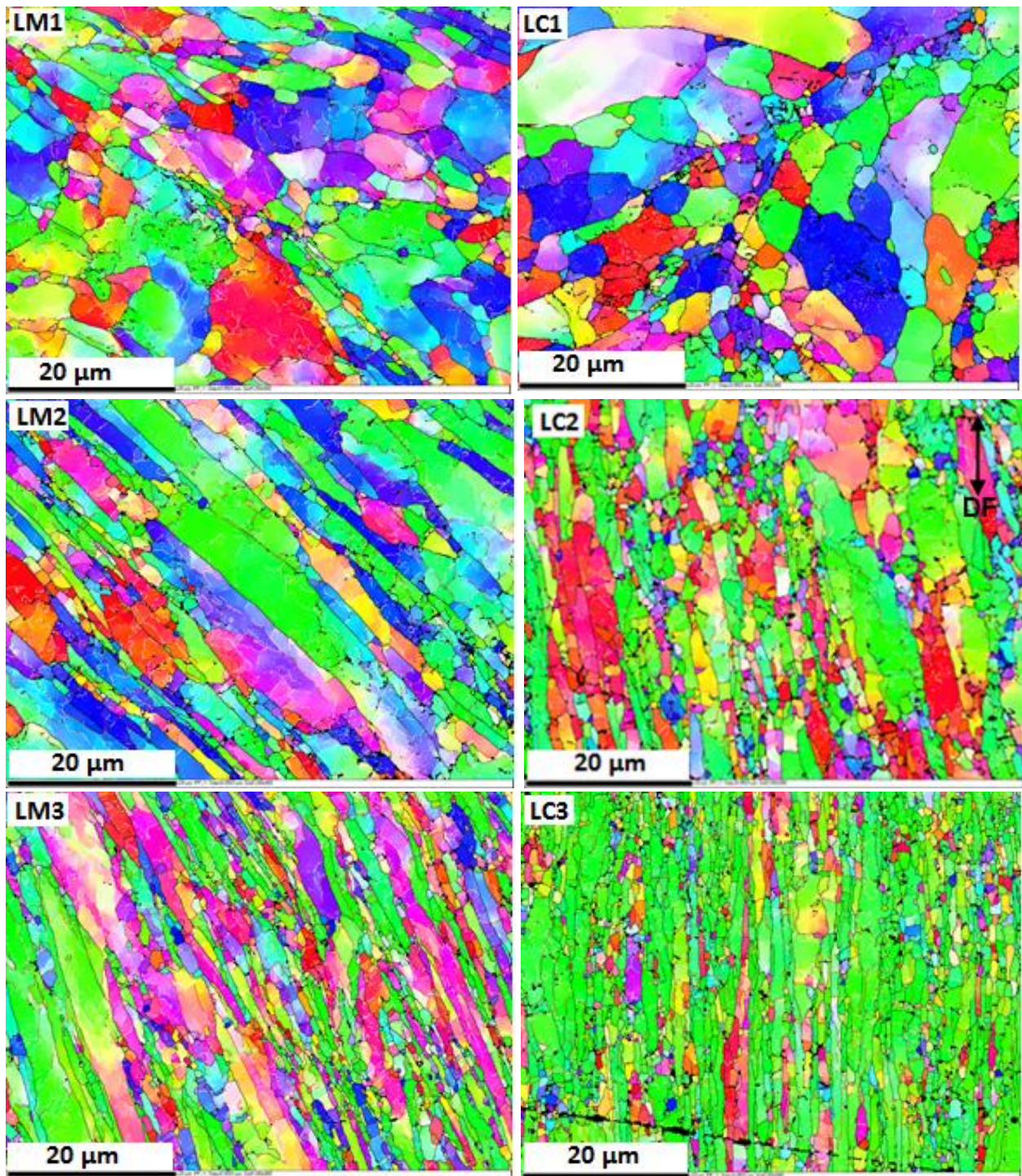


Figure II-16 : Code couleur utilisé pour les cartographies EBSD représentées dans cette section.

Les microstructures obtenues par analyses EBSD sont données en Figure II-17. Elles concernent les deux lignes d'analyses ; la ligne centrale L_{Ci} et une ligne médiane L_{Mi} (Cf. schémas en Figure II-12 et Figure II-13). Sur les cartographies d'orientations, la direction de filage est verticale. En raison de la microstructure très fine, le pas de mesure choisi est faible (50 nm) ; les plages ainsi étudiées présentent une taille de 45*60 µm².



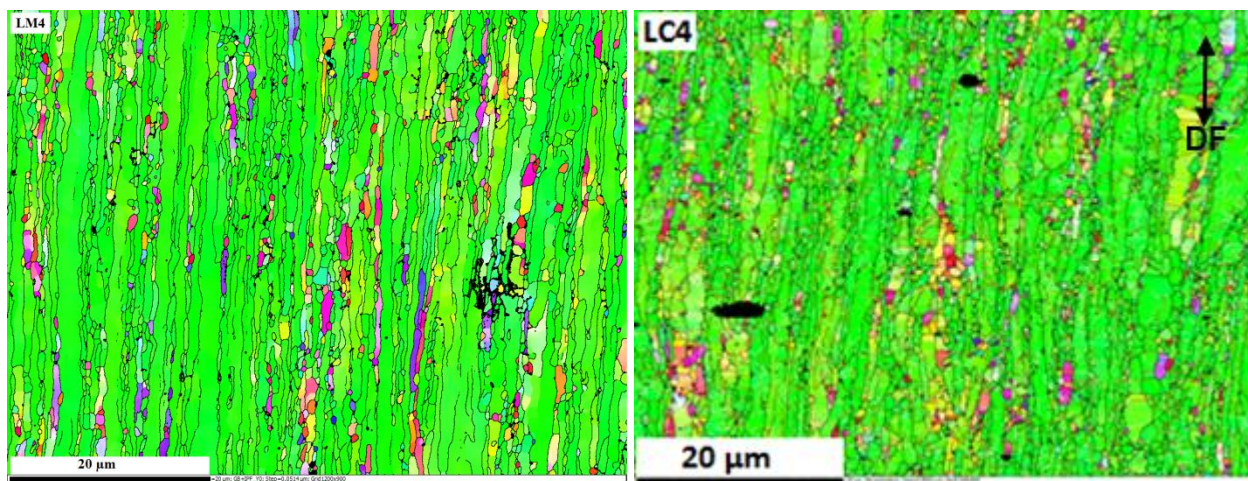


Figure II-17 : Cartographies EBSD montrant l'évolution de la microstructure au cours du filage à chaud de la nuance ODS de référence.

Sur l'ensemble des cartographies EBSD, la microstructure est constituée de deux populations de grains, distinguées par leur taille et leur morphologie. Une population de grains microniques, qui se déforment et s'allongent dans le sens de filage tout en acquérant une texture prononcée de type fibre α ($\langle 110 \rangle //$ à la direction de filage), et une population de petits grains (submicroniques) qui se déforment peu et présentent une texture très faible, voire isotrope. En effet, sur ces cartographies d'orientations cristallines, il est clair que les gros grains deviennent de plus en plus verts, alors que les plus petits sont davantage multicolores. Par ailleurs, le nombre de grains analysés pour chaque cartographie est reporté dans le Tableau II-2.

Tableau II-2: Nombre de grains dans les cartographies d'orientations cristallines ci-dessus.

Cartographie	LC1	LC2	LC3	LC4	LM1	LM2	LM3	LM4
Nombre de grains	228	772	1476	2266	247	316	1197	1333

Il convient aussi de souligner que la microstructure obtenue après filage est très stable vis-à-vis d'un maintien en température après déformation : aucune recristallisation statique n'est observée après une heure de maintien à 1100°C [Toualbi-Bénévise, L. - 2012], et ce malgré la présence d'une importante énergie stockée sous forme de dislocations. La densité de dislocations dans les nuances ODS à 14% de Cr filées est évaluée, par MET, à $\rho \approx 10^{14}$ - $10^{15}/\text{m}^2$ [Praud, M. - 2012]. Il est donc clair que les nanoparticules sont un frein efficace à la recristallisation en réduisant très fortement la mobilité des joints de grains et des dislocations.

Remarque : D'autres types d'affichage des résultats EBSD sont possibles. Par exemple, les cartographies de contrastes de bandes (indice sur la qualité du diagramme de Kikuchi) sont reportées en annexe A-2.

2.2.3 Évolution de la taille des grains

Pour suivre l'évolution de la taille des structures pendant le filage, les deux méthodes précédemment décrites dans le chapitre matériaux et méthodes (Partie I-Chapitre2) ont été utilisées : le diamètre du cercle équivalent (DCE) et la méthode des intercepts moyens.

2.2.3.1 Diamètre du cercle équivalent (DCE)

Le grain est entièrement délimité par une paroi de forte désorientation ($\theta \geq 10^\circ$). Les entités définies par moins de 3 pixels (c'est-à-dire ayant une taille inférieure à 150 nm) ne sont pas prises en compte dans les analyses afin d'éliminer le bruit de mesures.

L'évolution de la distribution des tailles de grains suivant les deux lignes d'analyses est donnée en Figure II-18 et Figure II-19 pour les lignes centrale et médiane, respectivement. Ces histogrammes montrent une translation importante de la taille des grains vers les faibles valeurs. Au début du filage, la proportion en nombre de grains de taille submicronique ne dépasse pas 45%, avec une taille moyenne de l'ordre de 2 μm . À l'état filé, cette proportion s'élève à 85% sur la ligne centrale, et 75% sur la ligne médiane. La taille moyenne des grains du matériau filé est inférieure à 1 μm (Figure II-20). Ces résultats montrent que la taille moyenne des grains diminue lors du filage, ce qui signifie un affinement de la microstructure du matériau.

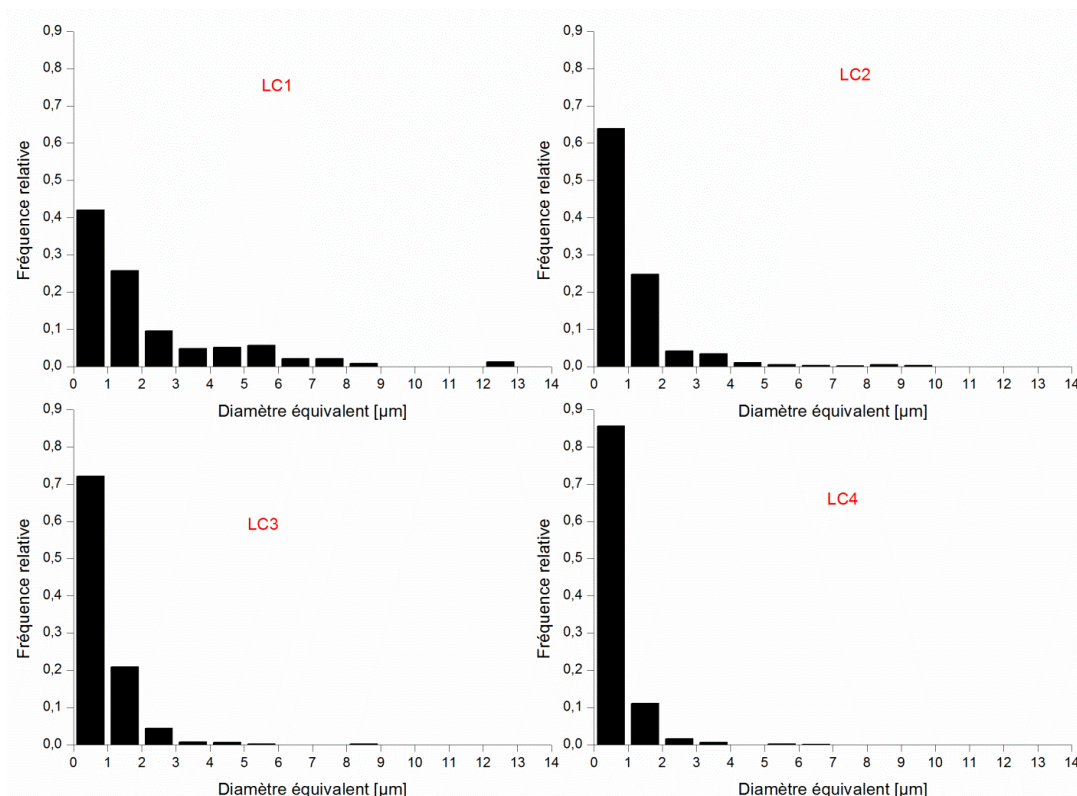


Figure II-18 : Distribution des tailles de grains suivant la ligne centrale.

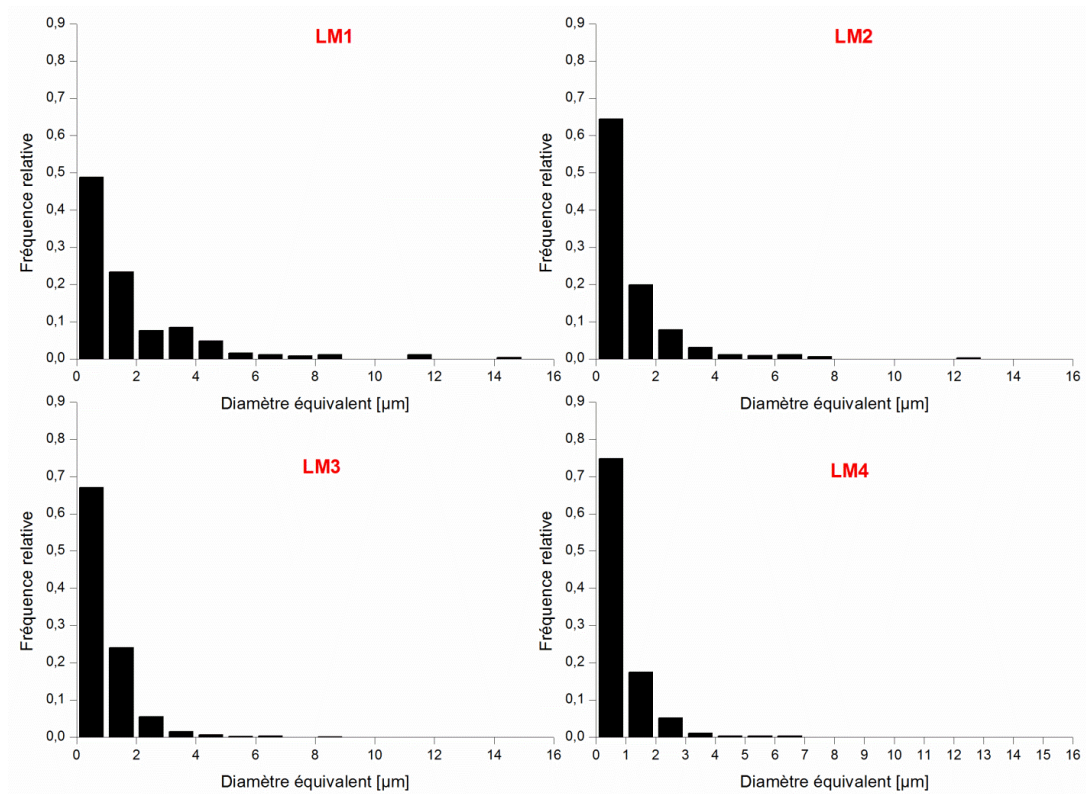


Figure II-19 : Distribution des tailles de grains suivant une ligne médiane.

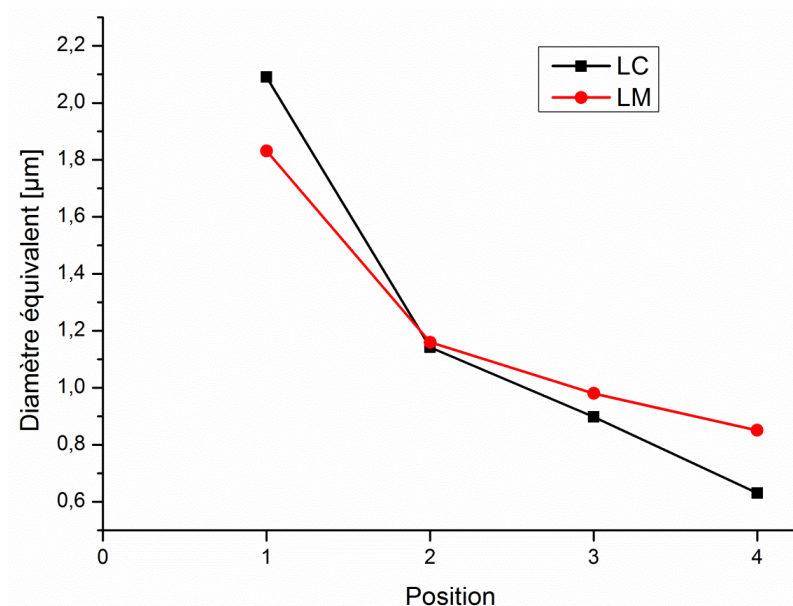


Figure II-20 : Évolution du DCE moyen des grains au cours du filage.

Pour mieux comprendre le comportement de chacune des deux populations des grains, une séparation en fonction de leur taille a été faite. Une taille critique de 1 μm est considérée pour séparer les deux populations de grains. Ainsi, les grains de taille inférieure à 1 μm sont appelés petits grains, et les grains de taille supérieure sont nommés gros grains. La Figure II-21 décrit l'évolution de la taille de chacune de ces deux populations, ainsi que la taille moyenne mesurée à partir de la cartographie complète (reproduction des données de la Figure II-20).

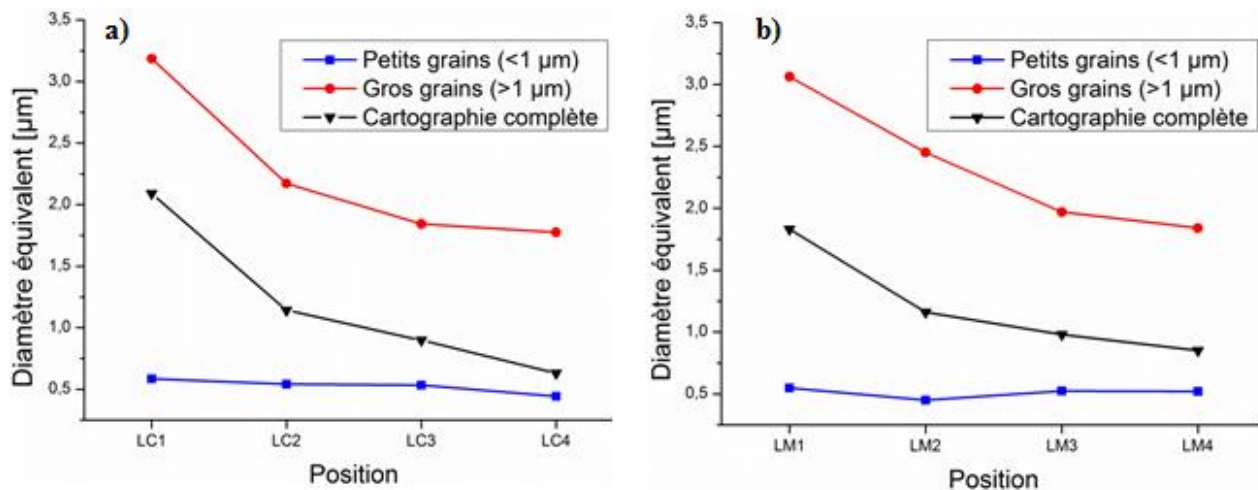


Figure II-21 : Évolution de la taille de deux populations de grains, petits et gros, ainsi que la taille moyenne mesurée à partir de la cartographie complète, suivant les deux lignes de courant : a) Ligne centrale, et b) Ligne médiane.

Ces courbes montrent que les deux populations de grains ne se comportent pas de la même manière pendant la déformation. En effet, la taille des petits grains n'évolue que très peu au cours du filage, tandis que les gros grains s'affinent considérablement. Leur taille diminue et tend à se stabiliser à partir de LC3 (au niveau du 2^{ème} congé). Par ailleurs, un affinement global de la microstructure est observé.

2.2.3.2 Méthode des intercepts

Afin de suivre l'évolution des distances moyennes entre parois de désorientation supérieure à 2° ($\theta \geq 2^\circ$), et celles entre joints ($\theta \geq 10^\circ$) lors du filage, 60 lignes dans le sens vertical (suivant l'axe de filage) et 45 lignes dans le sens horizontal (perpendiculaire à l'axe de filage) sont tracées. Cela représente un espacement entre les lignes d'environ 1 μm. Les résultats obtenus sur la ligne centrale sont présentés en Figure II-22.

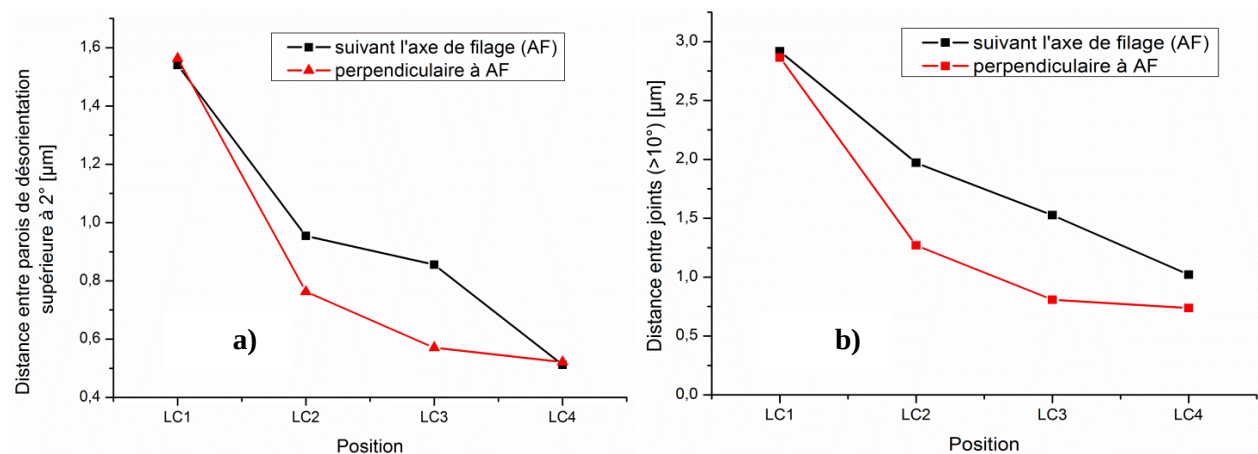


Figure II-22 : Évolution de la distance moyenne entre parois de désorientation supérieure à : a) 2°, et b) 10° suivant la ligne centrale.

Pour les deux angles de désorientation considérés, on remarque que les distances moyennes entre deux parois diminuent au cours du filage dans les deux directions (parallèle et perpendiculaire à l'axe de filage). Cette diminution semble être ralentie vers la fin du filage suivant la direction perpendiculaire à l'axe de filage (entre LC3 et LC4). D'après la Figure II-22-a, la taille des cristallites diminue avec la déformation, et ceux-ci retrouvent une forme équiaxe de 500 nm environ à la sortie du filage. La taille moyenne des grains (Figure II-22-b), en revanche, est plus grande suivant l'axe de filage que suivant sa perpendiculaire. Selon

cette méthode, les grains possèdent un rapport de forme moyen de l'ordre de 1.5 à l'état filé. De plus, comme attendu, la taille moyenne augmente avec le critère de désorientation.

2.2.4 Évolution du facteur de forme

L'évolution de la morphologie des grains est suivie sur les deux lignes de courant. Ainsi, à partir de chaque cartographie EBSD, le facteur de forme moyen est calculé pour l'ensemble des grains, mais aussi pour les deux populations de petits et de gros grains, prises séparément (Figure II-23). Sur l'ensemble des données, le facteur de forme moyen a tendance à croître avec la déformation, il est de l'ordre de 2 à LC4 et 3,4 à LM4. Comme pour la taille, une évolution vers un état stationnaire semble s'établir à partir de LC3. En regardant les deux populations de grains séparément, on s'aperçoit que la forme des petits grains change très peu au cours du filage, contrairement aux gros grains qui, eux, s'allongent et peuvent acquérir des facteurs de forme très importants (supérieur à 6 dans le cas de LM4 par exemple).

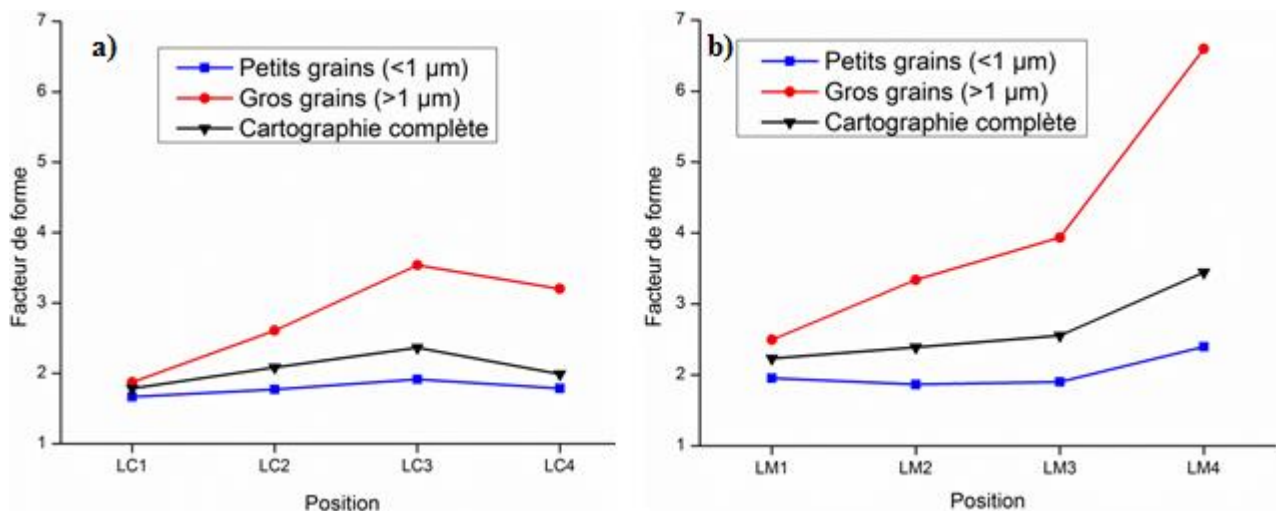


Figure II-23 : Évolution du facteur de forme moyen de deux populations de grains, petits et gros, ainsi que le facteur de forme moyen mesuré à partir de la cartographie complète, suivant les deux lignes de courant : a) Ligne centrale, et b) Ligne médiane.

La différence de chargement thermomécanique, discutée dans le chapitre de la simulation numérique, entre lignes centrale (LC) et médiane (LM) est sans doute à l'origine des différences microstructurales observées. Les différences essentielles tiennent à la vitesse de sollicitation, et à la présence d'un cisaillement superposé au mode de déformation de la ligne médiane.

2.2.5 Évolution des angles de désorientation

Afin de déterminer les proportions de parois à fortes et à faibles désorientations, la distribution des angles de désorientation corrélée est utilisée (l'angle de désorientation minimal pris en compte est fixé à 2°). La distribution des angles de désorientation à différents stades de la ligne centrale est donnée en Figure II-24. Sur chaque graphique, les proportions des parois fortement désorientées ; $\theta \geq 10^\circ$ (ou HAB pour *High Angle Boundaries*) et de parois faiblement désorientées ; $\theta < 10^\circ$ (ou LAB pour *Low Angle Boundaries*) sont indiquées. L'angle de désorientation moyen θ_m est aussi donné.

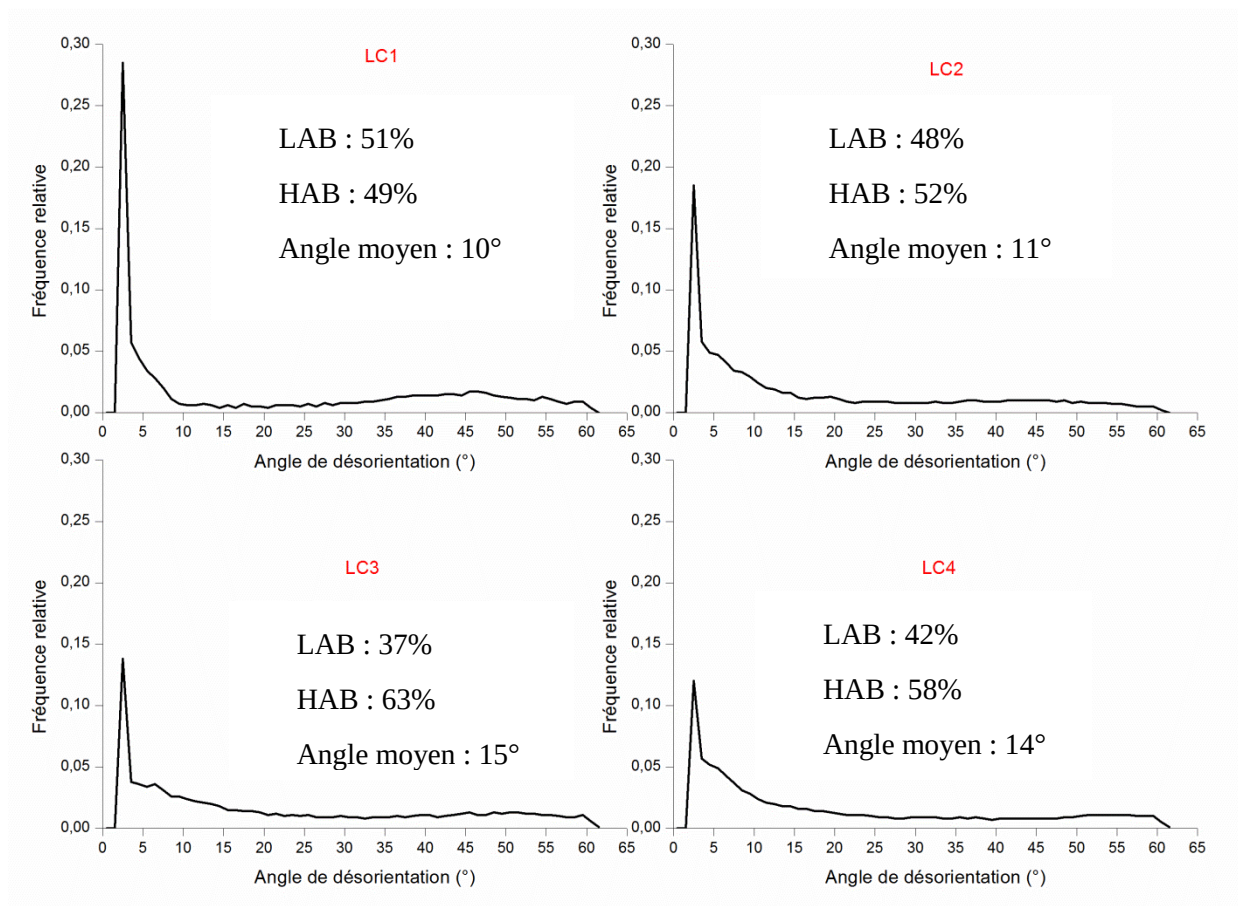


Figure II-24 : Distribution des angles de désorientation suivant la ligne centrale du culot de filage.

D'après ces courbes, on remarque que la fraction de parois de faible désorientation diminue au cours du filage, pour ensuite tendre vers un équilibre avec la fraction de parois de forte désorientation (Figure II-25-a). En effet, au début de filage (LC1), 51% des parois présentes dans la microstructure sont désorientées de moins de 10° (LAB), ce qui montre une présence importante de sous-joints, formés notamment lors de l'étape de consolidation qui précède le passage dans la filière. Cette proportion se stabilise à 40% environ à l'issue de filage. Ceci traduit la transformation progressive de sous-joints en nouveaux joints en raison des rotations cristallines différentes des sous-grains adjacents sous l'effet de la déformation. L'angle de désorientation moyen (θ_m) au cours du procédé est compris entre 10° et 15°.

Sur la ligne médiane (Figure II-25-b), une diminution plus importante de la fraction des LAB est observée. Elle passe de 57% au début de filage (LM1) à seulement 29% à l'état filé (LM4). Contrairement à la ligne centrale où un état stationnaire semble être atteint à partir de LC3, la tendance est encore à la baisse sur la ligne médiane. Cette tendance est cohérente avec l'évolution du facteur de forme observée pour les deux lignes de courant (Figure II-23). En effet, sur la ligne centrale les effets microstructuraux semblent se stabiliser à partir de LC3, alors que ceux-ci semblent se poursuivre pour la ligne médiane, ce qui pourrait être l'effet du cisaillement. Il importe de noter que la majorité des sous-joints est associée à de très faibles désorientations (inférieures à 3°).

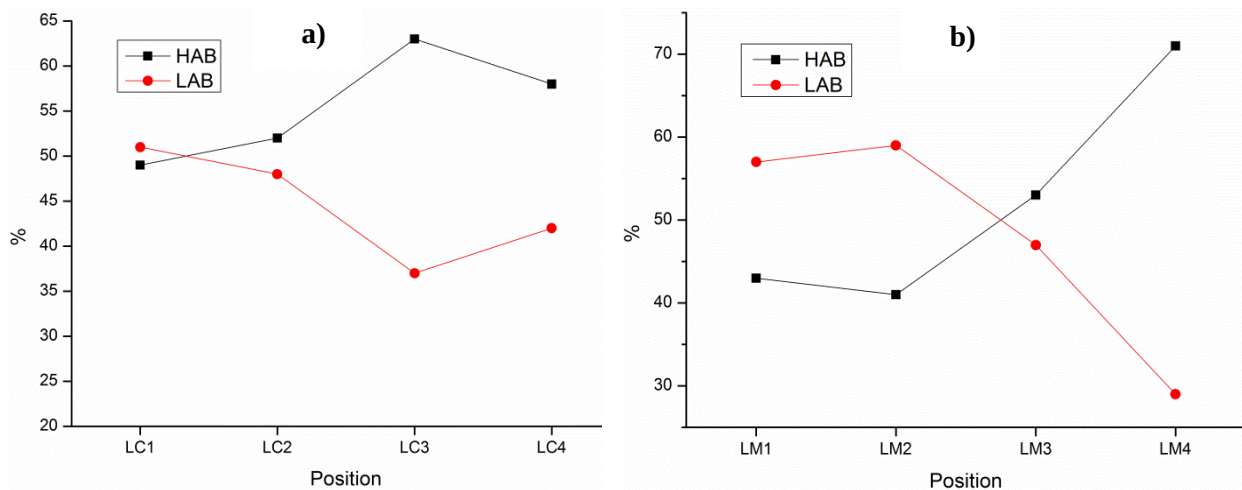


Figure II-25 : Évolution de la proportion de LAB et de HAB au cours du filage suivant la ligne : a) centrale et b) médiane.

2.2.6 Évolution des désorientations intra-granulaires

À l'aide de la fonction «Local Misorientation¹» intégrée dans le logiciel HKL, il est possible de quantifier les désorientations au sein des grains en considérant un angle critique pour définir un joint de grain, et un nombre de pixels voisins pris en compte. Dans cette étude, nous utilisons le terme KAM pour faire référence à ce paramètre. Le KAM (Kernel Average Misorientation) est calculé pour le 3^{ème} voisins, et un angle critique de 10° est considéré. La Figure II-26 indique l'évolution de ce paramètre suivant la ligne centrale (Voir annexe A-3 pour les cartographies correspondantes).

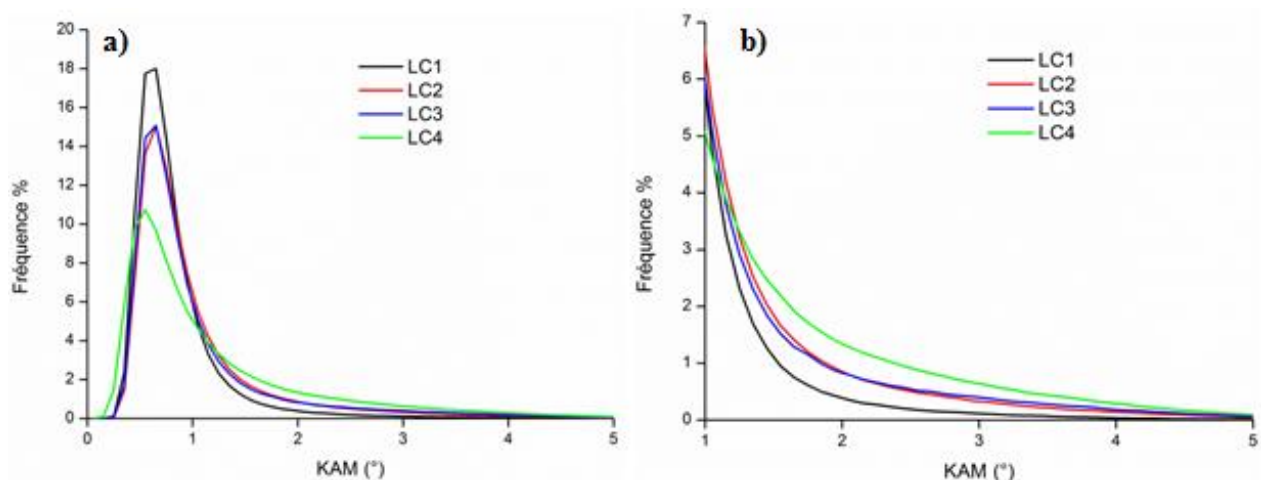


Figure II-26 : Évolution du KAM suivant la ligne centrale du culot de filage.

Pour l'ensemble des cartographies de la ligne centrale, la microstructure présente des niveaux de désorientations intra-granulaires faibles; le maximum ne se déplace pas et reste inférieur à 1° (Figure II-26-a). Néanmoins, si on se focalise sur la plage [1-5°], on observe un élargissement de la distribution du KAM vers des valeurs plus élevées en passant de LC1 à LC4 (Figure II-26-b). Cette observation peut être le signe de la création de parois de dislocations générant des désorientations intragranulaires plus importantes et traduisant la formation d'une sous-structure en cellule de dislocations. Ces sous-joints, se créant au cours du filage, vont voir leur désorientation augmentée avec la déformation, et une partie d'entre eux peut se

¹ Cette fonction est équivalente au KAM (Kernel Average Misorientation) incorporé dans le logiciel TSL.

transformer en joints conformément à ce qui est observé sur la Figure II-24. C'est le signe d'une recristallisation dynamique continue.

Par ailleurs, à partir de la valeur moyenne de ces désorientations intragranulaires θ , il est possible d'estimer la densité de dislocations géométriquement nécessaires (GND) présentes dans le matériau via la formule proposée par [Kubin, L. P., *et al.* - 2003] :

$$\rho_{GND} = \frac{2\theta}{xb}$$

Avec x le rayon du kernel (150 nm), et b la norme du vecteur de burger (0.248 nm pour le fer α).

Pour une désorientation intragranulaire moyenne proche de 1° , la densité moyenne de dislocations géométriquement nécessaires est donc d'environ $9 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$. Cette valeur est proche de celles calculées par [Praud, M. - 2012] sur d'autres nuances ODS ferritiques filées ($\sim 10^{14} - 10^{15} \text{ m}^{-2}$), en utilisant le MET.

Il importe enfin de souligner que le KAM dépend du pas de mesure et du nombre de voisins pris en compte. Il est évident que les valeurs du KAM augmentent avec ces deux paramètres. Ici, le pas de mesure étant très fin (50 nm), les valeurs restent faibles. La Figure II-27 montre cette dépendance pour deux rayons de Kernel différents : 150 nm (3^{ème} voisins) et 250 nm (5^{ème} voisins). Ces valeurs correspondent à l'état filé de la nuance ODS de référence (LC4).

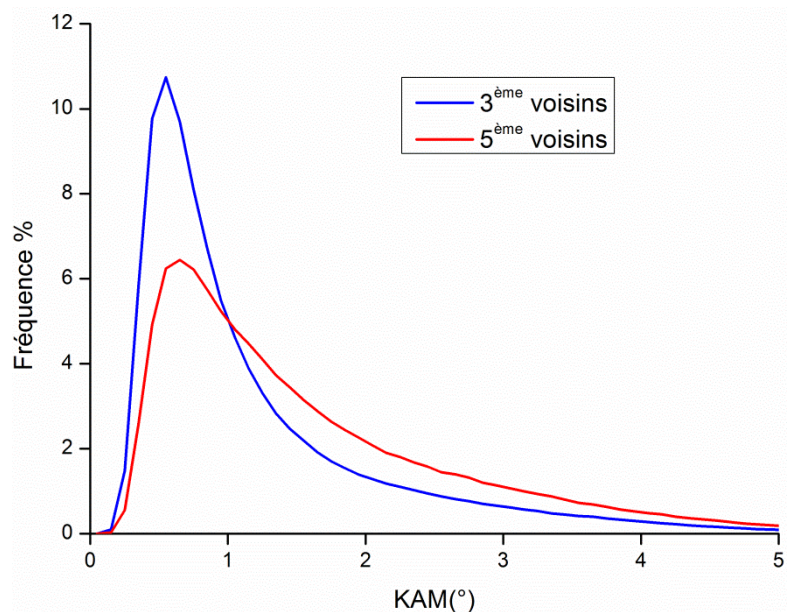


Figure II-27 : Évolution du KAM en fonction du nombre de voisins interrogés.

2.2.7 Synthèse partielle

À l'issue de ces analyses microstructurales réalisées sur un culot de filage de l'acier ODS de référence (14Cr-1W-0.3Ti-0.25Y₂O₃), il ressort que le matériau présente une microstructure hétérogène, constituée de petits et de gros grains. Le comportement de chacune de ces deux populations de grains au cours du filage semble être différent. En effet, les petits grains se comportent comme des billes dures qui se déforment très peu. Les gros grains, au contraire plus « mous », ont une capacité plus grande à se déformer et se texturer. Lors de la déformation, ces gros grains s'allongent et se morcellent par la formation de sous-structures en cellules de dislocations. Ces parois faiblement désorientées vont ensuite évoluer progressivement avec la déformation jusqu'à se transformer en joints, et donner lieu à des « nouveaux grains ». Ce mécanisme est connu sous le nom de **la recristallisation dynamique continue**. Il faut aussi noter que ce mécanisme induit un effet de taille. Plus un grain est petit, plus sa morphologie est stable, car

son équilibre nécessite une migration de ses parois sur de plus courtes distances. Les gros grains, en revanche, s'allongent davantage.

La différence de dureté entre gros et petits grains viendrait potentiellement d'un effet de taille (effet Hall-Petch), et expliquerait pourquoi les petits se déforment très peu. Cette différence de comportement sous chargement entre ces deux populations de grains est en effet très générale, et ne dépend pas de la température. Des essais de traction in-situ effectués à froid sur un ODS à 14% de chrome concluent aux mêmes résultats ; les gros grains se déforment et se texturent au cours de la déformation, tandis que les petits ne se déforment quasiment pas [Boulnat, X. - 2014].

Enfin, compte tenu des facteurs de forme importants que certains grains peuvent acquérir durant le filage, la fragmentation des grains par recristallisation dynamique géométrique est également probable.

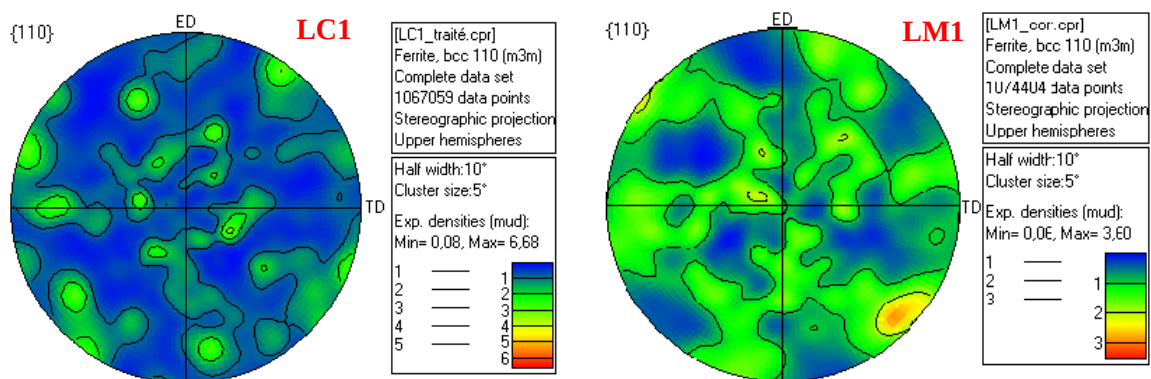
2.2.8 Évolution de la texture cristallographique en filage

Au cours du filage, les aciers ODS développent une texture cristallographique de fibre α très marquée (la fibre α correspond aux directions cristallines $\langle 110 \rangle$ parallèles à la direction du filage). Nous avons voulu suivre la formation de cette texture à deux échelles différentes : une échelle locale (microscopique) à l'aide de l'EBS, et une échelle plus large (mésoscopique) grâce à la diffraction des Rayons X (DRX).

2.2.8.1 Texture locale EBSD

La technique EBSD permet d'analyser la texture cristallographique du matériau à une échelle locale (la surface scannée est de 2 à 3 ordres de grandeur plus petite que pour la DRX). À partir des mesures EBSD faites sur les 8 échantillons et présentées en Figure II-17, il est possible d'afficher les orientations de chaque cartographie sur des figures de pôles directes (Projection stéréographique des directions cristallines sur le repère de l'échantillon). Le repère lié à l'échantillon est défini selon la direction d'extrusion (ED), la direction transversale (TD) et la direction normale (ND). ND est au centre des figures de pôles. Ainsi, l'évolution de la texture suivant les deux lignes de courant est représentée sous forme de figures de pôles $\{110\}$ (Figure II-28).

Au début du filage (LC1 et LM1), aucune texture cristallographique n'est observée. Au cours de la déformation, le matériau présente une rotation des réseaux cristallins qui a pour effet d'aligner les directions $\langle 110 \rangle$ avec l'axe de filage. Ainsi, le matériau se texture et les figures de pôles $\{110\}$ admettent une symétrie de révolution autour de l'axe de filage. Cette texture cristallographique de type fibre α est une texture de déformation classiquement associée au procédé de filage à chaud des nuances ODS, et de manière plus générale, des métaux de structure cubique centrée. La texturation s'accroît avec la déformation, et conduit à un matériau filé fortement texturé.



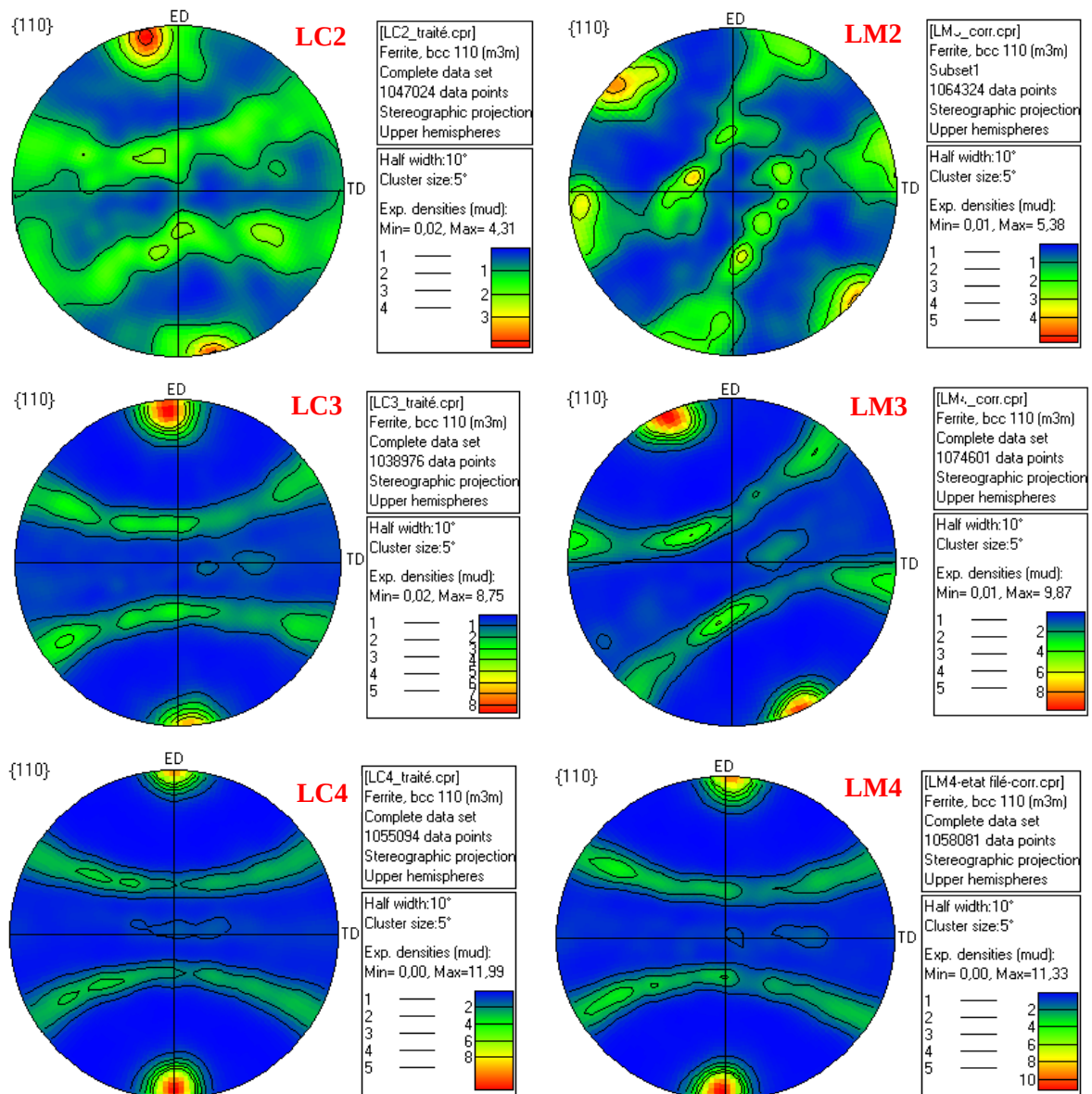


Figure II-28 : Figures de pôles directes {110} correspondantes aux différentes cartographies de la Figure II-17.

2.2.8.2 Texture globale DRX

Les mesures de texture en DRX ont été faites uniquement sur les échantillons de la ligne centrale (LCi).

Les figures de pôles {110} recalculées sont données en Figure II-29. On note la formation et l'intensification de la fibre α au cours du procédé de filage. L'acuité de cette fibre peut être caractérisée par l'indice de texture J, qui définit l'écart d'une texture donnée avec une distribution d'orientations aléatoires. Il vaut 1 pour une texture isotrope.

À l'exception de l'échantillon LC1, toutes les zones analysées sur les autres échantillons présentent globalement la même texture de fibre α . Au vu des valeurs de densité mesurées (inférieures à 2) et l'indice de texture ($J = 1,3$), l'échantillon LC1 est isotrope. En revanche, pour les autres échantillons, on observe une évolution de l'orientation de la fibre et de l'acuité de la texture. Les indices de textures, ainsi que les valeurs et positions des maxima de densité relevés sur les figures de pôles {110}, sont indiqués dans le Tableau II-3.

L'échantillon LC2 présente un indice de texture de 4,1 et la position du maximum de densité à $\chi = 85^\circ$ et $\varphi = 170^\circ$, indiquant une rotation de 5° de la direction $\langle 110 \rangle$ autour de TD, et un écart de cette direction $\langle 110 \rangle$ de 10° par rapport au plan (ED, ND). Cette désorientation diminue à 5° dans l'échantillon LC3, tandis que la direction $\langle 110 \rangle$ présente toujours la même inclinaison de 5° par rapport à ED. L'intensité de la texture est plus élevée sur cet échantillon avec un coefficient d'anisotropie de 5,6.

Pour l'échantillon LC4, la figure de pôles correspond à une texture de type fibre α très marquée ($J=8,2$), avec le maximum de densité des pôles $\{110\}$ à $\chi = 90^\circ$ et $\varphi=0^\circ$. La direction $\langle 110 \rangle$ est parallèle à ED (axe de filage).

Tableau II-3: Indice de texture, position et valeur des maxima de densité relevés sur les figures de pôles $\{110\}$ pour les échantillons LC2, LC3 et LC4.

Échantillon	LC2	LC3	LC4
Indice de texture J	4,1	5,6	8,2
Position et valeur des maxima	8,3 à $\chi = 85^\circ$ et $\varphi = 170^\circ$ 5,4 à $\chi = 90^\circ$ et $\varphi = 350^\circ$	11,5 à $\chi = 85^\circ$ et $\varphi = 175^\circ$ 8,0 à $\chi = 90^\circ$ et $\varphi = 355^\circ$	16,18 à $\chi = 90^\circ$ et $\varphi = 0^\circ$

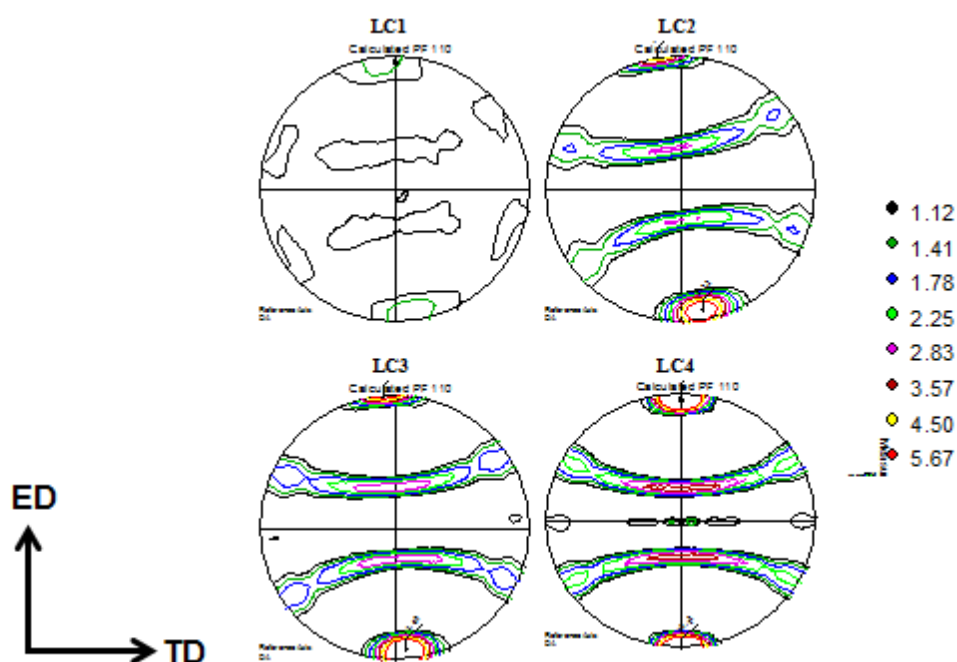


Figure II-29 : Figures de pôles $\{110\}$ obtenues par DRX sur la ligne centrale du culot de filage de la nuance ODS de référence.

Par ailleurs, la Figure II-30 présente l'évolution de l'indice de texture, mesuré par DRX, avec la déformation plastique subit par la matière pendant l'opération du filage, suivant la ligne centrale.

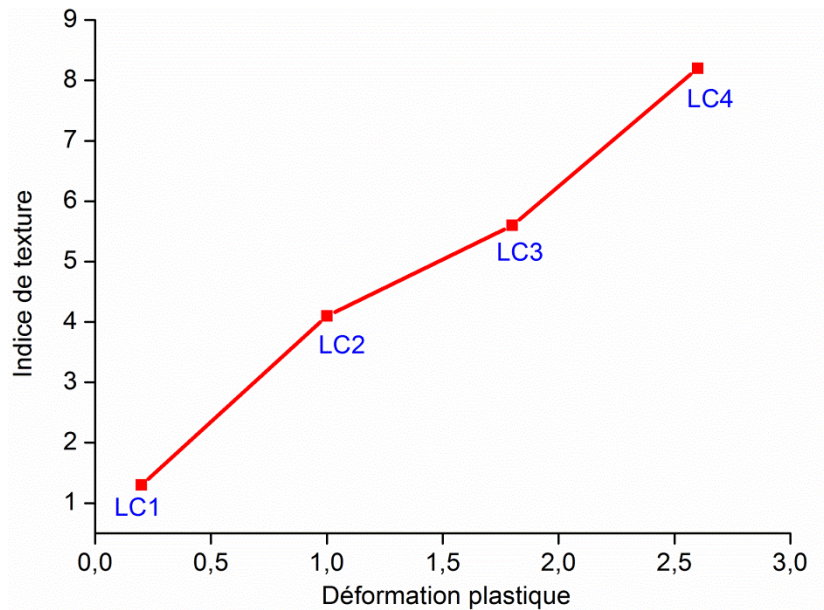


Figure II-30: Évolution de l'indice de texture suivant la ligne centrale.

