



HAL
open science

Fluage d'aciers renforcés par dispersion nanométrique : caractérisation, modélisation et optimisation de la microstructure

Hervé Nicolas

► **To cite this version:**

Hervé Nicolas. Fluage d'aciers renforcés par dispersion nanométrique : caractérisation, modélisation et optimisation de la microstructure. Matériaux. Université Grenoble Alpes, 2016. Français. NNT : 2016GREAI008 . tel-01312899

HAL Id: tel-01312899

<https://theses.hal.science/tel-01312899>

Submitted on 9 May 2016

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.

THÈSE

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ GRENOBLE ALPES

Spécialité : **Matériaux, Mécanique, Génie Civil, Electrochimie**

Arrêté ministériel : 7 août 2006

Présentée par

Nicolas HERVE

Thèse dirigée par **Laurent BRIOTTET** et encadrée par **Yann de CARLAN** et **Cyril CAYRON**

préparée au sein du **Laboratoire de Nanocaractérisation et Nanosécurité du CEA-Grenoble**
dans l'**École Doctorale Ingénierie – Matériaux, Mécanique, Environnement, Energie, Procédé, Production**

Fluage d'aciers renforcés par dispersion nanométrique: caractérisation, modélisation et optimisation de la microstructure

Thèse soutenue publiquement à Grenoble le **5 février 2016**
devant le jury composé de :

M., Alexis, DESCHAMPS

Professeur, Université Grenoble Alpes SIMaP, Président

M., Bernard, VIGUIER

Professeur, ENSIACET –CIRIMAT, Rapporteur

M., Damien, FABREGUE

Professeur, MATEIS INSA Lyon, Rapporteur

M., Jacques, MONTAGNON

Ingénieur de recherche, ERAMET, Examineur

M., Laurent, BRIOTTET

Ingénieur de recherche, CEA, Directeur de thèse

M., Yann, De CARLAN

Ingénieur de recherche, CEA, co-encadrant

M., Cyril, CAYRON

Ingénieur de recherche, EPFL, invité

M., Jean-Marie, GENTZBITTEL

Ingénieur de recherche, CEA, invité



Remerciements

Les travaux de thèse ont été démarrés dans le département des Matériaux pour le Nucléaire (DMN) au Service de Recherche Métallurgique Appliquée (SRMA), puis poursuivis à la Direction de Recherche Technologique (DRT) au Laboratoire d'Innovation pour les Technologies Nouvelles (LITEN). Aussi dois-je remercier également Jean-luc Béchade, chef du Laboratoire d'Analyse Microstructurale des Matériaux (LA2M), et Jean-François Damlencourt, chef du Laboratoire de Nanocaractérisation et Nanosécurité (L2N).

Je tiens à exprimer ma gratitude à Alexis Deschamps (professeur à l'université de Grenoble Alpes) d'avoir accepté de présider mon jury. Je suis également reconnaissant envers Damien Fabrègue (professeur à l'INSA de Lyon) et Bernard Viguier (professeur à l'ENSIACET) qui ont donné de leur temps pour assumer la charge de rapporteur. Je remercie également Jacques Montagnon (Ingénieur de Recherche chez ERAMET) pour avoir pris le temps d'examiner mes travaux de thèse.

Je remercie particulièrement Laurent Briottet, Ingénieur de Recherche au CEA et mon directeur de thèse pour son soutien durant ces trois années, ainsi que mes encadrants, Cyril Cayron, Ingénieur de Recherche à l'EPFL, qui par ses questions m'a permis de formaliser mes idées et Yann de Carlan, Ingénieur de Recherche au CEA, pour son optimisme et son enthousiasme à toute épreuve. J'inclue évidemment Laure Guetaz, qui m'a initié aux dislocations et à la microscopie électronique et Jean-Marie Gentzbittel.

Ces trois années n'auraient pas été les mêmes sans les rencontres que j'ai pu y faire : à Saclay, Gilles Damage Demanges, Sylvain « le cendar » Depinoy parti à la conquête des Amériques pour le compte de la Charente, Isabelle Turque, Ekaterina Podzorov et son petit Maxime, et Pauline Moyaert. De Grenoble, je n'oublierais pas le cycliste le plus malchanceux de Normandie, à savoir Bastien Bonafant, Romain Soulas et sa petite famille, Amandine Arnoud, ainsi que le leader autocratique de l'équipe H1 Adrien Boulineau. Je tiens également à remercier mes collègues doctorants : Tristan Dewolf, Linda Amichi, Fabio Agnese, Maxime Boniface, Benedict Haas, Le docteur Mouton, Nicolas Mantes, Bob, Yannick Martin, Anne-Laure Rouffie, Julie Drouet, Mickaël Dade, Hubert Salmon-Legagneur

Un grand merci à ceux que j'ai pu côtoyer pendant ces trois années : Denis Venet, Alexandre Montani, Nicolas Mollard, Pierre-Henri Jouneau, Hanako Okuno, Pascale Bayle Guillemard, Natalie Sheer, Eric Robin, Jean-Luc Rouvière, Nicolas Bernier, David Cooper, Pascal Revirand, José Calapez, François Saint Antonin, Cyril Guedj, Jean-Luc Béchade, Jean-Christophe Brachet, Thomas Guilbert, Joël Malaplate, Denis Menut, Véronique Rabeau, Joël Ribis, Elodie Rouesne, Stéphane Urvoy, Denis Sornin, Cristel Caës, Jean-Luc Flament, Jérôme Garnier, Sébastien Vincent, Pierre Wident

Pour finir, je tiens à dédier mon travail à ma famille, à Sophie, à mes parents, à mon grand-père, à mamie Lilline et à mamie Monique, qui nous a quittés pendant ces années. Mes dernières pensées vont à celle partage ma vie et lui donne un sens, Florence.

RESUME

Dans le cadre du programme de recherche sur les matériaux de gainage pour les réacteurs à neutrons rapides au sodium, les aciers renforcés par dispersion d'oxydes (ODS) sont envisagés pour leur excellente résistance à l'irradiation et leur tenue mécanique à haute température. Néanmoins, des difficultés sont rencontrées quant à la maîtrise de leur élaboration et de leur mise en forme, ainsi que sur la prédiction de leur comportement en fluage. Les travaux présentés visent à améliorer la compréhension des mécanismes de fluage d'aciers ferritiques renforcés par dispersion et à étudier les voies d'amélioration possible.

Dans un premier temps, le fluage d'aciers ferritiques renforcés par dispersion obtenus par cobroyage et extrusion a été étudié grâce à deux aciers ODS à 14pd.% Cr et 18pd.%Cr, ainsi qu'un acier 18pd.%Cr renforcé par dispersion de nitrures (NDS). Une caractérisation mécanique et microstructurale (SEM - EBSD - EDS et STEM) d'éprouvettes sollicitées en fluage à respectivement 650°C et 800°C est réalisée sur les aciers ODS Fe18Cr et Fe14Cr. La faible déformation et la rupture brutale classiquement observée sur ce type d'acier est mise en évidence. La diminution continue de leur vitesse de déformation et l'absence d'évolutions microstructurales indiquent que le fluage se produit essentiellement dans le stade primaire. L'acier ferritique NDS a ensuite été étudié. Un phénomène de déformation superplastique (plus de 110%) a été mis en évidence à 650°C en traction entre 10^{-3} s^{-1} et 10^{-2} s^{-1} , ainsi qu'une recristallisation dynamique continue au-dessus de 10^{-2} s^{-1} . En fluage à 650°C, l'acier NDS présente une faible déformation (moins de 1%) et une rupture brutale : il s'agit donc d'un comportement générique des aciers ferritiques renforcés par dispersion, indépendamment du type de précipité. La déformation se produisant lors du stade primaire du fluage, le comportement de ces aciers ODS et NDS a été modélisé en se basant sur l'approche de Kocks et Mecking, fondée sur l'activation thermique du glissement après franchissement des précipités par montée ou glissement dévié. Ce modèle fournit une origine physique à la contrainte seuil observée lors du fluage des aciers ODS. La déformation en fluage des deux ODS et de l'acier NDS a été simulée à partir de coefficients déterminés expérimentalement et de paramètres optimisés. Les lois de Norton, les densités de dislocations et les limites élastiques simulées sont cohérentes avec les valeurs obtenues par les essais de fluage, de traction et des mesures de la densité de dislocations. Une investigation des causes de rupture brutale en fluage a ensuite été menée sur l'ODS 14pd.%Cr : grâce à un essai de fluage interrompu à 800°C alterné avec des recuits à 1050°C, la rupture brutale a été retardée et une déformation de 1.5% a été atteinte. Un suivi de l'endommagement par tomographie X et un essai de fluage après vieillissement

semblent éliminer l'endommagement macroscopique et la phase σ comme cause de la rupture brutale. Un scénario basé sur une déformation critique a été proposé. Pour finir, les difficultés liées à la mise en forme des ODS ferritiques ont conduit à concevoir une nouvelle nuance ODS martensitique à 11pd.% Cr et à évaluer un nouveau procédé d'atomisation de poudres (GARS). Il apparaît que la compaction directe après atomisation par la voie alternative n'améliore pas les performances de ces aciers. En revanche, après broyage, la nouvelle composition présente un potentiel intéressant en traction et en fluage à 650°C.

Mots clés : Acier ODS, Acier NDS, caractérisation, Fluage, modélisation, superplasticité

ABSTRACT

Within the French research program for Sodium Fast Reactor (SFR) core material, oxide dispersion strengthened (ODS) steels are considered for their resistance to irradiation swelling and their good creep properties at high temperature. Their elaboration, their processing and their creep mechanism still represent challenges for material science. The aim of this work is to improve the understanding of the creep mechanisms and to investigate new fabrication route to improve these materials.

First, the creep of dispersion strengthened ferritic steels produced by mechanical alloying and extrusion is studied, based on two ODS steels with 14wt.%Cr and 18wt.%Cr, and a nitride dispersion strengthened (NDS) steel with 18wt.%Cr. A microstructural (SEM-EBSD-STEM) characterization has been carried out on the two ferritic ODS steels loaded at 650°C and 800°C: a low creep strain (<0.5%) and a brutal fracture are observed. The continuous decrease of the creep rate without any microstructural change indicates a late primary stage. Then the tensile and creep behaviors of the NDS ferritic steel have been studied: a superplastic deformation, up to 110%, has been evidenced at 650°C between 10^{-3} s^{-1} and 10^{-2} s^{-1} , as well as a continuous dynamic recrystallization at strain rate higher than 10^{-2} s^{-1} . However, during creep tests at 650°C, the NDS steel presents the same characteristics as the ODS steels: low creep strain and brutal fracture. This behavior seems to be generic for dispersion strengthened ferritic steels obtained by mechanical alloying, regardless the type of precipitate. As the deformation occurs during the primary stage, a Kocks and Mecking model has been developed based on the thermal activation of the dislocation glide after crossing the precipitate by climb or cross-slip. This model provides a physical explanation for the threshold stress observed during the creep of

ODS steels. The creep strain of the two ODS steels and the NDS steel has been simulated with experimentally determined coefficients and fitted parameters. The simulated Norton laws, dislocation density and yield stress are consistent with experimental data obtained respectively by the creep tests, by dislocation density determination (STEM-EFTEM) and tensile tests. An investigation of the creep fracture mechanisms has been performed. The creep fracture was delayed using high temperature heat treatments at 1050°C between interrupted creep tests at 800°C on the Fe14Cr ODS steel and a total elongation of 1.5% has been reached by this means. By analyzing X-ray tomography and creep test after ageing treatment, it appears that the macroscopic elongated cavities and sigma phase are not likely to explain the brutal fracture, therefore a scenario based on a critical deformation is proposed. Finally, the processing difficulties of the ferritic ODS steel lead to the design of a new martensitic 11wt. % Cr ODS steel and the evaluation of a new atomization process (GARS). This new atomization process did not improve the mechanical properties of these steels. However, after milling, encouraging results are observed since the first mechanical and microstructural characterizations displayed good tensile and creep properties.

Keywords: ODS steels, NDS steels, characterization, creep, dislocation, modeling, superplasticity

INTRODUCTION

Le changement climatique et la transition vers une économie durable sont deux des plus grands défis du 21^e siècle. La production d'électricité et de chaleur, premier émetteur de gaz à effet de serre [1], est à la croisée de ces problématiques. L'énergie nucléaire, de par ses faibles rejets en gaz à effet de serre et sa maturité technologique, constitue une solution de transition possible. Les réacteurs actuellement utilisés dans le monde sont dans la grande majorité des cas des réacteurs à eau pressurisée (REP). Ils sont constitués d'un circuit primaire contenant de l'eau à l'état liquide maintenue sous pression à environ 300°C et en contact avec le combustible. L'eau y joue le rôle de fluide caloporteur et ralentit les neutrons issus de la fission. Elle agit donc comme modérateur.

En vue d'améliorer l'efficacité des réacteurs, l'une des pistes envisagée les plus avancées, est celle des réacteurs à neutrons rapides refroidis au sodium liquide (RNR-Na) [2]. Ils appartiennent à la famille des réacteurs utilisant un spectre de neutrons dits « rapides » [3]. Leur haut niveau de combustion (burn-up) permet d'envisager le recyclage des actinides et la génération de plutonium fissile à partir de matière fertile. Potentiellement, ce type de réacteur pourrait solutionner plusieurs problèmes [4] : réduire les déchets à longue durée de vie tout en améliorant l'approvisionnement en combustible nucléaire. Les températures atteintes à cœur sont plus importantes que celles de précédentes générations et le rendement est plus avantageux que celui des REP. En France, la voie des RNR-Na s'est concrétisée par la construction de trois réacteurs : Rapsodie, Phénix et Superphénix, arrêtés respectivement en 1983, 2009 et 1997. Actuellement, un programme de construction d'un nouveau réacteur est lancé : Astrid.

Les matériaux constituant la gaine sont soumis à de sévères conditions pendant toute la durée du fonctionnement : une forte irradiation (150 déplacements par atome), une température élevée (620°C) et une pression interne due aux gaz de fission (100 MPa). Ils doivent en outre se déformer peu, que ce soit par gonflement sous irradiation ou par fluage, pour éviter de perturber l'écoulement du fluide caloporteur dans le cœur du réacteur. Première barrière de confinement du combustible, la gaine est donc un élément de sécurité critique. Dans ces conditions, les alliages de zirconium actuellement utilisés dans les REP ne présentent pas les caractéristiques requises. Dans les réacteurs Phenix et SuperPhenix, des aciers austénitiques ont été utilisés et une nuance optimisée bénéficiant d'un bon retour d'expérience a été produite : l'AIM1. Cet acier a été retenu pour le démarrage du réacteur Astrid. Néanmoins, la structure cubique face centrée de l'austénite est sensible au gonflement sous irradiation ce qui nécessite une limitation du taux de combustion et un remplacement fréquent des assemblages combustibles. D'autres solutions sont donc à l'étude.

Les aciers renforcés par dispersion nanométrique d'oxydes (ODS pour Oxide Dispersed strengthened) sont des candidats potentiels pour répondre aux exigences de l'application de gainage. Leur structure cubique centrée à 650°C leur confère une excellente résistance au gonflement sous irradiation et leur dispersion nanométrique d'oxydes assure une bonne tenue mécanique avec peu de déformation en fluage. Bien que moins étudiés, il existe également des aciers renforcés par dispersion de nitrures (NDS pour Nitride Dispersed Strengthened). Plusieurs types de nuances sont à l'étude au CEA : les aciers martensitiques à 9 pd.%Cr et deux

types d'aciers ferritiques à 14pd.% Cr et 18pd.% Cr. La stabilité de la microstructure en température et sous irradiation, ainsi que leur élaboration ont fait l'objet de nombreuses études au CEA [5] [6] [7] [8]. Leurs caractéristiques en traction, résilience et fluage sont également largement caractérisées

Une microstructure très fine et une élaboration complexe par métallurgie des poudres rendent ces matériaux particulièrement difficiles à étudier. Plusieurs difficultés subsistent donc dans la compréhension de leurs mécanismes de déformation, de rupture et d'endommagement en fluage. Le processus d'amélioration des nuances et plus généralement, l'utilisation de ce type d'acier s'en trouvent freinés.

Les travaux présentés s'inscrivent donc dans une double optique: améliorer la compréhension des mécanismes de déformation et de rupture en fluage des aciers nanorenforcés et évaluer des voies d'amélioration.

Un état des lieux est réalisé dans le premier chapitre consacré à la revue bibliographique. Après un rappel sur le développement des aciers nanorenforcés, cette partie présente les caractéristiques microstructurales et mécaniques typiques des aciers ODS et NDS, ainsi qu'une revue des mécanismes de déformation susceptibles de se produire. Les difficultés liées à ce type de matériaux y sont mises en lumière. Le Chapitre II décrit les matériaux étudiés, qui sont issus de travaux précédents, ainsi que les techniques expérimentales mises en œuvre. Deux aciers ferritiques ODS et un acier ferritique NDS sont caractérisés mécaniquement et microstructuralement dans le Chapitre III. Les résultats obtenus serviront de base au choix du modèle de déformation présenté en Chapitre IV consacré à la compréhension du comportement en fluage des aciers ODS et NDS. Cette partie comporte en outre une investigation des causes possibles de rupture brutale en fluage. Pour finir, le Chapitre V détaille la conception et l'évaluation d'une nuance ODS martensitique produite par un procédé d'obtention des poudres innovant.

TABLE DES MATIERES

Résumé	5
Abstract	6
Introduction.....	8
Table des matières	11
CHAPITRE I : SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE	15
I.1 Les aciers renforcés par dispersion de précipités	17
I.1.1 Contexte du programme de recherche sur les matériaux de gainage.....	17
I.1.2 Développement des ODS.....	19
I.1.3 Développement NDS.....	19
I.1.4 Elaboration des aciers renforcés par dispersion de précipités.....	19
I.1.4.1 Aciers ODS.....	19
I.1.4.2 Aciers NDS.....	21
I.1.5 Microstructure des matériaux renforcés par dispersion	22
I.1.5.1 Deux grandes familles d'aciers ODS : ferritique et martensitique.....	22
I.1.5.2 Précipitation dans les aciers ODS : Y_2O_3 ou $Y_2Ti_2O_7$	23
I.1.5.3 Microstructure des NDS	25
I.1.5.4 Comportement sous irradiation d'aciers nano renforcés	26
I.2 Mécanismes de plasticité et caractérisation mécanique.....	26
I.2.1 Mécanismes de déformation d'un alliage cubique centré.....	26
I.2.1.1 Mobilité des dislocations dans un alliage cubique centré.....	27
I.2.1.2 Obstacles à la mobilité des dislocations	27
I.2.1.2.1 Interaction dislocation-dislocation	28
I.2.1.2.2 Solution solide.....	28
I.2.1.2.3 Précipitation	29
I.2.1.2.4 Joints de grains	33
I.2.2 Essais de caractérisation mécanique.....	34
I.2.2.1 Traction.....	34
I.2.2.1.1 Généralités sur la traction.....	34
I.2.2.1.2 Comportement en traction des ODS	35
I.2.2.2 Fluage.....	37
I.2.2.2.1 Généralités sur le fluage.....	37
I.2.2.2.2 Fluage des ODS	41
I.3 Conclusions de la synthèse bibliographique.....	47
CHAPITRE II : MATERIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES	49
II.1 Présentation des aciers ODS et NDS étudiés.....	51
II.1.1 Deux aciers ferritiques ODS : $Fe_{18}Cr_{1}W$ référence F20 et $Fe_{14}Cr$ référence J27	51

II.1.2	<i>L'acier ferritique NDS Fe18Cr, J12</i>	51
II.2	Microscopie électronique à balayage.....	53
II.2.1	<i>SEM, BSE et EDS</i>	53
II.2.2	<i>EBSD</i>	54
II.3	Microscopie électronique en transmission	57
II.3.1	<i>TEM et diffraction électronique</i>	57
II.3.2	<i>TEM haute résolution</i>	59
II.3.3	<i>STEM : BF- ADF- HAADF</i>	59
II.3.4	<i>Observation de structures de dislocations en TEM et calcul des densités de dislocations</i> 60	
II.3.5	<i>Préparation des échantillons TEM</i>	66
II.4	Essais de traction et de fluage.....	67
II.4.1	<i>Essais de traction</i>	67
II.4.2	<i>Essais de fluage</i>	68
II.5	Présentation du logiciel de calcul thermocinétique Matcalc.....	68
CHAPITRE III. : CARACTERISATION MECANIQUE ET MICROSTRUCTURALE D'ACIERS FERRITIQUES ODS ET NDS.....		71
III.1	Deux aciers ODS ferritiques : le J27 et le F20	73
III.1.1	<i>Caractérisation en fluage</i>	73
III.1.1.1	<i>Fluage en sens long du F20 à 650°C et du J27 à 800°C</i>	73
III.1.1.2	<i>Fluage en sens travers du F20 à 650°C</i>	75
III.1.2	<i>Observations après fluage</i>	76
III.1.2.1	<i>Microstructure et Texture</i>	76
III.1.2.2	<i>Densité de précipités</i>	79
III.1.3	<i>Evolution microstructurale au cours du fluage</i>	80
III.1.4	<i>Mécanisme de déformation et rupture en fluage</i>	81
III.2	Un acier ferritique Fe18Cr NDS : le J12.....	84
III.2.1	<i>Microstructure du J12 Brut de filage</i>	84
III.2.1.1	<i>Taille de grains et texture</i>	84
III.2.1.2	<i>Nano précipitation</i>	85
III.2.1.3	<i>Autres précipités</i>	87
III.2.2	<i>Caractérisation mécanique</i>	89
III.2.2.1	<i>Comportement en traction</i>	89
III.2.2.1.1	<i>Traction monotone en température</i>	89
III.2.2.1.2	<i>Traction à 650°C et différentes vitesse de traction</i>	91
III.2.2.1.3	<i>Caractérisation microstructurale après traction</i>	94
III.2.2.1.4	<i>Superplasticité et recristallisation dynamique continue de l'acier NDS Fe18Cr J12</i> 100	
III.2.2.2	<i>Comportement en fluage à 650°C</i>	104
III.2.2.2.1	<i>Caractérisation mécanique</i>	104
III.2.2.2.2	<i>Caractérisation microstructurale</i>	106
III.2.2.2.2.1	<i>Fractographies</i>	106

III.2.2.2.2	Endommagement en fluage	108
III.2.2.2.3	Texture et taille de grains.....	113
III.2.2.2.4	Evolution microstructurales au cours du fluage	114
III.2.3	<i>fluage et traction à basse vitesse à 650°C du J12</i>	117
III.3	Comportement en fluage des aciers nano renforcés ferritiques filés en sens long	118
III.4	Conclusions du chapitre	122
CHAPITRE IV. : COMPORTEMENT EN FLUAGE D'ACIERS NANO RENFORCES		123
IV.1	Modélisation de la déformation au cours du fluage.....	127
IV.1.1	<i>différentes approches pour modéliser le fluage</i>	127
IV.1.2	<i>Modèle de Kocks et Mecking</i>	129
IV.1.3	<i>Application du modèle de Kocks et Mecking à l'ODS Fe14Cr J27, ODS Fe18CrF20 et NDS Fe18Cr J12</i>	140
IV.1.3.1	Contrainte seuil et contrainte interne	141
IV.1.3.2	Estimation des paramètres et coefficients du modèle.....	143
IV.1.3.2.1	Coefficients généraux	143
IV.1.3.2.2	Coefficients et paramètres liés aux précipités.....	144
IV.1.3.2.3	Coefficients et paramètres intervenant dans l'équation cinétique.....	145
IV.1.3.2.4	Coefficients et paramètres d'écroissage et de restauration.....	146
IV.1.3.3	Simulation et discussion des résultats	148
IV.1.4	<i>Représentativité du modèle de Kocks et Mecking</i>	154
IV.1.4.1	Mesure de densité de dislocations.....	154
IV.1.4.2	Simulation de la limite élastique et de la résistance maximale en traction	157
IV.1.5	<i>Conclusions de la simulation</i>	159
IV.2	Etude de la rupture en fluage des aciers ODS.....	160
IV.2.1	<i>Rupture brutale des aciers ODS en fluage</i>	160
IV.2.2	<i>Essai de fluage interrompu</i>	162
IV.2.3	<i>Fluage après vieillissement à 800°C</i>	166
IV.2.4	<i>Sur la rupture en fluage des aciers ODS ferritiques</i>	167
IV.3	Conclusions du chapitre	170
CHAPITRE V. : VERS DES NUANCES OPTIMISEES		173
V.1	Conception d'une nouvelle nuance ODS/NDS martensitique	175
V.1.1	<i>Concepts retenus pour la formulation des nuances</i>	175
V.1.2	<i>Elaboration de poudres par Gas Atom Reaction Synthesis (GARS)</i>	175
V.1.3	<i>Optimisation des compositions chimiques</i>	179
V.1.3.1	Matrice.....	179
V.1.3.2	Diagramme d'équilibre de la matrice martensitique	181
V.1.3.3	Détermination des teneurs en renforts	182
V.2	Elaboration et caractérisation microstructurale des nuances	183
V.2.1	<i>Poudres brutes</i>	183
V.2.2	<i>Matériaux après compaction à chaud</i>	186
V.2.3	<i>Discussion sur l'élaboration de nuances ODS par GARS</i>	190

V.3	Caractérisation mécanique des ODS martensitique Fe11Cr GARS20 et L68.....	191
	V.3.1 <i>Traction à vitesse imposée</i>	191
	V.3.2 <i>Evaluation du comportement en fluage</i>	192
V.4	Conclusions.....	195
	Conclusions et perspectives.....	196
	Bibliographie.....	198
	CHAPITRE VI. : ANNEXES.....	217
VI.1	plan des éprouvettes.....	217
VI.2	Expression de la contrainte d'Orowan	219
VI.3	Calcul de la distance inter précipités	220
VI.4	Ecrouissage θ et paramètres d'annihilation.....	221
VI.5	Code Scilab	223
VI.6	Base de données : mesure de densités de dislocations et de précipités	231
VI.7	Récapitulatif des travaux réalisés sur ODS Fe11Cr AMES.....	233
	VI.7.1 <i>Mise en forme</i>	233
	VI.7.2 <i>Caractérisation microstructurale</i>	234
	VI.7.2.1.1 Fe11Cr AMES 20 μ m compacté par SPS.....	234
	VI.7.2.1.2 ODS Fe11Cr AMES 20 μ m – 75 μ m	235
	VI.7.3 <i>Caractérisation en traction</i>	237

CHAPITRE I. : SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

TABLE DES MATIERES

CHAPITRE I. : SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE	15
I.1 Les aciers renforcés par dispersion de précipités	17
<i>I.1.1 Contexte du programme de recherche sur les matériaux de gainage.....</i>	<i>17</i>
<i>I.1.2 Développement des ODS.....</i>	<i>19</i>
<i>I.1.3 Développement NDS.....</i>	<i>19</i>
<i>I.1.4 Elaboration des aciers renforcés par dispersion de précipités.....</i>	<i>19</i>
I.1.4.1 Aciers ODS.....	19
I.1.4.2 Aciers NDS.....	21
<i>I.1.5 Microstructure des matériaux renforcés par dispersion.....</i>	<i>22</i>
I.1.5.1 Deux grandes familles d'aciers ODS : ferritique et martensitique.....	22
I.1.5.2 Précipitation dans les aciers ODS : Y_2O_3 ou $Y_2Ti_2O_7$	23
I.1.5.3 Microstructure des NDS.....	25
I.1.5.4 Comportement sous irradiation d'aciers nano renforcés	26
I.2 Mécanismes de plasticité et caractérisation mécanique.....	26
<i>I.2.1 Mécanismes de déformation d'un alliage cubique centré.....</i>	<i>26</i>
I.2.1.1 Mobilité des dislocations dans un alliage cubique centré.....	27
I.2.1.2 Obstacles à la mobilité des dislocations	27
I.2.1.2.1 Interaction dislocation-dislocation	28
I.2.1.2.2 Solution solide.....	28
I.2.1.2.3 Précipitation	29
I.2.1.2.4 Joints de grains	33
<i>I.2.2 Essais de caractérisation mécanique.....</i>	<i>34</i>
I.2.2.1 Traction.....	34
I.2.2.1.1 Généralités sur la traction.....	34
I.2.2.1.2 Comportement en traction des ODS	35
I.2.2.2 Fluage.....	37
I.2.2.2.1 Généralités sur le fluage.....	37
I.2.2.2.2 Fluage des ODS	41
I.3 Conclusions de la synthèse bibliographique.....	47

Les aciers renforcés par dispersion de précipités sont étudiés depuis les années 70. Ce premier chapitre a pour but de présenter les caractéristiques de ces matériaux. Une attention particulière est portée à la présentation des mécanismes généraux puis aux spécificités des aciers nanorenforcés. Enfin, cette partie permettra de dégager les problématiques qui seront développées.

I.1 LES ACIERS RENFORCES PAR DISPERSION DE PRECIPITES

I.1.1 CONTEXTE DU PROGRAMME DE RECHERCHE SUR LES MATERIAUX DE GAINAGE

Le combustible des centrales de génération 4 à neutrons rapides est confiné dans une gaine en forme d'aiguille. Le cœur est composé de plusieurs aiguilles proches les unes des autres. Les matériaux de gainage doivent donc garantir une excellente stabilité dimensionnelle à l'assemblage combustible. La gaine est soumise à une forte irradiation (150 déplacements par atome ou dpa), à une charge constante due aux gaz de fission (100 MPa) et à une haute température (650°C). Le Tableau 1 regroupe les exigences auxquelles sont soumis les matériaux de gainage pour les réacteurs RNR-Na. Même s'ils présentent de bonnes caractéristiques mécaniques, les alliages de zirconium et les aciers austénitiques AIM1 (aussi appelés 15/15Ti) actuellement utilisés sont soumis à un gonflement non négligeable dans les conditions d'irradiation visées. D'autres solutions techniques sont donc envisagées. Les aciers à matrice ferritique et martensitiques, de structure cubique centrée, sont plus à même de répondre à ce type de sollicitations par leur excellente tenue au gonflement (Figure 1), mais ils possèdent une résistance mécanique moyenne. L'introduction d'une dispersion de nanoprecipités (oxydes, nitrures, carbures) permet d'augmenter très significativement leur résistance au fluage thermique (Figure 2). Des gaines en céramique sont également à l'étude.

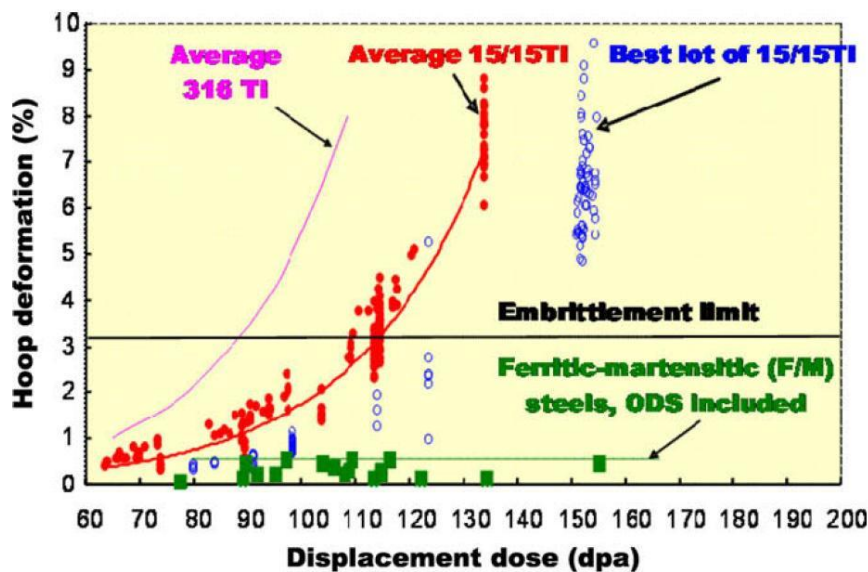


Figure 1: Gonflement dans la direction radiale sous irradiation de différentes nuances austénitiques (tubes de gainage Phénix) et de matériaux ferritiques/martensitiques [9]

Pour qu'un matériau soit validé en tant que matériau de gainage de référence pour le programme génération IV, il doit répondre aux spécifications regroupées dans le tableau ci-dessous :

Domaine	Fonction	Critère
Confinement	Etanchéité depuis la fabrication jusqu'au retraitement (conditions normales et accidentelles)	Parfaite
Résistance au fluage sous irradiation 150 dpa	Assurer la tenue au fluage en fonctionnement nominal	$T_{\text{fonctionnement}}=620^{\circ}\text{C}$ $\sigma_p=100\text{Mpa}$ Durée de vie = 50kh à 80kh
	Assurer la tenue au fluage en fonctionnement accidentel	$T_{\text{max accident}}=930^{\circ}\text{C}$ $\sigma_p=100\text{Mpa}$ Durée de vie = jusqu'au retraitement
Résistance à l'irradiation 150 dpa	Eviter le gonflement sous irradiation	
	Limiter la fragilisation sous irradiation	Ductilité résiduelle
	Limiter la déformation en condition nominale due au fluage d'irradiation et au fluage thermique	
Environnement	Résistance à la corrosion interne : réaction oxyde-gaine (ROG) réaction interface fissile (RIFF)	
	Retraitement du combustible par dissolution chimique	minimiser le relâchement d'oxydes dans le bain de dissolution
	Soudabilité	

Tableau 1: Cahier des charges partiel du matériau de gainage pour réacteur à neutron rapide au sodium

I.1.2 DEVELOPPEMENT DES ODS

Développés dès les années 70, les aciers ODS pour *Oxide Dispersion Strengthened* sont des matériaux à matrice métallique renforcés par une dispersion nanométrique de 0.25 à 0.3 pd.% composée d'oxydes (Y_2O_3 ou $Y_2Ti_2O_7$). Les premiers ODS étaient des matériaux à base nickel puis des ODS à base fer ont été développés, tels que les Fe12Cr 12Y et 12YWT, le Fe13Cr MA957 les Fe20Cr MA956 et PM2000 [10] ainsi que les aciers Fe9Cr EUROFER et Fe14Cr 14YWT [11]. Ces aciers présentent de nombreux avantages en termes de résistance mécanique en fluage, de gonflement et de stabilité sous irradiation de la matrice et des précipités. Ils possèdent des spécificités microstructurales et mécaniques qui seront développées dans les parties correspondantes.

Au vu de leurs performances, les ODS font de bons candidats pour le gainage des RNR-NA, c'est pourquoi ils sont l'objet d'études au CEA depuis plusieurs décennies, sur des nuances variant de 8 pd.% à plus de 20 pd.% de chrome. Cela a mené à de multiples publications présentant l'avancée de ces travaux [12] [13]. L'agence japonaise pour l'énergie atomique (JAEA) mène également des recherches sur les ODS depuis de nombreuses années [14] [15] [16] [17] [18] [19].

I.1.3 DEVELOPPEMENT NDS

Les nanoprécipités d'oxydes (Y,Ti,O) ne sont pas les seuls qui puissent être utilisés pour renforcer un matériau : en effet, les nitrures de titane sont également des bons candidats (Ratti 2009) [7]. Leur faible enthalpie de formation et leur solubilité limitée dans la matrice, ainsi qu'une faible énergie surfacique leur confèrent une bonne résistance à la coalescence. De plus, avec seulement deux éléments (Ti, N) nécessaires à la précipitation contre trois pour les ODS (Y, Ti, O), la composition chimique de l'acier peut être simplifiée. Néanmoins leur stabilité sous irradiation reste encore à évaluer. Les aciers renforcés par nitrures nanométriques sont appelés NDS pour *Nitride Dispersion strengthened*.

Ils ont fait l'objet d'un nombre important de brevets aux Etats-Unis [20] [21] [22] et en Angleterre [23] [24] [25] [26] [27] [28].

I.1.4 ELABORATION DES ACIERS RENFORCES PAR DISPERSION DE PRECIPITES

I.1.4.1 ACIERS ODS

L'élaboration de matériaux ODS, de par la stabilité thermique des oxydes d'yttrium-titane au-delà de la limite de fusion de l'acier, nécessite des techniques d'élaboration basées sur la métallurgie des poudres. Les étapes de la fabrication sont présentées en Figure 2.

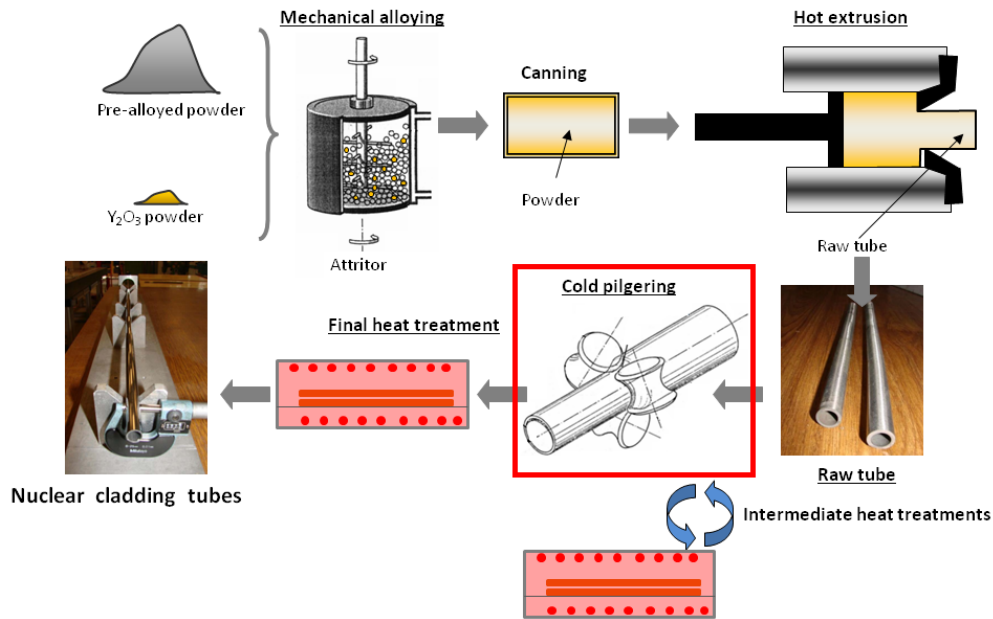


Figure 2: Représentation schématique de l'élaboration d'un ODS [2].

La première étape consiste à incorporer l'yttrium, le titane et l'oxygène, ainsi que tous les éléments d'addition dans la matrice sans passer par la fusion. Cela est rendu possible par broyage mécanique dans un broyeur ou un attriteur d'une poudre matrice avec une poudre contenant de l'yttrium, le plus souvent de l' Y_2O_3 [29]. En jouant sur les paramètres du procédé, on peut contrôler la taille des poudres, leur morphologie ou provoquer leur agglomération. Le cobroyage permet de réaliser des alliages à l'état solide (mécanosynthèse) et des phases hors équilibres (alliages amorphes, solutions solides étendues ou structures nanocristallines). Une opération de broyage regroupe plusieurs phases détaillées par Benjamin [30] : la fracturation, la déformation plastique des grains de poudre et le soudage à froid. L'importance relative de chaque phénomène dépend du matériau utilisé et des paramètres de broyage. L'yttrium, le titane et l'oxygène sont à présent en solution dans la matrice : il faut maintenant compacter le matériau pour obtenir un produit dense.

L'étape de cobroyage reste délicate à maîtriser et source potentielle de contamination. Un procédé d'atomisation de poudre par Gaz réactif (GARS) a été développé par AMES laboratory [31] [32] et permet théoriquement une compaction directe après atomisation. Il sera détaillé au Chapitre V

LA DENSIFICATION ET LA CONSOLIDATION

Après avoir été confinée dans une gaine en acier doux pour les étapes de mise en forme ultérieures, la poudre est densifiée à haute température. Cette étape a pour visée la création de liaisons intergranulaires et l'élimination des porosités ainsi qu'à l'obtention de formes et de

dimensions précises. Elle nécessite l'application d'une forte contrainte à température élevée, ce qui provoque un réarrangement, la déformation des grains et la multiplication du nombre de contacts.

Pour obtenir des tubes, la voie actuellement retenue au CEA est l'extrusion : la poudre et la gaine sont extrudées à travers une filière de façon à obtenir une barre. Le fort cisaillement de la matière au passage de la filière provoque une élévation locale de la température et la recristallisation de la matière. Le travail de mise en forme est effectué sur un laminoir à pas de pelerin. [33]

Cette voie d'obtention entraîne une forte texturation dans la direction d'extrusion, Figure 3.

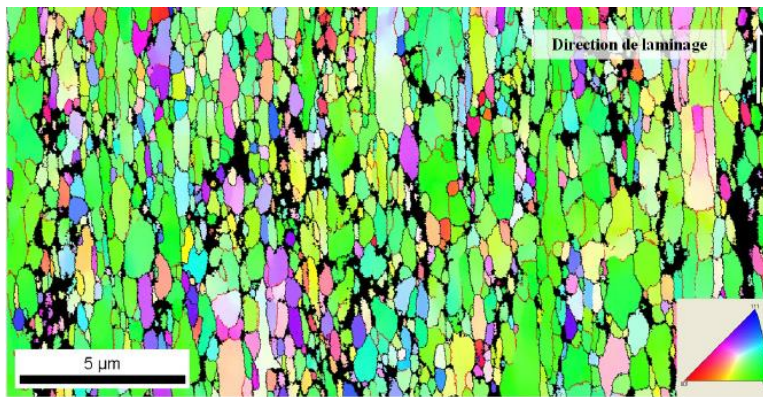


Figure 3: Cartographie EBSD sur K12 M2, Fe14Cr ODS 100% ferritique [34]

L'influence des paramètres de filage a été étudiée par Couvrat [5] : le rapport de filage et la température de filage apparaissent comme les variables déterminantes de la microstructure et des propriétés mécaniques de l'acier produit.

La densification par compaction isostatique à chaud (CIC), ou Hot Isostatic Press (HIP) se fait par application d'une contrainte isostatique. Dans le cas d'une contrainte uniaxiale, on parle de CUC pour compaction uniaxiale à chaud. Enfin la densification par frittage plasma, plus connue sous la dénomination Spark Plasma Sintering (SPS), se fait par la contrainte uniaxiale, par la montée en température et par le passage d'un fort courant à travers la poudre. Les travaux de thèse de Boulnat [35] tendent à montrer que SPS et CIC mènent à des résultats similaires.

I.1.4.2 ACIERS NDS

Plusieurs voies ont été explorées pour obtenir des NDS : les premières tentatives sont passées par la nitruration et la nitruration plasma de poudres contenant du titane. Ensuite, Ratti [7] a étudié différentes voies d'élaboration par cobroyage similaires à celles des ODS, d'abord entre une poudre matrice, *i.e.* contenant les éléments d'alliage et le titane, et une poudre contenant de l'azote (CrN/Cr₂N). Dans un second temps, il a cobroyé une poudre matrice

contenant de l'azote avec une poudre d'hydrure de titane, c'est cette dernière méthode qui donne les meilleurs résultats à l'heure actuelle.

Kalokhtina [36] a étudié par sonde atomique l'élaboration d'aciers ferritiques NDS obtenus par cobroyage d'une poudre matrice contenant de l'azote avec une poudre de TiH_2 , ainsi qu'un acier NDS obtenu par Nitruration.

I.1.5 MICROSTRUCTURE DES MATERIAUX RENFORCES PAR DISPERSION

I.1.5.1 DEUX GRANDES FAMILLES D'ACIERS ODS : FERRITIQUE ET MARTENSITIQUE

Il existe deux types d'aciers ODS qui sont essentiellement déterminés par leur taux de chrome (Figure 4) : en dessous de 12 pd. %, il y a existence d'un domaine austénitique γ cubique face centré CFC entre 800°C et 1100°C. Il existe également deux domaines ferritiques cubique centrés CC (α à basse température sous 800°C, δ à haute température au dessus de 1100°C). On parle de nuance martensitique. Au-dessus de 12 pd.%, il n'y a plus de transformation de phase de la température ambiante jusqu'à la fusion : on parle de nuance ferritique.

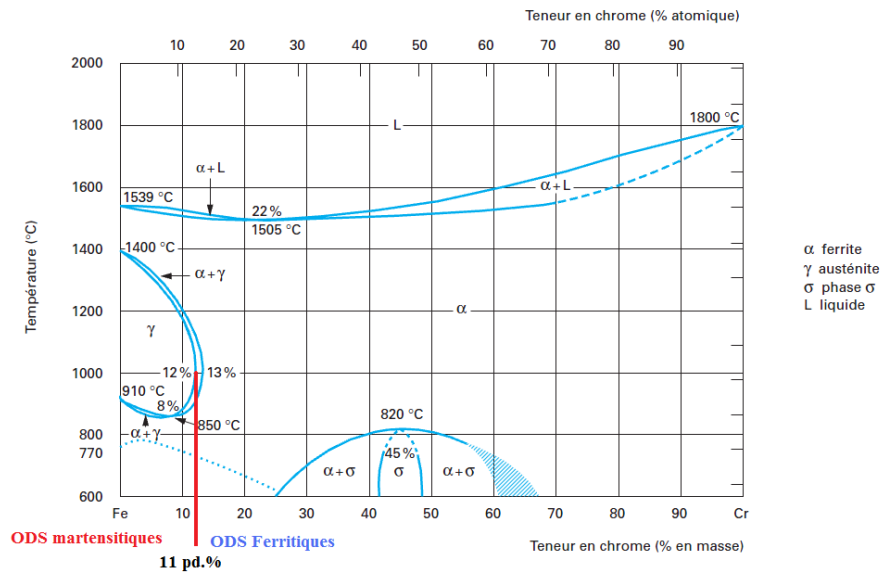


Figure 4: Diagramme fer-Chrome [37]

Les nuances ferritiques sont les nuances les plus étudiées jusqu'à présent au CEA car elles sont résistantes à la corrosion grâce à leur fort taux de chrome et leur absence de transition de phase les rend plus prévisibles en conditions accidentelles (au dessus de 800°C). Les nuances ODS ferritiques présentent généralement certaines caractéristiques: une forte texture de fibre α , c'est-à-dire qu'une des directions $\langle 110 \rangle$ est parallèle à la direction de filage, et des grains allongés dans la direction de filage, avec environ 200 à 500nm en largeur et jusqu'à 1 μ m en longueur. Une distribution bimodale des tailles de grains après mise en forme à chaud est communément observée [38] [34] [7] [5] [39]. Leurs caractéristiques en fluage et en traction

sont meilleures dans la direction de filage par rapport à la direction radiale comme l'ont montré Steckmeyer et al. [40], Fournier et al. [41], Ukai [17] et Ratti [7]. Pour une application gainage, le sens travers est le sens de sollicitation prépondérant, cette anisotropie est donc problématique pour les aciers ODS ferritiques. Pour obtenir un matériau isotrope, de nombreux travaux se sont penchés sur des traitements de recristallisation, notamment Réglé [6]. Concernant la stabilité de la microstructure des aciers ayant une teneur en chrome supérieure à 12 %, la formation (accélérée par l'irradiation) de phase α' fragilisante est observée à $T < 450^\circ\text{C}$ comme l'a montré Ratti [7]. De plus, la phase σ précipite après un recuit et lors du fluage entre 600°C et 1000°C , dans les alliages à fort taux de chrome ($>18 \text{ pd.}\%$) [42]. En outre, les aciers ODS ferritiques présentent une très forte densité de dislocations, de l'ordre de 10^{14} m^{-2} à 10^{15} m^{-2} [43].

Actuellement, les nuances nanorenforcées de référence pour le gainage du combustible des RNR-Na sont les ODS ferritiques Fe14Cr. Néanmoins les aciers martensitiques, avec moins de 12 pd.% Cr, sont actuellement considérés comme le meilleur compromis entre isotropie et facilité d'élaboration grâce à la transformation austénitique, tout en garantissant de bonnes propriétés mécaniques [2] [14] [44].

En effet, la transformation de phase ferrite - austénite permet de former de nouveaux grains et donc réduire l'anisotropie morphologique ainsi que la texture d'extrusion. Cette solution a été proposée par Ukai et al. [18] [19] [45] et Toualbi [34] a évalué la faisabilité d'une gamme de transformation à froid d'un acier ODS martensitique couplée à un traitement thermique d'austénitisation puis de trempe. Les grains des nuances issues de cette gamme sont microniques et isotropes. Une teneur de 11pd.% de chrome pourrait permettre de conserver une bonne résistance à la corrosion.

La transformation martensitique se produit lors d'un refroidissement rapide de l'acier à partir du domaine γ et il y a formation d'une phase métastable : la martensite. Contrairement à une transformation diffusive basée sur le mouvement désordonné des atomes, cette transformation est dite displacive, c'est-à-dire que les mouvements atomiques sont inférieurs à la taille de la maille et ordonnés. La phase martensitique a la même composition chimique que la phase mère γ mais la solubilité du carbone y est moindre. Cette phase est donc sursaturée en carbone.

Le paramètre d'obtention de martensite est la vitesse de trempe critique qui dépend de chimie et de la taille du grain austénitique. La vitesse critique de trempe des aciers renforcés par dispersion est plus élevée que pour les nuances non renforcées [46] [47] et seuls des refroidissements supérieurs à 1100°C/h produisent des aciers 100% martensitique. Les aciers ODS martensitiques possèdent donc une structure équiaxe, peu texturée et isotrope. La densité de dislocations y est élevée, environ 10^{14} m^{-2} [43].

I.1.5.2 PRECIPITATION DANS LES ACIERS ODS : Y_2O_3 OU $\text{Y}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$

La tendance concernant la taille des précipités est une diminution du diamètre moyen des particules : dans sa thèse, en 1994, Réglé a observé une dispersion sur la taille des particules dans deux ODS, Fe18Cr MA 956 et Fe13Cr MA 957, et montré qu'elle était centrée autour de

10nm, (Figure 5). Plus récemment, Praud [39] a déterminé que la taille de la précipitation sur une nuance ODS ferritique Fe14Cr plus récente était centrée autour de 2.5 nm.

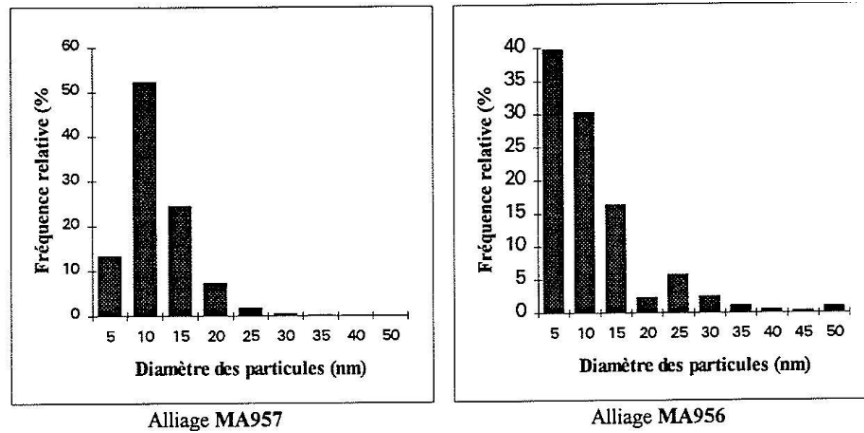


Figure 5: Distribution des particules dans deux ODS Regle [6]

La cinétique de précipitation des renforts oxydes dans les ODS a fait l'objet de multiples études, au Japon avec Okuda et al. [48] Ukai et al [15], au CEA avec Ratti [7] et Couvrat [5] et aux USA avec Miller et al [49]. L'étape de cobroyage force la mise en solution de l'yttrium, du titane et de l'oxygène. Lors de la consolidation, il y a précipitation d'oxydes complexes (Y, Ti, O) dans les grains, comme l'ont montré Ratti [7] et Larson [50].

Dans un acier ODS, le renfort oxyde est principalement constitué de pyrochlores $Y_2Ti_2O_7$ et de Y_2O_3 [51] [52]. La grande stabilité thermique des oxydes nanométriques a été mise en évidence par les travaux de thèse Regle [6] et Miller et al. [53]. Plus récemment, leur résistance à la coalescence a été mise en avant par Zhong et al. [54] grâce à la microscopie électronique en transmission (MET) et à la diffraction des neutrons aux petits angles. En 2012, Ribis et al. [51] ont étudié par MET haute résolution la cohérence des oxydes nanométriques dans un ODS ferritique Fe14Cr. Il apparaît que la cohérence des précipités est dépendante de la taille de ces derniers et que la résistance au grossissement dépend elle-même de leur cohérence. Les précipités les plus fins sont cohérents puis à mesure que leur taille augmente, ils deviennent semi cohérents puis incohérents. Yamamoto et al. [55] ont montré que la transformation ferrite-martensite entraînait une augmentation de la taille des précipités due à une perte de cohérence. Toualbi et al. [33] et Zhong et al. [54] ont mis en évidence un processus équivalent lors de la recristallisation. La cohérence de l'interface matrice-précipité influe sur le type d'interaction dislocation-précipité.

La quantité d'éléments à introduire pour obtenir une précipitation d'oxydes efficace doit faire l'objet de précautions : les travaux d'Ohtsuka et al. [56] [57] [58] et d'Ukai et al. [45] [19] ont permis de déterminer des teneurs standards. Ils ont montré que la quantité d'oxygène introduite a une influence importante sur la microstructure finale et qu'il existait un optimum d'oxygène vis-à-vis de la tenue en fluage.

I.1.5.3 MICROSTRUCTURE DES NDS

La littérature concernant les aciers NDS reste assez limitée: Ratti [7] a comparé la dispersion de nitrures nanométriques dans un acier Fe18Cr NDS obtenu par cobroyage et filage à 800°C, le J12, à celle d'oxydes d'un acier ODS Fe18Cr de même composition chimique, le F20. L'étude par diffusion des neutrons aux petits angles au laboratoire Léon Brillouin a permis de déterminer que les renforts nitrures sont bien des TiN. Les nanoprécipités présents dans le NDS sont plus nombreux que dans son homologue ODS et de taille comparable (Figure 6).

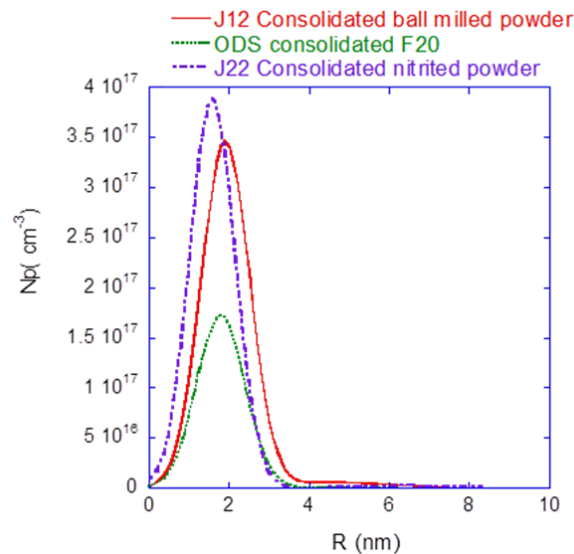


Figure 6: Comparaison entre les dispersions de nanoprécipités d'un ODS Fe18Cr extrudé, le F20, d'un NDS Fe18Cr cobroyé filé, le J12, et d'un NDS obtenu par nitruration obtenue par DNPA, issu des travaux de Ratti

Kalokhtina [36] a comparé ces deux aciers par sonde atomique tomographique. Ses résultats indiquent que la cinétique de précipitation des nitrures est différente de celle des oxydes : après cobroyage, il y a déjà formation de zones enrichies en Ti et N voir déjà une précipitation de TiN, et un traitement thermique à partir de 700°C permet de finaliser la précipitation. La taille des TiN dans les aciers NDS est très proche de celle oxydes dans les aciers ODS. Une deuxième population de précipités ternaires Ti-Al-O est observée.

L'évolution microstructurale des aciers NDS après sollicitation et vieillissement reste encore à investiguer

Pour terminer, le Tableau 2 est un récapitulatif des phases que l'on peut trouver dans un acier duplex 2101 contenant 21pd.%Cr et de l'azote, donc proche de la composition d'un acier NDS ferritique Fe18Cr, publié par Maetz [59]

Phases	Formule chimique nominale	Structure cristallographique	Température de formation (°C)	Groupe d'espace	Paramètre de maille (nm)	Référence
σ	Fe-Cr-Mo	quadratique centré	600-1000	$P4_2/mnm$	a = 0,879-0,883 c = 0,454-0,459	[NIL 92, CHE 01]
χ	$Fe_{36}Cr_{12}Mo_{10}$	cubique centré	700-900	$I\bar{4}3m$	0,892	[KAS 61, NIL 92]
$M_{23}C_6$	$M_{23}C_6$	cubique faces centrées	500-950	$Fm\bar{3}m$	1,056-1,065	[YAK 87, LO 09]
Cr_2N	Cr_2N	trigonale	600-1050	$P\bar{3}1m$	a = 0,478-0,480 c = 0,444-0,447	[SIM 96, LEE 05, PAD 02]
CrN	CrN	cubique faces centrées		$Fm\bar{3}m$	0,4097-0,4577	[PAD 02]
G	$Ni_{16}Si_7Ti_6$	cubique faces centrées	300-500	$Fm\bar{3}m$	1.14	[SPI 63]
π	$Fe_7Mo_{13}N_4$	cubique	550-600	$P4_132$	0,647	[NIL 92]
τ		orthorhombique	550-650	$Fmnm$	a = 0,405 b = 0,484 c = 0,286	[RED 91]
R	Fe-Cr-Mo	trigonale	550-650	R3	a = 1,090 c = 1,934	[LO 09]

Tableau 2 : récapitulatif des phases observables dans un acier fort chrome contenant de l'azote [59]

I.1.5.4 COMPORTEMENT SOUS IRRADIATION D'ACIERS NANO RENFORCES

La stabilité sous irradiation des renforts oxydes a fait l'objet d'études, à des doses plus faibles que celles auxquelles sera soumise la gaine dans les RNR Na. Sur des nuances ODS Fe-13Cr (DY) et pour des irradiations jusqu'à 75dpa, Monnet [60] avait observé une fragilisation et de faibles évolutions des oxydes sous irradiation. Ces résultats sont corroborés par les observations d'Odette et al. [61] sur des acier ODS ferritiques. Un durcissement et une perte de ductilité sous irradiation ont été également mis en évidence.

Comme il est difficile d'obtenir des permissions d'irradiation sur réacteur expérimental, plusieurs études, auxquelles a participé I. Monnet, ont simulé l'irradiation d'échantillons par bombardement d'ions lourds [62] et par bombardement d'électrons [63].

La stabilité sous irradiation des aciers NDS reste encore à déterminer.

I.2 MECANISMES DE PLASTICITE ET CARACTERISATION MECANIQUE

I.2.1 MECANISMES DE DEFORMATION D'UN ALLIAGE CUBIQUE CENTRE

Cette partie a pour but de passer en revue les principaux mécanismes de déformation à l'œuvre dans les métaux ferritiques et ferrito-martensitiques, et donc également dans les aciers ODS et NDS.

I.2.1.1 MOBILITE DES DISLOCATIONS DANS UN ALLIAGE CUBIQUE CENTRE

Les aciers ODS et NDS étudiés ont une structure cristallographique cubique centrée (CC) par conception pour leur résistance au gonflement sous irradiation. Dans ces métaux, les dislocations mobiles responsables de la déformation plastique ont un vecteur de Burgers du type $a/2 < 111 >$ [64] et les plans de glissement principaux sont les plans $\{1 1 0\}$ et $\{1 1 2\}$. A la différence des structures cristallographiques compactes (cubique face centrée CFC ou hexagonale compacte HC), ces aciers CC présentent une structure des cœurs de dislocations vis étalée, c'est-à-dire que la zone déformée élastiquement par la dislocation est étalée dans plusieurs plans cristallographiques. Cela a été montré par simulations par Vitek [65], et confirmé par des calculs ab initio. Vitek [65] a montré que l'étalement du cœur des dislocations peut être approximé par trois dislocations partielles. Néanmoins, le cœur des dislocations est compact et les dislocations des aciers CC se dissocient moins que celles des aciers CFC.

C'est l'étalement du cœur des dislocations vis sur plusieurs plans qui entraîne la dépendance de la limite d'élasticité à la température en dessous de 100°C. En effet, alors que les dislocations coins peuvent directement glisser, les dislocations vis doivent recombinaison leurs dislocations partielles sous l'action de la contrainte pour passer d'une configuration sessile à glissile. Le passage d'une dislocation d'une rangée atomique à une autre demande un réarrangement des atomes qui consomme donc une certaine énergie : il s'agit de la force de Peierls-Nabarro, appelée friction du réseau qui s'oppose au mouvement des dislocations.

Expérimentalement, à partir de 100°C, température dite athermique, l'agitation thermique permet de s'affranchir de la contrainte pour opérer la recombinaison des dislocations partielles. Les dislocations vis et coins se comportent alors de la même façon vis-à-vis de leur mobilité. C'est l'importance de cette force de Peierls-Nabarro qui confère une haute limite d'élasticité aux BCC à basse température.

I.2.1.2 OBSTACLES A LA MOBILITE DES DISLOCATIONS

Outre la force de Peierls-Nabarro, d'autres obstacles sont susceptibles de limiter la mobilité des dislocations, et donc soit d'augmenter la limite d'élasticité de l'alliage, soit de provoquer un durcissement au cours de la déformation plastique

I.2.1.2.1 INTERACTION DISLOCATION-DISLOCATION

On trouve plusieurs types de dislocation dans un matériau, tels que définis par Cottrell [66] : d'une part, les dislocations statistiquement stockées. Il s'agit de dislocations immobiles, qui sont associées à une déformation homogène. Elles ne produisent pas de désorientation du réseau. D'autre part, lorsqu'il y a sollicitation d'un matériau non homogène, que ce soit par la présence de grains ou des précipités, des hétérogénéités de déformation apparaissent et sont accommodées par des dislocations dites géométriquement nécessaires stockées au niveau des interfaces.

La déformation plastique a deux effets : elle met en mouvement des dislocations et en crée de nouvelles par les mécanismes d'Orowan et de Frank-Read. Lorsqu'une dislocation mobile rencontre des dislocations coupant son plan de glissement, il se crée une interaction qui peut être attractive ou répulsive suivant leurs vecteurs de Burgers. Si les dislocations se repoussent, il n'y a pas de combinaison possible entre les dislocations. Si les dislocations s'attirent, elles peuvent se combiner pour former une jonction qui devra être décomposée pour qu'elles puissent se libérer. La contrainte supplémentaire à appliquer produit un durcissement. On parle de « forêt » de dislocations pour les dislocations immobiles. La combinaison de l'augmentation du nombre de dislocations au cours de la déformation plastique et des interactions attractives entre dislocations produit l'écrouissage, c'est-à-dire une augmentation de la contrainte d'écoulement au cours de la déformation plastique.

Il est également important de souligner le rôle des arrangements en réseaux des dislocations sous la contrainte, comme nous le verrons dans la partie consacrée aux essais de caractérisation mécanique.

I.2.1.2.2 SOLUTION SOLIDE

L'addition d'une solution solide permet de modifier profondément les caractéristiques des alliages à structure CC [67]. On distingue deux types de solutés : les solutions solides d'insertion, qui s'insèrent dans les sites tétraédriques et octaédriques de la maille, et les solutions solides de substitution qui prennent la place de certains atomes de fer. Les solutions solides d'insertion ont l'effet le plus prononcé, et seuls le carbone, l'hydrogène, l'azote et le bore sont suffisamment petits pour être solubles dans l'acier en tant que soluté d'insertion.

Dans les nuances ferritiques et martensitiques ODS et NDS, le chrome est présent entre 8% et 18%. Il s'agit d'un solide de substitution dont l'effet durcissant provient d'une part des distorsions élastiques générées au voisinage de l'atome de Cr, d'autre part, par la modification de la structure du cœur des dislocations. Cela conduit à une augmentation de la contrainte de Peierls-Nabarro.

I.2.1.2.3 PRECIPITATION

La précipitation de carbures, oxydes, borures, nitrures ou hydrures est l'un des moyens les plus courants et des plus efficaces pour renforcer un alliage. Les effets de la précipitation sur le comportement mécanique sont étroitement liés aux interactions entre précipités et dislocations. La section suivante est une revue des interactions possibles.

FRANCHISSEMENT PAR CISAILLEMENT

Lorsqu'un précipité est petit, peu résistant et cohérent ou partiellement cohérent avec la matrice, une dislocation peut le cisailer si son vecteur de Burgers appartient au réseau du précipité et si la contrainte appliquée est suffisante. Lors du passage d'une dislocation dans un précipité, une paroi d'antiphase, c'est-à-dire une faute d'empilement, d'énergie γ est créée.

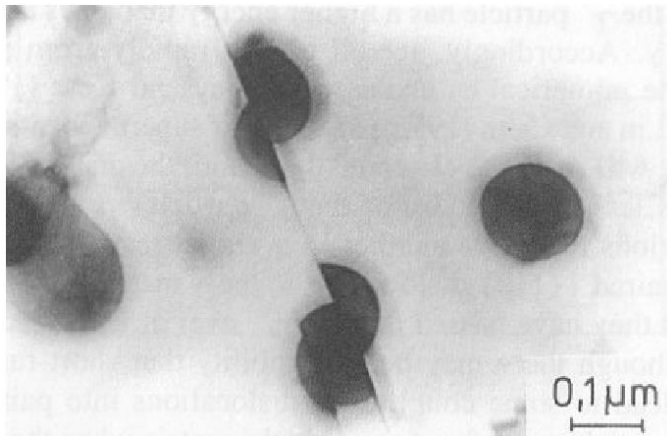


Figure 7: Précipité γ' cisailés dans un superalliage γ/γ' , Dubiez-Legoff [68]

La contrainte de critique de cisaillement τ d'une densité ρ_p de précipités de rayon R dans une matrice de module de cisaillement μ a été déterminée par Guyot [69] :

$$\tau = \frac{K * \gamma^{\frac{3}{2}} \sqrt{\rho_p}}{b \sqrt{\mu b^2}} * \sqrt{R} \quad \text{Équation 1}$$

Dans le cas des aciers ODS, Steckmeyer [70] et Praud [39] ont démontré par le calcul que la contrainte nécessaire au cisaillement des oxydes d'yttrium est beaucoup plus grande que la contrainte d'écoulement mesurée en traction à haute température. D'autre part, aucun nanoprecipité cisailé n'a été observé après sollicitation mécanique.

FRANCHISSEMENT PAR MONTEE

Quere [71] définit la montée comme le mouvement d'une dislocation qui s'accompagne d'un transport de matière. Il s'agit donc d'un mouvement dans un plan ne contenant pas le vecteur de Burgers, par absorption de lacune ou d'atome ayant diffusé. D'après Nabarro [72], seules les dislocations coins sont susceptibles de monter. La montée n'étant réalisée qu'en un point de la ligne de dislocation, il y a création d'un cran qui peut être glissile ou sessile d'après Hirsh [72].

La montée est un phénomène qui se produit en permanence dans un matériau, mais dont l'influence se ressent particulièrement lorsqu'elle permet le franchissement d'un précipité. Une dislocation coin dissociée doit se recombinaison avant de monter, ce qui rend ce mécanisme plus facilement activable dans les métaux CC que dans les CFC dont les dislocations se dissocient plus facilement.

FRANCHISSEMENT PAR GLISSEMENT DEVIÉ

Friedel [73] a montré que le glissement dévié se produit lorsqu'une dislocation quitte son plan de glissement pour glisser sur un autre. Les deux plans doivent contenir le vecteur de Burgers de la dislocation. C'est la composante vis des dislocations qui est susceptible de dévier et une dislocation dissociée doit se recombinaison avant de dévier.

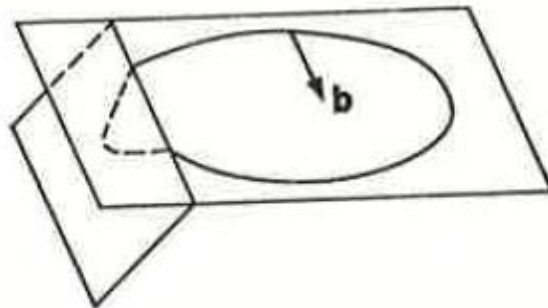


Figure 8: Schéma du glissement sur une boucle de dislocation, seule la partie vis dévie (partie pointillée)

Dans les métaux CC, le glissement dévié est facilement activé au-dessus de la température athermique. En effet, sous cette température, la friction du réseau générée lors du mouvement des dislocations vis limite grandement leur mobilité, dans tous les plans de glissement. Au-dessus, la faible dissociation des dislocations dans les métaux CC leur permet de dévier bien plus facilement que dans les métaux CFC où les dislocations sont plus souvent dissociées.

Dans le cas du franchissement d'une particule par une dislocation, Hirsch [74], a proposé un mécanisme qui porte son nom (Figure 9). Une dislocation est ancrée par un précipité se courbe autour de ce dernier, et il existe donc un segment vis qui va pouvoir dévier. Les segments coins

restent épinglés ce qui conduit à la formation de boucles de dislocations autour du précipité, appelées boucles prismatiques.

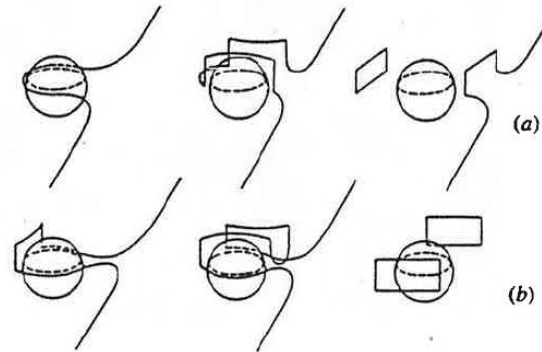


Figure 9: Mécanisme de glissement dévié proposé par Hirsh pour (a) une dislocation coin (b) une dislocation vis

Ces dislocations prismatiques peuvent contribuer à l'écrouissage à basse température. A plus haute température en revanche, les mécanismes diffusifs sont activés et les boucles prismatiques s'annihilent. Cette annihilation est d'autant plus rapide que les précipités sont petits et la température haute.

FRANCHISSEMENT PAR CONTOURNEMENT : LE MECANISME D'OROWAN ET LE MECANISME DE FRANK-READ

Le mécanisme d'Orowan [75] permet le franchissement des précipités incohérents, trop gros ou trop durs pour être cisailés par les dislocations sans que celles-ci aient à quitter leur plan de glissement. Les dislocations dissociées n'ont donc pas à se recombinaison. Le paramètre principal de ce mécanisme est la contrainte appliquée, outre les caractéristiques de la précipitation.

Lors de son glissement, la dislocation est arrêtée par le précipité Figure 10 (a) ; sous l'effet de la contrainte, la ligne de dislocation se courbe jusqu'à une valeur critique de courbure Figure 10 (b). La dislocation se referme de l'autre côté de la particule, libre de continuer son glissement en ayant laissé une boucle de dislocation, appelée boucle d'Orowan autour du précipité Figure 10(c). Ce phénomène se reproduit à chaque passage de dislocation. L'empilement de boucles d'Orowan crée un champ de déformation qui repousse les dislocations suivantes créant un effet d'écrouissage. Le calcul de la contrainte d'Orowan est disponible en Annexe VI.2.

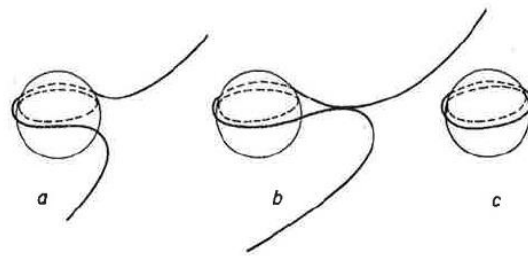


Figure 10: Schéma explicatif du mécanisme d'Orowan et de la formation de la boucle d'Orowan

A noter que lorsque la température augmente, les boucles d'Orowan disparaissent, sous l'effet d'un phénomène de restauration [76]. En effet, les deux cotés d'une boucle d'Orowan sont de signe opposé et ne sont séparés que par une distance équivalente à la taille d'une particule. La montée en température permet d'activer des mécanismes d'autodiffusion et de diffusion de lacunes [76] autour du précipité qui va permettre à la boucle de s'annihiler par montée. La réduction de la longueur de la dislocation crée en outre une force motrice favorable à la montée. Ce phénomène est d'autant plus actif que la taille de la particule est faible et la température haute.

Lorsqu'un segment de dislocation se trouve ancré entre deux précipités ou tout obstacle, cette configuration peut donner lieu à une source de dislocations appelée source de Frank-Read [77](Figure 11). Après déviation, ou montée de deux crans sessiles au niveau des deux précipités, le segment entre les points d'ancrage se courbe sous la contrainte en restant dans son plan de glissement. Lorsque la courbure est suffisante, les extrémités se rejoignent. Une boucle libre est formée et le segment initial est reconstitué.

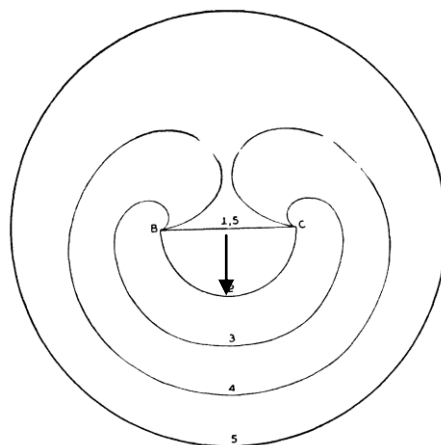


Figure 11: Schéma explicatif du mécanisme de Frank-Read : le segment central se courbe sous la contrainte jusqu'à ce que les deux extrémités se rejoignent. Le segment initial est ainsi reformé et la boucle est libérée

De par la dissociation plus faible de ses dislocations et de leur plus grande tendance à dévier, ce mécanisme est plus actif sur les métaux CC que sur les CFC.

INTERACTION DISLOCATION PRECIPITE: DURCISSEMENT PAR COHERENCE ET ANCRAGE INTERFACIAL

La présence de précipités cohérents dans une matrice de paramètre de maille différent entraîne la création d'un champ de contrainte élastique autour des précipités [78]. Lorsqu'une dislocation mobile pénètre dans ce champ, son mouvement est perturbé, ce qui produit un durcissement. Le calcul exact de ce dernier est complexe [78].

Dans le cas de précipités incohérents, Srolovitz et al. [79] ont observé sur un acier ODS base nickel un ancrage des dislocations coins après montée à haute température. Ce phénomène, également observé par Nardone et al. [80], est attribué à l'interaction attractive qui existe entre une dislocation et l'interface d'un précipité incohérent. Le segment en contact avec l'interface présente une tension de ligne réduite par rapport aux autres segments de dislocation et une certaine contrainte est donc nécessaire pour reformer la ligne de dislocation.

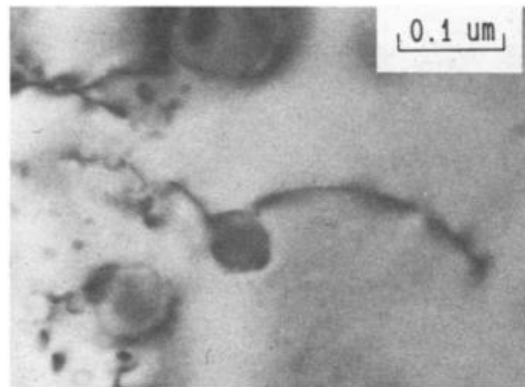


Figure 12: Observations TEM de dislocations épinglées par Nardone et al. [80] sur un ODS base Ni MA754

La contrainte seuil de désancrage interfacial τ est calculée comme étant une fraction de la contrainte d'Orowan τ_0 par Rösler et Artz [81].

$$\tau_0 = \tau * \sqrt{1 - k^2} \quad \text{avec } k \text{ compris entre } 0 \text{ et } 1 \quad \text{Équation 2}$$

I.2.1.2.4 JOINTS DE GRAINS

Les joints de grains constituent un obstacle à la propagation des dislocations. Cette résistance au franchissement est due au changement d'orientation cristallographique. De plus, des empilements (« pile ups ») de dislocations coin peuvent se former, que ce soit dans les métaux CC (observé sur du laiton alpha [73]) comme dans les métaux CFC.

Cet effet se traduit par dépendance de la limite d'élasticité à l'inverse de la racine carrée de la taille moyenne des grains. On parle de loi de Hall-Petch formulée par Hall [82]

$$\sigma_y = \sigma_i + k * d^{-\frac{1}{2}} \quad \text{Équation 3}$$

σ_i représente la friction du réseau qui s'oppose au mouvement des dislocations, k est une constante qui peut représenter la difficulté de propagation d'un grain à l'autre subie par une dislocation. d est la taille des grains.

I.2.2 ESSAIS DE CARACTERISATION MECANIQUE

Pour l'application de gainage, les caractéristiques principales à évaluer sont la résistance en traction, la résistance au fluage, la résilience et la ténacité. Dans le cadre de ces travaux, les deux essais étudiés sont la traction à vitesse de déformation constante et l'essai de fluage à contrainte constante.

I.2.2.1 TRACTION

I.2.2.1.1 GENERALITES SUR LA TRACTION

Dans un essai de traction à vitesse de déformation constante est défini par Blum [83] comme un essai où la déformation est imposée comme proportionnelle au temps.

