HAL
open science

Modifications microstructurales sous sollicitations thermomécaniques sévères : application au soudage par résistance des gaines de combustibles en aciers ODS

Brendan Le Gloannec

To cite this version:

Brendan Le Gloannec. Modifications microstructurales sous sollicitations thermomécaniques sévères : application au soudage par résistance des gaines de combustibles en aciers ODS. Matériaux. Université de Bordeaux, 2016. Français. NNT : 2016BORD0367 . tel-01941717

HAL Id: tel-01941717

https://theses.hal.science/tel-01941717

Submitted on 2 Dec 2018

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 PRÉSENTÉE

POUR OBTENIR LE GRADE DE

DOCTEUR DE

L'UNIVERSITÉ DE BORDEAUX

ÉCOLE DOCTORALE DES SCIENCES CHIMIQUES

SPÉCIALITÉ PHYSICO-CHIMIE DE LA MATIÈRE CONDENSÉE

Par Brendan LE GLOANNEC

Modifications microstructurales sous sollicitations thermomécaniques sévères : application au soudage par résistance des gaines de combustibles en aciers ODS.

Sous la direction de : Angéline POULON-QUINTIN et Cédric POUVREAU
Co-endradrant : Olivier DOYEN

Soutenue le : 12 décembre 2016

Membres du jury :

M. FABREGUE, Damien	Professeur, INSA de Lyon	Rapporteur
M. DESCHAMPS, Alexis	Professeur, INP Grenoble	Rapporteur
Mme ROUGIER, Aline	Directeur de recherche CNRS	Examinatrice
M. PAILLARD, Pascal	Professeur, Université de Nantes	Examinateur
M. FEULVARCH, Eric	Maître de conférences, ENISE	Examinateur
Mme POULON-QUINTIN, Angéline	Maître de conférences, Université Bordeaux	Examinatrice
M. POUVREAU, Cédric	Maître de conférences, Université Bretagne Sud	Examinateur
M. DOYEN, Olivier	Ingénieur de recherche, CEA	Examinateur

Remerciements

Je tiens à remercier tout d'abord Antonella Li Puma pour m'avoir accueilli dans son laboratoire durant ces 3 dernières années.

Merci à Damien Fabregue et Alexis Deschamps, pour avoir m'avoir fait l'honneur d'accepter le rôle de rapporteurs et pour leurs commentaires sur le manuscrit. Merci à Aline Rougier pour avoir présidé le jury de thèse, ainsi qu'à Pascal Paillard et Eric Feulvarch, pour la pertinence de leurs questions lors de la soutenance.

Merci à Angéline Poulon (ICMCB), pour son rôle de directrice de thèse, son encadrement et son dynamisme. Merci à Cédric Pouvreau (IRDL) pour son rôle co-directeur et ses conseils avisés tant sur les aspects techniques et expérimentaux, que sur les aspects relatifs à la communication et la rédaction. Merci à Olivier Doyen (LTA) pour son rôle d'encadrant, et sa grande implication dans le suivi de mon travail tout au long de la thèse, et en particulier ces derniers mois.

Merci à l'ensemble du SEMT/LTA pour leur sympathie et pour les discussions tant scientifiques que plus légères. En particulier, je tiens à remercier Jacques Grall pour la préparation des échantillons, des attaques chimiques et les macrographies. Merci aux stagiaires pour avoir égayé notre bureau, et le labo, le temps de leur passage, et en particulier à Anis, avec qui j'ai pris beaucoup de plaisir à m'attaquer à l'épineux problème de la calibration des résistances de contact. Un grand merci également aux thésards du LTA, de l'ICMCB et de l'IRDL que j'ai eu la chance de rencontrer ces trois dernières années.

Merci au personnel de l'ICMCB et de PLACAMAT. Notamment à Rodolphe Decourt pour les mesures de résistivités électriques, Michel Lahaye pour les analyses WDS et Pascal Garreta pour l'aide aux préparations des échantillons EBSD.

Merci au personnel de l'IRDL pour leur accueil chaleureux. En particulier Denis Carron, pour ses conseils sur l'utilisation de la Gleeble en début de thèse, ainsi qu'à Jean Costa et William Berckmans pour leur aide précieuse lors des essais.

Merci à François Brisset et Thierry Baudin de l'ICMMO ainsi qu'à Frédéric Delabrouille d'EDF les Rernardières pour les caractérisations EBSD sur soudures et éprouvettes de compression.

Merci à Pascale Jegou, Marie-Hélène Mathon, et Marc-Antoine Thual grâce à qui j'ai pu découvrir les joies de la Diffusion des Neutrons aux Petits Angles sur la ligne PAXY du LLB. Je remercie également Marc-Antoine pour le traitement des données brutes et l'identification des paramètres, et pour avoir pris le temps de répondre à mes questions. Merci également à Vincent Klosek pour la campagne de diffraction des neutrons.

Je tiens également à remercier Denis Sornin et Yann de Carlan, du SRMA, pour les conseils et remarques dont j'ai pu bénéficier au cours de ce travail. Je souhaiterai aussi remercier Benjamin Hary qui a eu la gentillesse de s'occuper de la préparation finale des premières soudures passées à l'EBSD, et que j'ai eu la chance de retrouver pour la campagne de DNPA.

Merci au personnel de la ligne D2AM de l'ESRF sur laquelle les mesures de Diffusion des Rayons X aux Petits Angles ont été réalisées, ainsi qu'à Alexis Deschamps et Frédéric De Gueuser pour ces mesures, le dépouillement des données et l'identification de paramètres sur les quelques milliers de points de mesure.

Enfin, je tiens à remercier ma famille et mes amis pour leur soutien.

Glossaire des acronymes et abréviations employés

(I_X, t_X, F_X) (X = 9 ou 14) : jeu de paramètres intensité, temps et force de référence pour le soudage de l'acier ODS à X % massique de chrome

Acier XCr ODS (avec X un réel) : acier ODS à X % massique de chrome

b-e (pour la simulation numérique du soudage): bouchon-électrode

DA (pour les figures de pôles) : Direction Axiale (i.e. direction de filage (chapitres II et III) et direction de compression (chapitre IV))

DR (pour les figures de pôles) : Direction Radiale

DNPA (ou SANS) : Diffusion des Neutrons aux Petits Angles (ou Small Angle Neutron Scattering)

DXPA (ou SAXS) : Diffusion des rayons X aux Petits Angles (ou Small Angle X-ray Scattering)

EBSD : Electron BackScatter Diffraction

EDS ou EDX : Energy-Dispersive X-ray Spectroscopy

EFE : Energie de Faute d'Empilement

FEG (pour le MEB) : Field Emission Gun

FSW : Friction Stir Welding

g-b (pour la simulation numérique du soudage) : gaine-bouchon

g-e (pour la simulation numérique du soudage) : gaine-électrode

HAB : High Angle Boundary

IF : Interstitial Free

IPF : Inverse Pole Figure

K-S : relation d'orientation de Kurdjumov-Sachs

LAB : Low Angle Boundary

MEB : Microscope Electronique à Balayage

MET : Microscope Electronique à Transmission

ODF : Orientation Distribution Function

ODS : Oxide Dispersion Strengthened

q (pour la DNPA et la DXPA) : module du vecteur de diffusion

Rapport A (pour la DNPA) : rapport des intensités diffusées perpendiculairement et parallèlement au champ magnétique

RC : Résistance de Contact

RCE : Résistance de Contact Electrique

RCT : Résistance de Contact Thermique

RDC : Recristallisation Dynamique Continue

RDD : Recristallisation Dynamique Discontinue

RDG : Recristallisation Dynamique Géométrique

RO : Relation d'Orientation

SIBM : Strain Induced Boundary Migration

SPR : Soudage Par Résistance

WDS : Wavelength Dispersive Spectrometry

ZAT : Zone Affectée Thermiquement

ZATM : Zone Affectée Thermo-Mécaniquement

Table des matières

INTRODUCTION GENERALE **8**

CHAPITRE I - SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE **11**

1. EVOLUTIONS MICROSTRUCTURALES SOUS SOLLICITATIONS SEVERES **11**

1.1 MECANISMES D'EVOLUTION MICROSTRUCTURALE LORS DE LA DEFORMATION A CHAUD 12

1.1.1 Restauration dynamique *12*

1.1.2 Recristallisation dynamique continue (RDC) *13*

1.1.3 Recristallisation dynamique géométrique (RDG) *14*

1.1.4 Recristallisation dynamique discontinue *15*

1.1.5 Transition entre RDC et RDD dans les matériaux à forte EFE *16*

1.1.6 Transformation dynamique dans les aciers à transformation de phase *19*

1.1.7 Recristallisation dynamique dans les aciers ODS *20*

1.1.8 Synthèse des mécanismes d'évolution microstructurale sous sollicitation sévère *21*

1.2 EFFET DE LA DEFORMATION A CHAUD SUR LA TEXTURE DES ACIERS 22

1.2.1 Cas des aciers ferritiques *22*

1.2.2 Cas des aciers à transformation de phase *25*

1.2.3 Synthèse sur l'effet de la déformation à chaud sur la texture des aciers *29*

2. LES NUANCES D'ACIERS ODS DEVELOPPEES AU CEA **29**

2.1 COMPOSITION CHIMIQUE DES NUANCES D'ACIERS ODS ET DISTINCTION EN FONCTION DE LEUR TENEUR EN CHROME 29

2.2 ELABORATION DES MATERIAUX D'ETUDE 30

2.2.1 Gamme d'élaboration complète *30*

2.2.2 Co-broyage ou mécanosynthèse *31*

2.2.3 Consolidation par filage à chaud *31*

2.3 MICROSTRUCTURES DES ACIERS APRES FILAGE A CHAUD ET RECUIT 32

2.3.1 Cas des nuances d'aciers à 14% de chrome *32*

2.3.2 Cas des nuances d'aciers à 9% de chrome *35*

2.4 CONSIDERATIONS GENERALES SUR LES PROPRIETES MECANIQUES DES NUANCES D'ACIER ODS ETUDIEES 37

3. SOUDAGE DES ACIERS ODS ET EFFETS SUR CES MATERIAUX **38**

3.1 SOUDAGE DES ACIERS ODS PAR FUSION 38

3.2 SOUDAGE DES ACIERS ODS EN PHASE SOLIDE 39

3.2.1 Procédés autres que le soudage par résistance en bout *39*

3.2.2 Soudage par résistance en bout des gaines en aciers ODS *43*

4. SIMULATION NUMERIQUE DU SOUDAGE PAR RESISTANCE EN BOUT **46**

4.1 LA PHYSIQUE DU SOUDAGE PAR RESISTANCE ET SA PRISE EN COMPTE DANS LES MODELES NUMERIQUES 46

4.2 PHENOMENES ELECTRO-THERMIQUES AUX INTERFACES ET MODELES ASSOCIES 48

4.3 SOUDAGE PAR RESISTANCE EN BOUT SUR GEOMETRIE GAINE-BOUCHON 49

5. SIMULATEURS ET ESSAIS THERMOMECANIQUES **52**

5.1 SIMULATEURS THERMOMECANIQUES 53

5.2 ESSAIS MECANIQUES 54

5.2.1 Essais sollicitant localement en compression *54*

5.2.2 Essais sollicitant localement en cisaillement *56*

CONCLUSION DE LA SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE **58**

CHAPITRE II – IDENTIFICATION DES MICROSTRUCTURES ET DE L'HISTORIQUE THERMOMECANIQUE DES DIFFERENTES ZONES CONSTITUANT UNE SOUDURE PAR RESISTANCE DES GAINES DE COMBUSTIBLE 60

1 OPERATION DE SOUDAGE PAR RESISTANCE DES GAINES DE COMBUSTIBLE 60

1.1 GEOMETRIE DES PIECES A SOUDER, PRESENTATION DE L'INSTALLATION DE SOUDAGE PAR RESISTANCE ET DE L'INSTRUMENTATION ASSOCIEE 60

1.1.1 Géométrie des pièces à souder 60

1.1.2 Présentation de l'installation de soudage par résistance et de l'instrumentation associée 60

1.2 PARAMETRES DE SOUDAGE UTILISES ET PLAGE OPERATOIRE 62

2 MICROSTRUCTURE INITIALE DES MATERIAUX DE BASE DE L'ETUDE 64

2.1 COMPOSITION CHIMIQUE, CONDITIONS D'ELABORATION, ETAT DE LIVRAISON ET TRANSFORMATIONS ALLOTROPIQUES .. 64

2.2 MICROSTRUCTURE DES MATERIAUX DE BASE 65

2.2.1 Nuance d'acier 14Cr ODS 65

2.2.2 Nuance d'acier 9Cr ODS 69

3 CARACTERISATION METALLURGIQUE DES SOUDURES 72

3.1 IDENTIFICATION DES DIFFERENTES ZONES AFFECTEES PAR LE SOUDAGE 72

3.2 LES MICROSTRUCTURES DE SOUDAGE DE LA NUANCE ODS A 14 % DE CHROME 74

3.2.1 Morphologie et taille de grains dans la soudure 74

3.2.2 Textures locales dans la soudure 76

3.2.3 Evolution des distributions de désorientation et de la désorientation intra-granulaire 77

3.2.4 Répartition des éléments chimiques 78

3.2.5 Caractérisation de l'état de précipitation par diffusion des rayons X aux petits angles 79

3.2.6 Micro-dureté 80

3.2.7 Synthèse et discussion sur les spécificités microstructurales des soudures en nuance 14Cr ODS ... 81

3.3 LES MICROSTRUCTURES DE SOUDAGE DE LA NUANCE ODS A 9 % DE CHROME 83

3.3.1 Microstructures granulaires dans la soudure 83

3.3.2 Textures locales dans la soudure 85

3.3.3 Evolution des distributions de désorientation et de la désorientation intra-granulaire 85

3.3.4 Répartition des éléments chimiques 86

3.3.5 Caractérisation de l'état de précipitation par diffusion des rayons X aux petits angles 87

3.3.6 Micro-dureté 88

3.3.7 Synthèse et discussion sur les spécificités microstructurales des soudures en nuance 9Cr ODS 89

4 SIMULATION NUMERIQUE DU SOUDAGE PAR RESISTANCE DES GAINES 90

4.1 DESCRIPTION DES MODELES PHYSIQUES UTILISES 90

4.1.1 Phénomènes pris en compte, équations à résoudre et procédure de résolution 90

4.1.2 Modèles et propriétés des matériaux 91

4.2 GEOMETRIE, MAILLAGE ET CONDITIONS AUX LIMITES 92

4.2.1 Géométrie et maillage 92

4.2.2 Conditions aux limites 92

4.2.3 Conditions de contact 93

4.3 VALIDATION DE LA SIMULATION PAR COMPARAISON A L'EXPERIENCE 94

4.4 RESULTATS DE LA SIMULATION 96

4.4.1 Déroulement du soudage et cycles thermomécaniques locaux 96

4.4.2 Diversité des cycles thermomécaniques au sein de la soudure 99

4.4.3 Effet des paramètres de soudage et du matériau sur les cycles thermomécaniques locaux 100

4.5 CONCLUSIONS SUR LA SIMULATION NUMERIQUE DU SOUDAGE 102

CONCLUSIONS DU CHAPITRE II 103

CHAPITRE III - REPRODUCTION DES MICROSTRUCTURES DE SOUDAGE PAR RESISTANCE PAR DES ESSAIS THERMOMECANIQUES 105

1 DEVELOPPEMENT D'UN ESSAI SUR SIMULATEUR GLEEBLE EN VUE DE LA REPRODUCTION DES CYCLES THERMOMECANIQUES DE SOUDAGE PAR RESISTANCE 107

1.1 MISE AU POINT DE L'ESSAI ET LIMITES ASSOCIEES 107
1.1.1 Configuration d'essais 107
1.1.2 Conception de l'éprouvette 108
1.1.3 Instrumentation des essais 109
1.1.4 Déroulement et limites de l'essai vis-à-vis des sollicitations thermomécaniques imposables 110
1.2 EVALUATION DES CYCLES THERMOMECANIQUES LOCAUX IMPOSES 114
1.2.1 Simulation numérique 114
1.2.2 Champ de déformation dans la zone cisaillée 115
1.2.3 Effet des paramètres d'essai sur le niveau de déformation dans la zone cisaillée 116
1.2.4 Evolution de la température lors de l'essai 118
1.2.5 Phénomènes non pris en compte dans la simulation 119
1.3 SYNTHESE ET CYCLES THERMOMECANIQUES IMPOSES 120

2 REPRODUCTION DES MICROSTRUCTURES DE SOUDAGE PAR RESISTANCE SUR EPROUVETTES « CHAPEAU » ET ANALYSES ASSOCIEES 122

2.1 EVOLUTION MICROSTRUCTURALE A TRAVERS LA BANDE CISAILLEE 122
2.1.1 Cas de la nuance d'acier 14Cr ODS 122
2.1.2 Cas de la nuance d'acier 9Cr ODS 124
2.2 EFFET DES PARAMETRES ET COMPARAISON DES MICROSTRUCTURES REPRODUITES ET DES MICROSTRUCTURES DE SOUDAGE 126
2.2.1 Sur la nuance d'acier 14Cr ODS 126
2.2.2 Sur la nuance d'acier 9Cr ODS 132
2.3 CONCLUSION SUR LA REPRODUCTION DES MICROSTRUCTURES DE SOUDAGE PAR RESISTANCE PAR DES ESSAIS SUR EPROUVETTES CHAPEAU 138

3 CARACTERISATION DE L'ETAT DE PRECIPITATION PAR DXPA DANS LES EPROUVETTES « CHAPEAU » .. 138

3.1 EVOLUTION DE L'ETAT DE PRECIPITATION A TRAVERS LA BANDE CISAILLEE 138
3.2 EFFET DES PARAMETRES DES CYCLES THERMOMECANIQUES SUR LA NUANCE D'ACIER 14CR ODS 140
3.3 EFFET DES PARAMETRES DES CYCLES THERMOMECANIQUES SUR LA NUANCE D'ACIER 9CR ODS 143

CONCLUSION DU CHAPITRE III 145

CHAPITRE IV - COMPREHENSION DES MECANISMES A L'ORIGINE DE L'EVOLUTION MICROSTRUCTURALE SOUS SOLLICITATIONS THERMOMECANIQUES SEVERES 147

1 DEVELOPPEMENT D'UN ESSAI ADAPTE POUR LA COMPREHENSION DES MECANISMES A L'ORIGINE DES MODIFICATIONS MICROSTRUCTURALES SOUS SOLLICITATIONS THERMOMECANIQUES SEVERES 147

1.1 CONFIGURATION D'ESSAI ET GEOMETRIE D'EPROUVETTES 147
1.2 DEROULEMENT ET INSTRUMENTATION DES ESSAIS 149
1.3 ANALYSE DES ESSAIS ET DETERMINATION DES CYCLES THERMOMECANIQUES IMPOSES 150

2 ETUDE DE LA RECRISTALLISATION DYNAMIQUE SUR LES NUANCES D'ACIER 14CR ODS ET 9CR ODS 152

2.1 ETUDE DE LA RECRISTALLISATION DYNAMIQUE SUR LA NUANCE D'ACIER 14CR ODS 152
2.1.1 Evolution microstructurale avec la déformation le long de l'axe de l'éprouvette et comparaison avec les microstructures de soudage 153

2.1.2 Effet de la vitesse de déformation et de la température sur l'évolution microstructurale lors de la déformation à chaud ... 156
2.1.3 Evolution de la microstructure et de la contrainte lors de la déformation à haute température et faible vitesse de sollicitation ... 158
2.1.4 Synthèse et discussion sur l'évolution microstructurale de la nuance 14Cr ODS lors de la déformation à chaud ... 160
2.2 RECRISTALLISATION DYNAMIQUE ET TRANSFORMATION DE PHASE AU REFROIDISSEMENT SUR LA NUANCE D'ACIER 9CR ODS 162

3 CARACTERISATION DE L'ETAT DE PRECIPITATION ... 164

3.1 EFFET DES PARAMETRES DES CYCLES THERMOMECANIQUES SUR LA NUANCE D'ACIER 14CR ODS ... 165
3.2 EFFET DES PARAMETRES DES CYCLES THERMOMECANIQUES SUR LA NUANCE D'ACIER 9CR ODS ... 167
3.2.1 Résultats de DNPA ... 168
3.2.2 Comparaison aux résultats de DXPA sur éprouvette de compression et sur éprouvettes « chapeau » ... 171

CONCLUSION DU CHAPITRE IV ... 172

CONCLUSIONS GENERALES ET PERSPECTIVES ... 175

BIBLIOGRAPHIE ... 181

ANNEXE 1 – TECHNIQUES EXPERIMENTALES ... 194

ANNEXE 2 – PROPRIETES DES MATERIAUX PRISES EN COMPTE DANS LA SIMULATION NUMERIQUE ... 201

ANNEXE 3 – EVALUATION DE RESISTANCES DE CONTACT THERMIQUES ET ELECTRIQUES [169] ... 208

ANNEXE 4 – CARTOGRAPHIES EBSD SUR EPROUVETTES DE COMPRESSION EN NUANCE D'ACIER 14CR ODS 218

ANNEXE 5 – ESSAIS DE TRACTION SUR EPROUVETTES GLEEBLE SOLLICITEES EN COMPRESSION ... 221

Introduction générale

Contexte de l'étude

Dans le cadre du développement de réacteurs à neutrons rapides à caloporteurs sodium (RNR-Na), le design envisagé pour le cœur du réacteur ASTRID induit un recours à des aiguilles de combustible plus larges et un espace entre le combustible et la gaine plus petit que pour les réacteurs Phénix et Superphénix. De plus, pour les derniers cœurs du réacteur ASTRID, les doses d'irradiation envisagées pour les matériaux de gainage seront, pour des considérations économiques, supérieures à celles admissibles pour le matériau 15-15Ti utilisé pour le gainage de Phénix et Superphénix. L'utilisation d'un matériau de gainage présentant, entre autres, un faible gonflement sous irradiation est alors nécessaire.

Les aciers ferritiques et martensitiques sont connus pour leur bonne résistance au gonflement sous irradiation mais présentent une tenue en fluage et une résistance mécanique insuffisante aux températures de service (400 °C à 650 °C suivant la position le long de l'aiguille de combustible). Une solution réside dans l'introduction d'une dispersion d'oxydes nanométriques dans la matrice de ces aciers. Ces oxydes (ou « nanorenforts ») sont stables aux températures de service envisagées et vont agir comme sites d'ancrage des dislocations et de recombinaison des défauts ponctuels [1]. Ces nouveaux aciers sont toujours en développement, entre autres au CEA, et sont dits « ODS » pour Oxide Dispersion Strengthened. Ils combinent à la fois, un bon comportement vis-à-vis du gonflement sous irradiation induit par leur matrice ferritique/martensitique, et une tenue au fluage largement supérieure à celle des aciers non renforcés de composition chimique similaire.

Les gaines de combustibles sont fermées, à chacune de leur extrémité, par un bouchon constitué du même matériau. La liaison entre gaine et bouchon se fait par soudage, étape qui est susceptible de dégrader les propriétés et la microstructure des aciers ODS. De manière à préserver la distribution de renforts nanométriques dans la soudure et au voisinage de celle-ci, un procédé permettant le soudage en phase solide est indispensable. Le procédé étudié dans le présent travail est le soudage par résistance en bout, qui associe chauffage par effet Joule et déformation de la zone de liaison gaine-bouchon sous l'effet d'une sollicitation mécanique. Des études de soudabilité opératoire et de tenue mécanique à l'échelle du composant soudé sont en cours au CEA. Elles ont permis d'identifier des paramètres et une configuration de soudage générant des soudures exemptes de zones de fusion et de défauts de compacité macroscopiques tels une zone d'éjection de matière, un manque de soudage au plan de joint ou des fissures.

Pour compléter ces approches à une échelle macroscopique, l'étude des conséquences du soudage sur le matériau à l'échelle locale de la soudure, aussi appelée soudabilité métallurgique, est également développée et constitue le cadre de cette thèse. En effet, le procédé de soudage par résistance en bout sur gaine de combustible impose localement au matériau des chargements thermomécaniques sévères en termes de température, de déformation et de vitesse de déformation. Ces chargements entrainent une modification de la microstructure des aciers ODS, notamment à l'échelle des grains et des renforts nanométriques (cadre de la thèse), qui ont été jusqu'à présent peu étudiés dans la littérature. L'originalité de l'approche proposée dans ces travaux réside dans le développement, à l'aide d'une approche couplée simulation-expérience, d'essais spécifiques sur simulateur thermomécanique visant à permettre de reproduire des chargements thermomécaniques représentatifs de ceux imposés par le soudage.

Objectifs de l'étude

Ces travaux de thèse visent à apporter des éléments de compréhension sur les effets du procédé de soudage par résistance sur la microstructure du matériau soudé. Nous tenterons également d'identifier les mécanismes associés à ces effets. L'objectif étant, à terme, la maitrise des propriétés

et des microstructures du matériau après soudage ce qui nécessite la compréhension et la maitrise des phénomènes ayant lieu lors de l'étape de soudage. A plus long terme, cela doit permettre de maîtriser le vieillissement et le comportement de l'assemblage en conditions d'utilisation (non abordé dans cette étude).

La très faible taille et l'hétérogénéité microstructurale des soudures ainsi que la complexité intrinsèque du procédé, rendent difficiles les études directement sur celles-ci et leur exploitation. En conséquence, une approche couplée caractérisations-simulations, à la fois sur soudures et aussi sur éprouvettes technologiques a été adoptée selon trois axes principaux : D'une part, l'identification de l'effet des paramètres de soudage à partir de caractérisations réalisées sur soudures. D'autre part, la simulation numérique du procédé de soudage par résistance sur une géométrie gaine-bouchon. Cela a permis d'identifier les chargements thermomécaniques imposés localement par le procédé au matériau. Enfin, la simulation physique du procédé, c'est-à-dire la reproduction, dans des conditions maîtrisées et sur des éprouvettes technologiques de plus grandes dimensions, des chargements thermomécaniques représentatifs de ceux observés lors du soudage. Ce dernier axe permet d'étudier, de manière indépendante, l'effet des paramètres température, déformation et vitesse de déformation sur les matériaux d'étude, et ainsi d'apporter des éléments de compréhension sur les mécanismes de modification microstructurale ayant lieu dans ces conditions tout en s'affranchissant de la complexité intrinsèque du procédé de soudage.
Dans le cadre de ce travail, deux nuances d'acier ODS sont étudiées, l'une ferrito-martensitique à 9 % de chrome (à transformation de phase à l'état solide), et la seconde ferritique à 14 % de chrome (sans transformation de phase à l'état solide).

Ce manuscrit est par conséquent composé de quatre chapitres. Le premier chapitre constitue une étude bibliographique qui concerne les quatre aspects principaux intervenant dans ce document, à savoir les transformations microstructurales des aciers lors de la déformation à chaud, les spécificités des aciers ODS en termes de microstructures à l'échelle des grains et des renforts nanométriques, le soudage des aciers ODS en phase solide et les simulations numériques associées, et enfin, la simulation physique des procédés imposant à la fois de grandes déformations et de grandes vitesses de déformation à chaud.

Le second chapitre est consacré, dans une première partie, à l'indentification préliminaire, par caractérisations directement sur les soudures, des effets du soudage sur la microstructure des aciers ODS à 9 % et 14 % de chrome. Ce point n'a jamais été étudié en détail dans la littérature sur ces nuances. La seconde partie du chapitre, consacrée à la simulation numérique du procédé de soudage par résistance sur géométrie gaine-bouchon, traite de la détermination de l'historique thermomécanique imposé localement par le procédé au matériau. Sont mis en évidence notamment les niveaux de déformation, de vitesse de déformation et de température rencontrés au niveau du joint de soudure lors du soudage par résistance en phase solide.

Le troisième chapitre est dédié à la mise au point et l'exploitation d'essais réalisés sur simulateur thermomécanique Gleeble. Ils permettent de reproduire des conditions de sollicitation représentatives de celles observées en soudage et des microstructures similaires à celle identifiées sur les joints de soudure. Les caractérisations microstructurales réalisées sur les éprouvettes sollicitées, ont pour but d'identifier les effets du soudage plus finement que sur les soudures. De plus, cette approche vise à apporter un éclairage préliminaire sur les mécanismes à l'origine des modifications microstructurales des aciers ODS lors de chargements thermomécaniques sévères, ainsi que de préciser l'effet des paramètres température, niveau de déformation et vitesse de déformation sur ces matériaux. Comme nous le verrons, bien que les microstructures reproduites soient similaires à celles obtenues par soudage et permettent d'identifier plus finement certains effets, plusieurs difficultés à l'exploitation de ces essais existent, ce qui limite la compréhension des mécanismes et implique une approche semi-quantitative.

Le quatrième chapitre est donc consacré à l'étude quantitative de l'effet de ces trois paramètres sur les microstructures et à l'identification des mécanismes associés. Pour cela, un nouvel essai thermomécanique, réalisé sur simulateur Gleeble et permettant d'imposer localement un état de compression uniaxiale a été développé. Grace aux résultats de ces essais très ciblés et à l'étude de l'évolution des microstructures, est proposé dans ce chapitre, une cartographie des mécanismes d'évolution microstructurale pour chacune des nuances étudiées en fonction des conditions de température, de déformation et de vitesse de déformation.

Enfin, les principaux résultats de ce travail et sa contribution à la compréhension de l'évolution des microstructures des aciers ODS sous sollicitation sévères seront résumés pour conclure ce manuscrit.

Chapitre I - Synthèse bibliographique

La première partie de cette synthèse bibliographique est consacrée à l'évolution microstructurale lors de la déformation à chaud des aciers, renforcés ou non par des nano-oxydes. Elle a pour but de présenter, dans un premier temps de manière non spécifique aux nuances d'aciers ODS, les phénomènes susceptibles d'être observés lors de la déformation à chaud, et donc que nous sommes susceptibles de rencontrer lors du soudage par résistance. Sont notamment présentés les différents mécanismes de recristallisation dynamique.

Dans une seconde partie, il est question de présenter des éléments issus de la littérature relatifs à la fabrication, la caractérisation et les propriétés microstructurales, métallurgiques et mécaniques des aciers ODS de compositions similaires aux nuances utilisées durant cette thèse. Cette partie présente donc les étapes et les phénomènes qui vont permettre d'aboutir à l'état « zéro » des matériaux étudiés dans le cadre de ce travail.

Une troisième partie est consacrée au soudage des aciers ODS, dans laquelle nous présenterons notamment le soudage par résistance en bout des gaines de combustibles.

La quatrième partie traite de la simulation numérique de ce procédé d'assemblage en phase solide, des phénomènes physiques et des modèles pouvant être pris en compte.

Enfin, ce chapitre se termine sur un aperçu des possibilités, en termes d'essais et de simulateurs thermomécaniques (installations expérimentales permettant de reproduire les conditions de sollicitation mécanique et thermique d'un procédé) pouvant être envisagés afin de réaliser la simulation sur éprouvettes technologiques du procédé de soudage par résistance en bout (SPR) des gaines de combustible.

1. Evolutions microstructurales sous sollicitations sévères

Durant l'opération de SPR, la zone de soudage est soumise simultanément à de hautes températures et à des niveaux de déformation importants et à l'origine de modifications microstructurales. Plusieurs mécanismes concurrents sont susceptibles de se produire et de modifier la microstructure d'un acier lors de la déformation à chaud, à température $T > 0,5\ T_{fusion}$.

Dans les aciers à taille de grain supérieure à quelques centaines de nanomètres, la déformation plastique entraine une augmentation de la densité de dislocations par écrouissage au sein du matériau, responsable aussi de l'augmentation de la contrainte d'écoulement. Pour les faibles niveaux de déformation, ces dislocations peuvent se réorganiser et s'annihiler lors de la déformation. On parle alors de restauration dynamique. Avec l'augmentation de la déformation, différents mécanismes de recristallisation dynamique (RD ou DRX, pour Dynamic Recristallization), ainsi qu'éventuellement des mécanismes de transformation dynamique dans les aciers à transformation de phase, sont également susceptibles de se produire. Le terme dynamique est employé pour désigner les phénomènes ayant lieu lors de la déformation, par opposition à la restauration et recristallisation statique qui se fait sous l'effet de la température. Ces phénomènes feront l'objet de la partie 1.1.

La déformation peut aussi entrainer une évolution de la texture du matériau. Cet effet sur la texture ainsi que l'impact des mécanismes intervenant à chaud seront détaillés dans la partie 1.2.

1.1 Mécanismes d'évolution microstructurale lors de la déformation à chaud

On distingue usuellement trois mécanismes de recristallisation dynamique : (1) la Recristallisation Dynamique Continue (RDC, ou CDRX pour Continuous Dynamic Recrystallization, aussi parfois appelée recristallisation dynamique in-situ) qui consiste en la fragmentation des grains par augmentation de la désorientation des parois faiblement désorientées présentes dans les grains déformés ; (2) la Recristallisation Dynamique Discontinue (RDD, ou DDRX pour Discontinuous Dynamic Recrystallization) qui consiste en la formation de germes de recristallisation suivie de leur croissance par migration des joints de grains, et (3) la Recristallisation Dynamique Géométrique (RDG, ou GDRX pour Geometrical Dynamic Recrystallization), qui résulte d'un épinglement des grains très fortement étirés qui se scindent alors en un chapelets de petits grains équiaxes. L'occurrence des différents mécanismes est associée à une allure spécifique des courbes contrainte – déformation. Elle est également liée à l'énergie de fautes d'empilement (EFE, ou SFE, pour Stacking Fault Energy) du matériau. Cette énergie est corrélée à la capacité des dislocations à se dissocier en dislocations partielles, ce qui inhibe leur aptitude à se propager par glissement dévié et s'oppose ainsi à la restauration. Pour les matériaux à faible EFE, les dislocations sont susceptibles de se dissocier, ce qui réduit leur mobilité et donc leur capacité à se réorganiser. A l'inverse dans les matériaux à forte EFE, les dislocations sont mobiles et la restauration efficace. Dans le cas des aciers, la phase austénitique présente une faible EFE (≈ 25 mJ/m²), qui n'est sensiblement modifiée que par l'ajout de grandes quantités (> 10 % en masse) de nickel et de manganèse (augmentation de l'EFE) [2]. L'EFE des aciers ferritiques est généralement considérée comme haute (> 10^2 mJ/m²) [3][4][5][6] mais est rarement étudiée et quantifiée dans la littérature. Il a cependant été suggéré que la présence de chrome (à hauteur de 18 %) dans les aciers ferritiques tende à diminuer l'EFE [5].

Le principe des mécanismes de restauration et recristallisation dynamique sera décrit dans les paragraphes 1.1.1 à 1.1.4, et nous nous attarderons dans le paragraphe 1.1.5 sur la transition possible entre les différents mécanismes de recristallisation dynamique dans le cas des matériaux à forte EFE. La partie 1.1.7 fera état des quelques études consacrées à ces mécanismes dans les nuances d'acier ODS. Enfin, le cas particulier des aciers à transformation de phase sera évoqué en partie 1.1.6 via la présentation du mécanisme de transformation dynamique.

1.1.1 Restauration dynamique

La restauration dynamique est caractérisée par le ralentissement de l'augmentation de la densité globale de dislocations lors de la déformation. Ce ralentissement survient, pour une part, de la réorganisation des dislocations et de leur annihilation par paires. Les matériaux à forte EFE (propices au glissement dévié et aux montées de dislocations) présentant un faible frottement de réseau (via peu d'éléments en solution solide), et une multiplicité importante de systèmes de glissements, présentent une forte tendance à la réorganisation des dislocations sous forme de structures cellulaires [7]. Ce réarrangement et l'annihilation des dislocations est favorisé par leur densité et survient donc facilement au sein et à proximité des parois de ces cellules. En résulte une réorganisation continue des parois, qui induit une augmentation de leur désorientation. Les températures élevées ainsi que les faibles vitesses de déformation sont des paramètres favorisant ce phénomène [7][8]. Les mécanismes observables lors de restauration statique et susceptibles également de se produire lors de la restauration dynamique sont [9][10] : annihilation des dislocations par paires à l'intérieur des sous-grains, annihilation par paires au sein des parois faiblement désorientées, absorption/extraction des dislocations par ces parois et émission de dislocations par ces parois. De manière similaire à la restauration statique, les sous-grains sont susceptibles de grossir par migration des parois faiblement désorientées [11]. Ils sont soumis au mécanisme de «coalescence des sous-grains » (signalé comme généralement négligeable), qui consiste en une diminution de la désorientation des parois faiblement désorientées par montée collective des dislocations qui les composent et rotation des sous-grains [12]. La migration des parois faiblement désorientées permet d'obtenir un réarrangement de la sous-

structure à mesure de la déformation ou en cas de changement dans la sollicitation (contrainte ou vitesse de déformation), tout en conservant une sous-structure équiaxe dans une microstructure déformée [9][13]. L'ensemble des phénomènes décrits ici, peuvent, conformément à des observations faites principalement sur alliages d'aluminium, maintenir le matériau dans un état restauré dynamiquement sans nécessairement atteindre l'état recristallisé par mécanisme dynamique continu [9]. Une saturation de la désorientation entre sous-grains pourrait être observée à des valeurs inférieures à 10 ° une fois l'état stationnaire atteint lors d'essais à chaud (en torsion) sur nuances à forte EFE (essentiellement sur alliages d'aluminium) [9][14].

1.1.2 Recristallisation dynamique continue (RDC)

Si le réarrangement des dislocations dans les parois faiblement désorientées et l'augmentation de leur désorientation se poursuit lors de la déformation, ces dernières peuvent atteindre une désorientation critique et alors être considérées comme des joints de grains [15][16]. Usuellement un joint de grain (également appelé « HAB » pour *High Angle Boundary*) est considéré comme tel à partir d'une désorientation critique comprise entre 10 ° et 15 ° : cette valeur correspond à un changement dans la mobilité et les mécanismes de migration du joint, qui passe de mécanisme de migration par montée de dislocation et glissement [11] à un mécanisme de diffusion/déplacement des atomes à travers le joint. Il faut noter que dans le cadre de la RDC les HABs peuvent se développer à l'intérieur d'un grain déformé (donc par augmentation de la désorientation d'une paroi faiblement désorientée interne au grain en cours de déformation) et ne constituent donc pas nécessairement, au moins dans un premier temps, un contour fermé constituant la frontière entre un grain et les grains voisins. La Figure 1 illustre ce phénomène sur un acier Fe-8% Al sollicité en torsion à 1000 °C. Pour une déformation modérée ($\varepsilon = 1$), la microstructure est composée de gros grains sous-structurés c'est-à-dire présentant de nombreux sous-grains délimités par des parois faiblement désorientées (« LAB » sur la Figure 1 pour *Low Angle Boundary*, $2° < \theta < 15°$, en rouge). A déformation supérieure ($\varepsilon = 2$), certains grains initiaux sont fragmentés en sous-grains formés par RDC. A haut niveau de déformation ($\varepsilon = 5$), la microstructure est complètement fragmentée. Les grains initiaux ne sont plus discernables. Cette évolution s'accompagne d'une diminution de la proportion de parois faiblement désorientées et d'une augmentation de la désorientation moyenne des parois. Au-delà de $\varepsilon = 5$, la microstructure évolue peu. Ceci peut s'expliquer par un équilibre entre la croissance des grains par migration des joints de grains, et le morcèlement auquel ils sont soumis. On peut également noter lors de la RDC, une intensification de la texture avec la déformation. Ce point sera présenté plus en détail dans la partie 1.2.1 de ce chapitre.

La Figure 2 résume schématiquement l'évolution de la contrainte et de la sous-structure par organisation des dislocations en fonction de la déformation. La courbe de contrainte présente un domaine d'écrouissage qui aboutit à un unique pic peu marqué suivi d'un long domaine d'adoucissement jusqu'à atteindre une contrainte stationnaire pour des déformations plastiques importantes. L'évolution microstructurale se fait, en partant de l'état initial (I), dans un premier temps, par formation de sous-joints (ou LABs) (étape II), qui délimitent des sous-grains (alors non délimités par des HABs), puis par augmentation de leur désorientation (étapes III). Ces étapes correspondent au phénomène de restauration dynamique et à la phase d'augmentation de la contrainte. Pour les grandes déformations (étape IV), qui correspondent à la phase d'adoucissement, les LABs se transforment en HABs. Enfin, on peut noter que ce mécanisme est observé sur les aciers ferritiques, mais peut également se produire sur nuances austénitiques, et semble favorisé par une faible taille de grains initiale [18].

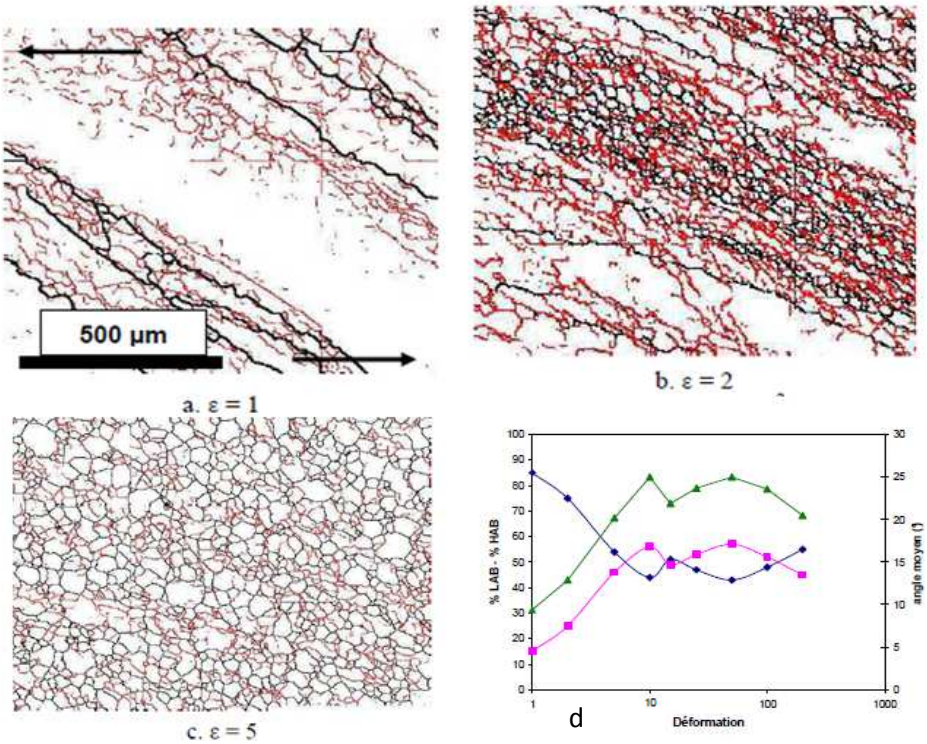


Figure 1 - Evolution de la microstructure d'un acier Fe-8%Al avec la déformation lors d'essais de torsion à 1000 °C et une vitesse de déformation de 0,1 s^{-1}. Pour (a), (b) et (c), les joints de grains (HAB pour *High Angle Boundary*, désorientation θ > 15 °) sont en noir, les parois faiblement désorientées (LAB pour *Low Angle Boundary*, 2 ° < θ < 15 °) apparaissent en rouge. (d) Evolution avec la déformation de la proportion de LABs, de HABs et de la désorientation moyenne des parois [17].

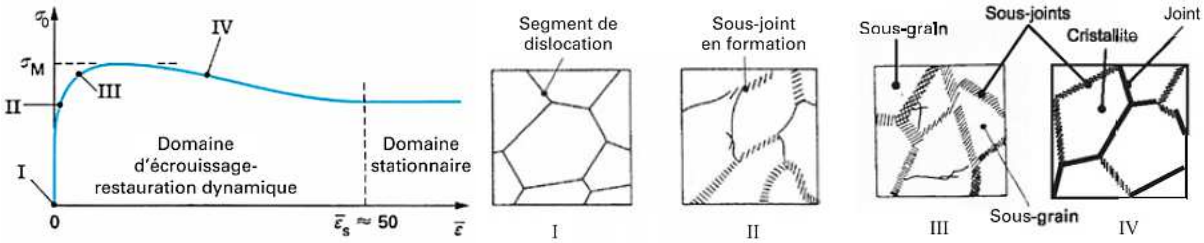


Figure 2 – Représentation schématique de l'évolution de la contrainte d'écoulement et de la microstructure (sous structures) avec la déformation dans le cas d'un mécanisme de restauration dynamique (II et III) aboutissant à de la recristallisation dynamique continue (IV) [6].

1.1.3 Recristallisation dynamique géométrique (RDG)

Comme la RDC, la RDG est un phénomène préférentiellement associé aux matériaux à forte EFE. Il apparait à très fort niveau de déformation (atteignable par essais de torsion) [19]. A mesure que les grains se déforment et si l'une au moins des dimensions d'un grain devient suffisamment petite (de l'ordre de la dimension des cristallites et des sous-grains), ce dernier peut subir un pincement dont résulte sa fragmentation. Jazaeri [20] décrit ce phénomène par 4 phases illustrées en Figure 3 : (a) déformation des grains. Les joints de grains sont épinglés par les parois faiblement désorientées ; (b) formation d'une structure lamellaire jusqu'à diminution suffisante d'une dimension des grains. Les joints ne sont plus épinglés ce qui provoque l'effondrement de cette structure ; (c) sous l'effet de la capillarité (tension de surface des sous-grains) et des contraintes imposées lors de la déformation ; (d)

une migration des joints aux jonctions triples est observée, ce qui entraine la formation d'une microstructure équiaxe contenant une faible surface de joints. A noter que ce phénomène peut avoir un caractère dynamique ou statique c'est à dire s'observer lors de déformation à chaud ou lors d'un traitement à chaud après déformation à froid.

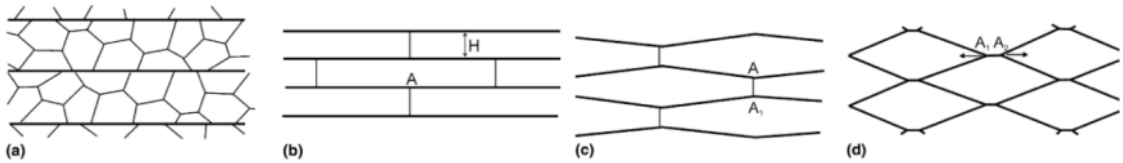


Figure 3 – Représentation schématique de la RDG lors de l'augmentation de la déformation [20]**: (a) à déformation intermédiaires les joints de grains (traits épais) sont épinglés par les parois faiblement désorientées (traits fins). (b) Aux fortes déformations une structure lamellaire apparait avec une distance H entre les joints de grains. (c) Effondrement de la structure lamellaire. (d) Le mouvement des joints triples réduit la surface de joints et produit une structure équiaxe.**

1.1.4 Recristallisation dynamique discontinue

On considère généralement la RDD comme un processus en deux étapes : la germination de nouveaux grains puis leur croissance [21]. Le mécanisme de germination généralement observé dans les matériaux subissant de la RDD est le SIBM (Strain Induced Boundary Migration) [21]. Il consiste en la migration d'un joint de grain, préférentiellement en présence d'une différence d'énergie stockée sous forme de dislocations de part et d'autre de celui-ci. La migration se fait alors du grain le moins énergétique, *Grain 1* sur la Figure 4, vers celui (*Grain 2*) dont l'énergie stockée localement est supérieure. Pour que la migration puisse se produire, le rayon R de la partie bombée du joint doit être supérieur à une taille critique, déterminée dans [22]. Ce mécanisme se fait au niveau d'un joint ondulé sous l'effet de la déformation et peut impliquer, du côté du grain d'énergie stockée la plus faible, soit plusieurs sous-grains, soit un unique sous-grain de taille supérieure aux sous-grains présents dans le *Grain 2*. Dans ce dernier cas, la différence de taille entre le sous-grain du *Grain 1* et la taille moyenne des sous-grains dans le *Grain 2* peut suffire à provoquer la croissance de ce dernier et donc, le gonflement du joint de grain par capillarité même sans différence d'énergie de part et d'autre du joint. Cependant, une différence d'énergie tend à réduire le rayon critique de la zone gonflée du joint et est donc toujours favorable au phénomène [8].

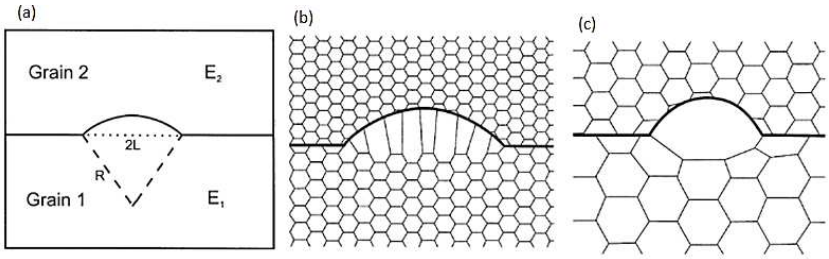


Figure 4 – (a) Migration par SIBM d'un joint séparant deux grains d'énergies stockées E1 et E2 avec E1 < E2. (b) Gonflement à partir de plusieurs sous-grains. (c) Gonflement à partir d'un unique sous-grain de grande dimension [8]**.**

On peut distinguer deux types de RDD (Figure 5) : la recristallisation synchronisée et la recristallisation en collier [23][6].

Si la vitesse de migration des joints est rapide comparativement à l'évolution de microstructure lors de la déformation c'est-à-dire dans les cas où la température est élevée et/ou la vitesse de déformation est lente, la RDD a lieu sous forme de plusieurs vagues successives de germination-croissance. Il s'agit de la recristallisation synchronisée. Ce comportement est associé à une courbe de contrainte-déformation qui présente des oscillations correspondant aux vagues successives de phases d'écrouissage et de recristallisation. Ces oscillations s'atténuent à mesure que la déformation

augmente jusqu'à atteindre un état stationnaire pour un niveau de déformation relativement faible (de l'ordre de $\varepsilon \approx 1$). A l'état stationnaire, la taille de grains moyenne D_s n'évolue plus. On observe une relation du type D_s supérieure à $D_0/2$, avec D_0 la taille de grain initiale.

Si la température est faible ou la vitesse de déformation élevée, les nouveaux grains recristallisés qui se forment au niveau des joints des grains initiaux, ne grossissent pas assez vite pour consommer ces grains initiaux avant d'être eux-mêmes fortement déformés et écrouis. Ils sont donc susceptibles d'être à leur tour consommés par de nouveaux grains apparus au niveau de leurs propres joints. On parle alors de recristallisation en collier. Ce phénomène est associé à un pic de contrainte unique suivi d'une stabilisation jusqu'à l'état stationnaire. Ce mécanisme induit une taille de grain D_s en régime permanent inférieure à $D_0/2$, avec D_0 la taille de grain initiale.

Dans les deux cas, une augmentation de la température ou une diminution de la vitesse de déformation tendent à diminuer les déformations critiques à partir desquelles le mécanisme se déclenche.

Il résulte de la RDD, une fois l'état stationnaire atteint, une microstructure plutôt équiaxe avec des grains à différents stades de leur existence, et une texture généralement plus aléatoire qu'en cas de RDC à forte déformation.

Enfin, il faut préciser que ce mécanisme est associé aux matériaux à faible EFE, comme les aciers austénitiques. Il n'est généralement pas observé sur les matériaux à forte EFE à quelques très rares exceptions qui feront l'objet du paragraphe 1.1.5.

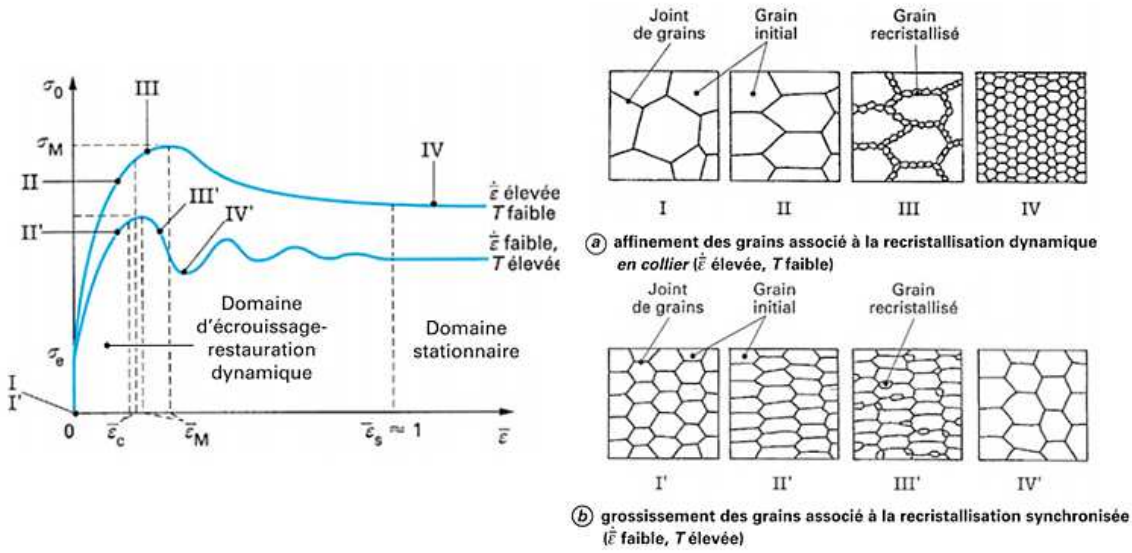


Figure 5 - Représentation schématique de l'évolution de la contrainte d'écoulement et de la microstructure avec la déformation dans le cas d'un mécanisme de recristallisation discontinue (a) en collier, et (b) synchronisée [6]**.**

1.1.5 Transition entre RDC et RDD dans les matériaux à forte EFE

Lors de la déformation à chaud, les mécanismes de recristallisation dynamique préférentiellement attendus en fonction de l'énergie de fautes d'empilement sont : 1) la RDD pour les matériaux à faible EFE comme l'austénite, et 2) la RDC ou la RDG pour les matériaux à forte EFE comme les aciers ferritiques. Cependant, en fonction des conditions imposées au matériau et de certains paramètres métallurgiques ou chimiques pouvant influencer la mobilité des joints de grains comme par exemple, la pureté, une transition de la RDC vers la RDD peut être observée dans les matériaux à forte EFE. Cet effet a été observé par Yamagata *et al*. [24][25][26] à partir d'essais sur éprouvettes monocristallines

d'aluminium (forte EFE) de différentes puretés. Les facteurs tendant à s'opposer à la RDD dans les matériaux à forte EFE sont résumés en Figure 6. On observe que les fortes valeurs d'EFE s'opposent à la RDD de deux manières : d'une part, en facilitant la restauration dynamique (DRV pour Dynamic Recovery sur la Figure 6) ce qui réduit la densité de dislocations stockées dans les grains (suppression de la force motrice pour la migration des joints vers l'intérieur des grains déformés) et d'autre part, en tendant à uniformiser la déformation dans le matériau et donc à diminuer la différence d'énergie de part et d'autre des joints (suppression de la force motrice pour la germination par mécanisme SIBM). De plus, la présence d'impuretés aux joints de grains tend à diminuer la mobilité de ces derniers par épinglement et s'oppose ainsi à la RDD. On peut ajouter que la coexistence des deux mécanismes RDC et RDD lors de la déformation, a également pu être observée par Suhuddin *et al.* [27] lors de dépôt de matière par friction malaxage sur tôles d'aluminium. Ceci confirme la possibilité d'occurrence de la RDD sur ce matériau à forte EFE, sur des éprouvettes polycristallines et dans des conditions de sollicitation complexes associant un effet de température à de fortes vitesses de déformation et de fortes déformations en cisaillement.

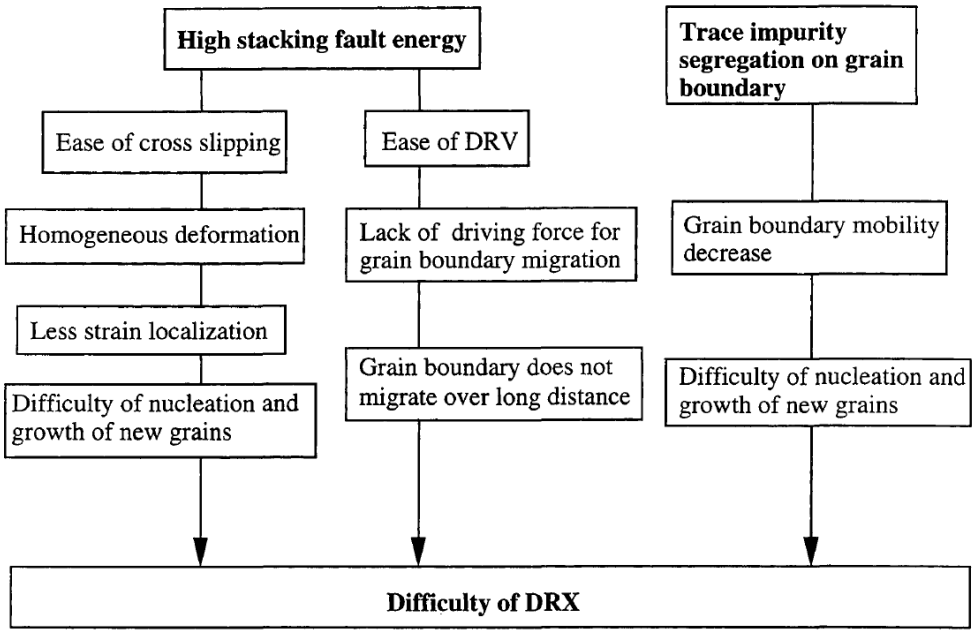


Figure 6 – Liens entre les facteurs contrôlant la recristallisation dynamique discontinue [26] **(DRV = restauration dynamique, DRX = recristallisation dynamique discontinue).**

Dans les aciers ferritiques, la transition entre RDC et RDD peut également être observée. Narayana Murty *et al.* [28][29] utilisent le paramètre de Zener-Hollomon définit par Z = $\dot{\varepsilon}\exp(\frac{Q}{RT})$, avec $\dot{\varepsilon}$ la vitesse de déformation, T la température, Q l'énergie d'activation et R la constante des gaz parfaits, pour identifier des plages d'occurrence des différents mécanismes à l'origine de la modification microstructurale sur des aciers à 0,15 % de carbone lors d'essais de compression à chaud menés en phase ferritique. Pour les fortes valeurs de Z, la restauration dynamique permet d'expliquer la morphologie étirée des grains à déformation modérée. A faible valeurs de Z, le mécanisme évoqué implique l'occurrence de RDD, en vue d'expliquer la présence de nombreux grains équiaxes de taille micronique.

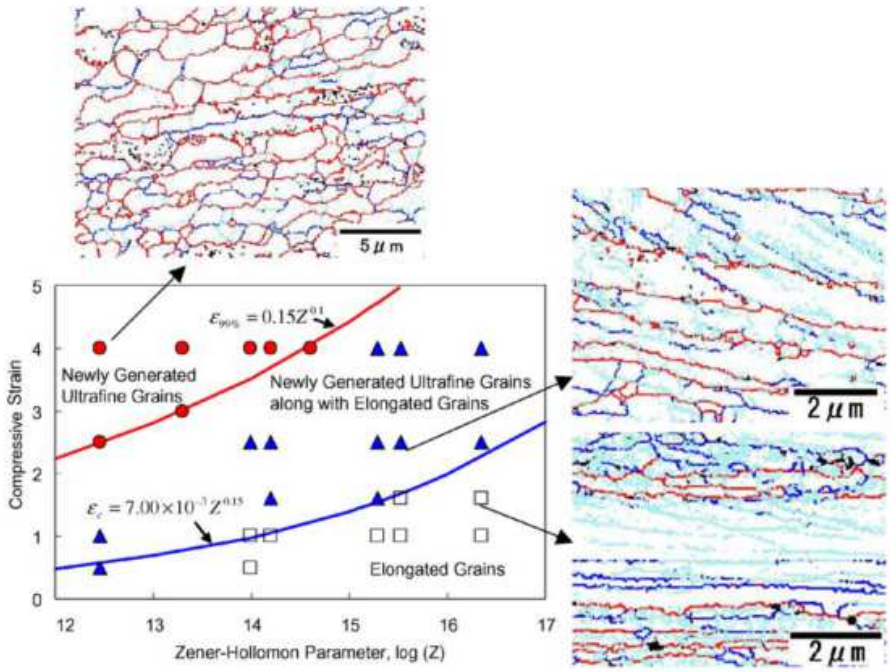


Figure 7 – Classification des mécanismes microstructuraux survenant dans un acier à 0,15 % de carbone en fonction du paramètre de Zener-Hollomon Z et de la déformation en compression [29]**.**

D'autres cartographies du domaine d'occurrence de la RDD peuvent être proposées. Castan [17] a présenté de manière découplée l'influence de la température et de la vitesse de déformation sur la transition entre mécanismes de RDC vers ceux de la RDD, dans le cas d'un alliage industriel Fe-8%Al sollicité en torsion et en compression plane entre 900 °C et 1100 °C et à vitesses de déformation comprise entre 0,1 s^{-1} et 50 s^{-1}. Il observe une activation de la RDD à haute température donc à valeur de Z faible. L'augmentation de la vitesse de déformation qui tend à faire augmenter Z, est également favorable à ce phénomène. Ceci est l'inverse du comportement observé par Narayana Murty *et al.* [28][29] précédemment présenté mais peut s'expliquer par une diminution de l'efficacité de la restauration dynamique à forte vitesse de déformation et donc une augmentation de la densité de dislocations dans les grains déformés avant RDD. On note de plus, qu'une augmentation de la vitesse de déformation induit une augmentation de la taille des grains recristallisés. Les grains recristallisés produits en compression plane ne présentent pas d'orientation cristalline préférentielle. La texture des éprouvettes sollicitées en torsion n'est pas mentionnée.

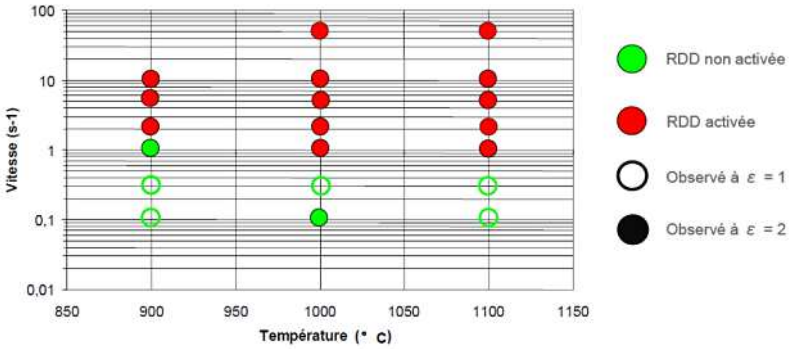


Figure 8 – Carte d'activation de la recristallisation dynamique discontinue lors d'essais de torsion sur acier ferritique Fe-8% Al [17]**.**

1.1.6 Transformation dynamique dans les aciers à transformation de phase

La déformation à chaud de l'austénite au-dessus de Ae3, température de début de transformation ferritique, peut donner lieu au phénomène de transformation dynamique de l'austénite qui a été observé pour la première fois à la fin des années 1980 [30]. L'existence de ce phénomène a été prouvée expérimentalement par diffraction des rayons X *in situ* lors d'essais de torsion à chaud dans le domaine austénitique par Yada *et al.* [31][32]. Ce phénomène peut se produire très largement au-dessus de Ae3 et a été observé jusqu'à 1150 °C dans un acier faiblement allié pour lequel Ae3 vaut 850 °C [33]. Une diminution de la température est favorable au phénomène [34]. Une augmentation de la déformation tend à augmenter le taux de ferrite formée. Le mécanisme est schématisé en Figure 9. Dans un premier temps, la ferrite germe aux joints de grains d'austénite ondulés, de manière similaire au SIBM survenant lors de la RDD. Puis, à mesure que les grains d'austénite se déforment et voient leur désorientations internes augmenter, une nouvelle population de grains de ferrite peut germer à l'interface ferrite/austénite et à l'intérieur des grains d'austénites [35]. Ce mécanisme entraine un affinement de la microstructure, les grains ferritiques formés étant fins comparativement aux grains austénitiques parents. L'austénite étant plus dure que la ferrite à même température, la ferrite se déforme plus lors de la déformation et subit alors de la restauration dynamique, voire est susceptible de recristalliser par RDC [36][37]. Des observations sur matériau modèle (Ni-Cr) extrapolées au cas de la transformation dynamique de l'austénite, suggèrent que la ferrite puisse se former en respectant, vis-à-vis de l'austénite, une relation d'orientation (RO) de type Kurdjumov-Sachs (K-S) [38], qui sera présentée plus en détail dans la partie 1.2.2. Cependant l'augmentation de la désorientation dans les grains d'austénite lors de leur déformation entraine d'une part une déviation entre la RO observée en fin d'essai et la RO effective lors de la germination de la ferrite. D'autre part, la déformation continue de l'austénite lors de la germination de la ferrite induit la formation de grains de ferrite adjacents mais présentant une désorientation entre eux, du fait de la rotation du réseau de l'austénite comme illustré par la Figure 9b. En conséquence, la texture de la ferrite formée par ce mécanisme peut apparaitre aléatoire.

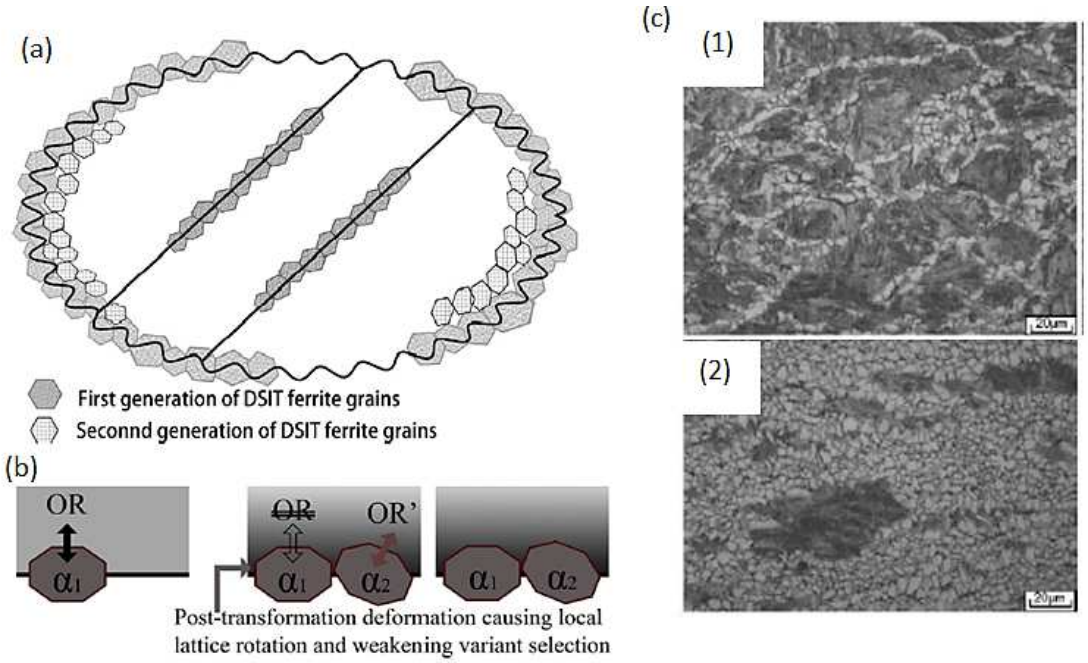


Figure 9 – (a) Schéma du processus de transformation dynamique de l'austénite lors de la déformation : germination au niveau des joints de grains d'austénite ondulés, puis à l'interface austénite/ferrite et sur les sous-structures austénitiques [35]**. (b) Déviation de l'orientation de la ferrite sous l'effet de la déformation** [35]**. (c) Microstructures d'aciers 0,17%C-0,27%Si-0,71%Mn trempés après déformation (1) ε = 0,36 ; (2) ε = 0,69 (les grains de ferrite apparaissent en couleur claire)** [39]**.**

La vitesse de déformation, même à plusieurs centaines de s^{-1}, influe peu sur ce phénomène [31][34]. Une déformation critique est nécessaire pour que ce phénomène survienne. Elle peut être identifiée à partir de l'évolution de la contrainte d'écoulement par la méthode de double différentiation [40] et peut être inférieure à celle nécessaire au démarrage de la RDD. La chute de contrainte d'écoulement observée lors de déformation à chaud d'acier sollicités en phase austénitiques peut alors être la superposition de l'effet de ce phénomène et de la RDD [33].

1.1.7 Recristallisation dynamique dans les aciers ODS

Peu d'études ont été menées sur la recristallisation dynamique des aciers ODS. Le phénomène a été observé lors des procédés de mise en forme à chaud (filage) [4] ou de soudage en phase solide [41][42][43][44] sur nuances ODS ferritiques. L'évolution de la morphologie des grains des nuances est alors généralement attribuée à la RDC mais ce mécanisme est rarement justifié ou étudié, à l'exception de [4] (pour des vitesses de déformation beaucoup plus faibles que celles que nous rencontrerons en soudage par résistance). Karch [4] a en effet étudié la recristallisation dynamique d'une nuance 14Cr ODS de référence (Fe-14Cr-1W-0,3Ti-0,25Y_2O_3), d'une nuance 14Cr ODS fortement renforcée (0,4 % de Ti et 0,3 % de Y_2O_3) et d'une nuance témoin à 14Cr non renforcée. Des essais de torsion, à partir de poudre consolidée par filage (décrit au paragraphe 2.2.3 de ce chapitre) interrompu, sont menés à 1000 °C, 1100 °C ou 1200 °C et aux vitesses de déformation de 0,05 s^{-1} ; 0,5 s^{-1} et 5 s^{-1}. Des essais de compression sont menés à 0,05 s^{-1} et 0,5 s^{-1} à ces mêmes températures. L'analyse des microstructures révèle qu'aux températures et taux de renforts les plus faibles, le mécanisme d'évolution microstructurale dominant est de type RDC. L'évolution de microstructure et de texture est plus limitée à plus haute température ou à plus haut taux de renforts. Le comportement à 1200 °C des aciers ODS ne semble pas compatible avec un scénario de recristallisation continue comme unique mécanisme d'évolution structurale. Les sous-structures sont moins nombreuses, le facteur de forme des grains plus faible et la texture moins marquée (moins intense, plus aléatoire) que dans le cas de sollicitations similaires à 1000 °C, comme l'illustre la Figure 10. L'origine évoquée pour expliquer ces différences fait intervenir l'accommodation de la déformation aux joints de grains, comportement présentant des similitudes avec celui à l'origine de la superplasticité, et également observé par [45] sur acier ferritique 15Cr ODS laminé puis sollicité en traction entre 10^{-4} s^{-1} et 0,1 s^{-1} à 800 °C.

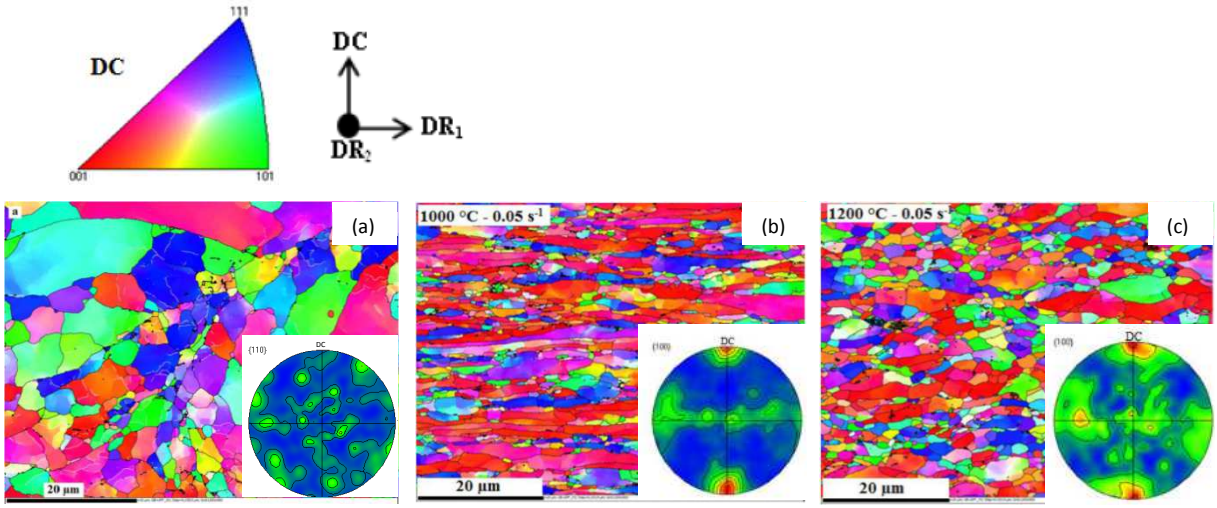


Figure 10 – Cartographies EBSD (IPF – direction de compression (DC)) et figures de pôles {100} associées sur une poudre d'acier 14Cr ODS compactée: (a) avant déformation, (b) après déformation en compression (ε ≈ 1) à 1000 °C et 0,05 s^{-1} (c) après déformation en compression (ε ≈ 1) à 1200 °C et 0,05 s^{-1} [4].

La littérature concernant la recristallisation dynamique des aciers ODS à transformation de phase est également peu fournie. Zhang *et al.* [46] ont étudié la rhéologie d'un acier ODS Fe-9Cr-1,8W-0,4Ti-0,35Y_2O_3 par essais de compression uniaxiale entre 1050 °C et 1200 °C à vitesse de déformation de 10^{-3} s^{-1} à 1 s^{-1} (ordres de grandeurs nettement inférieurs à ceux que l'on rencontrera en soudage par résistance), dans le but d'établir une cartographie du processus de déformation. L'occurrence d'un mécanisme de recristallisation n'est pas vérifiée par des caractérisations microstructurales. En revanche, le déclenchement de la RDD en collier peut être déduit des courbes contraintes-déformation qui présentent un pic suivi d'une phase d'adoucissement (Figure 11a). L'évolution du taux d'écrouissage (dérivée de la contrainte en fonction de la déformation) avec la déformation présente un point d'inflexion (Figure 11b) et peut être utilisée pour déterminer la déformation critique de déclenchement d'un mécanisme de RDD [47]. L'occurrence de la RDD en collier peut être supposée dans ce matériau pour toutes les conditions d'essai avec une déformation critique de déclenchement du mécanisme de l'ordre de 0,1 à 0,2 (plus faible à haute température et faible vitesse de déformation).

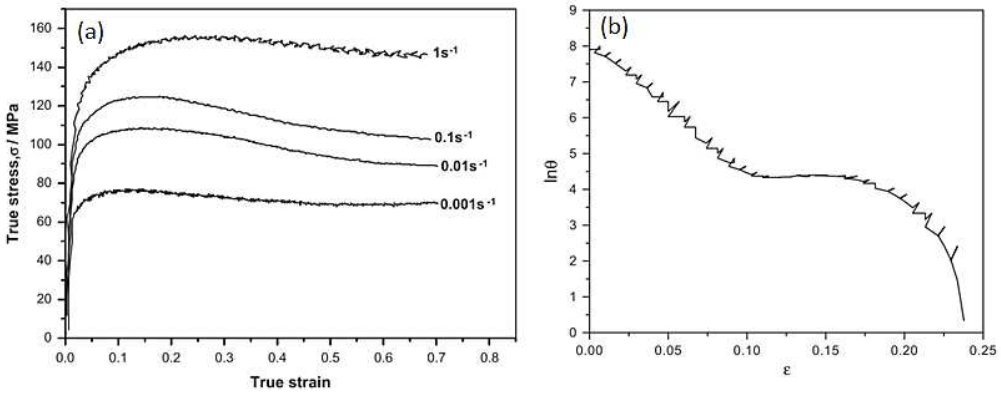


Figure 11 – (a) Courbes contrainte-déformation obtenues sur acier 9Cr ODS sollicité en compression à 1050 °C et à différentes vitesses de déformation, (b) Evolution du taux d'écrouissage θ en fonction de la déformation (1050 °C – 1 s^{-1}) : point d'inflexion pour ε ≈ 0,13. [46]

1.1.8 Synthèse des mécanismes d'évolution microstructurale sous sollicitation sévère

On a pu voir dans cette partie que lors de la déformation sous sollicitations sévères (haute température, grandes déformation, fortes vitesses de déformations), trois mécanismes de recristallisation dynamique sont susceptibles de survenir.

(1) La RDC est le mécanisme dominant sur les matériaux à forte EFE. Il se produit par formation de cristallites à l'intérieur des grains déformés et augmentation de la désorientation des parois qui les délimitent. A très forte déformation, à titre indicatif pour une déformation équivalente de l'ordre de 10 ou supérieure, ce mécanisme peut aboutir à une microstructure fine et équiaxe, composée de cristallites essentiellement délimitées par des parois fortement désorientées.

(2) La RDG est susceptible de se produire sur les matériaux présentant une microstructure fortement déformée, donc à très fort niveau de déformation. Ce mécanisme nécessite la présence de grains très étirés et se caractérise par l'effondrement de ces grains sur eux-mêmes pour former une microstructure équiaxe. A l'issu de l'occurrence de ce mécanisme, la population de parois est dominée par les parois fortement désorientées.

(3) La RDD se produit essentiellement dans les matériaux à faible EFE, bien que quelques exceptions puissent être observées sur des matériaux à forte EFE. Ce mécanisme se produit par germination et

croissance des nouveaux grains pendant la déformation. Ceux-ci viennent alors consommer les grains plus anciens et plus écrouis. Comme les mécanismes précédents, la RDD aboutit une fois le régime stationnaire atteint, à une microstructure plutôt équiaxe et la population de parois est dominée par les parois fortement désorientées. Cependant, l'évolution de la microstructure est beaucoup plus rapide dans le cas de la RDD que dans le cas des deux mécanismes précédents. Le régime stationnaire peut être atteint pour des déformations équivalentes de l'ordre de l'unité voire inférieures.

On peut noter, de manière qualitative, que dans le cas de la RDC et de la RDG la texture évolue progressivement lors de la déformation et abouti, pour les très fortes déformations, à une texture très intense. Dans le cas de la RDD, la texture à forte déformation est plus aléatoire que pour les deux mécanismes précédents. Les aspects liés à la texture seront présentés plus en détails dans la partie 1.2.

En complément de la recristallisation dynamique, on a pu voir que le phénomène de transformation de phase dynamique est susceptible de se produire sur les aciers à transformation de phase déformés en phase austénitique.

Enfin, on observe que dans la littérature, la recristallisation dynamique des aciers ODS est peu étudiée, et que son étude est restreinte à des vitesses de déformation ne dépassant pas 1 s^{-1}. Or, il sera vu au chapitre 2 que les vitesses de déformation rencontrées lors du soudage par résistance peuvent être supérieures de plusieurs ordres de grandeur.

1.2 Effet de la déformation à chaud sur la texture des aciers

La littérature sur la déformation à chaud des aciers et notamment des mécanismes de recristallisation dynamique, met en évidence des modifications de texture associées à ces mécanismes. Ces aspects sont abordés dans cette partie.

Nous présenterons les textures produites en l'absence de phénomènes intervenant à chaud c'est-à-dire issues de la déformation à froid par plasticité cristalline, et mettrons en évidence l'effet des mécanismes intervenant à chaud.

1.2.1 Cas des aciers ferritiques

1.2.1.1 *Texture de cisaillement*

Les principales composantes idéales de la texture de cisaillement développée sur aciers ferritiques (et matériaux cubiques centrés) sont présentées en Figure 12. Elles sont positionnée sur la figure de pôle {110} dans le cas d'essai de torsion pour lequel **θ** désigne la direction de cisaillement et **Z** la direction axiale de l'éprouvette. La notation {hkl} désigne le plan parallèle au plan de cisaillement (**r, θ**) et <uvw> désigne la direction parallèle à la direction de cisaillement. Le repère initial pour la définition des angles d'Euler (en convention de Bunge) est (**θ, Z, r**).

La déformation à chaud peut engendrer la formation d'une texture qualitativement similaire à celle obtenue à froid (présence des mêmes composantes principales de texture) mais quantitativement différente en ce qui concerne les intensités relatives de ces composantes. Dans le cas d'aciers IF (Interstitial Free) et du fer α (ferrite) sollicités en torsion à température pour laquelle la RDC a lieu, Baczynski et Jonas [49] ont observé que la déformation à chaud a pour effet de privilégier le développement des composantes D_i (i =1 ou 2) et E_i au dépend des composantes F et J_i. Ces composantes F et J_i sont dominantes à froid et se forment donc préférentiellement dans les conditions pour lesquelles la texture est induite par plasticité cristalline seule, c'est-à-dire en l'absence de recristallisation dynamique comme illustré sur les ODF (Orientation Distribution Function) de la Figure

13. Ces différences peuvent s'interpréter en termes d'énergie stockée par les grains pour une orientation donnée. A chaud, les grains à faible énergie stockée sont susceptibles de grossir au détriment de ceux plus énergétiques. On parle de croissance sélective ou « d'effet de taille » (les grains d'orientation favorable à leur croissance seront plus gros que les autres). D'autre part la probabilité qu'un grain soit créé avec une orientation donnée (ou évolue vers cette orientation dans le cas des mécanismes de restauration dynamique et RDC) est plus importante si cette orientation est associée à une énergie stockée faible. On parle de germination orientée ou « effet de fréquence ». Les grains d'orientation favorable sont plus nombreux que ceux d'orientations défavorables. La propension d'un grain g_i, d'une orientation donnée, à stocker de l'énergie peut être évaluée qualitativement en calculant son facteur de Taylor $M(g_i) = \frac{\sum_{s=1}^{n}|\dot{\gamma}^s(g_i)|}{\dot{\varepsilon}}$, avec $\dot{\gamma}^s$ la vitesse de glissement pour le système de glissement *s* (avec *n* le nombre total de systèmes de glissement) et $\dot{\varepsilon}$ la vitesse de déformation équivalente [50]. Une cartographie dans l'espace d'Euler est présentée en Figure 13b pour les essais de torsion. Les orientations D_i et E_i représentent des minimum locaux de M avec respectivement, M_D = 1,77 et M_E = 1,80. Les orientations F et J_i sont au contraire, associées à un facteur plus élevé M_F = 3,10 et M_J = 2,53 ce qui implique que les grains présentant ces deux dernières orientations sont susceptibles de stocker plus d'énergie lors de la déformation. Le développement des composantes D_i et E_i à chaud au dépend des composantes F et J_i est donc cohérent avec la considération selon laquelle les mécanismes intervenant à chaud sont favorables au développement des orientations pour lesquelles l'énergie stockée dans les grains est faible.