Remarque : Les deux techniques de diffraction (EBSD et DRX) s'accordent sur la nature de la texture.

2.3 Caractérisation de la nuance renforcée Ti

2.3.1 Caractérisation des précipités au MET

Une analyse des précipités présents dans cette nuance a été réalisée par Microscopie Electronique en Transmission (MET). Les lames sont prélevées parallèlement à la direction de filage dans la matière filée. Ensuite, par polissage mécanique des deux côtés, leur épaisseur a été réduite à 100 μm environ. À partir des lames ainsi obtenues, plusieurs disques de 3 mm de diamètre ont été poinçonnés, et électropolis à -10°C dans une solution d'acide perchlorique (10%) et d'éthanol (90%) jusqu'à obtention d'un trou dans l'échantillon.

Certaines images MET à différents grossissements, ainsi que le diagramme de distribution de tailles des précipités, sont présentés en Figure II-31. Les particules sont présentes majoritairement au sein des grains avec une répartition peu homogène. Certaines zones avec une densité moindre en précipités ont été observées. L'analyse des clichés obtenus conduit à la distribution de tailles des précipités indiquée dans la Figure II-31-f (mesures basées sur 350 précipités). Le diamètre moyen des nanoparticules est de 45 nm et leur densité volumique est de l'ordre de $1,3 \cdot 10^{20}/\text{m}^3$, soit une fraction volumique de 2,7% environ. L'analyse chimique de ces précipités montre qu'ils sont riches en titane et en oxygène, probablement sous forme d'oxydes de titane TiO_2 (Figure II-32).

Les précipités dans cette nuance sont plus gros et moins nombreux, comparés à la nuance ODS de référence. Leur effet Zener est donc moins important ($Z \propto \frac{\text{Fraction volumique des particules}}{\text{Rayon des particules}}$), ce qui facilite la mobilité des joints de grains et des dislocations présentes au sein du matériau au cours du filage.

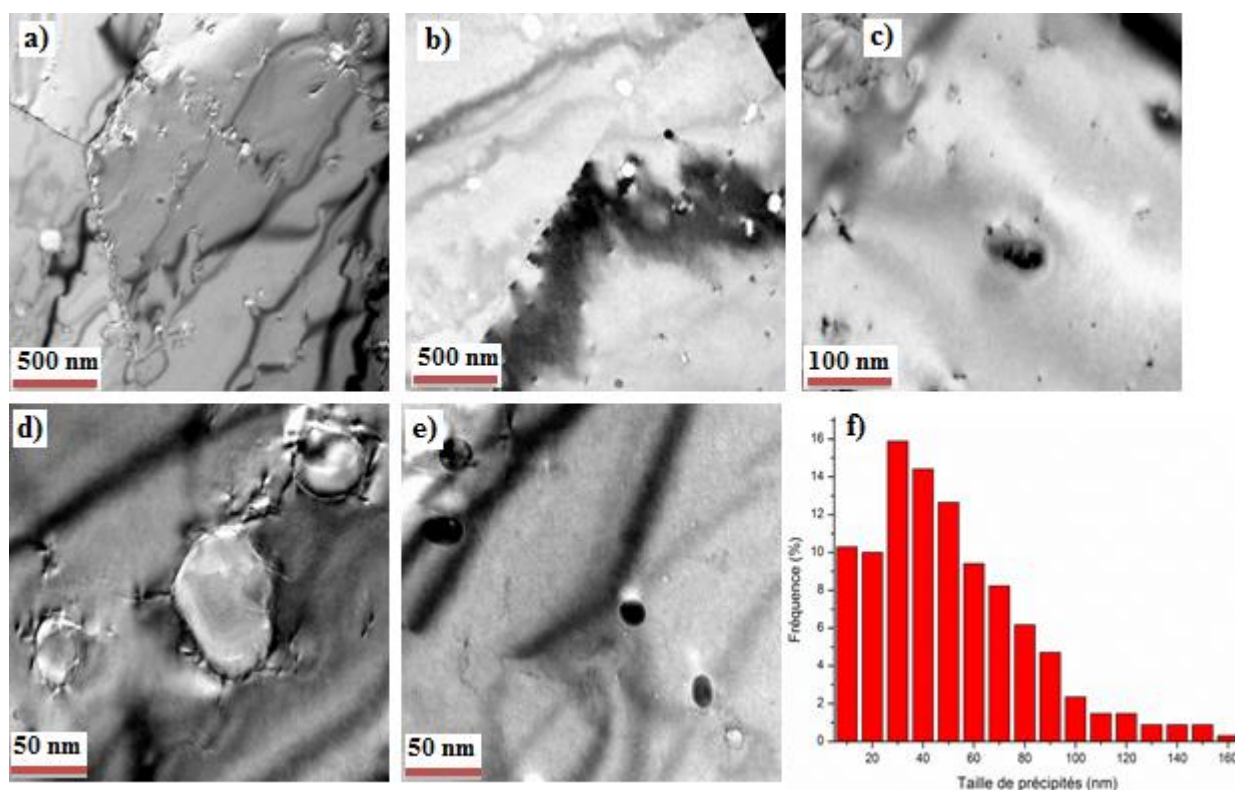


Figure II-31 : (a-e) Clichés MET de la précipitation dans la nuance renforcée Ti, et (f) distribution de tailles de précipités.

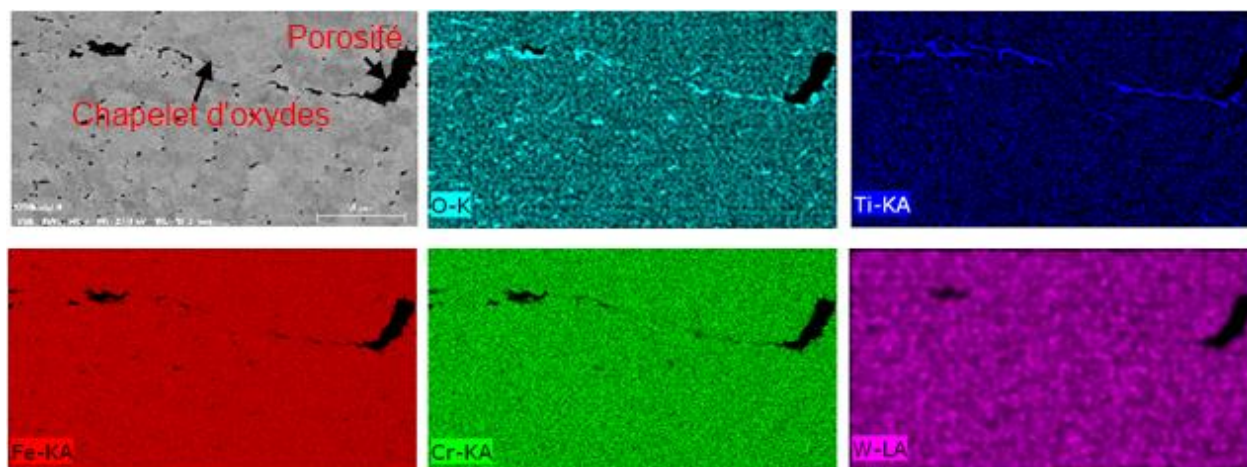


Figure II-32 : Analyse chimique des précipités présents dans la nuance renforcée en titane à l'EDX (Energy Dispersive X-ray).

2.3.2 Caractérisation du culot de filage

Le culot de filage de la nuance renforcée en titane (Ti) a été caractérisé à différents stades suivant la ligne centrale. Quatre échantillons, référencés Ti-LCi ($i=1, 2, 3$ et 4), ont été ainsi observés en EBSD avec un pas de mesure de 400 nm. Le positionnement de ces échantillons sur le culot de filage est similaire à celui schématisé en Figure II-12. Les cartographies obtenues ($400 \times 1000 \mu\text{m}^2$) sont présentées en Figure II-33, et les figures de pôles $\{110\}$ associées en Figure II-34. Par ailleurs, la distribution des tailles de grains, ainsi que l'évolution des valeurs moyennes de taille de grains et du facteur de forme, sont indiquées en Figure II-35 et en Figure II-36, respectivement.

Sur les clichés EBSD, on observe une évolution significative de la microstructure dès les premières étapes du filage. Les grains ont tendance à s'allonger très vite (un facteur de forme moyen de l'ordre de 2.4), et se charger en sous-structures. À partir de Ti-LC2, les gros grains commencent à se morceler en «nouveaux petits grains» tout en gardant la même orientation cristallographique. Ce processus conduit à un affinement de la microstructure et une diminution du facteur de forme (Figure II-36). L'augmentation de la proportion des grains de petites tailles est aussi remarquée sur les histogrammes de la Figure II-35. À l'état filé (Ti-LC4), le matériau présente une microstructure de texture de fibre α très marquée avec des grains relativement équiaxes de taille moyenne de 7 μm environ. Il est clair que cette microstructure est plus grossière que celle de l'acier ODS de référence présenté précédemment (de l'ordre de 1 μm).

De plus, une texture marquée s'établit à des niveaux de déformation faible (Ti-LC2), et continue à s'intensifier jusqu'à la sortie de la filière (Figure II-34). Comme dans la nuance ODS de référence, cette évolution de la microstructure au cours de la déformation peut être attribuée au mécanisme de recristallisation dynamique continue. L'augmentation progressive de la désorientation des sous-joints pendant le filage, comme l'illustre la Figure II-37, est le signe caractéristique de ce processus.

Par ailleurs, on note la présence de quelques grains avec des orientations cristallographiques différentes de la matrice. Ces grains peuvent être hérités de la microstructure de départ, ou alors issus d'une recristallisation dynamique discontinue (germination et croissance) pendant le filage. En effet, en raison de la faible précipitation intergranulaire, les joints de grains sont plus mobiles dans cette nuance que dans la nuance ODS de référence. Cette mobilité pourrait favoriser la formation des «nouveaux germes», qui croissent pour devenir des grains.

La faible proportion des obstacles de taille très fine (90% des précipités ont une taille supérieure à 10 nm, comme illustré en Figure II-31-f) permet aussi un mouvement plus fluide des dislocations. Ces dernières s'organisent donc plus facilement pour former des parois faiblement désorientées ou s'empilent sur les parois déjà existantes, contribuant ainsi à l'augmentation de leurs désorientations et à la création des «nouveaux joints». Une concurrence entre les mécanismes gérés par la mobilité des joints de grains et ceux liés à la mobilité des dislocations est donc probable. Ici, les mécanismes liés aux dislocations l'emportent, favorisant ainsi le processus de recristallisation dynamique continue. Ce processus est aussi observé dans d'autres matériaux de forte énergie de défauts d'empilement pendant leur déformation à chaud, comme les aciers ferritiques [Kim, Sung-Il, *et al.* - 2002], [Oliveira, Tarcisio R., *et al.* - 2005], [Oudin, A., *et al.* - 2008], et l'aluminium et ses alliages [Castan, C., *et al.* - 2013].

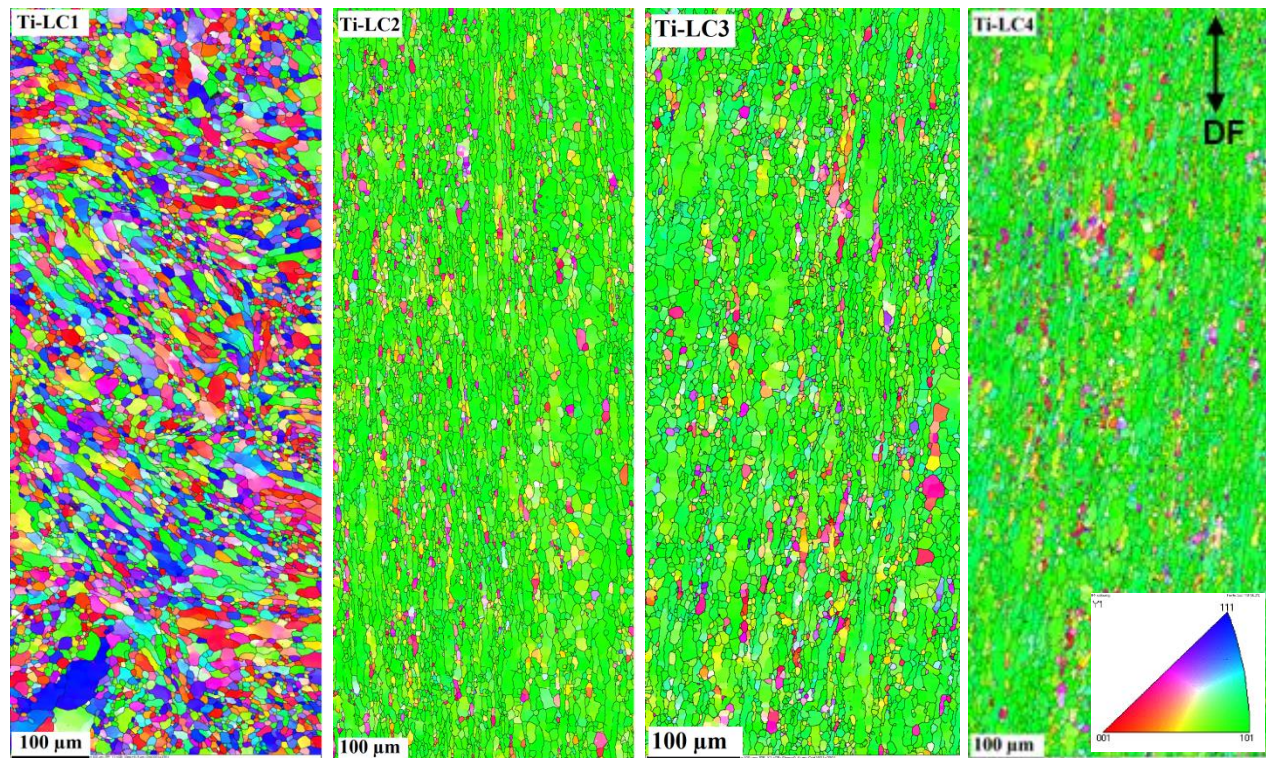


Figure II-33 : Cartographies EBSD montrant l'évolution de la microstructure au cours du filage à chaud de la nuance renforcée en titane.

Remarque : Un autre mode de représentation de ces résultats EBSD, sous forme des cartographies des joints de grains, est reporté en annexe A-4. Pour bien visualiser la microstructure, seule une partie de chaque cartographie ($400 \times 200 \mu\text{m}^2$) est présentée.

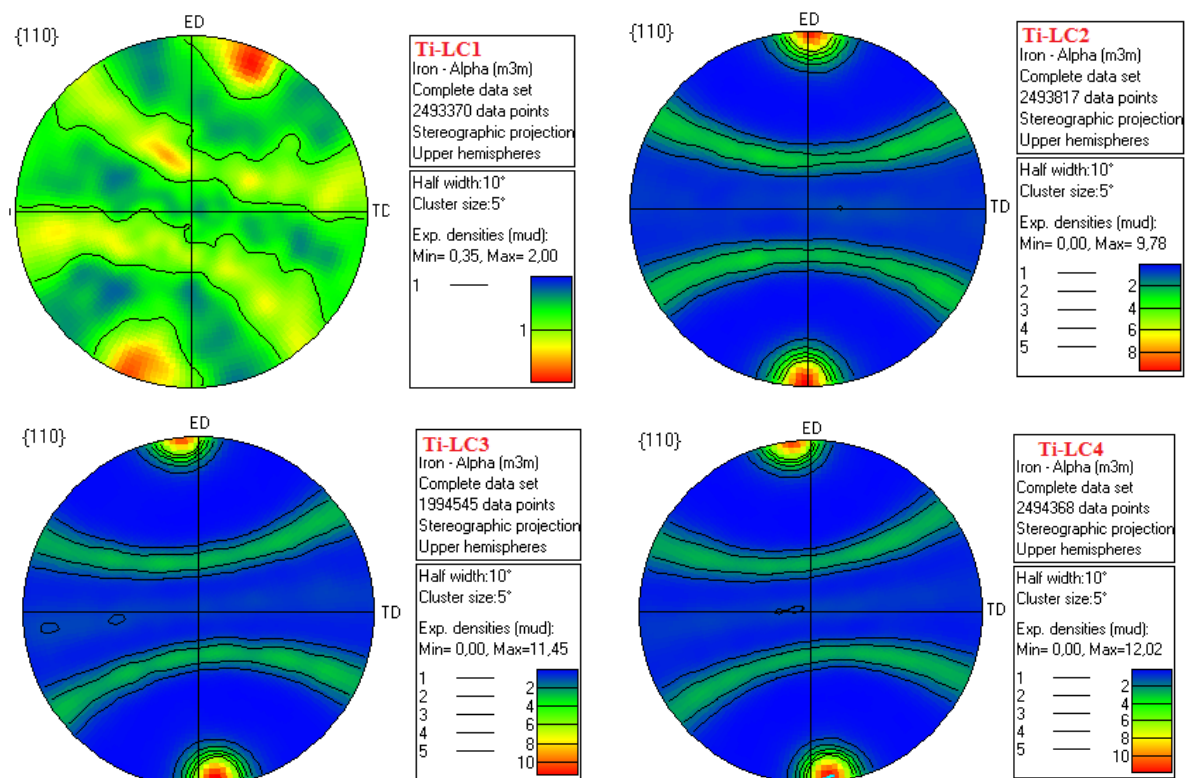


Figure II-34 : Figures de pôles directes {110} correspondant aux différentes cartographies de la Figure II-33.

L'ensemble de ces analyses montrent que la cinétique de recristallisation dynamique n'est pas la même dans les deux nuances étudiées. Elle est plus rapide et complète dans la nuance renforcée en titane, et conduit à la formation d'une microstructure relativement homogène. En revanche, dans la nuance ODS de référence, le mouvement des dislocations est ralenti par la fine dispersion d'oxydes ; leur réorganisation est donc plus difficile. À l'issue du filage, l'acier ODS présente encore des grains allongés notamment sur la ligne médiane (Figure II-17) ; le morcellement et la fragmentation de ces grains n'est que partiel (voir aussi les cartographies de contrastes des bandes en annexe 1). La taille et la densité de la précipitation semblent donc jouer un rôle important sur l'évolution de la microstructure en filage en modifiant la mobilité des dislocations.

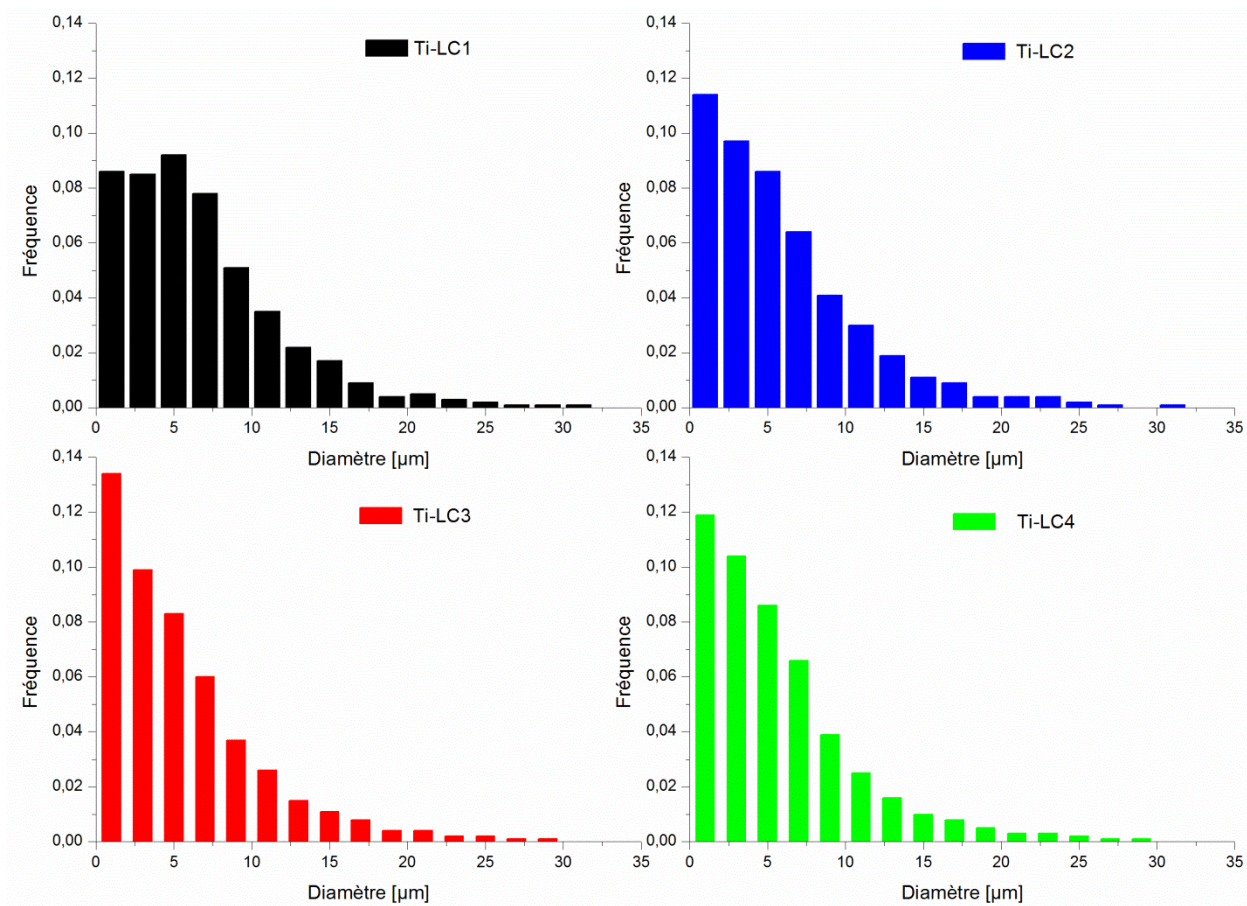


Figure II-35 : Distribution des tailles de grains suivant la ligne centrale du culot de filage de la nuance renforcée titane.

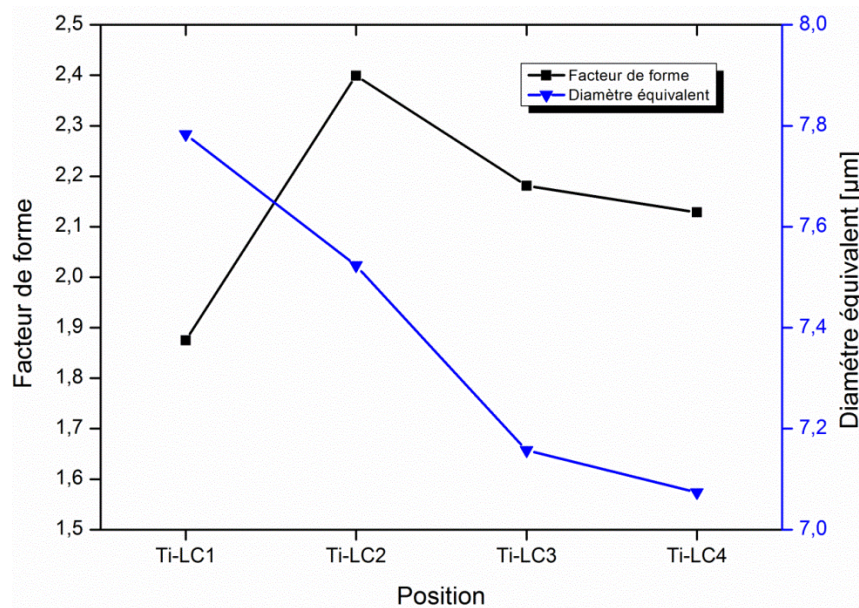


Figure II-36 : Évolution de la taille des grains et du facteur de forme suivant la ligne centrale du culot de filage de la nuance renforcée titane.

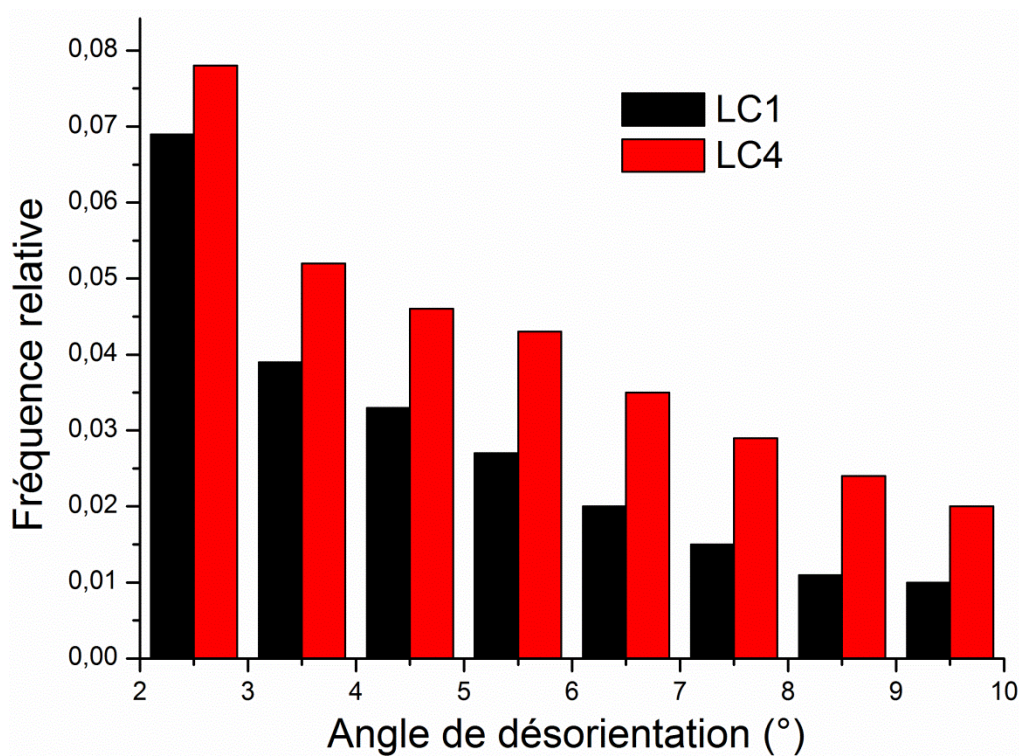


Figure II-37: Distribution des angles de désorientation des parois faiblement désorientées pendant le filage de la nuance renforcée en titane.

2.4 Caractérisation de la nuance non renforcée

2.4.1 Cartographies d'orientations cristallines

Comme pour les deux nuances précédentes, l'évolution de la microstructure dans la nuance non renforcée pendant l'opération de filage a été également étudiée. Les observations ont été faites sur une

coupe longitudinale suivant la ligne centrale à trois positions différentes : l'état 0 (LC1), l'état filé (LC4) et un état intermédiaire (LC2). Les cartographies EBSD obtenues sont présentées en Figure II-38.

Ces observations indiquent la présence d'une microstructure biphasée composée de :

- Gros grains ferritiques de taille supérieure à 10 μm .
- Paquets de lattes martensitiques (correspondant aux zones noires mal indexées sur les cartographies d'orientations cristallines, environ 10% surfacique), reconnaissables par leur relation d'orientations cristallographiques avec la phase mère. Ces lattes sont visualisées en utilisant un pixel plus fin, 100 nm (Figure II-39).

L'existence de ces lattes martensitiques dans une nuance à 14% de Cr (théoriquement purement ferritique même à haute température) est inattendue. Des analyses chimiques ont montré que ces zones correspondent à un appauvrissement local en Cr (Figure II-40). Cette hétérogénéité locale conduit donc à la formation d'un domaine biphasé $\alpha+\gamma$ à haute température, et au cours du refroidissement, une partie de la phase austénitique se transforme en martensite.

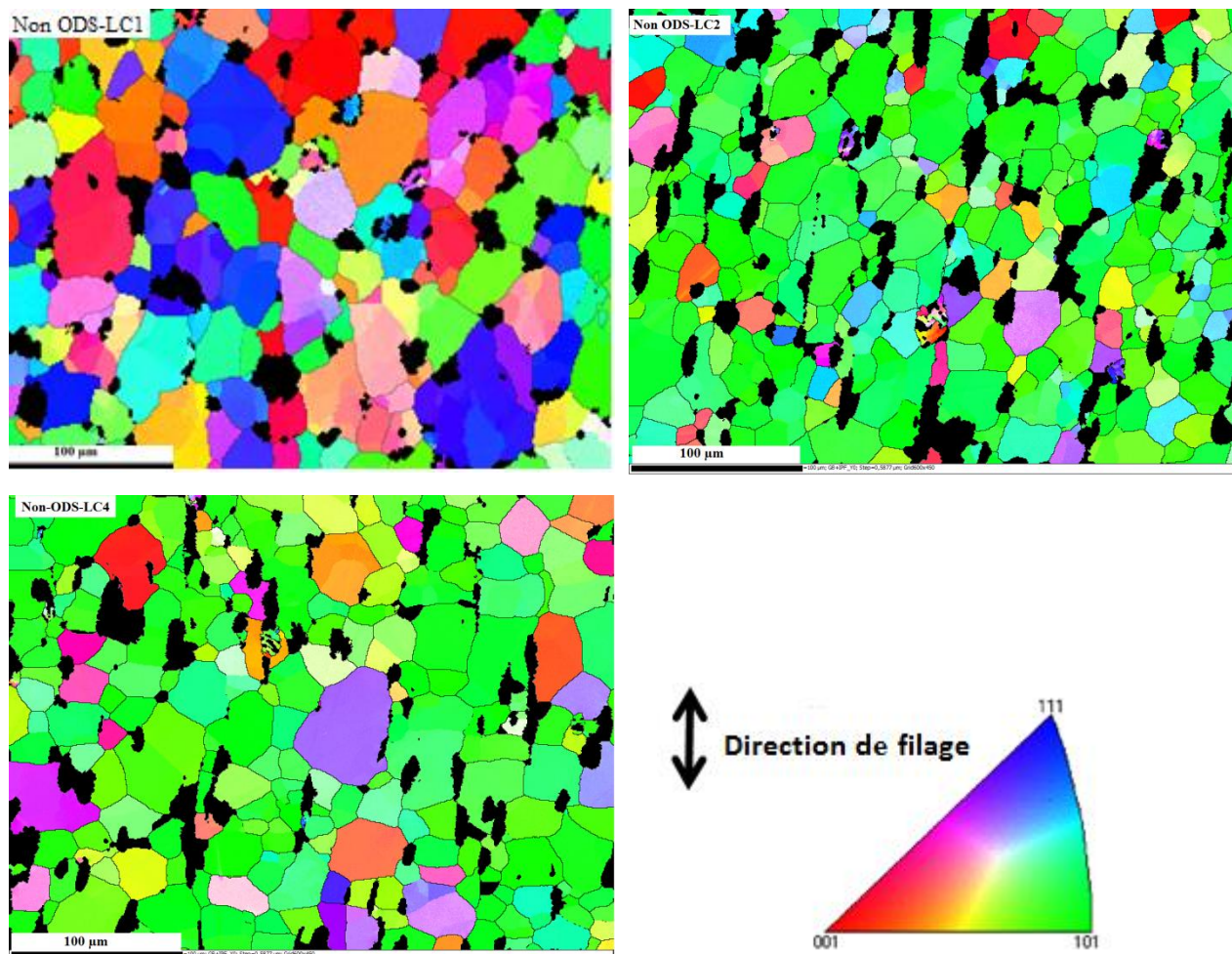


Figure II-38 : Cartographies EBSD montrant l'évolution de la microstructure au cours du filage à chaud de la nuance non renforcée.

Au cours du filage les lattes martensitiques ont tendance à s'allonger suivant la direction d'extrusion. Il est intéressant de noter par contre que les grains ferritiques gardent une forme équiaxe, et ce, même après filage, ce qui indique qu'un processus de recristallisation dynamique a eu lieu. Notre analyse de ces microstructures porte notamment sur la phase ferritique.

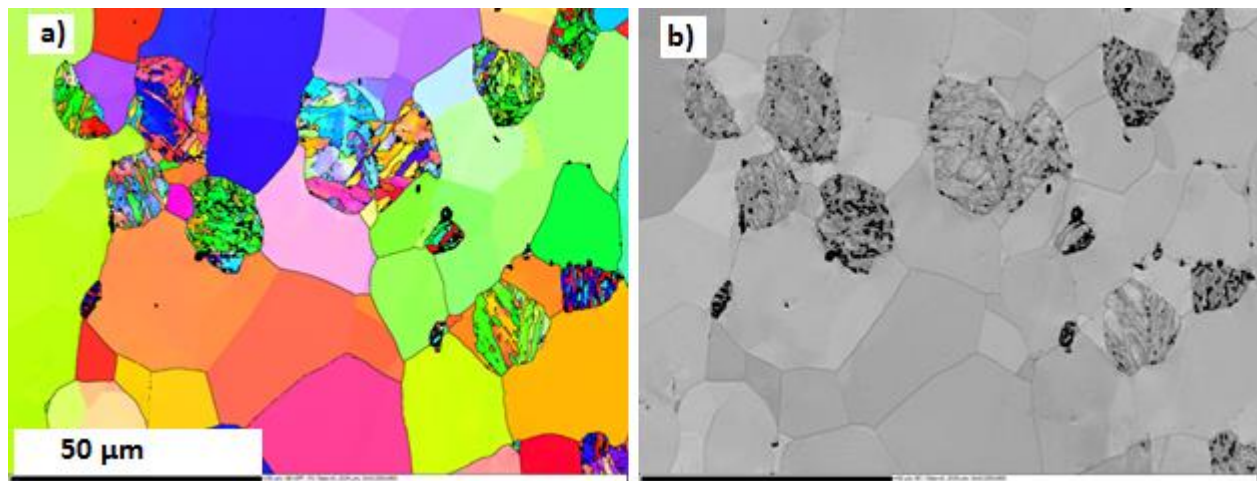


Figure II-39 : Microstructure de l'état 0 de la nuance non renforcée montrant la présence des lattes martensitiques : (a) cartographie d'orientation cristalline, et (b) la bande de contraste associée.

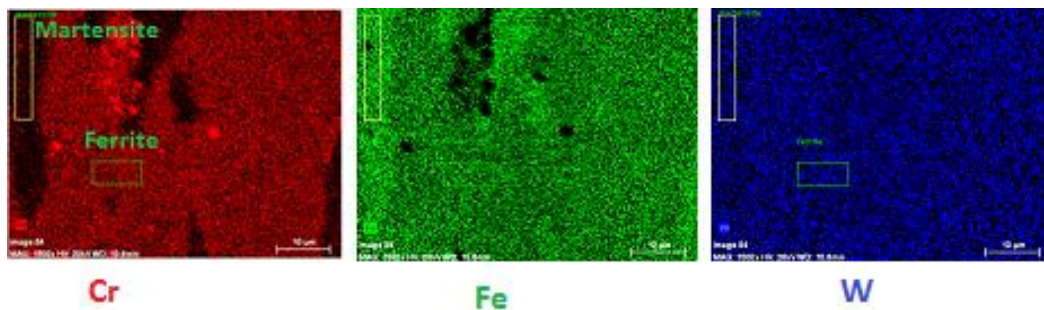
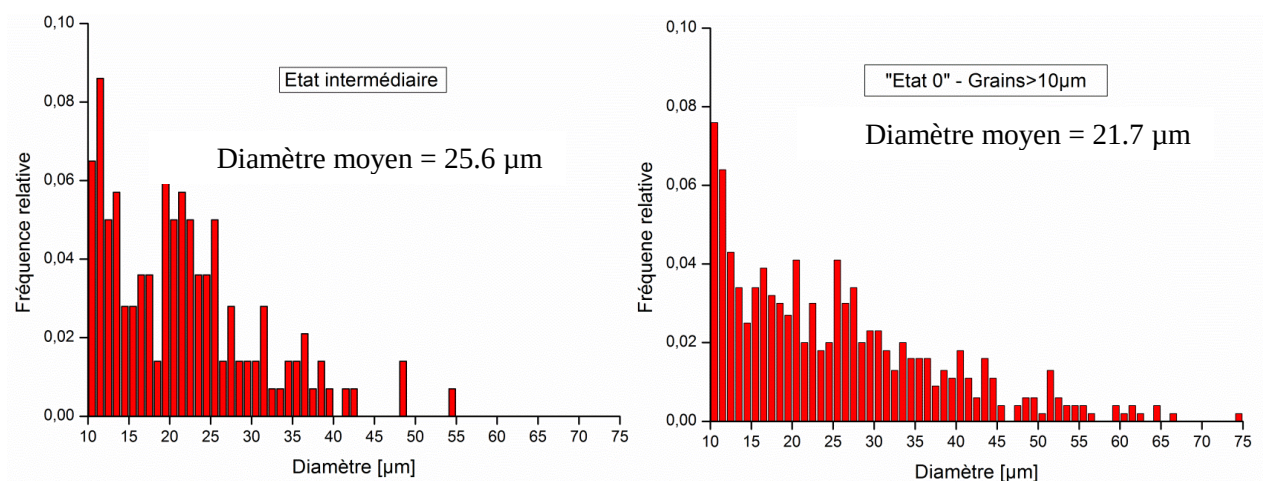


Figure II-40: Analyse chimique (EDX) révélant l'appauvrissement des zones martensitiques en Cr.

2.4.2 Distribution de tailles des grains ferritiques

La Figure II-41 illustre la distribution de la taille des grains ferritiques à différents stades du filage. Nous remarquons que la majorité des grains ont une taille comprise entre 10 et 40 μm, avec une moyenne de 25 μm à l'état 0, et 22 μm environ après filage. Une faible baisse de la taille moyenne des grains accompagne donc le filage. Par contre, la distribution évolue et devient plus étroite.



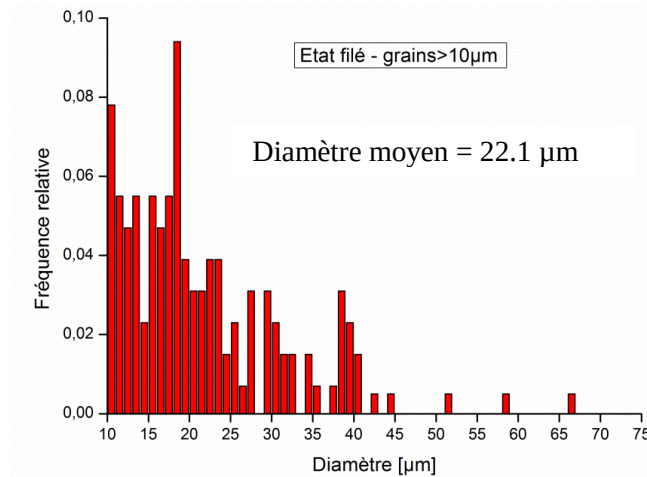


Figure II-41 : Distribution des tailles de grains dans la nuance non renforcée.

2.4.3 Distribution des angles de désorientations

La Figure II-42 représente la distribution de désorientations entre pixels voisins calculée à partir des cartographies précédentes. À partir de ces courbes, les points suivants peuvent être dégagés :

- La fraction des sous-joints (désorientations inférieures à 10°) est plus élevée à l'état 0 qu'à l'état filé.
- En revanche, la fraction des joints de grains à désorientations moyennes (entre 10° et 30°) est plus élevée à l'état filé. Elle représente 23% des joints à l'état filé contre 11% à l'état initial. Cette différence peut être expliquée par un processus de recristallisation dynamique continue qui a eu lieu au cours du procédé, et qui induit donc une évolution des faibles désorientations vers des valeurs moyennes.

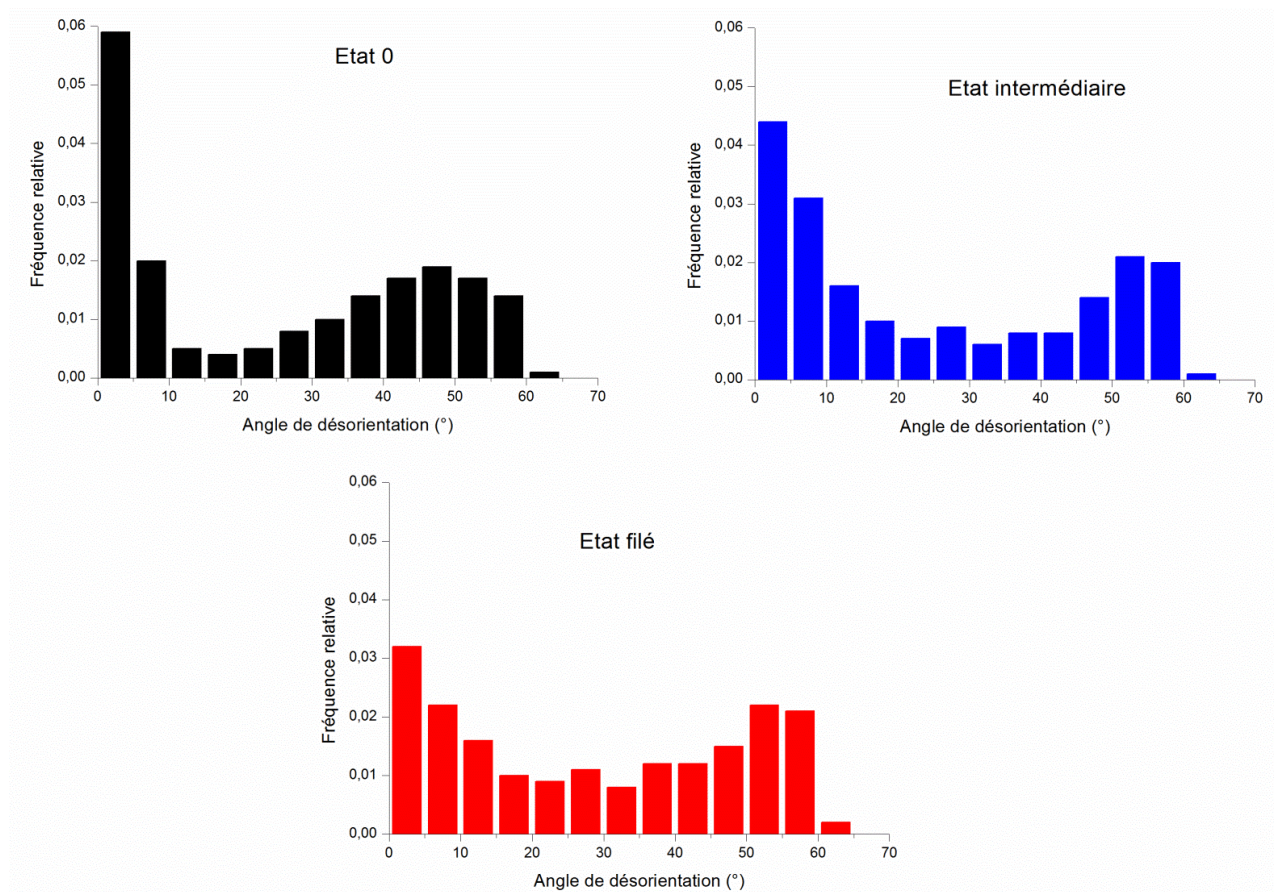
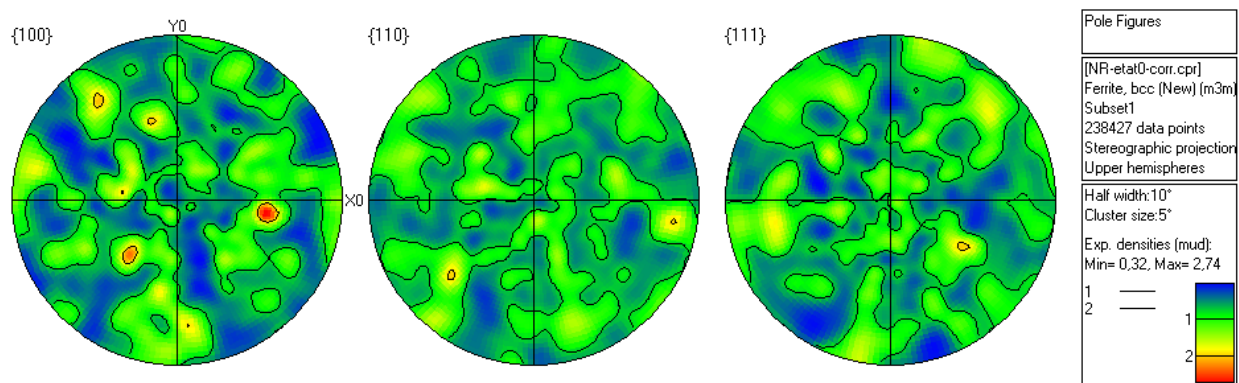


Figure II-42 : Distribution des angles de désorientation à différents endroits du culot de filage de la nuance non renforcée.

Par ailleurs, les figures de pôles correspondantes aux cartographies EBSD de la Figure II-38 sont présentées en Figure II-43. Avant filage (État 0), le matériau ne présente pas de texture cristallographique ; les grains sont orientés d'une manière aléatoire. Au cours de la déformation, une texture de fibre α ($\langle 110 \rangle$ // direction de filage) marquée se développe, et conduit à la formation d'un matériau filé fortement texturé.



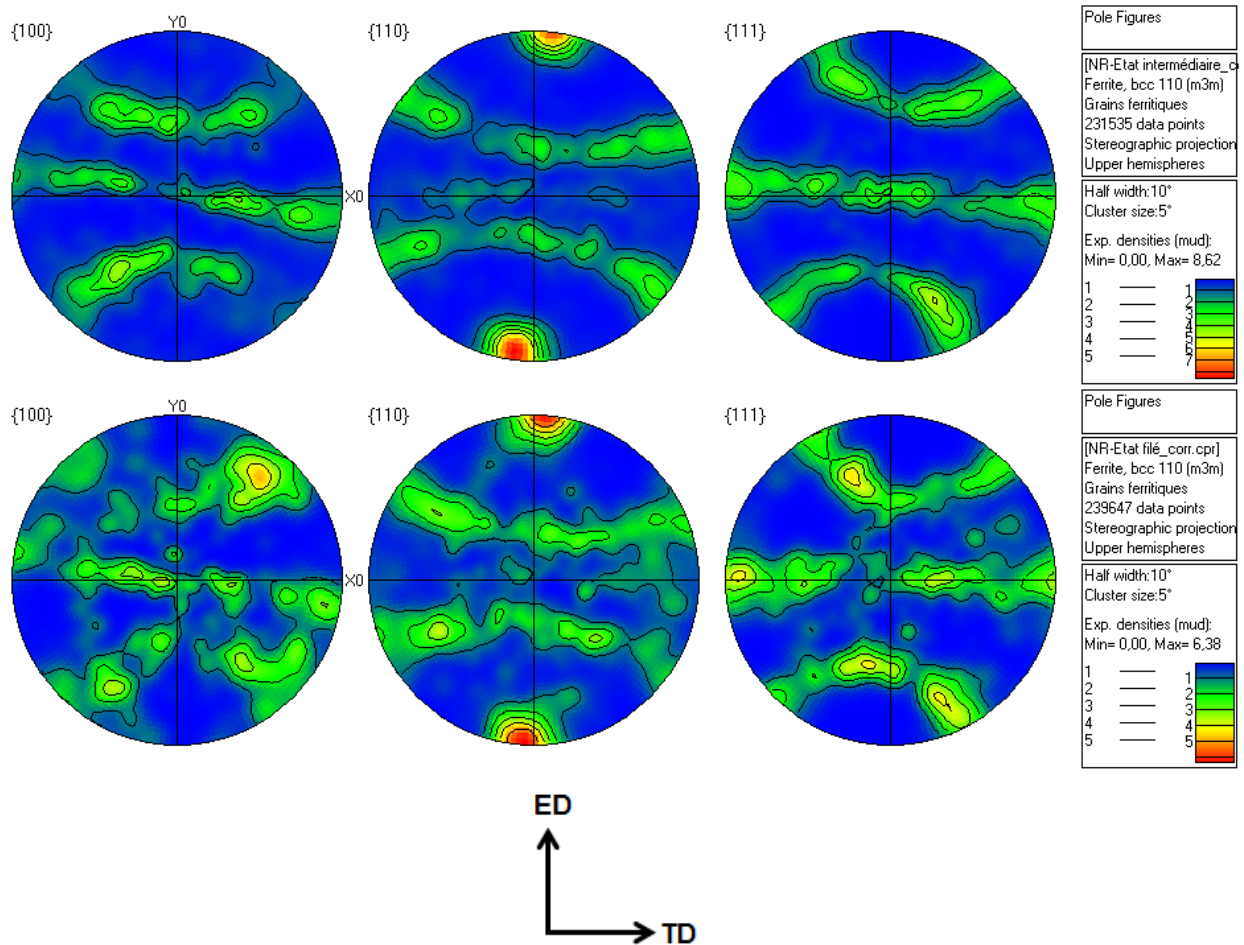


Figure II-43 : Figures de pôles directes correspondant aux différentes cartographies de la Figure II-38.

Dans les trois nuances étudiées, le filage conduit à la formation d'une texture de type fibre α marquée. L'intensité de cette fibre dépend fortement des caractéristiques des précipités présents dans la matrice ferritique ; elle est d'autant plus forte que les précipités sont plus fins et plus denses. Ainsi, la texture s'affaiblit en passant de la nuance ODS de référence à la nuance non renforcée (Figure II-44).

Dans la nuance renforcée en titane et la nuance non renforcée, les joints de grains sont beaucoup moins ancrés que dans la nuance ODS de référence, leur mobilité par conséquent est plus importante. Cette mobilité contribue à la modulation de la texture, tout comme l'intensité de la recristallisation dynamique qui devient plus active lorsqu'il y a moins de précipités.

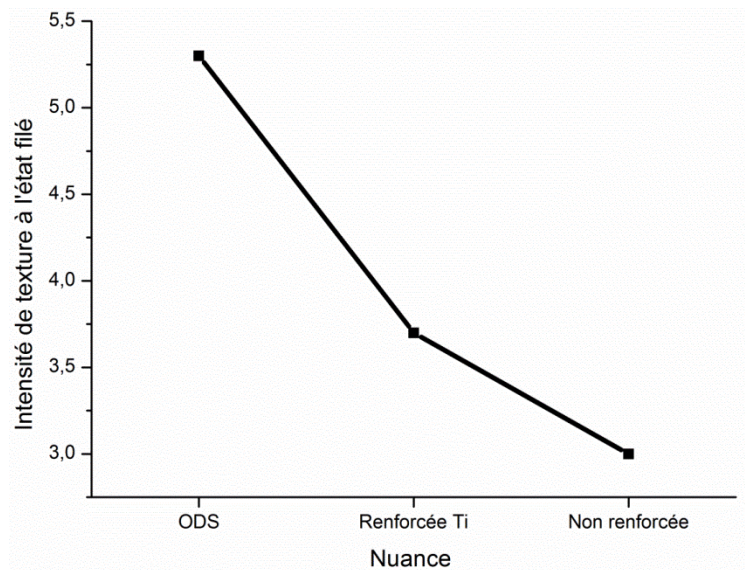


Figure II-44: Intensité de texture des trois nuances à l'état filé (calculée par la fonction de distribution des orientations à partir des données EBSD).

2.5 Étude de différents états filés de la nuance ODS de référence

2.5.1 Évaluation des effets post-dynamiques

Tous les résultats montrés précédemment ont été obtenus sur des culots de filage refroidi à l'air. En effet, après l'arrêt de la presse, le culot de filage, de température supérieure à 1200°C, est libéré de la filière. Il se retrouve donc en contact direct avec l'air ambiant. Pendant cette étape de refroidissement des évolutions post- (ou méta-) dynamiques peuvent intervenir. Dans le cas des nuances ODS, il est admis que la microstructure formée à l'issue du filage est très stable, et ses chances d'évoluer durant le refroidissement sont donc minimales. Pour confirmer cette hypothèse, nous avons réalisé un filage, à partir de la nuance ODS de référence, suivi d'une trempe de la barre dans un bac d'eau placé à la sortie de la filière. Ainsi, les effets dynamiques et post-dynamiques peuvent être séparés.

La microstructure obtenue après trempe a été caractérisée à l'EBSD, et comparée à la microstructure d'une barre filée dans les mêmes conditions mais qui n'a pas subi de trempe (Figure II-45).

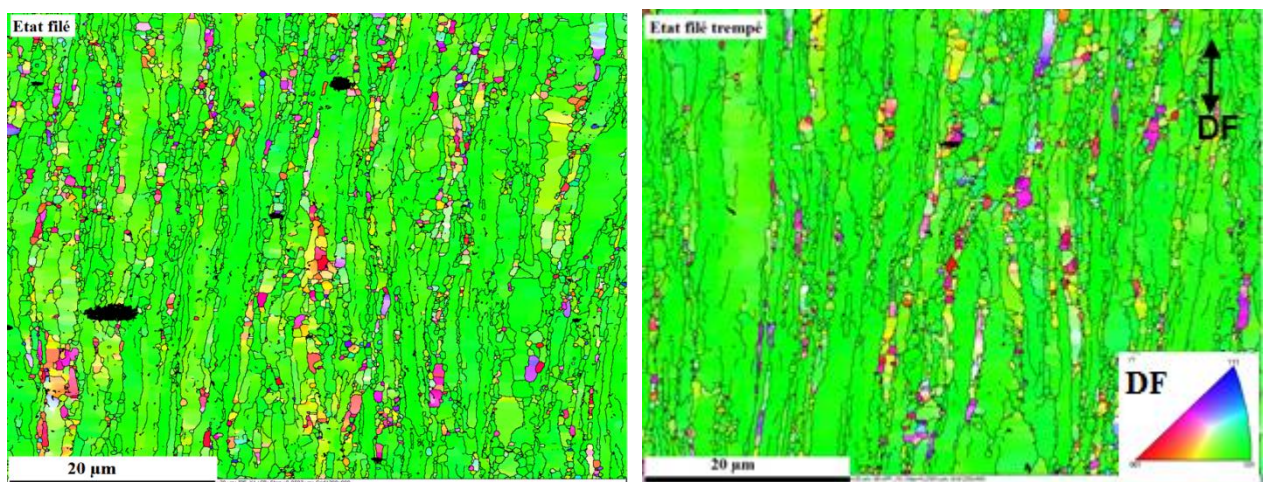


Figure II-45 : Influence du type de refroidissement sur la microstructure du matériau filé.

En outre, la Figure II-46 présente les contrastes de bandes associées à ces deux cartographies d'orientations cristallines.