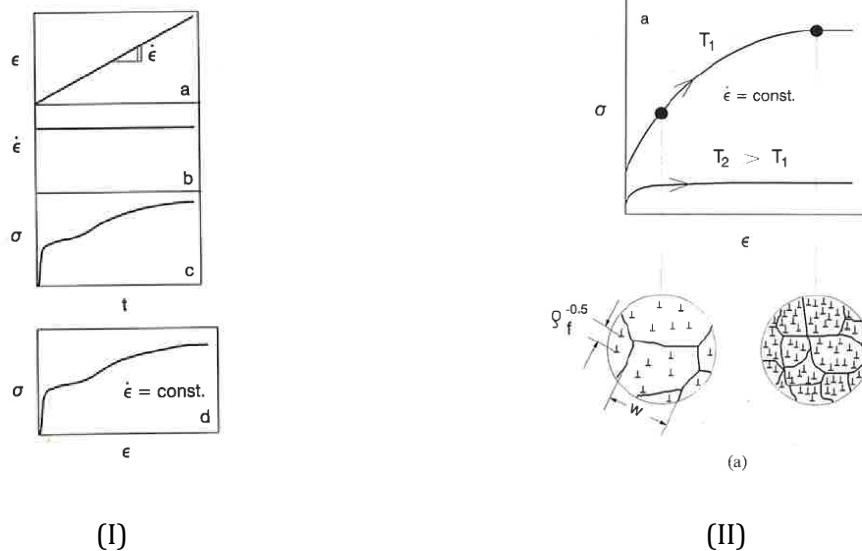


Figure 13: (I) Schéma des courbes caractéristiques d'un essai de traction (II) Evolution des densités et structures de dislocations au cours d'un essai de traction avec formation de sous-grains (w)

La déformation plastique peut être due à de la plasticité intragranulaire : les dislocations s'organisent en réseau par génération et annihilation de dislocations mobiles comme le montre la Figure 13 (II). Ces réseaux dépendent des paramètres de la déformation soit (σ et T) soit ($\dot{\epsilon}$ et T) et des paramètres de la microstructure. Ces sous-structures sont caractérisées par leur espacement ω , par la distance entre dislocations libres approximée par $\rho^{-0.5}$ et par la distance entre dislocations dans les cellules ou les sous-joints. La déformation peut être également due à du glissement intergranulaire [84] [85] [86]: des grains glissent et roulent les uns par rapport aux autres. Ce mécanisme se produit préférentiellement dans les matériaux à petits grains à des températures supérieures à $0.5T_f$.

I.2.2.1.2 COMPORTEMENT EN TRACTION DES ODS

Il existe un grand nombre de travaux traitant du comportement des ODS. McClintock et al. [11], condensent les principales spécificités des ODS en traction en comparant le comportement de l'EUROFER et du 14YWT à leurs homologues non renforcés (Figure 14).

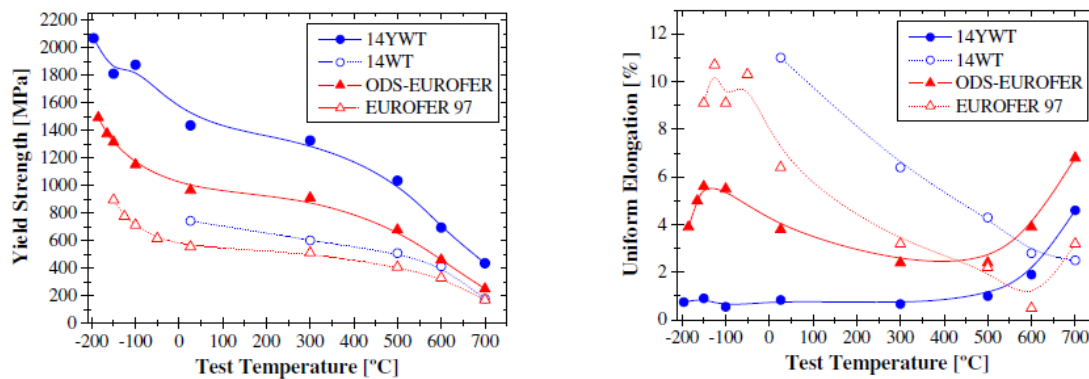


Figure 14: Comparaisons des limites élastiques et des allongements répartis entre deux nuances ODS et leurs pendants non-ODS par Mc Clintock et al. [11]

Les ODS ont une limite élastique plus élevée que les nuances non ODS à basse température mais la différence est sensiblement réduite au-delà de 600°C . De plus, les ODS se caractérisent par un faible allongement réparti à basse température.

A haute température, les aciers ODS, qu'ils soient martensitiques comme le montre la Figure 15, ou ferritique [40] [87], présentent également une forte dépendance de leurs caractéristiques mécaniques à la vitesse de traction: insensibles à la vitesse de déformation à température ambiante, les limites élastique et maximale ainsi que leur allongement à rupture diminuent significativement avec la vitesse de déformation dès 550°C .

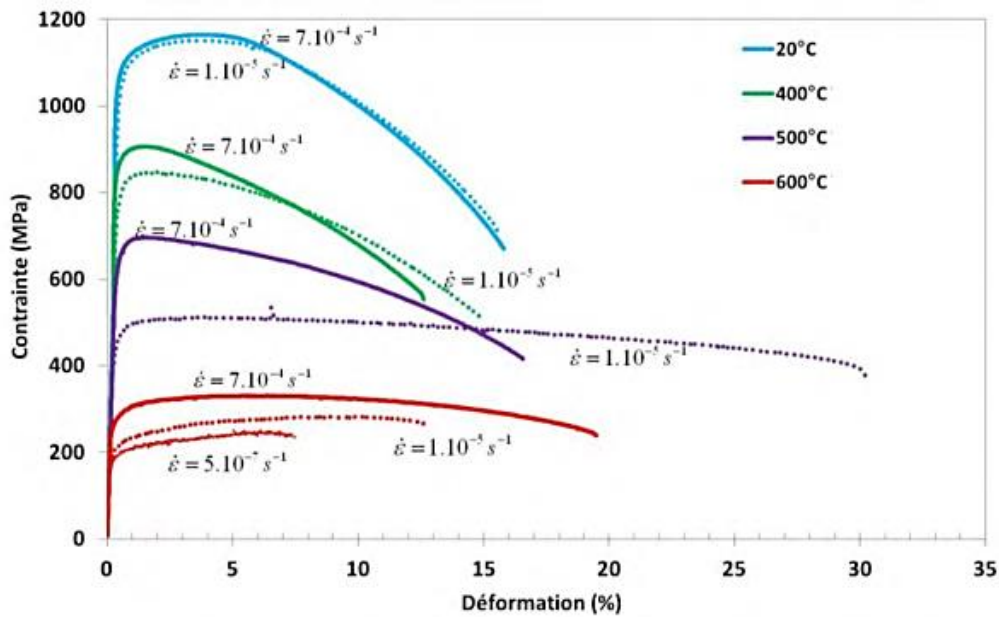


Figure 15: Influence de la vitesse de sollicitation sur les courbes de traction d'un ODS 9Cr J04 [39]

Lorsqu'ils ont été obtenus par extrusion, les caractéristiques en traction des ODS sont fortement dépendantes du sens prélèvement selon Steckmeyer [88] : leurs caractéristiques en termes de résistance et d'allongement sont diminuées lorsqu'ils sont sollicités perpendiculairement à la direction d'extrusion.

Praud et al. [87] et Steckmeyer et al. [89] observent un changement de mécanisme de plasticité en se basant sur l'allongement à rupture et la limite élastique d'un acier ODS Fe14Cr compacté par CIC. Ils montrent également l'existence d'un pic de ductilité et de sensibilité à la vitesse entre 550°C et 650°C. Dade [90] et Sugino et al. [91] ont mis en évidence du glissement intergranulaire en traction à des températures supérieures à 600°C. Une transition semble s'opérer entre des mécanismes intragranulaires à basse température et des mécanismes intergranulaires à haute température.

Les caractéristiques en traction à chaud dépendent également de l'environnement d'essai: Inno [92] a montré sur un acier ODS base Nickel MA6000 qu'une atmosphère non contrôlée entraînait la formation d'une couche d'oxydes néfaste pour les caractéristiques en traction à 1100°C et l'acier présentait des cavités sous la surface. Un mécanisme comparable peut se produire sur les aciers ODS base fer.

Mis à part les premiers essais de tractions menés par Ratti [7], les propriétés mécaniques en traction des aciers NDS restent à évaluer.

I.2.2.2 FLUAGE

I.2.2.2.1 GENERALITES SUR LE FLUAGE

THEORIE DU FLUAGE

Selon Blum [83] et Adda [93], trois types de fluage sont répertoriés : le plus classique dans le cas des aciers est le fluage permanent à haute température ($T > 0.5 T_f$). On observe également le fluage sigmoïdal dans des cristaux pauvres en dislocations mobiles et le fluage α , à basse température ($T < 0.3 T_f$) durant lequel il y a durcissement sans restauration et donc diminution progressive de la vitesse de fluage. Dans le domaine des aciers ODS, le terme fluage désigne exclusivement le fluage permanent, qui peut être divisé entre le fluage dislocationnel et le fluage diffusion. Des cartes d'Ashby en fluage sont dressées pour aider à déterminer le mécanisme responsable du fluage en fonction de la vitesse de déformation, de la contrainte et de la température, comme le montre la Figure 16.

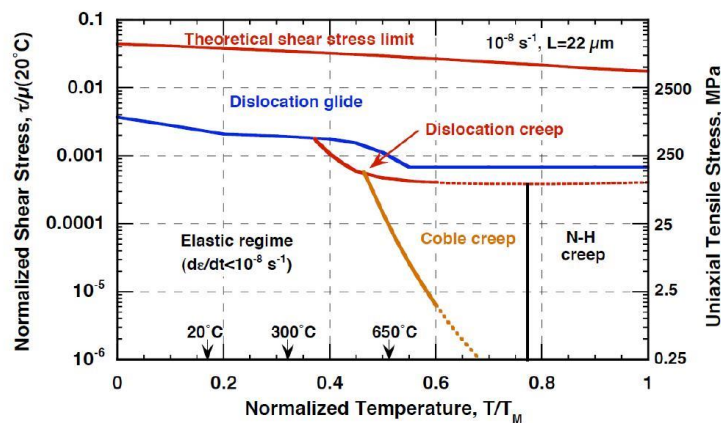


Figure 16: Carte de déformation d'un acier Fe 8Cr 2W [94]

Trois phases sont classiquement identifiées dans un essai de fluage dislocationnel à haute température: durant la première partie (stade I ou stade primaire), Figure 17 (I), après l'étape de déformation instantanée, l'échantillon se déforme rapidement mais la vitesse de fluage décroît. Elle correspond à l'augmentation de la densité de dislocations et la création d'écheveaux de dislocations puis à la formation d'une sous-structure de dislocation stable, principalement des sous-joints de grains. Cela conduit à une diminution du nombre de dislocations mobiles, jusqu'à ce que la vitesse de fluage atteigne un minimum. La loi empirique d'Andrade [95] lie le temps et la déformation durant le stade primaire.

$$\epsilon = \epsilon_0 + \beta t^m \quad \text{avec } m \sim 1/3 \quad \text{Équation 4}$$

Au cours du stade II, le fluage secondaire, l'échantillon se déforme à vitesse de fluage constante. Cela correspond à l'équilibre entre création et annihilation des dislocations mobiles, principalement dans les parois des sous-grains selon Adda [93]. Il existe un grand nombre de

modèles pour simuler la vitesse de contrainte secondaire, ceux-ci se basent sur deux hypothèses principales : le fluage est gouverné soit par le glissement des dislocations, soit par la montée pure, sans glissement. Enfin, durant le stade III ou stade tertiaire, la vitesse de fluage augmente de nouveau. De manière générale, cette accélération est attribuée à l'apparition d'endommagement.

C'est l'observation attentive de la vitesse de fluage qui permet de déterminer le régime de fluage dans lequel se trouve le matériau.

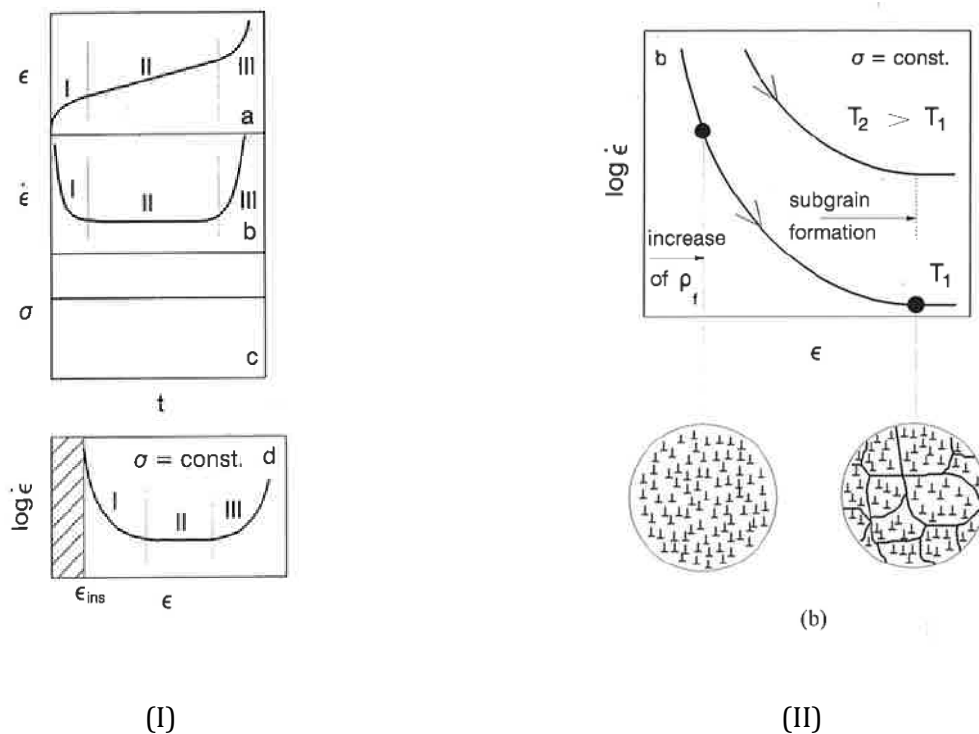


Figure 17: (I) Schéma des courbes caractéristiques d'un essai de fluage (II) Evolution des densités et structures de dislocations au cours d'un essai de fluage avec formation de sous-grains

FLUAGE D'ALLIAGES REELS : GLISSEMENT AU JOINT DE GRAIN

D'autres paramètres microstructuraux sont à prendre en compte en fluage lors de l'étude d'alliages « réels » : le caractère polycristallin et le rôle des éléments d'addition.

En premier lieu, le rôle des joints de grains est dépendant de la température : à basse température, ils durcissent le polycristal en formant des obstacles au glissement et induisent des empilements de dislocations (voir I.2.1.2.4). Une microstructure fine contribue donc significativement au durcissement. A plus haute température, les joints de grains affaiblissent le polycristal et diminuent la ductilité en modifiant le mode de rupture de transgranulaire à basse température vers un mode intergranulaire à haute température. La température de transition

entre les deux comportements, appelée température d'équicohésion, se situe aux alentours de $0.5T_f$. C'est également à partir de cette température que peut se développer un cisaillement relatif entre deux grains : le glissement intergranulaire.

Le glissement intergranulaire nécessite un mécanisme d'accommodation : il peut être diffusif ou basé sur le mouvement de dislocations. A haute température ($T > 1000^\circ\text{C}$), l'autodiffusion permet l'accommodation. Aux températures plus basses [96], une partie de la déformation se produit par une translation graduelle d'un grain par rapport à l'autre, qui crée un cisaillement, d'abord dans une zone restreinte qui s'épaissit au fur et à mesure. Une forte distorsion du grain, très localisée, apparaît donc en périphérie ce qui finit par entraîner une migration du joint de grain. Le glissement au joint se produit par alternance de cisaillement puis migration du joint. La morphologie du joint de grains (jonctions triples, cassures,...) forme autant d'obstacles au glissement. Il s'agit d'un mécanisme thermiquement activé qui n'apparaît qu'au-dessus de $0.5T_f$ [96].

Le glissement intergranulaire peut avoir un rôle capital dans la rupture du matériau : à forte contrainte, les joints triples peuvent amorcer une fissure. A plus faibles contraintes, il y a formation de cavités elliptiques le long des grains parallèlement à la direction de traction, à proximité de rugosités qui peuvent modifier localement la contrainte.

EFFET D'ENVIRONNEMENT SUR LE FLUAGE

Bien qu'il ne soit pas prévu d'étude de l'influence de l'environnement de fluage dans cette thèse, il est intéressant de savoir que le fluage sous air est pénalisant par rapport au milieu vide, comme cela a été montré sur un acier 2.25Mo1Cr non ODS par De Oliveira Bueno et al. [97]. De même, le milieu sodium est plus favorable que le milieu air en fluage pour un acier inoxydable 316L, comme l'ont montré Ravi et al. [98].

Le fluage sous air est donc un essai théoriquement plus pénalisant que le milieu sodium.

La principale source d'oxydation provient de l'intérieur de la gaine et porte le nom de ROG pour Réaction d'Oxydation de la Gaine.

METHODES D'EXPLOITATION DES ESSAIS DE FLUAGE

La complexité des phénomènes en jeu lors d'un essai de fluage ainsi que sa durée rendent difficile la détermination des performances exactes d'un alliage en fluage. En effet, il est nécessaire de déterminer à la fois la dispersion des résultats et la durée de vie pour la contrainte envisagée. Si la durée de vie est incompatible avec une durée raisonnable d'essai, on réalise une campagne de fluage à contrainte plus élevée, puis on extrapole les résultats pour la durée souhaitée : la loi de Monkman Grant lie vitesse de fluage secondaire et durée de vie, la loi de

Norton, contrainte et vitesse de fluage secondaire et enfin le paramètre de Larson-Miller permet de classer les performances des nuances.

Pour utiliser la loi de Norton, il est nécessaire de postuler que le fluage secondaire est un phénomène thermiquement activé et qu'on peut exprimer la vitesse de fluage secondaire par une loi d'Arrhenius.

$$\dot{\varepsilon} * \exp\left(\frac{\Delta G}{kT}\right) = A\left(\frac{\sigma}{\mu}\right)^n \quad \text{Équation 5}$$

ΔG est l'énergie d'activation du fluage, T la température, A est une constante ayant les dimensions d'une fréquence et μ est le coefficient de cisaillement.

On peut tirer de cette relation la loi puissance, dite de Norton, à température constante :

$$\dot{\varepsilon} = A_{\varepsilon,T} * \sigma^n \quad \text{Équation 6}$$

Cette relation, couramment utilisée, fait intervenir un exposant de contrainte n et un paramètre A .

Le paramètre de Larson-Miller permet de lier température, temps à rupture et contrainte. Lors du fluage secondaire, on peut écrire $\varepsilon = t * \dot{\varepsilon}$. La sous-structure, stable au cours de l'essai et dépendante de la combinaison (σ, T) , peut être représentée par une constante Z appelée paramètre de Zener-Hollomon :

$$Z = \dot{\varepsilon} * \exp\left(\frac{\Delta G}{kT}\right) \quad \text{Soit} \quad \frac{\varepsilon}{Z} = t * \exp\left(-\frac{\Delta G}{kT}\right)$$

En portant $\log_{10}t$ en fonction de $1/T$, on obtient alors l'équation du paramètre de Larson-Miller [99] 'm' :

$$\log_{10}t + C = m * T^{-1} \quad \text{Avec} \quad C \approx 25 \quad \text{Équation 7}$$

C'est par la construction du diagramme $\sigma=f(m)$ en compilant les résultats de plusieurs matériaux flués qu'on peut les comparer. C'est la seule relation qui permet de lier des essais réalisés à températures différentes.

Pour terminer, la relation de Monkman-Grant [100] postule que le stade secondaire représente la majeure partie d'un essai de fluage et que la déformation à rupture est constante. Ainsi, elle lie vitesse de fluage secondaire $\dot{\varepsilon}$ et durée de vie t_f pour un matériau à température constante :

$$t_f * \dot{\epsilon}_{min}^{m'} = K \quad \text{Équation 8}$$

Ces trois relations permettent de comparer différents matériaux en fluage et ce même si les essais ont été réalisés dans des conditions différentes, sous réserve qu'il n'y ait pas de transition de mécanisme sur la plage de comparaison choisie.

I.2.2.2.2 FLUAGE DES ODS

La présence d'une précipitation modifie le comportement mécanique des aciers renforcés, et notamment leur réponse en fluage par rapport aux nuances non-renforcées. Les aciers ODS ferritiques et martensitiques sont des alliages CC renforcés par une précipitation, c'est aussi le cas d'aciers martensitiques résistants au fluage, renforcés par des carbures. Leur comportement en fluage peut donc donner des références quant à celui des aciers ODS.

Un acier martensitique renforcé par précipitation grossière de carbures (~40nm), le X20CrMoV12 1, a servi de base pour trois études du comportement en fluage d'aciers CC renforcés par dispersion : le fluage traction par Eggeler et Al. [101], le fluage compression par Straub (1991, non publié) et microstructuralement par Nilsvang [102], Figure 18. Le fluage en compression permet de s'affranchir en partie de l'endommagement. Blum [83] montre à partir de ces trois études que cet acier ne présente pas les trois stades classiques du fluage.

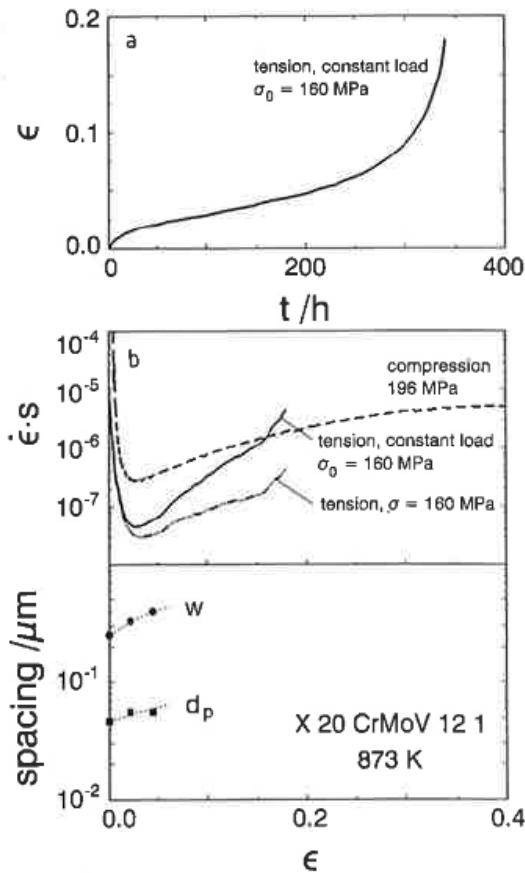


Figure 18: Fluage et évolution microstructurale d'un acier martensitique revenu X20CrMoV 12 1 [101](a) courbe de fluage en traction charge constante (b) vitesse de fluage traction (charge constante $\sigma_0=160$ MPa et contrainte constante $\sigma= 160$ MPa) et compression 196MPa, Evolution de la taille de sous grain (w) et de la taille des carbures (d_p)

En effet, en comparant les courbes de fluage en compression, donc théoriquement sans ouverture de pores, avec celle du fluage en traction, on observe tout d'abord un régime transitoire durant lequel la vitesse de fluage diminue jusqu'à atteindre un minimum. Puis, en traction comme en compression, la vitesse de fluage augmente, indiquant un adoucissement du matériau sans endommagement. Les causes de cet adoucissement ne sont pas explicitement clarifiées, car comme l'ont montré Straub et Blum [103], les grossissements des sous-grains et de précipités ne suffisent pas à expliquer l'effet observé. En fluage traction, le stade tertiaire conduisant à la ruine survient à $\epsilon=0.14$, bien avant la mise en place du régime permanent, observable uniquement en compression à partir de $\epsilon=0.4$.

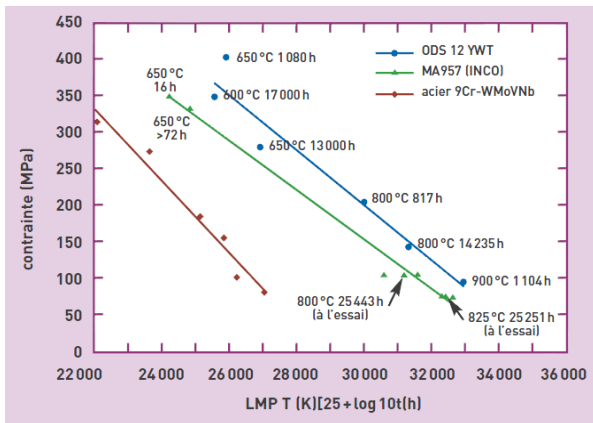
Il semble important de noter que le minimum de déformation observé durant le régime transitoire ne correspond pas à une vitesse de fluage secondaire « classique » telle que décrite dans la Figure 17 (I).

Ces résultats révèlent que la théorie du fluage d'aciers CC renforcés par dispersion reste un sujet complexe. Pour la suite des travaux de thèse, en ce qui concerne les nuances renforcées par dispersion de précipités en fluage traction, on parlera de stade primaire lorsque la vitesse de fluage diminue et de stade tertiaire lorsque la vitesse de fluage augmente après le passage par un minimum. Dans un grand nombre d'études cités dans la revue bibliographique, les auteurs ont conservé la description classique en trois stades telle que décrite en début de paragraphe.

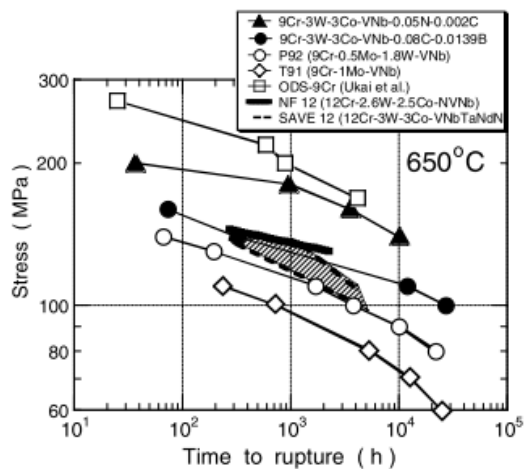
CARACTERISTIQUES MECANIQUES

En vue de leur utilisation future comme matériau de cœur, les aciers ODS ont fait l'objet de très nombreuses d'études portant sur leur réponse en fluage. Nous allons nous intéresser exclusivement aux températures supérieures à 650°C .

Le fluage est un point paradoxal du comportement des ODS : ils montrent une excellente résistance en termes de temps et de déformation à rupture, voir Figure 19 (a) et (b), par rapport aux nuances obtenues par métallurgie conventionnelle. En revanche, ils présentent également un mode de fracture brutal sans tertiaire classique, contrairement aux aciers non renforcés, comme le montre la Figure 20 (a).



(a)



(b)

Figure 19: (a) Contrainte à rupture en fonction du paramètre de Larson-Miller pour deux ODS et un acier martensitique conventionnel, cité par Bonin [104] (b) Comparaison entre ODS et aciers martensitiques résistants au fluage obtenus par métallurgie conventionnelle, cité par Abe [105]

Les nuances filées, qui ont une forte texture de fibre α par rapport à la direction d'extrusion, ainsi que des grains allongés, présentent une forte anisotropie des caractéristiques de fluage. Cela nuit grandement aux propriétés mécaniques dans la direction transverse par rapport à la direction de filage : cela a été montré au Japon [17] [106] [107] dans le courant des années 90 sur des nuances ferritiques, puis plus récemment au CEA, par Ratti [7] et Steckmeyer [40], également sur des nuances ferritiques. Durant sa thèse, Praud [39] a pu observer que les

nuances compactées par CIC ont des performances en retrait par rapport au sens long des nuances filées. En outre, les déformations à rupture en fluage sont faibles, de l'ordre du pourcent.

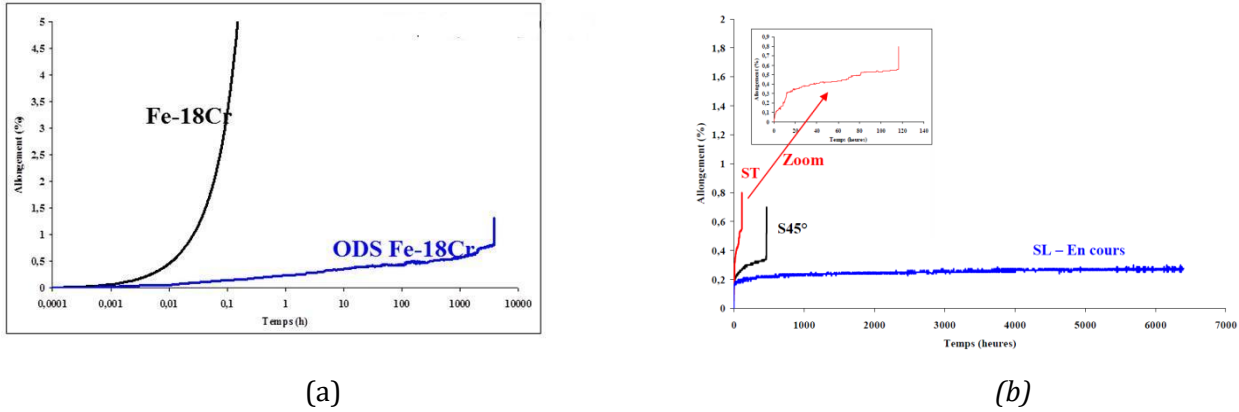


Figure 20: a) Courbe de fluage sous air à 180MPa et 650°C d'un acier ODS 18Cr et d'un acier non ODS 18Cr b) Courbes de fluage d'un acier ODS en sens long (SL), sens travers (ST) et sens 45° (S45°) par rapport à la direction de fluage. [7]

On note que l'évolution de la vitesse de fluage au cours de l'essai est rarement publiée. On trouve malgré tout des données dans la thèse de Steckmeyer [70] qui l'a déterminée pour l'acier Fe14Cr ODS J05 à 370MPa et 650°C, Figure 21 (a). La courbe présente une morphologie similaire à ce qui se trouve classiquement sur les aciers martensitiques résistants au fluage, tels que recensés par Abe [105] à des niveaux de contrainte bien plus faible, Figure 21 (b). Aucun stade secondaire n'est observé et l'accélération de la vitesse de déformation observée est attribuée à un grossissement des précipités MX présents dans ces aciers

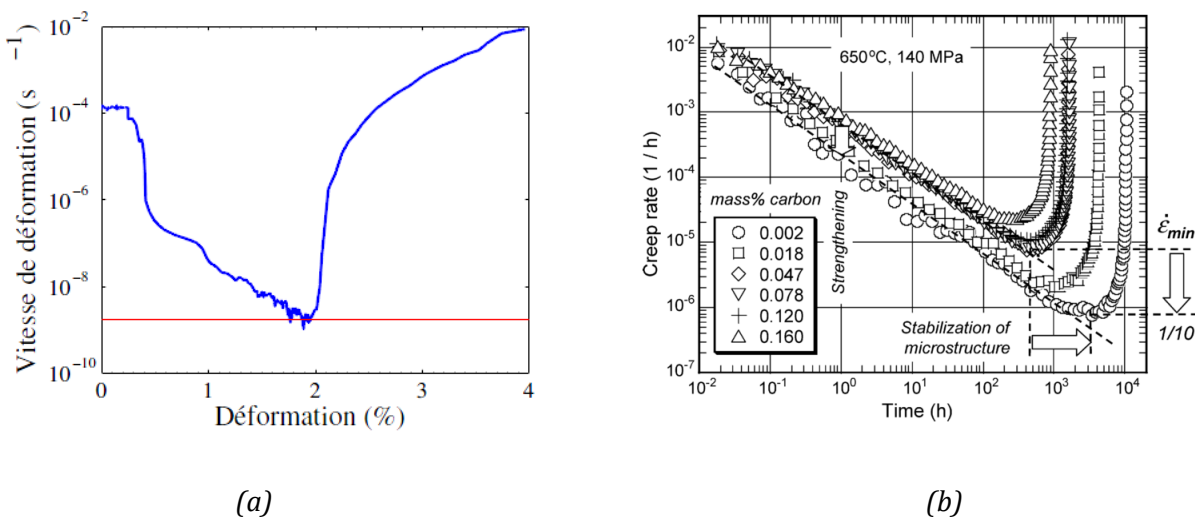


Figure 21: Vitesse de fluage en fonction de la déformation pour (a) l'acier ODS Fe14Cr J05 à 370MPa et 650°C cité par Steckmeyer (b) le 9Cr-3W-3Co-VNb, flué à 140MPa cité par Abe [105]

EVOLUTION MICROSTRUCTURALE

Lors du fluage des ODS, Cayron [108] et Sakasegawa et al [109] montrent que le joint de grain est une zone critique pour la tenue mécanique. Le fluage s'accompagne d'endommagement : sur des nuances texturées en fibre α selon la direction de filage, une première population de cavités tortueuses est alignée dans la direction d'extrusion et semble être d'origine diffusionnelle (figure11).

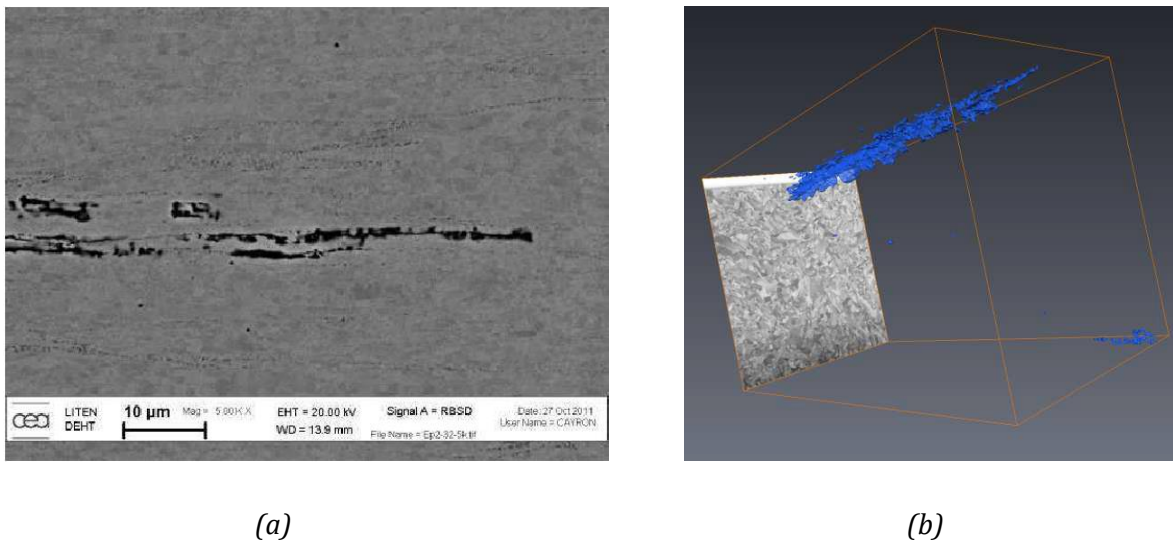


Figure 22: (a) Observation d'une cavité allongée dans la direction de filage sur J05 flué (b) Reconstruction 3D FIB d'une cavité de fluage sur un ODS 14Cr filé (J05) par Cayron [108]

L'origine, le mécanisme de formation et l'impact des cavités allongées dans la direction de filage sur les propriétés en fluage des aciers ODS texturés reste à investiguer

La deuxième population de cavités se trouve généralement sous la surface de fracture et se compose de cavités perpendiculaires à la direction de filage. On les retrouve sur les échantillons sollicités en sens transverse et en sens long par rapport à la direction d'extrusion. En ce qui concerne les nuances compactées par CIC, un endommagement perpendiculaire à la direction de filage est observé en fluage [39].

Le cobroyage est une étape clé en ce qui concerne les performances d'un matériau obtenu par métallurgie des poudres. Cayron [110] a montré que c'est à cette étape que les matériaux ODS perdent en résilience [111]. Selon Sakasegawa [112], la taille des poudres utilisée après cobroyage a une influence sur l'endommagement observé en fluage. Enfin, selon Steckmeyer

[70], les cavités allongées présentes dans les éprouvettes fluées peuvent être liées à la présence de TiO_2 aux anciens joints de poudre.

La relation nanoprécipité–dislocation a fait l’objet de plusieurs études par Malaplate et al. [113] et Praud [39] : les essais ont été réalisés par microscopie en transmission in situ sur des essais de traction. A température ambiante, les nanoprécipités sont de forts points d’ancrage, et le mouvement des dislocations est saccadé puis au dessus de $600^\circ C$, le mouvement des dislocations se fait plus continu. Un régime de vieillissement dynamique est mis en évidence par Praud [87] en traction à $400^\circ C$.

Pour finir, durant les essais de fluage qui peuvent durer plusieurs milliers d’heures à $650^\circ C$, la précipitation de phase σ fragilisante est observée par Rouffie [114] et Cayron [108] pour les nuances à forte teneur en chrome (18 pd.% Cr).

POINTS DURS DU FLUAGE DES ACIERS ODS

Plusieurs pistes sont évoquées pour expliquer la faible ductilité des aciers ODS : pour Tanno et al. [44] et Ukai et al. [15], le mécanisme principal de déformation est le glissement aux joints de grains. Ils se basent sur les observations de cavités aux joints de grains allongées, ainsi que sur des tests en compression menés par Okada et al. [107] et la mise en évidence de plasticité intergranulaire en fluage par Sugino et al. [115].

La faible déformation à rupture et les vitesses de déformation très faibles rendent difficile la détermination du mécanisme principal de déformation en fluage : la principale piste avancée dans la littérature est le glissement intergranulaire

La rupture brutale est due à une décohésion intergranulaire selon Okada et al. [107] et Sugino et al. [115]. Une autre piste avancée est celle de Cayron [108] sur les alliages ferritiques : la rupture serait due au grossissement puis à la coalescence des cavités intergranulaires allongées dans la direction de traction telles que présentées Figure 22. Klueh et al. [10] ont observé sur un ODS Fe18Cr MA957 la formation de phases intergranulaires enrichies en chrome perpendiculairement à la direction de filage. Leur présence pourrait expliquer la rupture brutale. Néanmoins, aucune explication claire ne se dégage pour expliquer la faible ductilité des alliages ODS et il s’agit d’un point bloquant pour leur développement.

L'origine exacte de la rupture brutale en fluage des aciers ODS est encore mal comprise : les pistes du glissement intergranulaire [107] [108], d'une phase fragilisante [10] et de l'endommagement [108] sont évoquées.

De même que pour les caractéristiques en traction, le comportement en fluage des aciers NDS reste à évaluer.

I.3 CONCLUSIONS DE LA SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE

Dans le cadre des études pour le gainage du combustible des centrales de génération IV, les aciers ferritiques et martensitiques renforcés par dispersion nanométrique d'oxydes (ODS) et de nitrures (NDS) sont envisagés pour leur résistance au gonflement sous irradiation et au fluage. Ces aciers sont élaborés par métallurgie des poudres. La présence de nanoprécipités leur confère d'excellentes propriétés mécaniques et induit une diminution de leur taille de grains ainsi qu'une forte densité de dislocations. Il ressort également de l'étude bibliographique croisée avec celle d'aciers martensitiques non-ODS que les aciers ODS présentent des traits communs avec ces nuances en terme de comportement durant le fluage.

Les problématiques en fluage des aciers ODS concernent donc les points suivants:

- Est-il possible d'améliorer les performances des aciers ODS en évitant l'étape de broyage ?
- Quel est le mécanisme principal de déformation en fluage ? Et comment utiliser les lois classiques du fluage (Norton, Monkman-Grant et Larson-Miller) ?
- Quel est le mécanisme responsable de la rupture brutale en fluage à faible déformation ?

La littérature portant sur les aciers NDS indique que la caractérisation mécanique de ce type de nuances est peu avancée.

CHAPITRE II. : MATERIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES

TABLE DES MATIERES

CHAPITRE II. : MATERIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES	49
II.1 Présentation des aciers ODS et NDS étudiés.....	51
II.1.1 Deux aciers ferritiques ODS : Fe18Cr1W référence F20 et Fe14Cr référence J27	51
II.1.2 L'acier ferritique NDS Fe18Cr, J12	51
II.2 Microscopie électronique à balayage.....	53
II.2.1 SEM, BSE et EDS.....	53
II.2.2 EBSD	54
II.3 Microscopie électronique en transmission	57
II.3.1 TEM et diffraction électronique	57
II.3.2 TEM haute résolution.....	59
II.3.3 STEM : BF- ADF- HAADF	59
II.3.4 Observation de structures de dislocations en TEM et calcul des densités de dislocations	60
II.3.5 Préparation des échantillons TEM.....	66
II.4 Essais de traction et de fluage.....	67
II.4.1 Essais de traction.....	67
II.4.2 Essais de fluage.....	68
II.5 Présentation du logiciel de calcul thermocinétique Matcalc.....	68

II.1 PRESENTATION DES ACIERS ODS ET NDS ETUDIÉS

II.1.1 DEUX ACIERS FERRITIQUES ODS : FE18CR1W REFERENCE F20 ET FE14CR REFERENCE J27

Dans le cadre des travaux sur les mécanismes généraux de fluage des aciers ODS, deux nuances ferritiques ont été sélectionnées pour leur caractère représentatif en termes de performances et d'endommagement.

L'ODS Fe18Cr F20 a été conçu lors de la thèse de Ratti [7]. Il a été élaboré par cobroyage sous atmosphère argon chez *Plansee* à partir d'une poudre atomisée par *Aubert et Duval* et de 0.56wt% d' Y_2O_3 . La poudre produite a été filée au CEA (laboratoire LTMEx) à 1100°C à travers une filière carrée, puis laminée à chaud à 20% à 700°C. La barre a finalement été recuite une heure à 1050°C. Microstructuralement, l'ODS Fe18Cr a des grains allongés dans la direction de filage avec une taille de grain de 1-2 μ m dans le sens long et de 300nm dans le sens travers. Cette nuance a une texture de fibre α . Ratti a évalué les propriétés mécaniques de cette nuance en traction et en fluage à 650°C.

L'ODS Fe14Cr J27 a été élaboré dans le cadre du programme au CEA de Saclay, au laboratoire LTMEx. La poudre matrice a été cobroyée avec 0.3 pd.% d' Y_2O_3 , puis extrudée à 1100°C (rapport de filage 10) Cette nuance a fait l'objet de nombreuses études internes au CEA et de publications par les laboratoires européens partenaires du projet.

La composition chimique des deux aciers ODS est rappelée en Tableau 3.

Ref	Fe	Cr	W	Ti	Y	Si	Ni	Mn	C
F20	Bal.	17.45	0.95	0.31	0.42	0.27	0.18	0.27	0.045
J27	Bal.	13.5	0.9	0.39	0.225	NA		0.32	0.035

Tableau 3: Récapitulatif de la composition des aciers ODS Fe18Cr F20 et Fe14Cr J27

II.1.2 L'ACIER FERRITIQUE NDS FE18CR, J12

L'acier NDS Fe18Cr J12 a été conçu lors de la thèse de Ratti [7]: suivant un procédé proche d'un ODS, il a été élaboré par cobroyage d'une poudre mère ferritique contenant de l'azote avec un hydrure de titane en attriteur sous atmosphère Argon. Ratti a observé par SEM les poudres à réception et après cobroyage : il apparait que les poudres initialement sphériques de rayon 100 μ m prennent la forme de plaquettes homogènes de 20 μ m d'épaisseur après cobroyage (Figure 23).

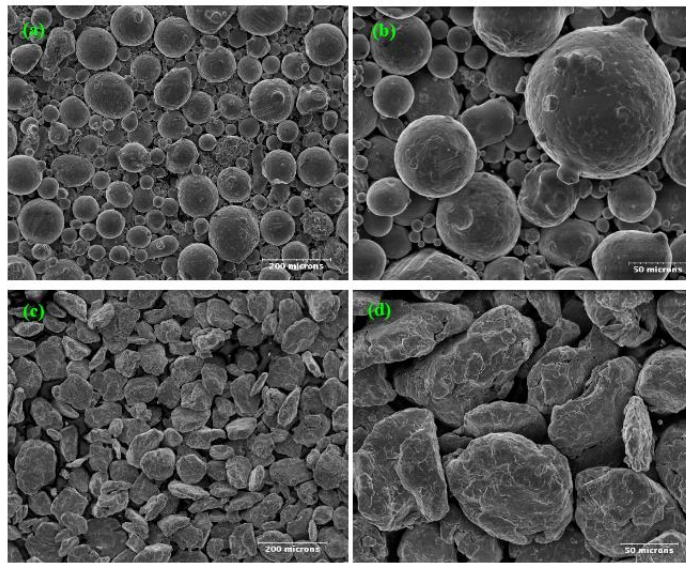


Figure 23: Micrographies SEM de poudres Fe-18Cr-1W-0,14N2 (a, b) et Fe-18Cr-1W-0,14N2 + 0,5TiH2 cobroyées dans un attriteur (c, d). [7]

Les poudres cobroyées sont ensuite compactées par filage à 800°C avec un rapport de 10 après un préchauffage d'une heure à 800°C. Cette température est plus basse que celle retenue classiquement pour la densification des aciers ODS pour éviter la coalescence des précipités TiN, moins stables en température que les oxydes d'yttrium. Le brut de filage se présente sous forme d'une barre gainée par un acier doux.

Un échantillon de la barre a été analysé par Veritas Laboratoire et les résultats sont présentés en Tableau 4, ainsi que la composition visée reportée sur le Tableau 5.

SO_D-300413-03097-001 (41 260) / Echantillon repère J12 Nuance / Grade : Alliage base fer					
ANALYSE DE COMPOSITION CHIMIQUE / CHEMICAL ANALYSIS					
Elément Element	Résultat Result	Incertitude de mesure Uncertainty	Valeur requise Required	Méthode Method	Technicien Technician
Carbone Cobac Carbon	0,050 %	± 0,003 %	---	CIR	PCALADO
Yttrium(Y) Yttrium	<0,0005 %	---	---	ICP	FGERDOLLE
Azote Cobac Nitrogen	0,193 %	± 0,005 %	---	FRCT	PCALADO
Oxygène Oxygen	0,120 %	± 0,005 %	---	FRIR	PCALADO
Chromé(Cr) Cobac Chromium	17,29 %	± 0,25 %	---	SEO	SSANCHEZ
Titane(Ti) Cobac Titanium	0,44 %	± 0,01 %	---	SEO	SSANCHEZ
Tungstène(W) Cobac Tungsten	1,07 %	± 0,03 %	---	SEO	SSANCHEZ

Tableau 4: composition chimique de la barre de J12 brute de filage

Composition chimique cherchée (pd.%)							
Fe	Cr	W	Si	Ni	Mn	N	Ti
Bal.	18	1	0.3	0.15	0.3	0.14	0.48

Tableau 5: Composition chimique visée du NDS Fe18Cr J12

La barre NDS Fe18Cr J12 brute de filage est donc enrichie en azote et appauvrie en titane par rapport à la composition visée.

II.2 MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A BALAYAGE

II.2.1 SEM, BSE ET EDS

Inventé en 1942 par Zworykin, le microscope électronique à balayage utilise un faisceau d'électrons accélérés entre 1 kV et 40 kV qui balaye la surface de l'échantillon à analyser, voir Figure 24.

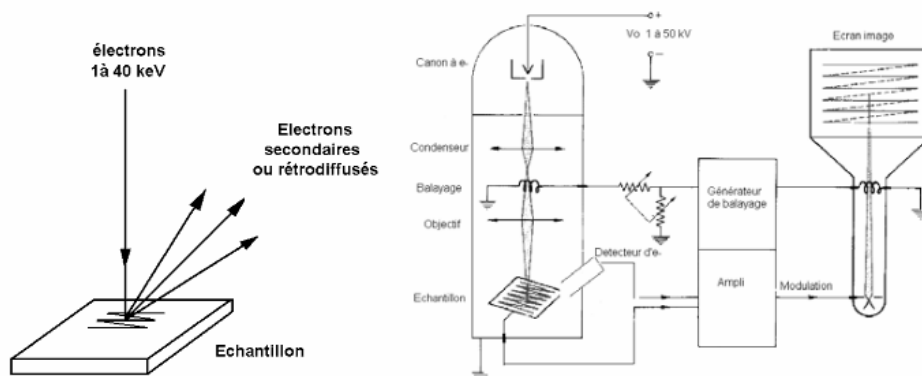


Figure 24: Schéma de principe d'un SEM

Comme détaillé en Figure 25, en chaque point, les électrons incidents pénètrent et interagissent avec la matière. Issus du choc inélastique entre le faisceau incident et les noyaux atomiques, les électrons secondaires ont une énergie faible par rapport au faisceau incident. Leur collecte permet de construire une image : on parle de Scanning Electron Microscopy (SEM). Comme ces électrons sont émis en proche surface, cette technique est très efficace pour observer la topographie d'un échantillon. Si les électrons pénètrent plus profondément, ils peuvent interagir élastiquement avec les noyaux atomiques et rétrodiffuser vers la surface, ce qui n'est possible qu'avec un échantillon poli à la silice colloïdale ($0.02 \mu\text{m}$). Les électrons incidents pénètrent profondément dans les

grains proches d'un axe de zone par un effet de « Channelling ». Les électrons rétrodiffusés doivent parcourir une distance plus grande que les électrons provenant de grains non orientés en axe de zone avant de ressortir de l'échantillon. L'image obtenue par collecte des électrons rétrodiffusés possède donc un contraste cristallographique en plus du contraste classique en masse atomique.

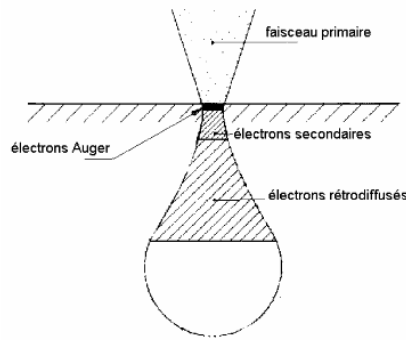


Figure 25: Poire d'interaction électrons incidents - échantillons

Enfin, l'analyse des spectres des photons X collectés et leur comparaison par rapport à des étalons permet de déterminer la nature de l'atome qu'a impacté l'électron. On parle d'EDS pour Energy Dispersive Spectrometry.

II.2.2 EBSD

La technique EBSD pour Electron Back Scattered Diffraction repose sur l'interaction entre les électrons rétrodiffusés d'énergie proche de celle du faisceau incident avec les différents plans cristallographiques rencontrés lors de la sortie de l'échantillon. Le schéma de principe d'un SEM-EBSD est présenté en Figure 26. Lorsque les électrons sont en condition de BRAGG par rapport au plan atomique qu'ils traversent, ils diffractent et les interférences entre les différents plans diffractants forment des bandes appelées bandes de Kikuchi. Le motif de Kikuchi formé par les bandes est spécifique à l'orientation du cristal et peut être visualisé directement à l'aide d'une caméra installée à proximité de l'échantillon. Il est possible d'indexer les motifs en temps réel pour remonter à l'orientation du cristal à l'aide de logiciels spécialisés tels que Oxford Instrument/HKL, EDAX/TS ou Esprit.

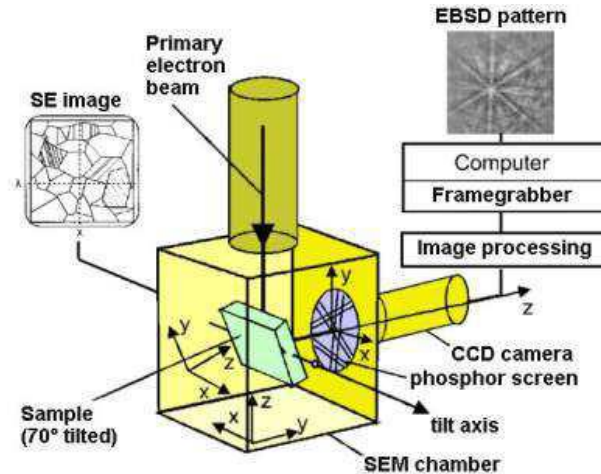


Figure 26: Schéma de principe SEM- EBSD

En balayant le faisceau d'électrons à quelques dizaines de nanomètres d'intervalle et en répétant l'opération d'indexation, on peut reconstruire la microstructure d'une zone à partir de ses orientations locales.

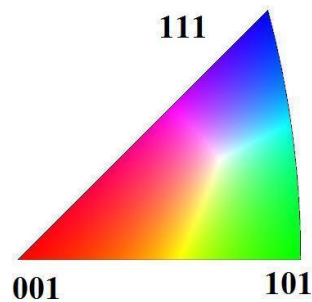


Figure 27: Code couleur IPF

Sur les cartographies présentées, plusieurs codes couleurs peuvent être utilisés pour représenter les orientations des grains, tels que les codes couleur IPF : les pixels sont colorés (Figure 27) suivant l'orientation de plans proches de l'axe macroscopique de référence choisi (X, Y ou Z). Pour les matériaux texturés, comme c'est le cas dans ce rapport, une méthode peut consister à attribuer, grâce aux figures de pôles, une orientation principale, puis attribuer un dégradé de couleurs suivant la désorientation du point par rapport à l'orientation principale. Classiquement du rouge (désorientation 0°) au vert (désorientation 52°).

Le microscope utilisé est un ZEISS Merlin équipé d'une caméra EBSD Brucker et du logiciel d'acquisition Esprit. Les cartographies sont traitées à l'aide du logiciel HKL, plus simple d'utilisation. Un bon taux d'indexation est nécessaire, au minimum de 80% : il est important de noter que la majorité des points non indexés se trouvent dans la zone des joints de grains. Pour les besoins du traitement, les domaines détectés sont étendus jusqu'à ce que tous les points de la cartographie aient une orientation attribuée. La taille des grains est donc surestimée au maximum de 20% par construction de la cartographie. La désorientation critique différenciant deux domaines comme deux grains est fixée à 10°.

Pour déterminer les tailles de grains, la taille minimale des grains est fixée à 4 pixels, et le pas est choisi de façon à ce qu'il y ait un minimum de 50 px/grains en moyenne. Cette méthode a tendance à légèrement surestimer la taille grains, puisque les grains les plus fins ne sont pas comptabilisés. La tolérance de la platine est de 0.1mm et la position de référence pour laquelle est calibrée le programme d'acquisition est à 12mm. La tolérance des mesures de taille de grains due à la position de la platine est donc égale à 1.6%. Une taille équivalente de grain est déterminée à partir du nombre de pixels par domaine en calculant le diamètre du cercle de même surface. Le facteur de forme est déterminé par le logiciel HKL par le nombre de joints de grains coupés par les lignes de pixels rapporté au nombre de joints de grains intersecté par les colonnes de pixels.

Les cartographies EBSD permettent également d'évaluer l'intensité des textures en reportant l'orientation de chaque point analysé sur des figures représentant un référentiel choisi. Lorsqu'on reporte l'orientation du cristal par rapport au repère de l'échantillon, Figure 28 (a), on parle de figure de pôle directe (ou Pole Figure, PF, en anglais). Réciproquement, Figure 28 (b), on parle de figure de pôle indirecte (ou Indirect Pole Figure, en anglais) lorsqu'on reporte l'orientation de l'échantillon sur le repère du cristal. Une fois tous les points d'une cartographie reportés sur les figures de pôle, la densité de points est calculée et représentée par le multiple de la densité uniforme théorique ou MUD (Multiple Uniform Density). Un MUD de 2 représente une intensité de texture deux fois supérieure à une texture uniforme. L'intensité de la texture est donnée par le MUD_{max} et peut être calculée à partir de la figure de pôle directe (MUD PF) ou de la figure de pôle indirecte (MUD IPF).

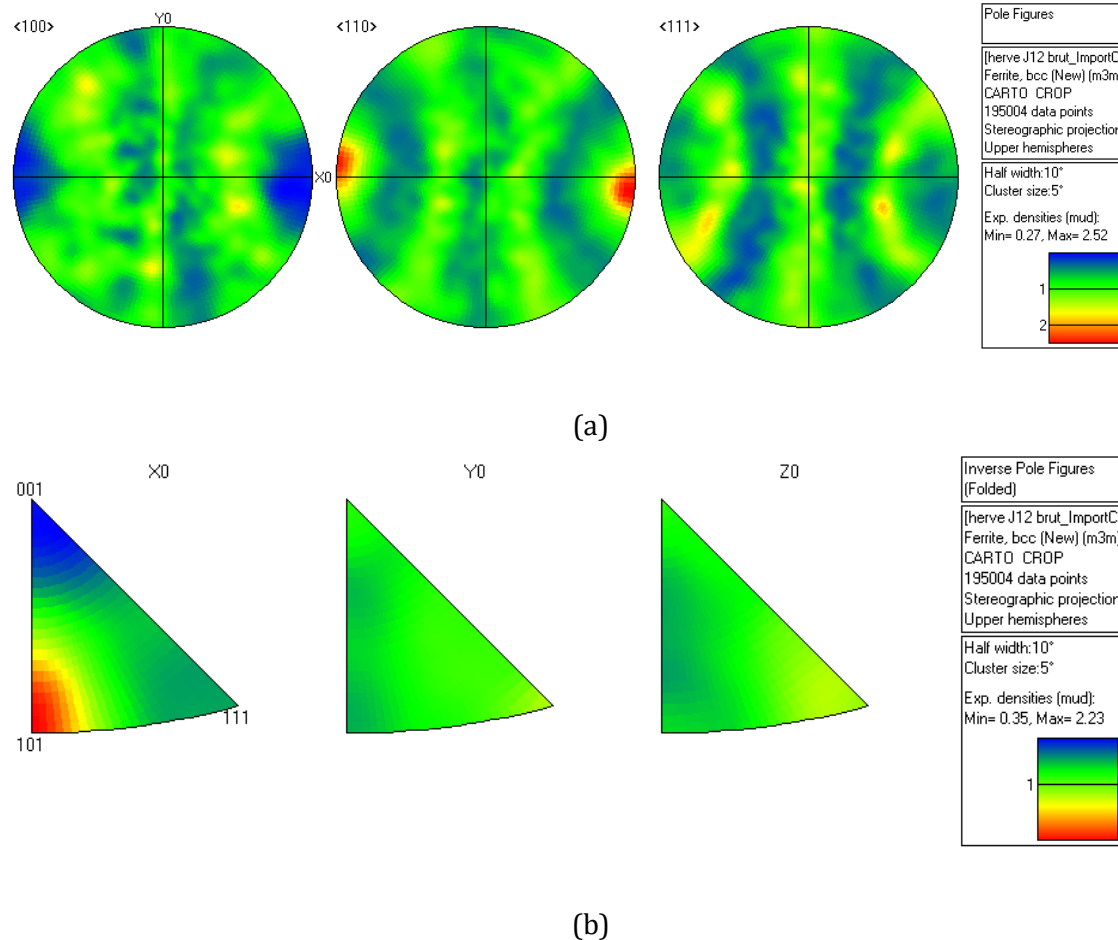


Figure 28: (a) Figure de pôle direct et (b) Figure de pôle indirect acier NDS Fe18Cr J12

II.3 MICROSCOPIE ELECTRONIQUE EN TRANSMISSION

II.3.1 TEM ET DIFFRACTION ELECTRONIQUE

Le premier microscope électronique en transmission (ou Transmission Electron Microscopy, TEM en anglais) a été construit en 1932 par RUSKA, nobélisé en 1937. Le principe est relativement simple : un faisceau incident parallèle d'électrons est accéléré entre 80 kV et 200 kV et traverse un échantillon suffisamment fin pour être transparent aux électrons. L'interaction du faisceau incident se divise entre les électrons directement transmis, les électrons diffusés élastiquement (fortement déviés par le noyau des atomes traversés) et inélastiquement (faiblement déviés par le cortège électronique des atomes traversés) et les électrons diffractés car proches des conditions de BRAGG d'un plan cristallin, voir Figure 29.

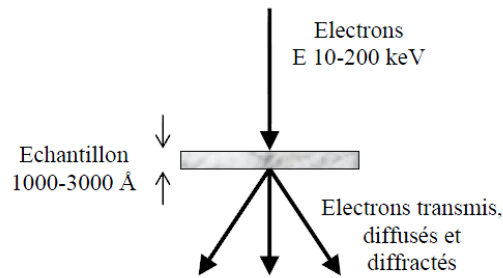


Figure 29: Schéma de principe d'un TEM

Située en dessous de l'échantillon, la lentille électromagnétique dite « objectif » permet de focaliser les faisceaux transmis et diffractés dans le plan focal où on peut réaliser des clichés de diffraction. En effet, si plusieurs plans atomiques d'un cristal diffractent, le motif formé par les taches de diffraction dans le plan focal permet de remonter à la structure cristallographique du cristal.

La Figure 30 décrit le fonctionnement optique d'un TEM: à l'aide d'un diaphragme dit de sélection d'aire, il est possible de ne sélectionner dans le plan focal que le faisceau transmis ou qu'une seule tache de diffraction correspondant à un plan cristallin proche de la condition de Bragg. Le contraste de l'image provient des électrons manquant ayant diffracté sur le plan cristallin choisi. Si l'image n'est formée que par le faisceau transmis, donc que le contraste provient des électrons diffractés, on parle d'image en champs clair (Bright Field en anglais BF). A l'inverse, si on sélectionne un faisceau diffracté, et que le contraste provient des autres plans ayant diffractés, on parle d'image en champs sombre (Dark Field en anglais DF). Dans les faits, on incline le faisceau incident pour que le faisceau diffracté que l'on souhaite utiliser soit aligné dans l'axe optique et éviter les distorsions d'images dues aux aberrations des lentilles.

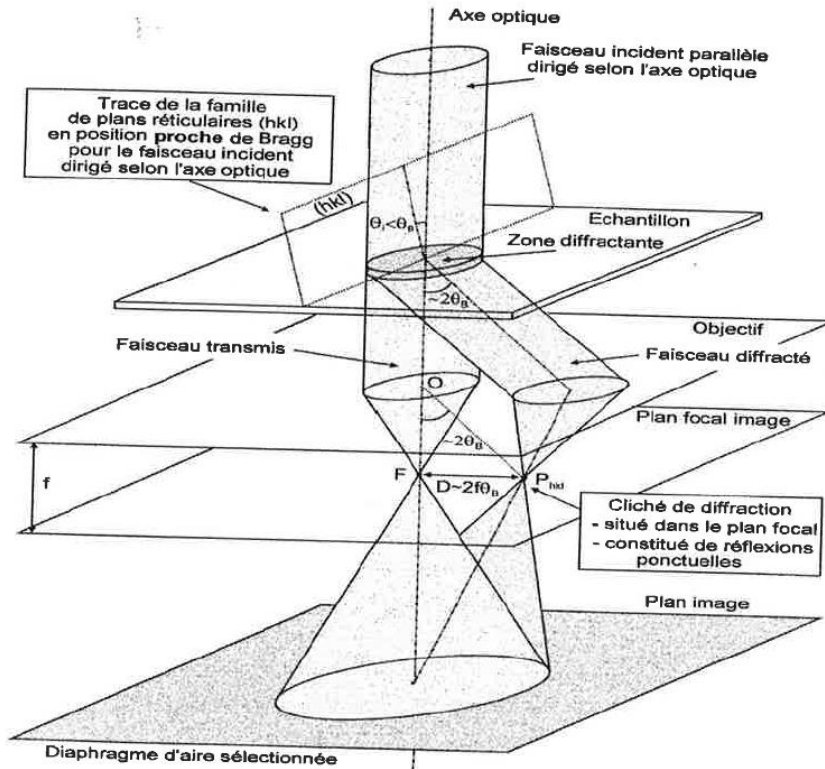


Figure 30: Schéma du trajet des faisceaux en conditions "deux ondes" (un plan diffractant)

II.3.2 TEM HAUTE RESOLUTION

Le TEM haute résolution est une technique qui forme une image à partir de la différence de phase entre le faisceau transmis et au moins quatre faisceaux diffractés : l'image formée est en réalité une figure d'interférence dont les espacements entre motifs sont liés aux distances interréticulaires.

II.3.3 STEM : BF- ADF- HAADF

En mode STEM, pour Scanning Transmission Electron Microscopy, le faisceau d'électrons incidents n'est plus parallèle, mais focalisé en une tache, appelée « sonde ». La sonde scanne la surface de l'échantillon, à la manière d'un SEM ce qui produit autant de clichés de diffraction (Figure 31).

Lorsque l'image est formée par l'intensité des faisceaux transmis, collectée par un détecteur dans l'axe optique, on parle de STEM-Bright Field (BF). Il est également possible de collecter sur un détecteur annulaire les électrons diffusés inélastiquement, faiblement déviés. On parle de STEM-Annular Dark Field (ADF).

Enfin, on peut observer l'intensité due aux électrons fortement déviés par des interactions élastiques avec le noyau des atomes traversés: plus le noyau est lourd, plus la déviation est importante. Ces électrons sont collectés par un détecteur annulaire de grand rayon : on parle de STEM-HAADF (High Angle Annular Dark Field).

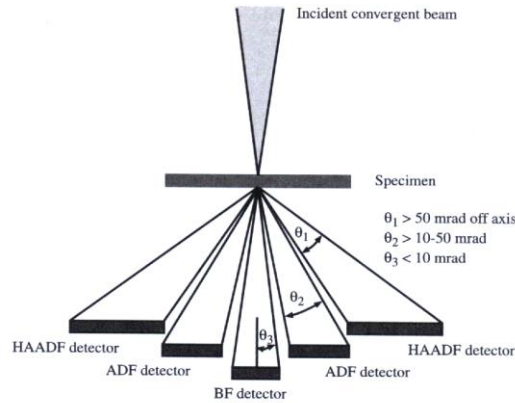


Figure 31: Schéma en coupe transverse des détecteurs Bright Field, Annular Dark Field et HAADF [116]

II.3.4 OBSERVATION DE STRUCTURES DE DISLOCATIONS EN TEM ET CALCUL DES DENSITES DE DISLOCATIONS

La microscopie électronique est une technique peu propice à l'obtention de données statistiques. Toutefois, il est possible d'observer directement les dislocations à l'échelle d'un grain et donc de calculer une densité de dislocations. On doit faire l'hypothèse d'une distribution statistiquement isotrope des dislocations : il y a la même densité de dislocations dans tous les plans de glissements, ce qui permet de déduire la densité totale de dislocations à partir de mesures faites dans un des plans.

On définit la densité de dislocations ρ comme la longueur cumulée de dislocation $l_{\text{dislocation}}$ contenue dans un volume V :

$$\rho = \frac{l_{\text{dislocation}}}{V} \quad \text{Équation 9}$$

Les mesures de l_t et de V présentent des difficultés que nous allons détailler.

VOLUME V

L'image obtenue sur l'écran du TEM est la projection d'un volume V de la lame, tiltée de α et β . On considère que l'épaisseur t de la lame est constante sur la zone imagée.

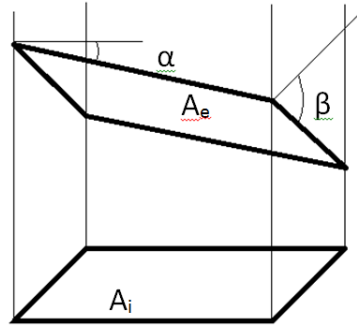


Figure 32: Schéma de la projection de l'aire de lame mince observée A_e sur le plan image A_i

La relation qui lie le volume et l'aire de la zone observée est la suivante :

$$V = A_i * t \quad \text{Équation 10}$$

Pour mesurer l'épaisseur de la lame, il est possible d'utiliser la diffraction en faisceau convergent (CBED) [117]. Dans cette étude, on utilise la méthode t/λ , plus rapide, en imagerie en transmission filtrée en énergie (EFTEM), avec λ le libre parcours moyen, telle que décrite par Williams et Carter [117]. Le spectre de perte d'énergie des électrons contient une information sur l'épaisseur de la lame car le nombre d'électrons déviés inélastiquement augmente avec l'épaisseur de la lame. Ainsi, en mesurant le rapport d'intensité entre le pic sans perte (Zero loss, I_0) et l'intensité totale du spectre (I_t), on peut lier l'épaisseur traversée avec le libre parcours moyen par la relation :

$$t = \lambda * \ln\left(\frac{I_0}{I_t}\right) \quad \text{Équation 11}$$

Une formule empirique du libre parcours moyen λ en nm en fonction de l'énergie du faisceau E_0 en kV, d'un facteur de correction F intégrant l'angle de collection $\beta_{\text{collection}}$ et de la perte d'énergie moyenne E_m en kV a été proposée par Malis et al. [118] [117]:

$$\lambda = \frac{106 * F * E_0}{\left\{E_m * \ln\left(\frac{E_0}{E_m}\right)\right\}} \quad \text{Équation 12}$$

Les mesures de densités de dislocations ont été réalisées sur un FEI TECNAI OSIRIS opérant à 200 kV et équipé d'un filtre en énergie Gatan (GIF) : avec un diaphragme objectif de 30, $\beta_{\text{collection}}$ a

été déterminé expérimentalement à 8.39 mrad. E_m peut être évalué en fonction du numéro atomique moyen Z [117] :

$$E_m = 7.6 * Z^{0.36} \quad \text{Équation 13}$$

Le facteur F est donné quant à lui par la relation suivante :

$$F = \frac{\left\{1 + \frac{E_0}{1022}\right\}}{\left\{1 + \left(\frac{E_0}{511}\right)^2\right\}} \quad \text{Équation 14}$$

A partir des images EFTEM de zone ne diffractant pas et en mesurant t/λ , il est donc possible de remonter aux épaisseurs de lames.

MESURE EXPERIMENTALE DE LA LONGUEUR DE DISLOCATIONS

Nous allons commencer par décrire la relation entre la longueur de dislocation produite par un microscope à transmission projetée sur le plan image, puis nous verrons quelle méthodologie a été retenue pour imager et déterminer la longueur de dislocation. Les démonstrations de stéréologie ci-après sont basées sur les ouvrages de Hirth et al. [119] et Underwood [120].

Pour observer une dislocation de vecteur de Burgers \vec{b} , il faut que le vecteur de diffraction \vec{g} remplisse la condition suivante : $\vec{b} \cdot \vec{g} \neq 0$. Dans les aciers ferritiques CC, les dislocations ont un vecteur de Burgers de type $1/2 \langle 111 \rangle$. Un vecteur de diffraction simple a donc été choisi, $[110]$, obtenu en tiltant l'échantillon à partir de l'axe de zone 100.

Une image en deux ondes est nécessaire pour obtenir un contraste de diffraction uniquement sur les dislocations vérifiant la condition $\vec{g} \cdot \vec{b} \neq 0$, et ainsi la longueur totale de dislocation. Le rapport entre dislocations visibles et invisibles est identifié par le facteur correctif f . Pour l'étude présentée, le vecteur de dislocation a été fixé, il s'agit de $\vec{g} = [110]$. On peut alors calculer les produits scalaires pour les vecteurs de Burgers de type $1/2 \langle 111 \rangle$:

$$[110] \cdot [\bar{1}11] = 0$$

$$[110] \cdot [1\bar{1}1] = 0$$

$$[110] \cdot [11\bar{1}] = 2$$

$$[110] \cdot [111] = 2$$

Dans le cas de dislocations de type $1/2 \langle 111 \rangle$, seulement la moitié des dislocations sont visibles pour un vecteur de diffraction de type $\vec{g} = [110]$, d'où la relation entre la longueur réelle de dislocations $l_{dislocation}$ et la longueur visible $l_{visible}$:

$$l_{dislocation} = f * l_{visible}$$

Avec $f = 2$

Équation 15

Il faut tenir compte de l'orientation des dislocations dans la lame pour déterminer leur longueur projetée. On doit faire l'hypothèse d'une distribution isotrope des orientations des dislocations, ce qui nous permet d'écrire la relation suivante entre la longueur des dislocations visibles $l_{visible}$ et la longueur projetée :

$$l_{visible} = \left(\frac{4}{\pi}\right) l_{proj}$$

Équation 16

Une étape est nécessaire pour déterminer la longueur l_{proj} de dislocations observée sur l'image. Une méthode simple est la méthode des intersections, qui lie le nombre de points d'intersection N entre le réseau des dislocations et celui d'un ensemble de droites de longueur totale L_{tot} par la relation :

$$l_{proj} = \left(\frac{\pi N}{2 L_{tot}}\right) A_i$$

Équation 17

La relation générale liant la longueur de dislocation projetée à la densité de dislocations est donc la suivante :

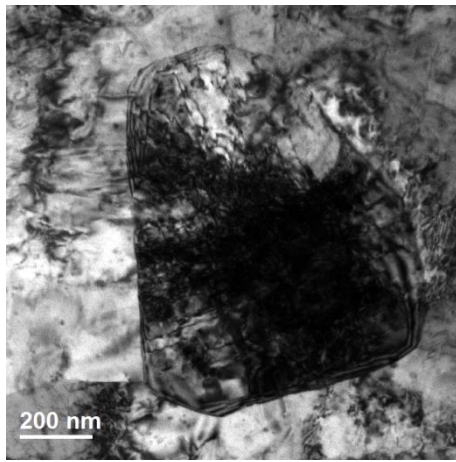
$$\rho = 2f \frac{N}{L_{tot} t}$$

Équation 18

La méthode des intersections présente l'inconvénient d'être dépendante du motif utilisé pour les droites et peu reproductible. Il faut un nombre important de lignes pour obtenir un résultat fiable. Un traitement de l'image numérique permet d'obtenir une valeur plus fiable de la longueur de dislocation projetée.

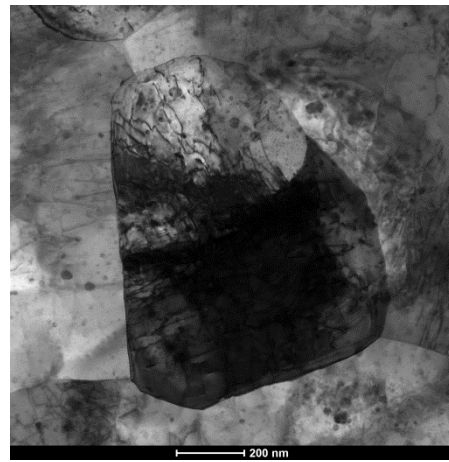
Nous allons maintenant nous focaliser sur la production des images des dislocations. Une des difficultés rencontrée lors de l'observation TEM des aciers ODS est la complexité de la microstructure : en effet, les grains sont relativement fins, de l'ordre de 500nm, ils contiennent une densité importante de dislocation dès l'état brut et ainsi qu'une précipitation nanométrique. Ces éléments créent un contraste de diffraction très important en TEM en faisceau parallèle : la Figure 33 regroupe dans les vignettes (a) en zone 100 et (c) en 2 ondes $\vec{g} = 110$ les images en TEM BF réalisées sur le TECNAI OSIRIS à 200 kV en spot size 3 avec un diaphragme C1 de 2000, C2 de 70, objectif de 30. On observe que les images sont très contrastées, au point qu'il est souvent impossible de déterminer si le contraste provient de plusieurs précipités alignés ou véritablement d'une dislocation. Une solution pour diminuer le contraste de diffraction tout en conservant l'information sur la présence de dislocations a été d'utiliser le mode STEM BF : grâce à un spot size faible (4) et à un diaphragme condenseur petit (50), l'angle de convergence est assez faible pour obtenir un bon contraste sur les dislocations et bien les faire ressortir du contraste dû aux précipités, comme le montre les vignettes (b) et (d) de la Figure 33. Pour

obtenir un véritable champ clair, la longueur de caméra a été portée à 770mm de façon à ne pas illuminer le détecteur BF du STEM avec des spots diffractés.



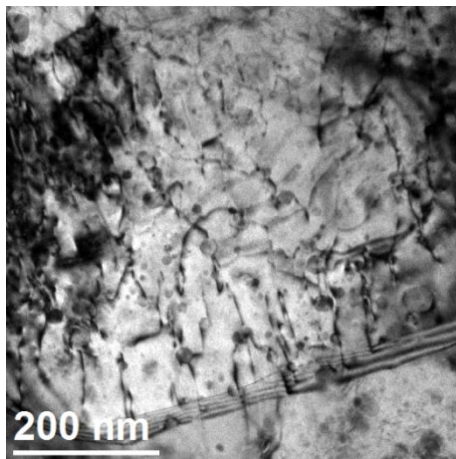
(a)

TEM axe de zone [100]



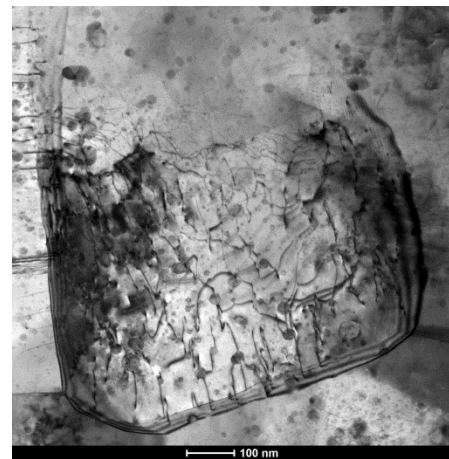
(b)

STEM axe de zone [100]



(c)

TEM 2 ondes \vec{g} (110)



(d)

STEM BF lame orienté 2 ondes \vec{g} (110)

Figure 33: Comparaison entre TEM et STEM sur ODS Fe18cr F20

La technique finalement retenue pour obtenir la longueur projetée est un traitement de l'image à l'aide du logiciel ImageJ telle que décrite sur le diagramme suivant : l'image brute 2048*2048 (Figure 34), puis la luminosité de l'image est augmentée (Figure 35) de façon à ce que les dislocations, tracées en noir (Figure 36) ne puissent être confondues avec aucun autre pixel. On applique ensuite un filtre ne laissant que les pixels noirs, connaissant l'échelle de l'image, on détermine ainsi le nombre de pixels occupés par les dislocations.