(a)

Orientation	SPN	SD†	φ_1	Φ	φ_2
△ D1	$(11\bar{2})$	[111]	125.3	45.0	0.0
□ D2	$(\bar{1}\bar{1}2)$	[111]	54.7	45.0	0.0
▽ E1	$(01\bar{1})$	[111]	39.2	65.9	26.6
○ E2	$(0\bar{1}1)$	[111]	90.0	35.3	45.0
◇ F	(110)	[001]	180.0	45.0	0.0
× J1	$(0\bar{1}1)$	$[\bar{2}11]$	30.0	54.7	45.0
+ J2	$(1\bar{1}0)$	$[\bar{1}\bar{1}2]$	90.0	54.7	45.0

†Shear direction (SD) is that of positive shear (θ) axis.

(b)

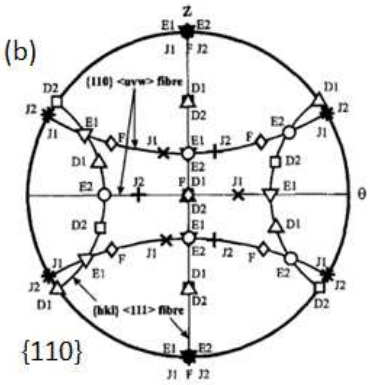


Figure 12 – Orientations idéales développées en cisaillement sur aciers ferritiques : (a) définition en termes de plan (SPN) et direction (SD) de cisaillement et en termes d'angles d'Euler (φ_1, ϕ, φ_2), (b) Figure de pôle {110} pour des essais de torsion. [48]

Suivant le matériau étudié, la texture de recristallisation dynamique continue peut s'expliquer soit par germination orientée, soit par croissance sélective. Dans des aciers ferritiques à 11 % de chrome sollicités en torsion à 900 °C et 1050 °C par cisaillement négatif (rotation de l'éprouvette dans le sens des aiguilles d'une montre), Oliveira et Montheillet [3] observent la formation progressive d'une texture caractérisée en régime permanent (ε = 20) par une composante D2 $\{\bar{1}\bar{1}2\}$ < 111 > dominante. L'inversion du sens de rotation donc le passage d'un cisaillement négatif à un cisaillement positif après avoir imposé cette prédéformation (ε = 20), fait apparaitre un régime transitoire lors duquel des composantes T1 $\{3\bar{3}2\}$ $<\bar{1}13>$, T2 $\{\bar{3}32\}$ $<1\bar{1}3>$ et F {110} <001> peuvent être observées avant de s'atténuer et de laisser place à la composante D1 $\{11\bar{2}\}$ <111> qui devient dominante pour les fortes déformations (Figure 14). Sur ce matériau, l'origine de la texture à grande déformation peut être attribuée à la croissance des grains d'orientations D1 ou D2 (suivant le sens de cisaillement) au

détriment des grains d'orientations différentes. Les premiers apparaissent de plus en plus gros à mesure que la déformation augmente.

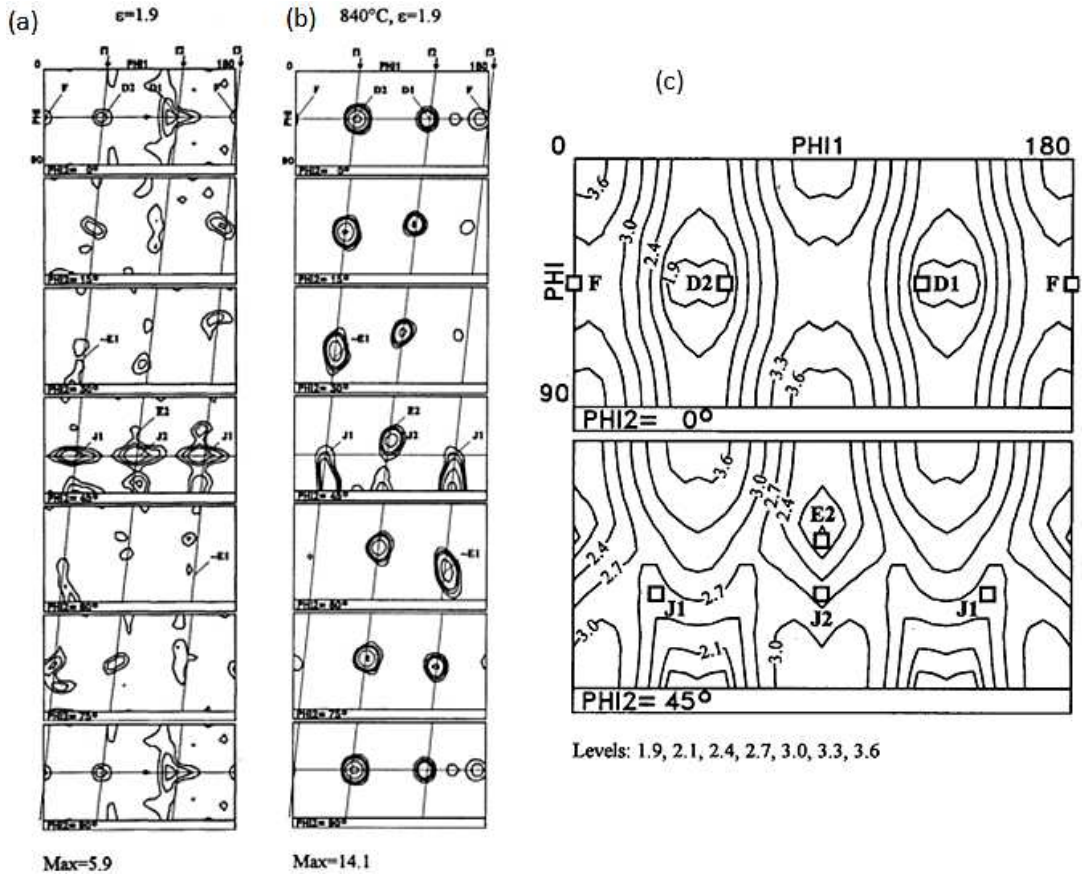


Figure 13 – (a) Comparaison des ODF obtenus après torsion sur un acier IF jusqu'à une déformation de 1,9 (a) à température ambiante, et (b) à 840 °C, température pour laquelle la recristallisation dynamique continue est observée. (c) Cartographie de facteur de Taylor pour les essais de torsion [49]**.**

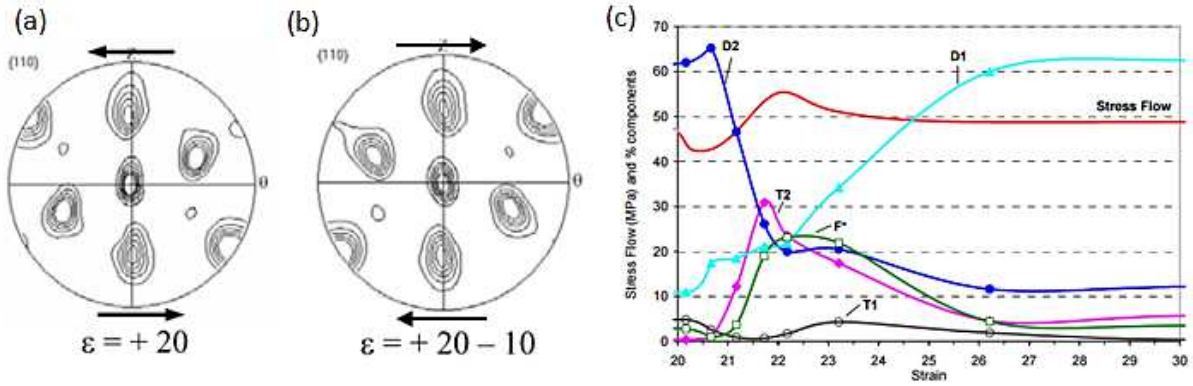


Figure 14 –Figures de pôles {110} obtenues après (a) cisaillement négatif ε = 20, (b) cisaillement négatif ε = 20 puis cisaillement positif ε = 10 et (c) évolution des composantes de la texture après inversion du sens de cisaillement (ε = 20) sur acier 11CrTi sollicité à 900 °C en fonction de la déformation et mettant en évidence le passage d'une texture dominée par la composante D_2 à une texture dominée par la composante D_1 [3]**.**

Hildenbrand et al. [50] ont étudié la formation de texture de recristallisation dynamique par mécanisme continu lors de la sollicitation en cisaillement d'un acier IF à l'aide d'un modèle de plasticité polycristalline auto-cohérente prenant en compte la recristallisation dynamique. Cette étude est menée en vue d'expliquer les résultats obtenus par Baczynski et Jonas [49] précédemment mentionnés. Le modèle est basé sur un schéma de transfert de volume associé aux orientations dans le repère d'Euler. Une fraction volumique est initialement attribuée à chaque orientation dans l'espace d'Euler de manière à décrire le matériau de base. Lors de la déformation, la fraction volumique attribuée à une orientation donnée est modifiée d'une part, à partir des résultats de la procédure de calcul de plasticité cristalline et d'autre part, à partir de procédures permettant de simuler la germination orientée et la croissance sélective. Pour ces deux derniers phénomènes, le taux d'augmentation de volume par incrément de déformation est pris fonction du taux d'augmentation de l'énergie stockée (relié au facteur de Taylor), lui-même fonction de l'orientation. Le modèle permet de montrer que la texture observée expérimentalement est beaucoup mieux décrite en ne prenant en compte que la germination orientée et en négligeant la croissance sélective, ce qui permet aux auteurs de supposer que ce premier phénomène est à l'origine de la texture de recristallisation dynamique des aciers IF étudiés. On peut noter que le schéma de transfert de volume ne prend pas en compte explicitement le mécanisme de recristallisation ayant lieu, bien que le modèle soit initialement utilisé pour retrouver la texture obtenue par essais de torsion sur acier IF sujet à la RDC.

1.2.1.2 *Texture de compression*

La formation d'une texture fibre double pour laquelle les directions <111> ou <001> des grains sont parallèles à la direction de compression a été amplement observée sur aciers ferritiques [51][52][53] y compris sur les nuances ODS [4]. A froid, ces deux composantes de la texture de compression uniaxiale se développent simultanément lors de la déformation mais la composante <111> est dominante [52]. Cela est cohérent avec les prédictions des modèles de plasticité auto-cohérente ne prenant en compte que la plasticité cristalline comme origine de la texture (avec pour système de glissement les systèmes {110}<111>, {112}<111> et {123}<111> de la structure cubique centrée) [4]. A chaud, l'intensité de la composante <001> a déjà été observée comme prédominante comparativement à celle de la composante <111> sur aciers ferritiques non ODS (Fe-3%Si et acier inoxydable 430 à 17 % de chrome) sollicités à un niveau de déformation de l'ordre de 1 entre 700 °C et 900 °C à vitesse de déformation de 5.10^{-5} s^{-1} à 5.10^{-2} s^{-1} [51]. Ceci a été expliqué par un mécanisme de croissance préférentielle des grains présentant cette orientation ici aussi, associée à un faible facteur de Taylor [54]. En comparant les textures de compression sur aciers 14Cr ODS et 14Cr non ODS, Karch [4] observe à l'aide d'essais déjà présentés au paragraphe 1.1.7, la prédominance de la composante <100> sur nuance renforcée ODS et de la composante <111> sur acier non ODS. L'hypothèse d'un effet des renforts sur l'activation préférentielle de certains plans de glissement (non déterminés) est avancée pour expliquer cette différence.

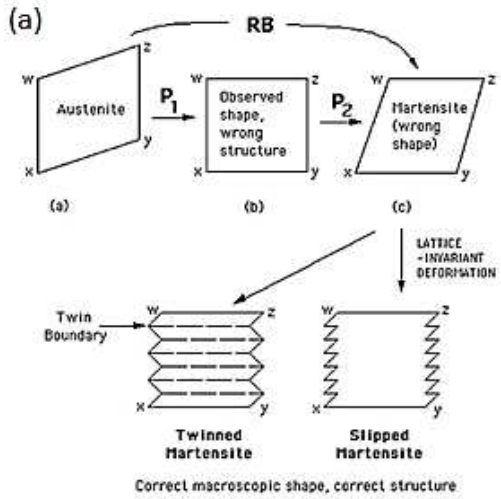
1.2.2 Cas des aciers à transformation de phase

1.2.2.1 *Relations d'orientations lors de la transformation de phase au refroidissement*

Lors de la transformation de l'austénite au refroidissement, les réseaux cristallins de l'austénite et du produit de transformation arborent certaines relations d'orientation (RO) présentées dans la suite. Celles-ci sont associées à des minima d'énergie de germination. Dans cette partie, nous nous concentrerons particulièrement sur la transformation martensitique puisqu'elle sera évoquée et discutée à plusieurs reprises dans les chapitres suivants. On peut noter cependant que des RO similaires sont observables lors de la formation de martensite et de ferrite polygonale [55]. Ce sont les deux phases observables lors du refroidissement des aciers ODS à transformation de phase comme il sera justifié au paragraphe 2.3.2.1. En revanche, le développement de la phase fille se fait dans le grain

parent avec lequel la RO est observée dans le cas de la martensite alors qu'elle a lieu dans un grain adjacent dans le cas de la ferrite polygonale [56].

La transformation martensitique est généralement décrite comme la composition du mécanisme de Bain B et d'une rotation R (transformation notée RB, Figure 15a). Le mécanisme de Bain permet d'obtenir une maille cubique centrée à partir de deux mailles cubiques à faces centrées par compression des arrêtes dans une direction et dilatation dans le plan perpendiculaire à celle-ci. Cette transformation RB est équivalente à la composition d'une déformation à plan invariant (P1, Figure 15a) qui représente le changement de forme observé et d'une déformation en cisaillement (P2, Figure 15a) qui représente le changement de structure [57]. Un plan, dit plan d'habitat, reste invariant lors de la transformation. Ceci n'est pas compatible avec la composition P1P2 = BR mais peut être envisagé si l'effet du cisaillement P2 sur le changement de forme est annulé macroscopiquement par une transformation à maille invariante se produissant par maclage ou par glissement [55]. Plusieurs relations d'orientations (RO) entre l'austénite et la martensite, qui sont définies par un plan et une direction parallèles ou quasi-parallèles entre le réseau cubique à faces centrées et le réseau cubique centré, peuvent être envisagées et observées. Ces RO sont présentées en Figure 15b. Lors du refroidissement, un même grain d'austénite peut se décomposer en plusieurs variants de martensite c'est-à-dire plusieurs orientations cristallines. La désorientation entres ces variants est imposée par la relation d'orientation. Par conséquent, l'allure de la distribution de désorientations héritée de la transformation de phase, est fortement influencée par la contribution des désorientations inter-variants comme observé en Figure 16 pour un acier respectant une relation d'orientation de type K-S pour lesquelles l'essentiel des désorientations inter-variants est compris dans la plage ≈ 50 ° - 60 °. De la même manière, la texture de la martensite obtenue à partir d'austénite texturée va dépendre de la texture de la phase mère et de la relation d'orientation entre phase mère et phase fille [58].



(b)

Relations d'orientation	plans parallèles	directions parallèles
Bain	$\{100\}_{cfc}$ // $\{100\}_{cc}$	$<100>_{cfc}$ // $<110>_{cc}$
Kurdjumov-Sachs (KS)	$\{111\}_{cfc}$ // $\{110\}_{cc}$	$<110>_{cfc}$ // $<111>_{cc}$
Nishiyama-Wassermann (NW)	$\{111\}_{cfc}$ // $\{110\}_{cc}$	$<211>_{cfc}$ // $<110>_{cc}$
Greninger-Troiano (GT)	$\{111\}_{cfc}$ à 1° de $\{110\}_{cc}$	$<211>_{cfc}$ à 2.5° de $<110>_{cc}$
Pitsch	$\{100\}_{cfc}$ // $\{110\}_{cc}$	$<110>_{cfc}$ // $<111>_{cc}$

Figure 15 – (a) Illustration de la théorie phénoménologique de la cristallographie de la martensite [55]**. (b) Relations d'orientation envisageables entre le réseau cubique face centrée de l'austénite et le réseau cubique centré lors de la transformation martensitique au refroidissement** [59]**.**

(a)

Variant	Plane parallel	Direction parallel	Rotation angle/axis from V1
V1	$(111)_\gamma \parallel (011)_\alpha$	$[-101]_\gamma \parallel [-1-11]_\alpha$	–
V2		$[-101]_\gamma \parallel [-11-1]_\alpha$	60°/[11−1]
V3		$[01-1]_\gamma \parallel [-1-11]_\alpha$	60°/[011]
V4		$[01-1]_\gamma \parallel [-11-1]_\alpha$	10.53°/[0−1−1]
V5		$[1-10]_\gamma \parallel [-1-11]_\alpha$	60°/[0−1−1]
V6		$[1-10]_\gamma \parallel [-11-1]_\alpha$	49.47°/[011]
V7	$(1-11)_\gamma \parallel (011)_\alpha$	$[10-1]_\gamma \parallel [-1-11]_\alpha$	49.47°/[−1−11]
V8		$[10-1]_\gamma \parallel [-11-1]_\alpha$	10.53°/[11−1]
V9		$[-1-10]_\gamma \parallel [-1-11]_\alpha$	50.51°/[−103−13]
V10		$[-1-10]_\gamma \parallel [-11-1]_\alpha$	50.51°/[−7−55]
V11		$[011]_\gamma \parallel [-1-11]_\alpha$	14.88°/[1351]
V12		$[011]_\gamma \parallel [-11-1]_\alpha$	57.21°/[−356]
V13	$(-111)_\gamma \parallel (011)_\alpha$	$[0-11]_\gamma \parallel [-1-11]_\alpha$	14.88°/[5−13−1]
V14		$[0-11]_\gamma \parallel [-11-1]_\alpha$	50.51°/[−55−7]
V15		$[-10-1]_\gamma \parallel [-1-11]_\alpha$	57.21°/[−6−25]
V16		$[-10-1]_\gamma \parallel [-11-1]_\alpha$	20.61°/[11−11−6]
V17		$[110]_\gamma \parallel [-1-11]_\alpha$	51.73°/[−116−11]
V18		$[110]_\gamma \parallel [-11-1]_\alpha$	47.11°/[−24−1021]
V19	$(11-1)_\gamma \parallel (011)_\alpha$	$[-110]_\gamma \parallel [-1-11]_\alpha$	50.51°/[−31310]
V20		$[-110]_\gamma \parallel [-11-1]_\alpha$	57.21°/[36−5]
V21		$[0-1-1]_\gamma \parallel [-1-11]_\alpha$	20.61°/[30−1]
V22		$[0-1-1]_\gamma \parallel [-11-1]_\alpha$	47.11°/[−1021 24]
V23		$[101]_\gamma \parallel [-1-11]_\alpha$	57.21°/[−2−5−6]
V24		$[101]_\gamma \parallel [-11-1]_\alpha$	21.06°/[9−40]

(b)

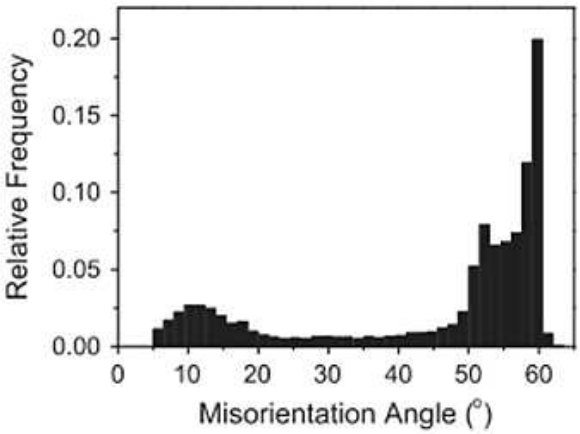


Figure 16 – (a) Liste des 24 variants hérités de la relation d'orientation de Kurdjumov-Sach (K-S) et des désorientations entre ces variants, et (b) distribution de désorientation dans un acier martensitique à 0,04 % de carbone respectant la relation d'orientation de K-S [60]**.**

1.2.2.2 *Texture de cisaillement*

Wittridge et Jonas [61] ont comparé pour un acier Fe-30 % Ni, la texture de cisaillement en torsion en phase ferritique et celle produite par cisaillement en phase austénitique (à 320 °C afin d'éviter la formation de martensite sous l'effet de la déformation) puis la transformation vers la martensite par trempe à l'azote liquide. La texture idéale de transformation après déformation de l'austénite est évaluée à l'aide d'un modèle prenant en compte la sélection de variant pour la transformation de l'austénite vers la martensite proposé par Sum et Jonas [62]. Le modèle est basé sur la relation d'orientation de Kurdjumov-Sachs. Une bonne correspondance entre prédiction et mesure peut être obtenue. Les principales composantes de texture pour la phase austénitique ainsi que les composantes qui en résultent par transformation de phase sont présentées dans le Tableau 1 en comparaison des composantes idéales obtenues par torsion en phase ferritique. On observe que la transformation de phase après déformation de l'austénite permet de retrouver, dans la martensite, les composantes F, D_i, E_i, J_i (i = 1 ou 2) associées à la déformation en phase ferritique. On note cependant la présence d'orientations supplémentaires dans la martensite, notamment l'orientation {110}<110> qui apparait avec une intensité suffisante pour être détectée expérimentalement. Cette intensité est d'autant plus élevée que le paramètre « shear » du Tableau 1 est élevé.

f.c.c. shear components			b.c.c. components formed by transformation from the f.c.c. shear components				b.c.c. shear components		
		Name	Positive slip	Shear	Name	Parent			Name
180 90 135	(001)[110]	C	88 36 54	0.8	E2	C	180 45 0	(110)[001]	F
180 126 135	(1–12)[110]	B	150 5 45	0.11	(140)[–410]	C	125 45 0	(11–2)[111]	D1
180 145 135	(1–11)[110]	A	131 45 89	0.29	D1	B	55 45 0	(–1–12)[111]	D2
145 135 90	(1–11)[121]	A_2^*	121 45 89.5	0.07	D1	B	39 66 27	(01–1)[111]	E1
35 135 180	(–11–1)[–2–11]	A_1^*	71 39 75	0.94	D2	B	90 35 45	(0–11)[111]	E2
			95 35 45	0.81	E2	A	30 55 45	(0–11)[–211]	J1
			24 33 71	0.21	(100–15–58)[–2–100 22]	A	150 55 45	(1–10)[–1–12]	J2
			95 25 45	0.09	E2	A			
			95 5 45	0.58	(1–10)[–1–10]	A_2^*			
			53 50 33	0.16	J1	A_1^*			
			162 50 33	0.44	J1	A_1^*			
			28 50 57	0.44	J1	A_1^*			
			98 50 57	0.16	J2	A_1^*			
			Reaction	Shear					
			90 55 45	0.11	J2	C			
			150 55 45	0.11	J1	C			
			180 46 90	0.07	F	B			
			10 45 83	0.09	F	A			
			21 40 81	0.05	F	A			
			35 54 45	0.58	J1	A_2^*			
			95 55 45	0.58	J2	A_2^*			
			46 55 45	0.16	J1	A_1^*			
			155 55 45	0.44	J1	A_1^*			
			106 55 45	0.16	J2	A_1^*			
			95 55 45	0.44	J2	A_1^*			

Tableau 1 – Principales composantes de texture obtenues par sollicitation de l'austénite en torsion, composantes induites par transformation de phase, et principales composantes obtenues par torsion en phase ferritique [61]**.**

1.2.2.3 *Texture de compression*

L'effet de la transformation martensitique sur la texture héritée de la déformation en compression en phase austénitique a été étudié notamment par Boucard [59] et Wittridge *et al.* [63], respectivement dans le cas d'acier bas carbone (0,06 %C – 2,4 % Mn – 0,3 % Si) et d'acier Fe-30%Ni. La texture de la phase mère (austénite) est dominée par la direction <110> parallèle à l'axe de compression (Figure 17a). La texture de la martensite est plutôt dominée par les fibres de directions <111> et <100> parallèles à l'axe de compression (Figure 17b). L'augmentation de la déformation renforce la texture et particulièrement la texture fibre <111> parallèle à l'axe de compression [59]. Il est par ailleurs observé que la recristallisation dynamique discontinue sur les matériaux cubiques faces centrées est signalée suivant les cas : soit comme ayant peu d'effet sur la texture de fibre <110> parallèle à l'axe de compression en entretenant une texture peu marquée issue de la phase de déformation avant recristallisation sans en modifier significativement l'intensité [64], soit comme ayant tendance à atténuer la texture de compression [21].

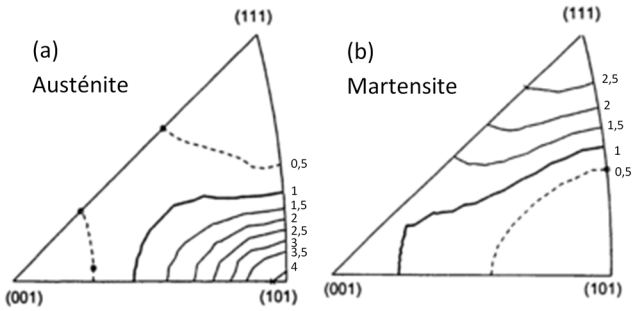


Figure 17 – Figures de pôles inverses relative à l'axe de compression pour (a) une éprouvette en acier Fe-30%Ni en phase austénitique déformée à 300 °C jusqu'à une réduction de hauteur de 33 %, (b) une éprouvette déformée dans les mêmes conditions puis trempés pour induire la transformation martensitique [63].

1.2.3 Synthèse sur l'effet de la déformation à chaud sur la texture des aciers

Le développement de la texture dépend du mode de sollicitation imposé. Les textures obtenues sur les aciers ferritiques et les aciers à transformation de phase ont été illustrées à partir de deux types d'essais : les essais de torsion et les essais de compression. Le cas d'une sollicitation en cisaillement via des essais de torsion servira d'élément de comparaison vis-à-vis de la texture observée sur les soudures et sur les éprouvettes des essais Gleeble présentés au chapitre III. Le cas d'une sollicitation en compression uniaxiale sera repris au chapitre IV.

Dans les deux cas, on observe un effet des mécanismes intervenant à chaud sur la formation de la texture. Si les mêmes composantes principales de textures se développent à chaud et à froid, la déformation à chaud tend à rendre prédominantes les composantes associées à un facteur de Taylor faible.

Enfin, pour les aciers à transformation de phase déformés à l'état austénitique, la texture observée après refroidissement est l'image de la texture de l'austénite avant transformation via une relation d'orientation entre la phase mère (austénite) et la phase fille (ferrite ou martensite). Toutefois, on observe généralement des similitudes en termes de composantes principales de la texture entre la texture développée lors de la déformation en phase ferritique et celle observée après déformation en phase austénitique suivie de la transformation de phase au refroidissement.

2. Les nuances d'aciers ODS développées au CEA

Dans cette partie, la gamme de fabrication appliquée au CEA pour l'élaboration des gaines en aciers ODS est décrite. Les nuances d'acier ODS développées au CEA et étudiées dans le cadre de cette thèse, sont présentées sous leurs aspects microstructuraux à l'échelle des grains et des nano-oxydes.

2.1 Composition chimique des nuances d'aciers ODS et distinction en fonction de leur teneur en chrome

Les aciers ODS, qu'il s'agisse de nuances commerciales ou de nuances développées au CEA, ont pour principal élément d'addition le chrome avec un pourcentage massique généralement compris entre 9 % et 20 %, auquel s'ajoutent quelques éléments en plus faible proportion comme le tungstène (jusqu'à 2 %), le molybdène (jusqu'à 1 %) ou encore l'aluminium (généralement absent mais pouvant atteindre 5 % sur les nuances PM2000 et MA956, à 20 % de chrome). Pour ces compositions, on peut classer les aciers ODS en 2 familles respectivement, à transformation ou sans transformation de phase suivant que leur teneur en chrome est supérieure ou inférieure à 12 %. Pour une teneur en chrome inférieure à 12 %, le matériau peut subir plusieurs changements de phase au chauffage : de la ferrite alpha vers l'austénite pour une température de transition autour de 850 °C puis, à plus haute température, de l'austénite vers la ferrite delta (les températures de transistions dépendant de la composition), comme illustré par le diagramme de phase fer-chrome (Figure 18). Pour une teneur en chrome supérieure à 12 %, le matériau reste ferritique de la température ambiante jusqu'à la température de fusion.

Ces phénomènes de changement de phase ont des conséquences importantes sur la microstructure finale induite par les étapes de mise en forme et le traitement thermique subséquent. Dans le cas des aciers à transformation de phase, un traitement thermique au-dessus de la température d'austénitisation et le refroidissement subséquent permettent de contrôler la microstructure finale du matériau. Pour une teneur en chrome supérieure à 12 %, la microstructure induite par les étapes de mise en forme ne peut pas être modifiée par un passage en phase austénitique. Dans le cas général,

un traitement thermique de recristallisation peut être envisagé afin d'atténuer l'anisotropie et la texture induite par les étapes de mise en forme. Cependant, dans le cas des nuances ODS ferritiques, il doit être réalisé à très haute température (T > 1400 °C pour une barre de 14Cr ODS filée à chaud [65]) et est donc difficilement envisageable industriellement.

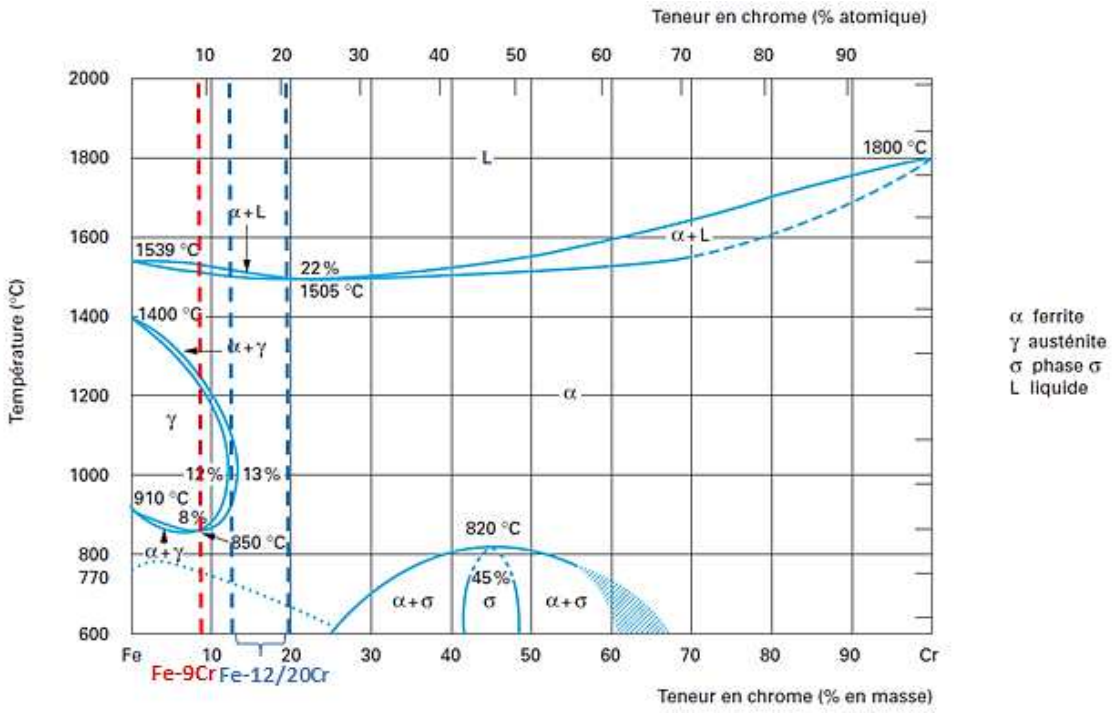


Figure 18 – Diagramme d'équilibre binaire Fer-Chrome [66].

2.2 Elaboration des matériaux d'étude

Dans cette partie, nous présenterons tout d'abord la gamme d'élaboration complète des gaines en acier ODS au CEA. Puis, nous nous attarderons sur les deux étapes principales d'élaboration de nos matériaux d'étude, à savoir, la mécanosynthèse et la consolidation par filage à chaud. En effet, dans le cadre de ce travail, les bouchons et gaines utilisés pour les essais de soudage et les éprouvette pour les essais thermomécaniques, sont obtenus par usinage à partir de barres filées à chaud pour des raisons d'approvisionnement en matière. Les gaines en acier ODS utilisées dans ces travaux, n'ont donc pas subi de laminage à froid. Tous les matériaux utilisés pendant la thèse ont été produits au CEA et seront présentés au chapitre 2. Dans cette partie, les étapes d'élaboration sont décrites en se limitant à des considérations liées aux procédés c'est-à-dire sans évoquer les spécificités propres aux différentes nuances d'aciers ODS en termes d'évolution de la microstructure lors des différentes étapes. Ces aspects seront développés en partie 2.3 de ce chapitre.

2.2.1 Gamme d'élaboration complète

La gamme de fabrication complète des gaines en nuance d'acier ODS retenue à l'heure actuelle est présentée Figure 19. Les aciers ODS sont élaborés par co-broyage (ou mécanosynthèse) d'une poudre pré-alliée (Fe-Cr-W-Ti) et d'une poudre d'oxyde d'yttrium Y_2O_3. Le matériau est mis en forme sous forme de barre ou d'ébauche tubulaire par filage (aussi appelé extrusion) à chaud. Les tubes sont ensuite élaborés par laminage à pas de pèlerin à froid en plusieurs passes. Des traitements thermiques sont réalisés entre les passes et en fin de gamme de fabrication.

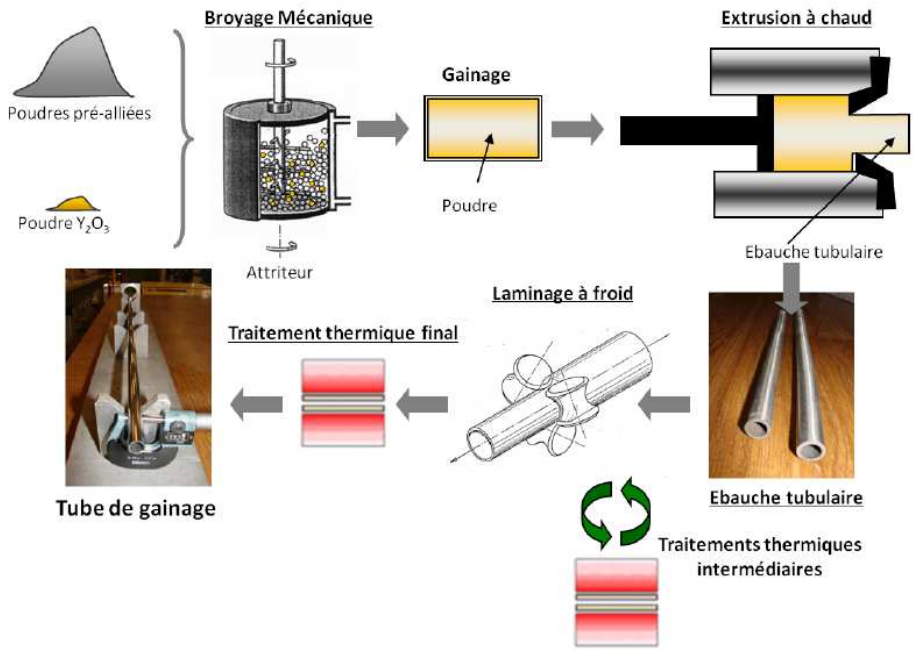


Figure 19 – Gamme de fabrication complète du gainage combustible en acier ODS par mécanosynthèse, filage à chaud et laminage à froid [67]**.**

2.2.2 Co-broyage ou mécanosynthèse

L'étape de co-broyage, ou mécanosynthèse, est réalisée dans un attriteur sous atmosphère contrôlée pour une durée de quelques heures. Lors du broyage, les particules de poudre (poudre pré-alliée (Fe-Cr-W-Ti) et poudre d'oxyde d'yttrium (Y_2O_3)) sont à la fois soumises à un processus d'écrouissage et de fracture ainsi qu'à leur soudage à froid. Une augmentation de leur taille moyenne est alors observée en début de procédé lorsque que le soudage prédomine sur la fracturation. Cette étape est suivie d'une diminution de leur taille moyenne à mesure que la fracturation devient le processus dominant. Pour les temps longs, une stabilisation de la taille des particules est observée [68]. Les particules de poudre présentent une forte densité de fautes d'empilement sous l'effet du broyage, ce qui tend à augmenter la diffusivité des solutés et à permettre la mise en solution solide de l'yttrium [69]. A l'issu du broyage, la taille des particules de poudres est signalée comme étant de l'ordre de quelques dizaines jusqu'à une centaine de micromètres [68][70]. L'étape de mécanosynthèse a été signalée comme susceptible d'entrainer de la contamination par le carbone, l'azote et l'oxygène [68].

2.2.3 Consolidation par filage à chaud

L'étape de consolidation permet de transformer la poudre en un matériau dense. Elle est généralement réalisée par filage à chaud [4] mais peut également l'être par compaction isostatique à chaud [65][71] ou par frittage flash (ou Spark Plasma Sintering) [72]. Le filage à chaud des nuances produites au CEA est réalisé au Laboratoire de Technologies des Matériaux Extrêmes (LTMEX) du CEA de Saclay. La poudre d'acier ODS est chargée dans une gaine en acier doux et subit une première compaction à froid afin d'atteindre une densité relative de l'ordre de 60 %. La billette de poudre est alors soumise à un dégazage à 400 °C pendant deux heures sous vide secondaire visant à éviter une contamination par l'oxygène et l'azote ou la formation de porosités contenant des gaz lors du filage [73]. Une étape de chauffage ou de pré-frittage est réalisée à 1100 °C pendant une heure. Le filage est alors effectué à l'aide d'une presse hydraulique. Sous l'effet de la presse et de la géométrie de la filière, le matériau subit tout d'abord, une seconde étape de compaction jusqu'à atteindre la densité théorique de la nuance [74] puis, l'étape de filage qui aboutit à la mise en forme d'un matériau dense

sous forme de barre. A l'issu de cette étape, un traitement thermique de recuit est imposé au matériau. L'effet de l'élaboration des barres et du traitement thermique sur la microstructure du matériau est présenté dans les paragraphes suivants.

2.3 Microstructures des aciers après filage à chaud et recuit

Dans cette partie sont présentés les effets des étapes d'élaboration sur les aciers ODS en termes de taille et morphologie des grains, de texture et d'état de précipitation. Elle vise à introduire les grandes lignes de l'état « zéro » des matériaux utilisés dans le cadre de cette thèse. Une distinction est faite entre les matériaux en fonction de leur teneur en chrome. Les descriptions se limitent aux aciers similaires à ceux étudiés dans cette thèse c'est-à-dire aux nuances d'acier 9Cr ODS (à transformation de phase) et 14Cr ODS (ferritique) élaborées suivant la gamme de fabrication décrite au paragraphe précédent. La teneur de ces aciers en éléments intervenants dans la composition des renforts est identique ou proche de celles des nuances utilisées lors de la thèse (teneurs en Ti de 0,3 % et en Y_2O_3 de 0,25 % ou 0,3 %). Ce choix est motivé par le fait que les nuances étudiées dans la littérature peuvent présenter des caractéristiques très différentes en termes de taille de grains (allant d'une taille micronique à une taille supérieure à 100 µm) et de composition chimique, en particulier en ce qui concerne les éléments présents dans les renforts. Cela ne permet pas de tirer de conclusions communes à toutes les nuances ODS.

2.3.1 Cas des nuances d'aciers à 14% de chrome

2.3.1.1 *Caractéristiques des grains et textures locales*

Pour les nuances 14Cr ODS du CEA, une microstructure fortement anisotrope est héritée de l'étape de filage. La texture de fibre α {hkl}<110> où les directions <110> sont parallèles à l'axe de filage, est fortement marquée. Du point de vue morphologique (Figure 20), la microstructure se décompose en une population de grains allongés dans le sens du filage, fortement texturés, avec un facteur de forme de l'ordre de 4 à 6 et de longueur de l'ordre de quelques dizaines de microns. Ces grains allongés sont associés à une population de petits grains microniques ou submicroniques, plutôt équiaxes et de texture moins marquée que la population précédente. Les grains allongés sont fortement sous-structurés c'est à dire qu'ils présentent en leur sein des sous-grains séparés par des parois de faible désorientation. Ces observations concernant la texture, la taille de grains et leur sous-structure, s'appliquent à la fois au matériau brut de filage [4] et au matériau ayant subi un recuit d'une heure à 1050 °C (état de livraison pour cette étude) [70].

La présence de cette microstructure s'explique par deux phénomènes. Dans un premier temps, un phénomène de croissance anormale est observé dans la poudre lors de la phase de montée en température avant filage. Cela engendre une microstructure présentant des gros grains de plusieurs microns et des petits grains submicroniques [70]. Dans un second temps, une différence de comportement vis à vis de la déformation lors du filage est observée entre les petits et les gros grains. Les gros grains ont tendance à se déformer fortement, se morceler par formation de sous structures voire se recristalliser par RDC, et se texturer lors du filage. Les petits grains se déforment peu [4][75]. Karch [4] a observé que les effets post-dynamiques sont négligeables sur les nuances 14Cr ODS filées en comparant la microstructure obtenue après filage puis trempe à l'eau, à celle obtenue par refroidissement lent à l'air.

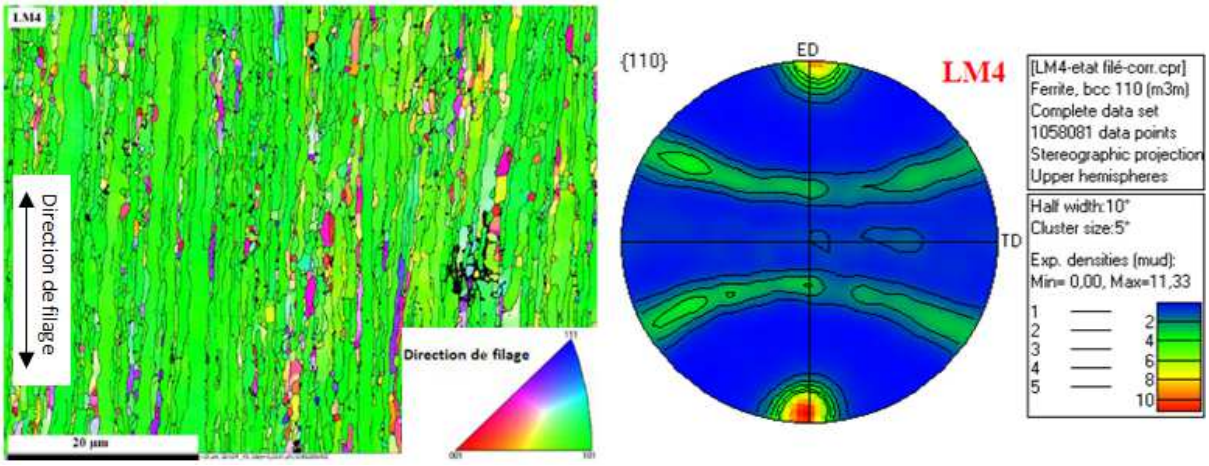


Figure 20 – Cartographie EBSD (IPF – direction de filage (ED)) et figure de pôle {110} d'une nuance 14Cr ODS filée à 1100 °C [4].

2.3.1.2 *Etat de précipitation des aciers ODS*

2.3.1.2.1 Introduction sur les techniques de caractérisation à l'échelle des nano-oxydes

Les nano-oxydes dispersés dans la matrice des aciers ODS sont généralement caractérisés par Microscopie Electronique en Transmission (MET), Diffusion des rayons X aux Petits Angles (DXPA, ou SAXS pour Small Angle X-ray Scattering), Diffusion des Neutrons aux Petits Angles (DNPA, ou SANS pour Small Angle Neutron Scattering) ou Sonde Atomique Tomographique (SAT, ou APT pour Atomic Probe Tomography).

La microscopie en transmission permet d'obtenir des informations sur la taille et la forme des précipités. Si elle est couplée à une analyse chimique (EDS ou EDX pour Energy-Dispersive X-ray Spectroscopy) ou réalisée en haute résolution, des informations complémentaires sur la composition chimique, la structure cristalline et la cohérence avec la matrice peuvent être obtenues [76][77][78]. En revanche, ces observations restent limitées à de petites zones d'analyses (de l'ordre du micromètre) et les informations quantitatives (distribution en taille, densité en nombre des renforts) sont évaluées à partir d'un nombre de précipités relativement restreint (de l'ordre quelques centaines) [76][71].

La SAT permet d'obtenir des informations quantitatives sur la composition chimique des précipités, leur taille et leur morphologie [78]. Elle est néanmoins restreinte à de très petits volumes d'analyse (échelle de la centaine de nanomètres). Les résultats obtenus sont aussi fortement dépendants des paramètres utilisés pour identifier un oxyde à partir d'un groupe d'atomes proches voisins (critère sur la distance maximale entre atomes voisins dans un même oxyde, sur le nombre minimal d'atome par précipité et critères pour définir l'interface précipité–matrice). Ceci rend l'exploitation des mesures d'autant plus délicate que les paramètres à appliquer sont dépendants de l'état de précipitation de l'échantillon observé et donc, non transposable d'un échantillon à un autre [79].

Les techniques de DXPA et DNPA sont basées sur la diffusion d'un rayonnement incident par des objets individuels (électrons pour les rayons X ou noyaux pour les neutrons) et permettent d'utiliser l'intensité diffusée à travers un échantillon pour tirer des informations quantitatives sur les précipités nanométriques qui s'y trouvent. Les distributions de tailles et fractions volumiques des précipités peuvent être évaluées par identifications de ces paramètres de manière à faire coïncider les courbes d'intensité mesurées et calculées à partir d'hypothèses sur la géométrie (particules sphériques, ellipsoïdales…), la forme de la distribution en taille des renforts (description des renforts sous forme

d'une population bimodale pour les ODS, choix d'une fonction de distribution…) et éventuellement leur composition chimique (nécessaire dans le cas de la DXPA et uniquement si les précipités sont anisotropes dans le cas de la DNPA). La DNPA réalisée sous champ magnétique, permet également d'obtenir des informations qualitatives sur la composition chimique des précipités en traçant le rapport *A* entre intensité diffusée perpendiculairement et parallèlement au champ magnétique imposé, et en comparant ce rapport à sa valeur théorique pour une composition et une structure des précipités données. Les détails sur les méthodes utilisées peuvent être trouvés dans [80][81] et en Annexe 1 du présent document.

2.3.1.2.2 Application de ces techniques à l'étude de l'état de précipitation des barres en nuances 14Cr ODS

Après filage et traitement de recuit (1050 °C / 1h), des observations par MET sur nuance 14Cr ODS CEA (composition nominale Fe-14Cr-1W-0,3Ti-0,3Y_2O_3) mettent en évidence une distribution de précipités fins de rayon moyen variant suivant les études de 1 nm avec une densité en nombre de 3.10^{23} m^{-3} [76] à 3 nm avec une densité en nombre entre 3.10^{22} m^{-3} [71], soit des fractions volumiques respectives d'environ 0,2 % et 0,4 %. Ces précipités peuvent être décomposés en une population de précipités fins très largement supérieurs en nombre (> 90 % des précipité de dimensions < 4 nm) et une population plus réduite de renforts de diamètre de l'ordre de 7 nm [71]. En comparaison, Mathon *et al.* [81], Toualbi et al. [82] et Zong *et al.* [83] identifient à l'aide de la DNPA sur différentes barres, les précipités de la nuance ODS CEA Fe-14Cr-1W-0,3Ti-0,3Y_2O_3 sous la forme de deux populations de rayons moyens 4 à 6 nm (fraction volumiques 0,25 % à 0,9 %) et 1,4 nm (fraction volumique 1,3 % à 2 %). Par DXPA, Sallez [70] et Dadé [65] identifient sur des barres différentes mais de cette même nuance, un rayon moyen de l'ordre de 1,3 nm et une fraction volumique de 0,8 % [65]. L'étude bibliographique montre que sur des matériaux de composition chimique identique et ayant subi les mêmes étapes de mise en forme, la distribution de la population de précipités est variable.

L'analyse chimique par EDS en microscopie en transmission révèle que ces précipités sont essentiellement constitués de Ti, Y et O [70][71]. Leur morphologie est difficilement identifiable même à haute résolution en raison de leur petite taille. Leur structure ne peut pas être identifiée par MET à l'état post-filé. Cependant, ils évoluent lors d'un traitement thermique (1300 °C – 1 h) vers une morphologie cuboïdale et une structure pyrochlore $Y_2Ti_2O_7$ cohérente avec la matrice [76][77]. Cela permet de supposer que les petits précipités (Y, Ti, O) initiaux de composition possiblement non stœchiométrique [84], sont complètement cohérents avec la matrice. Une faible proportion de particules Y_2O_3 et Y_2TiO_5 peut également être identifiée. De manière générale, les valeurs de rapport A obtenues par DNPA, comprises entre 2,3 et 2,6 sur barre filée [83][81][65], sont compatibles avec des compositions chimiques de précipité de type $Y_2Ti_2O_7$ (A = 2,5) ou Y_2TiO_5 (A = 2,3).

Il a été observé que la cohérence des renforts avec la matrice est déterminante vis-à-vis de leur évolution lors de traitements thermiques puisqu'elle leur confère une bonne résistance à la croissance par murissement d'Ostwald même dans le cas de recuit à forte température (1300 °C - 1 h [76][85]). Cependant, cette cohérence peut être perdue lors du passage d'un joint de grain ce qui induit une augmentation de la cinétique de croissance [77]. De plus, elle est très dépendante vis-à-vis de la proportion de Ti et de Y dans les renforts. Un rapport Y/Ti > 1 est favorable à une perte de cohérence des renforts et à une cinétique de croissance rapide [85]. La formation des cavités par recombinaison des défauts ponctuels créés sous irradiations, est également influencée par la cohérence de l'interface précipité-matrice. Ici encore, une interface semi-cohérente ou cohérente est préférable puisqu'elle tend à induire des cavités plus petites que dans le cas d'une interface incohérente [1].

D'autre part, des zones présentant une déplétion en précipités ont pu être observées par MET et par SAT, de manière asymétrique à proximité de certains joints de grains sur la nuance 14Cr ODS CEA filée

à chaud [78]. Elles sont en général délimitées d'une part, par le joint de grains et d'autre part, par un alignement de précipités, possiblement incohérents. Pour expliquer leur présence, Sallez [78] propose un mécanisme inspiré de celui de Bouchaud [86] et faisant intervenir l'épinglement des joints de grains par les précipités et la dissolution de ceux-ci par la diffusion aux joints de grains (Figure 21). Après passage du joint de grains, les renforts dissous peuvent précipiter à nouveau et former une population cohérente avec la matrice.

On peut noter enfin que de gros précipités d'oxyde de titane TiO_2 de dimension de l'ordre de 100 nm à 200 nm, ont également été observés par MET sur cette nuance [87]. Ils sont situés préférentiellement aux joints de grains sous forme de chapelets et sont vraisemblablement issus de l'oxydation du titane en surface des particules de poudre lors de l'élaboration du matériau. Des zones riches en titane associé à l'oxygène sont également observables sur ce matériau par microsonde de Castaing au niveau des anciennes surface des grains de poudre [70].

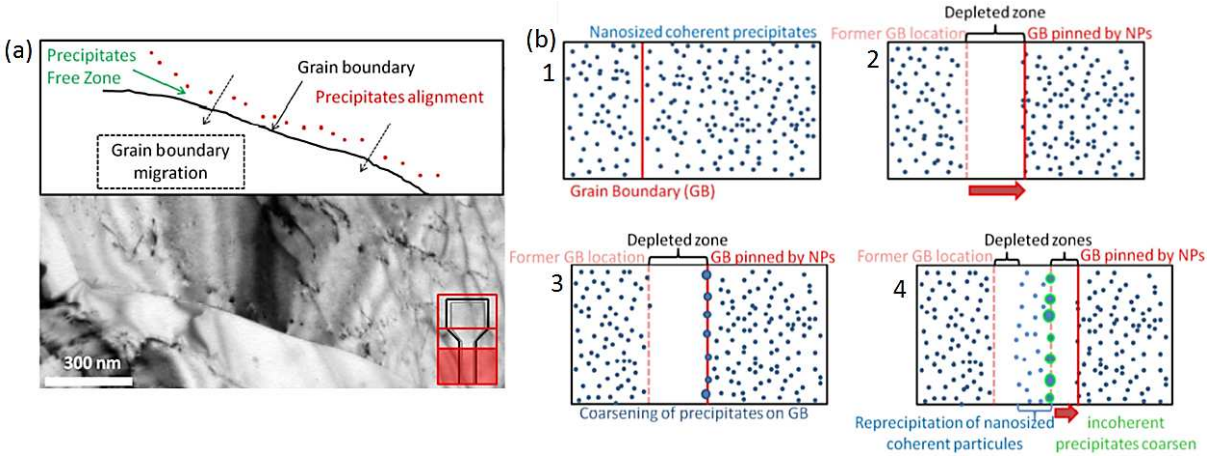


Figure 21 – (a) Image MET en champ clair d'une barre ODS filée en nuance 14Cr ODS et schéma de principe présentant un alignement de renforts parallèle à un joint de grain. (b) Mécanisme de dissolution, croissance et re-précipitation des renforts au passage d'un joint de grain [70]**.**

2.3.2 Cas des nuances d'aciers à 9% de chrome

2.3.2.1 *Transformation de phase au refroidissement de la nuance 9Cr ODS et effet sur les caractéristiques des grains et la texture locale*

Dans le cas de la nuance à 9Cr ODS, le recuit de détensionnement à température supérieure à la température d'austénitisation (1050 °C pendant 1 h) suivi d'un refroidissement lent (0,05 °C/s) permet d'obtenir une microstructure ferritique équiaxe et non ou peu texturée [67][71]. En effet, les figures de pôles présentées en Figure 22, permettent de retrouver une orientation préférentielle des directions <110> parallèles à l'axe de filage mais avec une intensité faible comparativement à ce qui peut être observé sur nuances 14Cr ODS. La transformation de la ferrite vers l'austénite au chauffage lors du recuit permet de « réinitialiser » la microstructure et d'atténuer voire d'effacer l'effet de la déformation imposée lors du filage à chaud sur la morphologie des grains et leur texture.
Une campagne de mesures de dilatométrie au refroidissement a été menée sur nuance 9Cr ODS [82] dans le but d'établir le diagramme TRC de ce matériau (Figure 23) avec pour condition d'austénitisation un maintien à 1050 °C pendant 20 min. La taille initiale de grains d'austénite n'est pas précisée. Seules les transformations de l'austénite vers la ferrite et la martensite sont observées au refroidissement. La vitesse de refroidissement critique pour obtenir une microstructure martensitique est de l'ordre de 1

°C/s. Une microstructure 100 % ferritique peut être obtenue pour des vitesses de refroidissement inférieures à 0,3 °C/s.

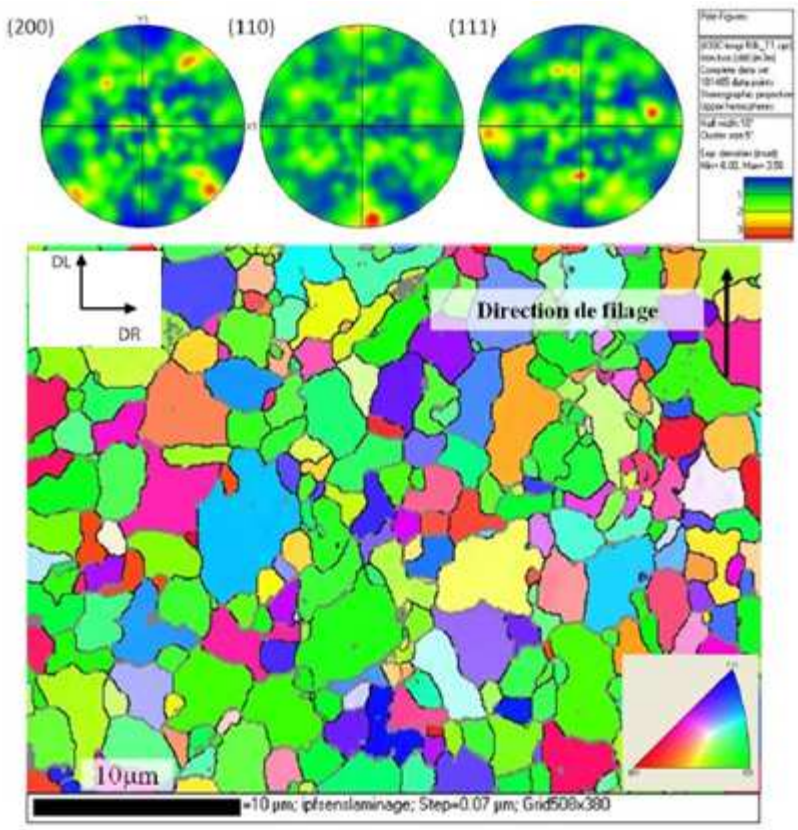


Figure 22 – Figure de pôles et cartographies EBSD (IPF – direction de filage) d'une ébauche tubulaire filée à chaud puis recuite à 1050 °C – 1 h, d'une nuance ODS Fe-9Cr-1W [67]**.**

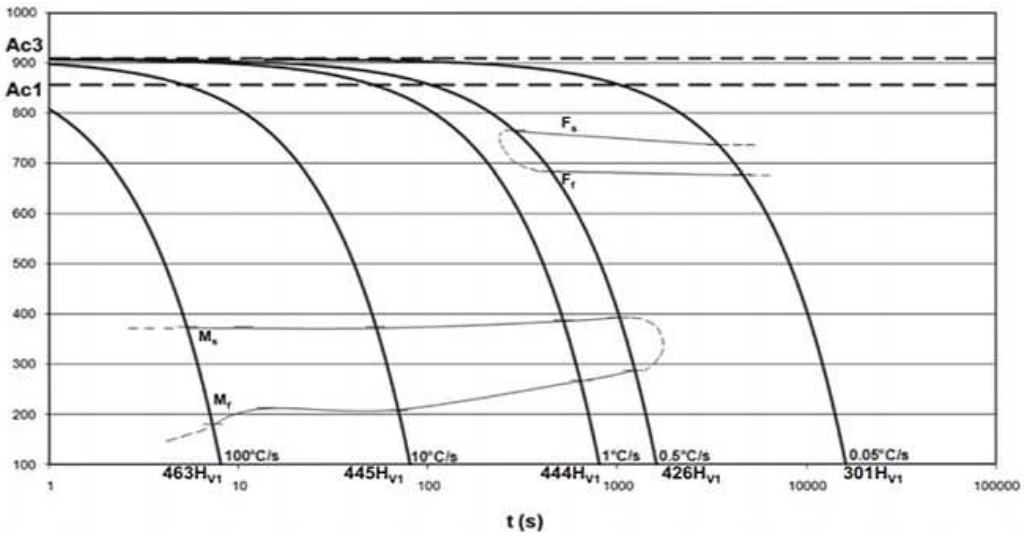


Figure 23 – Diagramme TRC d'une nuance ODS Fe-9Cr-1W (chauffage à 1050 °C maintenu 20 min, taille des grains d'austénite non précisée) [82]**.**

2.3.2.2 *Etat de précipitation*

Des caractérisation par microscopie en transmission menées lors de la thèse de Praud [71] révèlent une taille moyenne de précipités de 4,2 nm (moyenne sur 380 précipités de diamètre inférieur à 10 nm) avec une fraction volumique de 0,2 % qui correspond à une densité en nombre de l'ordre de 3.10^{22} m^{-3}. Ces derniers sont riches en Ti et Y. Les distances inter-réticulaires déterminées en MET par HR-TEM ainsi que les proportions en éléments chimiques déterminées en EDS peuvent correspondre avec des précipités de type $Y_2Ti_2O_7$ ou Y_2O_3.

Les précipités peuvent être décrits par DNPA sous la forme de deux populations : l'une de rayon de l'ordre de 2 nm avec une fraction volumique variant de 0,6 % à 1,2 % suivant les études ; l'autre de rayon de l'ordre de 5 nm avec une fraction volumique de 0,5 % [81][82]. Le rapport A ≈ 2,2 des contributions magnétiques et nucléaires à l'intensité diffusée, est légèrement inférieur à celui correspondant à une composition chimique de type $Y_2Ti_2O_7$ (Figure 24). Comme pour la nuance 14Cr ODS, on peut envisager la coexistence de précipités de différentes compositions chimiques, stœchiométriques ($Y_2Ti_2O_7$, Y_2O_3) ou non. Cette nuance présente donc, comme pour la nuance 14Cr ODS, une population bimodale de précipités mais de taille environ 2 fois plus grande. Cette différence pourrait s'expliquer par la perte de cohérence supposée entre les renforts et la matrice lors de la transformation de la ferrite vers l'austénite facilitant leur croissance lors de la mise en forme [82].

Aux oxydes nanométriques s'ajoutent de gros précipités de quelques dizaines à une centaine de nanomètres parmi lesquels, on trouve des carbures de chrome et de tungstène ainsi que des oxydes de titane.

(a)

Particle	V_{at} p (Å^3)	Matrix (wt.%)	$\Delta\rho^2$ nuclear × 10^{21} (cm^{-4})	$\Delta\rho^2$ magnetic × 10^{21} (cm^{-4})	A ratio
Y_2O_3	14.90	Fe9%Cr	0.96	2.03	3.1
Y_2O_3	13.71		0.74	2.03	3.8
$(YTi)_2O_3$	14.9		2.1	2.03	2
$Y_2Ti_2O_7$	11.7		1.34	2.03	2.5
$Y_{12}Ti_{12}Fe_{12}O_{64}$	11.7		0.85	2.03	3.4
$Y_8Ti_8Fe_{20}O_{64}$	11.7		0.59	2.03	4.45
YTiO	11.7		2.1	2.03	2
FeYTiO	11.7		1.1	2.03	2.85
$Fe_{60}Y_{13}Ti_{13}O_{13}$	11.7		0.23	0.22	1.95
$Cr_{12}Ti_{12}Y_{12}O_{64}$	11.7		1.24	2.03	2.64
$W_{12}Ti_{12}Y_{12}O_{64}$	11.7		1.15	2.03	2.8
TiO_2	10.5		2.4	2.03	1.9
Porosity	–		5.6	2.03	1.36

(b)

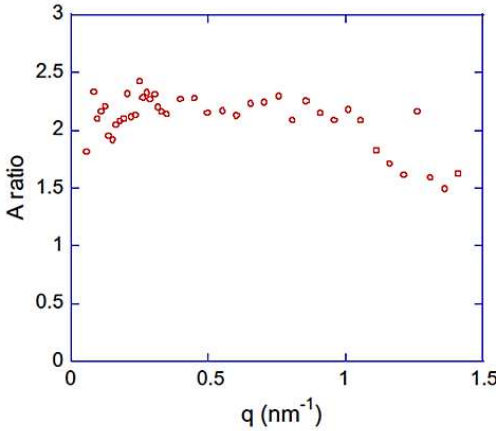


Figure 24 – (a) Valeur du volume atomique des précipités, du contraste nucléaire et magnétique intervenant dans l'expression du paramètre A et valeur de ce paramètre en fonction de la composition chimique des précipités ; (b) évolution du paramètre A pour un acier 9Cr ODS CEA (Fe-9Cr-1W-0,3Ti-0,3Y_2O_3) en fonction du module du vecteur de diffusion *q* [81]**.**

2.4 Considérations générales sur les propriétés mécaniques des nuances d'acier ODS étudiées

Les aciers ODS présentés dans les paragraphes précédents montrent une limite élastique élevée, supérieure à 1 GPa à température ambiante pour les nuances 14Cr ODS et 9Cr ODS à l'état martensitique revenu et de l'ordre de 700 MPa pour le 9Cr ODS à l'état ferritique. C'est environ deux fois plus important que pour les aciers non renforcés de composition équivalente dans un état

métallurgique similaire [88][67][87][89]. Ceci s'explique à la fois par un effet durcissant des nano-renforts, une forte contribution des dislocations (densité de dislocations de l'ordre de 10^{14} – 10^{15} m^{-2} à l'état recuit après filage pour nuance 14Cr ODS et sur 9Cr ODS martensitique, non évaluée à l'état ferritique) et une faible taille de grains (micronique) [71].
L'anisotropie en traction est assez modérée en termes de contrainte sur nuance 14Cr ODS : la limite élastique et la résistance à la traction dans le sens transversal sont de l'ordre de 80 % à 100 % de celles obtenues dans le sens axial (axe de filage) sur la plage de température 20 °C – 750 °C. Cependant, l'allongement à rupture est systématiquement inférieur de 30 % à 50 % en raison de l'anisotropie microstructurale [87]. Sur nuance 9Cr ODS à l'état martensitique revenu, l'anisotropie est plus faible [71] particulièrement aux températures inférieures à 400 °C avec une différence sur le Rm et le Rp0.2 de quelques MPa en faveur des éprouvettes prélevées dans le sens du filage comparativement à celle prélevées dans la direction transverse.
Les nuances ODS présentent également une tenue au fluage très supérieure aux nuances conventionnelles de composition équivalente [87][71].

3. Soudage des aciers ODS et effets sur ces matériaux

Dans ce paragraphe, nous abordons le soudage des aciers ODS par différents procédés et leurs effets sur le matériau. Comme nous le verrons par la suite, les procédés de soudage par fusion sont peu adaptés pour ces matériaux (notamment en configuration bouchon-gaine) contrairement aux procédés de soudage en phase solide. Suivant le procédé, différentes configurations de soudage sont évoquées, et dans le cas du soudage par résistance en bout, nous porterons une attention particulière au soudage par résistance en configuration bouchon-gaine.

3.1 Soudage des aciers ODS par fusion

Les procédés de soudage par fusion, tels que le soudage Laser, TIG (Tungsten Inert Gaz) ou par faisceau d'électrons, sont généralement présentés comme étant peu adaptés au soudage des alliages renforcés puisqu'ils entrainent une baisse des propriétés mécaniques à haute température induite par le regroupement, le grossissement et la baisse locale de densité des oxydes qui en résulte [90][91]. Ils provoquent également un important changement de microstructure qui, même s'il reste localisé, peut entrainer, suivant l'orientation des structures de solidification, une dégradation des propriétés mécaniques [91][92].

Pour les géométries gaine-bouchon, quelques études ont été menées sur la soudabilité de ces aciers par procédés de soudage par fusion [93][94][95]. Des essais de traction à température ambiante et à 400 °C menés sur des joints soudés TIG sur nuances 12Cr ODS et 9Cr ODS [95] ont abouti à une rupture à proximité du cordon de soudure. Les auteurs avancent l'hypothèse d'une déplétion en renforts dans cette zone sans investiguer d'avantage le phénomène. Une comparaison entre le soudage TIG et le soudage Laser pulsé a été réalisée pour l'assemblage de gaines de combustibles en acier 12Cr ODS (ferritique) soudées à des bouchons en acier 12Cr non ODS [93]. Pour les deux procédés, le soudage par fusion induit dans la zone fondue, la formation de zones observables à l'EDS de plusieurs micromètres de diamètre riches en yttrium et en oxygène (Figure 25) pour le soudage TIG et interprétées comme issues de l'agglomération des oxydes dans le bain fondu lors du soudage et de la migration du front de solidification après soudage. Dans le cas du soudage à l'arc, le signal EDS associé à l'yttrium et l'oxygène dans la zone fondue est inférieur à la limite de détection de cette technique hors des zones enrichies en ces éléments, mais reste observable dans le cas du procédé Laser. Cette différence est expliquée par les auteurs par un temps passé à l'état fondu inférieur avec le procédé Laser minimisant l'agglomération des oxydes.

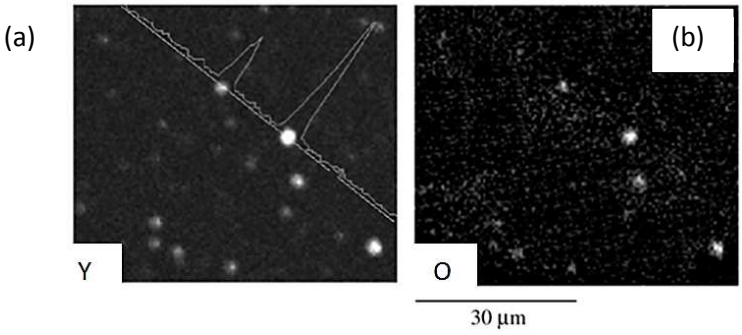


Figure 25 –Cartographie EDS de la répartition en yttrium (a) et en oxygène (b) dans la zone fondue d'une soudure TIG sur géométrie gaine (12Cr ODS) – bouchon (12Cr non ODS) [93].

3.2 Soudage des aciers ODS en phase solide

3.2.1 Procédés autres que le soudage par résistance en bout

Les procédés permettant de souder en phase solide sont à préconiser pour l'assemblage de nuances renforcées ODS. La faisabilité de liaisons soudées sur nuances ODS a été démontrée sur certains de ces procédés tels que le soudage par diffusion [96], par étincelage [97], par impulsion magnétique [98], par friction malaxage (FSW) [99] ou par friction inertielle [100]. On s'intéresse ici, en particulier, au soudage par friction qui fait l'objet de l'essentiel de la littérature sur le soudage des aciers ODS, notamment le soudage par friction malaxage appliqué à des plaques ou des tôles. Ce procédé présente en effet certaines similarités avec le soudage par résistance sur géométrie gaine-bouchon en termes de cycles thermomécaniques imposés localement au matériau, comme il sera justifié dans le chapitre 2 pour le soudage par résistance des gaines. D'une part, les températures atteintes lors du soudage sont élevées : on peut retenir une plage de température de 900 °C à 1200 °C lors du passage de l'outil dans les aciers pour des conditions de soudage classiques (vitesse d'avance de l'outil dans la plage de 1 à 2,5 mm/s, vitesse de rotation de l'outil entre 300 et 500 tours/min) [101][102]. Dans ces conditions, la vitesse de déformation lors du malaxage est élevée et comprise dans la plage entre 10 et 100 s^{-1} [101]. Le niveau de déformation est également élevé, de l'ordre de quelques dizaines d'unités en termes de déformation plastique cumulée dans la zone malaxée [103][104][105] et l'état de sollicitation est complexe. Il consiste en un état de cisaillement selon une direction ortho-radiale par rapport à l'outil mais qui tourne autour de celui-ci lors de la déformation du matériau [102][106].

Comme nous allons le voir, le soudage par friction malaxage induit des effets importants sur les caractéristiques des grains et sur les nano-renforts. Sur les aciers ferritiques (Fe-15Cr ODS [107][42], MA956 à 20 % de chrome à gros grains [108] ou grains fins [109][110], PM2000 à 20 % de chrome à grains fins [41]), le FSW sur géométrie plaque entraine la recristallisation dynamique du matériau dans la zone malaxée ce qui induit la formation d'une microstructure plutôt équiaxe [109][108][110][41] ou légèrement étirée dans la direction de sollicitation [42] présentant une texture de cisaillement [42][109][108]. L'évolution de taille de grains dépend principalement de la taille de grain initiale. Sur les nuances à gros grains (taille de grains initiale > 100 µm), le procédé induit un affinement significatif de la microstructure (taille de grain finale ≈ 10 µm) [108]. L'effet inverse peut être observé sur les nuances à grains fins (≈1 µm) pour lesquelles la taille des grains dans la zone malaxée peut aller jusqu'à 10 µm [42][110][41]. Un exemple caractéristique de microstructure et de texture de soudage par friction malaxage sur acier ODS ferritique est présenté en Figure 26. On observe notamment sur la cartographie EBSD de désorientation des parois (Figure 26d), que la population de parois est dominée par les parois fortement désorientées (θ > 15 °, à hauteur de 75 %), et la présence de parois faiblement

désorientées (2 °< θ < 15 °) dans les grains les plus étirés, ce qui peut traduire un processus de recristallisation dynamique continu en leur sein.

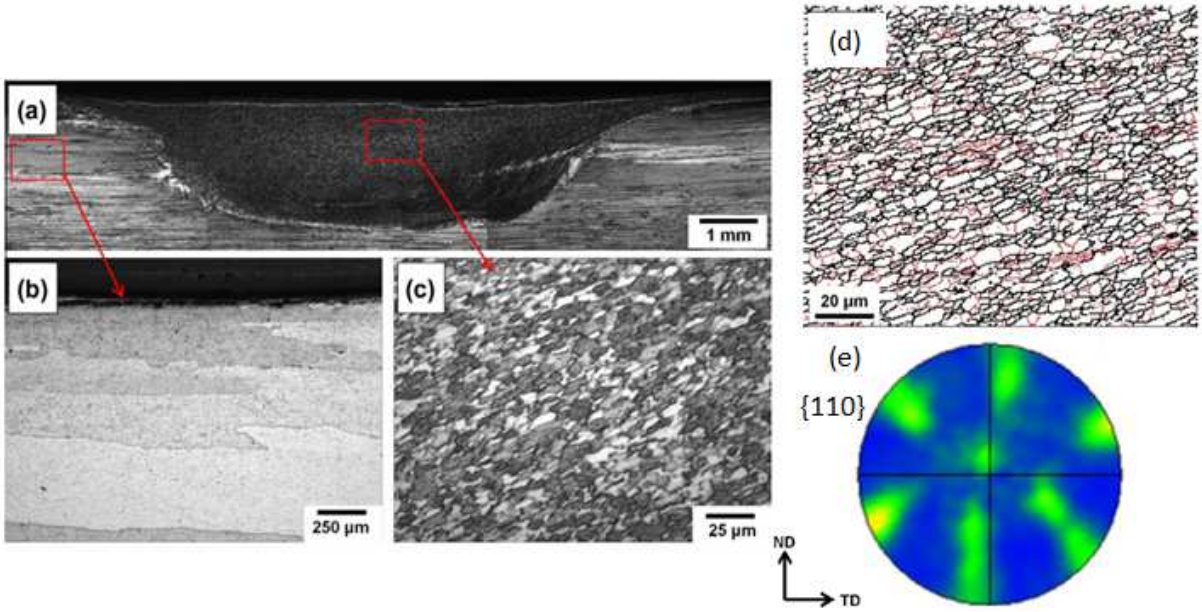


Figure 26 – Soudure FSW d'un acier ODS MA956 (20 % de chrome) [108]: (a) Macrographie, (b) métal de base à gros grains, (c) microstructure dans la zone malaxée, (d) cartographie EBSD de désorientation des parois : en noir les parois fortement désorientées (θ > 15 °), en rouge les parois faiblement désorientées (2 ° < θ < 15 °). (e) Figure de pôle {110} dans la zone malaxée.

Les propriétés mécaniques dans les soudures sont généralement dégradées par le soudage par friction malaxage [109]. On peut citer notamment Noh *et al.* [42] qui observent une importante chute de dureté et de résistance à la traction pouvant atteindre jusqu'à 40 % dans la soudure sur nuance ferritique à 15Cr ODS.

Le soudage des nuances à transformation de phase est moins étudié. On peut citer cependant l'étude par Kang *et al.* [111] du soudage FSW d'une gaine en acier 9Cr ODS à l'état martensitique sur un bouchon en nuance 9Cr non ODS. Sur ces matériaux, l'augmentation de température lors du malaxage entraine la formation d'austénite. Après refroidissement, l'augmentation importante de dureté dans la soudure (500 HV) comparativement au métal de base (350 HV) laisse supposer la formation de martensite. Le malaxage entraine la formation dans la soudure d'une microstructure plus fine et plus équiaxe (Figure 27d et e) que celle du métal de base de la gaine (Figure 27a et b). La morphologie des grains dans cette zone malaxée ne correspond pas à la microstructure martensitique du tube dans laquelle, les parois faiblement désorientées sont interprétées comme délimitant des lattes ou des plaquettes. La texture dans la zone malaxée (Figure 27f), est présentée comme aléatoire. Les niveaux d'intensité sur les figures de pôles ne sont en revanche pas indiqués.

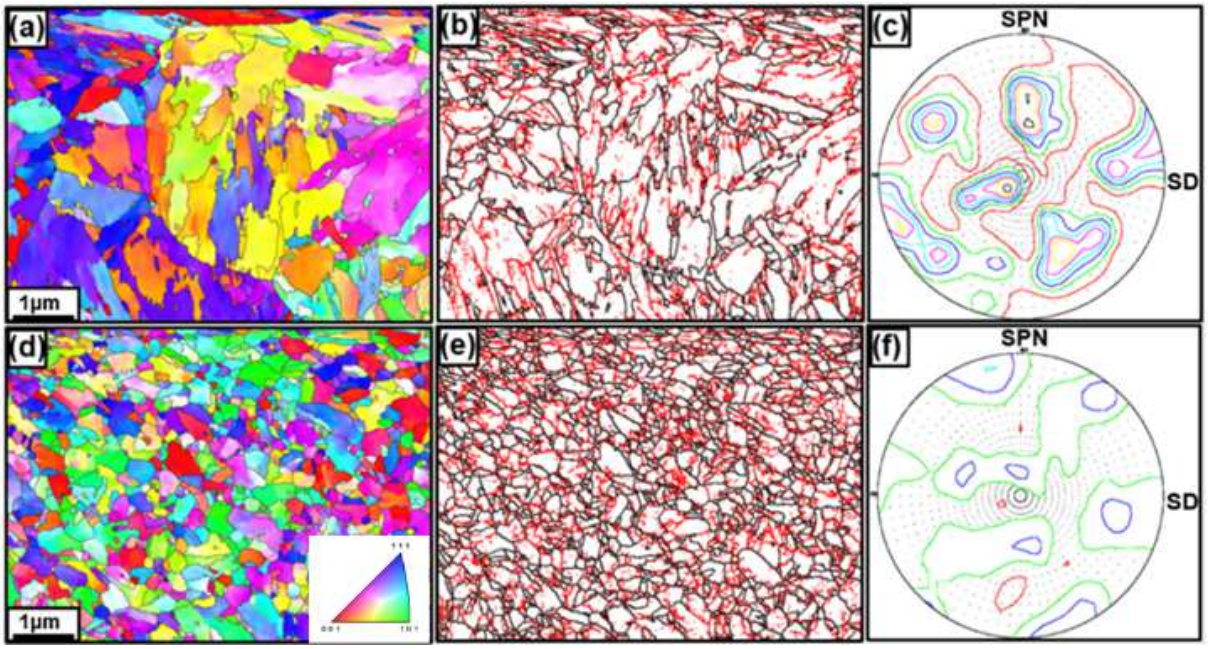


Figure 27 – Cartographies EBSD (IPF - direction normale à la direction de cisaillement (SPN)) (a, d), de désorientation des parois (b, e) (en noir θ > 15 °, en rouge 3 ° < θ < 15 °) et figures de pôles {100} (c, f) dans la gaine (a, b, c) et au niveau de la soudure (d, e, f) après soudage par friction malaxage d'une gaine de combustible en nuance 9Cr ODS (état initial martentitique) sur un bouchon en nuance 9Cr non ODS [111].

Un effet des procédés sur les nano-oxydes est parfois signalé, en particulier, la modification de la taille et de la répartition des renforts qui se révèle généralement importante. Les études sur le sujet se concentrent sur les aciers ODS ferritiques, et ne traitent pas des nuances ferrito-martensitiques. Mathon *et al.* [112] rapportent par mesure de diffusion des neutrons aux petits angles (DNPA), une augmentation de taille des renforts à mesure que l'on approche du centre de la soudure FSW d'un acier PM2000 (ODS ferritique à 20 % de chrome) comme présenté Figure 28. Les renforts deviennent alors de taille trop importante pour être caractérisés par cette technique.

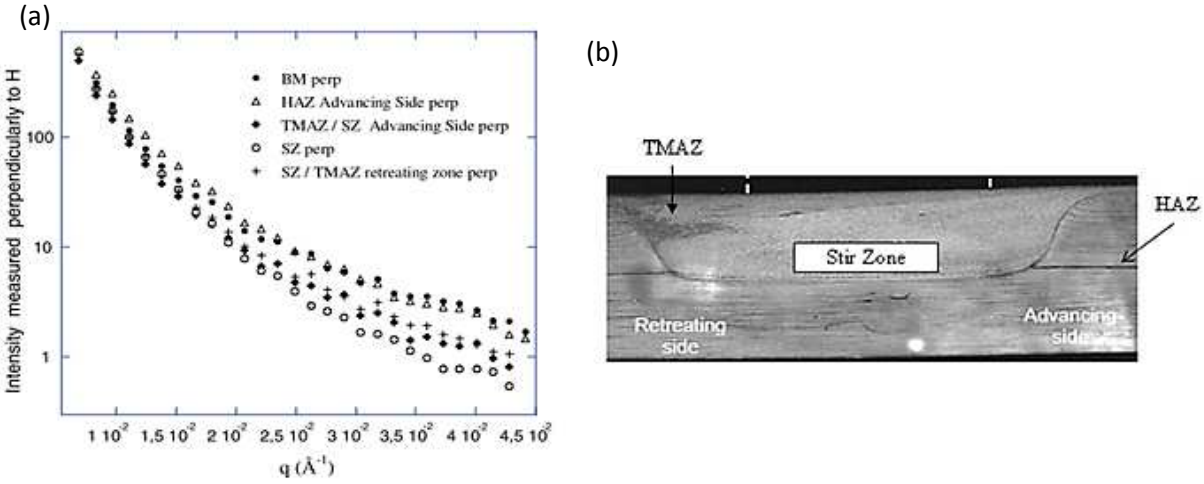


Figure 28 – (a) Intensité diffusée mesurée par DNPA dans les différentes zones d'une soudure en PM2000 (acier à 20 % de chrome) réalisée par FSW. (b) Localisation des zones étudiées sur une macrographie en coupe du joint soudé FSW [112].

Des caractérisations par MET menées sur aciers ODS MA 956 (ferritique à 20 % de chrome) [100][92][108] et Fe-40%Al ODS [113], révèlent une diminution de la densité de précipités nanométriques induite par un mécanisme d'agglomération et de coalescence des renforts (Figure 29). Les études par MET ne révèlent cependant pas systématiquement de modification de la taille, de la morphologie ou de signe d'agglomération ou de baisse de la densité en nombre des précipités après soudage par friction malaxage [42][114][115]. Cependant, même dans ce cas, un changement de phase ou une modification de la composition chimique des renforts peut parfois être signalée [115]. Par exemple, sur PM2000, il y a association des oxydes avec l'aluminium présent comme élément d'addition et modification de la structure cristallographique des oxydes Y-Al lors du soudage et du traitement thermique de recristallisation subséquent (1380 °C – 1 h).