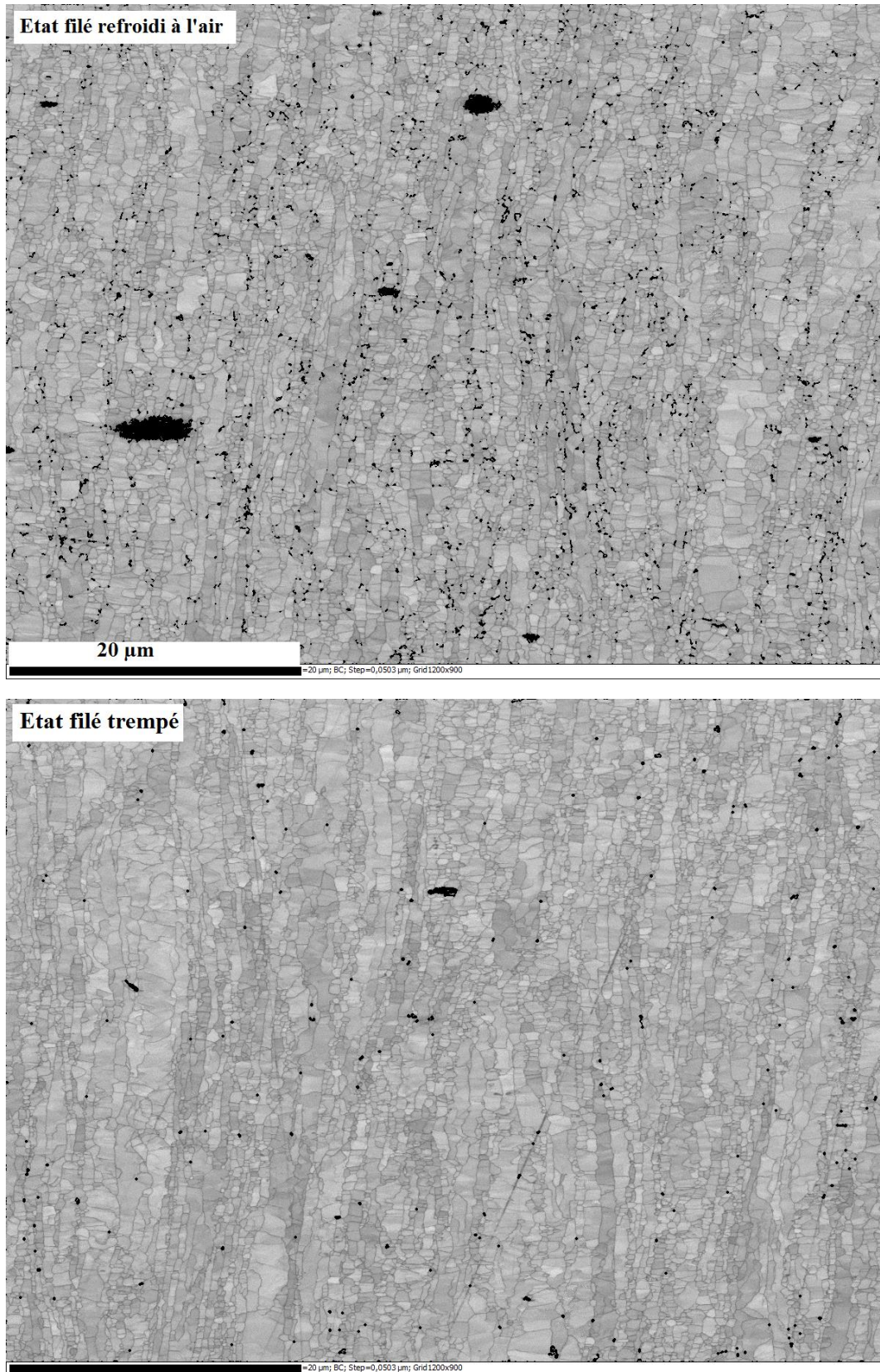


Figure II-46 : Cartographies EBSD en Band Contrast des matériaux filés montrant l'influence du type de refroidissement.

D'après ces observations, les deux états métallurgiques présentent des microstructures très similaires. Dans les deux cas, des petits grains équiaxes et des gros grains allongés suivant la direction de filage sont observés avec des tailles très proches comme l'illustre la Figure II-47 (0.6 μm en moyenne), et un facteur de forme moyen de l'ordre de 2. De plus, les distributions des angles de désorientation entre pixels voisins sont également très similaires (Figure II-48). Cette comparaison montre clairement que les évolutions post-dynamiques après filage sont très faibles dans les nuances ODS.

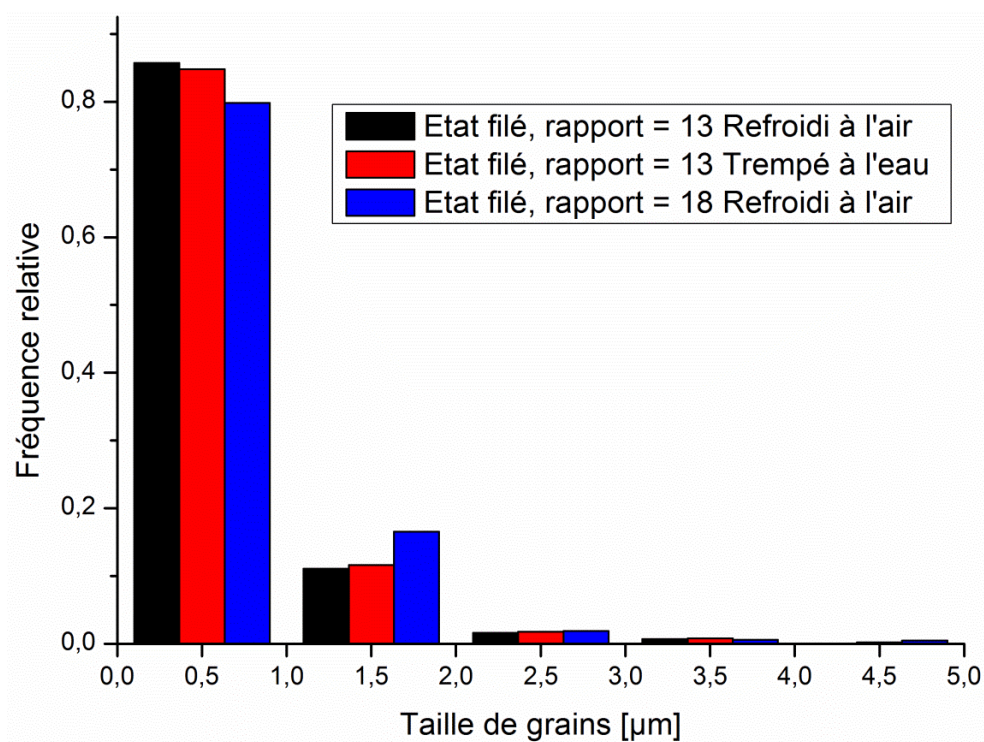


Figure II-47 : Distributions des tailles de grains pour différents états filés de l'ODS de référence.

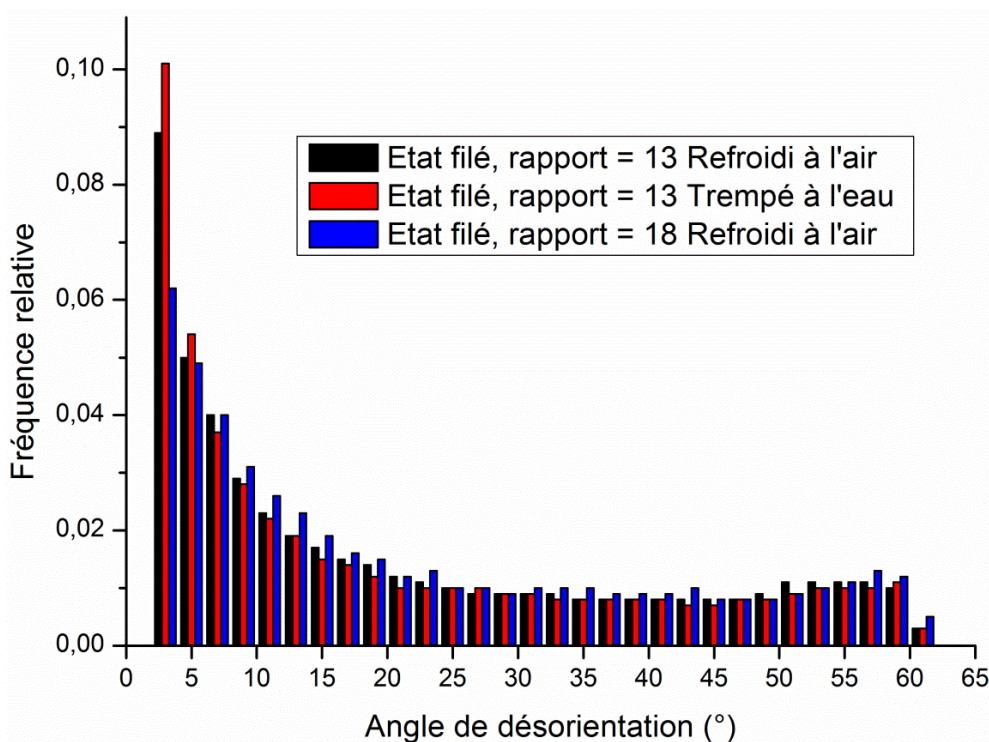


Figure II-48 : Distribution des angles de désorientation pour différents états filés de l'ODS de référence.

2.5.2 Influence du rapport de filage

Le rapport de filage est un paramètre important dans l'opération du filage ; il définit la quantité de la déformation et la vitesse de sollicitation subie par le matériau.

Durant sa thèse, [Couvrat, M. - 2011] a étudié l'impact de ce paramètre sur la microstructure du matériau filé. Des observations MET sur des matériaux filés avec un rapport de filage de 5, 7, 13 (référence) et 18 semblent indiquer une faible variation de la microstructure. Il paraît alors que la déformation dépasse un seuil critique permettant d'atteindre un état stationnaire au-delà duquel la microstructure n'évolue quasiment plus. Pour vérifier ce scénario à une échelle plus large, nous avons caractérisé à l'EBSA des états filés de la nuance ODS de référence avec deux rapports de filage 13 et 18. La Figure II-49 et la Figure II-50 présentent les microstructures obtenues.

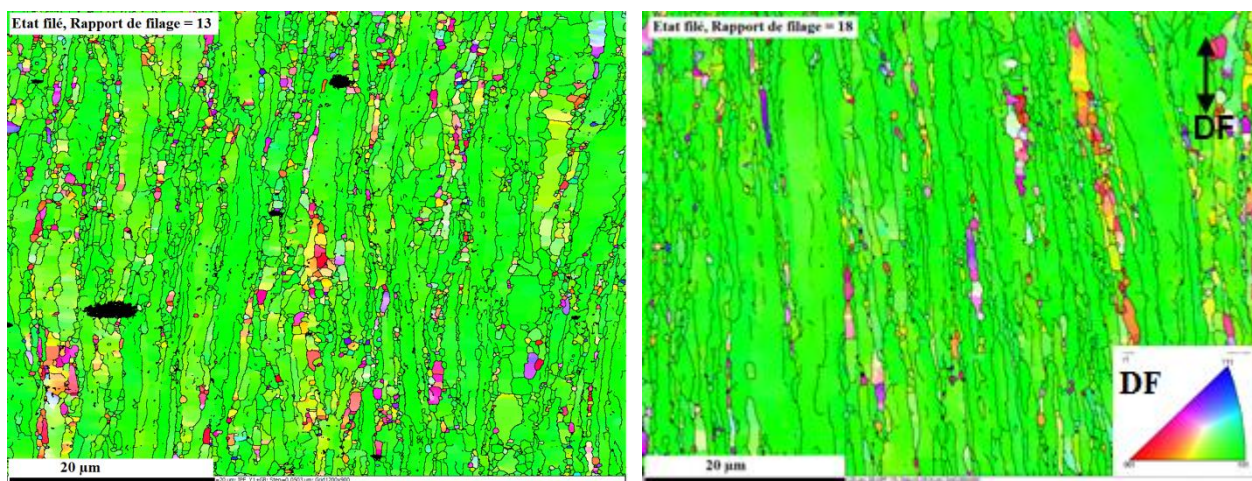


Figure II-49 : Microstructure des matériaux filés avec un rapport de filage de 13 et 18.

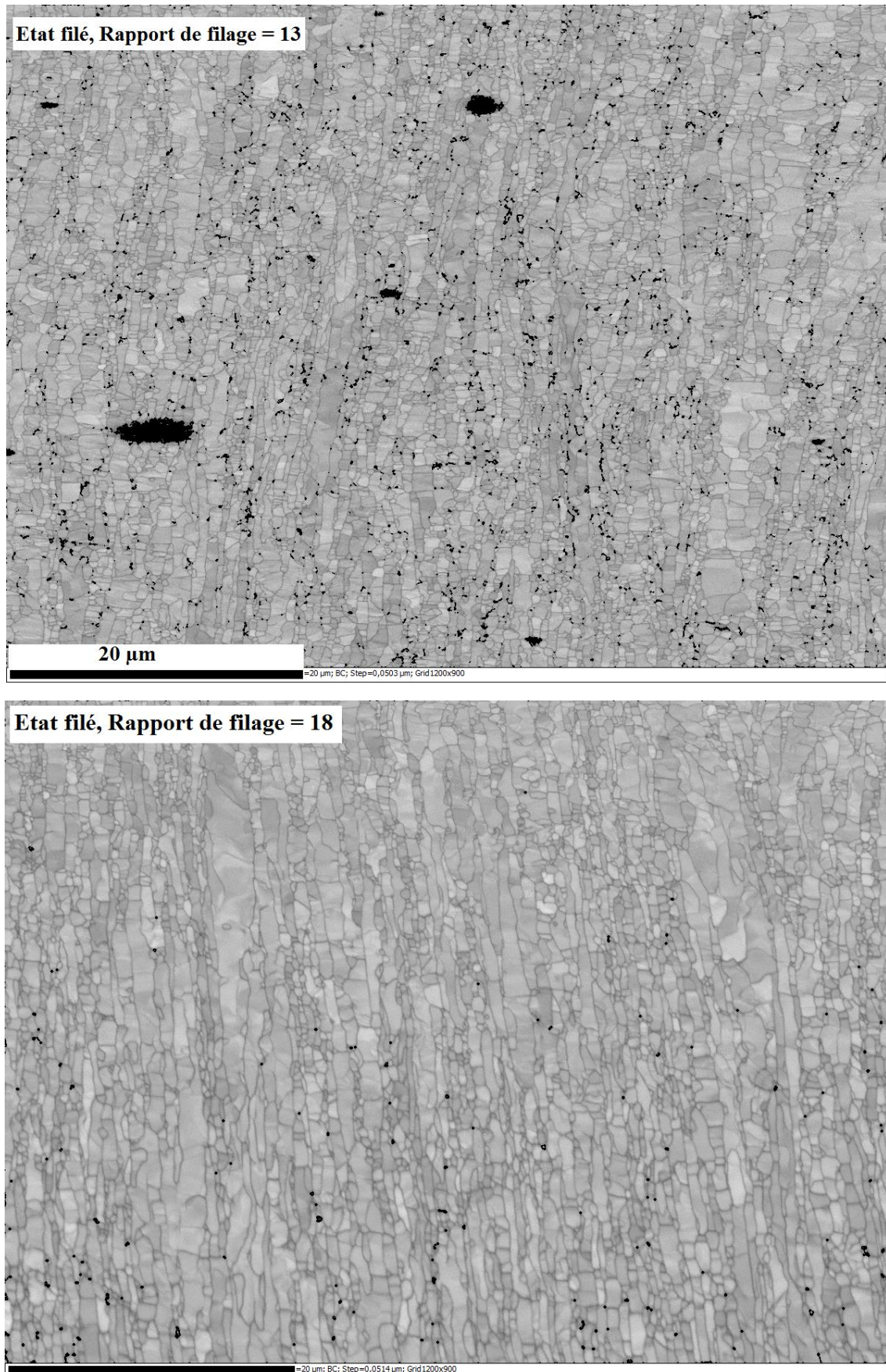


Figure II-50: Cartographies EBSD en Band Contrast des matériaux filés à différents rapport de filage.

On observe une légère différence de morphologie des grains entre les deux états. Le matériau filé avec le rapport de filage le plus élevé présente des grains un peu plus gros (en moyenne $0.7\ \mu\text{m}$ contre $0.6\ \mu\text{m}$), avec un facteur de forme légèrement plus important que le matériau filé standard (2.6 Vs. 2). Globalement, des similitudes assez fortes existent entre ces deux microstructures.

Le rapport de filage joue donc peu sur la morphologie des grains, ce qui conforte le scénario de l'existence d'un état stationnaire caractérisé par l'équilibre entre la quantité de dislocations créée et celle restaurée ou consommée par les joints et/ou les sous-joints de grains. Cependant, l'intensité de texture est fortement influencée par ce paramètre. En effet, des caractérisations en diffraction des neutrons sur l'état filé avec deux rapports de filage 6.5 (filière de diamètre 30), et 13 (filière de diamètre 21), effectuées au Laboratoire Léon Brillouin (LLB) par J-L. Béchade, ont montré que les deux matériaux présentent une texture de fibre α marquée, avec un indice de texture plus élevé ($J=9.27$) pour le rapport de filage 13, alors qu'il est seulement de $J=3.4$ dans le cas du rapport de filage 6.5 (Figure II-51). Le taux de corroyage, qui augmente naturellement avec le rapport de filage, conduit donc à une intensification de la texture des matériaux ODS filés.

Les figures de pôles $\{110\}$ recalculées à partir des mesures en diffraction des neutrons sont présentées en Figure II-51.

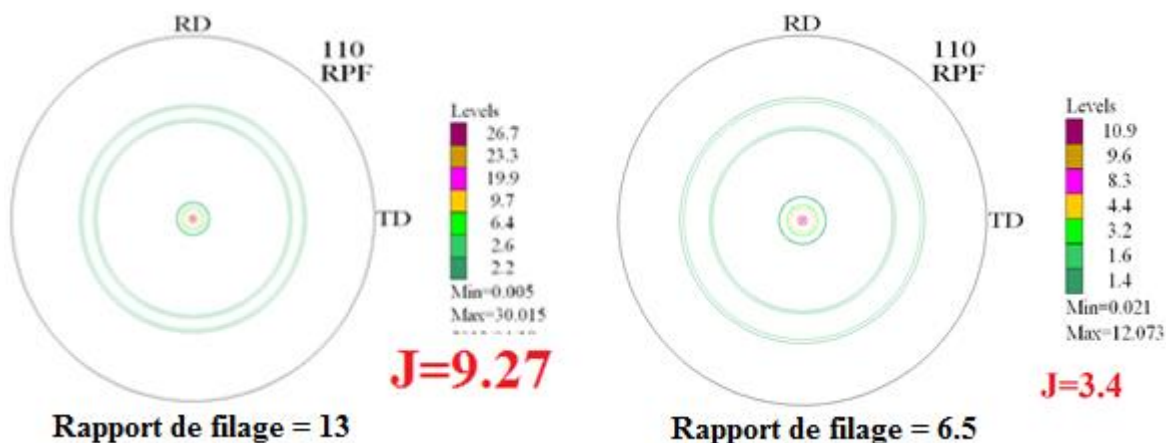


Figure II-51 : Figures de pôles $\{110\}$ obtenues par diffraction des neutrons sur un matériau ODS filé montrant l'influence du rapport de filage sur l'acuité de la fibre α . L'axe de filage est au centre des figures de pôles.

Il paraît donc que le rapport de filage a peu d'influence sur la morphologie des grains. En revanche, il joue fortement sur l'acuité de la texture cristallographique formée pendant le filage. Cette dernière augmente sensiblement avec le taux de corroyage. Ces résultats coupent court à l'idée qu'une microstructure homogène (complètement recristallisée), réduisant l'anisotropie de ces matériaux ODS ferritiques, peut être obtenue par un corroyage plus important. Ceci est lié à l'existence d'une recristallisation continue incomplète qui n'empêche pas la formation d'une texture cristallographique et morphologique (fragmentation partielle des grains). La réduction de cette anisotropie pendant la mise en forme à chaud reste encore une question complexe.

2.5.3 Influence de la taille des précipités Y-Ti-O

Afin d'étudier l'effet de la taille des précipités Y-Ti-O sur les évolutions de la microstructure pendant le filage, une billette remplie de la poudre ODS de référence a été traitée thermiquement sous vide à 1350°C pendant 3h puis filée dans les conditions standards CEA (préchauffage sous air 1h à 1100°C puis filage). C'est la nuance dite « surcuite ». L'objectif était d'induire une croissance des précipités Y-Ti-O par murissement d'OSWALD. Des observations MET ont été réalisées pour mesurer la taille et la densité volumique des précipités après ce traitement thermique.

La Figure II-52 montre la distribution de tailles de précipités présents dans la nuance « surcuite ». Lors du traitement thermique, les nanoparticules grossissent et coalescent entre elles conduisant à tripler leur taille. Ainsi, leur diamètre moyen atteint 9 nm, et leur densité volumique est de l'ordre de $1,1 \cdot 10^{22}$ particules/m³ (mesures basées sur 650 précipités). Rappelons que la nuance ODS de référence présente des précipités de taille moyenne de l'ordre de 3 nm, avec une densité volumique dépassant 10^{23} particules/m³.

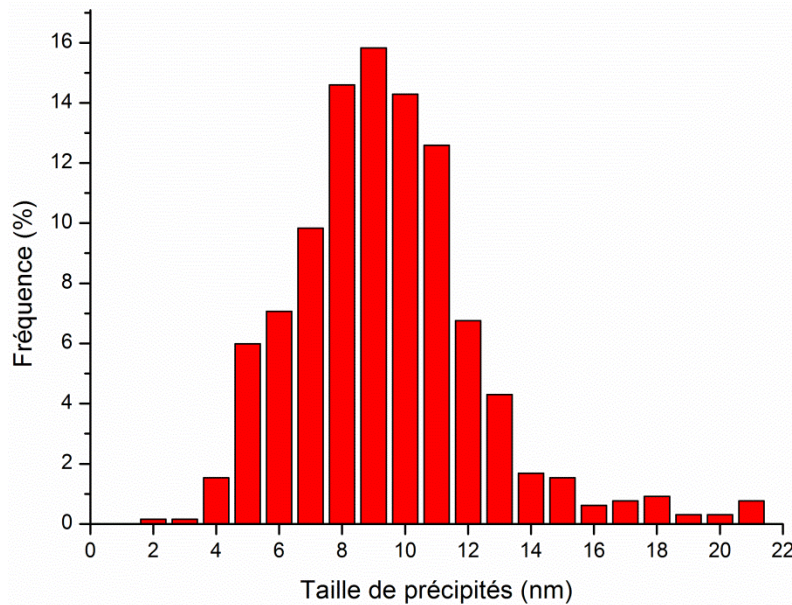
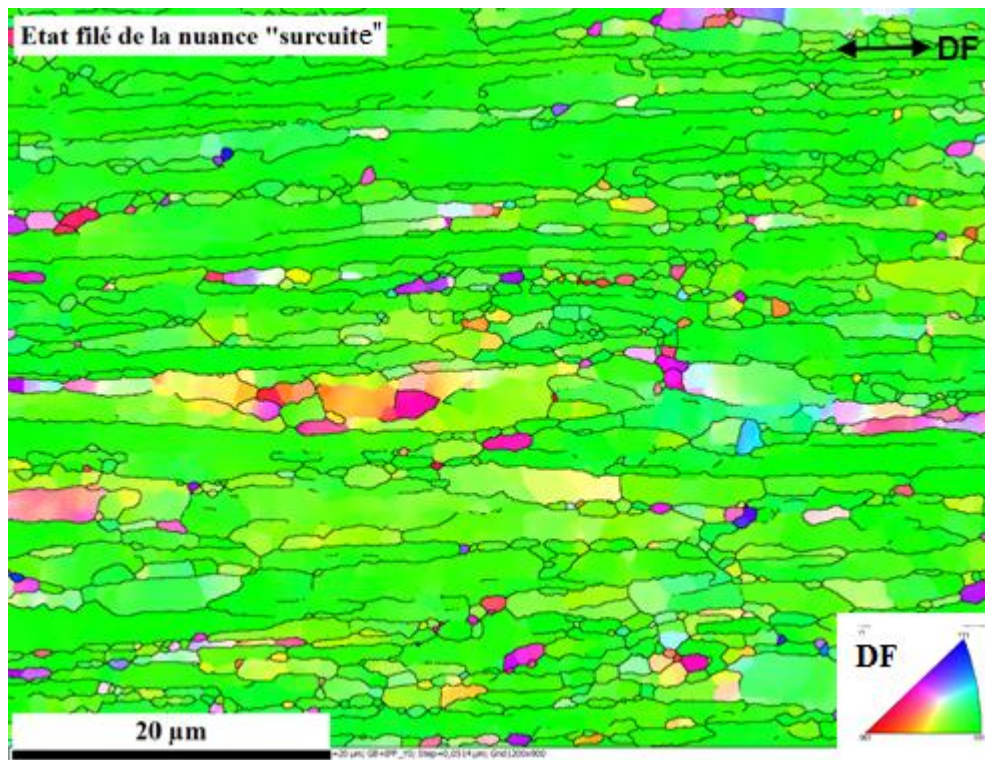


Figure II-52: Distribution de tailles de précipités présents dans la nuance ODS « surcuite ».

De plus, la Figure II-53 et la Figure II-54 présentent la microstructure obtenue après filage. Comme pour les autres états filés de la nuance ODS de référence, la nuance ODS « surcuite » présente aussi une microstructure hétérogène, composée de petits grains et de gros grains allongés. La taille moyenne des grains est de 1.3 μ m, soit deux fois plus gros que dans la nuance ODS standard. Les grains sont également plus allongés. L'intensité de la fibre α , en revanche, est très proche de celle de l'état filé standard (Figure II-55).

Sachant que ces deux nuances présentent des tailles de grains similaires avant filage (supérieure à 2 μ m), l'affinement moins important observé dans la nuance ODS « surcuite » peut s'expliquer par un effet Zener réduit des précipités (plus gros et moins nombreux) sur les joints de grains, qui deviennent donc plus mobiles.



FigureII-53 : Microstructure de la nuance ODS « surcuite » à l'état filé.

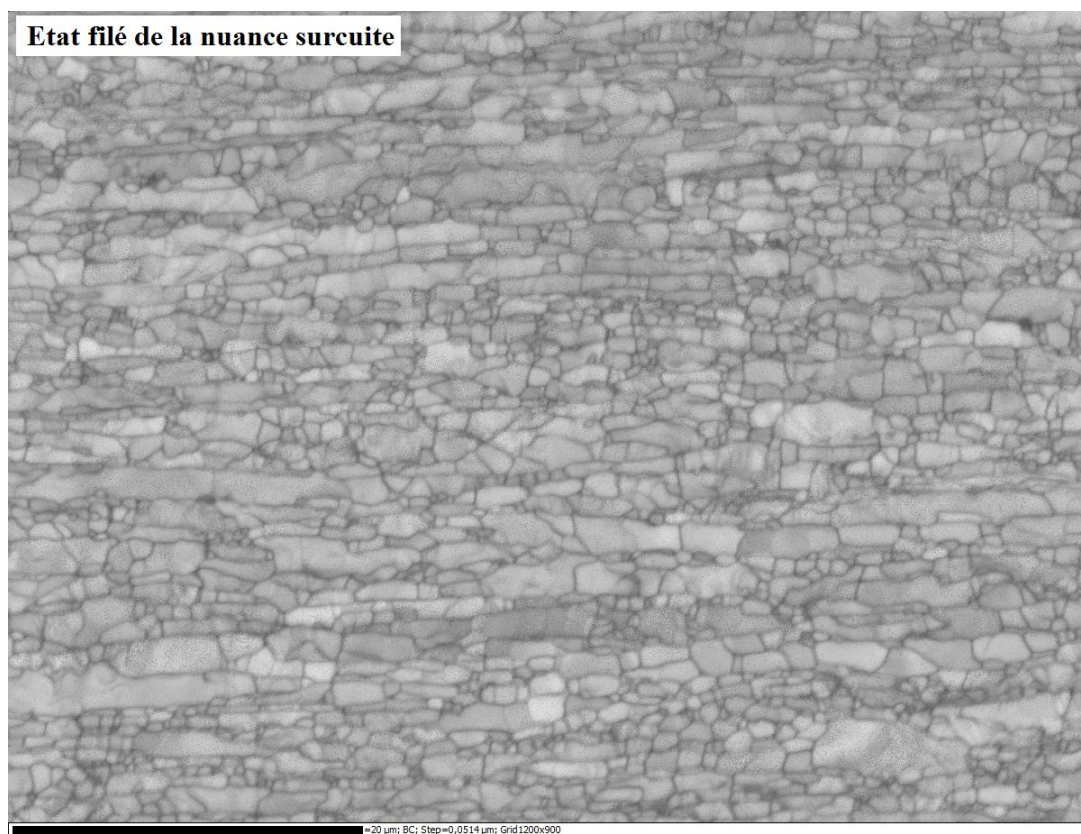


Figure II-54 : Cartographie EBSD en Band Contrast de la nuance ODS « surcuite » à l'état filé.

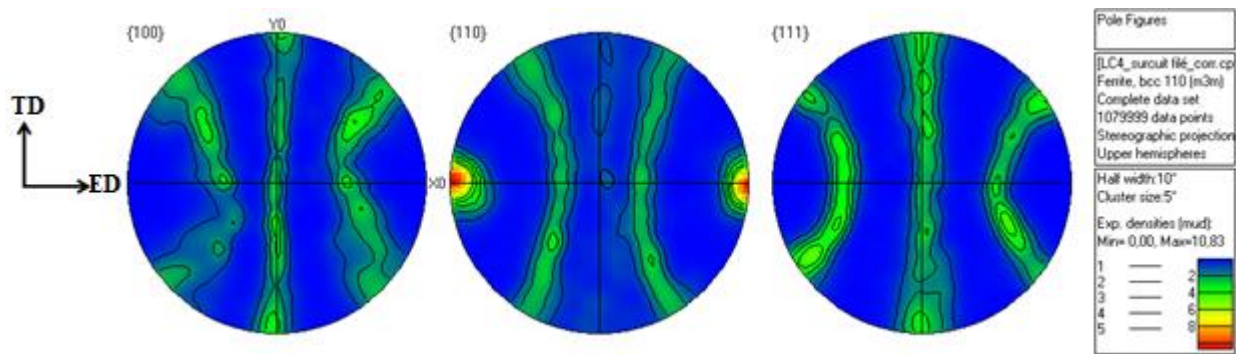


Figure II-55 : Figures de pôles montrant la texture de la nuance ODS « suruite » à l'état filé.

2.6 Bilan du chapitre

L'évolution de la microstructure lors du filage à chaud de différents aciers ferritiques à 14% de chrome, et à différents taux de renfort a été analysée par EBSD.

La comparaison entre un état filé trempé et un état filé refroidi à l'air conclut à une faible différence entre les microstructures de ces deux états métallurgiques. Le fait de considérer que les effets post-dynamiques sont négligeables dans les nuances ODS est alors tout à fait justifié.

L'ensemble des résultats obtenus par EBSD sur les matériaux étudiés montrent que le mécanisme de recristallisation accompagnant le filage à chaud des aciers ferritiques est de type recristallisation dynamique continue. Après formation des sous-joints par restauration, leurs désorientations continuent à croître, et ceux-ci se transforment graduellement en joints de grains au cours de la déformation. Ce processus s'accompagne d'un affinement de la microstructure.

La cinétique de ce mécanisme semble être fortement influencée par les caractéristiques de la précipitation présente dans le matériau. En effet, dans l'acier ODS de référence, la forte densité volumique des nano-oxydes ralentit le mouvement des dislocations. La formation des sous-joints et leur transformation en nouveaux joints devient par conséquent plus difficile. Ainsi, à l'état filé certains grains présentent encore une texture morphologique (allongés suivant la direction de filage) conduisant à la formation d'une microstructure hétérogène. Cette hétérogénéité contribue à l'anisotropie mécanique observée pour les nuances ODS ferritiques filées. Au contraire, dans la nuance renforcée en titane, qui présente une microstructure plus grossière, et une précipitation plus grossière et moins dense (3 ordre de grandeur par rapport à un ODS standard) favorisant le mouvement des dislocations, ce processus de recristallisation apparaît donc plus efficace. À la sortie du filage, les grains présentent une morphologie relativement équiaxe et la microstructure apparaît plus homogène. Dans ce cas, la faible force d'ancrage exercée par les précipités n'empêche pas la formation et l'évolution des parois faiblement désorientées. Ce scénario se confirme dans la nuance non renforcée où une microstructure complètement recristallisée est observée après filage. Il s'avère donc que l'évolution de la morphologie des grains pendant la déformation à chaud en filage de ces matériaux ferritiques est influencée par les nano-oxydes. Par ailleurs, la nature de la texture développée en filage est indépendante des précipités. Dans les trois matériaux, une fibre α ($\langle 110 \rangle$ parallèle à l'axe de filage) est observée. L'intensité de cette fibre, en revanche, est impactée par les nanoparticules. Elle est plus élevée dans le cas de la nuance ODS de référence où l'effet des précipités sur les dislocations et les joints de grains est plus important. Le même effet conduit également à une recristallisation dynamique continue moins active.

Par ailleurs, l'étude de l'influence du rapport de filage sur la microstructure des matériaux filés semble confirmer l'établissement d'un état stationnaire à partir duquel cette microstructure n'évolue que très peu

avec le taux de corroyage. La morphologie des grains dans plusieurs états filés à différents rapport de filage est très similaire. L'intensité de texture, en revanche, augmente avec le rapport de filage.

Il convient enfin de souligner que la microstructure à l'état filé semble largement définie par la taille et la densité de la précipitation. Cela peut s'expliquer par l'activation plus ou moins importante de la recristallisation dynamique, mais aussi par la migration des joints et sous-joints qui devient plus réduite en présence de précipités fins et nombreux.

PARTIE III.

ESSAIS THERMOMÉCANIQUES

Le filage, étudié en deuxième partie, impose un chargement thermomécanique complexe et variable en termes de vitesse de déformation et de température. En conséquence, il est difficile de corrélérer finement les phénomènes métallurgiques observés à des conditions thermomécaniques bien connues. Ces raisons ont poussé à conduire des essais de laboratoires, instrumentés et plus homogènes, dans différentes conditions de sollicitation. Ainsi, les microstructures induites sont univoquement corrélées à des conditions d'essais déterminées.

Les essais thermomécaniques ont été réalisés sur des machines de torsion et de compression à des températures élevées (supérieures à 1000°C), correspondantes au domaine de la mise en forme à chaud des matériaux ODS. Le choix de ces essais permet d'analyser le comportement des matériaux étudiés sous deux modes de déformation différents, faisant varier la triaxialité des contraintes : une triaxialité nulle pour les essais de torsion, et une triaxialité fortement négative, au centre du lopin, pour le cas de la compression. L'objectif principal est de caractériser la rhéologie et la microstructure de déformation de ces matériaux à haute température sous chargement monotone. Ces résultats sont à corrélérer avec ceux présentés dans la partie filage.

Cette partie se décompose en trois chapitres. Dans un premier temps, nous présentons les dispositifs expérimentaux utilisés dans cette étude. Ensuite, nous étudions la rhéologie des nuances testées. Enfin, dans le dernier chapitre, nous analysons les microstructures de déformation obtenues.

Chapitre 1. DISPOSITIFS EXPÉRIMENTAUX

1.1 Torsion à chaud

L'essai de torsion est largement utilisé pour l'étude des procédés de mise en forme des métaux qui engendrent de grandes déformations sans endommagement. Il possède la particularité de conduire à des taux de déformation à la rupture plus importants que dans d'autres types d'essais mécaniques (traction par exemple), en limitant les phénomènes d'instabilité (striction). C'est le dispositif d'essai le plus couramment utilisé pour caractériser les phénomènes de recristallisation dynamique lors de la transformation à chaud.

1.1.1 Géométrie de l'éprouvette

Les essais ont été réalisés sur des éprouvettes usinées à partir de matière consolidée par filage interrompu de plusieurs nuances (Figure III-1). La microstructure caractérisée est donc isotrope, et correspond à l'état métallurgique de la matière en amont de la filière (état 0). Les éprouvettes sont de géométrie cylindrique de diamètre 4.5 mm et de longueur utile 11.6 mm (Figure III-2-a). L'assemblage avec les mors standards s'effectue via deux mandrins en acier inoxydable qui sont vissés sur la partie utile (Figure III-2-b). En raison de la microstructure très fine qui caractérise les aciers ODS, et de la faible quantité de matière disponible, les mini-éprouvettes se révèlent pertinentes. Cette géométrie permet d'obtenir un nombre suffisant d'éprouvettes à partir d'un même et unique lopin de poudre consolidée.



Figure III-1 : Lopin de poudre ODS consolidée par filage à chaud : prélèvements des éprouvettes de torsion par électroérosion.

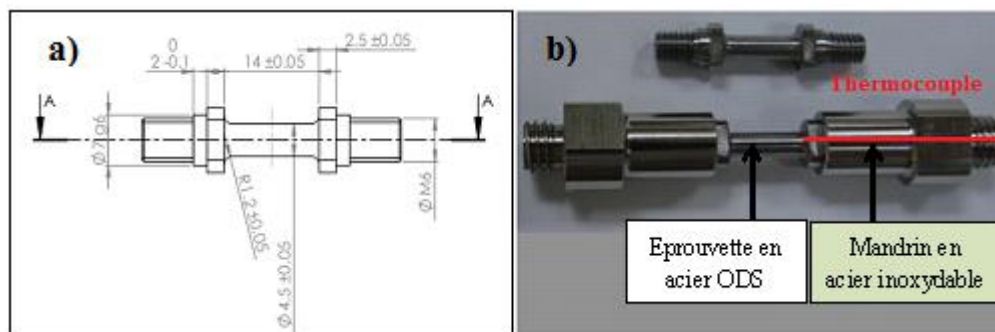


Figure III-2 : Éprouvette de torsion : a) géométrie, b) montage expérimentale de la mini-éprouvette.

1.1.2 Chauffage et déroulement d'essai

Les essais de torsion présentés dans cette étude ont été réalisés au centre de mise en forme des matériaux (CEMEF) de l'école des Mines ParisTech à Sophia Antipolis.

Le chauffage de l'éprouvette est assuré par un four à lampes, la régulation de température se fait à l'aide d'un thermocouple inséré dans le mors fixe de l'éprouvette via un perçage des amarres (Figure III-2-b). La soudure chaude du thermocouple se situe donc au plus près de la zone utile.

Le chauffage par rayonnement permet d'atteindre rapidement des températures très élevées. L'efficacité de ce type de chauffage dépend principalement de la puissance des lampes mais aussi de la propreté et du pouvoir réflecteur des parois paraboliques. Le four à lampes présente néanmoins l'inconvénient majeur d'un mode de chauffage qui peut être hétérogène. Pour améliorer l'homogénéité du chauffage, l'éprouvette est placée dans deux tubes en quartz. Ces tubes sont alors chauffés par le rayonnement des lampes, et l'éprouvette est chauffée essentiellement par convection, ce qui permet une meilleure répartition de la chaleur. Elle est chauffée puis maintenue à la température désirée pendant quelques minutes (2 à 3 minutes) afin d'homogénéiser la température avant déformation. Pendant l'essai, un gaz neutre est propulsé à l'intérieur des tubes pour limiter l'oxydation de l'éprouvette à haute température. Après déformation, l'éprouvette est trempée à l'eau pour figer la microstructure. La Figure III-3 montre deux exemples de cycles thermiques accompagnant des essais de torsion.

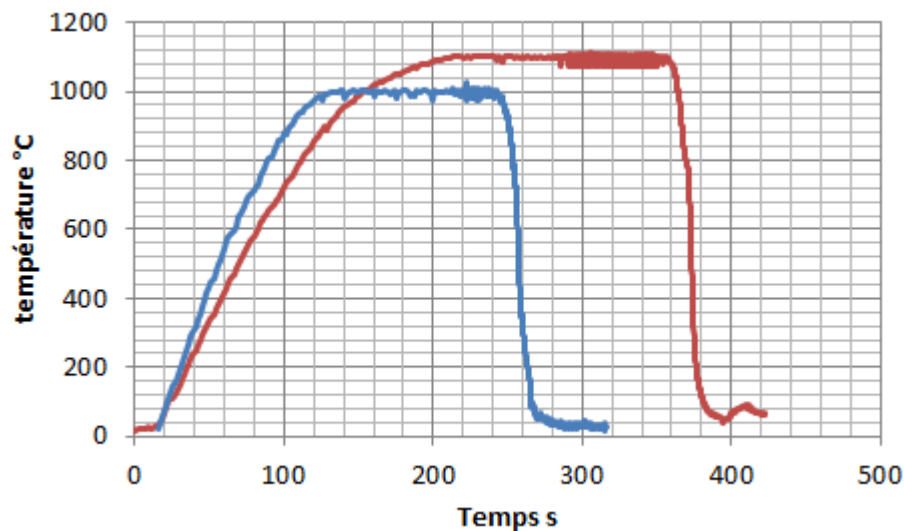


Figure III-3 : Cycles thermiques pour deux températures d'essai différentes, 1000 et 1100°C.

1.1.3 Conditions d'essais

Les essais de torsion sont menés à des températures comprises entre 1000 et 1200°C, et à des vitesses de déformation allant de 0.05 à 5 s⁻¹ sur quatre nuances : la nuance ODS fortement renforcée, la nuance ODS de référence, la nuance ODS surcuite, et la nuance non renforcée.

Un plan complet de 9 essais a été réalisé sur la nuance ODS fortement renforcée. L'ensemble des conditions opératoires retenues pour ces essais est regroupé dans le Tableau III-1.

Tableau III-1 : Conditions d'essais de torsion de la nuance ODS fortement renforcée.

		Vitesse de déformation (s ⁻¹)		
		0,05	0,5	5
Température (°C)	1000	E1	E4	E7
	1100	E2	E5	E8
	1200	E3	E6	E9

Pour les autres nuances, les essais ont été réalisés dans les conditions E1, E2 et E3.

Nous avons choisi ces valeurs de température car elles encadrent les conditions de filage standard du CEA (1100°C étant la température de référence). Par contre, les vitesses de sollicitation sont dictées par la capacité de la machine de torsion, et restent relativement basses en comparaison des conditions réelles de filage (jusqu'à 20 s⁻¹).

1.1.4 Données brutes et dépouillement

Lors d'un essai de torsion, on mesure l'évolution du couple C en fonction du nombre de tours N pour une vitesse de rotation $\dot{N}$ constante. Le couple est directement mesuré par un capteur de couple et le nombre de tours est déduit de la vitesse et du temps. La machine de torsion utilisée dispose de plusieurs capteurs de couple allant de 5 à 50 Nm.

Ensuite, pour estimer les niveaux de contrainte et de déformation à la surface de l'éprouvette, le dépouillement de ces essais se fait habituellement par la méthode de Fields & Backofen [Fields, D. S., *et al.* - 1979] qui se base sur plusieurs hypothèses :

- Le matériau est isotrope ; cela signifie que la symétrie cylindrique de l'éprouvette se conserve durant la déformation ;
- Toute la partie utile de l'éprouvette est plastifiée de manière homogène ;
- La déformation est uniforme le long de l'éprouvette (pas de localisation de l'écoulement) ;

En utilisant cette méthode, on peut donc remonter aux courbes (contrainte équivalente - déformation équivalente) à l'aide des formules mathématiques suivantes :

$$\sigma(r) = \frac{C\sqrt{3}}{2\pi R^3} (3 + \tilde{n} + \tilde{m}) \text{ avec } \begin{cases} \tilde{m} = \left(\frac{\partial \ln C}{\partial \ln \dot{N}} \right)_{N = cste} \\ \tilde{n} = \left(\frac{\partial \ln C}{\partial \ln N} \right)_{\dot{N} = cste} \end{cases} \quad (\text{Eq. III-1})$$

$$\bar{\varepsilon} = \frac{2\pi N}{\sqrt{3}L} R \quad (\text{Eq. III-2})$$

Ces valeurs sont données à la surface d'une éprouvette de rayon R et de longueur utile L .

Les paramètres $\tilde{m}$ et $\tilde{n}$ sont déterminés graphiquement. Ils correspondent dans ce cas respectivement à :

- la pente de la droite représentant l'évolution de $\ln C$ en fonction de $\ln \dot{N}$ à un nombre de tours donné N .

- la pente de la droite représentant l'évolution de $\ln C$ en fonction de $\ln N$ pour une vitesse de rotation donnée $\dot{N}$.

En pratique, cette dernière fonction n'est pas linéaire. Il est possible de l'approcher à l'aide d'un polynôme d'ordre 6 ou plus. La dérivée de ce polynôme nous permet alors d'accéder à la valeur de $\tilde{n}$. Le graphique en Figure III-4 résume les différentes étapes de l'analyse.

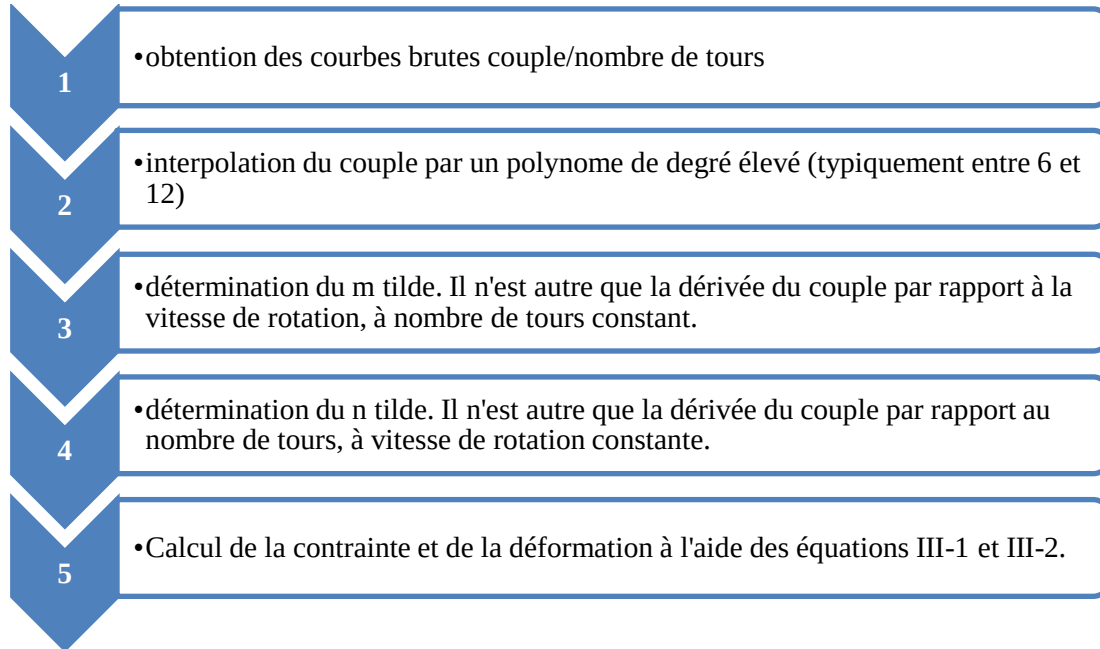


Figure III-4 : Logigramme d'analyse des essais de torsion.

Comme on peut le constater, cette méthode repose sur des dérivations et des interpolations. Donc, les moindres oscillations du signal mesuré sont très rapidement amplifiées, et peuvent mener à des résultats erronés. C'est pourquoi un lissage des courbes est souvent réalisé.

1.1.5 Caractérisation des éprouvettes

À partir des éprouvettes déformées, nous avons réalisé un méplat à la surface de la partie utile (Figure III-5-a). La déformation et la vitesse de déformation étant proportionnelles au rayon, le méplat ne doit pas être trop large afin de ne pas trop s'éloigner de la zone de déformation maximale, située sur la surface ($r=R$).

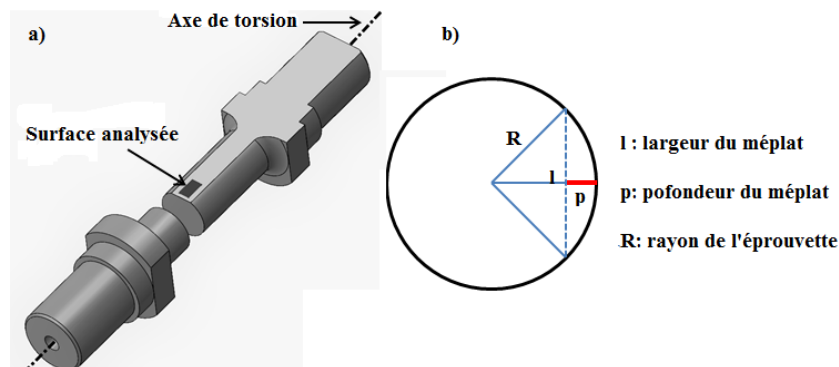


Figure III-5 : a) Schéma montrant la zone analysée de l'éprouvette, et b) Coupe transversale de l'éprouvette dans la zone utile.

À partir du schéma de la Figure III-5-b, nous pouvons écrire : $R^2 = (R - p)^2 + \frac{l^2}{4} \Rightarrow l = 2\sqrt{2Rp - p^2}$

Ainsi, pour que le niveau de déformation des zones analysées ne soit pas inférieur à 90% de la déformation maximale, la largeur du méplat ne doit donc pas dépasser 2 mm (Figure III-6).

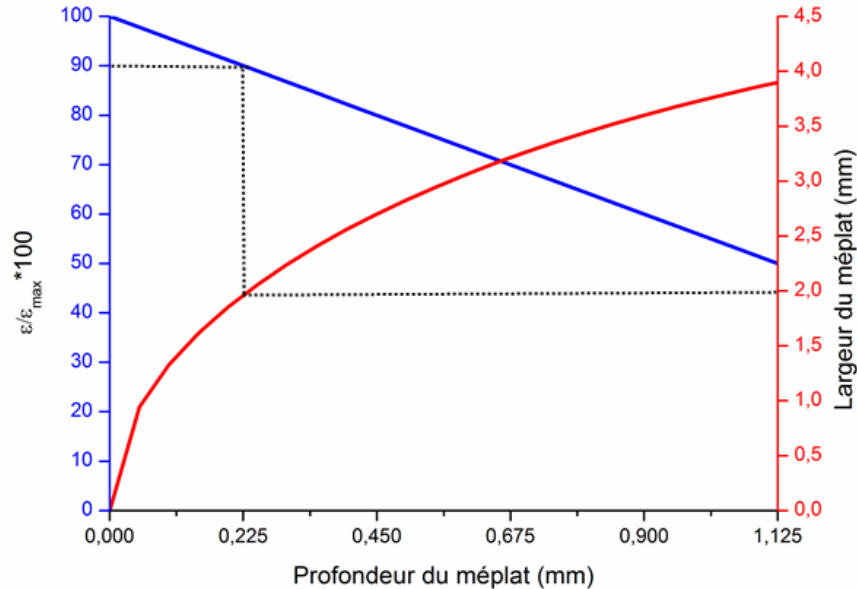


Figure III-6 : Déformation réelle dans une éprouvette de torsion exprimée en pourcentage de déformation nominale en fonction de la largeur du méplat.

1.2 Compression à chaud

En plus d'essais de torsion, nous avons également réalisé des essais de compression sur la nuance ODS de référence et la nuance non renforcée afin d'étudier l'effet de la triaxialité des contraintes, i.e. le mode de chargement, sur la microstructure induite par la déformation.

1.2.1 Géométrie de l'éprouvette

Les éprouvettes de compression sont également prélevées dans des lopins consolidés par filage interrompu (Figure III-1). Elles consistent en des pions cylindriques de 11 mm de diamètre et 18 mm de hauteur (Figure III-7-a).

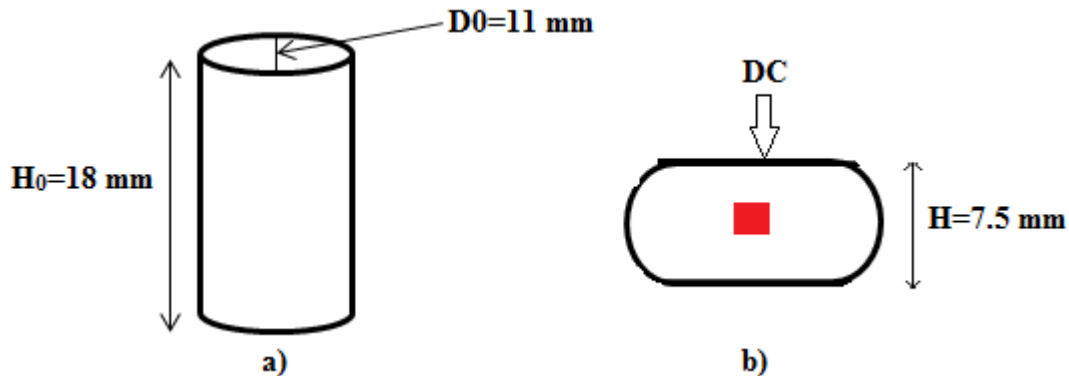


Figure III-7 : Géométrie des pions de compression : a) avant déformation, et b) après déformation : coupe suivant l'axe de compression. La zone analysée est marquée en rouge.

1.2.2 *Chauffage et déroulement d'essai*

La machine utilisée dispose d'un four rayonnant équipé de 12 résistances. La procédure ci-dessous est appliquée :

- Enfournement de l'éprouvette à température d'essai ;
- Palier de stabilisation de 10 min ;
- Application d'une précharge de 100 N ;
- Déplacement de traverse de 11 mm à 0,3 mm/s ou 3 mm/s pour avoir une hauteur résiduelle de 7.5 mm (0.5 mm d'écart est dû à la complaisance de la machine) ;
- Déchargement et défournement de l'éprouvette ;
- Trempe à l'eau ;
- Mesure de l'épaisseur résiduelle.

Ces essais sont réalisés sous un balayage d'argon (2,5 l/min) pour limiter l'oxydation des échantillons à haute température.

1.2.3 *Conditions d'essais*

Les essais de compression sont menés à des températures comprises entre 1000 et 1200°C, jusqu'à une déformation vraie suivant l'axe de compression d'environ 0,87. Les matériaux d'étude sont la nuance ODS de référence et la nuance non renforcée. Lors de ces essais, la vitesse de déplacement de la traverse est constante. Des intercalaires en alumine fritté sont collés sur chaque face d'appuis des lopins afin d'éviter tout collage aux outils durant l'essai.

Deux vitesses de traverse (v) de 0,3 mm.s⁻¹ et 3 mm.s⁻¹ sont testées, correspondant à des vitesses de déformation moyenne au cœur de l'échantillon de l'ordre de 0,05 s⁻¹ et 0,5 s⁻¹, respectivement. Ces conditions sont choisies similaires à celles des essais E1 à E6 de la campagne de torsion (Cf. Tableau I-1).

1.2.4 *Données brutes et dépouillement*

Les données enregistrées lors d'un essai de compression sont la force et le déplacement en fonction du temps. À partir de ces deux paramètres, il est possible de déterminer les valeurs de contrainte et de déformation en supposant que la déformation est homogène sur l'ensemble de la hauteur du pion.

La contrainte σ étant égale au rapport de la force sur la section de l'éprouvette S : $\sigma = \frac{F}{S}$ (Eq. III-3)

Le volume de l'échantillon est supposé constant : $V = S_0 \times H_0 = S \times H = \frac{\pi D_0^2 H_0}{4}$ (Eq. III-4)

Avec :

- H_0 , D_0 et S_0 : hauteur, diamètre et section initiale de l'échantillon, respectivement.
- H et S : hauteur et section de l'échantillon après déformation, respectivement.

En remplaçant S dans (Eq. III-3) par l'expression de (Eq. III-4), la contrainte à chaque instant de l'essai s'écrit alors :

$$\sigma = \frac{4FH}{\pi H_0 D_0^2} \quad (\text{Eq. III-5})$$

Ensuite, la déformation macroscopique est calculée à partir de la variation de la hauteur du pion suivant l'expression suivante :

$$\bar{\varepsilon} = \left| \ln \left(\frac{H}{H_0} \right) \right| \quad (\text{Eq. III-6})$$

Enfin, la vitesse de déformation macroscopique est donnée par : $\|\dot{\varepsilon}\| = \frac{v}{H_0 - v.t}$ (Eq. III-7)

t étant le temps de l'essai, et v la vitesse de la traverse.

Afin de mener des comparaisons quantitatives avec les autres modes de sollicitation (torsion et filage), un taux de déformation moyen est défini en utilisant la relation suivante :

$$\dot{\bar{\varepsilon}} = \frac{\bar{\varepsilon}}{t} \quad (\text{Eq. III-7 bis})$$

Les essais de compression sont réputés hétérogènes et le chargement est dépendant des conditions de contact avec les outillages. Afin de déterminer ces hétérogénéités, nous avons mené une simulation numérique de l'essai de compression.

Estimation de l'hétérogénéité de la déformation

Les phénomènes de frottement entre l'échantillon et les outils dans une machine de compression ont, en général, une influence sur la répartition des déformations. Le frottement est la cause de la déformation en forme de tonneau (bombé) des éprouvettes au cours de l'essai. Il est donc utile de connaître la répartition des déformations afin de pouvoir relier les observations microstructurales à la valeur réelle de déformation dans la zone étudiée. Pour cela, une simulation numérique de l'essai à l'aide d'un code d'éléments finis (MSC-Marc®) a été réalisée. La loi d'écoulement appliquée a été identifiée à partir des données rhéologiques expérimentales, et le coefficient de frottement est choisi égale à 1 du fait du caractère collant entre l'échantillon et l'intercalaire en alumine, observé expérimentalement.