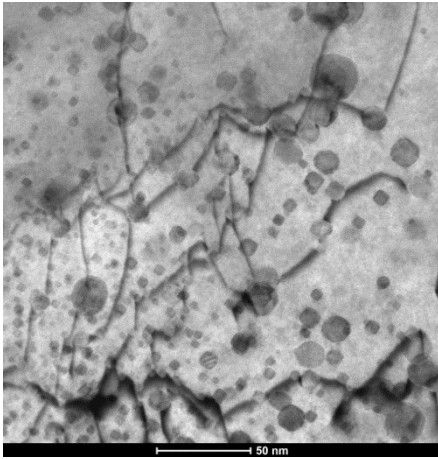


Figure 34: image brute

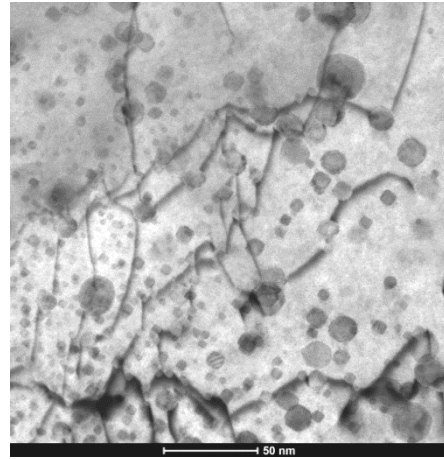


Figure 35: image luminosité augmentée

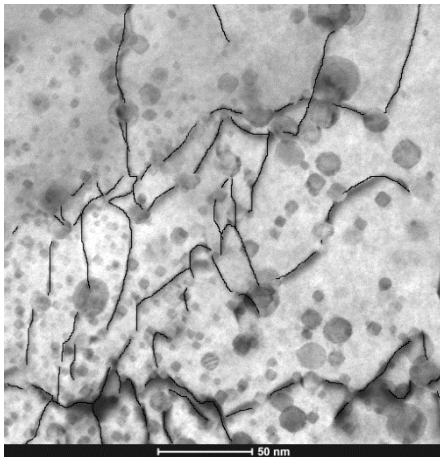


Figure 36: Identification des dislocations en noir



Figure 37: Filtre sur le noir, puis décompte des pixels

Le nombre N de pixels noirs dans la Figure 37 correspond à la longueur projetée. Les points d'arrêt des dislocations sont négligés. La densité de dislocations a alors pour valeur, avec K le grandissement de l'image en (m/px) :

$$\rho = \frac{4}{\pi} f \frac{N}{2048^2 K t} \quad \text{Équation 19}$$

Les valeurs ainsi obtenues sont soumises à une marge d'erreur, qui se divise en une erreur due à l'échantillonnage et une erreur due à la mesure. L'erreur d'échantillonnage est difficile à estimer en TEM à cause du faible nombre de zones observées. L'erreur globale de mesure sur la valeur de la densité de dislocations a plusieurs contributions : l'erreur due au contraste de l'image (conditions en deux ondes imparfaites, difficulté à différencier les précipités des dislocations), une erreur due à l'évaluation de l'épaisseur des lames par EFTEM et une erreur due à la méthode de détermination de la longueur projetée. L'erreur sur l'épaisseur a été

corrigée en mesurant sur une même zone l'épaisseur par EFTEM et par mesure des franges d'interférences en diffraction avec un faisceau convergent (Convergent Beam Electron Diffraction, CBED) [117]. L'erreur due à la méthode des intersections a été évaluée en appliquant dix fois le traitement à une image contenant des lignes de longueur connue. L'erreur moyenne ainsi obtenue est de 2.5% avec un écart type de 4%. L'erreur de mesure due au contraste de l'image est en revanche très difficile à estimer et nécessiterait de croiser plusieurs méthodes de détermination de la densité de dislocations. Une erreur de 50% semble correcte.

Ce calcul de la marge d'erreur montre que les valeurs moyennes obtenues indiquent malheureusement un ordre de grandeur de la densité de dislocations plus qu'une détermination précise.

DENSITE LOCALE DE PRECIPITES ET EVALUATION DE L'ORIENTATION DU GRAIN OBSERVE

La Figure 34 montre que les précipités offrent un contraste suffisant pour être détectés dans toute l'épaisseur de la lame. Connaissant la taille d'une image A_i et l'épaisseur de la lame t tels que définis sur la Figure 32, il est possible de connaître le nombre N_{prec} et donc la densité de précipité ρ_{prec} :

$$\rho_{prec} = \frac{N_{prec}}{A_i t} \quad \text{Équation 20}$$

II.3.5 PREPARATION DES ECHANTILLONS TEM

Les échantillons affinés pour être observés par TEM sont appelés lames et ont été préparés par différentes techniques :

- Polissage en biseau à 1,5° : un polissage par frottement abrasif doux sur un échantillon légèrement incliné produit un bord transparent aux électrons. Les surfaces observables sont étendues et la finesse de l'échantillon réduit l'impact du magnétisme. La polisseuse utilisée est une ALLIED MULTIPREP.
- Faisceau d'ions focalisés (Focused Ion Beam, FIB): après avoir réalisé un dépôt de protection en tungstène, un faisceau d'ions gallium permet d'extraire puis d'amincir une zone précise de l'échantillon. L'intensité de l'abrasion est modulée par la tension d'extraction des ions et l'intensité du courant de sonde. Cette technique permet de sélectionner la zone à observer mais les champs de vue sont faibles. L'appareil utilisé est un microscope à balayage FEI STRATA 400S.
- Polissage électrolytique : un échantillon est aminci jusqu'à 100 μm . Il est ensuite placé dans un support conducteur et attaqué par un jet d'électrolyte jusqu'au percement de l'échantillon : les bords sont suffisamment fins pour être transparents. Cette technique produit de grands champs de vue et s'est révélée très adaptée aux aciers

nano renforcés mais l'épaisseur de la lame rend les effets du magnétisme non négligeables. L'appareil utilisé est une électro polisseuse STRUERS TENUOL.

Seules les observations sur les grains de poudre ont requis une préparation par faisceau d'ions. Toutes les autres lames ont été préparées par biseau ou polissage électrolytique, deux techniques qui produisent des lames exemptes de défauts d'irradiation.

II.4 ESSAIS DE TRACTION ET DE FLUAGE

Dans le cadre de l'étude du comportement mécanique des matériaux nano renforcés, deux types d'essais ont été effectués, à savoir des essais de traction et de fluage.

Deux caractéristiques peuvent être tirées de ces essais : la striction Z , qui représente la réduction de section entre l'état initial $S_{initial}$ et l'état rompu S_{rompu} , et l'écroutissement θ , qui représente le durcissement $d\sigma$ par incrément de déformation $d\varepsilon$. Le coefficient d'écroutissement est calculé pour la déformation plastique survenue avant R_m . L'expression usuelle de la striction Z est donnée par l'Équation 22, et celle de l'écroutissement θ , par l'Équation 21.

$$\theta = \frac{d\sigma}{d\varepsilon} \quad \text{Équation 21}$$

$$Z = \left(1 - \frac{S_{rupture}}{S_{initiale}}\right) \quad \text{Équation 22}$$

La striction dépend de l'intensité de la localisation de la déformation, de l'endommagement et des mécanismes de rupture finaux. Son interprétation est parfois complexe : une striction de 0% correspond à un matériau fragile et 100%, à un matériau extrêmement ductile. Un matériau visco - élasto - plastique réel se trouve entre ces deux extrêmes. Pour faciliter l'interprétation, on peut comparer le coefficient de striction réel avec le coefficient de striction théorique Z_{limite} pour une déformation plastique parfaitement homogène de $A\%$.

$$Z_{limite} = \frac{A\%}{1 + A\%} \quad \text{Équation 23}$$

La comparaison de l'écart entre la striction mesurée et la striction théorique pour une déformation homogène permet de déterminer l'intensité de la localisation.

II.4.1 ESSAIS DE TRACTION

Des essais de traction ont été réalisés sur les différentes nuances étudiées au CEA de Saclay au laboratoire DEN/DANS/DMN/SRMA/LC2M ainsi qu'au CEA de Grenoble dans le laboratoire DRT/LITEN/DTBH/SCTR/LCA. Deux modèles d'éprouvettes axisymétriques ont été utilisées de diamètre 3mm et de longueur utile 15mm et 12mm. Une géométrie d'éprouvette à section carrée

de 2mm par 2mm et de longueur utile 11.50mm a été utilisée. Les plans détaillés d'éprouvettes sont disponibles en annexe VI.1.

La détermination de la déformation ε se fait par mesure du déplacement l de la traverse de la presse.

$$\dot{\varepsilon} = \frac{\Delta l}{\Delta t}$$

$$\Delta l = \frac{l - l_0}{l_0}$$

Équation 24

La mesure de la déformation par cette méthode intègre la déformation des mors, de la traverse et de l'éprouvette. On procède à un recalage de la déformation en supposant que seule l'éprouvette se déforme plastiquement : la déformation élastique est donc déterminée à partir d'une mesure préalable du module d'Young. Deux références ont été déterminées au CEA par ultrason [121] : un Fe14Cr ferritique et un Fe9Cr martensitique.

II.4.2 ESSAIS DE FLUAGE

Des essais de fluage ont été réalisés sur les différentes nuances au CEA de Saclay au laboratoire DEN/DANS/DMN/SRMA/LC2M à 650°C ainsi qu'au CEA de Grenoble dans le laboratoire DRT/LITEN/DTBH/SCTR/LCA à 800°C. Les plans détaillés d'éprouvettes sont disponibles en annexe.VI.1

Pour pouvoir calculer les vitesses de fluage instantanées, il est nécessaire de lisser les courbes de fluage pour s'affranchir de l'échantillonnage de la mesure de la déformation : en effet, l'enregistrement du couple temps/déformation se fait soit pour un incrément de déformation ou toutes les 30min. Un instant moyen t_m est donc calculé pour chaque incrément de déformation ε_i , selon l'Équation 25:

$$(\varepsilon_i; t_{moyen\ i}) = \left(\varepsilon_i; \frac{\sum_{k\ t.q.\ \varepsilon_k = \varepsilon_i} t_k}{\sum_{k\ t.q.\ \varepsilon_k = \varepsilon_i} \delta_{\varepsilon_k; \varepsilon_i}} \right)$$

Équation 25

II.5 PRESENTATION DU LOGICIEL DE CALCUL THERMOCINETIQUE MATCALC

Le logiciel de thermocinétique MatCalc pour Materials Calculator a été développé à l'Université de Graz en Autriche par E. Kozeschnik et son équipe [122] [123]. Il est basé sur le principe d'extremum thermodynamique d'Onsager [124]. En utilisant la théorie de la

germination-croissance et un modèle de germination approprié, le logiciel peut décrire l'évolution des précipités dans les étapes de germination, croissance et coalescence. Le modèle nous donne accès à l'évolution du nombre total de précipités, leurs tailles et leurs compositions. L'évolution de la composition chimique de la matrice est également calculée. Il sera utilisé ici simplement pour calculer des diagrammes d'équilibre thermodynamiques.

CHAPITRE III. : CARACTERISATION MECANIQUE ET MICROSTRUCTURALE D'ACIERS FERRITIQUES ODS ET NDS

TABLE DES MATIERES

CHAPITRE III. : CARACTERISATION MECANIQUE ET MICROSTRUCTURALE D'ACIERS FERRITIQUES ODS ET NDS.....	71
III.1 Deux aciers ODS ferritiques : le J27 et le F20	73
III.1.1 <i>Caractérisation en fluage</i>	73
III.1.1.1 Fluage en sens long du F20 à 650°C et du J27 à 800°C.....	73
III.1.1.2 Fluage en sens travers du F20 à 650°C.....	75
III.1.2 <i>Observations après fluage</i>	76
III.1.2.1 Microstructure et Texture.....	76
III.1.2.2 Densité de précipités.....	79
III.1.3 <i>Evolution microstructurale au cours du fluage</i>	80
III.1.4 <i>Mécanisme de déformation et rupture en fluage</i>	81
III.2 Un acier ferritique Fe18Cr NDS : le J12.....	84
III.2.1 <i>Microstructure du J12 Brut de filage</i>	84
III.2.1.1 Taille de grains et texture.....	84
III.2.1.2 Nano précipitation.....	85
III.2.1.3 Autres précipités.....	87
III.2.2 <i>Caractérisation mécanique</i>	89
III.2.2.1 Comportement en traction.....	89
III.2.2.1.1 Traction monotone en température.....	89
III.2.2.1.2 Traction à 650°C et différentes vitesse de traction.....	91
III.2.2.1.3 Caractérisation microstructurale après traction	94
III.2.2.1.4 Superplasticité et recristallisation dynamique continue de l'acier NDS Fe18Cr J12	100
III.2.2.2 Comportement en fluage à 650°C	104
III.2.2.2.1 Caractérisation mécanique	104
III.2.2.2.2 Caractérisation microstructurale	106
III.2.2.2.2.1 Fractographies	106
III.2.2.2.2.2 Endommagement en fluage	108
III.2.2.2.3 Texture et taille de grains.....	113
III.2.2.2.4 Evolution microstructurales au cours du fluage	114
III.2.3 <i>fluage et traction à basse vitesse à 650°C du J12</i>	117
III.3 Comportement en fluage des aciers nano renforcés ferritiques filés en sens long	118
III.4 Conclusions du chapitre	122

Le but de ce chapitre est de présenter les caractérisations mécaniques et microstructurales réalisées sur des aciers ferritiques ODS et NDS. Les caractérisations serviront de support aux travaux du chapitre suivant visant à simuler la déformation en fluage et à évaluer les causes possibles de rupture en fluage.

Tout d'abord, deux aciers ODS seront présentés. Il sera vérifié qu'ils sont bien représentatifs du comportement des aciers ODS ferritiques extrudés et notamment qu'ils présentent une rupture brutale en fluage sans stade tertiaire. Dans un second temps, l'acier NDS Fe18Cr J12 sera caractérisé de façon à déterminer s'il existe des caractéristiques générales au fluage des aciers ferritiques nanorenforcés filés.

III.1 DEUX ACIERS ODS FERRITIQUES : LE J27 ET LE F20

III.1.1 CARACTERISATION EN FLUAGE

Les deux aciers ODS Fe14Cr J27 et Fe18Cr F20, présentés au chapitre II ont fait l'objet d'une étude microstructurale en vue de comprendre leur comportement en fluage. L'une des caractéristiques des essais de fluage est la dispersion des résultats en termes de temps et de déformation à rupture. Les aciers ODS sont particulièrement sensibles à cette dispersion. Les résultats présentés ci-après, ne portent que sur un à deux essais par contrainte et ne peuvent donc pas être considérés comme une caractérisation complète du comportement en fluage des nuances présentées. En revanche, ils sont représentatifs du comportement des aciers nanorenforcés

III.1.1.1 FLUAGE EN SENS LONG DU F20 A 650°C ET DU J27 A 800°C

Les caractéristiques de l'acier ODS Fe18Cr1W F20 ont été évaluées en fluage lors de la thèse de Ratti [7] à 650°C, soit $0.55T_f$, en sens long : la Figure 38 (a) présente les courbes de fluage et l'évolution de la vitesse de fluage à 650°C pour deux contraintes, 250MPa et 300MPa. Les éprouvettes utilisées sont de section carrée de 2 mm comme présenté en Annexe I. La Figure 38(b) présente les courbes de fluages traitées par la méthode des instants moyennés ainsi que l'évolution de la vitesse de fluage.

L'allongement en sens long de l'ODS Fe18Cr F20 est très faible, inférieure à 1%. La Figure 38 (b) montre que la vitesse de fluage diminue tout au long de l'essai et que, même en fin d'essai, l'ODS Fe18Cr F20 ne semble pas atteindre de régime stationnaire. La vitesse de fluage la plus basse est atteinte par l'essai à la contrainte la plus faible.

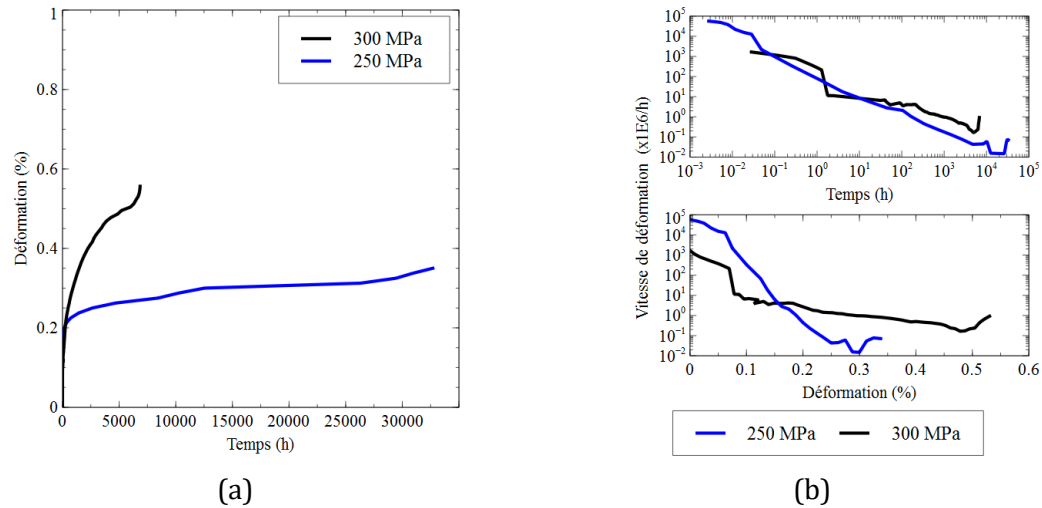


Figure 38: (a) Courbes de fluage et (b) évolution de la vitesse de fluage ODS en fonction du temps (en haut) et de la déformation (en bas) à 650°C du Fe18Cr1W F20

Les caractéristiques de l'ODS Fe14Cr J27 ont été évaluées en fluage au CEA de Grenoble par J-M. Gentzittel et J. Calapez à 800°C en sens long : la Figure 39(a) présente les courbes de fluage et l'évolution de la vitesse de fluage à 800°C, soit 0.65 T_f , à 200MPa, 150MPa, 140MPa et 130MPa. Les éprouvettes utilisées sont axisymétriques de diamètre 4 mm comme présenté en Annexe I. La Figure 39 (b) présente les courbes de fluages traitées par la méthode des instants moyennés ainsi que l'évolution de la vitesse de fluage.

Comme l'ODS Fe18Cr F20 à 650°C, l'allongement en sens long de l'ODS Fe14Cr J27 est très faible, inférieure à 1%. La Figure 39 (b) montre que la vitesse de fluage diminue tout au long de l'essai et que même en fin de l'essai, l'ODS Fe14Cr J27 ne semble pas atteindre de régime stationnaire, excepté l'essai à 140MPa qui présente un palier après 0.6% de déformation.

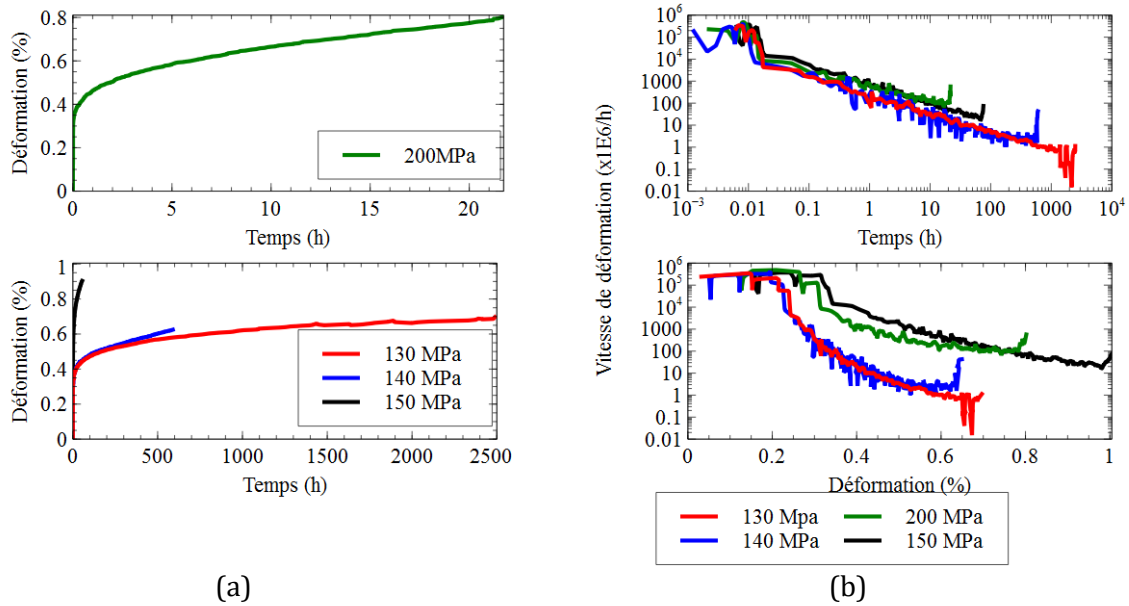


Figure 39: (a) Courbes de fluage et (b) évolution de la vitesse de fluage en fonction du temps (en haut) et de la déformation (en bas) à 650°C de l'ODS Fe14Cr J27

III.1.1.2 FLUAGE EN SENS TRAVERS DU F20 A 650°C

Les caractéristiques de l'ODS Fe18Cr F20 ont également été évaluées en fluage en sens travers lors de la thèse de Ratti [7] à 650°C: la Figure 40(a) présente les courbes de fluage et l'évolution de la vitesse de fluage à 650°C pour plusieurs contraintes.

En fluage sens travers, malgré une faible ductilité comme en sens long, l'ODS Fe18Cr F20 présente un comportement surprenant : en effet, la durée de vie la plus importante a été obtenue à 220MPa, 3 à 4 fois supérieure aux essais réalisés à 200MPa et 180MPa. De plus, l'essai à 180MPa s'est bien plus déformé qu'à 200 MPa, 220 MPa et même 250 MPa. De manière similaire, la vitesse de fluage la plus basse, inférieure à 10⁻⁶ h⁻¹, est atteinte à 220MPa. L'étude microstructurale des éprouvettes fluées sera nécessaire pour déterminer l'origine de ce comportement.

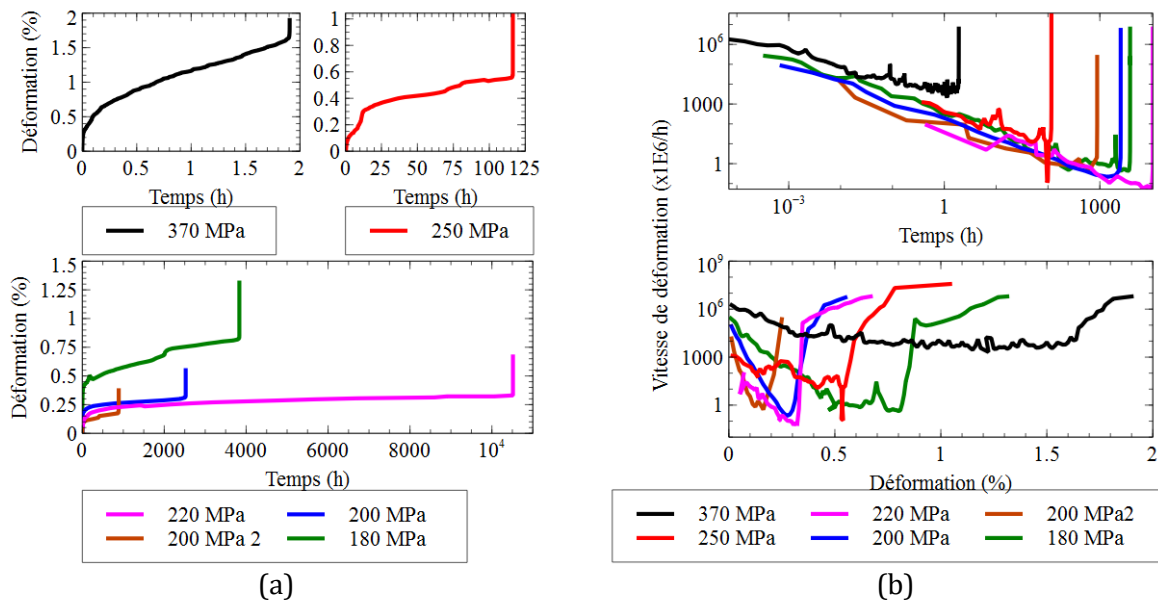


Figure 40: (a) Courbes de fluage et (b) évolution de la vitesse de fluage en fonction du temps (en haut) et de la déformation (en bas) à 650°C de l'ODS Fe18Cr F20

III.1.2 OBSERVATIONS APRES FLUAGE

Des observations SEM et EBSD ont été réalisées sur différentes éprouvettes fluées dans la tête et dans la zone utile de façon à déterminer les évolutions microstructurales se produisant pendant le fluage. Il faut préciser que les aciers Fe18Cr F20 et Fe14Cr J27 ont déjà fait l'objet d'une première caractérisation respectivement par Ratti [7] et Cayron [125]. Il conviendra de vérifier si les deux nuances sont bien représentatives des microstructures des ODS ferritiques. D'autre part, les observations pourront permettre de commencer à dresser une liste des causes possibles de la rupture brutale en fluage.

III.1.2.1 MICROSTRUCTURE ET TEXTURE

La Figure 41 présente les coupes longitudinales des ODS F20 et J27. En sens long, plusieurs caractéristiques des aciers ODS sont observables : une partie de la rupture est plate, sans aucune striction (en haut, désignée par (a)), et une partie déformée avec une très légère striction est observée (en bas, désigné par (b)). Comme la striction n'est présente que sur un côté des éprouvettes, on peut supposer que l'éprouvette a d'abord rompu suivant un plan perpendiculaire à la direction de chargement, puis qu'il y a eu déchirure ductile en fin d'essai. C'est donc dans la partie plate que s'est produit le mécanisme responsable de la rupture brutale. Dans la suite des caractérisations, « zone rupture (ZF) » désigne la partie plate. La striction est trop faible pour être mesurée. En sens long, les éprouvettes présentées correspondront aux essais les plus longs, respectivement 250MPa à 650°C et 140 MPa à 800°C pour le Fe18Cr F20 et le Fe14Cr J27. En sens travers, les essais à 180 MPa et 650°C du Fe14Cr J27 et à 100MPa et

800°C sont présentés en Figure 41 vignette (3) et (4). Ces images mettent en évidence un profil de rupture en escaliers.

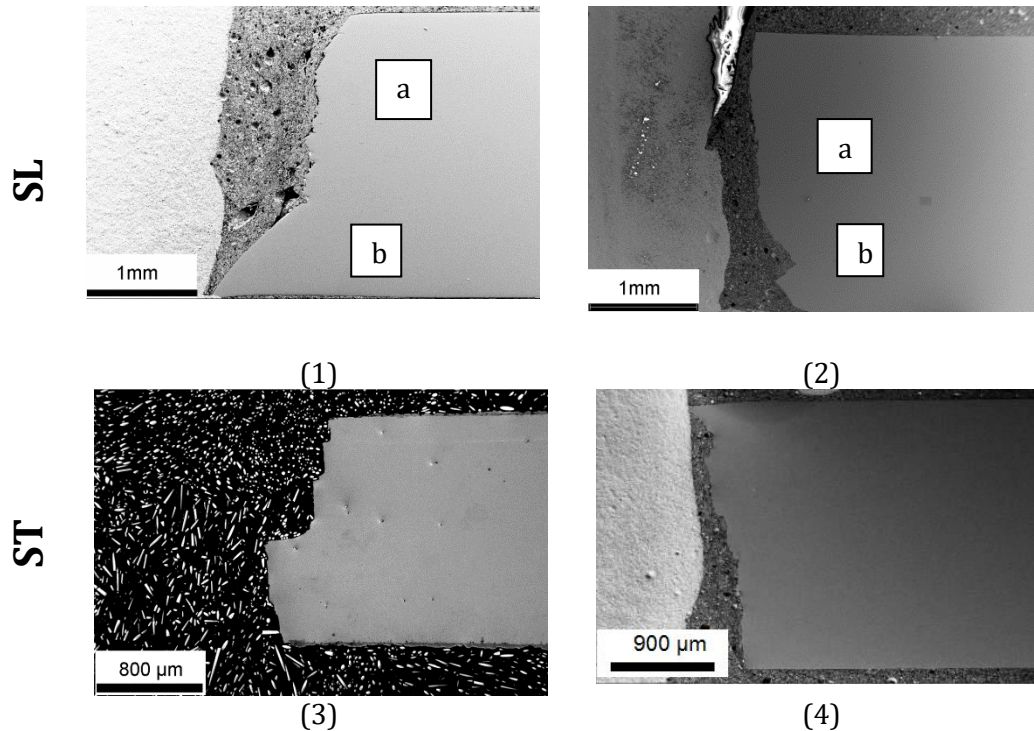


Figure 41: Coupes longitudinales (1) ODS F20 300 MPa 650°C (2) ODS J27 140 MPa à 800°C et en sens travers (3) ODS F20 180 MPa 650°C (4) ODS J27 100 MPa à 800°C¹(axe de sollicitation horizontal)

Un endommagement intergranulaire, caractéristique des aciers ODS filés sollicité en sens long, est mis en évidence par les images SEM en Figure 42, vignette (1) et (2). Il s'agit de cavités intergranulaires allongées dans la direction de filage. En sens long, elles sont observées dans toute la longueur utile. Dans le cas du Fe18Cr F20 en sens travers, des cavités intergranulaires sont également observées, allongées dans la direction de filage donc ici perpendiculaires au sens de sollicitation et préférentiellement près de la surface de rupture. En termes de vieillissement, le Fe14Cr J27 à 800°C et plus encore le Fe18Cr F20 à 650°C sont oxydés superficiellement sur plusieurs microns.

¹ Cayron [125]

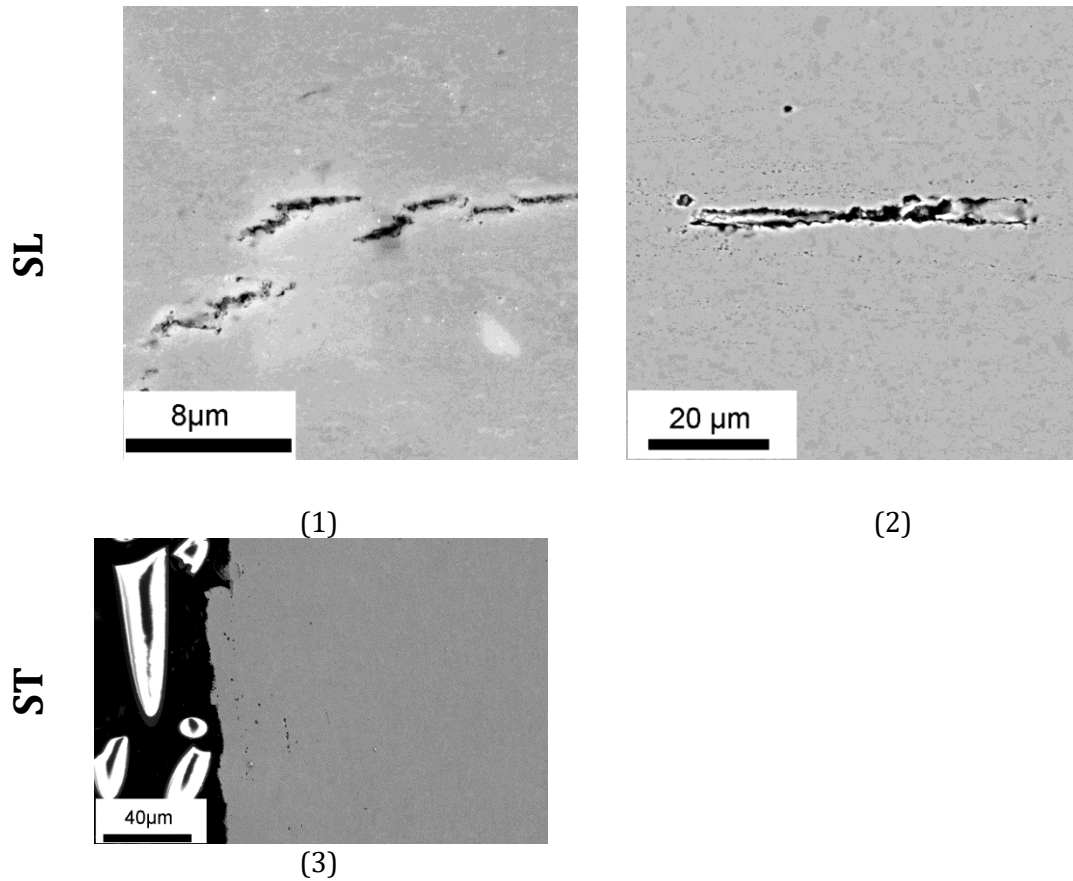


Figure 42: Images SEM de cavités allongées dans la direction de traction (1)-(2) Fe18Cr F20 sens long à 300 MPa et 650°C (3) Fe18Cr F20 sens travers à 220 MPa et (axe de sollicitation horizontal)

Les textures et tailles de grains ont ainsi pu être déterminées par EBSD. Les résultats sont regroupés au Tableau 6. Après sollicitation en sens long, la taille de grain ainsi que la texture de fibre α n'évoluent pas, que ce soit à 650°C pour le Fe18Cr F20 ou pour le Fe14Cr J27 à 800°C. En revanche, après fluage dans le sens travers, le Fe18Cr F20 à 650°C voit sa texture de fibre α légèrement diminuer dans la zone utile alors que la texture du J27 augmente. Après fluage en sens travers, ni la texture ni la taille de grain ne semblent évoluer significativement.

Nuance	Sens de prélèvement	Référence	T	MUD PF	Taille de grain (μm)
F20	Brut		650°C	10	0.72
	Sens long	300 MPa Zone utile		11	0.60
		300 MPa Zone tête		9	0.65
	Sens travers	220 MPa Zone utile		8.3	0.61
		220 MPa Zone tête		10.8	0.58
	J27	Brut		800°C	6.5
Sens long		140 MPa Zone utile	6.1		0.58
		140 MPa Zone tête	5.7		0.58
		150 MPa Zone utile	6.5		0.53
		200 MPa Zone utile ²	7.52		Non mesuré
Sens travers		100 MPa Zone utile	8.7		Non mesuré
		70 MPa Zone utile	7.4		Non mesuré

Tableau 6: Récapitulatif des tailles de grains et MUD des aciers Fe18Cr F20 et Fe14Cr J27 en sens long et sens travers

III.1.2.2 DENSITE DE PRECIPITES

Pour terminer, la densité de précipités a été mesurée par STEM BF à l'aide de la méthode présentée dans le chapitre II. La densité a été évaluée sur 3 grains et une valeur moyenne a été déterminée, pondérée par le grandissement. Les résultats sont regroupés au Tableau 7. Quels que soit les essais, les densités mesurées après fluage n'ont pas significativement diminué et restent dans la dispersion des mesures. Dans le cas du F20, la densité de précipités mesurée est de comprise entre $1 \times 10^{23} \text{ m}^{-3}$ et $2 \times 10^{23} \text{ m}^{-3}$ ce qui est cohérent avec les mesures de DNPA faites par Ratti [7]. De manière plus générale, la stabilité et la résistance à la coalescence en température des nanoprecipités est confirmée.

² Issu du rapport Cayron et al. [108]

Nuance	Sens de prélèvement	Référence	T	Densité précipités $\times 10^{23} \text{ m}^{-3}$	Ecart type $\times 10^{23} \text{ m}^{-3}$
F20	Brut			1.5	0.8
	Sens long	300 MPa Zone utile	650°C	1.8	0.8
	Sens travers	220 MPa Zone utile		1.2	0.7
J27	Brut			1.9	1
	Sens long	140 MPa Zone utile	800°C	2.8	1

Tableau 7: Récapitulatif des densités de précipités déterminées par STEM sur le F20 à 650°C et le J27 à 800°C

En outre, malgré la présence de précipités grossiers (50nm à 100nm) au joint de grains, aucun précipité intergranulaire cisailé n'a été observé et aucune boucle de dislocation autour des nanoprecipités n'a pu être mise en évidence.

III.1.3 EVOLUTION MICROSTRUCTURALE AU COURS DU FLUAGE

Les aciers Fe14Cr J27 et Fe18Cr F20 présentent des teneurs élevées en chrome : au dessus de 12% Cr, la formation de phase σ est possible. Rouffie et al. [126] a montré que la phase σ précipitait après vieillissement de 5000 h à 600°C. Lors du fluage, une phase vieillie enrichie en chrome s'est formée sur le Fe18Cr F20 à 650°C et 250 MPa, probablement une phase σ . Ces phases sont parfois fracturées, mais aucune propagation dans la matrice ferritique n'est observée.

Après fluage à 140 MPa et 800°C pendant 600 h, le J27 présente des phases intergranulaires riches en chrome et en tungstène indexées comme de la phase σ par EBSD (Figure 43). Cette phase n'était pas présente initialement.

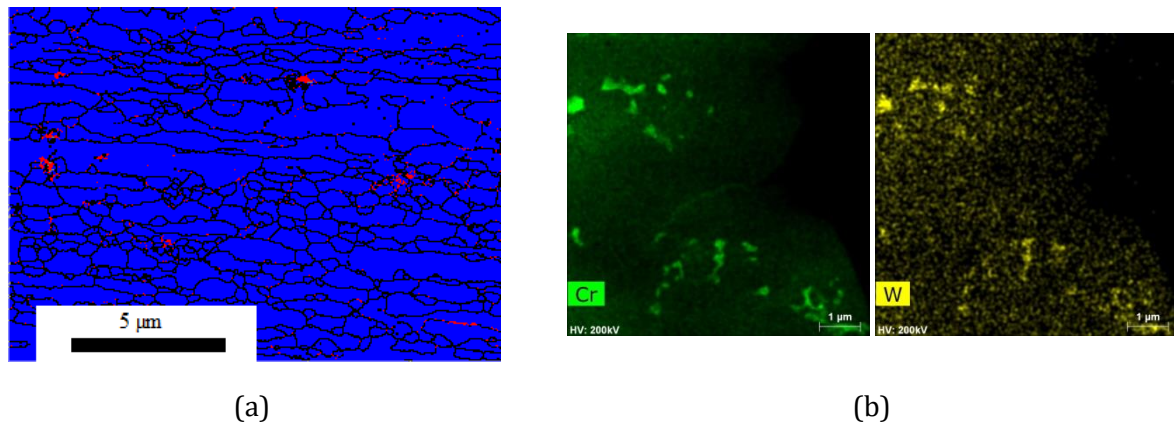


Figure 43: ODS Fe14Cr J27 sollicité en fluage à 140 MPa et 800°C (a) cartographie EBSD en rouge, phase σ , en bleu, ferrite (b) cartographie STEM EDS

III.1.4 MECANISME DE DEFORMATION ET RUPTURE EN FLUAGE

Le but de ce paragraphe est de regrouper les observations mécaniques et microstructurales pour déterminer comment simuler la déformation en fluage des aciers ODS Fe18Cr F20 et Fe14Cr J27. D'autre part, une première liste de causes de rupture brutale peut être établie.

Tout d'abord concernant le mécanisme principal de déformation, l'allure des courbes de fluages et de la vitesse de fluage des ODS F20 à 650°C et J27 à 800°C, Figure 38 et Figure 39, semblent indiquer que la majorité de ces essais se situe dans le stade primaire. En effet, la vitesse de fluage n'atteint jamais de régime stationnaire et elle suit une loi puissance en fonction du temps, de type $\dot{\epsilon}(t) = Kt^{-\alpha}$ avec K et α deux constantes ce qui donne une allure linéaire à la vitesse de déformation en échelle logarithmique (Figure 38(b) Figure 39 (b)). La déformation suit donc une loi d'Andrade [95] qui est communément observée lors du fluage primaire. Les observations microstructurales n'indiquent pas en outre d'évolution notable en termes de texture, de taille de grains et de densité de précipités. L'évolution des résultats de fluage est prévisible : comme le montre les Figure 38 (a) et Figure 39 (a), le temps à rupture augmente en diminuant la contrainte.

Une loi d'Andrade peut décrire la déformation en fluage des aciers ODS Fe14Cr J27 et ODS Fe18Cr F20 et aucune stabilisation de la vitesse de déformation n'est observée: la déformation observée semble donc se réduire au stade primaire.

De nombreuses études citent le glissement intergranulaire comme mécanisme de déformation principal des aciers ODS en fluage. Ce mécanisme peut effectivement fortement contribuer à la déformation totale des aciers aux grains inférieurs à 10 μ m. La faible déformation totale, de moins de 1%, rend néanmoins l'observation directe du glissement difficile. Toutefois,

les observations microstructurales réalisées sur le Fe18Cr F20 et le Fe14Cr J27 ne sont pas cohérentes avec une déformation uniquement due au glissement intergranulaire, c'est-à-dire par translation et rotation des grains. Aucun précipité intergranulaire cisailé n'a été observé. Une rotation des grains les uns par rapport aux autres aurait diminué la texture de fibre α , comme l'ont montré Chokshi [84], Langdon [86] et Mukherjee [85].

D'autre part d'après Baudalet [96] le glissement peut être accommodé soit par diffusion soit par mouvement de dislocations. Dans le premier cas, s'il s'agit du mécanisme principal, la vitesse de déformation n'est liée qu'au coefficient d'auto diffusion, donc à la température, et à la contrainte. La vitesse de déformation due au glissement intergranulaire pour ce cas est donc constante au cours du fluage. Comme la vitesse de fluage mesurée décroît tout au long des essais. Le glissement intergranulaire accommodé par diffusion est donc écarté. Dans le cas d'une accommodation par mouvement de dislocations, d'après Baudalet [96], le glissement intergranulaire peut être responsable d'une part importante de la déformation, principalement dans la partie transitoire du fluage, mais ce n'est pas ce mécanisme qui contrôle la vitesse de fluage une fois le régime stationnaire atteint. Or c'est ce régime de déformation transitoire qui semble prépondérant dans le cas du F20 à 650°C et du J27 à 800°C et la déformation étant très faible, même un phénomène limité peut avoir un impact sur la déformation. Son apparition modifierait donc l'évolution de la vitesse de fluage durant le stade primaire par rapport à un fluage dislocationnel classique. La Figure 38(b) et la Figure 39 (b) montrent que l'évolution de la vitesse de déformation en fonction du temps suit une loi puissance en t^α . type loi d'Andrade [95] [127]. Un fluage dislocationnel classique correspond donc aux observations.

Dans le cas du sens long, la stabilité de la texture de fibre ne semble pas montrer de rotation des grains les uns par rapport aux autres et la vitesse de déformation semble suivre un stade primaire classique. L'évolution du temps à rupture et de la déformation suivent une évolution prévisible. Ce comportement sera simulé en utilisant un modèle dislocationnel. Un faible glissement intergranulaire accommodé par mouvement de dislocations n'est pas à exclure, c'est pourquoi les résultats de la simulation devront être discutés.

En sens travers, les résultats du Fe18Cr F20 à 650°C sont plus contrastés : la dispersion sur les résultats semble très supérieure au sens long, aussi bien sur l'évolution de la vitesse de déformation que sur le temps à rupture. L'essai à 180 MPa se déforme deux fois plus que l'essai à 220 MPa, tout en présentant un temps à rupture deux fois plus faible. Le F20 se déforme donc plus vite en sens travers qu'en sens long. Microstructuralement, malgré la stabilité de la densité de précipités, on peut parfois observer une diminution de la texture de fibre sans qu'une tendance ne se dégage clairement. Des cavités ouvertes dans la longueur des grains sont observées.

On peut supposer que l'ouverture des cavités dans le sens long des grains et la présence de précipités intergranulaires grossiers peuvent fragiliser de la nuance en sens travers et donc expliquer la grande dispersion sur les résultats. L'augmentation de la vitesse de fluage sens

travers par rapport au sens long est plus surprenante. L'ouverture de cavité peut augmenter la vitesse de fluage par diminution de la section efficace. Théoriquement, pour un mécanisme de déformation dislocationnel, il y a peu de différence entre une sollicitation en sens travers et en sens long : il n'y a pas de différence de coefficient de Taylor entre une sollicitation en sens long et en sens travers dans un matériau cubique centré. De plus, des grains allongés dans le sens long ne présentent pas de différence de longueur de glissement entre une sollicitation en sens travers et en sens long, comme l'a montré Ratti [7]. La différence peut provenir de la mise en forme par filage : lors d'une déformation plastique, les structures de dislocation se forment suivant un arrangement qui peut être défait si on sollicite ce matériau dans une autre direction. Cette anisotropie de la limite élastique est appelée « effet Baushinger ». En moyenne, le mouvement des dislocations pourrait donc être facilité dans la direction radiale, soit le sens travers. D'après Ratti [7], la limite élastique à 650°C et $7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ de l'ODS Fe18Cr F20 est de 455 MPa en sens long et 440 MPa en sens travers. Une limite élastique plus faible en sens travers est cohérente avec un effet Baushinger. Néanmoins, l'origine de la différence entre sens long et sens travers n'a pas été directement étudiée lors de ces travaux de thèse.

Comme le mécanisme de déformation et le rôle de l'endommagement n'ont pas pu être déterminés, le comportement en fluage en sens travers n'a pas fait l'objet de simulation.

Dans le sens travers, les essais de fluage du F20 à 650°C ne sont pas suffisamment reproductibles pour espérer pouvoir les simuler : il n'a pas été possible de discriminer la déformation due à l'ouverture de cavités de celle due au mécanisme de déformation

Une première liste de causes de rupture brutale en sens long peut être dressée :

- Présence de ségrégations intergranulaires
- Précipitation d'une phase fragilisante : la précipitation des phases σ ou χ peut être très pénalisante. En effet, ces phases peuvent être fragiles et une fois rompues, elles réduisent la section efficace de l'éprouvette ou amorcent une fissure. La phase σ a été observée dans le F20 à 650°C et dans le J27 à 800°C.
- Endommagement macroscopique : L'endommagement peut être divisé en trois étapes : la germination, la croissance et la coalescence. Une rapide survenue de ces phénomènes pourrait expliquer une rupture brutale. Sur les éprouvettes expertisées, excepté quelques décohésions intergranulaires à proximité de la surface de rupture, seules les cavités allongées sont observées dans toute l'éprouvette.
- Propriétés de la déformation des aciers ODS : Praud [87] et Steckmeyer [89] ont observé en traction à 650°C que la ductilité d'un acier ODS Fe14Cr1W diminuait significativement en diminuant la vitesse de déformation. Elle chute de 20% à 10^{-3} s^{-1} à moins de 5% à 10^{-5} s^{-1} . La faible ductilité en fluage pourrait provenir d'une prolongation de ce comportement aux faibles vitesses du fluage. Cette hypothèse sera développée dans le chapitre suivant.

Il est très probable que plusieurs des causes possibles listées ci-dessus se produisent lors du fluage des aciers ODS, l'objectif sera à présent de discriminer les phénomènes qui pilotent la rupture. Une investigation des causes de rupture est présentée dans le chapitre IV.

III.2 UN ACIER FERRITIQUE Fe18Cr NDS : LE J12

III.2.1 MICROSTRUCTURE DU J12 BRUT DE FILAGE

III.2.1.1 TAILLE DE GRAINS ET TEXTURE

Le NDS Fe18Cr J12 brut de filage, de par sa température d'élaboration de 800°C, présente une microstructure très fine : comme le montre la Figure 44, la taille moyenne des grains déterminée par EBSD est de 240nm avec un écart type de 120nm et une morphologie équiaxe. Certains grains sont allongés de plusieurs dizaines de microns dans la direction de filage et sont orientés suivant $[110]//x$ ce qui est caractéristique d'une texture d'écroissage. Cela semble indiquer qu'il s'agit de gros grains recristallisés lors de la mise en température de la poudre puis écrouis lors du filage, alors que les petits grains sont issus d'un processus de recristallisation. Le J12 présente une texture de fibre α caractéristique des nuances filées, mais elle est peu marquée (Multiple Uniform Density (MUD)_{max}=3.7).

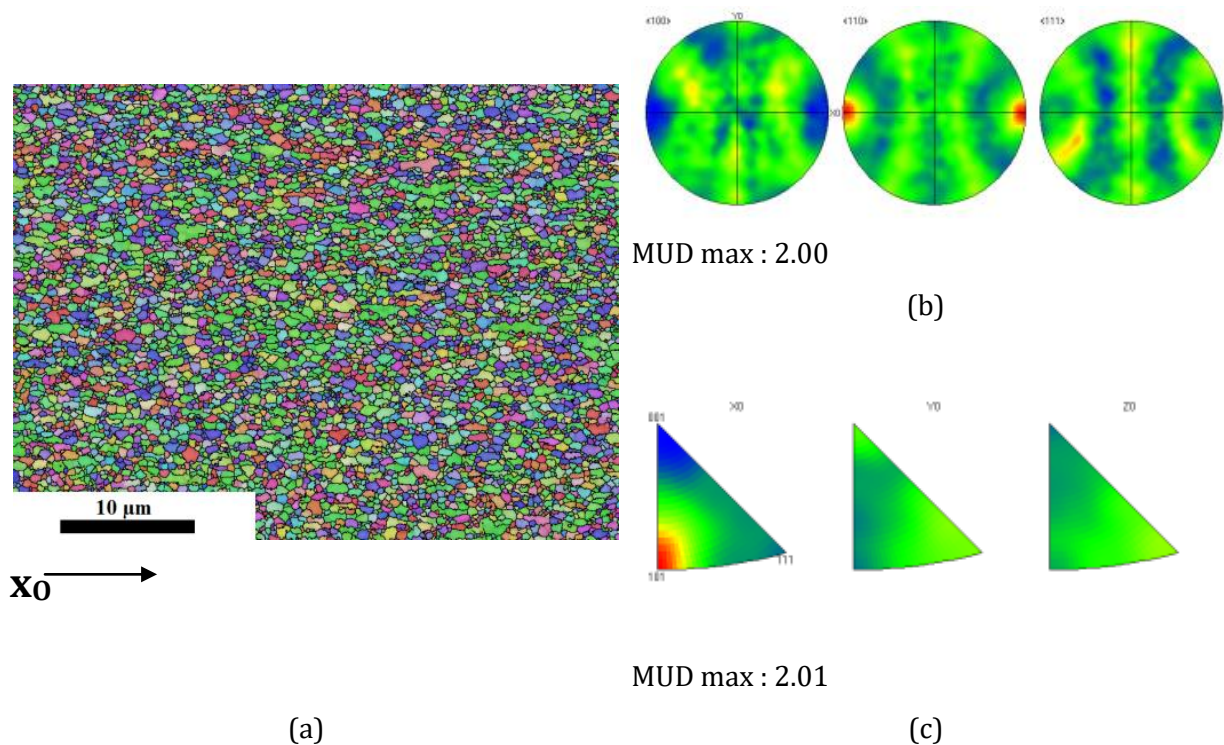


Figure 44: (a)cartographie EBSD IPF X du J12 brut de filage, figures de pôle directes (b) et inverse s(c) (coupe longitudinale RD=X₀) (réalisé sur LEO 1530)

III.2.1.2 NANO PRECIPITATION

Les images STEM en Figure 45 confirment la présence d'une précipitation fine dans la matrice. Ces observations sont cohérentes avec celle réalisées par Ratti et Mathon et al. [7] par diffraction des neutrons aux petits angles.

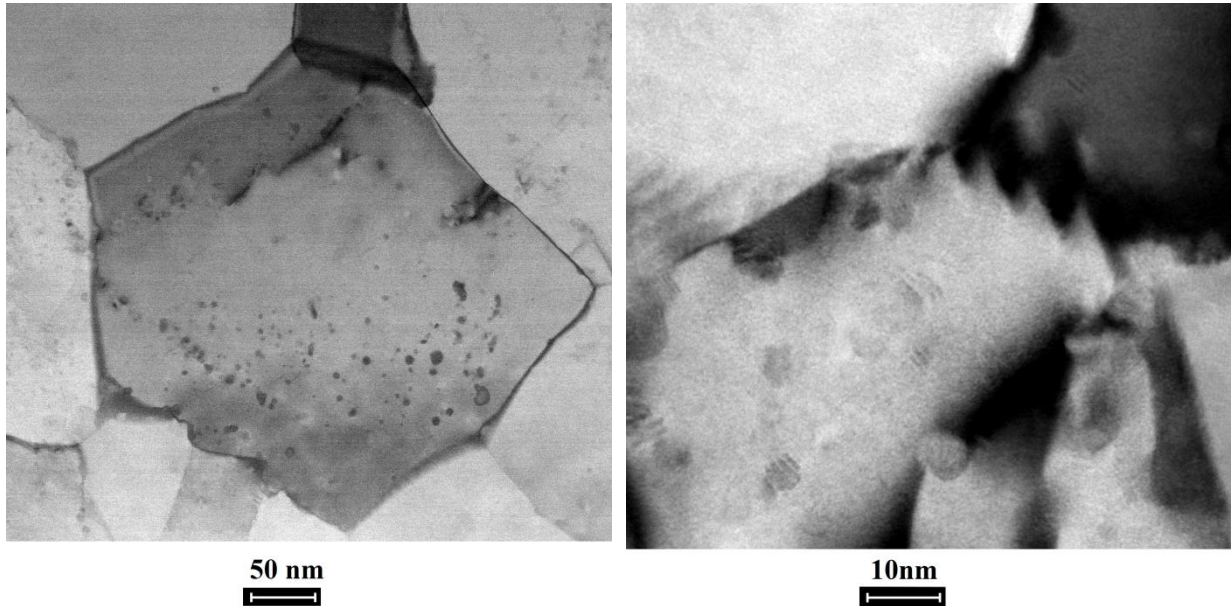


Figure 45: Image STEM- BF du NDS J12

Le NDS Fe18Cr J12 a été également étudié par STEM EDS : il apparaît en Figure 46 que les nanoprecipités peuvent être divisés en deux populations. Les précipités les plus fins sont enrichis en Ti, les plus grossiers en Al et Ti selon une structure cœur-coquille. La présence d'une précipitation de quelques nanomètres riche en titane et l'absence des raies du carbone et de l'oxygène semblent indiquer qu'il s'agit de nitrures de titane. Néanmoins comme la raie L de l'azote se confond avec la raie K du titane, il est donc impossible d'être affirmatif quant à la chimie exacte des précipités de titane par EDS. Toutefois, des analyses par sonde atomique tomographique réalisée par B. Bonaf (CEA INAC) confirment la présence d'azote dans les clusters enrichis en titane et en aluminium, ainsi que d'oxygène dans une moindre mesure. Kalokhtina [128] [36] avait fait les mêmes observations par sonde atomique tomographique sur un acier Fe18Cr NDS.

La Figure 48 montre un précipité nanométrique plus grossier enrichi en aluminium : sa structure et son paramètre de maille ne sont pas identifiables. Il s'agit vraisemblablement d'une structure hexagonale compacte, mais le paramètre de maille ne correspond pas à la structure AlN. Le système (Ti AL N) a été étudié de manière approfondie en couche mince et d'après Gîrleanu [129] la transition entre cubique centré TiN et hexagonal compact AlN est graduelle dans ce système ternaire.

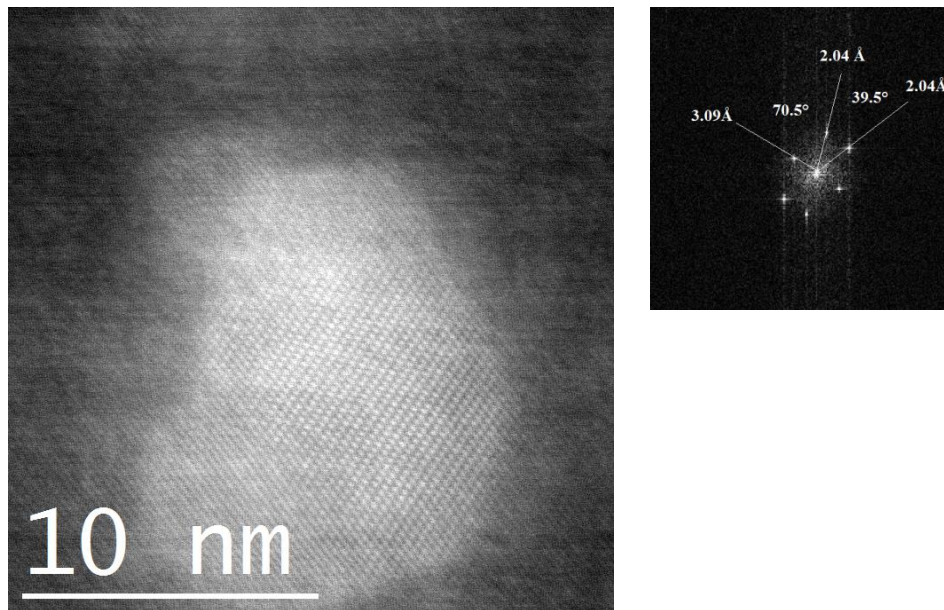


Figure 48: HRSTEM précipité NDS J12 et FFT

III.2.1.3 AUTRES PRECIPITES

Le NDS Fe18Cr J12 brut possède d'autres populations de précipités. La plus visible se traduit par la présence de chapelets de précipités de quelques dizaines de nanomètres alignés dans la direction de filage. Les alignements en eux-mêmes atteignent plusieurs microns. Une analyse EDS en Figure 49 montre qu'il s'agit de précipités d'oxyde de silicium, parfois enrichis en aluminium. La pollution à l'aluminium, relativement courante, provient probablement de l'étape de désoxydation de l'acier.

Steckmeyer [70] a montré que ces alignements étaient présents dans les nuances ODS et pouvaient être à l'origine de la formation des cavités alignées parallèlement à l'axe de sollicitation en traction.

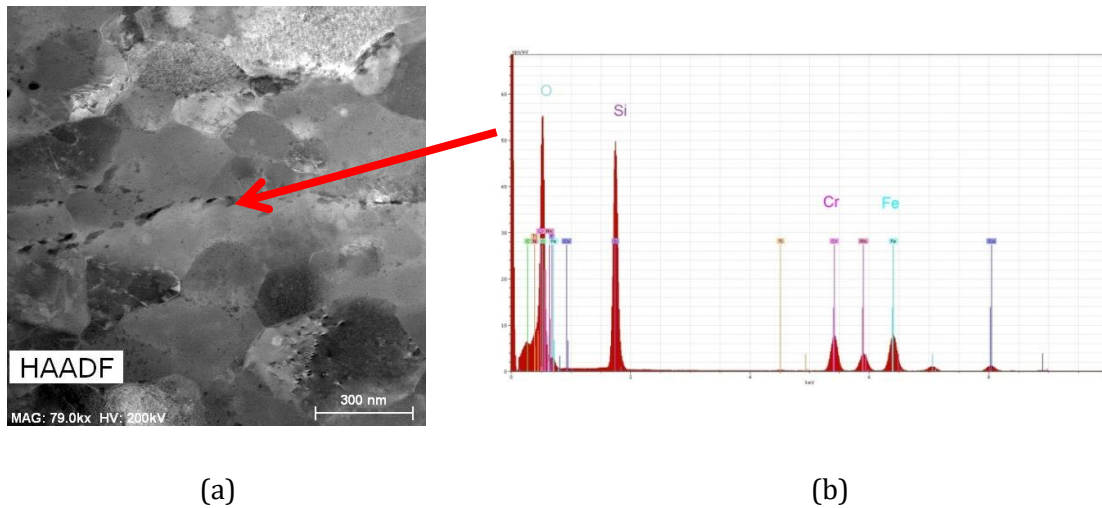


Figure 49: (a) Image TEM-HAADF et (b) pointé EDS sur J12 brut (réalisé sur TECNAI OSIRIS)

Le deuxième type de précipités identifiés sur le J12 brut est du type $M_{23}C_6$: ils ont déjà été observés à plusieurs reprises sur les nuances ODS ferritiques à forte teneur en chrome. Le $M_{23}C_6$ observé sur la Figure 50, orienté en axe de zone $[1\ 1\ 1]$, a été identifié par son paramètre de maille de 10.70 Å ce qui correspond aux mesures du paramètre de maille du $Cr_{23}C_6$. Ce précipité est partiellement cohérent avec la matrice ferritique. Les $M_{23}C_6$ sont de taille relativement importante, entre 50nm et 100nm, donc de taille comparable aux grains.

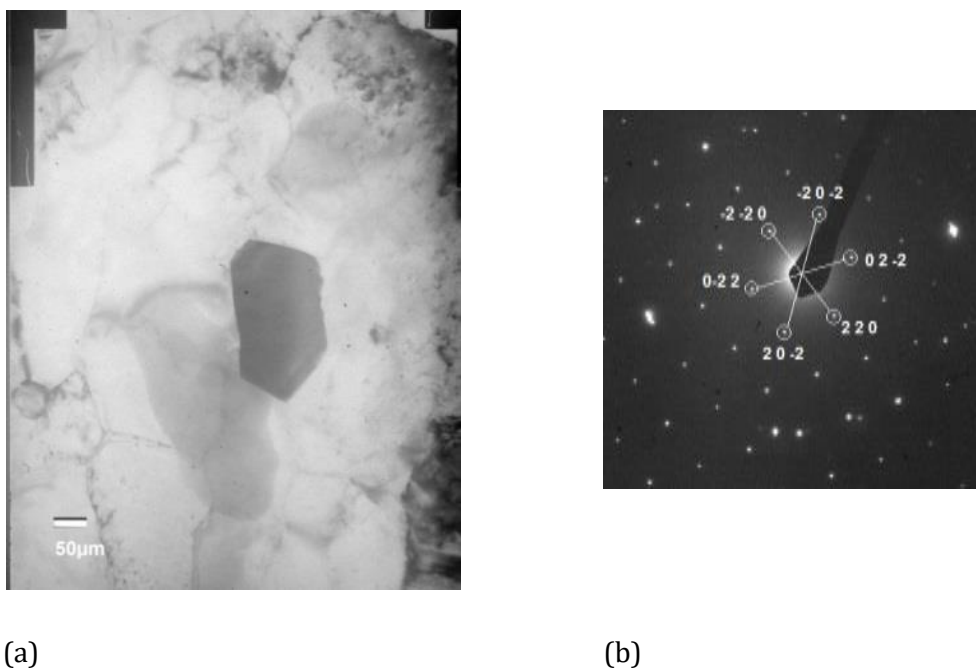


Figure 50: Observation TEM en champ clair d'un précipité (a) et cliché de diffraction centré sur le précipité: en blanc (b) : $M_{23}C_6$ FCC orienté $z// [1\ 1\ 1]$

III.2.2 CARACTERISATION MECANIQUE

Le NDS Fe18Cr J12 a fait l'objet d'une caractérisation mécanique en fluage et en traction sous air sur le centre de Saclay au SRMA. La géométrie des éprouvettes axisymétrique de diamètre 3mm, et longueur utile 12.5mm utilisées est disponible en Annexe I.

III.2.2.1 COMPORTEMENT EN TRACTION

III.2.2.1.1 TRACTION MONOTONE EN TEMPERATURE

La caractérisation en traction à $7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ sous air a été réalisée en vue des essais en fluage à 650°C. Les résultats sont regroupés en Figure 51 et en Tableau 8.

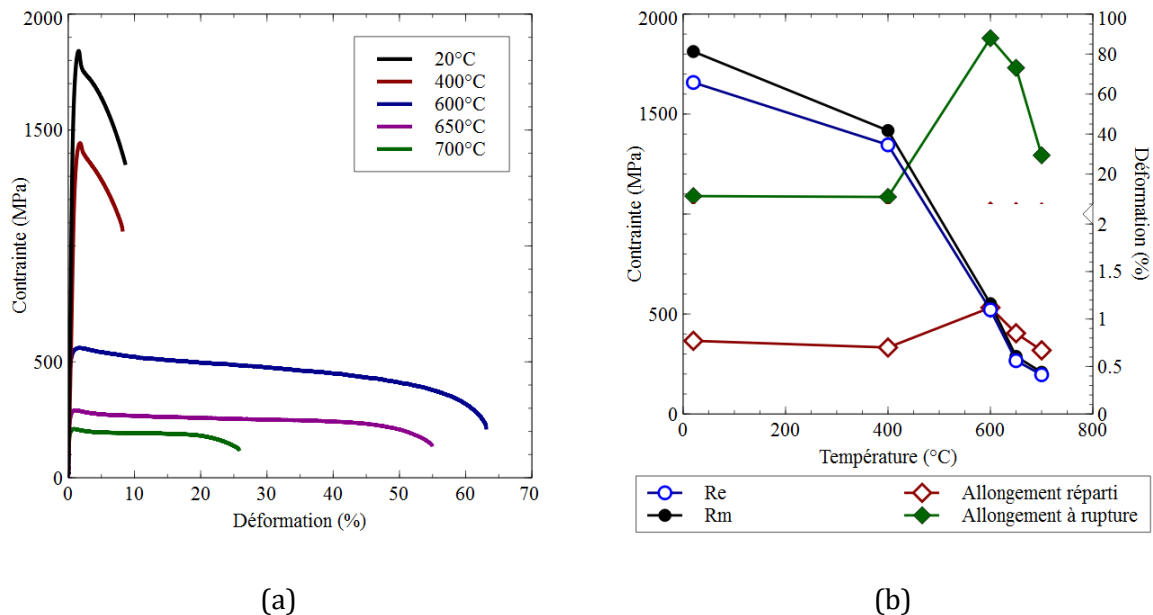


Figure 51: (a) Courbe de traction à $7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ du J12 en fonction de la température (b) Evolution de R_m , $A_t\%$ et $A_g\%$ du J12 en fonction de la température

Sens de prélèvement	Température (°C)	Vitesse (s ⁻¹)	Rp0.2% (MPa)	Rm (MPa)	Ag (%)	At (%)
SL	20	7x10 ⁻⁴	1658	1813	0,8	9
	400		1346	1417	0,7	9
	600		521	551	1,1	88
	650		266	288	0,9	73
	700		196	208	0,7	29

Tableau 8: Récapitulatif des caractéristiques en traction du J12 en fonction de la température

Le NDS J12 présente une transition nette de comportement entre 400°C et 600°C : jusqu'à 400°C le J12 fait preuve d'une résistance maximale élevée, 1650MPa, et une ductilité limitée d'environ 10%. Cette résistance est très élevée, même comparée à d'autres aciers ODS ferritiques : d'après Steckmeyer [89], les meilleurs aciers ferritiques, comme le 14YWT, ont une limite élastique de 1450 MPa à température ambiante. A partir de 600°C, la résistance maximale diminue et une ductilité augmente. Un pic de ductilité est atteint à 600°C et une vitesse de traction imposée de 7x10⁻⁴ s⁻¹. La majeure partie de la déformation plastique a lieu après avoir atteint R_m, lors d'une déconsolidation, ce qui justifie l'emploi de la déformation d'ingénieur. La détermination de la striction Z et du coefficient d'écroutissage θ , tels que définis dans le Chapitre II, en fonction de la température, Figure 52, confirme ce comportement. Notons que la déformation plastique donnant lieu à l'écroutissage est très faible, inférieure à 1%. Entre 20°C et 600°C, le coefficient d'écroutissage θ diminue avec la température jusqu'à 3000 MPa, puis reste constant entre 600°C et 700°C. M. Praud et al [87] ont également relevé l'existence d'une transition de mécanisme entre 400°C et 800°C sur un acier Fe14Cr1W ODS, qu'ils ont attribué à une compétition entre le mécanisme de durcissement prépondérant à basse température, i.e. le contournement d'Orowan, et celui à haute température.

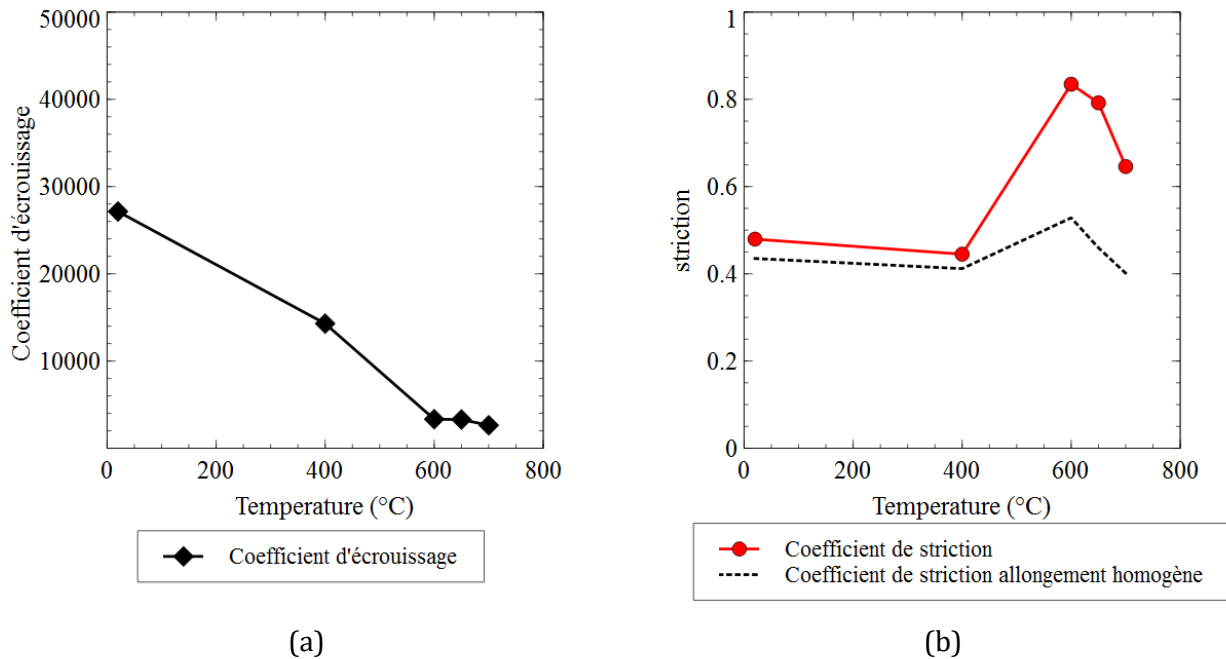


Figure 52: Evolution des coefficients (a) d'écroûissage et (b) de striction du NDS Fe18Cr J12

L'allongement à rupture observé à 600°C et 650°C est bien supérieur à celui des aciers ODS étudiés dans la littérature. Ce type d'acier renforcé par nitrure pourrait représenter une voie d'amélioration de la ductilité générale des aciers nano renforcés, à la fois lors des étapes de mises en forme et en fonctionnement, c'est-à-dire en fluage. Une étude plus détaillée des mécanismes de déformation en traction nécessite des essais à différentes vitesses de déformation à 650°C.

III.2.2.1.2 TRACTION A 650°C ET DIFFERENTES VITESSE DE TRACTION

D'après les essais de traction menés à $7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, la présence d'un pic de ductilité à 600°C semble indiquer l'existence d'un mécanisme de déformation plastique thermiquement activé se produisant à des températures proches de celles des essais de fluage.

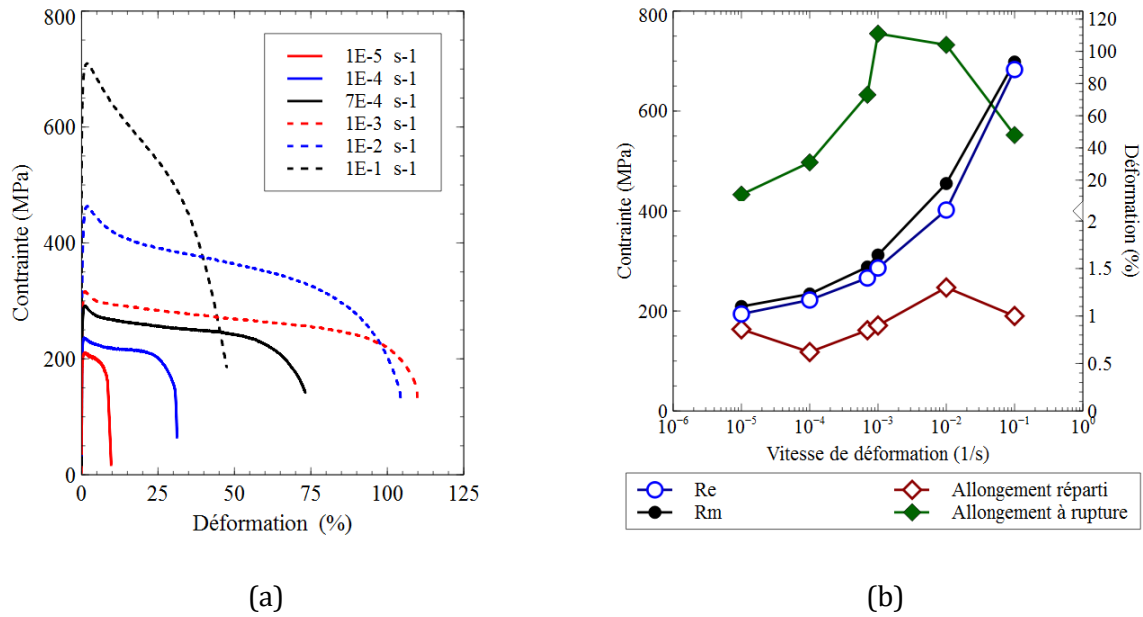


Figure 53 : (a) Courbe de traction à 650°C à plusieurs vitesses de traction du NDS Fe18Cr J12 et (b) Evolution de R_e , R_m , l'allongement réparti A_g et l'allongement total A_t en fonction de la vitesse de traction

Sens de prélèvement	T	Vitesse (s ⁻¹)	Rp0.2% (MPa)	Rm (MPa)	Ag (%)	At (%)
SL	650°C	10 ⁻⁵	195	209	0,9	11
		10 ⁻⁴	222	234	0,6	31
		7x10 ⁻⁴	267	289	0,8	73
		10 ⁻³	286	312	0,9	111
		10 ⁻²	402	455	1,3	104
		10 ⁻¹	683	698	1	48

Tableau 9 : Récapitulatif des caractéristiques en traction du NDS Fe18Cr J12 suivant la vitesse de traction

La limite élastique et la contrainte maximale du NDS Fe18Cr J12 augmentent avec la vitesse de traction. Le Tableau 9 montre que la limite élastique du J12 dépend de la vitesse de traction à 650°C : cette dépendance indique l'existence d'un mécanisme de déformation thermiquement activé. Il s'agit probablement de plasticité et donc de glissement de dislocations : avec une vitesse de déformation plus faible, l'agitation thermique a plus de temps pour aider les dislocations à franchir les obstacles à leur glissement. Le mécanisme principal en traction à

650°C n'est donc pas le contournement d'Orowan, mais plutôt le glissement dévié ou la montée de dislocations.

En revanche, la ductilité du J12 suit une évolution différente avec la vitesse de traction. Jusqu'à 10^{-3} s^{-1} , l'augmentation de la vitesse de traction à 650°C s'accompagne d'une augmentation de l'allongement à rupture. Puis, entre 10^{-2} s^{-1} et 10^{-1} s^{-1} , l'allongement à rupture chute. Comme lors des essais de traction à différentes températures, le NDS Fe18Cr J12 présente un très faible allongement réparti, moins d'un pourcent, et un adoucissement important après avoir dépassé R_m . La Figure 54 montre l'évolution du coefficient de striction et du coefficient d'érouissage Θ calculé sur la petite plage de déformation plastique. Ces deux coefficients évoluent de manière similaire en fonction de la vitesse de déformation : à basse vitesse, 10^{-5} s^{-1} , l'érouissage et la striction sont faibles. Le NDS J12 semble donc soumis à de l'endommagement aux faibles vitesses. Les coefficients d'érouissage et de striction augmentent avec la vitesse de déformation jusqu'à respectivement 5000MPa et 90% à 10^{-2} s^{-1} . A 10^{-2} s^{-1} , le coefficient d'érouissage chute et atteint une valeur comparable à 10^{-5} s^{-1} . Le coefficient d'érouissage est notablement plus faible que celui observée en traction à basse température. La dépendance de l'érouissage à la vitesse de déformation, et donc au temps, à 650°C trahit une nouvelle fois un mécanisme de durcissement thermiquement activé. L'érouissage permet théoriquement d'homogénéiser la déformation et donc de limiter la localisation. Le fait que striction et érouissage augmentent n'est donc pas usuel.

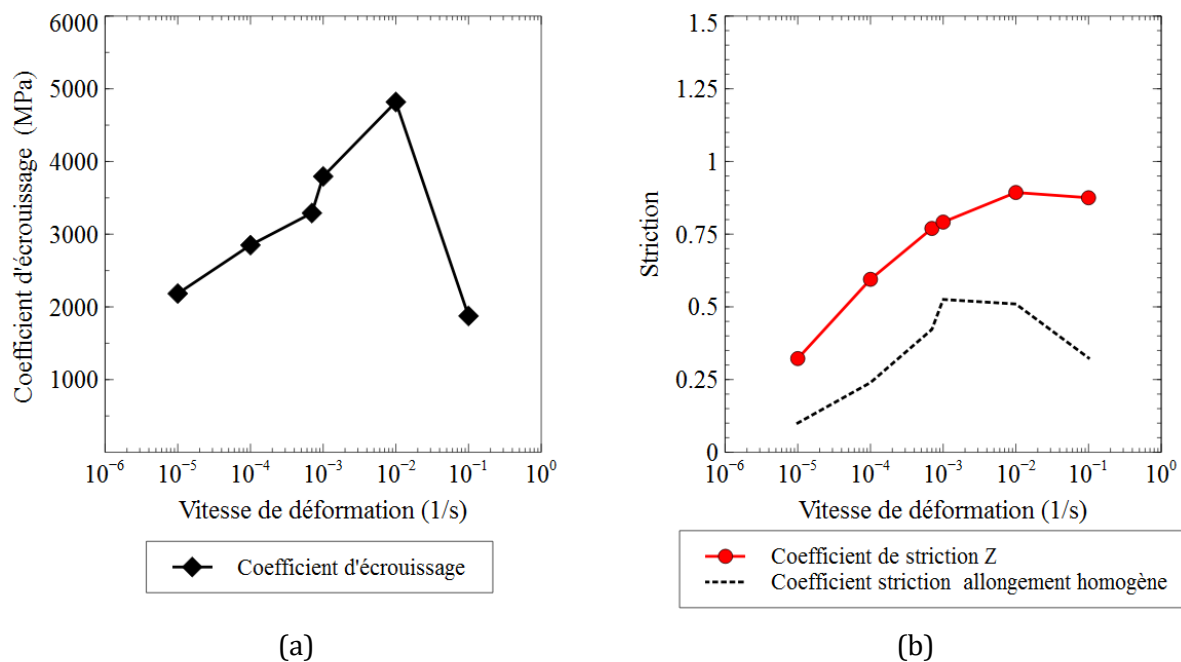


Figure 54: (a) Coefficients d'érouissage et (b) de striction du J12 à 650°C en fonction de la vitesse de déformation

A 10^{-2} s^{-1} et 10^{-1} s^{-1} , le coefficient de striction reste élevé, autour de 90%, mais l'allongement à rupture diminue, ce qui se traduit par une diminution de la limite de striction pour une déformation homogène. Une transition de mécanisme semble donc se produire. Une étude attentive de la microstructure est nécessaire pour expliquer l'évolution de la ductilité du NDS J12.