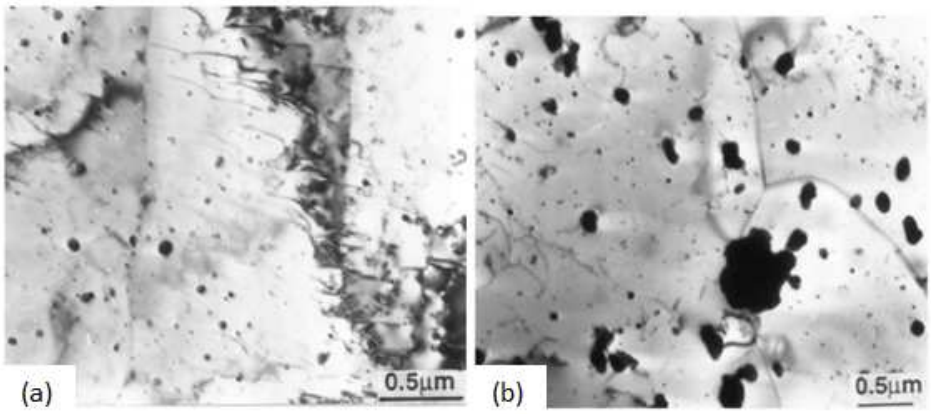
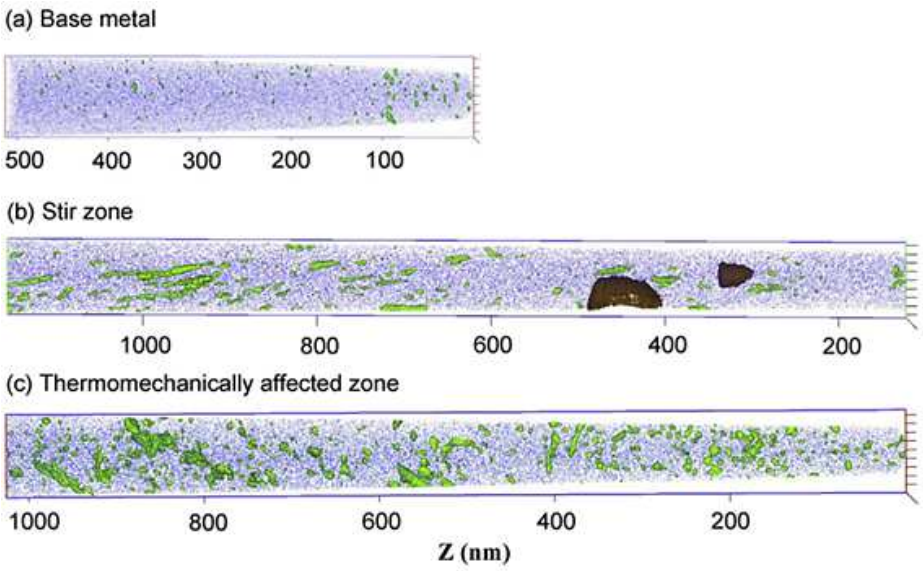


Figure 29 – Distribution et variation de taille de nanorenforts dans un acier ODS MA 956 à 20 % de chrome [100]: (a) matériau de base, (b) après soudage par friction inertielle (pression de forgeage 150 MPa).

Une étude par sonde atomique tomographique (SAT, ou APT pour Atom Probe Tomography), dont les résultats sont présentés en Figure 30, a mis en évidence l'effet du soudage par friction malaxage sur les agglomérats riches en riches en Ti, Y et O sur nuance ODS ferritique à 14 % de chrome [116]. Des inhomogénéités de répartition de ces agglomérats sont observées dans la soudure et caractérisées par leur alignement et leur élongation parallèlement à la direction d'écoulement du matériau lors du malaxage (Figure 30b). La taille moyenne des agglomérats augmente légèrement (de l'ordre de 50 %) dans la zone malaxée (milieu de soudure) et la Zone Affectée Thermo-Mécaniquement (notée ZATM, zone de transition entre matériau de base et zone malaxée) par rapport au matériau de base, et une large augmentation (d'un facteur 3) de l'écart type sur leur distribution en taille est observée.



(d)

Zone	Number density ($\times 10^{22}$ m^{-3})	NC size (nm)
	As-FSW	As-FSW
BM	5 ± 2	1.9 ± 0.6
SZ	2 ± 2	2.8 ± 1.6
TMAZ	6 ± 3	2.9 ± 1.4

Figure 30 – Isosurfaces de concentration atomique en Ti de 5 % [116] pour (a) le matériau de base, (b) la zone malaxée et (c) la ZATM d'une soudure par friction malaxe sur acier ODS à 14 % de chrome, et (d) estimation de la taille et de la densité en nombre des agglomérats Y-Ti-O dans ces zones après soudage FSW.

3.2.2 Soudage par résistance en bout des gaines en aciers ODS

3.2.2.1 *Principe du soudage par résistance des gaines*

La Figure 31 présente le principe du procédé de soudage par résistance en bout sur géométrie gaine-bouchon. Les pièces placées dans les électrodes sont mises en contact sous l'effet d'un effort compressif lors de la phase d'accostage. Elles sont chauffées par effet Joule sous l'effet d'un courant électrique lors de la phase de soudage. L'effort est maintenu après arrêt de ce courant et pendant le refroidissement des pièces. On parle alors de la phase de forgeage. Les principaux paramètres de soudage sont la force appliquée, l'intensité du courant électrique et le temps d'application de ce courant. Ce procédé se caractérise par une phase de soudage très rapide (de l'ordre de quelques ms) mais également très intense (en termes de courant et de force).

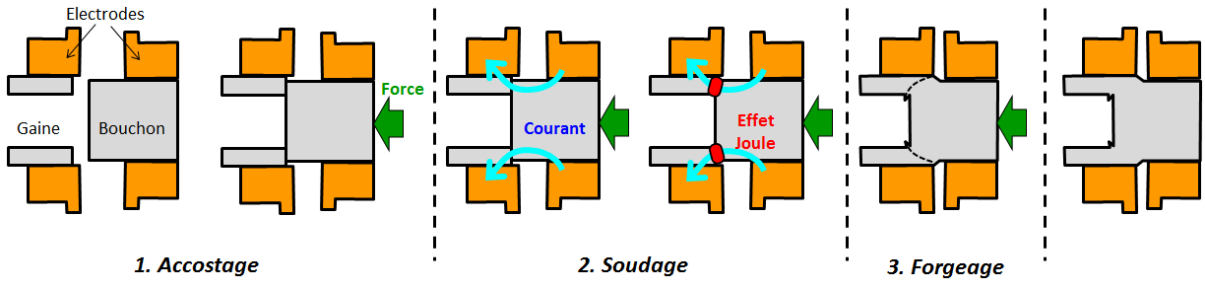


Figure 31 – Principe du soudage par résistance en bout sur une géométrie gaine-bouchon.

3.2.2.2 *Synthèse des études de soudage par résistance en bout des gaines en aciers ODS*

Le soudage par résistance en bout des aciers ODS est étudié dans la littérature principalement en configuration gaine-bouchon. Il a été étudié à partir des années 1970 au CEN/SCK (Belgique) [117][118] puis à l'Idaho National Laboratory (INL, Etats-Unis) dans les années 1990 [119] et 2000 [94], ainsi que par des équipes du Japan Nuclear Cycle development institute (JNC, Japon) [120] et du CEA [43] depuis les années 2000. Ces études montrent des résultats encourageants concernant la faisabilité du soudage des nuances ODS étudiées par ce procédé.

L'optimisation du soudage par résistance sur géométrie gaine-bouchon est complexe. En effet, le choix des paramètres de soudage adaptés est fortement dépendant de la géométrie des pièces à souder et de leur zone de contact, nommée plan de joint dans la suite du document. La géométrie de cette zone de contact est elle-même un paramètre d'optimisation. La forme et la position des électrodes influence également le choix des paramètres de soudage et la géométrie des soudures.

Les essais mécaniques lorsqu'ils sont réalisés sur le composant soudé, montrent généralement que la tenue mécanique de la soudure est supérieure à celle du tube que ce soit pour des sollicitations en fatigue [117][118], en traction [120] ou pour des essais d'éclatement en pression interne [120].

L'effet du procédé sur la microstructure est rarement détaillé. Cependant, Corpace [43] a étudié cet effet sur la microstructure à l'échelle des grains par EBSD, sur la répartition en éléments chimiques dans la soudure par microsonde de Castaing et sur la répartition des renforts par microscopie électronique en transmission. Ces aspects sont évoqués au paragraphe suivant.

3.2.2.3 *Effets microstructuraux du soudage par résistance des gaines en aciers ODS*

Corpace [43] a mené des caractérisations par EBSD et MET sur des soudures en PM2000 (20Cr ODS, à gros grains, supérieurs à 100 µm) avec des géométries de soudage (i.e. pièces et électrodes) différentes de celles de notre étude. Ces observations permettent de diviser les soudures en différentes zones d'intérêt. En premier lieu, la zone située de part et d'autre du plan de joint (entourée par une ellipse bleue, Figure 32), dans laquelle les caractérisations EBSD révèlent la présence de grains microniques et sub-microniques. Des observations MET ont révélé l'association au sein de cette zone de grains microniques à faible densité de dislocations ne montrant pas de signes flagrants de modification de la répartition, de la taille ou de la composition des renforts, et d'autres grains présentant de nombreuses cellules de dislocations sur les murs desquelles sont présents des renforts d'yttrium de taille supérieure à ceux du métal de base. Les renforts de taille inférieure à 50 nm ne sont plus observables, ce qui semble indiquer un regroupement suivi d'un phénomène coalescence.

Dans des zones particulières de la zone affectée thermo-mécaniquement (ZATM), notamment entre le milieu du plan de joint et l'électrode côté gaine, une modification de la répartition en titane et yttrium par rapport au métal de base a été observée par microsonde de Castaing sur certaines soudures en aciers 9Cr ODS et PM2000 (20Cr ODS), sans que cette modification ne puisse être associée à un passage par la fusion (cf. Figure 33 avec zone fondue et Figure 34 avec zone recristallisée dynamiquement). Les zones fondues présentent en effet des grains allongés dans le sens du gradient de température présent durant la solidification et sont facilement reconnaissables sur les métallographies (Figure 33a, cercle rouge). Les analyses WDS mettent en évidence une modification de la répartition de l'yttrium dans ces zones. En revanche, sur les soudures pour lesquelles la présence d'une zone fondue n'est pas identifiable par métallographie mais qui présentent une modification localisée de répartition en Y visible sur les cartographies WDS (Figure 34a), les observations EBSD ont révélé la présence de petits grains plutôt équiaxes dont l'origine est attribuée à un phénomène de recristallisation dynamique.

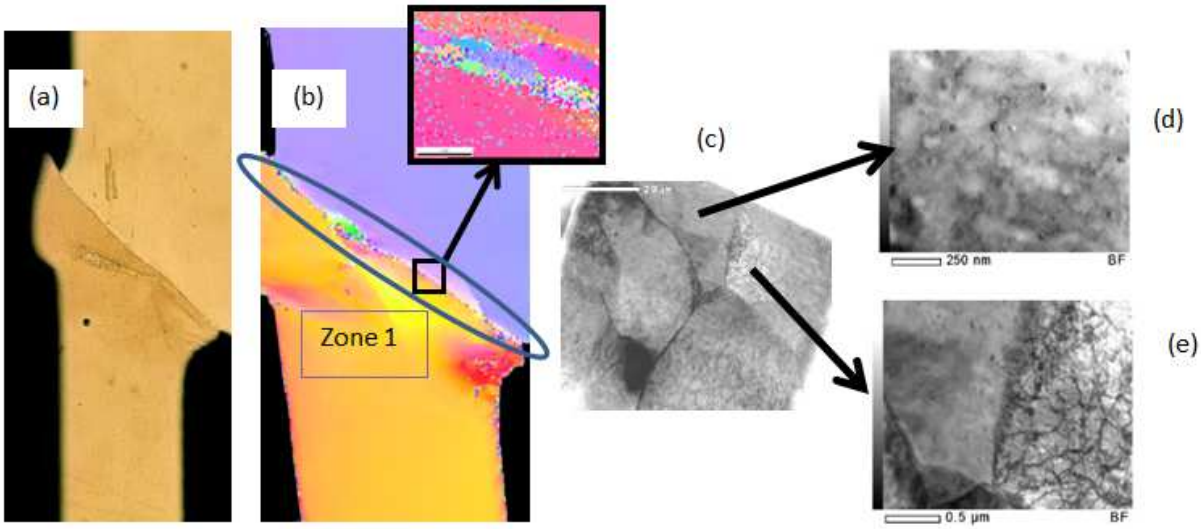


Figure 32 – Soudure par résistance sur géométrie gaine-bouchon d'un acier ODS PM2000 [43]: (a) macrographie après attaque chimique ; (b) imagerie EBSD en orientation (face en vis-à-vis par rapport à (a)) révélant des grains microniques ; (c) image MET en champ clair, zone prélevée sur le plan de joint ; (d) zone à faible densité de dislocations, répartition de renforts comparable au métal de base ; (e) zone à forte densité de dislocation, renforts observables sur les murs des cellules de dislocations.

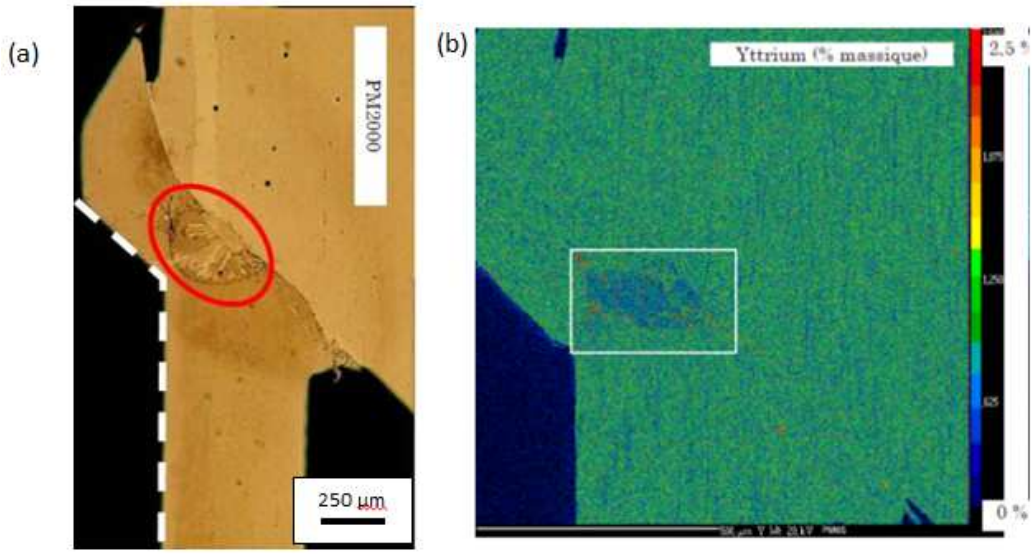


Figure 33 – Soudure par résistance sur géométrie gaine-bouchon d'un acier ODS PM2000 présentant une zone fondue [43]: (a) macrographie et (b) cartographie WDS de répartition en yttrium.

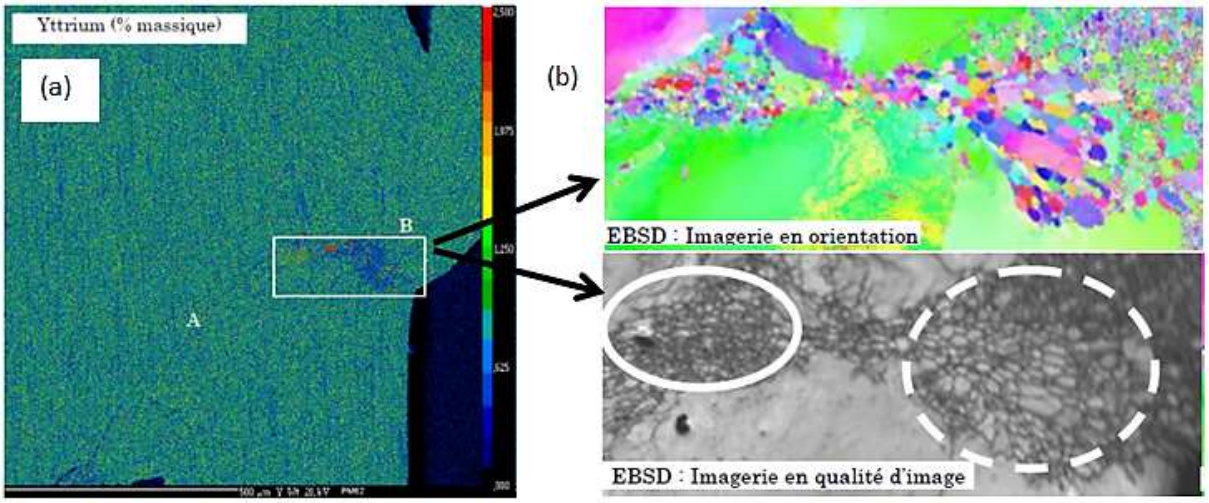


Figure 34 – Soudure par résistance sur géométrie gaine-bouchon d'un acier ODS PM2000 [43]: (a) cartographie WDS de répartition en yttrium, (b) cartographies EBSD de zones à petits grains, non caractéristiques d'une zone fondue.

Nous avons vu que les procédés de soudage en phase solide et notamment le soudage par résistance sur géométrie gaine-bouchon, sont susceptibles d'entrainer des modifications microstructurales à l'échelle des grains et des nanorenforts. En vue d'acquérir des éléments de compréhension sur l'origine des phénomènes induisant ces modifications, on peut chercher à déterminer par simulation numérique, les chargements thermomécaniques imposés localement au matériau en termes notamment de température, de déformation et de vitesse de déformation. Dans la suite, nous nous intéresserons donc à la simulation numérique du soudage par résistance en bout sur géométrie gaine-bouchon.

4. Simulation numérique du soudage par résistance en bout

4.1 La physique du soudage par résistance et sa prise en compte dans les modèles numériques

Le soudage par résistance est un procédé complexe qui fait intervenir au sein du métal des phénomènes électriques, thermiques, métallurgiques et mécaniques ainsi que de la mécanique des fluides (notamment pour le refroidissement des électrodes de soudage). Les principaux phénomènes et les interactions entre eux sont synthétisés sous la forme du schéma présenté en Figure 35. On note que les aspects mécaniques, thermiques, électriques et métallurgiques sont fortement couplés. L'augmentation de température lors du soudage, induite par l'effet Joule, provoque une évolution des propriétés physiques des matériaux (propriétés électriques, thermiques et mécaniques) engendrant à terme la déformation des pièces et de certaines surfaces de contacts ce qui modifie les lignes de courant électrique et donc l'effet Joule. De plus, cette augmentation de température peut induire pour certains aciers des phénomènes de changement de phase à l'état solide. Ces changements de phase peuvent entrainer à leur tour des modifications des températures (chaleur latente), des propriétés physiques des matériaux, des déformations induites par la transformation et éventuellement, dépendre des conditions de déformation. Enfin, les propriétés électriques, thermiques et mécaniques au niveau des interfaces sont fortement dépendantes de la température et de la pression de contact.

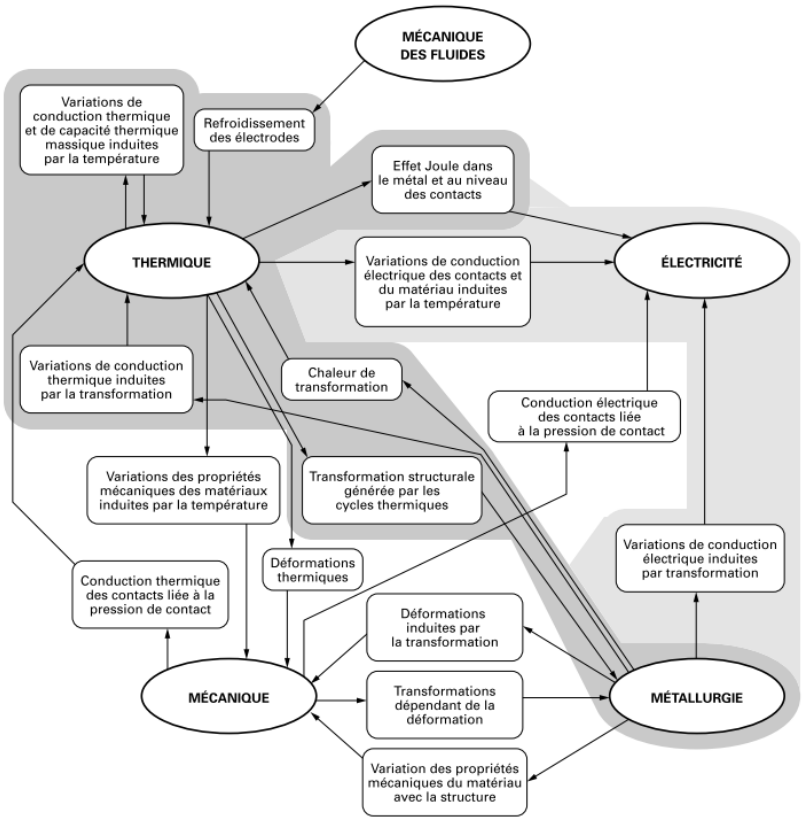


Figure 35 - Phénomènes physiques intervenant lors du soudage par résistance [125].

Les problématiques à résoudre nécessitent le plus souvent un recours, dans les modèles numériques, à un couplage entre problème électrique, thermique et mécanique, avec réactualisation de la géométrie lors du calcul [119][121][122][43]. Ainsi, dès les premières modélisations numériques du soudage par résistance utilisant la méthode des éléments finis, mises en place dans les années 1980 par Nied [123] pour le soudage par point ou Eggert et Dawson [121] pour le soudage en bout, un couplage électro-thermo-mécanique est utilisé afin de prendre en compte la surface réelle de contact entre pièces et électrodes. Si la prise en compte des aspects métallurgiques est nécessaire comme c'est le cas, lorsque l'objectif de la simulation est par exemple, la détermination des contraintes résiduelles ou l'évaluation de la tenue mécanique des assemblages soudés sur matériaux à transformation de phase, la proportion et la localisation des différentes phases dans la liaison soudée peut être évaluée à partir de modèles de transformation de phase au chauffage et au refroidissement [124]. Les phénomènes liés à la mécanique des fluides ne nécessitent généralement pas d'être calculés explicitement mais sont pris en compte comme conditions limites via des coefficients de transfert thermique avec l'extérieur ou par application de températures fixées aux limites du modèle. Enfin, on peut noter que les phénomènes électriques et thermiques au niveau des interfaces entre les pièces à souder et entre ces pièces et les électrodes sont signalés comme fortement influents sur les résultats des calculs et notamment sur le champ de température lors du soudage [43]. Ces phénomènes, ainsi que les méthodes permettant leur prise en compte dans les modèles numériques, sont décrits dans la suite.

4.2 Phénomènes électro-thermiques aux interfaces et modèles associés

Les principaux phénomènes électro-thermiques intervenants lors du soudage par résistance au niveau des interfaces entre les pièces à souder et entre les pièces et les électrodes, sont les suivants [126][127][128] :

- la constriction du courant électrique ou du flux thermique, due à la géométrie de l'interface et des pièces en contact (rapprochement des lignes de courant dans une électrode hémisphérique par exemple) ;
- la constriction du courant ou du flux thermique, au niveau des aspérités présentes en surface des pièces en contact ;
- la présence d'oxydes et d'impuretés mauvais conducteurs électriques en surface des pièces, ce qui limite le passage du courant électrique ;
- la conduction thermique via le fluide (air) présent aux interstices entre les pièces, et la radiation d'un corps à l'autre à travers cet espace.

Plusieurs méthodes permettent de prendre en compte ces phénomènes ou une partie d'entre eux, dans les modèles numériques rencontrés dans la littérature [129] :

- (a) par la prise en compte, dans le modèle, de la micro-géométrie réelle de l'interface, ou d'une micro-géométrie équivalente mais permettant de traduire les principales caractéristiques micro-géométriques des surfaces en contact (rugosité, espacement entre aspérités) [122] ;
- (b) par l'application d'une couche de mailles volumiques à l'interface dont la conductivité électrique et thermique est différente de celle des matériaux des pièces en contact [130] ;
- (c) par l'application d'une couche de maille surfacique à laquelle sont associés un coefficient de transfert thermique et électrique ainsi qu'un coefficient de partage de la puissance thermique produite par effet Joule au niveau de l'interface [131].

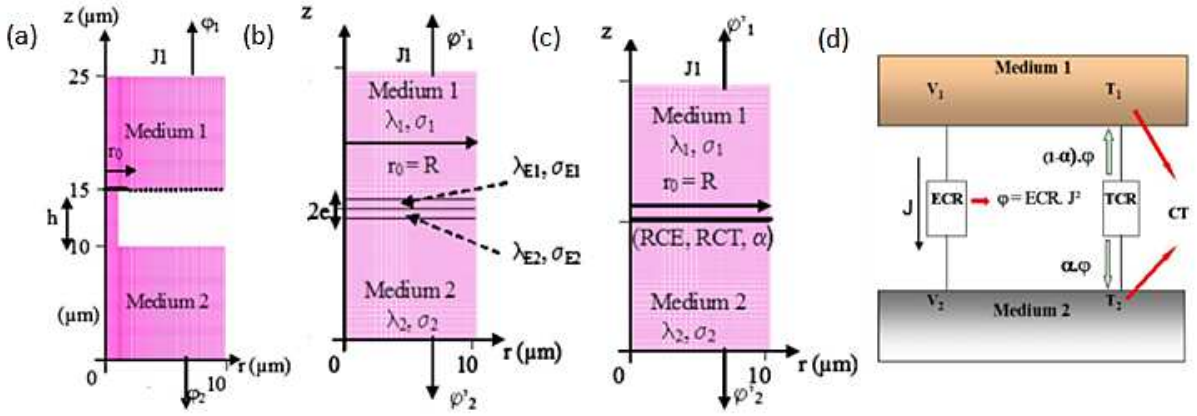


Figure 36 – Géométries et maillages par éléments finis utilisés dans le cas de deux milieux traversés par une densité de courant J1 [129]: (a) prise en compte d'une aspérité à l'interface, (b) prise en compte des conditions interfaciales via des couches de mailles volumiques, (c) prise en compte des conditions interfaciales via des paramètres de contact *RCT*, *RCE* et *α*. (d) Schéma des conditions électro-thermiques à l'interface dans le cas de la méthode (c).

La Figure 36 illustre ces trois méthodes dans le cas d'une interface séparant deux milieux 1 et 2 de conductivité thermique λ_i (i = 1 ou 2) et de résistivité électrique σ_i, traversés par un courant électrique *J1*, sur un modèle éléments finis en géométrie 2D axisymétrique. Pour la méthode (a), la micro-

géométrie de l'interface est prise en compte via la présence d'une aspérité de hauteur *H* entre les deux milieux. Pour la méthode (b), deux couches de mailles d'épaisseur *e,* de résistivité électrique σ_{Ei} et de conductivité thermique λ_{Ei} sont appliquées entre les deux milieux. Pour la méthode (c), des résistances de contact thermique *RCT* et électrique *RCE* (inverse d'un coefficient de transfert thermique ou électrique) et un coefficient α de répartition de la chaleur produite à l'interface, sont appliqués entre les deux milieux. Le schéma de la Figure 36d explicite les conditions de contact électro-thermiques dans le cas de la méthode (c). L'interface est considérée comme composée de deux résistances de contact électrique et thermique en parallèle. Le courant traversant l'interface produit de la chaleur par effet Joule, cette chaleur est répartie entre les deux milieux en fonction du coefficient α (qui dépend des σ_i et λ_i mais est généralement proche de 0,5 [129]).

Les méthodes (b) et (c) sont beaucoup moins couteuses en temps de calcul que la méthode (a). Cependant, elles nécessitent de prendre en compte l'évolution des paramètres de contacts appliqués (les conductivités équivalentes de l'interface et les résistances de contact) en fonction de la température et de la pression de contact. Pour cela, plusieurs techniques peuvent être utilisées. Il existe d'une part, des modèles permettant de calculer de manière analytique la valeur de la résistance à partir de la micro-géométrie de l'interface (nombre et taille des microcontacts à l'interface) pour une pression de contact donnée et à une température fixée. La micro-géométrie de l'interface est elle-même évaluée à partir de la micro-géométrie des surfaces des pièces (hauteur des aspérités, distance moyenne entre aspérités…) et des propriétés mécaniques des matériaux (généralement via la micro-dureté) [128][132]. Cette approche nécessite de caractériser les surfaces de contact par mesures de profilométrie et de formuler des hypothèses simplificatrices sur leur micro-géométrie afin de pouvoir appliquer les modèles. Des modèles simplifiés, ne prenant pas en compte explicitement la micro-géométrie de l'interface existent également [130][133]. Ils permettent d'évaluer l'évolution des résistances de contact avec la température et/ou la pression de contact à partir de données obtenues à température ambiante (résistance de contact ou conductivité). D'autre part, une autre approche consiste à caractériser la valeur et l'évolution des résistances de contact avec la température et la pression sur une installation expérimentale spécifique puis à utiliser ces valeurs expérimentales comme données d'entrée de la simulation numérique du soudage [126][134][43]. Cette approche peut nécessiter un réajustement des valeurs entrées dans la simulation (mesurées hors cas de soudage) afin de retrouver, par simulation, certains observables expérimentaux (différence de potentiel électrique, températures…) [134][43].

4.3 Soudage par résistance en bout sur géométrie gaine-bouchon

La littérature sur la simulation du soudage par résistance est principalement consacrée au soudage par point et dans une moindre mesure, au soudage en bout appliqué à l'assemblage de barres ou de tôles. Peu d'études numériques ont été publiées concernant le soudage en bout sur des géométries entre tube et barre, ou gaine et bouchon. Pour ce type de configuration, la différence de section entre le bouchon et la gaine, ainsi que la proximité entre la scène de soudage et les électrodes (ces dernières étant bien plus proches du plan de joint que dans les configurations de soudage en bout sur barres ou tôles) induisent un développement très spécifique de la soudure lors du soudage. Les résultats et les conclusions des simulations réalisées pour des configurations autres que gaine-bouchon sont par conséquent assez peu transposables à cette configuration.

Une simulation par éléments finis a été développée par Zirker *et al.* [119] dans le cadre d'études de soudabilité de gaines de combustibles en nuances d'aciers ODS ferritiques à 13 % et 14 % de chrome pour une géométrie et un mode opératoire de soudage impliquant notamment un passage par la fusion et une expulsion de la phase fondue (étape non simulée). Un calcul couplé thermomécanique est effectué. Il permet par confrontation aux mesures expérimentales réalisées lors du soudage,

d'interpréter le procédé de soudage comme se déroulant en trois phases. La première phase consiste en un chauffage très rapide aboutissant en moins d'une milliseconde à des températures très élevées (supérieures à la température de fusion) à proximité du plan de joint et dans la gaine (Figure 37a). Dans un second temps, le métal fondu est expulsé sous l'effet de l'effort de compression (phénomène non simulé) et la gaine s'affaisse rapidement sur le bouchon. Cette phase se termine après 1,5 ms de soudage. La géométrie déformée obtenue à la fin de cette phase est présentée en Figure 37b. Enfin, pendant l'essentiel du temps de soudage (33 ms), le métal chaud de la gaine et du bouchon se déforme progressivement sous l'effet de l'effort imposé. Les phénomènes électro-thermiques aux interfaces ne sont pas pris en compte. Bien que cette simulation permette d'identifier différentes phases du procédé, elle ne permet pas une comparaison précise à l'expérience du fait, entre autres, de la non prise en compte de la phase fondue.

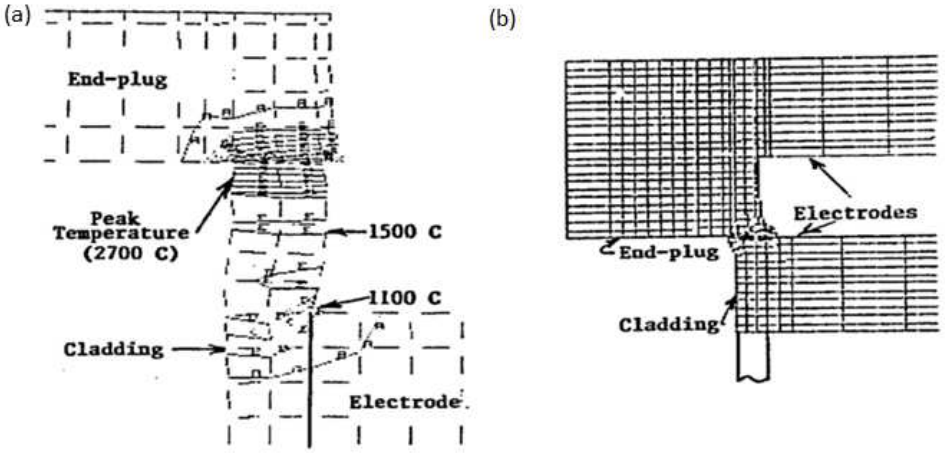


Figure 37 – (a) Champ de température simulé après 0,5 ms de soudage (fin de la phase 1) et (b) géométrie déformée après 1,5 ms de soudage (fin de la phase d'expulsion du métal fondu) [119].

Corpace [43] a adopté une approche couplée simulation numérique-expérience dans l'optique d'identifier une plage opératoire de paramètres permettant le soudage par résistance en bout de gaines de combustibles en aciers ODS PM2000. Des simulations électro-thermo-mécaniques ont été réalisées en géométrie 2D axisymétrique à l'aide du logiciel SYSWELD. Une procédure de couplage séquentiel entre les calculs électro-thermique (ET) et thermomécanique (TM) a été développée et a permis de réactualiser la géométrie et les surfaces en contact pour le calcul ET à intervalle définit par l'utilisateur. Une résistance de contact électrique (RCE) est prise en compte entre les pièces à souder via le recours à une couche de mailles surfaciques (méthode (c) du paragraphe 4.2). L'évolution de la RCE avec la température est déterminée à partir de mesures effectuées sur un empilement de pastilles sur une machine spécifique, présentée dans [126], jusqu'à une température de 550 °C. L'allure de l'évolution expérimentale de la RCE avec la température est utilisée pour la simulation, mais sa valeur à température ambiante est réajustée de manière à faire correspondre la résistance électrique simulée et celle mesurée entre les points A et B de la Figure 38. Le réajustement n'est possible qu'à partir de cas réalisés à intensité et temps d'application du courant électrique de l'ordre de trois fois inférieurs à ceux appliqués dans les cas réels de soudage par résistance. Une RCE est également prise en compte au contact entre pièce et électrode par application d'une couche de maille volumique à l'interface (méthode (b) du paragraphe 4.2), et est calibrée par méthode inverse en comparant les potentiels électriques simulés et mesurés en surface externe des électrodes de soudage.

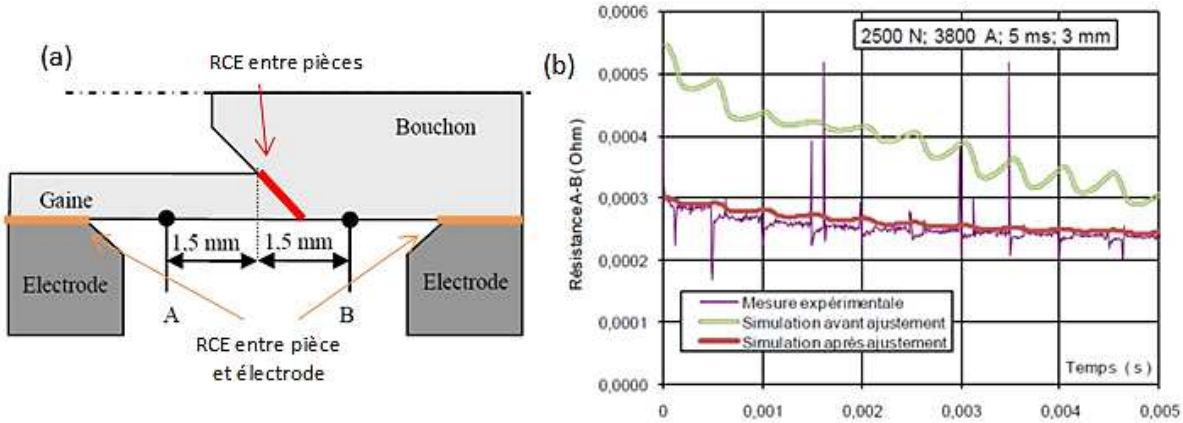


Figure 38 - (a) Configurations et positions des points de mesure de potentiel électrique pour l'ajustement de la RCE entre pièces à souder en acier ODS PM2000 (b) Comparaison de la résistance entre les points A et B mesurée, simulée avant ajustement de la RCE entre pièces à souder et simulée après ajustement [43].

Des comparaisons sont effectuées, pour les cas de soudage, entre expérience et simulation avec pour observables l'énergie électrique dissipée, le déplacement du bouchon lors du soudage (nommé « affaissement ») et la résistance électrique entre les électrodes. Des différences de l'ordre de 20 à 30 % sont observées entre valeurs simulées et celles déterminées expérimentalement pour ces observables. Les tendances observées expérimentalement en ce qui concerne l'effet des paramètres de soudage sur ces observables, sont correctement décrites par la simulation.

La simulation de l'opération de soudage permet de révéler le déroulement du procédé pour la géométrie de soudage étudiée (présence d'un chanfrein à 45 ° au niveau du plan de joint, bouchon et gaine de même diamètre extérieur). Dans une première phase de l'ordre de 5 millisecondes, soit environ un tiers du temps de soudage, le chauffage aux interfaces prédomine sur le chauffage en volume, sous l'effet des RCEs. A mesure que la température à l'interface augmente, la RCE décroit et le chauffage en volume devient prédominant à partir de 5 ms de soudage. En raison de la différence de section entre la gaine et le bouchon, le champ de température est dissymétrique par rapport au plan de joint. Les températures les plus élevées se trouvent dans la gaine. Sous l'effet de l'effort de compression et des températures élevées, la partie de la gaine comprise entre l'électrode côté gaine et le bouchon va s'écraser contre celui-ci pour former des bourrelets interne et externe, comme le montre la Figure 39. La simulation est réalisée en imposant un contact collant entre les pièces à souder, alors qu'un glissement de la gaine le long du plan de joint est généralement observé expérimentalement (Figure 39b).

Des incertitudes sur les températures atteintes lors du soudage sont mentionnées et attribuées aux incertitudes sur les valeurs de résistances de contact appliquées et particulièrement, à celles des résistances de contact thermiques qui sont négligées dans le modèle. La résolution du problème mécanique dans le cadre d'une formulation en petites déformations ainsi que l'absence de procédure de remaillage lors du calcul qui aboutit à des éléments fortement distordus dans les zones les plus déformées (localisées au niveau du plan de joint du côté de la gaine), ne permettent pas de déterminer précisément les cycles mécaniques subis par le matériau lors du procédé. En conséquence, le champ

de déformation dans la soudure n'est pas présenté. Le modèle utilisé ne permet pas non plus de simuler des soudures plus déformées que le cas de soudage présenté en Figure 39.

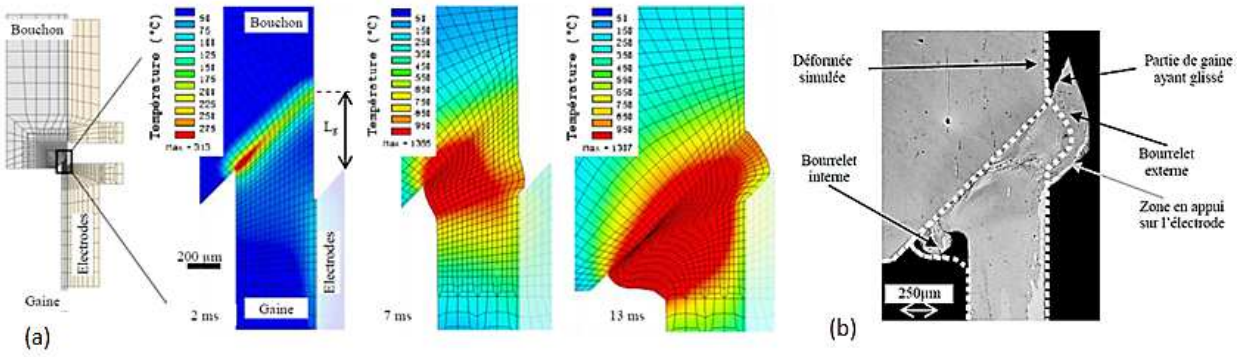


Figure 39 – (a) Evolution du champ de température et de la déformée du maillage au cours du soudage d'un système gaine-bouchon en acier ODS PM2000 (intensité 16 kA, force 2200 N) [43]: phase de chauffage aux interfaces (2ms), phase de chauffage en volume et début d'affaissement (7 ms), et fin de soudage (13 ms). (b) Comparaison de la déformée simulée (pointillés) à la forme de la soudure observée par microscopie optique.

En conclusion, il n'apparait pas dans la littérature de simulation numérique du soudage par résistance sur géométrie gaine-bouchon permettant d'accéder à la fois aux températures, déformations, et vitesses de déformations imposées localement par le procédé au matériau. D'autre part, la prise en compte des phénomènes électro-thermiques aux interfaces est identifiée comme un point sensible pour la simulation du procédé et sera abordé au chapitre 2.

5. Simulateurs et essais thermomécaniques

Comme nous le verrons plus en détail dans le chapitre 2, le soudage par résistance fait subir au matériau de grandes déformations à haute vitesse de déformation et haute température. La reproduction des cycles thermomécaniques représentatifs du soudage par résistance nécessite de choisir des essais et un dispositif expérimental adaptés.

Il existe une grande variété de dispositifs expérimentaux et d'essais mécaniques permettant de solliciter les matériaux métalliques à grande vitesse de déformation et haute température afin de simuler un procédé de mise en forme ou de soudage en phase solide. La simulation physique d'un procédé a généralement au moins un des deux objectifs suivant : l'étude du comportement mécanique du matériau dans des conditions représentatives du procédé (1) en vue d'identifier une loi de comportement mécanique qui servira de donnée d'entrée pour la simulation numérique du procédé, ou (2) en vue d'étudier l'évolution microstructurale du matériau lors du procédé, comme ce sera le cas dans ce document.

La simulation physique d'un procédé donné nécessite généralement un travail d'adaptation de la géométrie d'éprouvette et des conditions d'essais afin d'en reproduire aussi fidèlement que possible les sollicitations locales, tout en s'affranchissant de la complexité intrinsèque au procédé. Il est néanmoins possible de donner un aperçu non exhaustif des techniques courantes permettant

d'imposer un niveau de déformation important à vitesses de déformation élevées, de leurs atouts et de leurs limites.

Dans un premier temps, nous allons dresser un aperçu des installations expérimentales également désignées sous le terme « simulateurs thermomécaniques », permettant de réaliser des essais mécaniques à chaud. Dans une seconde partie, nous nous intéresserons aux différentes familles d'essais réalisables sur ces simulateurs qui seront distinguées à la fois en termes de type de sollicitations mécaniques imposées et de géométrie d'éprouvette permettant d'imposer ces sollicitations.

5.1 Simulateurs thermomécaniques

Il existe une grande variété de dispositifs expérimentaux qui suivant leur technologie, sont limités à une certaine plage de vitesses de déformation atteignables.

Les systèmes de traction-compression ou torsion classique, à actionneur servo-hydraulique ou électromécanique, sont généralement limités à des vitesses de déformation ne dépassant pas 10^{-1} s^{-1}.

Les systèmes servo-hydrauliques rapides qui présentent généralement un vérin pouvant atteindre une vitesse de déplacement de l'ordre de quelques mètres par seconde, permettent d'atteindre des vitesses de déformation de l'ordre de 100 s^{-1} lors d'essais de compression sur lopins de dimensions de l'ordre du centimètre. C'est le cas notamment des simulateurs de type Gleeble qui permettent de réaliser simultanément le chauffage des éprouvettes par effet Joule et leur déformation par l'intermédiaire d'un vérin hydraulique rapide.

Pour les vitesses supérieures, des dispositifs de type barres d'Hopkinson (SPBH pour Split Hopkinson Pressure Bar) peuvent être utilisés. Leur principe consiste à propager une onde de pression à travers une barre entrante qui vient solliciter l'échantillon en compression qui va lui-même transmettre une partie de l'onde à une barre sortante. L'instrumentation des barres entrantes et sortantes par des jauges de déformation permet de déterminer la contrainte et la déformation dans l'échantillon. Des vitesses de déformation de l'ordre de 10^3 s^{-1} peuvent être atteintes mais les déformations sont limitées (de l'ordre de 0,4 en compression).

Des essais d'impact dits essais de Taylor, consistent à projeter l'échantillon à grande vitesse sur un massif et permettent d'atteindre à la fois des vitesses de déformation dépassant les 10^4 s^{-1} et des déformations de plusieurs unités. L'instrumentation, la maîtrise et le dépouillement des essais sur ces deux derniers types d'installations (installation SPBH et installation pour essais de Taylor) peut s'avérer très complexe.

Courbon [135] a schématisé les plages déformation-vitesse atteignables par ces différents dispositifs expérimentaux (Figure 40). Y sont distingués par ordre croissant de vitesses de déformation atteignables, (1) les essais dit « dynamiques » qui désignent ici, des essais réalisables sur simulateur à actionneur servo-hydraulique rapide, comme les installations Gleeble, (2) les essais réalisés sur barres d'Hopkinson (SHPB) et (3) les essais de Taylor. Différents types d'essais réalisables avec ces installations sont également présentés sur cette figure et distingués en termes de traction, compression, cisaillement (correspond aux essais réalisés sur éprouvettes à géométrie chapeau présentés en partie 5.2.2.1) et torsion. Ces trois derniers types d'essais seront présentés plus en détail dans la partie 5.2. On observe que les essais de compression, cisaillement et torsion permettent d'imposer des niveaux de déformation importants (supérieurs à 1 en termes de déformation plastique équivalente) alors que la déformation imposable en traction est très limitée du fait de l'endommagement induit par ce mode de sollicitation. On observe également que pour une même classe de simulateur thermomécanique, la vitesse de déformation atteignable par essais de cisaillement peut largement dépasser celle atteinte par les autres types d'essais.

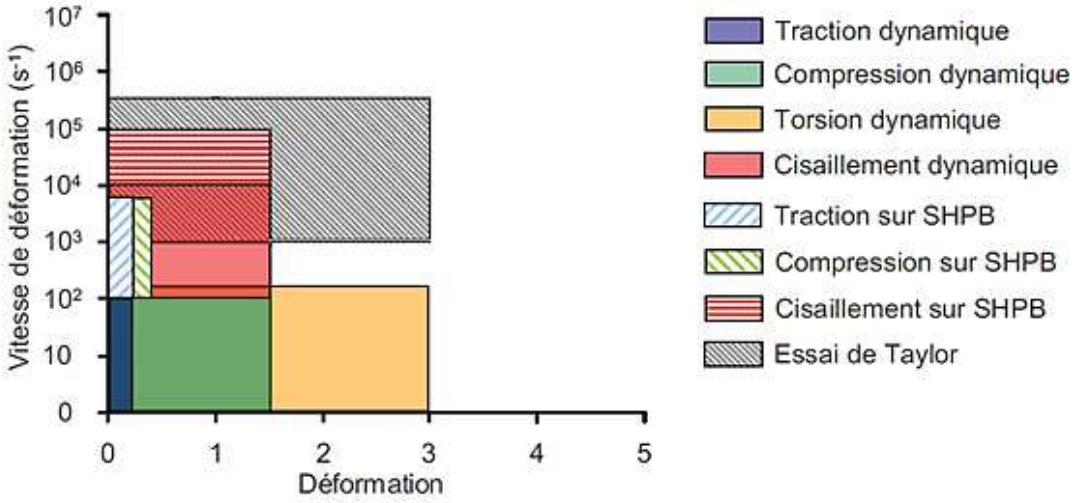


Figure 40 – Plage de déformation et de vitesse de déformation accessibles pour des essais sur dispositifs servo-hydraulique rapide (« dynamique », par exemple de type Gleeble), sur SHPB (barres de Hopkinson) ou par essais de Taylor [135].

En ce qui concerne les systèmes de chauffage, suivant l'installation utilisée, les vitesses de chauffage pouvant être atteintes vont de quelques degrés par seconde, dans le cas d'un chauffage par rayonnement en four [136][17] ou par induction [137] (systèmes de chauffage généralement installés sur les installations classiques de traction-compression ou torsion, et sur barres d'Hopkinson), à quelques centaines de °C/s dans le cas d'un chauffage par effet Joule (i.e. pour les machines Gleeble). La température maximale atteignable va dépendre en grande partie de la résistance mécanique des outils et des systèmes de fixation des éprouvettes. Dans le cas d'un chauffage en four permettant de chauffer uniformément l'éprouvette mais qui provoque également le chauffage du système de fixation, les essais peuvent être menés jusqu'à des températures de l'ordre de 1200 °C [138]. Le chauffage par effet Joule peut, quant à lui, permettre de localiser la zone chaude et d'atteindre une température proche du point de fusion du matériau [139].

5.2 Essais mécaniques

On s'intéresse ici, aux essais permettant d'imposer un niveau de déformation important avant l'apparition de l'endommagement ou la rupture de l'éprouvette. On exclut donc les essais de traction. Nous décomposons les essais en deux familles suivant que la sollicitation mécanique locale se fait par compression ou par cisaillement.

5.2.1 Essais sollicitant localement en compression

5.2.1.1 *Essais de compression uniaxiale*

Des essais thermomécaniques en compression uniaxiale sont fréquemment utilisés pour étudier les conditions de formation de microstructures spécifiques et en particulier, les conditions de recristallisation dynamique [140][141][136][4], ainsi que pour identifier des lois de comportement mécanique [142][135]. Des déformations jusqu'à un niveau de l'ordre de l'unité et des vitesses de déformation jusqu'à environ 10 s^{-1} peuvent être atteintes sur simulateurs à actionneur hydraulique rapide. Des éprouvettes cylindriques de petites dimensions sont alors utilisées (typiquement de diamètre 8 à 10 mm pour une hauteur de 1,5 fois le diamètre).

Afin de réduire le frottement, et donc l'effet « tonneau » (inhomogénéité de déformation dans l'éprouvette due au frottement au contact des enclumes, empêchant les extrémités de l'éprouvette de se déformer radialement aussi librement que son milieu), les extrémités d'éprouvette sont lubrifiées par un film lubrifiant très stable thermiquement (Figure 41). Il peut notamment être composé de nitrure de bore déposé par spray [136], de papier graphite associé à une pâte de nickel [142] ou d'un intercalaire en alumine [4]. A noter qu'en pratique les frottements existent toujours même s'ils sont faibles. L'éprouvette prend une forme tonnelée à partir d'une déformation généralement de l'ordre de 0,6. Dans l'optique d'étudier la rhéologie du matériau, une correction de frottement peut être prise en compte [138]. En raison de l'hétérogénéité de déformation associée à l'effet tonneau, les caractérisations microstructurales si elles sont l'objectif de l'essai, sont généralement effectuées le long de l'axe et principalement au centre des éprouvettes où la sollicitation est la plus proche de la compression uniaxiale [4][140].

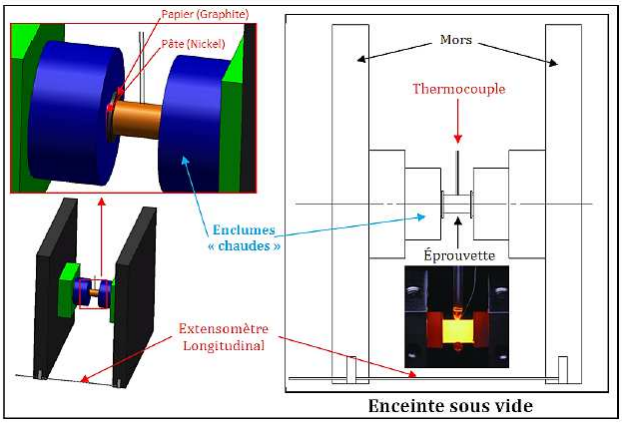


Figure 41 – Montage utilisé par Hor pour les essais Gleeble en compression à chaud jusqu'à des vitesses de déformation de 100 s^{-1}. Des enclumes en graphite sont utilisées afin d'obtenir une température uniforme dans l'éprouvette et une pâte de nickel permet de réduire les frottements avec les enclumes [142].

5.2.1.2 *Essais de compression plane ou de bi-poinçonnement*

Les essais de bi-poinçonnement (Figure 42) permettent de produire une sollicitation s'approchant de la compression plane et sont particulièrement intéressant afin de simuler un procédé comme le laminage à chaud [136]. Ce type d'essais peut être utilisé pour la caractérisation mécanique du matériau étudié si des termes correctifs visant à compenser les erreurs induites par les frottements, le positionnement de l'échantillon ou la dilatation thermique, sont pris en compte [143][144]. Associés à un dispositif expérimental adapté comme un dispositif servo-hydraulique dynamique, ces essais permettent d'atteindre des vitesses de déformation de l'ordre de 100 s^{-1} et de reproduire plusieurs passes. Ils sont adaptés pour l'étude de la recristallisation dynamique mais peuvent induire, dans le cas d'une réduction d'épaisseur importante, une forte localisation de la déformation dans une zone restreinte de quelques dizaines de micromètres. Cela a été mis en évidence par Ohmori [145] en évaluant la déformation par mesure de l'évolution de la distance entre les bandes de perlites parallèles à la longueur de la tôle dans un acier bas carbone (Figure 42).

Ce type d'essai est très sensible au positionnement et au frottement de l'éprouvette avec les mors. Loveday [144] a montré qu'un gradient important de déformation est obtenu dans l'éprouvette en cas de lubrification non uniforme ou d'un mauvais alignement des enclumes. En conséquence, un taux d'échec de l'ordre de 30 % est signalé lors d'essais de ce type [136].

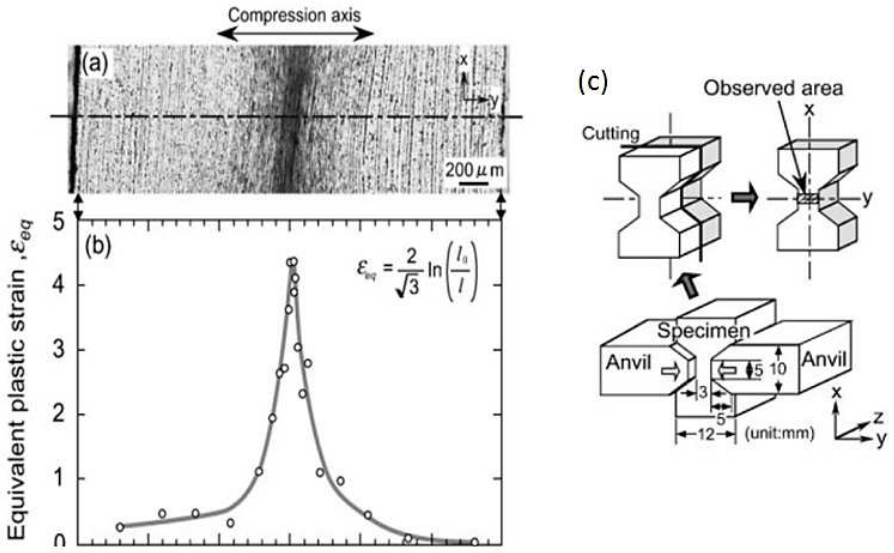


Figure 42 – (a) Micrographie optique d'une éprouvette sollicitée à 500 °C en compression plane à une vitesse de déformation de 1 s^{-1}, (b) déformation plastique équivalente dans l'épaisseur de l'éprouvette, et (c) principe de l'essai de bi-poinçonnement (taux de réduction de l'épaisseur de 4) [145].

5.2.2 Essais sollicitant localement en cisaillement

5.2.2.1 *Essais sur éprouvettes « chapeau »*

Les essais mécaniques sur éprouvettes dites « chapeau », dont la géométrie est illustrée en Figure 43, ont été introduits et largement utilisés par Meyers de l'université de San Diego et ses collaborateurs, pour étudier divers phénomènes comme la recristallisation dynamique, les instabilités plastiques, la formation des bandes de cisaillement ainsi que les propriétés rhéologiques des matériaux [146][147][148][149]. L'éprouvette est constituée d'une partie cylindrique et d'une partie tubulaire, et la déformation a lieu au niveau de la jonction entre ces deux parties (zooms Figure 43).

Du fait de la géométrie de l'éprouvette, la déformation est concentrée sur une bande de faible largeur. Ceci permet de démultiplier la vitesse de déformation accessible par cet essai comparativement à un essai effectué sur une éprouvette de compression. A noter l'importance de l'échauffement par déformation plastique pouvant atteindre plusieurs centaines de degrés et croissant avec la déformation dans ce type d'essais lorsqu'ils sont réalisés à froid ou à basse température [148][142]. Récemment, Hor [142] et Antoinat [150] ont utilisé ces géométries d'éprouvettes sur installation Gleeble dans le cadre d'identification de loi de comportement de nuances d'aluminium et d'acier à forte vitesse de déformation et en imposant de grandes déformations à température ambiante et à chaud (jusqu'à 1000 °C pour les aciers). Des vitesses de l'ordre de 10^2 s^{-1} ont pu être atteintes.

Ces essais peuvent faire l'objet d'un dépouillement analytique en faisant l'hypothèse d'une déformation inélastique restreinte à une bande de cisaillement d'épaisseur donnée. Cette épaisseur est soit prise égale à la différence entre le diamètre intérieur d_i de la partie tubulaire et le diamètre extérieur d_e de la partie cylindrique, soit déterminée de manière post-mortem par observation métallurgique. Toute autre zone de l'éprouvette est considérée parfaitement rigide. La déformation γ_{cis} et la contrainte τ_{cis} de cisaillement ont alors pour expression :

$$\gamma_{cis} = \tan(\alpha) = \frac{\Delta l}{W} \text{ et } \tau_{cis} = \frac{F}{\pi h(\frac{d_i+d_e}{2})}$$

Ce qui donne les déformations et contrainte équivalentes : $\varepsilon = \frac{\gamma_{cis}}{\sqrt{3}}$ et $\sigma = \sqrt{3}\tau_{cis}$ avec h la longueur de la zone cisaillée, $W = \frac{|d_i - d_e|}{2}$ l'épaisseur de la zone cisaillée, Δl le déplacement axial et F la force appliquée.

Une limite de cet essai est qu'il nécessite un dimensionnement de l'éprouvette spécifique aux conditions d'essai visées. Les paramètres géométriques que sont la largeur et la longueur de la zone cisaillée et le rayon des congés de raccordement ont en effet une grande influence sur les états de contrainte et de déformation locaux ainsi que sur le comportement global lors des essais [151]. Une bonne précision lors de la fabrication des éprouvettes, notamment en ce qui concerne la coaxialité des différentes parties ainsi que la géométrie des congés est également nécessaire, l'éprouvette pouvant être le théâtre d'endommagement et d'amorces de fissures pouvant entrainer la rupture [135].

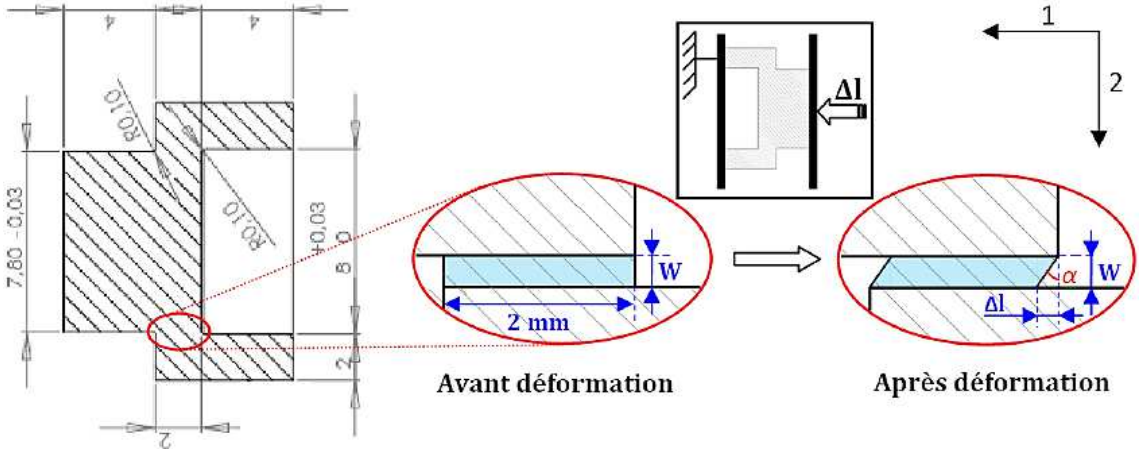


Figure 43 – Exemple de géométrie d'éprouvette chapeau (axisymétrique), et les paramètres de la zone de cisaillement théorique pour un dépouillement analytique de l'essai [142].

5.2.2.2 *Essais de torsion à chaud*

L'essai de torsion est très utilisé pour étudier les très grandes déformations (ε > 10) et est donc adapté pour l'étude du régime stationnaire de la recristallisation dynamique continue ou de la recristallisation dynamique géométrique [6]. Malgré une déformation non uniforme suivant la direction radiale, il permet un dépouillement analytique à l'aide des équations de Fields et Backofen [152]. Cependant, on doit alors vérifier (a) l'hypothèse d'un matériau isotrope qui permet de conserver une géométrie cylindrique, (b) le fait que seule la longueur utile de l'éprouvette se déforme et (c) l'absence de localisation de la déformation au sein de cette longueur utile. Pour atteindre de grandes vitesses de déformation (> 10^2 s^{-1}), une réduction de la longueur utile de l'éprouvette peut être envisagée mais cela se fait au dépend de la simplicité du dépouillement de l'essai puisque l'hypothèse de déformation restreinte à la longueur utile de l'éprouvette n'est généralement plus vérifiée [153]. Cet essai est très sensible aux phénomènes conduisant à une baisse locale de la contrainte d'écoulement comme l'auto-échauffement, qui tendent à concentrer la déformation et entrainer de fortes hétérogénéités de déformation et de température dans la zone utile [154]. Ceci est particulièrement marqué à haute vitesse de déformation.

Conclusion de la synthèse bibliographique

Le contexte des travaux développés dans ce document est l'étude des évolutions microstructurales des nuances ODS développées au CEA, à teneur en chrome de 14 % et 9 %, lors de sollicitations sévères en termes de déformation, vitesse de déformation et température. La finalité de ce travail est d'apporter des éléments de compréhension de l'évolution de ces matériaux lors du procédé de soudage par résistance en bout appliqué à l'assemblage des gaines de combustibles sur leurs bouchons. L'étude est menée à partir de matériaux filés à chaud et livrés sous forme de barres.

Dans cette revue bibliographique, nous avons présenté les différents mécanismes susceptibles de se produire lors de la déformation à chaud et à l'origine des évolutions microstructurales des matériaux déformés. L'occurrence de ces mécanismes dépend des conditions de sollicitation et du matériau étudié. Les études sur aciers ODS rencontrées dans la littérature sont en général faites pour des sollicitations moins sévères que celles que l'on va rencontrer en soudage (en termes de vitesse de déformation notamment). Dans le cas des aciers ferritiques comme la nuance 14Cr ODS étudiée dans la suite de ce document, le mécanisme dominant intervenant à chaud est identifié comme étant la RDC. Le phénomène de RDG peut être envisagé pour de très grandes déformations. L'occurrence de la RDD sur les aciers ferritiques et plus généralement sur les matériaux à forte EFE, n'est observée que de manière exceptionnelle. En ce qui concerne les nuances à transformation de phase comme la nuance 9Cr ODS également étudiée dans ce document, le mécanisme de RDD est plutôt attendu lorsque la déformation à lieu à haute température et en phase austénitique. On peut cependant également envisager l'occurrence de la RDC ou d'un phénomène de transformation de phase dynamique.

Les spécificités des nuances ODS développées au CEA et étudiées ont été présentées. Sur la nuance 14Cr ODS ferritique, les étapes de chauffage avant filage puis de filage à chaud, engendrent une microstructure présentant des grains fortement allongés, de longueur allant jusqu'à quelques dizaines de micromètres ainsi que de petits grains microniques et sub-microniques équiaxes. Ce matériau est fortement texturé. Cette microstructure est très stable thermiquement et n'est que peu modifiée par l'application d'un traitement thermique post-filage même à haute température. En particulier, cette stabilité thermique ne permet pas d'appliquer de traitement de recristallisation qui permettrait d'atténuer la texture et l'anisotropie morphologique des grains. Sur la nuance 9Cr ODS, l'application d'un recuit post filage permet, sous l'effet de la transformation de phase austénitique au chauffage, de « réinitialiser » la microstructure. Les deux nuances présentent une population d'oxydes nanométriques, de fraction volumique de l'ordre de quelques dixièmes de pourcents. Ces matériaux peuvent contenir des oxydes de type $Y_2Ti_2O_7$, Y_2TiO_5 et Y_2O_3 ainsi que d'oxydes non stœchiométriques riches en Ti et Y.

Les effets du soudage en phase solide sur la microstructure des aciers ODS à l'échelle des grains et des oxydes nanométriques ont été illustrés en grande partie à l'aide de données issues de la littérature sur le soudage par friction malaxage. Ce procédé présente en effet des caractéristiques communes avec le soudage par résistance en bout : application de grandes déformations à forte vitesse de déformation et haute température. Il a été observé que le soudage par friction malaxage peut engendrer des modifications microstructurales induites par des mécanismes de recristallisation dynamique dans les zones malaxées. Une augmentation de la taille des nano-oxydes ainsi que leur agglomération suivie de phénomènes de coalescence lors de la déformation, ont déjà été signalées dans ces zones malaxées. L'effet du soudage par résistance sur géométrie gaine-bouchon est moins étudié en particulier, sur les nuances 14Cr ODS et 9Cr ODS. Ainsi, le premier objectif de ce travail de thèse sera de caractériser les microstructures produites par le procédé de soudage par résistance en bout sur géométrie gaine-bouchon. Ce point est traité au chapitre 2. L'effet du procédé sur la microstructure du matériau sera décrit à l'échelle des grains et des nano-oxydes.

La revue des modèles numériques de soudage par résistance en bout sur géométrie gaine-bouchon a fait apparaitre l'absence de modèle permettant de déterminer les conditions de déformation, vitesses de déformation et température imposées localement par le procédé au matériau. Cependant, la connaissance de ces conditions est essentielle en vue d'interpréter l'origine des évolutions microstructurales lors du soudage. Un modèle numérique permettant d'accéder à ces informations sera présenté au chapitre 2.

Le procédé de soudage par résistance en bout sur géométrie gaine-bouchon est complexe. Il associe hautes températures, fortes vitesses de déformation, grandes déformations et d'importants gradients de déformation au sein de la soudure. La compréhension de l'influence des paramètres température, déformation et vitesse de déformation sur la microstructure ne peut être atteinte qu'à l'aide d'installations et d'essais spécifiques permettant d'imposer des cycles thermomécaniques c'est-à-dire des conditions de déformation, de vitesse et de température, représentatifs du soudage et réalisés dans des conditions maîtrisées. Ce type d'essai n'existe pas dans la littérature pour notre application. Par conséquent, les chapitres 3 et 4 seront consacrés au développement d'essais permettant d'imposer des cycles thermomécaniques proches de ceux rencontrés en soudage par résistance ainsi qu'à l'analyse des évolutions microstructurales observées suite à ces essais, à l'échelle des grains et des nano-oxydes. Le développement de ces essais sera guidé par les éléments concernant la simulation physique des procédés de mise en forme issus de la littérature et qui ont été présentés dans la dernière partie de cette revue bibliographique.

Chapitre II – Identification des microstructures et de l'historique thermomécanique des différentes zones constituant une soudure par résistance des gaines de combustible

Ce chapitre traite des études réalisées directement sur les soudures. Après la présentation des détails de l'opération de soudage par résistance des gaines, nous évoquerons les caractérisations métallurgiques réalisées sur les matériaux de base et les cordons de soudures. Elles nous ont permis d'identifier plusieurs zones affectées par le soudage en termes de microstructure. Les questions soulevées par ces caractérisations, notamment sur la nature et les mécanismes d'apparition de ces zones, impliquent entre autres, le recours à la simulation numérique de l'opération de soudage que nous abordons dans le dernier paragraphe. L'objectif est d'accéder à l'histoire thermomécanique de chacune des zones qui composent la soudure.

1 Opération de soudage par résistance des gaines de combustible

1.1 Géométrie des pièces à souder, présentation de l'installation de soudage par résistance et de l'instrumentation associée

1.1.1 Géométrie des pièces à souder

La gaine consiste en un tube de diamètre 10,73 mm. L'épaisseur *e* du tube est de 500 µm (Figure 44). Le bouchon consiste en une barre de diamètre *D* légèrement inférieur au diamètre externe de la gaine et égal à 10 mm ou 10,2 mm (tolérance de ± 0,05 mm). Une partie du bouchon dépasse de son électrode. Dans cette étude, on a choisi de travailler avec une zone de contact entre les pièces non chanfreinée. Dans cette configuration, l'électrode dépasse de la gaine d'une longueur L_t de 1 mm comme on peut le voir sur la Figure 44. Comme évoqué au chapitre 1, ces deux pièces sont obtenues par usinage de barres filées à chaud. Les essais de soudage présentés ne sont donc pas effectués sur des gaines issues de tubes laminés pour des raisons d'approvisionnement en matière. Les matériaux utilisés pour cette étude seront présentés au paragraphe 2 de ce chapitre.

1.1.2 Présentation de l'installation de soudage par résistance et de l'instrumentation associée

Les essais de soudage sont réalisés sur l'installation SOPRANO de la plateforme ALTEA du SEMT/LTA du CEA de Saclay, conçue et assemblée par TECHNAX industrie. Les pièces à souder sont montées sur une tête de soudage comme présenté sur la Figure 45. Cette dernière est constituée de deux plateaux en laiton, l'un mobile côté bouchon, l'autre solidaire du bâti fixe côté gaine. Les pièces à souder, encerclées dans des électrodes, sont serrées sur le plateau par l'intermédiaire de mors. Des butées solidaires chacunes de l'un des plateaux, sont placées en extrémité des pièces. Elles permettent de transmettre l'effort compressif imposé par le vérin (Figure 45).

La configuration de soudage ainsi que les pièces et électrodes sont représentées en Figure 44. Les électrodes ont la forme de bagues fendues en alliage CuCrZr de diamètre intérieur égal au diamètre extérieur de la pièce à souder. Elles présentent un épaulement sur leur surface extérieure permettant le maintien en position axiale par contact avec les mors. Lors de la mise en place des pièces sur la tête de soudage, les fentes des deux électrodes sont positionnées à 180 ° l'une de l'autre afin de minimiser leur effet sur la soudure finale. On notera de plus que ces fentes se referment lors du serrage des mors.

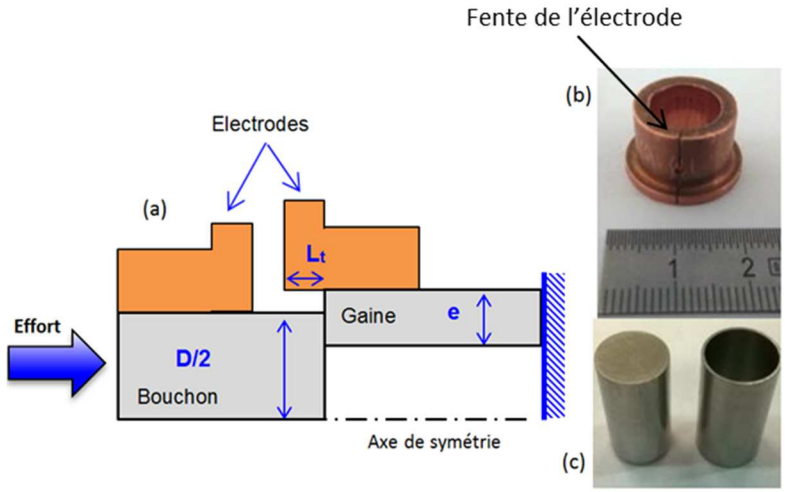


Figure 44 - (a) Schéma de la configuration de soudage (électrodes et pièces). Photographies (b) d'une électrode et (c) d'une gaine et d'un bouchon.

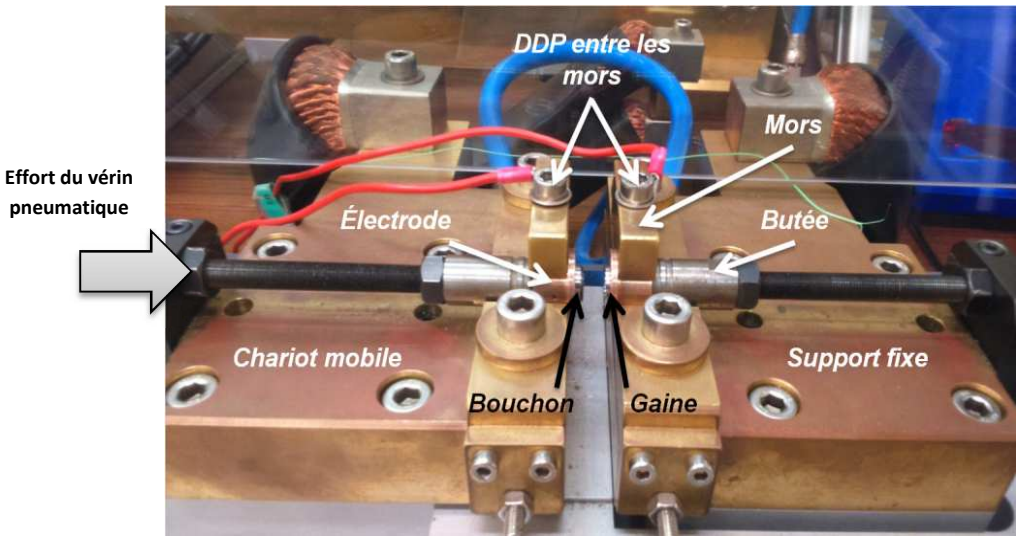


Figure 45 – Vue générale de la tête de soudage avec les pièces positionnées sur l'installation SOPRANO (TECHNAX industrie) utilisée pour cette étude.

Lors du soudage, le courant imposé est mesuré via une bobine de Rogowski de type PEM CWT 150R. La mesure de l'effort du vérin est effectuée à l'aide d'une rondelle de charge piezoélectrique KISTLER 9102A placée dans l'alignement du vérin sur le plateau mobile et associée à un amplificateur de charge KISTLER 5015A1000. La différence de potentiel (notée DDP Figure 45) entre les mors est mesurée par l'intermédiaire de fils de cuivre dont l'extrémité est positionnée au niveau des vis de serrage des mors via des œillets. Le déplacement du plateau mobile est quant à lui mesuré par l'intermédiaire d'un capteur à courant de Foucault de type MICRO-EPSILON ES4 associé à un amplificateur NCDT3300 de ce même fabricant. Le capteur est fixe et placé face à une plaque métallique solidaire du plateau mobile. Dans la suite, le déplacement du plateau mobile, égal au déplacement du bouchon par rapport à la gaine, sera nommé « affaissement » de la soudure.

L'intensité du courant électrique, l'effort du vérin, la différence de potentiel entre les mors et l'affaissement de la soudure sont donc enregistrés tout au long des essais. Cependant, aucune mesure locale de température et de déformation n'est réalisée sur cette installation du fait de difficultés liées à l'encombrement de la scène de soudage et aux faibles temps de chauffage et de refroidissement du procédé (inférieurs ou du même ordre de grandeur que le temps d'acquisition de thermocouples).

1.2 Paramètres de soudage utilisés et plage opératoire

Les principaux paramètres de soudage sont la force *F* du vérin, le temps t_s de la phase soudage pendant lequel un courant électrique est appliqué, et l'intensité *I* du courant électrique. Le courant est alternatif redressé et lissé (fréquence 1 kHz, amplitude des oscillations 1,3 kA). Comme illustré en Figure 46, la valeur efficace du courant suit une rampe de montée en intensité pendant un temps t_m de 4 ms, puis un palier à une intensité I et enfin, une rampe de descente pendant le temps t_d de 3 ms. Le courant est appliqué pendant le temps de soudage t_s. L'effort du vérin est appliqué pendant un temps $t_{accostage}$ de 2,5 s avant le début du chauffage. Il est maintenu pendant le soudage et aussi pendant un temps $t_{forgeage}$ de 7 s après la fin de celui-ci.

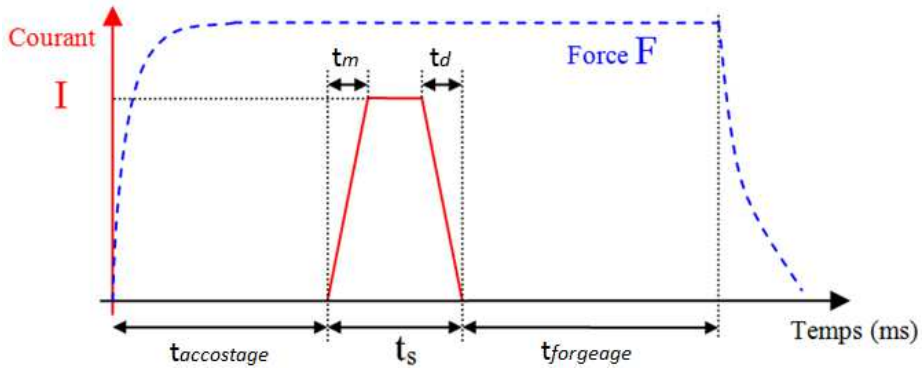


Figure 46 – Représentation simplifiée de l'évolution des paramètres intensité I du courant électrique et F l'effort du vérin lors d'un cycle de soudage par résistance sur l'installation SOPRANO.

Les soudures sont réalisées dans le cadre de ce travail avec des paramètres de soudage déjà optimisés. Ces optimisations sont issues d'études préalables de soudabilité opératoire (non développées dans ce document) et qui ont été réalisées sur les nuances ODS à 14 % et 9 % de chrome et sur un matériau modèle non ODS, le P91 (dénomination EN X10CrMoVNb9-1). Du point de vue de la soudabilité opératoire, le P91 présente un comportement proche des nuances ODS étudiées sous sollicitation de soudage par résistance. En particulier, ses propriétés thermiques et électriques sont très proches de celles de la nuance 9Cr ODS. Un jeu de paramètres de soudage donné induit des valeurs d'affaissements de la soudure équivalentes entre 9Cr ODS et P91. L'utilisation de ce matériau modèle a permis, du fait de la quantité importante de matière disponible, de valider la répétabilité des soudures par la réalisation de plusieurs essais à paramètres identiques ainsi que la robustesse du procédé (i.e. plusieurs essais à paramètres légèrement différents).

Ces études ont permis de déterminer une plage de paramètres opératoires pour laquelle :

- la matière reste à l'état solide tout au long du processus de soudage ;

- la présence de défauts de macroscopiques observables à partir de métallographies réalisées sur des coupes multiples des soudures, est évitée. Sont concernés les éjections de matière (pouvant se produire en cas de fusion), le manque de soudage au plan de joint (i.e. collage), les fissures et les zones fondues ;

- une bonne robustesse du procédé et répétabilité des soudures est observée en termes de forme du joint soudé et d'affaissement (variabilité de 10 % sur cet observable à mêmes paramètres), et l'uniformité du joint soudé sur la circonférence de la soudure est vérifiée.

L'ordre de grandeur des paramètres utilisés est présenté dans le Tableau 2.

Paramètre de soudage	Plage de valeur
F **: effort du vérin**	2000 N – 5000 N
t_s **: temps d'application du courant électrique**	10 ms – 100 ms
I **: intensité du courant électrique**	10 kA – 15 kA

Tableau 2 – Ordre de grandeur des paramètres *F*, t_s et *I* utilisés lors du soudage par résistance des aciers 14Cr ODS, 9Cr ODS et du matériau modèle P91 sur l'installation SOPRANO.

Dans la suite du document, pour des raisons de confidentialité, nous n'indiquerons pas la valeur exacte des paramètres de soudage. Nous noterons (I_9, t_9 et F_9) et (I_{14}, t_{14} et F_{14}) les paramètres de soudage optimisés respectivement pour le 9Cr ODS et le 14Cr ODS.La Figure 47 présente un exemple de soudure de bonne compacité pour la nuance 9Cr ODS et un jeu de paramètres (I_9, t_9 et F_9).

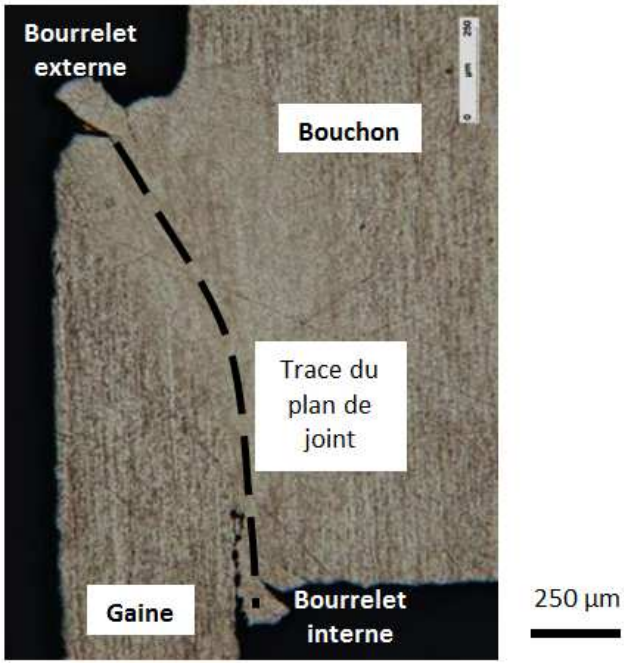


Figure 47 - Macrographie d'une soudure réalisée sur la nuance d'acier 9Cr ODS à paramètres opératoires (I_9, t_9 et F_9) et présentant une bonne compacité, une absence de défauts et une bonne continuité métallurgique.

Le plan de joint n'est plus discernable sur les métallographies réalisées en microcopie optique. Nous notons également la présence de bourrelets de taille limitée côté externe et interne, qui se forment lors de la déformation de la matière en phase solide à haute température durant le procédé.

De plus, des essais mécaniques d'éclatement en pression interne à température ambiante ont été effectués sur des soudures réalisées avec des paramètres variables compris dans la plage de soudabilité opératoire. La bonne tenue à l'éclatement des soudures est vérifiée sur ces nuances : la rupture est toujours observée en dehors de la soudure (dans la gaine) pour des pressions internes élevées [155].

Ces éléments permettent de s'assurer que les travaux de cette thèse sont réalisés sur la base de soudures présentant un bon niveau d'optimisation du point de vue de la soudabilité opératoire.

2 Microstructure initiale des matériaux de base de l'étude

Les essais présentés dans ce manuscrit sont réalisés sur des éprouvettes prélevées dans des barres filées à chaud de nuances 9Cr ODS et 14 Cr ODS élaborées au CEA. L'état microstructural initial de ces matériaux est présenté dans cette partie.