Le calcul numérique montre que pour une déformation globale de l'ordre de 0.87 (calculée selon Eq. III-6), la quantité de déformation à cœur de l'échantillon est de l'ordre de 1.7. La vitesse de déformation réelle en fin d'essai, quant à elle, est égale à environ 2 fois la vitesse nominale (Figure III-8).

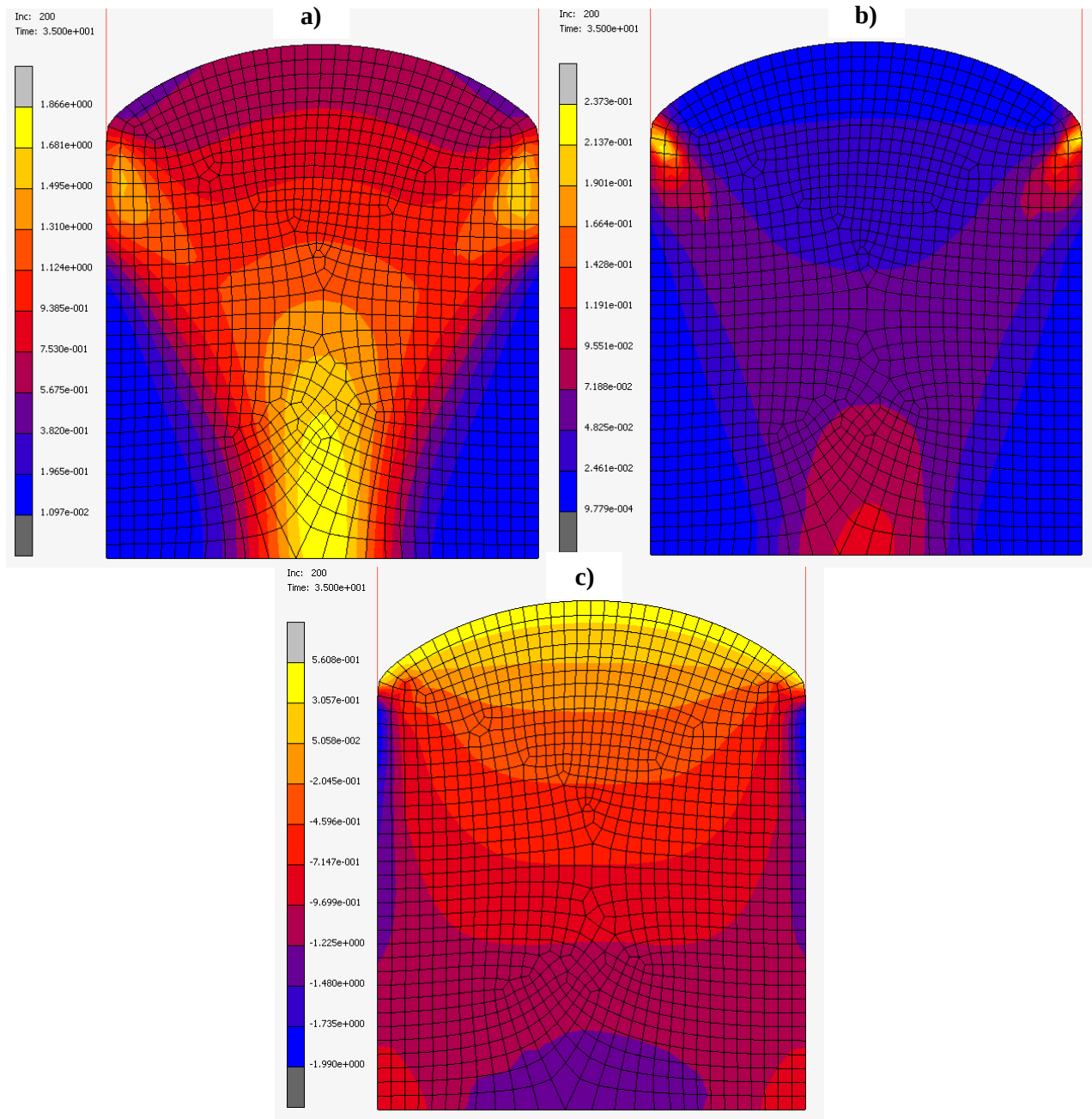


Figure III-8 : Résultats de la simulation numérique de l'essai de compression : isovaleurs (a) de déformation, (b) de vitesse de déformation, (c) et du taux de triaxialité des contraintes dans un lopin de compression.

La simulation montre également que la triaxialité des contraintes est largement inférieure à $-1/3$ dans la zone centrale de l'échantillon (Figure III-8-c et Figure III-9). De ce fait, et pour cette zone, un essai de compression peut se comparer aux conditions de triaxialité du filage (largement négative), comme le montre la Figure III-9.

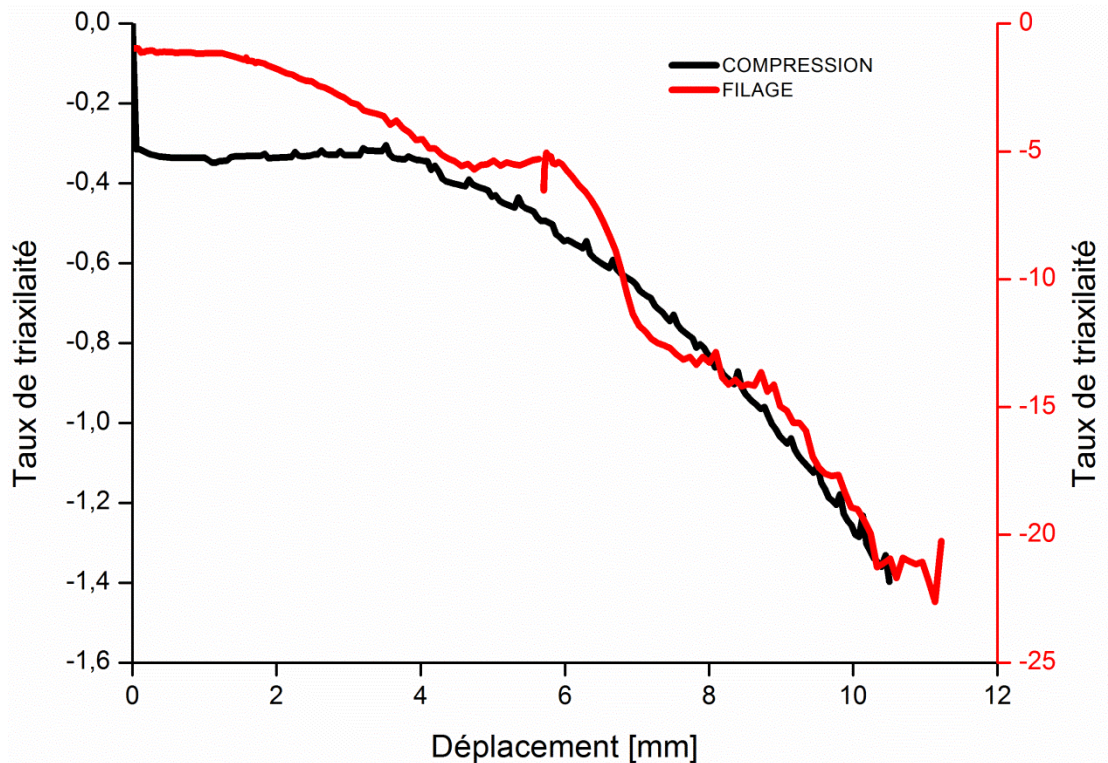


Figure III-9 : Évolution de la triaxialité des contraintes en compression (cœur du lopin), et en filage (ligne centrale).

1.2.5 Caractérisation des éprouvettes

Compte-tenu de l'hétérogénéité de l'essai de compression, la déformation et la vitesse de déformation sont maximales au cœur du lopin. Afin de pouvoir réaliser les observations microstructurales au cœur des échantillons, nous avons donc coupé les lopins suivant un plan contenant l'axe de compression. De cette manière, la zone d'analyse est située au centre de l'échantillon (Figure III-7-b).

Évolution de la forme des échantillons

La forme de l'échantillon déformé varie fortement d'une nuance à l'autre, mais aussi en fonction des conditions d'essais au sein de la même nuance (Figure III-10).

La section des échantillons ODS prend une forme elliptique qui devient d'autant plus important que la température et la vitesse de sollicitation sont élevées. Sur certains échantillons ODS (4, 5 et surtout 6), des fissures apparaissent, elles sont le signe de phénomènes d'instabilité plastique (localisation de déformation). En revanche, cette géométrie elliptique est peu visible sur les échantillons de la nuance non renforcée qui, à l'exception de l'essai 2, se déforment d'une manière homogène.

Dans ces conditions, seuls quelques essais semblent exploitables pour les analyses microstructurales. Nous avons choisi de caractériser à l'EBSD les essais 1 et 3 de chacune de ces deux nuances. D'abord, pour pouvoir les comparer aux essais de torsion réalisés dans les mêmes conditions, et aussi parce que ces essais ne présentent pas de signes de localisation macroscopique.



Figure III-10 : Aspects des échantillons comprimés : a) Nuance ODS de référence, et b) Nuance non renforcée.

Les conditions sont :

Essai 1 : 0.05/s et 1000°C

Essai 2 : 0.05/s et 1100°C

Essai 3 : 0.05/s et 1200°C

Essai 4 : 0.5/s et 1000°C

Essai 5 : 0.5/s et 1100°C

Essai 6 : 0.5/s et 1200°C

Nous supposons, pour ces essais réalisés par un prestataire industriel, qu'un mauvais alignement des lignes d'amarrage ou un mauvais positionnement de l'échantillon pouvait être à l'origine de la déformation hétérogène des échantillons. La composante additionnelle de cisaillement générée par le désalignement des lignes expliquant peut-être une localisation précoce de la déformation sous forme d'une bande inclinée (échantillon a-6). Le seuil d'écoulement très élevé, même à haute température, des nuances ODS a sollicité sévèrement les outillages conduisant à la ruine d'une paire d'enclume. Ces efforts, au-dessus de la moyenne des matériaux caractérisés à ces températures, auraient sans doute nécessité la conception d'une ligne d'amarrage spécifique.

Chapitre 2. RHÉOLOGIE À HAUTE TEMPÉRATURE

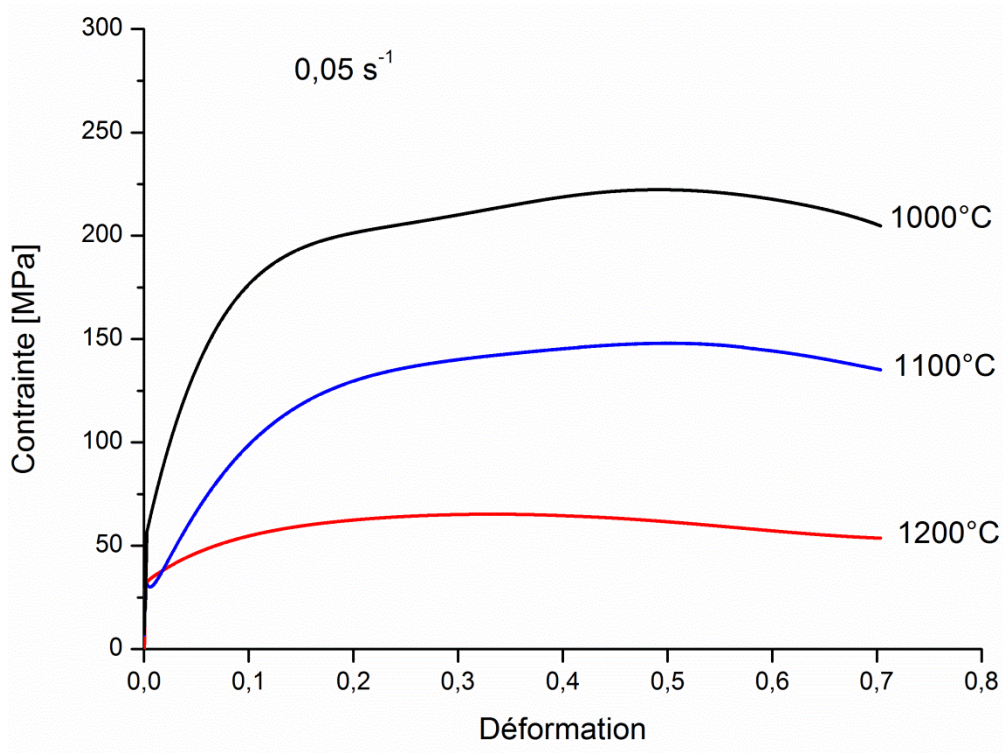
L'objectif de ce chapitre est d'analyser le comportement mécanique des nuances étudiées en fonction de la température, de la vitesse de déformation ainsi que du type de sollicitation (torsion et compression).

2.1 Courbes contrainte déformation

2.1.1 Essais de torsion

Une série d'essais de torsion a été réalisée sur la nuance ODS fortement renforcée dans différentes conditions de températures et de vitesses de déformation.

La Figure III-11 montre les courbes contrainte-déformation obtenues.



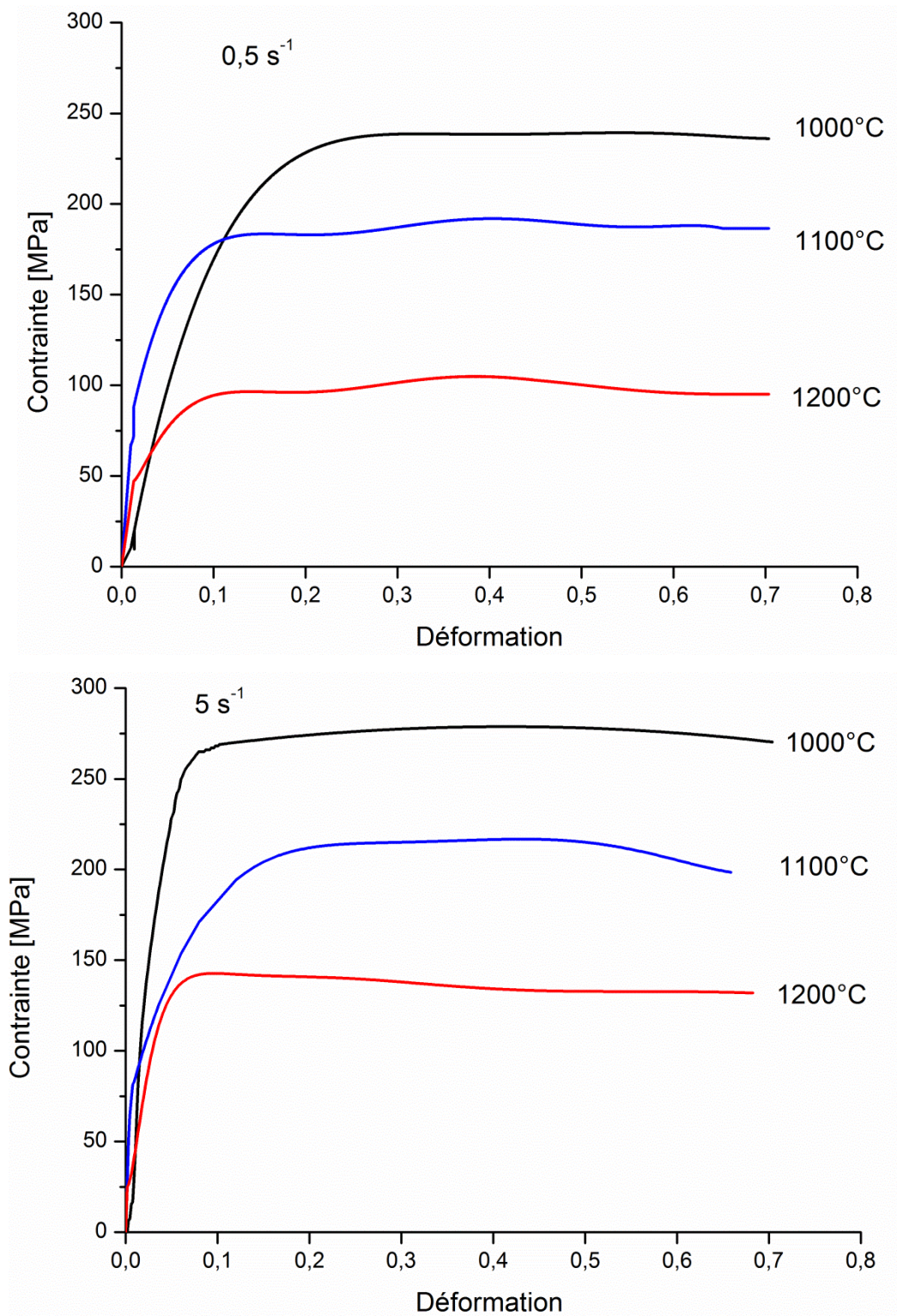


Figure III-11 : Courbes contrainte-déformation obtenues en torsion pour la nuance ODS fortement renforcée.

L'augmentation de la vitesse de déformation et/ou la diminution de la température conduit à l'augmentation des contraintes d'écoulement plastique. La contrainte croît au fur et à mesure que la déformation augmente et semble tendre vers un état stationnaire, notamment pour les vitesses les plus élevées. En ce qui concerne la ductilité, elle croît avec la température. En revanche, l'influence de la vitesse de déformation sur celle-ci n'est pas systématique (Figure III-12).

Le fait que la ductilité augmente avec la vitesse de déformation, dans certaines conditions, apparaît étonnant. Néanmoins, ce phénomène a déjà été constaté lors de la déformation des aciers ODS dans plusieurs études. À titre d'exemple, par [Steckmeyer, A., *et al.* - 2010] en déformant un acier ODS ferritique à 14% de Cr en traction, à différentes vitesses de déformation, à des températures supérieures à 400°C. La même tendance a été également rapportée par [Ratti, M. - 2009] sur un ODS à 18%Cr déformé en traction à 650°C.

Ces niveaux de déformation restent relativement faibles au regard du type de sollicitation et du champ de température explorée. En effet, la forte densité des nano-précipités gêne le mouvement des dislocations et des joints de grains, ce qui réduit la ductilité de ces matériaux, même à haute température. Les seuils d'écoulement sont très élevés, et varient entre 50 et 250MPa dans les conditions testées.

Notons tout de même que les courbes ci-dessus ont toutes été tronquées à un seuil de déformation fixé lors de l'étape d'analyse (de l'ordre de 0.7).

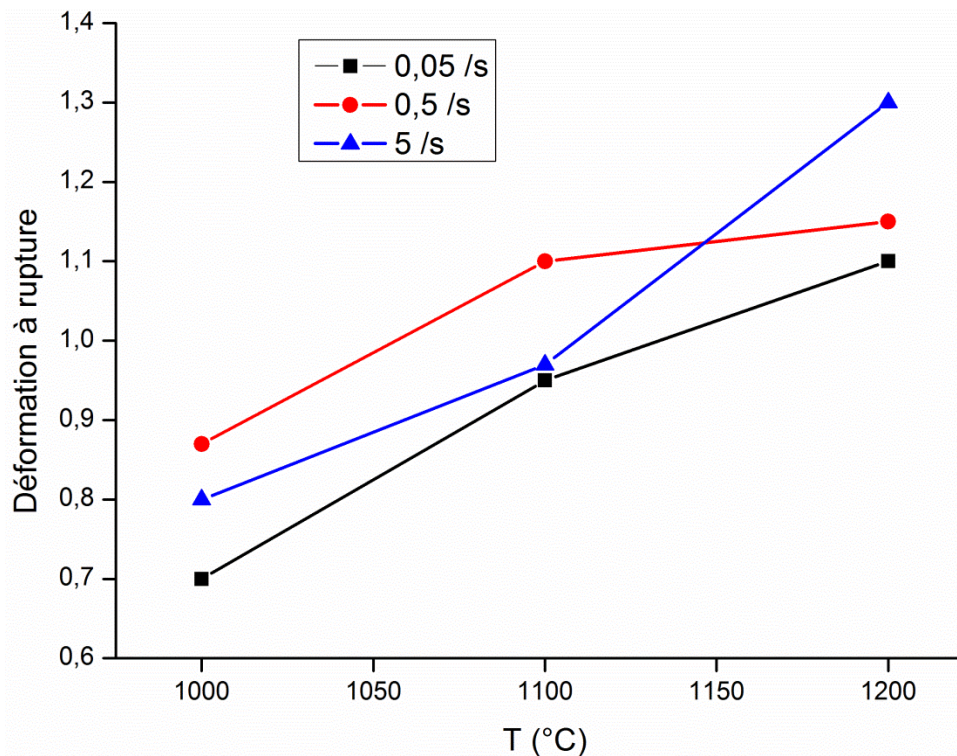


Figure III-12 : Évolution du niveau de déformation à rupture de la nuance ODS fortement renforcée déformée en torsion.

Par ailleurs, des essais supplémentaires ont été effectués sur les 2 autres nuances ODS ainsi que sur la nuance non renforcée à $0,05 \text{ s}^{-1}$ et à deux températures : 1000°C et 1200°C. Le Tableau III-2 présente la contrainte maximale et le niveau de déformation à rupture, dans ces conditions, pour chacune des 3 nuances ODS étudiées, ainsi que pour la nuance non renforcée. Le niveau de déformation à rupture étant nettement plus élevé pour cette dernière, les deux essais ont été interrompus à un niveau de déformation égal à l'unité afin de pouvoir comparer les microstructures des différents matériaux à des niveaux de déformation équivalents.

Tableau III-2: Contraintes et déformations maximales pour les différentes nuances déformées en torsion à 0.05 s⁻¹.

	ODS fortement renforcé		ODS de référence		ODS surcuit		Non renforcée	
Température (°C)	σ_{max} (MPa)	$\bar{\varepsilon}$ à rupture	σ_{max} (MPa)	$\bar{\varepsilon}$ à rupture	σ_{max} (MPa)	$\bar{\varepsilon}$ à rupture	σ_{max} (MPa)	$\bar{\varepsilon}$
1000	220	0.7	150	0.98	140	0.5	25	1
1200	65	1.1	90	1	75	0.6	7	1

La nuance ODS de référence présente des contraintes d'écoulement similaires à celles associées à la nuance ODS surcuite. Cependant, la ductilité de cette dernière est à peu près deux fois plus faible. En effet, le traitement thermique assez long (1350°C/3h) subi par cette nuance avant l'étape de consolidation conduit à la coalescence des oxydes riches en Ti, localisés sur la surface des anciennes particules de poudre (indiqués par des flèches rouges sur la Figure III-13-a). Ils atteignent une taille de plusieurs centaines de nm. Ces oxydes sont des sites préférentiels pour la formation de porosités d'endommagement (Figure III-14), ce qui induit une ductilité moindre.

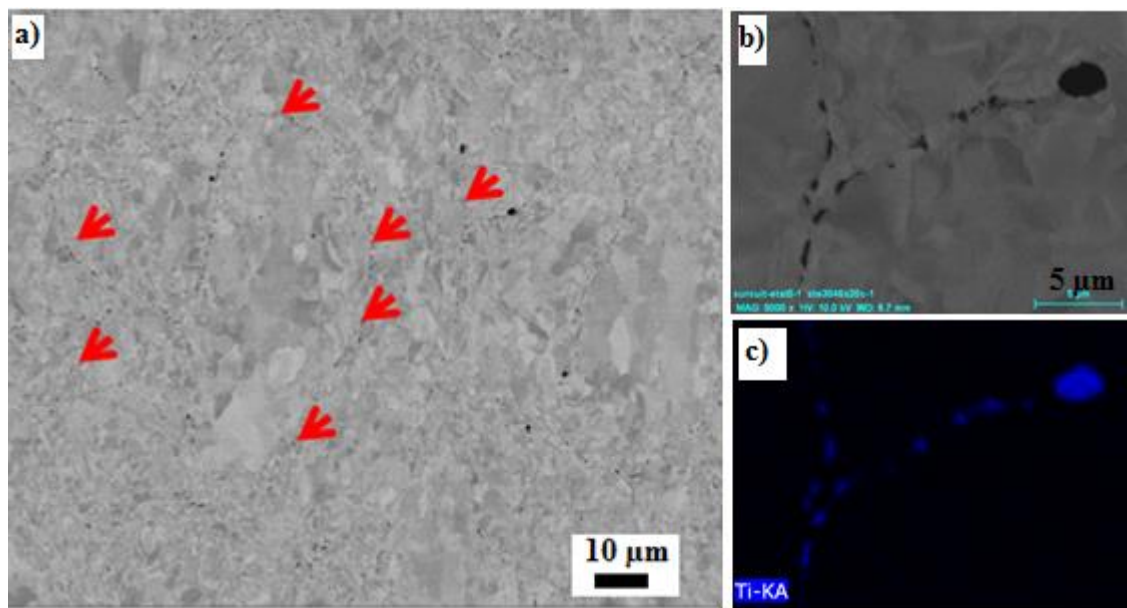


Figure III-13 : (a) Micrographie de la nuance ODS surcuite. Les flèches rouges indiquent les chapelets d'oxydes qui décorent les joints des ex-particules de poudres. (b-c) L'analyse chimique de ces précipités à l'EDX (Energy Dispersive X-ray) montrent qu'ils sont riches en titane.

De plus, le seuil d'écoulement à 1200°C de la nuance ODS fortement renforcée est inférieur à celui des deux autres nuances. Ce résultat est contraire à la tendance auquel on peut s'attendre, qui est une augmentation de la contrainte maximale avec le taux de renfort. Il est possible qu'une légère localisation de déformation intervienne en début d'essais, ce qui peut faire chuter la contrainte. Ce résultat peut être aussi lié à une éventuelle dispersion des mesures. En raison de la faible quantité de matière disponible, nous n'avons pas pu multiplier les essais effectués sur ces nuances ODS afin d'étudier la reproductibilité des résultats.

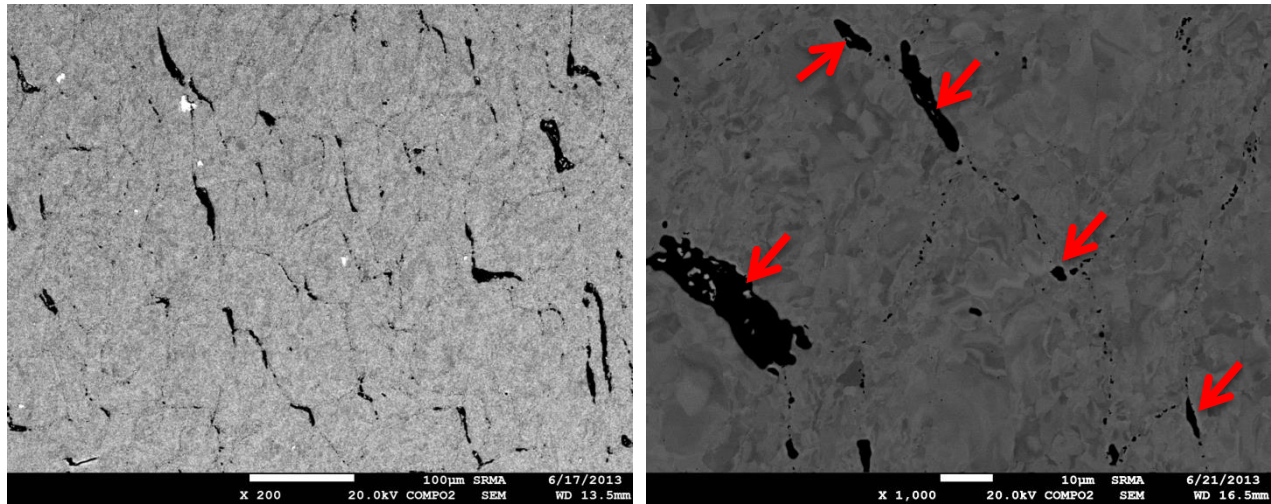


Figure III-14 : Micrographie de la nuance ODS surcuite après rupture en torsion à haute température. Les flèches rouges indiquent certaines porosités d'endommagement.

Par ailleurs, la nuance non renforcée présente des seuils d'écoulement très bas par rapport aux nuances ODS. En revanche, sa ductilité est beaucoup plus importante comme on peut le constater sur la Figure III-15 qui présente les courbes obtenues après déformation en torsion à 1100°C à différentes vitesses de sollicitation. Ces essais sont conduits jusqu'à rupture.

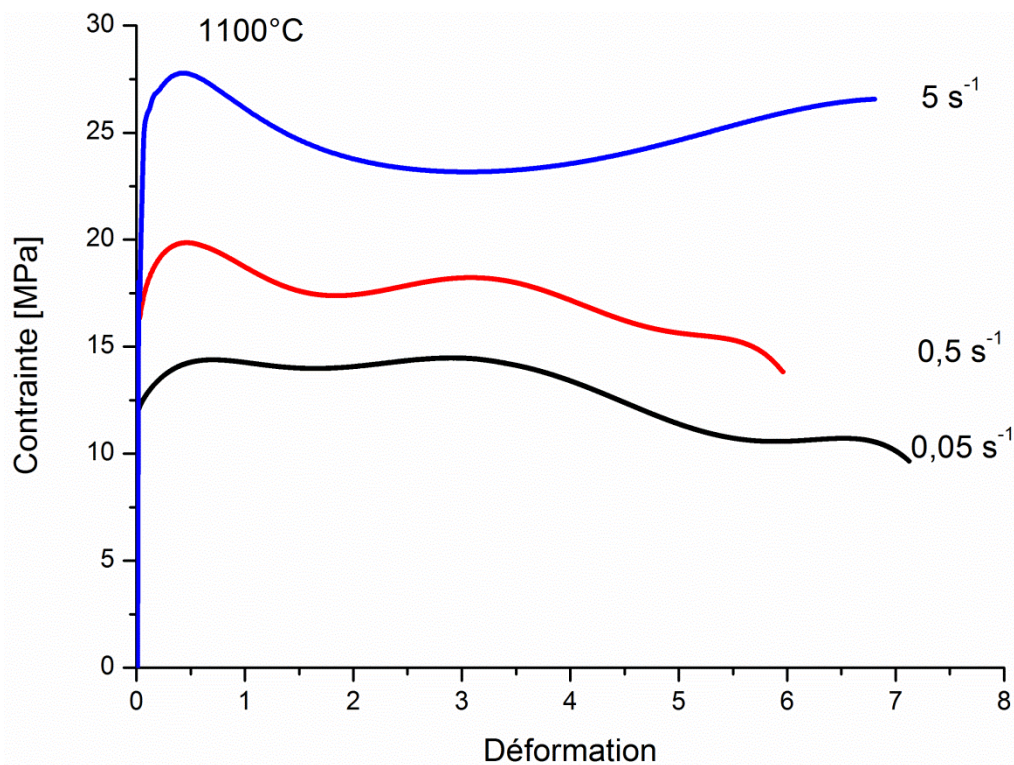


Figure III-15 : Courbes contrainte-déformation obtenues en torsion à 1100°C pour la nuance ODS non renforcée.

Les oscillations observées ne sont pas très réalistes ; elles sont probablement imputables à un artéfact lié au bruit de mesures, les niveaux de contraintes étant très bas. En effet, les couples enregistrés sont compris entre 0.2 et 0.4 N.m, et se situent à la limite inférieure du domaine de mesure du capteur.

2.1.2 Essais de compression

Des essais de compression ont été réalisés sur des lopins cylindriques prélevés à partir de la nuance ODS de référence et de la nuance non renforcée. Les courbes contrainte-déformation obtenues sont données en Figure III-16 et Figure III-17, respectivement.

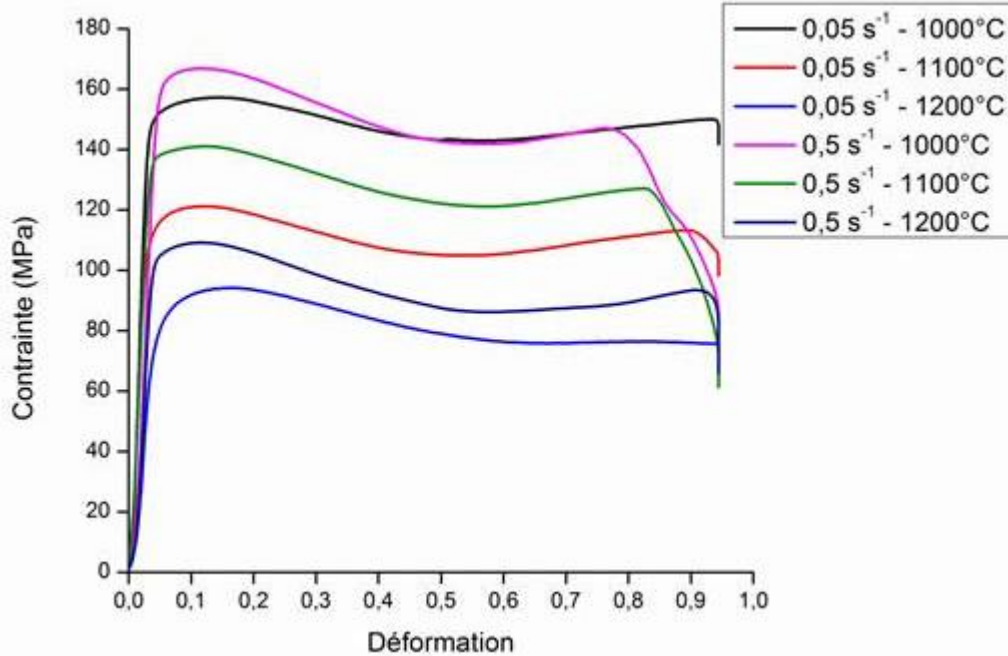


Figure III-16 : Courbes contrainte-déformation obtenues en compression pour la nuance ODS de référence.

Les courbes contrainte-déformation présentent un maximum relativement accentué, suivi d'un lent adoucissement. À partir de $\varepsilon = 0.6$ environ, un domaine stationnaire semble alors être atteint, dans lequel la contrainte d'écoulement reste quasiment constante. Cette évolution de la contrainte est associée à l'interaction entre l'écrouissage et les phénomènes d'adoucissement dynamique. Dans la phase initiale de la déformation, l'augmentation de la quantité de dislocations fait croître la contrainte. En même temps, l'énergie stockée dans le matériau croît progressivement, et les mécanismes dynamiques (restauration et recristallisation) deviennent de plus en plus actifs conduisant ainsi à une diminution de la contrainte après avoir atteint le pic. Un tel comportement est souvent associé à un processus de recristallisation dynamique.

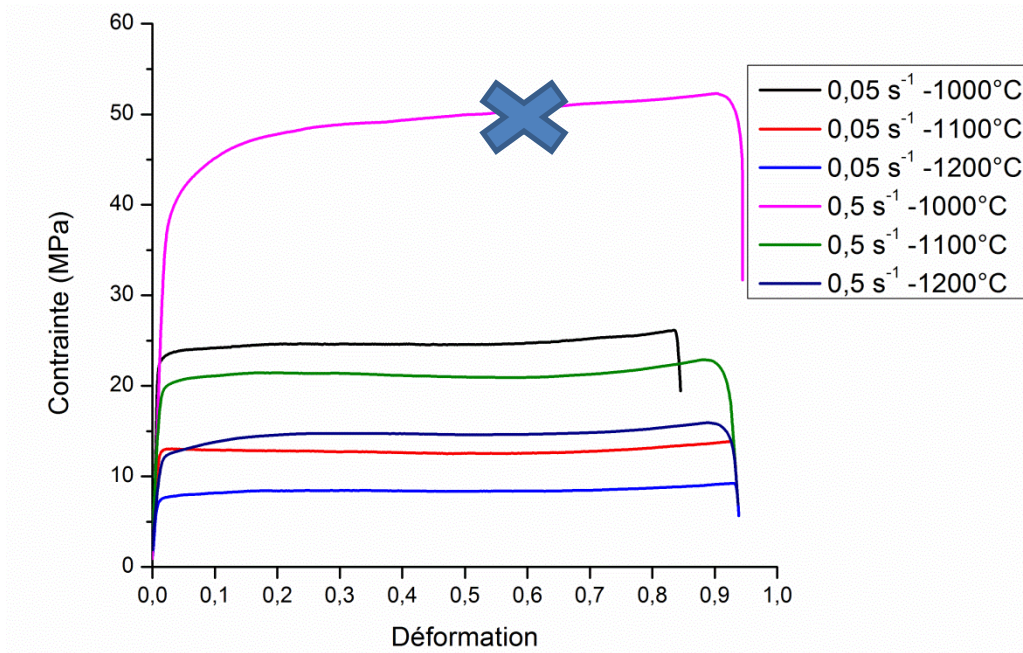


Figure III-17 : Courbes contrainte-déformation obtenues en compression pour la nuance non renforcée.

Concernant la nuance non renforcée, les courbes sont relativement plates et ne présentent quasiment pas de pic. Un plateau est atteint à un niveau de déformation très faible, ne dépassant pas 0,1. Il n'y a quasiment pas d'écrouissage et les seuils d'écoulement sont très bas par rapport à la nuance ODS (un facteur 8 environ). Les nano-renforts améliorent donc significativement la résistance mécanique des matériaux ODS à hautes températures. La courbe obtenue à $0,5 \text{ s}^{-1}$ - 1000°C nous semble aberrante, et l'essai n'a malheureusement pas pu être renouvelé à cause du nombre trop limité d'échantillons disponibles. L'absence d'oscillations des courbes en compression tendent à prouver que celles observées en torsion sont bien des artefacts de mesures.

Notons enfin, qu'à nuance donnée et dans des conditions de déformation similaires, des seuils d'écoulement proches sont obtenus en torsion et en compression.

2.2 Calcul des paramètres rhéologiques

Les courbes rhéologiques expérimentales présentées dans la section précédente peuvent être utilisées pour calculer un certain nombre de paramètres tels que :

Le coefficient de sensibilité à la vitesse (m) :
$$m = \left. \frac{\partial \ln \sigma}{\partial \ln(\dot{\epsilon})} \right|_T$$

Il caractérise la dépendance de la contrainte d'écoulement à la vitesse de déformation à une température donnée. Il est déterminé expérimentalement à un taux de déformation donné.

L'énergie d'activation apparente (Q) :
$$Q = \frac{R}{m} \left. \frac{\partial \ln \sigma}{\partial (1/T)} \right|_{\dot{\epsilon}} \quad [\text{Brriottet, L., et al. - 1996}]$$

Elle caractérise la dépendance de la contrainte à la température à une vitesse de déformation donnée. Elle est déterminée expérimentalement à un taux de déformation donné. L'énergie d'activation peut indiquer quelle part de la contrainte est athermique, et quelle part est activable par la thermique. Si par exemple la valeur de Q est faible, cela signifie que le mécanisme dominant de déformation plastique ne varie pas beaucoup avec la température. Au contraire, si elle est élevée, on peut imaginer plusieurs

phénomènes physiques, ou mécanismes, qui sont thermiquement activés, et qui ont une conséquence sur la valeur de la contrainte.

Le volume d'activation (V_a)

Le volume d'activation indique en quelque sorte le volume élémentaire activable thermiquement au cours de la déformation plastique. S'il s'agit de mouvements de dislocations collectifs dans le volume du matériau, ce volume d'activation est important. Inversement, si le volume d'activation est faible, cela veut dire que le mécanisme sous-jacent est moins collectif ; il est plus local. Par exemple, quand il dépend de la diffusion/migration de défauts ponctuels ou de réorganisations locales de dislocations près des joints de grains.

Le V_a est généralement exprimé en unité de volume élémentaire b^3 , où b est la norme du vecteur de Burgers, assimilé au paramètre de maille a ($a = 0.248$ nm pour le Fer α).

Le volume d'activation apparent peut être mesuré à partir de la pente de la courbe $\ln \dot{\epsilon}$ en fonction de la contrainte moyennant l'expression suivante :

$$V_a = \sqrt{3}kT \left(\frac{\partial \ln(\dot{\epsilon})}{\partial \sigma} \right) \quad [\text{Asaro, Robert J., et al. - 2005}]$$

Dans les trois précédentes expressions : T correspond à la température en Kelvin, $\dot{\epsilon}$ la vitesse de déformation, σ la contrainte, $R=8.314$ J/mol.K constante des gaz parfaits, et $k=1,38.10^{-23}$ J/K constante de Boltzmann.

Les évolutions des valeurs de ces paramètres rhéologiques avec les conditions de déformation peuvent donc aider à mieux comprendre les mécanismes associés à la déformation plastique, ou en tout cas à faire des hypothèses.

À noter que les deux paramètres, m et V_a , sont reliés entre eux, en fonction de la contrainte et de la température, par la relation suivante : $m = \frac{\sqrt{3}kT}{\sigma V_a}$ [Asaro, Robert J., et al. - 2005].

Dans la présente étude, les paramètres m , Q et V_a sont calculés pour deux niveaux de déformation équivalents à $\epsilon=0,1$ et à $\epsilon=0,6$.

2.2.1 Sensibilité à la vitesse de déformation (m)

2.2.1.1 Nuance ODS fortement renforcée

Les calculs sont réalisés à partir des courbes contrainte-déformation obtenues en torsion pour les trois vitesses de déformation (0.05 , 0.5 et $5s^{-1}$). Les valeurs associées à des niveaux de déformation équivalents à $0,1$ et $0,6$ sont présentées en Figure III-18, et regroupées dans le Tableau III-3.

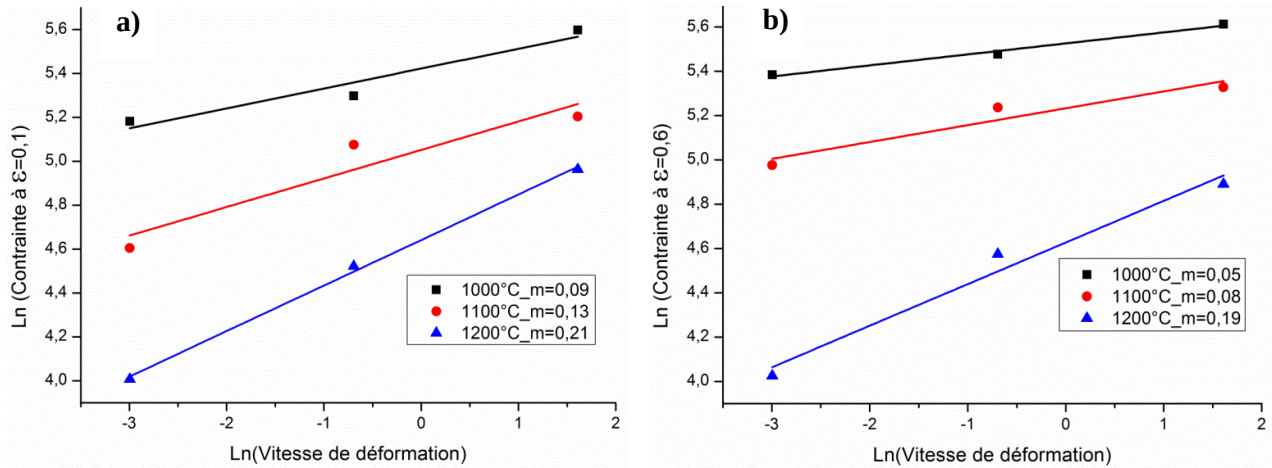


Figure III-18 : Valeurs des paramètres de sensibilité à la vitesse de déformation pour la nuance ODS fortement renforcée : a) $\epsilon=0,1$ et b) $\epsilon=0,6$.

Tableau III-3 : Valeurs des paramètres de sensibilité à la vitesse de déformation pour la nuance ODS fortement renforcée à deux niveaux de déformation différents : $\epsilon=0,1$ et $\epsilon=0,6$.

$T_{\text{déf}} (^{\circ}\text{C})$	$m (\epsilon=0,1)$	$m (\epsilon=0,6)$
1000	0.09	0.05
1100	0.13	0.08
1200	0.21	0.19
Moyenne	0.14	0.11

2.2.1.2 Nuance ODS de référence

Les calculs sont réalisés à partir des courbes contrainte-déformation obtenues en compression. Les valeurs associées à des niveaux de déformation équivalents à 0,1 et 0,6 sont données dans le Tableau III-4. Pour ces calculs, nous ne disposons que de deux vitesses de déformation (0.05 et 0.5 s^{-1}), et pas trois comme ci-dessus pour la nuance fortement renforcée.

Tableau III-4 : Valeurs des paramètres de sensibilité à la vitesse de déformation pour la nuance ODS de référence à deux niveaux de déformation différents : $\epsilon=0,1$ et $\epsilon=0,6$.

$T_{\text{déf}} (^{\circ}\text{C})$	$m (\epsilon=0,1)$	$m (\epsilon=0,6)$
1000	0.027	/ (²)
1100	0.066	0.062
1200	0.068	0.054

² Cette valeur de m n'a pas été calculée car les contraintes correspondantes à $\epsilon=0,6$ pour les deux vitesses de déformation considérées sont très proches (Figure III-16).

Moyenne	0.054	0.058
----------------	--------------	--------------

2.2.1.3 Nuance non renforcée

Les calculs sont réalisés à partir des courbes contrainte-déformation obtenues en compression pour deux vitesses de déformation (0.05 et 0.5 s^{-1}). Les valeurs obtenues sont indiquées dans le Tableau III-5.

Tableau III-5 : Valeurs des paramètres de sensibilité à la vitesse de déformation pour la nuance non renforcée à deux niveaux de déformation différents : $\varepsilon=0,1$ et $\varepsilon=0,6$.

$T_{\text{déf}} (^{\circ}\text{C})$	$m (\varepsilon=0,1)$	$m (\varepsilon=0,6)$
1100	0,21	0,24
1200	0,24	0,27
1250	0,27	0,3
Moyenne	0,24	0,27

Par ailleurs, la Figure III-19 présente l'évolution du coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation, calculé à $\varepsilon=0,1$, en fonction de la température pour les différentes nuances testées.

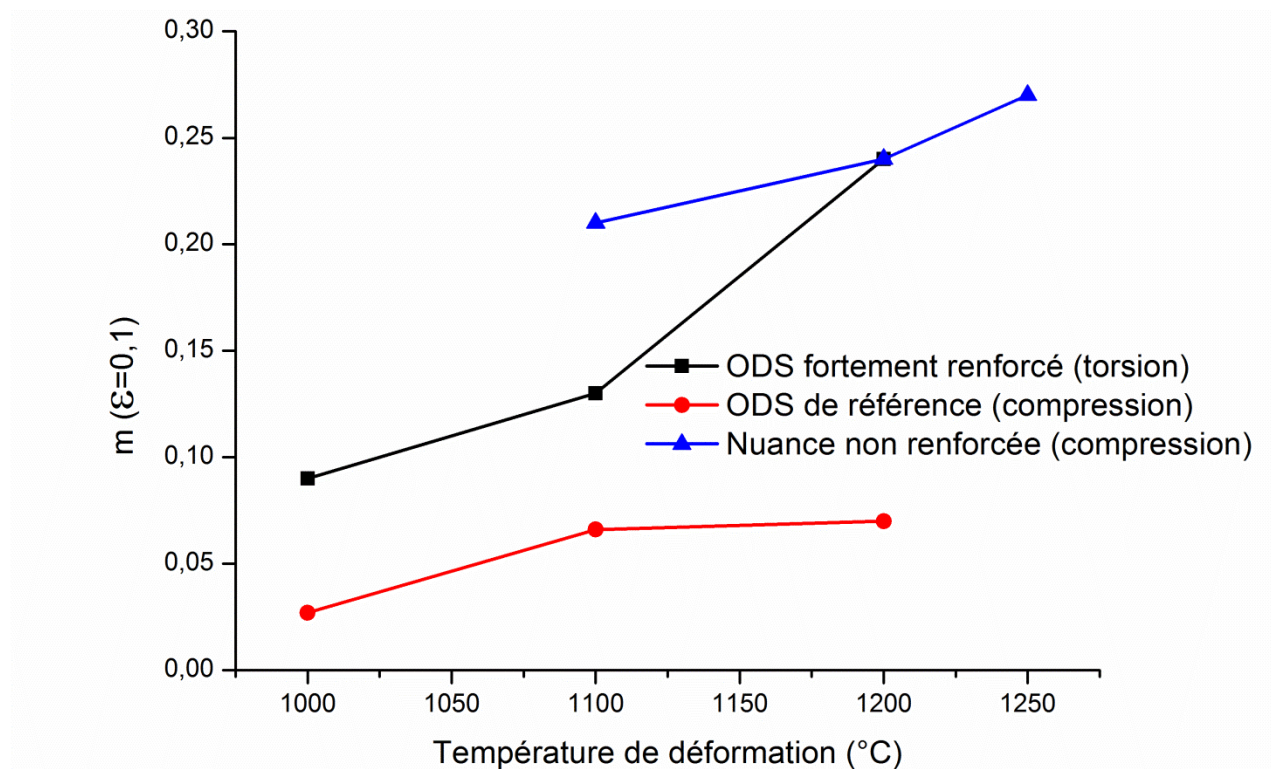


Figure III-19 : Valeurs des paramètres de sensibilité à la vitesse de déformation déterminées à $\varepsilon=0,1$ et à différentes températures pour les trois nuances étudiées.

2.2.1.4 Synthèse partielle

Les valeurs moyennes du coefficient m de sensibilité à la vitesse de déformation des nuances étudiées sont comprises entre 0,05 et 0,27. La nuance ODS de référence est moins sensible à la vitesse de déformation que les deux autres nuances (fortement renforcée et non renforcée). La nuance non renforcée présente le paramètre m le plus élevé.

Pour les trois nuances, le coefficient m augmente avec la température. Cette hausse est très notable dans la nuance fortement renforcée entre 1100 et 1200°C où la valeur de $m(\epsilon=0,6)$ passe de 0.08 à 0.19, par exemple. Ce changement brutal de m peut indiquer un changement de mode de déformation plastique et de rupture [Kim, J. H., *et al.* - 2012]. En revanche, la dépendance de m au niveau de déformation est relativement faible.

La nuance ODS fortement renforcée est environ deux fois plus sensible à la vitesse de sollicitation que la nuance ODS de référence (moins chargée) ($m=0.1 \neq 0.05$). Il semblerait donc que plus la quantité de renfort augmente, plus le matériau est sensible à la vitesse de déformation. Néanmoins, ces résultats étant issus de deux modes de déformation différents (torsion et compression), l'impact de ce dernier ne peut donc pas être complètement écarté. L'endommagement observé en torsion et la localisation de déformation, dans certaines conditions, en compression peuvent influencer la sensibilité mesurée à la vitesse de déformation.

De manière générale, les valeurs de m calculées pour les deux nuances ODS sont faibles en comparaison avec celles trouvées pour la nuance non renforcée ($m=0,27$) qui, elles, sont de même ordre de grandeur que pour les aciers ferritiques conventionnels déformés à chaud [Kim, Sung-Il, *et al.* - 2002]. Des valeurs de m de l'ordre de 0.25 sont couramment associées à des phénomènes de glissement et de montée de dislocations [Semiatin, S. L., *et al.* - 1999].

Pour d'autres nuances ODS (14YWT, ODS-Eurofer 97 et PM 2000), des valeurs de m comprises entre 0.04 et 0.13 ont été trouvées moyennant des essais de relaxation de contraintes à des températures entre 600 et 1000°C et à des vitesses allant de $2 \cdot 10^{-5}$ à 10^{-3} s^{-1} [Kim, J. H., *et al.* - 2012].

Pour les aciers ferritiques conventionnels, la valeur de m doit typiquement être inversement proportionnelle à la valeur de la contrainte [Wei, Q., *et al.* - 2004a]. Celle-ci augmente avec une diminution de la taille de grains (effet Hall-Petch), mais aussi en conséquence des renforts pour les matériaux ODS, ce qui explique leur faible sensibilité à la vitesse de déformation, comparés aux matériaux standards.

Enfin, il est connu qu'une valeur de m faible favorise les phénomènes d'instabilité plastique [Blandin, J.J., *et al.* - 1996]. Ceux-ci conduisent à une élévation locale de la vitesse de déformation. Par exemple, dans les matériaux à grains très fins, la déformation par glissement cristallographique des dislocations dans le volume des grains mène à un écrouissage faible, et entre en compétition avec des mécanismes d'accommodation aux joints de grains. Ceci conduit souvent à des instabilités de type bandes de cisaillement. C'est aussi ce qui se passe dans la nuance ODS de référence où une localisation importante de la déformation a été observée dans certaines conditions de déformation en compression (Figure III-10).

2.2.2 Sensibilité à la température – énergie d'activation Q

2.2.2.1 Nuance ODS fortement renforcée

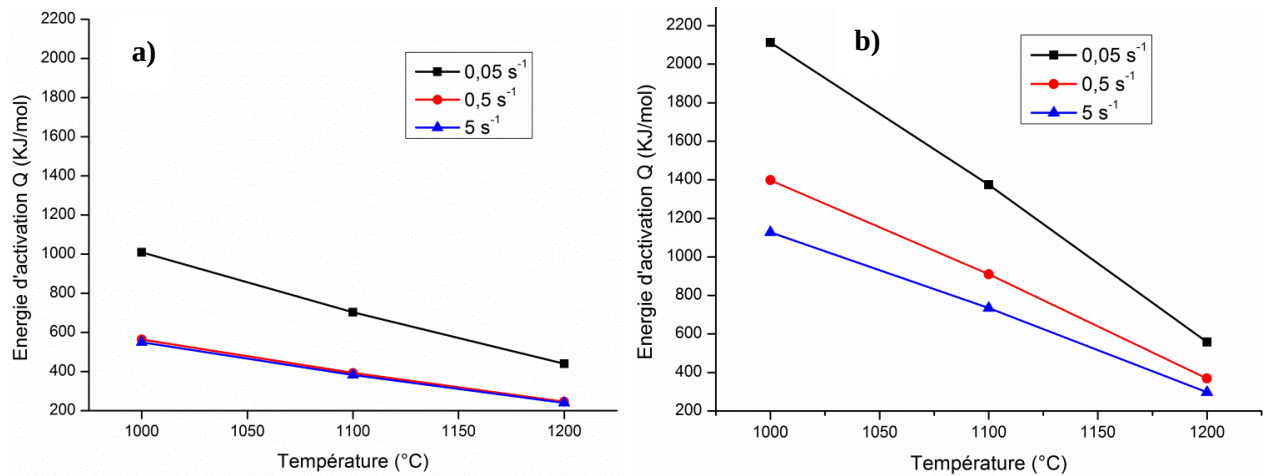
Les calculs sont réalisés à partir des courbes contrainte-déformation obtenues en torsion. Les valeurs des énergies d'activation apparentes associées à $\sigma(\epsilon=0,1)$ et à $\sigma(\epsilon=0,6)$ calculées sont données dans le Tableau III-6 et le Tableau III-7, respectivement, et présentées en Figure III-20.

Tableau III-6 : Énergies d'activation apparente associées à $\sigma(\varepsilon=0,1)$ pour la nuance ODS fortement renforcée.

Vitesse de déformation (s^{-1})	0.05			0.5			5		
Température (°C)	1000	1100	1200	1000	1100	1200	1000	1100	1200
Q (KJ/mol)	1010	703	440	564	393	246	550	383	240

Tableau III-7 : Énergies d'activation apparente associées à $\sigma(\varepsilon=0,6)$ pour la nuance ODS fortement renforcée.

Vitesse de déformation (s^{-1})	0.05			0.5			5		
Température (°C)	1000	1100	1200	1000	1100	1200	1000	1100	1200
Q (KJ/mol)	2112	1375	558	1399	911	369	1128	734	298



De plus, les valeurs moyennes de l'énergie d'activation associées à chaque température de déformation sont données dans le Tableau III-8.

Tableau III-8 : Valeurs de l'énergie d'activation, en KJ/mol, pour la nuance ODS fortement renforcée à deux niveaux de déformation différents : $\varepsilon=0,1$ et $\varepsilon=0,6$.

$T_{\text{déf}} (^{\circ}\text{C})$	$Q (\varepsilon=0,1)$	$Q (\varepsilon=0,6)$
1000	708	1549
1100	493	1007
1200	309	408
Moyenne	503	988

2.2.2.2 Nuance ODS de référence

Les calculs sont réalisés à partir des courbes contrainte-déformation obtenues en compression. Les valeurs trouvées sont regroupées dans le Tableau III-9 et le Tableau III-10, et présentées en Figure III-21.