III.2.2.1.3 CARACTERISATION MICROSTRUCTURALE APRES TRACTION

Les observations des fractographies confirment ce que sous-tendent les courbes de traction : à température ambiante, le faciès de rupture présente d'importantes fissures secondaires en forme de croix, comme le montre la Figure 55. Ensuite, lorsque la température augmente, le nombre de fissures macroscopiques diminue et celles-ci finissent par disparaître au-dessus de 600°C, température à partir de laquelle des cupules ductiles apparaissent.

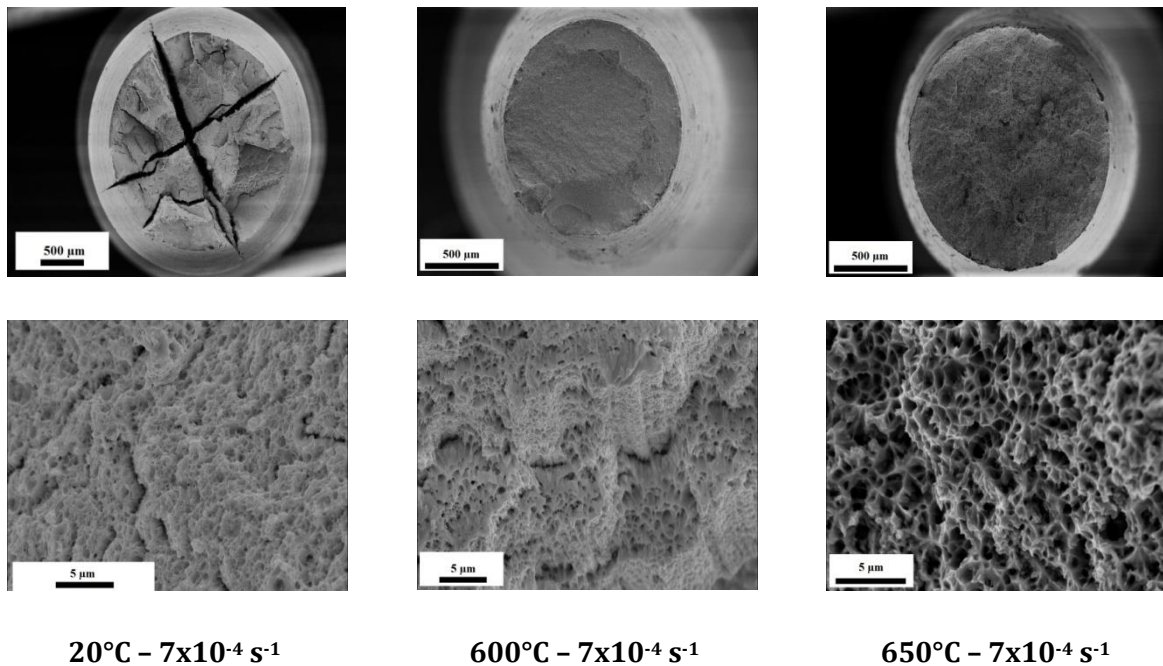
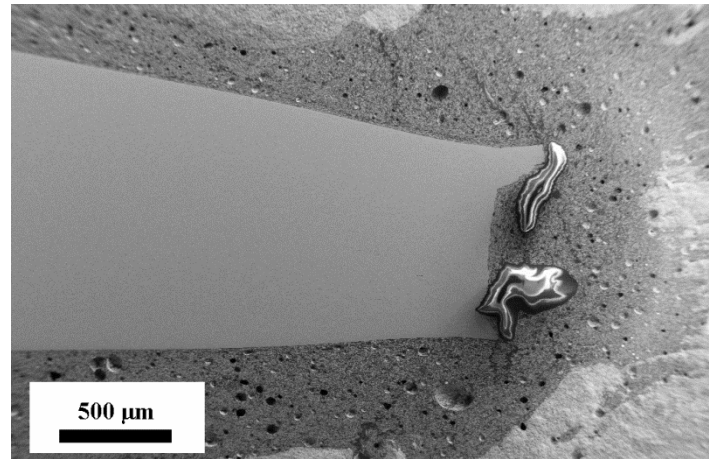
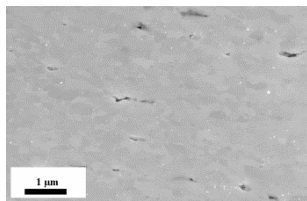


Figure 55: Images SEM - SE des faciès de rupture du J12 en traction en sens long

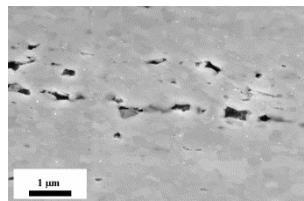
On s'intéresse maintenant plus spécifiquement aux phénomènes qui se produisent au-dessus de 600°C. L'examen de coupes métallographiques par SEM révèle la présence d'alignement de cavités parallèlement à l'axe de traction, similaires à ceux qu'on observe en fluage sur les ODS [12] [14] [47]: ces alignements sont nettement plus nombreux à mesure que l'on s'approche du front de rupture, mais ils sont présents dans toute la zone utile de l'éprouvette. Les cavités sont intergranulaires et présentent un aspect tortueux, comme le montre la Figure 56.



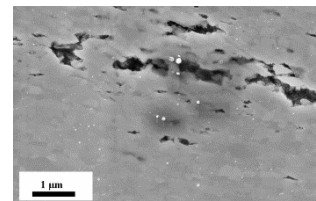
(a)



(b)



(c)



(d)

Figure 56: Observation d'une coupe longitudinale d'une éprouvette testée à $7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ et 600°C en sens long. L'image (a) est une vue générale de l'éprouvette, les vues (b) (c) et (d) sont des agrandissements pris à des positions de plus en plus proches de la surface de rupture.

La Figure 57 permet de comparer les densités de cavités observées après une traction lente à 10^{-5} s^{-1} , et celle après une traction rapide à 10^{-1} s^{-1} . Qualitativement, le J12 présente un endommagement beaucoup plus important à basse vitesse qu'à forte vitesse.

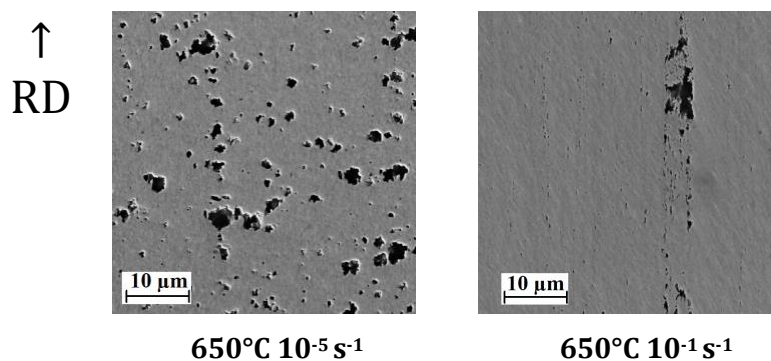


Figure 57: Comparaison de densités de cavités près de la zone de rupture (moins de $100 \mu\text{m}$) entre la traction lente et la traction rapide en sens long. Coupes longitudinales

Une coupe radiale montre que les cavités, bien que nombreuses, représentent une surface faible de la section efficace du fait de leurs dimensions réduites. L'augmentation de la contrainte réelle appliquée sur l'éprouvette est donc très faible.

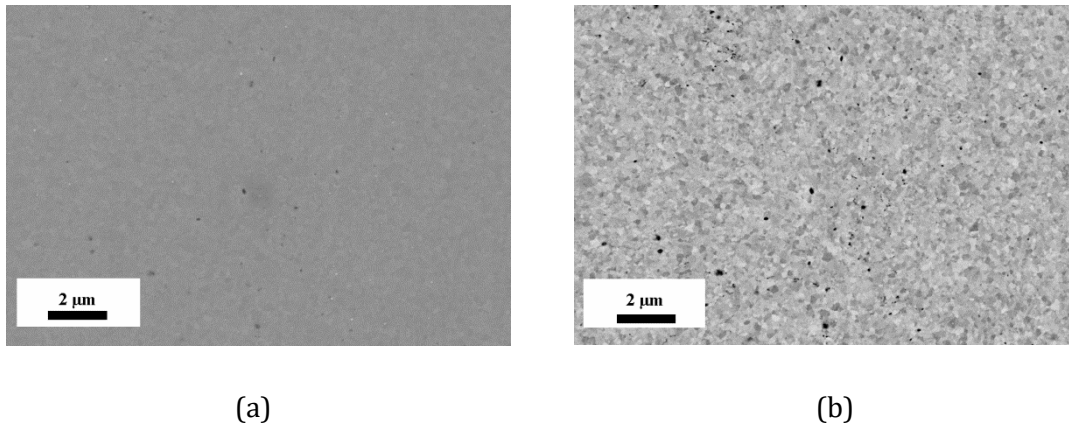


Figure 58: Coupe transverse J12 650°C et $7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ à 20 kX en SEM-SE (a) et en SEM-BSE (b)

Une étude EBSD approfondie a été réalisée sur les éprouvettes testées à 650°C à différentes vitesses. Les cartographies ont été acquises près de la zone de rupture et à 10mm de celle-ci, de façon à évaluer l'homogénéité des paramètres de la microstructure.

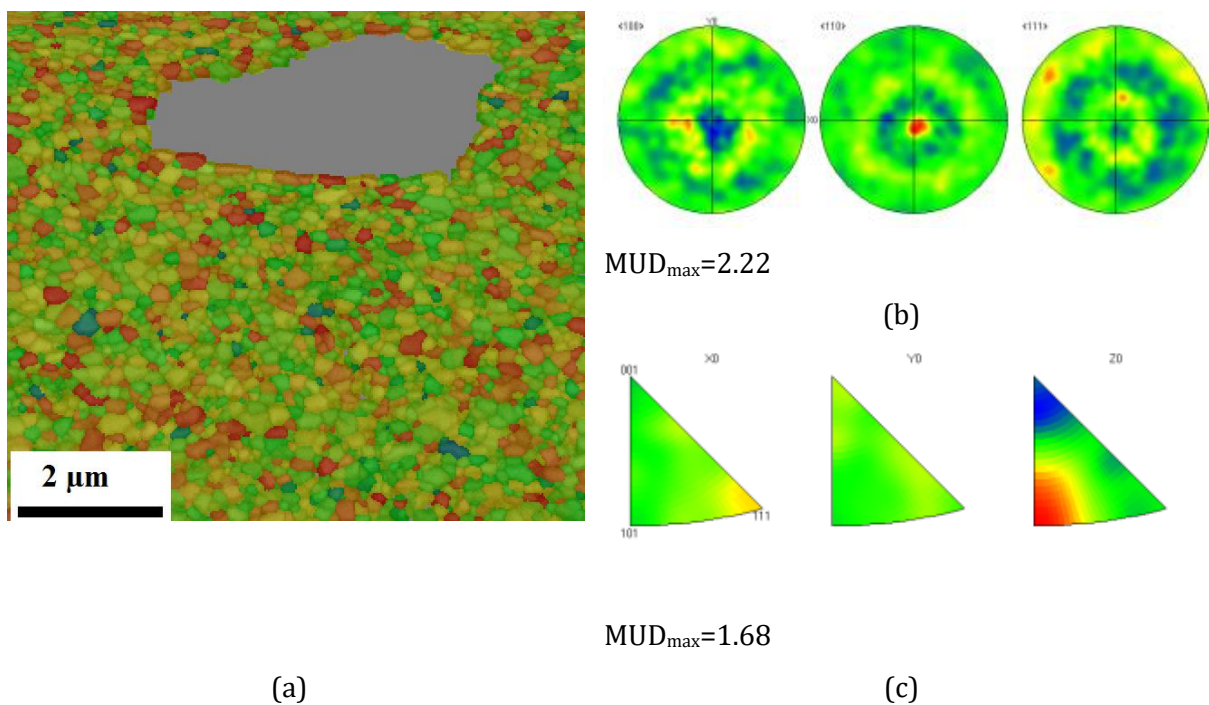


Figure 59: Coupe transverse de la zone utile de l'éprouvette de traction sens long à 650°C / $7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ à proximité d'une cavité (a) cartographie EBSD IPF Z, (b) figures de pôle directes et (c) inverses

Tout d'abord, la cartographie Figure 59 en section transverse, montre que les cavités observées sont d'une taille très supérieure à celle des grains et les grains à proximité des cavités ne semblent pas déformés plastiquement. On ne note pas de modification de la texture ni de la taille de grain à proximité des cavités. Il s'agit donc de cavités intergranulaires. Enfin, un essai de traction à 650°C et $7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ interrompu avant que R_m soit atteint a été réalisé : aucune cavité n'a été observée, ce qui indique que l'endommagement observé se produit après la striction.

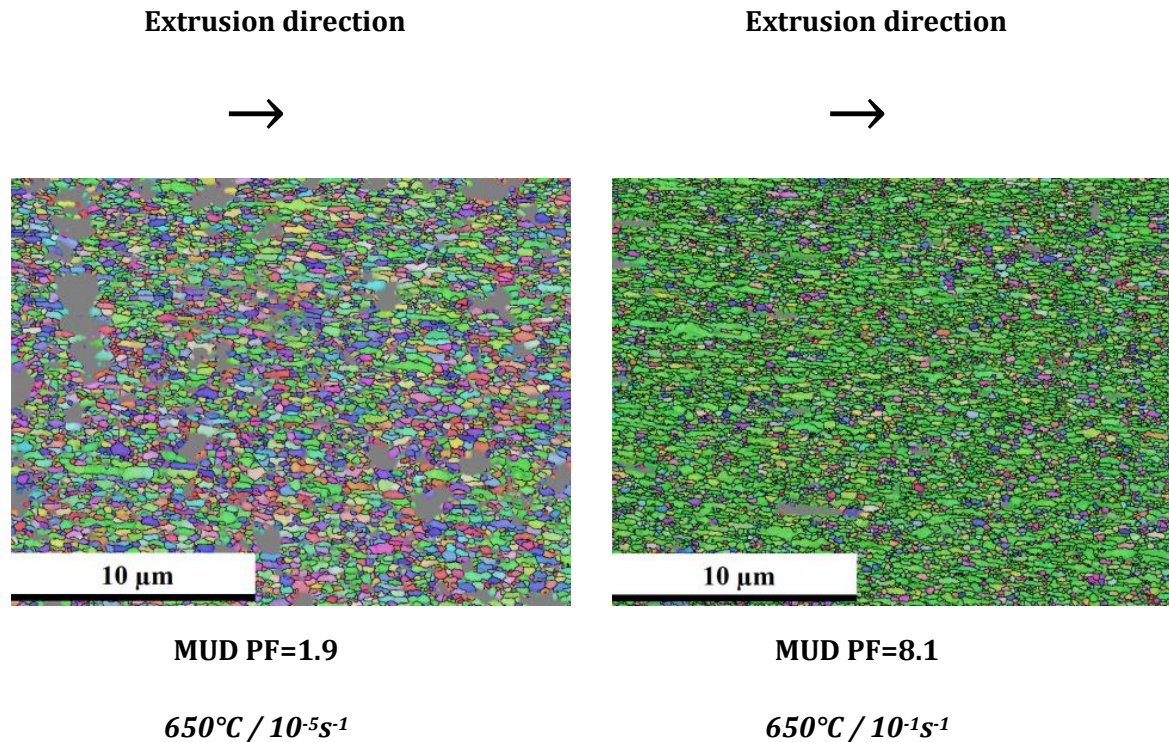


Figure 60: Coupes longitudinales. Cartographie IPF selon X à proximité de la zone de rupture de deux essais de traction sens long

L'évolution de la taille de grain, Figure 61, est la suivante : initialement de 225nm à l'état brut le diamètre moyen des grains, augmente près de la zone de rupture, à 10^{-5} s^{-1} et 10^{-3} s^{-1} , jusqu'à respectivement 240 nm et 250nm. A 10^{-2} s^{-1} et 10^{-1} s^{-1} , il y a ensuite une diminution significative, jusqu'à moins de 200nm, soit une diminution de 20% de la surface du grain. A 10mm, la taille de grain s'établit entre 215 nm et 230 nm à 10^{-5} s^{-1} , 10^{-3} s^{-1} et 10^{-1} s^{-1} . A 10^{-2} s^{-1} , la taille de grain est constante à 10mm et près de la surface de rupture.

Le facteur de forme évolue peu en traction : il s'établit autour de 2 avec un minimum pour la zone de rupture et à 10mm à 10^{-3} s^{-1} . On ne retrouve pas une évolution du facteur de forme dans les mêmes ordres de grandeur que la déformation macroscopique observée, supérieure à 100% à 10^{-3} s^{-1} .

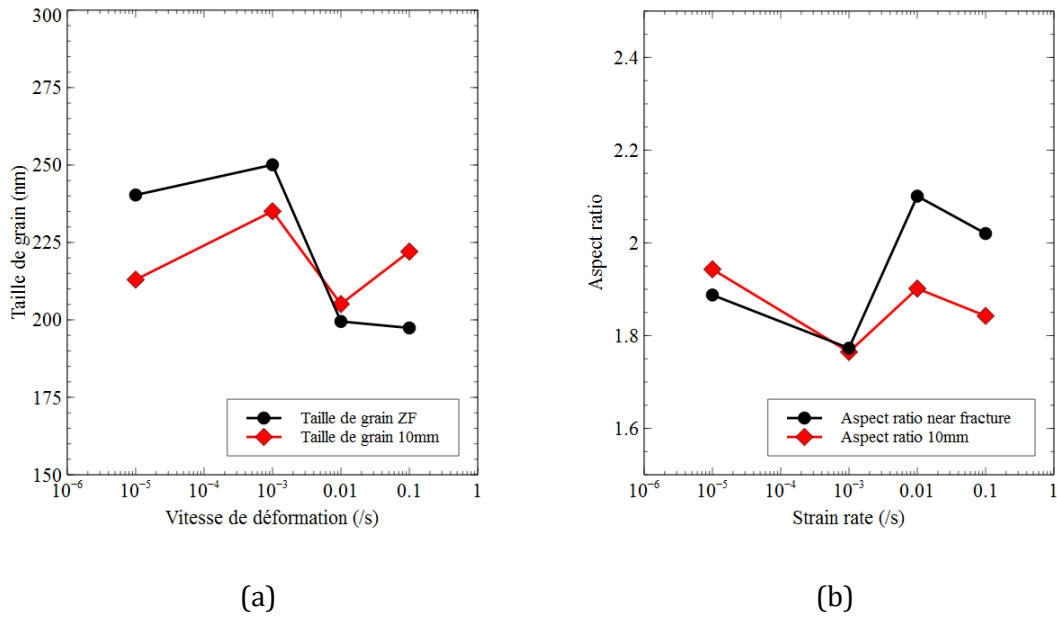


Figure 61: Evolution de (a) la taille de grain (b) du facteur de forme du NDS J12 à 650°C

Comme présenté en Figure 44, la texture de fibre α est initialement peu marquée avec un MUD de 3.7. L'évolution de la texture est reportée en Figure 62. Une diminution est observée par rapport à l'état initial à 10^{-5} s^{-1} et 10^{-3} s^{-1} , respectivement près de la rupture et à 10mm. Aux vitesses de déformation plus rapides, la texture augmente avec la vitesse de déformation près de la zone de rupture, jusqu'à atteindre un MUD de 8 à 10^{-1} s^{-1} . A 10mm, un minimum de texture est atteint à 10^{-3} s^{-1} et une légère augmentation est observée aux autres vitesses de déformation. La diminution de la texture à 10mm et 10^{-3} s^{-1} est visible sur la Figure 60, vignette (a). L'essai réalisé à 10^{-5} s^{-1} est le seul pour lequel la texture dans la zone de rupture est inférieure à celle du fût. On note également que l'éprouvette la plus texturée, à 10^{-1} s^{-1} , s'est moins allongée que celles testées à 10^{-3} s^{-1} et 10^{-2} s^{-1} : il n'y a pas de lien direct entre la texture et la déformation à rupture.

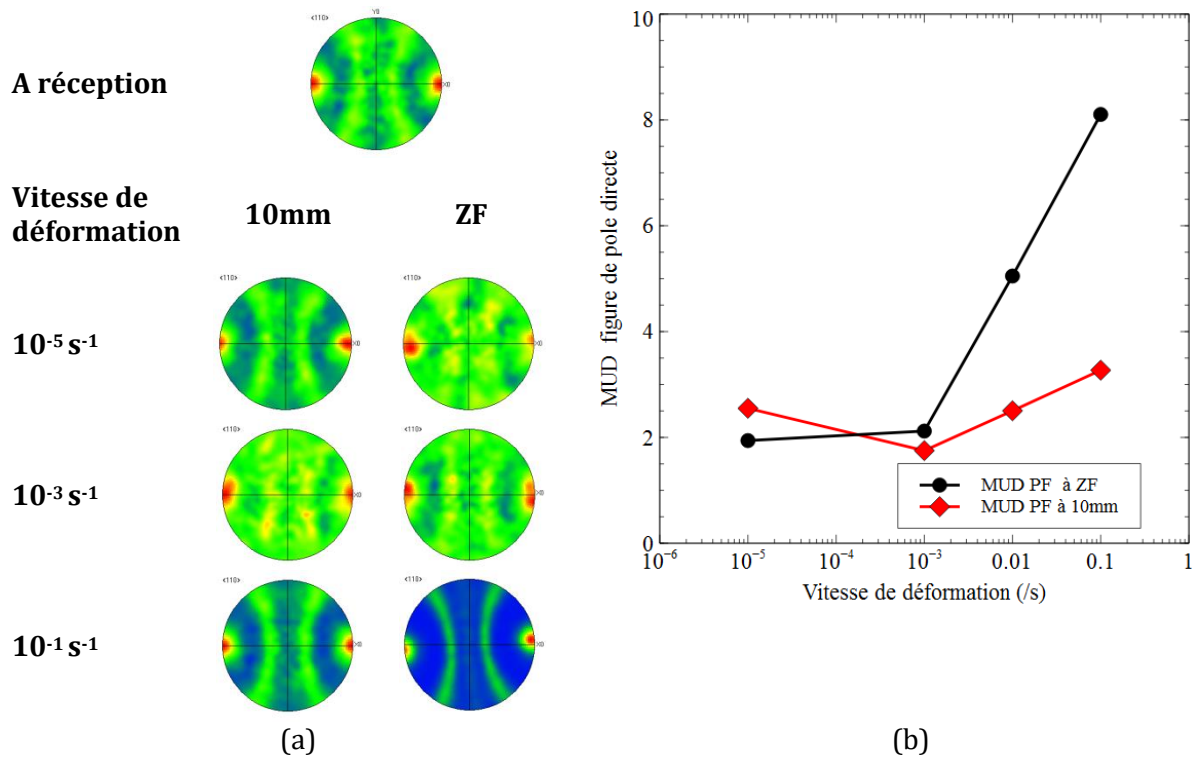


Figure 62: Figures de pôles directes et évolution de la texture en fonction de la vitesse de déformation après traction à 650°C près de la zone de rupture (ZF) et à 10mm

Enfin, les cartographies EBSD permettent de déterminer la désorientation Φ aux joints de grains et, de discriminer les joints faiblement désorientés ($\Phi < 15^\circ$) appelés LAB (pour Low Angle Boundary) des joints fortement désorientés ($\Phi > 15^\circ$) appelés HAB (pour High Angle Boundary). Le Tableau 10 présente les ratios entre LAB et HAB mesurés près de la zone de rupture et à 10mm pour les différents essais de traction, ainsi qu'à réception.

Type de joint	A réception	10^{-5} s^{-1}		10^{-3} s^{-1}		10^{-2} s^{-1}		10^{-1} s^{-1}	
		ZF	10 mm	ZF	10 mm	ZF	10 mm	ZF	10 Mm
LAB	60.8	54	74	68	79	55	71	60	72
HAB	39.2	46	26	32	21	45	29	40	28

Tableau 10: Pourcentage de répartition entre joints de grains fortement désorientés et faiblement désorientés après traction à 650°C

A 10mm, la part de joints de grains faiblement désorientés augmente sensiblement par rapport à l'état de réception, typiquement jusqu'à 70 à 80%. Près de la zone de rupture, la part de joints de grains fortement désorientés augmente et atteint des valeurs légèrement inférieures à l'état de réception, sauf concernant l'essai à 10^{-3} s^{-1} .

III.2.2.1.4 SUPERPLASTICITE ET RECRISTALLISATION DYNAMIQUE CONTINUE DE L'ACIER NDS FE18CR J12

A 650°C, l'évolution de la ductilité, de la striction et de paramètres tels que la taille de grains et la texture en fonction de la vitesse de déformation n'est pas triviale et semble indiquer la coexistence de plusieurs phénomènes.

A 10^{-3} s^{-1} , l'allongement à rupture du NDS J12 est maximal et atteint 110%. A cette vitesse de déformation, la microstructure est homogène près de la zone de rupture et à 10mm, en termes de taille de grain, de facteur de forme et de texture. L'augmentation de 20% de la taille de grain et la diminution du facteur de forme ne peuvent expliquer un allongement de 110% : un mécanisme de déformation purement intragranulaire aurait causé une évolution de ces deux paramètres dans des proportions comparables à celles de l'allongement total. Ces observations et la diminution de la texture de fibre α suggèrent plutôt un mécanisme de superplasticité causé par glissement intergranulaire. D'après Chokshi [84], Mukherjee [85] et Langdon [86], le glissement intergranulaire, caractérisé par un allongement macroscopique important, est dû à la translation et la rotation des grains les uns par rapport aux autres à haute température, typiquement supérieure à $0,5T_f$. Un mécanisme d'accommodation est nécessaire pour adapter les hétérogénéités de déformations entre les grains : il peut s'agir de diffusion à haute température, ou de mouvement de dislocations à température plus modérée. Dans la littérature, une légère augmentation de la taille de grain est en outre observée. Les matériaux à grains isotropes d'une taille inférieure au micron sont susceptibles de présenter un comportement superplastique. Dans le cas de matériaux texturés, la rotation des grains les uns par rapport aux autres peut entraîner la réduction de la texture. Ce mécanisme a été observé par Sugino [130] sur un essai de traction à 800°C sur un acier ODS Fe15Cr. La réduction de la texture près de la zone de rupture et à 10mm ainsi que la légère augmentation de la taille de grains sont cohérentes avec un mécanisme de superplasticité par glissement intergranulaire.

Une autre caractéristique des matériaux superplastiques se manifeste par leur sensibilité m à la vitesse de déformation telle que définie par l'Equation 26. Ces matériaux présentent une sensibilité maximale de $m=0,5$ sur la plage de déformation superplastique. Ce coefficient se détermine théoriquement à l'aide d'essais de traction à sauts de vitesse, essais qui n'ont pas pu être réalisés dans cette étude. Or la majeure partie de la déformation plastique du NDS J12 se produit après R_m , c'est-à-dire théoriquement après que la localisation de la déformation se soit produite. Une estimation de l'évolution de m en fonction de la vitesse de déformation est donnée en Figure 63 en fixant la déformation à 0.5% et à 5%, c'est-à-dire après que la striction ait débuté. La sensibilité à la vitesse de déformation du J12 semble notablement plus faible que celle d'un matériau superplastique stricto sensu, mais un pic à 0.25 est bien observé à 10^{-3} s^{-1} pour une déformation fixée de 5%. Il est donc envisageable que la déformation par glissement intergranulaire se produise après que R_m ait été atteint. Des essais complémentaires de saut de vitesse sont nécessaires.

Equation 26

$$m = \left(\frac{\partial (\ln \sigma)}{\partial (\ln \dot{\epsilon})} \right)_{\epsilon \text{ fixé}}$$

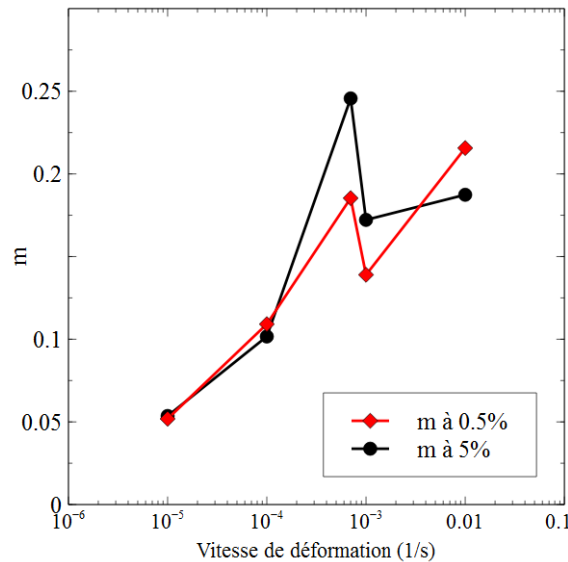


Figure 63: Sensibilité m de la contrainte à la vitesse de déformation du NDS Fe18Cr J12 à 650°C calculé à une déformation de 0.5% et 5%

Malgré l'imprécision sur le coefficient de sensibilité à la vitesse de traction, les caractéristiques microstructurales et le pic de ductilité observés à 10^{-3} s^{-1} indiquent que le NDS Fe18Cr J12 présente un comportement superplastique dû au glissement intergranulaire.

A 10^{-2} s^{-1} et 10^{-1} s^{-1} , l'élongation à rupture diminue et le coefficient de striction augmente, comme montré Figure 53 et Figure 54. Simultanément, les Figure 61 et Figure 62 montrent que la texture de fibre α augmente et que la taille de grains diminue près de la zone de rupture. Ces observations ne sont pas cohérentes avec le seul glissement intergranulaire, qui ne peut causer ni diminution de la taille de grain ni augmentation de la texture.

La diminution de la taille de grain près de la zone de rupture suggère plutôt qu'une recristallisation dynamique se produit localement. Deux types de recristallisation dynamiques sont répertoriés [131]: la recristallisation dynamique discontinue, où l'écroutissage, et donc l'énergie stockée par la création de dislocations, permet la création de nouvelles cristallites qui croissent dans les grains déformés. Il s'agit donc d'une recristallisation au sens strict et donc qui tend à diminuer les textures. Le deuxième type de recristallisation est continue, elle est aussi appelée polygonisation. D'après Castan [132], c'est ce dernier mécanisme qui est prépondérant dans la recristallisation des aciers ferritiques. Ce type de recristallisation se caractérise par la production de joints de grains faiblement désorientés. Il y a équilibre entre la production de

dislocations et leur annihilation, si bien que la désorientation des sous-joints de grains augmente progressivement : de nouveaux grains sont donc produits par segmentation des grains initiaux. Il y a également un lien entre l'orientation des « nouveaux » grains et celle des grains initiaux, mais une augmentation de la texture initiale n'est pas forcément observée [133]. Il ne s'agit pas d'une recristallisation stricto sensu, mais la microstructure produite est proche d'une microstructure recristallisée fine et équiaxe.

Comme la désorientation fixée pour discriminer les joints de grains par EBSD est de 10° , la recristallisation dynamique continue conduit à une diminution de la taille de grain, comme observée Figure 61 à 10^{-2} s^{-1} et 10^{-1} s^{-1} près de la zone de rupture. En outre, la diminution près de la surface de rupture de la part de joints de grain faiblement désorientés par rapport à 10mm et l'augmentation de la texture peut être interprétée comme la désorientation progressive des joints faiblement désorientés. Il ne peut pas s'agir de recristallisation dynamique discontinue, car les nouvelles cristallites n'auraient alors pas de lien avec la texture des grains initiaux. La texture globale aurait donc diminué.

Le NDS Fe18Cr J12 est donc sujet à la recristallisation dynamique continue à 10^{-2} s^{-1} et 10^{-1} s^{-1} qui s'accompagne d'une augmentation de la texture de fibre α . Néanmoins, le lien entre texture et recristallisation dynamique continue n'est pas direct. La Figure 64 montre l'évolution de la taille de grains près de la zone de rupture en fonction de la vitesse de déformation en discriminant les grains orientés suivant la texture de fibre, i.e. $[110]//X$ (avec une tolérance de 10°) des autres. Initialement, il n'y a pas de différence de taille entre ces deux populations de grains, ainsi qu'à 10^{-5} s^{-1} . En revanche, à 10^{-2} s^{-1} et 10^{-1} s^{-1} , la taille des grains non texturés diminue fortement, et dans une moindre mesure les grains texturés. Ces observations suggèrent que les grains non texturés ont été préférentiellement soumis à la recristallisation dynamique continue et donc que la texture macroscopique augmente progressivement.

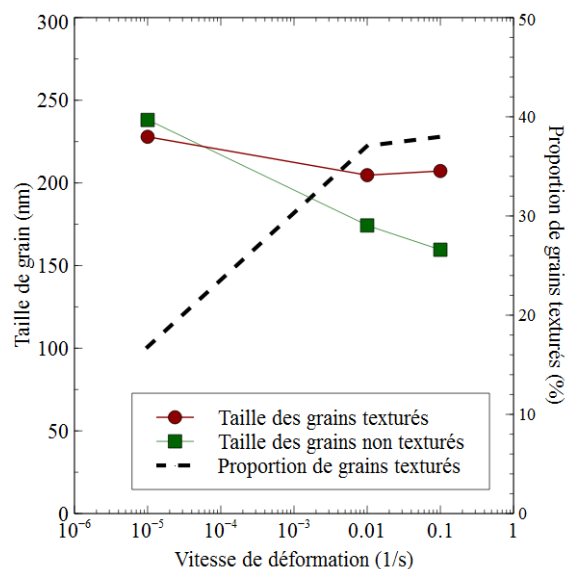


Figure 64: Taille de grains en fonction de la vitesse de déformation pour les grains texturés, i.e. $[110]//X \pm 10^\circ$ et pour les grains non texturés

La localisation est plus marquée à 10^{-1} s^{-1} qu'à 10^{-2} s^{-1} : en effet, la taille de grain est notablement diminuée à 10 mm de la surface de rupture à 10^{-2} s^{-1} par rapport à l'état de réception et à 10^{-1} s^{-1} , Figure 61. En revanche, la texture est plus marquée à 10^{-1} s^{-1} qu'à 10^{-2} s^{-1} près de la zone de rupture et à 10 mm. On peut penser que le glissement intergranulaire et recristallisation dynamique se produisent simultanément à 10^{-2} s^{-1} , entraînant des effets antagonistes sur la texture: le glissement intergranulaire diminue la texture et la recristallisation dynamique tend à l'augmenter. Le coefficient de striction étant stable à 87-88% entre 10^{-2} s^{-1} et 10^{-1} s^{-1} , la persistance du glissement intergranulaire permet stabiliser la déformation à 10^{-2} s^{-1} et assure un bon allongement à rupture, ce qui n'est pas le cas à 10^{-1} s^{-1} .

Entre 10^{-1} s^{-1} et 10^{-2} s^{-1} , à 650°C , il y a recristallisation dynamique continue (CDRX) dans la zone de striction qui se manifeste par une diminution de la taille de grains. De plus, le phénomène de CDRX se produit préférentiellement dans les grains non orientés suivant la texture de fibre α . Il y a augmentation de la texture dans la zone de striction.

Le test mené à 10^{-5} s^{-1} est plus complexe : d'une part la réduction de texture observée près de la zone de rupture, Figure 62, et la légère augmentation de la taille de grain, Figure 61, plaident en faveur du glissement intergranulaire. D'autre part la proportion de LAB et HAB est très différente de la microstructure de « référence » concernant le glissement intergranulaire, c'est-à-dire comparé à celle de l'essai de 10^{-3} s^{-1} à 10mm de la surface de rupture, comme montré Tableau 10. De plus, les images SEM Figure 55, montrent que l'endommagement intergranulaire est maximal à 10^{-5} s^{-1} . Ce résultat est surprenant car la striction augmente avec la vitesse de déformation. Or la striction augmente la triaxialité des contraintes, ce qui devrait augmenter la cinétique de croissance des cavités si elles se grossissent uniquement par un mécanisme de plasticité, suivant le modèle de Rice et Tracey [134]. Plusieurs mécanismes de croissance sont donc à l'œuvre.

L'endommagement peut avoir pour origine un mécanisme intergranulaire par diffusion de lacune. Néanmoins, la localisation importante des cavités au niveau de la zone soumise au glissement intergranulaire semble indiquer que les deux phénomènes sont liés, ce qui ne serait pas le cas d'une diffusion de lacune qui se produirait dans toute l'éprouvette. Le fait que glissement intergranulaire et endommagement intergranulaire se produisent simultanément est surprenant. En effet, lors de la déformation superplastique, le mécanisme d'accommodation des hétérogénéités de déformation entre les grains permet théoriquement le glissement et la rotation des grains sans endommagement. Ce mécanisme est soit diffusif, et donc uniquement dépendant de la température, soit lié au mouvement de dislocations. Un mécanisme diffusif serait a priori favorisé en diminuant la vitesse de déformation car il aurait plus de temps pour se mettre en place pour un incrément de déformation. Le mécanisme d'accommodation du NDS Fe18Cr J12 semble donc basé sur le mouvement de dislocations, mais son évolution est différente du mécanisme de plasticité qui pilote la déformation macroscopique. En effet, ce dernier est thermiquement activé, si le mécanisme d'accommodation était également thermiquement activé, il aurait dû être favorisé aux faibles vitesses de déformation.

Les observations suggèrent donc qu'à basse vitesse, le mécanisme d'accommodation nécessaire à la déformation est soit inhibé soit en compétition avec un mécanisme d'endommagement intergranulaire. Il sera utile de comparer les observations de traction à basse vitesse avec le fluage.

III.2.2.2 COMPORTEMENT EN FLUAGE A 650°C

III.2.2.2.1 CARACTERISATION MECANIQUE

Les essais de fluage à 650°C ont été effectués au CEA Saclay (SRMA). Cette température a été choisie d'une part pour sa proximité avec la température de fonctionnement de l'acier de gainage dans les futures centrales RnR-Na, 620°C, et d'autre part pour le retour d'expérience dû aux nombreux autres essais de fluage publiés réalisés à cette température sur d'autres nuances, ODS ou non.

Cette température correspond à $0.5T_f$, les essais se situent donc dans les basses températures du domaine de fluage.

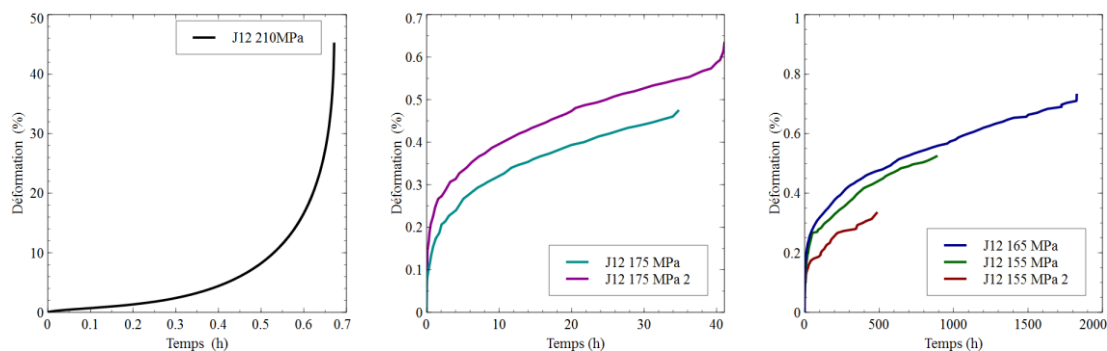


Figure 65 : Courbe de fluage du Fe18Cr NDS J12 à 650°C

Le NDS Fe18Cr J12 présente une courbe de fluage à l'allure similaire à celle d'un acier ODS, avec une déformation à rupture particulièrement faible, de l'ordre de 0.5% en moyenne et jusqu'à 1% pour l'essai mené à 165MPa. L'essai à 210MPa est trop rapide pour que l'on parle de fluage, cet essai ne présente d'ailleurs pas les caractéristiques précédemment citées. Il est également intéressant de noter que, malgré des grains très fins à priori néfaste aux propriétés de fluages, le J12 présente une bonne résistance au fluage comparée à une nuance non renforcée (0.1h à 180MPa et 650°C pour un Fe18Cr non ODS).

Les vitesses de fluage en fonction du temps et de la déformation sont reportées en Figure 66. Comme lors du fluage des ODS, la vitesse de fluage du NDS J12 diminue tout au long de l'essai et ne semble pas atteindre d'état stationnaire aux contraintes inférieures à 175MPa. D'autre part la vitesse de fluage la plus basse a été atteinte à 165 MPa : la rupture brutale semble avoir stoppé prématurément le processus classique de fluage.

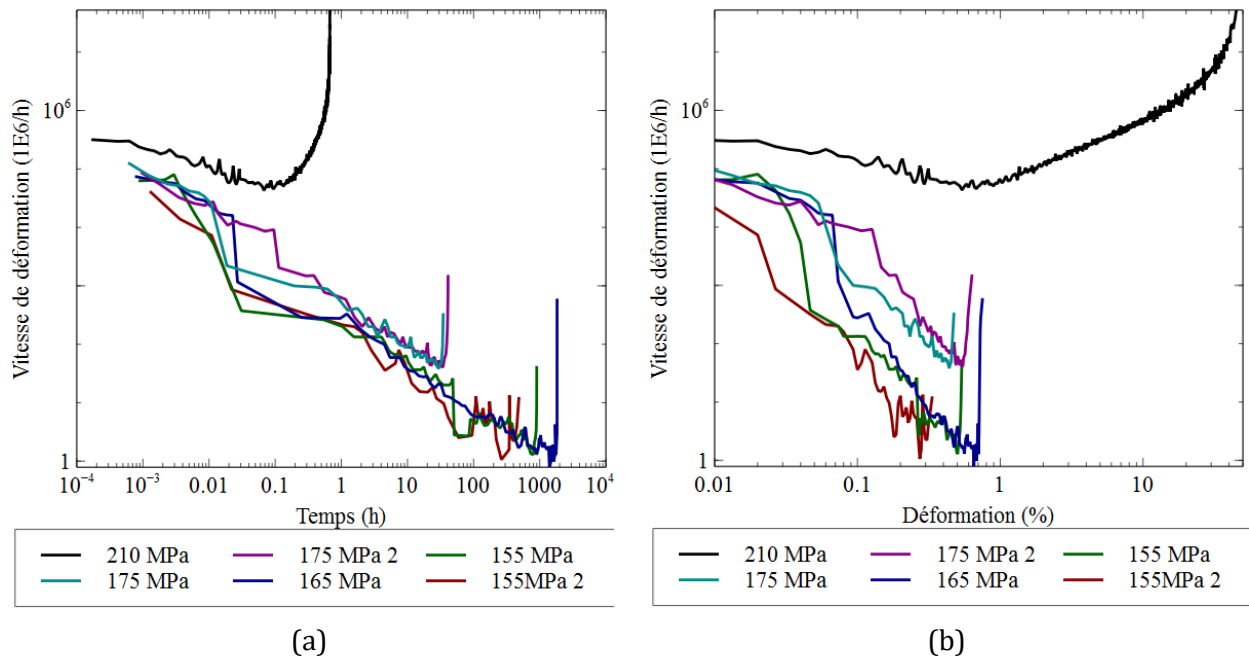


Figure 66 : Courbes représentant la vitesse de fluage du J12 (a) en fonction du temps et (b) en fonction de la déformation

Les deux essais à 175MPa et un essai à 155MPa ont rompu au niveau du congé. Les autres essais ont rompu dans la partie utile. Concernant les deux essais à 155MPa, celui ayant rompu au niveau du congé a eu une durée de vie plus courte et une vitesse de fluage inférieure à celui ayant rompu dans la zone utile (Figure 65, Figure 66).

Comme le montre la Figure 65, l'essai à 165 MPa et 650°C a montré une longévité exceptionnelle comparée à celle des essais à 155 MPa. Un essai de fluage à 165 MPa et 650°C a été lancé, puis interrompu après 24h, de façon à observer l'évolution de la microstructure au cours de l'essai.

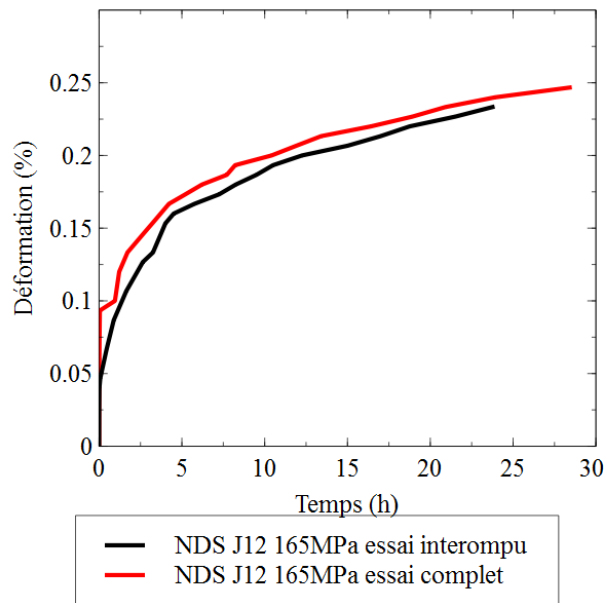


Figure 67: Comparaison entre courbe de fluage d'un essai à 650°C et 165MPa mené à rupture et un essai interrompu

III.2.2.2.2 CARACTERISATION MICROSTRUCTURALE

III.2.2.2.2.1 Fractographies

Les éprouvettes testées ont fait l'objet d'une caractérisation microstructurale : une observation fractographique a d'abord été réalisée, et a permis d'identifier plusieurs zones d'intérêt, malgré la présence d'oxydation.

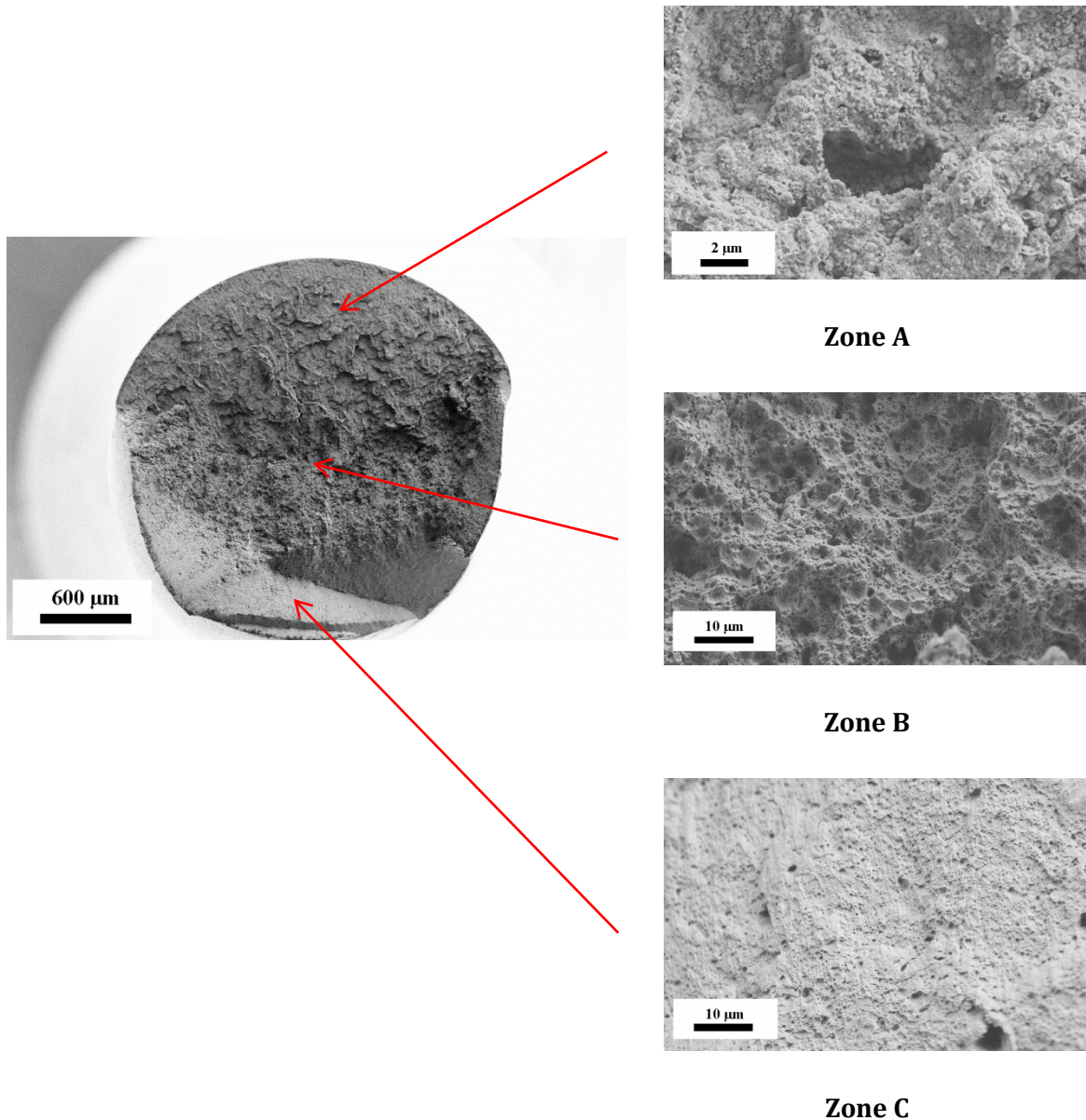


Figure 68 : Fractographie du J12 flué à 155MPa et agrandissement des zones d'intérêt

Le faciès de rupture de la Figure 68 peut se diviser de la façon suivante : tout d'abord, la zone A qui ne semble pas avoir subi de striction, comme en témoigne la forme cylindrique de l'extérieur de l'éprouvette. Cette zone a donc rompu en premier. On note que cette zone est plate et orientée à 90° par rapport à l'axe de sollicitation. L'éprouvette y présente un aspect rugueux, et de petites cavités ouvertes sont observables. Cet aspect peut indiquer une rupture de type intergranulaire, cependant la présence d'oxydation peut induire en erreur. Cette zone ayant rompu en premier, elle est donc restée plus longtemps en contact avec l'air à 650°C. La zone B est caractérisée par l'apparition de cupules tout en conservant un aspect rugueux et granuleux. Cette zone n'est pas plate. Enfin la troisième zone C est caractérisée par la disparition de l'aspect rugueux au profit d'un aspect lisse, signe que les cupules ont été écrasées. Un angle et une striction sont souvent observés, qui correspond à la fin de la rupture de type ductile.

Après avoir été tronçonnées de façon à observer les trois zones de rupture puis polies, elles ont été observées au SEM. Les morphologies des faciès de rupture sont comparables entre les différents essais de fluage, avec des zones B plus ou moins marquées.

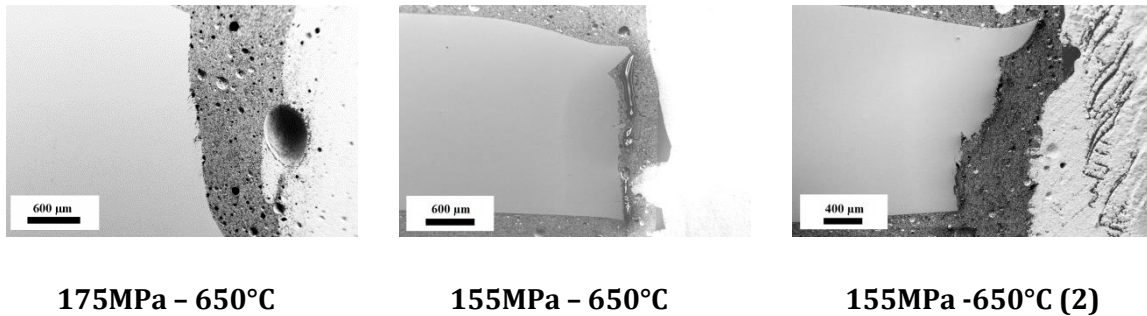


Figure 69 : Images SEM-SE des coupes longitudinales d'éprouvettes de fluage à 650°C

Ces trois zones ont également été observées sur les nuances ODS rompues en fluage [108].

III.2.2.2.2 Endommagement en fluage

Les coupes longitudinales révèlent la présence d'endommagement sur toute l'éprouvette : ces cavités présentent des formes tortueuses mais globalement allongées dans la direction de filage. On retrouve ces cavités allongées dans tout l'échantillon (Figure 70). Des cavités perpendiculaires à la direction de filage, l'endommagement classique du fluage des matériaux non ODS, ne se sont formées que sous la zone de rupture.

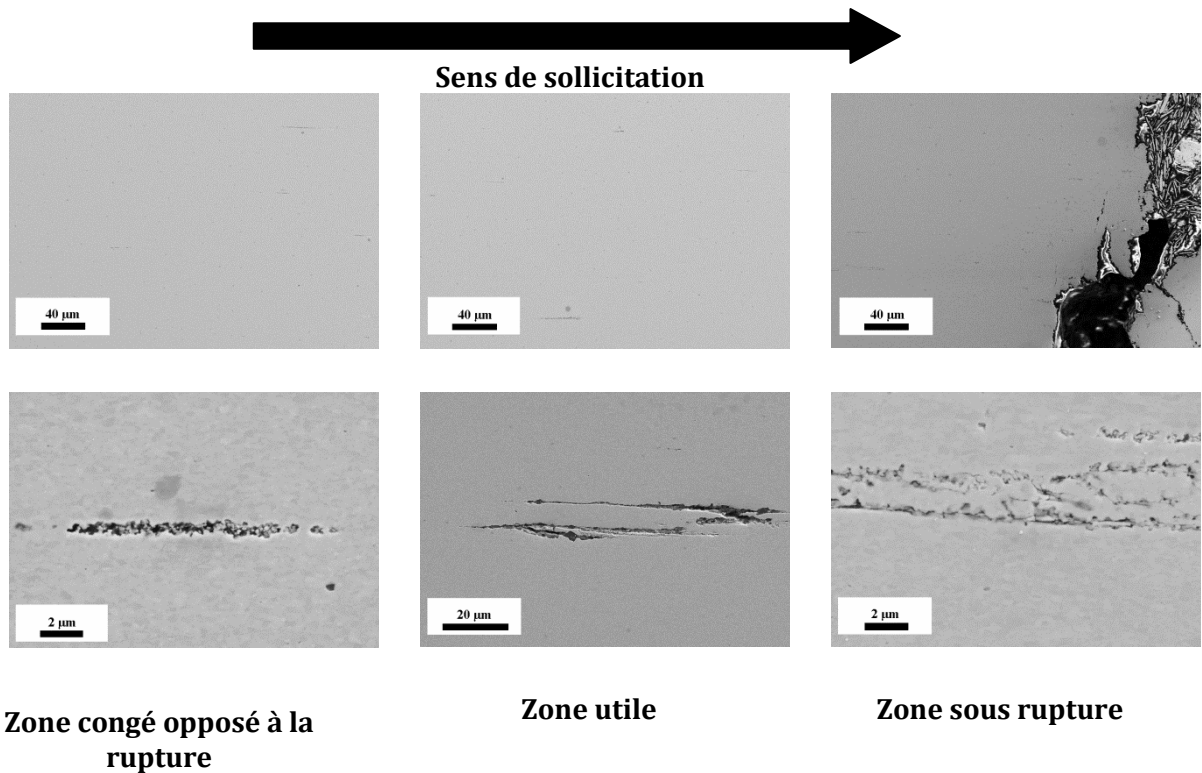


Figure 70 : Observations des cavités dans l'éprouvette de fluage sens long à 165MPa et 650°C de la zone de congé au front de rupture, coupe longitudinale

Une observation attentive des cavités allongées parallèlement à la direction de filage par SEM-SE et SEM-BSE indique qu'elles suivent les alignements de précipités de SiO_2 (Figure 71).

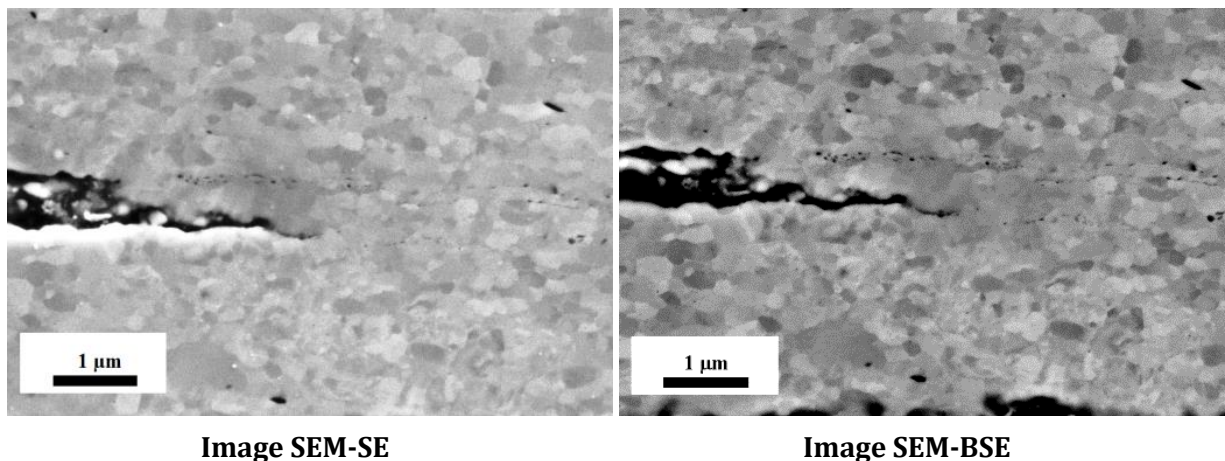


Figure 71 : Images SEM – SE et SEM – BSE d'une cavité suivant un chapelet de précipités sur éprouvette de fluage 165MPa et 650°C

Néanmoins, sur tous les essais de fluage ayant été menés à rupture, il est difficile de savoir si l'endommagement est un processus continu ou s'il résulte de la déformation précédant la rupture : en effet, classiquement en fluage, l'augmentation finale de la vitesse de fluage durant le

stade tertiaire est attribué à de l'endommagement. L'examen de la coupe longitudinale de l'essai de fluage interrompu à 24h, à 165MPa et 650°C en sens long, Figure 72, montre la présence précoce de nombreuses cavités d'endommagement alignées dans la direction de filage. La formation de ces cavités allongées est donc liée à la contrainte appliquée. Elles ne semblent pas germer progressivement au cours de l'essai.

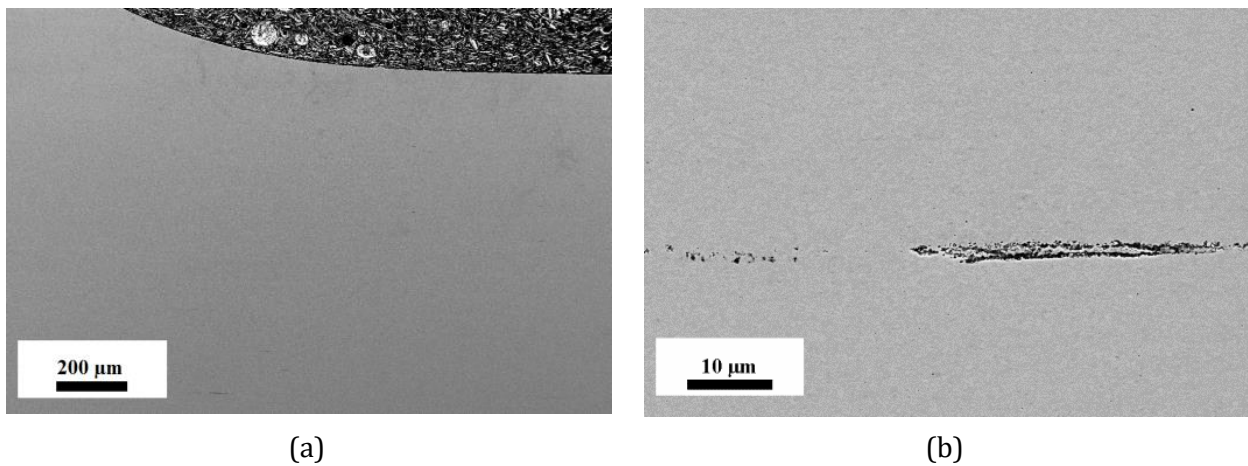


Figure 72: Observation SEM-SE d'une coupe longitudinale de l'essai à 165MPa interrompu à 24h (a) vue du congé à faible grandissement (b) zoom sur une cavité allongée

Les cavités parallèles à la direction de sollicitation se forment bien qu'aucune contrainte d'ouverture ne s'applique. Aucune cavité n'est observée dans les têtes d'éprouvette, la diffusion seule ne suffit donc pas à les former. Après un recuit de 16h à 1100°C, outre une recristallisation notable, le NDS Fe18Cr J12 présente effectivement des cavités intergranulaires (Figure 73). Ces résultats sont cohérents avec ceux de Schneibel et al. [135] qui a mis en évidence la formation par diffusion de porosités intergranulaires sur l'alliage ODS Fe14Cr 14YWT. Selon Schneibel, c'est l'étape de cobroyage qui entraînait cette instabilité de la microstructure, car les nuances non cobroyées n'y étaient pas soumises. A 650°C, la nécessité d'appliquer une contrainte pour former ces porosités semble indiquer que la diffusion pourrait être accélérée lorsqu'une contrainte est appliquée.

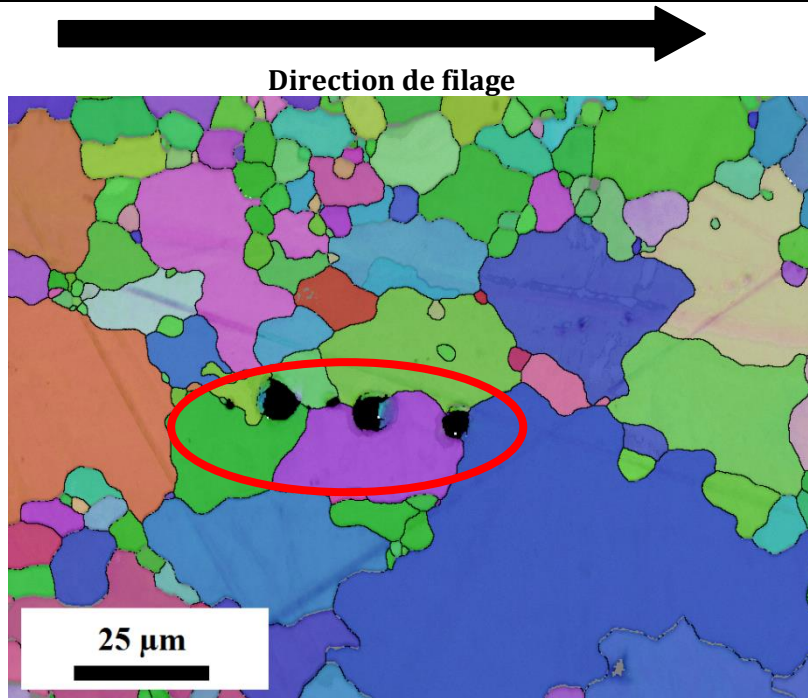


Figure 73: Cartographie EBSD IPF X du NDS Fe18Cr J12 après recuit 16h à 1100°C, entouré en rouge, 5 cavités intergranulaires microniques

La présence de cavités perpendiculaires à la direction de sollicitation sous la surface de rupture de la zone A semble confirmer l'origine intergranulaire de la rupture, Figure 74. Ces cavités sont oxydées lorsqu'elles sont proches de la surface, Figure 74 (d), et non lorsqu'elles sont plus en profondeur, ce qui semble indiquer qu'elles sont débouchantes en surface ou que l'oxygène a pu diffuser. Les formations sombres parallèles à la surface de rupture visibles sur la Figure 74 (b) et (c) sont des cavités intergranulaires situées juste sous la surface d'observation. Il ne s'agit pas de phases précipitées. Des cavités de décohesion perpendiculaires à l'axe de sollicitation sont parfois observées dans la zone utile, comme le montre la Figure 75.

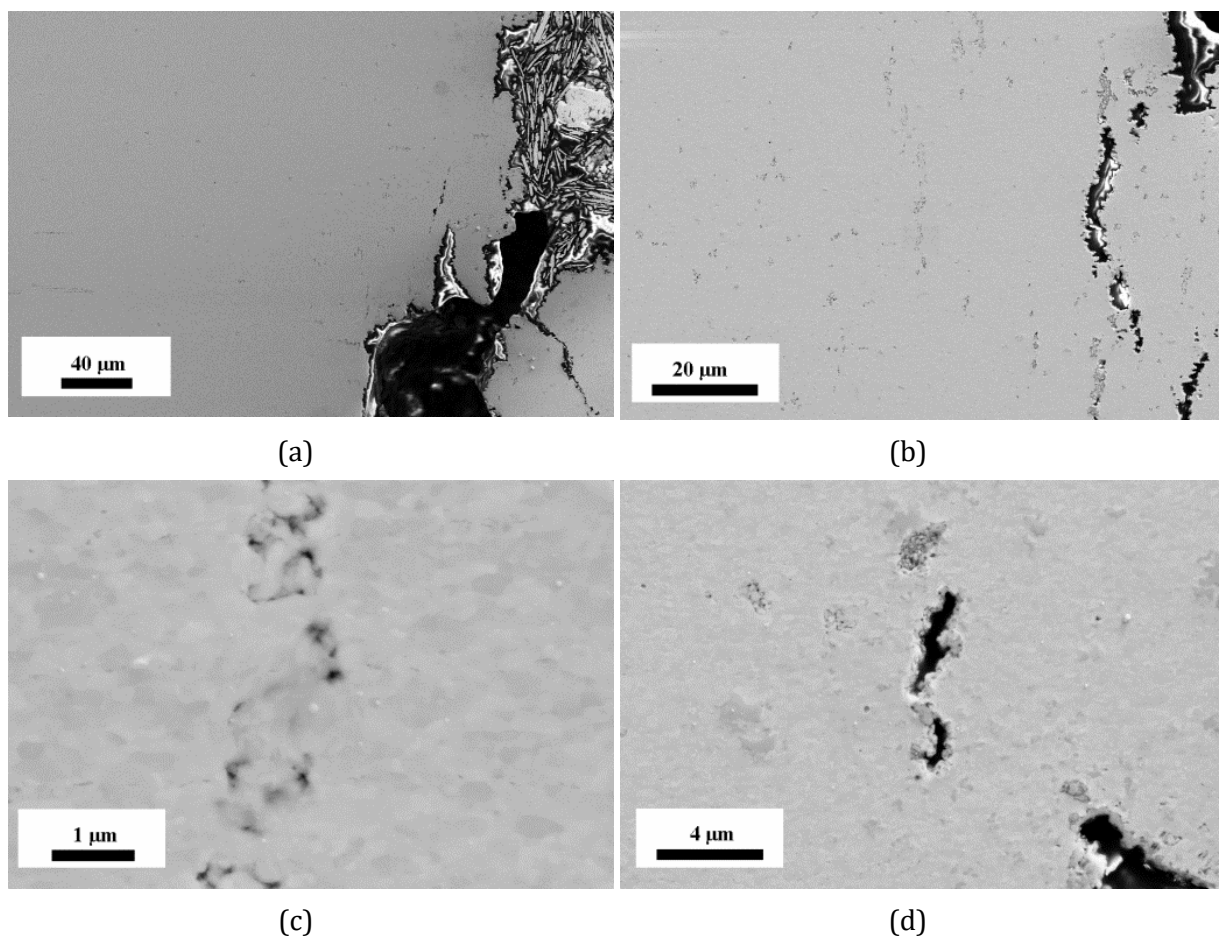


Figure 74: Cavités de décohesion perpendiculaires à la direction de sollicitation, fluage J12, (a) et (b) vues générales, (c) et (d) vues rapprochées

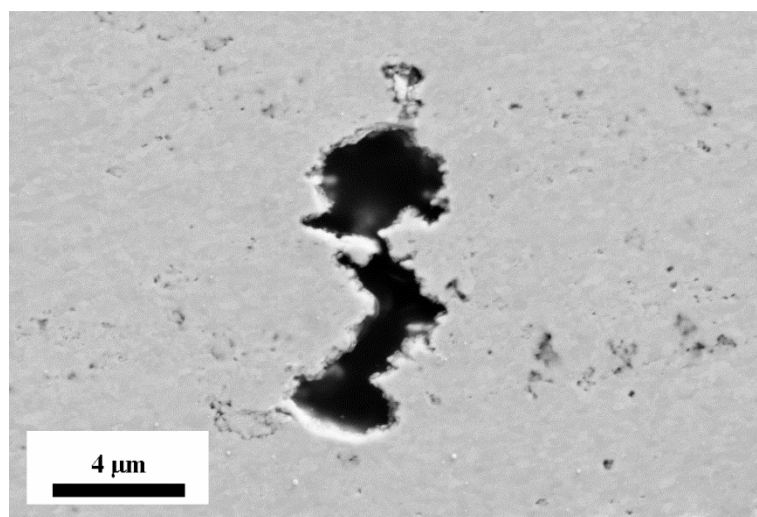


Figure 75: Cavité de décohesion dans la zone utile d'une éprouvette de fluage à 155MPa et 650°C en sens long

Ces cavités sont intergranulaires car leur taille de plusieurs microns est bien supérieure à la taille des grains (240 nm) et les grains adjacents ne sont pas déformés.

III.2.2.2.3 TEXTURE ET TAILLE DE GRAINS

Une cartographie EBSD, réalisée sur une éprouvette fluée en sens long à 165MPa et 650°C est présentée Figure 76. Après fluage, aucune évolution nette de la taille ou de la morphologie des grains ni de la texture n'est observée.

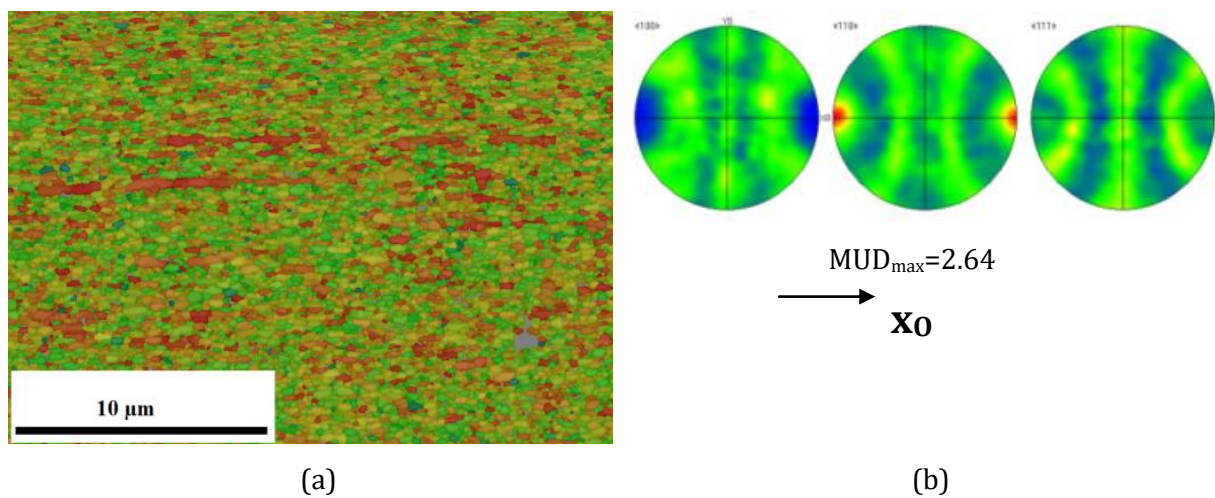


Figure 76: (a) cartographie EBSD de la tête de l'éprouvette de fluage à 650°C et (b) figures de pole directe coupe longitudinale ($RD=X_0$)

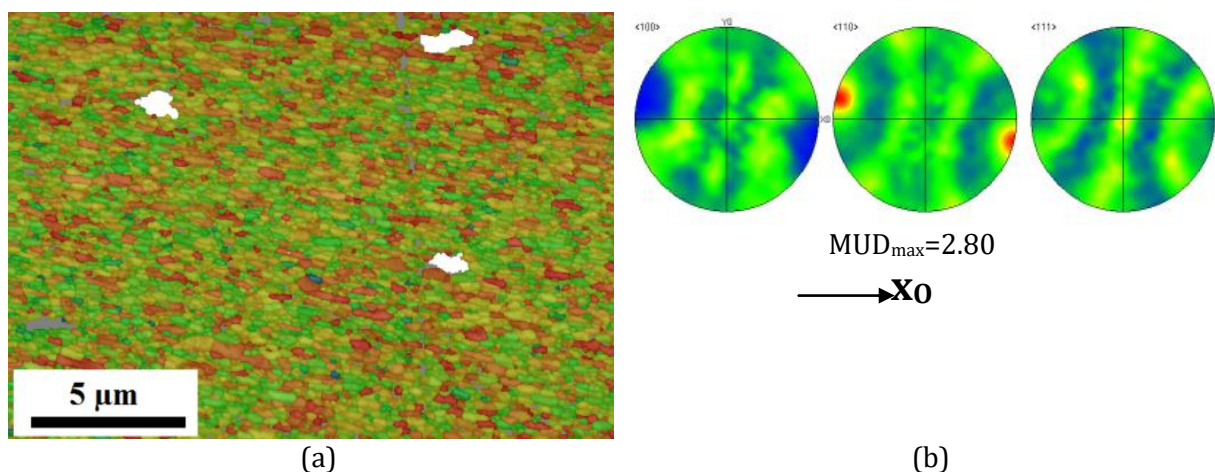


Figure 77: (a) cartographie EBSD de zone utile de l'éprouvette de fluage sens long à 165 MPa et 650°C et (b) figures de pole directe, coupe longitudinale ($RD=X_0$)

La taille moyenne des grains s'établit toujours à 240 nm avec un écart type de moins de 100nm que ce soit dans la tête, dans la zone utile ou à proximité de la zone de rupture plate.

III.2.2.2.4 EVOLUTION MICROSTRUCTURALES AU COURS DU FLUAGE

Les images SEM-BSE des éprouvettes sollicitées en fluage plus de 35h montrent la présence d'une phase vieillie sur la totalité de l'échantillon. Cette dernière se présente sous la forme de grains de quelques microns de forme quelconque. Les phases vieilles sont parfois fissurées mais aucune fissure ne se propage à la matrice.

Un échantillon prélevé par FIB a été observé par TEM, Figure 78 : une analyse EDS ponctuelle montre que cette phase est riche en chrome, en fer et en azote, et légèrement enrichie en oxygène et en carbone par rapport à la matrice. Le cliché de diffraction, Figure 78, identifie la phase comme Cr_2N (HCP $a=4.8 \text{ \AA}$, $c=4.44 \text{ \AA}$)

La précipitation de cette phase est cohérente avec le surdosage en azote par rapport au titane constaté lors de la détermination de la composition de la nuance finale.

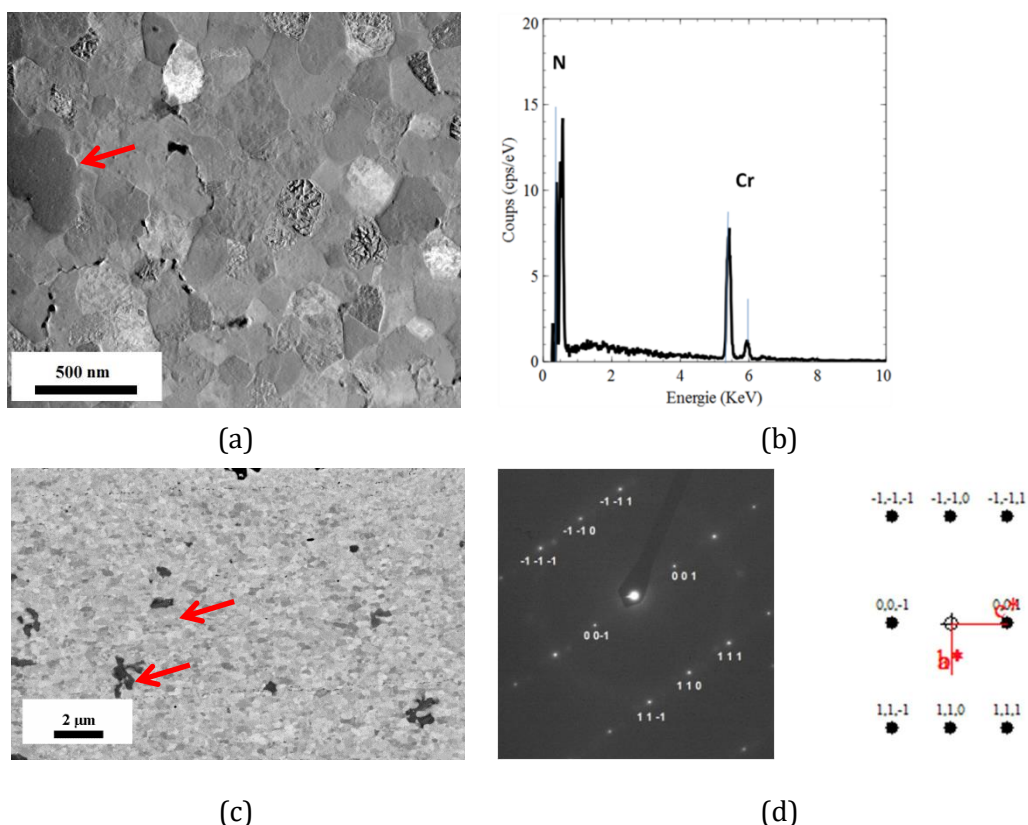


Figure 78: (a) TEM-HAADF de la phase vieillie (b) pointé EDS, (c) image SEM et (d) cliché de diffraction du Cr_2N (HCP, $a=4.8 \text{ \AA}$ $c=4.44 \text{ \AA}$) en zone $z// [-1100]$ et cliché simulé sur une coupe FIB transverse d'éprouvette de fluage

Sur la périphérie des éprouvettes de fluage et malgré les 18 pd.% de chrome que compte cette nuance, on observe la présence de cavités de corrosion de plusieurs microns de profondeur, mais leur face interne est recouverte par de l'oxyde de chrome. Il est possible que la précipitation de la phase vieillie (Cr_2N) ait consommé une partie du chrome de la matrice et que cette déplétion ait significativement diminué la résistance à la corrosion du NDS Fe18Cr J12. Toutefois, ces cavités ne semblent pas être à l'origine de ruptures macroscopiques et se propagent préférentiellement dans le sens de filage.