2.1 Composition chimique, conditions d'élaboration, état de livraison et transformations allotropiques

Pour une même teneur en chrome, la matière est prélevée à partir de trois barres différentes, de composition chimique identique. Les barres en nuance d'acier 9Cr ODS sont élaborées dans des conditions identiques. Les barres en 14Cr ODS varient entre elles par leur traitement thermique final.

Pour les barres à 9 % de chrome (désignées barres n° 1, 2 et 3 de références internes respectivement FGT 12-022, FGT 13-036 et FGT 15-004), la composition nominale en éléments majeurs est Fe-9Cr-1W-0,1C-0,3Ti-0,25Y_2O_3. Celles-ci sont obtenues par filage à 1100 °C après préchauffage d'1h à 1100 °C, à partir de poudre pré-alliée Aubert & Duval non renforcée, broyée par la société Plansee. Un traitement thermique à 1050 °C est imposé après filage, suivi d'un refroidissement lent (25 °C/h) afin d'assurer un état métallurgique final ferritique. Les températures de changement de phase à l'équilibre sont données par [67] comme étant : A_{e1} = 800 °C pour la température de début de transformation austénitique, A_{e3} = 820 °C pour la température de fin de transformation austénitique et 1275 °C pour la température d'apparition de la ferrite δ. Le solidus T_s est situé à 1450 °C et le liquidus T_L à 1500 °C. En conditions de chauffage, l'évolution des températures de la transformation austénitique avec la vitesse de chauffage $\dot{T}$ est identifiée à partir de données issues de la bibliographie pour $\dot{T}$ variant entre 1 °C/s et 5 °C/s [67][89][156] et à partir de mesures de dilatométrie sur installation Gleeble pour $\dot{T}$ allant jusqu'à 200 °C/s. Une évolution linéaire avec le logarithme de la vitesse de chauffage $\log(\dot{T})$ est observée pour les températures de changement de phase hors équilibre Ac1 et Ac3 : $Ac1 = 852 + 35{,}8\log(\dot{T})$ (R^2 = 0,99) et $Ac3 = 908 + 39{,}8\log(\dot{T})$ (R^2 = 0,95).

Pour les barres à 14 % de chrome (désignées barres n° 1, 2 et 3 de références internes respectivement FGT 12-021, FGT 13-035 et FGT 15-003), la composition nominale en éléments majeurs est Fe-14Cr-1W-0,3Ti-0,25 Y_2O_3. Comme pour les barres en 9Cr ODS, elles sont obtenues par filage à 1100 °C après préchauffage d'1h à 1100 °C, à partir de poudre pré-alliée Aubert & Duval non renforcée broyée par Plansee. La barre n°1 a subi un traitement thermique après filage à 1050 °C pendant 1 h suivi d'un

refroidissement lent en four (25 °C/h). La barre n°2, a subi un traitement thermique après filage à 1050 °C pendant 1 h suivi d'un refroidissement rapide à l'air (400 °C/min). La barre 3 a uniquement subi un refroidissement à l'air après filage sans traitement thermique post-filage. Le matériau est ferritique jusqu'à la température de solidus T_s de 1510 °C.

Pour les 2 nuances d'acier ODS, les soudures sont réalisées à partir de matériau prélevé dans les barres n°1. Les essais Gleeble de cisaillement (chapitre III) et les identifications de loi de comportement élasto-visquo-plastique par essais de traction à chaud (chapitre II, paragraphe 4) sont réalisés à partir de matériau prélevé dans les barres n°2. Les essais Gleeble de compression (chapitre IV) sont réalisés à partir des barres n°3.

2.2 Microstructure des matériaux de base

Dans toute la suite de ce paragraphe, nous présentons les caractérisations métallurgiques que nous avons réalisées. Celles-ci sont toujours faites dans un plan de coupe longitudinal à l'axe de la barre donc aussi de la gaine et du bouchon.

2.2.1 Nuance d'acier 14Cr ODS

2.2.1.1 Microstructure : grains et orientation cristalline

Des caractérisations EBSD ont été menées à partir de l'identification de la phase ferritique sur les trois barres afin de déterminer les microstructures et textures locales du matériau de base. Les résultats présentés ont été obtenus à partir de surfaces d'analyse de 50 µm x 100 µm. Un pas de 200 nm a été utilisé pour les barres n°2 et 3 avec une taille de grains minimum de deux points de mesure, ce qui correspond à un diamètre équivalent de 0,32 µm. Pour la barre n°1, un pas de 100 nm a été utilisé ainsi qu'une taille de grains minimum de 4 points de mesure (diamètre équivalent minimum de 0,2 µm). Il a été vérifié que la prise en compte ou non de ces très petits grains sur la barre n°1 ne modifie pas les résultats présentés dans ce paragraphe.

Un grain est ici, défini comme délimité complètement par une paroi de désorientation supérieure ou égale à 10 °. Cette valeur est choisie de manière à se conformer au critère déjà utilisé dans la littérature pour l'étude de la transformation à chaud (notamment le filage) sur le même matériau [4]. Ce critère permet de faire la distinction entre les LABs (Low Angle Boundaries) et les parois fortement désorientées (HABS, High Angle Boundary). Il a été vérifié que le choix d'un critère différent (à 15 °) également fréquemment utilisé dans la littérature sur les aciers, ne modifie pas qualitativement les descriptions qui vont suivre.

La microstructure est tout d'abord illustrée à partir des observations effectuées sur la barre n°1. Les observations présentées restent qualitativement vraies pour les deux autres barres. Les différences quantitatives sont présentées dans la suite.

Un extrait de la cartographie d'orientation associée à la direction de filage et obtenue sur la barre n°1 est présenté en Figure 48a. Les parois de désorientation 10 ° sont tracées en trait noir continu. La distribution en taille des grains est tracée en Figure 48b. Les valeurs indiquées correspondent aux fractions de la surface totale de la cartographie associée à chaque taille de grain. Les tailles de grains sont évaluées par la méthode du diamètre de cercle équivalent (DCE). On note sur la Figure 48a, la présence d'un nombre important de petits grains équiaxes ainsi que celle de grains de plus grandes dimensions et allongés dans le sens de filage. Il a été observé qu'un critère de taille critique de 2 µm permet de distinguer la population totale de grains en deux sous-populations. L'une correspond aux petits grains équiaxes qui présentent un diamètre inférieur à 2 µm. Cette population sera appelée

« petits grains » dans la suite. La seconde correspond aux grains allongés dans le sens de filage. Ces derniers présentent un diamètre équivalent supérieur à 2 µm. Par conséquent, cette population sera appelée simplement par la suite « Gros grains ». Cependant, il faut souligner que cette dénomination ne sert pas à distinguer simplement les petits et les gros grains à partir d'un critère sur leur taille mais qu'elle correspond également à une différence dans leur morphologie (respectivement équiaxe ou allongée).

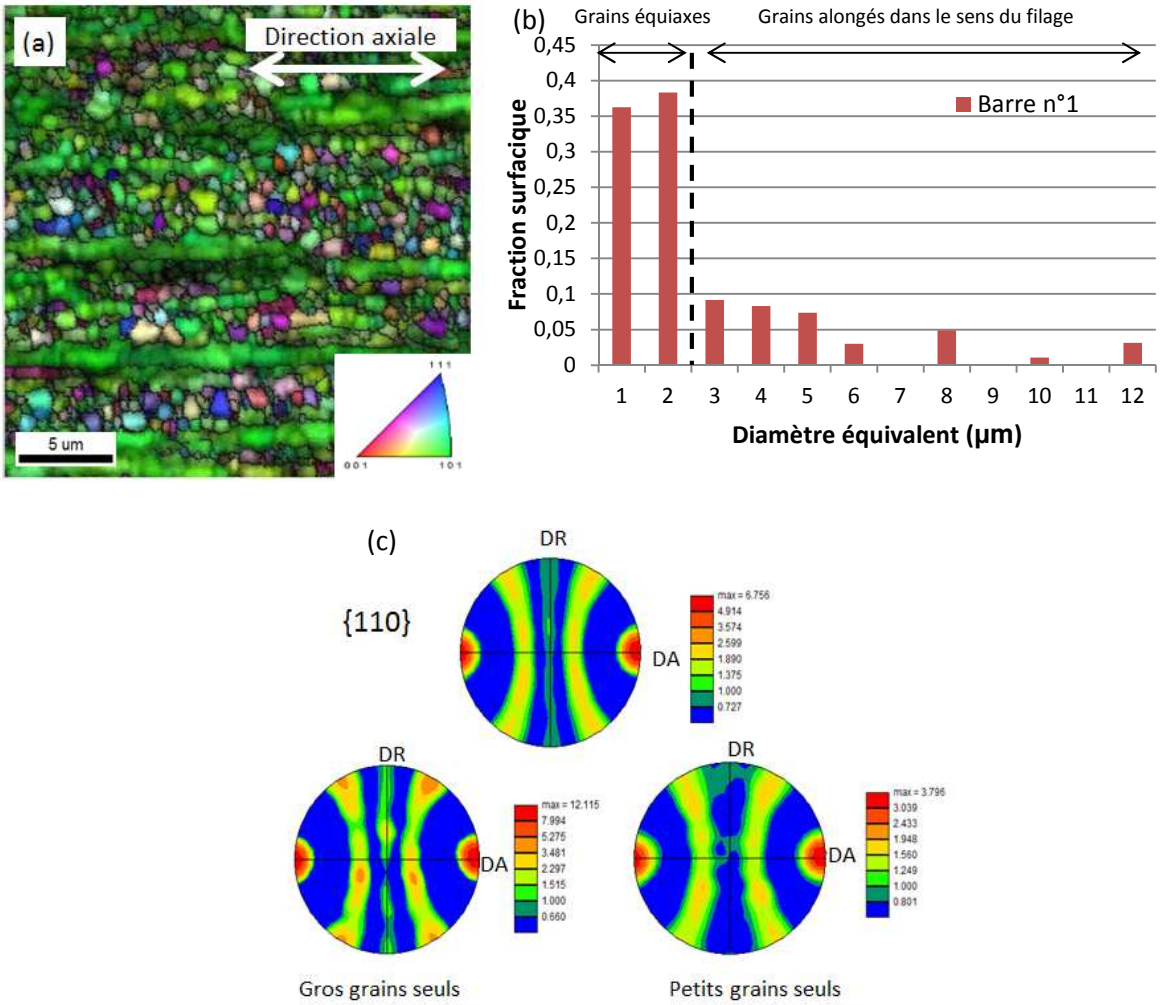


Figure 48 – Microstructure initiale de la barre n°1 de la nuance d'acier 14Cr ODS : (a) cartographie EBSD (IPF – direction axiale), (b) distribution en taille des grains (fractions surfaciques) et (c) figures de pôles directes {110} pour tous les grains (haut), les gros grains seuls (en bas à gauche) et les petits grains seuls (en bas à droite).

Les figures de pôles locales {110} déterminées par EBSD sont présentées en Figure 48c en distinguant les cas pour : (1) toute la population de grains, (2) les gros grains seuls (diamètre > 2 µm, 38 % de la surface observée), et (3) les petits grains seuls (diamètre < 2 µm, 62 % de la surface observée). Les grains allongés apparaissent fortement texturés et présentent la direction <110> préférentiellement parallèle à l'axe de filage. La population de petits grains bien que d'orientation plus aléatoire comme observé sur la cartographie d'orientation, présente également une texture similaire avec une intensité

plus faible. La direction axiale de la barre (DA) ou direction de filage, correspond sur la figure à la direction horizontale. La direction radiale (DR) est verticale sur la figure. On note donc d'une part que, comme attendu pour une nuance 14CrODS filée [4], le métal de base présente la texture de fibre α {hkl}<110> c'est-à-dire que la direction <110> des grains est préférentiellement parallèle à la direction de filage. D'autre part, cette texture est observée dans les deux populations de grains.

Les descriptions précédentes concernant la texture, sont applicables aux trois barres utilisées dans cette étude. En revanche, on note une différence dans les fractions surfaciques respectives de ces deux populations de grains. Ces fractions ainsi que les tailles moyennes au sein de chaque population, sont présentées dans le Tableau 3. Les tailles moyennes calculées par méthode du DCE pour la population de grains allongés doivent être considérées plus comme un ordre de grandeur qu'une valeur précise. En effet, une partie de ces derniers peut dépasser des cartographies en raison de leur taille et de leur morphologie. De plus, les moyennes sont calculées sur un faible nombre de grains (une centaine de grains allongés à comparer à plus d'un millier de petits grains). Elles permettent néanmoins d'illustrer la différence entre ces deux populations de grains. On peut noter ici que le matériau de la barre n°1 présente une plus faible proportion de gros grains allongés que le matériau des 2 autres barres, ce qui a été confirmé sur d'autres cartographies (non présentées).

	Barre n°1		**Barre n°2**		**Barre n°3**	
	Gros grains	Petits grains	Gros grains	Petits grains	Gros grains	Petits grains
Fraction surfacique	38 %	62 %	70 %	30 %	67 %	33 %
DCE moyen / Ecart-type	5,2 µm / 2,7 µm	1,1 µm / 0,5 µm	6,7 µm / 5,0 µm	1,6 µm / 0,3 µm	6,2 µm / 4,0 µm	1,3 µm / 0,5 µm

Tableau 3 – Taille des grains dans les différentes barres utilisées pour la nuance d'acier 14Cr ODS, évaluée par méthode du diamètre de cercle équivalent (DCE).

2.2.1.2 Répartition des éléments d'addition

Comme le montre la Figure 49, les cartographies de répartition en espèce chimique révèlent dans le cas de la barre n°1, la présence de zones de tailles de l'ordre de la centaine de microns et localement enrichies en chrome. La présence de zones riches en chrome a déjà été rapportée dans la littérature sur cette nuance [157]. Ces dernières sont alors présentées comme pouvant être des carbures comportant du chrome et du tungstène. Le carbone impliqué serait issu de la contamination lors de l'élaboration du matériau. Ces zones sont également révélées par attaque chimique à l'aide du réactif de Marble. Il est à noter qu'elles ne sont pas observées sur les deux autres barres issues de lots plus récents, qui montrent une distribution plus uniforme du chrome. Leur nature n'a donc pas été étudiée plus en détail dans le présent travail. La répartition en titane et yttrium est uniforme dans le matériau.

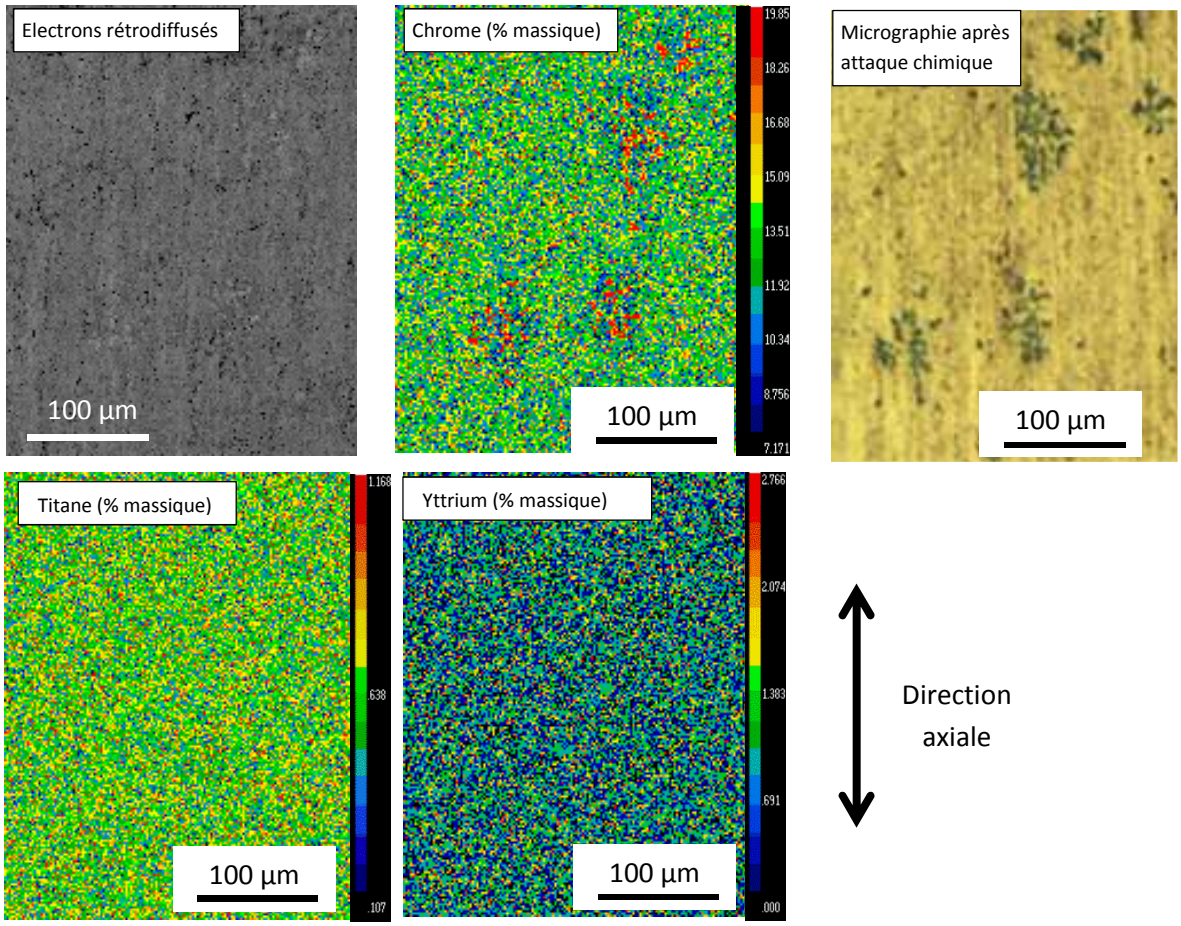


Figure 49 – Caractérisation de la répartition du chrome, du titane et de l'yttrium par microsonde de Castaing et micrographie après attaque chimique (réactif de Marble) sur la barre n°1 pour la nuance d'acier 14Cr ODS. (Concentration croissante du bleu vers le rouge).

2.2.1.3 Etat de précipitation à l'échelle des nanorenforts

L'état de précipitation de la barre n°3 a été étudié par Diffusion des Neutrons aux Petits Angles (DNPA, présentée en Annexe 1) sur la ligne PAXY du LLB en collaborationn avec Pascale Jegou et Marie-Hélène Mathon. Le traitement des données brutes et l'identification des paramètres (rayon, fraction volumique) a été effectué par Marc-Antoine Thual (LLB).

La distribution en taille des nano-renforts peut être décrite sous la forme de deux distributions gaussiennes centrées autour de valeurs moyennes r_1 = 1,2 nm et r_2 = 4,6 nm. La fraction volumique identifiée pour les deux populations est respectivement de 1,28 % pour les petits précipités et 0,14 % pour les plus gros (Figure 50a).

Le rapport A de l'intensité mesurée perpendiculairement au champ magnétique sur l'intensité mesurée parallèlement à ce champ peut donner des informations sur la composition chimique des précipités. Pour les valeurs du module de diffusion q > 0,4 nm, le rapport A varie peu autour de 2,1 (Figure 50b). Ce rapport est légèrement inférieur au rapport 2,54 qui serait obtenu pour des précipités de type $Y_2Ti_2O_7$ et légèrement supérieur aux rapports de 1,9 et 1,95 correspondant respectivement à

des précipités de type YTiO ou $(YTi)_2O_3$ [81]. On peut envisager la présence de plusieurs espèces de nano-oxydes, pouvant possiblement être de composition non stœchiométrique.

La barre n°2 a été analysée par Diffusion des Rayons X aux Petits Angles (DXPA) sur la ligne D2AM de l'ESRF. Le traitement des données brutes et l'identification des paramètres (rayon, intensité intégrée) ont été réalisés par Frédéric De Geuser en collaboration avec Alexis Deschamps (SIMAP, Grenoble). Comme évoqué et présenté en Annexe 1, cette technique permet dans la configuration de mesure utilisée, de mesurer l'intensité diffusée sur une gamme de *q* plus importante et décalée vers les fortes valeurs de *q* (correspondant aux petits précipités). La limite basse de valeur de *q* est également plus haute qu'en DNPA et la population des précipités les plus gros (rayon supérieur à 5 nm), n'est pas visible par cette technique. Les petits précipités peuvent être décrits sous la forme d'une population unique de rayon moyen 0,66 Å. La différence de rayon moyen identifié sur les barres n°2 et n°3 par ces deux techniques peut s'expliquer par la plus large gamme de module du vecteur de diffusion *q* accessible par DXPA, ce qui permet une meilleure prise en compte des précipités sub-nanométriques (le même constat peut être fait sur la nuance 9Cr ODS, cf. partie 2.2.2.3 de ce chapitre).

Par DXPA, la fraction volumique n'est pas déterminée directement mais son évolution en soudage et lors des essais thermomécaniques présentés dans la suite, sera discutée via l'intensité intégrée qui est proportionnelle à cette fraction volumique (cf. Annexe 1).

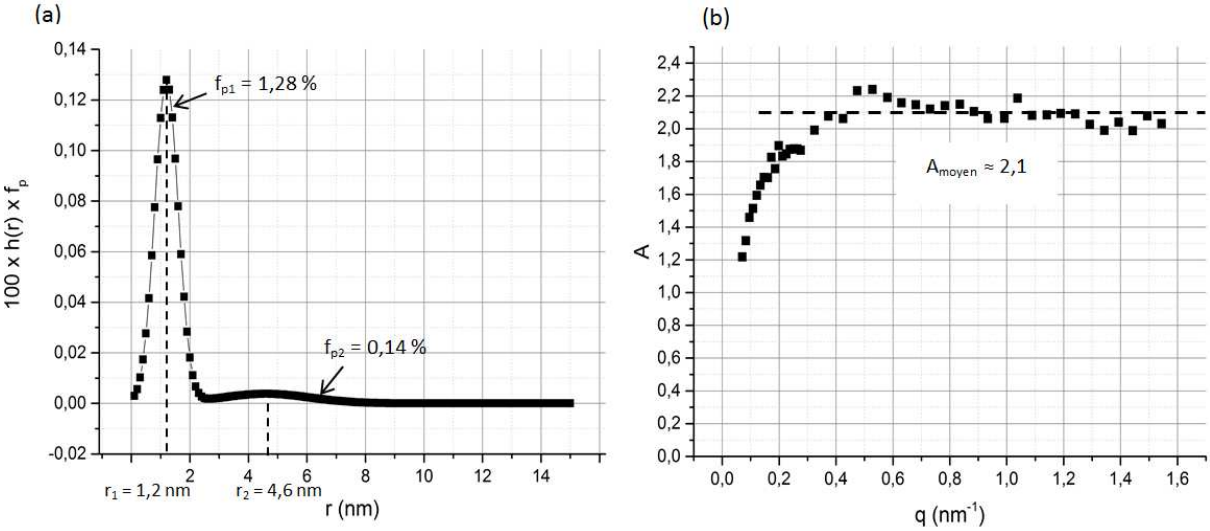


Figure 50 – Evaluation par DNPA de la taille des précipités nanométriques de la barre n°3 de la nuance d'acier 14Cr ODS et de leur composition : (a) distribution de taille des précipités nanométriques, (b) rapport A en fonction du module q du vecteur de diffusion.

2.2.2 Nuance d'acier 9Cr ODS

2.2.2.1 Microstructure : grains et orientation cristalline

La microstructure du métal de base de la nuance à 9Cr ODS a été déterminée sur les 3 barres à partir de cartographies EBSD de 50 µm x 100 µm pour la barre n°3 et de 100 µm x 200 µm pour les barres n°1 et n°2. Elles sont réalisées avec un pas de 300 nm dans le plan de coupe longitudinal (direction de filage horizontale, direction radiale verticale sur les prochaines figures). La taille de grains moyenne estimée pour les différentes barres, déterminée par la méthode du diamètre de cercle équivalent

(DCE), est présentée dans le Tableau 4. Un critère de délimitation des grains de 10 ° est utilisé comme pour la nuance 14Cr ODS.

	Barre n°1	Barre n°2	Barre n°3
DCE moyen (moyenne surfacique) / Ecart-type	4,6 µm / 2,5 µm	5,2 µm / 2,1 µm	4,8 µm / 2,2 µm

Tableau 4 – Taille de grain moyenne (diamètre de cercle équivalent, moyenne surfacique) et écart-type pour la nuance d'acier 9Cr ODS en fonction de la barre étudiée.

Des morphologies de grains et des textures locales similaires sont observées sur les 3 barres. Un extrait de la cartographie d'orientation associée à la direction de filage pour la barre n°3 et la figure de pôle {110} sont présentés en Figure 51. Pour rappel, cette nuance est filée en phase austénitique et subit un traitement thermique post-filage au-dessus de la température d'austénitisation, au cours duquel la transformation de phase au chauffage permet d'atténuer ou d'effacer la texture issue du filage [71], suivi d'un refroidissement lent permettant d'obtenir une microstructure 100 % ferritique. La figure de pôle révèle une texture peu marquée. Cependant la direction <110> peut être observée préférentiellement parallèle au sens de filage.

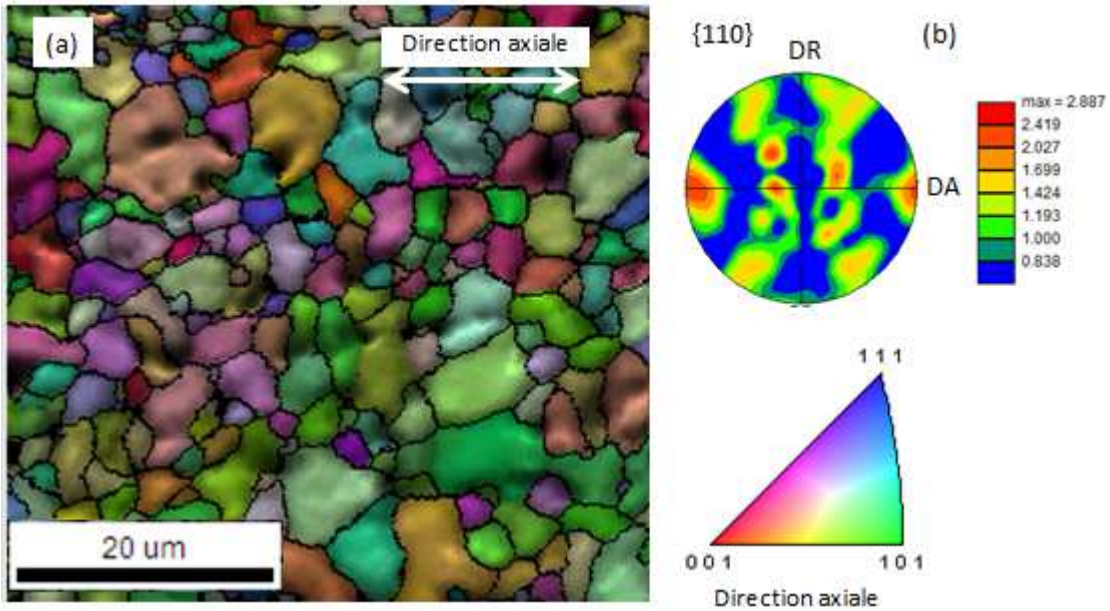


Figure 51 – Microstructure initiale de la barre n°3 de la nuance d'acier 9Cr ODS : (a) cartographie EBSD (IPF – direction axiale) et (b) figure de pôle {110}.

2.2.2.2 Répartition en éléments d'addition

Des cartographies de répartition en éléments chimiques sont réalisées sur la barre n°1 par microsonde de Castaing. La Figure 52 présente la répartition du chrome, du titane et de l'yttrium. On observe localement des zones allongées plus riches en chrome et alignées suivant la direction de filage. Ces zones ne sont pas corrélées à un enrichissement ou une déplétion en titane ou yttrium. La répartition en titane montre localement la présence de zones de quelques micromètres riches en cet élément, également allongées et alignées suivant la direction de filage. Une zone de déplétion en titane est

observable en bas de la cartographie : elle entourée de points riches en Ti de dimensions supérieures à ceux observés dans le reste de la cartographie. Ces points sont corrélés avec un enrichissement local en yttrium. Sur le reste de la cartographie la répartition en yttrium est homogène.

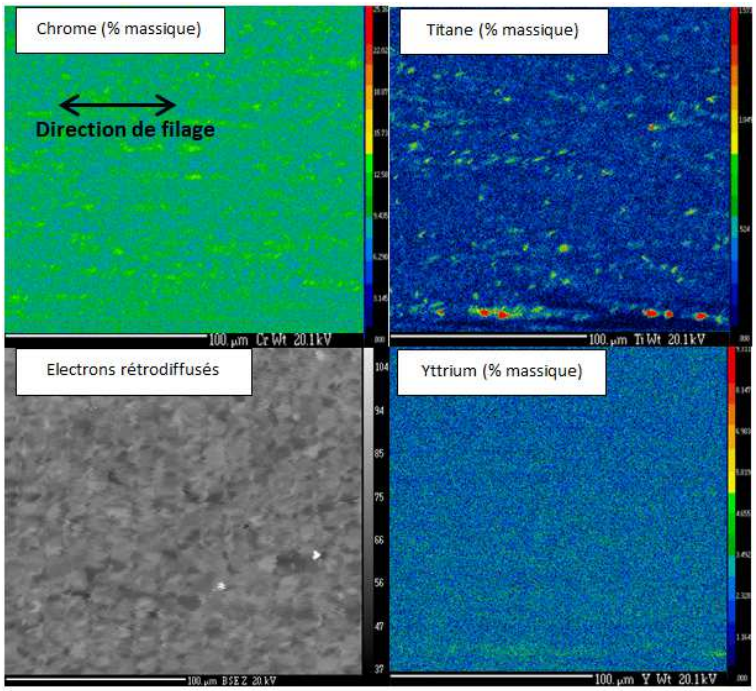


Figure 52 – Cartographies de répartition en chrome, titane et yttrium et électrons rétrodiffusés réalisées par microsonde de Castaing dans le métal de base de la nuance d'acier 9Cr ODS (barre n°1) (concentration croissante du bleu vers le rouge).

2.2.2.3 Etat de précipitation à l'échelle des nanorenforts

L'état de précipitation a été caractérisé sur la barre n°3 par DNPA (Figure 53). La distribution en taille des précipités peut être décrite sous la forme de deux distributions gaussiennes centrées autour de valeurs moyennes r_1 = 1,6 nm et r_2 = 4,4 nm. La fraction volumique des deux populations est respectivement de 0,45 % pour les petits précipités et 0,30 % pour les plus gros.

La valeur du rapport A varie peu sur toute la gamme de module *q* du vecteur de diffusion ce qui peut indiquer que la composition chimique des renforts ne varie pas avec leur taille. Un rapport A d'environ 2,25 est observé. Il est compris entre le rapport de 2,5 qui serait obtenu pour des précipités $Y_2Ti_2O_7$ et le rapport de 2 obtenu pour des précipités de type YTiO ou $(YTi)_2O_3$ [81]. Comme sur la nuance 14Cr ODS, on peut envisager la présence de plusieurs espèces de nano-oxydes pouvant possiblement être de composition non stœchiométrique.

L'état de précipitation de renforts nanométriques a été évalué par DXPA sur la barre n°2 et permet une description des petits précipités sous la forme d'une population de rayon moyen de 1,2 nm. Comme pour la nuance 14Cr ODS, la fraction volumique des précipités n'est pas déterminée directement mais son évolution lors du soudage et des essais thermomécaniques sera discutée dans la suite par l'intermédiaire de l'intensité intégrée définie dans l'Annexe 1. Le rayon moyen des

précipités identifié à partir des mesures de DXPA est inférieur à celui de la population de petits précipités identifiés par DNPA. Cette différence s'explique ici aussi, par une différence dans les plages de module du vecteur de diffusion *q* accessibles par les deux techniques.

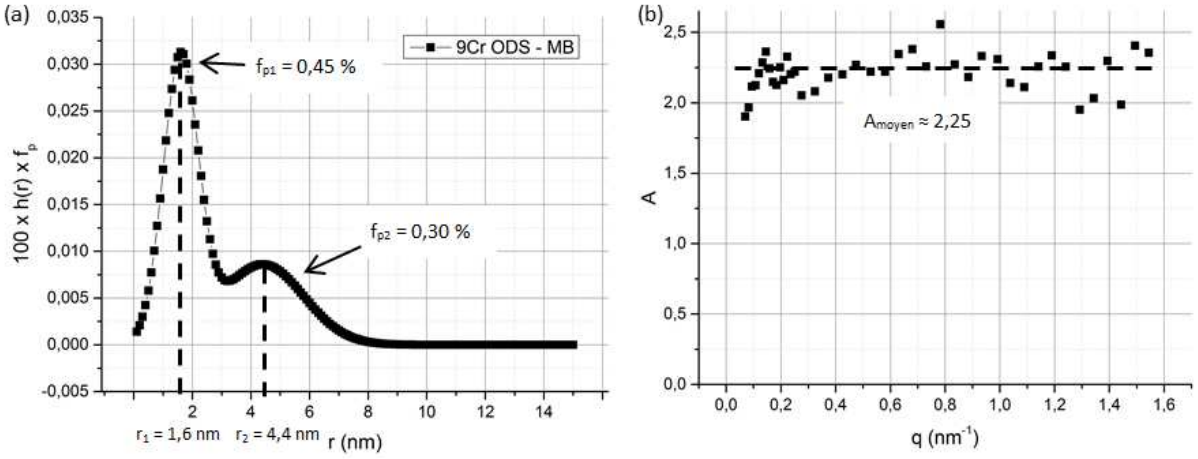


Figure 53 – Evaluation de la taille des précipités nanométriques et de leur composition par DNPA de la barre n°3 de la nuance d'acier 9Cr ODS : (a) distribution de taille des précipités nanométriques, (b) rapport A en fonction du module q du vecteur de diffusion.

3 Caractérisation métallurgique des soudures

3.1 Identification des différentes zones affectées par le soudage

Une description générale est proposée dans ce paragraphe. Le détail des microstructures observées est présenté de manière plus complète au paragraphe 3.2 pour la nuance d'acier 14Cr ODS et au paragraphe 3.3 pour la nuance d'acier 9Cr ODS. L'ensemble des caractérisations réalisées sur les soudures ont permis d'identifier différentes zones caractéristiques affectées par le soudage.

Pour la nuance d'acier 14Cr ODS, nous avons choisi de définir 3 zones distinctes :

- le Métal de Base noté MB, ferritique et à des distances supérieures à environ 100 µm de la trace du plan de joint.

- une première Zone Affectée Thermo-Mécaniquement par le soudage notée dans la suite ZATM n°1, fortement déformée et formant une bande de largeur de l'ordre de quelques dizaines à une centaine de micromètres autour du plan de joint. Elle se distingue par une microstructure fine équiaxe induite par le soudage. Sa texture locale diffère de celle du métal de base et se rapproche d'une texture attendue après cisaillement sur acier ferritique.

- une seconde Zone Affectée Thermo-Mécaniquement par le soudage notée ZATM n°2 assure la transition entre la ZATM n°1 et le MB sur une distance de quelques dizaines de microns. Les gros grains allongés observables dans le matériau de base y sont toujours observables. On note également une atténuation de la texture de fibre alpha.

Une représentation schématique des soudures ainsi que de la position et des caractéristiques principales des zones identifiées, est proposée Figure 54. Contrairement à ce qui est schématisé sur cette figure, les transitions entre ces 3 zones se font de manière progressive sur quelques microns.

Comme nous le verrons dans le paragraphe 4 de ce chapitre, les deux ZATMs identifiées se situent dans des zones déformées par le soudage. En dehors de ces zones ayant subi des déformations, l'ensemble des caractérisations (microscopie optique, EBSD, dureté…) ne met pas en évidence de Zone Affectée (uniquement) Thermiquement par le soudage (ZAT). Ceci peut s'expliquer d'une part par le fait que les nuances 14Cr ODS ne présentent pas de transformation austénitique au chauffage, contrairement à la nuance 9Cr ODS, et d'autre part, par la grande stabilité thermique de cette nuance ODS pour laquelle un passage à haute température pendant le temps très court d'un cycle de soudage et du refroidissement subséquent (quelques centaines de milliseconde, comme présenté en partie 4 de ce chapitre), ne semble pas permettre d'entrainer une modification significative de la microstructure par des phénomènes de croissance des grains ou de recristallisation.

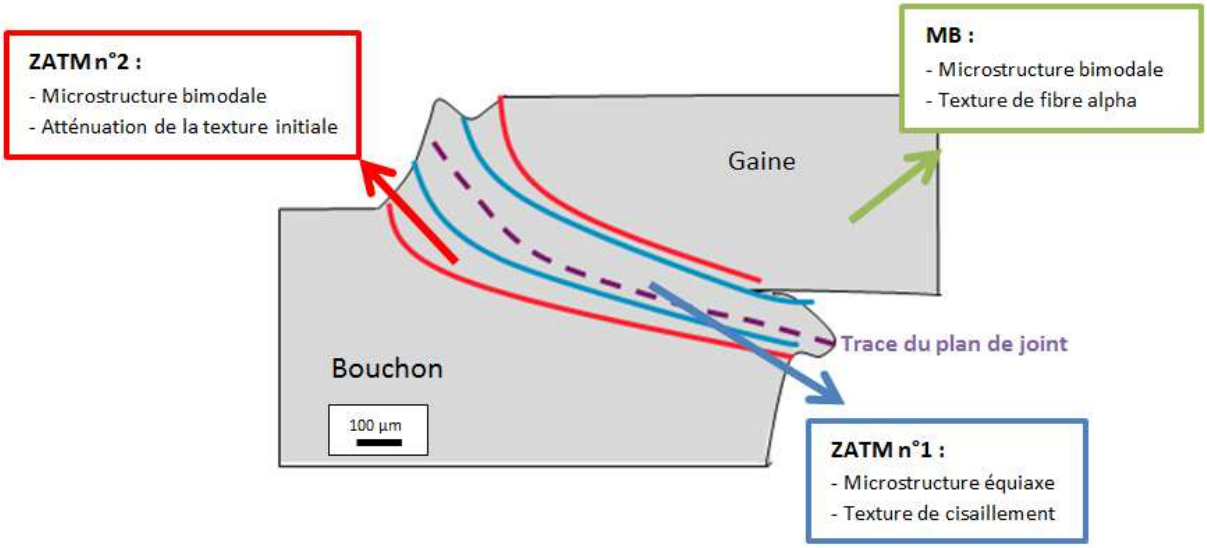


Figure 54 – Représentation schématique de la position des zones identifiées sur une section de soudure pour la nuance d'acier 14Cr ODS.

Pour la nuance d'acier 9Cr ODS, nous retrouvons aussi la présence de 3 zones distinctes :

- le Métal de Base (MB) ferritique et composé de grains plutôt équiaxes de taille de quelques micromètres ;

- une Zone Affectée Thermo-Mécaniquement (ZATM) au voisinage de la trace du plan de joint dont la microstructure est composée de petits grains plutôt équiaxes de diamètre moyen de l'ordre du micromètre. Une texture de cisaillement est observée.

- une Zone Affectée Thermiquement (ZAT), située entre le MB et la ZATM. Elle présente une microstructure polygonale micronique composée de grains fortement sous-structurés (cf. paragraphe 3.3). Une microstructure martensitique difficilement discernable par EBSD, pourrait être attendue étant donné les vitesses de refroidissement très rapides

rencontrées en soudage et les températures atteintes dans la soudure (présentées en partie 4 de ce chapitre).

Sur cette nuance d'acier, la transition entre ZAT et ZATM se fait de manière continue. On note de plus que la dureté augmente d'un facteur proche de deux dans la ZATM et la ZAT comparativement au MB.

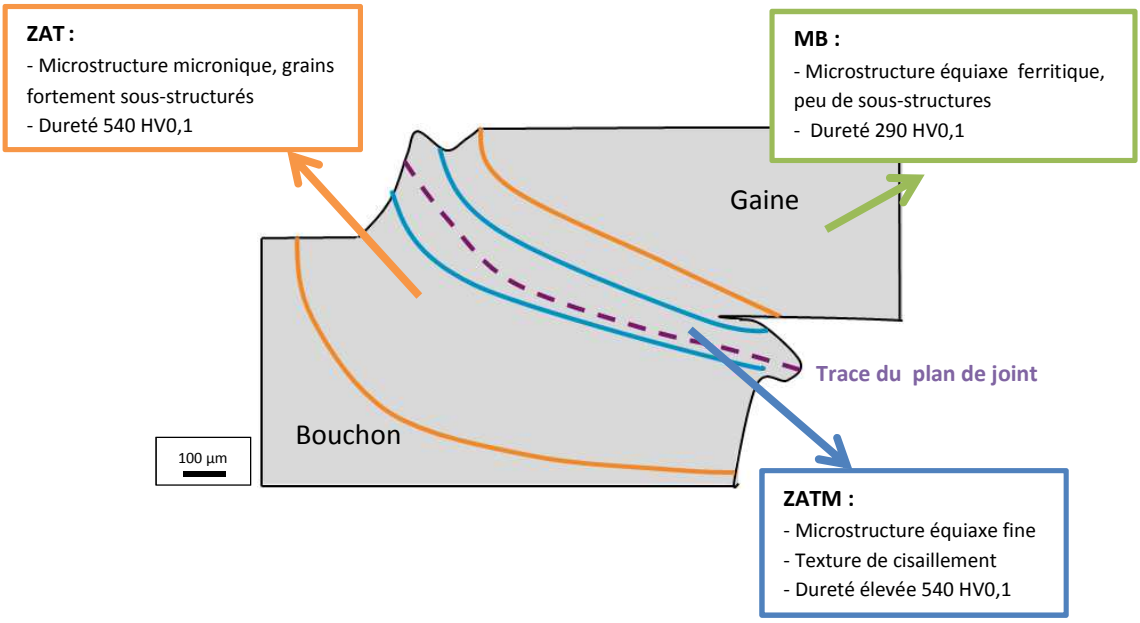


Figure 55 - Représentation schématique de la position des zones identifiées sur une section de soudure pour la nuance d'acier 9Cr ODS.

3.2 Les microstructures de soudage de la nuance ODS à 14 % de chrome

Les résultats présentés dans cette partie sont obtenus à partir de soudures réalisées sur un bouchon de diamètre 10 mm avec soit les paramètres optimum (I_{14}, F_{14}, t_{14}), pour les aspects granulaires (paragraphes 3.2.1 à 3.2.3 et 3.2.6), soit avec des paramètres égaux à ($0{,}8I_{14}$, $F_{14}/2$, t_{14}) pour l'état de précipitation et la répartition des éléments chimiques (paragraphes 3.2.4 et 3.2.5).

3.2.1 Morphologie et taille de grains dans la soudure

Le MB est décrit à partir de cartographies de dimensions 100 x 50 µm² réalisées loin de la soudure. Les ZATMs sont décrites à partir de cartographies de dimensions respectives de 100 x 50 µm² pour la ZATM n°1 et 100 x 30 µm² pour la ZATM n°2, extraites d'une cartographie recouvrant ces 2 zones. Un pas de 100 nm est utilisé. En raison des dimensions des zones en question et de la présence de zones riches en chrome sur une partie de la cartographie initiale, des cartographies de dimensions identiques n'ont pas pu être réalisées pour ces 2 zones.

La Figure 56 présente les cartographies d'orientation pour les différentes zones identifiées dans la soudure. Comme expliqué au paragraphe 2.2.1, le MB possède une microstructure initiale composée d'une population de petits grains microniques ou sub-microniques équiaxes et d'une population de grains allongés de facteur de forme de l'ordre de 5. Dans le Tableau 5, la distinction entre ces deux

populations est faite à partir d'un critère sur le Diamètre de Cercle Equivalent (DCE) avec une valeur critique de 2 µm. La ZATM n°1 présente une population de grains plutôt équiaxes de diamètre moyen de l'ordre du micromètre. Les gros grains allongés initiaux ne sont plus observables. Cet affinement de microstructure est attribué à un mécanisme de recristallisation dynamique dont la nature ne peut pas être déterminée par les seules observations présentées dans ce chapitre. La ZATM n°2 constitue un intermédiaire entre ces 2 zones, les grains peuvent toujours être décomposés en deux populations de petits grains équiaxes et de gros grains allongés. On constate une légère diminution de la fraction surfacique des gros grains par rapport à l'état initial, associée à une légère augmentation de leur taille moyenne ce qui traduit la disparition des grains les plus petits de cette population.

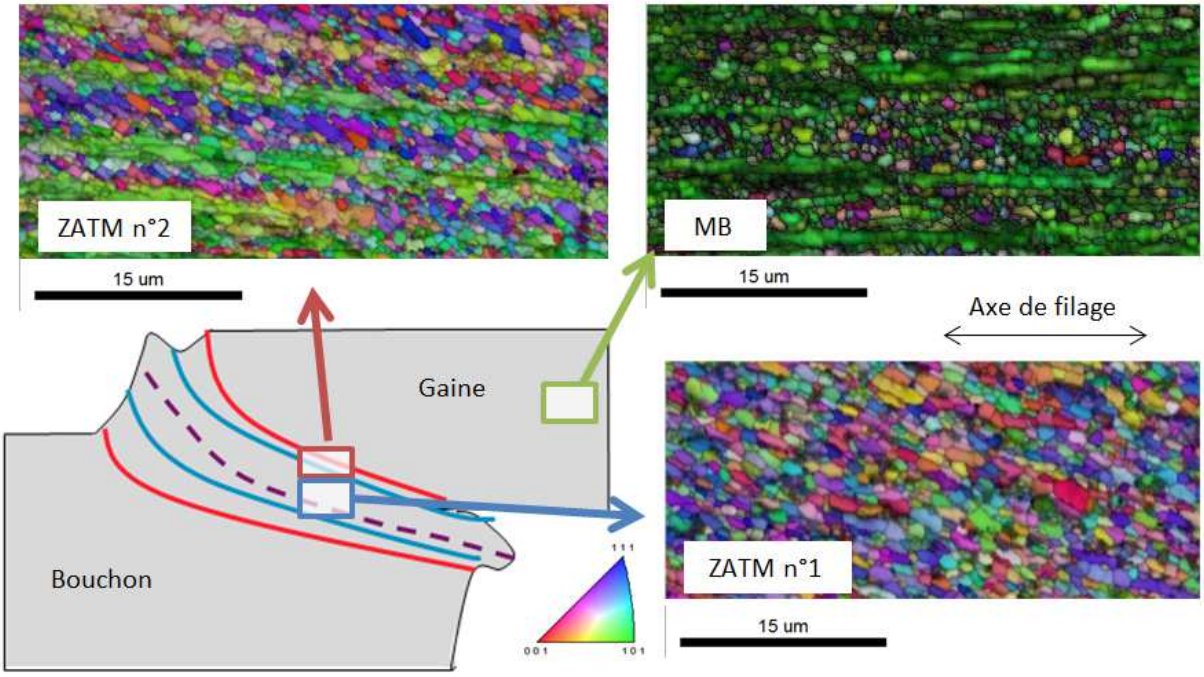


Figure 56 – Microstructure granulaire des différentes zones caractéristiques identifiées dans la soudure réalisée à paramètres (I_{14}, F_{14}, t_{14}) (cartographies IPF – direction axiale) pour la nuance d'acier 14Cr ODS.

	MB	ZATM n°2	ZATM n°1
Fraction surfacique - gros grains allongés (DCE > 2 µm)	38 %	32 %	-
Fraction surfacique - petits grains équiaxes (DCE < 2 µm)	62 %	68 %	100 %
DCE moyen / Ecart-type - gros grains	5,2 µm / 2,7 µm	5,7 µm / 2,6 µm	-
DCE moyen / Ecart-type - petits grains	1,1 µm / 0,5 µm	1,1 µm / 0,66 µm	1,2 µm / 0,75 µm
Nombre de grains (petits / gros)	7006 / 158	5457 / 63	10017

Tableau 5 – Fractions surfaciques des populations et tailles de grains moyennes des petits et gros grains pour les 3 zones de la soudure en nuance d'acier 14Cr ODS réalisée à paramètres (I_{14}, F_{14}, t_{14}).

3.2.2 Textures locales dans la soudure

Les textures locales déterminées par EBSD dans les ZATMs sont comparées à celles du métal de base à partir des figures de pôles {110} (Figure 57).

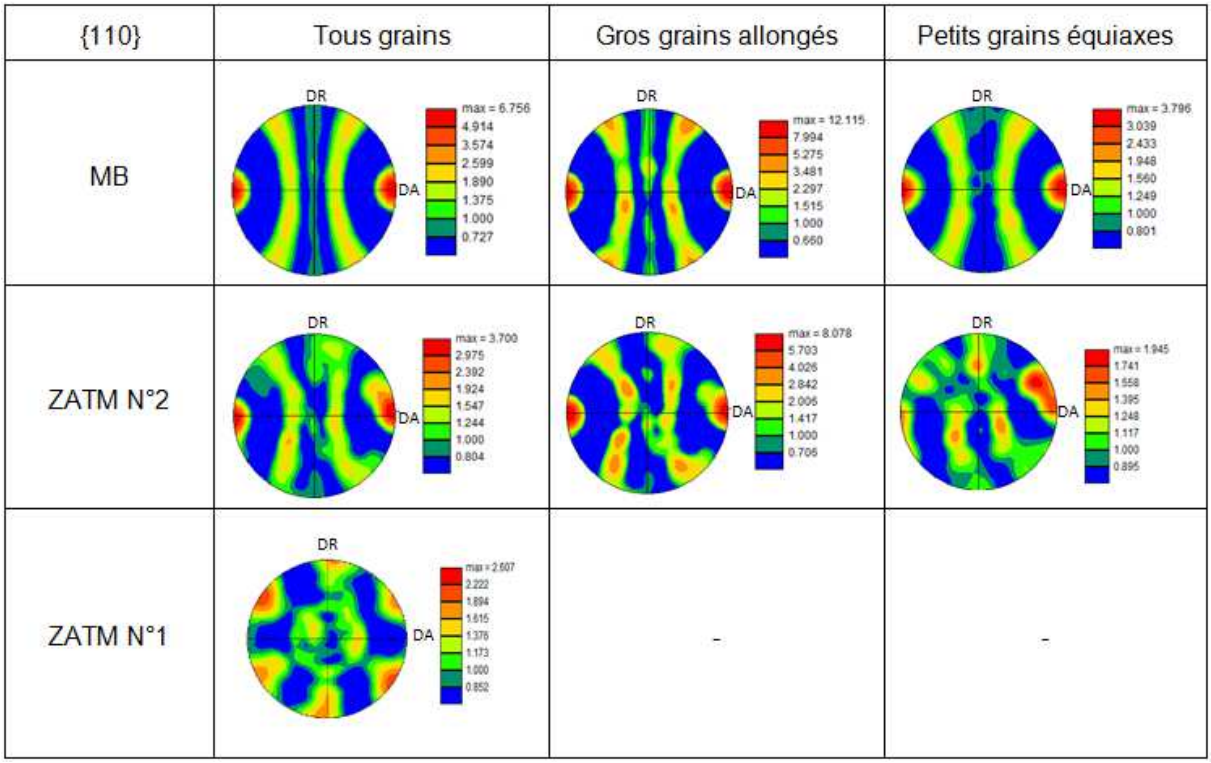


Figure 57 – Soudure réalisée à paramètres (I_{14}, F_{14}, t_{14}) sur la nuace d'acier 14Cr ODS : figures de pôles {110} dans le MB, la ZATM n°2 et la ZATM n°1. (DA = Direction Axiale, DR = Direction Radiale).

Pour le MB et la ZATM n°2, les populations des petits et gros grains sont distinguées. Cette distinction n'est pas faite pour la ZATM n°1. Comme indiqué au paragraphe 2.2.1.1, on retrouve que le métal de base présente une texture de fibre α caractéristique des nuances ODS ferritiques filées à chaud.

Dans la ZATM n°2, cette texture semble s'atténuer, particulièrement au sein de la population des petits grains. Pour ces derniers, la figure de pôle {110} présente un maximum d'intensité assez faible (I_{max} ≈ 2 à comparer à I_{max} ≈ 8 pour la population de gros grains). Un décalage de la zone d'intensité maximale vis-à-vis de la direction de filage (axe horizontal) est aussi observé. Ceci semble indiquer que les sollicitations imposées par le soudage dans la ZATM n°2 ont plus d'influence sur la texture des petits grains que sur celle des gros grains.

Enfin, dans la ZATM n°1, on observe une texture qui s'éloigne de la texture initiale, et qui présente des similitudes avec la texture observée après sollicitation en cisaillement sur acier ferritique ODS [4] ou non ODS [48] (Chapitre 1 partie 1.2).

3.2.3 Evolution des distributions de désorientation et de la désorientation intra-granulaire

Les distributions des angles de désorientation entre pixels voisins, déterminées à partir des cartographies EBSD dans les 3 zones, sont présentées en Figure 58 ainsi que la proportion d'angles de faible désorientation (LAB, désorientation θ < 10 °) et d'angles de forte désorientation (HAB, θ > 10 °). La désorientation minimale prise en compte est de 2 °.

On note une chute importante de la proportion de LAB au niveau de la ZATM n°1 par rapport au MB. Cette observation peut s'expliquer par la disparition des gros grains qui concentrent l'essentiel des parois faiblement désorientées.

La ZATM n°2 présente une proportion de LAB légèrement inférieure à ce qui est observé dans le MB, comme présenté dans le tableau de la Figure 58a. Ceci est lié à une chute de la proportion des joints de plus faible désorientation (entre 2 ° et 4 °) au profit de ceux de désorientation supérieure mais restant inférieure à 20 °. Au-delà de 20 °, la différence est peu marquée. Le tracé de la distribution angulaire en ne considérant que les LAB présents dans les gros grains (normalisée sur la population de parois de désorientation 2 ° < θ < 10 °, Figure 58b) met en évidence une augmentation de la désorientation à l'intérieur de ces derniers. Les parois de désorientation de l'ordre de 5 ° à 10 ° voient en effet leur proportion augmenter et ce, particulièrement entre 6 ° et 7 ° alors que la proportion de parois plus faiblement désorientées diminue. Cette observation peut être le signe de l'accumulation des dislocations dans les parois faiblement désorientées internes aux grains qui voient alors leur désorientation augmenter jusqu'à possiblement se transformer en joints de grains.

La désorientation moyenne entre un point de mesure et ses proches voisins est évaluée à l'aide du paramètre Kernel Average Misorientation (KAM) décrit en Annexe 1. La distribution de ces désorientations dans les différentes zones de la soudure est tracée Figure 59. Cette figure représente l'enveloppe des histogrammes décrivant l'évolution de ce paramètre entre 0,05 ° et 5 ° avec une discrétisation de 0,1 ° pour l'ensemble des grains dans les trois zones de la soudure, ainsi que les valeurs moyennes et écart-type associés pour les 2 populations de grains. Les comparaisons sont faites pour un rayon d'évaluation de 200 nm, pour un pas de mesure de 100 nm et avec la prise en compte d'uniquement les pixels voisins du second rang. On observe une diminution progressive du KAM moyen et de la largeur de la distribution en passant du MB vers la ZATM n°1. Cela traduit une diminution de l'énergie stockée sous forme de dislocations géométriquement nécessaires dans les grains à mesure que l'on se rapproche du plan de joint de la soudure. On peut noter que la diminution de KAM moyen entre le métal de base et la ZATM n°2 s'explique principalement par une diminution de ce paramètre dans les petits grains, les désorientations intra-granulaires évoluant peu dans la population de gros grains.

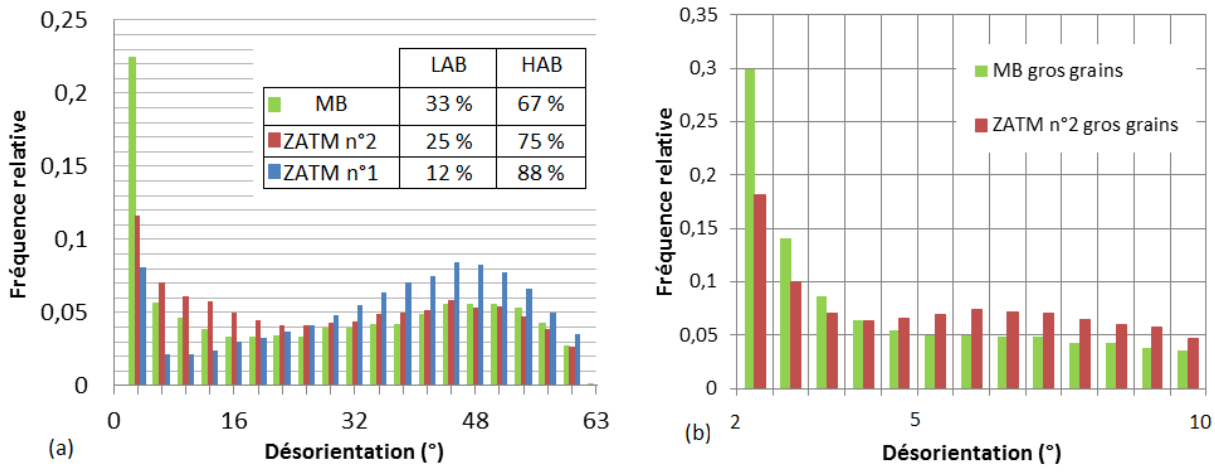


Figure 58 – Soudure de la nuance d'acier 14Cr ODS réalisée à paramètres (I_{14}, F_{14}, t_{14}) : (a) distribution des angles de désorientation pour les 3 zones de la soudure. (b) Distribution de désorientation aux angles < 10 ° dans les gros grains du MB et de la ZATM n°2 (normalisée sur la population de parois de désorientation 2 ° < θ < 10 °).

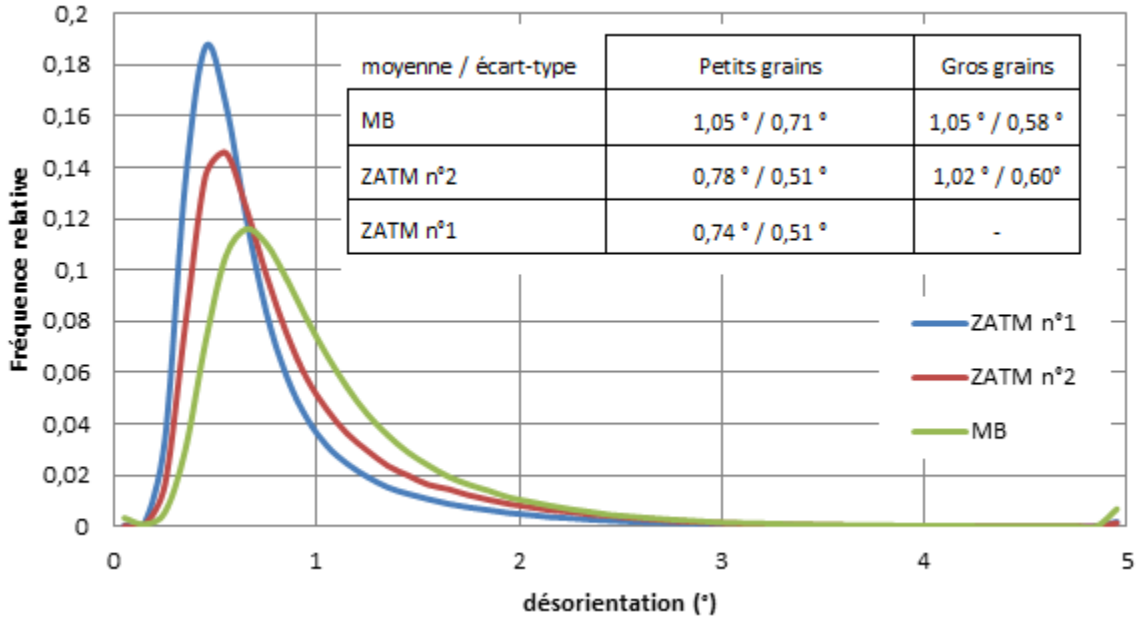


Figure 59 - Soudure de la nuance d'acier 14Cr ODS réalisée à paramètres (I_{14}, F_{14}, t_{14}) : distribution de désorientation intra-granulaire dans les 3 zones de la soudure (Kernel Average Misorientation KAM, évalué sur les voisins du 2nd rang avec un pas de mesure de 100 nm).

3.2.4 Répartition des éléments chimiques

Des cartographies de répartition des éléments d'addition dans les soudures par microsonde de Castaing sont présentées en Figure 60. La répartition d'yttrium et de titane n'apparait pas modifiée au voisinage du plan de joint à l'échelle d'analyse de la microsonde de Castaing (de l'ordre du micromètre). Les zones de ségrégation/déplétion en chrome sont toujours visibles dans cette région mais semblent contenir moins de chrome. Cela pourrait provenir soit du cycle thermique qui peut entrainer une dissolution de précipités riches en chrome, soit d'un effet purement géométrique, les

fortes déformations imposées à ces zones au niveau du plan de joint ayant tendance à les étirer très fortement. Ces zones apparaissent toujours en microscopie optique après attaque au réactif de Marble, comme observable sur la Figure 61a.

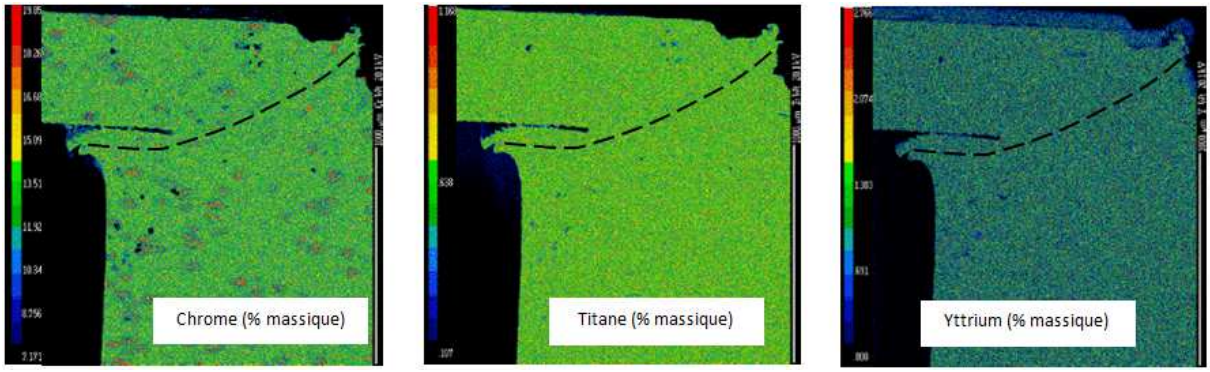


Figure 60 – Cartographies de répartition en chrome, titane et yttrium sur une soudure de la nuance d'acier 14Cr ODS obtenues par microsonde de Castaing. Paramètres ($0{,}8I_{14}$, $F_{14}/2$, t_{14}). (Concentration croissante du bleu vers le rouge).

3.2.5 Caractérisation de l'état de précipitation par diffusion des rayons X aux petits angles

La résolution de la microsonde de Castaing (de l'ordre du micromètre) ne permettant pas l'étude fine des nanorenforts des nuances d'aciers ODS étudiés. Nous avons donc choisi de quantifier la fraction volumique et la taille des précipités nanométriques (de rayon de l'ordre de 0,4 à 4 nm) par des mesures par diffusion des rayons X aux petits angles (DXPA).

Les modalités d'analyse des résultats de DXPA sont décrites en Annexe 1. Le pas de mesure est de 100 µm. Pour chaque point de mesure, la taille de la zone analysée qui est liée à la taille du faisceau, est évaluée à 300 µm dans la direction horizontale et 200 µm dans la direction verticale. Cette taille correspond approximativement à la dimension du faisceau au niveau des fentes (situées à 1,30 m en amont de l'échantillon). La position de la zone analysée sur la soudure a été estimée en observant la cartographie d'épaisseur de l'échantillon (Figure 61b) sur laquelle, les bords de la soudure apparaissent à épaisseur plus faible (couleur bleue ou verte). La Figure 61c montre l'évolution de l'intensité intégrale Q_0 et du rayon moyen des précipités sur la zone analysée. L'intensité intégrale Q_0 est approximativement proportionnelle à la fraction volumique de précipités (cf. Annexe 1).

Les précipités sont décrits sous la forme de deux populations, l'une de rayon R_1 inférieur au nanomètre et une seconde de rayon R_2 de quelques nanomètres (Figure 61c). L'état de référence est pris dans la gaine à plusieurs centaines de micromètres du plan de joint. Dans cette zone, la population de petits précipités présente un rayon moyen de 0,855 nm et une intensité intégrée de 0,106. La population de gros précipités est décrite avec un rayon moyen de 2,9 nm et une intensité intégrée de 0,04. On peut noter que pour cette seconde population l'intensité intégrée est très supérieure (de l'ordre d'un facteur 4) à celle identifiable sur le métal de base. Les Figure 61d et e décrivent l'évolution des rayons et des intensités intégrées en fonction de la distance au plan de joint en suivant la flèche verticale présente sur les cartographies de la Figure 61c. On observe une diminution de l'intensité intégrée de la population de petits précipités à proximité du plan de joint. Cette variation est de l'ordre de 30 % de la valeur dans le MB. Cette même population présente également une augmentation de rayon d'une dizaine de pourcents. Une augmentation de ces 2 paramètres (de l'ordre de 60 % sur l'intensité intégrée et 10 % sur le rayon) est observée dans cette zone sur la population de gros précipités. Il est possible qu'une partie des précipités de la première population grossisse suffisamment pour être alors

identifiée dans cette seconde population. La variation de la taille des renforts semble donc assez limitée, de l'ordre de quelques dixièmes de nanomètres pour les 2 populations. Ces observations semblent indiquer un grossissement limité mais perceptible, de la taille des renforts. Cependant, la taille du faisceau étant supérieure à la largeur des ZATMs n°1 et 2, les valeurs des paramètres identifiés à partir de ces mesures sont une moyenne sur une zone plus large que les ZATMs de la soudure.

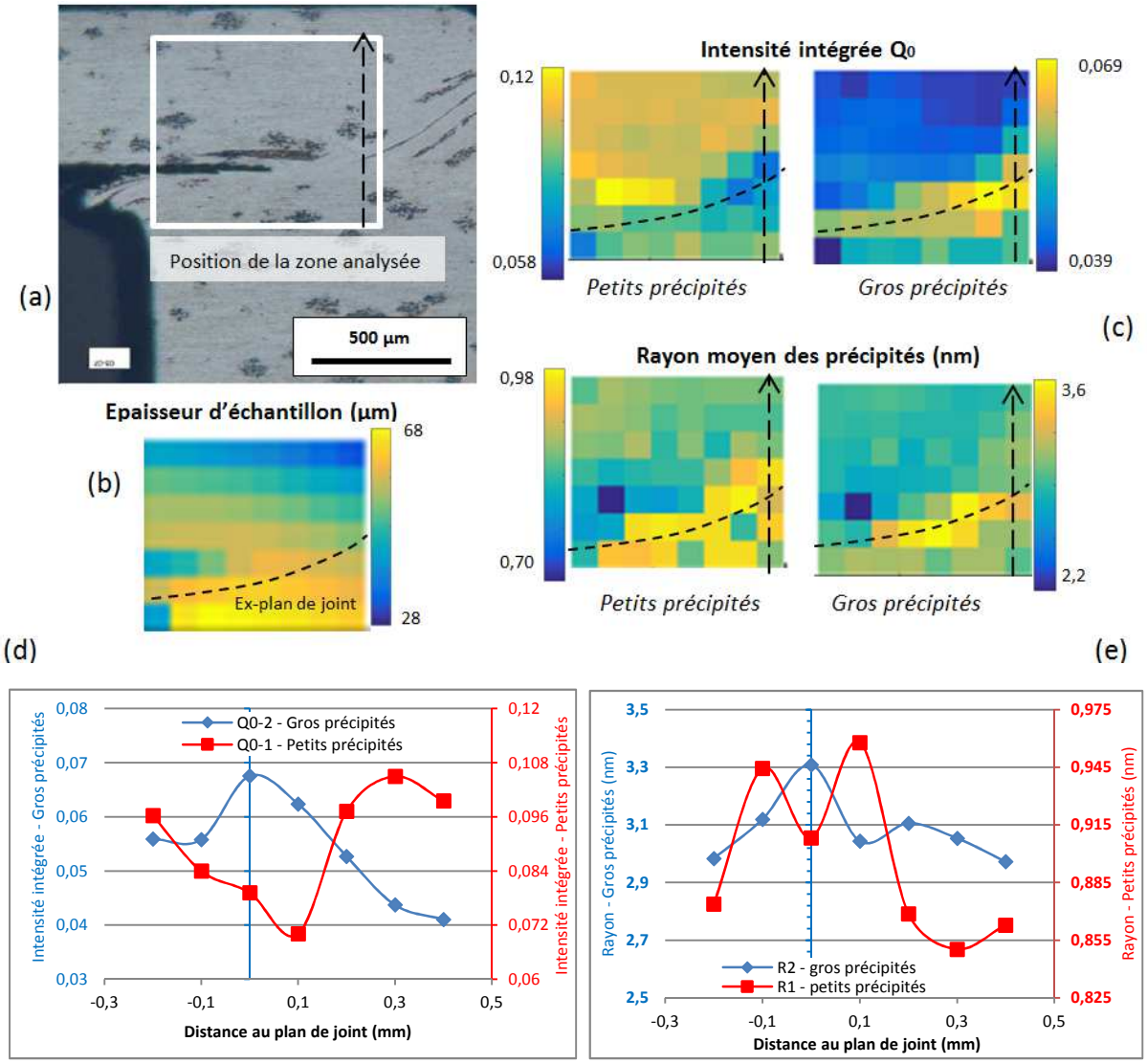


Figure 61 – Soudure en nuance d'acier 14Cr ODS réalisée à paramètres ($0{,}8I_{14}$, $F_{14}/2$, t_{14}) : (a) macrographie de soudure et (b) cartographie d'épaisseur sur la zone d'analyse, (c) cartographie de l'intensité Q_0 et du rayon moyen des précipités, (d) evolution de l'intensité intégrée à travers la soudure (flèche verticale sur cartographies (c)) et (e) evolution du rayon des précipités à travers la soudure.

3.2.6 Micro-dureté

Le résultat des filiations de micro-dureté effectuées sur la soudure est présenté Figure 62. Le métal de base présente une dureté de 430 ± 17 HV0,1 (moyenne sur 13 mesures prises loin des ségrégations riches en chrome). Ces filiations réalisées à travers les soudures ne mettent pas en évidence de

variations significatives de dureté entre les différentes zones présentées au paragraphe 3.1. Des variations locales de dureté associées avec un écart-type important (> 100 HV0,1) peuvent être observées. Elles s'expliquent par la présence des zones riches en chrome (de dureté de l'ordre de 600 HV0,1) évoquées au paragraphe 2.2.1, sur certains points de mesures.

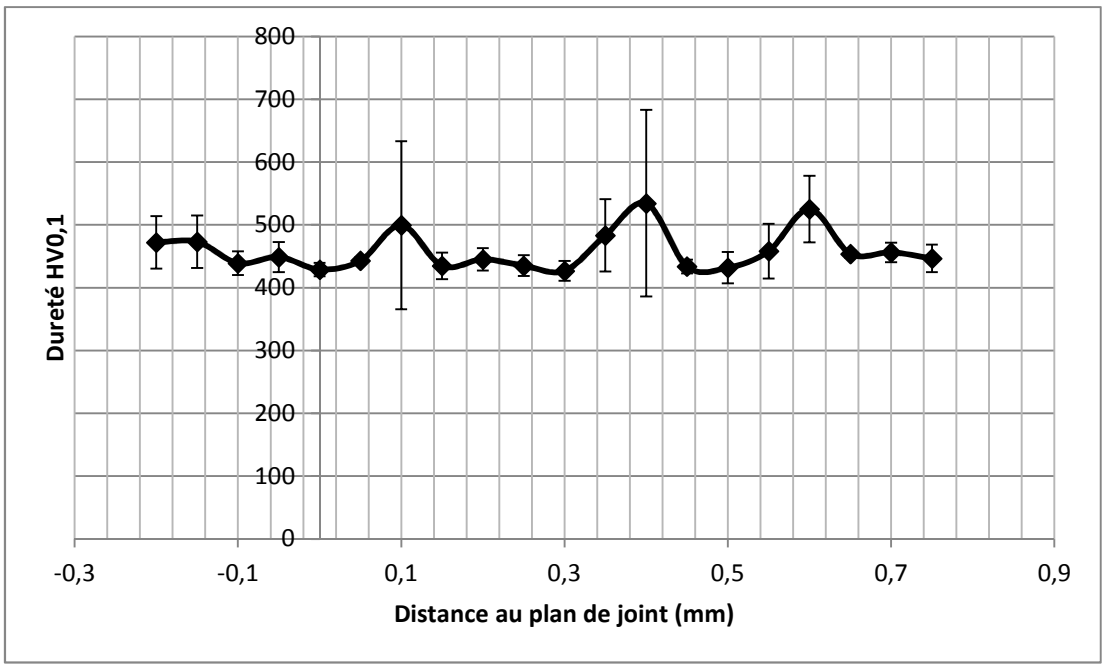


Figure 62 – Soudure en nuance d'acier 14Cr ODS réalisée à paramètres ($0{,}8l_{14}$, $F_{14}/2$, t_{14}) : filiation de dureté traversant la soudure à 45 ° par rapport à l'axe de la gaine (valeur moyenne sur 4 filiations parallèles et écart-type associé).

3.2.7 Synthèse et discussion sur les spécificités microstructurales des soudures en nuance 14Cr ODS

Les chargements thermomécaniques de soudage entrainent donc, sur cette nuance, des modifications microstructurales à l'échelle des grains et des renforts. Ces modifications sont fortement dépendantes de la position dans la soudure.

Les caractérisations EBSD sur les soudures mettent en évidence un affinement de la microstructure au voisinage du plan de joint qui constitue une zone caractéristique des soudures dite ZATM n°1. Cette zone présente une microstructure majoritairement équiaxe et texturée. Dans cette zone, on observe également une faible proportion de parois faiblement désorientées. Les désorientations intra-granulaires évaluées à l'aide du paramètre KAM, sont faibles comparativement à celles du métal de base. Ces caractéristiques indiquent l'intervention d'un mécanisme de recristallisation dynamique lors du processus de soudage.

Une zone de transition entre le métal de base et le voisinage recristallisé du plan de joint dite ici, ZATM n°2, présente des caractéristiques intermédiaires entre le métal de base et la ZATM n°1 en termes de taille de grains moyenne et de désorientations intra-granulaires (KAM). La distribution de désorientation des parois diffère de celle du métal de base par une diminution de la proportion de parois très faiblement désorientées (entre 2 ° et 4 °) au profit de celles ayant une désorientation comprise entre 4 ° et environ 20 °. Au-delà, la distribution n'évolue pas. En particulier, on peut noter

une augmentation de la désorientation des LABs présents dans les gros grains, cohérente avec le fait que cette zone subisse de la déformation. La texture observée est proche de celle du métal de base. On peut noter cependant, une diminution de l'intensité et une rotation des directions <110> dans le plan d'observation qui est plus marquée parmi la population de petits grains que sur les grains plus gros.

La nature exacte des mécanismes de recristallisation dynamique à l'œuvre dans les soudures bouchon/gaine en 14Cr ODS est encore incertaine à ce stade. Les microstructures observées dans les soudures présentent des caractéristiques qui peuvent être expliquées par les trois mécanismes de recristallisation dynamique présentés dans l'étude bibliographique. Pour rappel, durant le processus de recristallisation dynamique continue (RDC), les parois faiblement désorientées présentes dans les grains et qui délimitent les sous-grains, tendent à accumuler des dislocations et voient leur désorientation augmenter jusqu'à pouvoir devenir des HABs. Ce processus se produit donc par formation continue de parois faiblement désorientées, augmentation de leur désorientation et production de nouveaux HABs sous l'effet de cette augmentation. La recristallisation dynamique géométrique (RDG) peut se produire dans les grains fortement étirés dont la largeur est de l'ordre de la dimension de la sous-structure. Ces grains sont susceptibles de se fragmenter et de former des chapelets de petits grains equiaxes. Ce processus tend à augmenter la fraction volumique de HABs d'une part, lors de l'étirement des grains et d'autre part, lors de leur fragmentation. La recristallisation dynamique discontinue (RDD) se fait en deux étapes. La première qui peut être assimilée à de la germination, se fait généralement aux joints de grains par mécanisme SIBM. Dans un second temps, le germe va pouvoir croitre au dépend des grains voisins plus écrouis par migration de joint de grains avec pour force motrice la différence d'énergie stockée de part et d'autre du joint. Durant son cycle de vie, ce grains sera à son tour déformé, écroui et susceptible de former une sous-structure jusqu'à être remplacé lors de la croissance de nouveaux grains. Ce mécanisme est rarement observé dans les aciers ferritiques. Cependant il sera vu au chapitre IV qu'il est envisageable sur cette nuance.

Dans un premier temps, nous nous intéressons à la ZATM n°1. A priori, un mécanisme de RDC ou RDG est susceptible de contribuer à la formation d'une texture moins aléatoire qu'un mécanisme de RDD. Ce dernier tend à rendre la texture plus aléatoire par germination-croissance successive de nouveaux grains. Cependant, en l'absence de données sur la texture et son intensité attendues dans des conditions de sollicitation thermomécanique du soudage dans le cas de l'occurrence de ces différents mécanismes, la texture obtenue au niveau de la ZATM N°1 ne permet pas de départager ces différents mécanismes. De plus, les trois mécanismes sont susceptibles d'aboutir à une microstructure fine et équiaxe, mais l'évolution vers cette microstructure avec la déformation sera plus ou moins rapide suivant le mécanisme. L'affinement de la microstructure va dans les 3 cas, tendre à augmenter la surface de joints de grains et donc, diminuer la proportion de LABs comparativement aux HABs ce qui peut aboutir à une distribution de désorientation similaire à celle observée en Figure 58a. La chute du KAM et de la proportion de LABs dans la ZATM n°1 serait cohérente avec un mécanisme de RDD. Les parois faiblement désorientées et les cellules de dislocations seraient alors annihilées lors du passage des joints de grains. Le renouvellement permanent de la population de grains par germination-croissance permettrait de maintenir une microstructure globalement équiaxe lors de la déformation. Dans l'hypothèse d'occurrence de la RDC et de la RDG, on peut considérer que les grains les plus gros vont accommoder la déformation et se morceler alors que les petits grains produits par le mécanisme de recristallisation dynamique, sont moins plastiques et auront tendance à beaucoup moins se déformer. C'est notamment le cas lors du filage de la nuance 14Cr ODS [4]. Une fois que les gros grains sont complétement morcelés et que la microstructure est composée uniquement de petits grains semblant peu ou pas déformés, il faut pouvoir justifier que la déformation puisse continuer à avoir lieu sans déformation importante des grains ni morcellement de ces derniers. Karch [4] a suggéré, à partir d'essais de compression à 0,05 s^{-1}, qu'un mécanisme d'accommodation de la déformation par les joints

de grains est susceptible de se produire à haute température (1200 °C) dans ce matériau. Il influencerait le facteur de forme des grains déformés les rendant plus équiaxes et diminuerait la proportion de joints faiblement désorientés par rapport aux observations faites après sollicitation à température plus basse (1000 °C). Ce type de comportement a également été observé par Sugino *et al.* [45] sur acier ODS ferritique à 15 % de chrome sur lequel, un mécanisme combinant glissement aux joints de grains et restauration dynamique dans leur voisinage permettrait d'atteindre à chaud, un comportement proche de la superplasticité même à une vitesse de déformation de l'ordre de 10^{-1} s^{-1}. L'association d'un mécanisme de RDC ou RDG des gros grains qui pourrait expliquer l'affinement de la microstructure, et d'un mécanisme d'accommodation de la déformation par les joints des petits grains, pourrait alors expliquer la formation et le maintien lors de la déformation, d'une microstructure fine et plutôt équiaxe dans la ZATM n°1. Il n'est cependant pas du tout assuré en l'absence de connaissance des températures et des vitesses de déformations observées en soudage, qu'un mécanisme de ce type puisse avoir lieu.

La ZATM n°2 présente quant à elle des signes pouvant être attribués à des mécanismes de type restauration dynamique et RDC. En particulier, on note une augmentation de la désorientation des LABs à l'intérieur des gros grains. Les sous-grains internes à ces derniers pourraient voir leur désorientation augmenter lors de la déformation jusqu'à pouvoir être identifiés eux-mêmes comme des grains.

Plusieurs scenarii peuvent donc être envisagés pour expliquer les évolutions microstructurales induites par le procédé. Il ne semble pas possible de pouvoir répondre à cette question uniquement à partir des caractérisations réalisées sur des soudures et surtout, les caractérisations sur soudures ne donnent pas d'indications directes sur les conditions induisant l'évolution microstructurale observée en termes de déformation, vitesse de déformation et température.

D'autre part, les résultats de diffusion des rayons X aux petits angles montrent que dans les soudures, on a une augmentation du rayon moyen des nano-renforts et une diminution de l'intensité du signal pouvant être corrélée à une baisse de la fraction volumique de ceux-ci. Ces évolutions sont observées préférentiellement au niveau du plan de joint mais la dimension des surfaces analysées pour chaque point de mesure par cette technique reste trop grande par rapport à la dimension des ZATMs. Des caractérisations réalisées sur des échantillons de plus grandes dimensions présentant une microstructure uniforme pourraient aider à améliorer l'interprétation.

En conséquence, la compréhension des mécanismes de recristallisation dynamique dans les ZATM et la caractérisation plus précise de l'effet du soudage sur les renforts nécessite entre autres, la connaissance de l'historique thermomécanique de chacune des zones constituant la soudure.Une première étape pour apporter de la compréhension à l'origine de ces évolutions consiste donc à déterminer les chargements thermomécaniques locaux imposés par le procédé au matériau à l'aide de simulation numérique de l'opération de soudage (cf. paragraphe 4).

3.3 Les microstructures de soudage de la nuance ODS à 9 % de chrome

Les résultats présentés dans cette partie sont obtenus à partir de cartographies EBSD sur une soudure réalisée à paramètres (I_9, F_9, t_9) avec un diamètre de bouchon de 10 mm.

3.3.1 Microstructures granulaires dans la soudure

Les informations quantitatives utilisées pour décrire les zones identifiées sur la soudure, à savoir, le métal de base, la ZAT et la ZATM, sont obtenues à partir de cartographies EBSD de dimension 50 x 100 µm² et réalisées avec un pas de 100 nm, dont des extraits sont présentés en Figure 63.

Une ZATM est visible au voisinage de l'ex-plan de joint sur une bande de quelques dizaines de micromètres de large. La microstructure associée plutôt équiaxe, présente un diamètre moyen de 1,5 µm (± 0,9 µm). De la martensite peut être présente dans cette zone. Toutefois, il est difficile d'identifier la structure en lattes, blocs ou paquets de la martensite sur les aciers ODS à transformation de phase par EBSD, comme évoqué dans la littérature [158][89]. L'identification de cette structure ne sera pas non plus faite dans ces travaux.