Tableau III-9 : Énergies d'activation apparente associées à $\sigma(\varepsilon=0,1)$ pour la nuance ODS de référence.

Vitesse de déformation (s^{-1})	0.05			0.5		
Température ($^{\circ}\text{C}$)	1000	1100	1200	1000	1100	1200
Q (KJ/mol)	1532	618	601	1207	487	473

Tableau III-10 : Énergies d'activation apparente associées à $\sigma(\varepsilon=0,6)$ pour la nuance ODS de référence.

Vitesse de déformation (s^{-1})	0.05			0.5		
Température ($^{\circ}\text{C}$)	1000	1100	1200	1000	1100	1200
Q (KJ/mol)	842	789	905	670	628	720

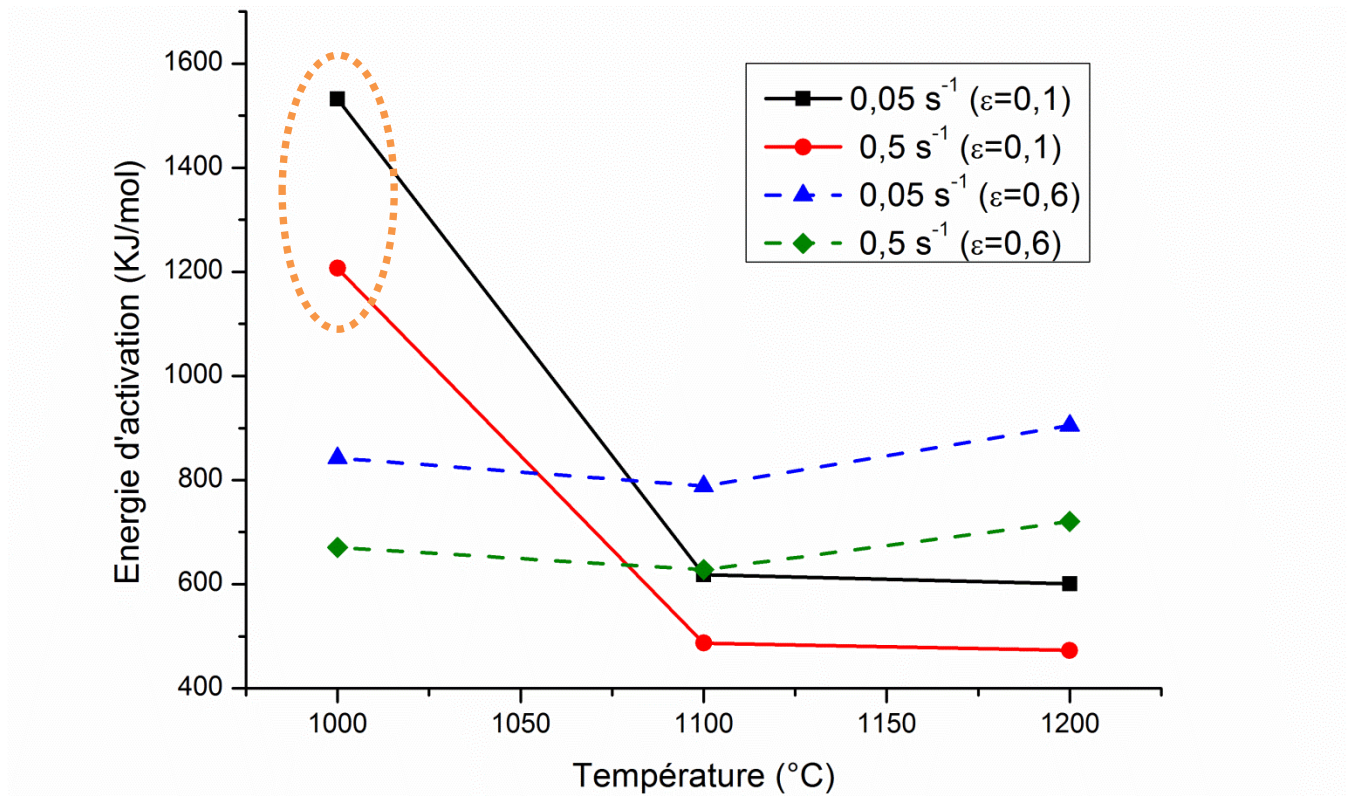


Figure III-21 : Évolution de l'énergie d'activation apparente associée à σ ($\varepsilon=0,1$) et σ ($\varepsilon=0,6$) en fonction de la température pour la nuance ODS de référence.

De plus, les valeurs moyennes de l'énergie d'activation associées à chaque température de déformation sont reportées dans le Tableau III-11.

Tableau III-11 : Valeurs de l'énergie d'activation, en KJ/mol, pour la nuance ODS de référence à deux niveaux de déformation différents : $\varepsilon=0,1$ et $\varepsilon=0,6$.

T _{déf} (°C)	Q ($\varepsilon=0,1$)	Q ($\varepsilon=0,6$)
1000	1370	756
1100	552	708
1200	537	812
Moyenne	820	758

2.2.2.3 Nuance non renforcée

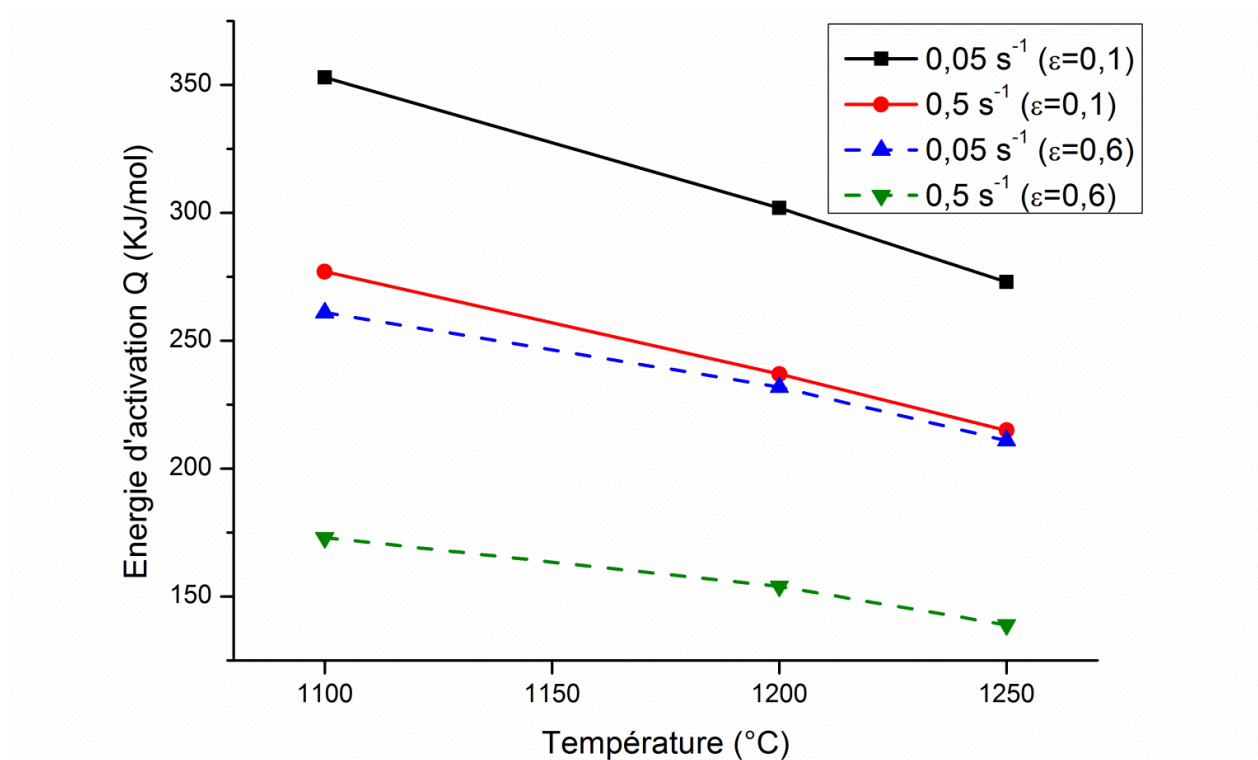
Les calculs sont réalisés à partir des courbes contrainte-déformation obtenues en compression. Les valeurs trouvées sont données dans le Tableau III-12 et le Tableau III-13, et présentées en Figure III-22.

Tableau III-12 : Énergies d'activation apparente associées à $\sigma(\varepsilon=0,1)$ pour la nuance non renforcée.

Vitesse de déformation (s^{-1})	0.05			0.5		
Température (°C)	1100	1200	1250	1100	1200	1250
Q (KJ/mol)	353	302	273	277	237	215

Tableau III-13 : Énergies d'activation apparente associées à $\sigma(\varepsilon=0,6)$ pour la nuance non renforcée.

Vitesse de déformation (s^{-1})	0.05			0.5		
Température (°C)	1100	1200	1250	1100	1200	1250
Q (KJ/mol)	261	232	211	173	154	139

**Figure III-22 : Évolution de l'énergie d'activation apparente associée à $\sigma(\varepsilon=0,1)$ et $\sigma(\varepsilon=0,6)$ en fonction de la température pour la nuance non renforcée.**

Les valeurs moyennes de l'énergie d'activation associées à chaque température de déformation sont reportées dans le Tableau III-14.

Tableau III-14 : Valeurs de l'énergie d'activation, en KJ/mol, pour la nuance non renforcée à deux niveaux de déformation différents : $\varepsilon=0,1$ et $\varepsilon=0,6$.

$T_{\text{déf}} (^{\circ}\text{C})$	$Q (\varepsilon=0,1)$	$Q (\varepsilon=0,6)$
1100	315	217
1200	270	193
1250	244	175
Moyenne	276	195

2.2.2.4 Synthèse partielle

D'après ces résultats, l'énergie d'activation Q dépend de la vitesse de déformation et de la température. En effet, elle diminue avec la vitesse de déformation, pour une température donnée, et de la même manière, elle diminue avec la température pour une vitesse de déformation donnée. Néanmoins, les valeurs déterminées pour la nuance ODS de référence à $\varepsilon=0,6$ diminuent peu avec la température, et présentent même une légère hausse entre 1100 et 1200°C (Figure III-21). De plus, l'énergie d'activation semble être sensible au niveau de déformation. Une différence entre les valeurs associées à $\varepsilon=0,1$ et à $\varepsilon=0,6$ est remarquée sur toutes les nuances, et elle est d'autant plus significative que le taux de renfort est important.

Les deux nuances ODS présentent des énergies d'activation élevées. Les valeurs moyennes de Q sont comprises entre 500 et 1000 KJ/mol environ. Celle-ci peut atteindre des valeurs très élevées, supérieures à 1000 KJ/mol, dans certaines conditions. La chute importante de Q à $\varepsilon=0,1$ entre 1000 et 1100°C, observée pour la nuance ODS de référence (Figure III-21), provient de la faible sensibilité à la vitesse de déformation (m) calculée à 1000°C (Cf. Tableau III-4). Cette tendance pourrait indiquer un changement de mécanisme de déformation, mais elle reste néanmoins difficile à expliquer. D'autres mesures devront être réalisées pour confirmer cette tendance. Globalement, ces valeurs de Q restent élevées par rapport à celles trouvées dans la littérature.

Par comparaison, [Praud, M. - 2012] a obtenu des valeurs de Q entre 540 et 560 KJ/mol pour un ODS 9%Cr déformé en fluage à 600-750°C. De même, [Zhang, G, *et al.* - 2013] a trouvé une valeur similaire (526 KJ/mol) pour un autre ODS 9%Cr déformé en compression à des températures comprises entre 1050 et 1200°C et à des vitesses qui varient entre 0.001 et 1 s⁻¹. Pour d'autres nuances ODS (14YWT, ODS-Eurofer 97 et PM 2000), des valeurs de Q comprises entre 2 et 4.5 eV (équivalent de 193-434 KJ/mol) ont été trouvées par [Kim, J. H., *et al.* - 2012].

Ces valeurs sont largement supérieures à l'énergie d'activation d'autodiffusion du fer α , estimée à 240 KJ/mol [Humphreys, F.J., *et al.* - 2004], mais aussi de celles trouvées pour des aciers ferritiques conventionnels déformés à chaud. Ces derniers présentent des valeurs de Q de l'ordre de 247-260 KJ/mol selon [Oliveira, Tarcisio R., *et al.* - 2002], 168-402 kJ/mol d'après [McQueen, H. J., *et al.* - 2002], et 420 - 450 KJ/mol selon [Zhang, Wen Feng, *et al.* - 2014].

En revanche, les valeurs moyennes de Q obtenues dans la nuance non renforcée sont comprises entre 200 et 280 KJ/mol, et sont donc proches de l'énergie d'activation apparente d'autodiffusion du fer α . Ce résultat peut indiquer la présence de la recristallisation dynamique continue, car l'évolution microstructurale associée à ce mécanisme est pilotée par l'évolution de sous-joints de grain. Ces derniers

sont constitués de dislocations qui se réorganisent par montée et glissement dévié, et qui requièrent donc de l'autodiffusion.

Par ailleurs, le fait que ces matériaux ODS présentent des énergies d'activation importantes montre que les dislocations ont du mal à se déplacer, et à se réorganiser dans le volume des grains (effet des précipités nanométriques). Par conséquent, d'autres mécanismes alternatifs de déformation, tels que l'accommodation aux joints de grains, peuvent intervenir. De plus, il est communément admis que l'énergie d'activation augmente avec l'addition d'éléments d'alliages [Zhang, Wen Feng, *et al.* - 2014].

2.2.3 Volume d'activation

Les valeurs du volume d'activation associé à deux niveaux de déformation différents, pour les trois nuances étudiées, sont regroupées dans le Tableau III-15.

Tableau III-15 : Valeurs du volume d'activation, exprimé en b^3 , en fonction de la température pour les trois nuances étudiées.

Température (°C)	ODS fortement renforcée		ODS de référence		Nuance non renforcée	
	$\varepsilon=0,1$	$\varepsilon=0,6$	$\varepsilon=0,1$	$\varepsilon=0,6$	$\varepsilon=0,1$	$\varepsilon=0,6$
1000	75	157	409	*	*	*
1100	110	151	242	303	562	499
1200	117	135	289	520	808	693
1250	*	*	*	*	867	650
Moyenne	101	148	313	412	746	614

Ces résultats montrent que le volume d'activation est très dépendant de l'état de précipitation présent dans le matériau. En effet, l'augmentation de la quantité de renfort conduit à une diminution du volume d'activation. Ainsi, dans le domaine de températures exploré, le volume d'activation dans la nuance non renforcée est compris entre 610 et 750 b^3 , tandis que dans la nuance ODS fortement renforcée, il est entre 100 et 150 b^3 . Des valeurs intermédiaires sont obtenues pour la nuance ODS de référence (~ 310 - 410 b^3). Ce résultat est logique étant donné que le volume d'activation est relié à l'aire balayée par les dislocations durant la déformation, et que le mouvement de dislocations est beaucoup plus aisé dans la nuance non renforcée, en raison de l'absence de nanoparticules, que dans les nuances ODS.

Un volume d'activation faible signifie que la distance moyenne parcourue par les dislocations avant qu'elles ne rencontrent un obstacle (précipité, joint de grain, dislocations...) est courte, et il est alors logiquement d'autant plus faible que la nuance est chargée en renforts.

Les valeurs de V_a mesurées pour les nuances ODS sont comparables à celles trouvées dans d'autres aciers ODS, tels que 14YWT, ODS-Eurofer 97 et PM 2000, où des volumes d'activation compris entre 50 et 400 b^3 ont été rapportés par [Kim, J. H., *et al.* - 2012]. Dans cette même étude, une rapide augmentation du V_a est observée à partir de 700°C environ. Les auteurs concluent à un changement de mécanisme de déformation, en passant d'un mouvement de dislocations visqueux à un mouvement plus collectif.

Par ailleurs, on note que le volume d'activation augmente avec le niveau de déformation pour les nuances ODS ; c'est le contraire pour la nuance non renforcée. Ceci montre que les nuances ODS ne présentent pas un mécanisme d'écrouissage classique. On note également que le V_a a tendance à croître avec la température dans la nuance non renforcée. En revanche, cette tendance n'est pas toujours respectée dans les nuances ODS.

2.3 Bilan du chapitre

Des analyses mécaniques ont été effectuées sur deux aciers ODS ferritiques, et sur une nuance non renforcée dans différentes conditions de températures et de vitesses de sollicitation en torsion et en compression. Les valeurs des paramètres rhéologiques sont calculés afin d'aider à comprendre les mécanismes de déformation plastique sous-jacents au comportement observé. L'étude montre que les nano-renforts améliorent considérablement la résistance mécanique des matériaux ODS à haute température. Leur ductilité, en revanche, est limitée à cause de la faible mobilité des dislocations à l'intérieur des grains, et le rôle probablement accru des joints de grains dans les mécanismes de déformation plastique à température élevée. Les niveaux de déformation à rupture enregistrés en torsion pour ces aciers ODS sont alors très bas comparés à la nuance non renforcée.

Les nuances ODS présentent une sensibilité à la vitesse de déformation plus faible, une énergie d'activation plus élevée, et un volume d'activation réduit par rapport à la nuance non renforcée. Celle-ci présente des paramètres rhéologiques similaires aux aciers conventionnels. De plus, entre les deux aciers ODS étudiés, on note une dépendance du comportement à la quantité de renfort introduite dans la matrice. L'étude montre que plus cette quantité est importante (ODS fortement renforcé), plus le matériau est sensible à la vitesse de déformation, et, par conséquent, plus son volume d'activation est faible.

La nuance non renforcée présente des propriétés similaires à celles d'un acier conventionnel (plasticité cristalline et recristallisation dynamique), tandis que les nuances ODS, de par leur faible sensibilité à la vitesse et leur faible volume d'activation, exhibent un comportement qui se rapproche plutôt de celui des nanomatériaux. Ceci est lié à la faible mobilité des dislocations au sein des grains. Par ailleurs, certains matériaux nanostructurés présentent une forte aptitude à la localisation de la déformation [Wei, Q., *et al.* - 2004b]. Cette tendance est à mettre en rapport avec le comportement en compression des aciers ODS, où une bande de localisation est observée dans certaines conditions de déformation à haute température.

L'ensemble des calculs présenté dans ce chapitre avaient pour but la détermination de l'ordre de grandeur des paramètres rhéologiques afin d'étayer notre compréhension des modes de déformation qui interviennent à haute température dans ces matériaux. Les données disponibles ne nous permettent pas d'évaluer l'erreur, et il faudrait donc multiplier les essais et élargir le champ de températures et de vitesses de déformation prospectées afin de pouvoir dégager des tendances plus claires.

Le chapitre suivant va cependant nous donner davantage d'informations à partir de l'étude des microstructures.

Chapitre 3. ANALYSE DE LA MICROSTRUCTURE DE DÉFORMATION

3.1 Microstructure de torsion

Afin d'étudier les évolutions de la microstructure pendant la déformation à chaud, les éprouvettes déformées à 0.05 s^{-1} ont été caractérisées par EBSD. L'auto-échauffement durant les essais réalisés à cette faible vitesse de sollicitation est limité, ils peuvent être donc considérés comme isothermes. Chaque condition d'essai sera caractérisée par une température (T), une vitesse de déformation ($\dot{\epsilon}$), et un niveau de déformation ($\bar{\epsilon}$).

Les évolutions de la microstructure et de la texture en fonction de la déformation en torsion ont été étudiées sur les trois nuances ODS (fortement renforcée, de référence et surcuite), ainsi que sur la nuance non renforcée. Dans cette section, les mesures EBSD sont présentées en utilisant la figure de pôle inverse (IPF) associée à l'axe de torsion. Les grains sont définis par des parois fermées de désorientation $\theta \geq 10^\circ$.

3.1.1 Caractérisation des nuances ODS

3.1.1.1 Cartographies d'orientations cristallines

La microstructure de la nuance ODS fortement renforcée avant déformation est illustrée en Figure III-23-a. Elle est constituée de deux populations de grains ; de petits grains de quelques centaines de nm, et de gros grains microniques relativement équiaxes. Cette distribution hétérogène de taille de grains, souvent appelée « bimodale », est une caractéristique des aciers ODS. [Boulnat, X., *et al.* - 2013] explique cette bimodalité par une répartition spatiale très hétérogène de l'énergie stockée sous forme de dislocations dans la poudre brute de cobroyage. Ainsi, la force motrice de recristallisation lors du traitement thermique, qui précède l'étape de consolidation par filage à chaud, est localement très élevée, ce qui conduit à une croissance anormale de certains grains, les autres conservent une taille très fine ($< 1 \mu\text{m}$). À partir de 850°C environ, la précipitation des nano-oxydes, très stables, fige la microstructure bimodale du matériau, et lui confère une stabilité thermique remarquable.

Après déformation à 1000°C jusqu'à rupture, la nuance ODS fortement renforcée présente une microstructure bimodale relativement proche de celle de l'état non déformé (Figure III-23-b). Lorsqu'elle est sollicitée à 1200°C jusqu'à $\bar{\epsilon} = 0.4$, correspondant approximativement au maximum de la courbe contrainte déformation dans ces conditions, la microstructure reste toujours très similaire à celle observée avant déformation (Figure III-23-c). De plus, la Figure III-23-d présente la microstructure observée près de la zone de rupture. Aucun allongement des grains dans la direction du cisaillement n'est observé, et les grains conservent globalement leur morphologie de départ.

La rupture à température élevée est associée à la croissance des porosités le long de certains joints de grains (zones noires, non indexées, sur la cartographie de la Figure III-23-d). À l'exception de la croissance de ces porosités d'endommagement, les évolutions de la microstructure pendant la déformation en torsion dans ces conditions restent assez limitées.

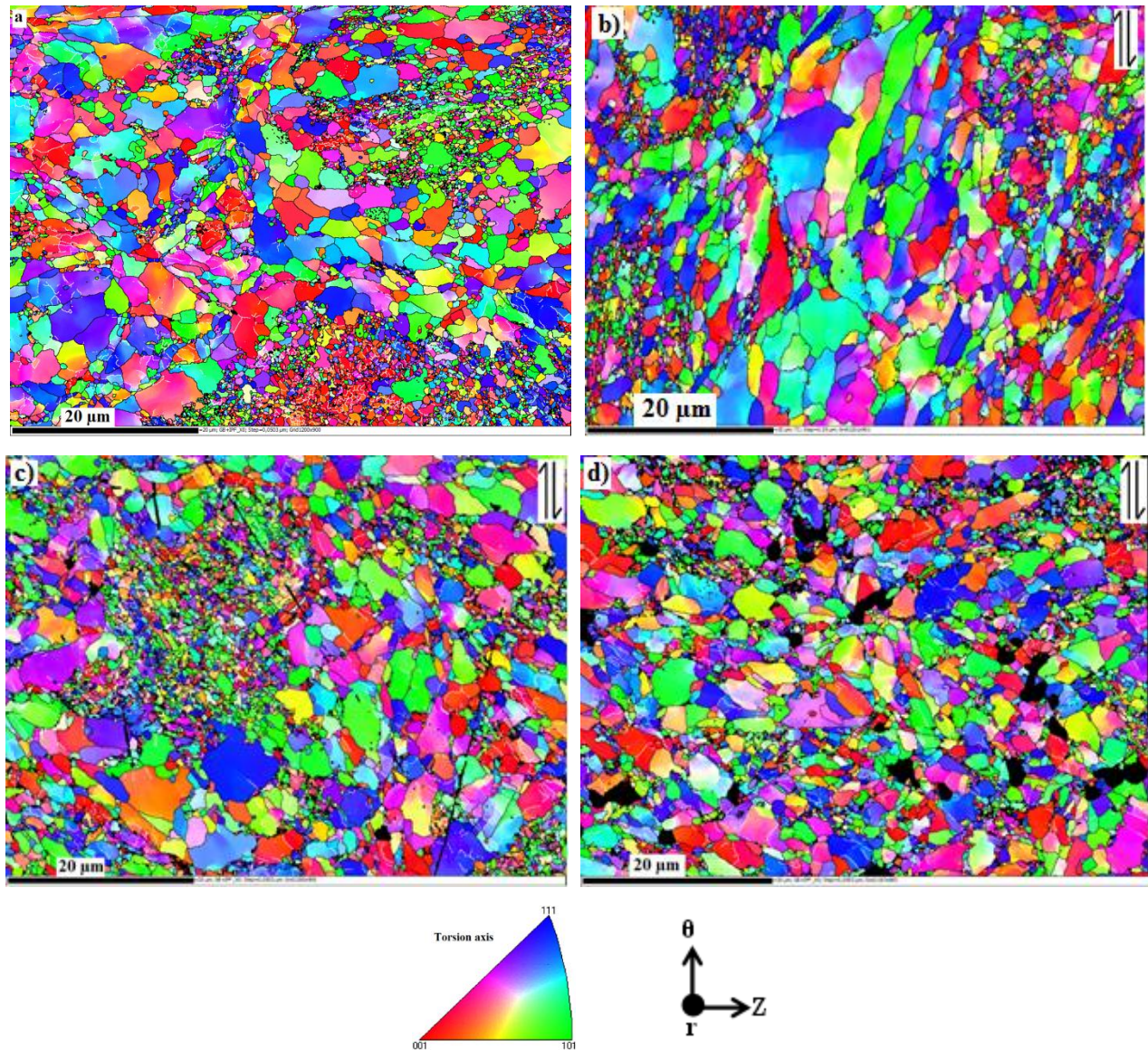


Figure III-23 : Microstructure de la nuance ODS fortement renforcée : a) avant déformation, et après déformation en torsion, à 0.05 s^{-1} , à deux températures : b) 1000°C jusqu'à rupture ($\bar{\epsilon}=0.7$), c) 1200°C jusqu'à $\bar{\epsilon} = 0.4$, et d) 1200°C jusqu'à rupture ($\bar{\epsilon}=1.1$).

La Figure III-24 présente la microstructure de la nuance ODS de référence. De prime abord, on remarque une taille de grains plus importante et une proportion de petits grains très faible en comparaison avec la nuance ODS fortement renforcée. La quantité de renfort introduite dans la matrice contrôle donc la formation de la microstructure bimodale. Plus cette quantité est importante, plus la proportion des petits grains est élevée.

Sur l'état initial (Figure III-24-a), des gros grains relativement équiaxes de quelques μm mélangés à des grains de taille plus fine sont observés. Après déformation à 1000°C , certains gros grains développent une morphologie allongée suivant la direction du cisaillement. Cet allongement paraît plus faible à 1200°C .

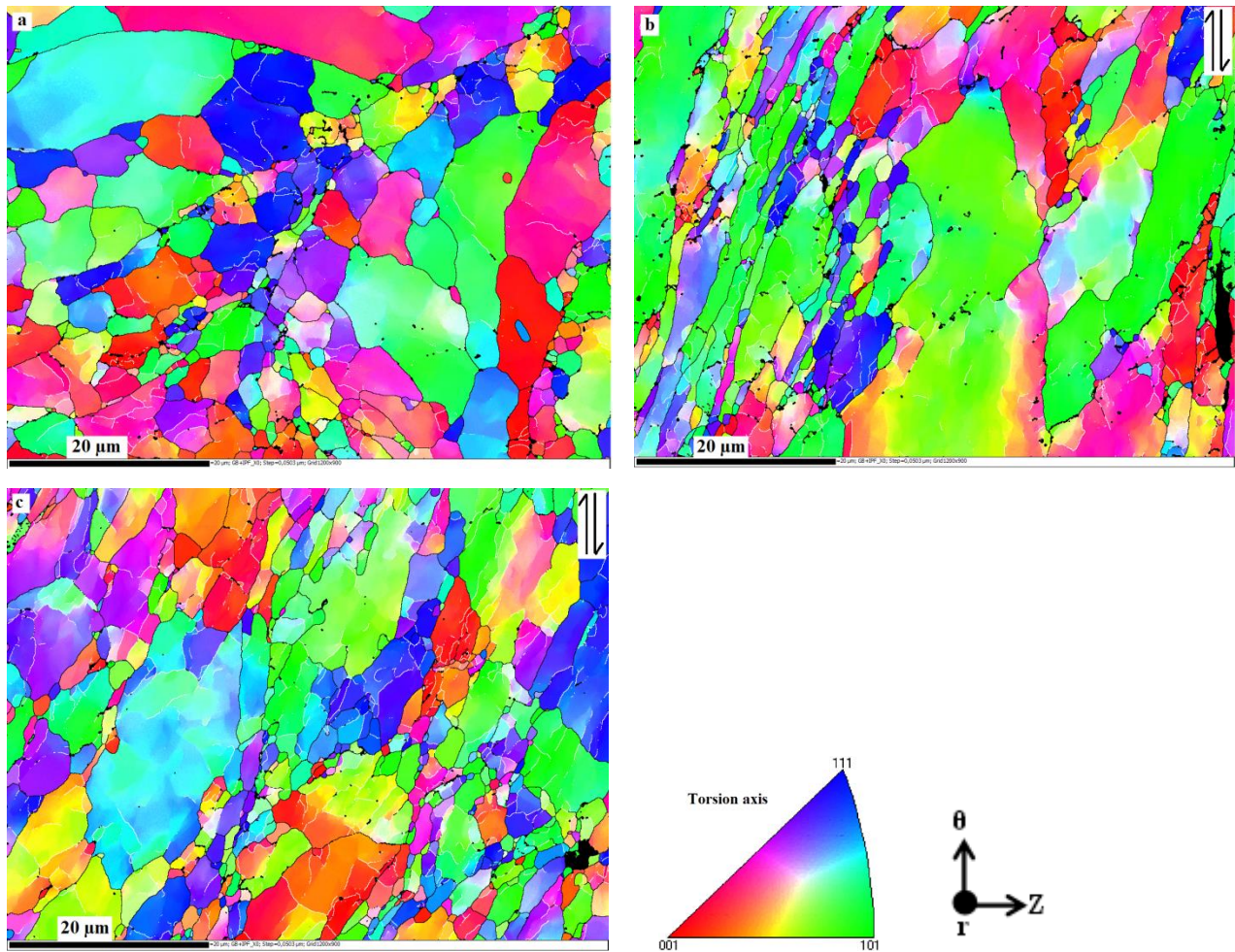
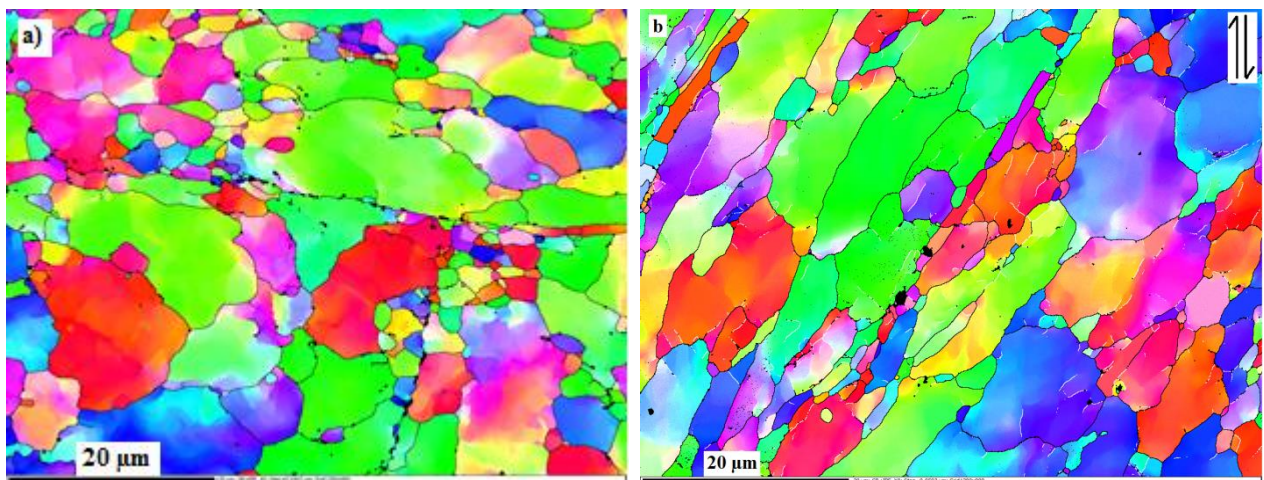


Figure III-24 : Microstructure de la nuance ODS de référence : a) avant déformation, et après déformation en torsion, à 0.05 s^{-1} , jusqu'à rupture à deux températures : b) 1000°C ($\bar{\epsilon} = 0.98$), et c) 1200°C ($\bar{\epsilon} = 1$).

La même analyse reste valable pour la nuance ODS surcuite comme on peut le constater sur les microstructures présentées en Figure III-25. Néanmoins, cette nuance présente un endommagement plus sévère notamment à température plus élevée (1200°C), caractérisé par la formation des cavités (les zones noires sur la cartographie) à partir des chapelets d'oxydes, riches en Ti, localisés sur certains joints de grains, correspondant aux ex-particules de poudre (voir aussi Figure III-14). Ceci explique la très faible ductilité observée. Rappelons que cette nuance est environ deux fois moins ductile que les deux autres nuances ODS (cf. Tableau III-2).



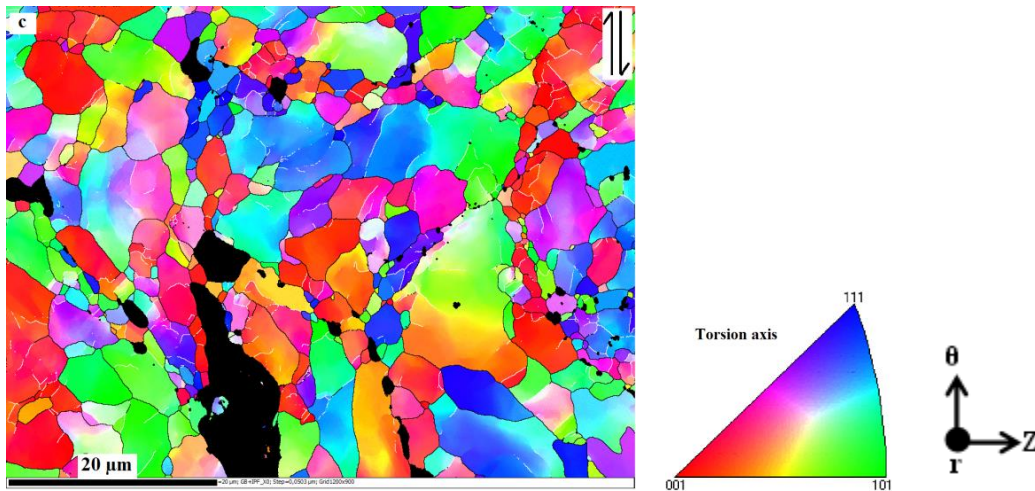


Figure III-25 : Microstructure de la nuance surcuit : a) avant déformation, et après déformation en torsion, à 0.05 s^{-1} , jusqu'à rupture à deux températures : b) 1000°C ($\bar{\epsilon}=0.5$), et c) 1200°C ($\bar{\epsilon}=0.6$).

3.1.1.2 Évolution de la taille et de la morphologie de grains

L'évolution de la taille des grains et de leurs facteurs de forme analysée à partir des mesures EBSD présentées au paragraphe précédent est donnée en Figure III-26.

La réduction de la quantité de renfort conduit à une microstructure plus grossière. La taille moyenne de grains passe de $0.5 \mu\text{m}$ dans la nuance ODS fortement renforcée à $2 \mu\text{m}$ environ dans les deux autres nuances ODS. Cette augmentation s'explique par la diminution du nombre d'obstacles au mouvement des joints de grains pendant la recristallisation statique qui intervient lors du traitement thermique qui précède l'étape de consolidation par filage à chaud. Les joints deviennent donc plus mobiles dans le cas des nuances les moins renforcées, ce qui se traduit par une croissance des grains accrue pendant le traitement thermique. Au cours de la déformation en torsion, une légère évolution de la taille des grains est observée. La microstructure reste tout de même assez stable en comparaison avec les nuances ferritiques conventionnelles, comme AISI430 par exemple [Kim, Sung-Il, *et al.* - 2002].

En ce qui concerne le facteur de forme, il est plus important à 1000°C qu'à 1200°C pour les trois nuances ODS. Les grains ont tendances à s'allonger plus à des températures moins élevées.

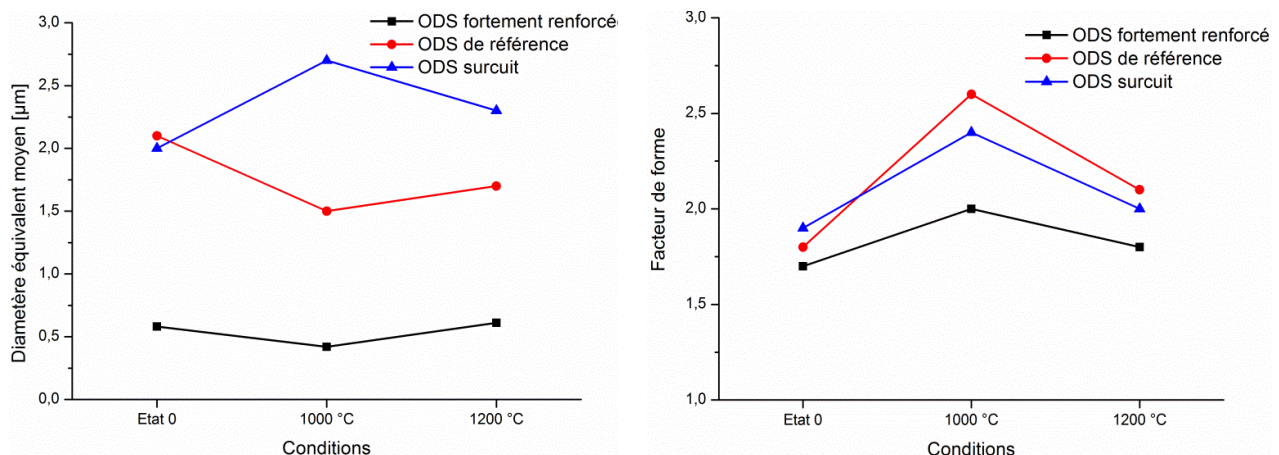
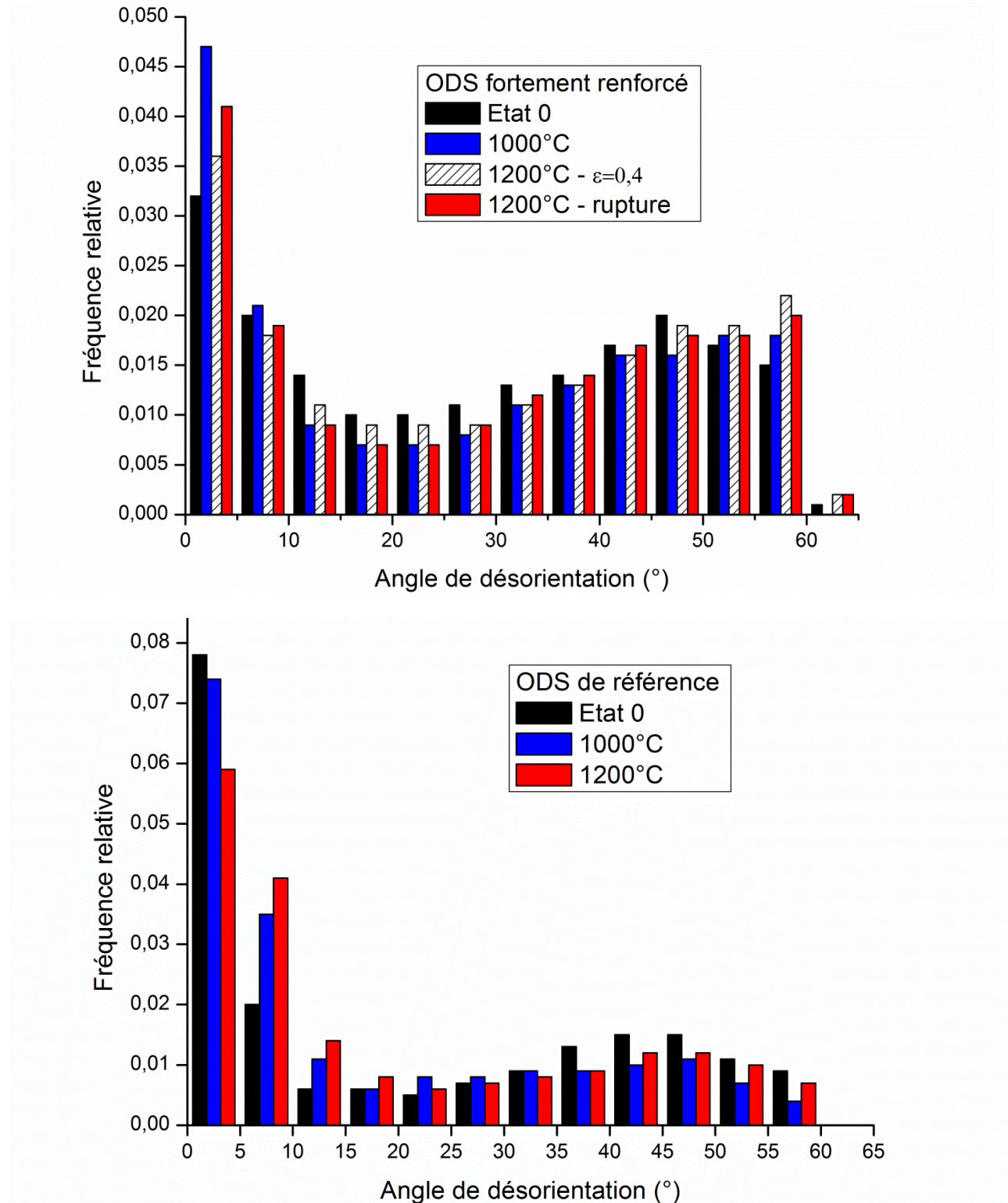


Figure III-26 : Évolution de la taille et de la morphologie de grains pendant la déformation en torsion à 0.05 s^{-1} , pour les trois nuances ODS.

3.1.1.3 Distribution des angles de désorientations

Les histogrammes représentant la distribution des angles de désorientation corrélée en fonction des conditions de déformation en torsion des différentes nuances ODS sont donnés en Figure III-27. L'angle de désorientation minimal détecté est fixé à 2°.



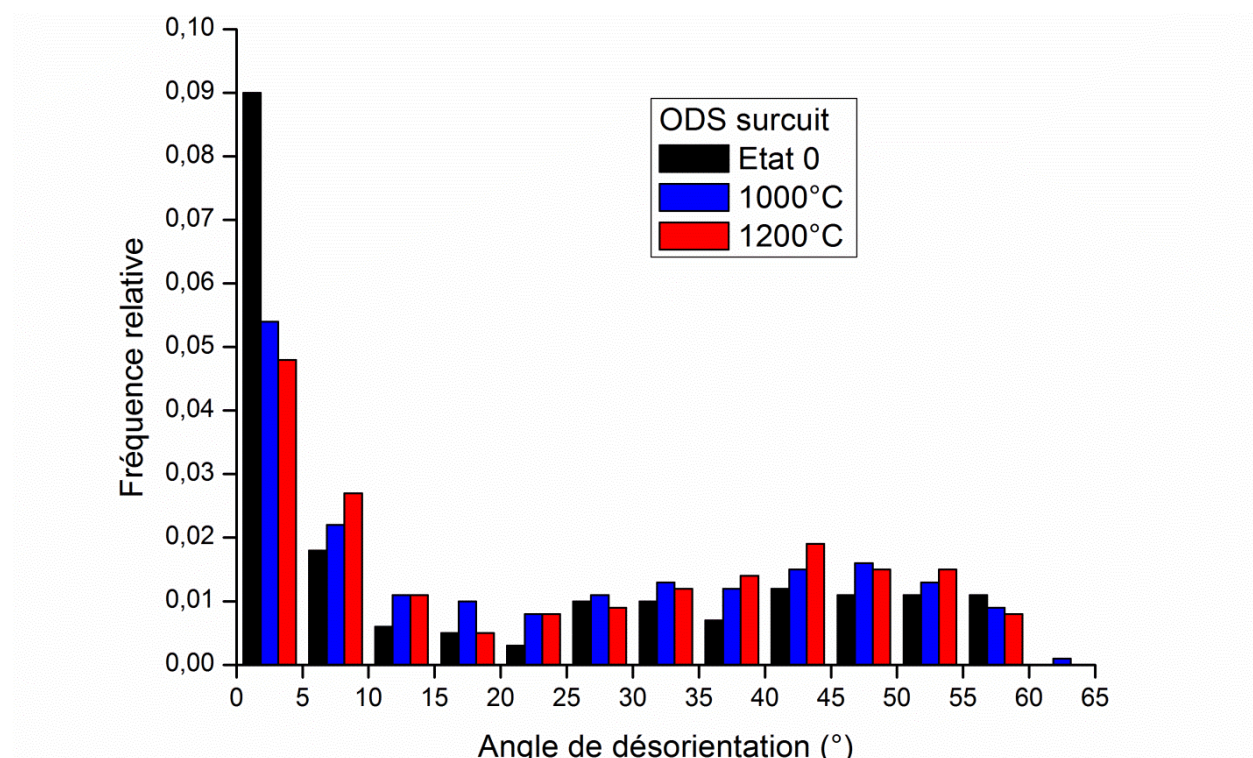


Figure III-27 : Évolution de la distribution des angles de désorientations dans les nuances ODS déformées en torsion.

De plus, les proportions des joints faiblement désorientés ($<10^\circ$) pour les différentes conditions de déformation en torsion sont regroupées dans le Tableau III-16.

Tableau III-16 : Proportion des sous-joints ($<10^\circ$) associées aux différentes conditions de déformation en torsion.

Nuance ODS fortement renforcée			Nuance ODS de référence			Nuance ODS surcuite			Nuance non renforcée		
État 0	1000 °C	1200 °C	État 0	1000 °C	1200 °C	État 0	1000 °C	1200 °C	État 0	1000 °C	1200 °C
26%	34%	30%	49%	55%	50%	54%	38%	36%	9%	70%	60%

Pour les états avant déformation (État 0) des nuances ODS, on voit une tendance à la hausse de la proportion de joints aux faibles angles ($<10^\circ$) ou LAB (pour *Low Angle Boundaries*) en passant de la nuance ODS fortement renforcée (26%LAB) à la nuance ODS de référence (49%LAB), puis surtout à la nuance ODS surcuite (54%LAB). Cela signifie que pendant l'étape de consolidation qui conduit à l'état 0, le matériau développe des sous-structures d'autant plus efficacement qu'il y a moins de précipités (ODS fortement renforcé $\rightarrow$ ODS de référence), ou qu'ils sont plus gros (ODS surcuite). Ils ont assez logiquement constitué des barrières moins efficaces au mouvement des dislocations, qui ont pu d'autant mieux se réarranger pour former des sous-joints. Ces différences d'états des précipités donnent également des grains plus petits pour la nuance ODS fortement renforcée (Figure III-26). Par contre, les nuances ODS de référence et surcuite sont relativement proches.

Dans les nuances renforcées, plus le taux de renfort est important, plus les sous-joints seront ancrés. Leur transformation en joints fortement désorientés ou HAB (pour *High Angle Boundaries*) serait donc

probablement plus facile. Par conséquent, la proportion de LAB diminuerait au cours de la déformation. En parallèle, la précipitation peut également bloquer le mouvement des dislocations, et empêche donc la formation efficace de LAB par restauration dynamique (réarrangement et annihilation des dislocations). Ainsi, pour les deux premières nuances ODS, l'ancrage des dislocations gêne la formation de LAB dont la quantité évolue peu sous déformation (Cf. Tableau III-16).

La nuance ODS surcuite permet une meilleure mobilité des dislocations car les précipités sont plus gros que pour les autres nuances ODS (9 vs. 3nm de diamètre moyen). Par conséquent, cela favorise simultanément, une formation plus efficace des LAB, mais aussi leur éventuelle transformation en HAB par accumulation de plus de dislocations au cours de la déformation. De plus, les joints de grain sont également plus mobiles, et peuvent donc aussi annihiler une partie des LAB.

Par ailleurs, on voit systématiquement plus de sous-joints ($< 10^\circ$) à 1000°C qu'à 1200°C dans toutes les nuances étudiées. Cette réduction de la quantité des LAB avec la température de déformation peut s'expliquer par une moindre formation des LAB (circulation plus difficile des dislocations dans le volume de grains, et une activité plastique accrue au voisinage des joints de grains), et/ou une augmentation plus efficace de leurs désorientations en devenant progressivement des HAB. **Le dernier scénario est cependant peu probable parce qu'il devrait conduire à un affinement de la microstructure.**

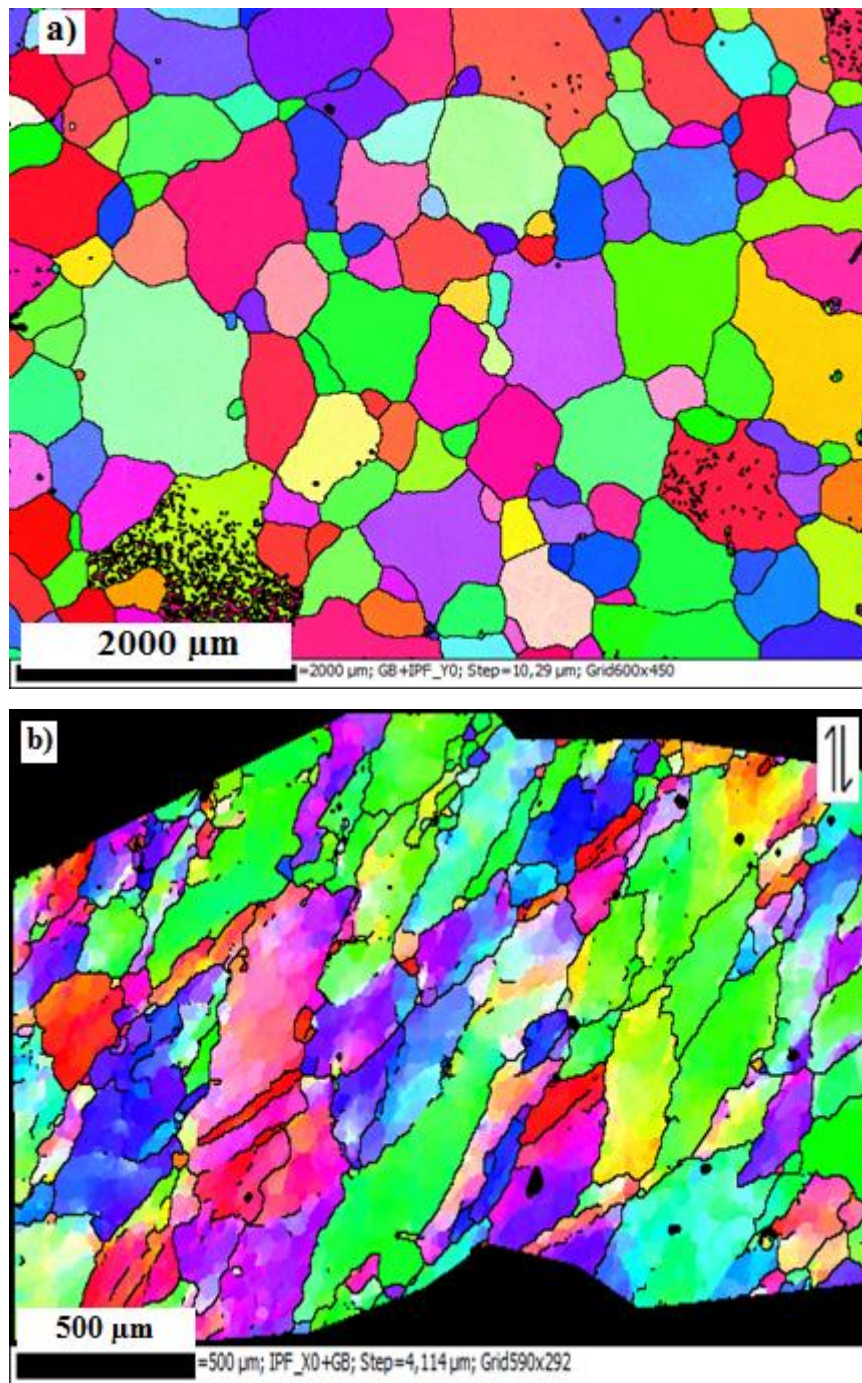
Les différences de comportement observées entre 1000 et 1200°C peuvent donc être liées à la dépendance à la température de l'interaction entre (sous) joints, dislocations et précipités.

3.1.2 *Caractérisation de la nuance non renforcée (Comportement de la matrice seule)*

Lors de notre analyse du culot de filage de cette nuance (Partie II – Chapitre 2), nous avons évoqué la présence des lattes de martensite (environ 10% de la surface analysée) qui forment avec la ferrite une microstructure biphasée. Afin d'homogénéiser la microstructure de départ, les éprouvettes ont subi un traitement thermique à 1250°C pendant 1 heure et demi sous vide primaire, suivi d'un refroidissement à environ 80°C/min.

3.1.2.1 Cartographies d'orientations cristallines

Les microstructures obtenues par analyse EBSD de la nuance non renforcée déformée en torsion sont données en Figure III-28.



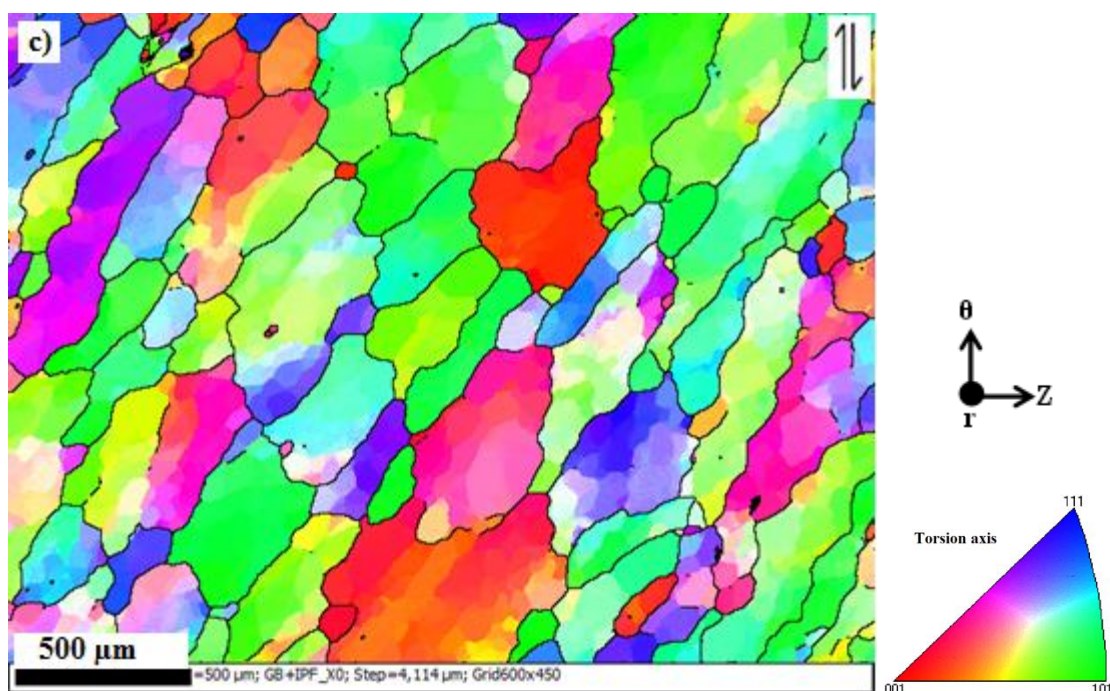


Figure III-28 : Microstructure de la nuance non renforcée : a) avant déformation, et après déformation en torsion, à 0.05 s^{-1} , jusqu'à un niveau de déformation $\bar{\epsilon}=1$ à deux températures : b) 1000°C , et c) 1200°C .

3.1.2.2 Évolution de la taille et de la morphologie des grains

L'évolution de la taille des grains et de leurs facteurs de forme pendant la déformation en torsion de la nuance non renforcée est présentée en Figure III-29.