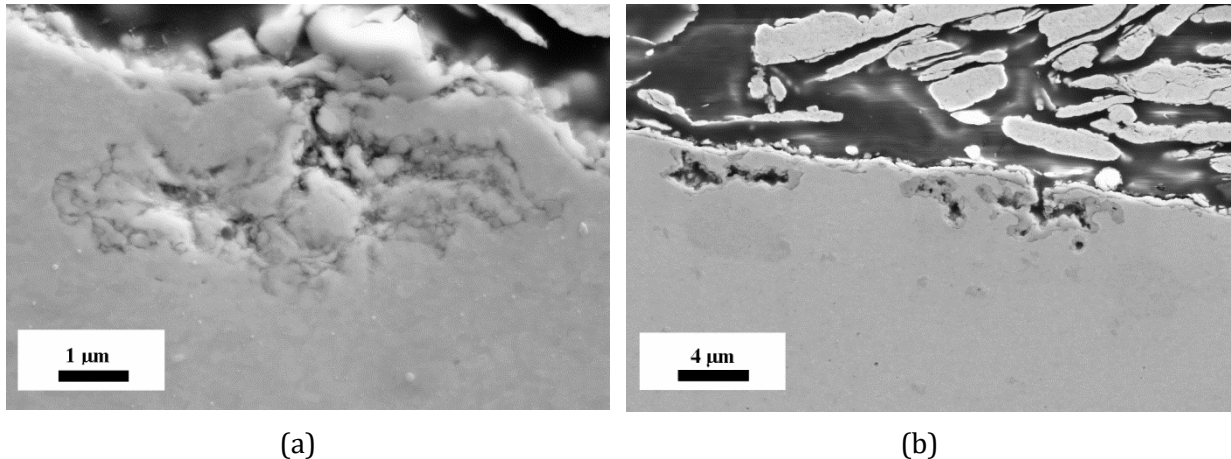


Figure 79: Observations de cavités de corrosion sur coupes longitudinales d'éprouvettes fluées à 155MPa (a) et 165MPa (b) à 650°C

Enfin, des formations de plusieurs dizaines de microns mêlant cavités et précipités facettés, sont présentes dans tous les échantillons de fluage observés, ainsi que sur l'éprouvette de fluage à 165MPa et interrompu après 24h. D'après les analyses EDS, les précipités géométriques sont enrichis en aluminium et en azote ; il s'agit probablement d' AlN puisque c'est le seul composé que l'aluminium peut former avec l'azote.

Néanmoins, bien que ces formations soient de taille importante, elles ne se trouvent pas à proximité du front de rupture et aucune fissure ne semble se propager à la matrice.

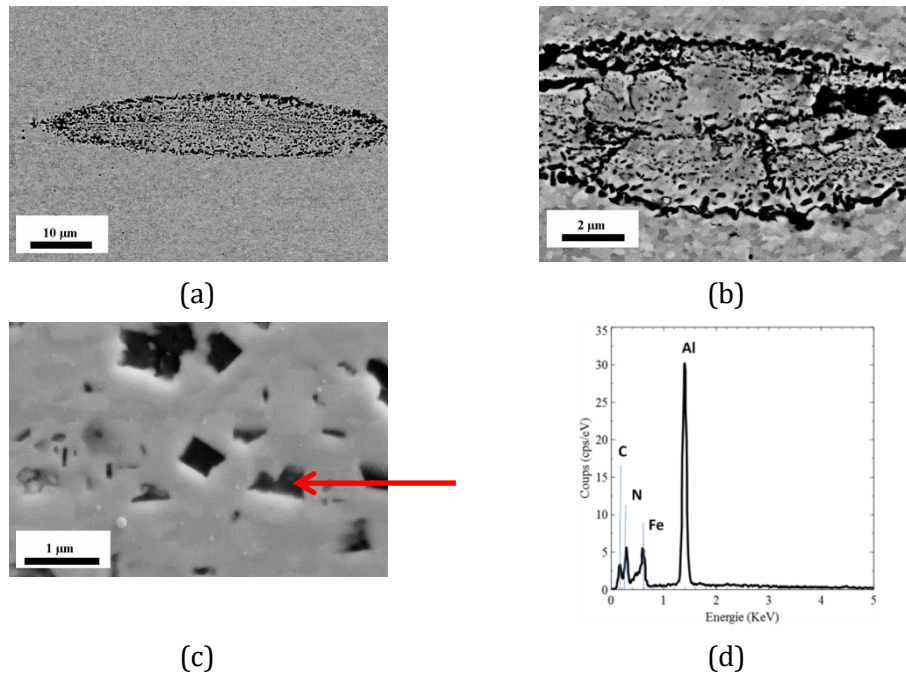


Figure 80: Observations coupes longitudinales d'éprouvettes fluées à 155MPa (a et c) et à 165MPa interrompu à 24h (b) et pointé EDS d'un précipité cubique (d)

Les observations TEM n'ont pas permis de mettre en évidence une évolution des TiN nanométriques après fluage : les images TEM Figure 81 montre une microstructure proche de l'état brut et les précipités de quelques nanomètres sont toujours présents. En outre, comme dans les aciers ODS, aucune boucle de dislocation autour des précipités. ni structure de dislocation de type cellule ou sous-joint n'est mise en évidence.

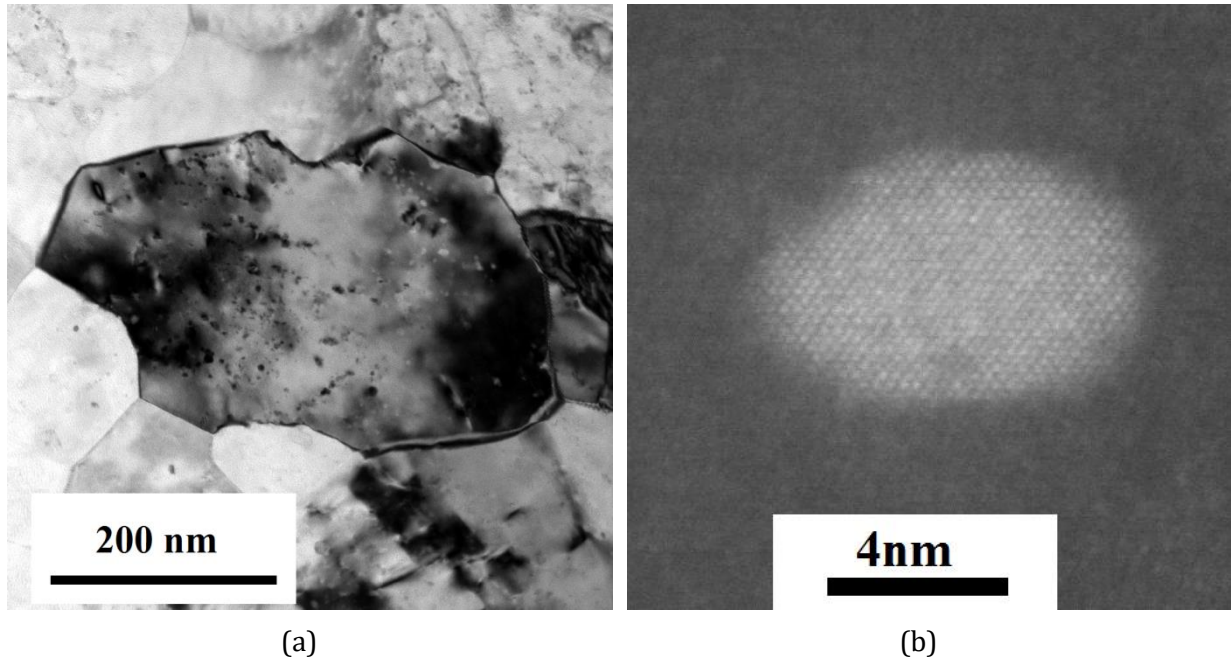


Figure 81: Images (a) TEM BF et (b) STEM DF du NDS J12 après 1800h de fluage à 650°C et 165MPa

III.2.3 FLUAGE ET TRACTION A BASSE VITESSE A 650°C DU J12

Les essais de fluage à 650°C du NDS Fe18Cr J12 montrent que la tendance à la diminution de la ductilité en fonction de la vitesse de déformation mise en évidence en traction s'étend au fluage. Comme pour les aciers ODS, l'allure des vitesses de fluage en fonction du temps indiquent que la rupture se produit dans le stade primaire. Au cours des essais de fluage, la texture de fibre α n'évolue pas. Ces observations ne sont pas cohérentes avec du glissement intergranulaire, mais plutôt avec un mécanisme dislocationnel.

Des cavités intergranulaires sont présentes après rupture en Figure 74 vignette (c) à un stade bien moins avancé que celui qui se produit à 10^{-5} s^{-1} . Les essais de traction ont montré qu'en diminuant la vitesse de déformation, l'écroutissage du NDS Fe18Cr J12 diminuait, ainsi que le coefficient de striction. En fluage, la vitesse de déformation est très faible, donc l'écroutissage devrait être également très faible ce qui limite l'homogénéisation de la déformation. D'autre part, la striction quasi nulle en fluage indique un fort endommagement : la localisation est donc très rapide une fois les cavités formées. Même si aucune preuve de glissement intergranulaire n'est observée en fluage, les résultats en fluage sont donc dans le prolongement des résultats de traction, avec un rôle de plus en plus important de l'endommagement lorsque la vitesse de déformation diminue.

L'endommagement intergranulaire peut être dû à une inhibition du mécanisme d'accommodation des hétérogénéités de déformations entre les grains ou provenir d'un mécanisme d'endommagement spécifique s'exprimant aux basses vitesses de déformation. En effet, comme présenté dans le paragraphe III.2.2.2, Schneibel et al. [135] ont observé la formation de porosités microniques sur un acier ODS Fe14Cr après des recuits à 1000°C pendant 30h. Ces porosités ont été formées par diffusions de lacunes et seules les nuances

cobroyées y étaient soumises. Les tests de fluages ont été menés à 650°C, une température très inférieure à celle des recuits. Néanmoins, cela indique que les joints de grains peuvent être soumis à une diffusion de lacunes suffisante pour former des porosités microniques. Il n'est donc pas à exclure qu'à plus basse température et aidé par la contrainte appliquée, un germe de cavité se forme au joint de grain puis s'ouvre comme une fissure. Ce mécanisme est favorisé aux basses vitesses car un même incrément de déformation prend plus de temps et serait en revanche inefficace aux fortes vitesses. Durant ces travaux, l'origine des cavités intergranulaires, soit par inhibition du mécanisme d'accommodation soit par diffusion de lacunes aux joints de grains, n'a pas pu être déterminée.

La rupture brutale en fluage de l'acier NDS présente les mêmes caractéristiques que celle des aciers ODS, une étude de la rupture des aciers nano renforcés a donc été réalisée et est présentée au Chapitre IV.

RECAPITULATIF DES OBSERVATIONS MICROSTRUCTURALES.

Etat métallurgique	Précipités identifiés	taille
J12 Brut	$M_{23}C_6$	Plusieurs centaines de nanomètres
	SiO intergranulaires	Quelques dizaines de nanomètres alignés sur plusieurs microns
	TiN	1-2 nm
	TiAlN	5-10nm
J12 traction	Pas d'évolution notable de la précipitation par rapport au Brut	
J12 flué	Phase vieillesse (Cr,N) : Cr ₂ N	200-500nm
	Al ₂ O ₃	Polygones 500nm ou phases intergranulaires de plusieurs microns

III.3 COMPORTEMENT EN FLUAGE DES ACIERS NANO RENFORCES FERRITIQUES FILES EN SENS LONG

L'étude du NDS Fe18Cr J12, malgré sa microstructure plus fine et moins texturée que les aciers ODS Fe18Cr F20 et Fe14Cr J27, montre que certaines caractéristiques du fluage en sens long des aciers nanorenforcés ferritiques filés semblent se dégager indépendamment du type de renfort (NDS ou ODS). Mécaniquement entre 650°C et 800°C, la déformation à rupture est faible, inférieure à 1%, et la vitesse de déformation diminue sur la quasi totalité des essais, signe que le

régime prépondérant est le stade primaire. Une rupture brutale se produit. La microstructure évolue peu, que ce soit la texture, la taille de grains ou la densité de précipités.

Si on cherche à comparer les nuances entre elles, les lois de Norton, Monkman-Grant et Larson Miller présentées doivent être utilisées avec plus de précautions : en effet, les lois de Norton et Larson-Miller reposent sur le postulat que le fluage secondaire est un phénomène thermiquement activé. La loi de Monkman-Grant est empirique et sous-tend que le stade secondaire représente la majorité du fluage. Pour un essai à la contrainte σ à la température T , sur un matériau ayant atteint une durée de vie t_f et une vitesse de déformation $\dot{\epsilon}_{min}$, voici un rappel des lois citées :

$$t_f \dot{\epsilon}_{min}^m = K \quad \text{Monkman-Grant}$$

$$\dot{\epsilon} = A_{\epsilon,T} \sigma^n \quad \text{Norton}$$

$$\log_{10} t_f + C = mT^{-1} \quad \text{Larson-Miller}$$

Dans la plupart des cas, la vitesse minimale retenue pour ces lois est la vitesse minimale atteinte qui correspond bien au stade secondaire. Or comme montré Figure 66, le NDS Fe18Cr J12, l'ODS Fe18Cr F20 et l'ODS Fe14Cr J27 ne présentent pas de stade secondaire stricto sensu. Cependant, la vitesse de déformation en fonction du temps suit une loi puissance, similaire à la loi d'Andrade utilisée pour décrire le stade primaire du fluage. En comparant l'essai à 165MPa et 650°C du NDS aux essais à 155MPa, le temps à rupture de l'essai à 165MPa est plus long, et la vitesse minimale atteinte est plus faible. Comme le stade secondaire n'est pas atteint, plus que la contrainte, c'est la survenue du phénomène responsable de la rupture brutale qui détermine la vitesse minimale atteinte. Dans le cas des aciers ODS, les lois de Norton, Monkman-Grant et Larson-Miller décrivent donc à la fois le comportement en déformation de la nuance nanorenforcée mais également sa résistance au phénomène causant la rupture brutale.

L'objectif des lois de Norton, Monkman-Grant et Larson-Miller est de comparer différents aciers et de prédire la déformation et le temps à rupture en fonction de la contrainte. La loi de Larson-Miller lie le temps à rupture et contrainte. Cette loi peut donc être utilisée sans modification. La loi de Norton lie vitesse de déformation et contrainte : dans le cas de cette loi, une version modifiée de la loi de Norton pourrait être utilisée en prenant la vitesse de déformation à une déformation fixée. La loi de Monkman-Grant lie vitesse de déformation et temps à rupture. Dans le cas des aciers nano renforcés, le stade secondaire n'est pas observé et ne représente donc pas la majorité de l'essai. L'évolution de la vitesse de déformation minimale atteinte en fonction du temps à rupture renseigne néanmoins sur le déclenchement du mécanisme de rupture suivant la vitesse de fluage.

C'est conscient de ces limitations que ces lois seront appliquées pour comparer le NDS Fe18Cr J12 aux autres nuances nano renforcées, particulièrement l'ODS Fe18Cr F20 avec lequel il partage la composition en éléments d'additions. La vitesse de déformation utilisée est la vitesse minimale de déformation atteinte. On peut alors tracer les courbes de Larson-Miller pour

le J12, en prenant un facteur C égal à 25 ainsi que les lois de Norton. Les résultats sont présentés Figure 82. Les courbes de Larson Miller indiquent qu'à iso contrainte, le temps à rupture du NDS J12 est inférieur aux ODS F20 et J27. Les coefficients de contraintes des lois de Norton obtenus sont de 12 pour le J27 à 800°C, de 7 pour le F20 à 650°C et 29 pour le J12 à 650°C. D'après les courbes obtenues, les vitesses minimales de déformation atteinte par le J12 est significativement supérieure à celles du F20 à 650°C.

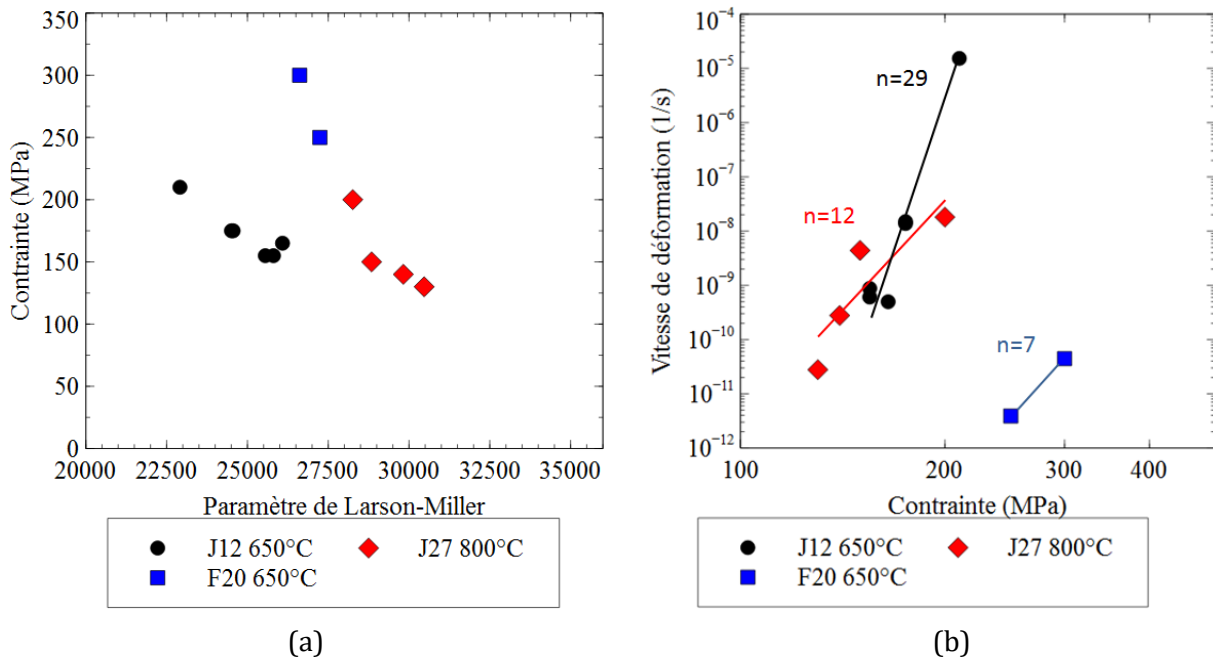


Figure 82 : (a) Graphiques de présentation des résultats de fluage en utilisant le paramètre de Larson-Miller, (b) Illustration de la loi de Norton appliquée aux aciers NDS J12, ODS J27 et ODS F20, fluage en sens long

La loi de Monkman Grant, qui lie vitesse de déformation minimale au temps à rupture a été tracée pour les trois nuances étudiées, les résultats sont présentés Figure 83. On observe que les résultats sont assez regroupés, malgré les contraintes et les températures différentes. Or les paramètres de cette loi sont liés à la survenue de la rupture brutale. On peut interpréter les résultats de la façon suivante : il n'y a pas de différence de mécanisme de rupture entre les différents essais et ce mécanisme est commun aux ODS et au NDS J12.

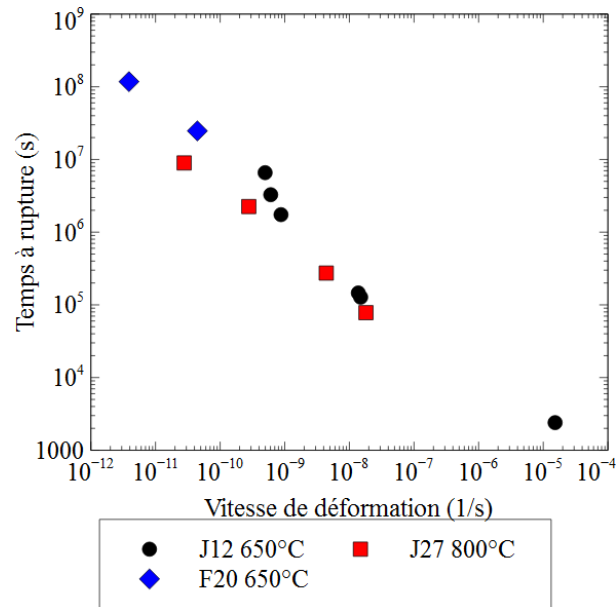


Figure 83: Loi de Monkman-Grant appliquée aux aciers NDS Fe18Cr J12, ODS Fe14Cr J27 et ODS Fe18Cr F20 fluage en sens long

Le NDS J12 se déforme donc significativement plus vite à contrainte et température donnée comparé à l'ODS F20. Néanmoins, le mécanisme de rupture présente les mêmes caractéristiques que celui des ODS F20 à 650°C et J27 à 800°C.

III.4 CONCLUSIONS DU CHAPITRE

Voici les points importants de ce chapitre:

- Les aciers ODS ferritiques filés Fe18Cr F20 à 650°C et Fe14Cr J27 à 800°C ont un comportement en fluage en sens long et des caractéristiques microstructurales cohérents avec un mécanisme dislocationnel.
- L'ODS ferritique F20 en sens travers présente un endommagement dans l'ensemble de la zone utile de l'éprouvette, ainsi qu'une forte dispersion en termes de temps et de déformation à rupture en fluage.
- Un comportement superplastique est observé sur l'acier ferritique NDS J12 en traction à 650°C entre 10^{-3} s^{-1} et 10^{-2} s^{-1} dû à ses grains nanométriques. Aux plus fortes vitesses de traction, à 10^{-2} s^{-1} et 10^{-1} s^{-1} , un renforcement de la texture de fibre α à proximité de la zone de rupture est attribué à un phénomène de recristallisation dynamique continue. Un acier à grains nanométriques isotropes ayant un domaine superplastique peut être une voie envisagée pour améliorer la formabilité des aciers nano renforcés. En outre, la forte dépendance de la limite élastique à la vitesse de traction indique que l'interaction prépondérante entre dislocation et précipité est thermiquement activée.
- En traction à basse vitesse de déformation, malgré l'observation de glissement intergranulaire, un fort endommagement intergranulaire est mis en évidence.
- En fluage à 650°C, aux contraintes inférieures à 175 MPa, le NDS J12 présente les mêmes caractéristiques générales qu'un acier ODS : temps à rupture accru par rapport aux nuances non renforcées, faible ductilité.
- En fluage à 650°C, un endommagement intergranulaire est observé sur NDS Fe18Cr J12 à proximité de la surface de rupture. Cet endommagement présente des similitudes avec celui observé sur l'essai de traction à 10^{-5} s^{-1} et 650°C. Son origine peut être une inhibition du mécanisme d'accommodation des hétérogénéités de déformation entre les grains ou la diffusion de lacunes aux joints de grains.
- Les lois de Norton et Monkman-Grant se basant exclusivement sur l'existence d'un régime secondaire stationnaire doivent être utilisées avec précaution dans le cas des ODS ferritiques. Appliquées au NDS Fe18Cr J12 et aux aciers ODS Fe18Cr F20 et Fe14Cr J27, ces lois indiquent des mécanismes communs entre NDS et ODS.

CHAPITRE IV. : COMPORTEMENT EN FLUAGE D'ACIERS NANO RENFORCES

TABLE DES MATIERES

CHAPITRE IV. :	COMPORTEMENT EN FLUAGE D'ACIERS NANO RENFORCES	123
IV.1	Modélisation de la déformation au cours du fluage.....	127
IV.1.1	<i>différentes approches pour modéliser le fluage</i>	127
IV.1.2	<i>Modèle de Kocks et Mecking</i>	129
IV.1.3	<i>Application du modèle de Kocks et Mecking à l'ODS Fe14Cr J27, ODS Fe18CrF20 et NDS Fe18Cr J12</i>	140
IV.1.3.1	Contrainte seuil et contrainte interne	141
IV.1.3.2	Estimation des paramètres et coefficients du modèle.....	143
IV.1.3.2.1	Coefficients généraux	143
IV.1.3.2.2	Coefficients et paramètres liés aux précipités.....	144
IV.1.3.2.3	Coefficients et paramètres intervenant dans l'équation cinétique.....	145
IV.1.3.2.4	Coefficients et paramètres d'écrouissage et de restauration.....	146
IV.1.3.3	Simulation et discussion des résultats	148
IV.1.4	<i>Représentativité du modèle de Kocks et Mecking</i>	154
IV.1.4.1	Mesure de densité de dislocations.....	154
IV.1.4.2	Simulation de la limite élastique et de la résistance maximale en traction	157
IV.1.5	<i>Conclusions de la simulation</i>	159
IV.2	Etude de la rupture en fluage des aciers ODS.....	160
IV.2.1	<i>Rupture brutale des aciers ODS en fluage</i>	160
IV.2.2	<i>Essai de fluage interrompu</i>	162
IV.2.3	<i>Fluage après vieillissement à 800°C</i>	166
IV.2.4	<i>Sur la rupture en fluage des aciers ODS ferritiques</i>	167
IV.3	Conclusions du chapitre	170

RECAPITULATIF DES ABREVIATIONS

T	<i>Température absolue</i>
k_b	<i>Constante de Boltzmann</i>
G	<i>Module de cisaillement</i>
ν	<i>Fréquence de passage des dislocations</i>
ν_0	<i>Fréquence de Debye</i>
ΔG	<i>Energie d'activation</i>
Δg_0	<i>Energie d'activation du glissement</i>
Δg_{0prec}	<i>Energie d'activation du glissement en présence de précipités</i>
V_a	<i>Volume d'activation</i>
τ	<i>Cission</i>
$\tau_{interne}$	<i>Cission interne</i>
τ_{prec}	<i>Cission due aux précipités</i>
σ	<i>Contrainte</i>
$\sigma_{interne}$	<i>Contrainte interne</i>
σ_{prec}	<i>Contrainte due aux précipités</i>
σ_{orowan}	<i>Contrainte d'Orowan</i>
$\hat{\sigma}$	<i>Contrainte propre</i>
γ	<i>Cisaillement</i>
$\dot{\gamma}$	<i>Vitesse de cisaillement</i>
ε	<i>Déformation</i>
$\dot{\varepsilon}$	<i>Vitesse de déformation</i>
$\dot{\varepsilon}_0$	<i>Vitesse de déformation propre</i>
d	<i>Distance de glissement des dislocations mobiles</i>
V	<i>Vitesse des dislocations mobiles</i>
b	<i>Vecteur de Burgers</i>
ρ	<i>Densité de dislocations</i>
ρ_i	<i>Densité de dislocations immobiles</i>
$\dot{\rho}_i^p$	<i>Taux de production de dislocations immobiles</i>
$\dot{\rho}_i^a$	<i>Taux d'annihilation de dislocations immobiles</i>
ρ_m	<i>Densité de dislocations mobiles</i>
$\dot{\rho}_m^p$	<i>Taux de production de dislocations mobiles</i>
$\dot{\rho}_m^a$	<i>Taux d'annihilation de dislocations mobiles</i>
Γ	<i>Tension de ligne</i>
Φ	<i>Angle d'ancrage d'une dislocation</i>
p_0	<i>Probabilité d'annihilation d'un segment de dislocations</i>
R_c	<i>Rayon de capture pour l'annihilation d'une dislocation</i>
β	<i>Part de dislocation mobile susceptible d'être annihilée</i>

α	<i>Coefficient de durcissement dû à l'écroissage</i>
D_{prec}	<i>Distance entre précipités</i>
k	<i>Coefficient de Rösler et Arzt</i>
k_{prec}	<i>Coefficient de contribution des précipités</i>
Λ	<i>Libre parcours moyen d'une dislocation mobile</i>
N_1	<i>Nombre de précipités franchis par une dislocation avant arrêt</i>
N_2	<i>Nombre de dislocations franchies par une dislocation avant arrêt</i>
k_{20}	<i>Coefficient d'annihilation</i>
n	<i>Exposant d'annihilation</i>

Le fluage des aciers ODS a fait l'objet d'un nombre important d'études et de thèses par le passé [5] [14] [20] [53] [70] [136]. Les aciers ODS Fe14Cr J27 et ODS Fe18Cr F20 présentés dans les chapitre II et III ont mis en évidence plusieurs caractéristiques majeures de ce type d'aciers. Tout d'abord, ils présentent une très bonne résistance au fluage comparé aux aciers non renforcés, que ce soit en termes de temps à rupture ou de déformation. Ensuite, l'observation de l'évolution de la vitesse de fluage montre que la rupture se produit brutalement durant le stade primaire avant l'établissement d'un stade secondaire ou d'un stade tertiaire. Microstructuralement, lors du fluage en sens long, la taille de grain, la texture et la densité de nanoprécipités restent stables, mais un endommagement intergranulaire apparaît dans les ODS Fe18Cr F20 et Fe14Cr J27, ainsi qu'une précipitation de phase σ .

Les caractéristiques de la rupture en fluage des aciers nanorenforcés ferritiques soulèvent deux difficultés: premièrement, comme nous l'avons vu dans le chapitre précédent, un grand nombre de lois de dimensionnement sont basées sur la vitesse de fluage dans le stade secondaire. Il est donc difficile d'obtenir des bases de comparaison fiables entre les différentes nuances, et donc de déterminer quels sont les impacts des différents paramètres matériaux (distribution des précipités, taille de grains, texture). Ensuite, il est nécessaire de comprendre quels sont les mécanismes impliqués dans la rupture de façon à améliorer la tenue des aciers ODS en fluage et faciliter leur mise en œuvre.

Pour répondre à ces deux problématiques, une modélisation de la déformation en fluage a tout d'abord été mise en place l'aide du modèle de Kocks et Mecking, puis une investigation des causes possibles de la rupture des aciers ODS ferritiques a été réalisée.

IV.1 MODELISATION DE LA DEFORMATION AU COURS DU FLUAGE

IV.1.1 DIFFERENTES APPROCHES POUR MODELISER LE FLUAGE

Deux approches sont envisageables pour modéliser le fluage : la première, empirique, vise à reproduire la déformation viscoplastique par ajustement d'une fonction mathématique suivant des points expérimentaux. Cette méthode permet de bien décrire le comportement sur la plage sur laquelle le modèle a été identifié. Néanmoins, il n'est pas possible d'interpréter les mécanismes physiques en œuvre. La deuxième méthode, physique, vise à construire une loi de comportement déterminée à partir des contributions de différents mécanismes élémentaires sur l'écroutissage et la restauration. Cette méthode permet théoriquement de prédire le comportement lorsque les conditions expérimentales changent tant que les mécanismes élémentaires limitants restent les mêmes.

Dans la littérature, la simulation du comportement en fluage des matériaux renforcés par dispersion a deux visées : expliquer l'évolution de la vitesse de fluage minimale en fonction de la contrainte appliquée et simuler la déformation en fluage. Une caractéristique forte de la présence d'une dispersion est de « créer » une contrainte seuil sous laquelle le fluage est négligeable. Elle a été observée par Arzt et Ashby [137] Blum et al. [138] Rösler et Arzt [81], et plus spécifiquement sur des nuances d'aciers ODS par Ukai et al. [14] Sakasegawa et al. [139].

Rösler et Arzt [81] ont postulé que la contrainte seuil était due au détachement des dislocations après le franchissement des précipités incohérents. Blum et Reppich [138] utilisent une contrainte effective qui est la différence entre la contrainte appliquée et la contrainte seuil et l'ont utilisée dans une loi de Norton modifiée.

Praud [39] a réalisé des estimations des contributions des précipités, de la solution solide et des dislocations au durcissement en prenant en compte les phénomènes non thermiquement activés. Il apparaissait que la limite d'élasticité était bien simulée par cette méthode jusqu'à 500°C. A plus haute température, la limite d'élasticité est surestimée : Praud expliquait cet écart par l'incertitude sur les constantes élastiques et l'activation thermique de mécanismes difficiles à modéliser. Praud [39] a donc utilisé une loi empirique de type Blackburn qui décrit la déformation à l'aide de deux exposants de contrainte n_1 et n_2 , deux contraintes de normalisation σ_{c1} et σ_{c2} , un temps de fluage critique t_c , une déformation ε_1 et une vitesse de déformation $\dot{\varepsilon}_2$:

$$\varepsilon = \varepsilon_1 \left(\frac{\sigma}{\sigma_{c1}} \right)^{n_1} \left(1 - \exp \left(- \frac{t}{t_c} \right) \right) + \dot{\varepsilon}_2 \left(\frac{\sigma}{\sigma_{c2}} \right)^{n_2} \quad \text{Équation 27}$$

Evidemment, comme les approches phénoménologiques font abstraction des mécanismes élémentaires, des modèles non propres aux ODS peuvent être utilisés, comme ceux proposés par Evans et Wilshire [140].

Steckmeyer [70] a réalisé une modélisation exhaustive du comportement mécanique d'un acier ODS en traction, en fluage et en fatigue. Il a utilisé un modèle de Kocks et Mecking en estimant plusieurs paramètres dont les densités de dislocations. Il a ensuite complété ce modèle par un terme de contrainte d'écroutissage cinématique. En effet, des essais de fatigue ont permis de montrer l'importance de l'écroutissage cinématique dans ces conditions de chargements. Il ne s'est pas prononcé quant au mécanisme responsable de l'écroutissage cinématique. Il avait également observé une évolution du mécanisme de fluage en fonction de la vitesse de déformation et mis en évidence la contrainte seuil en utilisant un diagramme vitesse de déformation normalisé par rapport au coefficient d'autodiffusion en fonction de la contrainte normalisée par le module de cisaillement.

Dans le cas présent, les observations microstructurales réalisées sur les ODS Fe18Cr F20 et Fe14Cr J27 sollicités en sens long respectivement à 650°C et 800°C indiquent que la déformation se produit dans le régime de fluage primaire. Or ce stade est essentiellement dislocationnel, un modèle basé sur le mouvement des dislocations a donc été retenu, comme Steckmeyer, le modèle de Kocks et Mecking. La spécificité de ces travaux est de modifier le modèle de Kocks et Mecking, de mesurer des paramètres microstructuraux et d'utiliser une approche nouvelle de l'intégration de la contrainte seuil de fluage à cette modélisation.

IV.1.2 MODELE DE KOCKS ET MECKING

EQUATION CINETIQUE DU MODELE

Le modèle de Kocks et Mecking est un modèle physique visant à simuler le comportement viscoplastique des matériaux polycristallins [141] [142] [143]. La densité de dislocations ρ est utilisée comme variable interne représentant l'état microstructural du matériau.

La description de la base de ce modèle s'appuie sur un article récapitulatif de Kulhmann-Wilsdorf [144]. Le premier point à éclaircir est la relation entre déformation et contrainte : Becker [145] [146] [147], puis Orowan [148] postulèrent que dans un cristal, un incrément de déformation plastique se produit à une certaine cission lorsque localement l'énergie d'activation dépasse une valeur critique. On définit l'énergie d'activation comme le produit d'une contrainte appliquée sur un volume V_a appelé volume d'activation. Ce volume d'activation représente le volume élémentaire pour lequel il y a déformation lorsque la cission dépasse la valeur critique. Il est donc lié au principal mécanisme de durcissement et est considéré comme constant sur la plage de contrainte envisagée.

Poirier [127] précise l'origine et le calcul de l'énergie d'activation détaillé dans la Figure 84 ci-dessous. Par une approche thermodynamique, Basinsky [149] [150] a montré que la cission appliquée τ pouvait être décomposée en deux parties.

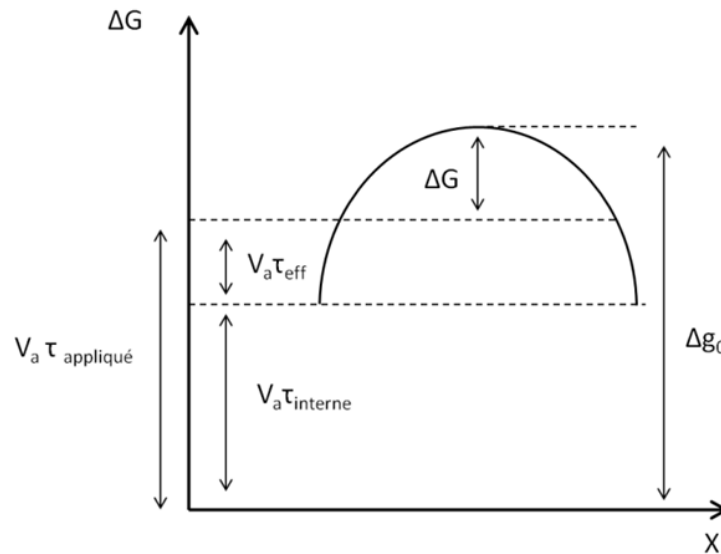


Figure 84: Courbe énergie - distance issue de Poirier [127]

$$\tau = \tau_{interne} + \tau_{effective} \quad \text{Équation 28}$$

$\tau_{interne}$ est la contrainte de cisaillement interne au matériau. Si on applique une contrainte de cisaillement inférieure à $\tau_{interne}$, les dislocations ne peuvent pas bouger. Cette contrainte est également appelée contrainte de cisaillement athermique (τ_μ) [127] car l'activation

thermique ne permet pas de la contrebalancer. Cette contrainte est essentiellement due aux dislocations, nous verrons comment l'exprimer par la suite. La contrainte de cisaillement $\tau_{effective}$ est la résultante de la contrainte définie par l'Équation 28: c'est la contrainte qui va effectivement participer au franchissement des barrières énergétiques, une fois la contrainte interne retranchée. Sur la Figure 84, l'énergie ΔG représente le travail devant être fourni par l'énergie thermique. Dans ce modèle, la fréquence de passage ν d'une dislocation suit une loi d'Arrhenius :

$$\nu = \nu_0 \exp\left(-\frac{\Delta G}{k_b T}\right)$$

ΔG est l'énergie thermique nécessaire au glissement de la dislocation. ν_0 est la fréquence de Debye. La Figure 84 permet d'exprimer ΔG appliqué au volume d'activation élémentaire en fonction de la contrainte effective et de la barrière d'énergie Δg_0 :

$$\Delta G = \Delta g_0 - V_a \tau_{eff}$$

$$\Delta G = \Delta g_0 - V_a (\tau - \tau_{interne}) \quad \text{Équation 29}$$

Nous avons jusqu'à présent postulé que le matériau d'étude était homogène et isotrope, voyons comment la présence d'une précipitation modifie l'Équation 29. Elle représente la résistance opposée au glissement des dislocations et n'est donc pas directement liée à une distorsion élastique homogène du réseau qui produirait un champ de contrainte à longue distance. Ainsi, une distribution de précipités parfaitement cohérents induit un durcissement par contrainte d'Orowan sans engendrer de champ de contrainte à longue distance. Les précipités jouent le rôle d'obstacles au glissement des dislocations, et représentent donc une barrière énergétique supplémentaire que l'on peut moyenniser sur le matériau et rapporter au volume élémentaire sous la forme :

$$\Delta g_0 \text{ avec } prec = \Delta g_0 + V_a \tau_{prec}$$

En reprenant l'Équation 29 :

$$\Delta G = \Delta g_0 \text{ avec } prec - V_a (\tau - \tau_{interne}) = \Delta g_0 + V_a \tau_{prec} - V_a (\tau - \tau_{interne})$$

$$\Delta G = \Delta g_0 + V_a \tau_{prec} - V_a (\tau - \tau_{interne}) \quad \text{Équation 30}$$

Classiquement, les termes de cisaillement sont regroupés car dans les cas étudiés dans la littérature, le franchissement des précipités se fait par cisaillement ou contournement, deux mécanismes qui ne sont pas activés thermiquement. C'est pourquoi la contribution des précipités est intégrée dans la contrainte interne dans le modèle proposé par Estrin [141] Or les résultats de la caractérisation mécanique et de l'étude bibliographique indiquent un mécanisme de franchissement thermiquement activé dans le cas des aciers ODS.

La contribution des précipités, thermiquement activée, est donc différenciée de celle de la contrainte interne, qui est athermique.

Il est alors possible de déduire l'expression de la vitesse moyenne v des dislocations mobiles parcourant une distance d librement entre chaque point d'ancrage, moyennant l'hypothèse que le temps d'attente est grand par rapport au temps mis pour parcourir la distance d entre chaque point d'ancrage avec v_0 une vitesse propre des dislocations :

$$v = dv_0 \exp\left(-\frac{\Delta G}{k_b T}\right)$$

Ainsi, grâce à l'équation d'Orowan qui lie la vitesse de déformation $\dot{\gamma}$ à la densité de dislocations mobiles ρ_m , du vecteur de Burgers et de la vitesse des dislocations mobiles v , on peut écrire à forte contrainte selon Poirier [127] :

$$\dot{\gamma} = \rho_m b v = \rho_m b d v_0 \exp\left(-\frac{\Delta G}{k_b T}\right) \quad \text{Équation 31}$$

A noter qu'à très faible contrainte ou pour un chargement variable, d'après Poirier, la fonction sinus hyperbolique est préférée à la fonction exponentielle pour représenter le fait qu'une dislocation peut osciller autour d'une position d'équilibre. L'Équation 31 devient :

$$\dot{\gamma} = \rho_m b d v_0 \sinh\left(-\frac{\Delta G}{k_b T}\right)$$

Nous utiliserons par la suite la formulation en exponentiel, car les contraintes appliquées sur les matériaux ODS durant les essais de fluage sont élevées et le chargement monotone. En utilisant l'Équation 30, on déduit:

$$\dot{\gamma} = \rho_m b d v_0 \exp\left(-\frac{\Delta g_0 + V_a \tau_{prec} - V_a (\tau - \tau_{interne})}{k_b T}\right)$$

On peut alors récrire cette équation sous la forme:

$$\dot{\gamma} = \dot{\gamma}_0 \exp\left(-\frac{V_a \tau_{prec}}{k_b T}\right) \exp\left(\frac{V_a (\tau - \tau_{interne})}{k_b T}\right) \quad \text{Équation 32}$$

$$\dot{\gamma}_0 = v_0 \rho_m b d \exp\left(-\frac{\Delta g_0}{k_b T}\right)$$

En utilisant le facteur de Taylor M qui se définit de la façon suivante pour un matériau polycristallin :

$$M = \frac{\sigma}{\tau} = \frac{\gamma}{\varepsilon} \quad \text{Équation 33}$$

On peut alors écrire :

$$\begin{aligned} \dot{\varepsilon} &= \dot{\varepsilon}_0 \exp\left(-\frac{V_a \sigma_{prec}}{M k_b T}\right) \exp\left(\frac{V_a (\sigma - \sigma_{interne})}{M k_b T}\right) \\ \dot{\varepsilon}_0 &= \frac{\dot{\gamma}_0}{M} = \frac{1}{M} v_0 \rho_m b d \exp\left(-\frac{\Delta g_0}{k_b T}\right) \end{aligned} \quad \text{Équation 34}$$

La somme de la contrainte interne et de la contribution des précipités s'interprète comme la résistance globale du matériau. On peut représenter cette résistance par une contrainte propre $\hat{\sigma}$ à l'état du matériau à un instant t :

$$\hat{\sigma} = \sigma_{interne} + \sigma_{prec}$$

CONTRIBUTION DES DISLOCATIONS $\sigma_{interne}$

La question de la contrainte interne due aux dislocations est complexe dans le modèle de Kocks et Mecking car plusieurs notions y sont intégrées. Friedel [73] considère que les dislocations peuvent être divisées en deux populations : les arbres, qui coupent le plan de glissement, et les autres dislocations du réseau. Ces deux populations ont une contribution différente.

Le réseau de dislocations coplanaire du plan de glissement produit une contrainte à longue distance [73], ou « back stress » ou « long range back stress ». Il correspond au champ de contrainte élastique à longue distance. D'après Friedel [73], les dislocations dans un matériau réel s'organisent en réseaux dits de Frank, qui produisent un champ de contrainte à grande distance avec la taille caractéristique du réseau, qui est proportionnelle à l'inverse de la racine de la densité de dislocations ρ [144]:

$$\tau \sim \frac{Gb}{2\pi l} = \frac{Gb}{2\pi} \sqrt{\rho} \quad \text{Équation 35}$$

Il s'agit d'un champ de contrainte élastique : si la contrainte appliquée est inférieure à cette contrainte, il ne peut y avoir mouvement des dislocations. En fluage, Hasegawa et al. [151] ont liés la formation de cellules de dislocations à la contrainte à longue distance sur un alliage cuivre-aluminium. Fisher et al. [152] puis Ashby [153] ont étudié l'impact de la déformation d'une matrice renforcée par des dispersoïdes et ont pu établir une expression de la moyenne de

la contrainte à longue distance. Ils supposaient néanmoins la formation de réseaux de dislocations, qui n'ont été pas été observé durant les travaux présentés.

Le réseau de dislocations « arbre » produit également un durcissement qui a été étudié par Saada [154]: lorsqu'une dislocation mobile coupe une dislocation arbre attractive, il y a recombinaison des deux segments, de façon à réduire la tension de ligne. Il faut alors fournir une quantité d'énergie importante pour séparer les deux dislocations, très supérieure à ce que peut fournir l'agitation thermique. Cela se traduit par l'équation suivante:

$$\sigma_{foret} = M\alpha Gb\sqrt{\rho}$$

Avec G le module de cisaillement, b le vecteur de Burgers et ρ la densité de dislocations. Le coefficient α représente l'efficacité du durcissement par forêt et vaut pour les aciers classiques entre 0.25 et 0.3. Il est donc lié aux interactions dislocation-dislocation. Cette description théorique de l'écroutissage ne rend pas complètement compte de la réalité à toutes les déformations. Une théorie, dite meshlength se base sur la longueur du réseau de dislocations et décrit l'écroutissage des matériaux à structure CC au-dessus de la température athermique, CFC et HC en 3 stades : le stade I observé dans des monocristaux, dit glissement facile ou l'écroutissage est pratiquement constant car un seul système est activé. Il n'est pas observé dans les polycristaux où les contraintes d'accommodation activent plusieurs systèmes. Le Stade II correspond à l'activation de multiples systèmes et l'écroutissage est une fonction carrée de la densité de dislocations. C'est dans ce régime que le modèle de Saada [154] est appliqué, et si le phénomène de forêt est une explication pratique des résultats observés, plusieurs auteurs indiquent qu'il s'agit d'une simplification du mécanisme de formation de structures de dislocations [144]. Enfin, le Stade III, dont l'origine physique semble liée à la taille des cellules qui cesse de diminuer avec la densité de dislocations.

Dans le cas des aciers ODS et NDS étudiés, aucune structure de dislocation bien définie n'est observée, il semble donc raisonnable de considérer que l'écroutissage se situe dans le stade II et ce malgré une densité de dislocations très élevée. Néanmoins, la taille des grains étant petite et au vu des faibles allongements répartis, seule une étude détaillée de l'écroutissage de ces aciers pourraient confirmer cette hypothèse.

On considère qu'à l'état initial, la contrainte interne vaut donc :

$$\sigma_{interne} = M\alpha Gb\sqrt{\rho} \quad \text{Équation 36}$$

CONTRIBUTIONS DES PRECIPITES A σ_{prec}

La contribution des précipités à la résistance des aciers ODS et NDS, dépend intimement de l'interaction entre dislocation et précipité. Aucun nanoprécipité cisailé n'a été observé et la dépendance de la limite d'élasticité à la vitesse de traction indique un franchissement thermiquement activé des précipités. Steckmeyer [70] et Praud [39] ont calculé la contrainte

nécessaire au cisaillement des précipités et ont conclu qu'il n'était pas possible de les cisailier aux contraintes appliquées en fluage.

Sur les nuances CFC renforcées par dispersion, la déformation à basse température ne se produit que lorsque la contrainte est supérieure à une contrainte seuil (désignée par σ_{th} pour threshold stress). Cette contrainte seuil est la conséquence du franchissement par cisaillement ou par contournement d'Orowan, deux mécanismes non thermiquement activés. La contrainte d'Orowan s'exprime de la manière suivante, avec M le coefficient de Taylor et D_{prec} la distance entre les précipités:

$$\sigma_{orowan} = \frac{MGb}{D_{prec}}$$

Le détail du calcul est disponible en Annexe VI.1. A plus forte température, le fluage a lieu à des contraintes bien inférieures à celles nécessaires pour contourner ou cisailier les précipités. Ces éléments suggèrent l'activation thermique du franchissement des précipités : sur des alliages CFC, Brown et Ham [78] ont postulé que le mécanisme de franchissement est la montée. Les durcissements dus aux précipités étaient extrêmement faibles. Rösler et Arzt [81] ont étudié le cas de précipités incohérents : ils considèrent que lorsqu'une dislocation atteint un précipité, la réduction de la tension de ligne à proximité du précipité induit une contrainte attractive. Ainsi, lorsque la réduction de tension de ligne est importante, et donc la contrainte attractive est suffisante, le mécanisme limitant n'est pas le franchissement du précipité par la dislocation mais sa libération : un nouveau segment doit se recréer au départ de l'interface précipité-dislocation. Ce mécanisme est appelé ancrage interfacial ou « interfacial pinning ». Dans les aciers CC, ce mécanisme a probablement une plus grande importance que dans les aciers CFC car les précipités peuvent être franchis par montée et glissement dévié, mais le mécanisme décrit ne concerne stricto sensu que les précipités incohérents. Rösler et Arzt introduisent le coefficient k , un paramètre ajustable, qui traduit la relaxation de la tension de ligne :

$$\sigma_{prec} = \sqrt{1 - k^2} \frac{MGb}{D_{prec}} \quad \text{Équation 37}$$

k vaut 1 lorsqu'il n'y a aucune relaxation ; la valeur de k augmente en cas de franchissement par montée ou glissement dévié puis « interfacial pinning ». Selon Rösler et Arzt, le détachement peut être thermiquement activé.

Ce modèle s'applique dans le cas de précipités incohérents, et s'applique donc aux aciers ODS martensitiques car les oxydes nanométriques perdent leur cohérence lors des étapes d'austénitisation [155]. Il s'applique également à l'acier ferritique NDS Fe18Cr J12, dont les précipités semblent incohérents comme nous l'avons vu au chapitre précédent. En revanche, les oxydes nanométriques des nuances ODS ferritiques sont semi cohérents [5] [51], suivant les plans observés. Or l'écart (« misfit ») entre le paramètre de maille des précipités et celui de la matrice distord la matrice environnante et crée un champ de contrainte local élastique. D'après Ribis et al. [51] les plans {440} du $Y_2Ti_2O_7$ sont en cohérence avec les plans {110} de la ferrite, avec un misfit de 12.6%. De même, par analyse des franges de Moiré Ribis et al. ont montré que

le misfit entre la matrice et les précipités Y_2O_3 était de 7%. Ces déformations sont très importantes et selon Ribis et al., elles sont partiellement accommodées par des dislocations de misfit. Il est donc complexe de connaître le champ de contrainte local.

Dans le cadre de ces travaux, on fait l'hypothèse que le mécanisme limitant le franchissement des précipités est un phénomène très localisé et thermiquement activé. Il pourra donc s'agir d'ancrage interfacial pour les précipités incohérents ou de champ de contrainte local dû à la cohérence des précipités. On exprimera cette contribution par l'Équation 38 :

$$\sigma_{precipités} = k_{prec} \frac{Mgb}{D_{prec}} \quad \text{Équation 38}$$

On peut donc exprimer la valeur de la contrainte propre $\hat{\sigma}$:

$$\hat{\sigma} = M\alpha Gb\sqrt{\rho} + k_{prec} \frac{Mgb}{D_{prec}} \quad \text{Équation 39}$$

ÉVOLUTION DE LA DENSITÉ DE DISLOCATIONS

L'évolution de la densité totale de dislocations ρ est déterminée par plusieurs mécanismes : la création, le stockage et la restauration. On fait l'hypothèse qu'une dislocation est soit mobile soit immobile, on différencie donc la densité de dislocations mobiles ρ_m de la densité de dislocations immobiles ρ_i . On a alors :

$$\dot{\rho} = \dot{\rho}_i + \dot{\rho}_m \quad \text{Équation 40}$$

La variation de la densité de dislocations mobiles dépend du taux de production de dislocations mobiles $\dot{\rho}_m^p$, du taux d'immobilisation de dislocations $\dot{\rho}_m^i$ et du taux d'annihilation de dislocations mobiles $\dot{\rho}_m^a$ par la relation suivante:

$$\dot{\rho}_m = \dot{\rho}_m^p - \dot{\rho}_m^i - \dot{\rho}_m^a \quad \text{Équation 41}$$

De même, on peut définir la variation de densité de dislocations immobiles en fonction du taux de production de dislocations immobiles $\dot{\rho}_i^p$ et du taux d'annihilation de dislocations immobiles $\dot{\rho}_i^a$ par la relation :

$$\dot{\rho}_i = \dot{\rho}_i^p - \dot{\rho}_i^a$$

Le taux de production de dislocations immobiles $\dot{\rho}_i^p$ correspond au taux d'immobilisation de dislocations mobiles $\dot{\rho}_m^i$. On peut faire une hypothèse simplificatrice : la densité de dislocations mobiles étant de plusieurs ordres de grandeur inférieure à la densité de dislocations immobiles, la probabilité qu'une dislocation mobile et qu'une dislocation immobile s'annihile est bien plus importante que celle d'une annihilation entre deux dislocations mobiles. D'autre part, le matériau est considéré comme étant restauré à l'état initial : il n'y a donc pas d'annihilation entre deux dislocations immobiles. On considère donc que les annihilations n'ont lieu qu'entre une dislocation immobile et une dislocation mobile et donc que $\dot{\rho}_m^a = \dot{\rho}_i^a$. Reste alors à évaluer les grandeurs $\dot{\rho}_m^p$, $\dot{\rho}_m^a$ et $\dot{\rho}_m^i$.

TAUX D'IMMOBILISATION DES DISLOCATIONS MOBILES $\dot{\rho}_m^i$

On considère la durée Δt_i correspondant à la durée nécessaire à une dislocation pour parcourir le libre parcours moyen Λ des dislocations se déplaçant à la vitesse v avant de s'immobiliser.

$$\Delta t_i = \frac{\Lambda}{v} \quad \text{Équation 42}$$

Le libre parcours moyen correspond à la distance moyenne que parcourent les dislocations avant immobilisation. Cela signifie qu'en moyenne, une dislocation mobile créée à l'instant t sera immobilisée ou annihilée à l'instant $t + \Delta t_i$.

Si on transpose ce raisonnement en termes de densité de dislocations, si on fait le bilan entre t et $t + \Delta t_i$, une densité ρ_m de dislocations mobiles se sont soit arrêtées soit ont été annihilées. Ainsi entre t et Δt_i :

$$\rho_m = \Delta \rho_m^a + \Delta \rho_m^i = \Delta t_i \dot{\rho}_m^a + \Delta t_i \dot{\rho}_m^i$$

d'où avec l'Équation 42 :

$$\dot{\rho}_m^a + \dot{\rho}_m^i = \frac{\rho_m}{\Delta t_i} = \frac{v \rho_m}{\Lambda} \quad \text{Équation 43}$$

Le libre parcours moyen Λ est la distance parcourue par les dislocations pendant Δt_i à la vitesse v . Δt_i vaut donc Λ/v . Or d'après la relation d'Orowan, on a $\dot{\gamma} = \rho_m v b$. On peut alors réécrire l'Équation 43 de la façon suivante :

$$\dot{\rho}_m^i = \frac{\dot{\gamma}}{\Lambda b} - \dot{\rho}_m^a$$

On peut considérer que le libre parcours moyen d'une dislocation peut s'exprimer en fonction de la distance entre deux précipités D_{prec} et entre deux dislocations du réseau de dislocations :

$$\frac{1}{\Lambda} = \frac{1}{N_1 \Lambda_{précipité}} + \frac{1}{N_2 \Lambda_{parois}}$$

$$\text{avec } \Lambda_{parois} \sim \frac{1}{\sqrt{\rho}} \text{ et } \Lambda_{précipité} \sim D_{prec}$$

Les deux coefficients, N_1 et N_2 représentent respectivement le nombre de précipités et le nombre de dislocations franchies avant immobilisation. En effet, une dislocation consomme de l'énergie en bougeant finit donc par s'arrêter.

$$\dot{\rho}_m^i = \frac{\dot{\gamma}}{\Lambda b} - \dot{\rho}_m^a = \frac{\dot{\gamma}}{b} \left(\frac{1}{N_1 D_{prec}} + \frac{1}{N_2 \sqrt{\rho}} \right) - \dot{\rho}_m^a \quad \text{Équation 44}$$

TAUX DE PRODUCTION DES DISLOCATIONS MOBILES $\dot{\rho}_m^p$

Mecking [143] et Fivel [156] ont montré que tant que les conditions aux limites et le chargement de l'éprouvette ne varient pas de manière brutale, la densité de dislocations mobiles ne varie pas non plus au cours de l'essai. On a donc :

$$\dot{\rho}_m = 0 \quad \text{Équation 45}$$

L'Équation 41 devient :

$$\begin{aligned} \dot{\rho}_m^p &= \dot{\rho}_m^i + \dot{\rho}_m^a \\ \dot{\rho}_m^p &= \frac{\dot{\gamma}}{\Lambda b} \end{aligned}$$

TAUX D'ANNIHILATION DES DISLOCATIONS MOBILES/IMMOBILES $\dot{\rho}_m^a = \dot{\rho}_i^a$

Le calcul de ce terme repose sur les travaux de Fivel [156]: au cours de son glissement, un segment de dislocation mobile de longueur l a une probabilité p_0 d'annihiler un segment de dislocation immobile dans un rayon donné, appelé rayon de capture et noté R_c . On définit donc $\dot{\rho}_m^a$ et p_0 de la façon suivante :

$$\dot{\rho}_m^a = \frac{\rho_m p_0}{dt} \quad \text{Équation 46}$$

Lorsque ce segment se déplace de dx , il décrit un volume de capture $2R_c l dx$. Sur la distance dx , seule une partie des dislocations immobiles sont susceptibles d'annihiler le segment de dislocation mobile, leur densité est donc notée $\beta \rho_i$. p_0 s'exprime donc comme le nombre de dislocations immobiles pouvant annihiler la dislocation mobile, rapporté à la longueur du segment de dislocation :

$$p_0 = \frac{2R_c l dx * \beta \rho_i}{l} \quad \text{Équation 47}$$

En combinant les Équation 46 et Équation 47, on obtient :

$$\dot{\rho}_m^a = 2\rho_m \beta \rho_i R_c \frac{dx}{dt} = 2\rho_m \beta R_c V \rho_i$$

avec v la vitesse des dislocations mobiles, soit en utilisant l'équation d'Orowan :

$$\dot{\rho}_m^a = 2\beta R_c \frac{\dot{\gamma}}{b} \rho_i = k_2 M \frac{\dot{\epsilon}}{b} \rho_i \quad \text{Équation 48}$$

Le coefficient k_2 dépend donc du rayon de capture et du coefficient β , qui sont dépendant de la vitesse et de la température.

Une loi d'évolution empirique du coefficient k_2 a été proposée par Kocks et Mecking [141] pour des aciers CFC:

$$k_2 = k_{20} \left(\frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}_0} \right)^{-1/n} \quad \text{Équation 49}$$

n et k_{20} dépendent de la température. A haute température, n est constant (de l'ordre de 3 à 5 d'après Estrin [141]).

EQUATIONS GENERALES DU MODELE

Les Équation 40, Équation 44 et Équation 45 permettent d'exprimer $\dot{\rho}$:

$$\dot{\rho} = \dot{\rho}_m + \dot{\rho}_i = \dot{\rho}_m^i - \dot{\rho}_m^a$$

D'où :

$$\dot{\rho} = \frac{M\dot{\varepsilon}}{b} \left(\frac{1}{N_1 D_{prec}} + \frac{1}{N_2} \sqrt{\rho} - 2k_{20} \left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0} \right)^{-\frac{1}{n}} \rho_i \right) \quad \text{Équation 50}$$

Or la densité de dislocations mobiles est inférieure de plusieurs ordre de grandeurs à la densité de dislocations immobiles, ce qui se traduit par : $\rho_i \approx \rho$

Les Équation 50 , Équation 39 et Équation 34 sont utilisée donc dans la suite pour décrire la déformation et l'évolution de la densité de dislocations durant les essais simulés:

$$(a) \quad \dot{\varepsilon} = \varepsilon_0 \exp\left(-\frac{V_a \sigma_{prec}}{Mk_b T}\right) \exp\left(\frac{V_a(\sigma - \sigma_{interne})}{Mk_b T}\right)$$

$$(b) \quad \dot{\varepsilon}_0 = \frac{1}{M} v_0 \rho_m b d \exp\left(-\frac{\Delta g_0}{k_b T}\right)$$

$$(c) \quad \sigma_{interne} = M\alpha G b \sqrt{\rho} \quad \sigma_{prec} = k_{prec} \frac{M G b}{D_{prec}} \quad \text{Équations 51}$$

$$(d) \quad \hat{\sigma} = M\alpha G b \sqrt{\rho} + k_{prec} \frac{M G b}{D_{prec}}$$

$$(e) \quad \dot{\rho} = \frac{M\dot{\varepsilon}}{b} \left(\frac{1}{N_1 D_{prec}} + \frac{1}{N_2} \sqrt{\rho} - k_{20} \left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0} \right)^{-\frac{1}{n}} \rho \right)$$

Pour déterminer les paramètres du modèle de Kocks et Mecking adaptés aux nuances étudiées, le modèle est simulé grâce à SCILAB en utilisant des paramètres et coefficients estimés, puis comparé aux courbes expérimentales. Une valeur d'erreur normalisée est obtenue, et la fonction Scilab *fminsearch* permet de minimiser cette fonction erreur en faisant varier les paramètres. Le schéma de résolution retenu est un modèle explicite, à savoir pour toute variable X entre les pas i-1 et i:

$$\frac{dX}{dt}(i) = \frac{X(i) - X(i-1)}{t(i) - t(i-1)} \quad \text{Équation 52}$$

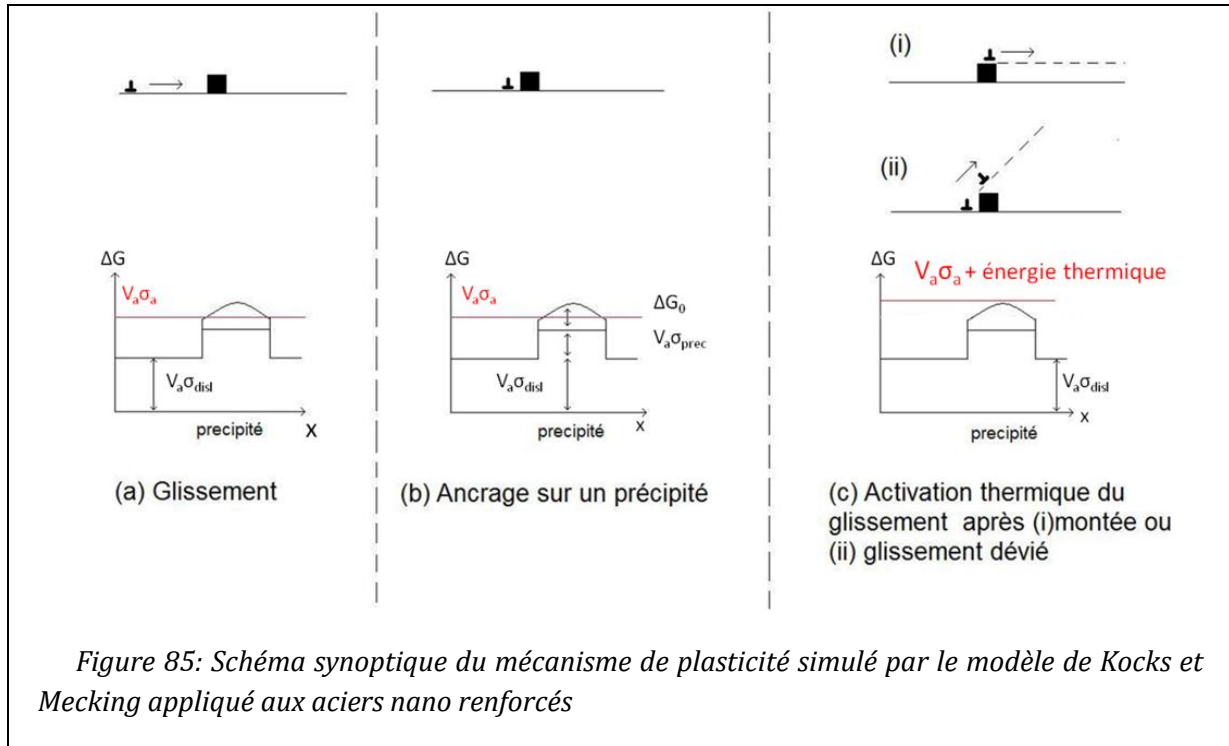
Le code de simulation, de calcul d'erreur et d'optimisation est disponible en Annexe VI.5

IV.1.3 APPLICATION DU MODELE DE KOCKS ET MECKING A L'ODS FE14CR J27, ODS FE18CRF20 ET NDS FE18CR J12

Le modèle de Kocks et Mecking va être appliqué au fluage des aciers ODS et NDS. Pour cela, il est nécessaire de préciser ce qu'il sera chargé de simuler.

Hypothèse d'application du modèle de Kocks et Mecking : la plasticité en fluage à la contrainte appliquée σ_a et la température T est due au glissement des dislocations. La mobilité des dislocations est limitée par la présence de nanoprécipités dont le franchissement est thermiquement activé (par montée ou glissement dévié).

Avant que la dislocation atteigne un précipité, Figure 85 (a), la contrainte appliquée est supérieure au champ de contrainte interne du au réseau de dislocations. Le glissement de la dislocation n'a donc pas besoin d'activation thermique pour se produire. Lorsque la dislocation atteint un précipité, elle est arrêtée, Figure 85 (b) : elle est soumise au champ de contrainte du aux dislocations ainsi qu'à la contrainte due au précipité σ_{prec} . Pour franchir le précipité, il faut d'abord qu'un mécanisme de montée ou de glissement dévié soit activé, puis que le glissement de la dislocation soit activé pour libérer la dislocation. On modélise cette étape en retenant que c'est l'énergie thermique qui, additionnée à la contrainte effective ($\sigma_{eff} = \sigma_a - \sigma_{interne}$) appliquée au volume d'activation, va permettre de dépasser l'énergie d'activation du glissement, qui est modifiée par la présence du précipité. L'hypothèse forte est donc que l'étape de franchissement du précipité (par montée ou glissement dévié) puis de libération est contenue dans la contribution des précipités. On considéra que l'énergie d'activation du glissement simple, vaut quelques dixièmes de μb^3 d'après François [157] . On retiendra la valeur de $0.2\mu b^3$. A cette énergie s'ajoute la contribution des précipités $V_a\sigma_{prec}$. Une fois l'obstacle franchi, la dislocation est alors libre de glisser à nouveau Figure 85(c). Le temps d'attente lors de l'étape d'ancrage est très supérieur à la durée du glissement.



IV.1.3.1 CONTRAINTE SEUIL ET CONTRAINTE INTERNE

La littérature sur le fluage des matériaux renforcés par dispersion est très fournie sur la mesure et sur les interprétations données à la contrainte seuil. Il s'agit d'une contrainte, de 70 MPa à 200 MPa dépendant de la température d'essai, en dessous de laquelle la vitesse de fluage est très faible. Or d'après le modèle de Kocks et Mecking, lorsque la contrainte appliquée est inférieure à la contrainte interne, le mouvement des dislocations est impossible : sur un matériau réel, il y aura donc transition de mécanisme lorsque la contrainte appliquée égale la contrainte seuil. Comparons les caractéristiques de la contrainte interne par rapport à la contrainte seuil.

Comme présenté dans la section précédente, la contrainte interne est athermique, c'est-à-dire que l'activation thermique ne peut aider les dislocations à la dépasser. Cette contrainte est liée à la densité de dislocations, par l'Équation 36. Le coefficient α , représente l'incrément de durcissement à l'augmentation de la densité de dislocations. Il est donc lié aux interactions dislocation - dislocation. Idéalement, il faudrait mesurer cette valeur en faisant des mesures de densités de dislocations sur des échantillons à différents niveaux d'écrouissage, car les ODS présentent des densités de dislocations et de précipités inhabituelles pour des aciers ferritiques. Ces mesures n'ont pas pu être effectuées pendant ces travaux de thèse, il sera donc nécessaire de se reposer sur les calculs disponibles dans la littérature. Levrentev [158] a compilé les résultats de calculs théoriques du coefficient α des BCC en fixant le type d'interaction : Baird et al. [159] ont déterminé que pour un durcissement par forêt de dislocation en négligeant la formation de cran, $\alpha=0.09$, et pour un durcissement prenant également la formation de cran, $\alpha=0.25$. Expérimentalement, Döner et al [160] ont montré que le coefficient α valait 0.33 sur un fer déformé en traction et en torsion à 27°C, la densité de dislocations ayant été mesuré en TEM par

la méthode des intersections. Les résultats obtenus après de fortes déformations et donc de grandes densités de dislocations sont bien plus rares. D'après Gil Sevillano et al. [161] [162], aux densités de dislocations importantes ($\rho > 10^{15} \text{ m}^{-2}$), α diminue et vaut environ 0.2.

Typiquement pour un acier recuit, la densité de dislocations est d'environ 10^{11} m^{-2} . A 650°C et 800°C un acier ferritique filé a les caractéristiques suivantes : un facteur de Taylor de 2.5, un coefficient α de 0.33, et un module de cisaillement de 60GPa à 650°C et 52GPa à 800°C. Pour ce matériau en appliquant les Équations 51, la contrainte interne à 650°C et 800°C est pratiquement négligeable : respectivement 3.6MPa et 3.1MPa. En revanche, les aciers ODS présentent une grande résistance à la restauration statique et possèdent donc des valeurs de densités de dislocations exceptionnellement élevées pour des matériaux recuits, entre 10^{14} m^{-2} et 10^{15} m^{-2} . Avec un facteur de Taylor de 2.5, un coefficient α de 0.2, et un module de cisaillement de 60GPa à 650°C et 52GPa, cela correspond à des contraintes internes comprises respectivement 75 MPa et 238 MPa à 650°C et 65MPa et 206 MPa à 800°C.

Ces contraintes internes sont tout à fait comparables aux contraintes seuils mesurées sur les aciers ODS tout en présentant des caractéristiques très similaires. Nous ferons l'hypothèse que la contrainte seuil est la contrainte interne donnant accès à la densité de dislocations.

On estime la contrainte interne en reportant la contrainte en fonction de la vitesse de déformation. Grace à la loi de Norton, on exprime la vitesse de déformation minimale en fonction de la contrainte, puis on approxime la contrainte nécessaire à une vitesse de déformation négligeable (10^{-12} s^{-1}). Les contraintes seuils déterminées et les densités correspondantes sont reportées en Tableau 11.

Nuance	Contrainte seuil σ_{seuil}	Densité de dislocations
ODS Fe18Cr1W ODS FE18CR F20	163 MPa	$4.5 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$
NDS Fe18Cr1W NDS FE18CR J12	127 MPa	$2.8 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$
ODS Fe14Cr1W ODS FE14CR J27	83 MPa	$1.6 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$

Tableau 11: Contrainte seuil et densité de dislocations correspondante pour l'ODS Fe14Cr J27, l'ODS Fe18Cr F20 et le NDS Fe18Cr J12

Lorsque la contrainte appliquée est inférieure à la contrainte interne, les mécanismes diffusifs, bien que lents à 650°C et 800°C, permettent aux matériaux de se déformer sous la contrainte seuil. L'évolution de la vitesse de déformation suit alors une loi puissance avec un coefficient n plus faible. Steckmeyer a observé expérimentalement cette transition [89].

IV.1.3.2 ESTIMATION DES PARAMETRES ET COEFFICIENTS DU MODELE

Dans la suite, on distingue les coefficients du modèle qui seront fixés par les observations expérimentales ou des considérations théoriques et les paramètres qui pourront varier dans une certaine gamme de valeurs afin de reproduire au mieux les résultats expérimentaux.

IV.1.3.2.1 COEFFICIENTS GENERAUX

Le Tableau 12 regroupe les différents coefficients.

M pour un matériau texturé	2.5
Constante de Boltzmann k_b	$1.38 \times 10^{-23} \text{ J.K}^{-1}$
Vecteur de Burgers b	0.248nm

Tableau 12: Récapitulatif des coefficients du modèle de Kocks et Mecking

MODULE DE CISAILLEMENT G

Le calcul exact de l'évolution du module de cisaillement peut être effectué par une mesure par ultrason de la fréquence de résonance de l'acier en fonction de la température. Ces mesures n'ont pas été effectuées pour les nuances étudiées. Toutefois, Leblond et al. [121] ont déterminé le module d'Young de quatre aciers ODS ferritiques Fe9Cr1W, Fe9Cr2W, Fe14Cr1W et Fe14Cr2W ainsi que de deux aciers non ODS Fe9Cr1W et Fe18Cr1W. Ils ont montré qu'entre 650°C et 800°C, la différence de modules d'Young entre les aciers ODS n'excédait pas 10GPa. Les modules de cisaillement des aciers ODS Fe18Cr F20, de l'ODS Fe14Cr J27 et du NDS Fe18Cr J12 seront donc approximé par celui du Fe14Cr1W ODS, Tableau 13.

Nuance	Température	Module de cisaillement G
ODS Fe18Cr F20	650°C	60GPa
NDS Fe18Cr J12	650°C	60GPa
ODS Fe14Cr J27	800°C	52GPa

Tableau 13: modules de cisaillement approximés des ODS Fe18Cr F20 et ODS Fe14Cr au basé sur le module d'un acier ODS Fe14Cr1W

IV.1.3.2.2 COEFFICIENTS ET PARAMETRES LIES AUX PRECIPITES

COEFFICIENT D_{PREC}

Pour les nuances étudiées, une étude TEM de la précipitation nanométrique, présentée au Chapitre III, a été réalisée et donne accès aux valeurs de densité de précipités ρ_{prec} . Sans information particulière quant à la répartition des précipités dans la matrice on considère que les précipités sont répartis suivant un motif régulier le plus compact possible, voir Annexe VI.3. La distance moyenne entre les précipités est donnée par l'Équation 53

$$d_{prec} = \frac{1}{\sqrt{2}} * \sqrt[3]{\frac{4}{\rho_{prec}}} \quad \text{Équation 53}$$

La densité de précipités ayant été évaluée à environ 10^{23} m^{-3} par TEM dans les deux nuances ODS et de $2 \times 10^{23} \text{ m}^{-3}$, la distance entre précipité est donc de 24 nm pour les nuances ODS et 20nm pour le NDS.

PARAMETRE K_{PREC}

Praud [39] a déterminé expérimentalement en traction pour différentes nuances ODS que k_{prec} vaut entre environ 0.4 et 0.7. Des dislocations arrêtées au niveau de précipités sont effectivement observées, comme le montre la Figure 86. Néanmoins, les calculs ont été réalisés sur des précipités de taille relativement importante, la valeur du paramètre k_{prec} peut donc être éloignée des valeurs estimées : en effet, un calcul de la contrainte σ_{prec} grâce à l'Équation 38 la situe entre 575MPa et 1010MPa, soit une valeur bien supérieure aux contraintes usuellement appliquée durant les essais de fluage. La valeur de k_{prec} fera donc l'objet d'une optimisation.

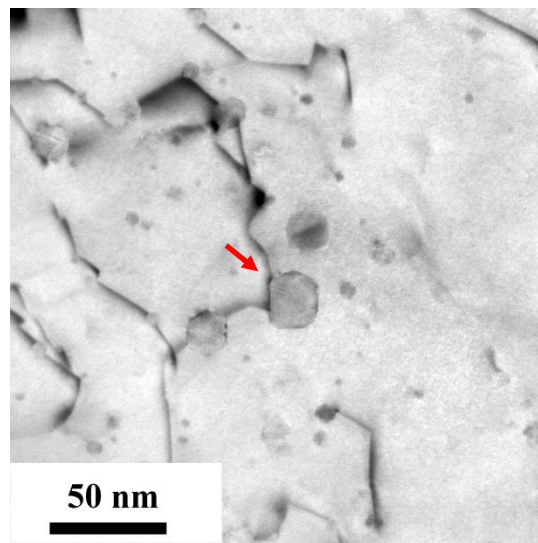


Figure 86: Epinglage d'une dislocation sur un précipité, ODS Fe18Cr F20 après fluage 650°C et 200MPa

IV.1.3.2.3 COEFFICIENTS ET PARAMETRES INTERVENANT DANS L'EQUATION CINETIQUE

COEFFICIENT ΔG_0

L'ordre de grandeur de ΔG_0 pour le glissement est de quelques dixièmes de μb^3 [157]. Nous prendrons $0.2 \mu b^3$.