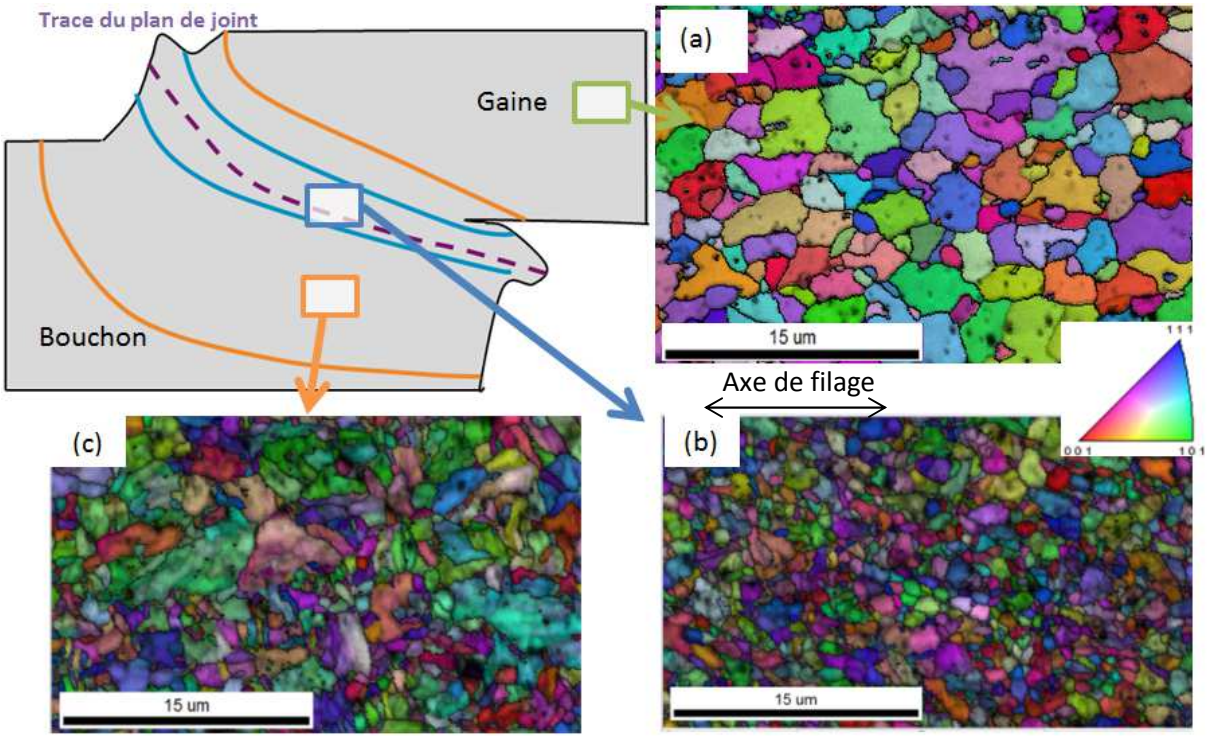


Figure 63 – Soudure en nuance d'acier 9Cr ODS réalisée à paramètres (I_9, F_9, t_9) : microstructure des zones caractéristiques identifiées dans la soudure (cartographies d'orientation – directions parallèles à l'axe de filage) pour (a) le métal de base, (b) la ZATM et (c) la ZAT.

La ZAT peut être distinguée du MB de manière très claire en visualisant les cartographies EBSD en qualité d'image (IQ). Le MB apparait avec une qualité très élevée et la ZAT avec une qualité plus faible, comme détaillé en Annexe 1. Elle s'étend de part et autre de la ZATM bordant la trace du plan de joint dans des zones n'ayant pas subi de déformations (cf. chapitre 2 paragraphe 4). Cette ZAT mesure environ 1000 µm de large côté bouchon et 200 µm de large côté gaine. Sa microstructure est composée de grains polygonaux de quelques micromètres de diamètre et présentant de nombreuses sous-structures, associés à de petits grains (microniques ou sub-microniques) sans morphologie particulière. Le diamètre moyen des grains dans cette zone est de 2.9 µm (± 2 µm).

Dans le métal de base, on observe une microstructure avec des grains plutôts équiaxes d'une taille moyenne de l'ordre de 4,5 µm (similaire à celle décrite au paragraphe 2.2.2.1).

Dans la ZAT, la microstructure évolue peu entre la limite ZAT-MB et la limite ZAT-ZATM. En particulier, des grains de quelques microns de diamètre et fortement sous-structurés, sont observés dans toute la ZAT y compris à proximité de la limite ZAT-MB où les températures maximales atteintes sont proches de la température de fin de transformation austénitique (et donc inférieures à la température de début

de transformation en ferrite delta). Ceci suggère que ces grains ne seraient pas composés de ferrite delta résiduelle.

3.3.2 Textures locales dans la soudure

Les figures de pôle {110} obtenues par EBSD sont présentées en Figure 64. On remarque une texture de fibre α toujours observable dans le MB mais avec une intensité maximale faible. La transformation de phase subie par la ZAT lors du soudage tend logiquement à atténuer cette texture. La ZATM présente quant à elle, une figure de pôle associée à une texture de cisaillement se rapprochant de ce qui a pu être observé dans la ZATM n°1 sur soudure de nuance d'acier 14Cr ODS (cf. Figure 57).

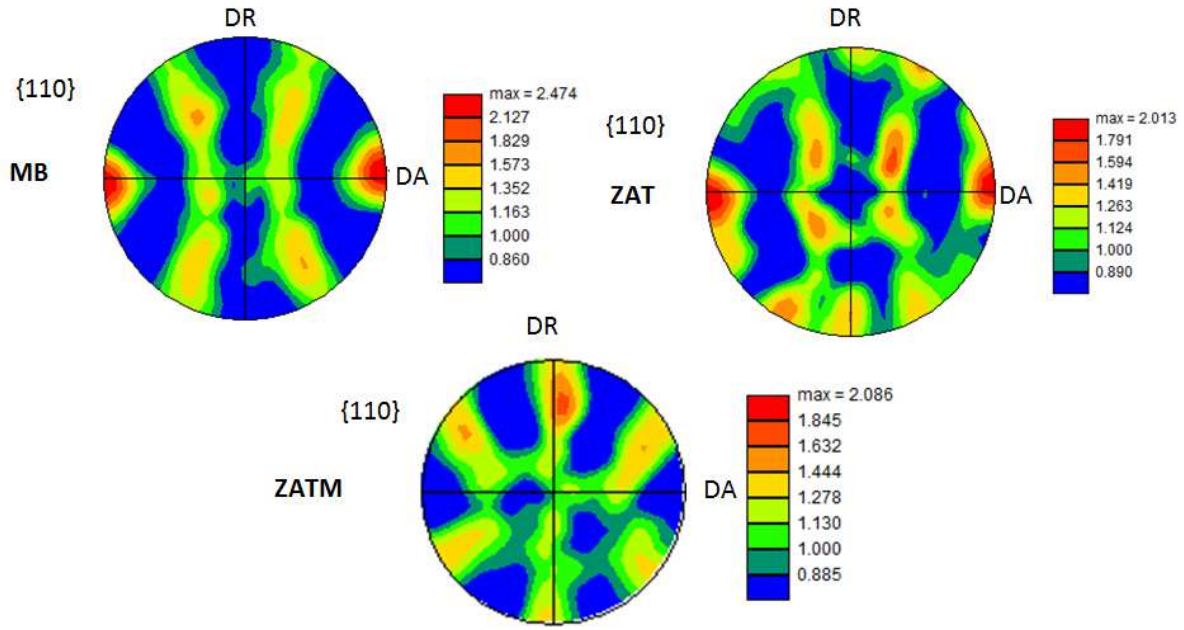


Figure 64 – Soudure en nuance d'acier 9Cr ODS réalisée à paramètres (I_9, F_9, t_9) : figures de pôles {110} pour les différentes zones de la soudure : MB, ZAT et ZATM.

3.3.3 Evolution des distributions de désorientation et de la désorientation intra-granulaire

Les distributions de désorientation sont présentées en Figure 65. Le paramètre KAM est calculé de la même manière que sur la nuance 14Cr ODS (cf. paragraphe 3.2.3). On observe que les grains du MB, formés lors du refroidissement lent, présentent une désorientation intragranulaire très faible (Figure 65a), en cohérence avec la faible densité de dislocations attendue. La proportion de parois de faible désorientation est également faible dans cette zone (Figure 65b). A l'inverse, pour la ZAT et la ZATM on note une forte augmentation de la KAM par rapport au MB. De plus, une forte augmentation de la proportion de joints de faible désorientation est observée. Egalement, une plus forte proportion de joint de désorientation entre 50 ° et 60 ° est notée, avec notamment une proportion de joints de macle (joints Σ3, présentant une désorientation 60 °) de 7 % pour la ZAT et 5 % dans la ZATM contre moins de 2 % dans le MB.

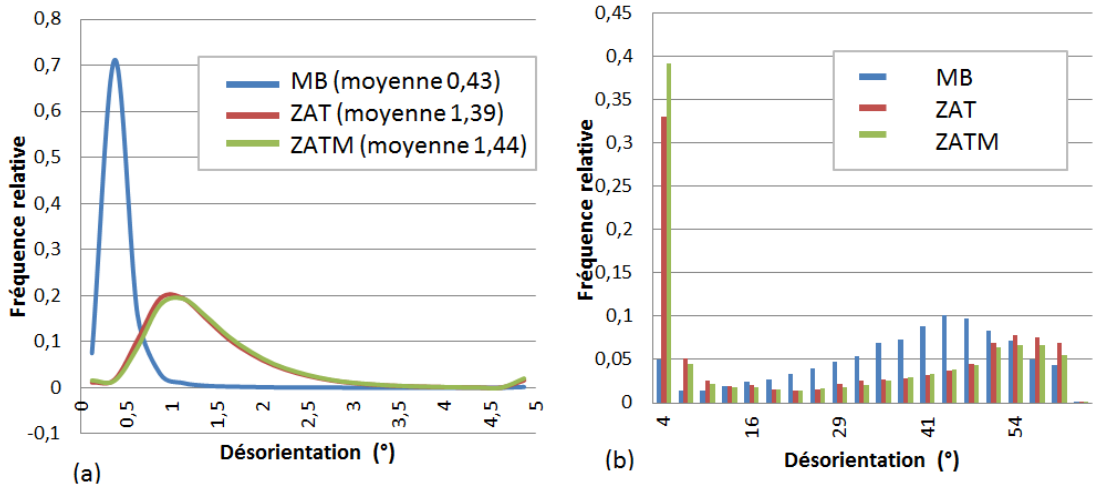


Figure 65 – Soudure en nuance d'acier 9Cr ODS réalisée à paramètres (I_9, F_9, t_9) : (a) distribution de KAM (enveloppes des histogrammes discrétisés à 0,25 °, évalués sur les voisins du 2nd rang, pas de 100 nm) et (b) distribution de désorientation pour les différentes zones de la soudure (MB, ZAT et ZATM).

3.3.4 Répartition des éléments chimiques

Des caractérisations par microsonde de Castaing ont été réalisées sur soudure dans une zone englobant une partie des ZAT et ZATM (Figure 66). Les cartographies de répartition en éléments mettent en évidence une répartition plus uniforme du chrome au niveau du plan de joint, comparativement à la ZAT ou au MB. Les points riches en chrome qui sont observés et alignés suivant l'axe de filage dans la ZAT et le MB, tendent à s'atténuer et à s'étaler sous l'effet de la déformation dans la ZATM. En revanche, la répartition en éléments associés aux renforts ne semble pas modifiée : en particulier, les points riches en titane présents dans le MB et la ZAT sont toujours observables dans la ZATM sans modification notables à cette échelle d'analyse. L'yttrium apparait réparti uniformement.

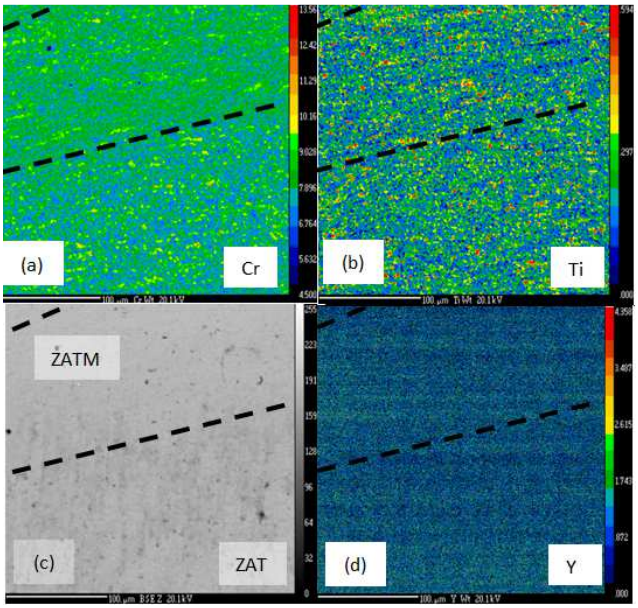


Figure 66 – Soudure en nuance d'acier 9Cr ODS réalisée à paramètres (0,8I_9, F_9/2, t_9) : cartographies de répartition obtenues en microsonde de Castaing : (a) répartition du chrome, (b) répartition du titane, (c) image en électrons rétrodiffusés et (d) répartition de l'yttrium. (Concentration croissante du bleu vers le rouge).

3.3.5 Caractérisation de l'état de précipitation par diffusion des rayons X aux petits angles

De même que sur la nuance d'acier 14Cr ODS, l'état de précipitation des nano-renforts est analysé sur soudures par DXPA. Le pas de mesure est de 100 µm. Comme pour les caractérisations sur les soudures en nuance d'acier 14Cr ODS, la zone analysée pour chaque point de mesure a une dimension de l'ordre de 300 x 200 µm².

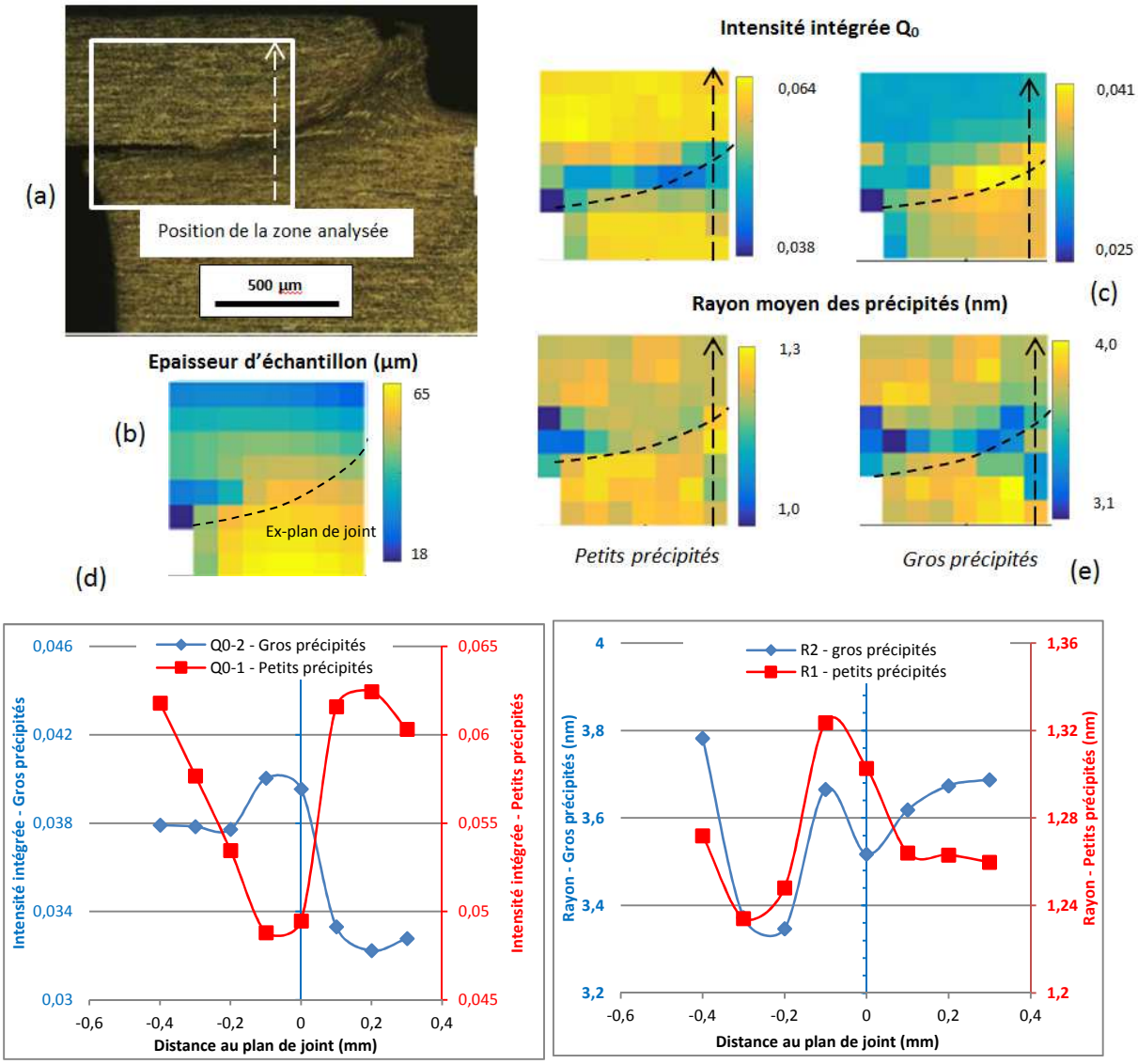


Figure 67 - Soudure en nuance d'acier 9Cr ODS réalisée à paramètres (0,8I₉, F₉/2, t₉) : (a) macrographie de la soudure et (b) cartographie d'épaisseur sur la zone d'analyse. (c) Cartographie de l'intensité intégrée Q_0 et du rayon moyen des précipités. (d) Evolution d'intensité intégrée à travers la soudure (flèche verticale sur cartographies (c)), (e) évolution du rayon des précipités à travers la soudure.

La Figure 67 présente l'évolution de l'intensité intégrée du signal mesuré et du rayon moyen des précipités sur la zone analysée. La position de la cartographie peut être évaluée à l'aide de la cartographie d'épaisseur de l'échantillon (Figure 67b). Les cartographies d'intensité intégrée et de rayon des précipités sont présentées en Figure 67c. Des filiations de ces paramètres suivant la flèche verticale des cartographies de la Figure 67c sont présentées en Figure 67d et e.Comme pour la nuance d'acier 14Cr ODS, deux population de précipités sont considérées et identifiées par leur rayons R_1 et R_2, avec $R_1 < R_2$. On note au voisinage du plan de joint, une diminution de l'intensité intégrée associée à la population de petits précipités (rayon moyen ≈ 1,3 nm). Cette diminution est de l'ordre de 15 % de l'intensité identifiable à grande distance du plan de joint. L'intensité associée à la seconde population (rayon moyen ≈ 3,6 nm) semble légèrement supérieure dans le bouchon et au niveau du plan de joint comparativement à ce qui est observé dans la gaine. Cette légère augmentation compense donc en partie, la diminution d'intensité de la population de petits précipités. Ces variations d'intensité intégrée restent faibles. On note de plus, que les rayons moyens évoluent peu à travers la soudure, bien qu'une légère augmentation de la taille des petits précipités puisse être soupçonnée. Cependant, comme sur la nuance d'acier 14Cr ODS, la taille du faisceau étant supérieure à la largeur de la ZATM, les paramètres identifiés pour un point donné de mesure sont évalués à partir du signal diffusé sur une zone de taille supérieure à la ZATM.

3.3.6 Micro-dureté

Les filiations de micro-dureté traversant les soudures révèlent une forte augmentation de dureté entre le MB et la ZAT (Figure 68).

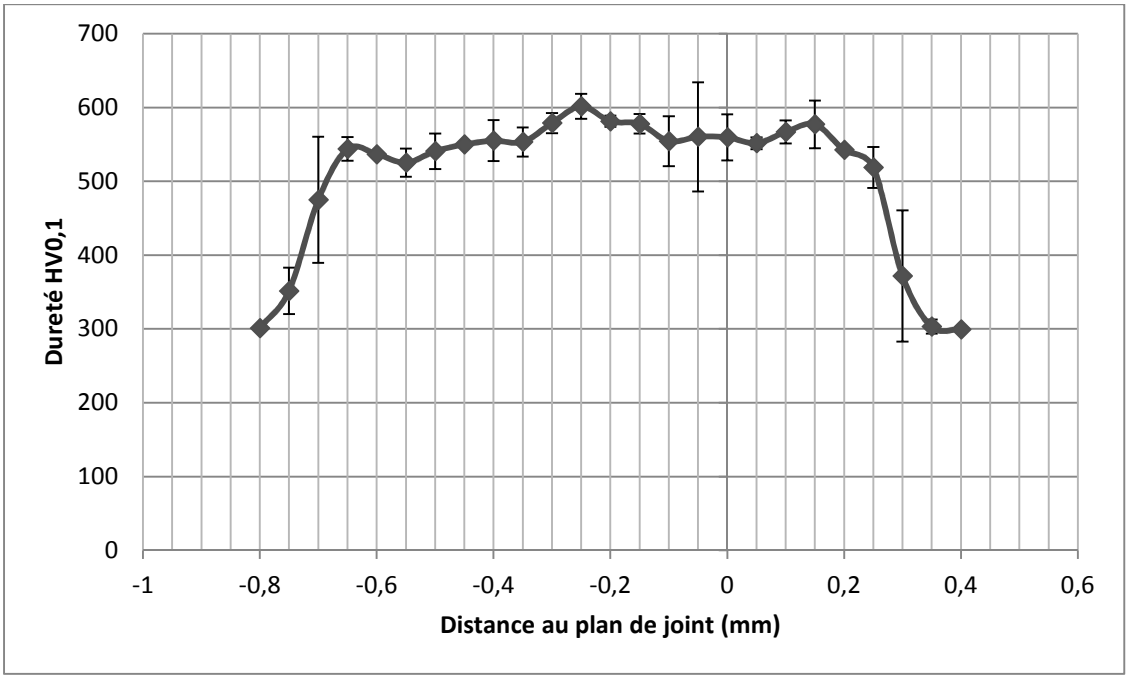


Figure 68 – Soudure en nuance d'acier 9Cr ODS réalisée à paramètres (0,8I_9, F_9/2, t_9) : filiation de dureté traversant la soudure à 45 ° par rapport à l'axe de la gaine (valeur moyenne sur 4 filiations parallèles et écart-type associé).

On passe d'une valeur de 290 $HV_{0,1}$ dans le MB à un plateau de dureté de 540 $HV_{0,1}$ avec une transition d'une centaine de micromètres). Des variations de 20 $HV_{0,1}$ sont observées sur la valeur du plateau de la ZAT pour les différents jeux de paramètres de soudage testés (intensité de I_9 +/- 0,25I_9, force de $F_9/2$ à F_9). Ces variations sont inférieures à l'erreur de mesure de cette technique (de l'ordre de 10 %). Comme pour les ZATM des soudures de la nuance d'acier 14Cr ODS, les filiations de micro-dureté ne mettent pas en évidence de différence significative de dureté entre la ZATM et la ZAT. La présence d'un palier constant dans la ZATM et la ZAT avec une variation brusque au niveau du MB, laisse penser à la présence majoritaire de martensite dans ces zones.

3.3.7 Synthèse et discussion sur les spécificités microstructurales des soudures en nuance 9Cr ODS

Les caractérisations EBSD sur les soudures mettent en évidence dans la ZAT une microstructure composée de grains polygonaux de quelques micromètres de diamètre présentant de nombreuses sous-structures, et entourés de petits grains submicroniques. Cette microstructure présente une dureté élevée (≈ 550 $HV_{0,1}$) comparativement au MB.

Lors du passage de la ZAT à la ZATM, un affinement de microstructure est observé. La microstructure de la ZATM est plus équiaxe avec une taille de grains proche du micromètre. La texture de cette zone se rapproche de celle observée au niveau du plan de joint sur les soudures en nuance d'acier 14Cr ODS. Elle semble donc correspondre à une texture obtenue par cisaillement sur acier ferritique.

Sur les nuances d'aciers 9Cr ODS, au chauffage, la transformation austénitique peut être suivie d'une transformation en ferrite delta si les températures le permettent. Au refroidissement, la transformation martensitique est observée dans la littérature, pour des vitesses de refroidissement supérieures à quelques degrés par seconde [89]. Pour des vitesses inférieures à 0,1 °C/s, le matériau est entièrement ferritique. Les transformations bainitiques ne sont pas observées. Les microstructures observées dans la ZAT et la ZATM ne peuvent pas être identifiées avec certitude comme des microstructures martensitiques, bien qu'elles se situent dans une zone chauffée et refroidie très rapidement (vitesse de refroidissement dans la ZAT de l'ordre de 1000 °C/S, comme présenté en partie 4.4.1), notamment du fait de l'impossibilité d'identifier distinctement des lattes de martensite, comme évoqué dans la littérature [89] (la structure en lattes pouvant n'apparaitre sur les cartographies EBSD qu'en utilisant un pas de mesure de 10 nm) et de distinguer la ferrite et la martensite en EBSD.

Les distributions de désorientations et de KAM observées dans la ZAT et la ZATM sont très similaires. Elles semblent donc ne pas refléter les déformations subies par le matériau mais être induites par le cycle thermique. De plus, la distribution de désorientation dans ces zone est caractérisée par une forte proportion de parois de très faible désorientation ($\theta < 4$ °) et de désorientations comprises entre 50 ° et 60 °. Ces caractéristiques ont déjà été signalées dans des aciers martensitiques, ODS ou non [158][60][159]. La forte proportion de parois de désorientation comprises entre 50 ° et 60 ° peut s'expliquer par le fait que les désorientations intervariants possibles après transformation de phase au refroidissement suivant une relation d'orientation de Kurdjumov-Sach (K-S) ou de Nishiyama-Wassermann (N-W), sont majoritairement inclues dans cette plage [60][159]. En particulier, l'augmentation significative de la proportion de joints Σ3 (7 % dans la ZAT, contre 2 % dans le MB) pourrait être le résultat de la transformation respectant une relation d'orientation de type K-S.

Pour expliquer la différence de microstructure entre la ZAT et la ZATM, la situation est plus complexe que sur la nuance d'acier 14Cr ODS. En effet, les phénomènes susceptibles d'être à l'origine de cette microstructure peuvent faire intervenir les changements de phase du matériau (qui peut être en phase

ferritique (α ou δ) ou austénitique lors de la déformation), les phénomènes de recristallisation dynamique dans ces différentes phases et les changements de phase au refroidissement. Il n'est pas possible de répondre à cette question uniquement à partir de caractérisations réalisées sur des soudures.

Concernant l'effet du soudage sur les renforts, comme sur la nuance d'acier 14Cr ODS, la caractérisation de l'état de précipitation dans la soudure par DXPA met en évidence une légère augmentation du rayon dans la population des petits précipités nanométriques et une diminution de leur fraction volumique au voisinage du plan de joint. Des caractérisations réalisées sur des zones uniformes de plus grandes dimensions pourraient néanmoins aider à améliorer cette interprétation.

La compréhension de la nature exacte et des mécanismes de formation des ZAT et des ZATM et la caractérisation plus précise de l'effet du soudage sur les renforts nécessite, entre autres, la connaissance du chargement thermomécanique imposé par le procédé au matériau dans ces zones. Ce chargement peut être estimé en utilisant les outils de simulation numérique.

4 Simulation numérique du soudage par résistance des gaines

Il a été observé dans la partie précédente que le procédé de soudage induit des modifications microstructurales dans les soudures, à l'échelle des grains et des nanorenforts. Afin d'apporter plus de compréhension sur l'origine et la nature exacte de ces phénomènes, une première étape consiste à déterminer les cycles thermomécaniques imposés localement au matériau en fonction des paramètres de soudage choisis. Pour cela, une simulation numérique est mise en place à l'aide du logiciel commercial MARC, développé par MSC Software, et qui utilise la méthode des éléments finis.

Dans cette partie, les 2 premiers paragraphes sont consacrés aux hypothèses et modèles pris en compte dans la simulation. Une troisième sous-partie traite de la validation de la simulation par comparaison des résultats de calculs aux observables expérimentaux. La dernière sous-partie est consacrée à la description du déroulement du procédé à l'échelle globale de la soudure puis à l'échelle locale au sein de cette dernière. Nous mettons en évidence les chargements thermomécaniques subis localement par le matériau, ainsi que l'influence de la composition du matériau pris en compte, de la géométrie du bouchon et des paramètres de soudage sur ces chargements.

4.1 Description des modèles physiques utilisés

4.1.1 Phénomènes pris en compte, équations à résoudre et procédure de résolution

Comme évoqué dans le chapitre 1, le soudage par résistance en bout implique des phénomènes électriques, thermiques et mécaniques couplés. La méthode de résolution des équations régissant ces phénomènes consiste tout d'abord à résoudre, à chaque incrément, le problème électrique en régime permanent. L'inertie électrique est généralement considérée comme très faible en comparaison des temps caractéristiques de soudage par résistance [127]. L'équation de la conservation de la charge peut alors s'écrire comme :

$$div\left(\sigma^{elec}.\overrightarrow{grad}(V)\right) = 0 \quad (1)$$

avec σ^{elec} la conductivité électrique et V le potentiel électrique.

Dans un second temps, le problème thermique est résolu en régime transitoire en utilisant les densités de courant calculées à l'étape précédente pour évaluer la puissance thermique produite par effet Joule. Dans ces conditions, l'équation de la chaleur peut s'écrire sous la forme :

$$\rho C \frac{\partial T}{\partial t} = div\left(\lambda . \overrightarrow{grad}(T)\right) + \overrightarrow{grad}^T(V) . \sigma^{elec} . \overrightarrow{grad}(V) + Q \quad (2)$$

avec λ la conductivité thermique, ρ la masse volumique, C la capacité calorifique massique, T la température et Q un terme source correspondant à la production d'énergie interne. Concernant le terme Q, un coefficient de Taylor-Quinney [160][161] constant de valeur 0,9 a été utilisé pour évaluer l'impact du chauffage par déformation plastique. Cette valeur traduit le fait qu'environ 90 % de l'énergie mécanique est transformée sous forme de chaleur. Une valeur constante comprise entre 0,8 et 1, est fréquemment utilisée dans les simulations de procédés associant sollicitation mécanique sévère et chauffage par déformation plastique, comme le soudage par friction malaxage [162][163][105], le laminage à chaud [4] ou l'usinage [164]. Ce choix constitue une simplification du problème réel puisque ce paramètre dépend en réalité de la déformation via l'énergie stockée sous forme de défauts induits par cette dernière, de la vitesse de déformation et de la température [165]. Cependant, il a été observé ici, qu'à la fois le chauffage par déformation plastique et le chauffage par frottement à l'interface entre gaine et bouchon, ont un impact négligeable sur le champ de température comparativement à l'effet Joule. Ce facteur Q peut donc être négligé dans notre cas.

En dernier lieu, le problème mécanique est résolu en prenant en compte les températures locales pour évaluer les propriétés mécaniques du matériau. L'équation d'équilibre statique s'écrit comme suit :

$$div(\boldsymbol{\sigma}) = 0 \quad (3)$$

avec **σ** le tenseur des contraintes vraies. Le problème mécanique est traité dans son approche Lagrangienne avec une formulation dite réactualisée. Les tenseurs calculés sont celui des déformations logarithmiques et celui des contraintes de Cauchy. Le tenseur gradient de la transformation est décomposé de manière multiplicative entre contribution élastique, thermique et viscoplastique.

Aucun modèle métallurgique n'est pris en compte pour la nuance d'acier 9Cr ODS (ou pour le matériau modèle P91, non ODS). Ainsi, nous ne calculerons pas les proportions de phase et leurs éventuels effets.

4.1.2 Modèles et propriétés des matériaux

Pour les électrodes en cuivre, seul le comportement électrothermique est modélisé à partir de données issues de la bibliographie et présentées en Annexe 2. Il a été observé que ces propriétés sont très peu influentes sur les observables de calculs. Nous abordons dans ce paragraphe, seulement la modélisation des matériaux de bouchons et de gaines qui sont les nuance d'aciers 9Cr ODS, 14Cr ODS et le matériau modèle non renforcé P91. Des détails complémentaires se trouvent en Annexe 2. Les matériaux sont considérés isotropes.

Les propriétés électriques (σ^{elec}) et thermiques (λ, ρ et C) sont issues de déterminations expérimentales présentées dans [166][167][168] et extrapolées aux hautes températures. La déformation thermique est calculée à partir du coefficient de dilatation instantané obtenu à partir de mesures de dilatométrie au chauffage et à une vitesse de 1 °C/s. Les propriétés des matériaux utilisées sont issues de déterminations expérimentales présentées dans [166][167][168] et extrapolées aux hautes températures. La sensibilité des observables à ces propriétés a été évaluée afin d'identifier les propriétés les plus influentes (aspect évoqué en Annexe 2).

Concernant le comportement mécanique, la contrainte d'écoulement est reliée à la déformation et à la vitesse de déformation via une loi de comportement élasto-visco-plastique. L'écrouissage isotrope est pris en compte par la loi de Voce : $R = R_{inf}(1 - \exp(-b.p))$, avec p la déformation plastique cumulée et R_{inf} et b des paramètres du modèle. La vitesse de déformation est reliée à la contrainte d'écoulement via une loi puissance : $\dot{p} = \left(\frac{\langle\sigma_0 - R - \sigma_y\rangle}{K}\right)^n$, avec σ_y la limite élastique, K et n des paramètres du modèle et < > représentant la partie positive de l'expression entre crochets. Nous avons identifié les paramètres du modèle expérimentalement en réalisant des essais de traction-relaxation sur les deux nuances d'aciers ODS de l'étude et sur le matériau modèle P91 à l'aide d'un simulateur Gleeble 3500 avec des vitesses de déformation allant de 0,05 s^{-1} à 25 s^{-1}, et des températures de 950 °C, 1100 °C et 1250 °C. Les résultats de l'identification des paramètres de la loi de comportement sont présentés en Annexe 2.

4.2 Géométrie, maillage et conditions aux limites

4.2.1 Géométrie et maillage

Les pièces à souder ainsi que les deux électrodes sont prises en compte en géométrie 2D axisymétrique (Figure 69).

Les maillages utilisés pour les calculs électrique, thermique et mécanique sont identiques. Des éléments quadrangles bi-linéaires à 4 nœuds et 4 points d'intégration sont utilisés car ils permettent dans le logiciel MARC, le remaillage automatique lors du calcul contrairement aux éléments non linéaires. Les extrémités du bouchon et de la gaine au voisinage du plan de joint font l'objet d'un remaillage automatique lors du calcul afin d'éviter la distorsion prononcée des éléments dans les zones les plus déformées. Ceci permet d'accéder à une description fine de l'évolution des grandeurs physiques dans ces zones. Ceci est indispensable pour décrire les cycles thermomécaniques dans la soudure et particulièrement, au voisinage du plan de joint.

Le remaillage est programmé à intervalles d'incréments réguliers lors des phases du procédé présentant une forte vitesse de déformation.

4.2.2 Conditions aux limites

La Figure 69 présente le maillage initial ainsi que les conditions aux limites utilisées. L'apport de courant est simulé via une densité de courant continu uniforme J (A/m²) sur l'extérieur de l'électrode côté bouchon. La valeur de l'intensité est prise égale à la valeur efficace du courant de consigne expérimental. Cette approximation est fréquemment utilisée pour prendre en compte un courant redressé lissé et est peu influente sur le champ de température comme justifié par Monnier [127]. Un potentiel électrique nul est appliqué en surface extérieure de l'électrode côté gaine. Une température constante (T = 20 °C) est appliquée sur ces mêmes surfaces, de manière à prendre en compte le refroidissement du support par circulation d'eau. Toutes les autres surfaces sont prises adiabatiques. Nous avons vérifié par simulation, que la convection naturelle (avec un coefficient de transfert thermique de 20 $W.m^{-2}.K^{-1}$) et le rayonnement vers l'extérieur, sont peu influents sur le champ de température. La puissance dissipée par ces deux effets à travers les surfaces de contact avec l'extérieur est très faible devant la puissance générée par effet Joule. L'effort compressif du vérin est distribué sur les nœuds à l'extrémité gauche du bouchon tandis que les déplacements de l'extrémité droite de la gaine sont bloqués.

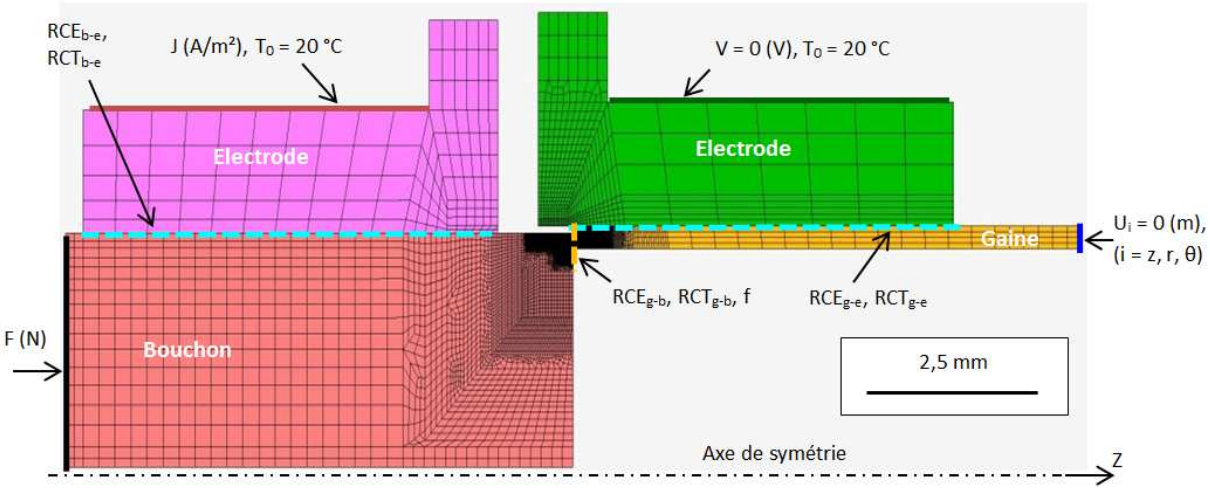


Figure 69 – Représentation des conditions limites et de contact et du maillage utilisé pour la simulation numérique du soudage par résistance sur géométrie gaine-bouchon.

4.2.3 Conditions de contact

Comme nous l'avons vu au chapitre 1, les contacts entre les pièces et les électrodes ont une influence importante sur le déroulement de l'opération de soudage par résistance. Dans cette simulation, les contacts entre bouchon et électrode (noté b-e), gaine et électrode (noté g-e) ainsi que gaine et bouchon (noté g-b), sont pris en compte d'un point de vue électrique, thermique et mécanique. Pour la prise en compte des conditions de contact électrique et thermique, nous avons choisi la troisième méthode évoqué dans le paragraphe 4.2 du chapitre 1, c'est à dire l'application sur une couche de mailles surfacique de résistances de contact électriques (RCE) et thermiques (RCT) entre ces différents corps. L'approche est donc macroscopique et consiste à imposer un coefficient de transfert thermique et une conductivité électrique de contact aux interfaces. Les valeurs des paramètres des modèles de résistance de contact (RC) ont été calibrées entre autres, via le développement d'expériences spécifiques de chauffage et refroidissement sur l'installation de soudage par résistance SOPRANO. Ces valeurs sont prises dépendantes de la température. Le détail de la calibration de ces modèles est décrit en Annexe 3 et dans [169]. Dans ce paragraphe, nous présentons seulement une synthèse de ces travaux.

L'exploitation d'essais de soudage engendrant la fusion au contact b-e et non dans la soudure, a montré que des valeurs différentes de ces paramètres doivent être imposées pour les contacts bouchon-électrode et gaine-électrode comme indiqué en Annexe 3. Des méthodes d'identification différentes ont donc été utilisées pour ces 2 surfaces de contacts ainsi que pour le contact g-b.

Pour l'interface b-e, une méthode inverse associée à une approche expérimentale sur géométrie spécifique représentative du contact b-e, est développée pour calibrer des valeurs de RCE et RCT en fonction de la température. Dans le cas de l'interface g-e, une approche analytique basée sur un modèle de Cooper-Mikic-Yovanovich [170] est utilisée pour déterminer la dépendance des RCE et RCT en fonction de la température et de la pression en prenant en compte la géométrie des micro-contacts à l'interface sous l'effet de ces paramètres. Les données d'entrées sont les conductivités thermiques et électriques des matériaux, la dureté du matériau le plus ductile (ici, l'alliage CuCrZr des électrodes) et les paramètres micro-géométriques des surfaces extérieures de la gaine et intérieures de l'électrode

(que nous avons caractérisées). La cohérence des valeurs de ce modèle a été vérifiée via la comparaison avec une expérience instrumentée spécifique de chauffage et de refroidissement sur une éprouvette g-b sans plan de joint (dite « monobloc »). Une résistance de contact électrique entre gaine et bouchon est évaluée par recalage des résultats de la simulation sur des expériences de chauffage sur éprouvette g-b avec et sans plan de joint avec pour observable, la résistance électrique entre 2 points de mesures situés de part et d'autre du plan de joint. Les méthodes de détermination de ces paramètres sont présentées en Annexe 3.

Il est important de noter que les approches utilisées n'ont pas pour objectif de déterminer des valeurs précises de RC. La signification physique des valeurs de RC obtenues n'est parfois pas assurée. Le seul objectif visé est de calibrer des modèles de RC afin d'obtenir une bonne cohérence entre simulation et expérience sur des observables détaillés dans le paragraphe 4.3. En effet, ces approches macroscopiques présentent plusieurs limites. Premièrement, l'interface réelle entre gaine, bouchon et électrodes, n'est pas modélisée. Les températures en surface des pièces ne correspondent pas aux températures réelles au niveau des aspérités de surface qui sont susceptibles, dans le cas d'un chauffage rapide sous l'effet d'un courant électrique important, de chauffer plus rapidement et donc d'induire une décroissance des résistances de contact également plus rapide que ce qu'une approche par des paramètres macroscopiques équivalents RCE et RCT peut décrire. Ceci peut entrainer une surévaluation des valeurs de RCE et RCT [129]. Secondement, la présence d'oxydes (mauvais conducteurs) au niveau des micro-contacts est négligée dans l'application du modèle CMY utilisé pour évaluer la $RCE_{g\text{-}e}$ (RCE du contact g-e). La surface de contact électrique réelle est alors inférieure à la surface prise en compte dans cette approche, entrainant cette fois, une sous-évaluation du paramètre $RCE_{g\text{-}e}$.

Du point de vue mécanique, les contacts b-e et g-e sont considérés collants. Concernant le contact g-b, un coefficient de frottement de Coulomb f, de valeur constante prise égale à 0,6, est appliqué de manière à autoriser (tout en le limitant) un glissement le long du plan de joint qui est observable dans certaines configurations de soudage. La valeur de ce coefficient est déterminée par méthode inverse, sur des géométries de soudage propices au glissement de la gaine à l'extérieur du bouchon (par exemple en présence d'un chanfrein sur la gaine et le bouchon, géométrie non présentée dans ce document, avec pour observable la géométrie du joint soudé).

4.3 Validation de la simulation par comparaison à l'expérience

Pour la validation du modèle numérique, les simulations ont été comparées à de nombreux essais de soudage réalisés dans des conditions différentes pour une grande plage de paramètres de soudage et de géométries de bouchons. Les observables retenus et décrits dans la suite sont : la forme et la taille de la ZAT, l'affaissement en cours de soudage et la forme de la soudure (contour des bourrelets) et de la trace du plan de joint. La bonne répétabilité et la robustesse du procédé de soudage, ont été vérifiées sur au moins 3 essais de soudage pour s'assurer de pouvoir comparer l'expérience et la simulation dans de bonnes conditions [171].

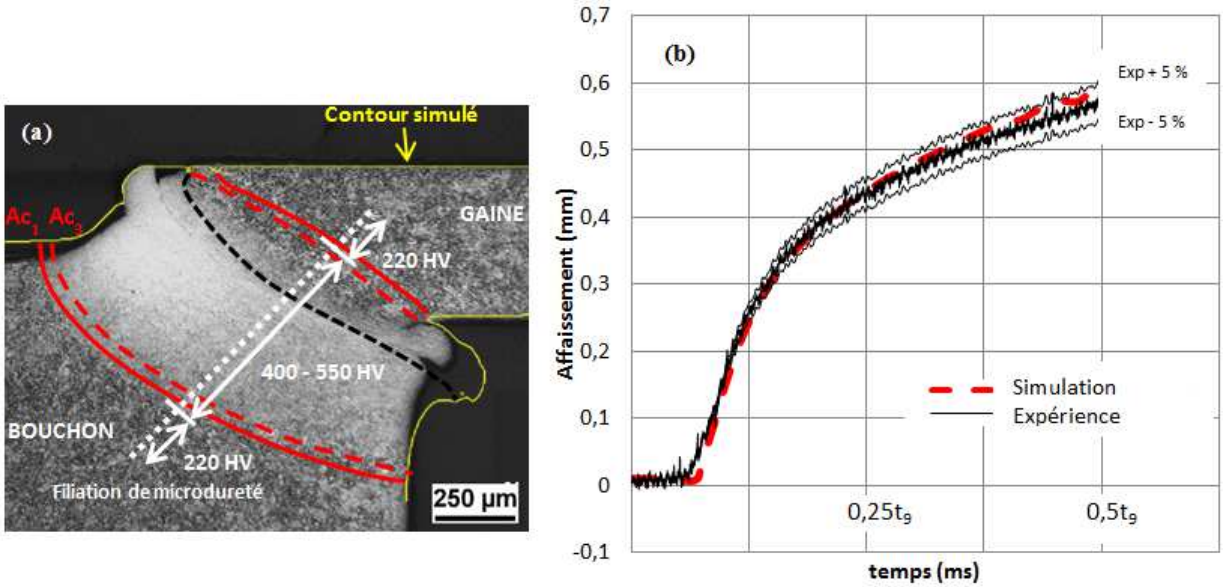
Ces travaux sont menés sur le matériau modèle P91 dont les propriétés matériau utilisées pour la simulation sont présentées en Annexe 2. Cette nuance d'acier martensitique à 9 % de chrome auto-trempante, présente une transformation de phase austénitique au chauffage et martensitique au refroidissement (pour les refroidissements rapides). Cette caractéristique permet de comparer les tailles et formes de la ZAT des soudures (déterminées par filiation de micro-dureté et attaque chimique au réactif de Villela) au champ de température simulé. Pour évaluer la dimension de la ZAT simulée,

les températures Ac1 de début et Ac3 de fin de transformation austénitique, sont évaluées pour les cinétiques de chauffage par résistance en bout qui sont de l'ordre de 10^5 °C/s. La forme et la taille de la zone délimitée par les isovaleurs de température Ac1 et Ac3 sont ensuite superposées et comparées aux ZAT observées expérimentalement. Cette approche qui n'utilise pas de calcul métallurgique, est applicable du fait qu'une augmentation constante de la taille de la ZAT est observée avec le temps de soudage (en simulation et également expérimentalement sur des essais de soudage interrompus avant leur terme). Les valeurs de Ac1 et Ac3 ont été prises égales à celles déterminées par essais de dilatométrie par Roux [172] pour des vitesses de chauffage comprise entre 0,1 °C/s et 100 °C/s. Nous avons aussi réalisé des mesures complémentaires sur installation Gleeble à 600 °C/s et 1000 °C/s. L'identification de la dépendance des températures de transformation en fonction de la vitesse de chauffage $\dot{T}$ dans la plage d'essais donne : $\mathrm{A_{c1}}(°\mathrm{C}) = 868{,}5 + 15{,}98\log(\dot{\mathrm{T}})$ (coefficient de corrélation $r^2 = 0{,}96$) et $\mathrm{A_{c3}}(°\mathrm{C}) = 913{,}9 + 18{,}32\log(\dot{\mathrm{T}})$ ($r^2 = 0{,}92$).

L'extrapolation à la cinétique de chauffage du soudage par résistance donne Ac1 ≈ 950 °C et Ac3 ≈ 1000 °C. La Figure 70 présente la superposition des isovaleurs de température Ac1 et Ac3 et du contour de la soudure simulés avant le début du refroidissement, avec la macrographie d'une soudure réelle obtenue pour des paramètres de soudage (I_9, $t_9/2$, F_9). La position d'une filiation de micro-dureté traversant la soudure et formant un angle de 45 ° par rapport à l'axe de la gaine est tracé ainsi que la délimitation entre ZAT et MB identifiée par la chute de la valeur de dureté (passage d'environ 450 $HV_{0,1}$ à environ 220 $HV_{0,1}$). On observe une bonne correspondance entre les dimensions de la ZAT simulée et la taille de la zone dont la dureté est augmentée, particulièrement pour les temps de soudage longs. Qualitativement, une bonne cohérence est notée entre la forme de la ZAT révélée par attaque chimique et la forme des isovaleurs de température représentées. La forme générale du joint soudé est également bien reproduite dans la simulation. Sur la Figure 70a, on peut noter un décalage de quelques dizaines de micromètres entre la surface extérieure réelle du bouchon et sa surface simulée. Ce point peut être attribué à un défaut d'alignement expérimental entre les pièces à souder, fréquemment observé sur l'installation SOPRANO.

Comme évoqué dans le paragraphe 1.1 du chapitre 2, le déplacement en cours de soudage de la partie mobile de l'installation, sur laquelle est monté le bouchon lors des essais de soudage, est mesuré. Nous désignons cette grandeur « affaissement » et la considérons comme observable. L'erreur de mesure est de 0,1 µm. Comme illustré en Figure 70b, une mesure d'affaissement lors d'un essai de soudage se divise en une phase durant laquelle le déplacement est faible, suivi de la phase de déformation de la gaine et du bouchon durant laquelle la longueur de l'assemblage bouchon-gaine chute. Dans les simulations, les courbes d'affaissement sont obtenues par tracé du déplacement axial d'un nœud du bouchon situé sur l'extrémité opposée au plan de joint. La simulation mise en place permet de retrouver des évolutions d'affaissement très proches des résultats expérimentaux, avec un écart toujours inférieur à 15 % sur toute la plage de paramètres simulés (intensité entre $0{,}7I_9$ et $1{,}1I_9$, temps de soudage de $t_9/2$ ms à t_9 et force de $F_9/2$ ou F_9), et pouvant atteindre quelques pourcent, comme illustré en Figure 70c pour le cas à paramètres de soudage (I_9, $t_9/2$, F_9).

Afin de tester la robustesse de la simulation, ces comparaisons ont été également réalisées sur une autre famille de géométries de soudage (entre autres avec bouchon chanfreiné). Les résultats obtenus sont également en bon accord avec l'expérience [169].



(c)

		Largeur de ZAT – micro-dureté		Largeur de ZAT – simulation	
Φ bouchon / *I* / *F*	t_s	Moyenne	Ecart type	Distance entre isovaleurs T = Ac1	Distance entre isovaleurs T = Ac3
10 mm / 0,9I_9 / F_9	t_9	990 µm	89 µm	1050 µm	970 µm
	$t_9/2$	460 µm	14 µm	625 µm	510 µm
10,2 mm / I_9 / F_9	t_9	1050 µm	50 µm	1000 µm	930 µm
	$t_9/2$	580 µm	29 µm	730 µm	620 µm

Figure 70 - (a) Superposition du contour simulé (ligne jaune continue), des isovaleurs de température T = Ac1 (ligne rouge continue) et T = Ac3 (ligne rouge pointillée), du plan de joint simulé (ligne noire pointillée) et de la macrographie de la soudure en acier P91 réalisée avec les paramètres (I_9, F_9, $t_9/2$) sur bouchon de diamètre 10,2 mm. La position de la filiation de micro-dureté est en ligne blanche pointillée. (b) Comparaison des affaissements simulés et mesurés (mêmes conditions d'essai que pour (a)). (c) Largeurs de ZAT simulées et mesurées pour 4 conditions d'essais.

4.4 Résultats de la simulation

Cette partie illustre les résultats obtenus pour la nuance d'acier 14Cr ODS, le jeu de paramètres (I_{14}, t_{14}, F_{14}) et un diamètre de bouchon 10 mm. Ces paramètres sont identiques à ceux de la soudure pour laquelle nous avons présenté les cartographies EBSD au paragraphe 3.2. Les conclusions tirées dans ce paragraphe restent qualitativement valables et quantitativement très proches pour des jeux de paramètres et un matériau différents. L'effet de ces paramètres, du matériau pris en compte et de la géométrie de soudage, est présenté en paragraphe 4.4.3.

4.4.1 Déroulement du soudage et cycles thermomécaniques locaux

La simulation permet de suivre le déroulement de la soudure lors du soudage. La Figure 71 présente l'évolution de la forme du joint soudé et du champ de température lors du calcul. Dans ce paragraphe, nous abordons les résultats de calcul tout d'abord à l'échelle globale de la soudure puis, à l'échelle

locale au voisinage de la trace du plan de joint. Comme nous le verrons notamment à l'échelle locale, ces résultats mettent en évidence la présence de sollicitations thermomécaniques sévères pour le matériau (température maximale au niveau de la trace du plan de joint de l'ordre de 1350 °C et déformation plastique cumulée maximale dans cette zone de 9, avec des cinétiques associées très rapides).

A l'échelle globale et en ce qui concerne les aspects thermiques, le courant électrique induit un chauffage quasi-uniforme du plan de joint en début de soudage, jusqu'à un temps de quelques millisecondes. Une fois qu'une température de l'ordre de 1000 °C est atteinte au plan de joint, en un temps de l'ordre de $t_{14}/8$, la zone chauffée se déforme sous l'effet de l'effort compressif du vérin de manière à former des bourrelets d'aspect similaire sur la surface interne et externe de la soudure. Cette déformation entraine entre autres, l'élargissement de l'interface gaine-bouchon. Par conséquent, les lignes de courant électrique (notamment les points de constriction de courant) sont modifiées et tout comme le champ de température et surtout la vitesse de chauffage (vitesse qui ralentit fortement une fois la déformation du joint soudé amorcée). Avec l'augmentation de la déformation, le bourrelet extérieur entre en contact avec l'électrode côté gaine. Le contact alors créé permet l'évacuation de la chaleur du bourrelet vers l'électrode, ainsi que le passage du courant par cette zone. On observe la formation d'un point de constriction des lignes de courant à la base du bourrelet extérieur du côté du bouchon, résultant en l'apparition d'un point chaud dans cette zone. A mesure que le temps de soudage augmente, on observe un décalage progressif de ce point chaud de la zone de jonction gaine-bouchon vers l'intérieur du bouchon.

L'affaissement de la soudure est la résultante d'un pseudo équilibre entre chauffage et déformation. D'une part, l'effet Joule permet l'augmentation de la température jusqu'à ce que les propriétés mécaniques du matériau baissent suffisamment pour que celui-ci se déforme sous l'effet de l'effort du vérin. D'autre part, la modification de la géométrie des zones chauffées tend à stabiliser leur température lors de la déformation. La zone de jonction entre gaine et bouchon, et donc le volume à déformer pour accroître l'affaissement sous l'effet du vérin, voit sa taille augmenter durant le soudage. Ceci induit, après les premiers instants du soudage et l'amorçage des déformations (à environ 1000 °C), une augmentation continue mais lente de la température dans la soudure jusqu'à une valeur maximale de 1400 °C pour le cas simulé en Figure 71 (point chaud situé dans le bouchon à environ 400 µm du plan de joint).

A l'échelle locale, comme il est observable sur la Figure 71, pour un point correspondant à la position de la cartographie illustrant la ZATM n°1 au paragraphe 3.2.1, une zone élémentaire de la soudure au voisinage du plan de joint voit sa température augmenter très rapidement durant les premiers instants du soudage, avec une vitesse de chauffage de l'ordre de 10^5 °C/s. Cette étape est suivie d'une stabilisation ou d'une légère diminution de la température qui accompagne la déformation de cette zone. On observe que si le début de la déformation plastique a lieu lors de la phase de montée en température, l'essentiel de la déformation se déroule à température quasi constante avec éventuellement une légère augmentation de température pour les déformations les plus fortes. Cette caractéristique simplifiera beaucoup la mise en place des essais Gleeble visant à reproduire les cycles thermomécaniques de soudage et présentée dans les chapitres III et IV. La température moyenne lors de la déformation pour le point étudié est de 1130 °C.

Etant données les faibles dimensions de la zone soudée, peu de différences sont à noter sur les cinétiques locales de refroidissement au sein de la soudure. Une cinétique de refroidissement de l'ordre de 10^4 °C/s est observée en début de phase de refroidissement. Celle-ci décroit exponentiellement avec la baisse de température pour atteindre une valeur de l'ordre de 100 °C/s à 100 °C.

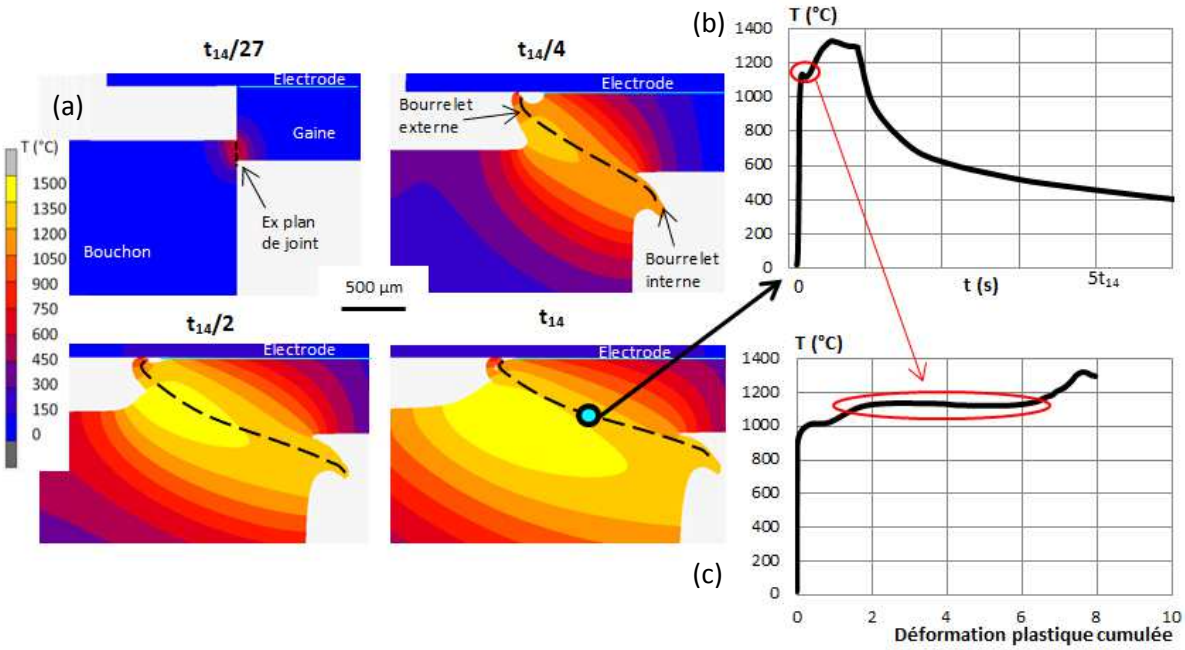


Figure 71 – (a) Evolution du champ de température simulé au cours du soudage pour la nuance d'acier 14Cr ODS à paramètres (I_{14}, F_{14}, t_{14}). (b) Evolution de température lors du soudage et du refroidissement subséquent pour un point sur le plan de joint en milieu de soudure. (c) Evolution de la température lors de la déformation plastique cumulée de ce même point.

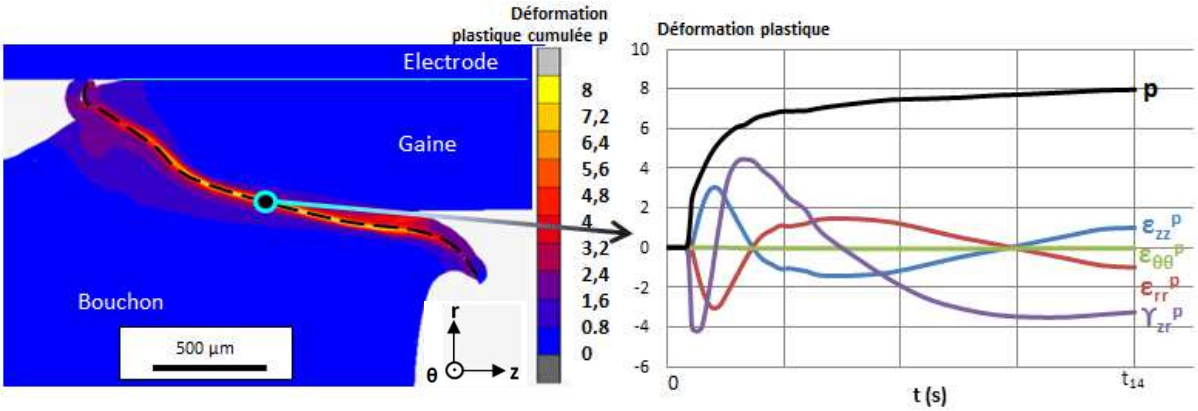


Figure 72 – (a) Déformation plastique cumulée en fin de soudage pour la nuance d'acier 14Cr ODS à paramètres (I_{14}, t_{14}, F_{14}). (b) Evolution des composantes du tenseur de déformation plastique calculées et de la déformation plastique cumulée p en fonction du temps pour un point sur le plan de joint en milieu de soudure.

Durant l'affaissement du joint soudé, on observe que la déformation est principalement localisée au voisinage du plan de joint. Des niveaux de déformation plastique très importants y sont atteints, comme illustré en Figure 72. En ce qui concerne les composantes calculées du tenseur de déformation plastique, la géométrie du problème implique une faible variation relative des rayons extérieurs et intérieurs de la gaine lors de l'affaissement. Il en découle une faible déformation plastique orthoradiale $\varepsilon_{\theta\theta}{}^{p}$, qui s'avère négligeable devant les autres composantes. On a alors $\varepsilon_{rr}{}^{p} \approx -\varepsilon_{zz}{}^{p}$. En raison de

l'axisymmétrie, la seule composante non diagonale calculée correspond au cisaillement dans le plan de coupe longitudinal, fournie par le logiciel sous la forme $\gamma_{zr} = \varepsilon_{rz} + \varepsilon_{zr}$. Les incréments de déformation plastique pour une zone élémentaire donnée correspondent à un état de cisaillement dans le plan de coupe suivant un axe qui évolue durant le soudage. Le taux de triaxialité des contraintes évolue au cours du soudage pour un point donné et varie au sein de la soudure pour un instant donné. Cependant, il reste toujours inférieur à -1/3 dans l'ensemble de la soudure, ce qui permet d'éviter l'endommagement macroscopique du matériau.

4.4.2 Diversité des cycles thermomécaniques au sein de la soudure

L'évolution des différentes composantes du tenseur des déformations plastiques présentée en Figure 72 est déterminée en un point donné du plan de joint en milieu de soudure. On y observe une variation de ces composantes dont les valeurs oscillent et changent de signes à plusieurs reprises lors de la déformation. Ce comportement est représentatif de ce qui est observé sur l'essentiel de la longueur du plan de joint. Cependant, on peut noter qu'en s'éloignant du milieu de la soudure c'est-à-dire en se rapprochant des bourrelets extérieur et intérieur tout en longeant le plan de joint, une diminution de l'amplitude des oscillations des composantes du tenseur de déformation plastique est observée. Dans les zones du plan de joint les moins déformées donc au niveau des bourrelets pour lesquels la déformation plastique cumulée est inférieure à une valeur de l'ordre de 4, ces différentes composantes restent de signe constant tout au long du calcul. De la même manière, une oscillation de ces composantes est toujours observée en s'éloignant du plan de joint mais son amplitude diminue à mesure que la distance au plan de joint augmente. Ces différentes composantes restent alors de même signe tout au long du calcul au-delà d'une distance au plan de joint correspondant à une déformation plastique cumulée finale également de l'ordre de 4, ce qui constitue une bande d'environ 50 µm de large autour du plan de joint.

On peut donc résumer la diversité des cycles mécaniques dans la soudure en 2 types de comportement. Dans les zones les plus déformées, proches du plan de joint et du milieu de la soudure et présentant une déformation plastique cumulée comprise entre environ 4 et 9, les composantes du tenseur de déformation plastique évoluent fortement et changent de signes à plusieurs reprises lors du calcul. Dans les zones moins déformées, plus loin du plan de joint et dans les bourrelets de la soudure, les composantes du tenseur de déformation plastique tendent à présenter une évolution d'autant plus monotone que la déformation plastique cumulée finale est faible.

En raison des temps caractéristiques très faibles pour ce procédé de soudage, des cycles de déformation très rapides sont observés avec des vitesses de déformation moyennes au voisinage du plan de joint de l'ordre 100 s^{-1} à 300 s^{-1}, pour les zones de déformations plastiques cumulées finales de 4 à 9. Elles sont de quelques dizaines de s^{-1} pour les zones plus éloignées du plan de joint, i.e. jusqu'à une soixantaine de micromètres de part et d'autre de ce dernier (en milieu de soudure), et présentant une déformation finale p entre 1 et 4.

Enfin, comme évoqué dans le paragraphe précédent pour un seul point, on peut noter que dans les zones fortement déformées ($4 < p < 9$), **la déformation se fait à température quasi constante comprise entre 1050 °C et 1150 °C**. Dans les zones du plan de joint et du bouchon à déformation plastique cumulée plus faible ($1 < p < 4$) (cf. Figure 72), cette température moyenne de déformation est légèrement supérieure, de l'ordre de 1150 °C à 1300 °C.

Ces résultats permettent de définir une **plage de cycles thermomécaniques subis par le matériau dans une bande d'un peu plus d'une centaine de micromètres de large centrée autour du plan de**

joint au sein d'une même soudure. On observe des niveaux de déformation allant de l'unité à environ 9, la vitesse de déformation moyenne est comprise entre quelques dizaines et quelques centaines de s^{-1} et la température moyenne lors de la déformation est de l'ordre de 1050 °C à 1300 °C.

Dans les chapitres III et IV, ces plages de cycles thermomécaniques seront reproduites sur simulateurs Gleeble. Pour limiter la complexité de ces essais, le cycle mécanique reproduit se fera à partir des évolutions de déformations plastiques cumulées. Ainsi, les changements de signe, en cours de soudage, des déformations radiales, axiales et de cisaillement, ne seront pas pris en compte.

4.4.3 Effet des paramètres de soudage et du matériau sur les cycles thermomécaniques locaux

L'influence sur les cycles thermomécaniques locaux, des paramètres de soudage et du matériau modélisé, est présentée dans cette partie. Cette étude d'influence met en lumière la similarité des résultats obtenus pour les différents matériaux et paramètres de soudage. Nous comparons tout d'abord, les résultats obtenus à partir des propriétés physiques utilisées pour modéliser le P91 et les nuances d'acier 9Cr ODS et 14Cr ODS. Ensuite, nous évaluons la plage de cycles thermomécaniques imposés au matériau par le procédé pour différents jeux de paramètres de soudage choisis dans la plage opératoire présentée au paragraphe 1.1 de ce chapitre.

Les observables choisis ici, sont évaluées au voisinage du plan de joint en milieu de soudure. Les observables locaux sont : la largeur de la bande p > 1 avec p la déformation plastique cumulée, la déformation plastique cumulée maximale au niveau du plan de joint en fin de calcul, la température moyenne lors de la déformation en cette même zone, la température maximale atteinte dans cette zone et l'affaissement final de la soudure.

4.4.3.1 Effet du matériau pris en compte

Des calculs sont effectués avec pour données d'entrée, les propriétés matériaux utilisées pour modéliser les trois aciers utilisés. Les propriétés de la nuance d'acier 9Cr ODS, diffèrent de celles de l'acier P91 uniquement par la loi de comportement mécanique. La nuance d'acier 14Cr ODS a des propriétés électrothermiques et mécaniques différentes de celles des deux autres nuances. Les paramètres de soudage sont (I_9, $t_9/2$, F_9) avec un diamètre de bouchon de 10,2 mm. Les valeurs des observables calculées avec l'acier P91 sont notées en référence dans le Tableau 6, ainsi que les variations relatives aux valeurs obtenues pour cette référence pour les calculs menés avec les propriétés des deux nuances d'aciers ODS.

Observables	Référence – P91	14 Cr ODS Variation	9Cr ODS Variation
Affaissement	0,60 mm	-8,7%	-11,0%
T_{max} lors du cycle	1240 °C	+9,11%	+6,50%
$T_{moyenne}$ lors de la déformation	1210 °C	+5,56%	+3,17%
Largeur de zone p > 1	93 µm	-4,11%	-8,22%
Déformation au plan de joint	4,0	-3,45%	-7,93%

Tableau 6 – Effet des 3 nuances d'acier sur les résultats de calcul (paramètres (I_9, $t_9/2$, F_9)).

On observe qu'un changement de matériau a un effet limité sur les observables retenues (différences toujours inférieures à 11 %). On peut noter que la loi de comportement utilisée pour décrire la nuance d'acier 9Cr ODS tend à diminuer l'affaissement final de 11 %. Expérimentalement, l'écart entre l'acier P91 et la nuance d'acier 9Cr ODS est très faible. Sur ce même cas test, on observe un affaissement plus faible de 4 % (au lieu de 11% en simulation) pour la nuance d'acier 9Cr ODS comparativement à l'acier P91 (moyenne sur 3 essais pour chaque nuance). On note également un affaissement plus faible en utilisant la nuance d'acier 14Cr ODS plutôt que l'acier P91. Ce résultat ne correspond pas à la tendance observée expérimentalement selon laquelle l'affaissement est plus important à même intensité sur la nuance d'acier 14 Cr ODS (+6 % sur cet essai). Les températures sont plus élevées sur nuances ODS par rapport à l'acier P91, jusqu'à plus d'une centaine de degrés. On peut imaginer, pour expliquer ces différences, que les propriétés mécaniques des aciers ODS sont surestimées à haute température et particulièrement, aux vitesses de déformation rencontrées en soudage qui dépassent de plus d'un ordre de grandeur les vitesses auxquelles les lois de comportement ont été identifiées. Pour la nuance d'acier 14Cr ODS, les températures plus élevées s'expliquent aussi par une résistivité électrique supérieure.

Ces résultats montrent que les mêmes ordres de grandeurs sont obtenus pour ces observables quelque soit la nuance d'acier considérée, pour un même jeu de paramètres de soudage. Une description des chargements thermomécaniques de soudage imposés dans une zone de la soudure effectuée à l'aide d'une simulation réalisée sur l'une des nuances, est donc représentative de celle obtenue sur les autres nuances.

4.4.3.2 Effet des paramètres de soudage et de la géométrie

On étudie ici, l'effet d'un changement de diamètre du bouchon et des paramètres de soudage sur les cycles thermomécaniques locaux. L'effet de ces paramètres sur les observables est calculé avec pour référence les résultats obtenus avec le jeu de paramètres (I_{14}, t_{14}, F_{14}) et un diamètre de bouchon de 10 mm sur la nuance d'acier 14Cr ODS. Celui-ci est résumé dans la Figure 73.

On observe tout d'abord, qu'un changement de temps de soudage, divisé par 2 ici, ne modifie pas sensiblement les observables locaux, notamment le niveau de déformation atteint au plan de joint, malgré un affaissement inférieur de l'ordre de 25 %. Ceci traduit le fait que lors de l'affaissement, la déformation de la soudure se fait plus par déformation de zone non encore déformée que par augmentation de la déformation des zones déjà très déformées.

Une diminution d'intensité électrique à même effort imposé, induit une diminution de la température maximale atteinte lors du soudage, de la déformation plastique cumulée maximale atteinte et de la largeur de la zone déformée ($p > 1$). En revanche, elle influe peu sur la température moyenne lors de la déformation qui est plutôt influencée par une modification de l'effort imposé. Ceci s'explique par le fait qu'une diminution de l'effort du vérin réduit le niveau de contraintes locales d'origine extérieure. Une température supérieure est alors nécessaire pour que la déformation ait lieu.

Le même effet est observé dans le cas d'une augmentation du diamètre de bouchon qui augmente la surface de contact entre les pièces à souder et diminue donc le niveau de contraintes au plan de joint. L'effet de de ce paramètre géométrique est le plus influent sur le niveau de déformation au plan de joint, puisqu'il réduit la déformation maximale de moitié et la largeur de la bande déformée par cisaillement de l'ordre de 20 %.

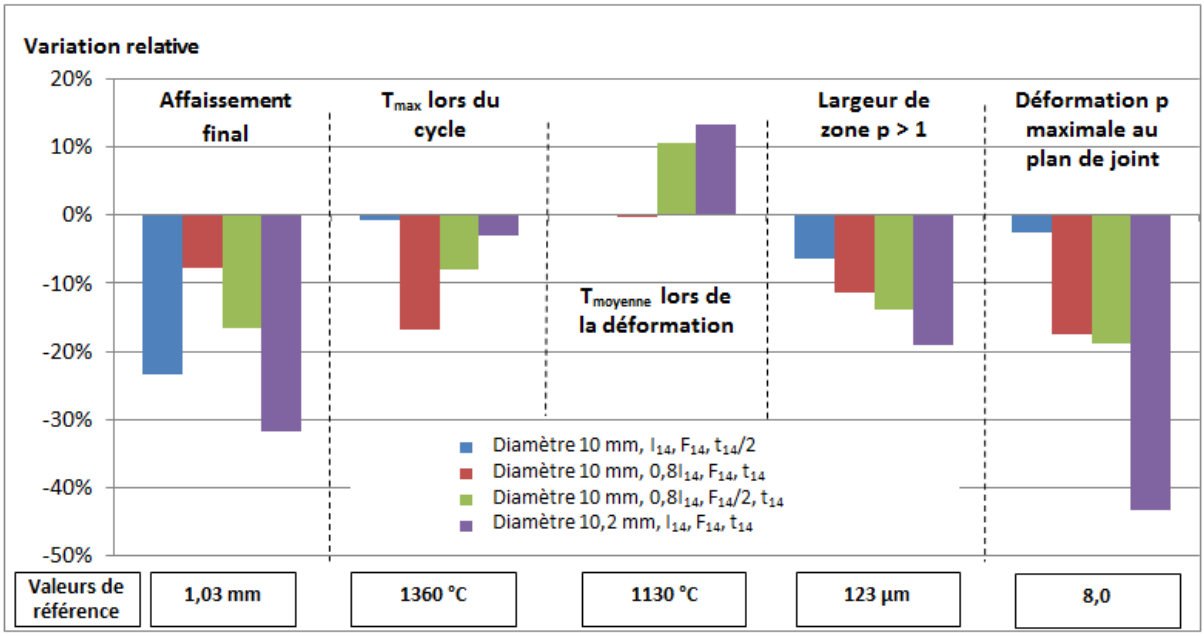


Figure 73 – Effet d'un changement de paramètres de soudage ou de diamètre de bouchon sur les cycles thermomécaniques locaux et l'affaissement. Pour la nuance d'acier 14Cr ODS, (l_{14}, F_{14}, t_{14}) et bouchon de diamètre 10 mm pris comme référence.

Ces résultats permettent de mettre en évidence la plage de cycles thermomécaniques qui peuvent être imposés au matériau au niveau du plan de joint pour différentes configurations et paramètres de soudage, en balayant une grande partie de la plage opératoire définie au paragraphe 1.2. On observe dans tous les cas, des niveaux de déformation importants mais pouvant varier du simple au double suivant les essais, avec des valeurs de déformation plastique cumulée comprises entre 4 et 8. Les températures moyennes lors de la déformation sont comprises dans la plage 1100 – 1280 °C, et les températures maximales atteintes au plan de joint lors du soudage sont de l'ordre de 1130 °C à 1360 °C ce qui traduit que le niveau de température s'écarte relativement peu de la température moyenne pour laquelle la déformation a lieu.

4.5 Conclusions sur la simulation numérique du soudage

Les comparaisons des résultats de calcul aux observables expérimentales macroscopiques confirment la cohérence de la simulation vis-à-vis de l'expérience. Les modèles sont donc jugés fiables pour décrire les phénomènes physiques ayant lieu lors du soudage, et permettre d'extraire les cycles thermomécaniques locaux générés par le procédé.

Des niveaux de déformation très importants sont observés dans les soudures. Ils pouvent atteindre une valeur de l'ordre de 9 au niveau du plan de joint et s'expliquent par le caractère très localisé de la déformation. Elle a lieu autour du plan de joint dans une zone d'une centaine de micromètre de large et présente un très fort gradient de déformation. Ces déformations se font principalement en cisaillement. Les cycles mécaniques sont rapides. Des vitesses de déformation de l'ordre de quelques centaines de s^{-1} sont atteintes au niveau du plan de joint et de quelques dizaines de s^{-1} à quelques dizaines de micromètres de celui-ci. Des cycles de chauffage et de refroidissement rapides sont

observés avec une cinétique au chauffage de l'ordre de 10^5 °C/s et une cinétique de refroidissement variant de -10^4 °C/s à -10^2 °C/s au cours de celui-ci. Dans les zones fortement déformées, la déformation a lieu à température quasi-constante comprise, pour le cas présenté sur la nuance d'acier 14Cr ODS comme référence, entre 1050 °C et 1300 °C. La température maximale observée lors du soudage est de l'ordre de 1400 °C (sur le cas simulé) mais est atteinte dans le bouchon à plusieurs centaines de micromètres des zones fortement déformées.

On observe finalement que quelsque soient les paramètres de soudage imposés, dans la plage opératoire définie précédemment, des niveaux proches des températures lors de la déformation sont observés pour une zone de soudure similaire, avec une variation maximale de l'ordre de 100 °C – 150 °C entre les différents jeux de paramètres. Cette température est influencée principalement par le niveau de contrainte imposé par le vérin au niveau de la soudure, et donc par l'effort du vérin et/ou le diamètre du bouchon. On peut noter qu'à même diamètre de bouchon et paramètres de soudage différents, une variation ne dépassant pas 20 % de la valeur du cas de référence peut être observée sur la déformation au plan de joint. Une augmentation du diamètre de bouchon tend à diminuer cette déformation d'un facteur 2, tout en restant à un niveau élevé.

Conclusions du chapitre II

Les caractérisations métallurgiques réalisées sur les soudures montrent des effets localisés du soudage par résistance des gaines sur les microstructures (grains et renforts) des nuances d'acier 9Cr ODS et 14Cr ODS.

Pour les soudures en nuance d'acier 14Cr ODS, trois zones sont identifiées : le métal de base MB, la ZATM n°1 située au voisinage de l'ex plan de joint, et la ZATM n°2 qui constitue une zone de transition entre les 2 précédentes. Les caractérisations EBSD de la ZATM n°1 mettent en évidence un affinement de la microstructure caractérisée par des grains équiaxes comportant des désorientations intragranulaires faibles comparativement au MB ainsi qu'une une faible proportion de joints faiblement désorientés. Cette zone présente également une texture similaire à celles obtenues pour une sollicitation en cisaillement sur acier ferritique.

Pour les soudures en nuance d'acier 9Cr ODS, trois zones sont également identifiées : le MB, la ZAT, pour laquelle une augmentation importante de la dureté est observée, et la ZATM, située au voisinage de l'ex-plan de joint, qui présente une microstructure plutôt équiaxe et plus fine que celle de la ZAT, ainsi qu'une texture qualitativement proche de celle observée dans cette même zone sur soudures en nuance d'acier 14Cr ODS.

Plusieurs questions se posent à ce stade :

- La nature et les conditions d'occurrence du mécanisme de recristallisation dynamique à l'origine de la microstructure de la ZATM n°1 des soudures en nuance d'acier 14Cr ODS ;
- La nature de la ZAT des soudures en nuance d'acier 9Cr ODS, dont la microstructure ne peut pas être identifiée comme 100 % martensitique à partir des caractérisations présentées dans ce chapitre, bien que cette microstructure soit attendue ;
- Ainsi que l'origine de la microstructure fine équiaxe et texturée de la ZATM des soudures en nuance d'acier 9Cr ODS. Les phénomènes susceptibles d'induire de cette microstructure peuvent faire intervenir les changements de phase du matériau (qui peut être en phase ferritique α ou δ ou austénitique lors de la déformation), les phénomènes

de recristallisation dynamique dans ces différentes phases et les changements de phase au refroidissement.

Un effet du soudage sur la taille et la fraction volumique des nano-renforts semble avoir lieu pour les deux nuances d'acier ODS, avec notamment une diminution de la fraction volumique des plus petits précipités et une augmentation de la taille des précipités (surtout pour la nuance d'acier 14Cr ODS), mise en évidence à partir de mesures de DXPA. La faible dimension des zones caractéristiques des soudures ne nous permettent pas de caractériser cet effet avec précision (la taille du faisceau étant supérieure à la largeur des ZATMs). Comme nous le verrons dans le prochain chapitre, les caractérisations des nano-renforts sur éprouvettes Gleeble permettent d'améliorer ce point.

La connaissance du chargement thermomécanique dans ces zones est un des éléments nécessaires pour pouvoir répondre à ces questions. Dans cette optique, une simulation numérique de l'opération de soudage a été développée. Celle-ci est en bon accord avec l'expérience avec pour observables la largeur de la ZAT, l'affaissement lors du soudage et la forme des soudures. Les cycles thermomécaniques locaux mettent en évidence des sollicitations sévères en termes de vitesse de déformation (de quelques dizaines à quelques centaines de s^{-1}), de niveau de déformation (la déformation plastique cumulée est comprise entre 1 et 9 dans une bande d'un peu plus de 100 µm autour du plan de joint) et de température (quasi constantes, de l'ordre de 1000 °C – 1300 °C, lors de la déformation). Les déformations se font principalement en cisaillement. Ces observations sont peu dépendantes des paramètres de soudage et du matériau utilisé pour le calcul. Ces constations nous permettent d'identifier une plage de cycles thermomécaniques représentatifs du plan de joint et de son voisinage.

Dans le chapitre suivant, nous allons tenter de reproduire des cycles thermomécaniques compris dans la plage identifiée comme représentative du soudage par résistance des gaines en aciers ODS, sur des éprouvettes technologiques de dimensions supérieures aux soudures. Dans cette plage, les changements de signe en cours de soudage, des déformations radiales, axiales et de cisaillement ne seront pas pris en compte. Seule l'évolution de la déformation plastique cumulée sera reproduite. Cette approche permettra d'obtenir des microstructures proches de celles observées au plan de joint des soudures, sur des zones de dimensions supérieures donc facilitant les caractérisations métallurgiques et leurs interprétations. Ces microstructures seront formées dans des conditions mieux maîtrisées en termes de déformation, de vitesse de déformation et de température, que dans le cas de l'opération de soudage, grâce à l'utilisation d'un simulateur thermomécanique Gleeble.