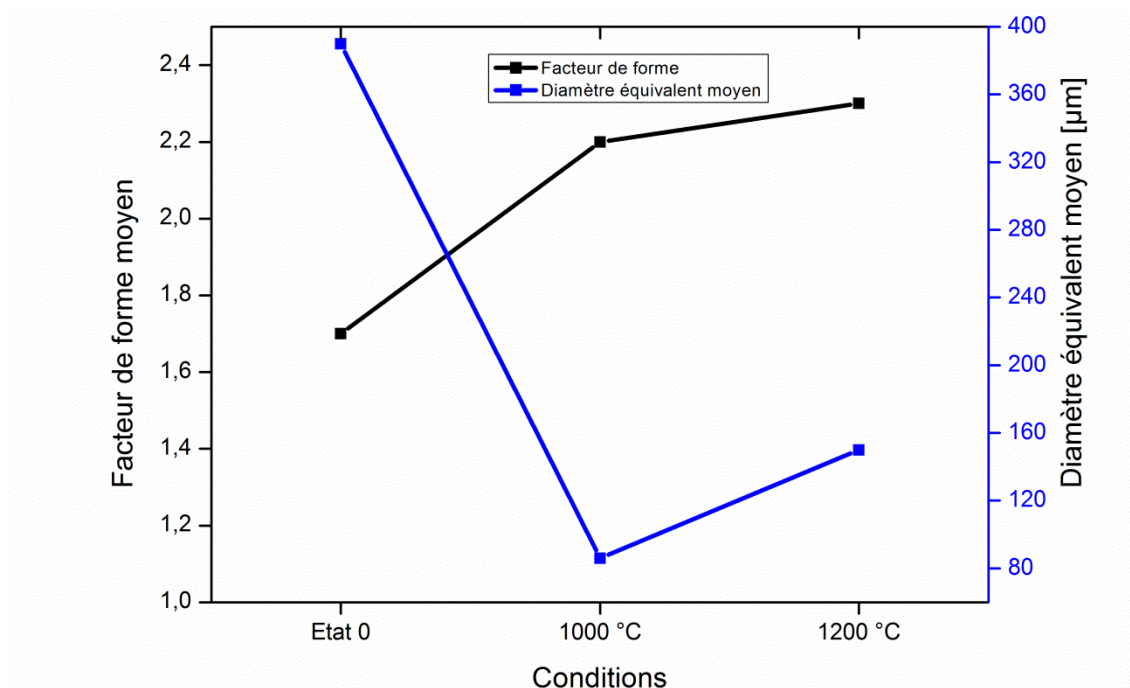


Figure III-29 : Évolution de la taille et de la morphologie de grains pendant la déformation de la nuance non renforcée en torsion à 0.05 s^{-1} .

3.1.2.3 Distribution des angles de désorientations

Les histogrammes représentant la distribution des angles de désorientation corrélée en fonction des conditions de déformation de la nuance non renforcée sont donnés en Figure III-30. Les proportions des sous-joints correspondantes sont reportées dans le

Tableau III-16. L'angle de désorientation minimal détecté est fixé à 2°.

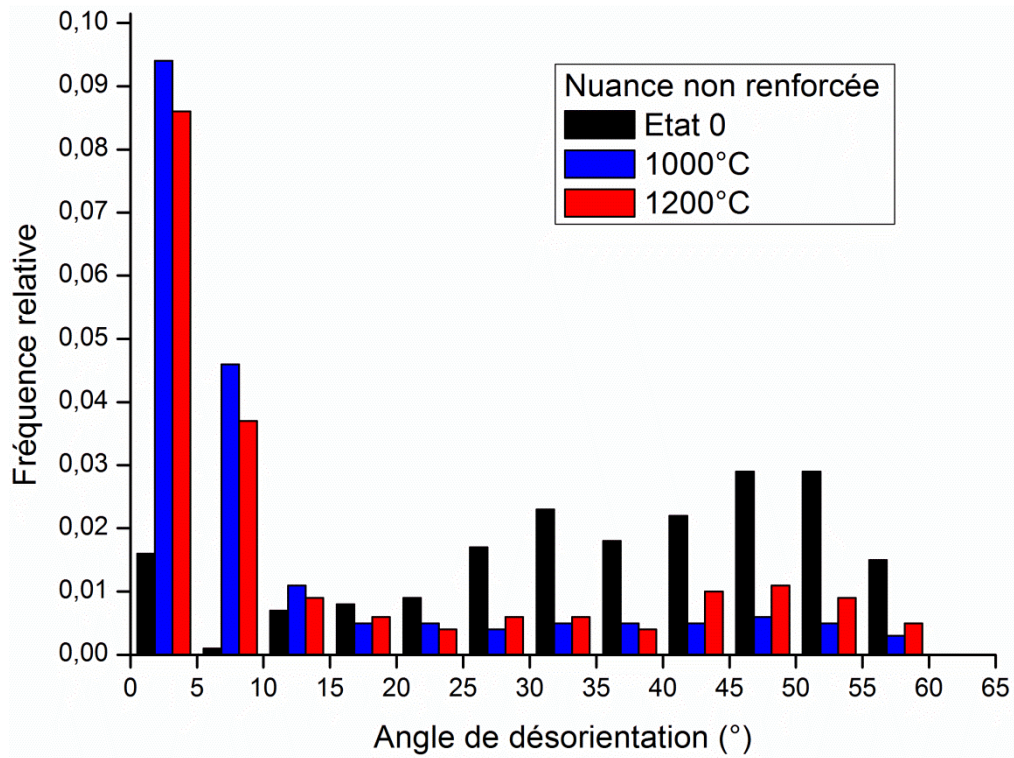


Figure III-30 : Évolution de la distribution des angles de désorientations dans la nuance non renforcée déformée en torsion.

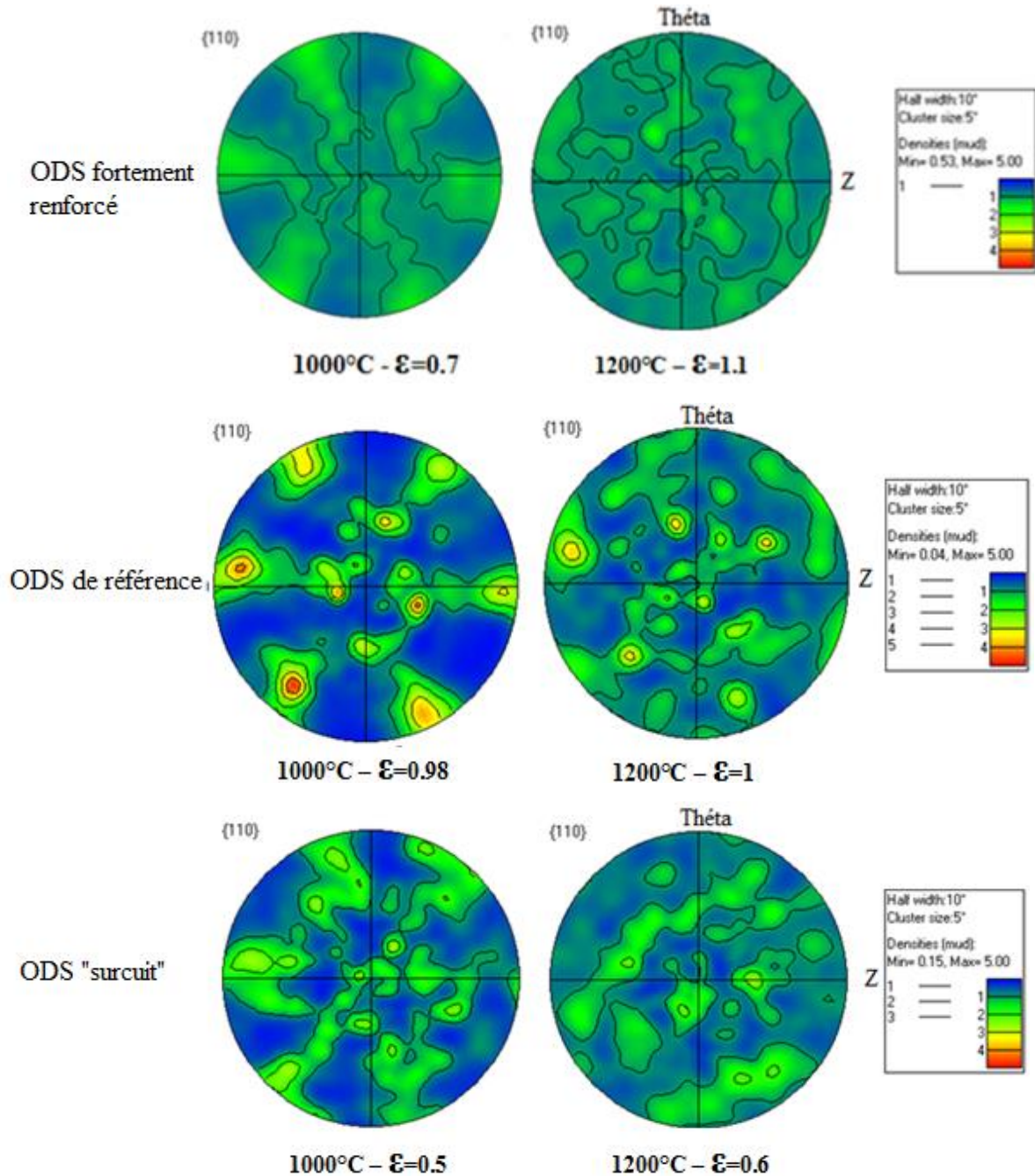
Avant déformation, cette nuance présente une microstructure très grossière en comparaison avec les nuances ODS précédentes. Elle est constituée de gros grains ferritiques relativement équiaxes avec une taille moyenne de l'ordre de 390 μm . Rappelons que les tailles typiques des nuances renforcées sont plutôt microniques. Les grains contiennent très peu de sous-structures ; la proportion des joints ayant une désorientation inférieure à 10° est d'environ 9% seulement (Cf. Tableau III-16). Le traitement thermique à haute température a permis donc d'obtenir une microstructure monophasée complètement recristallisée, mais il conduit aussi à un grossissement significatif des grains comparé à l'état 0 de la même nuance en filage, où la taille moyenne est estimée à 25 μm (Partie II – Chapitre 2).

Au cours de la déformation, les grains s'allongent suivant la direction du cisaillement pour acquérir un facteur de forme d'environ 2.2. Un affinement important de la microstructure est observé à 1000°C avec la formation d'une importante quantité de sous-joints (70% LAB) par restauration dynamique, ce qui montre la présence d'une activité intragranulaire significative. La même tendance est également observée après déformation à 1200°C avec néanmoins la formation de moins de sous-structures (60%LAB), ce qui suppose leur consommation par les joints en mouvement et/ou leur transformation progressive en HAB.

Par ailleurs, la fréquence relative appaissant élevée des joints très fortement désorientés observée à l'état 0 s'explique simplement par la faible proportion de sous-joints présents dans cette microstructure.

3.1.3 Texture de torsion

Les figures de pôles $\{110\}$ obtenues pour les différentes nuances déformées en torsion à 0.05 s^{-1} sont données en Figure III-31. La même intensité maximale (égale à 5) est appliquée pour toutes les figures afin de visualiser les différences de texture qui peuvent exister entre les nuances. Pour chaque figure de pôles, la température d'essai et le niveau de déformation correspondant sont indiqués.



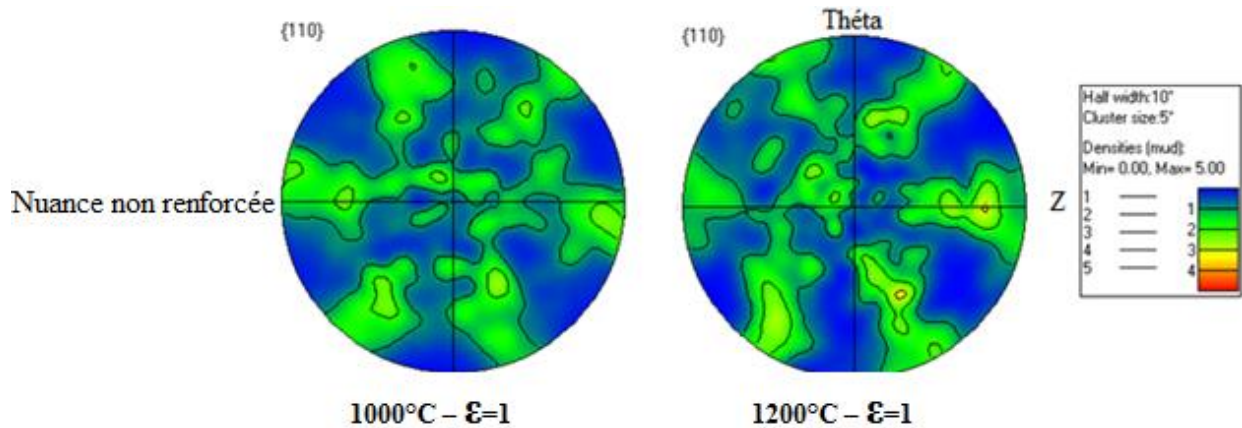


Figure III-31 : Figures de pôles {110} obtenues pour les différentes nuances déformées en torsion à 0.05 s^{-1} .

D'une manière générale, les matériaux présentent une texture plus marquée à 1000°C qu'à 1200°C notamment pour les nuances ODS. Ce résultat suggère la présence d'une activité des dislocations au sein des grains plus importante pendant la déformation à 1000°C . Sur les figures de pôles obtenues à cette température, on voit le début de formation de la fibre D2 $\{\bar{1}\bar{1}2\}\langle 111 \rangle$, caractéristique de la texture de déformation en torsion des aciers ferritiques. Par contre, pour les nuances ODS sollicitées à 1200°C , la fibre D2 n'est pas détectable et révèle un comportement différent de la nuance non renforcée. Cette perte de texture de déformation pour les ODS à 1200°C indique bien un changement de mécanisme de déformation.

Les faibles taux de déformation enregistrés dans cette étude ne permettent probablement pas un développement marqué de cette fibre. L'intensité maximale ne dépasse pas 5, et elle est observée pour la nuance ODS de référence, ce qui montre qu'une précipitation fine peut dans certains cas augmenter l'intensité de texture. Il est tout à fait probable que des niveaux de déformation plus élevés conduiraient à une texturation plus intense.

En outre, afin d'investiguer la texture de torsion à une échelle plus globale, d'autres mesures complémentaires ont été réalisées en diffraction des rayons X sur plusieurs échantillons de la nuance fortement renforcée déformés en torsion dans différentes conditions de températures et de vitesses de sollicitation. Les spectres de diffraction θ - 2θ ont été analysés. Ces mesures, rapides à réaliser, permettent de mettre en évidence la présence ou non d'une texture cristallographique par simple comparaison de la diffraction des échantillons déformés et celle d'un échantillon isotrope, ayant la même structure cristallographique.

Les résultats sont présentés, en Figure III-32, sous forme des rapports d'intensité des plans diffractant $\{hkl\}$ aux plans $\{110\}$ (le plan diffractant le plus dans une structure cubique centrée). Pour les différents échantillons analysés, ces rapports sont très proches de ceux d'un matériau de structure BCC isotrope, ce qui signifie que cette nuance se déforme en torsion sans développer de texture cristallographique marquée. Ces résultats sont cohérents avec ceux obtenus par l'étude EBSD.

En effet, la texture n'évolue que lorsque les dislocations sont mobiles au sein des grains. Dans le cas de la torsion, l'endommagement intergranulaire des nuances ODS limite leur déformation plastique. Par conséquent, la texture cristallographique reste faible. Dans le cas de la nuance non renforcée, la forte mobilité des dislocations au sein des grains, en raison de l'absence des nano-renforts, est contre balancée par celle des joints de grains, qui sont eux aussi très mobiles, ce qui tend à modérer l'intensité de la texture cristallographique.

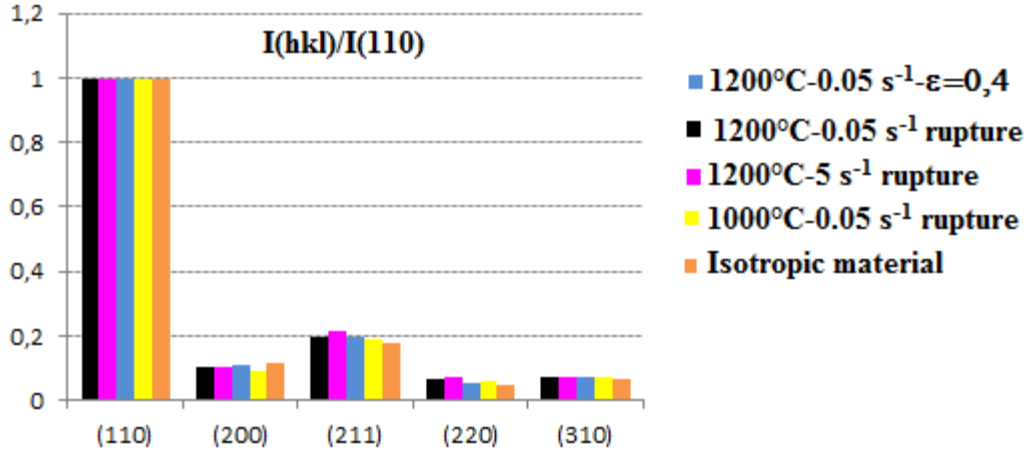


Figure III-32 : Intensités relatives $I_{(hkl)}/I_{(110)}$ obtenues par diffraction des Rayon X sur plusieurs échantillons de la nuance fortement renforcée déformés en torsion dans différentes conditions d'essais.

Par ailleurs, une texture de torsion relativement similaire peut être prédite par un modèle de plasticité polycristalline auto-cohérent. La Figure III-33 présente les figures de pôles $\{110\}$ obtenues par le code VPSC-7c, aimablement fourni par C.N.Tomé et R.A. Lebenson, à deux niveaux de déformation différents. Un chargement de cisaillement pur est imposé, correspondant à une torsion d'axe Z et de sens trigonométrique. La structure cubique centrée a été incorporée en désignant les systèmes de glissement suivant : $\{110\}\langle 111\rangle$, $\{112\}\langle 111\rangle$, et $\{123\}\langle 111\rangle$, soit 48 systèmes au total. Les cisssions critiques de ces plans sont supposées similaires.

La simulation a été faite à partir de 500 grains d'orientations aléatoires. Chaque grain est défini par son orientation (3 angles d'Euler) et sa fraction volumique, considérée identique pour tous les grains. Chaque étape de déformation correspond à un taux de déformation équivalent à 0,05. Le code permet de prédire la texture de déformation en torsion, ainsi que l'augmentation de son intensité avec le niveau de déformation.

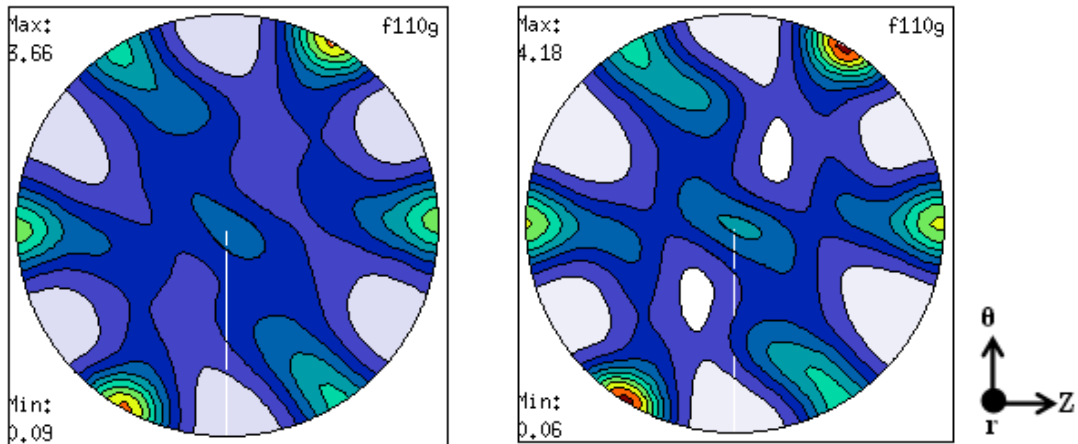


Figure III-33 : Figures de pôles numériques, obtenues par VPSC, associées à une sollicitation de cisaillement pur d'un matériau de structure cubique centrée jusqu'à : $\epsilon=1$ (à gauche), et $\epsilon=2$ (à droite).

3.1.4 Conclusion partielle

Quatre nuances ferritiques à différents taux de renfort ont été testées en torsion. Les éprouvettes déformées à 0.05 s^{-1} et à deux températures, 1000°C et 1200°C , ont été caractérisées par EBSD.

Les analyses montrent que, pendant la déformation en torsion, les microstructures présentent une évolution d'autant plus importante que la température et/ou le taux de renfort sont limités. Au contraire, si

l'on augmente la température et/ou le taux de renfort, la déformation en torsion s'accompagne d'une évolution limitée de la microstructure et de la texture, ainsi que d'un endommagement sévère aux niveaux des joints de grains, notamment dans les nuances ODS.

3.2 Microstructure de compression

Des essais de compression ont été menés sur deux nuances : la nuance ODS de référence et la nuance non renforcée. Les échantillons déformés à une vitesse de sollicitation de 0.05 s^{-1} et à deux températures : 1000°C et 1200°C ont été analysés par EBSD. Ici, les cartographies d'orientations cristallines sont représentées à l'aide d'un code couleur dépendant de l'orientation des grains. Nous utilisons la figure de pôle inverse (IPF) associée à l'axe de compression (DC).

3.2.1 Caractérisation de la nuance ODS de référence

3.2.1.1 Cartographies d'orientations cristallines

Les microstructures obtenues par analyse EBSD et les figures de pôles directes correspondantes sont données en Figure III-34 et en Figure III-35, pour les deux températures de sollicitation 1000°C et 1200°C , respectivement.

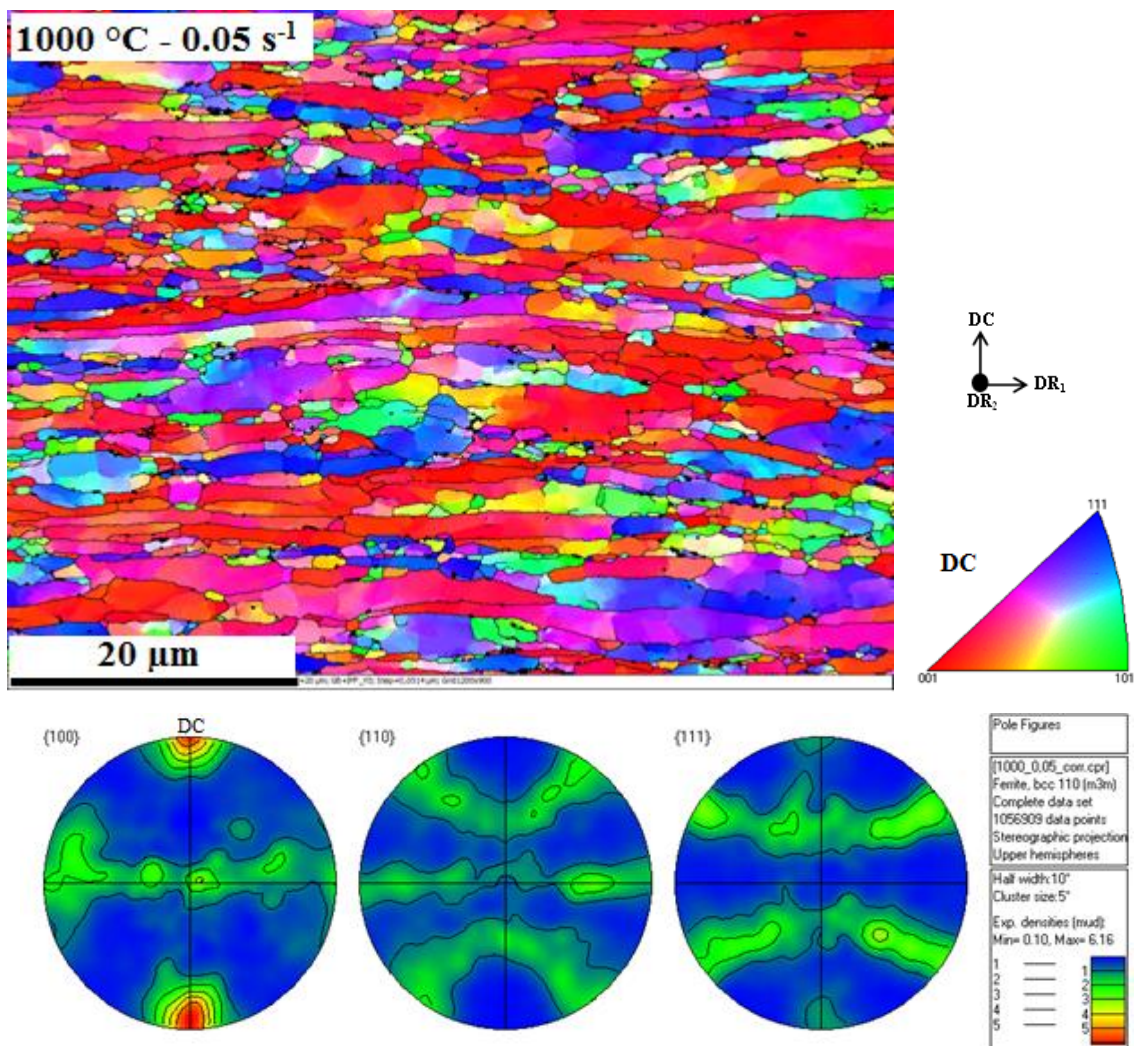


Figure III-34 : Microstructure de la nuance ODS de référence déformée en compression à 1000°C jusqu'à un niveau de déformation proche de l'unité.

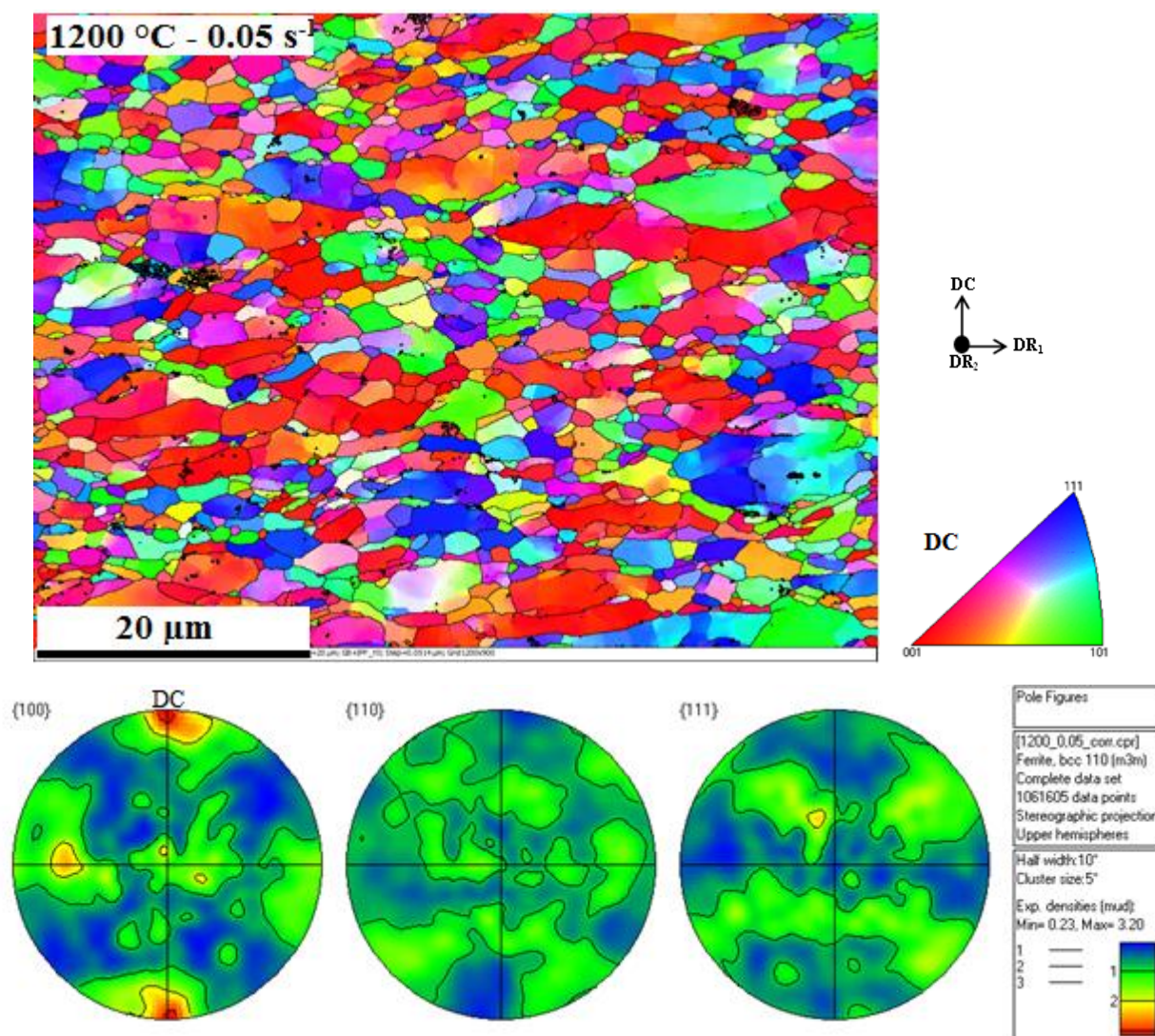


Figure III-35 : Microstructure de la nuance ODS de référence déformée en compression à 1200°C jusqu'à un niveau de déformation proche de l'unité.

3.2.1.2 Distribution des angles de désorientations

Les histogrammes représentant la distribution des angles de désorientation corrélée en fonction des conditions de déformation sont donnés en Figure III-36. L'angle de désorientation minimal détecté est fixé à 2°.

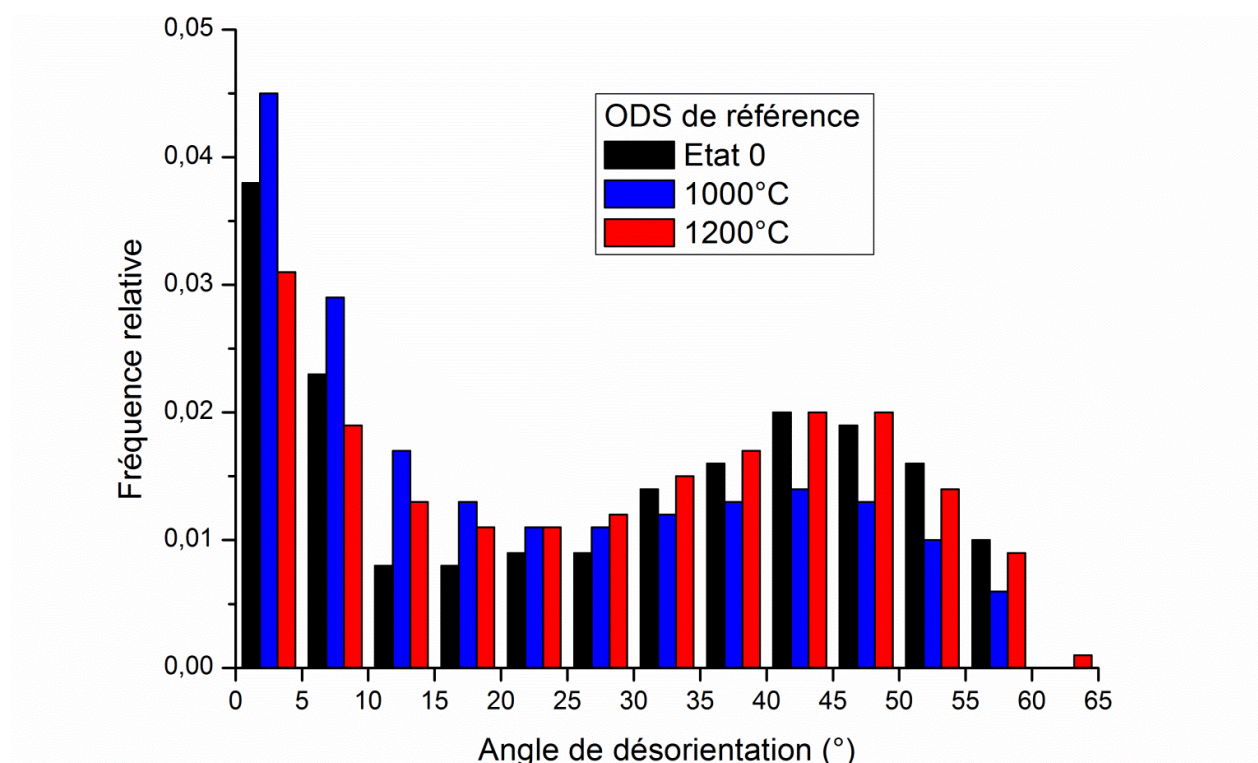


Figure III-36 : Évolution de la distribution des angles de désorientations dans la nuance ODS de référence déformée en compression.

Les proportions des joints faiblement désorientés ($<10^\circ$) pour les différentes conditions de déformation en compression des deux nuances étudiées sont regroupées dans le Tableau III-17.

Tableau III-17 : Proportion des sous-joints ($<10^\circ$) associées aux différentes conditions de déformation en compression.

Nuance ODS de référence			Nuance non renforcée		
État 0	1000°C	1200°C	État 0	1000°C	1200°C
49%	37%	25%	12,5%	71%	56%

À 1000°C, le matériau développe une importante texture morphologique (facteur de forme moyen supérieur à 3). Il présente également une texture cristallographique marquée à deux composantes principales $<001>$ et $<111>$ parallèles à l'axe de compression. La formation d'une fibre double $\{001\} + \{111\}$ est largement admise comme étant la texture développée par les structures BCC (comme les aciers ferritiques) déformées en compression [Onuki, Y, *et al.* - 2012], [Humphreys, F.J., *et al.* - 2004].

À température plus élevée (1200°C), on remarque un faible allongement des grains ; le facteur de forme moyen est de l'ordre de 2. De même, la texture cristallographique est aussi plus faible. Elle est définie notamment par la composante $<001>$ parallèle à l'axe de compression, mais avec une intensité bien moindre que celle observée à 1000°C. Par ailleurs, la taille moyenne de grains est similaire pour les deux températures de déformation, de l'ordre de $2\mu\text{m}$, et elle est relativement proche de celle de l'état non déformé.

Comparé à la sollicitation à 1200°C, la déformation à 1000°C est marquée par la présence de plus de sous-joints (37% contre seulement 25% à 1200°C (Cf. Tableau III-17)), un allongement important des grains, et une texture cristallographique plus marquée.

Il est important de rappeler que la même tendance a déjà été observée en torsion. Néanmoins, dans ces essais de compression, on note l'absence d'endommagement aux joints de grains, lequel était constaté en torsion. Ceci est dû à la différence du taux de triaxialité entre ces deux modes de déformation.

3.2.2 Caractérisation de la nuance non renforcée

3.2.2.1 Cartographies d'orientations cristallines

Les lopins de cette nuance non renforcée déformés en compression ont subi un traitement thermique à 1250°C afin d'éliminer la présence de martensite. Comparé aux éprouvettes de torsion de la même nuance, le traitement est ici limité à une durée de 1h au lieu de 1h30. La croissance des grains devrait être donc moins importante. Ainsi, à l'état non déformé, cette nuance présente une microstructure homogène avec des grains relativement équiaxes de taille moyenne de 200 μm environ (Figure III-37).

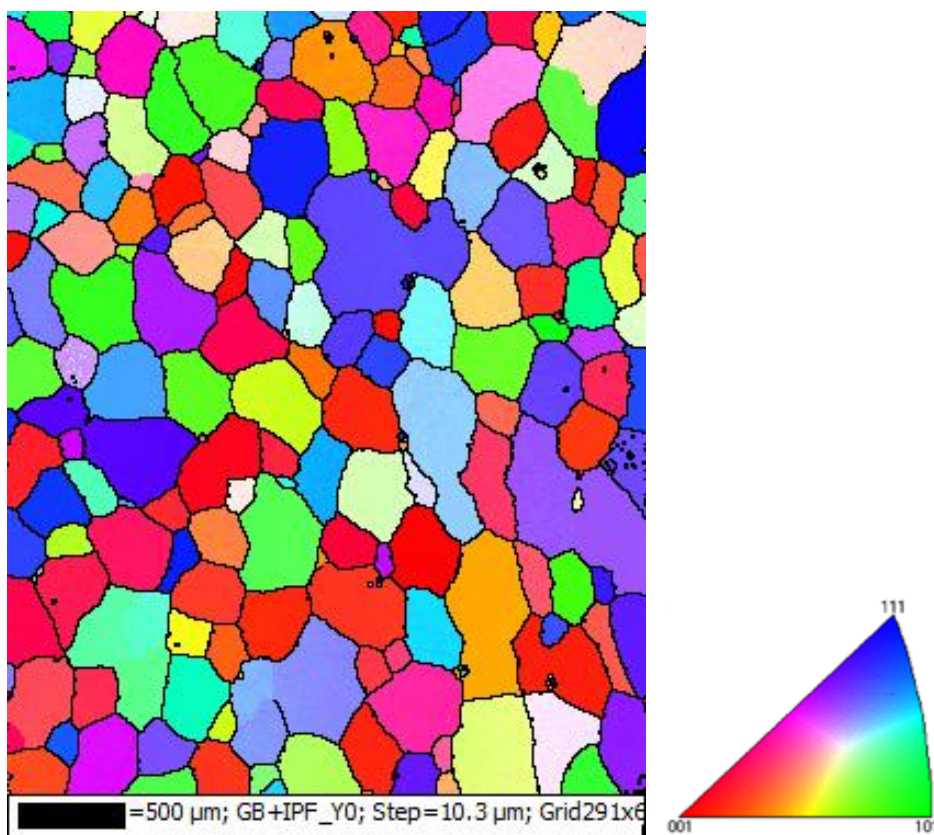


Figure III-37 : Microstructure de la nuance non renforcée avant déformation en compression.

Les microstructures obtenues par analyse EBSD après compression, ainsi que les figures de pôles correspondantes sont données en Figure III-38 et Figure III-39 pour les deux températures de sollicitation 1000°C et 1200°C, respectivement.

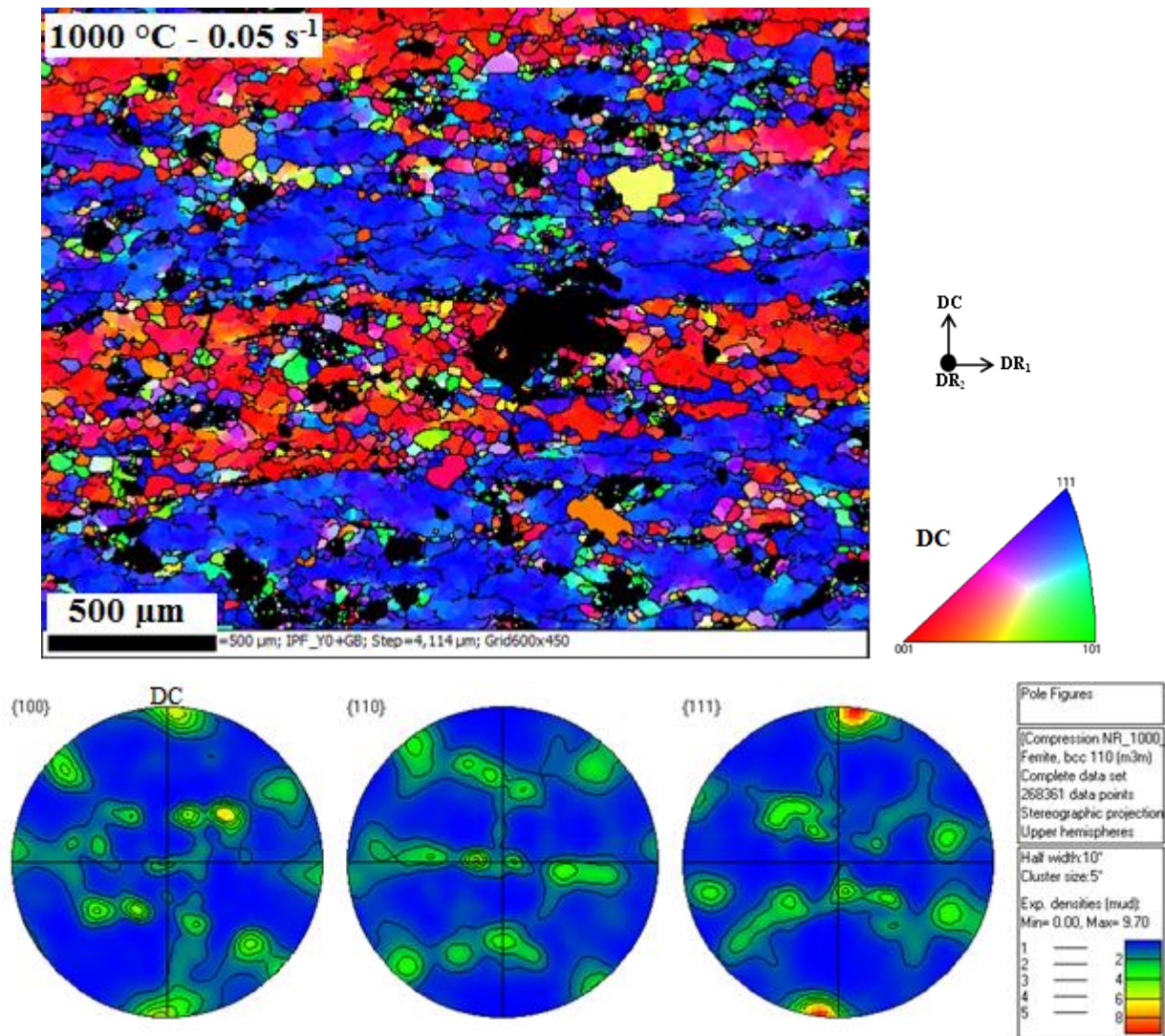


Figure III-38 : Microstructure de la nuance non renforcée déformée en compression à 1000°C jusqu'à un niveau de déformation proche de l'unité.

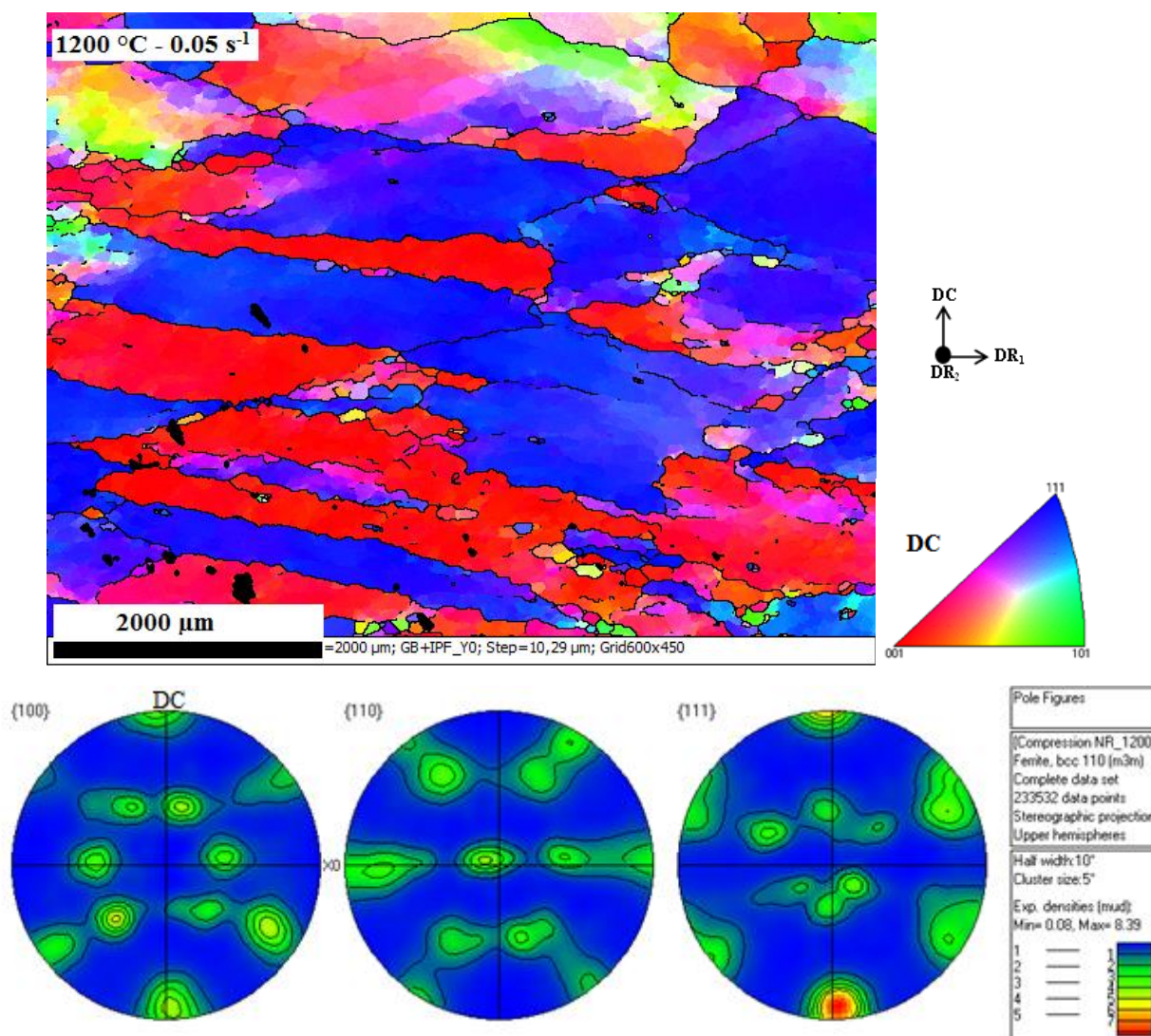


Figure III-39 : Microstructure de la nuance non renforcée déformée en compression à 1200°C jusqu'à un niveau de déformation proche de l'unité.

Après compression à 1000°C, on observe quand même la présence de martensite dans cette nuance non renforcée. Elle correspond aux zones noires, environ 13.5% en surface, de la cartographie de la Figure III-38.

Cet acier à 14% en masse de Cr, issu de la métallurgie des poudres, contient notamment 1000ppm de carbone en impuretés, répartis de manière hétérogène. Pendant une montée en température, les zones riches en C (élément γ -gène) vont se transformer partiellement en austénite à partir de Ac_1 (entre 800 et 900°C). Ainsi, à 1000°C, le matériau se trouve dans le domaine biphasé ($\alpha + \gamma$). En raison de la solubilité différente du carbone dans l'austénite et la ferrite, le carbone restera ségrégué dans les domaines austénitiques. Lors d'un refroidissement rapide, cette austénite se transforme en martensite à une température M_s proche de 310°C (voir Annexe A-6), ce qui explique donc la microstructure biphasée observée dans cette nuance après déformation à 1000°C.

En revanche, à 1200°C la microstructure est plus homogène, aucune présence de la martensite n'est observée. Il semblerait donc, qu'à cette température, le matériau a traversé complètement le domaine biphasé pour être de nouveau 100% ferritique. À cette température, la microstructure est plus grossière que celle observée à 1000°C à cause notamment de la mobilité des joints de grains, qui est d'autant plus importante que la température est élevée, ce qui favorise la croissance des grains. Leur taille moyenne est

de l'ordre de 80 μm à 1200°C, alors qu'elle ne dépasse pas 27 μm à 1000°C. La présence d'une deuxième phase à 1000°C contribue également à cette différence de taille car elle peut empêcher le mouvement des joints et ralentir donc la croissance des grains. Pour les deux températures, la déformation en compression s'accompagne d'un affinement de la microstructure.

3.2.2.2 Distribution des angles de désorientations

Les histogrammes représentant la distribution des angles de désorientation corrélée en fonction des conditions de déformation sont donnés en Figure III-40. L'angle de désorientation minimal détecté est estimé à 2°.

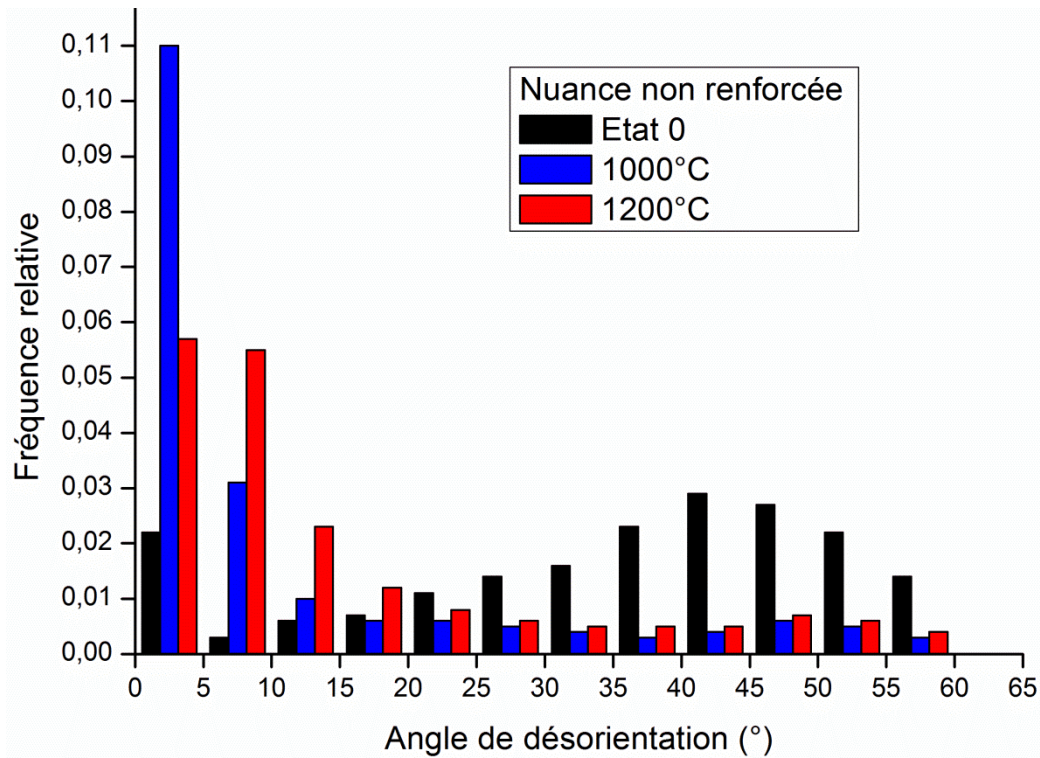


Figure III-40 : Évolution de la distribution des angles de désorientations dans la nuance non renforcée déformée en compression.

Comme pour la torsion, le matériau développe plus de sous joints faiblement désorientés à 1000°C (71%LAB) qu'à 1200°C (56%LAB) (Cf. Tableau III-17). Pour cette nuance non renforcée, la diminution de la proportion des LAB à très haute température peut s'expliquer par la mobilité importante des joints de grains qui peuvent absorber une partie des sous-joints se trouvant sur leur trajet.

De plus, une texture cristallographique à deux composantes, $\langle 001 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$, parallèles à l'axe de compression, est également formée dans cette nuance. Son intensité est similaire pour les deux températures, elle est de l'ordre de 3,7 (valeur obtenue par la fonction de distribution d'orientations, calculée à partir des données EBSD).

Notons tout de même que la composante majeure de texture n'est pas la même dans les deux nuances étudiées. Elle est de type $\langle 001 \rangle$ dans la nuance ODS de référence, et $\langle 111 \rangle$ dans la nuance non renforcée. La précipitation semble donc orienter la déformation des grains, en favorisant l'activation préférentielle de certains plans de glissement avec un impact direct sur la texture de déformation.

En plus de ces analyses microstructurales, une simulation de la texture associée à un chargement de compression uni-axial dans un matériau de structure cubique centrée a été menée avec le code VPSC-7c.

Le niveau de déformation imposé est égal à 1, et les systèmes de glissement définis dans le code sont : $\{110\}\langle 111\rangle$, $\{112\}\langle 111\rangle$, et $\{123\}\langle 111\rangle$. La Figure III-41 présente les figures de pôles $\{110\}$ calculées.

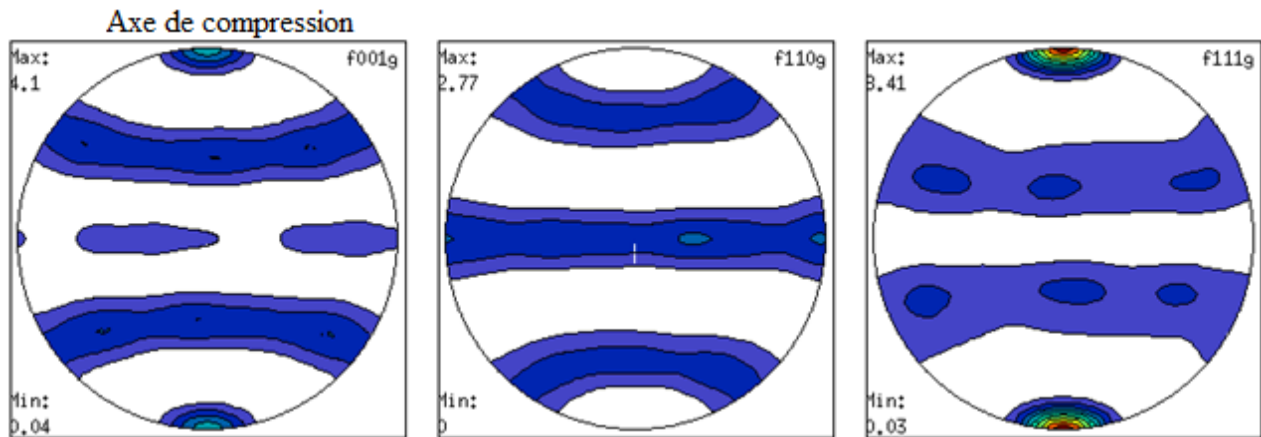


Figure III-41 : Figures de pôles numériques, obtenues par VPSC, associées à une sollicitation en compression d'un matériau de structure cubique centrée jusqu'à un niveau de déformation égale à 1.

Le code permet de prédire les deux fibres observées par l'expérience en compression. L'intensité de la fibre $\{111\}$ est plus marquée que celle de la fibre $\{001\}$. Ces résultats numériques sont cohérents avec les données expérimentales de la nuance non renforcée, ce qui signifie que celle-ci se déforme par plasticité cristalline classique. Le code VPSC ne prenant pas en compte la présence des précipités, il est logique qu'il ne puisse pas prédire convenablement la texture observée dans la nuance ODS.

Par ailleurs, pour les deux températures de déformation, le matériau présente une « structure en bandes » caractérisée par une alternance des composantes bleues ($[111] //$ axe de compression), et rouges ($[001] //$ axe de compression). Ces bandes font plus de 500 μm de largeur, et plusieurs mm de longueur. Une microstructure semblable a également été observée, par [Mehtonen, S. V., *et al.* - 2014], dans un acier ferritique standard à 21%Cr déformé en compression plane à des températures comprises entre 950 et 1050 $^{\circ}\text{C}$, et à des vitesses de déformation allant jusqu'à 10 s^{-1} .

Dans les aciers classiques, les structures en bandes peuvent provenir d'une hétérogénéité de composition chimique et apparaissent pendant la solidification. En fonction des conditions de solidification, des structures en bandes peuvent être formées.

Pour la nuance de notre étude, issue de la métallurgie des poudres, les particules de poudres de départ présentent un diamètre moyen égal à 250 μm . Si, la surface des bandes observées était du même ordre de grandeur que celle d'une particule de poudre, on pourrait légitimement supposer que la bande provient d'une ex-particule de poudre comprimée. Or, les bandes observées sont trop grandes pour qu'elles correspondent aux anciennes particules de poudres. Par conséquent, l'hypothèse de l'hétérogénéité chimique ne permet pas d'expliquer la microstructure observée.

L'autre scénario que l'on peut avancer pour tenter de comprendre l'origine de cette microstructure en bandes concerne les orientations cristallographiques des particules de poudre. Certaines convergent vers la composante $[001]$, d'autres vers $[111]$, et les interactions mécaniques entre grains/particules tendent à une structure en bandes. Des calculs FFT (Fast Fourier Transform) ou éléments finis seraient nécessaires pour investiguer davantage cet hypothétique scénario.