COEFFICIENT d

Le coefficient d représente le parcours moyen avant arrêt devant un obstacle franchi par activation thermique, Équation 34. On fait l'hypothèse que c'est le franchissement des précipités qui est thermiquement activé et donc que $d=D_{prec}$. M. Praud [87] a observé le mouvement de dislocations in situ lors d'essais de traction: le mouvement des dislocations est saccadé à basse température et devient plus visqueux à forte température. Ces observations pourraient être cohérentes avec un franchissement thermiquement activé des précipités et un libre parcours moyen important des dislocations.

PARAMETRE V_a

M. Praud a déterminé des volumes d'activation en fluage pour différentes nuances ODS ferritiques : V_a est compris entre $100b^3$ et $200b^3$.

$$100b^3 < V_a < 200b^3$$

PARAMETRE ρ_m

La densité de dislocations mobiles est difficile à estimer, et peu d'études portent sur ce sujet. Néanmoins, on a postulé que $\rho \gg \rho_m$, on peut considérer qu'elle est comprise entre $1/10^e$ et $1/1000^e$ de ρ .

Nuance	Densité de dislocations mobiles
ODS Fe18Cr F20	$4.5 \times 10^{11} - 4.5 \times 10^{13} \text{ m/m}^3$
NDS Fe18Cr J12	$2.8 \times 10^{11} - 2.8 \times 10^{13} \text{ m/m}^3$
ODS Fe14Cr J27	$1.5 \times 10^{11} - 1.5 \times 10^{13} \text{ m/m}^3$

Tableau 14: Estimation des densités de dislocations mobiles

IV.1.3.2.4 COEFFICIENTS ET PARAMETRES D'ECROUISSAGE ET DE RESTAURATION

PARAMETRE N_1

N_1 représente le nombre de précipités franchis par les dislocations mobiles. $N_1 \times D_{prec}$ doit être inférieure à la taille d'un grain dans l'hypothèse où l'effet de la taille de grain peut être négligé devant l'effet de la précipitation.

L'expression de la limite supérieure pour N_1 est donc :

$$N_1 \ll \frac{D_{grain}}{D_{prec}}$$

Le Tableau 15 regroupe l'estimation de la limite haute du paramètre N_1

Nuance	D_{prec} (nm)	D_{grain} (nm)	$N_1 \text{ max}$
ODS Fe14Cr J27	24	600	25
ODS Fe18Cr F20	24	600	25
NDS Fe18Cr J12	24	250	12.5

Tableau 15: Estimation du paramètre N_1

PARAMETRE N_2

N_2 représente le nombre de dislocations franchies par les dislocations mobiles. $N_2 \times 1/\sqrt{\rho}$ doit être inférieure à la taille d'un grain dans l'hypothèse où l'effet de la taille de grain peut être négligé devant l'effet de la précipitation.

L'expression de la limite supérieure pour N_2 est donc :

$$N_2 \ll D_{grain} * \sqrt{\rho}$$

Le Tableau 16 regroupe l'estimation de la limite haute du paramètre N_2

Nuance	ρ (m/m^{-3})	D_{grain} (nm)	$N_{2 \text{ max}}$
ODS Fe14Cr J27	1.58×10^{14}	600	7.5
ODS Fe18Cr F20	4.54×10^{14}	600	12.8
NDS Fe18Cr J12	2.82×10^{14}	250	4

Tableau 16: Estimation du paramètre N_2 *PARAMETRES D'ANNIHILATION N ET K_{20} : A ESTIMER*

Une estimation des paramètres de restauration est possible à partir d'essais de traction à différentes vitesses imposées. En effet, le modèle de Kocks et Mecking lie déformation, contrainte et densité de dislocations et n'est donc pas limité au fluage. Le détail du calcul est disponible en Annexe VI.4.

Les informations nécessaires n'étaient pas disponibles pour l'ODS Fe18Cr F20 ni pour l'ODS Fe14Cr J27. Néanmoins, les observations faites au chapitre III ont montré qu'en termes d'écrouissage, le NDS Fe18Cr J12 se comporte comme un ODS. Les estimations des paramètres k_{20} et n se baseront donc sur les essais de traction du NDS Fe18Cr J12.

A faible vitesse, n est faible (1.9) alors que k_{20} diminue de plusieurs ordres de grandeur (7.3×10^{-13}). De plus, à faible vitesse, k_{20} est plus sensible à la densité de dislocations mobiles qu'à forte vitesse.

RECAPITULATIF DES ESTIMATIONS DES PARAMETRES

	Densité de dislocation (m/m ³)		Contribution précipités	Ecrouissage		Annihilation		Volume d'activation
	ρ	ρ_m		k_{prec}	N_1 max	N_2 max	k_{20}	
ODS FE14CR J27 800°C	1.6x10 ¹⁴	1.6x10 ¹¹ - 1.6x10 ¹³	0.4-0.6	25	7.5	10 ⁻¹³	2	100-200b ³
ODS FE18CR F20 650°C	4.5x10 ¹⁴	8.6x10 ¹¹ - 8.6x10 ¹³	0.4-0.6	25	12.5	10 ⁻¹³	2	100-200b ³
NDS FE18CR J12 650°C	2.8x10 ¹⁴	5x10 ¹⁰ - 5x10 ¹²	0.4-0.6	12.5	4	10 ⁻¹³	2	100-200b ³

Tableau 17: Récapitulatif des estimations des paramètres du modèle de Kocks et Mecking appliqué aux aciers ODS Fe14Cr J27, Fe18Cr F20 et au NDS Fe18Cr J12

IV.1.3.3 SIMULATION ET DISCUSSION DES RESULTATS

La méthode de simulation et d'optimisation est la suivante : en utilisant les paramètres approchés, une première simulation est réalisée puis les paramètres sont optimisés. Un critère à respecter est que la contrainte interne doit rester inférieure à la contrainte appliquée. Les caractérisations en fluage ont montré que la rupture se produit durant le stade primaire, il est donc nécessaire de simuler la déformation en fluage au-delà de la rupture pour l'optimisation des paramètres de façon à éviter que la contrainte interne excède la contrainte appliquée dans le stade secondaire.

Le modèle de Kocks et Mecking a été appliqué au deux aciers ODS : l'ODS Fe18Cr F20, sur deux essais à 300MPa et 250MPa et 650°C, à l'ODS Fe14Cr J27, sur trois essais à 200MPa, 140MPa et 130MPa. Il a également été appliqué au NDS Fe18Cr J12 à 175MPa, 165MPa et 155MPa à 650°C. Les courbes de fluage simulées sont présentées en Figure 87 et les paramètres optimisés au Tableau 18. Malgré la difficulté causée par la très faible déformation et la dispersion entre les essais, les essais simulés sont proches des courbes expérimentales et l'évolution du comportement en fonction de la contrainte est correctement retranscrite. La déformation rapide d'environ 0.2% dans les premières heures du fluage de l'essai est difficile à reproduire : on sait que dans les premiers pourcents de la déformation, de nombreux mécanismes se produisent simultanément pour homogénéiser la déformation entre les grains.

Cette simulation est tout de même plutôt satisfaisante compte tenu du fait que ce modèle simule par un mécanisme simple (le franchissement thermiquement activé des précipités) le comportement d'aciers très complexes, comprenant une précipitation et des tailles de grains multimodales, des densités de dislocations élevées, ainsi que des déformations faibles qui augmentent l'impact d'éventuelles erreurs de mesure.

La comparaison entre les paramètres du NDS Fe18Cr J12 et de l'ODS Fe18Cr F20 est possible car ils ont tous les deux été sollicités à 650°C. En revanche, il serait abusif de lier l'évolution des paramètres entre l'ODS Fe18Cr F20 à 650°C et l'ODS Fe14Cr J27 à 800°C à une tendance générale des aciers nano renforcés. Il aurait fallu pour cela solliciter le même acier en fluage à différentes températures. Néanmoins une caractéristique forte des aciers ODS Fe18Cr F20 et ODS Fe14Cr J27 sollicités en fluage respectivement à 650°C et 800°C est la contribution des précipités qui est identique, que ce soit au travers de la contrainte propre (k_{prec}) et de l'écroissage (paramètre N_1). Ces deux aciers ont effectivement des précipitations semblables que ce soit en termes de nature ($Y_2Ti_2O_7$), de taille et de densité. Concernant la k_{prec} , sa valeur est sensiblement inférieure à celle calculée par Praud, i.e. 0.13 au lieu de 0.4 à 0.6. Le volume d'activation des deux aciers ODS est compris entre $138b^3$ et $169b^3$. Les paramètres d'écroissage N_1 et N_2 sont proches entre les deux ODS. Le libre parcours moyen Λ d'une dislocation, défini par Équation 44, est donc de 25nm sur le ODS Fe18Cr F20 à 650°C à 90nm sur le ODS Fe14Cr J27 à 800°C, donc inférieur au diamètre des grains de 600nm pour ces deux nuances. Pour NDS Fe18Cr J12, le libre parcours moyen est de 80nm, bien inférieur à la taille des grains, qui est de 240 nm.

Un libre parcours moyen inférieur à la taille des grains indique que le modèle est cohérent avec les observations microstructurales.

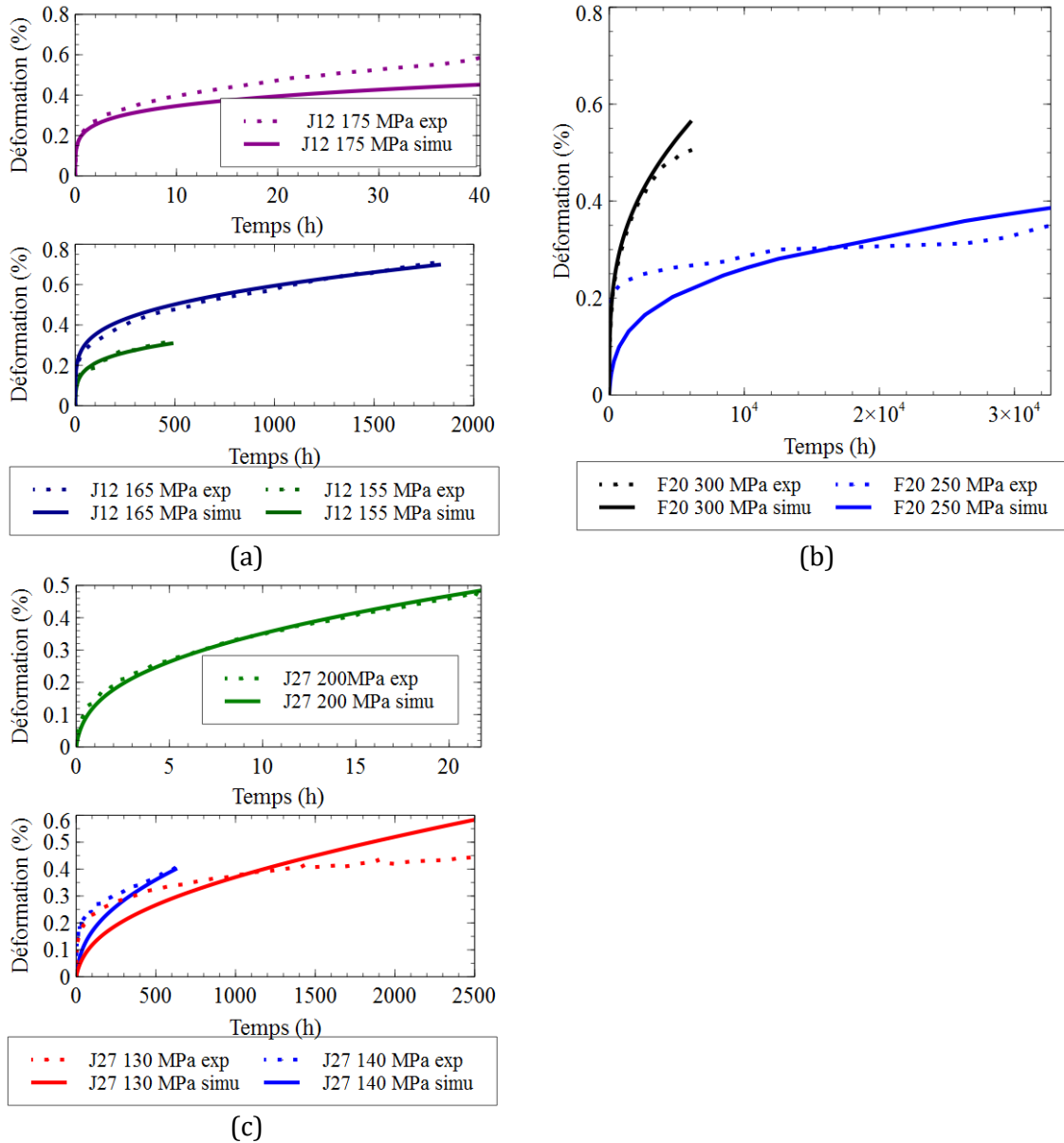


Figure 87: Comparaison entre les courbes de fluage expérimentales et celles simulées par le modèle de Kocks et Mecking (a) du NDS Fe18Cr J12 à 650°C, (b) de l'ODS Fe18Cr F20 à 650°C et (c) de l'ODS Fe14Cr J27 à 800°C

	Densité de dislocation (m/m ³)		Contribution précipités	Ecrouissage		Annihilation		Volume d'activation
	ρ	ρ_m		k_{prec}	N_1	N_2	k_{20}	
ODS FE14CR J27 800°C	1.6x10 ¹⁴	6.3x10 ⁹	0.12	3	7.1	1.2x10 ⁻⁸	22	169b ³
ODS FE18CR F20 650°C	4.5x10 ¹⁴	9.5x10 ¹⁰	0.14	1.6	1.4	1.5x10 ⁻⁸	35	138b ³
NDS FE18CR J12 650°C	2.8x10 ¹⁴	5.6x10 ⁹	2x10 ⁻²	5.6	5.2	1x10 ⁻⁸	35	560b ³

Tableau 18: tableau récapitulatif des paramètres optimisés obtenus ³

Comparativement à l'ODS Fe18Cr F20, le NDS Fe18Cr J12 présente une contribution de sa précipitation k_{prec} notablement plus faible que celle des deux aciers ODS. La contrainte σ_{prec} vaut 160 MPa pour l'ODS Fe14Cr J27 à 800°C, 220 MPa pour l'ODS Fe18Cr F20 à 650°C et 31 MPa pour le NDS Fe18Cr J12 à 650°C.

Les densités et tailles de précipités étant équivalentes entre l'ODS et le NDS Fe18Cr J12, le durcissement des nano nitrure est donc plus faible que celui des nano oxydes. On peut penser que la cohérence des oxydes, visible à leur aspect facetté Figure 88(a), crée un champ de contrainte élastique important. En revanche, bien qu'ayant une relation d'orientation $[001]_{TiN} // [011]_{\alpha}$, les nitrures présents dans le NDS Fe18Cr J12 semblent incohérents, Figure 88 (b) et distordent de ce fait moins la matrice ferritique. Enfin, son volume d'activation est deux fois plus important que celui des aciers ODS à 560b³.

Le coefficient n qui détermine la sensibilité du coefficient d'annihilation k_2 à la vitesse de déformation par l'équation $k_2 = k_{20}(\dot{\epsilon}/\dot{\epsilon}_0)^{-1/n}$ est très grand, entre 20 et 35. Cela indique que sur la gamme vitesse de déformation en fluage, de 10⁻⁶ s⁻¹ à 10⁻¹¹ s⁻¹, la restauration est faiblement liée à la vitesse de déformation. Cela diffère significativement des observations faites sur le NDS Fe18Cr J12, qui présentait en traction entre 10⁻¹s⁻¹ et 10⁻⁵ s⁻¹ un coefficient n de 2.

³ Les paramètres sont ici arrondis pour des raisons de clarté, les valeurs exactes sont disponibles en Annexe

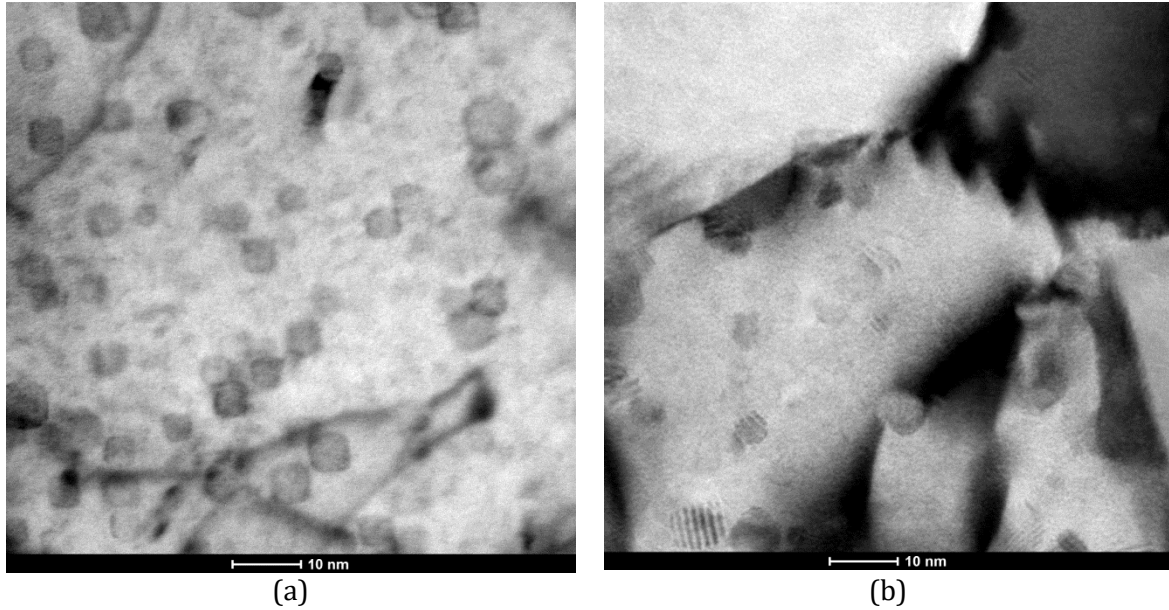


Figure 88: Image STEM BF en mode deux ondes à 1250 kX de (a) l'acier ODS Fe14Cr J27 brut (b) l'acier NDS Fe18Cr J12

Les évolutions des contraintes propres et internes sont reportés Figure 89. Grâce à la contribution des nanoprecipités, la contrainte propre est systématiquement sensiblement supérieure à la contrainte appliquée. Comme observé expérimentalement, la rupture en fluage a lieu avant que le régime secondaire soit atteint. Les simulations montrent que l'évolution des contraintes internes est proche entre les différentes nuances et que la différence de résistance vient de l'efficacité de la précipitation, à travers le coefficient k_{prec} . En outre, le caractère moins résistant du NDS Fe18Cr J12 comparé à l'ODS Fe18Cr F20 à 650°C se traduit par une contrainte propre moitié moindre.

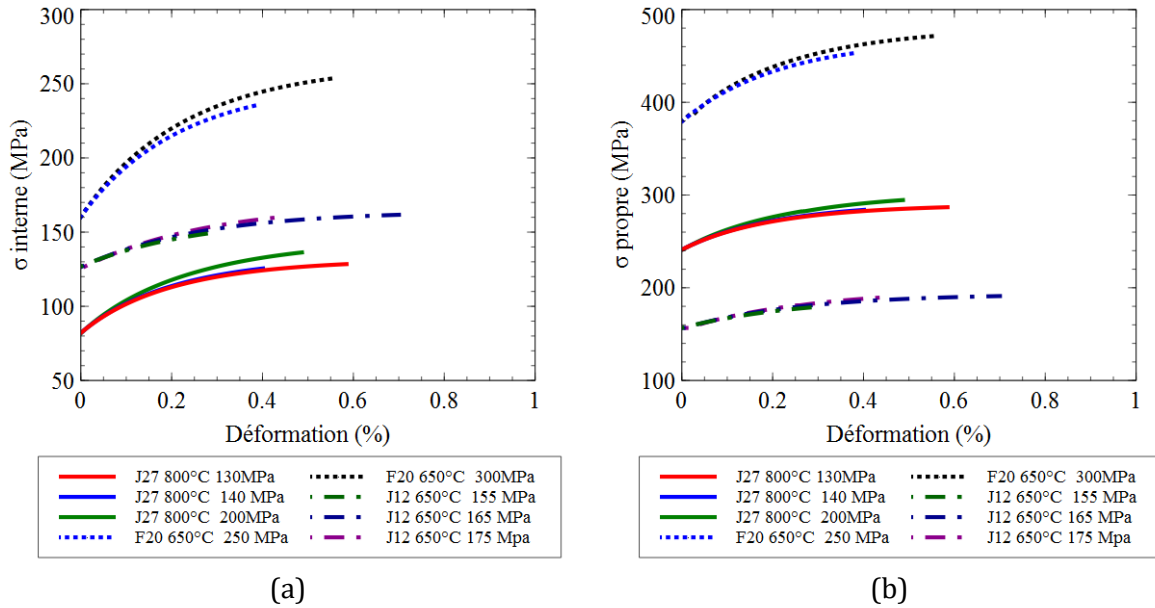


Figure 89: (a) Evolution simulées de la contrainte interne et (b) de la contrainte propre $\hat{\sigma}$ avec les paramètres optimisés présentés en Tableau 18

VITESSE SECONDAIRE SIMULEE ET LOI DE NORTON

La vitesse de déformation dans le stade secondaire peut être déterminée à l'aide du modèle développé, ainsi que le coefficient n de la loi de Norton. Les valeurs simulées pour les trois nuances étudiées sont présentés dans le Tableau 19. Les coefficients n déterminés expérimentalement avec les vitesses minimales de fluage au chapitre III sont aussi reportés dans ce tableau.

Malgré les modes de détermination différents, vitesse de secondaire pour la simulation contre vitesse de fluage minimale par la détermination expérimentale, les exposants n des lois de Norton sont proches.

Nuance	Contrainte (MPa)	Simulation KM		Expérience	
		Vitesse secondaire $\times 10^{-6} \text{ h}^{-1}$	n	Vitesse minimale $\times 10^{-6} \text{ h}^{-1}$	n
NDS FE18CR J12 650°C	175	2.7	25	58	29
	165	0.57		2	
	155	0.12		1.65	
ODS FE18CR F20 650°C	300	0.18	13	0.25	12
	250	1.5×10^{-2}		7×10^{-2}	
ODS FE14CR J27 800°C	200	51	9	100	7
	140	1.74		2.4	
	130	0.9		0.3	

Tableau 19: Fluage secondaire simulé et loi de Norton simulée

Le coefficient n est d'autant plus important que les contraintes appliquées sont proches de la contrainte interne : 25 pour le NDS Fe18Cr pour des contraintes de $1.2\sigma_{\text{interne}}$ à $1.4\sigma_{\text{interne}}$, 13 pour l'ODS Fe18Cr pour des contraintes de $1.5\sigma_{\text{interne}}$ à $1.8\sigma_{\text{interne}}$ et 9 pour l'ODS Fe14Cr pour des contraintes de $1.6\sigma_{\text{interne}}$ à $2.4\sigma_{\text{interne}}$

IV.1.4 REPRESENTATIVITE DU MODELE DE KOCKS ET MECKING

IV.1.4.1 MESURE DE DENSITE DE DISLOCATIONS

Le modèle de Kocks et Mecking se base sur l'évolution de la densité de dislocations : une mesure de la densité de dislocations peut donc confirmer la validité du modèle proposé. La densité de dislocations a été mesurée par STEM BF en prenant en compte l'épaisseur de lame mesurée par la méthode EFTEM présentée dans le chapitre II. La densité a été évaluée sur 3 grains au minimum. Les résultats sont regroupés Tableau 20.

Nuance		$\rho_{\text{mesuré TEM}}$ $\times 10^{14} \text{ m}^{-2}$	Ecart type $\times 10^{14} \text{ m}^{-2}$	$\rho_{\text{estimé seuil}}$ $\times 10^{14} \text{ m/m}^3$
ODS FE18CR F20	brut	9.1	6.8	4.5
ODS FE14CR J27	Brut	3.6	2.3	1.6
NDS FE18CR J12	Brut	8.3	3.9	2.8

Tableau 20: Tableau récapitulatif des mesures de densité de dislocations mesurées par TEM et estimées par la contrainte seuil pour le NDS Fr18Cr J12, l'ODS Fe18Cr F20 et l'ODS Fe14Cr J27

Les densités de dislocations mesurées par TEM sur les échantillons bruts sont de $8.3 \times 10^{14} \text{ m/m}^3$ pour le NDS Fe18Cr J12, de $9.1 \times 10^{14} \text{ m/m}^3$ pour l'ODS Fe18Cr F20 et de $3.6 \times 10^{14} \text{ m/m}^3$ pour l'ODS Fe14Cr J27. Ces densités moyennes sont 2 à 3 fois supérieures à celles estimées par la contrainte seuil. Plusieurs éléments pourraient conduire à surestimer la densité de dislocations mesurée : la mesure d'épaisseur par EFTEM est donnée pour une précision de 20%. D'autre part, les zones choisies pourraient ne pas être représentatives de la densité réelle de dislocations. Une autre possibilité à envisager est que le coefficient α ne vaille pas exactement 0.2 à haute température pour les aciers ODS et NDS . Il serait alors nécessaire de mesurer l'augmentation de la densité de dislocations pour plusieurs étapes d'écrouissage, ce qui n'a pas été réalisé dans le cadre de ces travaux.

L'évolution simulée de la densité de dislocations est reportée Figure 90. D'autre part les densités de dislocations ont été mesurées sur les ODS Fe14Cr J27 et Fe18Cr F20 après fluage à respectivement à 140 MPa / 800°C et 300MPa /650°C. Les mesures sont reportées Tableau 21. L'évolution simulée montre un doublement de la densité de dislocations avec la déformation. Comme le montre le Tableau 21, aucune évolution significative de la densité de dislocations n'est mesurée pour les essais, ce qui peut indiquer que l'augmentation est plus faible que l'écart type de la mesure.

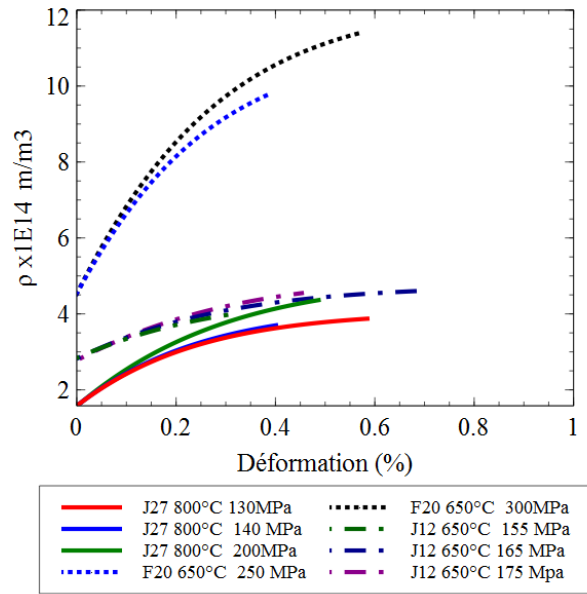


Figure 90: Evolution simulée de la densité de dislocations des aciers ODS Fe18Cr F20, du NDS Fe18Cr J12 et de l'ODS Fe14Cr J27

Nuance	Sens de prélèvement	Zone de prélèvement	Essai	$\rho_{\text{mesuré}} \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$	Ecart type $\times 10^{14} \text{ m}^{-2}$
ODS FE18CR F20	brut			9.1	6.8
	SL	Fût	300 MPa 650°C	8.3	1.6
ODS FE14CR J27	Brut			3.6	2.3
	SL	Fût	140 MPa 800°C	6.3	3.5

Tableau 21: Densité de dislocations mesurée après sollicitation en fluage

Les résultats de la simulation et les mesures de densités de dislocations ne sont donc pas contradictoires. Les données des densités de dislocations, acquises dans ces travaux et non utilisées, sont reportées en Annexe VI.6.

IV.1.4.2 SIMULATION DE LA LIMITE ELASTIQUE ET DE LA RESISTANCE MAXIMALE EN TRACTION

Le modèle de Kocks et Mecking lie la contrainte à la déformation, il n'est donc pas spécifique aux essais de fluage. Les Équations 51 et Équation 54 permettent d'obtenir la contrainte d'écoulement σ en fonction de la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$.

$$\sigma = \frac{MTk_b}{V_a} \ln\left(\frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}_0}\right) + \hat{\sigma} \quad \text{avec } \dot{\epsilon}_0 = Mv_0\rho_m b d \exp\left(-\frac{\Delta g_0}{k_b T}\right)$$

$$\hat{\sigma} = M\alpha G b \sqrt{\rho} + k_{prec} \frac{M G b}{D_{prec}} \quad \text{Équation 54}$$

$$\dot{\rho} = \frac{M\dot{\epsilon}}{b} \left(\frac{1}{N_1 D_{prec}} + \frac{1}{N_2} \sqrt{\rho} - k_{20} \left(\frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}_0}\right)^{-\frac{1}{n}} \rho \right)$$

La limite élastique $R_{p0.2}$ est simulée par la contrainte d'écoulement à 0.2% de déformation et la résistance maximale R_m , par la contrainte d'écoulement atteinte lorsqu'il y a saturation de la densité de dislocations. En utilisant les paramètres déterminées en fluage et présentés Tableau 18, $R_{p0.2}$ et R_m sont simulées en traction à $7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ à 800°C pour l'acier ODS Fe14Cr J27 et à $7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ et 650°C pour les aciers ODS Fe18Cr F20 et NDS Fe18Cr J12. Les résultats ainsi que leurs mesures expérimentales des $R_{p0.2}$ et R_m sont reportées Tableau 22.

Les paramètres ont été déterminés en fluage pour des vitesses de déformation inférieure d'une plusieurs ordres de grandeur à celles de la traction, néanmoins, les valeurs simulées sont cohérentes avec les mesures expérimentales. La limite élastique est correctement estimée pour les deux aciers ODS, et surestimée pour l'acier NDS. En revanche, le durcissement dû écrouissage surestimé d'un facteur 4.

Nuance	Température	Simulation			Expérimental	
		R _p (MPa)	R _m (MPa)	ρ _{saturation} (m/m ³)	R _p (MPa)	R _m (MPa)
ODS Fe14Cr J27	800°C	300	400	7.5x10 ¹⁴	315 ⁴	-
ODS Fe18Cr F20	650°C	440	640	2x10 ¹⁵	450	495
NDS FE18CR J12	650°C	190	270	8x10 ¹⁴	266	290

Tableau 22: Limite élastique et résistance maximale simulées et expérimentales en traction à $7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ sur les aciers ODS Fe14Cr J75, Fe18Cr F20 et NDS Fe18Cr J12.

La surestimation du durcissement peut indiquer que l'expression de l'annihilation utilisée dans le modèle ne permet pas de couvrir à la fois le fluage et la traction. En effet, elle a été déterminée empiriquement pour des aciers CFC, une étude spécifique aux CC ODS pourrait donc améliorer l'adéquation entre la simulation et l'expérience. D'autre part, la simulation ne prend pas en compte la striction, qui peut intervenir à des contraintes inférieures à la contrainte de saturation de la densité de dislocations, ni le glissement intergranulaire qui peut intervenir en traction sur les aciers ODS [90] [91] et NDS comme présenté dans la partie III.2.

⁴ R_p de l'acier ODS Fe14Cr K05, issu de la thèse de Praud [39]

IV.1.5 CONCLUSIONS DE LA SIMULATION

Un modèle de plasticité de Kocks et Mecking a été mis en œuvre pour simuler la déformation en fluage des aciers ODS Fe18Cr F20 à 650°C et ODS Fe14Cr J27 à 800°C, ainsi que l'acier NDS Fe18Cr J12 à 650°C. Ce modèle simule l'activation thermique du franchissement des précipités par les dislocations puis leur glissement.

- Le modèle de Kocks et Mecking permet une simulation de la déformation en fluage pour les essais étudiés, la densité de dislocations simulée en fin d'essai est cohérente avec les observations TEM. En revanche, le durcissement est sensiblement surestimé en traction.
- Pour les deux nuances ODS, le coefficient k_{prec} est identique. Cela signifie que les deux distributions de nano oxydes entraîne un durcissement équivalent à la même fraction de la contrainte d'Orowan. Ce coefficient est significativement plus faible pour l'acier NDS.
- Pour les ODS, la contribution des précipités à la contrainte propre est prépondérante.
- Les paramètres d'écroissage indiquent un libre parcours moyen inférieur à la taille de grains pour les aciers ODS.
- Les paramètres d'annihilation montrent un mécanisme peu sensible à la vitesse de déformation dans la gamme de vitesse de fluage.
- Les vitesses de fluage secondaire ont pu être simulées : les lois de Norton tirés de ces vitesses présentent des valeurs en accord avec celles observées en utilisant la vitesse de déformation minimale de l'essai.

Les résultats présentés sont évidemment incomplets. Néanmoins, si la simulation du comportement en fluage par ce modèle de Kocks était généralisée, les résultats pourraient indiquer des tendances concernant l'effet des paramètres d'élaboration sur la déformation en fluage. Le coefficient k_{prec} peut permettre d'estimer l'efficacité de la précipitation et une étude systématique du lien entre la gamme de mise en forme et la contrainte interne pourrait peut être dégager des tendances.

IV.2 ETUDE DE LA RUPTURE EN FLUAGE DES ACIERS ODS

IV.2.1 RUPTURE BRUTALE DES ACIERS ODS EN FLUAGE

Comme on l'a vu dans le chapitre précédent pour les aciers ODS Fe18Cr F20 à 650°C, ODS Fe14Cr J27 à 800°C et également sur le NDS Fe18Cr J12, la rupture en fluage des aciers ferritiques nanorenforcés est brutale et se produit couramment lors du stade primaire du fluage.

Dans la littérature, il est difficile de se prononcer sur le stade durant lequel se produit la rupture car l'évolution de la vitesse de déformation est rarement publiée. En revanche, de nombreuses études pointent le caractère brutal de la rupture en fluage, i.e. sans stade tertiaire [40] [113]. Il existe tout de même des exemples d'ODS présentant un stade secondaire mais sans tertiaire: Sugino et al [115] ont observé cette rupture brutale à 80 MPa et 800°C sur un ODS Fe15Cr recristallisé à 1150°C après 85% de travail à froid à une déformation à rupture de 12.5%. Sur l'alliage ainsi traité, un stade secondaire était très marqué, mais les caractéristiques étaient fortement dégradées : 10h à 120 MPa et 350h à 80 MPa, bien inférieur à l'ODS Fe14Cr J27 non recristallisé. Cela indique néanmoins que même après un traitement thermique, le caractère brutal de la rupture des ODS persiste. Une liste des causes possibles peut être établie.

PRECIPITATION D'UNE PHASE FRAGILISANTE

Une des premières causes envisagées est la précipitation d'une phase σ . Cette phase tetragonale enrichie principalement en Fe, Cr ainsi qu'en Ni et Mo précipite généralement après un maintien prolongé entre 650°C et 950°C dans les aciers contenant une teneur élevée en Cr (12-30 pd.%). L'éventuelle précipitation de cette phase est l'une des préoccupations majeure lors du vieillissement d'aciers inoxydables, austénitiques, ferritiques et austeno-ferritique. Le risque est particulièrement présent pour les teneurs supérieures à 18 pd.%. Les aciers ODS ferritiques ont une teneur en chrome comprise entre 12 pd.% et 18 pd.%, ils sont donc susceptible d'être fragilisés par la phase σ . Comme nous l'avons vu dans le Chapitre III dans la partie consacrée à la caractérisation microstructurale, l'ODS Fe18Cr F20 comme l'ODS Fe14Cr J27 après fluage à respectivement 650°C et 800°C présente des phases σ intergranulaire. Durant ses travaux de thèse, M.Praud [87] a montré que, bien que moins résistant et plus ductile, un acier ODS Fe9Cr référence J84 présentait une ductilité faible et une absence de stade tertiaire en fluage à 650°C aux basses contraintes (1.4% à 155MPa, 1% à 120MPa). Or avec 9pd.% la teneur en chrome est trop faible pour qu'il y ait précipitation de phase σ . La faible ductilité des aciers ODS et leur absence de stade tertiaire ne saurait donc pas être uniquement imputé à la précipitation de phase σ , qui peut éventuellement être un facteur aggravant.

SEGREGATIONS INTERGRANULAIRES

Des ségrégations de soufre, de phosphore ou d'oxygène aux joints de grains peuvent expliquer une fragilité intergranulaire. Selon Christien [163], l'antimoine et l'arsenic peuvent également ségréger. La présence d'oxygène dans la matrice est avérée puisque cet élément est nécessaire à la précipitation des ODS, mais il est théoriquement consommé soit par le titane et l'yttrium, soit par le chrome présent dans la matrice. De plus toutes les nuances étudiées contiennent entre 0.25 pd.% et 0.3 pd.% de manganèse, qui est utilisé pour limiter la fragilisation due au soufre en formant des MnS. Le phosphore entraîne également une diminution de la cohésion entre les grains. Néanmoins, l'intervalle de température critique pour les ségrégations de métalloïdes tels que le soufre ou le phosphore se situe entre 400°C et 600°C, selon Christien [163] et concerne en priorité les aciers faiblement alliés, selon Nikolaeva et al. [164]. Toutefois, l'effet d'une ségrégation de quelques ppm peut avoir un effet très important.

FRAGILISATION PAR L'HYDROGENE

La présence d'hydrogène peut être très néfaste pour les propriétés mécaniques des aciers, pouvant causer la formation de bulles et de fissures [165]. Le NDS Fe18Cr J12 a été élaboré à partir de TiH₂ et l'ODS Fe14Cr J27 a été cobroyées sous atmosphère hydrogène : ces deux nuances sont donc susceptibles de contenir de l'hydrogène. En revanche, l'ODS Fe18Cr F20 n'a jamais été en contact avec de l'hydrogène pendant son élaboration et il présente tout de même une rupture brutale en fluage. Cette cause semble donc moins probable.

FORMATION DE CAVITES CONTINUE AU COURS DE L'ESSAI

Des cavités se forment lors du fluage des aciers ODS et peuvent être observées sur les images SEM. Il est évident que la rupture a été causé par l'endommagement, il s'agit donc plutôt de savoir si les cavités que l'on observe sur les coupes longitudinales dans la zone utile des éprouvettes sont celles qui ont mené à la rupture. L'endommagement associé au développement peut se diviser en trois étapes : la germination de cavité, leur croissance, étape où chaque cavité croît indépendamment des autres, et leur coalescence lorsque les cavités sont suffisamment proches pour interagir les unes avec les autres. Si c'est l'endommagement qui est directement responsable de la rupture très rapide, cela indique que la cinétique de croissance ou de coalescence est également très rapide. Pour ce qui est de la croissance, aux températures des essais, la croissance par diffusion semble moins probable que la croissance par plasticité.

FRAGILISATION PAR ECROUISSAGE DES ODS

La sensibilité des ODS à la vitesse de déformation est souvent citée, particulièrement en fluage après application de la loi de Norton [166]. La sensibilité des aciers ODS à la vitesse de déformation est également observée en traction. Praud et al. [87] a montré l'évolution de

l'élongation à rupture en traction monotone à 650°C d'ODS Fe14Cr J05 respectivement à $7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ et 10^{-5} s^{-1} et celle de Steckmeyer [89] qui y ajoute 10^{-3} s^{-1} et 10^{-4} s^{-1} . L'évolution de l'élongation est claire : à cette température, elle passe de 20% à 10^{-3} s^{-1} à moins de 5% à 10^{-5} s^{-1} . En revanche à température ambiante et à 400°C la vitesse de déformation n'a pas d'impact sur l'allongement à rupture. Comme pour le NDS Fe18Cr J12, une hypothèse peut être avancée : la forte diminution de la ductilité lorsque la vitesse de déformation diminue peut être dû un endommagement intergranulaire, qui ne se produit qu'après R_m en traction et après une certaine déformation en fluage.

L'origine de la formation des cavités intergranulaire peut être la décohésion des grains ou la diffusion de lacunes aux joints de grains. En effet Schneibel et al. [135] ont montré qu'un recuit de 30h à 1000°C permet la formation de porosités microniques intergranulaires sur l'alliage ODS Fe14Cr 14YWT. Toujours selon Schneibel, c'est l'étape de cobroyage qui entraîne cette instabilité de la microstructure, car les nuances non cobroyées n'y étaient pas soumises. Ces cavités se forment par diffusion, signe qu'à haute température les joints de grains sont le siège d'une diffusion de lacunes. Une fois les cavités intergranulaires formées, le faible écrouissage observé aux basses vitesses de déformation empêche l'homogénéisation de la déformation : le phénomène reste donc très localisé dans la section d'éprouvette où il a débuté. Cela explique la partie plate des faciès de rupture. La décohésion se poursuit dans la direction radiale jusqu'à ce que la section efficace soit suffisamment faible pour que la vitesse de déformation locale augmente significativement. Les mécanismes de plasticité classiques s'activent sur la section restante : c'est la partie à 45° du faciès de rupture. Cette décohésion peut être initiée par une rayure d'usinage ou par une cavité. Ce phénomène est d'autant plus marqué que la vitesse de déformation, donc l'écrouissage, est faible, ce qui explique la brutalité de la rupture en fluage.

Pour mieux caractériser le mécanisme responsable de la rupture, une première approche est de vérifier s'il est possible de le retarder par un traitement thermomécanique. En effet l'endommagement, défini comme la création de surfaces libres, est irréversible : une fois formée et sans traitement mécanique ou chimique, les cavités ne se referment pas. De même, il faut atteindre une température de dissolution pour éliminer les phases vieilles, comme la phase σ , une fois qu'elles sont formées. En revanche, les contraintes internes dues aux hétérogénéités de déformation peuvent être restaurées. Deux traitements sont retenus : un essai de fluage interrompu et un essai de fluage après vieillissement.

IV.2.2 ESSAI DE FLUAGE INTERROMPU

Un essai de fluage à 800°C et 140 MPa interrompu a été mis en place : il consiste en une alternance de phases de fluage, lors desquels le matériau s'endommage et vieillit, et des phases de recuit de restauration qui permettent de régénérer en partie le matériau. Lors de son élaboration, l'ODS Fe14Cr J27 est traité à 1050°C pendant une heure après filage. L'objectif de ce recuit est de parvenir à annihiler des dislocations et donc de réduire les contraintes internes, mais sans modifier l'état de la précipitation nanométrique et la taille de grain. Un recuit n'aura en outre aucun impact sur l'endommagement. Idéalement, une température permettant également de ne pas dissoudre les phases fragilisantes aurait été idéale. Un traitement à 800°C

pendant 500h a été initialement choisi, mais l'absence de stade primaire marqué indique que le traitement de restauration est inefficace. Un traitement à 1050°C pendant 1h est finalement retenu. A cette température, les phases σ sont en limite de dissolution, mais la stabilité des nano précipités est théoriquement assurée et aucune recristallisation n'est observée.

Les résultats cumulés sont présentés en Figure 91.

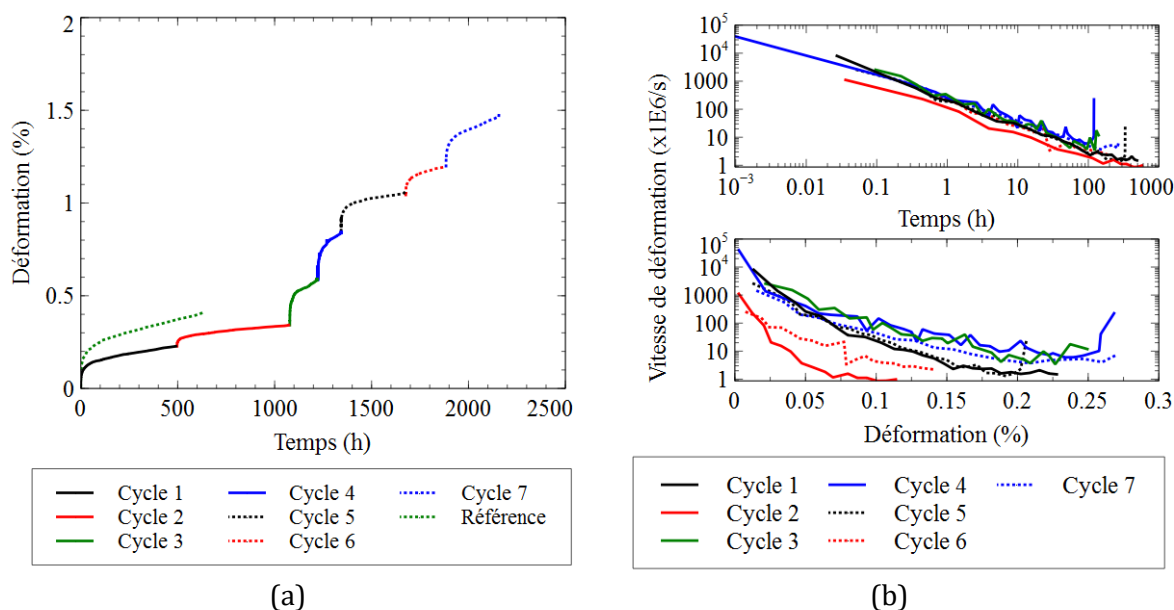


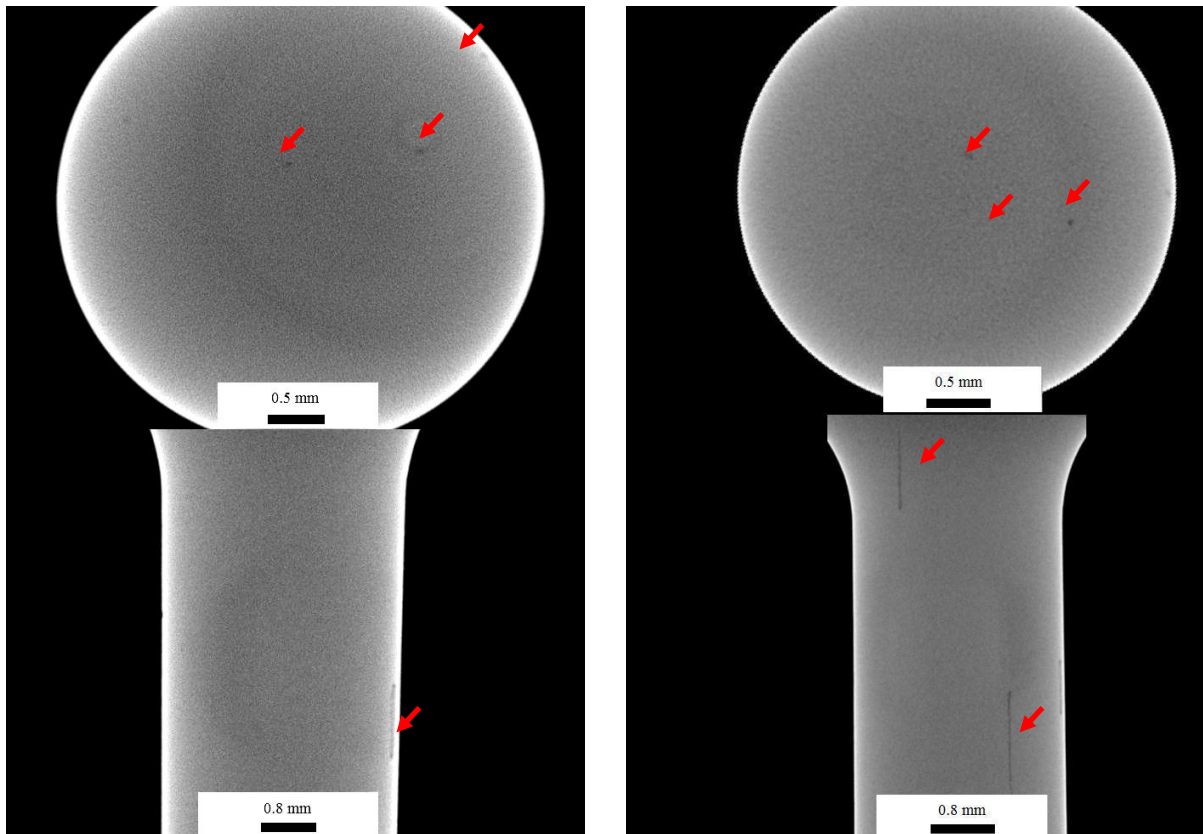
Figure 91: (a) Courbes de fluages cumulées et (b) vitesse de déformation en fonction du temps et de la déformation de l'ODS Fe14Cr J27 à 140MPa et 800°C. L'essai référence a été réalisé à 140 MPa et 800°C.

Devant les faibles déformations mesurées, un suivi de la métrologie des essais a été effectué par J. CALAPEZ. Comparativement à l'essai de fluage à 140MPa et 800°C ayant servi à la simulation par le modèle de Kocks et Mecking qui a rompu à 0.42% et 625h, les cycles de restauration permettent d'atteindre une déformation cumulée légèrement supérieure à 1.5% et un temps à rupture supérieur à 2100h. En ce qui concerne l'amélioration du temps à rupture, il convient d'être prudent car la dispersion observée est souvent importante. En revanche, l'augmentation de la déformation à rupture est significative car aucun essai de fluage à faible contrainte sur l'ODS Fe14Cr J27 n'a atteint une telle déformation cumulée. Cela conforte le scénario de fragilisation par l'écrouissage : tant que la déformation durant l'essai de fluage en cours n'atteint pas une valeur critique, le mécanisme de rupture n'est pas activé. Toutefois, à 1050°C, la phase σ est en limite de solubilité : un essai de fluage après vieillissement permet de déterminer si cette phase a un rôle dans la rupture brutale.

Un suivi de l'endommagement a été réalisé par tomographie X avec l'aide de P. Revirand (CEA Grenoble) après le cycle 2 et le cycle 6 et les reconstructions sont présentés Figure 92, en coupe transverse et en coupe longitudinale. La résolution de la tomographie X en laboratoire est

de l'ordre de la centaine de micron : seules les plus grosses cavités seront détectables. Les cavités allongées dans la direction de filage sont clairement visibles en gris foncé et signalées par des flèches rouges. Une cavité millimétrique non débouchante s'est formée à moins de 100 μ m de la surface après le deuxième cycle. Comme observé sur le NDS Fe18Cr J12 lors de l'essai de fluage interrompu, l'apparition de ces cavités se produit donc rapidement au cours de l'essai. Après plus de 1% de déformation au cycle 6, leur nombre ne semble pas avoir augmenté significativement et celle déjà existantes ont essentiellement grossi dans la direction de filage et de fluage.

Avant la dernière mise en charge, les cavités allongées étaient plus nombreuses qu'après la rupture sur un essai classique : si cet endommagement avait été responsable de la rupture, une densité ou une taille critique de cavité aurait entraîné la rupture avant d'atteindre cet état. L'endommagement continu au cours de l'essai de fluage responsable de la formation des cavités allongées dans la direction de filage ne semble pas responsable de la rupture brutale. En outre, aucune fissure radiale n'est observée en tomographie malgré la présence de rayures d'usinage en surface.



Après cycle 2

Après Cycle 6

Figure 92: Tomographies X après les cycles 2 et 6 réalisées par P. Revirand

Comme le montre la Figure 93, le faciès de rupture présente une surface plate et une partie inclinée. Il ne diffère donc pas de celui d'un essai classique. Une rayure d'usinage, repérée par les

flèches rouges en Figure 93, décrit le contour de l'éprouvette au niveau de la surface plate : c'est cette rayure qui semble avoir initiée la rupture. Les tomographies X effectuées dans cette zone aux cycles 2 et 6 n'avaient pas révélé de fissure antérieure.



Figure 93: Photographie de la surface de rupture et rayure (flèches rouges)

Les observations SEM montrent une microstructure proche des autres états après fluage. Aucune modification de la texture ni de la taille de grain n'est discernable par EBSD. Cela conforte l'hypothèse de la stabilité de la microstructure et du fluage dislocationnel.

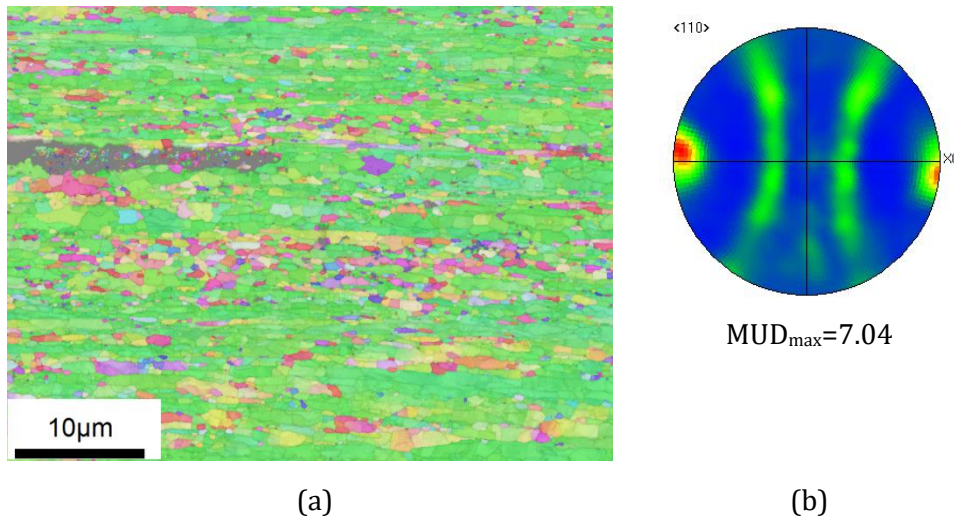


Figure 94: (a) Cartographie EBSD (code couleur IPF X) (b) figure de pole du ODS Fe14Cr J27 après essais interrompu à 140 MPa et 800°C

Cet essai indique que l'endommagement observé en SEM, de type germination de cavité puis grossissement et coalescence durant tout l'essai, ne peut pas causer la rupture brutale. De plus, aucune fissure depuis la surface n'est observée avant la rupture. Tant qu'une valeur critique de la déformation n'est pas atteinte, le mécanisme de rupture n'est pas activé. Une fragilisation par précipitation de phase σ ou une germination très rapide et localisée de fissures intergranulaires dues au faible écrouissage peuvent encore expliquer la rupture brutale, combinée à la faible ténacité des aciers ODS.

Une voie d'amélioration de cette expérience serait de laisser l'essai fluer plus longtemps à chaque cycle, typiquement 75% du temps à rupture observé. Par manque de temps, il n'a pas été possible de réaliser une telle expérience durant ces travaux.

IV.2.3 FLUAGE APRES VIEILLISSEMENT A 800°C

L'essai de fluage interrompu a montré que la cause de rupture brutale pouvait être restaurée par un recuit d'une heure à 1050°C. La température de restauration de 1050°C a permis de restaurer le J27, mais également de dissoudre d'éventuelles phases σ .

Un traitement de vieillissement de 300h à 800°C a été appliqué à une éprouvette d'ODS Fe14Cr J27. Après ce traitement, si la phase σ est responsable de la rupture brutale, la durée de vie de l'éprouvette sera significativement diminuée par rapport à l'essai de référence.

L'éprouvette traitée a ensuite été soumise à un essai de fluage à 140 MPa et 800°C dont la courbe temps-déformation est reportée Figure 95. En ce qui concerne la déformation, le J27 se comporte de la même manière que le J27 brut. Aucune rupture prématurée après vieillissement n'est observée.

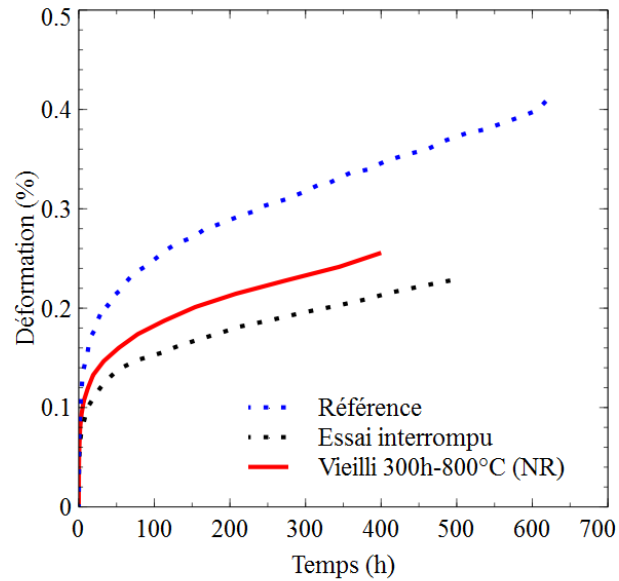


Figure 95: Courbes de fluage à 140 MPa et 800°C de l'état de référence jusqu'à rupture, de l'état de référence interrompu à 500h et de l'état vieilli 300h à 800°C (éprouvette Non Rompue NR).

L'essai de fluage après vieillissement indique que la phase σ n'est pas la cause directe de la rupture brutale en fluage. On ne peut exclure en revanche quelle soit un facteur aggravant du mécanisme de rupture, qui pourrait expliquer la différence de ductilité en fluage entre les aciers ODS martensitiques et les ODS ferritiques, outre les différences de texture et de taille de grains.

Une voie d'amélioration de cette expérience serait de faire varier à température et la durée de recuit pour favoriser la précipitation de phase σ .

IV.2.4 SUR LA RUPTURE EN FLUAGE DES ACIERS ODS FERRITIQUES

Après avoir dressé une liste des causes possibles de rupture brutale en fluage des aciers, un essai de fluage interrompu et un essai de fluage après vieillissement ont permis de mieux caractériser les causes de la rupture. L'essai de fluage cyclé a permis d'exclure un endommagement continu (germination et croissance). Le fluage après un vieillissement de 300h à 800°C, destiné à faire précipiter une éventuelle phase σ , ne montre pas de différence avec l'état non vieilli.

Outre la possibilité de ségrégation, une cause restante est la diminution de la ductilité avec la vitesse de déformation, en prolongation du comportement en traction. Ce phénomène peut être amplifié par la présence de phases ou de ségrégations intergranulaires, mais la cause première n'est pas liée au spécifiquement au fluage, mais à la vitesse de déformation. Le scénario est le

suisant : la déformation entraîne la création d'une contrainte due aux hétérogénéités de déformation entre les grains. Passé une certaine déformation critique, cette contrainte est suffisante pour qu'un endommagement intergranulaire se développe. L'origine de ces cavités peut être attribuée à une inhibition du mécanisme d'accommodation des hétérogénéités de déformation si ce mécanisme nécessite une contrainte seuil pour être activé. Les cavités s'ouvrent par décohésion de l'interface, facilitée par la faible ténacité des aciers ODS. Une autre explication peut être une diffusion de lacune aux joints de grains favorisée par la contrainte appliquée et éventuellement par les hétérogénéités de déformation intergranulaires, car Schneibel et al. [135] ont montré que les joints de grains pouvaient être des chemins privilégiés pour la diffusion de lacunes. Un point important est que ce phénomène reste très localisé puisqu'on n'observe rarement des cavités radiales en dehors de la zone de rupture. Aux faibles vitesses de déformation, l'écroutissage faible ne permet pas d'homogénéiser la déformation : le mécanisme s'active, il reste extrêmement localisé et se propage dans la direction radiale. Lorsque la section est suffisamment faible, la vitesse est suffisante pour que les mécanismes de plasticité classique s'activent. Les observations faites durant les essais de traction à différentes vitesses de déformation réalisés sur le NDS Fe18Cr J12, les observations SEM présentés au chapitre III et l'essai interrompu sont cohérentes avec ce scénario.

Ces travaux n'ont pas permis de déterminer l'origine exacte de l'endommagement intergranulaire observé à basse vitesse, ni de confirmer avec certitude le scénario de rupture. Seule la répétition des essais de fluage et des essais de fluage interrompu pourrait donner une statistique suffisante pour se prononcer. Dans le cadre de ce scénario, la cohésion des grains joue un rôle crucial : des traitements thermiques de recristallisation pour des ODS ferritiques ou d'austénitisation et trempe pour les aciers ferrito-martensitiques pourraient permettre de séparer les joints de grains des précipités intergranulaires observés dans les aciers bruts de mise en forme.

L'essai de fluage interrompu a mis en lumière que le critère dimensionnant pour la rupture en fluage est la déformation de l'essai de fluage en cours, et non l'historique thermomécanique du matériau. Un critère de rupture pourrait donc être une déformation critique : vu la dispersion sur les durées de vie, seule une étude regroupant de nombreux essais à la même contrainte peut permettre de déterminer une déformation moyenne à rupture. La déformation critique $\varepsilon_{\text{critique}}$ serait donc la déformation moyenne $\varepsilon_{\text{rupture}}$ pondérée par un facteur de sécurité k à ne pas dépasser en service.

$$\varepsilon_{\text{critique}} = k\varepsilon_{\text{rupture}} \quad \text{Équation 55}$$

La contrainte interne atteinte avant la rupture peut également être une aide au dimensionnement dans cette approche et cette contrainte a été simulée par le modèle de Kocks et Mecking. Le ratio $\sigma_{\text{appliqué}}/\sigma_{\text{interne}}$ atteint à la rupture par les aciers ODS Fe14Cr J27, ODS Fe18Cr F20 et NDS Fe18Cr J12 est présenté en Tableau 23 .

Si les résultats sont soumis à condition car issu d'une simulation imparfaite de la déformation, Figure 87, une tendance ressort du calcul de $\sigma_{\text{appliqué}}/\sigma_{\text{interne}}$: toutes les ruptures à basse contrainte ont lieu à des ratios supérieurs à 85%. Un critère de dimensionnement

empirique des aciers nanorenforcés en fluage pourrait être de maintenir ce ratio sous les 85%, à un facteur de sécurité près.

Nuance	Température	Contrainte	$\sigma_{\text{appliqué}}/\sigma_{\text{interne}}$
ODS Fe14Cr J27	800°C	200 MPa	68%
		140 MPa	89%
		130 MPa	98%
ODS Fe18Cr F20	650°C	300 MPa	84%
		250 MPa	94%
NDS Fe18Cr J12	650°C	175 MPa	91%
		165 MPa	98%
		155 MPa	97%

Tableau 23: Tableau récapitulatif des contraintes internes à rupture obtenues par le modèle de Kocks et Mecking en fonction de la contrainte appliquée pour les aciers ODS Fe14Cr J27, ODS Fe18Cr F20 et NDS Fe18Cr J12

IV.3 CONCLUSIONS DU CHAPITRE

L'objectif de ce chapitre était d'étudier la réponse en fluage des aciers nanorenforcés, d'un part en simulant leur comportement en fluage puis d'investiguer les causes de rupture.

- Le modèle de Kocks et Mecking a été adapté pour simuler l'activation thermique du glissement des dislocations après ancrage au niveau des précipités. La contribution des précipités est considérée comme une énergie supplémentaire à franchir thermiquement.
- Le modèle de Kocks et Mecking permet de simuler de la déformation en fluage pour les essais étudiés, la densité de dislocations simulée en fin d'essai est cohérente avec les observations TEM. En revanche, la limite élastique des aciers ODS est bien simulée en traction.
- L'efficacité de la précipitation nanométrique est déterminée à travers le coefficient k_{prec} . Le renfort oxyde dans les aciers ODS Fe14Cr J27 et Fe18Cr F20 semble plus efficace que le renfort nitrure présent dans l'acier NDS Fe18Cr J12.
- Pour les ODS, la contribution des précipités à la contrainte propre est prépondérante. Les paramètres d'annihilation montrent un mécanisme peu sensible à la vitesse de déformation dans la gamme de vitesse de fluage.
- Les paramètres d'écrouissage indiquent un libre parcours moyen inférieur à la taille de grains pour les aciers ODS et NDS.
- Les vitesses de fluage secondaire ont pu être simulées : les lois de Norton tirées de ces vitesses simulées sont proches de celles observées en utilisant la vitesse de déformation minimale de l'essai.

Une amélioration de la simulation peut être obtenue en réalisant des mesures expérimentales de la contrainte interne par des essais à saut de contrainte, et une étude de l'annihilation spécifique aux aciers nano renforcés.

Les investigations sur les causes de la rupture brutale en fluage ont abouti aux conclusions suivantes :

- Sur l'acier ODS Fe14Cr J27, un essai de fluage à 140 MPa et 800°C alterné avec des recuits d'une heure à 1050°C a permis d'atteindre une déformation cumulée de 1.5%, quand l'éprouvette de fluage de référence ne s'est déformé que de 0.5%. Cet essai montre que tant qu'une déformation critique n'est pas atteinte au cours d'un essai de fluage, le mécanisme de rupture brutal ne s'active pas.
- Entre les cycles 2 et 6 de l'essai de fluage interrompu, des tomographies X ont été acquises. Elles ont révélé la présence précoce des cavités millimétriques allongées dans la direction de filage dès le 2^e cycle, mais aucun autre type d'endommagement n'a pu être relevé, particulièrement de fissures. Ces acquisitions indiquent donc que ce type d'endommagement ne joue pas de rôle direct dans la rupture brutale en fluage.
- L'état vieilli 300h à 800°C se comporte en fluage à 140MPa de la même manière que l'état brut : une précipitation de phase σ semble donc à exclure comme cause de rupture brutale.
- Un scénario expliquant la rupture brutale en fluage des aciers nano renforcés est proposé : aux faibles vitesses de déformation, un endommagement intergranulaire se développe après une déformation critique d'environ 0.5% à 1%. Le faible écrouissage dans la gamme de vitesse de fluage empêche la déformation de s'homogénéiser. Le phénomène reste donc localisé dans la zone où il a débuté et se propage tant que la section est suffisante pour assurer une vitesse de déformation faible. L'origine de l'endommagement intergranulaire peut être une décohésion ou la diffusion de lacune

CHAPITRE V. : VERS DES NUANCES OPTIMISEES

TABLE DES MATIERES

CHAPITRE V. :	VERS DES NUANCES OPTIMISEES	173
V.1	Conception d'une nouvelle nuance ODS/NDS martensitique	175
	<i>V.1.1 Concepts retenus pour la formulation des nuances.....</i>	<i>175</i>
	<i>V.1.2 Elaboration de poudres par Gas Atom Reaction Synthesis (GARS).....</i>	<i>175</i>
	<i>V.1.3 Optimisation des compositions chimiques.....</i>	<i>179</i>
	<i>V.1.3.1 Matrice.....</i>	<i>179</i>
	<i>V.1.3.2 Diagramme d'équilibre de la matrice martensitique</i>	<i>181</i>
	<i>V.1.3.3 Détermination des teneurs en renforts</i>	<i>182</i>
V.2	Elaboration et caractérisation microstructurale des nuances	183
	<i>V.2.1 Poudres brutes.....</i>	<i>183</i>
	<i>V.2.2 Matériaux après compaction à chaud</i>	<i>186</i>
	<i>V.2.3 Discussion sur l'élaboration de nuances ODS par GARS</i>	<i>190</i>
V.3	Caractérisation mécanique des ODS martensitique Fe11Cr GARS20 et L68.....	191
	<i>V.3.1 Traction à vitesse imposée.....</i>	<i>191</i>
	<i>V.3.2 Evaluation du comportement en fluage.....</i>	<i>192</i>
V.4	Conclusions.....	195

V.1 CONCEPTION D'UNE NOUVELLE NUANCE ODS/NDS MARTENSITIQUE

V.1.1 CONCEPTS RETENUS POUR LA FORMULATION DES NUANCES

Comme l'ont montré les résultats présentés chapitres III et IV, les nuances ferritiques à fort chrome ont une très bonne durée de vie et une faible déformation à rupture en fluage. Cette rupture se produit dans le stade primaire et un vieillissement microstructural avec une précipitation de phase σ est observé. L'absence de transformation de phase ainsi que la grande résistance des aciers nanorenforcés à la restauration compliquent leur mise en forme. Des nuances martensitiques ODS à 9 pd.% Cr ont été produites au CEA [47] [34] et au Japon [46] [45] [19]. Leur principal avantage est leur facilité de mise en forme : ces aciers sont travaillés en phase ferritique puis restaurés par une austénitisation entre les étapes de la gamme. Ces nuances peuvent être trempées bien que la présence de la précipitation augmente significativement la vitesse critique de trempe, comme l'ont montré Abe et al. [46]. Ces nuances martensitiques ont des temps à rupture souvent moindre que les nuances ferritiques en sens long, mais leur microstructure isotrope [39] conduit une meilleure homogénéité des caractéristiques mécaniques entre le sens long et le sens travers.

Une nuance martensitique ODS avec un taux de chrome supérieur à 11pd.% représente un bon compromis entre fabricabilité, résistance à la corrosion et résistance mécanique une fois trempé. Cette nuance devra faire preuve d'une bonne résistance sous irradiation en fonctionnement nominal dans le domaine martensitique et en fonctionnement accidentel dans le domaine austénitique. En effet, si l'austénite est plus résistante mécaniquement que la martensite et devrait donc pouvoir résister aux contraintes, elle est également plus sensible au gonflement sous irradiation ce qui pourrait être pénalisant.

Les objectifs de la formulation de cette nuance fondée sur des simulations thermocinétiques du logiciel MatCalc, sont donc les suivants :

- conserver la transformation de phase totale et des températures de transition suffisamment hautes entre les domaines $\alpha \rightarrow \gamma$ pour éviter tout risque d'austénitisation en fonctionnement nominal. Une température de 800°C est visée.
- assurer une température suffisamment haute entre les domaines $\gamma \rightarrow \delta$ (~1200°C), de façon à prévenir la formation de ferrite δ pendant les étapes d'homogénéisation.
- assurer une teneur en chrome élevée, 11 pd.%Cr pour la tenue en corrosion tout en évitant la formation de phase σ .

D'autre part, plus généralement, le but est de produire de manière reproductible un acier qui peut être dimensionné aisément, c'est-à-dire présentant une dispersion sur les durées de vie et les allongements comparables aux aciers résistants au fluage déjà produits.

V.1.2 ELABORATION DE POUDRES PAR GAS ATOM REACTION SYNTHESIS (GARS)

La voie classique de production de poudre pour ODS est le cobroyage, comme présenté dans le Chapitre I. En contrepartie de la possibilité de produire des phases hors équilibre et des

solutions solides à froid, cette méthode présente des limitations : fonctionnement par batch, risque de contamination chimique et nécessité de travailler sous atmosphère contrôlée. De plus, l'étape de cobroyage entraîne une contamination par le matériau du tambour et des boulets de broyage.

Une technique d'atomisation par gaz réactif, ou GARS pour Gas Atom Reaction Synthesis, a été développée par AMES Laboratory et vise à s'affranchir des difficultés liées à l'étape de cobroyage. Le procédé d'atomisation mis en place par AMES LABORATORY [31] [32] utilise un mélange (Ar-O₂) comme gaz d'atomisation pour oxyder la surface des gouttelettes pendant l'atomisation et la solidification, Figure 96.

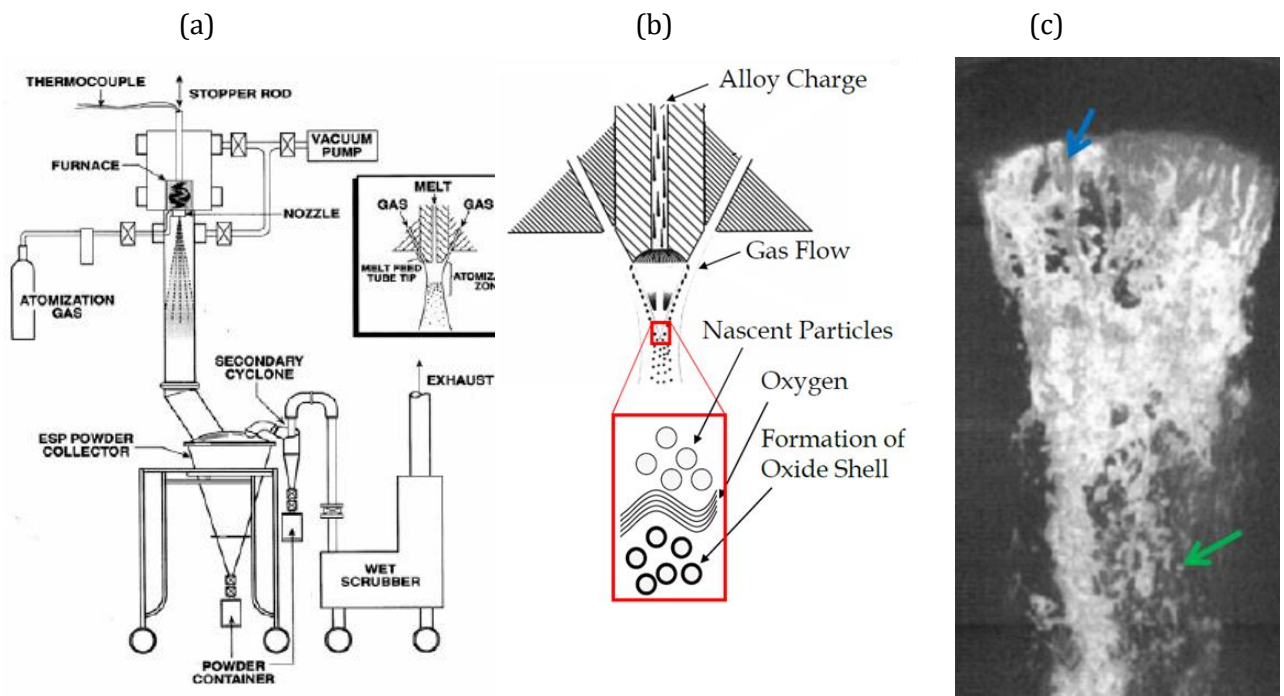


Figure 96: Schéma de l'atomiseur au gaz haute pression avec un agrandissement de la zone de réaction (a), représentation de la buse d'atomisation et de la zone d'oxydation (b) et image haute vitesse du jet de métal atomisé cisailé par un gaz (flèche bleue) pour former des gouttelettes qui sont ensuite oxydées (flèche verte)

Le procédé est très similaire à une atomisation classique, qui permet d'obtenir les poudres de base des ODS qui sont ensuite cobroyées : dans le cas du GARS, on introduit directement tous les éléments d'addition, dont l'yttrium et le titane, dans le bain d'atomisation sous vide puis le métal fondu est ensuite éjecté par une buse. Il est alors cisailé par le mélange gazeux (Ar-O₂) et les gouttelettes s'oxydent superficiellement au contact de l'oxygène.

L'objectif est de produire une couche superficielle d'oxyde de chrome: lors de l'étape de consolidation à 1200°C, la couche d'oxyde de chrome se dissout ce qui permet à l'oxygène piégé de diffuser dans les grains. Parallèlement, les teneurs en titane et yttrium ont été initialement choisies de façon à limiter la formation d'intermétalliques, ces deux éléments se trouvent donc théoriquement en solution solide dans les grains de poudre brut de solidification. Une précipitation homogène est alors attendue.

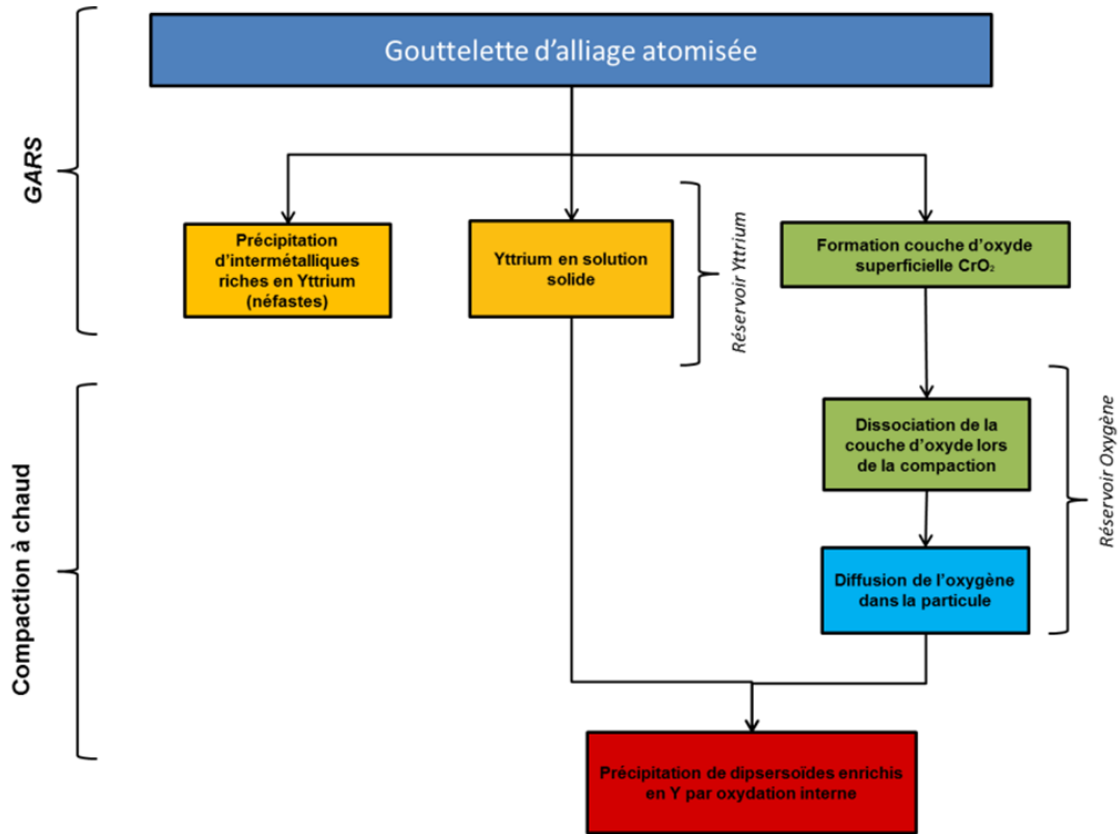


Figure 97: Schéma explicatif de la précipitation du renfort dans les ODS pendant la consolidation de poudres GARS, d'après les travaux de Anderson, Rieken et Kramer [32]

Le point crucial de cette technique est donc l'obtention d'une couche d'oxyde de chrome en surface. Or thermodynamiquement, l'yttrium a une plus grande affinité avec l'oxygène et aura donc tendance à précipiter en premier. Néanmoins, Anderson et al. [31] [32], ont remarqué expérimentalement que l'ajout de titane selon un ratio Ti/Y de 2.5 ou de hafnium selon un rapport Hf/Y de 0.6 semblait limiter la précipitation d'oxyde d'yttrium en surface. Plusieurs atomisations ont déjà été réalisées par AMES Laboratory en vue d'obtenir des ODS dont la nuance CR-156Y-Hf (Fe 15.84Cr 0.11Hf 0.18Y at.%). Anderson et al. (4, 5) ont déterminé les profils de composition chimique dans les particules solidifiées par Spectroscopie des électrons Auger (Figure 98). En plus de l'oxygène à l'intérieur des grains de poudre, ils ont noté la formation en périphérie d'une couche de chrome et ont déterminé que son épaisseur était dépendante de la taille de la particule solidifiée. La composition finale est mieux maîtrisée sur les petites particules, inférieures à 5 μm avec une couche d'oxyde de seulement 9 nm. Les spectres Auger montrent tout de même une augmentation de la concentration en hafnium et de celle d'yttrium en surface des grains de poudre de 5 μm . Dans le cadre de cette étude, il n'est pas possible d'utiliser de hafnium dans des matériaux de gaine pour réacteurs à neutrons rapide car il s'agit d'un poison neutronique.