Chapitre III - Reproduction des microstructures de soudage par résistance par des essais thermomécaniques

Dans le chapitre précédent, les caractérisations métallurgiques sur soudure ont mis en évidence sur les deux nuances d'acier ODS étudiées, des modifications microstructurales à l'échelle des grains. Elles sont caractérisées par un affinement de la microstructure au voisinage du plan de joint, associées à une modification de la texture locale et liées a priori à un phénomène de recristallisation dynamique. D'autre part, une modification de la population des renforts, qui semblent grossir légèrement sous l'effet des cycles thermomécaniques de soudage, a aussi été notée.

Comme évoqué précédent, ces observations soulèvent plusieurs questions.

En premier lieu, celle de la nature et des conditions d'occurrence du mécanisme de recristallisation dynamique à l'origine de la microstructure fine équiaxe et texturée, observée au voisinage du plan de joint des soudures en nuance d'acier 14Cr ODS (ferritique). Secondement, celle de l'origine de la microstructure, également fine équiaxe et texturée, observée au voisinage du plan de joint des soudures en nuance d'acier 9Cr ODS (nuance à transformation de phase). Pour expliquer la modification microstructurale de ce matériau à transformation de phase, des phénomènes de changement de phase et de recristallisation dynamique dans les différentes phases envisageables peuvent intervenir.

A l'échelle des renforts, l'augmentation de la taille des précipités qui peut être observée par DXPA, est associée à une diminution de leur intensité intégrée. Ceci peut être le signe d'une diminution de leur fraction volumique. La question du phénomène à l'origine de cette évolution et des conditions favorables à ce phénomène se pose alors. On peut ajouter que la dimension des soudures et de leurs zones caractéristiques (ZATMs, ZAT) est un point limitant pour l'interprétation des résultats de DXPA. En effet, la zone analysée par cette technique en chaque point de mesure est supérieure à la taille des ZATMs identifiées sur les soudures. Les résultats de DXPA en un point de mesure donné, sont donc une moyenne sur une zone présentant un gradient important de déformation et dans une moindre mesure, de température. Des caractérisations de ces microstructures sur des zones de plus grandes dimensions permettraient d'améliorer grandement la fiabilité des mesures.

Pour répondre à ces questions et à ces limites, une première étape a été la mise en place de la simulation numérique du procédé de soudage en vue d'apporter des éléments de compréhension des phénomènes à l'origine de ces évolutions (cf. chapitre 2). Elle a permis d'évaluer les cycles thermomécaniques imposés localement par le procédé au matériau. Il est observé que ces cycles sont particulièrement sévères en termes de déformation (de plusieurs unités en termes de déformation plastique cumulée et une composante de cisaillement dominante), de vitesses de déformation (de quelques dizaines à quelques centaines de s^{-1}) et de température (de l'ordre de 1000 °C – 1300 °C lors de la déformation).

La seconde étape présentée dans cette partie, est la reproduction de ces cycles thermomécaniques dans des conditions maîtrisées en termes de déformation plastique cumulée, de vitesse de déformation et de température sur des éprouvettes de géométrie optimisée. L'objectif est d'obtenir sur ces éprouvettes, des zones présentant les microstructures existantes dans les éprouvettes soudées avec des dimensions bien supérieures. L'idée est d'obtenir notamment grâce à la DXPA et l'EBSD, une description microstructurale plus fiable de ces zones pour des chargements thermomécaniques bien maitrisés. On s'affranchirait ainsi des incertitudes, de la complexité et des forts gradients de microstructure et de déformation présents sur les soudures. On pourra également évaluer l'influence de ces paramètres sur la microstructure des matériaux d'étude.

Les objectifs de ce chapitre peuvent être formulés sous-forme de 3 points principaux :

- l'évaluation de la faisabilité d'essais thermomécaniques permettant de reproduire les cycles sévères de soudage et les microstructures observées sur soudures ;

- l'exploitation de ces essais pour évaluer l'effet des paramètres des cycles thermomécaniques sur la microstructure à l'échelle des grains ;

- la mise en évidence de l'effet de ces paramètres sur l'état de précipitation en fonction de la nuance d'acier ODS étudiée.

Les conditions d'essais sélectionnées sont dictées par les résultats de simulation numérique de soudage mentionnés dans le chapitre 2 et peuvent être résumées comme suit :

- les cycles mécaniques sont rapides (jusqu'à quelques centaines de s^{-1} en termes de vitesse de déformation). Leurs vitesses de déformation sont inatteignables par les machines de traction, compression ou torsion quasi statiques, et sont nférieures aux limites basses des essais dynamiques (barres d'Hopkinson : 10^3 s^{-1}) ;

- les niveaux de déformation sont importants (de plusieurs unités en termes de déformation plastique cumulée), difficilement reproductibles par essais de compression et inatteignables en traction en raison de l'endommagement provoqué par ces essais ;

- les cycles thermiques sont caractérisés par de fortes vitesses de chauffage (10^5 °C/s) et de refroidissement (10^2 – 10^4 °C/s) ;

- la déformation a lieu à une température quasi constante sur une durée très courte (de l'ordre de la dizaine de millisecondes) ;

- la plage de température à balayer est large et les températures maximales atteintes sont importantes, de l'ordre de 1000 °C à 1300 °C.

Ces objectifs et contraintes mettent en évidence un besoin de développement d'éprouvettes permettant d'atteindre ces conditions et le recours à une installation instrumentée. Pour cela, le simulateur thermomécanique Gleeble 3500 a été utilisé pour reproduire les cycles thermomécaniques de soudage sur des éprouvettes à géométrie dite « chapeau ». Comme évoqué dans le chapitre I, ces éprouvettes permettent des sollicitations locales en cisaillement (composante dominante rencontrée en soudage). Le développement des essais a été abordé avec une double approche simulation numérique - essais sur simulateur Gleeble. En effet, la mise en place d'essais permettant de reproduire les cycles de soudage est un problème d'optimisation entre cycles applicables par la machine dépendants de ses limites techniques, la géométrie d'éprouvette et les dimensions des zones présentant une microstructure homogène. Ces dernières doivent être suffisamment grandes pour effectuer les caractérisations métallurgiques ultérieures.

La première partie de ce chapitre sera donc consacrée au développement sur simulateur Gleeble, des essais permettant de reproduire des cycles thermomécaniques représentatifs de ceux pouvant être observés en soudage. Dans les parties suivantes, seront présentées les microstructures obtenues à l'échelle des grains puis des renforts.

1 Développement d'un essai sur simulateur Gleeble en vue de la reproduction des cycles thermomécaniques de soudage par résistance

De manière à reproduire des conditions de sollicitations proches de celles observés en soudage par résistance en bout, des essais sont menés sur des éprouvettes à géométrie « chapeau » sur installation Gleeble 3500. La configuration des essais, la géométrie des éprouvettes, les sollicitations imposables et leurs limites sont présentées dans une première partie. Une deuxième partie est consacrée à la détermination des cycles thermomécaniques imposés aux aciers ODS étudiés en fonction des conditions d'essais Gleeble. Le dernier paragraphe synthétise les cycles thermomécaniques choisis pour cette étude, en comparaison des cycles thermomécaniques identifiés par simulation numérique du soudage.

1.1 Mise au point de l'essai et limites associées

1.1.1 Configuration d'essais

Le simulateur thermomécanique Gleeble 3500 est composé d'une armoire de commande qui permet le pilotage des essais et l'acquisition des données, et d'une enceinte d'essai reliée à un vérin hydraulique et à un système d'alimentation en courant électrique. Ce simulateur permet d'imposer un cycle thermique aux éprouvettes par chauffage par effet Joule et d'imposer un cycle mécanique par l'intermédiaire du vérin piloté en déplacement ou en force. L'enceinte d'essai est reliée à deux pompes à vide permettant la réalisation d'essais sous vide (pressions de l'ordre de 0,5 Pa) afin de s'affranchir des effets d'environnement lors des essais.

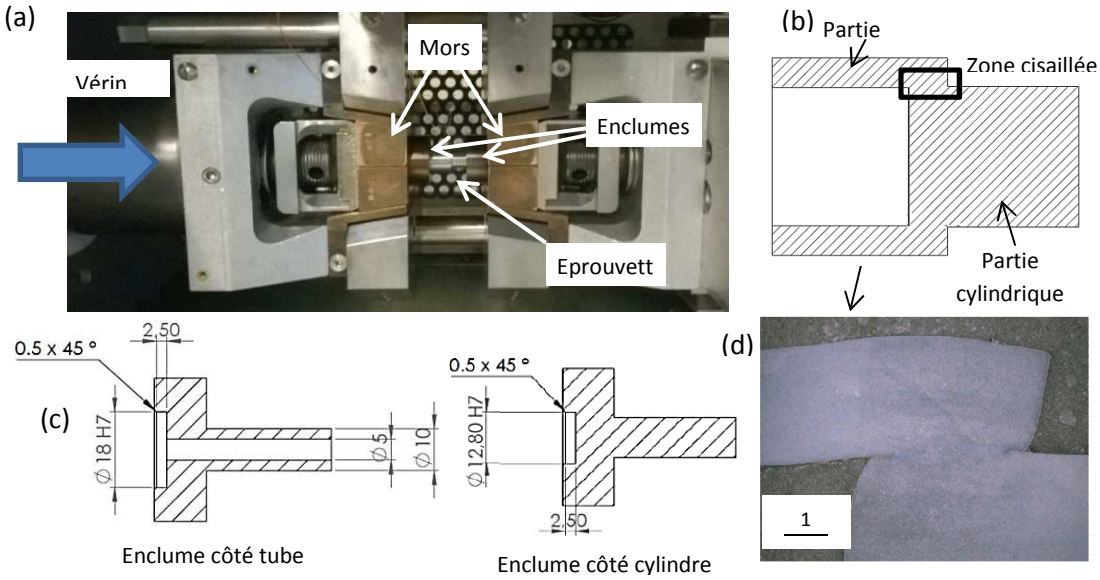


Figure 74 – (a) Intérieur de l'enceinte d'essai du simulateur Gleeble 3500 avec une éprouvette mise en place, (b) vue en coupe de l'éprouvette chapeau, (c) vue en coupe des enclumes en acier P91, (d) macrographie de la zone cisaillée d'une éprouvette après essai (coupe longitudinale).

L'intérieur de l'enceinte avec l'éprouvette mise en place, est présenté en Figure 74a. Le montage de l'éprouvette (Figure 74b) entre les mors de la machine se fait via l'utilisation d'enclumes en acier P91 (Figure 74c) dont le but est de maintenir l'échantillon lors des phases de chauffage et de refroidissement et de transmettre l'effort du vérin lors de la phase de déformation. Les enclumes sont enserrées dans les mors par lesquels se fait l'arrivée de courant, ce qui permet le chauffage de l'éprouvette par effet Joule. Les éprouvettes utilisées sont à géométrie chapeau et sont composées d'une partie tubulaire et d'une partie cylindrique reliée entre elles en milieu d'éprouvette (Figure 74b). Sous l'effet du déplacement du vérin, cette zone de transition est cisaillée (éprouvette déformée présentée en Figure 74d). La mise en place du montage doit être réalisée avec précaution afin de s'assurer d'un bon alignement des axes des enclumes et de l'éprouvette avec l'axe de sollicitation. Une fois cette condition remplie, le positionnement des extrémités de l'éprouvette à l'intérieur des enclumes assure le maintien en position de celle-ci.

1.1.2 Conception de l'éprouvette

L'objectif recherché ici, est la reproduction des cycles thermomécaniques de soudage en conditions de température, déformation et vitesse de déformation maîtrisées. Ceci implique de travailler sur des zones uniformément chauffées et déformées, de dimensions supérieures à celles des zones identifiées sur les soudures et aussi grandes que possible. En prenant en compte le comportement et les limites de la machine que nous présenterons dans les paragraphes suivants, la géométrie d'éprouvette doit donc permettre d'imposer une vitesse de déformation rapide et un niveau de déformation important se rapprochant de ce qui est observé en soudage. Il faut éviter l'endommagement macroscopique précoce de l'éprouvette. Cela impose une triaxialité des contraintes (rapport de la contrainte isostatique, ou tiers de la trace du tenseur des contraintes, sur la contrainte équivalente de Von Mises) inférieure à -1/3 lors de la déformation, elle-même uniforme dans la zone cisaillée dans la mesure du possible. Pour cela, le diamètre intérieur de la partie tubulaire peut être choisi inférieur au diamètre extérieur de la partie cylindrique, de manière à minimiser le risque de passage par un état de traction lors de la déformation. Peirs [151] a réalisé une étude numérique et expérimentale de l'influence des dimensions de l'éprouvette chapeau sur les résultats d'essais de cisaillement sur barres d'Hopkinson. Il a montré qu'un rapport très légèrement inférieur à 1 (de l'ordre de 0,98) entre le diamètre intérieur de la partie tubulaire et le diamètre extérieur de la partie cylindrique, est préférable en termes d'uniformité et de concentration de la déformation dans la zone cisaillée. C'est le rapport choisi pour cette étude. Il a été vérifié par simulation numérique des essais que la triaxialité des contraintes est quasi homogène dans zone de cisaillement et reste inférieure à -1/3 lors de l'essai. Le rayon des congés au niveau de la zone cisaillée est influent sur le début de la phase de déformation. Le début de la déformation est d'autant retardé que le rayon de raccordement est important [151]. Ici, un rayon de 0,1 mm, largement utilisé dans la littérature [142][150][173], est adopté.

D'autre part, dans la configuration d'essai adoptée, l'utilisation d'enclumes ne permet pas un chauffage uniforme de l'éprouvette. On souhaite concentrer la zone la plus chaude de l'éprouvette au niveau de la zone de cisaillement afin d'éviter l'écrasement de la partie tubulaire ou cylindrique lors de l'essai. Pour cela, les sections transversales de ces deux parties sont choisies égales entre elles et supérieures à la section traversée par le courant dans la direction radiale au niveau de la zone de transition entre ces parties. Les dimensions retenues pour les éprouvettes « chapeau » sont présentées en Figure 75.

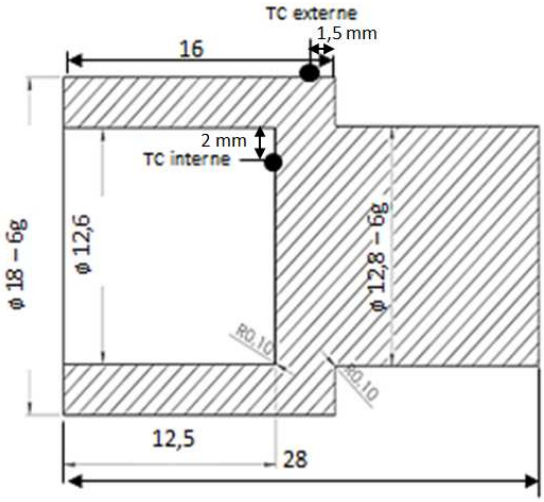


Figure 75 – Dimensions retenues pour les éprouvettes « chapeau » (en mm) et localisation de la position des thermocouples (TC).

1.1.3 Instrumentation des essais

L'instrumentation thermique est réalisée par deux thermocouples (TC) dont la position est présentée en Figure 75. Ceux-ci sont situés hors de la zone cisaillée. Pour le pilotage de l'essai en température, le thermocouple de contrôle (TC externe) est soudé sur la surface extérieure de la partie tubulaire de l'éprouvette, à une distance de 1,5 mm de l'épaulement. Un thermocouple témoin (TC interne) est soudé sur la face intérieure de l'éprouvette à une distance de l'ordre de 2 mm de la surface interne de la partie tubulaire. Ce choix de la position des thermocouples est basé sur les résultats de simulation numérique de l'essai par méthode des éléments finis, présentée en partie 1.2. Le TC interne est positionné au niveau de la zone de l'éprouvette qui atteint la température la plus élevée en fin de phase de chauffage. Après vérification de la répétabilité de l'écart de température entre les 2 thermocouples, les derniers essais ont été pilotés à partir du TC externe seul. Des thermocouples de type K et de diamètre 250 µm sont utilisés.

Concernant l'instrumentation mécanique de l'expérience, la détermination du niveau de déformation dans la zone cisaillée ne peut pas être déterminée directement à partir d'une mesure de déplacement radial ou axial. Le recours à la simulation numérique est nécessaire (cf. partie 1.2). L'une des données d'entrée pour la simulation de l'essai est l'évolution de la longueur d'éprouvette lors de l'essai. L'installation n'est pas équipée d'un extensomètre longitudinal permettant de mesurer la variation de la longueur de l'éprouvette ou d'une partie de celle-ci au cours de l'essai. Toutefois celle-ci peut être évaluée à partir de l'évolution du déplacement du vérin et de la dépendance entre la variation de la longueur d'éprouvette et le déplacement imposé. La longueur finale est mesurée au pied à coulisse à l'issue de chaque essai. Le tracé des variations de longueurs des éprouvettes en fonction du déplacement de vérin est présenté en Figure 76 pour l'ensemble des essais réalisés. On observe que la variation de longueur des éprouvettes suit linéairement le déplacement du vérin et diffère de ce dernier d'environ 0,4 mm (voir équation de la courbe de tendance en Figure 76), indépendamment donc des conditions d'essai et du matériau.

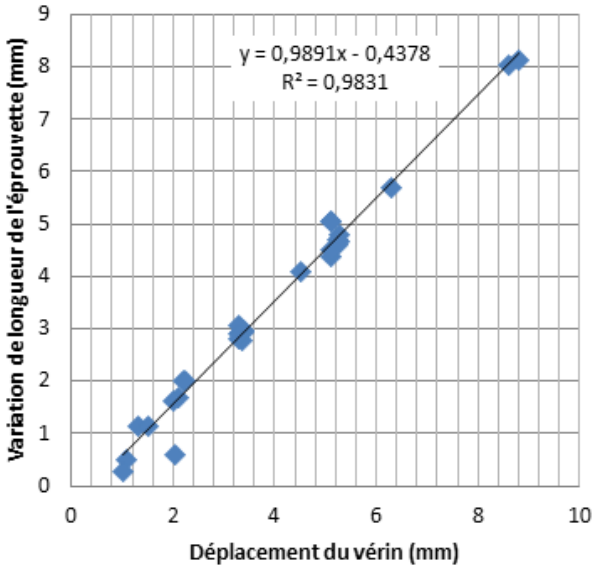


Figure 76 – Variation de la longueur des éprouvettes en fonction du déplacement du vérin, pour l'ensemble des essais réalisés sur éprouvette chapeau (matériaux 14Cr ODS, 9Cr ODS et P91).

1.1.4 Déroulement et limites de l'essai vis-à-vis des sollicitations thermomécaniques imposables

Comme nous l'avons vu dans le chapitre 2, les déformations au voisinage du plan de joint se produisent pour une température quasi constante (de 1000 °C à 1300 °C). Nous pouvons donc, comme présenté dans la suite, traiter les sollicitations thermiques et mécaniques sur l'éprouvette Gleeble de manière quasi découplée.

1.1.4.1 Aspects thermiques

Un exemple d'évolution de température lors de l'essai et de vitesse de refroidissement est présenté en Figure 77. Ces évolutions sont représentatives des cycles thermiques imposables à l'éprouvette et mettent en évidence des limites, que nous détaillons dans ce paragraphe, sur les vitesses de chauffage et de refroidissement.

Le cycle thermique imposé lors des essais est composé d'une phase de chauffage à 75 °C/s durant laquelle un dépassement de consigne inférieur à 15 °C est observé, suivie d'une phase de stabilisation de température de 15 s (Figure 77a). Les essais sont réalisés à plusieurs vitesses de sollicitation mécanique (détaillées dans la suite) et peuvent être divisés en termes (1) d'essais à forte vitesse (le temps de la phase de déformation de l'éprouvette est alors de l'ordre de la dizaine de millisecondes), et (2) d'essais à faible vitesse (pour lesquels la déformation de l'éprouvette a lieu pendant quelques dizaines de secondes). Le chauffage par effet Joule est coupé lors de la phase d'accélération du vérin avant impact pour les essais à forte vitesse. Une diminution de température de l'ordre de 5 °C est observée sur le thermocouple interne entre l'arrêt du chauffage et l'impact, suivi d'une légère augmentation de température due à l'auto-échauffement lors de la déformation (Figure 77a). Pour les essais à faible vitesse, la consigne de chauffage est maintenue lors de la phase de déformation de l'éprouvette.

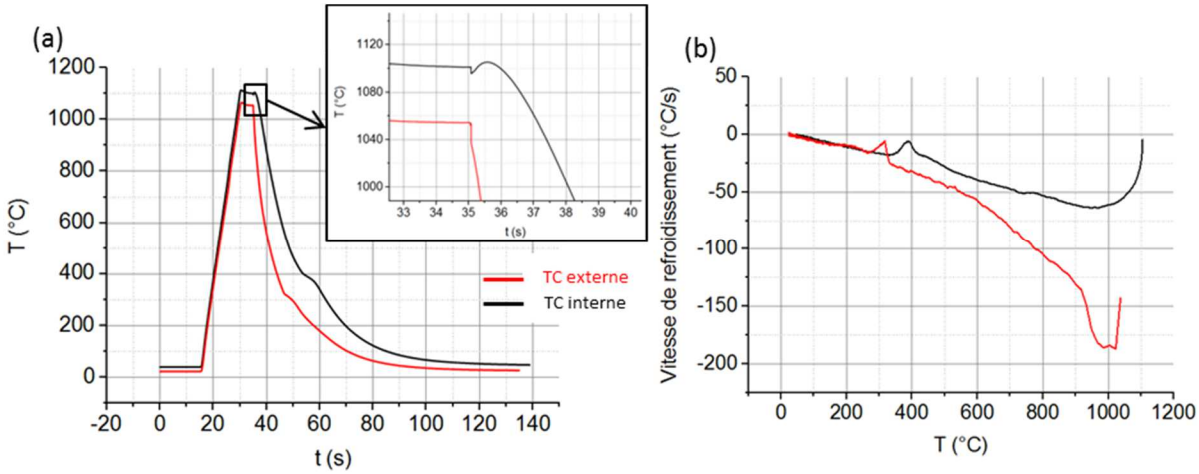


Figure 77 – (a) Exemple de cycle thermique imposé lors d'un essai (température visée de 1100 °C en zone cisaillée) et mesuré au niveau des deux thermocouples, et (b) exemple de vitesses de refroidissement, en fonction de la température, mesurées lors de la phase de refroidissement au niveau des deux thermocouples.

Pour une vitesse de chauffage de quelques dizaines de °C/s, il est observé par simulation numérique, que les parties cylindrique et tubulaire chauffent plus rapidement que la zone de liaison qui correspond à la zone cisaillée de la Figure 74b, en tout début de phase de chauffage, lorsque la température ne dépasse pas quelques centaines de °C. Toutefois, la température dans ces zones est rapidement dépassée par celle dans la zone de liaison au bout de quelques secondes, et ce jusqu'à la fin de l'essai. En revanche, si une vitesse de chauffage importante est choisie (> 1000 °C/s), l'échauffement rapide des parties tubulaire et cylindrique peut entrainer un dépassement de la température de fusion dans ces deux zones, avant que la température d'essai ne soit atteinte en zone de liaison. Par conséquent, la géométrie d'éprouvette ne permet pas d'imposer une cinétique de chauffage s'approchant de celle observée en soudage. De plus, la phase de maintien en température avant sollicitation mécanique de l'éprouvette, n'existe pas en soudage et est indispensable ici, pour stabiliser la température dans l'éprouvette et compenser le léger dépassement de consigne observé.

A l'issu de la phase de maintien, on observe une différence de température de l'ordre de 40 °C à 50 °C entre le thermocouple interne (plus chaud) et le thermocouple externe. La simulation numérique de l'essai montre que la température varie d'une dizaine de degrés dans la zone qui va subir le cisaillement, avec une température moyenne inférieure de moins de 10 °C à celle du TC interne.

La phase de refroidissement est effectuée sans utilisation d'un système de trempe, pourtant disponible sur l'installation, pour une raison d'espacement entre les mors et ce dernier. L'enceinte est mise à l'air lors de cette phase ce qui permet d'accentuer les phénomènes de transfert par convection. Les vitesses de refroidissement mesurées au niveau des thermocouples sont présentées en fonction de la température sur la Figure 77b. Entre la température d'essai et la température de transformation martensitique de la nuance d'acier 9Cr ODS (≈ 380 °C), ces vitesses sont de l'ordre de quelques dizaines à une centaine de °C/s et diminuent en valeur absolue, à mesure que la température décroit. Sur cette plage de température, la vitesse moyenne de refroidissement au niveau du thermocouple externe est de 70 °C/s et celle au niveau du thermocouple interne, est de 40 °C/s. La vitesse de refroidissement en zone cisaillée et identifiée par simulation numérique, est intermédiaire entre celles simulées aux niveaux des thermocouples. Elle est de l'ordre de 50 °C/s en moyenne entre la température d'essai et la température de transformation martensitique de l'acier 9Cr ODS. On peut donc estimer qu'elle est plus d'un ordre de grandeur supérieure à la vitesse de trempe critique annoncée dans la littérature pour la nuance d'acier 9Cr ODS (vitesse critique de 2 °C/s pour obtenir une microstructure 100 %

martensitique, après maintien à 1050 °C pendant 20 min [82]). On s'attend donc à une microstructure 100 % martensitique dans cette zone de l'éprouvette après essai. Il a par ailleurs été vérifié par suivi de la déformation thermique par dilatométrie sur des éprouvettes cylindriques ayant subi un cycle thermique similaire à celui des éprouvettes « chapeau », que seule la transformation martensitique est observée au refroidissement à vitesses moyennes comprise entre 70 °C/s et 30 °C/s.

En conclusion, nous avons pu quantifier par mesure au niveau des thermocouples et par simulation numérique, les cycles thermiques imposables au niveau de la zone cisaillée. En comparaison des cycles thermiques de soudage, on note certaines différences : une vitesse de chauffage plus lente suivi d'un maintien en température nécessaire avant la phase de déformation, ainsi que des vitesses de refroidissement plus lentes que celles de soudage mais suffisantes pour à priori, générer une microstructure 100 % martensitique sur l'acier 9Cr ODS comme en conditions de soudage.

1.1.4.2 Aspects mécaniques

La position axiale du vérin et la force appliquée sont mesurées lors des essais. Les essais ont été réalisés sans utilisation d'un système permettant d'arrêter le vérin une fois la consigne de déplacement atteinte[1]. Par conséquent, un dépassement de la consigne de déplacement du vérin ainsi qu'une diminution de sa vitesse en fin de phase de déformation des éprouvettes, sont observées. L'analyse des courbes de force lors d'un essai est donc plus complexe que pour un essai à vitesse de sollicitation constante. Pour les essais à forte vitesse de sollicitation, une phase d'accélération du vérin est nécessaire avant impact sur l'éprouvette afin qu'il atteigne la vitesse d'avance souhaitée. Pour cela, on découple le mors mobile de l'actionneur hydraulique. Lors de la phase de maintien en température, l'actionneur hydraulique est reculé de 10 mm puis accéléré jusqu'à stabilisation de sa vitesse à la valeur de consigne.

La Figure 78a présente l'évolution de la vitesse d'avance du vérin calculée à partir de l'évolution de sa position axiale, et l'évolution de la force en fonction du déplacement du vérin lors d'un essai à forte vitesse de sollicitation à 950 °C sur la nuance d'acier 14Cr ODS. Pour tous les essais et quelle que soit la nuance, on observe une augmentation de la force lors du déplacement du vérin jusqu'à ce qu'un maximum soit atteint pour un déplacement de vérin de 1,5 mm à 2 mm. Une phase de diminution de cette force est observée sur les 2 mm suivants. Elle ne correspond pas à une décélération du vérin. Cette diminution peut être expliquée par un adoucissement du matériau possiblement lié à un phénomène recristallisation dynamique, et sera discutée en partie 2.2. Les forces maximales au niveau du pic et minimales après passage du pic sont présentées dans les Tableau 7 et Tableau 8 pour les différentes conditions d'essais.

Sur la Figure 78a, on constate aussi que lors de l'impact, le vérin est ralenti très rapidement et voit sa vitesse chuter de 450 mm/s jusqu'à environ 250 mm/s sur une distance de l'ordre de 0,2 mm à 0,3 mm. Ensuite cette valeur ré-augmente jusqu'à la valeur de consigne dans les instants suivants. Pour les essais à vitesse de sollicitation faible ou modérée (vitesse du vérin 0,3 mm/s et 30 mm/s), la phase d'accélération du vérin n'est pas nécessaire et le dépassement de consigne est peu important.

[1] Des cales réglables placées entre les mors ont été utilisées notamment par [142]. Cependant, ce type de système n'est pas disponible sur l'installation utilisée.

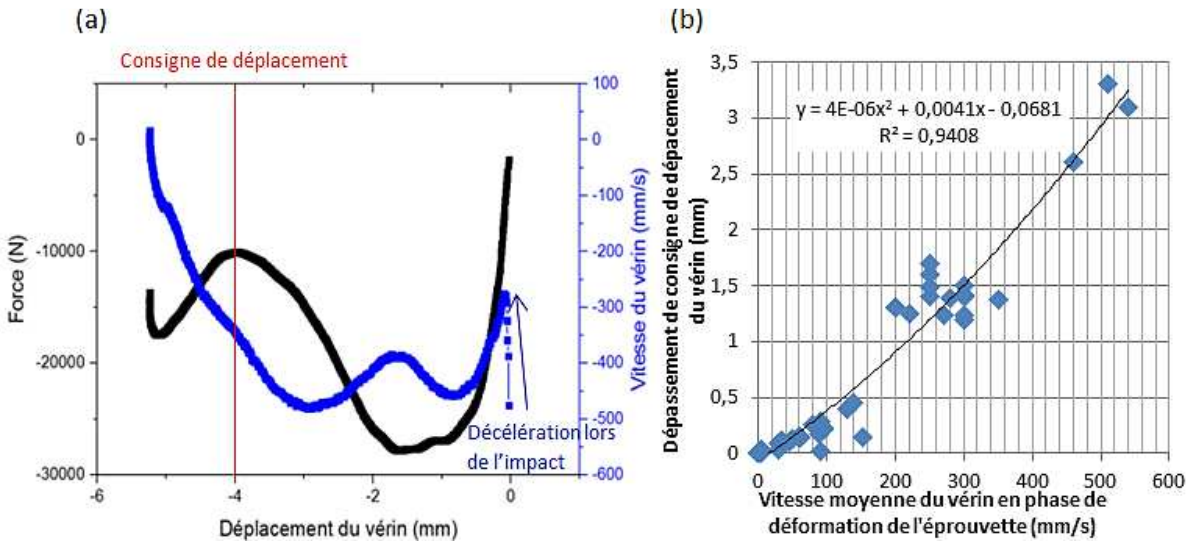


Figure 78 – (a) Evolution de la force du vérin et de la vitesse d'avance du vérin en fonction du déplacement en phase de déformation de l'éprouvette pour un essai à forte vitesse réalisé à 950 °C sur la nuance d'acier 14Cr ODS. (b) Dépassement de consigne de déplacement du vérin en fonction de sa vitesse pour l'ensemble des essais réalisés sur éprouvette « chapeau » (matériaux 14Cr ODS, 9Cr ODS, P91, et températures : 950 °C, 1100 °C et 1250 °C).

9Cr ODS						
Température	950 °C		1100 °C	1250 °C		
Vitesse de déplacement (mm/s)	300	0,3	300	300	30	0,3
Pic de force (N) (Déplacement axial ≈ 1,5 mm)	31000	18000	25000	19500	16800	5600
Force après chute (N) (Déplacement axial ≈ 4 mm)	12000	5000	11000	8000	9800	2100

Tableau 7 – Valeur de la force du vérin au pic de force (déplacement du vérin ≈ 1,5 mm) et après la chute de la force (déplacement du vérin ≈ 4 mm) en fonction de la température et de la vitesse d'avance pour la nuance d'acier 9Cr ODS.

14Cr ODS					
Température	950 °C	1100 °C	1250 °C		
Vitesse de déplacement (mm/s)	300	300	300	30	0,3
Pic de force (N) (Déplacement axial ≈ 1,5 mm)	28000	21000	15000	11500	4400
Force après chute (N) (Déplacement axial ≈ 4 mm)	10000	9200	7000	6800	-

Tableau 8 - Valeur de la force du vérin au pic de force (déplacement du vérin ≈ 1,5 mm) et après chute de la force (déplacement du vérin ≈ 4 mm) en fonction de la température et de la vitesse d'avance pour la nuance d'acier 14Cr ODS.

La maîtrise des conditions d'essais à forte vitesse de sollicitation nécessite donc la prise en compte du dépassement de consigne de déplacement. Ce dépassement de consigne dépend fortement de la vitesse d'avance du vérin et peu de la consigne de déplacement imposée. Le dépassement en fonction de la vitesse moyenne d'avance du vérin lors de la phase de déformation de l'éprouvette, est tracé en Figure 78b. Cette courbe est obtenue à partir de l'ensemble des essais réalisés sur éprouvettes « chapeau » en matériau 14Cr ODS, 9Cr ODS et P91. Pour les vitesses de déformation visées, de l'ordre

de 200 s^{-1}, une vitesse de vérin moyenne lors de la déformation de l'éprouvette de l'ordre de 300 mm/s est nécessaire (cf. paragraphe 1.2.3). Pour ce niveau de vitesse, le dépassement de consigne de déplacement est d'environ 1,5 mm. **Cette valeur importante réduit donc la plage de déplacement imposable lors des essais à forte vitesse de sollicitation. En conséquence, on ne pourra pas imposer de faibles déformations.** D'autre part, on souhaite limiter la phase de ralentissement du vérin lors de la déformation de l'éprouvette afin de se rapprocher au mieux d'un essai à vitesse constante de déformation et maîtriser l'écrasement imposé à l'éprouvette.

1.2 Evaluation des cycles thermomécaniques locaux imposés

Le dépouillement analytique des essais sur éprouvette chapeau, présenté dans [174] nécessite certaines hypothèses simplificatrices ou adaptées au cas d'essais à basse température, qui ne sont pas vérifiées dans le présent cas. Ces hypothèses sont :

- la localisation de la déformation plastique dans la bande comprise entre le rayon intérieur de la partie tubulaire et le rayon extérieur de la partie cylindrique ; soit ici, une bande de largeur environ 100 µm. En réalité, l'effet de la déformation est observable sur les éprouvettes sur une bande cisaillée d'une largeur d'au moins 250 µm comme présenté en partie 2.1 de ce chapitre.

- l'uniformité de la déformation dans la bande cisaillée. L'évolution de la microstructure dans la largeur de ces bandes présentée en partie 2.1 de ce chapitre, indique le contraire.

- la rigidité des parties tubulaires et cylindriques. Elles se déforment en pratique comme en témoigne la forme finale des éprouvettes.

Le recours à la simulation numérique pour rendre compte des chargements thermomécaniques locaux imposés au matériau lors de l'essai est donc indispensable.

1.2.1 Simulation numérique

La géométrie de l'éprouvette, des enclumes et des mors sont prises en compte en géométrie 2D-axisymmétrique, bien que les mors ne respectent pas cette symétrie. Le maillage et les conditions aux limites qui sont similaires à celles utilisées pour la simulation du soudage, sont présentés sur la Figure 79. Une résistance de contact thermique de valeur constante est appliquée entre l'éprouvette et les mors. Sa valeur est réajustée à partir de l'évolution de la température au niveau des thermocouples en phase de refroidissement lors des essais. Une étude d'influence a montré, en faisant varier la valeur de ce paramètre sur 3 ordres de grandeur, que cette résistance a peu d'influence sur le champ de température et la cinétique de chauffage dans l'éprouvette chapeau lors de l'essai. De la même manière, la prise en compte de la résistance de contact électrique au niveau de cette interface est peu influente sur le champ de température. Une étude de convergence du modèle en maillage et en pas de temps a révélé qu'une réduction de la taille des éléments en dessous de 30 µm et jusqu'à 5 µm, n'entraine pas de différence significative sur le champ de déformation simulé dans la zone cisaillée. Les écarts observés entre les 2 cas sont uniquement de quelques pourcents. L'utilisation d'éléments de taille d'une trentaine de micromètres, associée au remaillage de la zone déformée au cours du calcul, sont donc suffisants pour simuler le problème mécanique lors de la phase de déformation. Le choix du pas de temps a quant à lui, une forte influence sur le calcul des déformations et particulièrement, lors de l'initiation de la déformation en début d'essai. Il a été observé qu'un pas de temps de l'ordre de la milliseconde, à comparer aux durées d'essais de quelques dizaines de millisecondes, est nécessaire pour le calcul de la déformation dans la zone cisaillée. La simulation de ces essais nécessite donc plusieurs milliers d'incréments.

Après optimisation, cette simulation a été validé par comparaison avec les températures mesurées par les TCs et la déformée finale de la pièce.

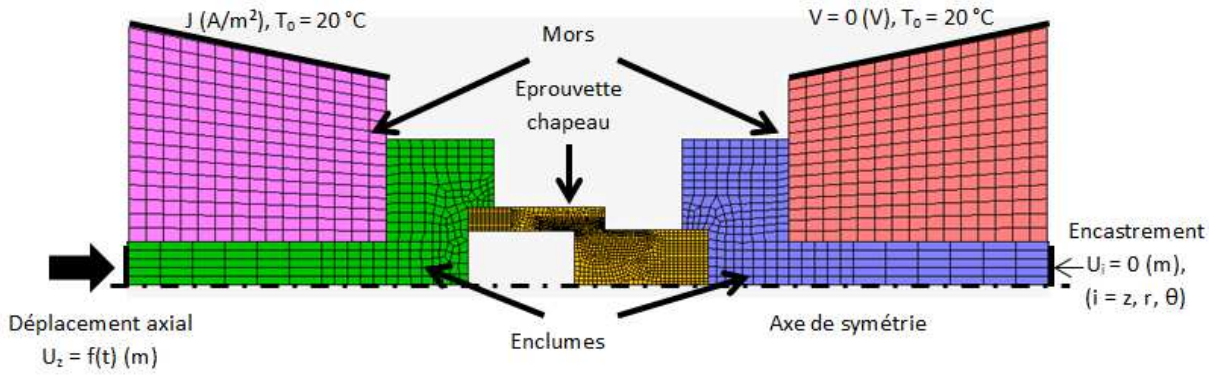


Figure 79 – Représentation du maillage et des conditions aux limites utilisés pour la simulation numérique des essais Gleeble sur éprouvette chapeau.

1.2.2 Champ de déformation dans la zone cisaillée

L'évolution de la déformation plastique cumulée en fonction de la position au sein de la zone cisaillée est présentée dans un premier temps, à partir d'un calcul mené pour la nuance d'acier 9Cr ODS, pour un essai à 1100 °C et pour une variation de longueur d'éprouvette de 3 mm (cas de référence). Le champ de déformation est présenté en Figure 80a. On observe que la déformation est localisée dans une bande cisaillée d'une largeur de quelques centaines de micromètres alors qu'elle l'était sur seulement quelques dizaines de micromètres sur les soudures. L'évolution de la déformation dans le sens radial c'est-à-dire en traversant la bande cisaillée, est tracée en Figure 80b pour différentes positions axiales. Ces courbes sont obtenues en réalisant une filiation le long d'une ligne de nœuds du maillage. En raison de la configuration locale du maillage qui est réactualisé lors du calcul mais déformé, les filiations en ligne continues sur la Figure 80a, ne suivent pas parfaitement les directions respectivement axiale et radiale, mais empruntent une ligne courbe. Ceci induit une légère distorsion de l'axe des ordonnées. Les longueurs tendent à être légèrement surévaluées. L'évolution de la déformation dans le sens axial est tracée en Figure 80c. Dans toute la suite, la dimension de la bande cisaillée dans le sens axial sera appelée « longueur » et dans le sens radial « largeur ». Les espacements entre les surfaces des parties tubulaire et cylindrique, situés aux extrémités de la bande cisaillée dans le sens axial, seront appelés « fente côté cylindre » et « fente côté tube » (Figure 80a). Le point pour lequel la déformation est maximale en traversant la bande cisaillée dans le sens radial pour une position axiale donnée, sera appelé «milieu» de cette partie de la bande cisaillée. Les évolutions de déformation dans la direction radiale présentées en Figure 80b, sont repérées par rapport à ce « milieu ». Le terme « centre » de la bande cisaillée sera utilisé pour définir le point de la bande cisaillée situé à équidistance des fentes côté tube et côté cylindre et sera représenté par un point blanc sur la Figure 80a. Ce point sert d'origine sur la Figure 80c. Les positions axiales des filiations radiales de la Figure 80b sont repérées par rapport à ce « centre ».

On observe sur la Figure 80c que dans la direction axiale, la déformation plastique cumulée est quasi-uniforme (environ 2,2 à 10 % près) sur une longueur d'environ 1,5 mm. En revanche, près des fentes, la déformation augmente fortement jusqu'à atteindre des valeurs supérieures à 3,5. Dans la direction radiale (Figure 80b), les filiations distantes de ± 0,75 mm de la filiation centrale sont très proches de cette dernière et plutôt symétriques par rapport au milieu de filiation. Dans cette zone, la bande

cisaillée est relativement large puisque la bande de déformation supérieure à 1 présente une largeur de 600 µm. Les filiations radiales réalisées à proximité des fentes (± 1,5 mm du centre) présentent une dissymétrie par rapport à leur point milieu. Le pic de déformation est plus resserré et plus haut dans ces zones. La bande de déformation supérieure à 1 est de largeur d'environ 400 µm pour un maximum proche de 3,5.

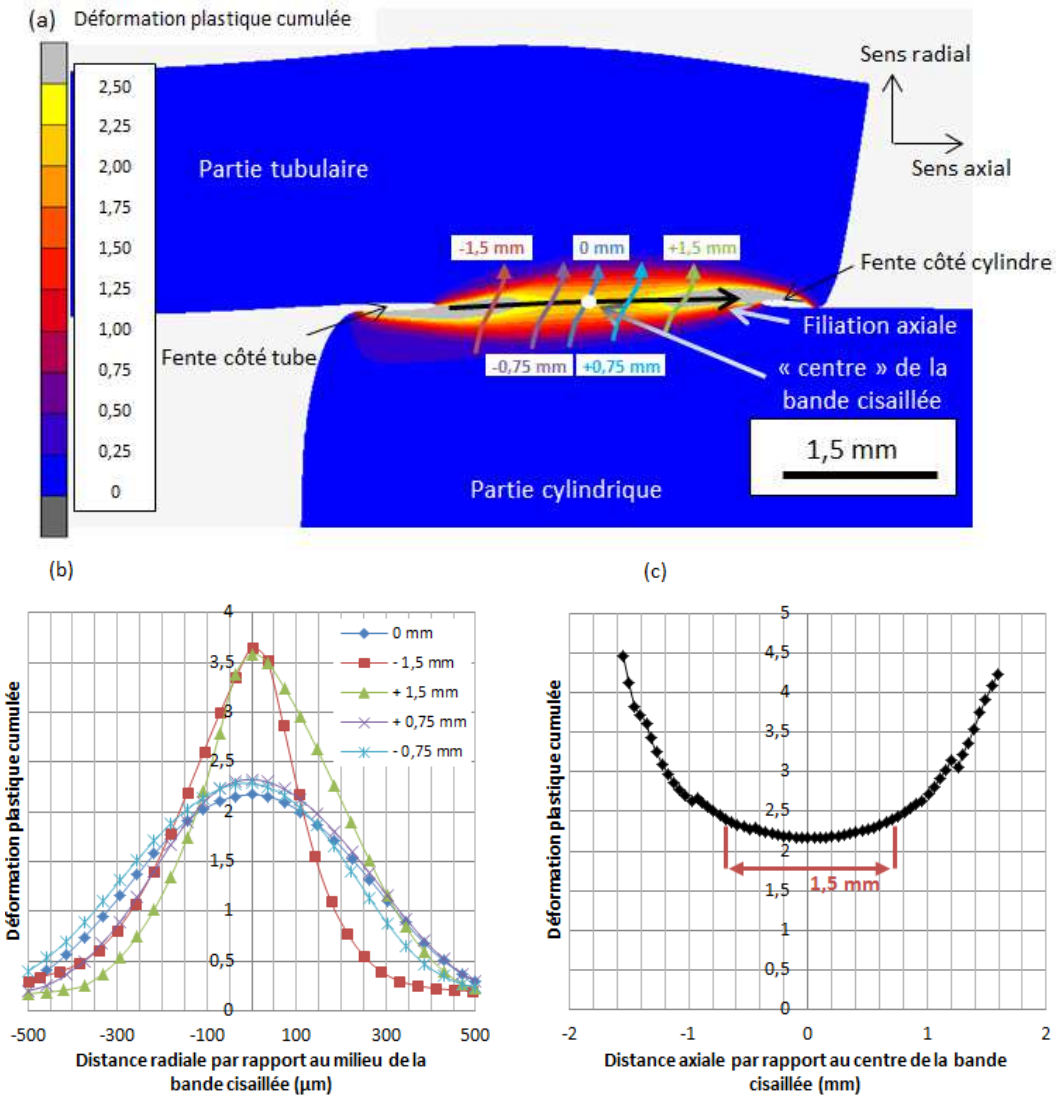


Figure 80 – Résultats de simulation numérique sur éprouvette chapeau (nuance d'acier 9Cr ODS, essai à 1100 °C). (a) Champ de déformation plastique simulé pour une variation de la longueur d'éprouvette de 3 mm. (b) Evolution de la déformation plastique dans la direction radiale pour différentes positions axiales dans la bande cisaillée. (c) Evolution de la déformation dans la direction axiale dans la bande cisaillée.

1.2.3 Effet des paramètres d'essai sur le niveau de déformation dans la zone cisaillée

Les observations décrites dans le paragraphe précédent pour le cas de la nuance d'acier 9Cr ODS, restent qualitativement valables pour une variation de la longueur d'éprouvette différente (i.e. la diminution de cette longueur en cours d'essai). Elles sont de plus quantitativement très proches pour des calculs réalisés avec les propriétés de la nuance d'acier 14Cr ODS, et/ou à une température

différente. La déformation simulée en milieu de bande cisaillée évolue quasiment linéairement avec la variation de longueur d'éprouvette après essai quels que soit les paramètres d'essai ou le matériau pris en compte dans la simulation, comme illustré en Figure 81.

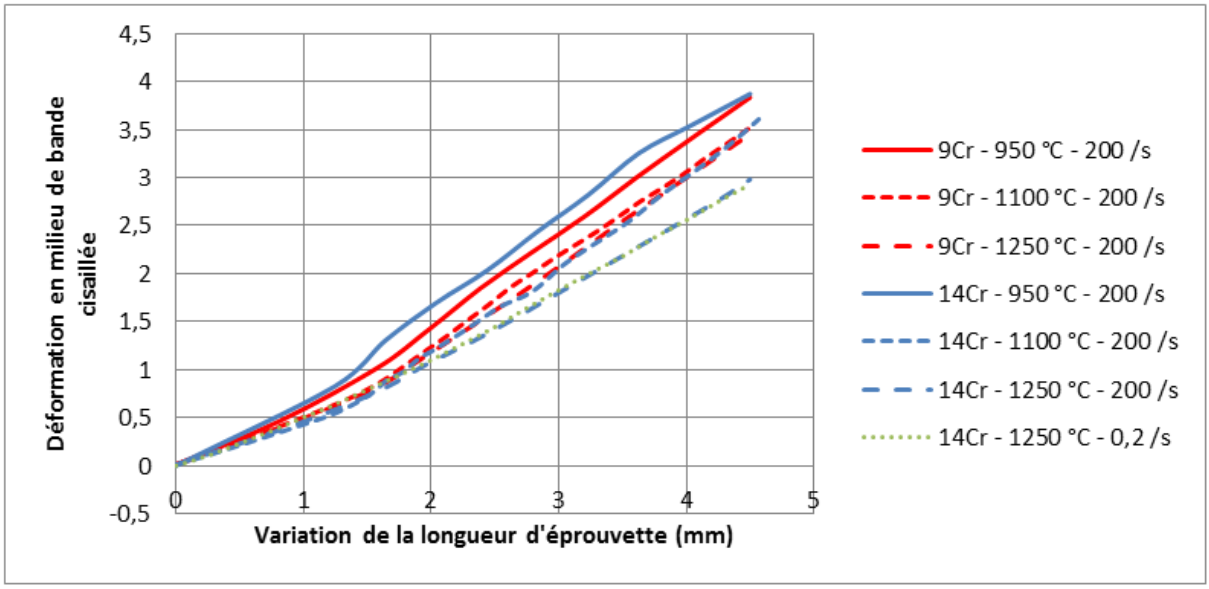


Figure 81 – Evolution de la déformation en milieu de bande cisaillée en fonction de la variation de la longueur d'éprouvette pour différentes conditions d'essai et les deux nuances d'aciers ODS.

Dans le cas de la nuance d'acier 9Cr ODS, on note que la déformation plastique cumulée varie peu avec la température (moins de 10 % par rapport au cas de référence à 1100 °C). Dans le cas de la nuance d'acier 14Cr ODS, la déformation est plus sensible à la température (jusqu'à environ 25 % par rapport au cas à 1100 °C). Le Tableau 9 récapitule les valeurs de ces écarts pour deux valeurs de variation de la longueur d'éprouvette.

Variation de longueur d'éprouvette	3 mm		4,5 mm	
	Déformation	Ecart relatif / essai à 1100 °C	Déformation	Ecart relatif / essai à 1100 °C
9Cr - 950 °C - 200 s^{-1}	2,41	11 %	3,84	+9 %
9Cr - 1100 °C - 200 s^{-1}	2,17	0 %	3,51	0 %
9Cr - 1250 °C - 200 s^{-1}	2,07	-5 %	3,45	-2 %
14Cr - 950 °C - 200 s^{-1}	2,60	+24 %	3,87	+7 %
14Cr - 1100 °C - 200 s^{-1}	2,10	0 %	3,61	0 %
14Cr - 1250 °C - 200 s^{-1}	1,84	-13 %	2,98	-17 %

Tableau 9 – Influence des conditions d'essai (sous la forme Nuance – Température d'essai – Vitesse de déformation en milieu de bande cisaillée) sur la déformation en milieu de bande cisaillée, pour 2 valeurs de variation de la longueur d'éprouvette.

La vitesse de déformation semble ici, très peu influente sur la déformation en milieu de bande cisaillée comme en témoignent la superposition des courbes de déformation en fonction de la variation de longueur d'éprouvette pour des vitesses de déformation de 200 s^{-1} et de 0,2 s^{-1}, obtenues en prenant en compte les propriétés de la nuance d'acier 14Cr ODS pour un essai à 1250 °C (Figure 81).

Expérimentalement, la consigne de déplacement du vérin est choisie pour chaque essai en prenant en compte le dépassement de consigne de manière à obtenir le niveau de déformation souhaité au milieu de la bande cisaillée. Les essais à forte vitesse ont été réalisés à deux niveaux de déformation : $\varepsilon \approx 2$ qui correspond à une variation de longueur d'éprouvette de l'ordre de 3 mm, et $\varepsilon \approx 3{,}5$ qui correspond à une variation de longueur de l'ordre de 4 mm à 5 mm (légèrement variable suivant la température d'essai).

1.2.4 Evolution de la température lors de l'essai

Les calculs sont menés en prenant en compte le chauffage par déformation plastique pour les essais à forte vitesse de sollicitation et pour trois températures d'essai. L'évolution de la température en milieu de bande cisaillée est présentée en Figure 82 en fonction de l'évolution de la longueur d'éprouvette pour des essais à 950 °C, 1100 °C et 1250 °C sur la nuance d'acier 9Cr ODS, et à forte vitesse de déplacement du vérin (300 mm/s). Comme pour la simulation du procédé de soudage par résistance, un coefficient de Taylor-Quinney constant de 0,9 est utilisé.

Les résultats de simulation mettent en évidence un effet important du chauffage par déformation plastique sur les valeurs de température dans l'éprouvette. L'élévation de la température simulée dans la bande cisaillée évolue linéairement avec la variation de la longueur d'éprouvette. Cette augmentation peut atteindre jusqu'à une centaine de degrés pour les essais initialement à 950 °C, et quelques dizaines de degrés pour les essais à plus haute température. Il faut cependant noter que la loi de comportement mécanique utilisée pour la simulation numérique a été déterminée par des essais de traction. Cela implique d'une part, que les niveaux de déformation sont faibles comparativement à ceux rencontrés lors des essais sur les éprouvettes « chapeau » et d'autre part, que la loi de comportement ne prend pas en compte l'adoucissement du matériau induit par la recristallisation dynamique. Le travail plastique étant proportionnel à la contrainte d'écoulement lors de la déformation plastique, la production de chaleur calculée par ces simulations est donc surestimée pour les déplacements de vérin supérieurs à 2 mm. La prise en compte de l'évolution de la contrainte d'écoulement à grande déformation pour une vitesse de déformation importante serait nécessaire pour mieux calculer la contribution de l'échauffement par déformation inélastique sur le champ de température.

Expérimentalement, les mesures de température au niveau des thermocouples ne permettent pas d'évaluer précisément l'échauffement dans la bande cisaillée en raison du temps très court de la phase de déformation de l'éprouvette (de l'ordre de quelques dizaine de millisecondes), comparé au temps de réponse des thermocouples. D'autre part, l'échauffement est localisé dans la zone déformée. La légère augmentation de température observable avec le thermocouple interne est peu sensible à l'augmentation de température réelle dans la bande cisaillée. Il n'est donc pas possible de comparer les résultats de simulation numérique à l'expérience en ce qui concerne l'augmentation locale de température par auto-échauffement. En conséquence, l'incertitude sur la température réelle lors de la déformation reste importante et l'est d'autant plus que la température d'essai est faible.

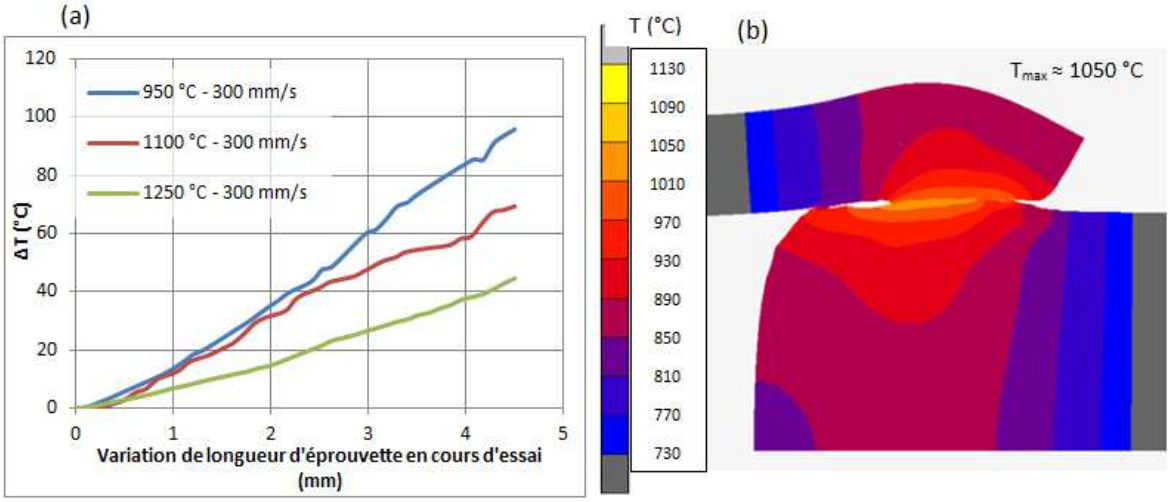


Figure 82 – Résultats de simulation numérique d'essais Gleeble sur éprouvette chapeau (nuance d'acier 9Cr ODS) : (a) augmentation de température en milieu de bande cisaillée en fonction de la variation de longueur d'éprouvette au cours d'essais à 950 °C, 1100 °C et 1250 °C, à vitesse moyenne de déplacement de vérin de 300 mm/s et (b) champ de température simulé après une variation de longueur d'éprouvette de 4,5 mm à 300 mm/s pour une température initiale en milieu de bande cisaillée de 950 °C.

1.2.5 Phénomènes non pris en compte dans la simulation

Plusieurs types de défauts non pris en compte dans la simulation, peuvent être rencontrés sur les éprouvettes déformées en fonction des paramètres utilisés.

La présence de fissures de quelques centaines de micromètres, peut être parfois notée au bout de la fente du côté tube sur les éprouvettes ayant subi une variation de longueur de l'ordre de 3 mm (Figure 83). De plus, la comparaison de la forme des fentes simulées et observées sur les éprouvettes déformées, met en évidence une sous-évaluation de la longueur de ces dernières par simulation et ce, quelle que soit la variation de longueur d'éprouvette. On peut supposer que l'état de contrainte en bout de fentes tende à permettre l'apparition de fissures dans cette zone puis leur ouverture lors de la déformation de l'éprouvette induisant une augmentation ΔL_{fente} de leur longueur (Figure 83) et une diminution de la longueur de la bande cisaillée. La fissuration et l'ouverture des fentes ne sont pas prises en compte dans la simulation. Ceci nécessiterait un affinement conséquent du maillage en bout de fente et l'utilisation d'une procédure permettant le décollement des éléments du maillage. L'impact de ce phénomène sur le niveau de déformation dans la bande cisaillée n'a donc pas été évalué.

Sur les éprouvettes fortement déformées (variation de longueur d'éprouvette de 4,5 mm), le soudage de la partie tubulaire sur la partie cylindrique peut être observé au niveau de la fente côté tube (Figure 84). Ce phénomène est observable pour toutes les températures d'essai. Il est provoqué par la différence entre le diamètre intérieur de la partie tubulaire et le diamètre extérieur de la partie cylindrique, qui induit la mise en contact de ces 2 surfaces. En simulation, ce phénomène est pris en compte en imposant un contact collant entre partie tubulaire et partie cylindrique lorsque leurs surfaces entrent en contact. En revanche, la comparaison avec un cas pour lequel le contact resterait glissant n'a pas été effectuée mais permettrait d'évaluer l'influence de ce phénomène sur la déformation dans la zone cisaillée.

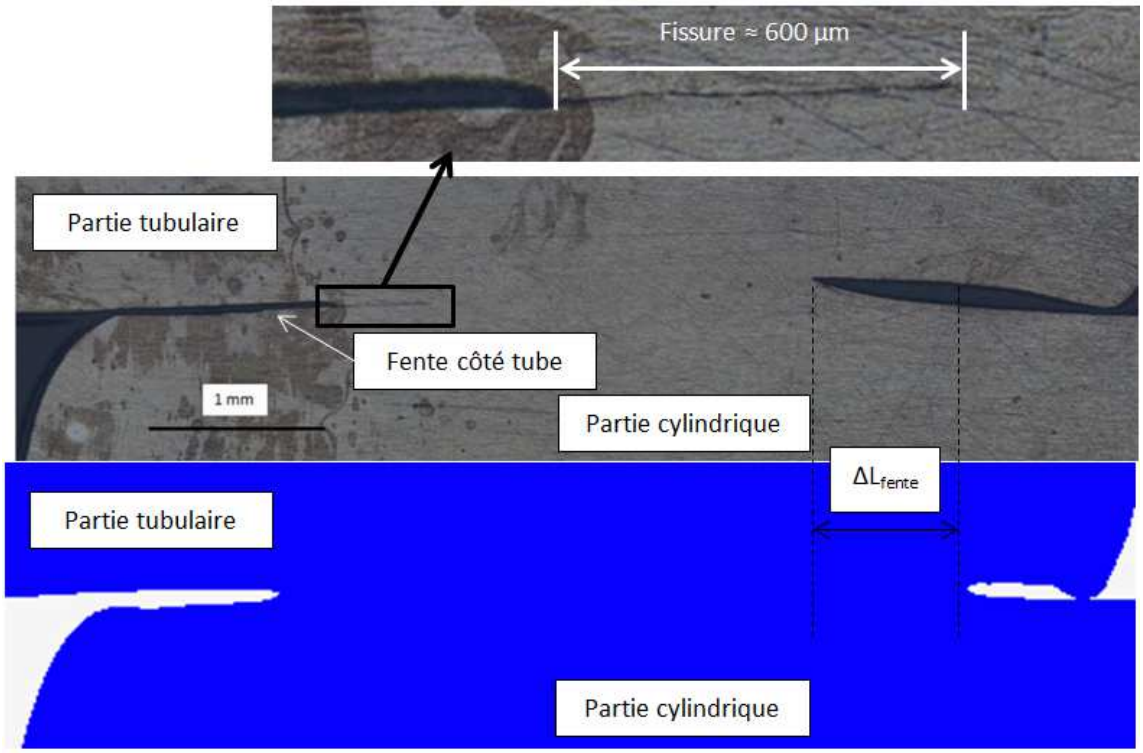


Figure 83 –Macrographie de la bande cisaillée d'une éprouvette chapeau déformée (nuance d'acier 14Cr ODS, 1250 °C, variation de longueur d'éprouvette de 3 mm, vitesse d'avance du vérin 300 mm/s) et forme de l'éprouvette simulée dans les mêmes conditions.

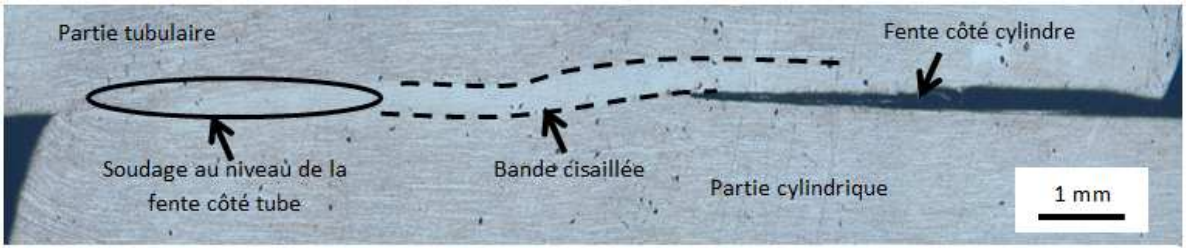


Figure 84 – Macrographie d'une éprouvette présentant une zone soudée au niveau de la fente côté tube (nuance d'acier 9Cr ODS, essai à 1100 °C, variation de longueur d'éprouvette de 4,7 mm).

1.3 Synthèse et cycles thermomécaniques imposés

Comme il a été vu dans les paragraphes précédents, l'installation et la géométrie d'éprouvette ne permettent pas de reproduire les vitesses de chauffage et de refroidissement observées en soudage. Les éprouvettes subissent une phase de chauffage à 75 °C/s puis la phase de déformation et enfin, un refroidissement à environ 40 °C/s. **Les essais sont réalisés à trois températures d'essai : 950 °C, 1100 °C et 1250 °C.** Il s'agit des températures initiales avant déformation du même ordre de grandeur que celles obtenues par simulation numérique du soudage au voisinage de l'ex plan de joint. Celles-ci sont susceptibles d'augmenter sous l'effet de l'auto-échauffement de l'ordre de quelques dizaines à une centaine de degrés.

Il a été observé que la zone cisaillée est, d'une part, déformée de manière non uniforme et d'autre part, voit sa longueur réduite par rapport à sa longueur simulée, sous l'effet de la formation de fissures et de leur ouverture au niveau des fentes. Ce phénomène n'a pas pu être pris en compte en simulation mais est susceptible de modifier le niveau de déformation localement imposé. De manière à pouvoir comparer les microstructures produites lors des essais en termes d'effet des paramètres imposés, des cartographies EBSD, présentées en partie 2, sont toujours réalisées à une distance de l'ordre de 300 µm de l'extrémité de la fente côté cylindre. Cette fente est toujours de longueur supérieure à sa longueur simulée mais semble s'ouvrir sur une distance déterminée par la variation de longueur de l'éprouvette et être non dépendante de la température ou de la vitesse d'essai. Par conséquent, la position de son extrémité peut être prise comme référence pour les caractérisations. Le niveau de déformation local réel n'étant pas déterminé, la déformation associée aux zones caractérisées est celle obtenue par simulation à même distance axiale du centre de bande cisaillée et en l'absence d'ouverture des fentes. Dans ces conditions, la déformation attribuée à la zone caractérisée est toujours proche de celle du centre de la bande cisaillée. Dans toute la suite, les essais seront désignés sous la forme température initiale – déformation – vitesse de déformation. Les deux derniers paramètres sont évalués par simulation et constituent donc un ordre de grandeur plus qu'une valeur précise. Ces essais vont donc permettre une étude semi-quantitative plus que quantitative de l'effet de la déformation sur la microstructure.

Trois vitesses de déformation (200 s^{-1}, 20 s^{-1} et 0,2 s^{-1}) et trois niveaux de déformation (0,5, 2 et 3,5) ont été choisis lors des différents essais. Pour rappel, les ordres de grandeurs des vitesse de déformation et de déformation obtenus en simulation numérique du soudage sont respectivement de quelques dizaines à quelques centaines de s^{-1} pour la vitesse de déformation, et de 2 à 9 pour la déformation plastique cumulée. Les essais à faible déformation ne sont réalisables qu'à la vitesse la plus faible. Les 2 vitesses les plus hautes sont représentatives de la gamme de vitesse déterminée au voisinage du plan de joint des soudures. La vitesse la plus lente a été choisie très éloignée des deux premières de manière à accentuer l'effet de ce paramètre. Cependant, seuls les essais à cette vitesse réalisés sur la nuance d'acier 9Cr ODS sont présentés. Une partie des éprouvettes « chapeau » déformées à chaud ont pu faire l'objet de caractérisation par EBSD et/ou par DXPA. Les résultats sont présentés en parties 2 et 3 de ce chapitre. La Figure 85 synthétise les conditions de sollicitation des éprouvettes caractérisées par au moins une de ces deux techniques. Les conditions représentatives des sollicitations rencontrées dans les ZATMs des soudures sont entourées par un cadre rouge.

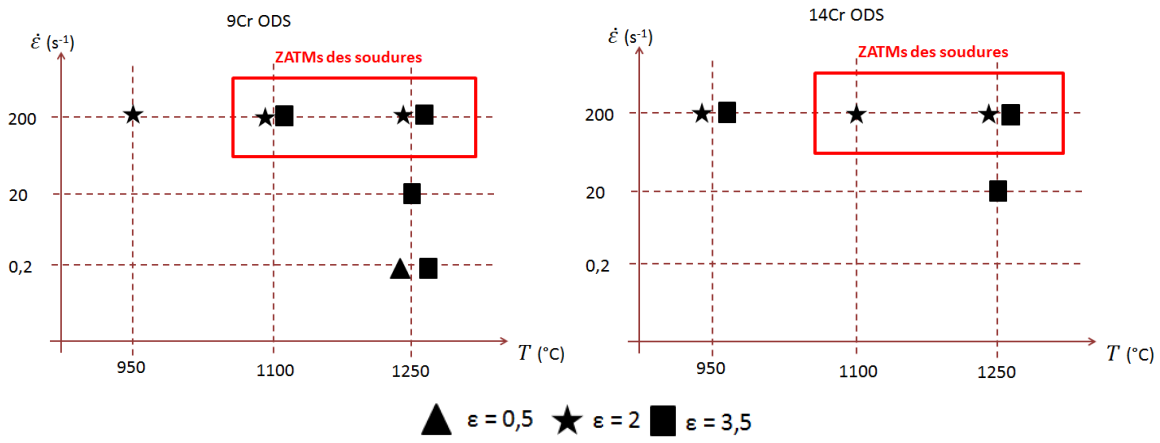


Figure 85 – Conditions d'essais imposées aux éprouvettes « chapeau » pour les deux nuances d'acier ODS et comparaison aux conditions rencontrées dans les ZATMs des soudures (cadre rouge).

2 Reproduction des microstructures de soudage par résistance sur éprouvettes « chapeau » et analyses associées

Dans une première partie, l'évolution de la microstructure à travers la bande cisaillée est présentée pour les deux nuances d'aciers étudiées. La barre n°2 décrite au chapitre 2, partie 2.2, est utilisée pour tous les essais sur éprouvettes « chapeau » pour les deux nuances. Bien que traitée à partir d'un exemple, cette première partie à vocation à présenter l'effet de l'essai sur la microstructure de manière générale et commune à toutes les éprouvettes sollicitées, sans distinction des paramètres d'essai. Dans un second temps, une attention particulière est portée sur la microstructure produite au milieu de la bande cisaillée et sur l'effet des paramètres d'essai sur cette microstructure.

2.1 Evolution microstructurale à travers la bande cisaillée

2.1.1 Cas de la nuance d'acier 14Cr ODS

L'effet d'un essai sur la microstructure du matériau 14Cr ODS est présenté dans cette partie sur l'exemple d'une éprouvette déformée dans les conditions 1250 °C – ε = 3,5 - $\dot{\varepsilon}$ = 20 s^{-1} (valeur haute de température). Les microstructures dans la zone déformée sont illustrées à partir d'une cartographie EBSD de dimensions 450 x 100 µm² traversant la bande cisaillée dans le sens radial et avec un pas de 0,5 µm (Figure 86).

Les Figure 86a et b présentent le schéma en coupe de l'éprouvette avec la localisation de la zone sur laquelle l'évolution de la microstructure à travers la bande cisaillée a été étudiée. La direction axiale apparait verticale et la direction radiale est horizontale. La cartographie de la bande cisaillée est découpée en 5 zones délimitées par les lignes pointillées sur la Figure 86b. Elles sont repérées par leur distance radiale à la zone la plus déformée (milieu de bande cisaillée) et numérotées comme indiqué en Figure 86b. La zone 1 est située du côté de la partie cylindrique de l'éprouvette. La zone 5 est située du côté de sa partie tubulaire. La morphologie des grains (couleurs aléatoires) est illustrée à partir d'extraits des cartographies en Figure 86c, et la texture de ces zones est illustrée à l'aide des figures de pôles {110} en Figure 86d. On observe en zone 5, la plus éloignée du milieu de la bande cisaillée, la présence de gros grains allongés d'une longueur de quelques dizaines de micromètres, ainsi qu'une texture proche de celle observée dans le métal de base. En se rapprochant du milieu de la bande cisaillée (en passant de la zone 4 vers la zone 2), on observe une diminution progressive de la taille des grains qui tendent également vers une morphologie équiaxe. Dans ces 3 zones, une texture de cisaillement est observée avec une intensité maximale croissante à mesure que l'on se rapproche du milieu de la bande cisaillée. Les intensités relatives des différents pôles évoluent également en passant d'une zone à l'autre. Dans la zone 1, une figure de pôle similaire à celle de la zone 5 est observée, à une rotation près dans le plan de coupe de l'éprouvette (plan (**DA**, **DR**)). Cette zone est caractérisée par un morcellement des gros grains allongés ce qui induit une diminution de la taille moyenne des grains comparativement à la zone 5.

L'évolution de la taille moyenne des grains et de la proportion de parois faiblement désorientées (LABs) en traversant la bande cisaillée, sont présentées en Figure 87a. L'affinement de la microstructure en s'approchant du milieu de la bande est associé à une diminution de la proportion de LABs. Le tracé de la distribution de désorientation en Figure 87b, révèle que la zone 1 (et 4, non tracée) se distingue principalement de la zone la moins déformée par une diminution de la proportion des LABs. En revanche, au milieu de la bande cisaillée (zone 2, et en zone 3, non tracée), on note non seulement une diminution importante de la proportion de LABs mais également une diminution de la proportion

des HABS (désorientation inférieure à environ 26 °) au profit des parois de désorientations les plus importantes. Cette distribution se rapproche d'une distribution aléatoire [175].

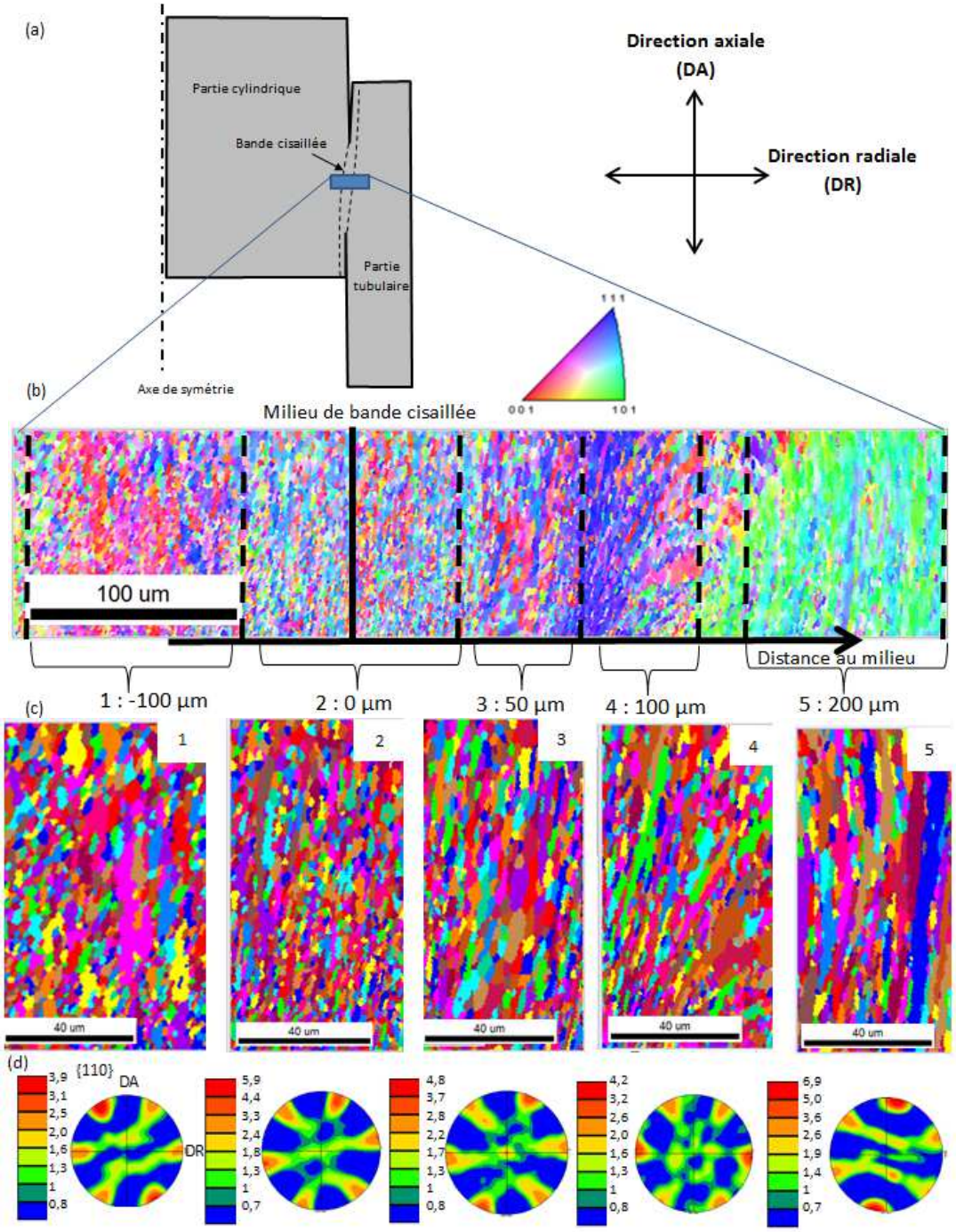


Figure 86 – (a) Schéma en coupe de l'éprouvette chapeau déformée et du positionnement de la cartographie EBSD (IPF - direction axiale) traversant la bande cisaillée. Analyse microstructurale de la zone cisaillée (14Cr ODS, paramètres 1250 °C – 3,5 – 20 s^{-1}) : (b) Cartographie EBSD traversant la bande cisaillée et position des zones numérotée de 1 à 5, (c) morphologie des grains dans ces zones (cartographie des grains en couleur aléatoire) et (d) figures de pôles {110} (DA : Direction Axiale, verticale ; DR : Direction radiale, horizontale).

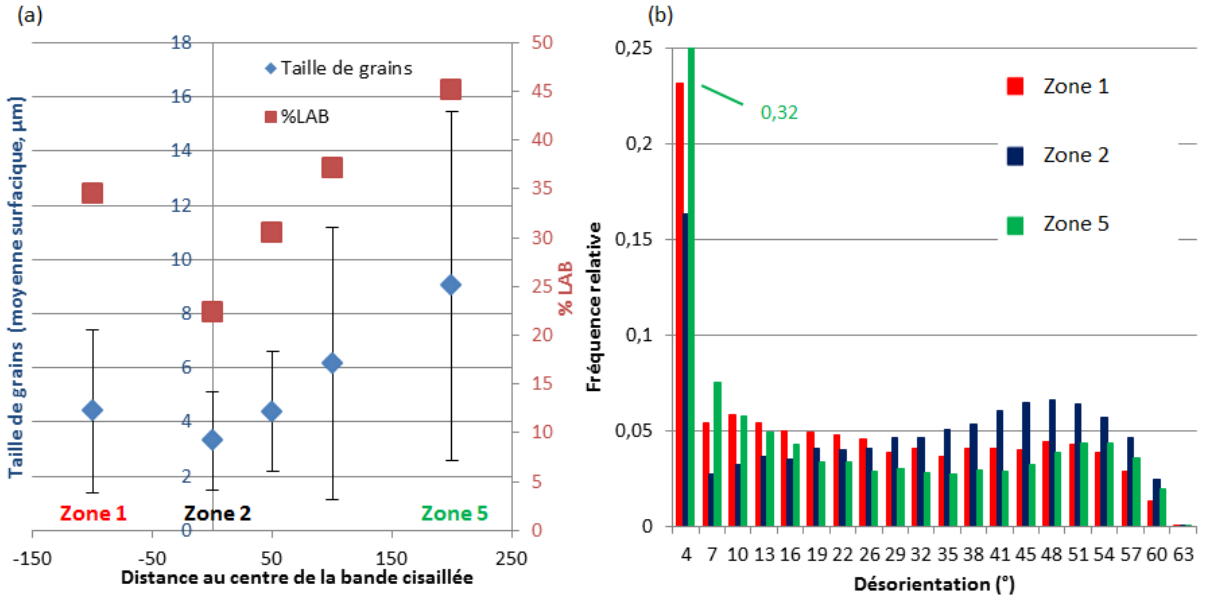


Figure 87 – Analyse microstructurale de la zone cisaillée (14Cr ODS, paramètres 1250 °C – 3,5 – 20 s^{-1}) : (a) Evolution de la taille de grain (écart-type en barre d'erreur) et de la proportion de LAB à travers la bande cisaillée; (b) Distribution des désorientations pour les zones 1 (-100 µm du milieu de la bande cisaillée), 2 (milieu de la bande cisaillée) et 5 (200 µm du milieu de la bande cisaillée).

La zone cisaillée des éprouvettes en nuance d'acier 14Cr ODS se présente donc sous la forme d'une bande de largeur de l'ordre de 250 µm au sein de laquelle un affinement de la microstructure est observable à mesure que l'on se rapproche du milieu de la bande. La zone la plus déformée, au milieu de la bande cisaillée, consiste en une zone uniforme sur une largeur d'une centaine de micromètres avec des grains légèrement allongés dans la direction axiale.

2.1.2 Cas de la nuance d'acier 9Cr ODS

Dans le cas des éprouvettes en nuance d'acier 9Cr ODS, la microstructure dans la bande cisaillée des éprouvettes « chapeau » est illustrée à partir de cartographies EBSD réalisées sur une éprouvette sollicitée avec les paramètres : 1100 °C – ε = 2 - $\dot{\varepsilon}$ = 200 s^{-1}. La Figure 88 présente la morphologie des grains et la texture observées sur des cartographies de 50 µm x 50 µm réalisées en milieu de bande cisaillée (Figure 88a, équivalent à la zone 2 de la Figure 86 pour la nuance 14Cr ODS) et dans la zone de transition située à environ 150 µm du milieu de la bande cisaillée.

Dans la zone de transition, on observe la présence de grains allongés, de longueur pouvant atteindre jusqu'à une dizaine de micromètres. Ils sont entourés de petits grains plutôt équiaxes. On note également la présence d'une texture proche de celle observée dans la bande cisaillée de l'éprouvette chapeau en nuance d'acier 14Cr ODS présentée au paragraphe précédent. Au milieu de la bande cisaillée, on observe une microstructure fine, composée de grains équiaxes de diamètre allant de quelques centaines de nanomètres à quelques micromètres. La texture présente des similarités (discutées plus en détail au paragraphe 2.2.2.2 de ce chapitre) avec celle de la zone de transition.

Les distributions de désorientations dans ces deux zones de l'éprouvette chapeau et dans le métal de base, sont présentées en Figure 89. En comparaison du métal de base (ferritique), la distribution de désorientation dans la zone de transition présente d'une part, une plus forte proportion de LABs. D'autre part, on note une proportion de désorientations comprises entre 50 ° et 60 °. La proportion de joint Σ3 est de l'ordre de 8 % dans cette zone. Ces caractéristiques sont observables sur les distributions

de désorientations déterminées par EBSD sur acier ODS à 9 % de chrome à l'état martensitique [158]. Comme évoqué au paragraphe 1.1.4.1 de ce chapitre, une microstructure 100 % martensitique est attendue dans le matériau étant donnée la vitesse de refroidissement rapide. La forte proportion de parois d'orientation comprises entre 50 ° et 60 ° pourrait dans ce cas correspondre aux désorientations entre variants de martensite formés à partir d'un même grain d'austénite en respectant une relation d'orientation de type Kurdjumov-Sach (cf. étude bibliographique, Chapitre I).

Au milieu de la zone cisaillée, la proportion de désorientation comprise entre 30 ° et 50 ° est légèrement supérieure à celle observée dans la zone de transition et la fraction de joints Σ3 est inférieure à 5 %. Ceci peut impliquer que la contribution des désorientations entre variants issus de mêmes grains d'austénite à la distribution de désorientation en milieu de bande cisaillée, est légèrement plus faible que dans la zone de transition.