3.3 Synthèse et discussion

Les microstructures obtenues après déformation en torsion et en compression à chaud de plusieurs nuances ODS ferritiques à 14% massique en Cr ainsi que d'une nuance non renforcée, à une vitesse de déformation de 0.05 s^{-1} , et à des températures de 1000°C et 1200°C ont été analysées par EBSD. L'objectif était d'étudier les mécanismes contrôlant les évolutions de la microstructure de plusieurs nuances à différents taux de renfort. L'effet des conditions de déformation est étudié en faisant varier la température, la vitesse de déformation et la triaxialité des contraintes.

Il est intéressant de rappeler que nous avons conclu, lors de notre étude du filage, que les effets post-dynamiques sont très faibles dans les nuances ODS en raison de la stabilité thermique remarquable de leurs microstructures. En revanche, pour la nuance non renforcée, où la microstructure est beaucoup moins stable, une évolution post-dynamique ne peut pas être négligée, et elle peut intervenir très rapidement après l'essai, à moins que la trempe ne se fasse suffisamment vite (moins d'une seconde). C'est le cas pour les essais de torsion. Par contre, en compression, étant donné que la trempe se fait en dehors de la machine, il s'écoule plusieurs secondes (8 à 10 s) entre la fin d'essai et la trempe à l'eau. Pendant cette période, il est tout à fait possible que la microstructure de la nuance non renforcée continue à évoluer. Les microstructures observées dans ce cas ne sont donc pas issues exclusivement de la déformation, mais plutôt d'une séquence d'effets dynamiques et post-dynamiques.

Selon la température de sollicitation, deux mécanismes peuvent être soulignés.

À 1000°C , on observe un allongement des grains initiaux après déformation en torsion et en compression. Les grains contiennent une quantité importante de sous-joints faiblement désorientés, formés par restauration dynamique, et en même temps, les matériaux développent une texture cristallographique. Elle est de type fibre D2 $\{\bar{1}\bar{1}2\}\{111\}$ de faible intensité en torsion, et beaucoup plus marquée avec les deux composantes principales $\langle 001 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ parallèles à l'axe de sollicitation en cas de compression. Dans ce dernier cas, on note la prédominance d'une composante ou de l'autre en fonction de la présence de précipités. Ces évolutions de la microstructure sont compatibles avec des mécanismes de types **restauration dynamique et recristallisation dynamique continue**. Ce dernier devrait être plus actif à des niveaux de déformation plus grands, tel que ceux observés en filage.

La comparaison des microstructures obtenues en torsion et en compression fait apparaître une influence des conditions de sollicitation. Bien que la recristallisation dynamique continue semble présente pour les deux modes de déformation, la cinétique apparaît différente. Les évolutions de la microstructure sont plus importantes en compression qu'en torsion, notamment à température moins élevée. Il paraît donc que la triaxialité des contraintes influence les évolutions de la microstructure en jouant sur le développement d'endommagement au niveau des joints de grains. Ce dernier phénomène, en affaiblissant mécaniquement les joints de grains, semble réduire l'activité des dislocations au sein des grains, et par conséquent ralentir le processus de recristallisation. Cet effet semble s'accroître avec la température.

À 1200°C , les évolutions de la microstructure sont plus faibles qu'à 1000°C notamment dans les nuances ODS. Sous le même type de chargement, ces dernières présentent une texture de même nature, mais beaucoup moins marquée. En revanche, la nuance non renforcée semble développer une texture similaire quelle que soit la température de déformation. En outre, à cette même température, nous observons aussi moins de sous-structures à l'intérieur des grains, et un facteur de forme généralement plus faible. Ces observations sont a priori incompatibles avec un simple schéma de recristallisation dynamique continue, et montrent que la température de déformation et le taux de renfort ont un impact significatif sur les évolutions de la microstructure et les mécanismes métallurgiques sous-jacents. Dans ces conditions, le comportement observé peut être expliqué par un phénomène d'accommodation de déformation aux joints

de grains. Le grain présente alors une structure cœur-peau, avec un cœur rigide peu propice aux mouvements de dislocations, et une déformation plus active au voisinage des joints.

Dans le cas du scénario ci-dessus, la plasticité intragranulaire est réduite au profit de mécanismes d'accommodation de la déformation aux joints de grains. Le rôle de ces derniers devient alors significatif dans les mécanismes de déformation plastique. Ce comportement présente des similitudes avec celui caractérisant la superplasticité [Blandin, J.J., *et al.* - 1996]. Dans ce cas, la déformation intergranulaire est prépondérante, et peut impliquer des processus de glissements/montées des dislocations contrôlées par la diffusion de matière près des joints de grains.

L'endommagement aux joints de grains est observé, notamment en torsion. En filage et en compression, il est aussi possible que ce type de plasticité intervienne, mais la très forte triaxialité de ces modes de chargement empêche tout endommagement aux joints de grains. En compression, on constate cependant des tendances fortes à la localisation de déformation (bandes de cisaillement), que l'on peut rapprocher en partie du comportement des matériaux nanocristallins [Wei, Q., *et al.* - 2004b], où les joints de grains jouent également un rôle primordial.

De manière générale, les résultats obtenus laissent penser qu'une augmentation de la température et/ou du taux de renfort entraîne un rôle plus important des joints de grains dans les mécanismes de déformation. Ainsi, pour les températures les plus élevées et la précipitation la plus dense, la déformation se fait en grande partie aux niveaux des joints de grains, où la diffusion est plus facile et les précipités sont aussi moins présents, au détriment du glissement cristallographique intragranulaire classique. Dans ce cas, ce sont essentiellement les mécanismes d'accommodation aux joints de grains qui contrôlent la déformation, notamment dans les nuances ODS. Ces phénomènes intergranulaires peuvent expliquer les caractéristiques des microstructures observées après déformation à 1200°C, à savoir : une texture cristallographique et morphologique faible, et la formation de moins de sous-joints faiblement désorientés comparé à 1000°C. Pour la nuance non renforcée, les résultats sont typiques d'une recristallisation dynamique continue.

D'après ces analyses, un changement de comportement semble intervenir, dans toutes les nuances ODS déformées à 0.05 s^{-1} , pour des températures comprises entre 1000 et 1200°C. Le Tableau III-18 propose un résumé de l'ensemble des évolutions de la microstructure discutées dans ce chapitre, ainsi que les mécanismes métallurgiques qui peuvent en être responsables.

Tableau III-18 : Récapitulatif des évolutions de la microstructure observées en torsion et en compression, et les mécanismes métallurgiques associés.

Température de déformation	Nuances ODS		Nuance non renforcée	
	Évolution de la microstructure	Mécanismes dominants associés	Évolution de la microstructure	Mécanismes dominants associés
1000°C	- Présence des grains allongés - Développement d'une texture cristallographique - Formation d'une quantité importante de sous-joints (LAB)	- Déformation en volume de grains (plasticité intragranulaire) - Restauration dynamique / recristallisation dynamique continue	- Affinement de la microstructure - Présence des grains allongés - Développement d'une texture cristallographique - Formation de plus de LAB en comparaison avec les nuances ODS	- Déformation en volume de grains plus active (absence de précipités) - Recristallisation dynamique continue
1200°C	- Grains relativement équiaxes - Texture cristallographie faible - Formation de moins de LAB en comparaison avec 1000°C - Endommagement intergranulaire sévère (en torsion)	- Déformation intragranulaire limitée - Accommodation de la déformation aux niveaux des joints de grains	- Texture cristallographique proche de celle observée à 1000°C - Formation de moins de LAB en comparaison avec 1000°C.	- Recristallisation dynamique continue - Mobilité des joints de grains - Consommation des sous-joints par les joints en mouvement.

Enfin, il est intéressant de signaler que la présence de la recristallisation dynamique discontinue dans ces nuances n'est pas complètement exclue. Bien que ce mécanisme soit peu probable dans les aciers ferritiques à cause de leur forte énergie de défaut d'empilement, l'existence de certains petits grains d'orientation aléatoire laisse néanmoins penser à la possibilité qu'ils soient recristallisés selon un mécanisme discontinu (germination et croissance). Cependant, la préexistence de ce type de grains dans la microstructure avant même la déformation rend très compliqué la conclusion sur leur origine. Le scénario de croissance anormale de grains lors du préchauffage des poudres avant consolidation par filage à chaud est privilégié. La précipitation intervenant ensuite fige la microstructure, et les grains les plus petits sont plus durs (effet de taille), et se déforment donc par la suite plus difficilement, que les gros grains.

Les résultats de ce chapitre ont permis de comprendre l'effet de la température, du taux de renfort et du mode de chargement mécanique sur les évolutions de la microstructure à haute température des matériaux ODS.

3.4 Conclusion

L'objectif de cette troisième partie a été d'étudier le comportement des nuances ODS sous chargement monotone à haute température. Des essais de torsion et de compression ont été réalisés à différentes conditions de déformation. Ensuite, la rhéologie et la microstructure obtenues ont été caractérisées. Trois nuances ferritiques contenant 14% de Cr à différents taux de renfort ont été testées. Les rôles respectifs des conditions de sollicitation et des précipités sur les mécanismes de déformation peuvent être alors proposés. Les principales conclusions de ces essais thermomécaniques sont les suivantes :

- Grâce au renforcement par les nano-oxydes, les matériaux ODS présentent une meilleure résistance mécanique à haute température par rapport à la nuance non renforcée. Leur ductilité en torsion est en contrepartie limitée.
- La ductilité des matériaux ODS tend à augmenter avec la vitesse de sollicitation. Cette tendance peut être attribuée au rôle des joints de grains dans la déformation plastique. Il paraît donc que celui-ci est d'autant plus important que la vitesse de sollicitation est faible.
- En l'absence de renfort, la matrice ferritique présente des paramètres rhéologiques similaires à ceux des aciers conventionnels. Les nuances ODS en revanche présentent une sensibilité à la vitesse de déformation plus faible, une énergie d'activation plus élevée, et un volume d'activation réduit. Ces tendances peuvent indiquer l'activation des mécanismes différents selon la température pendant la déformation à chaud.
- Les analyses microstructurales après déformation en torsion et en compression révèlent un rôle important de la température et du taux de renfort dans les évolutions de la microstructure sous chargement mécanique. Les microstructures présentent une évolution d'autant plus importante que la température et/ou le taux de renfort sont limités. Dans ces conditions, des processus de types **restauration dynamique et recristallisation dynamique continue** gouvernent les évolutions de la microstructure. Au contraire, si l'on augmente la température et/ou le taux de renfort, la déformation s'accompagne d'une évolution limitée de la microstructure et de la texture, notamment en torsion où un endommagement sévère aux niveaux des joints de grains est observé. Des chapelets d'oxydes, présents dans certains joints de grains, constituent des sites préférentiels pour la germination de ces porosités d'endommagement.
- Ce dernier phénomène, en affaiblissant mécaniquement les joints de grains, semble réduire l'activité des dislocations au sein des grains, et par conséquent ralentir le processus de recristallisation. Cet effet semble s'accroître avec la température.
- Le comportement observé après déformation à 1200°C des aciers ODS ne peut pas être interprété par des mécanismes de plasticité classique et de recristallisation dynamique. Dans ce cas, nous analysons les résultats obtenus par des **mécanismes d'accommodation de la déformation aux joints de grains**.
- De manière générale, une augmentation de la température et/ou du taux de renfort entraîne un rôle plus important des joints de grains dans les mécanismes de déformation plastique. Ceci se traduit par un volume d'activation faible et une énergie d'activation élevée montrant ainsi le mouvement difficile des dislocations à l'intérieur des grains. Dans ce cas, la déformation se fait essentiellement près des joints de grains, et le grain peut alors être assimilé à un noyau dur entouré d'une zone, près du joint, qui présente une certaine activité plastique (Figure III-42). Le comportement de ce matériau peut être rapproché, dans une certaine mesure, de celui des matériaux nanocristallins, et il peut mener à des déformations plastiques hétérogènes à l'échelle de la structure granulaire.

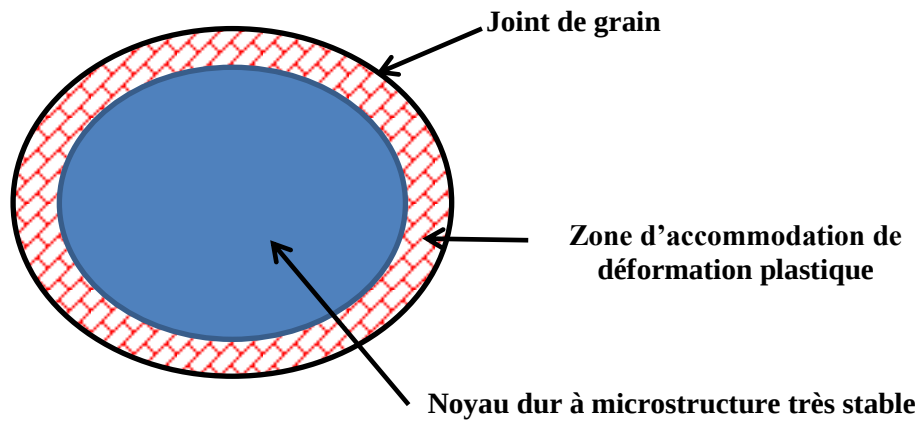


Figure III-42 : Schéma d'un grain présentant une activité intra-granulaire faible.

CONCLUSION GÉNÉRALE

Les aciers inoxydables renforcés par dispersion d'oxydes nanométriques (ODS) sont envisagés comme matériaux de gainage des futurs Réacteurs à Neutrons Rapides refroidis au Sodium (RNR-Na). Ces aciers ODS, traditionnellement obtenus par métallurgie des poudres, présentent à la fois un faible gonflement sous irradiation grâce à leur structure cubique centrée, et un bon comportement en fluage à haute température dû à la présence des renforts nanométriques.

Ces matériaux complexes présentent une forte anisotropie à l'état de tube. Celle-ci se forme pendant l'étape de la mise en forme à chaud, notamment par filage, et elle est plus forte dans les nuances ODS ferritiques. L'optimisation de leur gamme de fabrication nécessite donc de comprendre l'origine et les mécanismes de formation de cette anisotropie. Au cours de ces travaux de thèse, plusieurs aciers ferritiques à 14% de Cr et à différents taux de renfort en titane et en yttrium ont été étudiés dans différentes conditions de déformation afin de comprendre les évolutions de la microstructure accompagnant leur transformation à chaud. Pour cela, des essais de filage interrompus et des essais thermomécaniques de torsion et de compression à chaud (1000-1200°C) ont été réalisés.

Les matériaux ODS présentent une microstructure hétérogène constituée de deux populations de grains ; de petits grains de quelques centaines de nm, et de gros grains microniques. En fonction de leur taille, les grains ne se comportent pas de la même manière sous chargement mécanique. Ainsi, les grains les plus petits sont plus durs (effet de taille), et se déforment donc plus difficilement que les gros grains. Les analyses fines de microstructures de déformation par EBSD ont révélé une forte influence des conditions de déformation et du taux de renfort sur les évolutions observées.

Nous avons analysé dans un premier temps les évolutions de la microstructure à partir des culots de filage. L'absence de l'endommagement en filage permet d'imposer des niveaux de déformation élevés (de l'ordre de 3). Dans ces conditions une déformation importante des (gros) grains est observée. Après réorganisation des dislocations créées en sous-joints par restauration dynamique, ces derniers se transforment graduellement, par augmentation de leur désorientation, en joints de grains au cours de la déformation. Ainsi, les grains d'origine se fragmentent au fur et à mesure en nouveaux petits grains, conduisant à la formation d'une microstructure plus fine avec une texture cristallographique marquée. Ces évolutions sont attribuables à un mécanisme de recristallisation dynamique continue, qui devient plus efficace en réduisant la quantité de renfort introduite dans la matrice, car les dislocations y deviennent plus mobiles (diminution de la force d'ancrage appliquée par les précipités).

La complexité et l'hétérogénéité du chargement associé au procédé du filage, comme nous avons pu le montrer par simulation numérique, ont mené à conduire des essais thermomécaniques dans des conditions de déformation contrôlées. Des essais de torsion et de compression ont donc été réalisés à des températures comprises entre 1000 et 1200°C, correspondant au domaine de la mise en forme à chaud des aciers ODS. La rhéologie et la microstructure obtenues ont été analysées.

Les essais ont confirmé l'impact des précipités sur le comportement mécanique, et les microstructures induites à haute température. Les nuances renforcées présentent une résistance mécanique nettement meilleure qu'en l'absence de nano-renforts. Dans certaines conditions particulières, les matériaux testés présentent des évolutions typiques de la recristallisation dynamique continue, notamment dans le cas où les températures de déformation et/ou les taux de renfort sont modérés. Les grains se déforment alors de façon intragranulaire, développent des sous-structures, et tendent à se texturer. Les composantes majeures de cette texture dépendent alors du type de sollicitation. Ces évolutions microstructurales sont minorées par

une augmentation de la température et/ou du taux de renfort. Ainsi, après déformation à 1200°C, les nuances ODS présentent une texture cristallographique et morphologique faible, et développent moins de sous-joints faiblement désorientés. Dans ces conditions, le comportement observé peut être expliqué par un phénomène d'accommodation de déformation aux joints de grains. Le grain présente alors une structure cœur-peau, avec un cœur rigide peu propice aux mouvements de dislocations et une déformation plus active au voisinage des joints.

À température élevée, le rôle des joints de grains devient significatif dans les mécanismes de déformation plastique. L'endommagement aux joints de grains est observé, notamment en torsion. En filage et en compression, il est aussi possible que ce type de plasticité intervienne, mais la très forte triaxialité de ces modes de chargement empêche tout endommagement aux joints de grains. En compression, on constate cependant des tendances fortes à la localisation de déformation sous forme de bandes de cisaillement.

Pour le filage, la formation d'une texture cristallographique marquée est le traceur d'une activité intragranulaire importante, notamment dans les gros grains. Les petits grains en revanche, évoluent peu au cours de la déformation, et peuvent alors être assimilés à des billes dures qui glissent les unes par rapport aux autres pour accommoder la déformation. Pour ces petits grains, la déformation est alors essentiellement intergranulaire.

Les résultats obtenus laissent finalement penser qu'une concurrence entre les phénomènes de déformation inter et intragranulaire existe dans ces nuances élaborées par métallurgie des poudres. En fonction du type de sollicitation, des conditions de déformation et du taux de renfort, les contributions respectives des deux phénomènes varient conduisant, selon les cas, à des évolutions plus ou moins significatives de la microstructure lors de la déformation à chaud.

PERSPECTIVES

Le travail réalisé dans cette thèse porte sur les évolutions de la microstructure lors de la déformation à chaud des aciers ODS ferritiques. Il ouvre des perspectives assez larges afin d'améliorer encore la connaissance du comportement de ces matériaux à haute température, et par conséquent d'optimiser leur gamme de fabrication à chaud. Au regard des conditions de service envisagées, l'anisotropie des nuances ODS ferritiques reste un point clef. Des perspectives d'amélioration technologiques sont donc formulées dans ce sens. D'autre part, de nouvelles questions scientifiques sont révélées par cette étude ouvrant des perspectives plus générales sur la transformation à chaud des aciers ODS.

Perspectives technologiques

Nous avons montré la possible concurrence entre les phénomènes de déformation inter et intragranulaire. L'apport de chacun de ces deux mécanismes dépend des conditions de déformation et de la quantité de renfort introduite dans la matrice ferritique. En jouant sur cette concurrence, il serait possible de réduire l'anisotropie qui se forme pendant le filage en favorisant un type de mécanisme au détriment de l'autre. Il faudrait pour cela explorer deux possibilités :

- Favoriser la **plasticité intragranulaire** en réduisant la quantité des précipités présents dans le matériau. Ceci améliorerait le mouvement de dislocations et leur faculté à s'organiser en parois, ce qui conduirait donc à une recristallisation dynamique plus efficace permettant une fragmentation complète des gros grains. Les analyses réalisées sur la nuance renforcée en Ti montrent la formation d'une microstructure plus homogène après filage en l'absence de précipités très fins. Cependant, ces précipités sont indispensables pour assurer les propriétés en fluage de ces matériaux, il faudrait donc investiguer l'effet d'une quantité de renfort (Ti et Y_2O_3) réduite sur la recristallisation dynamique, tout en assurant un comportement satisfaisant en fluage.
- Favoriser l'**accommodation intergranulaire** en jouant sur les conditions de déformation. Les analyses des essais de torsion et de compression ont montré que ce mécanisme devient important à haute température. L'accommodation de la déformation aux joints de grains est également favorisée par les faibles vitesses de sollicitation. Il est donc souhaitable d'envisager une mise en forme à plus haute température (1200°C par exemple), et à des vitesses plus basses. Dans ces conditions, on s'approche du formage superplastique. Des essais de compression à faibles vitesses (10^{-3} s^{-1} par exemple) seront utiles afin de vérifier la pertinence de cette option.

Par ailleurs, l'étude a montré le rôle important des joints de grains dans la déformation des aciers ODS à haute température. Certains d'entre eux sont ancrés par des chapelets d'oxydes qui constituent des sites préférentiels pour la germination des porosités d'endommagement. Ces chapelets jouent un rôle crucial dans l'endommagement observé en torsion, mais aussi en fluage qui constitue le mode de sollicitation subi par les tubes de gainage dans un réacteur nucléaire. De ce point de vue, ces chapelets d'oxydes dégradent la tenue mécanique des joints de grains. Nous supposons que la contamination de la poudre broyée par des éléments tels que l'oxygène favorise leur formation. La réduction de cette contamination est possible par la manipulation de la poudre sous une atmosphère inerte dans une boîte à gants. La maîtrise de ce nouveau procédé, et l'analyse de ses conséquences sur les propriétés mécaniques des aciers ODS produits est actuellement à l'étude.

Perspectives scientifiques

Les travaux présentés permettent d'estimer les évolutions de la microstructure des aciers ODS ferritiques en fonction de la température, du taux de renfort et du type de chargement, mais l'influence de la vitesse de déformation devrait faire l'objet d'investigations supplémentaires. Des éprouvettes déformées, dans le cadre de cette thèse, en torsion et en compression à des vitesses allant jusqu'à 5 s^{-1} sont à caractériser.

Les mesures EBSD réalisées sur les différents culots de filage permettent d'accéder à bon nombre de paramètres microstructuraux (taille de grains, désorientations des joints, densité de dislocations...). Ces paramètres constituent une banque de données pour alimenter un modèle de recristallisation dynamique continue (RDC) afin de prédire les évolutions de la microstructure au cours du filage en fonction des conditions de déformation. Un modèle de fragmentation basé sur les travaux de modélisation de la RDC de Gourdet et Montheillet (2003) pourrait être employé. Le modèle serait d'abord à valider sur la nuance non renforcée, puis à tester sur les nuances ODS en prenant en compte la présence des précipités (effet Zener pinning). Par ailleurs, il serait également intéressant de réunir les éléments permettant une description quantitative des mécanismes d'accommodation de la déformation aux joints de grains. Des observations MET in-situ pendant la déformation, en traction par exemple, aux températures de mise en forme, permettraient de disposer de données expérimentales sur la mobilité des dislocations au voisinage des joints de grains en regard de celles se trouvant au cœur des grains. Le mécanisme exact d'accommodation pourrait être davantage cerné, et comparé au comportement des matériaux nanocristallins.

De plus, il serait aussi intéressant d'élargir le plan d'expérience d'essais déjà réalisés en explorant notamment des vitesses plus basses et plus élevées afin d'enrichir les données expérimentales disponibles, et de tracer, en fonction des conditions de déformation, les domaines de prédominance de différents mécanismes d'accommodation de la déformation.

Enfin, les caractérisations microstructurales de la nuance non renforcée déformée en compression révèlent la formation d'une microstructure en bandes. L'observation de cette microstructure pour un matériau obtenu par métallurgie des poudres permet d'écarter l'hypothèse de l'hétérogénéité chimique. L'origine de cette microstructure mérite donc d'être investiguée davantage en s'appuyant notamment sur des simulations numériques de plasticité d'agrégats polycristallins.

BIBLIOGRAPHIE

- Abouaf, M., (1986). Modélisation numérique de la déformation à chaud de poudres métalliques. *Journal of Theoretical and Applied Mechanics*, 121-140.
- Adachi, H., Osamura, K., Kikuchi, K. and Kusui, J., (2005). Effect of Zr Addition on Dynamic Recrystallization during Hot Extrusion in Al Alloys. *Materials Transactions*, Vol. 46, No. 2.
- Alamo, A., Lambard, V., Averty, X. and Mathon, M.H., (2004). Assessment of ODS-14%Cr ferritic alloy for high temperature applications. *Journal of Nuclear Materials*, 329-333, Part A: 333-337.
- Asaro, R.J. and Suresh, S., (2005). Mechanistic models for the activation volume and rate sensitivity in metals with nanocrystalline grains and nano-scale twins. *Acta Materialia*, 53: 3369-3382.
- Ashby, M.F. and Verrall, R.A., (1973). Diffusion-accommodated flow and superplasticity. *Acta Metallurgica*, 21: 149-163.
- Baccino, R. and Moret, F., (2000). Numerical modeling of powder metallurgy processes. *Materials & Design*, 21: 359-364.
- Baczynski, J. and Jonas, J.J., (1996). Texture development during the torsion testing of alpha iron and two IF steels. *Acta Materialia*, 44: 4273-4288.
- Ball, A., (1997). Superplasticity in the aluminium-zinc eutectoid - an early model revisited. *Materials Science and Engineering: A*, 234-236: 365-369.
- Bao, Y. and Wierzbicki, T., (2005). On the cut-off value of negative triaxiality for fracture. *Engineering Fracture Mechanics*, 72: 1049-1069.
- Baudin, T., (2010). Analyse EBSD - Principe et cartographies d'orientations. *Techniques de l'Ingénieur*, Référence M4138.
- Blandin, J.J. and Suery, M., (1996). Superplasticité. *Techniques de l'Ingénieur*, M613.
- Blum, W., Zhu, Q., Merkel, R. and McQueen, H.J., (1996). Geometric dynamic recrystallization in hot torsion of Al-5Mg-0.6Mn (AA5083). *Materials Science and Engineering: A*, 205: 23-30.
- Bogaard, R.H., Desai, P.D., Li, H.H. and Ho, C.Y., (1993). Thermophysical properties of stainless steels. *Thermochimica Acta*, 218: 373-393.
- Boulnat, X., (2014). Elaboration par Spark Plasma Sintering d'aciers ODS : Relations entre procédé, microstructure et propriétés mécaniques Thèse de doctorat - INSA Lyon:
- Boulnat, X., Perez, M., Fabregue, D., Douillard, T., Mathon, M.-H. and De Carlan, Y., (2013). Microstructure Evolution in Nano-reinforced Ferritic Steel Processed By Mechanical Alloying and Spark Plasma Sintering. *Metallurgical And Materials Transactions A* : 1485-1497.
- Brionnet, L., Jonas, J.J. and Montheillet, F., (1996). A mechanical interpretation of the activation energy of high temperature deformation in two phase materials. *Acta Materialia*, 44: 1665-1672.
- Brocq, M., (2010). Synthèse et caractérisation d'un acier ODS préparé par un procédé inspiré du broyage réactif - Etude de l'influence des conditions de broyage et recuit. Thèse de doctorat - Université de Rennes 1.
- Brocq, M., Radiguet, B., Poissonnet, S., Cuvilly, F., Pareige, P. and Legendre, F., (2011). Nanoscale characterization and formation mechanism of nanoclusters in an ODS steel elaborated by reactive-inspired ball-milling and annealing. *Journal of Nuclear Materials*, 409: 80-85.
- Castan, C., Montheillet, F. and Perlade, A., (2013). Dynamic recrystallization mechanisms of an Fe-8% Al low density steel under hot rolling conditions. *Scripta Materialia*, 68: 360-364.
- Chauvy, C., Barberis, P. and Montheillet, F., (2006). Microstructure transformation during warm working of alpha-treated lamellar Zircaloy-4 within the upper alpha-range. *Materials Science and Engineering: A*, 431: 59-67.
- Couvrat, M., (2011). Fabrication d'aciers ODS à haute performance : relation procédé microstructure propriétés mécaniques. Thèse de l'université de Rennes 1.

- Cram, D.G., (2009). Modelling discontinuous dynamic recrystallization using a physically based model for nucleation. *Acta Materialia* 57, 5218–5228.
- de Castro, V., Leguey, T., Munoz, A., Monge, M.A., Pareja, R., Marquis, E.A., Lozano-Perez, S. and Jenkins, M.L., (2009). Microstructural characterization of Y2O3 ODS Fe-Cr model alloys. *Journal of Nuclear Materials*, 386-388: 449-452.
- Dubuisson, P., de Carlan, Y., Garat, V. and Blat, M., (2012). ODS Ferritic/martensitic alloys for Sodium Fast Reactor fuel pin cladding. *Journal of Nuclear Materials*, 428: 6-12.
- Evans, G., (1938). *Iron and Steel Industry* 11.
- Fields, D.S. and Backofen, W.A., (1979). Determination of Strain Hardening Characteristics by Torsion Testing. *Proceedings ASTM* 57: 583 - 591.
- Fournier, B., Steckmeyer, A., Rouffie, A.L., Malaplate, J., Garnier, J., Ratti, M., Wident, P., Ziolek, L., Tournie, I., Rabeau, V., Gentzbittel, J.M., Kruml, T. and Kubena, I., (2012). Mechanical behaviour of ferritic ODS steels - Temperature dependancy and anisotropy. *Journal of Nuclear Materials*, 430: 142-149.
- François, D., Pineau, A. and A., Z., (1995). *Comportement mécanique des matériaux*. ed. Hermès. Vol. 1: Elasticité et plasticité.
- Gao, F., Song, B., Xu, Y. and Xia, K., (2000). Substructural changes during hot deformation of an Fe-26Cr ferritic stainless steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 31: 21-27.
- Gao, H., Huang, Y., Nix, W.D. and Hutchinson, J.W., (1999). Mechanism-based strain gradient plasticity-I. Theory. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 47: 1239-1263.
- Garcia-Junceda, A., Hernandez-Mayoral, M. and Serrano, M., (2012). Influence of the microstructure on the tensile and impact properties of a 14Cr ODS steel bar. *Materials Science and Engineering: A*, 556: 696-703.
- Glover G. and C.M., S., (1973). Recovery and recrystallization during high temperature deformation of α -iron. *Metallurgical Transactions* 4 765-775.
- Gourdet, S. and Montheillet, F., (1995). Recristallisation Continue au Cours de la Déformation à Chaud d'un Aluminium 1200. *Journal de Physique IV. Colloque C3, supplément au Journal de Physique III, Volume 5*.
- Gourdet, S. and Montheillet, F., (2003). A model of continuous dynamic recrystallization. *Acta Materialia*, 51: 2685-2699.
- Hsiang, S.-H. and Liao, C.-S., (1997). Study on hot extrusion of tubes. *Journal of Materials Processing Technology*, 63: 254-259.
- Humphreys, F.J. and Hatherly, M., (2004). *Recrystallization and related annealing phenomena*, Second edition. Elsevier.
- Inoue, M., Kaito, T. and Ohtsuka, S., (2007). Research and development of ODS ferritic steels for sodium cooled fast reactor breeder reactor fuels. NATO Advanced Study Institute, 24 Septembre-6 Octobre 2007, Cargese, Corsica, France.
- Jacob, G., (1976). *Le filage à chaud par le procédé Ugine-Séjournet*. Editions du CNRS Mise en forme des métaux et alliages.
- Jazaeri, H. and Humphreys, F.J., (2004). The transition from discontinuous to continuous recrystallization in some aluminium alloys: II – annealing behaviour. *Acta Materialia*, 52: 3251-3262.
- Kang, C.G., Jung, Y.J. and Kwon, H.C., (2002). Finite element simulation of die design for hot extrusion process of Al/Cu clad composite and its experimental investigation. *Journal of Materials Processing Technology*, 124: 49-56.
- Kasada, R., Lee, S.G., Isselin, J., Lee, J.H., Omura, T., Kimura, A., Okuda, T., Inoue, M., Ukai, S., Ohnuki, S., Fujisawa, T. and Abe, F., (2011). Anisotropy in tensile and ductile-brittle transition behavior of ODS ferritic steels. *Journal of Nuclear Materials*, 417: 180-184.

- Kassner, M.E. and Barrabes, S.R., (2005). New developments in geometric dynamic recrystallization. *Materials Science and Engineering: A*, 410-411: 152-155.
- Kim, J.H., Byun, T.S. and Hoelzer, D.T., (2010). Tensile fracture characteristics of nanostructured ferritic alloy 14YWT. *Journal of Nuclear Materials*, 407: 143-150.
- Kim, J.H., Byun, T.S. and Hoelzer, D.T., (2012). Stress relaxation behavior of nanocluster-strengthened ferritic alloy at high temperatures. *Journal of Nuclear Materials*, 425: 147-155.
- Kim, S.-I. and Yoo, Y.-C., (2002). Continuous Dynamic Recrystallization of AISI 430 Ferritic Stainless Steel. *Metals and Materials International*, 8: 7-13.
- Kim, S.I., Lee, Y. and Byon, S.M., (2003). Study on constitutive relation of AISI 4140 steel subject to large strain at elevated temperatures. *Journal of Materials Processing Technology*, 140: 84-89.
- Kothari, M., (1997). Polycrystalline Elasto-Viscoplasticity : Application to BCC metals. PhD - Massachusetts Institute of Technology.
- Kubin, L.P. and Mortensen, A., (2003). Geometrically necessary dislocations and strain-gradient plasticity: a few critical issues. *Scripta Materialia*, 48: 119-125.
- Lasalmonie, D., (1999). Hot isostatic pressing of nickel based superalloy powder net shape simulation and microstructural evolution. PhD Université de Grenoble 1, France.
- Lebensohn, R.A. and Tomé, C.N., (1993). A selfconsistent approach for the simulation of plastic deformation and texture development of polycrystals: application to zirconium alloys. *Acta Materialia*, 41: 2611-2624.
- Lescoat, M.L., Ribis, J., Gentils, A., Kaïtasov, O., de Carlan, Y. and Legris, A., (2012). In situ TEM study of the stability of nano-oxides in ODS steels under ion-irradiation. *Journal of Nuclear Materials*, 428: 176-182.
- Liu, J., (2011). A new kinetics model of dynamic recrystallization for magnesium alloy AZ31B. *Materials Science and Engineering A* 529, 300-310.
- Loyer-Prost, M., (2014). Elaboration d'aciers renforcés par dispersion de nano-oxydes en tant que matériaux de structure pour les réacteurs nucléaires de Génération IV. Thèse de doctorat - INSA Rennes.
- McQueen, H.J. and Ryan, N.D., (2002). Constitutive analysis in hot working. *Materials Science and Engineering: A*, 322: 43-63.
- Mehtonen, S.V., Karjalainen, L.P. and Porter, D.A., (2013). Hot deformation behavior and microstructure evolution of a stabilized high-Cr ferritic stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*, 571: 1-12.
- Mehtonen, S.V., Palmiere, E.J., Misra, R.D.K., Karjalainen, L.P. and Porter, D.A., (2014). Dynamic restoration mechanisms in a Ti-Nb stabilized ferritic stainless steel during hot deformation. *Materials Science and Engineering: A*, 601: 7-19.
- Montheillet, F., (2009). Métallurgie en mise en forme à chaud. *Technique de l'ingénieur M3031*.
- Montheillet, F. and Briottet, L., (2009a). Endommagement et ductilité en mise en forme. *Techniques de l'Ingénieur, M3032*.
- Montheillet, F., Cohen, M. and Jonas, J.J., (1984). Axial stresses and texture development during the torsion testing of Al, Cu and alpha iron *Acta Metall.*, 32: 2077-2089.
- Montheillet, F., Lurdos, O. and Damamme, G., (2009b). A grain scale approach for modeling steady-state discontinuous dynamic recrystallization. *Acta Materialia*, 57: 1602-1612.
- Musin, F., Kaibyshev, R., Motohashi, Y. and Itoh, G., (2004). High strain rate superplasticity in a commercial Al-Mg-Sc alloy. *Scripta Materialia*, 50: 511-516.
- Ning, Y., Yao, Z., Fu, M.W. and Guo, H., (2011). Recrystallization of the hot isostatic pressed nickel-base superalloy FGH4096 : I. Microstructure and mechanism. *Materials Science and Engineering A* 528: 8065– 8070.

- Okada, H., Ukai, S. and Inoue, M., (1996). Effects of grain morphology and texture on high temperature deformation in ODS ferritic steels. *Journal of nuclear science and technology*, 33: 936-943.
- Oliveira, T.R. and Montheillet, F., (2002). hot torsion tests of 11% Cr stabilized ferritic stainless steels : rheological parameters, microstructure and texture 4th European Stainless Steels Congress, Paris, 10-13 Juin 2002, Editions de la Revue de Métallurgie, 2: 70-75.
- Oliveira, T.R. and Montheillet, F., (2005). Texture evolution during direct and reversed hot torsion tests of stabilized ferritic stainless steels. *Materials Science Forum*, 495-497: 477-482.
- Onuki, Y., Okayasu, K. and Fukutomi, H., (2012). Texture Development in Ferritic Steels during High Temperature Uniaxial Compression Deformation. *Materials Science Forum*, 702 - 703: 810-813.
- Oudin, A., Hodgson, P.D. and Barnett, M.R., (2008). EBSD analysis of a Ti-IF steel subjected to hot torsion in the ferritic region. *Materials Science and Engineering: A*, 486: 72-79.
- Padmanabhan, K.A. and Basariya, M.R., (2009). Mesoscopic grain boundary sliding as the rate controlling process for high strain rate superplastic deformation. *Materials Science and Engineering: A*, 527: 225-234.
- Ponge, D. and Gottstein, G., (1997). Necklace formation during dynamic recrystallization: mechanisms and impact on flow behavior, *Acta Metallurgica In*: 46, 69-80.
- Praud, M., (2012). Plasticité d'alliages renforcés par nano-précipitation Thèse de doctorat, Université Toulouse 3 Paul Sabatier (UT3 Paul Sabatier).
- Praud, M., Momprou, F., Malaplate, J., Caillard, D., Garnier, J., Steckmeyer, A. and Fournier, B., (2012). Study of the deformation mechanisms in a Fe-14% Cr ODS alloy. *Journal of Nuclear Materials*, 428: 90-97.
- Ratti, M., (2009). Développement de nouvelles nuances d'aciers ferritiques/ Martensitiques pour le gainage d'éléments combustibles des réacteurs à neutrons rapides au sodium. Thèse de doctorat - Institut Polytechnique de Grenoble.
- Ribis, J., Lescoat, M.L., Zhong, S.Y., Mathon, M.H. and de Carlan, Y., (2013). Influence of the low interfacial density energy on the coarsening resistivity of the nano-oxide particles in Ti-added ODS material. *Journal of Nuclear Materials*, 442: S101-S105.
- Sadeghi, A. and Pekguleryuz, M., (2011). Recrystallization and texture evolution of Mg-3%Al-1%Zn-(0.4-0.8)%Sr alloys during extrusion. *Materials Science and Engineering: A*, 528: 1678-1685.
- Sakai, T., Belyakov, A., Kaibyshev, R., Miura, H. and Jonas, J.J., (2014). Dynamic and post-dynamic recrystallization under hot, cold and severe plastic deformation conditions. *Progress in Materials Science*, 60: 130-207.
- Sejournet, J., (1975). Filage de l'acier et des métaux difficiles à déformer. *Techniques de l'Ingénieur M640*, M640:
- Semiatin, S.L., Seetharaman, V. and Weiss, I., (1999). Flow behavior and globularization kinetics during hot working of Ti-6Al-4V with a colony alpha microstructure. *Materials Science and Engineering: A*, 263: 257-271.
- Serrano, M., Hernandez-Mayoral, M. and Garcia-Junceda, A., (2012). Microstructural anisotropy effect on the mechanical properties of a 14Cr ODS steel. *Journal of Nuclear Materials*, 428: 103-109.
- Shima, S. and Oyane, M., (1976). Plasticity theory for porous metals. *Int. J. Mechanical Sciences*, 18: 285-291.
- Smith, C.S., (1948). Grains, phases and interfaces: An interpretation of microstructure *Trans. Met. Soc. AIME*, 175: 15-51.
- Snape, G., Clift, S. and Bramley, A., (2002). Parametric sensitivity analyses for FEA of hot steel forging. *Journal of Materials Processing Technology*, 125-126: 353-360.

- Sokolov, M.A., Hoelzer, D.T., Stoller, R.E. and McClintock, D.A., (2007). Fracture toughness and tensile properties of nano-structured ferritic steel 12YWT. *Journal of Nuclear Materials*, 367-370, Part A: 213-216.
- Solberg, J.K., McQueen, H.J., Ryum, N. and Nes, E., (1989). Influence of ultra-high strains at elevated temperature on the microstructure of aluminium. Part I. *Philos. Mag. A*, 60, pp. 447-471.
- Sornin, D., Grosdidier, T., Malaplate, J., Tiba, I., Bonnaillie, P., Allain-Bonasso, N. and Nunes, D., (2013a). Microstructural study of an ODS stainless steel obtained by Hot Uni-axial Pressing. *Journal of Nuclear Materials*, 439: 19-24.
- Sornin, D., Karch, A. and Barcelo, F., (2013b). Finite element method simulation of the hot extrusion of a powder metallurgy stainless steel grade. *Int. J. Mater. Form.*, Under press DOI 10.1007/s12289-013-1156-5.
- Steckmeyer, A., (2012). Caractérisation et modélisation du comportement mécanique à haute température des aciers ferritiques renforcés par dispersion d'oxydes. Thèse de doctorat - Ecole des Mines Paris-Tech.
- Steckmeyer, A., Praud, M., Fournier, B., Malaplate, J., Garnier, J., Béchade, J.L., Tournié, I., Tancray, A., Bougault, A., Bonnaillie, P. and Baluc, N., (2010). Tensile properties and deformation mechanisms of a 14Cr ODS ferritic steel. *Journal of Nuclear Materials* 405, 95–100.
- Steckmeyer, A., Rodrigo, V.H., Gentzittel, J.M., Rabeau, V. and Fournier, B., (2012). Tensile anisotropy and creep properties of a Fe-14CrWTi ODS ferritic steel. *Journal of Nuclear Materials* 426, 182-188.
- Sugino, Y., Ukai, S., Leng, B., Oono, N., Hayashi, S., Kaito, T. and Ohtsuka, S., (2014). Grain boundary sliding at high temperature deformation in cold-rolled ODS ferritic steels, *Journal of Nuclear Materials* 452, 628-632.
- Sugino, Y., Ukai, S., Leng, B., Tang, Q., Hayashi, S., Kaito, T. and Ohtsuka, S., (2011). Grain boundary deformation at high temperature tensile tests in ODS ferritic steel. *ISIJ International*, 51: 982-986.
- Tanaka, K., Otsuka, M. and Yamagata, H., (1999). Effect of orientation and purity on the dynamic recrystallization of aluminum single crystals with multi glide systems. *Materials Transactions Jim*, 40: 242-247.
- Toualbi-Bénévise, L., (2012). Optimisation de la gamme de fabrication de tubes en acier renforcés par une dispersion nanométrique d'oxydes (ODS) : compréhension des relations microstructure / propriétés mécaniques Thèse de doctorat. Ecole des Mines ParisTech.
- Toualbi, L., Cayron, C., Olier, P., Malaplate, J., Praud, M., Mathon, M.H., Bossu, D., Rouesne, E., Montani, A., Logé, R. and de Carlan, Y., (2012). Assessment of a new fabrication route for Fe-9Cr-1W ODS cladding tubes. *Journal of Nuclear Materials*, 428: 47-53.
- Tsuji, N., Matsubara, Y. and Saito, Y., (1997). Dynamic recrystallization of ferrite in interstitial free steel. *Scripta Materialia*, 37: 477-484.
- Ukai, S., Harada, M., Okada, H., Inoue, M., Nomura, S., Shikakura, S., Asabe, K., Nishida, T. and Fujiwara, M., (1993). Alloying design of oxide dispersion strengthened ferritic steel for long life FBRs core materials. *Journal of Nuclear Materials*, 204: 65-73.
- Ukai, S., Okuda, T., Fujiwara, M., Kobayashi, T., Mizuta, S. and Nakashima, H., (2002). Characterization of high temperature creep properties in recrystallized 12Cr-ODS ferritic steel claddings. *Journal of nuclear science and technology*, 39: 872-879.
- Unifantowicz, P., Oksiuta, Z., Olier, P., Carlan, Y.d. and Baluc, N., (2011). Microstructure and mechanical properties of an ODS RAF steel fabricated by hot extrusion or hot isostatic pressing. *Fusion Engineering and Design* 86, 2413–2416.
- Valiev, R.Z., O. A. Kaibyshev, V. V. Astanin and A. K. Emaletdinov, (1983). The Nature of Grain Boundary Sliding and the Superplastic Flow. *Phys. stat. sol.* , 78, 439-448.

- Wei, Q., Cheng, S., Ramesh, K.T. and Ma, E., (2004a). Effect of nanocrystalline and ultrafine grain sizes on the strain rate sensitivity and activation volume: fcc versus bcc metals. *Materials Science and Engineering: A*, 381: 71-79.
- Wei, Q., Kecskes, L., Jiao, T., Hartwig, K.T., Ramesh, K.T. and Ma, E., (2004b). Adiabatic shear banding in ultrafine-grained Fe processed by severe plastic deformation. *Acta Materialia*, 52: 1859-1869.
- Williams, C.A., Smith, G.D.W. and Marquis, E.A., (2012). The effect of Ti on the coarsening behavior of oxygen-rich nanoparticles in oxide-dispersion-strengthened steels after annealing at 1200 °C. *Scripta Materialia*, 67: 108-111.
- Yamagata, H., (1992). Dynamic recrystallization of single-crystalline aluminum during compression tests. *Scripta Metallurgica et Materialia*, 27: 727-732.
- Yvon, P. and Carre, F., (2009). Structural materials challenges for advanced reactor systems. *Journal of Nuclear Materials* 385, 217–222.
- Zhang, G., Zhou, Z., Sun, H., Zou, L., Wang, M. and Li, S., (2013). Hot deformation behavior and processing map of a 9Cr ferritic/martensitic ODS steel. *Proceedings of the 16th International Conference on Fusion Reactor Materials (ICFRM-16)*, Beijing, China, 20th - 26th October, 2013.
- Zhang, W.F., Sha, W., Yan, W., Wang, W., Shan, Y.Y. and Yang, K., (2014). Analysis of deformation behavior and workability of advanced 9Cr-Nb-V ferritic heat resistant steels. *Materials Science and Engineering: A*, 604: 207-214.
- Zhong, S.Y., (2012). Étude des évolutions microstructurales à haute température en fonction des teneurs initiales en Y, Ti et O et, de leur incidence sur les hétérogénéités de déformation dans les aciers ODS Fe-14Cr1W. Thèse de doctorat - Université Paris-Sud.

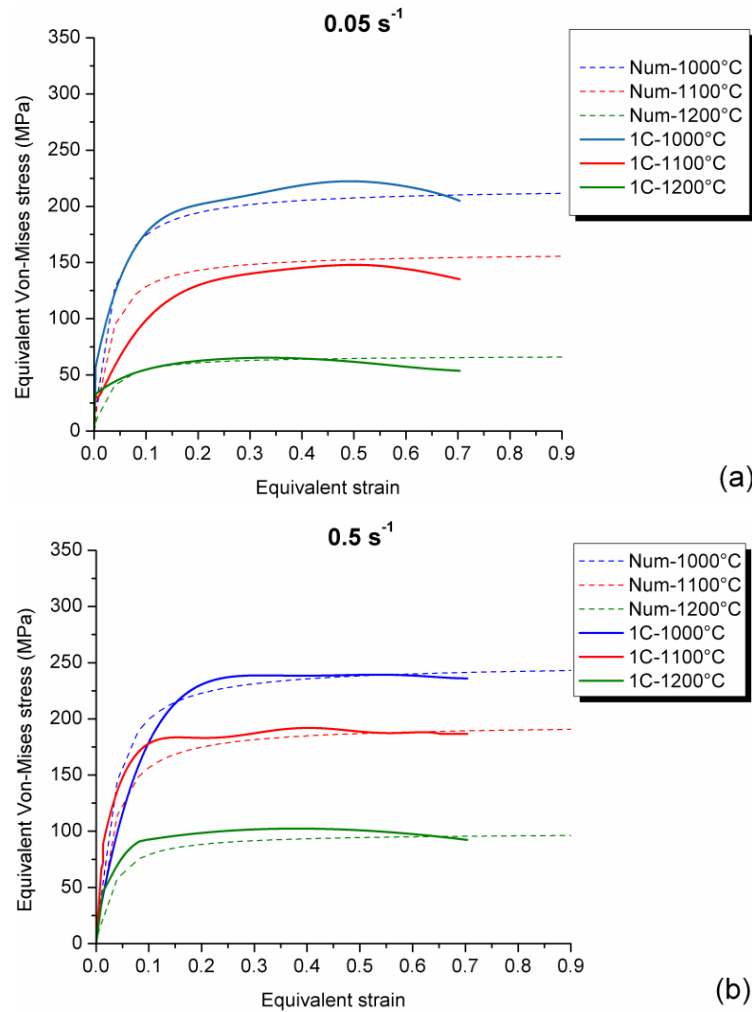
ANNEXES

Annexe A-1. Identification d'une loi de comportement des aciers ODS à haute température

L'identification des paramètres a été réalisée afin de reproduire au mieux les courbes de torsion obtenues pour différentes conditions de déformation. Une loi viscoplastique, de type Hansel-Spittel, prenant en compte la température, la déformation, et la vitesse de déformation a été utilisée :

$$\sigma_0 = \left(\sigma_y + A \cdot e^{-\left(\frac{n1}{\bar{\epsilon}}\right)} \cdot \dot{\bar{\epsilon}}^{\frac{n2}{[Ts-T]}} \right) \cdot e^{\frac{-n3}{[Ts-T]}}$$

Cette identification a été faite à partir des courbes contrainte-déformation de la nuance ODS fortement renforcée. La Figure A-1 présente les résultats obtenus.



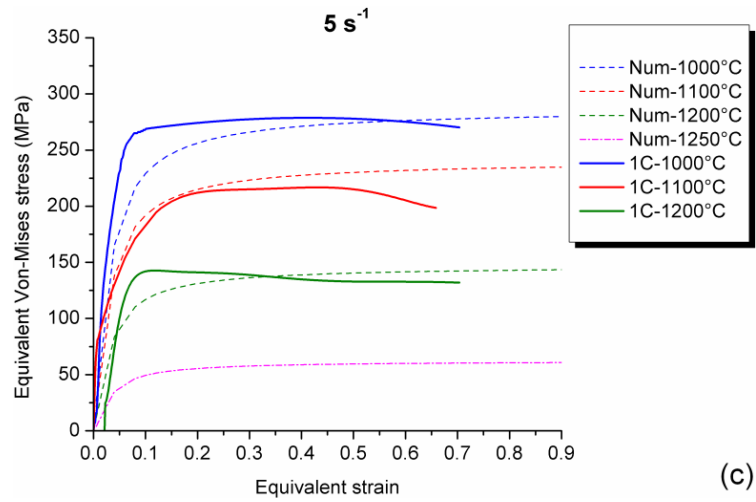


Figure A-1 : Identification, à partir des essais de torsion à chaud, des paramètres d'une loi de comportement pour la nuance ODS fortement renforcée. Ligne : courbe expérimentale, pointillé: courbe numérique.