Toutes les atomisations publiées par AMES Laboratory ne contenant que de l'yttrium et du titane, représentatives des nuances envisagées dans cette étude, présentent une couche d'oxyde de chrome et de titane. L'objectif est d'évaluer les caractéristiques mécaniques de telles poudres après compaction directe.

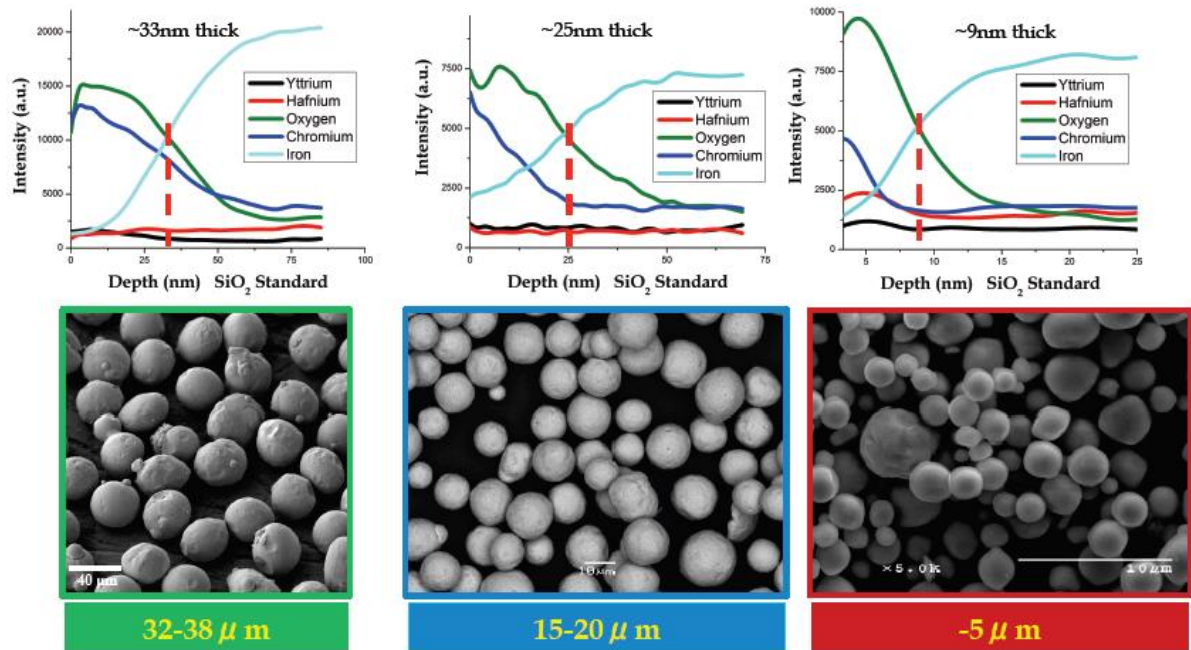


Figure 98: Evolution de la composition chimique dans un grain solidifié en fonction de son diamètre déterminée par AES (Atomic Emission Spectroscopy intensité référence SiO_2). Nuance CR-156Y-Hf: Fe 15.84Cr 0.11Hf 0.18Y at.%. [31]

Ames Laboratory a également réalisé des compactions de ces poudres Chimiquement, la configuration lors de la consolidation est donc identique à celle que l'on trouve en passant par la voie du cobroyage avec la précipitation fine d'oxydes (Y, Ti, O). La Figure 97 résume le mécanisme de précipitation lors de la compaction de poudres obtenues par GARS.

Les avantages de cette méthode sont sa bonne productivité (de 10 à 100kg/min) et la possibilité de sélectionner la microstructure finale de l'ODS grâce à la granulométrie des grains de poudre utilisés.

Les poudres martensitiques étudiées dans la suite de ce chapitre sont produites par GARS :

- L'homogénéité des poudres produites en yttrium et titane sera à évaluer, ainsi que la composition de la couche d'oxyde superficielle.
- Au vu des résultats présentés par AMES Laboratory, une compaction directe semble envisageable, au moins pour les granulométries les plus faibles, qui ont les compositions chimiques les plus proches des spécifications.
- Une partie des poudres produites sera broyée par attriteur de façon à pouvoir comparer cette formulation par rapport aux autres nuances cobroyées.

V.1.3 OPTIMISATION DES COMPOSITIONS CHIMIQUES

V.1.3.1 MATRICE

Le but recherché en fixant les éléments d'addition dans la matrice martensitique est triple :

- chercher une composition chimique qui permette d'obtenir une matrice à « fort chrome »,
- obtenir une matrice qui permettra d'avoir de bonnes résistances mécaniques, notamment en fluage,
- garantir une austénitisation complète du matériau à 800°C pour obtenir un matériau 100% martensitique. On peut noter que les équipes de l'agence japonaise de l'énergie atomique (Japan Atomic Energy Agency, JAEA) adoptent une autre démarche puisqu'elles cherchent à obtenir une matrice biphasée contenant de la ferrite δ qui durcit la matrice [109]. La ferrite δ se forme à haute température et présente donc une sursaturation en carbone par rapport à la ferrite α qui se forme autour de 800°C sur ces aciers. Cette option n'est pas retenue au CEA pour l'instant dans la mesure où elle pourrait poser des problèmes de stabilité de la microstructure sous irradiation. De plus, la ferrite δ est plus sensible à la formation de phase σ , du moins dans les aciers duplex [167].

Le choix des différents éléments d'alliages s'appuie sur leur utilité vis-à-vis du cahier des charges pour les matériaux de gainage et sur les calculs thermocinétiques MatCalc présentés ci-après.

LE CARBONE

Le carbone, fortement γ -gène, doit être présent pour assurer un domaine 100 % γ à haute température sans favoriser la formation de carbures avec des éléments d'alliage. Cependant Abe [168] [169] a montré que dans les alliages martensitiques, les meilleures résistances en fluage

en termes de temps à rupture sont obtenues pour les teneurs en carbone les plus faibles, inférieures à 0.05pd.%C. Dans le cas des ODS, la dispersion nanométrique de précipités constitue déjà un durcissement stable. Trop diminuer la teneur en carbone risque de conduire à une nuance biphasée. Une concentration de 0.1pd.% a donc été retenue ce qui permettra aussi de comparer les comportements avec les précédentes nuances ODS.

LE CHROME

Le chrome permet d'assurer la résistance à la corrosion et à l'oxydation à chaud de la nuance. D'après les calculs, il semble possible de concevoir une nuance avec 12 pd.% de Cr. La teneur de 11 pd.% a cependant été privilégiée dans un premier temps pour conserver des marges de sécurité par rapport aux équilibres de phase.

LE MANGANESE ET LE NICKEL

Comme la teneur en chrome a été augmentée, on introduit du manganèse et du nickel qui sont deux γ -gènes, pour compenser l'effet α -gène du Cr. D'autre part, en stabilisant l'austénite, ils favorisent la trempabilité du matériau, même si l'effet du manganèse est plus marqué que celui du nickel. Le manganèse et le nickel forment une solution solide dans la ferrite et l'austénite qui augmente la résistance en traction. En cas de présence de soufre résiduel, le manganèse peut former des sulfures de manganèse moins nocifs que les sulfures de fer, comme l'a montré M. Hantcherli [170]. Les simulations thermodynamiques réalisés sur MatCalc ont permis d'ajuster les concentrations en Ni et Mn à 0,3 pd.%.

LE TUNGSTENE

Le tungstène est un élément fortement α -gène. Dans les aciers martensitiques conventionnels, Abe et al. [171], Kouichi et al [172] Sawada et al. [173] ont montré qu'il avait un impact positif sur le comportement en fluage par solution solide et formation de Fe_2W .

Pour les aciers ODS, l'intérêt du W est moins tranché : deux articles japonais se sont intéressés au rôle du W sur le comportement. Pour Tanno et al. [44], le tungstène en solution solide et la dispersion d'oxyde peuvent limiter le mouvement des dislocations lors des sollicitations de traction à 650°C. En revanche, seule la dispersion d'oxydes a un effet notable sur la tenue en fluage. Pour Narita et al. [174] l'amélioration des temps à rupture en fluage dû au tungstène vient principalement de la persistance de grains de ferrite sur un acier martensitique ODS 9Cr.

Dans le cahier des charges de cette nuance, on cherche à obtenir un matériau isotrope, homogène et 100% martensitique. Le W a été retiré de la composition chimique de ces nuances et remplacé par le molybdène pour ce qui est du durcissement par solution solide.

LE MOLYBDENE

Le molybdène renforce la matrice par durcissement par solution solide et est connu pour limiter les ségrégations de phosphore aux joints de grains. Il est de plus indiqué en métallurgie conventionnelle pour limiter la fragilité des nuances trempées, améliorer la résistance à la corrosion. Il augmente aussi la résistance au fluage dans les aciers réfractaires [175]. Il s'agit néanmoins d'un élément α -gène et en trop grande quantité, il est susceptible de former des phases intermétalliques néfastes aux propriétés mécaniques notamment la résilience. Dans les nouvelles nuances sa teneur a été limitée à 0,25 pd.% Mo.

V.1.3.2 DIAGRAMME D'ÉQUILIBRE DE LA MATRICE MARTENSITIQUE

Grâce au logiciel de calcul thermocinétique MatCalc, on peut calculer un diagramme d'équilibre théorique de la matrice martensitique. Pour ce calcul, on considère seulement une précipitation de $M_{23}C_6$ et on considère que la précipitation d'oxydes (Y, Ti, O) ou de nitrures (Ti, N) est stœchiométrique et que les éléments, respectivement (Y, Ti, O) et (Ti, N) ne participent pas aux équilibres de phase puisqu'ils sont entièrement précipités, ils n'ont pas été introduits dans les calculs.

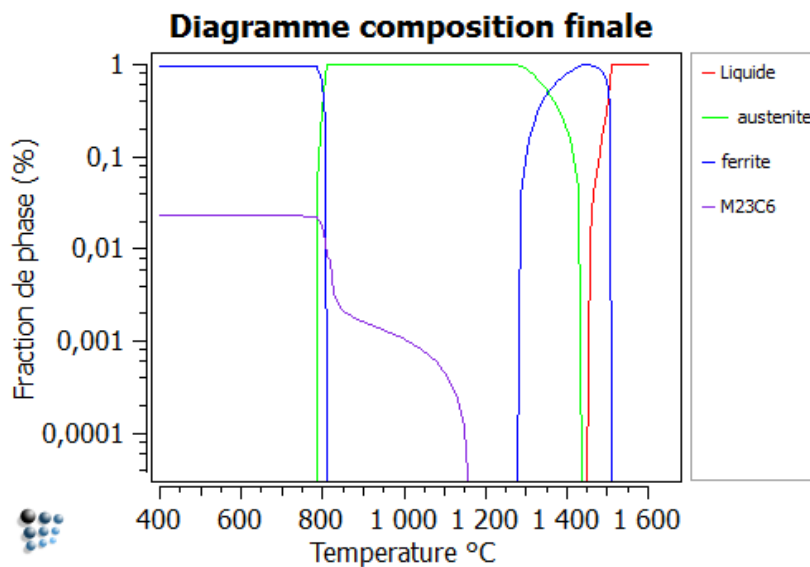


Figure 99: Diagramme de phase théorique obtenu par simulation MatCalc de la matrice martensitique Fe-11Cr.

La composition retenue pour la matrice générique aux nouvelles nuances est présentée dans le Tableau 24

Fe : Bal Cr : 11 pd.% C : 0.1 pd.% Mn : 0.3 pd.% Ni : 0.3 pd.% Mo : 0.25 pd.% B : 0 ou 0.04 pd.% cf paragraphe 3 4 4	$A_{e1}=800^{\circ}\text{C}$
	$A_{e3}=830^{\circ}\text{C}$
	$A_{e5 \text{ calculé}}=1190^{\circ}\text{C}$ $A_{e5 \text{ réel estimé}}=1120^{\circ}\text{C}$ (recalage par l'expérience par L.Toualbi [34])

Tableau 24: Composition retenue pour la matrice martensitique et points de transformation théoriques

V.1.3.3 DETERMINATION DES TENEURS EN RENFORTS

Dans les aciers ODS, le renfort par les oxydes est principalement assuré par les phases $\text{Y}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$ et Y_2O_3 . Dans les aciers NDS, notamment le J12 comme nous l'avons vu dans le Chapitre III, le renfort est constitué de TiN pour les précipités les plus fins et d'une coprécipitation (Al O Ti N) pour les plus grossiers. Les résultats des simulations de Kocks et Mecking présentés au chapitre précédent semblent indiquer une efficacité moindre des renforts nitrures comparativement aux oxydes tout en présentant les mêmes difficultés en termes de comportement en fluage. Cette dernière voie n'a donc pas été retenue.

La quantité d'éléments à introduire pour obtenir une précipitation d'oxydes efficace est délicate à estimer et il n'est pas encore possible de simuler la précipitation des oxydes à l'aide du logiciel MatCalc. Les travaux d'Ohtsuka et al. [58] [56] [176] et d'Ukai [58] [45] [19] ont montré que la quantité d'oxygène introduite a une influence importante sur la microstructure finale et qu'il existait un optimum d'oxygène vis-à-vis de la tenue en fluage. Comme on veut une structure finale équiaxe et 100% martensitique, il faut considérer les points suivants:

- Pour éviter que le titane, l'oxygène et l'yttrium influent sur les équilibres de phase, il faut que tous ces éléments précipitent entièrement sous forme d'oxydes (Y, Ti, O).
- Ne pas trop renforcer le matériau sous peine d'avoir une vitesse critique de trempe trop grande [46] [47]

Les nuances doivent être conçues en tenant compte du fait que les granulométries les plus faibles seront directement compactées et doivent donc avoir une composition chimique optimale, alors que les poudres plus grossières pourront être broyées et voir leur teneur en O augmenter du fait de la contamination.

Pour les nuances AMES Laboratory, un rapport Ti/Y de 2.5 est préconisé, mais, comme nous l'avons vu précédemment, la couche d'oxyde des nuances ne contenant que du titane et de l'yttrium. Or si l'oxyde de titane n'est pas aussi stable que l'oxyde d'yttrium, il n'est pas non plus possible de le dissoudre par traitement thermique. On choisit la composition moyenne proche de celles déjà retenues pour les nuances cobroyées, donnée dans le Tableau 25, en sachant qu'il y aura une dispersion de la teneur en O en fonction de la granulométrie :

Y	Ti	O
0.2	0.2	0.1

Tableau 25: teneurs retenues en éléments pour la précipitation

V.2 ELABORATION ET CARACTERISATION MICROSTRUCTURALE DES NUANCES

V.2.1 POUDRES BRUTES

Le principe de production de poudre par GARS repose sur un refroidissement suffisamment rapide pour que l'oxyde d'yttrium n'ait pas le temps de précipiter lors du refroidissement. Plus les grains de poudre sont petits, plus la vitesse de refroidissement est importante. Ainsi, d'après Anderson et al. [31] [32], les poudres les plus fines ont les compositions les plus proches de la composition visée. Les poudres brutes d'atomisation ont donc été triées par granulométrie : moins de 20 μm qui présente le plus grand potentiel et les poudres de granulométrie comprises entre 20 μm et 75 μm .

Les images SEM et EBSD des grains de poudre suivant leur granulométrie sont présentées Figure 100. En dessous de 20 μm , les grains de poudre sont constitués à 100% de grains de ferrite microniques: malgré la vitesse de refroidissement extrêmement rapide et l'existence d'un domaine austénitique, il n'y a pas formation de martensite. Entre 20 μm et 75 μm , les grains de poudre sont constitués de grains de ferrite microniques ainsi que de zones martensitiques. Comme la transformation martensitique est displacive, l'absence de martensite pour les grains inférieurs à 20 μm peut indiquer soit que la composition est trop enrichie en Cr ou qu'il n'y avait pas d'austénite lorsque la température du grain de poudre a atteint M_s . Il semble donc que les grains de poudre soient suffisamment petits et le refroidissement suffisamment rapide pour qu'aucun germe d'austénite n'ait eu le temps d'apparaître avant d'atteindre M_s . La ferrite observée est donc de la ferrite δ . En revanche, pour les grains de poudre compris entre 20 μm et 75 μm , la taille de grains de poudre plus importante et la vitesse de refroidissement diminuée ont probablement augmenté la probabilité de formation d'un germe d'austénite lors de la transition de phase ferrite $\delta \rightarrow$ austénite γ . Un pseudo diagramme TRC phénoménologique est proposé en Figure 101 pour les refroidissements extrêmement rapides depuis le domaine liquide.

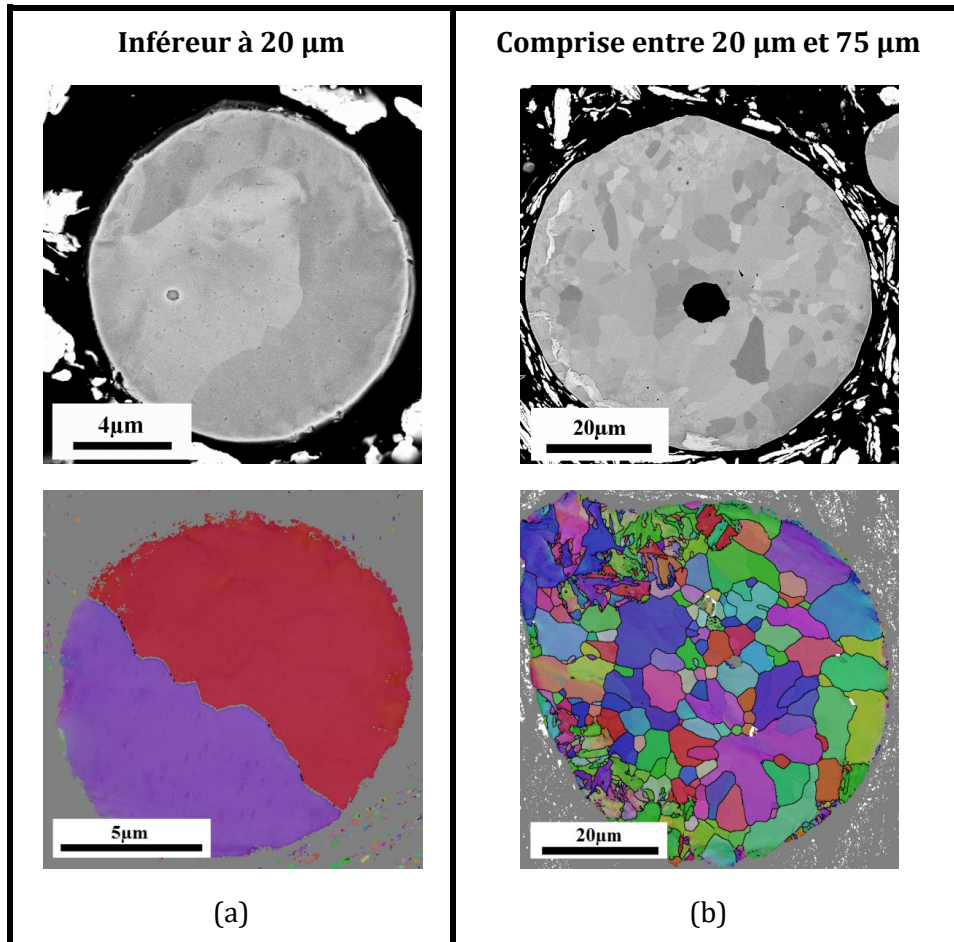


Figure 100: Images SEM SE et EBSD de la ferrite des poudres de diamètre inférieur (a) à $20\mu\text{m}$ et (b) compris entre $20\mu\text{m}$ et $75\mu\text{m}$ brutes

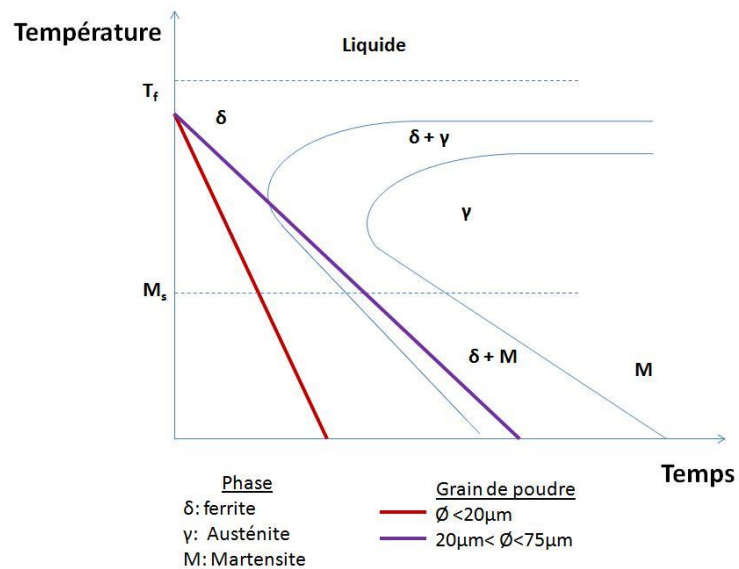


Figure 101: Diagramme de phase au refroidissement depuis le domaine liquide lors de l'atomisation de la nuance Fe11Cr AMES

Des grains de poudre ont été prélevés et affinés par FIB. Les cartographies TEM EDS sont présentées Figure 102 : quelle que soit la taille des grains, une couche d'oxyde d'yttrium superficielle de quelques dizaines de nanomètres est observée sur la totalité de la surface des grains. Lors de l'atomisation, c'est donc l'yttrium qui a réagi en surface, et non le chrome comme prévu. Or la stabilité thermique des oxydes d'yttrium est telle qu'il ne sera plus possible de les dissoudre ultérieurement lors des traitements thermiques. De plus, dans le cas des grains de 20 μm à 75 μm , des phases grossières riches en yttrium ont précipité aux joints de grains et la couche d'oxyde de surface contient également du titane.

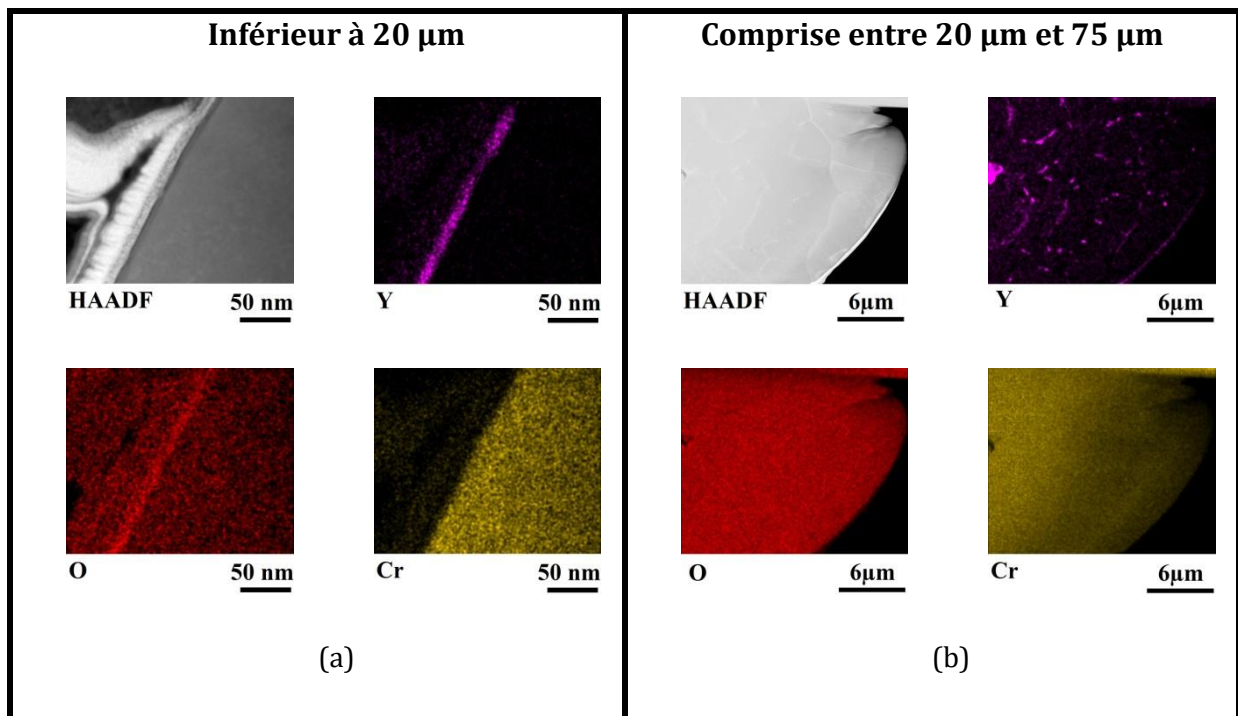


Figure 102: cartographies EDS sur un grain de poudre affiné par FIB (a) 20 μm (b) 20-75 μm

Un part non négligeable de l'yttrium initialement dissout dans le bain liquide a donc précipité lors de l'atomisation et ne se trouve donc pas en solution solide dans la matrice. Pour les grains inférieurs à 20 μm , seule une couche externe d'oxyde d'yttrium est observée, il est donc possible qu'une partie de l'yttrium soit restée en solution solide. Une tentative de compaction directe par compaction uniaxiale à chaud (CUC) a donc été réalisé.

Les poudres comprises entre 20 μm et 75 μm ont quant à elles été broyées sous atmosphère argon pendant 10 heures de façon à dissoudre l'yttrium. Les poudres broyées sont fissurées, de formes torturées et composées de grains nanométriques, tout comme les poudres après cobroyage, Figure 103.

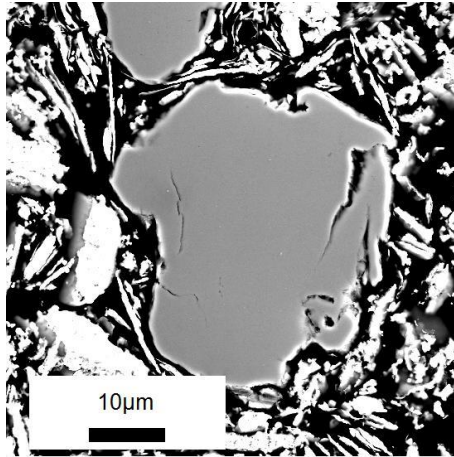


Figure 103: Grain de poudre brut de broyage

V.2.2 MATERIAUX APRES COMPACTION A CHAUD

La compaction des poudres de diamètre inférieure à 20 μm s'est faite en deux étapes : tout d'abord après une compaction uniaxiale à 600MPa et 1050°C un taux important de porosités résiduelles est observé, ainsi qu'une cohésion très faible des grains de poudre. Une seconde compaction, isostatique a donc été réalisée au CEA Grenoble à 1050°C. La nuance obtenue après compaction CUC sans broyage des poudres GARS inférieures à 20 μm sera désignée par la suite sous la dénomination GARS20.

La difficulté à fritter ces poudres est sans doute liée à la présence d'oxydes d'yttrium en surface des grains : en effet, les observations MET en champs clair et EDS en Figure 104 montrent une structure martensitique, ainsi que la présence d'yttrium et de titane aux anciens joints de grains de poudres. La composition chimique n'est donc pas la cause de l'absence de martensite dans les grains de poudres brutes d'atomisation. Malgré les deux compactations, il subsiste des porosités.

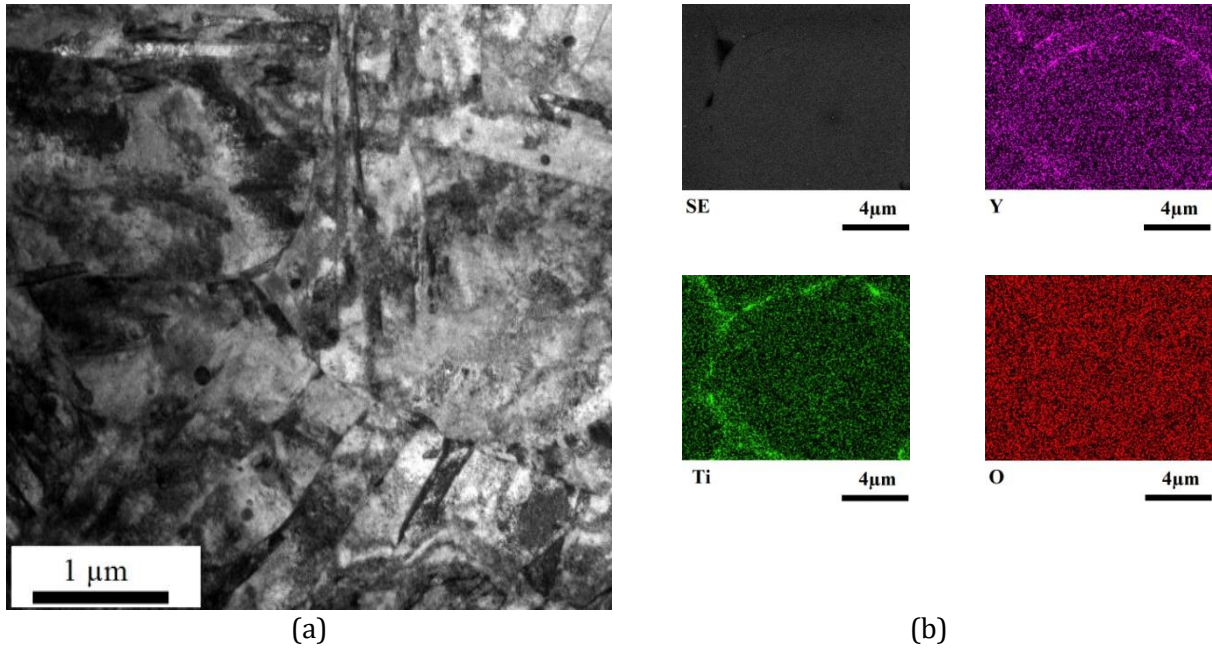


Figure 104: (a) image MET champ clair et (b) EDS de la microstructure du GARS20 après compaction CUC puis CIC à 1050°C

Une précipitation peu dense de précipités d'oxydes d'yttrium d'une dizaine de nanomètres est présente, comme le montrent les images TEM et STEM EDS Figure 105. L'épaisseur de lame n'ayant pu être mesurée, on peut l'estimer entre 50 nm et 100nm. La densité de précipités est donc comprise entre $4.5 \times 10^{21} \text{ m}^{-3}$ et $9 \times 10^{21} \text{ m}^{-3}$, soit 25 à 50 fois moins que des ODS produits par cobroyage tels que les ODS Fe18Cr F20 et Fe14Cr J27 étudiés dans les chapitres précédents. En termes de durcissement, la contribution de la précipitation serait réduite d'un facteur 2.25 à 3, toutes choses égales par ailleurs. Ce durcissement est néanmoins significatif et une évaluation des caractéristiques mécaniques en traction est mise en place.

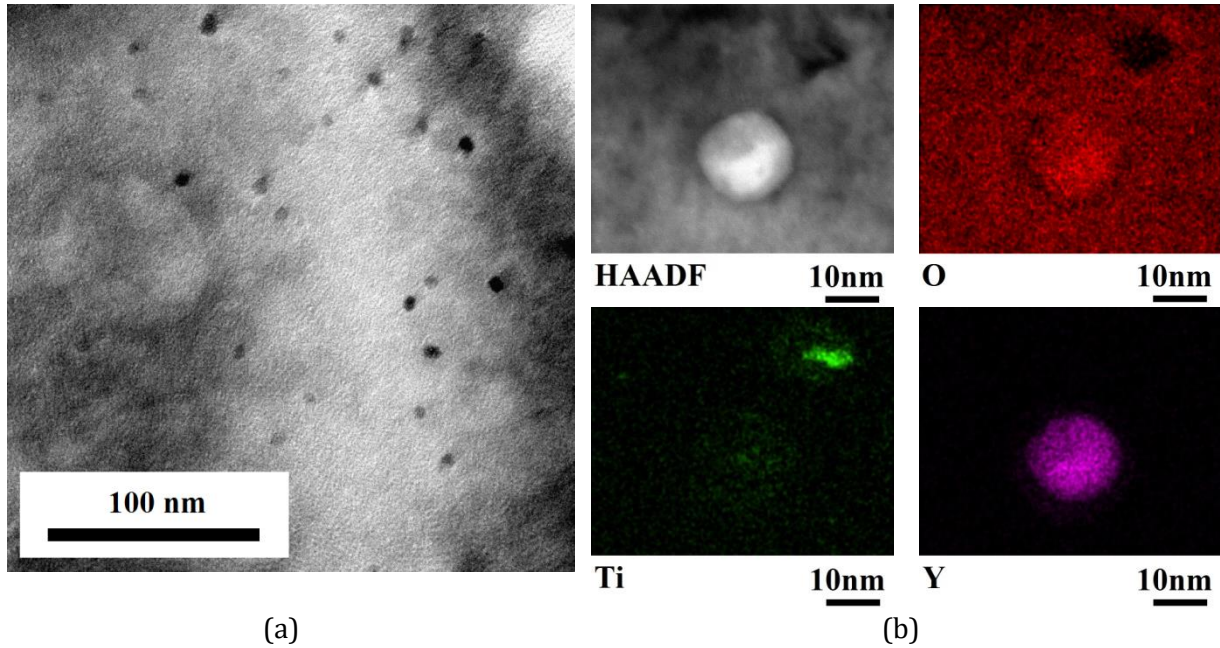


Figure 105: Image (a)TEM BF (b) STEM EDS sur nuance GARS20 après compaction CUC puis CIC à 1050°C

En conclusion, la nuance GARS20 apporte la preuve de la possibilité de produire une précipitation nanométrique sans cobroyage à partir de poudres GARS.

Les poudres AMES de 20 μm à 75 μm broyées ont été compactées par compaction uniaxiale à 1050°C et 360 tonnes. Un traitement de trempe a été réalisé : après une homogénéisation d'une heure à 1050°C, une trempe à l'eau est réalisée. L'acier est finalement revenu 30 min à 720°C. Cette nuance est désignée par l'appellation L68. Les traitements thermiques sont regroupés en Tableau 26. Microstructuralement, les cartographies EBSD montrent que cette nuance est martensitique et que les anciens joints de grains de poudre sont exempts d'oxydes d'yttrium ou de titane. En revanche, une précipitation riche en chrome de plusieurs centaines de nanomètres est présente comme le montre les images TEM EDS, Figure 106 (b). La taille moyenne des grains est de 360 nm.

Nuance	Homogénéisation	Trempe	revenu
Fe11Cr L68	1050°C -1h	Trempe à l'eau	720°C – 30min
Fe11Cr GARS20	1050°C -1h	Trempe à l'eau	720°C – 30min

Tableau 26: Récapitulatif des traitements thermiques sur les aciers AMES Fe11Cr

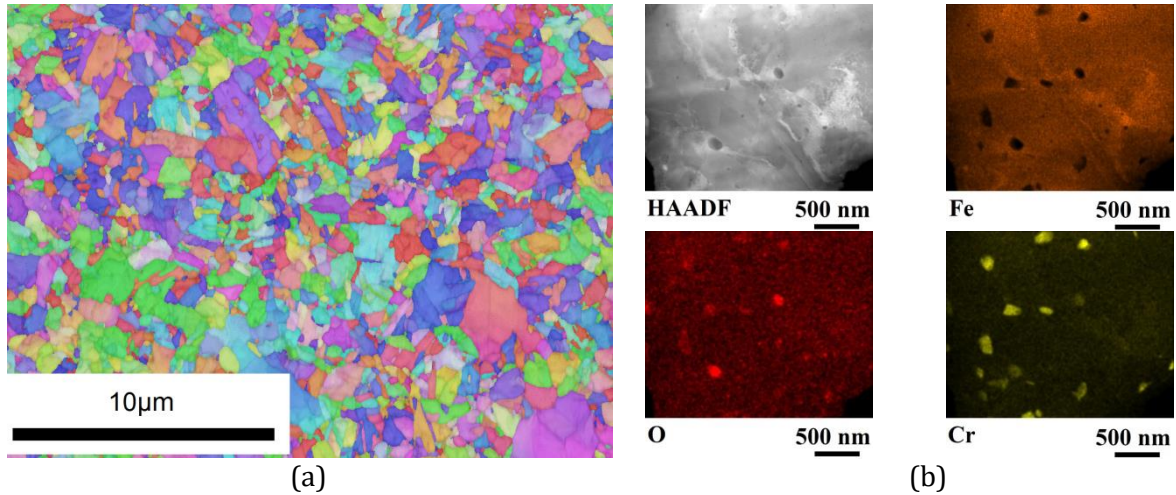


Figure 106: (a) Images EBSD et (b) STEM EDS de l'ODS Fe11cr L68 après compaction CUC à 1050°C, trempe et revenu (Tableau 26)

Un dosage des éléments présents dans la matrice indique une forte concentration en atomes interstitiels, comme le montre le Tableau 27. Si les valeurs globales sont toujours à prendre avec précaution, surtout dans le cas de microstructure aussi complexes que les aciers ODS, la présence de nombreuses phases riches en chrome étaye la forte teneur en oxygène.

	Cr	Y	Ti	O	C	N
Composition visée	11	0.20	0.20	0.10	0.10	>0.0007
Poudre 45µm ⁵	11.05	0.24	0.17	0.057	0.10	0.0018
Fe11Cr L68 broyé ⁶	11.22	0.20	0.51	0.23	0.16	0.079

Tableau 27: Compositions chimiques en pd.%

Il n'a pas été possible de mesurer l'épaisseur des zones observées, néanmoins, avec une épaisseur comprise entre 50 nm et 100 nm, la densité de précipités observés est comprise entre $5 \times 10^{22} \text{ m}^{-3}$ et $1 \times 10^{23} \text{ m}^{-3}$, soit des valeurs comparables aux ODS élaborés par cobroyage. Les cartographies STEM EDS indiquent que les nano précipités sont enrichis en yttrium et en titane.

⁵ Mesures réalisées par NSL analytical pour AMES laboratory

⁶ Mesures réalisées par Bureau Veritas

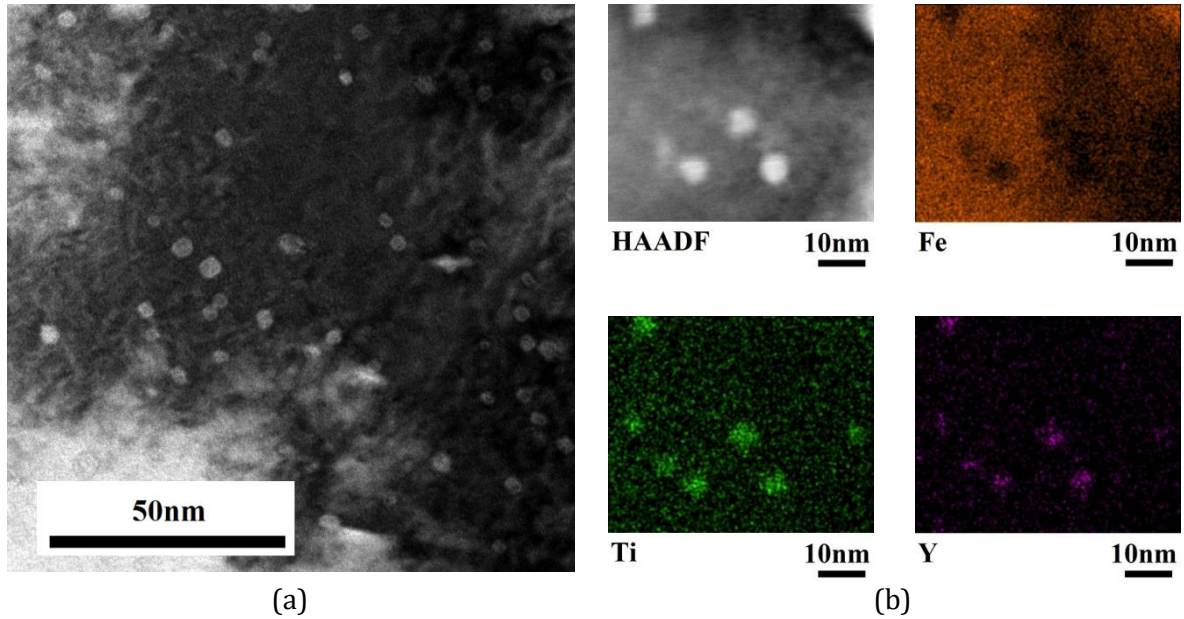


Figure 107: Images (a)TEM BF et (b) STEM EDS sur nuance Fe11Cr L68 après compaction CUC puis CIC à 1050°C

V.2.3 DISCUSSION SUR L'ELABORATION DE NUANCES ODS PAR GARS

Les élaborations à partir des poudres produites par GARS ont eu des résultats mitigés : une couche de d'oxyde d'yttrium est présente en surface des poudres brutes quelle que soit la granulométrie des grains de poudre. Cette couche superficielle perdure après compaction. Pour la nuance GARS20, une précipitation peu dense se forme après compaction et constitue donc la preuve qu'il est possible de produire une précipitation nanométrique par compaction directe. Quant à la nuance ODS Fe11Cr L68, malgré la pollution en éléments interstitiel qui ne semble pas imputable au procédé d'obtention des poudres, la microstructure est proche d'un acier ODS produit à partir de poudres broyées. Le détail des caractérisations réalisées mais non utilisées dans ce manuscrit est disponible en Annexe VI.7

Ces travaux montrent qu'il est très difficile de maîtriser l'oxydation des poudres, et que l'ajout d'éléments tels que le titane et l'yttrium entraîne in fine la formation d'autres oxydes très stables. Il pourrait être préférable de ne pas chercher à oxyder les poudres dès l'atomisation: en effet l'une des difficultés maîtrisées par AMES Laboratory est de désoxyder le bain liquide avant atomisation. Si l'atomisation ne peut éviter la formation d'oxyde superficiel, on peut envisager d'autres méthodes pour intégrer de l'oxygène dans les grains de poudres après atomisation avant compaction :

- Corrosion : formation de Cr_2O_3
- Dépôt électrochimique d'oxyde de chrome
- oxydation

On intégrerait donc une couche d'oxyde qui serait utilisable et pourrait être dissoute ultérieurement lors de traitement thermique pour libérer l'oxygène nécessaire à la précipitation des nano oxydes.

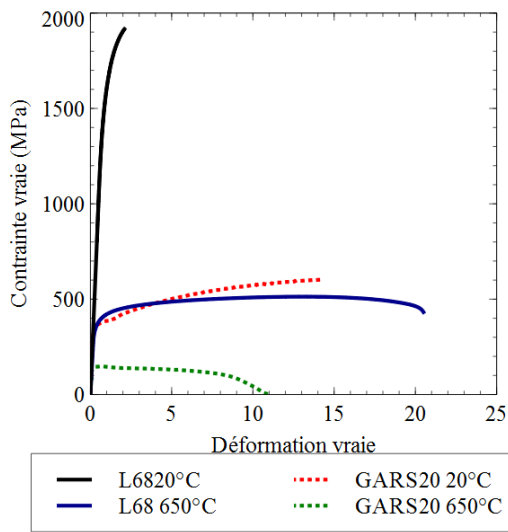
V.3 CARACTERISATION MECANIQUE DES ODS MARTENSITIQUE Fe11Cr GARS20 ET L68

Les aciers ODS Fe11Cr GARS20 et L68, compacté par CUC à 1050°C ont fait l'objet d'une caractérisation mécanique. Le modèle d'éprouvette utilisée est axisymétrique $\Phi 3\text{mm}$, longueur utile 12.5mm, le plan est disponible en Annexe VI.1

V.3.1 TRACTION A VITESSE IMPOSEE

Les aciers ODS Fe11Cr L68 et GARS20 trempés à l'eau et revenus (voir Tableau 26) ont été sollicités en traction monotone à $7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ à 20°C et 650°C. Les résultats sont présentés Figure 108.

Avec une déformation de 2% et une R_m très élevée (1900 MPa), l'ODS Fe11Cr L68 rompt de manière fragile à 20°C. Il est probable que la température de transition ductile - fragile (ou DBTT pour Ductile Brittle Transition Temperature en anglais) de cette nuance soit relativement élevée, supérieure à 20°C. A 650°C, l'ODS L68 présente également des caractéristiques très élevées : une déformation à rupture de 20%, une limite élastique de 370 MPa et une résistance maximale de 465 MPa. Malgré sa microstructure équiaxe et sa compaction par CUC, il s'agit donc de l'un des aciers martensitiques ODS les plus résistants en traction à 650°C. Avec une $R_{p0.2\%}$ et une R_m de respectivement 364MPa et 524MPa à 20°C et 142 MPa et 146MPa à 650°C, la résistance mécanique du Fe11Cr GARS20 est significativement plus faible que celle des ODS obtenus par cobroyage. En revanche, ces valeurs sont comparables à celles publiées par Anderson [32] sur un acier Fe16Cr 0.12Ti 0.09Y 0.49O produit par compaction directe de poudres GARS. La ductilité du GARS 20 est de 15% à 20°C et 10% à 650°C où la rupture a eu lieu dans le congé de l'éprouvette.



(a)

nuance	T	R _{p 0.2} MPa	R _m Mpa	Ag %	Ar %
GARS20	20°C	364	524	13.5	14.9
GARS20	650°C	142	146	0.5	11.5
L68	20°C	1580	1876	1.2	2.1
L68	650°C	370	465	6.6	25.5

(b)

Figure 108: (a) Courbes de traction et (b) synthèse des caractéristiques des aciers ODS L68 et GARS20 sollicités en traction monotone à $7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$

Au vu de la microstructure du GARS20, notamment de la précipitation d'oxydes d'yttrium microniques entre les anciens joints de grains de poudre, ses caractéristiques à 20°C auraient pu être plus impactées que celles à chaud, surtout l'allongement à rupture. En réalité, l'éprouvette ayant rompu dans le congé, les caractéristiques en traction montrent principalement la faiblesse de cette nuance due à son hétérogénéité.

V.3.2 EVALUATION DU COMPORTEMENT EN FLUAGE

L'ODS Fe11Cr L68, s'il ne présente pas une ductilité satisfaisante à froid, possède d'excellentes qualités à chaud. Une première évaluation en fluage à 650°C pour deux contraintes a été réalisée. Les résultats sont présentés Figure 109.

Comparé au fluage des aciers ferritiques étudiés dans les chapitres précédents, l'évolution de la vitesse de fluage du Fe11Cr L68, Figure 109 (b) montre sans ambiguïté l'existence d'un palier secondaire à 330 MPa et d'un minimum à 270 MPa puis d'une remontée progressive de la vitesse de fluage. Cet acier ODS présente donc un stade tertiaire, ainsi qu'une ductilité à rupture de 3 à 5%. Comme les contraintes appliquées sont élevées, il sera nécessaire de confirmer la présence d'un stade secondaire et d'un stade tertiaire à plus basse contrainte. L'oxygène et le carbone sont suspectés de fragiliser les ODS en segregant ou en formant des précipités fragilisants. Pourtant cette nuance comporte des teneurs très importantes en atomes interstitiels (C, N, O) sans que cela grève sa ductilité.

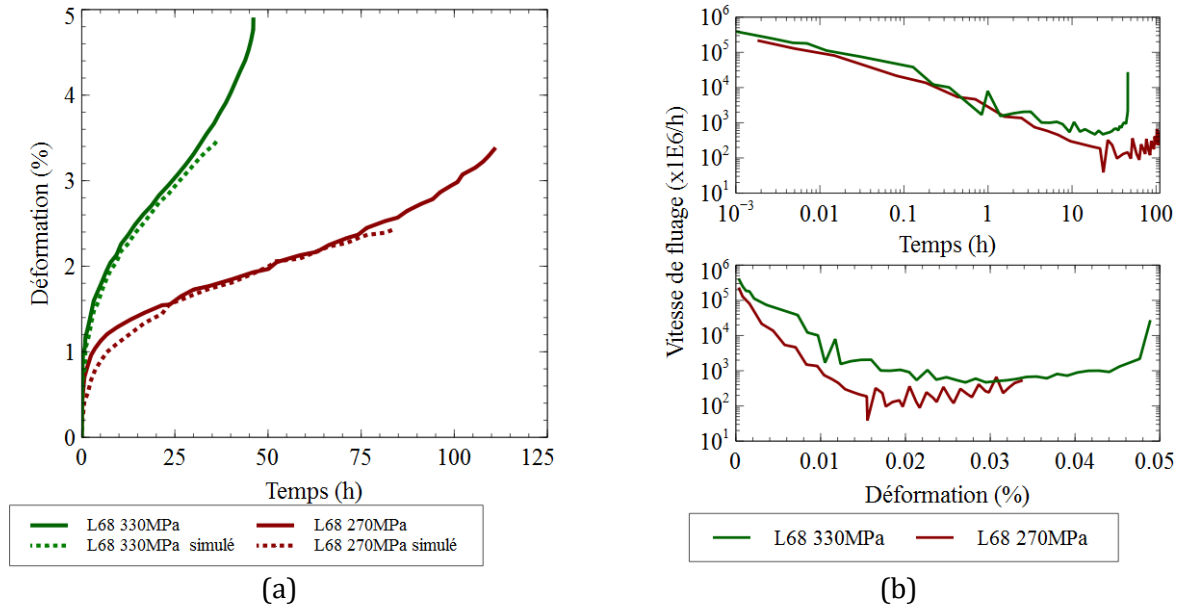


Figure 109 : (a) Déformation et simulation par le modèle de Kocks et Mecking en pointillé et (b) vitesse de déformation en fluage à 650°C de l'ODS martensitique Fe11Cr L68.

Pour comprendre ses bonnes caractéristiques en fluage, le modèle de Kocks et Mecking a été appliqué à l'ODS Fe11Cr L68 sur la partie primaire et secondaire de son fluage. Sa contrainte seuil a été évaluée à 75 MPa à 650°C. Les paramètres de simulation sont reportés dans le Tableau 28, et ces paramètres donnent en traction à 650°C et $7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ une limite élastique de 370MPa et une limite maximale de 530 MPa. Comparé aux deux autres aciers ODS Fe14Cr J27 et Fe18Cr F20, la contribution des précipités, k_{prec} du L68 est légèrement inférieure aux autres aciers ODS : c'est peut être du à la forte teneur du L68 en atomes interstitiels (O, N, C), disponible en Tableau 27, qui peut modifier la chimie des précipités. L'interface précipité / matrice peut également être différente des aciers ODS ferritiques à cause de la transformation martensitique et de la trempe à l'eau. Le volume d'activation est en outre deux à trois fois plus faible que celui des aciers ODS J27 et F20. Le coefficient d'annihilation k_{20} est également plus faible.

	Densité de dislocation (m/m ³)		Contribution précipités	Ecrouissage		Annihilation		Volume d'activation
	ρ	ρ_m		k_{prec}	N_1	N_2	k_{20}	
ODS L68 650°C	4.7×10^{13}	1.8×10^{11}	0.08	4.7	5.6	4.5×10^{-9}	40	$62b^3$
ODS F20 650°C	4.5×10^{14}	8.6×10^{11}	0.14	1.6	1.4	1.5×10^{-8}	35	$138b^3$
ODS J27 800°C	1.6×10^{14}	5.7×10^{10}	0.12	5.6	5.2	1.2×10^{-8}	22	$169b^3$

Tableau 28: Paramètre de la simulation de Kocks et Mecking appliqué à l'ODS Fe11Cr L68 (ODS Fe18Cr F20 et Fe14Cr J27 pour comparaison)

Pour les autres paramètres, le L68 ne diffère pas fondamentalement des nuances ODS ferritiques en termes de déformation. Ses bonnes caractéristiques proviennent donc de sa résistance au mécanisme de rupture brutale, avec une déformation à rupture supérieure à 3% au lieu de 0.5% à 1% pour les aciers ODS ferritiques. Cette résistance peut être due à une précipitation différente des aciers ODS classiques à cause de la présence d'atomes interstitiels, à une microstructure en termes de taille et de forme de grains bien adaptée, à un effet bénéfique du simple broyage moins agressif qu'un cobroyage avec de l' Y_2O_3 très dur ou à une composition et des traitements thermiques particulièrement bénéfiques.

V.4 CONCLUSIONS

Les conclusions du chapitre sont les suivantes :

- Après atomisation, les grains de poudres compris entre 20 μm et 75 μm possèdent des domaines martensitiques alors que les grains inférieurs à 20 μm , pourtant refroidis plus rapidement, n'en présentent pas. L'hypothèse avancée est la transformation ferrite $\delta \rightarrow$ austénite γ nécessite la formation d'un germe d'austénite γ qui a moins de temps et moins de volume pour se former dans les grains de poudre les plus petits. Lorsqu'un grain austénitique est formé, il se transforme en martensite à M_s .
- Les poudres brutes produites par GARS présentent une couche d'oxyde d'yttrium superficielle d'une dizaine de nanomètres.
- Après compaction directe des poudres d'une granulométrie inférieure à 20 μm , une précipitation peu dense riche en Ti et Y est observée.
- La poudre Fe11Cr obtenue par GARS d'une granulométrie comprise entre 20-75 μm est broyée et compactée par CUC à 1050°C. Sa référence est (Fe11Cr)L68.
- En traction monotone, le Fe11Cr L68 est fragile à 20°C, mais présente d'excellentes caractéristiques à 650°C en termes de résistance mécanique et de ductilité. Les caractéristiques du Fe11Cr GARS20 sont proches de celles obtenues par AMES Laboratory, mais significativement inférieures aux L68 et aux ODS produits à partir de poudres cobroyées.
- En fluage à 650°C, deux essais ont été réalisés sur l'ODS Fe11Cr L68 et ont mis en évidence un stade secondaire et tertiaire, en plus de bons temps et déformation à rupture. Le modèle de Kocks et Mecking appliqué au L68 et les paramètres du modèle n'indiquent pas de différence fondamentale par rapport aux aciers ODS Fe14Cr J27 et Fe18Cr F20.
- Il sera nécessaire de poursuivre la caractérisation mécanique et microstructurale de l'acier ODS Fe11Cr L68

CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

Dans le cadre des études pour les futurs réacteurs à neutrons rapides au sodium, les matériaux de gainage occupent une place prépondérante. La solution actuellement retenue dans les premiers cœurs est un acier austénitique, l'AIM1, mais il ne peut supporter d'irradiation supérieure à 120 dpa. Pour aller au-delà de cette limite, les aciers ferritiques et martensitiques renforcés par dispersion sont actuellement d'envisagés.

Au cours des travaux de thèses présentés, une étude portant sur des aciers renforcés par dispersion de précipités oxydes (ODS) et nitrures (NDS) a été réalisée en vue d'améliorer la compréhension du comportement de matériaux et d'évaluer un nouveau procédé de fabrication.

Plusieurs nuances d'aciers ferritiques nano renforcés ont été caractérisées mécaniquement et microstructuralement. Tout d'abord, deux aciers ferritiques ODS Fe14Cr J27 et Fe18Cr F20 ont montré qu'ils étaient bien représentatifs du comportement générique en fluage des aciers ODS ferritiques : temps à rupture important, faible déformation, rupture brutale et stabilité de la microstructure (taille de grain, texture, densité de renforts oxydes). L'étude attentive de leur vitesse de fluage a montré que ces aciers ne présentaient ni de stade secondaire ni de stade tertiaire. Un acier ferritique NDS J12 obtenu par cobroyage a été également étudié : il possède un comportement complexe en traction à 650°C, avec un régime superplastique entre 10^{-3} s^{-1} et 10^{-2} s^{-1} induisant des allongements supérieurs à 100%. Ce régime est limité à forte vitesse de déformation ($>10^{-2} \text{ s}^{-1}$) par de la recristallisation dynamique continue et à basse vitesse ($<10^{-4} \text{ s}^{-1}$) par de l'endommagement intergranulaire. En fluage, bien que moins résistant que ses homologues ODS, le Fe18Cr NDS J12 se déforme peu ($<1\%$), sa microstructure reste stable (taille de grain, texture, densité de renforts oxydes) et rompt sans stade secondaire marqué ni tertiaire. Ces caractéristiques semblent communes aux aciers nanorenforcés ferritiques. Les conséquences de l'absence de fluage secondaire sur les lois de Norton et Monkman Grant, basées sur la vitesse de fluage secondaire, ont été exposées

Une étude du comportement en fluage a été réalisée. Dans un premier temps, les résultats expérimentaux obtenus ont permis de mettre en place une modélisation de la déformation en fluage des aciers ODS Fe14Cr J27 à 800°C, ODS Fe18Cr F20 à 650°C et NDS Fe18Cr à 650°C. Un modèle de Kocks et Mecking, basé sur l'activation thermique du franchissement des précipités par les dislocations a été adapté. Dans le cadre de ce modèle, la contrainte interne est estimée à partir de la contrainte seuil. La déformation simulée est en bon accord avec l'expérience et les mesures des densités de dislocations avant et après fluage ne sont pas incompatibles avec les densités simulées. Enfin, malgré la différence de vitesse de déformation, la limite élastique en traction simulée est proche des mesures expérimentales. Les paramètres de ce modèle indiquent que le renfort nitrure est bien moins efficace que le renfort oxyde, dont le rôle est prépondérant dans le durcissement des aciers ODS. Dans un second temps, une étude des causes de la rupture brutale a été mise en place sur l'acier ODS Fe14Cr. Par un essai de fluage à 800°C alterné avec des recuits à 1050°C, la déformation cumulée a atteint 1.5%, ce qui implique qu'il est possible de

restaurer le mécanisme de rupture. Des tomographies X réalisées entre les cycles montrent que l'endommagement macroscopique caractéristique des ODS filés apparaît de manière précoce lors de l'essai. Enfin, la formation de phase σ ne semble pas en mesure d'expliquer la rupture brutale. La rupture semble donc liée à l'état de contrainte interne après une faible déformation de fluage qui fragilise le matériau.

Les conclusions de cette étude nous ont amené à nous pencher sur les optimisations possibles de la gamme de fabrication des ODS et notamment l'utilisation de poudres pré-alliées en Ti, Y et oxygène lors de l'atomisation par gaz réactif. Une nouvelle composition de nuance Fe11Cr ODS martensitique a été conçue et une analyse critique de la nouvelle méthode d'atomisation puis compaction sans cobroyage a pu être réalisée. Il apparaît que la compaction directe sans broyage, produit des ODS très faiblement renforcés et fragile. En revanche, après broyage, les premières caractérisations en traction et en fluage laissent entrevoir un potentiel intéressant. La contamination en oxygène lors de l'élaboration de nos poudres ne nous a pas permis de vérifier la propreté inclusionnelle des nuances mais les progrès en cours sur le contrôle des atmosphères de broyage et de la protection des poudres lors de leurs transferts permettront des gains substantiels.

Des pistes d'améliorations des expériences réalisées ont été évoquées tout au long de ce manuscrit. Plusieurs travaux se détachent pour répondre à des points restés en suspens :

- Une étude spécifique de l'érouissage des aciers ODS au-dessus de 650°C, pour déterminer expérimentalement la relation entre la densité de dislocations et l'érouissage. Ce point dépasse le cadre du modèle de Kocks et Mecking car ce durcissement est intégré dans tous les modèles.
- Une poursuite de l'application du modèle de Kocks et Mecking, notamment à un même matériau ODS modèle en fluage à plusieurs températures. Il serait préférable de répéter chaque essai de fluage de façon à estimer la dispersion des caractéristiques. Si la validité du modèle s'avère satisfaisante, il pourrait être intéressant de l'appliquer à des aciers ODS en faisant varier certains paramètres microstructuraux clés : cohérence des renforts (sur un acier martensitique), densité et taille de la précipitation. Cela permettrait de mieux comprendre les paramètres du modèle et orienter les choix pour de nouvelles nuances. Ce modèle pourrait être appliqué à des aciers non ODS, tels que les aciers martensitiques résistants au fluage : ils sont renforcés par dispersion de carbures MX dont la coalescence pourrait être intégrée au modèle.
- Une étude des caractéristiques mécaniques des aciers ODS après plusieurs centaines d'heures de fluage, de façon à tester l'hypothèse de fragilisation par la déformation de fluage. Cette étude consistera en une caractérisation la résilience et la ténacité au-dessus de 650°C de matériaux ayant flué sans rupture.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] GIEC, «5e rapport d'évaluation AR5,» 2014.
- [2] Y. d. De CARLAN, S. VINCENT, J. RIBIS, J. MALAPLATE et P. OLIER, «Note technique MACNA Bilan de études sur le développement des matériaux ODS,» 2012.
- [3] PELLETIER, «Quels combustibles pour les RnR-Na?,» *Clefs du CEA*, n° 155, 2007.
- [4] J.-P. CRETTE, «Réacteurs à neutrons rapides refroidis au sodium,» *Techniques de l'ingénieur*, vol. 33, n° 1BN3170, p. 25, 2012.
- [5] M. COUVRAT, «Thèse de doctorat: Fabrication des ODS à haute température: relation procédé microstructure propriétés mécaniques,» Université de Rennes, 2011.
- [6] H. REGLE, «Thèse de doctorat: Alliages ferritiques 14/20% de chrome renforcés par dispersion d'oxydes: effets des procédés de mise en forme sur les textures de déformation, recristallisation et propriétés de traction,» 1994.
- [7] M. RATTI, «Thèse de doctorat: Développement de nouvelles nuances d'aciers ferritiques/martensitiques pour le gainage d'éléments combustibles des RnR-Na,» p. 290, 2009.
- [8] A. KARCH, «Thèse de doctorat: Étude des évolutions microstructurales lors de la transformation à chaud d'aciers ferritiques renforcés par dispersion d'oxydes,» Sophia Antipolis, 2014.
- [9] P. YVON et F. CARRE, «Structural materials challenges for advanced reactor systems,» *Journal of nuclear materials*, vol. 385, pp. 217-222, 2009.
- [10] R. KLUEH, J. SHINGLEDECKER, R. SWINDEMAN et D. HOELZER, «Oxide dispersion-strengthened steels: A comparison of some commercial and experimental alloys,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 341, n° 12-3, pp. 103-

114, 2005.

- [11] D. Mc CLINTOCK, M. SOLKOLOV, D. HOELZER et R. NANSTAD, «Mechanical properties of irradiated ODS EUROFER and nanocluster strengthened 14YWT,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 392, pp. 353-359, 2009.
- [12] Y. De CARLAN, J.-L. BECHADE, P. DUBUISSON, J.-L. SERAN, P. BILLOT, A. BOUGAULT, T. COZZIKA, S. DORIOT, D. HAMON, J. HENRY, M. RATTI, N. LOCHET, D. NUNES, P. OLIER, T. LEBLOND et M.-H. MATHON, «CEA development of new ferritic ODS alloys for nuclear applications,» *Journal of nuclear materials*, Vols. %1 sur %2386-388, pp. 430-432, 2009.
- [13] P. DUBUISSON, Y. De CARLAN, V. GARAT et M. BLAT, «ODS ferritic/martensitic alloys for Sodium Fast Reactor Fuel pin cladding,» *Journal of nuclear materials*, vol. 428, n° %11-3, pp. 6-12, 2012.
- [14] S. UKAI, «Oxide dispersion strengthened steels,» *Comprehensive nuclear materials*, pp. 241-271, 2012.
- [15] S. UKAI et M. FUJIWARA, «Perspective of ODS alloys application in nuclear environments,» *Journal of nuclear materials*, Vols. %1 sur %2307-311, pp. 749-757, 2002.
- [16] S. SAROJA, A. DASGUPTA, R. DIVAKAR, S. RAJU, E. MOHANDAS, M. VIJAYALAKSHMI, K. BAHNU SANKARA RAO et BALDEV RAJ, «Development and characterization of advanced 9Cr ferritic/martensitic steels for fission and fusion reactors,» *Journal of nuclear materials* , vol. 409, n° %12, pp. 131-139, 2011.
- [17] S. UKAI, T. NISHIDA et H. OKADA, «Developement of oxide dispersion strengthened ferritic steels for FBR core applications,» *Journal of nuclear science and technology*, vol. 34, pp. 256-263, 1997.
- [18] S. UKAI, M. FUJIWARA, S. MIZUTA et T. KOBAYASHI, «Developement of 9Cr-ODS martensitic steel claddings for fuel pins by means of ferrite to austenite phase transformation,» *Journal of nuclear materials*, vol. 39, n° %17, pp. 778-788, 2002.
- [19] S. UKAI, T. NISHIDA, T. OKUDA et T. YOSHITAKE, «Development of Oxide Dispersion Strengthened Steels for

FBR Core Application , (II) Morphology Improvement by Martensite Transformation,» *Journal of material science and technology*, vol. 35, pp. 294-300, 1998.

- [20] L. KINDLIMANN, «Dispersion strengthened ferritic stainless steel». Brevet 4464207.
- [21] L. KINDLIMANN, «Internally nitrided ferritic stainless steels, and methods of producing such steels». Brevet US PATENT 0008228.
- [22] L. KINGLIMANN, «Nitridation and brazing of assemblies with titanium-containing iron based». Brevet US Patent 4427461.
- [23] A. WILSON, «Nitride dispersion-strengthened steels and method of making». Brevet 4846899.
- [24] E. WILSON, «, Process for producing alloys reinforced by dispersed titanium nitride and products obtained». Brevet 2562450.
- [25] E. WILSON, «Method of producing nitrogen-strengthened alloys». Brevet 4999052.
- [26] E. WILSON, «Production of nitride dispersion strengthened alloys». Brevet 4708742.
- [27] E. WILSON, «Titanium nitride dispersion strengthened bodies». Brevet 0165732.
- [28] E. WILSON et A. WILSON, «Titanium nitride dispersion strengthened alloys». Brevet 4582679.
- [29] D. BOUVARD, *Métallurgie des poudres, mécanique et ingénierie des matériaux*, Hermes Lavoisier, 2002.
- [30] J. BENJAMIN, «Dispersion strengthened superalloys by mechanical alloying,» *Metallurgical and Materials Transactions B*, vol. 1, pp. 2943-2951, 1970.
- [31] I. ANDERSON, J. R. RIEKEN et A. HEIDLOFF, «Oxidation predictions for gas atomization reaction synthesis (GARS) processing,» *Advances in powder metallurgy and particulate materials, Powder metallurgy and particulate materials*, pp. 02-34, 2012.

- [32] I. ANDERSON, J. R. RIEKEN et M. J. KRAMER, «ODS alloy production by gas atomization reaction synthesis (GARS) of precursor powders and reaction sintering,» 2012.
- [33] L. TOUALBI, C. CAYRON, P. OLIER, J. Malaplate, M. PRAUD, M. MATHON, D. BOSSU, E. ROUESNES, A. MONTANI, R. LOGE et Y. DE CARLAN, «Assessment of a new fabrication route for Fe-9Cr-1W ODS cladding tubes,» *Journal of nuclear materials*, vol. 428, n° %11-3, pp. 47-53, 2012.
- [34] L. TOUALBI, Thèse de Doctorat: Optimisation de la gamme de fabrication de tubes en acier renforcés par une dispersion de nano-oxydes (ODS): compréhension de la relation microstructure-propriétés mécaniques, Ecole nationale supérieure des mines de Paris, 2012.
- [35] X. BOULNAT, «Thèse de doctorat: consolidation des matériaux ferritiques martensitiques nano renforcés par dispersion d'oxydes à l'aide du Spark Plasma Sintering,» INSA Lyon, 2014.
- [36] O. KALOKHTINA, «Study of the formation of nanoparticles in ODS and NDS steels by atom probe tomography,» Université de Rouen, 2012.
- [37] P. CUNAT, «Aciers inoxydables Critères de choix et structure,» *Techniques de l'ingénieur*, vol. 33, n° %1M4 540, p. 18, 2000.
- [38] C. EISELT, M. KLIMENKOV, R. LINDAU, A. MÖSLANG, H. SANDIM, A. PADILHA et D. RAABE, «High resolution transmission electron microscopy and electron backscatter diffraction in nanoscaled ferritic and ferritic-martensitic oxide dispersion strengthened-steels,» *Journal of nuclear materials*, vol. 385, n° %12, pp. 231-235, 2009.
- [39] M. PRAUD, «Thèse de doctorat, Plasticité d'alliages renforcés par nano-précipitation,» p. 175, 2012.
- [40] A. STECKMEYER, R. VARGAS HIDEROA, J.-M. GENTZBITTEL, V. RABEAU et B. FOURNIER, «Tensile anisotropy and creep properties of a Fe-14CrWTi ODS ferritic steel,» *Journal of nuclear materials*, vol. 426, n° %11-3, pp. 182-188, 2012.
- [41] B. FOURNIER, A. STECKMEYER, A.-L. ROUFFIE, J. MALAPLATE, J. GARNIER, M. RATTI, P. WIDENT, L. ZIOLEK,

- I. TOURNIE, V. RABEAU, J.-M. GENTZBITTEL, T. KRUML et I. KUBENA, «Mechanical behaviour of ferritic ODS steels – Temperature dependancy and anisotropy,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 430, n° %11-3, pp. 142-149, 2012.
- [42] B. RAJ et M. VIJAYALAKSHMI, «Ferritic steels and advanced ferritic - martensitic steels,» *Comprehensive nuclear materials*, pp. 97-121, 2012.
- [43] R. RENZETTI, H. SANDIM, R. BOLMARO, P. SUZUKI et A. MÖSLANG, «X-ray evaluation of dislocation density in ODS-Eurofer steel,» *Materials Science and Engineering A*, vol. 534, pp. 142-146, 2012.
- [44] T. TANNO, S. OHTSUKA, Y. YANO, T. KAITO, Y. OBA, M. OHNUMA, S. KOYAMA et K. TANAKA, «Evaluation of mechanical properties and nano-meso structures of 9–11%Cr ODS steels,» *Journal of nuclear materials*, vol. 440, n° %11-3, pp. 568-574, 2013.
- [45] S. UKAI, M. HARADA, H. OKADA, M. INOUE, S. NOMURA, S. SHIKAKURA, K. ASABE, T. NISHIDA et M. FUJIWARA, «Alloying design of oxide strengthened dispersed ferritic steel for long life FBRs core material,» *Journal of nuclear materials*, vol. 204, pp. 65-73, 1993.
- [46] S. UKAI, S. MIZUTA, M. FUKIWARA et T. OKUDA, «Development of 9Cr-ODS Martensitic Steel Claddings for Fuel Pins by means of Ferrite to Austenite Phase Transformation,» *Journal of nuclear science and technology*, vol. 39, n° %17, pp. 778-788, 2002.
- [47] C. CAYRON, E. RATH, I. CHU et S. LAUNOIS, «Microstructural evolution of Y2O3 and MgAl2O4 ODS EUROFER steels during their elaboration by mechanical milling and hot isostatic pressing,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 335, n° %11, pp. 83-102, 2004.
- [48] T. OKUDA et M. FUJIWARA, «Dispersion behaviour of oxide particles in mechanically alloyed ODS steel,» *Journal of materials Science Letters*, vol. 14, n° %122, pp. 1600-1603, 1995.
- [49] M. MILLER, K. RUSSEL et D. HOELZER, «Characterization of precipitates in MA/ODS Ferritic alloys,» *Journal of nuclear materials*, vol. 351, n° %11-3, pp. 261-268, 2006.

- [50] D. LARSON, P. MAZIASZ, I.-S. KIM et K. MIYAHARA, «Three dimensionnal atom probe observation of nano scale Titanium Oxygen clustering in an Oxide dispersion strengthened Fe-12Cr-3W-0.4Ti + Y2O3 ferriitic alloy,» *Scripta Materialia*, vol. 44, n° %12, pp. 359-364, 2001.
- [51] J. RIBIS et Y. De CARLAN, «Interfacial strained structure and orientation relaships of the nanosized oxide particles deduced from elasticitydriven morphology in oxide dispersion strengthened materials,» *Acta materialia*, vol. 60, n° %11, pp. 238-265, 2012.
- [52] K. DAWSON et G. TATLOCK, «Characterisation of Nano Sized Oxides in ODM401 Oxide Dispersion Strengthened steel,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 444, n° %11-3, pp. 252-260, 2014.
- [53] M. MILLER, D. HOELZER, E. KENIK et K. RUSSEL, «Stability of ferritic MA/ODS at high temperatures,» *Intermetallics*, vol. 13, n° %13-4, pp. 387-392, 2005.
- [54] S. ZHONG, J. RIBIS , V. KLOSEK, Y. De CARLAN, N. LOCHET , V. JI et M.-H. MATHON , «Study of the thermal stability of nanoparticle distributions in an oxide dipersion strengthened (ODS) ferritic alloy,» *Journal of nuclear materials*, vol. 428, n° %11-3, pp. 154-159, 2012.
- [55] M. YAMAMOTO, S. UKAI, S. HAYASHI, T. KAITO et S. OHTSUKA, «Reverse phase transformation from α to γ in 9Cr ODS ferritic steels,» *Journal of nuclear materials*, vol. 417, n° %11-3, pp. 237-240, 2011.
- [56] S. OHTSUKA, S. UKAI, M. FUJIWARA, M. KAITO et T. NARITA, «Improvement of 9Cr-ODS martensitic steel properties by controlling excess oxygen and titanium contents,» *journal of nuclear materials*, Vols. %1 sur %2329-333, pp. 372-376, 2004.
- [57] S. OHTSUKA, S. UKAI, M. FUJIWARA, T. KAITO et T. NARITA, «Nano-structure control in ODS martensitic steels by means of selecting titanium and oxygen contents,» *Journal of physics and chemistry of solids*, vol. 66, n° %12-4, pp. 571-575, 2005.
- [58] S. OHTSUKA, S. UKAI, H. SAKASEGAWA, M. FUJIWARA, T. KAITO et T. NARITA, «Nano-mesoscopic structural characterization of 9Cr-ODS martensitic steel for improving

creep strength,» *Journal of nuclear materials*, Vols. 367-370, pp. 160-165, 2007.

- [59] J.-Y. MAETZ, «Evolution de la microstructure d'un acier inoxydable duplex lors du vieillissement,» Ecole doctorale matériaux de Lyon, Lyon, 2014.
- [60] I. MONNET, P. DUBUISSON, Y. SERRUYS, M. RUAULT, O. KAÏTASOV et B. JOUFFREY, «Microstructural investigation of stability under irradiation of oxide dispersion strengthened ferritic steels,» *Journal of nuclear materials*, vol. 335, n° 13, pp. 311-32, 2004.
- [61] G. ODETTE, N. CUNNINGHAM, S. UKAI, S. De CARLAN et A. KIMURA, «Recent Progress in Developing Irradiation Tolerant ODS Ferritic Alloys and Transformable Steels,» chez *ICFRM16*, 2013.
- [62] J. RIBIS, M.-L. LESCOAT, Y. De CARLAN, J.-M. COSTANTINI, I. MONNET, T. COZZIKA, F. DELABROUILLE et J. MALAPLATE, «Stability of nanooxides upon heavy ion irradiation of an ODS material,» *Journal of nuclear materials*, vol. 417, n° 11-3, pp. 262-265, 2011.
- [63] I. MONNET, C. GRYGIEL, M. LESCOAT et J. RIBIS, «Amorphization of oxides in ODS steels/materials by electronic stopping power,» *Journal of nuclear materials*, vol. 424, n° 11-3, pp. 12-16, 2012.
- [64] F. LOUCHET, «Plasticité des métaux de structure cubique centrée,» *Dislocations et déformation plastique, Université d'été d'Yrivals*, pp. 149-160, 1979.
- [65] V. VITEK, «Core structure of screw dislocations in body centered cubic metals: Relation to symmetry and interatomic bonding,» *Philosophical Magazine*, vol. 84, n° 13-5, pp. 415-428, 2004.
- [66] S. A. COTTRELL, *The mechanical properties of matter*, New York: Wiley, 1964.
- [67] M. DURAND-CHARRE, *La microstructure des aciers et des fontes, génèse et interprétation*, EDP Science, 2003.
- [68] S. DUBIEZ-LE GOFF, «Thèse de doctorat: Comportement et endommagement d'un superalliage élaboré par CIC,»

Ecole nationale supérieure des Mines de Paris, 2003.