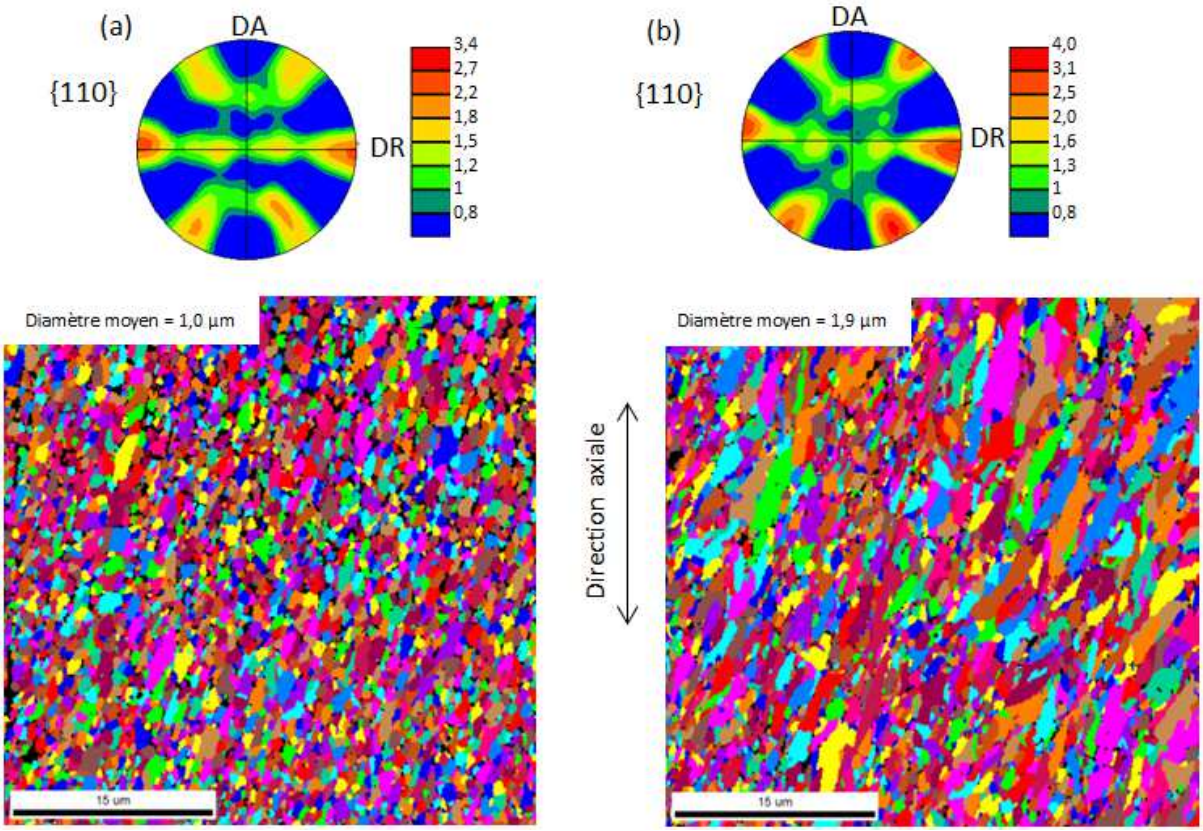


Figure 88 – Nuance d'acier 9Cr ODS (1100 °C – ε = 2 - $\dot{\varepsilon}$ = 200 s^{-1}) : figures de pôle locales {110} (DA : Direction Axiale; DR : Direction radiale) et cartographies EBSD (grains en en couleurs aléatoires) (a) au milieu de la bande cisaillée et (b) à 150 µm du milieu.

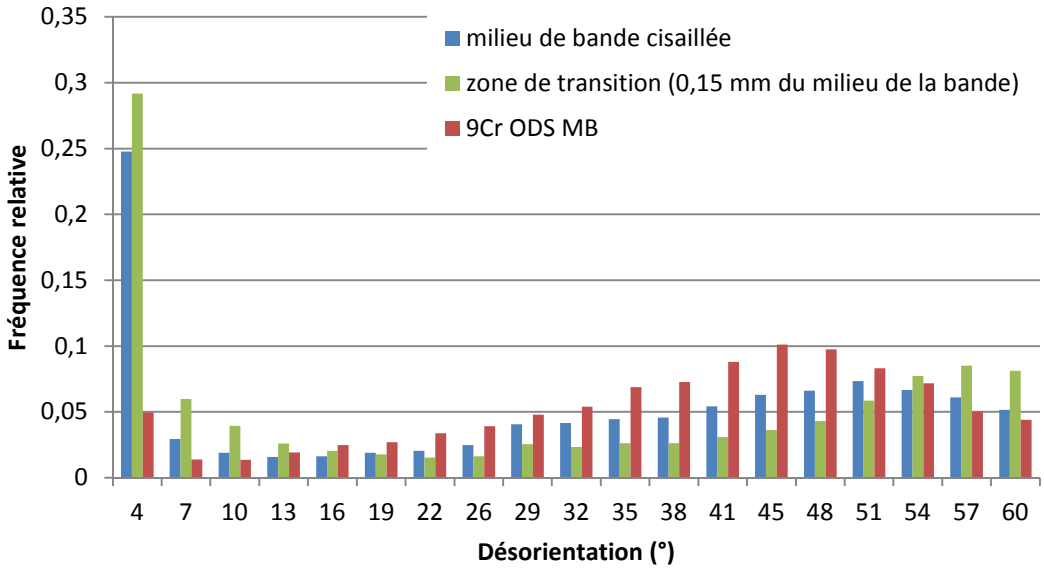


Figure 89 – Nuance d'acier 9Cr ODS (1100 °C – ε = 2 - $\dot{\varepsilon}$ = 200 s^{-1}) : distribution de désorientation au milieu de la zone cisaillée (en bleu sur l'histogramme), à 150 µm du milieu (en vert sur l'histogramme) et dans le MB (ferritique, en rouge).

En conclusion, nous avons observé que la zone cisaillée lors des essais constitue une bande d'une largeur d'environ 250 µm à 300 µm. En milieu de bande c'est-à-dire là où la déformation est la plus importante, on obtient pour les deux matériaux, une microstructure fine, équiaxe et uniforme sur une largeur d'une centaine de micromètres. Cette dernière évolue ensuite au sein de la zone de transition, qui présente pour les deux matériaux, une taille de grains supérieure à celle du milieu de bande cisaillée.

On note également une évolution de la texture à travers la bande cisaillée. Ces évolutions de taille et de morphologie des grains ainsi que de textures seront discutées aux paragraphes 2.2.1.2 et 2.2.2.2.

2.2 Effet des paramètres et comparaison des microstructures reproduites et des microstructures de soudage

Dans cette partie, on s'intéresse plus particulièrement aux microstructures produites au milieu de la bande cisaillée. Pour cela des cartographies EBSD de cette zone ont été réalisées sur des éprouvettes « chapeau » sollicitées aux différents jeux de paramètres évoqués précédemment. Les cartographies ont une dimension de 50 x 50 µm² et un pas de 0,1 µm est utilisé.

2.2.1 Sur la nuance d'acier 14Cr ODS

2.2.1.1 Effet des paramètres et comparaison aux microstructures de soudage

Dans cette partie on présente l'effet des paramètres température, vitesse de déformation et niveau de déformation sur la microstructure en milieu de bande cisaillée. La Figure 90a illustre la microstructure obtenue à partir d'une éprouvette sollicitée avec les paramètres 1100 °C – ε = 2 - $\dot{\varepsilon}$ =

200 s^{-1}. On observe qu'elle est très proche de **celle de la ZATM n°1 de la soudure** présentée au chapitre précédent pour le jeu de paramètre optimaux (I_{14}, F_{14}, t_{14}) (Figure 90b). On peut également préciser qu'elle est très proche de celles observables sur les autres éprouvettes « chapeau » (non présentée ici, par des cartographies IPF pour toutes les éprouvettes). Les tailles de grains moyennes estimées sur les cartographies réalisées au milieu de la bande cisaillée des éprouvettes « chapeau », au niveau de la ZATM n°1 de la soudure réalisée à paramètres (I_{14}, F_{14}, t_{14}), sont présentées en Figure 91. Les figures de pôles locales {110} pour ces mêmes zones des éprouvettes « chapeau » et de la ZATM n°1 de la soudure, sont présentées en Figure 92.

On observe au milieu de la bande cisaillée des éprouvettes « chapeau », **la formation d'une texture et d'une microstructure relativement proches de celles observées au plan de joint des soudures. Dans tous les cas, on note un affinement significatif de la microstructure** (taille moyenne de grains comprise entre 1,7 µm et 2 µm) comparativement au métal de base avec la disparition des gros grains allongés. On peut noter que cette taille de grain est légèrement supérieure à la taille moyenne au plan de joint de la soudure, de 1,3 µm. On notera également que cette taille de grain est très faible pour des essais réalisés à haute température (si on compare aux essais réalisés par Karch [4] sur acier 14Cr non ODS), leur croissance étant très probablement freinée par la présence des renforts nanométriques.

Si on fixe la vitesse de déformation et la déformation (respectivement 200 s^{-1} et 2), on constate que la taille de grain évolue peu avec la température. Les figures de pôles sont très proches quelle que soit la température d'essai et diffèrent principalement par leur intensité maximale qui augmente légèrement avec l'augmentation de la température.

A haute température et haute vitesse de déformation (respectivement 1250°C et 200 s^{-1}), on observe qu'une augmentation de la déformation (ε = 3,5) ne modifie pas la taille moyenne de grain mais induit une modification importante de la figure de pôle. Cette modification sera discutée aux paragraphes suivants.

A haute température et haut niveau de déformation (1250 °C, ε =3,5), une baisse de la vitesse de déformation (passage de 200 s^{-1} à 20 s^{-1}) tend à augmenter la taille de grain qui se rapproche de 3 µm et induit une texture proche de celle observée pour les essais à plus faible déformation (ε =2) mais forte vitesse (200 s^{-1}).

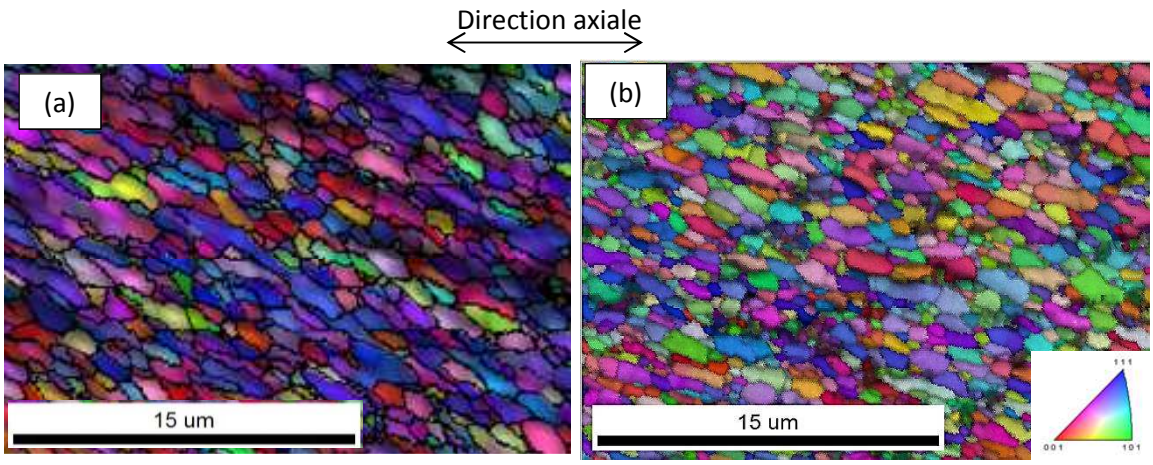


Figure 90 - Nuance d'acier 14Cr ODS : cartographies EBSD (IPF - direction axiale) (a) au milieu de la bande cisaillée sur l'éprouvette 1100 °C - ε = 2 - $\dot{\varepsilon}$ = 200 s^{-1} et (b) au plan de joint d'une soudure (ZATM n°1, paramètres (I_{14}, F_{14}, t_{14})).

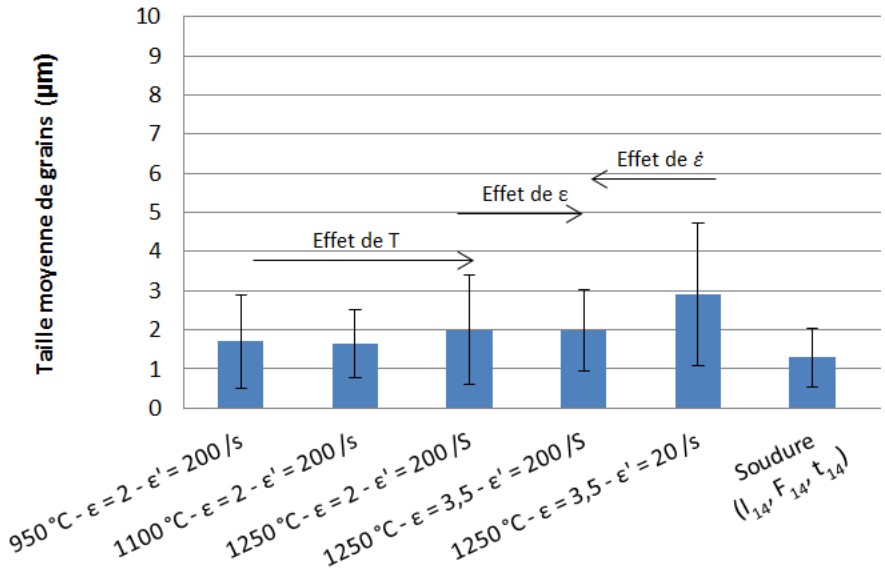


Figure 91 – Nuance d'acier 14Cr ODS : taille de grains moyenne et écart type associé pour les différentes conditions d'essai et pour le plan de joint d'une soudure réalisée à paramètres de référence (I_{14}, F_{14}, t_{14}).

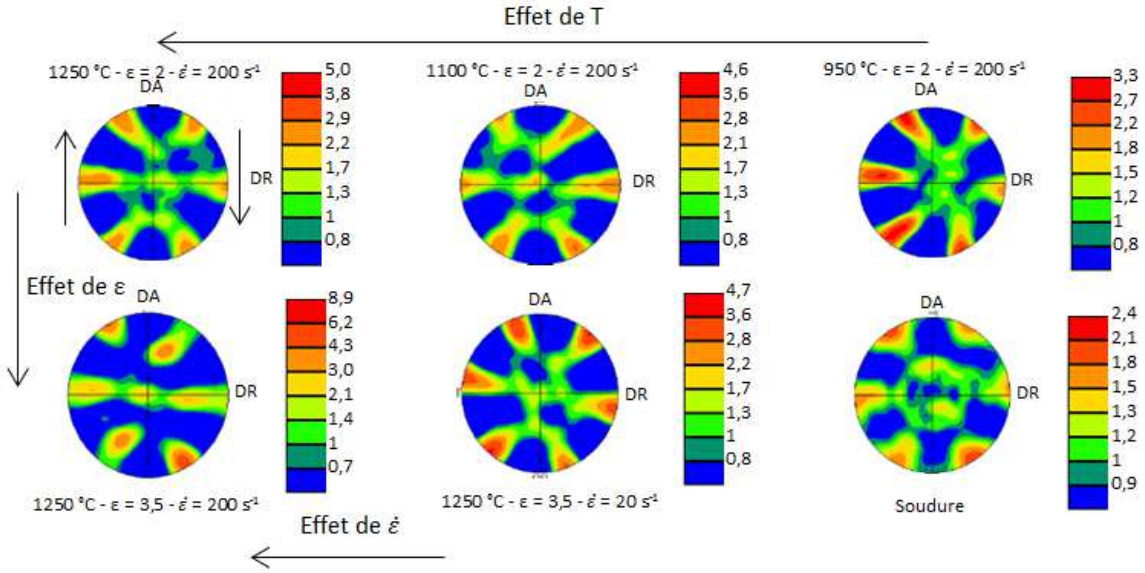


Figure 92 – Nuance d'acier 14Cr ODS : figures de pôle {110} au milieu de la bande cisaillée des éprouvettes « chapeau » et pour la soudure à paramètres (I_{14}, F_{14}, t_{14}). (DA : Direction Axiale ; DR : Direction radiale).

2.2.1.2 Synthèse et discussion sur le mécanisme à l'origine de la microstructure observée au milieu de la bande cisaillée pour la nuance d'acier 14Cr ODS

Synthèse des observations

Les caractérisations EBSD au milieu de la bande cisaillée ont révélé pour l'ensemble des essais sur éprouvettes « chapeau », un affinement de la microstructure comparativement au MB (Figure 91).

Cette microstructure est plutôt équiaxe ou légèrement allongée dans le sens de sollicitation et est morphologiquement proche de celle observée au niveau du plan de joint (ZATM n°1) de la soudure présentée au chapitre 1 (Figure 90). On note en particulier, la disparition des gros grains allongés initialement présents dans le métal de base. Il a été observé (Figure 86 et Figure 87) que la microstructure s'affine progressivement en traversant la bande cisaillée, jusqu'à atteindre sa taille minimale dans la zone la plus déformée. Cet affinement est associé à une diminution de la proportion de parois faiblement désorientées. L'évolution microstructurale est accompagnée d'une évolution de la texture. La texture observée en milieu de bande cisaillée pour les essais réalisés à forte vitesse de déformation (200 s^{-1}) et pour un niveau de déformation $\varepsilon \approx 2$, présente des similitudes avec celle observée proche de la trace du plan de joint de la soudure. On note un effet du niveau et de la vitesse de déformation sur la texture obtenue. **On arrive donc bien à reproduire des microstructures similaires à celles obtenues au voisinage de la trace du plan de joint** du point de vue de la taille, la morphologie et la texture cristalline des grains.

Scenarii envisagés pour expliquer ces observations

Pour expliquer l'affinement de la microstructure de la nuance d'acier 14Cr ODS lors du cisaillement à chaud, on peut envisager l'occurrence d'un mécanisme de recristallisation dynamique. Parmi les mécanismes existants, la RDC est le plus communément observé sur les aciers ferritiques. C'est donc le mécanisme le plus attendu en vue d'expliquer l'évolution microstructurale de la nuance d'acier 14Cr ODS lors des essais sur éprouvette chapeau. On peut cependant, également envisager l'occurrence de RDG dans le cas de matériaux très déformés. Dans certains cas, le mécanisme de RDD a pu être signalé sur des aciers ferritiques (cf. chapitre 1), il ne peut donc pas être exclu ici.

Discussions

Les différentes composantes de la texture peuvent être mises en évidence par le tracé des fonctions de distribution d'orientation (ODF pour Orientation Distribution Function). Elles ont été tracées en fonction des angles d'Euler en convention de Bunge et avec pour repère initial (**z**, **r**, **θ**) en coordonnées cylindriques. La Figure 92 présente les résultats pour l'éprouvette déformée dans les conditions 1100 °C – ε = 2 - $\dot{\varepsilon}$ = 200 s^{-1}. On retrouve qualitativement les principales composantes (E_i, F, D_i, J_i) (i = 1 ou 2) identifiées par Backzynski et Jonas [48][49] lors de la déformation d'acier ferritique à chaud aussi bien qu'à température ambiante. On a observé peu de différence sur les figures de pôles {110} pour les essais réalisés à forte vitesse (200 s^{-1}) avec une déformation de l'ordre de 2 et aux trois températures appliquées, ainsi que sur celle de l'essai à déformation supérieure (ε= 3,5) à vitesse de de déformation de 20 s^{-1} et 1250 °C (Figure 91). En revanche, la figure de pôles de l'essai à 1250 °C – ε = 3,5 - $\dot{\varepsilon}$ = 200 s^{-1} correspond à une texture dominée par la composante D1, identifiée par Oliveira et Montheillet [3] comme prédominante à forte déformation lors d'essai de cisaillement par torsion (pour un cisaillement positif) sur acier ferritique à des températures (900 °C et 1050 °C) pour lesquelles la RDC est observée. La vitesse de déformation semble avoir un effet sur l'évolution de la texture. Celle-ci se rapproche plus rapidement d'une composante D1 prédominante, pouvant être attendue à forte déformation, si la vitesse de sollicitation est rapide (200 s^{-1} comparativement à 20 s^{-1}).

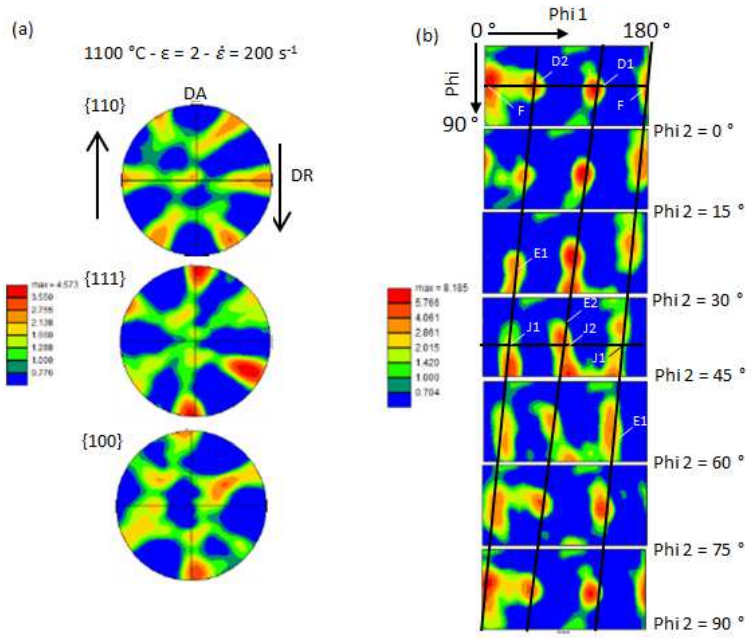


Figure 93 – Nuance d'acier 14Cr ODS sollicitée à paramètres 1100 °C – ε = 2 - $\dot{\varepsilon}$ = 200 s^{-1} : (a) Figures de pôles {110}, {111} et {100} (DA : Direction Axiale; DR : Direction radiale) et (b) ODF.

On peut noter que la texture au niveau du plan de joint de la soudure est plus proche de celle des essais à déformation proche de 2, bien que la déformation y soit nettement supérieure (ε = 9 au plan de joint d'après les résultats de simulation du soudage). De plus, la texture observée au niveau du plan de joint de la soudure n'est pas largement dominée par une composante D_i comme c'est le cas de l'éprouvette sollicitée dans les conditions 1250 °C – ε = 3,5 - $\dot{\varepsilon}$ = 200 s^{-1}. Pour expliquer ce phénomène, on peut envisager une surévaluation de la déformation et/ou de la vitesse de déformation lors de la simulation du soudage. Cependant, il faut noter que dans les cas de soudage, la sollicitation ne correspond pas à du cisaillement pur dans une direction fixe (parallèle à l'axe de filage), mais plutôt à du cisaillement dans une direction qui suit l'orientation du plan de joint lors de la phase de déformation. La composante de déformation en cisaillement dans le plan de coupe longitudinal présentée au chapitre 2 dans le cas du soudage, présente des oscillations (changement de signe) et s'annule à plusieurs reprises lors du procédé. Oliveira et Montheillet [3] ont observé que dans le cas de sollicitation en cisaillement (en torsion), l'application d'un cisaillement négatif puis positif induit le passage d'une texture stabilisée dominée par la composante D2 vers une texture, également stabilisée aux grande déformations, dominée par la composante D1. Le passage entre ces deux états se fait via une phase transitoire plus complexe pour laquelle la texture est un mélange de différentes composantes communément observées en cisaillement.

On peut ajouter que dans le cas d'essais de torsion réalisés sur aciers ferritiques précédemment mentionnés [3][49][48], les intensités relatives des différentes composantes de la texture diffèrent suivant que les essais sont menés à froid ou à chaud, condition dans laquelle la RDC est observée. Dans ce second cas, la prédominance d'une orientation de type D, qui est présente après essais à froid mais relativement moins intense que des composantes de type F ou J, est expliquée par le fait que cette orientation est favorable à la formation de nouveaux grains et à leur croissance au détriment des grains d'orientations différentes (F et J notamment). Ce dernier point est dû soit à un mécanisme de germination orientée c'est-à-dire que la probabilité pour qu'un grain soit formé est fonction de son orientation [50][49] (pouvant être quantifiée à l'aide de son facteur de Taylor en vue de déterminer

cette probabilité), soit par un mécanisme croissance sélective [3] (migration des joints de grains influencée par sa désorientation vis-à-vis de ces voisins). La texture de cisaillement dominée par une orientation de type D à forte déformation est donc caractéristique des aciers ferritiques subissant un mécanisme de RDC. Le mécanisme de RDD n'est généralement pas observé sur les aciers ferritiques. Ce phénomène est généralement signalé comme induisant une texture plutôt aléatoire ou peu marquée. Cependant, on peut supposer qu'un mécanisme de germination orientée ou de croissance sélective lors de la recristallisation dynamique discontinue soit susceptible d'induire une texture, pouvant être proche de celle obtenue par RDC. Ces suppositions sont supportées par les résultats de simulation de l'évolution de la texture d'un acier ferritique en torsion, effectuée par Hildenbrand [50] à l'aide d'un modèle de plasticité cristalline auto-cohérent avec prise en compte de la recristallisation dynamique via les phénomènes de germination et croissance orientées (cf. Chapitre 1). Le modèle en question vise à retrouver, en utilisant des paramètres recalés sur l'expérience, la texture induite par la RDC lors de la déformation. Cependant, le formalisme utilisé pour prendre en compte ces phénomènes ne prend pas en compte explicitement les particularités de la RDC c'est-à-dire l'augmentation de la désorientation des parois des cristallites, mais plutôt un schéma de transfert de volume attribué aux différentes orientations présentes dans le matériau. Un tel schéma pourrait aussi bien s'appliquer à un mécanisme de RDD que de RDC tant que les phénomènes de germination et/ou de croissance orientée sont observés.

Par conséquent, l'étude de l'effet des paramètres d'essai sur la texture ne permet pas à elle seule de trancher sur le mécanisme à l'origine de l'affinement de la microstructure et doit être complétée par l'analyse de l'évolution microstructurale avec la déformation. Dans les zones de transition entre le MB et le milieu de la bande cisaillée (zones 1, 3 et 4, définies au paragraphe 2.1), on observe la coexistence de gros grains en cours de morcellement et de petits grains plutôt équiaxes présentant peu ou pas de parois faiblement désorientées internes (cf. la Figure 94a qui illustre l'essai 1250 °C – $\varepsilon = 2$ - $\dot{\varepsilon} = 200\ s^{-1}$). Ces petits grains équiaxes semblent se situer principalement autour des plus gros. Leur présence semble également pouvoir être notée à l'intérieur de certains de ces derniers, comme on peut l'observer à l'intérieur du grain allongé en cours de morcellement entouré d'une ellipse blanche sur la Figure 94a. Les grains les plus gros peuvent provenir des grains allongés initialement présents dans le MB. Ils sont déformés mais possiblement restaurés dynamiquement. On peut voir à l'intérieur de ces grains une sous-structure équiaxe malgré l'étirement des gros grains, qui peut s'expliquer par la migration des sous-joints [9]. On peut envisager que l'augmentation de la désorientation des parois de dislocations formées, aboutissent par un mécanisme de RDC à l'apparition des petits grains équiaxes entièrement délimités par des joints fortement désorientés par rapport au gros grain initial. Cependant, il semble difficile de faire la distinction entre un petit grain formé par RDC et un éventuel germe de RDD isolé formé dans un grain voisin et se propageant par mécanisme SIBM (Strain Induced Boundary Migration). Au milieu de la bande cisaillée, si le nombre de gros grains est plus réduit que dans les zones de transition, on note tout de même la présence de grains allongés de longueur de quelques micromètres, traversés dans leur largeur par des parois faiblement désorientées. Le morcellement de ces grains allongés en petits grains par mécanismes de RDG [20] peut alors être envisagé.

Pour l'ensemble des essais, un pic de force suivi d'une chute brutale est observé lors du déplacement du vérin, comme présenté au paragraphe 1.1.4.2. Ce type de comportement pourrait être lié avec l'occurrence d'un mécanismes de RDD en collier qui induit un affinement de la microstructure et la présence d'un pic unique sur les courbes contraintes déformation [21]. Etant donné la complexité de l'essai sur éprouvettes chapeau, le lien entre les courbes force-déplacement du vérin et contrainte–déformation ne peut pas être établi directement. Cependant, on peut noter que la chute de force n'est pas observée en simulation et ce, même en prenant en compte l'auto-échauffement. Cela implique que la chute de la force du vérin provient soit d'une chute de la contrainte d'écoulement ou soit d'une diminution de la taille de la zone à déformer par fissuration et de l'ouverture des fentes lors de la

déformation. Ce dernier phénomène n'ayant pas pu être pris en compte dans la simulation, son effet sur l'évolution de la force du vérin n'a pas pu être évalué.

En conclusion, le sujet reste complexe. La comparaison des microstructures et des textures produites au niveau du pic de force (essais arrêtés non réalisés) et pour des déformations importantes (essais présentés dans ce chapitre), ainsi qu'une analyse complémentaire de l'évolution des populations de grains présentant les différentes orientations associées à la texture de cisaillement (E, D, F, J), pourraient permettre de conclure sur le mécanisme de recristallisation dynamique à l'œuvre lors de ces essais. **Les observations présentées ici, mettent en évidence des caractéristiques qui peuvent être associées à chacun des mécanismes envisageables de recristallisation dynamique**. La présence de sous-structures dans les grains les plus gros et une augmentation de leur désorientation peut induire la formation de petits grains équiaxes par RDC. La présence de grains étirés et traversés dans leur largeur par des parois faiblement désorientées, peut laisser penser que la RDG est susceptible de se produire et pourrait également expliquer la présence de petits grains équiaxes. Enfin, les courbes de force pourraient indiquer un mécanisme de RDD. On peut alors analyser les grains les plus petits, présents autour des plus gros grains et dont ils ne partagent pas l'orientation, comme des germes de RDD.

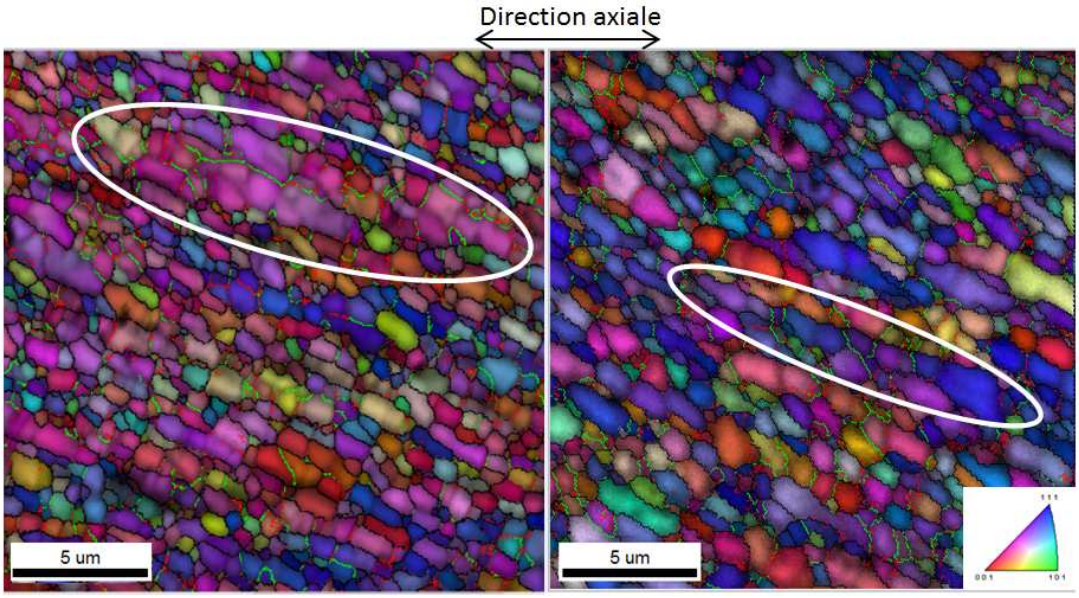


Figure 94 – Nuances d'acier 14Cr ODS (essai 1250 °C – ε = 2 - $\dot{\varepsilon}$= 200 s^{-1}) : Cartographies EBSD (IPF - direction axiale) (a) à une centaine de micromètre du milieu de la bande cisaillée et (b) au milieu de la bande cisaillée. Les parois de désorientation 2 ° < θ < 5 ° apparaissent en rouge, les parois 5 ° < θ < 10 ° en vert et θ > 10 ° en noir.

2.2.2 Sur la nuance d'acier 9Cr ODS

2.2.2.1 Effet des paramètres et comparaison aux microstructures de soudage

Pour l'ensemble des essais sur nuance d'acier 9Cr ODS, la microstructure au milieu de la bande cisaillée est fine, plutôt équiaxe ou légèrement étirée dans le sens de sollicitation, et morphologiquement **assez proche de la microstructure de la ZATM des soudures** (Figure 95). Les tailles de grains moyennes au milieu de la bande cisaillée des éprouvettes « chapeau », au niveau de la ZATM d'une soudure réalisée à paramètres (I_9, F_9, t_9) et dans le MB, sont présentées en Figure 96. Les figures de pôles locales {110} associées sont présentées sur la Figure 97.

Comme pour la nuance d'acier 14Cr ODS, si on fixe la vitesse de déformation et le niveau de déformation (respectivement de 200 s^{-1} et 2), on observe que la température a peu d'effet à la fois sur la taille de grains et sur la texture. Une augmentation de la déformation (de ε ≈ 2 à ε ≈ 3,5), à 1250 °C et forte vitesse de déformation, n'entraine pas de variation significative de la taille de grain et induit une texture qui présentent des similitudes avec celle développée à plus faible déformation avec toutefois, une intensité maximale inférieure à plus haut niveau de déformation. Une faible vitesse de sollicitation (0,2 s^{-1}) induit une taille de grains deux fois supérieure à celle obtenue à 200 s^{-1}. Dans tous les cas les cycles thermomécaniques imposés au matériau induisent un affinement de la microstructure comparativement au métal de base. Les éprouvettes sollicitées à forte vitesse de déformation présentent une taille de grains proche de celle observée dans la ZATM de la soudure (diamètre ≈1,3 µm). On observe également (Figure 97) que ces mêmes éprouvettes présentent une texture qualitativement plus proche de celle de la ZATM de la soudure que les éprouvettes sollicitées à faible vitesse. On note de plus, des similitudes entre la texture développée lors des essais sur nuance 9Cr ODS à forte vitesse de déformation et les textures observées sur nuance d'acier 14Cr ODS.

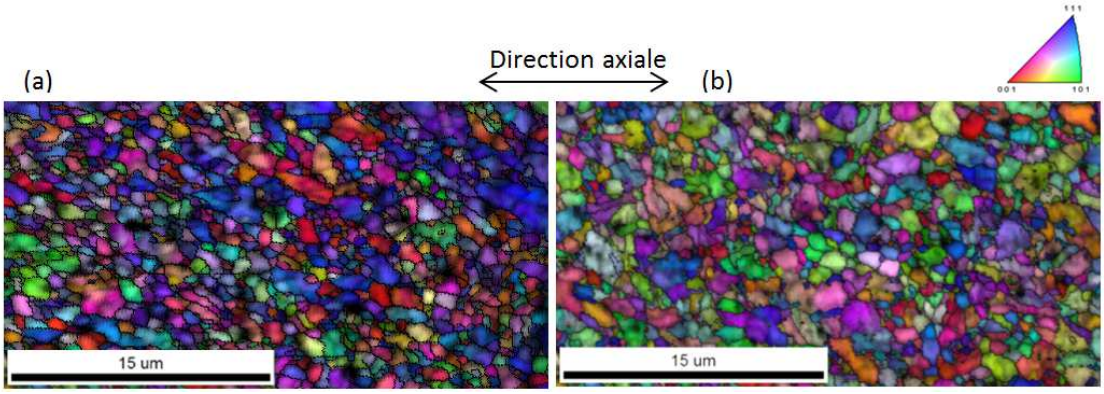


Figure 95 – Nuance d'acier 9Cr ODS : Cartographies EBSD (IPF - direction axiale) (a) au milieu de la bande cisaillée sur l'éprouvette à 1250 °C - ε = 2 - $\dot{\varepsilon}$ = 200 s^{-1} et (b) au plan de joint d'une soudure (ZATM, paramètres (I_9, F_9, t_9)).

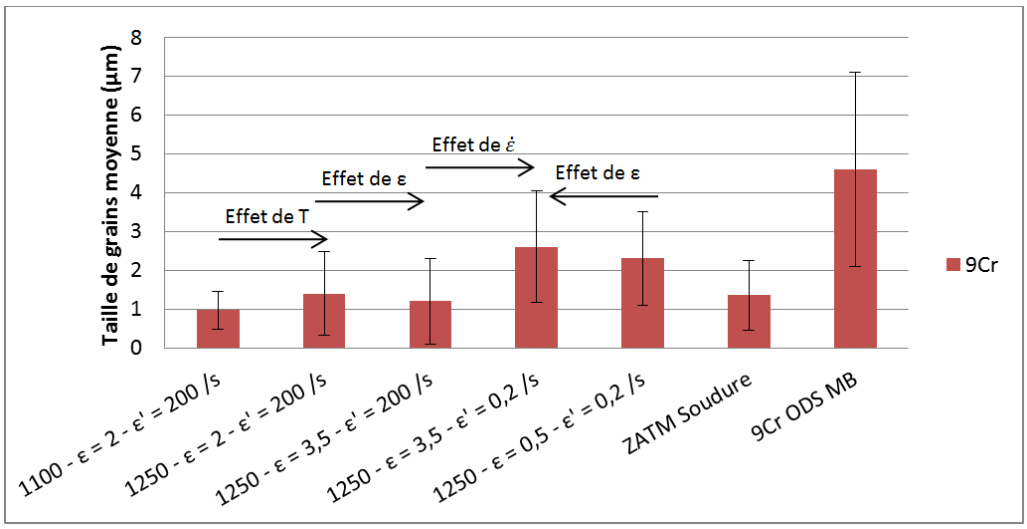


Figure 96 - Nuance 9Cr ODS : tailles de grains moyennes et écart-types associés pour les différentes conditions d'essai sur éprouvette chapeau, pour la ZATM d'une soudure réalisée à paramètres (I_9, F_9, t_9) et le métal de base.

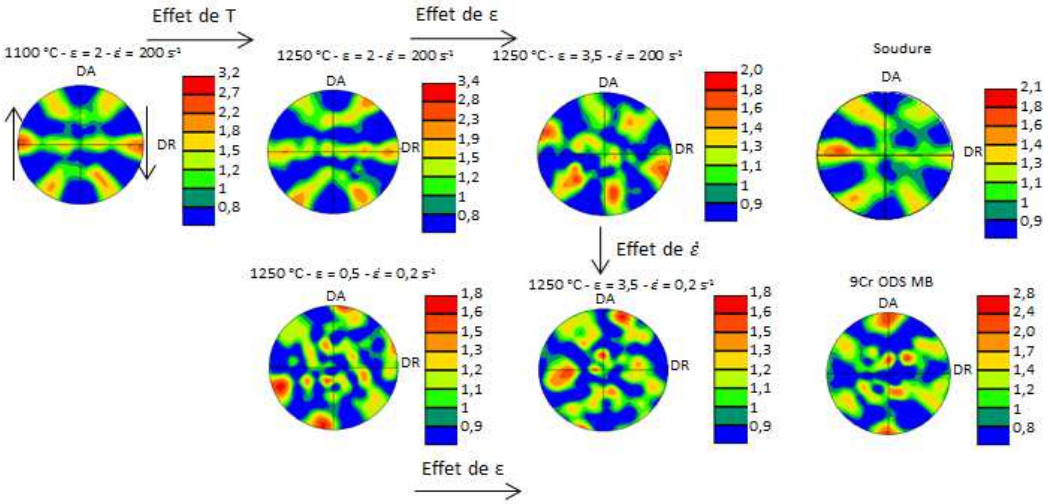


Figure 97 – Nuance 9Cr ODS : figures de pôle {110} au milieu de la bande cisaillée pour les différentes conditions d'essai et au niveau de la ZATM d'une soudure réalisée à paramètres (I_9, F_9, t_9) et le métal de base. (DA : Direction Axiale, DR : Direction Radiale).

2.2.2.2 Discussion sur le mécanisme à l'origine de la microstructure observée au milieu de la bande cisaillée pour la nuance d'acier 9Cr ODS

Synthèse des observations

Dans le cas de la nuance d'acier 9Cr ODS, on observe que le cycle thermomécanique imposé induit en milieu de bande cisaillée, une microstructure micronique équiaxe. Comme dans le cas de la soudure présentée au chapitre 2 et comme vu dans la littérature sur les aciers 9Cr ODS [89][158], les caractérisations EBSD ne permettent pas d'identifier distinctement les lattes, paquets ou blocs caractéristiques des microstructures martensitiques. La comparaison des distributions de désorientation en milieu de bande cisaillée et dans la zone de transition (Figure 89) a montré que la distribution de désorientations dans la zone de transition est proche de celle observée dans la littérature sur nuance d'acier 9Cr ODS à l'état martensitique caractérisée par EBSD [158]. Elle peut s'expliquer par une forte contribution des désorientations entre variants de martensite produits à partir d'un même grain d'austénite. En milieu de bande cisaillée, cette contribution inter-variants semble légèrement plus faible et on peut s'interroger sur l'origine de cette différence. Enfin, la texture observée sur les éprouvettes sollicitées à forte vitesse (200 s^{-1}), qui est proche de celle observée au voisinage de la trace du plan de joint des soudures, présente également des similitudes avec celle observée au milieu de la bande cisaillée sur la nuance 14Cr ODS. **On arrive donc bien à reproduire des microstructures similaires à celles obtenues dans la ZATM des soudures** du point de vue de la taille, la morphologie et la texture cristalline des grains.

Scenarii envisagés pour expliquer ces observations

On peut imaginer 3 scénarii pouvant aboutir à ce type de microstructure et de texture :

- (1) formation de l'austénite lors de la phase de chauffage puis déformation en phase austénitique suivi d'une transformation de phase respectant une relation d'orientation particulière avec la phase mère et conduisant à une texture de cisaillement ;

- (2) déformation en phase austénitique qui entraine lors de la déformation, la formation de ferrite alpha par transformation de phase dynamique de l'austénite au-dessus de sa température de décomposition [30], puis la déformation de la ferrite alpha qui acquiert une texture de cisaillement.

- (3) formation de ferrite delta par augmentation de température lors de l'essai sous l'effet de l'auto-échauffement, déformation de la ferrite qui adopte une texture de cisaillement puis maintien de la ferrite et de la texture lors de la trempe ;

Dans le cas du scenario (1), on peut envisager l'occurrence d'un mécanisme de recristallisation dynamique lors de la déformation de la phase austénitique, ainsi que la formation de martensite ou de ferrite au refroidissement ; ces deux phases pouvant se former avec les mêmes relations d'orientation avec l'austénite et malgré la vitesse de refroidissement rapide. Il est en effet établi que la déformation de l'austénite à chaud peut être favorable à la transformation ferritique. La ferrite est alors susceptible de se former même à des vitesses de refroidissement rapides pour lesquelles, elle n'est pas observée après refroidissement d'austénite non déformée [176]. Cet effet favorable de la déformation de l'austénite sur la formation de ferrite au refroidissement est observé lorsque l'austénite est écrouie et présente des sous structures [177]. En conséquence, il tend à être annulé par la recristallisation dynamique.

En ce qui concerne le scenario (2), on peut noter que les essais sont réalisés à haute température, au moins 300 °C au-dessus de la température de décomposition de l'austénite en ferrite alpha lors d'un refroidissement lent [82]. L'occurrence de la transformation de phase dynamique nécessiterait donc que l'effet de la déformation de l'austénite permette l'apparition de la ferrite alpha lors de la déformation, à une température très supérieure à la température pour laquelle elle peut être observée lors du refroidissement à partir d'austénite non déformée. On peut cependant noter que ce phénomène de transformation de phase dynamique de l'austénite a déjà été observé dans la littérature lors d'essais de torsion menés à 1150 °C sur aciers faiblement alliés et aciers TRIP, soit 300 °C au-dessus de leur température de transformation de l'austénite en ferrite [33]. La littérature sur ce phénomène reste assez peu fournie, notamment en ce qui concerne l'effet des éléments d'additions. Par conséquent, il semble que l'hypothèse d'occurrence de la transformation dynamique de l'austénite lors de la déformation, même bien au-delà de sa température de décomposition, ne puisse pas être exclue *a priori* dans le cas de la nuance d'acier 9Cr ODS.

Discussions

L'ODF correspondant au milieu de la bande cisaillée pour l'essai réalisé avec les paramètres 1100 °C – ε = 2 - $\dot{\varepsilon}$ = 200 s^{-1}, est présenté en Figure 98a. L'ODF pour la zone de transition de cette même éprouvette (150 µm du milieu de la bande cisaillée) est présenté en Figure 98b. Les principales composantes attendues suite à la déformation en cisaillement d'aciers ferritiques sont retrouvées. Dans la littérature, ces composantes ont été observées sur des aciers austénitiques stabilisés au nickel (Fe-30 %Ni), sollicités en torsion sur barreau en phase austénitique (à 320 °C, température pour laquelle l'austénite ne recristallise pas dynamiquement lors de la déformation), puis refroidis à -196 °C de manière à former de la martensite [61]. De plus, Wittridge et Jonas [61] ont signalé, dans la martensite formée à partir d'austénite déformée à chaud, la présence d'une composante supplémentaire {110}<110> non présente dans la texture des aciers ferritiques sollicités en torsion [49][48], et non observée sur la nuance d'acier 14Cr ODS lors de cette étude.

La présence de cette composante est indiquée en cercles noirs sur la Figure 98 (a et b). La Figure 98c présente la texture prédite par Wittridge et Jonas à l'aide d'un modèle permettant de déterminer la texture obtenue par transformation de phase suivant une relation d'orientation de Kurdjumov-Sachs (K-S) à partir de la texture de déformation en torsion en phase austénitique. Les composantes {110}<110> induites par la transformation de phase et non obtenues dans le cas d'une déformation en phase ferritique, sont représentées par les carrés noirs. Il faut rappeler pour justifier de la position de ces carrés sur l'ODF, que dans le cas d'essais de cisaillement (en torsion ou sur éprouvette chapeau), la désignation {hkl}<uvw> fait référence au plan cristallin parallèle au plan de cisaillement (plan (**r**, **θ**) en torsion et (**z**, **θ**) pour les éprouvettes chapeau, en coordonnées cylindriques) et à la direction cristalline parallèle à la direction de cisaillement (**θ** en torsion, **z** sur éprouvette chapeau). Les angles d'Euler sont quant à eux définis avec pour repère initial (**θ**, **z**, **r**) en torsion et pour rappel, (**z**, **r**, **θ**) sur les éprouvettes « chapeau ». La présence de cette composante sur l'éprouvette chapeau indique donc que **la texture observée est induite par la déformation en phase austénitique suivie d'une transformation de phase au refroidissement** respectant la relation d'orientation de K-S. Par conséquent, les hypothèses d'occurrence des phénomènes de transformation de phase dynamique de l'austénite en ferrite alpha sous l'effet de la déformation (scenario 2) ou de transformation en ferrite delta sous l'effet de l'auto-échauffement (scenario 3), ne sont pas cohérentes avec la texture observée sur les éprouvettes « chapeau » sollicitées à forte vitesse.

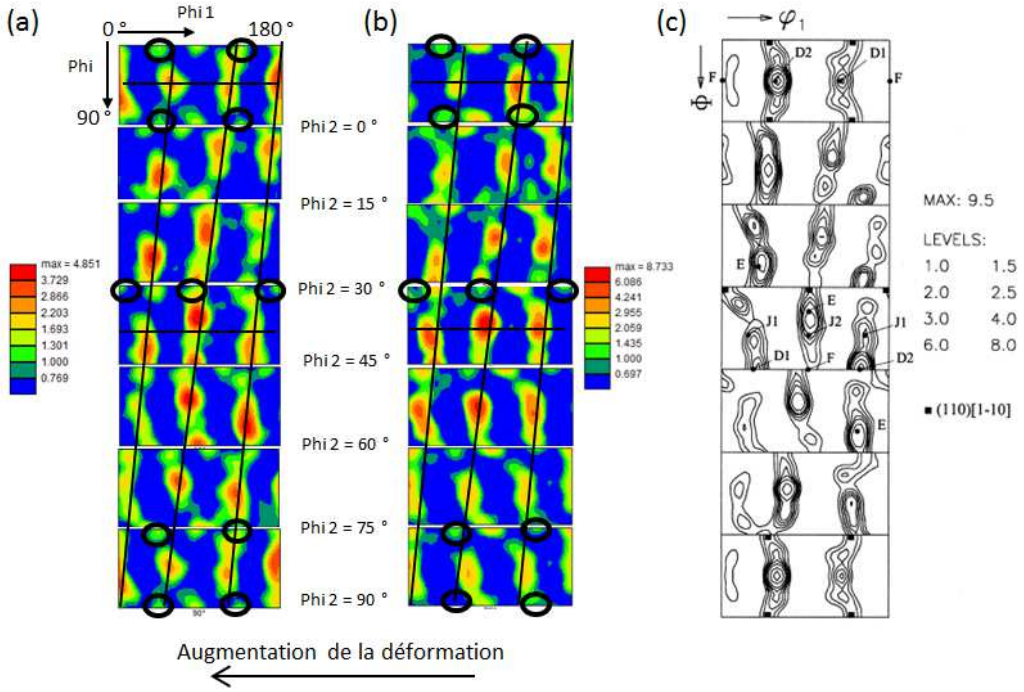


Figure 98 – Nuance d'acier 9Cr ODS : ODF (a) au milieu de la bande cisaillée, (b) à 150 µm du milieu en direction radiale pour l'éprouvette 1100 °C – ε = 2 - $\dot{\varepsilon}$ = 200 s^{-1} et (c) ODF prédite par Wittridge et Jonas dans le cas de déformation en phase austénitique suivi d'une transformation de phase au refroidissement [61]**.**

L'évolution de la texture dans la bande cisaillée illustrée en Figure 98a et b, est caractérisée notamment par une atténuation des composantes D_i (i = 1 ou 2) avec la déformation au profit des composantes E_i et F. Les composantes D_i de la structure cubique centrée sont issues par transformation de phase respectant une relation d'orientation de Kurdjumov-Sach, de la composante B (1-12)[110] observée dans l'austénite déformée en cisaillement. Les composantes E_i de la phase cubique centrée sont issues de la composante A (1-11)[110] ou C (001)[110] (d'intensité généralement moins

importante que la composante A [178][61]) de l'austénite. La composante F de la phase cubique centrée peut être formée à partir de ces composantes A et B de l'austénite [61]. La formation de ces composantes dans les matériaux cubiques à face centrée peut être prédite, avec des intensités proches, par des modèles de plasticité ne prenant en compte que le glissement sur les plans cristallins [179][61]. En revanche, la RDD associée à un mécanisme de germination de type SIBM a déjà été signalée dans des nuances c.f.c comme très favorable à la formation d'une composante A forte au détriment des autres orientations [178][180]. Ceci est cohérent avec le fait que, de manière générale, les mécanismes d'évolution microstructurale à chaud (RDD, croissance des grains par mobilité des joints de grains) tendent à favoriser le développement des grains à faible facteur de Taylor (composante A de la texture de cisaillement des matériaux c.f.c) au détriment de ceux de facteur de Taylor plus important [178][3][50][49][180]. L'évolution de texture à travers la bande cisaillée des éprouvettes en nuance d'acier 9Cr ODS est donc cohérente avec l'hypothèse d'**occurrence d'un phénomène de RDD en phase austénitique, suivi d'une transformation de phase au refroidissement** respectant la relation d'orientation de Kurdjomov-Sach**.**

Il a été noté précédemment que la contribution des désorientations entre variants de martensite issus de mêmes grains d'austénite, à la distribution de désorientation en milieu de bande cisaillée, peut sembler légèrement moins marquée que dans la zone de transition (Figure 89). Pour expliquer cette différence, on pourrait envisager la formation d'une faible proportion de ferrite lors du refroidissement à partir de l'austénite déformée. Cependant, il a également été mentionné que l'effet favorable de la déformation de l'austénite sur la formation de la ferrite au refroidissement était la conséquence de la présence de défauts et de sous-structures dans les grains d'austénite. On peut donc supposer ici, que la RDD tend à atténuer ou annuler cet effet. On peut alors envisager que dans un premier temps, la RDD induise une microstructure fine (micronique) de l'austénite lors de sa déformation en milieu de bande cisaillée. Puis dans un second temps, on peut envisager que cette zone soit soumise à la transformation martensitique lors du refroidissement mais avec un nombre de variants produit à partir d'un même grain d'austénite plus faible que dans la zone de transition, réduisant ainsi la contribution des désorientations intervariants issus d'un même grain d'austénite à la distribution de désorientation de cette zone. Il a en effet été observé qu'une faible taille de grains d'austénite tend à favoriser la formation d'un nombre plus faible de variants voire d'un unique variant de martensite par grain d'austénite [181][182].

Pour les essais réalisés à forte vitesse de déformation, donc pour lesquels les cycles thermomécaniques imposés sont proches de ceux rencontrés en soudage par résistance, on peut donc interpréter la formation d'une microstructure fine, équiaxe et texturée en termes : **(1) de déformation en phase austénitique** durant laquelle intervient **(2) un mécanisme de RDD** qui induit une microstructure austénitique fine (micronique) suivi **(3) d'une transformation de phase au refroidissement respectant des relations d'orientation** possiblement de type K-S. Il peut s'agir de la transformation martensitique durant laquelle peu voire un seul variant de martensite, se forme à partir de chaque grain micronique d'austénite.

Pour les essais à faible vitesse (0,2 s^{-1}), on peut également raisonnablement envisager l'occurrence de la RDD en phase austénitique. Cependant, les figures de pôles n'indiquent pas la formation d'une texture de cisaillement. Cette texture n'est observable ni à faible déformation ($\varepsilon \approx 0,5$) ni à déformation de l'ordre de 3,5. Un essai à déformation intermédiaire qui n'a pas été réalisé pour cette étude, pourrait permettre de vérifier si l'absence de texture à forte déformation résulte de son atténuation après sa formation ou si cette texture ne se forme pas lors de la déformation.

2.3 Conclusion sur la reproduction des microstructures de soudage par résistance par des essais sur éprouvettes chapeau

En conclusion, les essais Gleeble réalisés sur éprouvette à géométrie chapeau permettent de former une bande cisaillée au niveau de la zone déformée. **La microstructure et la texture produites au milieu de cette bande, sont similaires à celles observée au niveau de la trace du plan de joint des soudures**, en particulier pour les essais réalisés à forte vitesse de déformation.

Ces essais ont permis d'apporter de nouveaux éléments en ce qui concerne l'effet de la température, de la déformation et de la vitesse de déformation sur la microstructure et la texture produite dans la bande cisaillée. On observe notamment qu'**un changement de l'un de ces paramètres a peu d'effet sur la microstructure et la texture de la bande cisaillée, en particulier sur la nuance 14Cr ODS**, dans la plage de paramètres pour laquelle, les essais ont pu être menés.

Ces essais ont également permis d'apporter des éléments de discussion en ce qui concerne l'occurrence des différents mécanismes d'évolution microstructurale lors de la déformation à chaud des aciers ODS. Ils n'ont pas permis en revanche, de trancher sur la nature exacte de ces mécanismes sur la nuance d'acier 14Cr ODS. Sur ce matériau, des éléments **cohérents avec l'occurrence du mécanisme de RDC**, plutôt attendu sur cette nuance ferritique, ont été observés. Cependant, la présence, notamment d'un pic de force suivi d'une décroissance brusque de cette dernière lors de la phase de déformation des éprouvettes, **ne permet pas d'écarter l'hypothèse de l'occurrence d'un mécanisme de RDD**. Sur la nuance d'acier 9Cr ODS, la microstructure et la texture observée en milieu de bande cisaillée peut être expliquée dans l'hypothèse d'occurrence d'un **mécanisme de recristallisation dynamique lors de la déformation en phase austénitique à haute température, suivi de la transformation de phase respectant une relation d'orientation** possiblement de type Kurdjumov-Sach, lors du refroidissement.

3 Caractérisation de l'état de précipitation par DXPA dans les éprouvettes « chapeau »

L'état de précipitation dans les éprouvettes « chapeau » a été déterminé par des mesures de DXPA comme pour le matériau de base (cf. chapitre 2 partie 2.2). Dans une première partie, l'évolution de l'état de précipitation au sein d'une même éprouvette est illustrée à l'aide d'un exemple. L'effet des paramètres d'essai sur l'état de précipitation au niveau de la bande cisaillée est ensuite présenté pour la nuance d'acier 14Cr ODS puis pour la nuance d'acier 9Cr ODS. Les mesures de DXPA présentées ici, ont été réalisées sur les éprouvettes sollicitées à vitesse de déformation de 200 s^{-1} ou 20 s^{-1}.

3.1 Evolution de l'état de précipitation à travers la bande cisaillée

Des cartographies de l'état de précipitation ont été réalisées sur éprouvettes chapeau en nuances d'aciers 14Cr ODS et 9Cr ODS. Les cartographies sont réalisées avec un pas de 100 µm sur une surface de 1 mm x 2 mm (horizontal x vertical) ou 1 mm x 1 mm de manière à permettre d'évaluer la variation d'état de précipitation au niveau de la bande cisaillée en comparaison aux zones chauffées et non déformées situées à quelques centaines de micromètres de cette bande. Un exemple de résultat obtenu est présenté en Figure 99 dans le cas de l'éprouvette chapeau en nuance d'acier 14Cr ODS

sollicitée avec les paramètres 1250 °C – ε = 3,5 - $\dot{\varepsilon} = 200\ /s$. La position de la zone cartographiée sur l'éprouvette (Figure 99a) peut être estimée à l'aide de la cartographie d'épaisseur de l'échantillon (Figure 99b) qui permet de mettre en évidence la position des fentes. La section du faisceau de rayon X incident qui détermine la taille de la zone caractérisée pour un point de mesure, est estimée à 300 µm dans la direction horizontale et à 200 µm verticalement, ce qui est de l'ordre de grandeur de la largeur de la bande cisaillée. Pour rappel, sur les soudures, cette taille de faisceau était sensiblement supérieure à la taille des ZATMs.

Le rayon moyen et l'intensité intégrée associée à la population de nano-précipités sont déterminés par identification de paramètres à partir des données expérimentales. Comme précisé en Annexe 1, dans la gamme de *q* accessible sur l'installation, une meilleure identification de paramètres est obtenue au niveau de la bande cisaillée pour les deux nuances d'acier ODS en décrivant les précipités sous la forme de deux populations (plutôt que par une unique population) : l'une de « petits précipités » de rayon moyen de l'ordre du nanomètre et majoritaire en fraction volumique, et l'autre de « gros » précipités de rayon proche de 3 nm. Dans le MB, comme dans les zones des éprouvettes situées loin de la bande cisaillée (donc n'ayant subi qu'un cycle thermique sans déformation), le signal associé à cette seconde population n'est pas visible sur les courbes en représentation de Kratky $Iq^2 = f(q)$ (cf. Annexe 1). Dans ces zones, peu de différences sont observées sur les paramètres Q et R identifiés pour les petits précipités en considérant une seule ou deux populations de précipités. Dans ce second cas, l'identification de paramètres associés à une population de gros précipités est possible mais avec une intensité intégrée faible (de l'ordre de 0,01 contre 0,03 au niveau de la bande cisaillée des éprouvettes sur lesquelles l'état de précipitation évolue le plus). Elle ne semble pas revêtir de caractère physique au regard des représentations de Kratky. Par conséquent, dans la suite, la comparaison de l'état de précipitation du MB (et des zones chauffées non déformées des éprouvettes) et du milieu de la bande cisaillée, est faite uniquement en ce qui concerne la population de petits précipités. La population de gros précipités qui est physiquement pertinente au niveau des bandes cisaillées des différentes éprouvettes, est utilisée pour comparer l'effet des paramètres d'essai au milieu des zones cisaillées.

La Figure 99 présente l'évolution des rayons et des intensités intégrées associé aux deux populations de précipités sur toute la zone analysée, sous forme de cartographies (Figure 99c et d) et à travers la bande cisaillée, sous forme de filiations verticales (Figure 99e et f). Sur les filiations, les valeurs tracées sont une moyenne sur trois filiations verticales centrées autour de la flèche noire représentée sur les cartographies et sont prises loin de la position de la fente de l'éprouvette (distance > 700 µm horizontalement). L'écart-type entre ces filiations est indiqué en barres d'erreur.

Au niveau de la bande cisaillée, on observe une baisse de l'intensité intégrée et une augmentation du rayon moyen des petits précipités. L'augmentation du rayon de ces précipités au niveau de la bande cisaillée apparait cependant très limitée : de l'ordre du dixième de nanomètre comparativement aux valeurs déterminées loin de la bande cisaillée. En revanche, la diminution de l'intensité intégrée associée à cette population est importante et dépasse les 40 % de sa valeur loin de la zone déformée, pour atteindre une valeur de 0,064 contre 0,1 loin de la bande cisaillée. Pour cette éprouvette, on peut identifier au milieu de la bande cisaillée, une seconde population de précipités de rayon moyen 3,2 nm avec une intensité intégrée de 0,032.

Ces observations montrent donc un effet du cycle thermomécanique imposé sur l'état de précipitation au niveau de la bande cisaillée de cette éprouvette chapeau. Il se manifeste par un grossissement des précipités. **Les tendances observées ici,** sur l'éprouvette en nuance d'acier 14Cr ODS sollicitée avec les paramètres 1250 °C – ε = 3,5 - $\dot{\varepsilon} = 200\ /s$, **sont également observées sur toutes les éprouvettes en nuances d'aciers 14Cr ODS et 9Cr ODS, sollicitées avec des paramètres différents**. Dans les deux paragraphes suivants, on va alors s'intéresser plus en détail à l'effet des paramètres des cycles

thermomécaniques sur l'évolution de l'état de précipitation au niveau de la bande cisaillée pour la nuance d'acier 14Cr ODS puis pour la nuance d'acier 9Cr ODS.

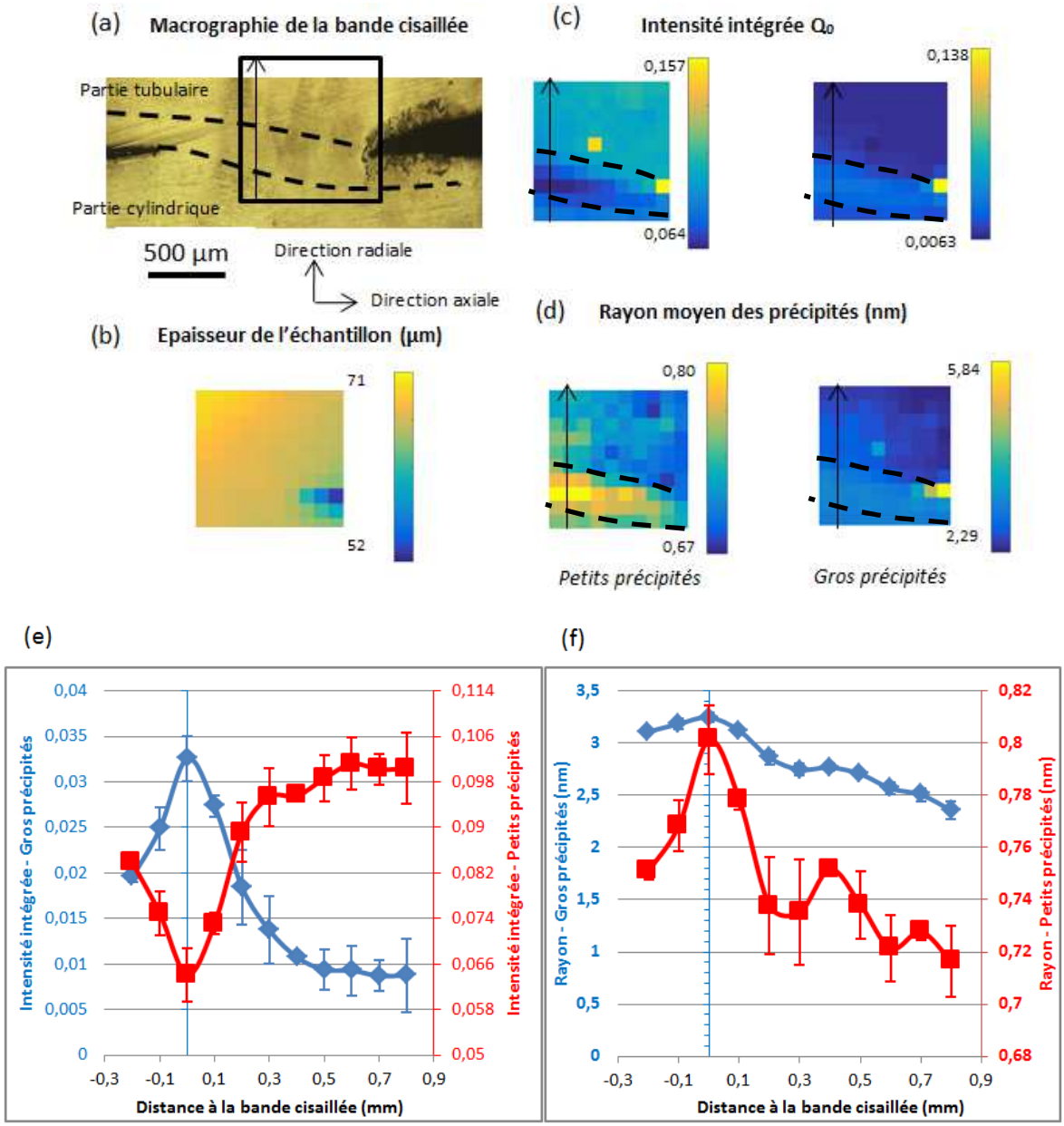


Figure 99 – Nuance d'acier 14Cr ODS (1250 °C - ε = 3,5 - $\dot{\varepsilon} = 200\ /s$) : (a) macrographie de l'éprouvette et (b) cartographie d'épaisseur sur la zone d'analyse, cartographies (c) de l'intensité intégrée et (d) du rayon moyen des précipités pour les deux populations de précipités. (e) Evolution d'intensité intégrée et (f) du rayon des précipités à travers l'éprouvette (filiation verticale au niveau de la flèche noire des cartographies (c) et (d)).

3.2 Effet des paramètres des cycles thermomécaniques sur la nuance d'acier 14Cr ODS

Les paramètres Q_0 et R identifiés au niveau de la bande cisaillée sont tracés en Figure 100 et Figure 101. Les valeurs associées sont précisées dans le Tableau 10. Les paramètres associés à la population

de petits précipités sont notés avec l'indice 1. Ceux associés aux gros précipités sont notés avec l'indice 2. Pour la première population, la comparaison avec le MB peut être faite. L'écart relatif aux paramètres identifiés dans le MB est présenté en Figure 100c. A l'exception notable de l'essai à 1250 °C – ε = 2 – $\dot{\varepsilon}$ = 200 s^{-1}, on observe que le cycle thermomécanique imposé au matériau tend à augmenter légèrement le rayon identifié pour la famille des petits précipités et à réduire leur intensité intégrée. Cet essai diffère des autres dans la mesure où il présente un rayon moyen R_1 inchangé comparativement au MB mais une intensité Q_{0-1} sensiblement supérieure. Ce résultat, à la différence avec les autres essais, est difficilement explicable.

En excluant cet essai (1250 °C – ε = 2 – $\dot{\varepsilon}$ = 200 s^{-1}), on peut noter les tendances suivantes sur l'effet des paramètres sur la population de petits précipités : (1) les températures supérieures induisent une diminution supérieure de l'intensité intégrée. Cette diminution atteint 30 % pour les 2 essais à 1250 °C et à forte déformation (ε = 3,5). On note une augmentation plus importante du rayon moyen. (2) L'effet de la vitesse de déformation, évalué dans la plage de 20 s^{-1} à 200 s^{-1} et à 1250 °C, est peu marqué à cette température élevée. (3) Une augmentation de la déformation, dont l'effet est évalué à 950 °C, semble induire une diminution supérieure de l'intensité intégrée et une augmentation supérieure du rayon moyen.

En ce qui concerne la population des gros précipités, les rayons moyens identifiés ne semblent pas présenter de corrélation avec les paramètres de cycles imposés. En revanche, on peut noter, pour les essais à 1250 °C et le plus fort niveau de déformation, qu'une chute importante de Q_{0-1} est associée à une valeur élevée de Q_{0-2}. Ceci indique que ces conditions de sollicitations entrainent l'augmentation de taille des petits précipités, possiblement par agglomération des renforts lors de la déformation suivie de coalescence [100], et ce, jusqu'à ce qu'au moins une partie d'entre eux puisse être identifiée comme une population de dimension supérieure. Pour toutes les autres conditions d'essais, l'intensité intégrée identifiée pour la population de gros précipités est faible.

De plus, on note que la somme Q_{0-1} + Q_{0-2} pour les essais à 1250 °C et à forte déformation est proche de l'intensité intégrée identifiée sur le MB. Ceci pourrait traduire dans l'hypothèse d'une composition chimique des précipités inchangée par rapport au MB, la conservation de la fraction volumique totale des précipités diffusants. Cependant, il sera vu au chapitre suivant, que les cycles thermomécaniques imposés lors d'essai de compression semblent modifier la composition chimique des renforts. Une meilleure connaissance de la chimie des précipités avant et après sollicitation lors des essais sur éprouvettes « chapeau » serait nécessaire pour évaluer quantitativement l'évolution de leur fraction volumique.

	Q_{0-1}	R_1 (Å)	Q_{0-2}	R_2 (Å)
950 - 2 – 200	0,098	6,6	0,0072	33,2
1100 - 2 – 200	0,091	7,3	0,0122	25,5
1250 - 2 – 200	0,126	6,6	0,0070	28,6
950 – 3,5 – 200	0,090	7,5	0,0090	30,3
1250 – 3,5 - 200	0,067	8,4	0,0310	27,1
1250 – 3,5 - 0,2	0,064	8,0	0,0326	32,5
MB	0,099	6,6	-	-

Tableau 10 – Nuance d'acier 14Cr ODS : paramètres Q_0 et R identifiées sur le MB et au niveau de la bande cisaillée pour les différents essais sur éprouvettes « chapeau ».

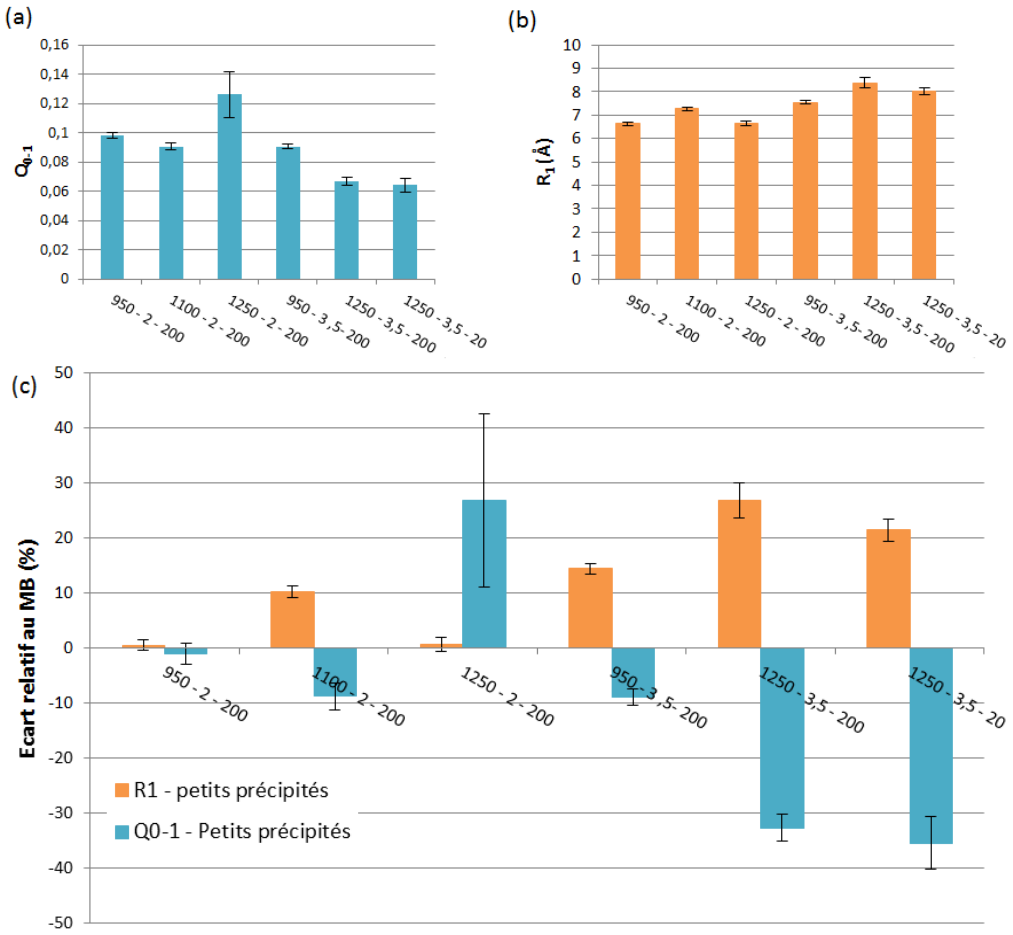


Figure 100 - Nuance d'acier 14Cr ODS : paramètres (a) Q_0 et (b) R identifiés au niveau de la bande cisaillée des éprouvettes « chapeau » pour la population de petits précipités et (c) écart relatif au MB.

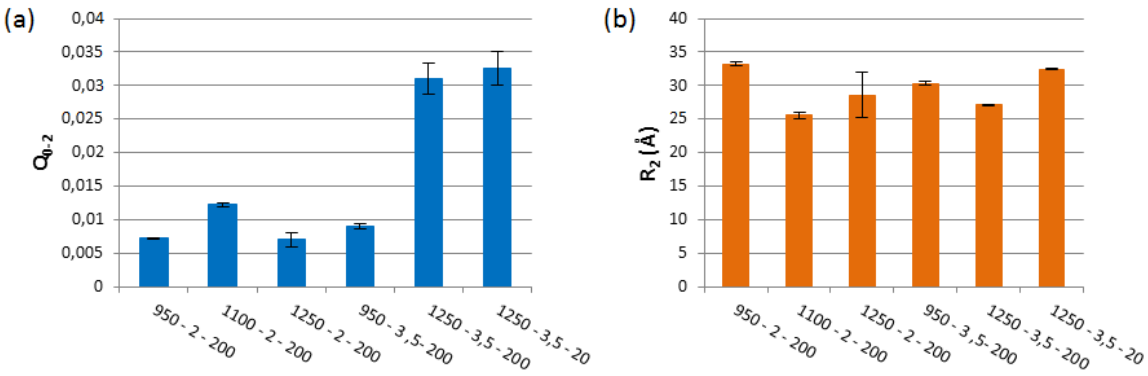


Figure 101 - Nuance d'acier 14Cr ODS : paramètres (a) Q_0 et (b) R identifiés au niveau de la bande cisaillée des éprouvettes « chapeau » pour la population de gros précipités.

3.3 Effet des paramètres des cycles thermomécaniques sur la nuance d'acier 9Cr ODS

Les paramètres identifiés au niveau de la bande cisaillée sont présentés en Figure 102 et Figure 103. Comme pour la nuance d'acier 14Cr ODS, l'identification est faite sous la forme de 2 populations de précipités, la première pouvant être comparée aux précipités du MB, voir Figure 102c.

En ce qui concerne les petits précipités, on note les tendances suivantes sur l'effet des paramètres : (1) une augmentation de la déformation dont l'effet est évalué à 1100 °C, induit à la fois une augmentation du rayon des précipités et une diminution de leur intensité intégrée. (2) La diminution de l'intensité intégrée est d'autant plus importante que la température est élevée. Une augmentation de la température peut également être associée à une augmentation plus importante du rayon des précipités (observé pour les essais à déformation ε = 3,5). (3) Une faible vitesse de déformation (20 s^{-1} à 1250 °C) semble accentuer à la fois la diminution de l'intensité intégrée (de manière importante) et l'augmentation du rayon de précipités, de manière plus modérée.

Comme pour la nuance d'acier 14Cr ODS, **les évolutions les plus importantes de Q_0 et R sont obtenues sur les éprouvettes sollicitées à la température la plus haute et le niveau de déformation le plus important**.

On peut noter de plus, que l'intensité Q_{0-2} semble surtout influencée par le niveau de déformation imposé. Elle est plus élevée sur les éprouvettes sollicitées à un haut niveau de déformation. Ceci peut traduire comme dans le cas de la nuance d'acier 14Cr ODS, une augmentation du rayon des petits précipités de sorte qu'une partie d'entre eux puisse être identifiée sous la forme d'une nouvelle population. En revanche, comme indiqué en Annexe 1, pour cette nuance, la contribution des précipités de la seconde population n'est pas observable intégralement sur les courbes d'intensité diffusée, leur taille pouvant dépasser la limite de cette technique. La comparaison des paramètres Q_{0-2} pour les différents essais reste donc très qualitative.

	Q_{0-1}	R_1 (Å)	Q_{0-2}	R_2 (Å)
950 - 2 -200	0,061	13,460	0,033	39,505
1100 - 2 - 200	0,053	13,594	0,034	38,050
1100 – 3,5 – 200	0,044	14,968	0,039	38,251
1250 – 3,5 – 200	0,038	16,050	0,039	39,570
1250 – 3,5 - 0,2	0,031	16,408	0,041	40,534
MB	0,069	13,858	-	-

Tableau 11 - Nuance d'acier 9Cr ODS : paramètres Q_0 et R identifiés sur le MB et au niveau de la bande cisaillée pour les différents essais sur éprouvettes « chapeau ».

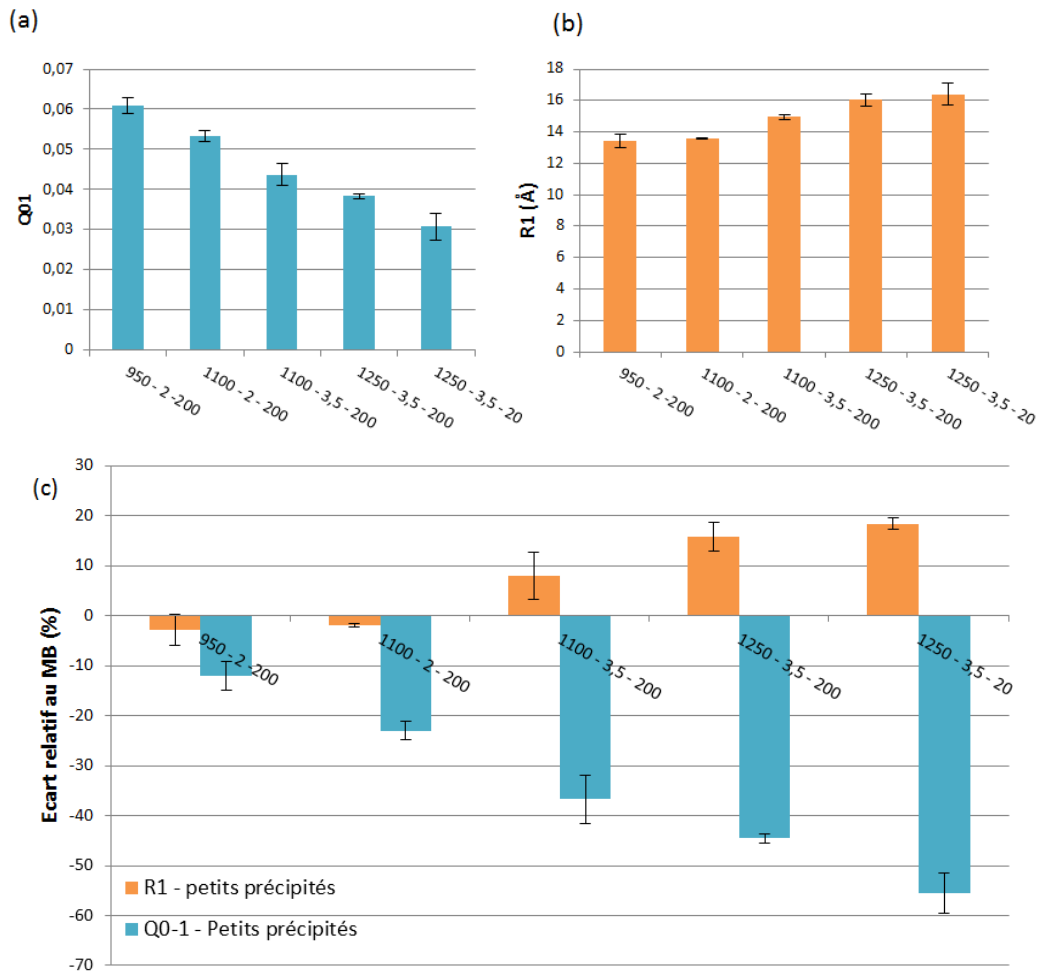


Figure 102 – Nuance d'acier 9Cr ODS : paramètres (a) Q_0 et (b) R identifiés au niveau de la bande cisaillée pour la population de petits précipités et (c) écart relatif au MB pour les essais sur éprouvettes « chapeau ».

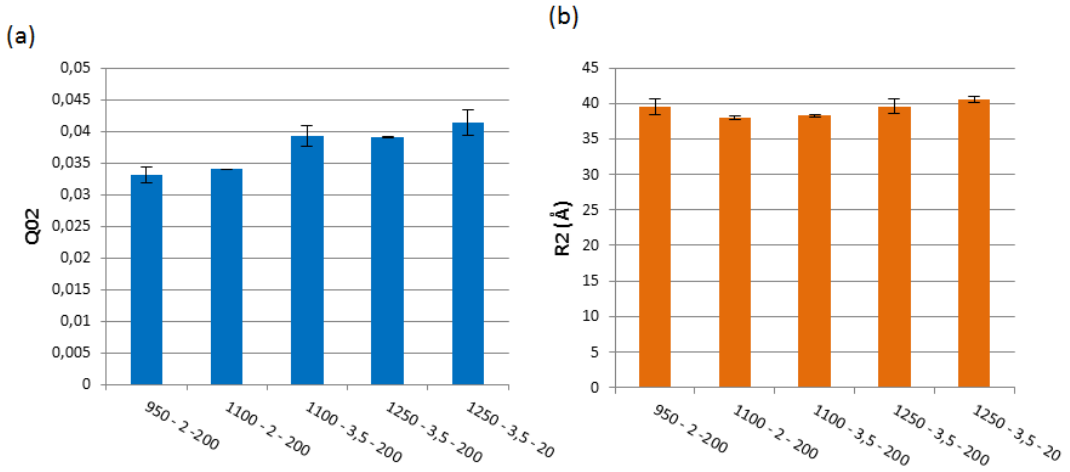


Figure 103 - Nuance d'acier 9Cr ODS : paramètres (a) Q_0 et (b) R identifiés au niveau de la bande cisaillée des éprouvettes « chapeau » pour la population de gros précipités.