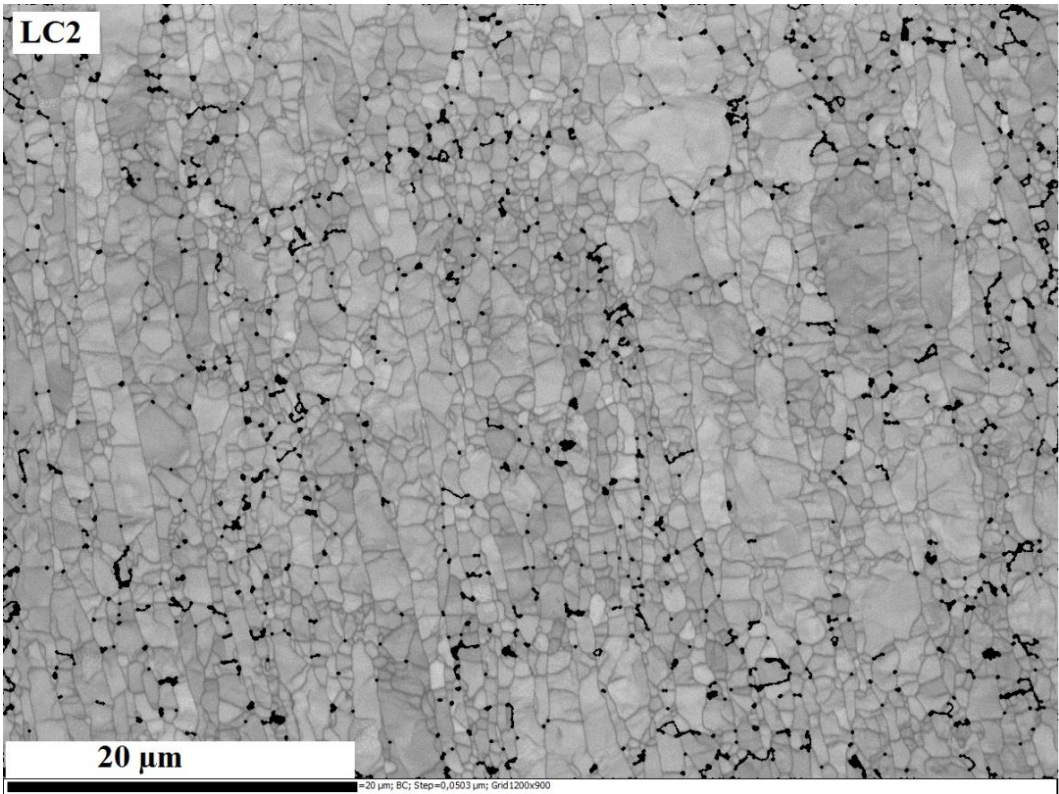
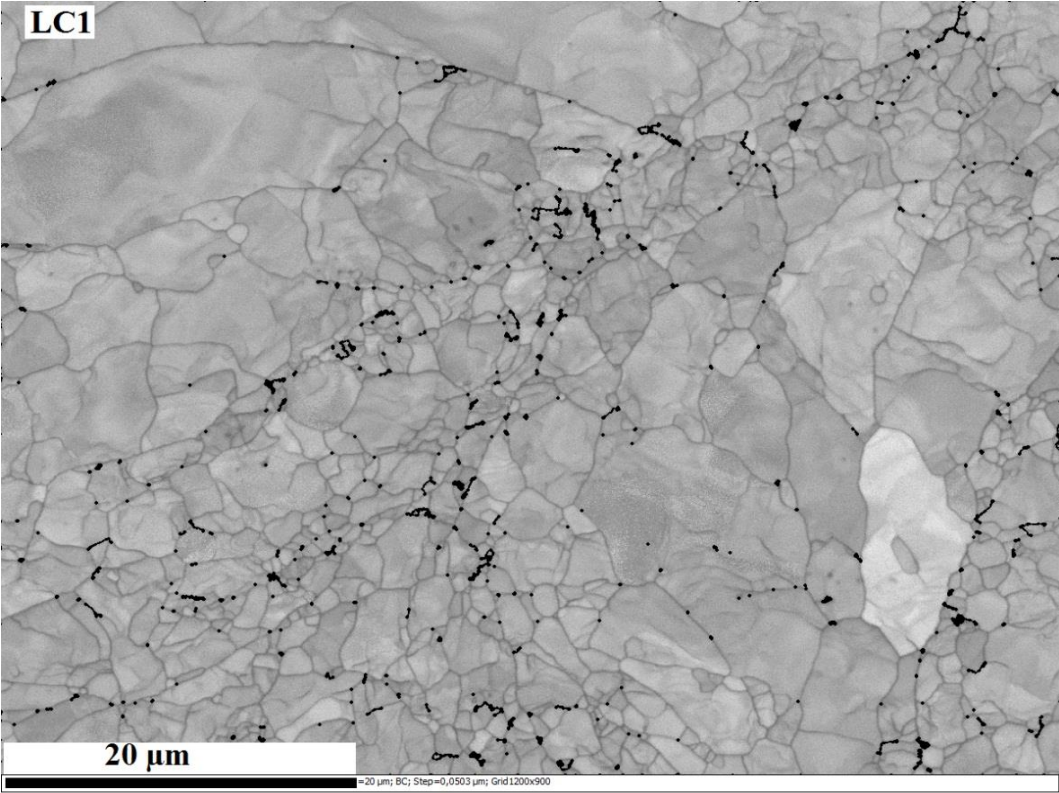
Les courbes ci-dessous correspondent aux paramètres suivants :

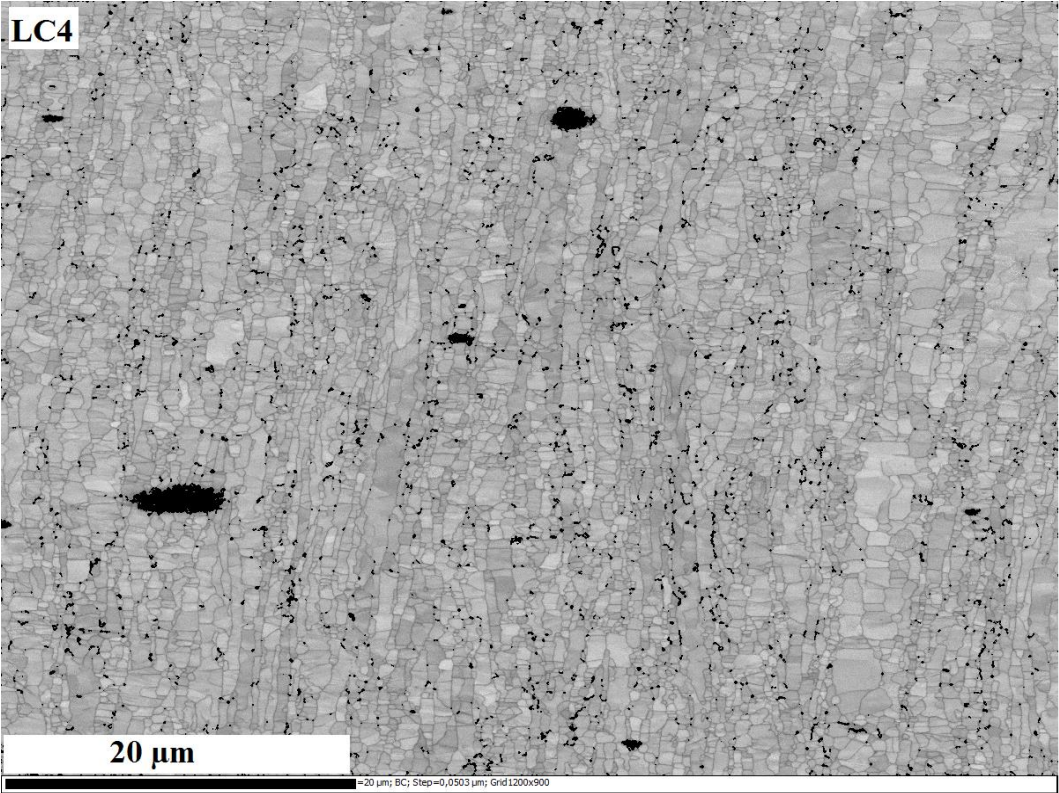
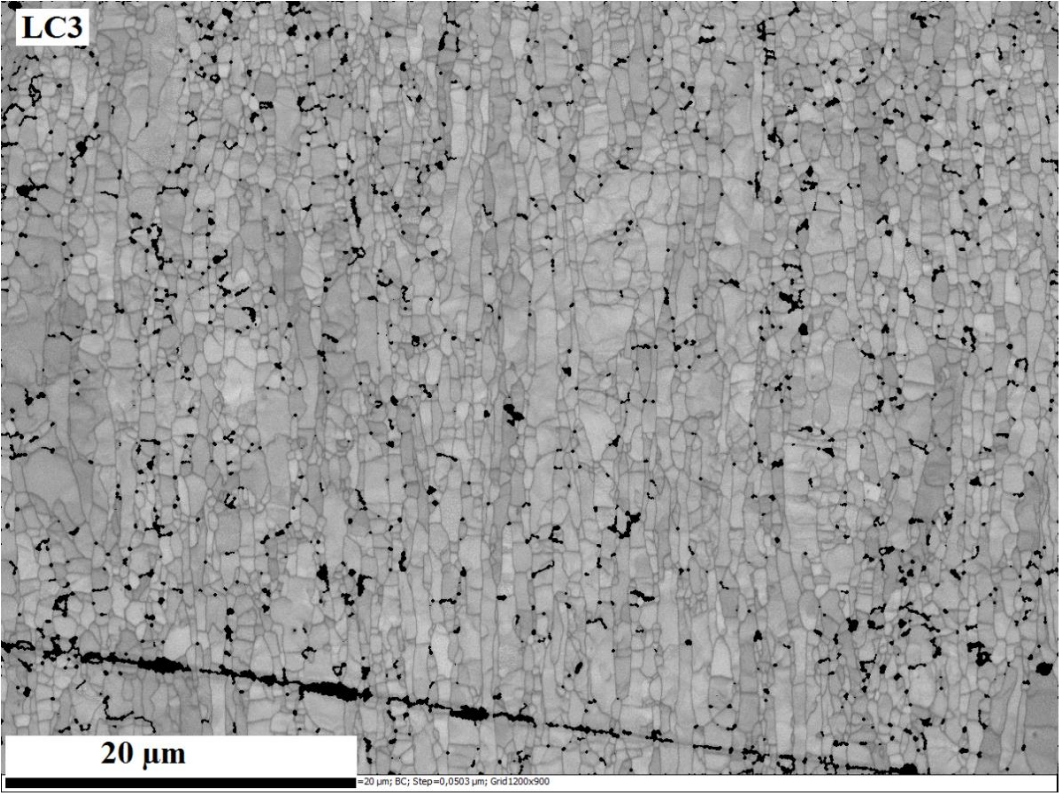
	σ_y	A	n1	n2	n3	Ts
Acier ODS	40	375	0.025	21	145	1310

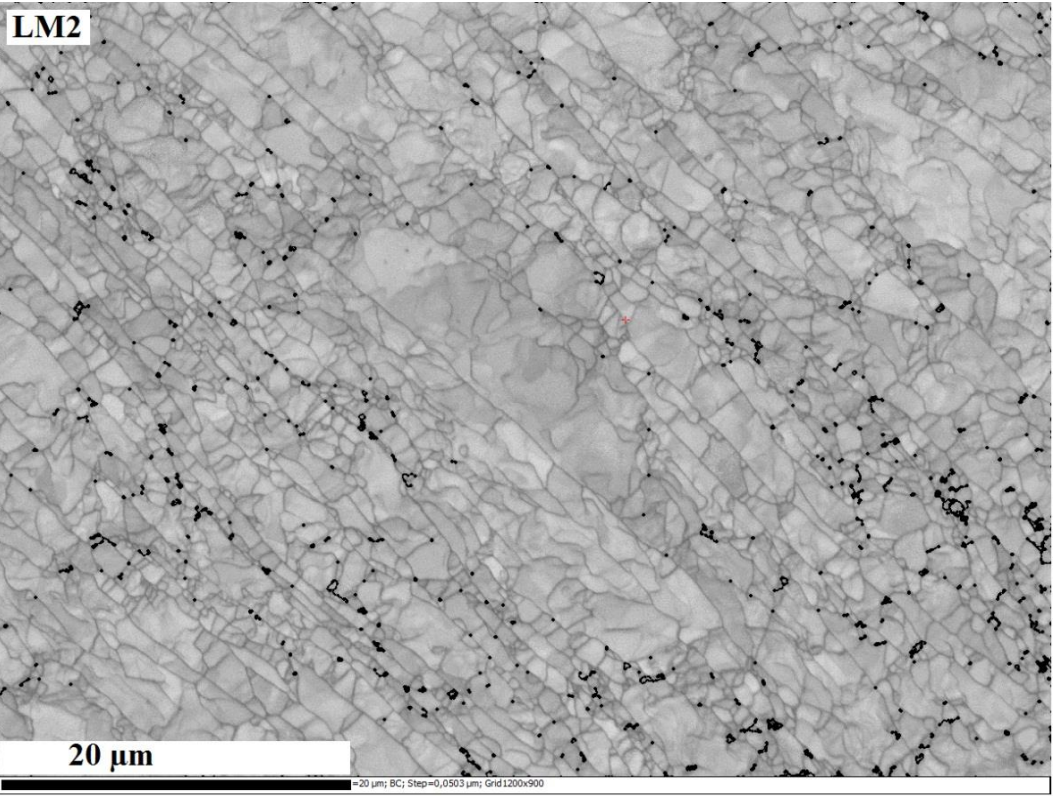
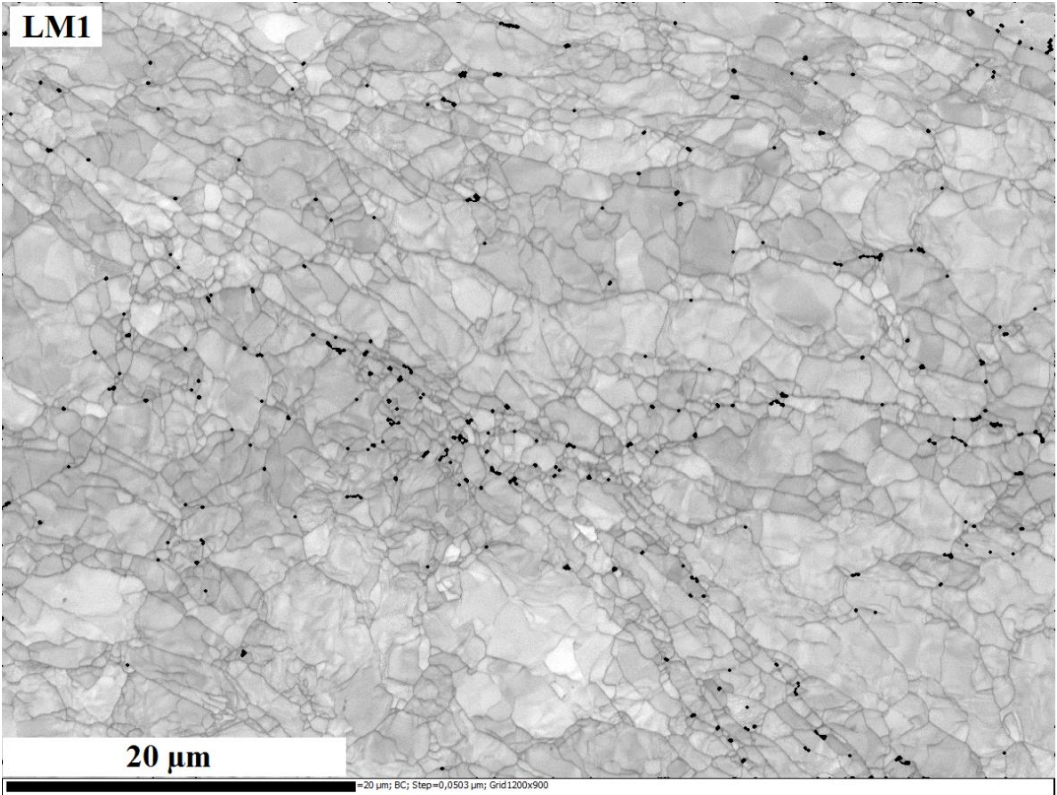
Annexe A-2. Cartographies EBSD en « Band Contrast »

Parmi les données sauvegardées lors de l'acquisition des données EBSD, il y a un paramètre qui présente la qualité du cliché EBSP, c'est le « Band contrast ». Si le cliché n'est pas net, et que les bandes de Kikuchi sont diffuses, ce paramètre est mauvais (en gris foncé sur la carte). Ceci est généralement dû à la présence d'une densité conséquente de dislocations (zones déformées). Au contraire, si les bandes sont nettes, ce paramètre est bon (en gris clair sur la carte). Les cartographies de Band Contrast donnent une excellente visualisation des grains et des sous-joints de grains, comme nous pouvons le voir sur la Figure A-2. Elle présente l'évolution de la microstructure, suivant deux lignes de courant (Ligne centrale, LC et Ligne médiane, LM), au cours du filage à chaud de la nuance ODS de référence.

Avec cette présentation, les sous-structures qui se développent au sein des gros grains sont bien visibles. Les grains allongés apparaissant sur les cartographies de la Figure II-17 sont en réalité chargés de parois faiblement désorientées.







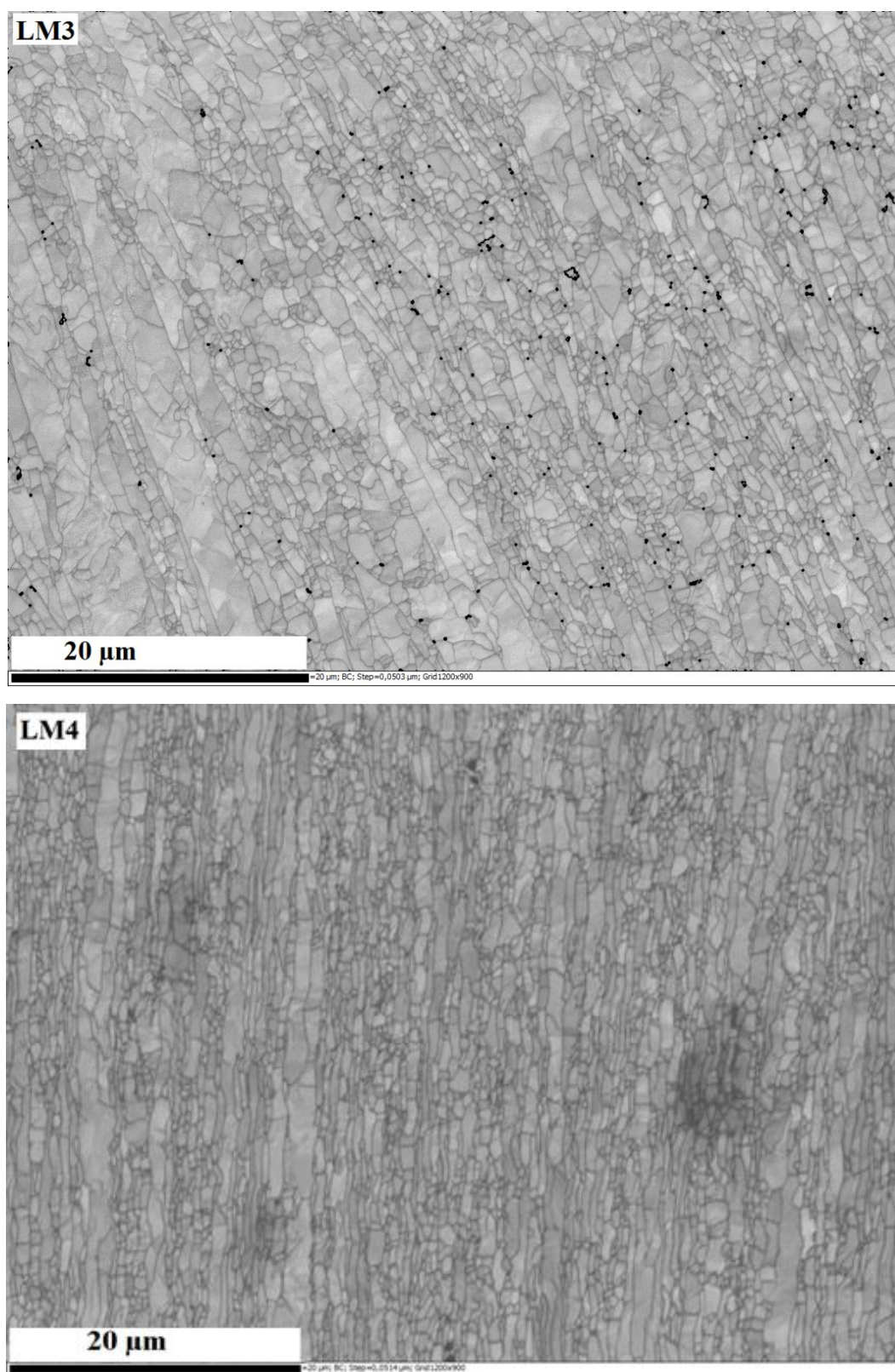


Figure A-2 : Cartographies EBSD en Band Contrast de la nuance ODS de référence à différents stades du filage.

Annexe A-3. Cartographies de désorientations intragranulaires

La Figure A-3 présente l'évolution des désorientations au sein des grains au cours du filage pour la nuance ODS de référence. Ces désorientations sont calculées à l'aide du KAM au 3^{ème} voisin avec un pas de mesure de 50 nm.

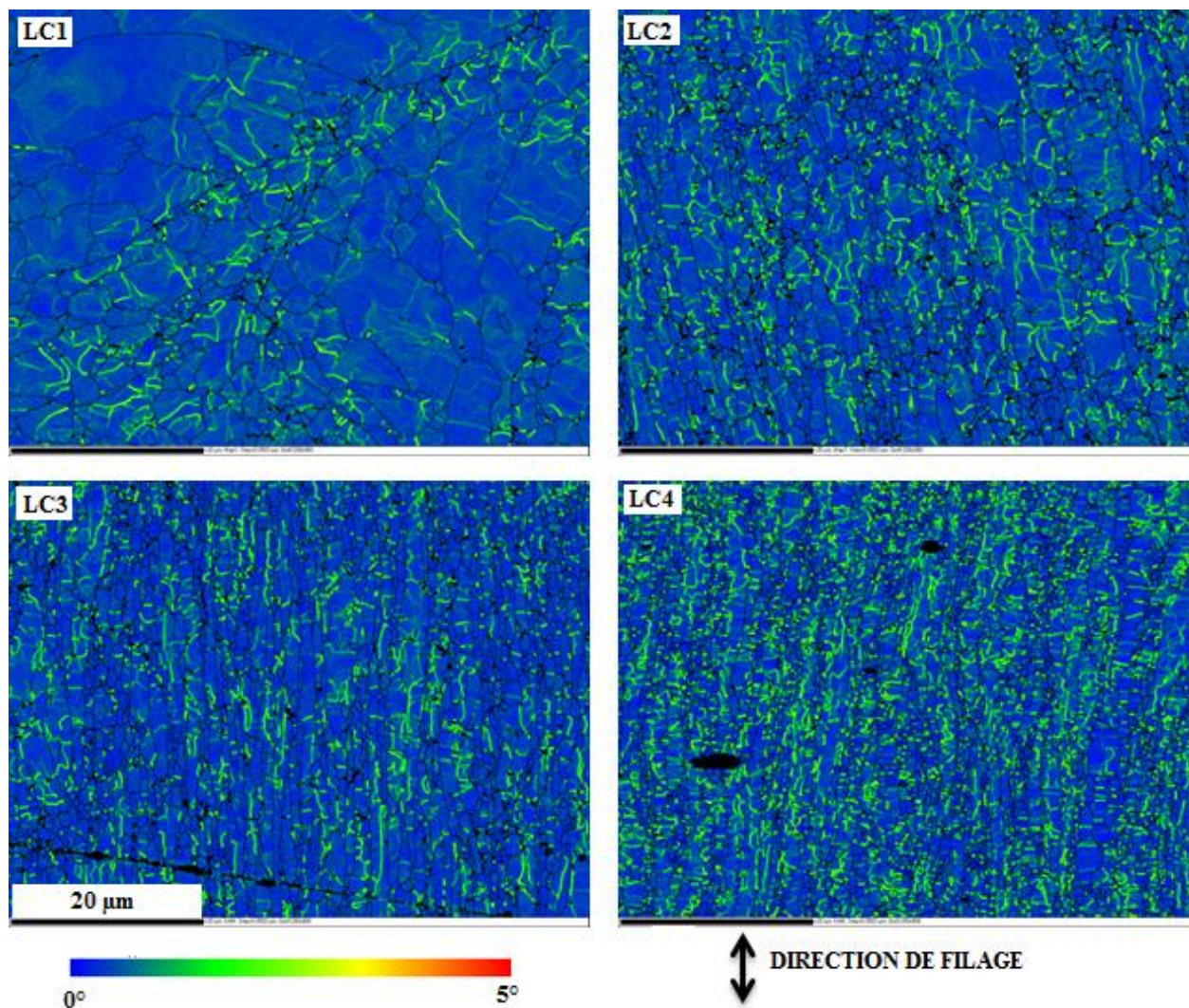


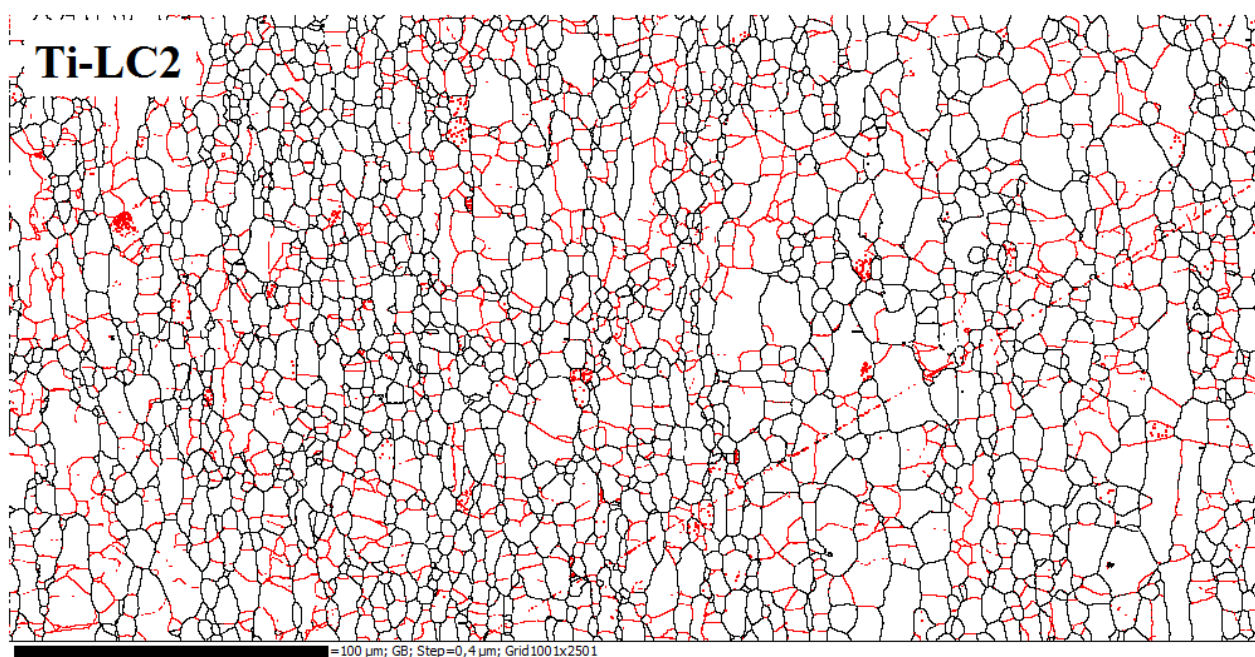
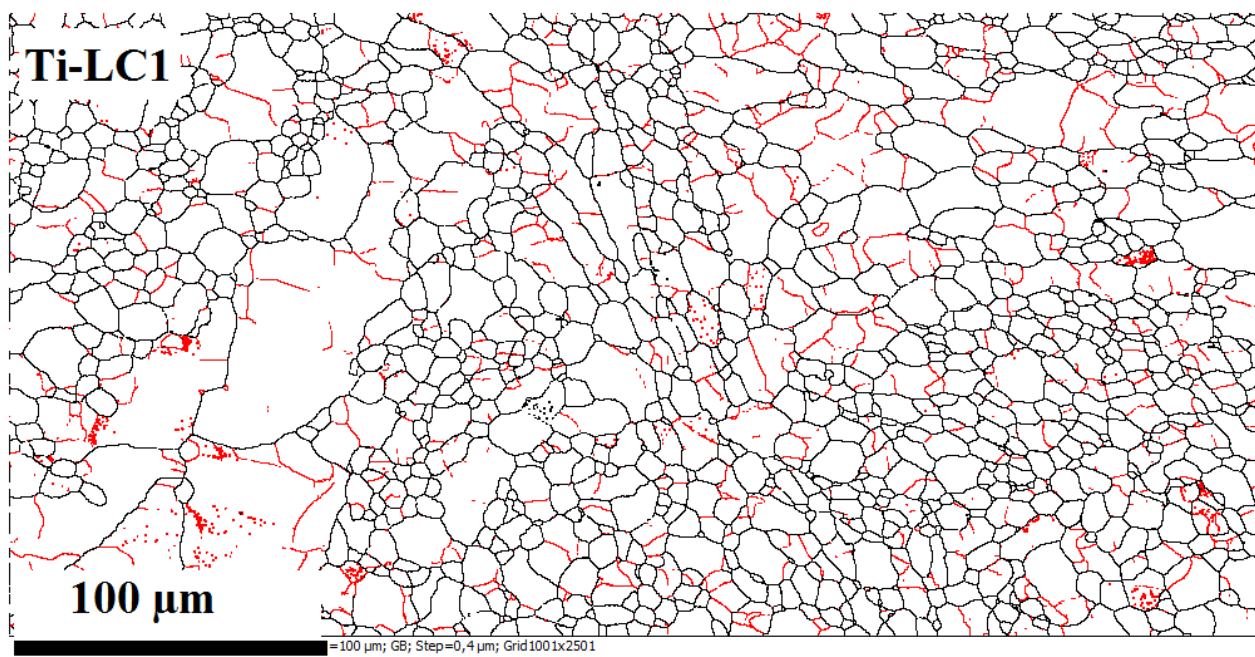
Figure A-3 : Désorientations intragranulaires dans la nuance ODS de référence suivant la ligne centrale du culot de filage (3^{ème} voisins).

On constate que dès les premières étapes du filage, le matériau développe des sous-joints, et ceux-ci se multiplient au cours de la déformation. À l'état filé, les grains sont très chargés en sous-structures, dont certaines peuvent se développer près des joints de grains. Notons aussi que les sous-joints sont généralement faiblement désorientés (1° environ).

Annexe A-4. Cartographies des joints de grains

À partir des mesures EBSD, il est aussi possible de présenter les résultats sous forme des cartographies des joints de grains. La Figure A-4 montre l'évolution de la microstructure de la nuance renforcée en titane suivant la ligne centrale du culot de filage.

Toutes les cartographies sont à la même échelle. La convention de représentation des parois est la suivante : $2 \leq \theta < 10^\circ$: paroi rouge (sous-joint), et $\theta \geq 10^\circ$: paroi noire (joint).



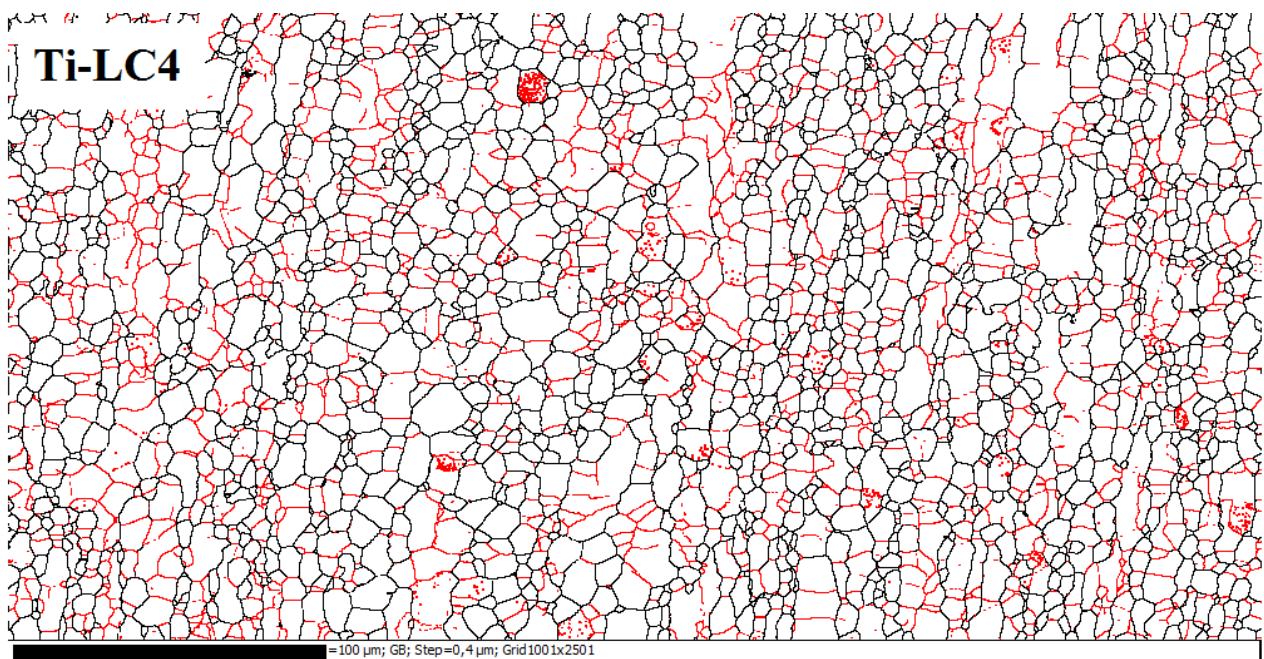
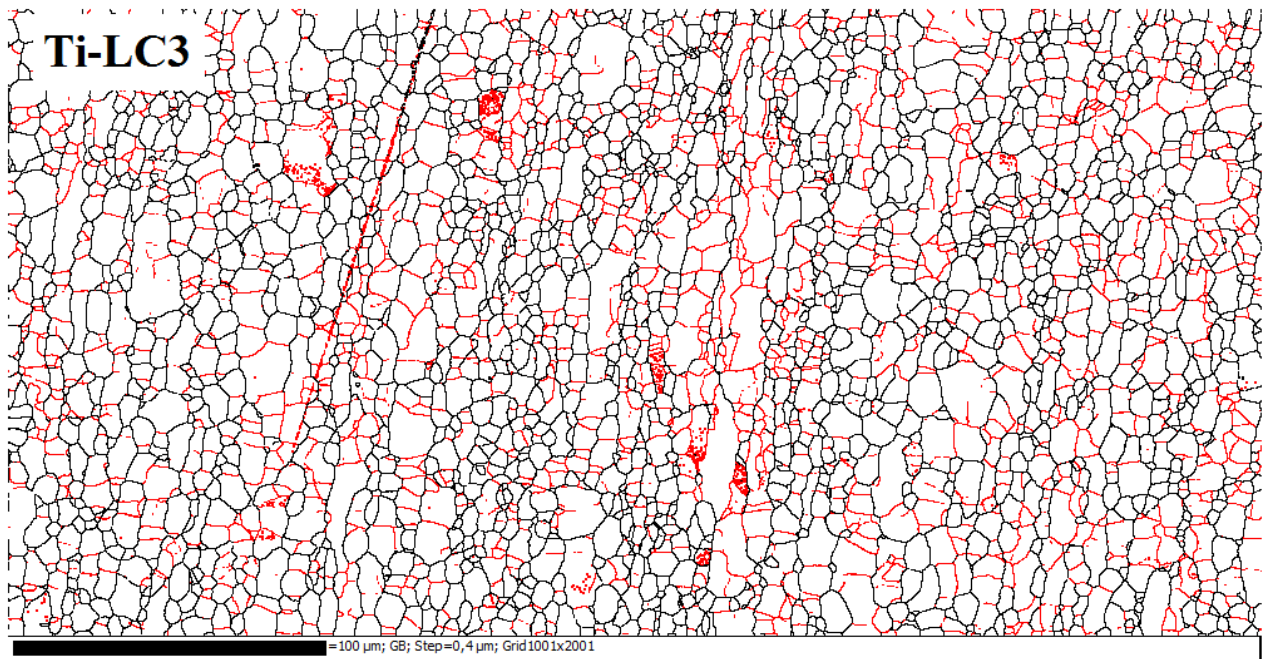


Figure A-4 : Cartographies des joints de grains de la nuance renforcée en titane à différents stades du filage.

Annexe A-5. Caractérisation de la nuance renforcée en titane en torsion

La nuance renforcée en titane présente des précipités plus gros par rapport aux nuances ODS standards. Ils sont constitués essentiellement de TiO_2 avec une taille moyenne de l'ordre 45 nm. De ce fait, elle est considérée comme étant une nuance intermédiaire entre les nuances ODS et la nuance non renforcée analysées dans cette étude.

En plus de l'étude microstructurale du culot de filage, cette nuance a été également sollicitée en torsion dans les mêmes conditions que les précédentes nuances, à savoir 0.05 s^{-1} et des températures comprises entre 1000 et 1200°C. En raison de l'absence des précipités fins, la nuance renforcée en titane est environ deux fois plus ductile que la nuance ODS de référence. À titre d'exemple, le niveau de déformation à rupture à 1100°C atteint une valeur de 2.

Les deux éprouvettes déformées jusqu'à rupture à 1000 et 1100°C ont été préparées et analysées par EBSD. La Figure A-5 présente les cartographies d'orientations cristallines obtenues. Le pas de mesure étant de 0.1 μm .

On constate que la température de déformation influence les évolutions de la microstructure ; les grains apparaissent légèrement plus gros après déformation à 1100°C qu'à 1000°C. Leurs tailles moyennes, à 1000 et à 1100°C, sont d'environ 4.2 et 5.3 μm , respectivement. Globalement on note un affinement de la microstructure après déformation en torsion. Rappelons que l'état non déformé de cette nuance présente une taille de grains moyenne d'environ 7.8 μm .

De plus, les porosités d'endommagement apparaissent souvent sur les joints de grains. Un phénomène déjà observé dans les nuances ODS, et qui confirme les faibles propriétés mécaniques des joints de grains sous chargement mécanique à haute température dans ces nuances élaborées par métallurgie des poudres.

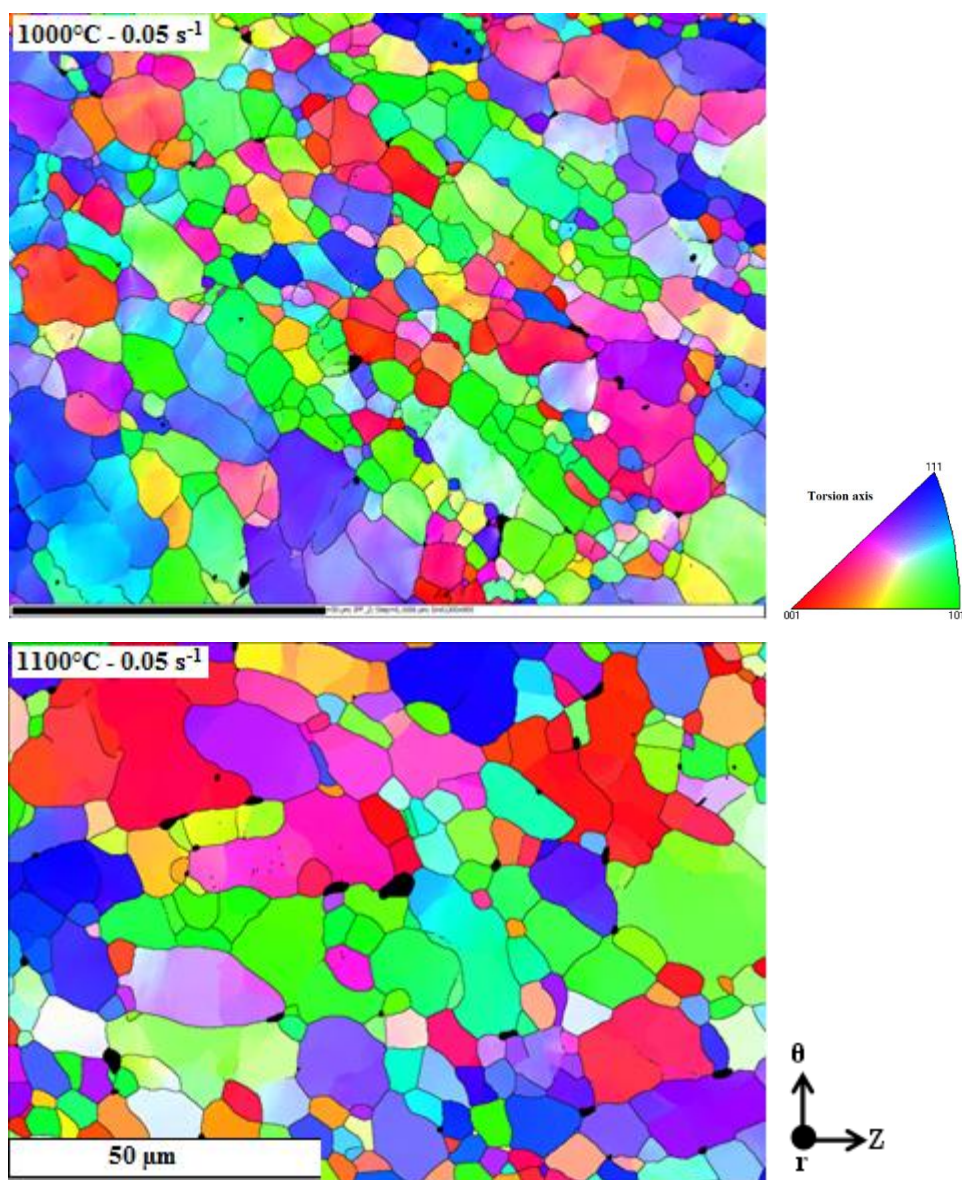
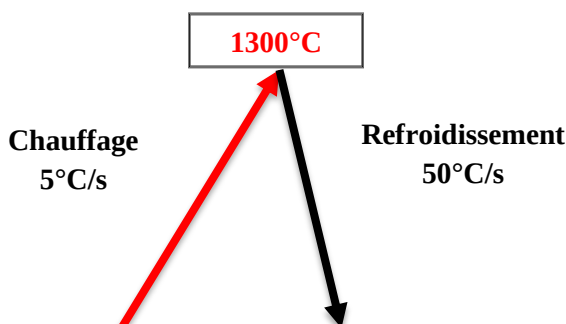


Figure A-5 : Microstructure de la nuance renforcée en titane après déformation en torsion, à 0.05 s^{-1} , jusqu'à rupture à deux températures : 1000°C ($\bar{\epsilon} = 1.5$), et 1100°C ($\bar{\epsilon} = 2$).

Annexe A-6. Mesures dilatométrie et calorimétrie

L'objectif de ces mesures était de détecter une éventuelle transformation de phases $\alpha \Rightarrow \gamma + \alpha$ dans la nuance non renforcée (acier ferritique Fe-14%Cr-1% W avec 1000ppm de C en impuretés), et mesurer dans le cas échéant la température Ac1.

Concernant l'essai de dilatométrie, le cycle thermique appliqué à l'échantillon, sous un environnement neutre (He), est illustré de la manière suivante :



La courbe de dilatométrie obtenue est présentée sur la Figure A-6.

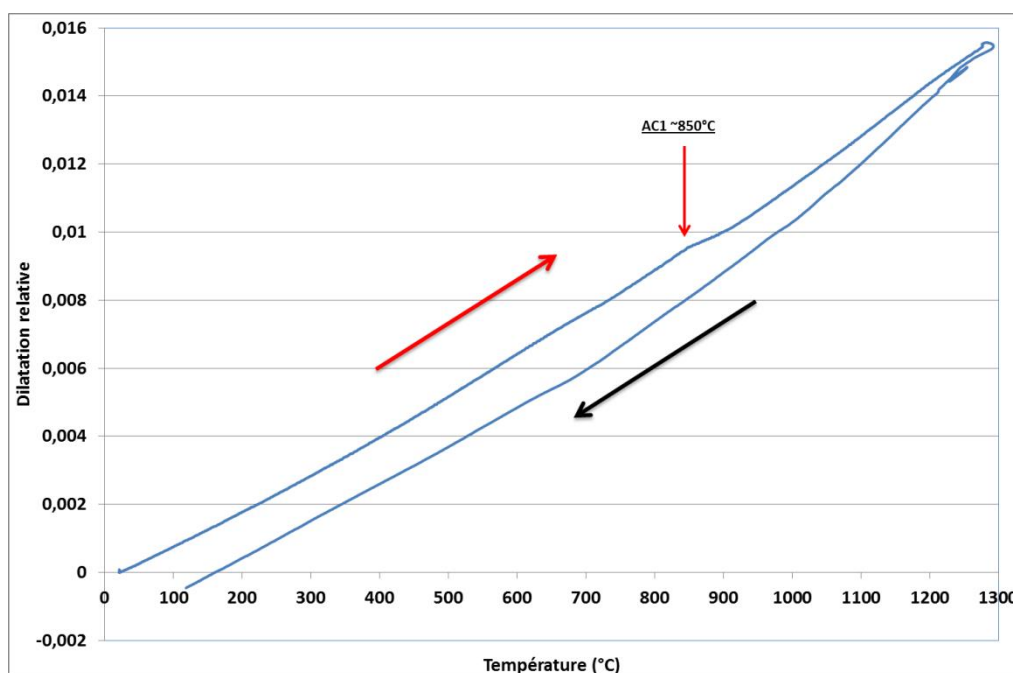
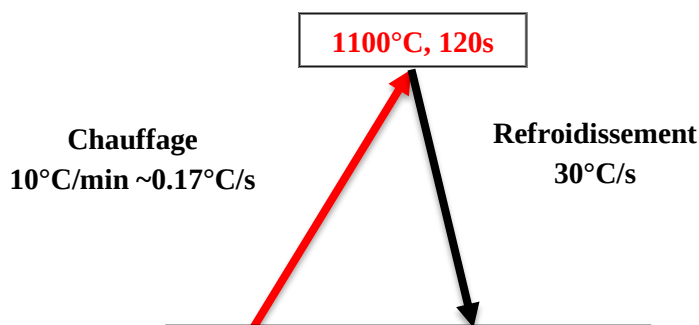


Figure A-6 : Courbe de dilatométrie obtenue sur la nuance non renforcée entre 20°C et 1300°C ($V_c=5^\circ\text{C/s}$ et $V_r = 50^\circ\text{C/s}$).

Au cours du chauffage une légère contraction entre 800°C et 900°C est observée. Au refroidissement, on n'observe pas d'incidents significatifs.

Un essai complémentaire de calorimétrie DSC est réalisé sur un deuxième échantillon de la même nuance. L'essai est réalisé sous gaz neutre (Ar), et le cycle thermique réalisé est représenté ci-dessous :



Le thermogramme de calorimétrie obtenu est présenté sur la Figure A-7. Lors du chauffage, on note la présence du point de curie vers 700°C, suivi d'un deuxième pic endothermique de faible intensité entre 800°C et 900°C. Au refroidissement, on observe le pic inverse du point de curie vers 700°C, et à plus basse température, nous avons un pic exothermique vers 300°C.

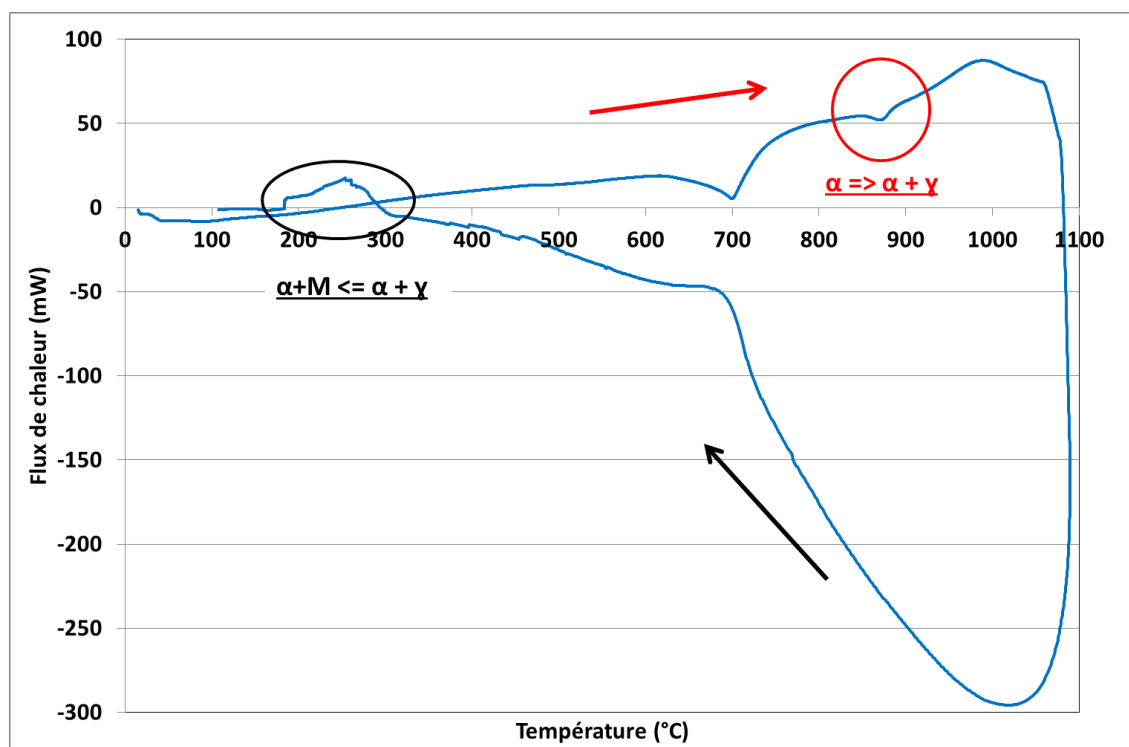


Figure A-7 : Thermogramme obtenu sur l'acier à 14% de Cr entre 20°C et 1100°C ($V_c=10^\circ\text{C}/\text{min}$ et V_r (four coupé) $\sim 30^\circ\text{C}/\text{min}$).

Au vu des résultats obtenus en dilatométrie et en calorimétrie, nous observons des incidents de faibles intensités qui sont liés apparemment à une transformation partielle de la ferrite en austénite entre 800°C et 900°C. Les températures de début (Ac_1) et de fin de l'incident (Ac_3) mesurées expérimentalement ($\pm 10^\circ\text{C}$) sont regroupées dans le Tableau A-1.

Tableau A-1 : Températures expérimentales Ac1 et Ac3.

	Ac1	Ac3
Dilatométrie ($V_c=5^\circ\text{C/s}$)	850°C	910°C
Calorimétrie ($V_c \sim 0.17^\circ\text{C/s}$)	840°C	894°C

Nous avons essayé d'estimer la fraction transformée associée à ces incidents sur les courbes. Pour ce faire, nous avons comparé la dilatation et l'enthalpie relevées à 800°C aux valeurs caractéristiques d'une transformation complète $\alpha \Rightarrow \gamma$ (Tableau A-2). Dans les deux cas, nous trouvons un pourcentage d'austénite voisin de 10%.

Tableau A-2 : Estimation expérimentale du pourcentage d'austénite apparu d'après les courbes de dilatométrie et de la calorimétrie.

	Notre étude	Transformation $\alpha \Rightarrow \gamma$ complète	% austénite déduit (Ratio)
Dilatométrie	$\Delta l/l$ à 800°C $\sim 3.5 \cdot 10^{-4}$	$\Delta l/l$ à 800°C $\sim 2.6 \cdot 10^{-3}$	$\sim 10\%$
Calorimétrie	$\Delta H \sim 1\text{J/g}$	$\Delta H \sim 12\text{J/g}$	$\sim 10\%$

Lors du refroidissement, la dilatométrie ne montre pas l'existence d'incidents significatifs notamment aux basses températures, contrairement au résultat de calorimétrie. Sur ce dernier, on voit la présence d'un pic exothermique, probablement lié à la transformation de l'austénite en martensite ($\gamma \Rightarrow \alpha'$). Le M_s relevé est proche de 310°C. En comparant l'enthalpie de formation à celle correspondant à une transformation complète $\gamma \Rightarrow \alpha'$, nous trouvons un ratio de $\sim 15\text{-}20\%$, ce qui est tout à fait cohérent avec le pourcentage d'austénite obtenue au chauffage, aux incertitudes près.

Annexe A-7. Évolution de la dureté au cours du filage

Pour le culot de filage de la nuance ODS de référence, des filiations de dureté ont été réalisées, grâce à une machine de cartographie de dureté automatique Struers, au Laboratoire des Techniques d'Assemblages du Service d'Études Mécanique et Thermiques (LTA/SEMT) au CEA Saclay (Figure A-8). La charge appliquée est de 2 kg, avec un pas de 0.5 mm, soit environ quatre fois la taille de l'empreinte (supérieure à 100 μm). Les mesures se font automatiquement, et les empreintes ne pouvant pas être mesurées sont signalées à l'opérateur qui effectue la mesure manuellement.



Figure A-8 : Machine de cartographie de dureté du LTA/SEMT.

La Figure A-9 présente l'évolution de la dureté suivant la ligne centrale du culot de filage.

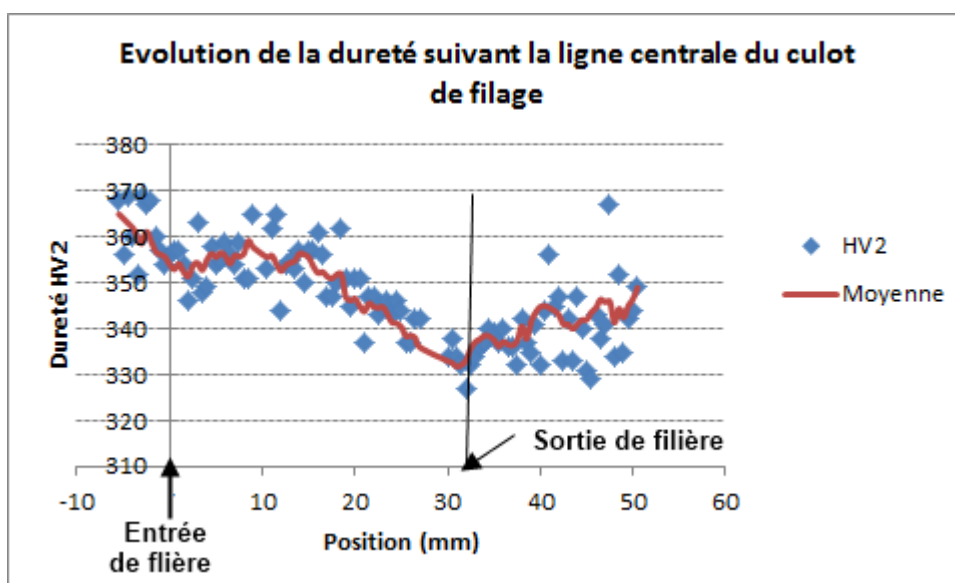


Figure A-9 : Évolution de la dureté suivant la ligne centrale d'un culot de filage de la nuance ODS de référence.

Au cours du filage, on note un adoucissement du matériau. La dureté baisse d'environ 30HV2 ; elle passe de 365 à 335HV2 environ. À la sortie de filière, on note une très légère augmentation de la dureté. Le

matériau filé présente ainsi une dureté de l'ordre de 340 HV2. Cela peut être expliqué par des légers effets post-dynamiques (restauration) dans la partie qui s'est auto-échauffée, et est restée immobile dans la filière (refroidissement plus lent que la partie qui est sortie de la filière).

Par ailleurs, la dureté de plusieurs états filés est donnée dans le Tableau A-3. Ces mesures ont été faites à partir d'une vingtaine de points.

Tableau A-3: Dureté de plusieurs nuances ferritiques à l'état filé.

Nuance	ODS de référence	ODS surcuit	Non renforcée
Dureté HV2	342	300	180
Écart type	4	7	5

La nuance non renforcée présente une dureté à peu près deux fois plus faible que la nuance ODS de référence. La dureté de la nuance surcuite est intermédiaire. Il est intéressant aussi de noter que la dureté du culot de filage de la nuance ODS de référence varie entre 370 et 330, c.-à-d. qu'elle reste partout plus dure que la nuance surcuite, qui est à 300 HV2, et où les dislocations ont pu davantage se réorganiser.

Étude des évolutions microstructurales lors de la transformation à chaud d'aciers ferritiques renforcés par dispersion d'oxydes

RESUME : L'élaboration des aciers ODS fait appel à une étape de consolidation par filage à chaud. Les propriétés très anisotropes de ces matériaux à l'état filés, notamment les nuances purement ferritiques ($>12\%$ Cr), nécessitent une meilleure compréhension des effets du procédé de filage sur la microstructure. Ainsi, ce travail de thèse a pour objectif principal d'étudier les évolutions de la microstructure lors de la transformation à chaud des aciers inoxydables ODS ferritiques, et plus globalement de comprendre le comportement de ces matériaux sous sollicitation mécanique à haute température. Pour cela, des essais de filage interrompus et des essais thermomécaniques de torsion et de compression à chaud ($1000-1200^{\circ}\text{C}$) ont été réalisés sur plusieurs aciers ferritiques à 14% de Cr présentant différents taux de renfort en titane et en yttrium. Les microstructures obtenues après déformation ont été caractérisées par EBSD.

L'ensemble des analyses microstructurales effectuées montre que la mise en forme à chaud des aciers ferritiques par filage s'accompagne d'une recristallisation dynamique de type continue. Après formation des sous-joints par restauration, leurs désorientations continuent à croître, et ceux-ci se transforment graduellement en joints de grains au cours de la déformation. La cinétique de ce mécanisme semble néanmoins fortement influencée par les caractéristiques de la précipitation présente dans le matériau ; la recristallisation devenant moins complète lorsque les précipités sont plus fins et plus nombreux. En plus du taux de renfort, l'étude de la déformation de ces nuances en torsion et en compression dans des conditions proches de celles observées en filage révèle également une forte influence de la température sur leur comportement. Les microstructures de déformation présentent une évolution d'autant plus importante que la température et/ou le taux de renfort sont limités. À 1000°C , les évolutions observées indiquent la présence de la recristallisation dynamique continue. En revanche, lorsque l'on augmente la température et/ou le taux de renfort, la déformation s'accompagne d'une évolution limitée de la microstructure, notamment en torsion où un endommagement sévère aux niveaux des joints de grains est observé. Dans ce cas, les résultats sont interprétés par un mécanisme d'accommodation de la déformation au voisinage des joints de grains. Les paramètres rhéologiques calculés à partir de ces essais mécaniques confirment la tendance à une faible activité plastique au sein des grains dans les nuances renforcées.

Mots clés : RNR-Na, aciers ODS, filage à chaud, essais thermomécaniques, recristallisation dynamique, plasticité, joints de grains, EBSD.

Study of the microstructure evolution of ferritic stainless ODS steels during hot working

ABSTRACT : The production of ODS steels involves a powder consolidation step usually using the hot extrusion (HE) process. The anisotropic properties of extruded materials, especially in the ODS ferritic grades ($>\text{wt}\%12\text{Cr}$), need a better understanding of the metallurgical phenomena which may occur during HE and lead to the observed microstructure. The hot working behavior of these materials is of particular interest. The methodology of this work includes the microstructure analysis after interrupted hot extrusion, hot torsion and hot compression ($1000-1200^{\circ}\text{C}$) tests of ferritic steels with $14\%\text{Cr}$ and different amounts in Ti and Y_2O_3 .

The microstructure evolution during hot extrusion process is associated with continuous dynamic recrystallization (CDRX). It leads to the creation of new grains by the formation of low angle boundaries, and then the increase of their misorientation under plastic deformation. The investigations highlight also the role of precipitation on the kinetics of this mechanism; it remains incomplete in the presence of fine and dense nanoprecipitates. After hot deformation in torsion and compression, it is noticed that both precipitates and temperature deformation have a significant impact on the deformation mechanisms and microstructure evolution. Indeed, the CDRX is dominant when temperature and amount of reinforcement are limited. However, when they are increased, limited microstructure evolution is observed. In this case, the results are interpreted through a mechanism of strain accommodation at grain boundaries, with low dislocation activity in the bulk of the grains.

Keywords : SFR reactors, ODS steels, hot extrusion, thermomechanical tests, dynamic recrystallization, plasticity, grain boundaries, EBSD.