- [69] P. GUYOT, «Hardening by ordered coherent precipitates related to the statistical theory,» *Philosophical magazine*, Vols. 1 sur 224-190, pp. 987-993, 1971.
- [70] A. STECKMEYER, «Thèse de doctorat: Caractérisation et modélisation du comportement mécanique à haute température des aciers ferritiques renforcés par dispersion d'oxydes,» p. 284, 2012.
- [71] Y. QUERE, «CH2: Propriétés générales des dislocations,» chez *Ecole d'été d'Yrivals*, 1979.
- [72] F. NABARRO, *Theory of crystal dislocations*, Oxford at the clarendon press, 1967.
- [73] J. FREIDEL, *Dislocations*, Pergamon Press, 1964.
- [74] P. HIRSCH, *Journal of the institut of metals*, vol. 86, p. 7, 1957.
- [75] E. OROWAN, «Symposium on internal stresses in metals and alloys,» London, 1948.
- [76] F. HUMPHREYS et P. HIRSH, «Work hardening and recovery of dispersion hardened alloys,» *Philosophical magazine*, vol. 34, n° 13, pp. 373-390, 1976.
- [77] F. FRANK et W. READ, «Multiplication processes for slow moving dislocations,» *Physical review*, vol. 79, pp. 722-723, 1950.
- [78] L. BROWN et R. HAM, «Dislocation-particle interactions,» chez *Strengthening methods in crystals*, 1971, pp. 9-131.
- [79] D. SROLOVITZ, R. PETKOVIC-LUTON et M. LUTON, «edge dislocations circular inclusion interactions at elevated temperature,» *Acta metallurgica*, vol. 31, n° 112, pp. 2151-2159, 1983.
- [80] V. NARDONE et J. TIEN, «Pinning of dislocations on the departure side of strengthening dispersoids,» *Scripta metallurgica*, vol. 17, pp. 497-470, 1983.
- [81] J. RÖSLER et E. ARTZ, «A new model-based creep equation for dispersion strengthened materials,» *Acta*

metallurgica materialia, vol. 38, n° 14, pp. 671-683, 1990.

- [82] E. HALL, «The deformation and Ageing of mild steel : III, discussion of the results,» *Proceedings of the physical society* , vol. 64, n° 19, pp. 747-753, 1951.
- [83] W. BLUM, «High temperature deformation and creep of crystalline solids,» chez *Material and science technology : plastic deformation and fracture of materials*, MUGHRABI,H..
- [84] A. CHOKSHI, A. MUKHERJEE et T. LANGDON, «Superplasticity in advanced material,» *Material science and Engineering* , pp. 237-274, 1993.
- [85] A. MUKHERJEE, «The rate controlling Mechanism in superplasticity,» *Material Science and Engineering* , vol. 8, n° 12, pp. 83-89, 1971.
- [86] T. LANGDON, «A unified approach to grain boundary sliding in creep and superplasticity,» *Acta metallurgica et materialia*, vol. 42, n° 17, pp. 2437-2443, 1994.
- [87] M. PRAUD, F. MOMPIOU, J. MALAPLATE, D. CAILLARD, J. GARNIER, A. STECKMEYER et B. FOURNIER, «Study of the deformation mechanisms in a Fe-14%Cr ODS alloy,» *Journal of nuclear materials*, vol. 428, n° 11-3, pp. 90-97, 2012.
- [88] «Tensile anisotropy and creep properties of a Fe-14CrWTi ODS ferritic steel,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 426, n° 11-3, pp. 182-188, 2012.
- [89] A. STECKMEYER, M. PRAUD, B. FOURNIER, J. MALAPLATE, J. GARNIER, J. BECHADE, I. TOURNIE, A. TANCRAI, A. BOUGAULT et P. BONNAILLE, «Tensile properties and deformation mechanisms of a 14Cr ODS ferritic steel,» *Journal of nuclear materials*, vol. 405, pp. 95-100, 2010.
- [90] M. DADE, «Thèse: Plasticité d'alliages nanorenforcés pour le gainage combustible de réacteurs de 4e génération: compréhension et modélisation de l'influence des différents paramètres microstructuraux sur le comportement d'alliages modèles,» Université Grenoble Alpes, 2015.
- [91] Y. SUGINO, S. UKAI, B. LENG et N. OONO, «Grain boundary sliding at high temperature deformation in cold-rolled ODS ferritic steels,» *Journal of nuclear materials*, vol.

452, n° 11-3, pp. 628-632, 2014.

- [92] Y. IINO, «Effects of high temperature air and vacuum exposure on tensile properties and fracture of ODS alloy MA 6000,» *Materials science and Engineering: A*, Vols. 1 sur 2234-236, n° 197, pp. 802-805, 1997.
- [93] Y. ADDA, J.-M. DUPOUY, J. PHILIBERT et Y. QUERE, *Elements de metallurgie physique:5, déformation plastique*, 1991.
- [94] S. ZINKLE et G. LUCAS, «Deformation and fracture mechanisms in irradiated FCC and BCC metals: Fusion materials semiannual Progress Report for period ending June 30. 2003,» Oak Ridge National Laboratory , 2003.
- [95] E. d. C. ANDRADE, «The flow of metal under large constant stress,» *Proceedings of the Royal Society of London*, vol. A90, p. 329, 1914.
- [96] B. BAUDELET, M. SUERY et A. EBERHARDT, «Le glissement aux joints uet les mécanismes accomodateurs,» *Journal de physique*, vol. 36, n° 1 supplément 10, pp. 281-289, 1975.
- [97] L. De OLIVEIRA BUENO, V. SORDI et L. MARINO, «Constant Load Creep Data in Air and Vacuum on 2.25Cr-1Mo steel from 600°C to 700°C,» *Material research*, vol. 8, n° 14, pp. 401-408, 2005.
- [98] S. RAVI, K. LAHA, M. MATHEW, S. VIJAYARAGHAVAN, M. SHANMUGAVEL, K. RAJAN et T. JAYAKUMAR, «A comparison of creep deformation and rupture behavior of 316L(N) austenitic stainless steel in flowing sodium and in air,» *Procedia Engineering* , vol. 55, pp. 823-829, 2013.
- [99] F. LARSON et J. MILLER, «Mechanical Behavior of Crystalline Solids at Elevated Temperature,» *Transactions ASME*, vol. 74, pp. 765-771, 1952.
- [100] F. MONKAM et N. GRANT, «An empirical relationship between rupture life and minimum creep rate in creep-rupture tests,» *Proceeding ASTM*, vol. 56, pp. 593-620, 1956.
- [101] G. EGGELER, B. ILSCHNER, P. SCHEPP et R. ZOHNER, *Mater. Technik*, vol. 14, p. 187, 1986.

- [102] N. NILSVANG, «Thèse de doctorat : Fluage et rupture liés à l'évolution structurale de deux aciers, ferritique et austénitique,» EPFL, 1989.
- [103] S. STRAUB et W. BLUM, «Subgrain growth during creep of a tempered martensitic 12% Cr-steel,» *Steel Research*, vol. 62, n° 12, pp. 72-74, 1991.
- [104] B. BONIN, J. BRACHET, M. Le FLEM, GILBON, BOËN et Y. DE CARLAN, «Les matériaux pour le nucléaire,» n° 159, p. 42, 2010.
- [105] F. ABE, «Bainitic and martensitic creep-resistant steels,» *Current opinion in solid state and material science*, vol. 8, n° 13-4, pp. 305-311, 2004.
- [106] S. UKAI, M. HARADA, H. OKADA, M. INOUE, S. NOMURA, S. SHIKAKURA, T. NISHIDA, M. FUJIWARA et K. ASABE, «Tube manufacturing and mechanical properties of oxide dispersion strengthened ferritic steel,» *Journal of nuclear materials*, vol. 204, pp. 74-80, 1993.
- [107] H. OKADA, S. UKAI et M. INOUE, «Effect of grain morphology and texture on high temperature deformation in oxide dispersion strengthened ferritic steels,» *Journal of nuclear science and technology*, vol. 33, n° 13, pp. 936-943, 1996.
- [108] C. CAYRON, M. VAKNIN et A. MONTANI, «Caractérisations microstructurales d'éprouvettes en acier ODS et CDS rompues en fluage et premiers modèles mécaniques».
- [109] H. SAKASAGAWA, S. UKAI, M. TAMURA, S. OHTSUKA, H. TANIGAWA, H. OGIWARA, A. KOHYAMA et M. FUJIWARA, «Creep constitutive equation of dual phase 9Cr-ODS steel,» *Journal of nuclear materials*, vol. 373, pp. 82-89, 2008.
- [110] C. CAYRON, «Document interne CEA: Elaboration of Eurofer ODS steels by Internal Oxydation (feasability study),» 2005.
- [111] R. LINDAU, A. MÖSLANG, M. RIETH, M. KLIMIANKOU, E. MATERNA-MORRIS, A. ALAMO, A.-A. TAVASSOLI, C. CAYRON, A.-M. LANCHI, P. FERNANDEZ, N. BALUC, R. SCHÄUBLIN, E. DIEGELE, G. FILACCHIONI, J. RENSMAN, B. SCHAFF, E. LUCON et W. DIETZ, «Present development status of EUROFER and ODS-EUROFER for application in

blanket concepts,» *Fusion Engineering and Design*, Vols. 1 sur 275-77, pp. 989-996, 2005.

- [112] H. SAKASEGAWA, S. OHTSUKA, S. UKAI, H. TANIGAWA, M. FUJIWARA, H. OGIWARA et A. KOHYAMA, «Microstructural evolution during creep of 9Cr-ODS steels,» *Fusion engineering and design*, vol. 81, n° 18-14, pp. 1013-1018, 2006.
- [113] J. MALAPLATE, F. MOMPIOU, J. BECHADE, T. VAN DEN BERGHE et M. RATTI, «Creep behavior of ODS Materials: A study of the dislocations/precipitates interaction,» *Journal of nuclear materials*, vol. 417, n° 11-3, pp. 205-208, 2011.
- [114] A.-L. ROUFFIE, J. CREPIN, M. SENNOUR, B. TANGUY, A. PINEAU, D. HAMMON, P. WIDENT, S. VINCENT, V. GARAT et B. FOURNIER, «Effect of the thermal ageing on the tensile and impact properties of a 18%Cr ODS ferritic steel,» *Journal of nuclear materials*, vol. 445, n° 11-3, pp. 37-42, 2014.
- [115] Y. SUGINO, S. UKAI, B. LENG, N. OONO, S. HAYASHI, T. KAITO et S. OHTSUKA, «Grain Boundary Related Deformation in ODS Ferritic Steel during Creep Test,» *Material transactions*, vol. 53, n° 110, pp. 1753-1757, 2012.
- [116] C. WILLIAMS, *Transmission electron microscopy*, New York, London: ed. P.Press, 1996.
- [117] D. WILLIAMS et B. CARTER, *Transmission electron microscopy*, New York, London: ed. P.Press, 1996.
- [118] T. MALIS et J. TITSCHMARSH, *Electron Microscopy and analysis - 1985*, p. 181.
- [119] P. HIRTH, A. HOWIE, R. NICHOLSON, D. PASHLEY et M. WHELAN, *Electron microscopy of thin crystals*, London: Butterworth, 1967.
- [120] E. UNDERWOOD, *Quantitative stereology*(Addison-Wesley series in metallurgy and materials), Addison-Wesley publishing company, 1970.
- [121] T. LEBLOND, P. OLIER, D. NUNES, D. BOSSU et G. LOUPIAS, «International Conference on Thermomechanical

Processing of Steels TMP,» 2008.

- [122] E. KOZESCHNICK, P. FRATZL, J. SVOBODA et F. FISCHER, «Modelling of kinetics in multi-component multi-phase systems with spherical precipitates II: Numerical solution and application,» *Materials Science and Engineering: A*, vol. 385, pp. 157-165, 2004.
- [123] J. SVOBODA, F. FISCHER, P. FRATZL et E. KOZESCHNICK, «Modelling of kinetics in multi-component multi-phase systems with spherical precipitates I: Theory,» *Material science and engineering: A*, vol. 385, pp. 166-174, 2004.
- [124] L. ONSAGER, «Reciprocal relations in irreversible processes,» *Physical reviews*, Vols. 1 sur 237-38, pp. 405-426, 1931.
- [125] C. CAYRON, A. MONTANI, D. VENET, N. HERVE et Y. De CARLAN, «Caractérisations microstructurales d'aciers ODS,» 2013.
- [126] A.-L. ROUFFIE, J. CREPIN, M. SENNOUR, B. TANGUY, A. PINEAU, D. HAMON, P. WIDENT, S. VINCENT, V. GARAT et B. FOURNIER, «Effect of the thermal ageing on the tensile and impact properties of a 18%Cr ODS ferritic steel,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 445, n° 11-3, pp. 37-42, 2014.
- [127] J. POIRIER, «Plasticité à haute température des solides cristallins,» 1976.
- [128] KALOKHTINA, «Thèse de doctorat: Study of the formation of nano-particles in ODS and NDS steels by atom Probe Tomography,» Université de Rouen, 2012.
- [129] M. GÎRLEANU, «Doctorat: Etude de la structure de films minces de nitrures de titane et d'aluminium $Ti(1-x)Al(x)N$ ($0 < x < 1$) et de son rôle sur l'indentation,» Université d'Alsace, 2010.
- [130] Y. SUGINO, S. UKAI, B. LENG, N. OONO, S. HAYASHI, T. KAITO et S. OHTSUKA, «Grain boundary sliding at high temperature deformation in cold-rolled ODS steel,» *Journal of nuclear materials*, vol. 452, pp. 628-632, 2014.
- [131] J. SCHMITT, P. FABREGUE et B. THOMAS, «Recristallisation dynamique des aciers,» *Journal de*

physique IV, vol. 05, n° 13, pp. 153-163, 1995.

- [132] C. CASTAN, F. MONTHEILLET et A. PERLADE, «Dynamic recrystallization mechanisms of an Fe-8% Al low density steel under hot rolling conditions,» *Scripta Materialia*, vol. 68, pp. 360-364, 2013.
- [133] R. DOHERTY, D. HUGHES, F. HUMPHREYS, J. JONAS, D. JUUL JENSEN, M. KASSNER, W. KING, T. MCNELLEY, H. MCQUEEN et A. ROLLETT, «Current issues in recrystallization: Review,» *Materials today*, vol. A238, pp. 219-274, 1997.
- [134] J. RICE et D. TRACEY, «On the ductile enlargement of voids in triaxial stress fields,» *Journal of mechanical and physics of solids*, vol. 17, pp. 202-217, 1969.
- [135] J. SCHNEIBEL, C. LIU, D. HOELZER, M. MILLS, P. SAROSI, T. HAYASHI, U. WENDT et H. HEYSE, «Development of porosity in an oxide dispersion-strengthened ferritic alloy containing nanoscale oxide particles,» *Scripta Materialia*, vol. 57, n° 11, pp. 1040-1043, 2007.
- [136] Y. DE CARLAN, J.-L. BECHADE, P. DUBUISSON, J.-L. SERAN, P. BILLOT, A. BOUGAULT, T. COZZIKA, S. DORIOT, D. HAMON, J. HENRY, M. RATTI, N. LOCHET, D. NUNES, P. OLIER, T. LEBLOND et M.-H. MATHON, «CEA development of new ferritic ODS alloys for nuclear applications,» *Journal of nuclear materials*, 386-388 (2009) 430-432.
- [137] E. ARZT et M. ASHBY, «Threshold stresses in materials containing dispersed particles,» *Scripta metallurgica*, vol. 16, n° 11, pp. 1285-1290, 1982.
- [138] W. BLUM et B. REPPICH, «Creep of particle strengthened alloys,» chez *Creep behaviour of crystalline solids*, Pineridge Press, 1985, pp. 83-135.
- [139] H. SAKASAGAWA, L. CHAFFRON, F. LEGENDRE, M. BROCCO, L. BOULANGER, S. POISSONNET, Y. De CARLAN, J. BECHADE, T. COZZIKA et J. MALAPLATE, «Evaluation of the threshold stress of the MA957 ODS ferritic alloy,» *Journal of nuclear materials*, Vols. 1 sur 2386-388, pp. 511-514, 2009.
- [140] R. EVANS et B. WILSHIRE, «Constitutive laws for high temperature creep and creep fracture,» chez *Unified*

constitutive laws of plastic deformation, ACADEMIC PRESS, 1996, pp. 107-152.

- [141] Y. ESTRIN, «Dislocation density-related constitutive modeling,» chez *Unified constitutive laws of plastic deformation*, 1996, pp. 69-106.
- [142] H. MECKING et U. KOCKS, «Kinetics of flow and strain hardening,» *Acta metallurgica*, vol. 29, pp. 1865-1875, 1981.
- [143] H. MECKING et K. LÜCKE, «A new aspect of the theory of flow stress of metals,» *Scripta metallurgica*, n° 14, pp. 427-432, 1979.
- [144] D. KULHMANN-WILSDORF, «Theory of workhardening,» *Metallurgical transactions A*, vol. 16A, 1985.
- [145] R. BECKER, *Physik Zeitschrift*, vol. 26, p. 919, 1925.
- [146] R. BECKER, *Zeitschrift für technische Physik*, vol. 7, p. 547, 1926.
- [147] R. BECKER et W. BOAS, *Metallwirtschaft*, vol. 8, p. 317, 1929.
- [148] E. OROWAN, *Zeitschrift Physik*, vol. 89, p. 604, 1934.
- [149] Z. BASINSKY, «Activation energy for creep of aluminium at subatmospheric temperatures,» *Acta Metallurgica*, vol. 5, p. 684, 1957.
- [150] Z. BASINSKY, «Thermally activated glide in face centered cubic metals and its application to the theory of strain hardening,» *Philosophical magazine*, vol. 4, p. 393.
- [151] T. HASEGAWA, Y. YKUCHI et S. KARASHIMA, «Internal stress and dislocation structure during sigmoidal transient creep of copper-16at.% aluminium alloy,» *Metal science Journal*, vol. 6, pp. 78-82, 1972.
- [152] J. FISCHER, E. HART et R. PRY, «The hardening of metal crystals by precipitate particles,» *Acta Metallurgica*, vol. 1, n° 13, pp. 336-339, 1953.
- [153] M. ASHBY, «Proceeding Second Bolton Landing Conference on Oxide Dispersion Strengthening».

- [154] G. SAADA, «Sur le durcissement dû à la recombinaison des dislocations,» *Acta Metallurgica*, n° 18, pp. 841-847, 1960.
- [155] M. YAMAMOTO, S. UKAI, S. HAYASHI, T. KAITO et S. OHTSUKA, «Reverse phase transformation from α to γ in 9Cr-ODS ferritic steels,» *Journal of nuclear materials*, vol. 417, n° 11-3, pp. 237-240, 2011.
- [156] M. FIVEL, «Thèse de Doctorat: Etudes numériques à différentes échelles de la déformation plastique des monocristaux de structure CFC,» 1997.
- [157] D. FRANCOIS, A. PINEAU et A. ZAOUI, Comportement mécanique des matériaux, *Traité des nouvelles technologies, serie mécanique*, 1991.
- [158] F. LAVRENTEV, «The Type of Dislocation Interaction as the Factor Determining Work Hardening,» *Materials science engineering*, vol. 46, pp. 191-208, 1980.
- [159] J. BAIRD et B. GALE, «Attractive dislocation intersections and work hardening in metals,» *Philosophical transactions of the royal society of London*, vol. 257, n° 11087, pp. 553-590, 1965.
- [160] M. DÖNER, H. CHANG et H. CONRAD, «Stress-Strain behavior and the dislocation structure at small strains in iron deformed in tension, torsion and combined tension-torsion,» *Metallurgical Transactions A*, vol. 6A, pp. 1017-1028, 1975.
- [161] J. GIL SEVILLANO, «Flow stress and work hardening,» chez *Plastic deformation and fracture materials*, 1993, pp. 20-88.
- [162] J. GIL SEVILLANO, P. VAN HOUTTE et E. AERNOUDT, «Large strain work hardening and textures,» *Progress in material science*, vol. 25, n° 12-4, pp. 69-412, 1981.
- [163] F. CHRISTIEN, «Habilitation à diriger des recherches: Ségrégations interfaciales dans les métaux,» Institut des Matériaux Jean-Rouxel, 2013.
- [164] A. NIKOLAEVA, Y. NIKOLAEV et Y. KEVORKYAN, «Grain boundary segregation of phosphorus in low-alloy steel,»

Atomic Energy, vol. 91, n° 11, pp. 534-542, 2001.

- [165] D. FRANCOIS, Endommagement et rupture de matériaux, EDP Sciences, 2004.
- [166] B. FOURNIER, A. STECKMEYER, A.-L. ROUFFIE, J. MALAPLATE, J. GARNIER, M. RATTI, P. WIDENT, L. ZIOLEK, I. TOURNIE, V. RABEAU, J.-M. GENTZBITTEL, T. KRUML et I. KUBENA, «Mechanical behaviour of ferritic ODS steels – Temperature dependancy and anisotropy,» *Journal of nuclear materials*, vol. 430, n° 11-3, pp. 142-149, 2012.
- [167] T. PALMER, J. ELMER, S. BABU et E. SPECHT, «Direct observation of Sigma phase growth and dissolution in 2205 Duplex stainless steel,» *Trends in welding research*.
- [168] F. ABE, «Analysis of creep rates of tempered martensitic 9%Cr steel based on microstructure evolution,» *Materials science and engineering: A*, Vols. 1 sur 2510-511, pp. 64-69, 2009.
- [169] F. ABE, «Precipitate design for creep strengthening of 9% Cr tempered martensitic steel for ultra-supercritical power plants,» *Science and technologies of advanced materials*, vol. 9, n° 11, pp. 1-15, 2008.
- [170] M. HANTCHERLI, «Thèse de doctorat: Influence d'éléments d'addition sur les transformations de la martensite revenue dans les aciers faiblement alliés,» Ecole des Mines de Saint Etienne, 2010.
- [171] F. ABE et S. NAKAZAWA, «The Effect of Tungsten on Creep Behavior of Tempered Martensitic 9Cr Steels,» *Metallurgical Transactions A*, vol. November, n° 123, pp. 2-11, 1992.
- [172] M. KOUICHI, K. SAWADA et J. KOIKE, «Strengthening Mechanisms of Creep Resistant Tempered Martensitic Steel,» *ISIJ International*, vol. 41, n° 16, pp. 641-653, 2001.
- [173] K. SAWADA, M. TAKEDA, K. MARUYAMA, R. ISHII, M. YAMADA, Y. NAGAE et R. KOMINE, «Effect of W on recovery of lath structure during creep of high chromium martensitic steels,» *Materials science and engineering A*, vol. 267, n° 11, pp. 19-25, 1999.

- [174] T. NARITA, S. UKAI, S. OHTSUKA et M. INOUE, «Effect of tungsten addition on microstructure and high temperature strength of 9CrODS ferritic steel,» *Journal of nuclear materials*, vol. 417, n° 11-3, pp. 158-161, 2011.
- [175] A. KZOLOWSKI, «Aciers et alliages réfractaires, données numériques,» *Techniques de l'ingénieur*, 2006.
- [176] S. OHTSUKA, S. UKAI, M. FUJIWARA, T. KAITO et T. NARITA, «Improvement of Creep Strength of 9CrODS Martensitic Steel by Controlling Excess Oxygen and Titanium Concentrations,» *Materials transactions*, vol. 46, n° 13, pp. 487-492, 2005.
- [177] J.-L. COUROUAU, V. LORENTZ et F. BALBAUD, «Sodium corrosion studies in support of SFR : state of the art,» DEN-DPC-SCCME - LECNA.
- [178] N. ORDAS, «Industrial production of nano - structured ODS - FS following a simplified and low cost route,» chez *EFDA Monitoring meeting*, 2013.
- [179] G. MURRY, «Transformations dans les aciers,» *Techniques de l'ingénieur*, p. 33, 1998.
- [180] Z. NISHIYAMA, M. E. FINE, M. MESHII et C. M. WAYMANN, *Martensitic Transformation*, Academic Press, 1978.
- [181] M. HOUZE, «Etude microstructurale d'aciers 9 et 12% de Chrome renforcés par dispersion d'oxydes,» 1999.
- [182] M. TANG, M. FIVEL et L. KUBIN, «From forest hardening to strain hardening in body centered,» *Material science and engineering*, Vols. 1 sur 2309-310, pp. 256-260, 2001.
- [183] MEILHAC, «Etude des mécanismes de déformation d'un alliage de cuivre ODS (oxide dispersion strengthened),» 1999.
- [184] E. NEMBACH, *Particle strengthening in metals and alloys*, 1997.
- [185] O. SHERBY et P. BURKE, «Mechanical behavior of crystalline solids at elevated temperature,» *Progress in materials science*, vol. 13, p. 325, 1967.

- [186] M. ASHBY, «The deformation of plastically non-homogeneous alloys,» *Strengthening Methods in Crystals*, pp. 137-192, 1970.
- [187] E. PIOZIN, «Thèse de doctorat: l'influence des traitements thermomécaniques sur la microstructure et les propriétés mécaniques à haute température des aciers à 9-12% Cr,» Ecole nationale supérieure des Mines de Paris, fin: 2015.
- [188] M. TURKER, «Formation of porosity in ferritic ODS alloys on high temperature exposure,» *Journal of Material Science*, vol. 40, n° 15, pp. 1201-1208, 2005.
- [189] H. SALMON-LEGAGNEUR, «Thèse: Compréhension et modélisation de l'endommagement à haute température d'aciers ferritiques à 14% massique de chrome renforcés par dispersion de nano-oxydes,» Mines paristech, 2016.

CHAPITRE VI. : ANNEXES

VI.1 PLAN DES EPROUVETTES

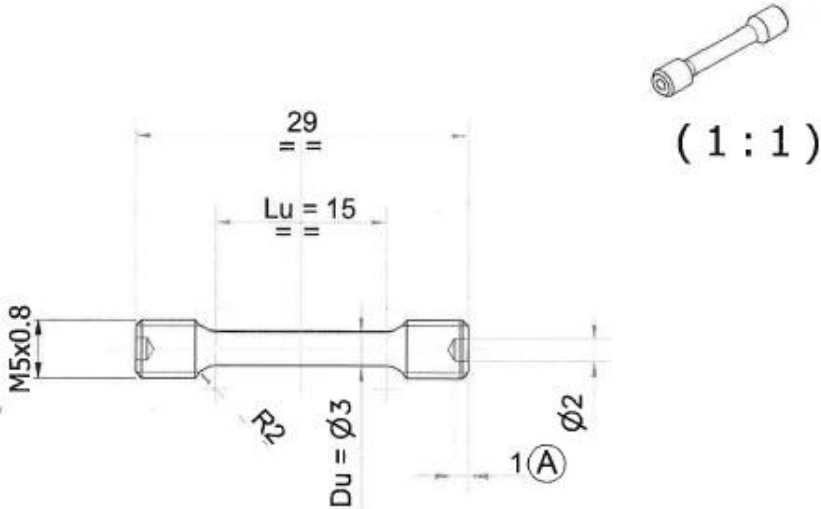


Figure 110: Eprouvette axisymétrique diamètre 3mm Lu 15mm TMAS 23 494-02A

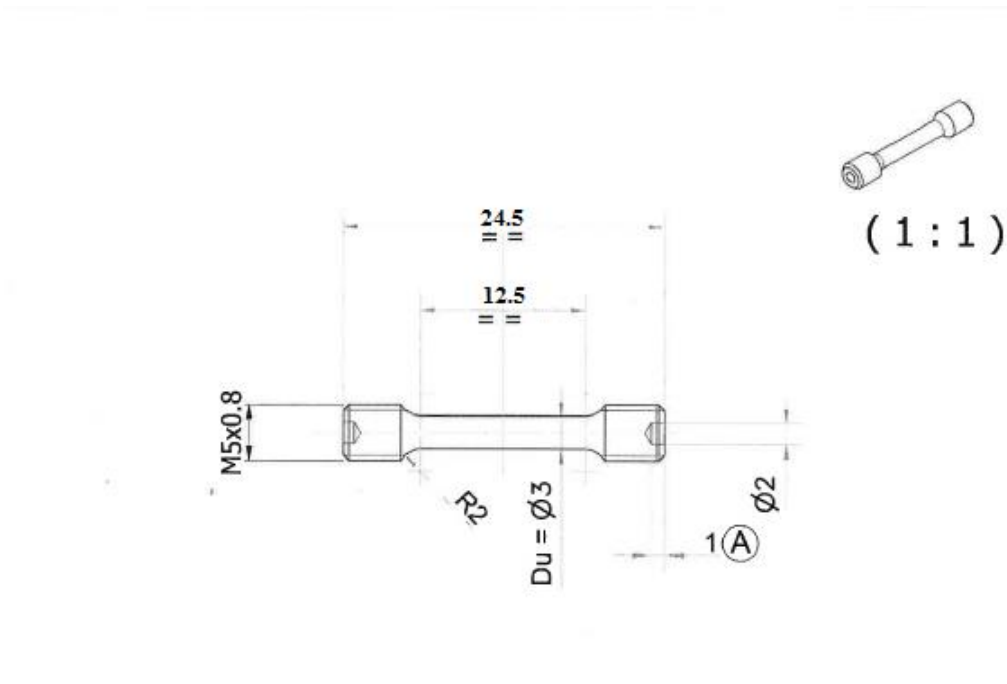


Figure 111: Eprouvette axisymétrique diamètre 3mm Lu 12.5mm

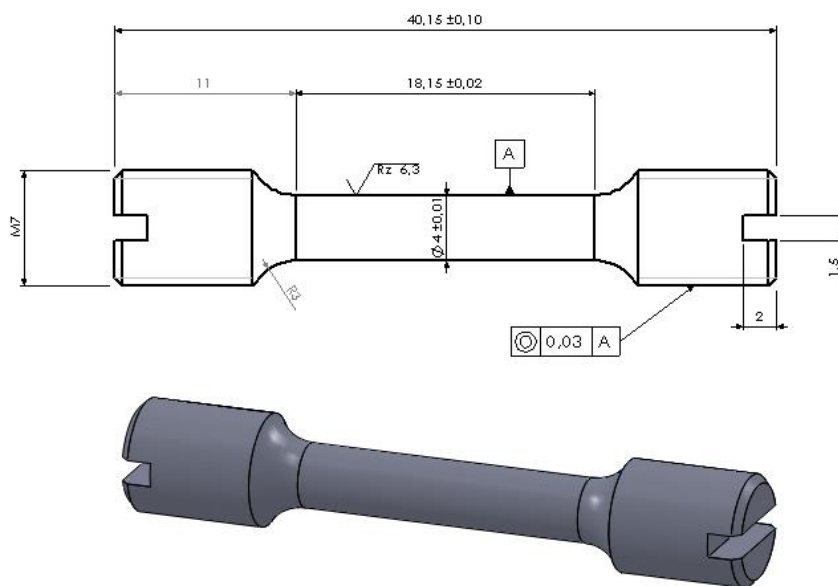


Figure 112: Eprouvette axisymétrique diamètre 4mm Lu 18.15mm

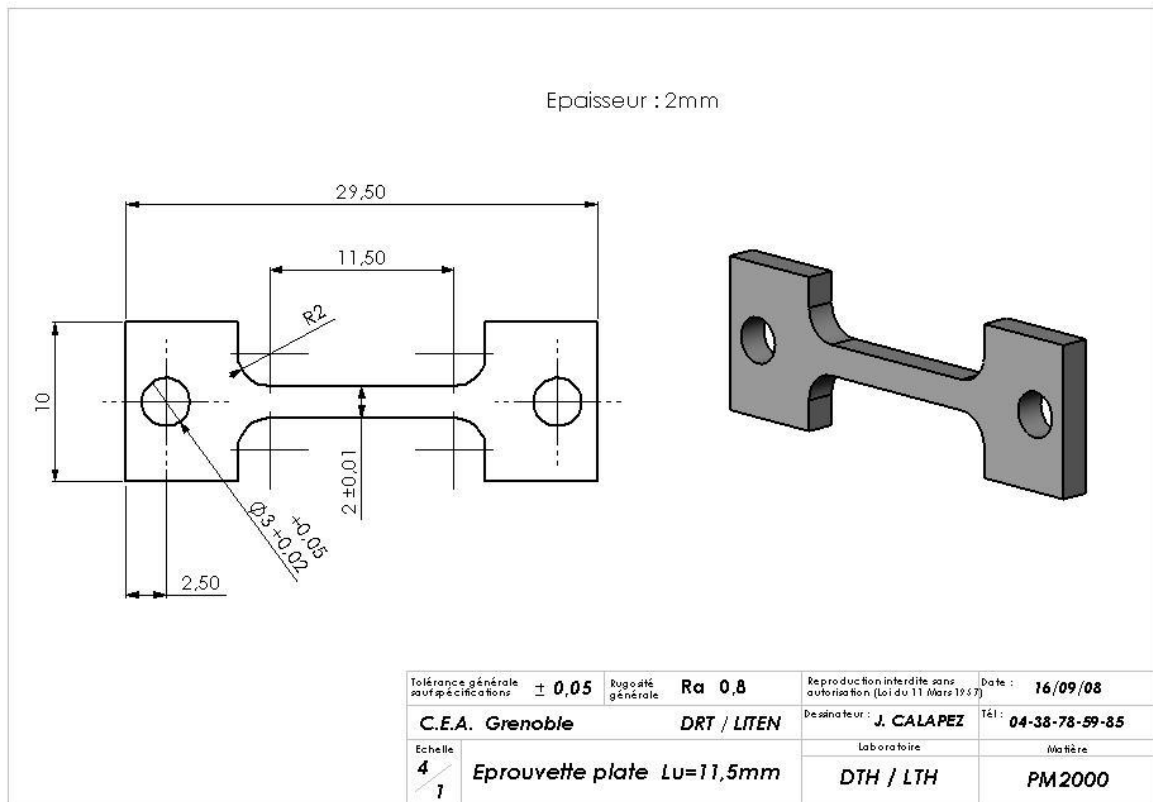


Figure 113: Epreuve section carrée 2 mm par 2 mm longueur utile 11.50 mm

VI.2 EXPRESSION DE LA CONTRAINTE D'OROWAN

La Figure 114 représente la réaction F s'exerçant sur un précipité soumis à la tension de ligne Γ d'une dislocation épinglée.

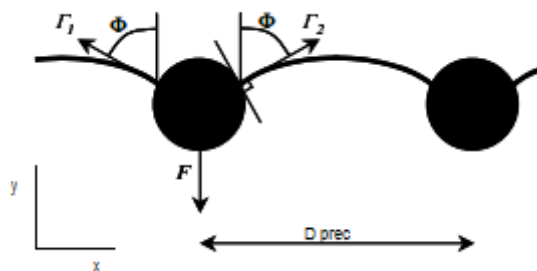


Figure 114: Bilan des forces exercées sur un précipité ancrant une dislocation

On peut écrire le bilan des forces projetées sur l'axe y :

$$F = 2\Gamma \cos \Phi \text{ avec } \Gamma = \frac{Gb^2}{2}$$

Au moment où la boucle se forme et que la boucle est libérée, la contrainte de cisaillement appliquée sur l'ensemble de la dislocation atteint une valeur critique τ_c . La réaction atteint donc elle aussi une valeur critique F_c :

$$F_c = \tau_c b D_{prec} = Gb^2 \cos \Phi_c$$

On fait l'hypothèse que le relâchement se produit lorsque $\Phi_c = 90^\circ$, ce qui est le cas pour un obstacle faible, comme un précipité nanométrique. En passant en contrainte axiale à l'aide du coefficient de Taylor, on obtient alors l'expression suivante de la contrainte d'Orowan :

$$\sigma_{orowan} = \frac{M G b}{D_{prec}}$$

VI.3 CALCUL DE LA DISTANCE INTER PRECIPITES

Nous n'avons pas d'information particulière quant à la répartition des précipités dans la matrice : pour des raisons de calcul, on considère que les N_{prec} précipités sont répartis suivant un motif régulier comportant pour un volume total V , un nombre N_{maille} de mailles contenant $N_{prec/maille}$, on a alors :

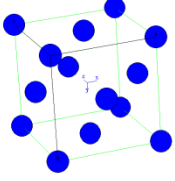
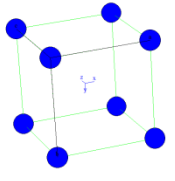
$$N_{prec/maille} * \frac{N_{maille}}{V} = \frac{N_{prec}}{V} \quad \text{Équation 56}$$

Soit avec V_{maille} le volume de la maille élémentaire et ρ_{prec}

$$N_{prec/maille} * \frac{1}{V_{maille}} = \rho_{prec} \quad \text{Équation 57}$$

Le type de maille retenu est un choix arbitraire : dans la littérature, la maille la plus couramment utilisée est la maille cubique simple, qui a une compacité égale à $\pi/6$ et n'est donc pas compacte. On peut donc retenir une maille compacte, type CFC qui semble mieux convenir pour décrire une répartition optimale des précipités dans un volume V

Maille	Cubique faces centrées	Cubique simple
--------	------------------------	----------------

		
Paramètre a	$a = \frac{2d_{prec}}{\sqrt{2}}$	$a = d_{prec}$
$N_{prec}/maille$	4	1
V_{maille}	a^3	a^3
d_{prec}	$d_{prec} = \frac{1}{\sqrt{2}} * \sqrt[3]{\frac{4}{\rho_{prec}}}$	$d_{prec} = \sqrt[3]{\frac{1}{\rho_{prec}}}$
d_{prec} pour des densités de 10^{22} m^{-3} à 10^{23} m^{-3}	$52\text{nm} < d_{prec} < 24\text{nm}$	$46\text{nm} < d_{prec} < 21\text{nm}$

VI.4 ECROUISSAGE θ ET PARAMETRES D'ANNIHILATION

L'équation cinétique du modèle de Kocks et Mecking, Équations 51(a) exprime $\dot{\epsilon}$ en fonction de la contrainte appliquée σ , et peut être inversée pour exprimer σ en fonction de $\dot{\epsilon}$:

$$\sigma = \frac{Mk_bT}{V_a} \ln\left(\frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}_0}\right) + \hat{\sigma} = \frac{Mk_bT}{V_a} \ln\left(\frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}_0}\right) + \sigma_{interne} + \sigma_{prec} \quad \text{Équation 58}$$

La contrainte interne $\sigma_{interne}$ évolue avec la déformation plastique alors que la contrainte due aux précipités σ_{prec} reste constante. L'écroissage représente l'augmentation de la contrainte d'écoulement par incrément de déformation :

$$\theta = \frac{d\sigma}{d\epsilon} = \frac{d\sigma_{interne}}{d\epsilon}$$

L'équation de la contrainte interne est donnée Équation 36, d'où l'expression de l'écroissage, combinée à l'expression de la densité de dislocations, Équation 50 :

$$\theta = M\alpha Gb \frac{1}{2\sqrt{\rho}} \frac{d\rho}{d\varepsilon} = \alpha\mu M^2 \frac{1}{2} \left(\frac{1}{N_1 D_{prec} \sqrt{\rho}} + \frac{1}{N_2} - k_{20} \left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0} \right)^{-\frac{1}{n}} \sqrt{\rho} \right)$$

L'Équation 50 et Équation 58 permettent de déterminer ρ en fonction de σ et σ_{prec} :

$$\rho_t = \frac{1}{(M\alpha\mu b)^2} \left(\sigma - \frac{Mk_b T}{V_a} \ln \left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0} \right) - \sigma_{prec} \right)^2 = (A\sigma - B_{\dot{\varepsilon}})^2$$

avec $A = \frac{1}{M\alpha\mu b}$ et $B_{\dot{\varepsilon}} = \frac{1}{M\alpha\mu b} \left(\frac{Mk_b T}{V_a} \ln \left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0} \right) - \sigma_{prec} \right)$. On peut donc réécrire l'expression de l'écroissage

$$\theta = \alpha\mu M^2 \frac{1}{2} \left(\frac{1}{N_1 D_{prec} (A\sigma - B_{\dot{\varepsilon}})} + \frac{1}{N_2} - k_{20} \left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0} \right)^{-\frac{1}{n}} (A\sigma - B_{\dot{\varepsilon}}) \right)$$

Un calcul en prenant $\dot{\varepsilon} \ll \dot{\varepsilon}_0$, on observe que $1/N_1 D_{prec} (A\sigma - B_{\dot{\varepsilon}}) \ll 1/N_2$. Le terme $k_{20} \left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0} \right)^{-\frac{1}{n}} (A\sigma - B_{\dot{\varepsilon}})$ est une fonction affine de la contrainte. En traçant $\theta = f(\sigma)_{\dot{\varepsilon} \text{ constant}}$, la pente p donne donc accès à la valeur de $k_{20} \left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0} \right)^{-\frac{1}{n}}$:

$$k_{20} \left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0} \right)^{-\frac{1}{n}} = - \left(\frac{2b}{M} \right) p$$

L'estimation des paramètres de restauration repose sur les pentes p_1 et p_2 des courbes d'écroissage, nécessitant des essais à différentes vitesses. Par un calcul aux limites, on montre que :

$$n = - \frac{\ln(\varepsilon_1/\varepsilon_2)}{\ln(p_1/p_2)}$$

VI.5 CODE SCILAB

```
//*****  
// Intégration explicite du modèle de KOCKS et MECKING V24  
// modèle de fluage dislocationnel  
  
// Identification avec courbes expérimentales  
//*****  
// unités SI  
// N.H. avril 2015  
//*****  
  
clear  
  
//// Fonction de simulation de la déformation et de la densité de dislocations par KOCKS et MECKING=====  
function [y1, y2, y3, y4, y5, y6]=KM(para, cont, tt, p, pf, traff);  
  
    ttot = tt;  
    traffin=traff  
    dtgrossier=p;  
    dtfin=pf  
    contrainte=cont  
  
    // Coefficients  
  
    M=2.5 //M Taylor  
    a=0.2 // Alpha coeff  
    G=5.2E10 // G Module de cisaillement  
    b=2.48E-10 // b norme vecteur de burgers  
    mu=0.3// coefficient de poisson  
    Dprec =24E-9 // Dprec distance moyenne entre précipités  
    Dgrain =100E-9// Dgrain diamètre moyen des grains  
    vd=1E6// fréquence de debye  
    rhomesur =1.58E14 // rho0 densité de dislocations initiale  
    kb=1.38E-23 // Constante de Boltzmann  
    T=1073 //Température absolue  
  
    //paramètres du modèle  
    N1=abs(para(1))  
    N2 = abs(para(2))  
    fk20=abs(para(3))  
    n=abs(para(4))  
    //defp0=abs(para(5))  
    rhom0=abs(para(5))  
    rho0=rhomesur-rhom0;  
    m=abs(para(6))*1E-8// Va/(KbT)  
    ksi=abs(para(7))/100  
  
    contprec=ksi*M*G*b/Dprec; // contprec contrainte interne due aux précipités  
    kd=1/(N1*Dprec); // kd contribution des joints de grains a la densité de dislocations  
    defp0=M*vd*Dprec*rhom0*b*exp(-(0.2*G*(b^3))/(kb*T)); // Déformation propre  
  
    //*****  
    //INITIALISATION avec raffinement des pas des calculs pour les premiers pas  
    //*****  
  
    // Boucle des temps de simulation  
  
    tsauve(1)=1*dtfin;  
    dt(1)=dtfin  
    for i=2  
        while tsauve(i-1)<=ttot
```



```

    if i<=traffin/dtfin
        dt(i)=dtfin
        tsauve(i)=tsauve(i-1)+dt(i)
        i=i+1
    else
        dt(i)=dtgrossier
        tsauve(i)=tsauve(i-1)+dt(i)
        i=i+1
    end
else
    break
end
end

// Densité de dislocations initiale

rho(1)=rho0

// Contrainte interne due aux dislocations K et la contrainte propre contint
K(1)=M*a*G*b*sqrt(rho(1)+rhom0);
contint(1)=M*a*G*b*sqrt(rho(1)+rhom0)+contprec;

// vitesse déformation et def initiales
if K(1)>cont then
    seuil=100;
    defp(1)=0;
    def(1)=0+3600*defp(1)*dtfin;
else
    seuil=0; // Seuil: détermine si la contrainte interne dépasse la contrainte appliquée

defp(1)=defp0*exp((contrainte-contint(1))*m); // en 1/s
def(1)=0+3600*defp(1)*dtfin;

// coefficient restauration fk2

fk2(1)=fk20*exp(((contrainte-contint(1))*m)*(-(1/n)))
end

//*****
//CALCUL
//*****
// BOUCLE SUR LE TEMPS
//-----

for i=2:length(tsauve)

// calcul de contint

contint(i)=M*a*G*b*sqrt(rho(i-1)+rhom0)+contprec;
K(i)=M*a*G*b*sqrt(rho(i-1)+rhom0);

// calcul de defp et def au pas i
if K(i)>cont then
    seuil=seuil+100;
    defp(i)=0;
    def(i)=def(i-1)+3600*defp(i)*dt(i);
    fk2(i)=fk20*exp(((contrainte-contint(i))*m)*(-(1/n)));
    rho(i)=rho(i-1)+3600*defp(i)*dt(i)*(M/b)*(kd+(1/N2)*sqrt(rho(i-1))-2*fk2(i)*(rho(i-1)));
else
    seuil=seuil+0;
    defp(i)=defp0*exp((contrainte-contint(i))*m); // en 1/s
    def(i)=def(i-1)+3600*defp(i)*dt(i);

//coefficient restauration fk2

```

```

fk2(i)=fk20*exp(((contrainte-contint(i))*m)*(-(1/n)));

// calcul de la densité de dislocations au pas i
rho(i)=rho(i-1)+3600*defp(i)*dt(i)*(M/b)*(kd+(1/N2)*sqrt(rho(i-1))-2*fk2(i)*(rho(i-1)));
end
end
//
y1 = tsauve
y2 = def
y3 = contint
y4=seuil
y5 = defp
y6= rho
endfunction

//
///// Fonction ERREUR =====>>> ok
function erreur=f(P)
erreurglobale=0;

/////   Boucle de simulation des essais
//-----
// Simulation de la courbe1
//-----

contcalc=cont(1)
ttot=Ttot(1)
pint=p(1)
pfint=pf(1)
traffint=Traff(1)

[resu1,resu2,resu3,resu4,resu5,resu6] = KM(P, contcalc ,ttot,pint,pfint,traffint)

/////Matrice des temps simulés et matrice des déformations simulées

tsauve1=resu1;
defsauve1=resu2;
contint1=resu3;
seuil1=resu4;
defp1=resu5;
rho1=resu6;

// Récupération des points pour texp: déconne pour le point 1
i=1;
j=1;

// Récupération des points pour texp: déconne pour le point simulé 1
i=1;
j=1;

while tsauve1(i)>=texp1(j)

    defsim1(j) = 0+texp1(j)*(defsauve1(i))/(tsauve1(i));
    j=j+1;
    i=i;
end

while tsauve1(i) < texp1(j)

    if tsauve1(i+1) >= texp1(j) then
        defsim1(j) = defsauve1(i)+(texp1(j)-tsauve1(i))*(defsauve1(i+1)-
defsauve1(i))/(tsauve1(i+1)-tsauve1(i));
        j=j+1;
    else
        i=i+1;
    end
end

```

```

end

if j > length(texp1) then
    break
end

if i > length(tsauve1) then
    break
end

end

// _____
// Simulation de la courbe2
// _____

contcalc=cont(2)
ttot=Ttot(2)
pint=p(2)
pfint=pf(2)
traffint=Traff(2)

[resu1,resu2,resu3,resu4,resu5,resu6] = KM(P, contcalc ,ttot,pint,pfint,traffint)

////Matrice des temps simulés et matrice des déformations simulées

tsauve2=resu1;
defsauve2=resu2;
contint2=resu3;
seuil2=resu4;
defp2=resu5;
rho2=resu6;

/// Récupération des points pour texp: déconne pour le point 1
i=1;
j=1;

/// Récupération des points pour texp: déconne pour le point simulé 1
i=1;
j=1;

while tsauve2(i)>=texp2(j)

    defsim2(j) = 0+texp2(j)*(defsauve2(i))/(tsauve2(i));
    j=j+1;
    i=i;
end

while tsauve2(i) < texp2(j)

    if tsauve2(i+1) >= texp2(j) then
        defsim2(j) = defsauve2(i)+(texp2(j)-tsauve2(i))*(defsauve2(i+1)-
defsauve2(i))/(tsauve2(i+1)-tsauve2(i));
        j=j+1;
    else
        i=i+1;
    end

    if j > length(texp2) then
        break
    end

    if i > length(tsauve2) then
        break
    end
end

```

```

end

//-----
// Simulation de la courbe3
//-----

contcalc=cont(3)
ttot=Ttot(3)
pint=p(3)
pfint=pf(3)
traffint=Traff(3)

[resu1,resu2,resu3,resu4,resu5,resu6] = KM(P, contcalc ,ttot,pint,pfint,traffint)

////Matrice des temps simulés et matrice des déformations simulées

tsauve3=resu1;
defsauve3=resu2;
contint3=resu3;
seuil3=resu4;
defp3=resu5;
rho3=resu6;

/// Récupération des points pour texp:
i=1;
j=1;

/// Récupération des points pour texp:
i=1;
j=1;

while tsauve3(i)>=texp3(j)

    defsim3(j) = 0+texp3(j)*(defsauve3(i))/(tsauve3(i));
    j=j+1;
    i=i;
end

while tsauve3(i) < texp3(j)

    if tsauve3(i+1) >= texp3(j) then
        defsim3(j) = defsauve3(i)+(texp3(j)-tsauve3(i))*(defsauve3(i+1)-
defsauve3(i))/(tsauve3(i+1)-tsauve3(i));
        j=j+1;
    else
        i=i+1;
    end

    if j > length(texp3) then
        break
    end

    if i>length(tsauve3) then
        break
    end

end

//-----
// Erreur
//-----
l1= length(texp1)
l2 = length(texp2)
l3 = length(texp3)

```

```

erreur_1=0;
erreur_2=0;
erreur_3=0;

for i=1:l1;
    erreur_1=erreur_1 + (abs(defexp1(i)-defsim1(i)))^2;
end;

for i=1:l2;
    erreur_2=erreur_2 + (abs(defexp2(i)-defsim2(i)))^2;
end;

for i=1:l3;
    erreur_3=erreur_3 + (abs(defexp3(i)-defsim3(i)))^2;
end;
erreurtot2=(erreur_2/l2)^(1/2);
erreurtot1=(erreur_1/l1)^(1/2);
erreurtot3=(erreur_3/l3)^(1/2);

erreurglobale=100*(2*erreurtot1+erreurtot2+erreurtot3)+seuil1+seuil2+seuil3;

```

```

scf(0)
clf()

```

////////////////////affichage des résultats

```

if indice=1 then
    plot(texp1,defsim1,'rd-');
    plot(texp2,defsim2,'bl-');
    plot(texp3,defsim3,'gr-');
    plot(texp1,defexp1,'rd-');
    plot(texp2,defexp2,'bl-');
    plot(texp3,defexp3,'gr-');
end
if indice=2 then
    plot(tsauve1,defp1,'rd-');
    plot(tsauve2,defp2,'bl-');
    plot(tsauve3,defp3,'gr-');
end
if indice=3 then
    plot(defsauve1,contint1,'rd-');
    plot(defsauve2,contint2,'bl-');
    plot(defsauve3,contint3,'gr-');
end
if indice=4 then
    plot(tsauve1,fk21,'rd-');
    plot(tsauve2,fk22,'bl-');
    plot(tsauve3,fk23,'gr-');
end
if indice=5 then
    plot(defsauve1,rho1,'rd-');
    plot(defsauve2,rho2,'bl-');
    plot(defsauve3,rho3,'gr-');
end

if indice=6 then
write_csv ([defsim1;defsim2;defsim3],'H:\defsim.csv',',')
write_csv ([defsauve1;defsauve2;defsauve3],'H:\defsauve.csv',',')

```

```

write_csv ([tsauve1;tsauve2;tsauve3],'H:\tsauve.csv',')
write_csv ([defp1;defp2;defp3],'H:\defp.csv',')
write_csv ([rho1;rho2;rho3],'H:\rho.csv',')
write_csv ([contint1;contint2;contint3],'H:\contint.csv',')
end
erreur=erreurglobale

//_____
// Affichage des paramètres en cours et de l'erreur
//_____
marqi=marqi+1;
lines(0)
disp('_____');
disp(['itération numéro '+string(marqi)]);
disp(['N1='+string(P(1))]);
disp(['N2='+string(P(2))]);
disp(['k20='+string(P(3))]);
disp(['n='+string(P(4))]);
disp(['defp0='+string(P(5))]);
disp(['Va='+string(P(6))]);
disp(['ksi='+string(P(7))]);
disp(['erreur='+string(erreur)]);

disp('_____');
endfunction
//
//_____
// identification des paramètres
//_____
//Paramètres initiaux:
// Charger un fichier .txt

///// initialisation des paramètres (Chaboche)
global Ttot Traff ;
global marqi erreur;
global texp1 defexp1 texp2 defexp2 texp3 defexp3;
global cont nbessai;
global p pf;
global indice;

// Extraction des données EXP en .txt: attention, déformation (pas en %! et séparateur virgule)!!

nbessai=3///// Nombre d'essais utilisés

// essai1 J27 FLU3

cd 'H:\Sauvegarde 05-09-2015\Travaux et Compte rendus\Manip\Mecanismes généraux du fluage des ODS\Fluage
Getmat\Essais pour Fit';// emplacement
flu1='J27 FLU3 130MPa2.txt';// nom du fichier
texp1 = read(flu1,-1, 1);
defmaxexp1 = read(flu1,-1, 2);
defexp1 = defmaxexp1(:, 2);

// essai1 J27 flu 4

cd 'H:\Sauvegarde 05-09-2015\Travaux et Compte rendus\Manip\Mecanismes généraux du fluage des ODS\Fluage
Getmat\Essais pour Fit';// emplacement
flu2='J27 FLU4 140MPa2.txt';// nom du fichier
texp2 = read(flu2,-1, 1);
defmaxexp2= read(flu2,-1, 2);
defexp2 = defmaxexp2(:, 2);

// essai J27 flu 1
cd 'H:\Sauvegarde 05-09-2015\Travaux et Compte rendus\Manip\Mecanismes généraux du fluage des ODS\Fluage
Getmat\Essais pour Fit';// emplacement

```

```

flu3='J27 FLU1 200MPa2.txt'; // nom du fichier
texp3 = read(flu3,-1, 1);
defmaxexp3= read(flu3,-1, 2);
defexp3 = defmaxexp3(:, 2);

///// paramètres de calcul
Nlignes(1)=length(texp1)
Nlignes(2)=length(texp2)
Nlignes(3)=length(texp3)

Ttot(1) = texp1(Nlignes(1))*1;
Ttot(2) = texp2(Nlignes(2))*1 ;
Ttot(3) = texp3(Nlignes(3))*50 ;

p(1) =1; // Pas grossier (h)
p(2) =1;
p(3) =2;

pf(1)=0.0025; // Pas fin (h)
pf(2)=0.0025;
pf(3)=0.0025;

Traff(1)=5; // temps de transition entre pas fin et pas grossier
Traff(2)=5;
Traff(3)=5;

cont(1)=130E6 // contrainte essai FLU3
cont(2)=140E6 // contrainte essai FLU4
cont(3)=200E6 // contrainte essai FLU1

/// Initialisation des paramètres ///
PAR_(1)=3.058963; //N1 coefficient d'ecrouissage prec
PAR_(2)=7.1237394; //N2 coefficient d'ecrouissage disloc
PAR_(3)=2.449D-08; // k20 coefficient de restauration
PAR_(4)=22.195703; //n coefficient de sensibilité de la restau à la def
PAR_(5)=5.725D+10; // rhom0 vitesse de déformation propre
PAR_(6)=6.9663979; // Va/(MkbT)

PAR_(7)=11.908069 ; //ksi en %

indice=1;
//1: déformation, 2:vitesse de déformation, 3: contrainte propre, 4: annihilation, 5: rho, 6: annihilation

///// 1 pour simuler et 0 pour optimisation
ind =1
if ind==1 then
    essai1=f(PAR_);
elseif ind==0 then
    marqi=0
    opt = optimset("MaxIter" , 200, "PlotFcns" , optimplotfval ); // 200 itérations
    [x,fval,exitflag,output]=fminsearch(f,PAR_,opt)
end

exitflag
output

```

VI.6 BASE DE DONNEES : MESURE DE DENSITES DE DISLOCATIONS ET DE PRECIPITES

Référence	$t_{rupture}$ (h)	σ (Mpa)	Grain (épaisseur)	Zone	ρ (m^{-2})	densité précipité (m^{-3})	ρ moyen (m^{-2})	densité moyenne précipité (m^{-3})
F20 - brut	0	0	2 (98nm)	320KX	5.4E+14	4.3E+22	9.1E+14 \mp 6.9E+14	1.5E+23 \mp 6.5E+22
				320KX	1.1E+15	4.1E+22		
				320KX 3	4.1E+14	2.2E+22		
			4 (75nm)	A 450 KX	1.6E+14	9.8E+22		
				B 450 KX	3.8E+14	1.7E+23		
				C 450 KX	3.8E+14	1.1E+23		
			5 (40nm)	B 450 KX	2.1E+15	2.4E+23		
				C 450 KX	2E+15	2.4E+23		
				D 450 KX	1.3E+15	2.0E+23		
F20-203 sens travers Utile	10515	220	1 (60nm)	A 450KX	9.8E+14	1.9E+23	7.3E+14 \mp 2.2E+14	1.2E+23 \mp 7.6E+22
				B450KX	8.6E+14	1.6E+23		
				C450KX	1.1E+15	2.6E+23		
				D450KX	8.3E+14	1.6E+23		
			2 (88nm)	A450KX	8.0E+14	1.6E+23		
				B450KX	7.2E+14	1.4E+23		
				C3200KX	8.1E+14	1.3E+23		
			3 (73nm)	D 450KX	8.1E+14	8.8E+22		
				A 225kx	7.5E+14	3.7E+22		
				B 225kx	4.6E+14	2.3E+22		
				C 320kx	9.9E+14	6.9E+22		
			5 (125nm)	A 320kx	3.2E+14	1.5E+22		
				B 320KX	4.4E+14	1.6E+22		
				C 450KX	1E+15	3.5E+22		
				D 450KX	5.5E+14	2.0E+22		
F20- 116 Sens travers tête	2525	200	1 (74nm)	1 225KX	6.7E+14		9.0E+14 \mp 3.0E+14	
				3 320KX	8.5E+14			
			2 (95nm)	3 450KX	8.4E+14			
				2 630KX	1.5E+15			
			3 (45nm)	2 320KX	1.0E+15			
			F20 116 Sens travers Utile	2525	200	3 (114nm)		
4 (49nm)	1 225KX	5.5E+14						
	2 450KX	3.1E+14						
2 (50nm)	1 225KX	6.9E+14						
	2 320KX	1.0E+15						
F20 202 Sens long Utile	7000	300				1 (46nm)	A 450 KX	7.1E+14
			B 320 KX	6.7E+14				
			2 (120nm)	A450 KX	9.7E+14			
				B 900 KX	6.5E+14	1.1E+23		
			3 (90nm)	A 320 KX	1.0E+15	1.7E+23		

Référence	$t_{rupture}$ (h)	σ (Mpa)	Grain (épaisseur)	Zone	ρ (m^{-2})	densité précipité (m^{-3})	ρ moyen (m^{-2})	densité moyenne précipité (m^{-3})
J12-brut	0	0	1 (67nm)	A 130 KX	1.1E+15		8.3E+14	1.7E+23
				A 450 KX	7.5E+14	3.5E+23		
				B 450 (KX	1.1E+15			
			2 (54nm)	A 450KX	6.2E+14	6.7E+22	±3.9E+14	±1.0E+23
				B 130 KX	8.1E+14			
				3 (60nm)	A 450KX	2.4E+14		

Référence	$t_{rupture}$ (h)	σ (Mpa)	Grain (épaisseur)	Zone	ρ (m^{-2})	densité précipité (m^{-3})	ρ moyen (m^{-2})	densité moyenne précipité (m^{-3})
J27 brut	0	0	1 (166nm)	A 320KX	3.2E+14		3.6E+14	1.9E+23
				A 450 KX	1.2E+14	2.2E+22		
			2 (98nm)	B 320 KX	4.1E+14		±2.4E+14	±1.0E+23
				B450 KX	2.8E+14			
				C 1250		2.2E+23		
			3 (83nm)	B 320	6.1E+14			
C 1800		2.1E+23						
J27 FLU 4 sens long Utile	600	140	1 (135nm)	A 450KX	6.1E+14		6.3E+14	2.8E+23
			2 (126nm)	A 450KX	7.9E+14			
				A 450KX	8.0E+14		±3.6E+14	±1.1E+23
				C1250 KX		3.1E+23		
			3 (134nm)	D 450KX	4.3E+14			
				B 320	5.4E+14			
			C 1250KX		2.5E+23			

VI.7 RECAPITULATIF DES TRAVAUX REALISES SUR ODS Fe11Cr AMES

Tous les travaux réalisés sur les nuances Fe 11Cr produites à partir des poudres AMES Laboratory n'ont pas été présentés dans le manuscrit. Cette annexe vise à détailler les actions menées sur les compactations directes sans broyage.

VI.7.1 MISE EN FORME

Le Tableau 29 récapitule les compactations réalisées sur les poudres AMES laboratory.

Nuance	Granulométrie	compactations
Fe11cr AMES	<20 μ m	SPS 1050°C
		CUC 600MPa 1050°C
		CUC 600 MPa 1050°C puis CIC (GARS20)
	20-75 μ m	SPS 1050°C
		Filage 1050°C

Tableau 29: Récapitulatif de nuances étudiées

Après réception des poudres brutes, une première compaction à 1050°C par Spark Plasma Sintering (SPS) a été réalisée à l'INSA de Lyon par X.Boulnat. La compaction s'était révélée imparfaite ce qui avait été initialement attribuée à un mauvais calibrage du procédé. La première compaction par compaction uniaxiale à chaud (CUC) n'a pas permis de fritter correctement la nuance : la couche d'oxyde superficielle sur les grains de poudre atomisée dégrade les propriétés mécaniques et rend la compaction très difficile. Un procédé plus intense, telle que le filage pourrait être plus approprié.

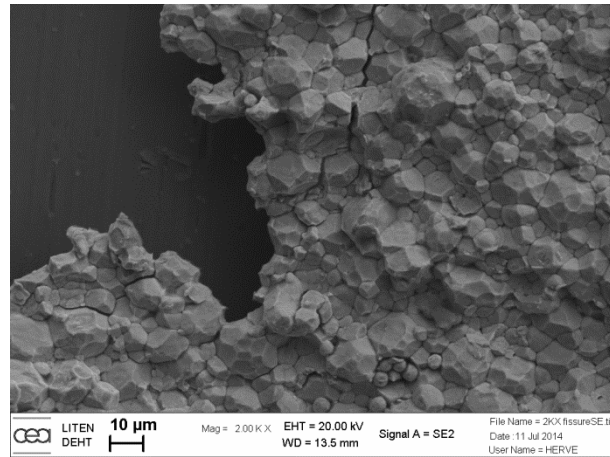


Figure 115: Image SEM d'un éclat issu de l'acier Fe11Cr AMES après CUC 600MPa et 1050°C

La poudre Fe11cr ODS de granulométrie 20-75 μ m a été compactée sans broyage par SPS et par filage à 1050°C. Un état brut de filage et un état filé puis recuit à 1200°C pendant 2h30 ont été testés

VI.7.2 CARACTERISATION MICROSTRUCTURALE

VI.7.2.1.1 FE11CR AMES 20 μ M COMPACTE PAR SPS

Les acquisitions EBSD et les observations TEM révèlent une structure martensitique malgré l'absence de trempe. De nombreuses inclusions intergranulaires riches en yttrium et en titane sont observées ainsi que des porosités. La nano précipitation d'oxyde d'yttrium n'est pas observé.

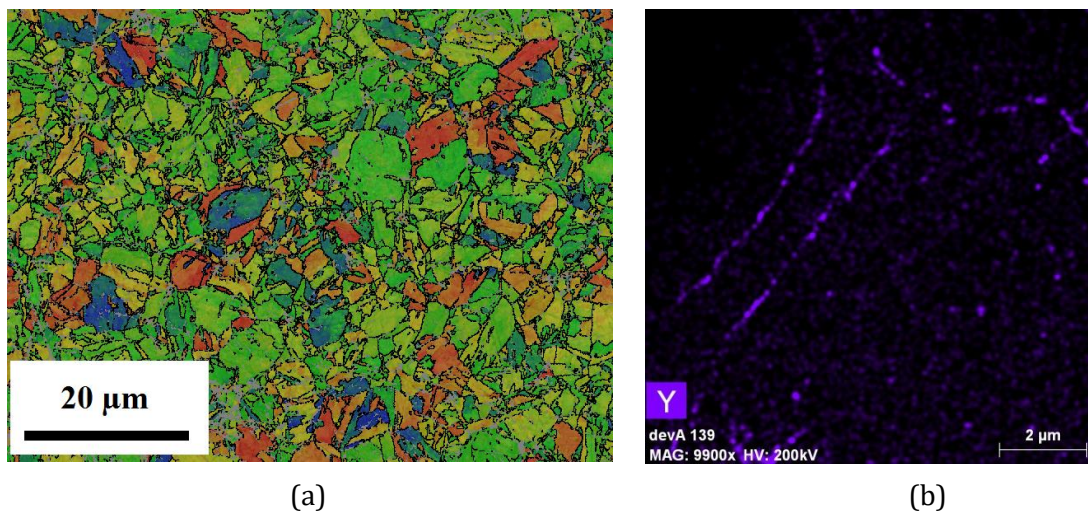


Figure 116: (a) Cartographie EBSD IPF X (b) STEM EDS sur Fe11Cr AMES 20 μ compacté par SPS

Des échantillons ont été caractérisés par Diffusion des Neutrons aux petits angles par M.H. Mathon au laboratoire Léon Brillouin : une précipitation peu dense centrée autour de 7.8nm est observée, mais le rapport entre la diffusion nucléaire et la diffusion magnétique (dit rapport A) ,

spécifique à la chimie des précipités ne correspond pas à la valeur classiquement observée sur les aciers ODS.

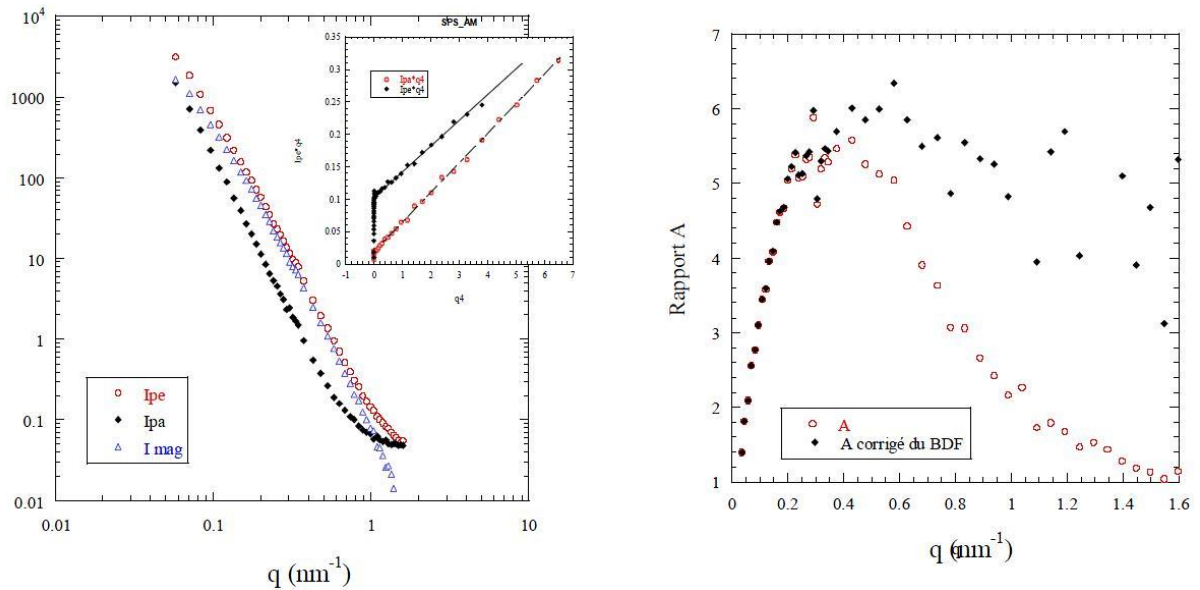


Figure 117: Intensités perpendiculaire, parallèle et magnétique mesurées sur l'échantillon SPS-AMES. Détermination du bruit de fond en appliquant la Loi de Porod et rapport A avant et après soustraction du bruit de fond. M.H. Mahon rapport 2014 MACNA L 2014-47

VI.7.2.1.2 ODS Fe11Cr AMES 20 μ m – 75 μ m

A l'état brut de filage, l'acier Fe11Cr AMES 20-75 μ présente une structure martensitique composée de grains microniques avec une texture de fibre α .

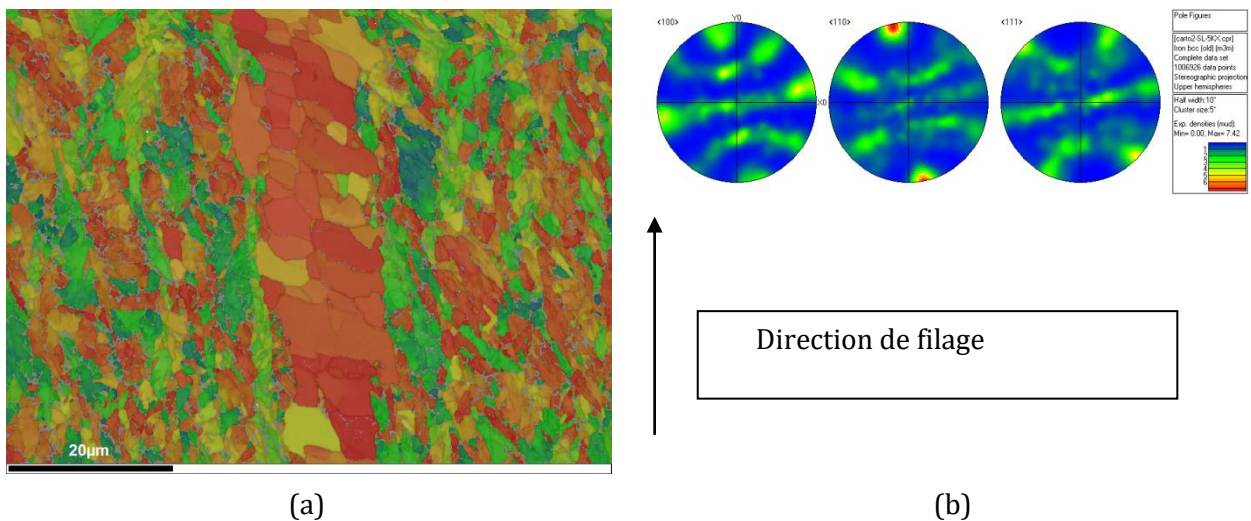


Figure 118: (a) cartographie EBSD et (b) figure de pole directe sur acier Fe11Cr AMES 20-75 μ m après filage.

A l'état brut de filage, aucune observation TEM n'a permis de mettre en évidence la présence des précipités nano métriques caractéristiques des ODS. Des précipités grossiers de 50nm peu nombreux sont observés.

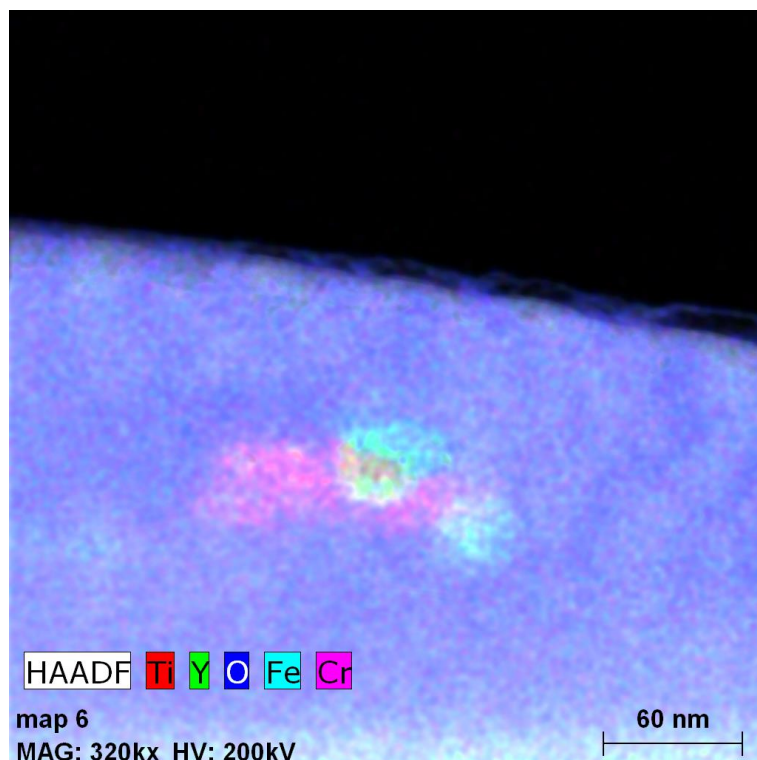


Figure 119: Image STEM EDS d'un précipité grossier riche en Ti et Y sur l'acier Fe11Cr AMES 20-75 μ m

Les travaux d'AMES laboratory [31] [32] indiquent qu'un recuit à haute température permet de finaliser la précipitation des oxydes. Un traitement de recuit à 1050°C pendant 2h30 sous atmosphère Ar a été réalisé. Aucun précipité nanométrique n'est observé après traitement : les précipités riches en yttrium on grossit et une phase d'oxyde de chrome s'est formée durant le traitement (Figure 120).

En conclusion, la seule nuance Fe11Cr AMES a avoir présenté après une compaction sans broyage, une précipitation nano métrique d'oxydes d'yttrium, quoi que peu dense, est l'acier GARS20 présenté en CHAPITRE V. :

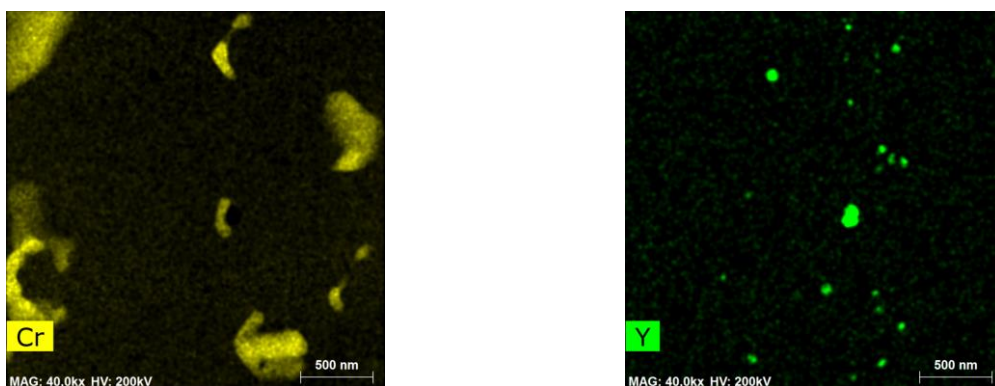


Figure 120: Cartographies STEM EDS du Fe11Cr AMES 20-75 μ m après recuit 2h30 à 1200°C

VI.7.3 CARACTERISATION EN TRACTION

Deux essais de tractions ont été réalisés à $7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ sur l'acier Fe11Cr à 20°C et 650°C par J.CALAPEZ. Les résultats bruts sont présentés en Figure 121. Bien que peu résistant, il semble moins fragile que son homologue GARS20 compacté par CUC puis CIC à 1050°C.

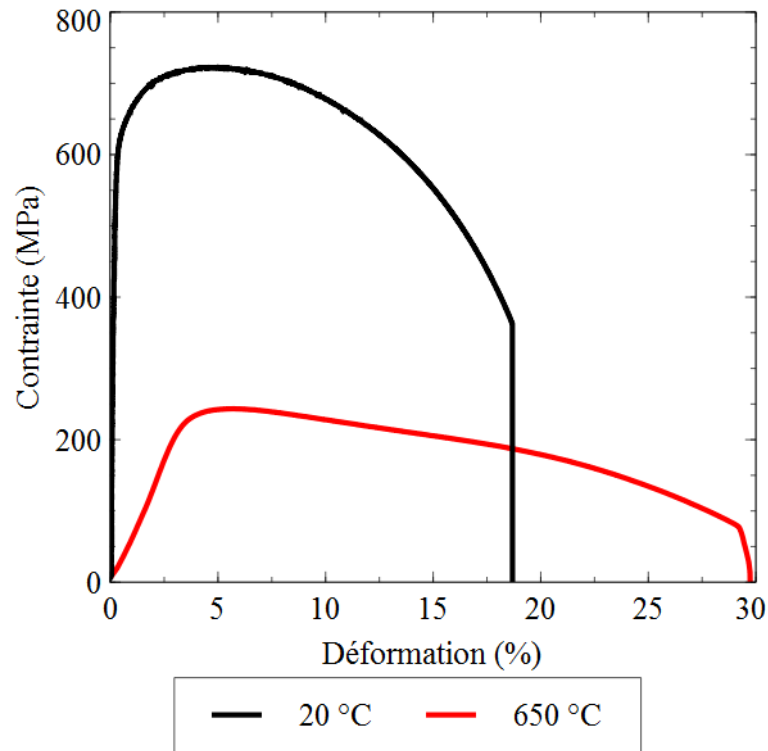


Figure 121: Courbes de traction brute de l'acier Fe11Cr AMES à 20°C et 650°C pour une vitesse de $7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$