Conclusion du chapitre III

Des essais permettant d'imposer des cycles thermomécaniques sévères d'intensité similaire entre autres, à ceux du soudage évalué dans le chapitre 2 en termes de température, déformation et vitesse de déformation, ont pu être développés et appliqués à l'étude de l'évolution microstructurale des nuances d'aciers ODS à 14 % et 9 % de chrome. Ces essais sont effectués à l'aide d'un simulateur thermomécanique Gleeble 3500 sur une géométrie d'éprouvette de type chapeau sur laquelle une bande cisaillée d'une largeur d'environ 250 µm est formée. La largeur de cette bande est environ 3 à 5 fois supérieure à celle des ZATM des soudures. L'objectif était de reproduire des cycles thermomécaniques représentatifs de ceux rencontrés en soudage par résistance sur géométrie gaine-bouchon, dans des conditions maîtrisées afin de pouvoir étudier l'effet des paramètres de ces cycles sur la microstructure des aciers ODS à l'échelle des grains et des renforts et commencer à comprendre les mécanismes d'occurrence.

Des caractérisations EBSD ont permis de mettre en évidence un affinement de la microstructure des matériaux à travers cette bande ainsi que la formation d'une texture de cisaillement dans la zone déformée. Sur les 2 nuances étudiées, une microstructure micronique, équiaxe ou très légèrement étirée dans le sens de sollicitation, est observée au niveau de la bande cisaillée. **Cette microstructure ainsi que sa texture, est proche de celle observée au voisinage de la trace du plan de joint des soudures**. Ceci valide les essais thermomécaniques mis en place.

Les paramètres d'essai, dans les plages de paramètres étudiées, ont peu d'influence sur la taille de cette microstructure pour les 2 nuances. Sur la nuance 14Cr ODS, la bande cisaillée possède une texture caractéristique des aciers ferritiques sollicités en cisaillement, et présente les différentes composantes principales D, J, F et E identifiées classiquement sur ces matériaux. On observe peu d'effet de la température sur la texture obtenue. On peut extrapoler ces résultats aux cas du soudage et supposer qu'une modification des paramètres procédés induisant un changement de température lors du soudage, ne modifiera pas fortement la microstructure produite au niveau du plan de joint sur cette nuance. L'augmentation de la déformation tend à favoriser la composante D de la texture (plus précisément D1 ou D2 selon le sens du cisaillement) au détriment des autres composantes. Ceci traduit l'occurrence d'un mécanisme favorable au développement des grains présentant cette orientation, par germination et/ou croissance orientée. **Des signes qui peuvent être associées à chacun des mécanismes de recristallisation dynamique envisageable (RDC, RDG et RDD), ont pu être observés sur la nuance d'acier 14Cr ODS**, bien que le mécanisme dominant attendu lors de la déformation à chauds d'aciers ferritiques soit la RDC. En particulier, la présence d'un pic suivi d'une chute rapide sur les courbes d'évolution de la force lors des essais ne permet pas d'exclure l'hypothèse d'une occurrence de la RDD. La difficulté d'analyse de ces essais en termes d'évolution de la contrainte en fonction de la déformation, ainsi que le fait que la microstructure n'ait pas été évaluée au niveau du pic de force et lors de la chute de celle-ci, laisse un **doute sur le mécanisme à l'origine de l'affinement de la microstructure**.

Sur la nuance d'acier 9Cr ODS, l'analyse de la texture indique que la **déformation a lieu en phase austénitique et est suivie d'une transformation de phase au refroidissement respectant une relation d'orientation** entre phase mère et phase fille. La texture obtenue est compatible avec une transformation au refroidissement respectant une relation d'orientation de Kurdjumov-Sach. Cependant, l'effet des autres relations d'orientation envisageables (notamment de Nishiyama-Wassermann ou Greninger-Troiano) n'a pas été discuté. Les différentes relations d'orientation peuvent donner des textures de transformation très proches [58]. En conséquence, ces relations ne peuvent donc pas être exclues. L'évolution de la texture avec l'augmentation de la déformation indique que **l'austénite est soumise à un mécanisme de recristallisation dynamique** qui entraine la disparition des grains d'orientation à fort facteur de Taylor, au profit d'orientation à facteur de Taylor plus faible. La recristallisation dynamique de l'austénite peut engendrer une microstructure fine dans cette phase.

La faible taille de grains d'austénite peut alors induire **la formation d'une microstructure martensitique fine par transformation de phase à un seul ou peu, de variants de martensite** par grains d'austénite. Cependant, on ne peut pas exclure que la microstructure au milieu de la bande cisaillée soit partiellement formée de **ferrite dont la formation lors du refroidissement aurait pu être favorisée par la déformation** imposée en phase austénitique.

L'état de précipitation a été caractérisé sur ces éprouvettes par DXPA. Cette technique a permis de suivre l'évolution des précipités ayant un rayon de l'ordre du nanomètre initialement présent dans le MB. Les mêmes tendances peuvent être observées sur les deux matériaux concernant l'évolution des précipités sous l'effet d'un cycle thermomécanique sévère. Dans les 2 cas, **une diminution de l'intensité diffusée** qui est reliée à la fraction volumique de précipité, est observée. Cette diminution est **d'autant plus marquée que la température d'essai et la déformation imposée sont importantes.** Elle peut atteindre jusqu'à 35 % sur la nuance 1d'acier 4Cr ODS et dépasser 50 % sur la nuance d'acier 9Cr ODS. La diminution apparente de la fraction volumique de ces petits précipités est en partie compensée par **l'apparition d'une nouvelle population de précipités plus gros**, de rayon de l'ordre de 3 nm et qui résultent de l'augmentation de la taille des plus petits. On peut donc noter que l'évolution de l'état de précipitation sous l'effet des cycles thermomécaniques imposés, est plutôt marquée par un **grossissement des précipités** jusqu'à ce qu'une partie d'entre eux puisse être considérée comme une nouvelle population. Des caractérisations par d'autres techniques, notamment par MET, pourraient permettre de déterminer la nature du mécanisme à l'origine de ce grossissement.

Comme nous l'avons vu, l'interprétation des effets des paramètres des cycles thermomécaniques sur la microstructure reste semi-quantitative à ce stade. En effet, du fait de la géométrie d'éprouvette et de la configuration d'essai choisie, les sollicitations thermomécaniques imposées localement restent difficile à évaluer. De plus, malgré plusieurs éléments de compréhension, ces essais n'ont pas permis de déterminer avec certitude les mécanismes de recristallisation dynamique à l'origine de la microstructure observée, en particulier dans le cas de la nuance d'acier 14Cr ODS. En effet, pour les essais réalisés à forte vitesse, les déformation accessibles sur les éprouvettes « chapeau » sont limitées à des niveaux importants ce qui réduit, pour un nombre d'éprouvettes donné, les éléments de compréhension des mécanismes en jeu.

Ainsi, dans le chapitre suivant, nous abordons la mise au point et le dépouillement d'essais sur une nouvelle géométrie d'éprouvette plus simple ce qui permet de s'affranchir des limites précédemment évoquées. Pour ce nouvel essai, nous nous sommes éloignés du type de sollicitation rencontré en soudage par résistance. Nous sommes passés d'une sollicitation en cisaillement à une sollicitation en compression uniaxiale.

Chapitre IV - Compréhension des mécanismes à l'origine de l'évolution microstructurale sous sollicitations thermomécaniques sévères

L'effet des cycles thermomécaniques représentatifs des conditions de soudage sur la microstructure à l'échelle des renforts et des grains, a été étudié par le biais d'essais de cisaillement sur éprouvettes chapeau et présenté dans le chapitre III. Ces essais ont permis de reproduire des microstructures proches de celles observées au niveau du plan de joint des soudures en termes de morphologies et de tailles des grains mais aussi de textures. Cependant, du fait de la géométrie d'éprouvette et de la configuration d'essai choisie et notamment de l'absence d'instrumentation dans les zones d'intérêt, ces essais restent difficiles à dépouiller en termes de cycles thermomécaniques imposés localement. De ce fait, l'interprétation des effets des paramètres de ces cycles reste semi-quantitative. De plus, ces premiers essais n'ont pas permis de déterminer avec certitude les mécanismes de recristallisation dynamique à l'origine de la microstructure observée (en particulier dans le cas de la nuance d'acier 14Cr ODS) du fait de la difficulté à réaliser des essais sollicitant à la fois à forte vitesse de déformation et à faible niveau de déformation.

Dans ce chapitre, on cherche à évaluer sur les nuances d'aciers ODS, les conditions d'occurrence de la recristallisation dynamique et les effets sur les nano-renforts dans des conditions plus simples c'est-à-dire à l'aide d'essais permettant une quantification plus précise de la déformation que pour les essais sur éprouvettes « chapeau ». Comme pour les éprouvettes « chapeau », l'étude de l'effet des paramètres des cycles thermomécaniques, avec pour référence des cycles aussi proches que possible des conditions rencontrées en soudage, nécessite de pouvoir imposer une vitesse de déformation importante. Des essais spécifiques à cette étude sont mis au point et permettent d'imposer une vitesse de déformation élevée dans des conditions mieux maitrisées que pour les éprouvettes « chapeau ». Ces essais génèrent un état de sollicitation en compression uniaxiale sur les zones centrales des éprouvettes ce qui s'éloigne donc de la sollicitation dominante observée en soudage (cisaillement). Afin d'améliorer la compréhension des phénomènes, nous balayerons également des plages de paramètres plus larges que celles du soudage, notamment des niveaux inférieurs de déformation et de vitesse de déformation.

Dans une première partie, les essais et les éprouvettes mis au point ainsi que les cycles thermomécaniques imposés sont présentés. Dans un second temps, l'effet des paramètres de ces cycles sur la microstructure des aciers ODS à l'échelle des grains est décrit et analysé en termes d'occurrence des différents mécanismes de recristallisation dynamique envisageables. En particulier, nous verrons que l'occurrence d'un mécanisme de recristallisation dynamique discontinue, inhabituel sur les aciers ferritiques, est mise en évidence sur la nuance d'acier 14Cr ODS. Dans une dernière partie, l'état de précipitation est évalué par DNPA pour les éprouvettes sollicitées en compression, et comparé aux résultats de DXPA obtenus sur éprouvettes de compression et de cisaillement.

1 Développement d'un essai adapté pour la compréhension des mécanismes à l'origine des modifications microstructurales sous sollicitations thermomécaniques sévères

1.1 Configuration d'essai et géométrie d'éprouvettes

Comme rappelé précédemment, les essais thermomécaniques utilisés dans cette partie doivent permettre d'imposer des niveaux et des vitesses de déformation importants, aussi proches que possible des cycles thermomécaniques de soudage, et ceci dans des conditions suffisamment simples

pour pouvoir déterminer précisément les cycles thermomécaniques et étudier leurs effets avec une approche quantitative. Bien que s'éloignant de la sollicitation dominante observée en soudage (cisaillement), des essais de compression uniaxiale ont été choisis afin de répondre aux limites évoquées sur les essais de cisaillement (contrôle du dépassement du vérin, faibles déformations à fortes vitesses, détermination des déformations locales…).

Usuellement, les essais de compression uniaxiale (Figure 104) réalisés dans la littérature sont menés sur des éprouvettes avec une géométrie de lopins cylindriques qui permettent d'imposer une déformation uniforme dans l'éprouvette. Ils sont utilisés pour étudier l'évolution microstructurale ou la rhéologie des matériaux lors de la déformation à chaud jusqu'à des vitesses de quelques s^{-1} [4][140][141][136]. Cependant, afin de localiser la déformation dans une zone donnée de l'éprouvette et ainsi permettre d'augmenter la vitesse de déformation imposée localement, il a été choisi d'utiliser une géométrie d'éprouvette présentée en Figure 104b. L'éprouvette est composée en ses extrémités de deux parties cylindriques de diamètre 10 mm permettant le positionnement à l'intérieur des mors de l'installation Gleeble (Figure 104a et b). La zone utile est cylindrique de longueur 10 mm et de diamètre 7 mm. Sous l'effet de la compression, cette zone se déforme en adoptant une forme tonnelée (Figure 104c). La transmission de l'effort du vérin, lors de la phase de déformation de l'éprouvette, se fait par l'intermédiaire de cales cylindriques placées à l'intérieur des mors.

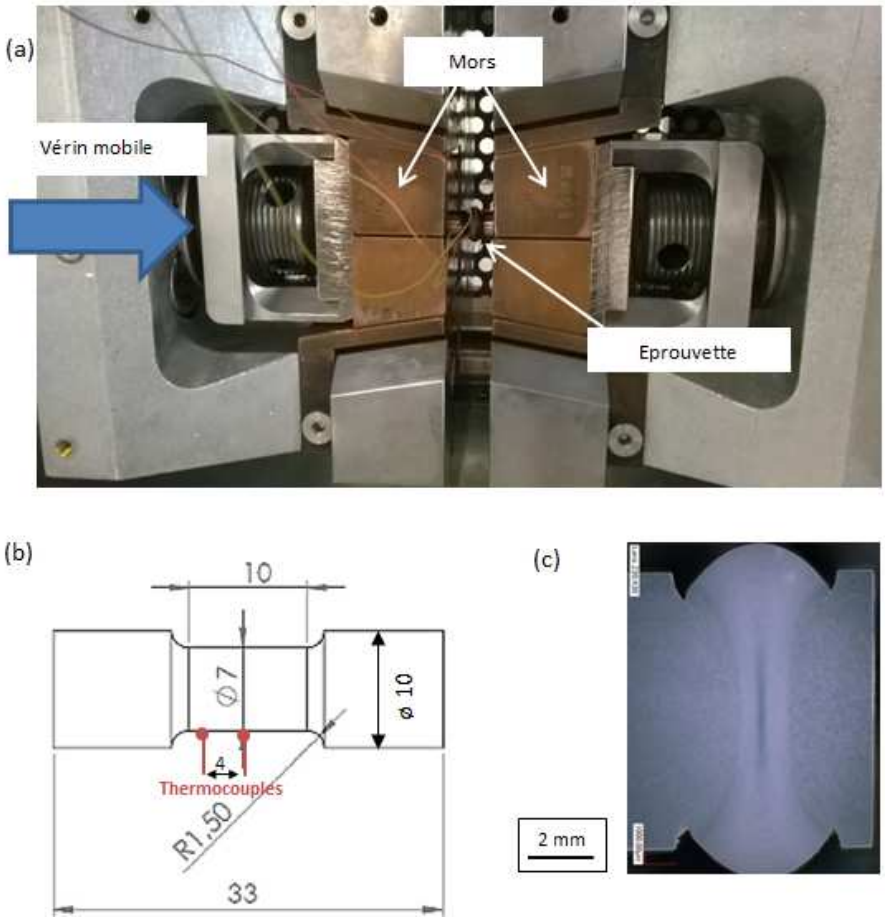


Figure 104 – (a) Intérieur de l'enceinte du simulateur thermomécanique Gleeble après essai. (b) Géométrie des éprouvettes utilisées pour les essais de compression (longueurs en mm). (c) Coupe longitudinale d'une éprouvette déformée.

1.2 Déroulement et instrumentation des essais

Comme expliqué dans le chapitre précédent pour les éprouvettes « chapeau », nous n'imposons pas à l'éprouvette des cycles de chauffage et de refroidissement aussi rapides que ceux rencontrés en soudage. Nous appliquons l'effort de compression lorsque la température maximale visée est atteinte. Le déroulement des essais est le suivant : montée en température à 75 °C/s, recul du vérin de 10 mm avec maintien en température pendant 5 s, accélération du vérin et compression de l'éprouvette, puis refroidissement naturel avec mise à l'air de l'enceinte. Pour le pilotage en température lors des essais, deux thermocouples (type K, 250 µm) sont utilisés (Figure 104b). Le thermocouple de contrôle est placé en milieu d'éprouvette et permet le pilotage de la température. Le second thermocouple est décalé axialement de 4 mm par rapport au premier.

En raison de la forte vitesse de du vérin (500 mm/s) qui induit une vitesse d'augmentation de diamètre très supérieure à la limite haute de la plage d'utilisation de l'extensomètre diamétral disponible sur l'installation, les essais à forte vitesse de déformation sont réalisés sans utilisation de celui-ci. L'évolution du diamètre extérieur de l'éprouvette avec le déplacement du vérin n'a pu être mesurée qu'à très faible vitesse de déplacement de vérin (0,5 mm/s), et simulé qu'à hautes et faibles vitesses de sollicitation. Dans tous ces cas, on observe une évolution linéaire (non présenté ici) du diamètre avec le déplacement du vérin. On peut donc supposer une évolution similaire du diamètre avec le déplacement du vérin lors des essais de compression à forte vitesse.

Comme pour les essais sur les éprouvettes « chapeau », le déplacement axial et la force du vérin sont enregistrés lors de l'essai. Des cales permettant l'arrêt du vérin pour un déplacement donné, ne sont pas disponibles sur l'installation. Comme dans le cas des essais sur les éprouvettes « chapeau », les consignes de vitesse et de déplacement du vérin sont alors déterminées de manière à imposer une déformation souhaitée en milieu d'éprouvette en prenant en compte, le dépassement de consigne de déplacement du vérin.

Les courbes de contrainte en fonction de la déformation, peuvent être un observable précieux pour l'étude de la recristallisation dynamique. L'occurrence de la recristallisation dynamique discontinue se manifeste en termes d'évolution de la contrainte soit sous la forme d'un pic de contrainte unique suivi d'une chute de celle-ci puis de sa stabilisation en régime permanent, soit par l'existence de multiples pics d'intensité décroissante évoluant également vers une stabilisation à contrainte constante [23]. Ces courbes peuvent être utilisées pour déterminer les conditions d'occurrence de la recristallisation dynamique de manière empirique [47][23]. Dans le cas de la recristallisation dynamique continue ou géométrique, les courbes de contraintes évoluent avec la déformation de manière beaucoup moins brutale.

L'accès aux courbes contrainte – déformation pour les essais menés et leur exploitation en termes de mécanismes et d'occurrence de la recristallisation dynamique, est limitée par deux effets. D'une part, par la non-uniformité de la déformation dans l'éprouvette, comme présenté plus en détails dans le paragraphe suivant. D'autre part, par la présence systématique d'oscillations sur les courbes de forces des essais réalisés à forte vitesse de sollicitation, quelle que soit la température et l'acier utilisé. La Figure 105 illustre la différence d'aspect de ces courbes en fonction de la vitesse de sollicitation, dans le cas d'essais à 1250 °C sur nuance d'acier 9Cr ODS. Ces oscillations sont observées dans les cas pour lesquels le vérin est sollicité à une vitesse proche de sa vitesse maximale. Elles ne peuvent pas, à priori, être distinguées de l'effet d'éventuelles oscillations de la contrainte d'écoulement du matériau. Ceci ne permet pas d'exploiter les courbes de force des essais à forte vitesse pour déterminer les conditions d'occurrence de la recristallisation dynamique.

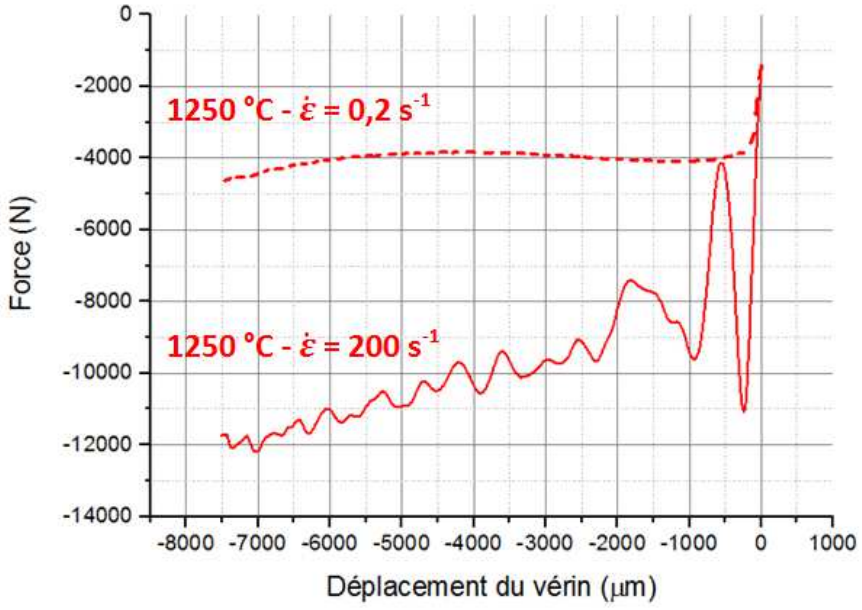


Figure 105 – Exemples d'évolution de la force du vérin lors des essais sur la nuance d'acier 9Cr ODS à 1250 °C pour des vitesses de déformation de 0,2 s^{-1} et 200 s^{-1} au centre de l'éprouvette.

1.3 Analyse des essais et détermination des cycles thermomécaniques imposés

La configuration d'essai choisie n'induit pas une déformation uniforme de l'éprouvette. Les cycles thermomécaniques imposés localement sont donc déterminés par simulation numérique. Les observables expérimentaux utilisés pour la comparaison aux résultats de simulation sont la variation de longueur et de rayon de l'éprouvette dans la zone déformée, ainsi que la mesure de la température au niveau des thermocouples.

La Figure 106 présente un exemple de non-uniformité de déformation dans une éprouvette en nuance d'acier 9Cr ODS, déformée à une température de 1250 °C, un niveau de déformation de 2,1 et une vitesse de 200 s^{-1} en son centre. Ces valeurs de déformations sont représentatives des éprouvettes fortement déformées de la matrice d'essai décrite dans le paragraphe 2.1.1. Dans l'exemple présenté, le niveau de déformation de 2,1 au centre de l'éprouvette est obtenu pour une variation de longueur d'éprouvette de 7,5 mm. Dans le cas d'un essai sollicitant l'éprouvette de manière uniforme en compression uniaxiale (lopin cylindrique), un déplacement équivalent induirait une déformation vraie de l'ordre de 1,4. La géométrie d'éprouvette choisie présente donc l'avantage de permettre d'atteindre un niveau de déformation supérieur à celui atteignable sur une éprouvette cylindrique sollicitée en déformation uniaxiale pour un même déplacement de vérin. De plus, on induit un gradient de déformation au sein de l'éprouvette, qui va permettre de caractériser l'**évolution de la microstructure en fonction de la déformation à une température donnée à partir d'un unique essai**, contrairement aux essais sur éprouvette chapeau. Ces caractérisations peuvent être réalisées le long de l'axe de l'éprouvette, en pointillé sur la Figure 106, sur lequel la sollicitation correspond à de la compression uniaxiale. En contrepartie, la non-uniformité de déformation, de contrainte équivalente et de triaxialité des contraintes dans l'éprouvette, ne permet pas un dépouillement mécanique direct. Il n'est alors pas possible d'accéder aux courbes contraintes équivalente – déformation à partir de l'évolution de la force et du rayon ou de la longueur d'éprouvette comme dans le cas d'un essai uniaxial.

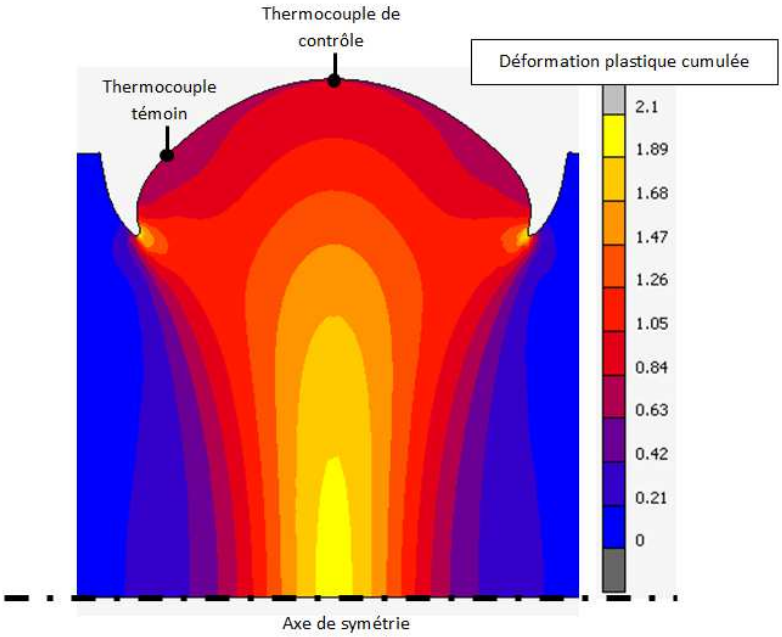


Figure 106 – Champ de déformation plastique cumulée simulé en fin d'essai de compression (1250 °C – $\dot{\varepsilon}$ = 200 s^{-1}, nuance d'acier 9Cr ODS).

Dans ce chapitre, on souhaite mettre en évidence indépendamment l'effet des paramètres (T, ε, $\dot{\varepsilon}$) sur l'évolution de la microstructure des matériaux et notamment, en ce qui concerne la recristallisation dynamique. Pour une meilleure compréhension des phénomènes, la plage des vitesses de déformation est choisie large (plus large que celle du soudage). Les essais les plus rapides sont réalisés à 200 s^{-1} (ordre de grandeur rencontré pour le soudage) et les essais les plus lents à 0,2 s^{-1}.

Lors des essais à forte vitesse de sollicitation, assimilables à une sollicitation quasi-adiabatique, l'échauffement par déformation plastique entraine une augmentation locale de la température dans l'éprouvette. Pour les essais lents, les mécanismes de diffusion de chaleur ont le temps de prendre place ce qui limite voire annihile, l'augmentation locale de température liée à la déformation plastique. Comme pour les essais sur éprouvettes « chapeau », cet effet est évalué par simulation numérique en utilisant un coefficient de Taylor-Quinney de 0,9 (cf. et chapitre II partie 4.1 et chapitre III partie 1.2.4). Les augmentations de température en milieu d'éprouvette, au niveau de son axe (zone la plus fortement déformée) et au niveau du thermocouple de contrôle (Figure 106), sont présentées pour les 3 températures d'essai dans le Tableau 12. On observe que plus la température d'essai est faible plus l'effet d'auto-échauffement est important. En surface, l'auto échauffement est environ deux fois plus faible qu'à cœur. Comme on veut pouvoir comparer l'effet de la vitesse de sollicitation sur les microstructures produites lors des différents essais de manière indépendante de l'effet de la température, l'auto-échauffement est compensé pour les essais à forte vitesse et à température la plus faible, en abaissant la température de consigne (cf. Tableau 12).

Température cible	950°C	1100°C	1250°C
Température de consigne	910 °C	1100 °C	1250 °C
ΔT centre d'éprouvette	82 °C	50 °C	14 °C
ΔT surface	42 °C	23 °C	4 °C

Tableau 12 – Augmentation de température, évaluée par simulation numérique, au centre et en surface de l'éprouvette pour les essais à vitesse de déformation 200 s^{-1} et pour différentes températures initiales.

Les conditions de température et de vitesse de déformation imposées lors des essais sur les nuances d'acier 9Cr ODS et 14Cr ODS, sont illustrées en Figure 107. Les plages de paramètres correspondant aux sollicitations rencontrées dans les ZATMs des soudures sont encadrées en rouge. Pour toutes ces conditions, des essais sont réalisés en imposant une déformation de l'ordre de 2 au centre de l'éprouvette. Pour certaines conditions (cf. partie 2.1.3), des essais à déformation inférieure en milieu d'éprouvette sont réalisés.

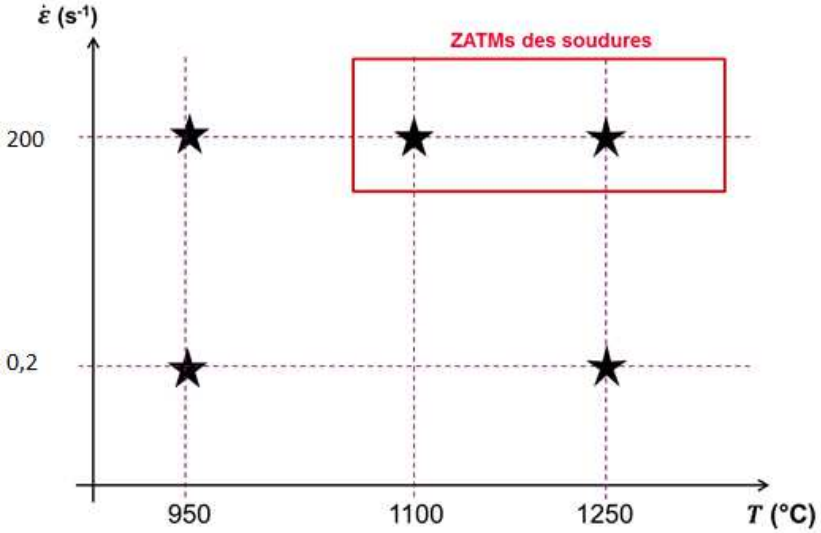


Figure 107 - Conditions de température et de vitesse de déformation imposées lors des essais de compression pour les deux nuances d'aciers ODS. Comparaison aux conditions rencontrées dans les ZATMs des soudures (cadre rouge).

2 Etude de la recristallisation dynamique sur les nuances d'acier 14Cr ODS et 9Cr ODS

2.1 Etude de la recristallisation dynamique sur la nuance d'acier 14Cr ODS

Dans le paragraphe 2.1.1, nous décrivons l'évolution de la microstructure pour une éprouvette sollicitée à paramètres 1100 °C – ε = 2,1 – $\dot{\varepsilon}$ = 200 s^{-1}, ce qui nous permet d'identifier certains mécanismes. Nous complétons ensuite ces analyses dans les paragraphes 2.1.3 et 2.1.4 en considérant l'ensemble des essais.

2.1.1 Evolution microstructurale avec la déformation le long de l'axe de l'éprouvette et comparaison avec les microstructures de soudage

Afin d'étudier l'évolution de la microstructure de la nuance d'acier 14Cr ODS en fonction de la déformation, on basera nos observations sur des cartographies EBSD réalisées le long de l'axe d'une même éprouvette. Les résultats présentés ont été obtenus sur une éprouvette sollicitée à 1100 °C jusqu'à un niveau de déformation de 2,1 (au centre de l'éprouvette) et à une vitesse de 200 s^{-1}, ces conditions étant représentatives de celles rencontrées en soudage en termes de vitesse et de température. Des cartographies EBSD de dimensions 50 µm x 50 µm sont réalisées avec un pas de 50 nm à différentes positions sur l'axe de l'éprouvette. La déformation correspondante est déterminée par simulation numérique.

La Figure 108 présente des extraits des cartographies réalisées (IPF avec l'axe de compression pris comme référence pour le code couleur) et les figures de pôle {111}, {100} et {110} associées. Cette figure présente également le gradient de déformation et de température le long de l'axe de l'éprouvette (horizontal) qui est à la fois l'axe de filage de la barre dont est extraite l'éprouvette et l'axe de compression. L'évolution de la taille de grains, de la proportions de parois de faibles désorientation (LABs) et de fortes désorientation (HABs), ainsi que l'évolution de la distribution de désorientation interne (paramètre KAM, décrit en Annexe 1, évalué à partir des voisins du 4ème rang), entre les différentes cartographies, sont présentées en Figure 109.

Une première cartographie (Figure 108a (ε = 0)), est réalisée loin du centre de l'éprouvette. Dans cette zone, la matière n'a subi qu'un cycle thermique avec une température maximale atteinte de l'ordre de 950 °C. Dans cette zone, on retrouve une texture de type fibre α. On note également la présence de petits grains équiaxes microniques ou sub-microniques ainsi qu'une forte proportion de grains allongés dans la direction de filage (qui est également la direction de compression), de longueur d'une dizaine de micromètres et de quelques micromètres de largeur. La fraction surfacique de ces gros grains, définis comme ayant un diamètre de cercle équivalent supérieur à 2 µm conformément au critère utilisé au chapitre II partie 2.2, est évaluée à 78 %. Ces observations sont cohérentes avec celles effectuées dans le MB de la barre 3 (paragraphe 2.2.1 du chapitre II), à partir de laquelle les essais de compression sont réalisés.

Pour une déformation de 0,9 (Figure 108b (ε = 0,9)), on observe un changement de texture par rapport à l'état non déformé. Il consiste en la formation d'une composante <111> parallèle à l'axe de compression (grains apparaissant en bleu sur la cartographie IPF). La taille de grains et les proportions de LABs et HABs évoluent peu à ce niveau de déformation. En revanche, on observe une augmentation de la désorientation à l'intérieur des grains (décalages de la distribution de KAM, qui par ailleurs s'élargie, vers les fortes désorientations en Figure 109 c).

En se rapprochant encore du centre de l'éprouvette (Figure 108c (ε = 1,8)), l'augmentation de la déformation jusqu'à un niveau de 1,8 induit la formation d'une composante de texture supplémentaire définie par <100> parallèle à l'axe de compression (les grains apparaissent en rouge sur la cartographie IPF), ainsi qu'un affinement des plus gros grains et une chute de leur proportion. La distribution de KAM est proche de celle observée pour un niveau de déformation ε = 0,9.

Au centre de l'éprouvette, pour un niveau de déformation évalué à 2,1, on observe peu de variations de la taille de grains mais une chute de la proportion de LABs, un resserrement de la distribution de KAM associé à un décalage vers les faibles valeurs, ainsi qu'une atténuation importante de la texture notamment marquée par la disparition de la composante <111> parallèle à l'axe de compression.

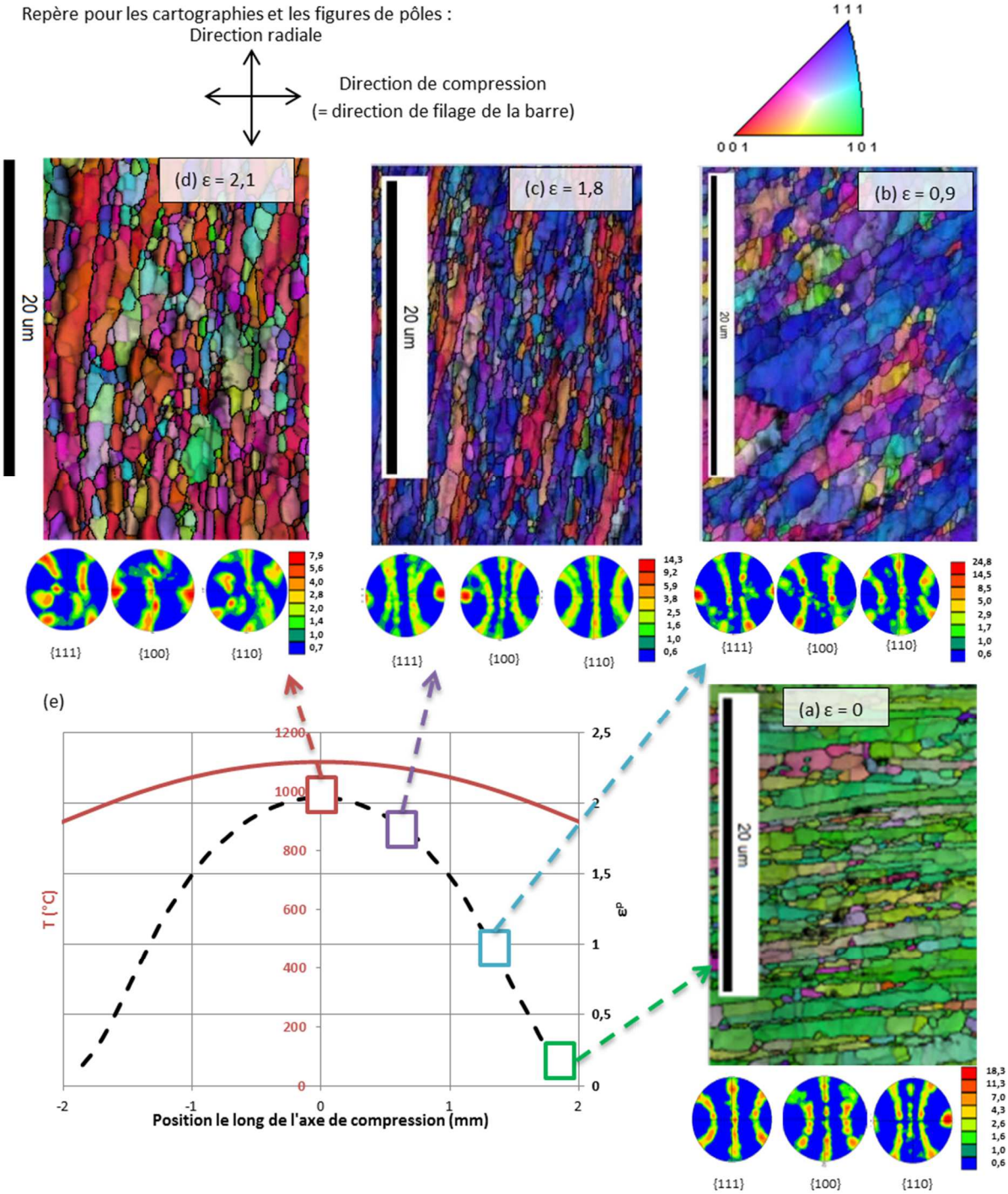


Figure 108 –Cartographies d'orientation EBSD (IPF – direction de compression) et figures de pôle {111}, {100} et {110} associées pour différentes position le long de l'axe d'une éprouvette en nuance d'acier 14Cr ODS déformée à 1100 °C (vitesse de déformation de 200 s^{-1} au centre de l'éprouvette) (a), (b), (c) et (d). (e) Gradient de déformation plastique et de température le long de l'axe.

Par rapport aux microstructures rencontrées au voisinage du plan de joint des soudures, celles obtenues par essais de compression sont donc différentes en termes de texture, de morphologie et de taille. En particulier on observe toujours la présence de « gros » grains sur les éprouvettes de

compression. Ceux-ci apparaissent allongés dans le sens radial pour les déformations de 1,8 et 2,1. A l'inverse, la microstructure au niveau du plan de joint de la soudure présentée au chapitre 2 partie 3.2.1 est composée essentiellement de petits grains équiaxes de taille moyenne de l'ordre de 1,3 µm.

Cependant, comme nous l'avons vu, cet essai est plus facilement exploitable que l'essai de cisaillement et permet une meilleure compréhension des mécanismes. Dans cette partie, on a observé une diminution progressive de la taille des grains les plus gros avec la déformation. Ceci témoigne de l'occurrence d'un mécanisme de recristallisation dynamique. Jusqu'à un niveau de déformation de 1,8, on observe la formation progressive d'une texture déjà observée et identifiée par Karch, lors de la déformation à chaud d'aciers ODS et non ODS à 14 % de chrome, comme consistant en une texture fibre double caractérisée par les plans {001} ou {111} perpendiculaires à la direction de compression [4]. Entre un niveau de déformation de 1,8 et de 2,1, on observe une diminution importante de la proportion de LAB et du paramètre KAM moyen (Figure 109. Pour une déformation de 2,1, les grains présentent préférentiellement une direction <001> parallèle à l'axe de compression. Ces différentes observations seront discutées au paragraphe 2.1.4.

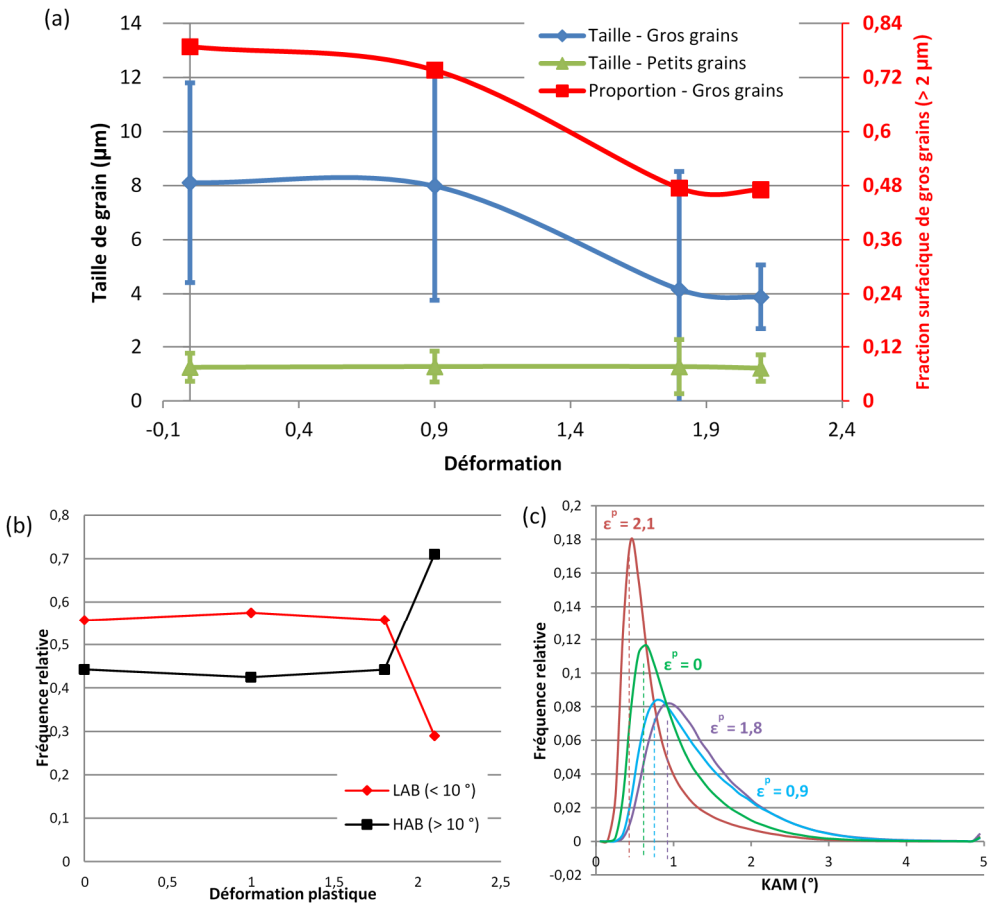


Figure 109 – (a) Evolution de la taille moyenne des grains pour les deux populations initialement présentes (« petits » et « gros » grains) et de la fraction surfacique de la population de « gros » grains (diamètre équivalent > 2 µm) et (b) de la proportion de parois faiblement (LABs) et fortement (HABs) désorientées en fonction de la déformation. (c) Distribution de la désorientation intragranulaire (paramètre KAM évalué à partir de voisins du 4ème rang, pas de 50 nm) pour les 4 cartographies EBSD réalisées sur une éprouvette en nuance d'acier 14Cr ODS déformée à 1100 °C (vitesse de déformation de 200 s^{-1} au centre de l'éprouvette).

2.1.2 Effet de la vitesse de déformation et de la température sur l'évolution microstructurale lors de la déformation à chaud

Sur la nuance d'acier 14Cr ODS, des caractérisations par EBSD en milieu d'éprouvette ont été réalisées après des essais à vitesse de déformation 200 s^{-1} (pour les 3 températures d'essai) et 0,2 s^{-1} (pour T = 950 °C et 1250 °C) et pour un niveau de déformation de l'ordre de 2. En raison de la faible taille des grains comparativement à la dimension des cartographies EBSD, les microstructures observées sont illustrées sur la Figure 110 à partir de cartographies (IPF - axe de compression pris comme référence pour le code couleur) représentatives des cartographies complètes. Ces dernières sont présentées en Annexe 4.

On propose de décomposer les observations, en fonction des paramètres utilisés, en trois types de microstructures décrites dans la suite.

Pour les éprouvettes sollicitées à forte vitesse (200 s^{-1}) et haute température (1100 °C et 1250 °C), la microstructure est composée pour moitié, en termes de fraction surfacique, de gros grains, allongés dans le sens radial et préférentiellement orientés avec une direction <100> parallèle à l'axe de compression. Ces premiers grains sont entourés de nombreux petits grains sub-microniques plus équiaxes et d'orientation plus aléatoire. La texture est dominée par la composante <100> parallèle à l'axe de compression.

Sur les éprouvettes sollicitées à 950 °C, quelle que soit la vitesse de déformation, on observe une texture dominée par la composante <111> parallèle à l'axe de compression, ainsi qu'une proportion de LABs élevée (> 50 %) traduisant la présence de parois faiblement désorientées intragranulaires. Dans les deux cas, on observe la présence de HABs à l'intérieur de certains grains. Ils résultent probablement de l'augmentation de la désorientation de parois intragranulaires initialement faiblement désorientées lors de la déformation. L'évolution en taille de la microstructure sur ces deux éprouvettes, est caractérisée par une diminution de la fraction surfacique des gros grains initialement présents avant déformation à hauteur d'environ 80 %. Cette diminution de proportion de gros grains est moins marquée dans le cas de l'éprouvette déformée à forte vitesse puisqu'elle est toujours de l'ordre de 60 %, contre un peu plus de 40 % pour l'éprouvette déformée lentement. On note que la microstructure est plus fortement étirée dans le sens radial sur l'éprouvette déformée à faible vitesse.

Sur l'éprouvette déformée à 1250 °C et faible vitesse (0,2 s^{-1}), la microstructure et la texture sont très différentes de celles observées pour les autres conditions d'essai. On observe une population de grains équiaxes allant d'une taille sub-micronique à microniques sans orientation morphologique ni cristalline. La proportion de parois faiblement désorientées est très faible (18 %). Pour cette condition d'essai, pour laquelle la courbe de force du vérin est exploitable, comme évoqué au paragraphe 1.2, l'évolution de la microstructure est directement corrélée à l'évolution de la contrainte comme présenté au paragraphe suivant, qui est consacré à l'effet de la déformation sur l'évolution de la microstructure à 1250 °C et 0,2 s^{-1}.

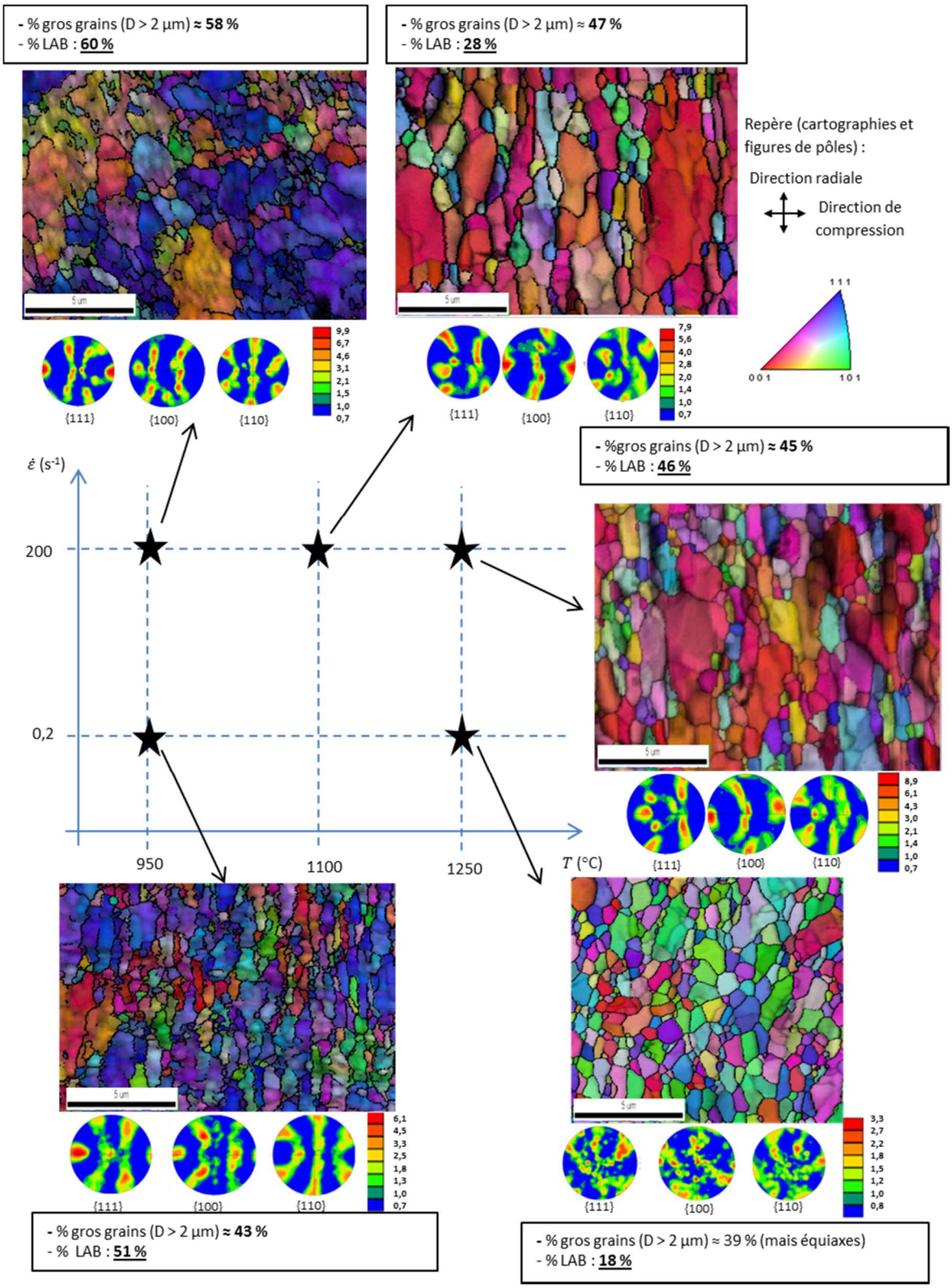


Figure 110 – Nuance d'acier 14Cr ODS : cartographies EBSD (IPF – direction de compression), figures de pôles {111}, {100} et {110}, tailles de grains et proportion de LABs à différentes températures et vitesses de sollicitation pour un niveau de déformation proche de 2.

Dans cette partie, on a observé un effet important des paramètres d'essai sur la microstructure et la texture du matériau. Les éprouvettes sollicitées à faible température (950 °C) présentent plutôt des grains orientés préférentiellement avec une direction <111> ou <001> parallèle à l'axe de compression, ainsi qu'une forte proportion de LABs. Les éprouvettes sollicitées à forte température et forte vitesse (1100 °C et 1250 °C à 200 s^{-1}), présentent des grains orientés préférentiellement avec une direction <001> parallèle à l'axe de compression, on note également la présence de petits grains orientés aléatoirement autour de grains d'orientation <001>. La proportion de LABs est faible sur l'éprouvette sollicitée à 1100 °C et un peu plus importante sur celle sollicitée à 1250 °C. Cela peut s'expliquer dans ce second cas, par un artefact expérimental. La microstructure de l'éprouvette sollicitée à 1250 °C et 0,2 s^{-1} est équiaxe, non texturée et la proportion de LABs est faible. Les différences observées entre ces microstructures seront discutées au paragraphe 2.1.4.

2.1.3 Evolution de la microstructure et de la contrainte lors de la déformation à haute température et faible vitesse de sollicitation

La microstructure de l'éprouvette sollicitée à 1250 °C et 0,2 s^{-1} jusqu'à un niveau de déformation de 2,1 a été présentée dans le paragraphe précédent. Des différences importantes ont pu être notées en comparaison des microstructures des éprouvettes sollicitées à paramètres différents.

L'évolution de la contrainte avec la déformation est présentée en Figure 111 pour l'essai à paramètres 1250 °C – ε = 2,1 – $\dot{\varepsilon}$ = 0,2 s^{-1}. Les paramètres tracés sur cette figure sont les paramètres usuels pour un essai de compression uniaxiale avec déformation uniforme dans l'éprouvette. La contrainte axiale est donnée par σ_{zz} = F/S, avec F la force du vérin et S la section de l'éprouvette, en supposant une évolution linéaire de son diamètre avec le déplacement du vérin. La déformation plastique est donnée par $\varepsilon^p=2\ln(D/D_0)$, avec D le diamètre de l'éprouvette lors de l'essai et D_0 le diamètre d'éprouvette en fin de phase de chauffage avant la phase de compression. On observe la présence d'un pic de contrainte suivi d'une décroissance en deux phases : l'une très rapide, suivie d'une phase de décroissance quasi-linéaire. Deux essais arrêtés complémentaires ont été réalisés à des niveaux de déformation différents : le premier correspond au niveau de déformation pour lequel le pic de contrainte est observé, le second à la fin de la phase de décroissance rapide de la contrainte.

Les microstructures et figures de pôles {110} au centre des éprouvettes pour les trois essais sont présentées sur la Figure 111. Pour ces essais, le niveau de déformation local au centre de l'éprouvette diffère de la déformation macroscopique indiquée en abscisse de la courbe de contrainte. Ces déformations locales en milieu d'éprouvette sont déterminées par simulation numérique et les niveaux de déformation plastique cumulée retenus pour les trois essais sont respectivement de 0,4, 0,7 et 2,1. Un changement brusque de microstructure, qui passe d'un état proche du MB caractérisé par l'existence de nombreux gros grains allongés et sous-structurés, à une microstructure quasiment équiaxe non texturée, est observé. Cette transition correspond à la chute de contrainte, caractéristique du mécanisme de RDD en collier associée à un affinement de la microstructure [6]. Une microstructure assez similaire, déjà présentée au paragraphe précédent (Figure 110), est observée pour un niveau de déformation de 2,1. Ceci qui suggère que la microstructure évolue peu entre une déformation de 0,7 et 2,1. Des cartographies de KAM (évaluée à partir des voisins de 4ème rang) sont présentées pour les niveaux de déformation 0,4 et 2,1. On observe pour le niveau de déformation le plus faible que les dislocations géométriquement nécessaires à l'origine de cette désorientation, sont concentrées à l'intérieur des gros grains sous formes de parois intragranulaires correspondants aux LABs. Sur l'éprouvette fortement déformée, une large part des grains est dépourvue de ces zones à forte concentration de dislocations géométriquement nécessaires. La sous-structure est restreinte aux grains les plus gros qui sont alors entourés de grains recristallisés.

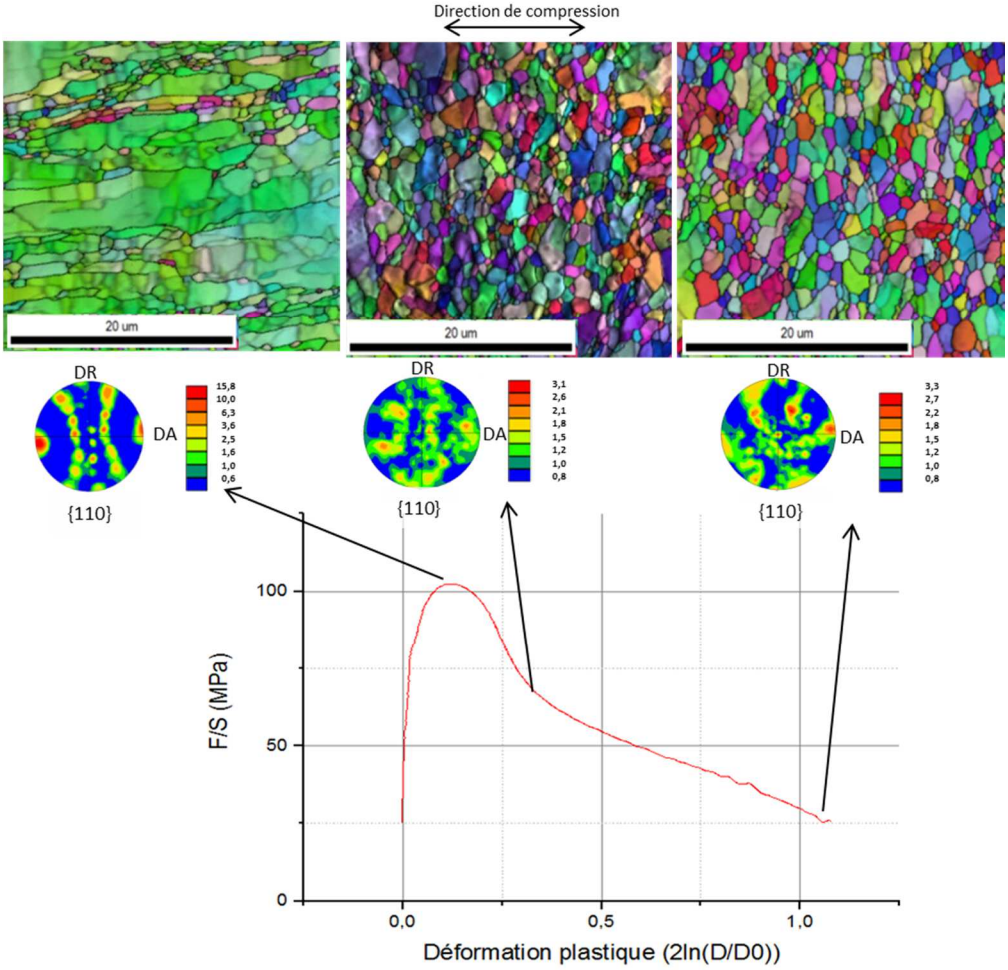


Figure 111 – Nuance d'acier 14Cr ODS : évolution de la microstructure (cartographies EBSD IPF – direction de compression) de la texture (figures de pôles {110}) au centre des éprouvettes, et de la contrainte axiale avec la déformation macroscopique à 1250 °C et vitesse de déformation 0,2 s^{-1}.

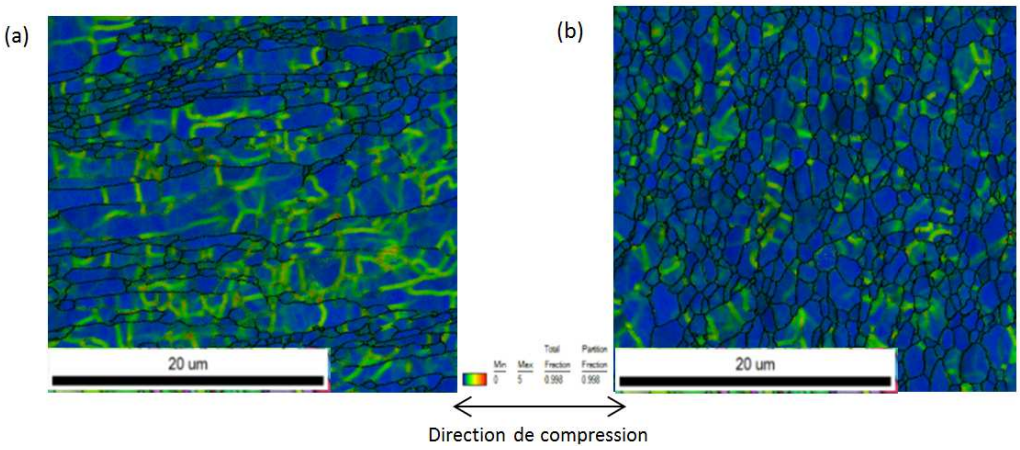


Figure 112 – Nuance d'acier 14Cr ODS : cartographies de KAM au centre des éprouvettes déformées à 0,2 s^{-1} et 1250 °C pour une déformation locale de (a) 0,4 et (b)2,1. Les parois de désorientation > 10 ° apparaissent en noir.

2.1.4 Synthèse et discussion sur l'évolution microstructurale de la nuance 14Cr ODS lors de la déformation à chaud

Mécanisme à faible vitesse de déformation et haute température :

A faible vitesse de déformation (0,2 s^{-1}) et haute température (1250 °C), on observe un changement brusque de microstructure pour une déformation comprise entre 0,4 et 0,7. La microstructure passe d'un état proche de celui du MB qui présente une population de gros grains allongés entourés de petits grains sub-microniques équiaxes ainsi qu'une texture de fibre alpha, à une microstructure équiaxe, plus fine et non texturée. Cette microstructure évolue peu pour les déformations supérieures. Le changement brusque de microstructure est associé avec une chute de la contrainte qui présente un pic unique aux déformations faibles. Ces observations traduisent le déclenchement d'un **mécanisme de RDD en collier** qui aboutit à un affinement de la microstructure [21]. L'absence de texture peut suggérer que la germination se fait sans orientation préférentielle et que la croissance des grains recristallisés est peu influencée par leur orientation.

Mécanisme à forte vitesse de déformation et haute température :

A forte vitesse et haute température (200 s^{-1} – 1100 °C), on observe un affinement progressif de la microstructure lors de la déformation. La texture évolue elle aussi progressivement avec l'apparition d'une composante <111> parallèle à la direction de compression à faible déformation, puis la coexistence de deux composantes <111> et <100> parallèles à la direction de compression au fur et à mesure que la déformation augmente. Pour une déformation supérieure à 2, on observe aussi bien à 1100 °C que 1250 °C, que les grains présentent préférentiellement une direction <100> parallèle à cette direction et que très peu de grains sont orientés avec une direction <111> parallèle à la direction de compression. Pour ce niveau de déformation, on observe également un nombre important de petits grains d'orientation semblant aléatoire situés autour des plus gros grains, ainsi qu'une faible proportion de LABs et un KAM moyen faible.

Dans la littérature, la formation d'une texture à deux composantes <111> et <100> parallèles à l'axe de compression qui se développent toutes les deux lors de la déformation mais aboutissent à une texture toujours dominée par la composante <111>, est observée lors de la compression uniaxiale des aciers ferritiques déformés à froid. Elle prédite par les modèles ne prenant en compte que la plasticité cristalline avec pour systèmes de glissements les systèmes {110}<111>, {112}<111> et {123}<111> de la structure cubique centrée [52][4]. A chaud dans la littérature [51][54], un mécanisme de croissance préférentielle des grains d'orientation <100> parallèle à l'axe de compression a déjà été signalé sur des aciers ferritiques non ODS. Ce mécanisme entraine la prédominance de cette composante comparativement à la composante <111> parallèle à l'axe de compression. Cette croissance ce fait par migration des joints de grains et serait gouvernée par la différence d'énergie stockée de part et d'autre de ces derniers. Les grains d'orientation <111>, qui présentent le facteur de Taylor le plus important (3,2) en compression uniaxiale, sont alors consommés lors de la croissance de ceux d'orientation <100>, de facteur de Taylor le plus faible (2,1) en compression uniaxiale [51][54].

Pour expliquer les changements observés entre le niveau de déformation de 1,8 et de 2,1 on peut envisager deux scenarii.

Le premier serait le **déclenchement de la RDD à une déformation critique de l'ordre de 2**, qui induirait l'apparition de germes orientés aléatoirement et l'atténuation de la texture. Sous l'effet de la croissance des nouveaux grains, les grains déformés, écrouis et sous-structurés, seraient consommés. Il en résulterait la chute de KAM et de de la proportion de LABs. On peut alors envisager dans le cadre

de la RDD, un phénomène de germination sans orientation préférentielle qui peut expliquer l'apparition de petits grains orientés apparemment aléatoirement autour des grains les plus gros. Les grains nouvellement formés peuvent alors : soit se développer de manière préférentielle s'ils présentent l'orientation <100> parallèle à l'axe de compression, ce qui contribue à la croissance des grains <100> ; soit, développer cette orientation lors de leur déformation, c'est-à-dire que les grains d'orientation initialement aléatoire tendraient à développer cette orientation <100> sous l'effet de la déformation.

Le second scenario serait le déclenchement d'un mécanisme de croissance sans germination des grains d'orientation <100> parallèle à l'axe de compression, gouvernée par la migration des joints de grains, au dépend de ceux d'orientation <111> parallèle à l'axe de compression, comme observé par Onuki lors de la déformation à chaud d'aciers ferritiques non ODS en compression uniaxiale [51]. La croissance de ces premiers grains viendrait balayer les LABs et dislocations géométriquement nécessaires présents dans les seconds. Les petits grains pourraient résulter d'un mécanisme de RDC des plus gros et donc présenter une orientation différente.

Dans les deux scénarii, le développement d'une population de grains au dépend d'une autre est guidée par la différence d'énergie stockée de part et d'autre des joints de grains. La présence de renforts s'oppose à cette mobilité par l'épinglement des joints, on peut donc s'attendre à ce qu'une densité de dislocation importante, atteinte après une déformation critique de l'ordre de 2, soit nécessaire pour que la migration de joints de grains puisse avoir lieu.

Mécanisme à « basse » température (950 °C) :

A 950 °C, on observe également un affinement de la microstructure par rapport au MB. La texture est caractérisée par une composante <111> parallèle à l'axe de compression dominante sur l'éprouvette sollicitée à forte vitesse, et la coexistence des deux composantes <111> et <100> parallèles à l'axe de compression sur l'éprouvette sollicitée à faible vitesse. La présence de la composante <111> indique que, contrairement aux essais à plus haute température, l'évolution microstructurale à 950 °C ne fait pas intervenir (ou dans une moindre mesure) de mécanisme impliquant la migration des joints de grains. Ceci s'explique par le fait que la mobilité des joints de grains, dont la dépendance à la température suit généralement une loi d'Arrhenius [183], est plus faible à basse température. D'autre part, on observe la formation de parois fortement désorientées à l'intérieur des grains. Cette observation est cohérente avec un **mécanisme de RDC**, qui entraine l'augmentation de la désorientation des parois et la formation de HABs intragranulaire tout en maintenant une proportion importante de parois faiblement désorientées. Ce mécanisme peut expliquer la diminution de la taille des grains.

Conclusion :

On a donc mis en évidence l'existence de plusieurs mécanismes d'évolution microstructurale à chaud sur la nuance d'acier 14Cr ODS (cf. Figure 113). **A faible température (950 °C), c'est le mécanisme de RDC,** attendu sur les aciers ferritiques, qui intervient. Ce mécanisme peut également être envisagé pour expliquer l'affinement de la microstructure observée à faible déformation sur l'éprouvette sollicitée à 1100 °C et forte vitesse de déformation (200 s^{-1}). **A forte vitesse de déformation et haute température,** on peut conclure à l'existence d'une **transition entre un mécanisme de RDC et un mécanisme impliquant la croissance de grains par migration de joints de grains, possiblement de type RDD,** à partir d'une déformation critique de l'ordre de 2. **A forte température (1250 °C) et faible vitesse de déformation** (0,2 s^{-1}), l'évolution très rapide de la microstructure et de la contrainte d'écoulement entre des niveaux de déformation de 0,4 et 0,7 semble cohérente avec un **mécanisme de RDD.**

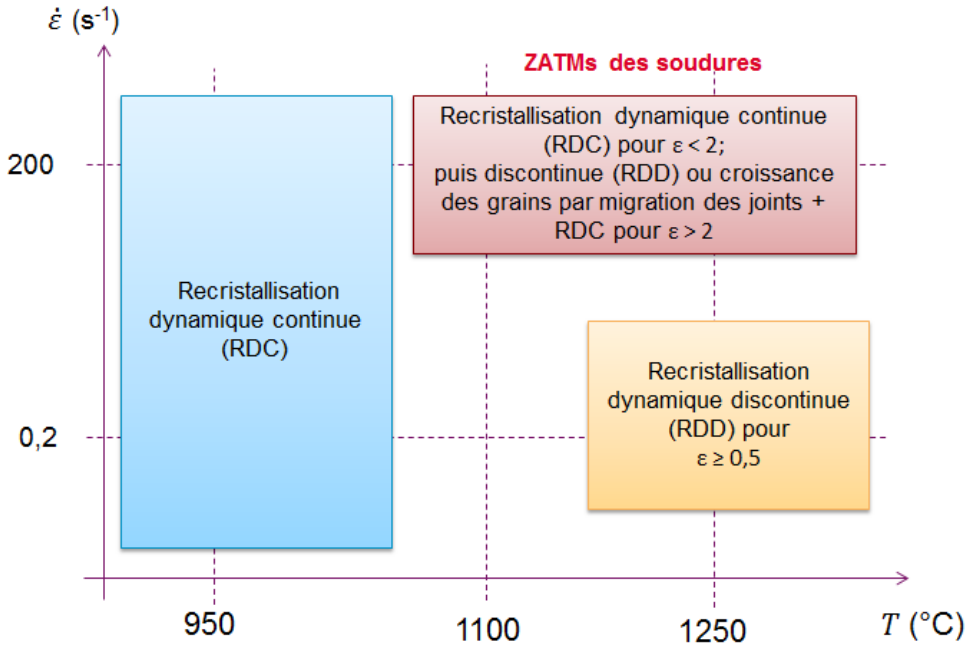


Figure 113 - Nuance d'acier 14Cr ODS : cartographie des mécanismes de recristallisation dynamique identifiés par essais de compression uniaxiale.

2.2 Recristallisation dynamique et transformation de phase au refroidissement sur la nuance d'acier 9Cr ODS

Des essais effectués dans des conditions similaires à ceux présentés dans les paragraphes précédents sur la nuance d'acier 14Cr ODS ont été réalisés sur la nuance d'acier 9Cr ODS. Sur cette nuance à transformation de phase, parmi les éprouvettes sollicitées lors des essais (même matrice d'essais que pour la nuance 14Cr ODS), seules les éprouvettes déformées jusqu'à un niveau de déformation de l'ordre de 2 à 1250 °C et à vitesses de 0,2 s^{-1} et 200 s^{-1} ont été caractérisées par EBSD. Des cartographies de 50 µm x 50 µm ont été réalisées en milieu d'éprouvettes avec un pas de 50 nm. Les microstructures et les textures sont présentées en Figure 114.

On observe dans les deux cas une taille moyenne de grains légèrement supérieure au micromètre (respectivement de 1,1 µm et 1,6 µm à faible et à forte vitesse de déformation). A l'intérieur des grains les plus gros de taille de quelques microns, on peut observer des sous-structures. La microstructure ne présente pas d'orientation morphologique préférentielle. La texture est plutôt aléatoire. Cependant, sur l'éprouvette sollicitée à 200 s^{-1}, on peut observer des pôles de faible intensité associés aux directions <111> et <100> parallèles à l'axe de compression. Les motifs associés à ces orientations peuvent être devinés, notamment sur la figure <110>, mais présentent une intensité faible.

Comme pour la nuance d'acier 14Cr ODS, la texture et la morphologie des grains obtenues par essais de compression diffèrent de celles observées au plan de joint des soudures. La compression uniaxiale d'un matériau cubique à face centrée, comme c'est le cas ici pour l'austénite, induit dans cette phase la formation d'une texture dominée par l'orientation <110> parallèle à l'axe de compression [64][21][59] dont résulte, après changement de phase au refroidissement, la formation des orientations <111> et <100> de la maille cubique centrée parallèles à cet axe [59][63]. La RDD a déjà été signalée comme pouvant maintenir cette orientation de l'austénite à une faible intensité ou à l'atténuer lors de la déformation par germination sans orientation préférentielle [64]. Dans ce schéma,

les anciens grains, écrouis et d'orientation induite par la déformation, sont alors remplacés progressivement par de nouveaux, orientés aléatoirement mais dont l'orientation va évoluer au cours de leur croissance et tendre vers une orientation dictée par le mode de sollicitation. Ce processus d'apparition de grains aléatoirement orientés, se développant au détriment de grains présentant une orientation préférentielle, puis le développement de texture dans ces nouveaux grains, peut entrainer le maintien d'une texture de compression de faible intensité. Si les conditions de sollicitations sont favorables au développement de nouveaux grains par RDD comme dans le cas des hautes températures et des faibles vitesses de déformation, le processus de RDD peut entrainer un renouvellement de la population avant que les grains les plus anciens n'adoptent une orientation préférentielle fortement marquée.

Les interprétations précédentes sur l'évolution de la texture lors de la RDD supposent une germination sans orientation préférentielle. Ce même phénomène a également été évoqué dans l'hypothèse de l'occurrence d'un mécanisme de RDD sur la nuance d'acier 14Cr ODS. Ce point est à priori incohérent avec le mécanisme de SIBM (Strain Induced Boundary Migration) qui est généralement signalé comme le mécanisme dominant à l'origine des nouveaux grains lors de la RDD [21]. Ce mécanisme a lieu au niveau des joints de grain ondulés sous l'effet de la déformation. Si la différence d'énergie stockée de part et d'autre du joint est suffisante, une partie d'un des grains va pourvoir gonfler à l'intérieur du grain voisin par migration du joint de grain tout en conservant son orientation initiale. Si la migration a lieu à partir d'un sous-grain qui présente une désorientation vis-à-vis du grain auquel il appartient, ce dernier peut continuer à se désorienter par rapport au grain initial tout en se développant dans le grain voisin, ce qui permet d'obtenir un germe de recristallisation qui tend à développer une orientation différente de celle du grain parent [21][184]. Cependant, ce mécanisme qui implique la désorientation progressive du germe de RDD par rapport au grain parent, semble plutôt intervenir pour une taille de grains supérieure à 10 µm [178]. La formation d'un joint de macle Σ3 entre le grain parent et le germe de RDD peut également se produire et induit une orientation du germe différente de celle du grain parent mais relié à l'orientation du grain parent via la relation d'orientation au niveau de la macle. Ce phénomène est plutôt observé pour une taille de grains plus faible (micronique) que celle pour laquelle le mécanisme de désorientation progressive du germe de RDD, sous l'effet de la déformation, intervient [178]. Ce second mécanisme, impliquant la formation de macles entre grain parent et germes de RDD, peut donc être envisagé pour les aciers déformés à haute température en phase austénitique et présentant une faible taille de grains, comme la nuance d'acier 9Cr ODS. Il a déjà été observé, sur acier austénitique, que la déformation de grains séparés par un joint de macle peut entrainer la conversion progressive du joint Σ3 en un joint non spécial sous l'effet de l'augmentation de la déformation [178]. Pour expliquer l'occurrence d'un phénomène de germination sans orientation préférentielle apparente sur la nuance d'acier 9Cr ODS, on peut donc envisager (1) la migration d'un joint de grain d'un grain peu énergétique (Grain 1) dans un joint voisin plus énergétique (Grain 2) (mécanisme SIBM). Puis (2), la formation d'un joint de macle qui viendrait séparer le Grain 1 du germe de RDD qui tend à croitre dans le Grain 2. Puis (3), une évolution de ce joint de macle sous l'effet de la déformation. Il va alors perdre son caractère Σ3 et voir sa désorientation diminuer. Le germe de RDD peut alors acquérir, lors de la déformation, une orientation qui semble aléatoire vis-à-vis du Grain 1.

Des caractérisations supplémentaires sur les éprouvettes déformées à plus basses températures, permettraient de mettre en évidence l'effet des paramètres sur la microstructure de la nuance 9Cr après déformation à chaud en phase austénitique. Cependant, **ces résultats vont dans le sens d'un mécanisme de RDD en phase austénitique et tendent donc à valider les conclusions formulées à partir des résultats obtenus sur les éprouvettes de cisaillement.**

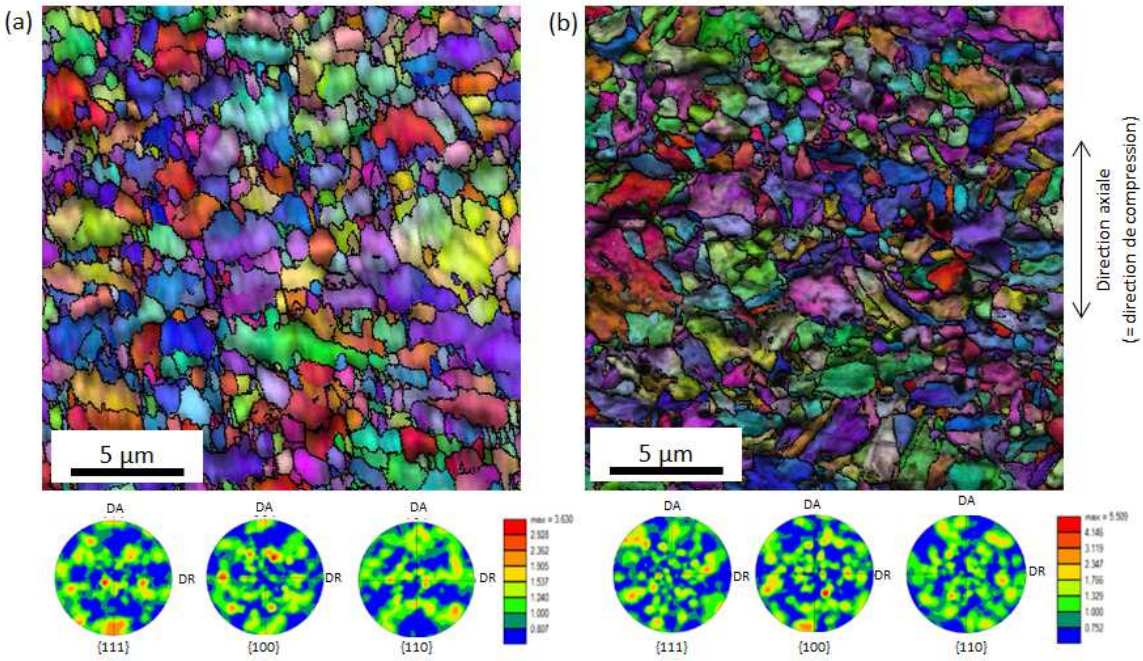


Figure 114 – Cartographies EBSD et figures de pôles au centre des éprouvettes en nuance d'acier 9Cr ODS déformée à 1250 °C à vitesses (a) 200 s^{-1} et (b) 0,2 s^{-1}. (DA : Direction Axiale, DR : Direction Radiale)

3 Caractérisation de l'état de précipitation

L'état de précipitation des éprouvettes de compression en nuance d'aciers 14Cr ODS et 9Cr ODS déformées jusqu'à un niveau de déformation de l'ordre de 2 en milieu d'éprouvette, a été caractérisé par Diffusion des Neutrons aux Petits Angles (DNPA) au LLB de Saclay. Les détails concernant cette technique sont donnés en Annexe 1.

L'état de précipitation est évalué sur des échantillons prélevés au niveau du milieu de l'éprouvette (zone la plus déformée) par coupe transverse (plan de coupe = plan (**r**, **θ**) dans le repère cylindrique de l'éprouvette). En raison de l'épaisseur des échantillons (de l'ordre de 1 mm), de la largeur du faisceau au niveau de l'échantillon (traversé par les neutrons jusqu'à ± 4 mm de l'axe de l'éprouvette dans le sens radial) et du gradient de déformation dans cette zone, la déformation plastique moyenne dans la zone traversée par les neutrons est de l'ordre de 1,8. Elle est donc, très proche du niveau de déformation atteint en milieu d'éprouvette.

La plage de module du vecteur de diffusion *q* disponible sur l'installation est plus étendue vers les faibles valeurs de *q* que celle mesurée en DXPA pour l'analyse de l'état de précipitation sur éprouvettes « chapeau » mais plus limitée pour les grandes valeurs de *q*. En conséquence, le signal diffusé par des précipités de plus grande dimension allant jusqu'à un rayon de l'ordre de 10 nm, peut être mesuré. Par contre, le signal diffusé par les précipités les plus petits est partiellement coupé. Les précipités sont alors décrit pour toutes les éprouvettes (déformées et le MB), sous forme de deux populations : une première de petits précipités de rayon de l'ordre de 1 nm à 2 nm et une seconde de rayon supérieur à 4 nm. Cette seconde population n'était pas détectée par DXPA.

3.1 Effet des paramètres des cycles thermomécaniques sur la nuance d'acier 14Cr ODS

Effet de la température à forte vitesse de déformation

La comparaison des résultats de DNPA (Figure 115) pour les éprouvettes déformées à forte vitesse (200 s^{-1}) et le MB, mettent en évidence une baisse d'intensité diffusée et donc de fraction volumique des précipités sur les éprouvettes déformées comparativement au MB (Figure 115a). Pour l'éprouvette déformée à 950 °C, l'intensité mesurée à *q* faible n'est pas prise en compte car fortement bruitée. On peut remarquer que l'intensité est d'autant plus faible que la température d'essai est faible. L'intensité diffusée par l'éprouvette sollicitée à 950 °C est inférieure à toutes les autres sur toute la plage de *q* sur laquelle elle est tracée. Les intensités diffusées par les éprouvettes sollicitées à 1100 °C et 1250°C sont proches pour les grandes valeurs de *q*, mais l'éprouvette déformée à 1250 °C diffuse d'avantage aux valeurs de $q < 0,5$ nm^{-1}. En parallèle, on observe une diminution du rapport A sur les éprouvettes déformées comparativement au MB. Pour toutes les éprouvettes, le rapport A varie peu autour de sa valeur moyenne sur la plage 0,4 $nm^{-1} < q < 1,6$ nm^{-1}. Pour les éprouvettes déformées, cette valeur moyenne est d'autant plus basse que la température d'essai est faible.

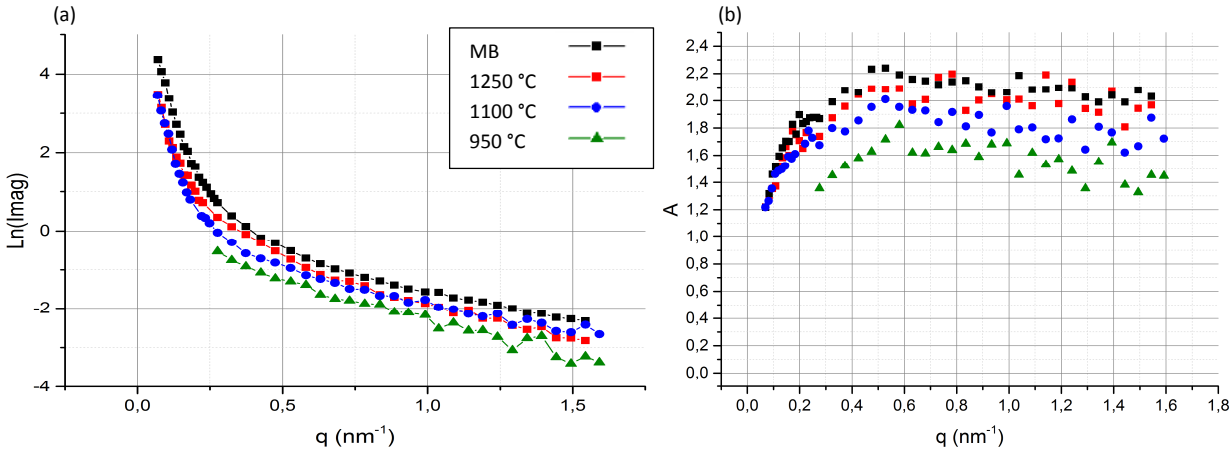


Figure 115 – Nuance d'acier 14Cr ODS : (a) Intensité diffusée et (b) rapport A en fonction du module *q* du vecteur de diffusion pour le métal de base et les éprouvettes sollicitées à forte vitesse (déformation de 2 en milieu d'éprouvette, vitesse de déformation 200 s^{-1}) et à 3 températures (950, 1100 et 1250 °C), mesurés par DNPA.

Effet de la vitesse de déformation

Les intensités diffusées pour les essais réalisés à 1250 °C et 950 °C et à faible vitesse de déformation, sont présentées en Figure 116 et sont comparées aux résultats obtenus sur le MB et les éprouvettes sollicitées à forte vitesse. Le rapport A n'est pas tracé mais son allure pour les éprouvettes sollicitées à faible vitesse, est similaire à celle observée pour le MB et les éprouvettes sollicitées rapidement. En particulier, il est observé quasi-constant sur la plage 0,4 $nm^{-1} < q < 1,6$ nm^{-1}. Par conséquent, seule sa valeur moyenne sur cette plage est indiquée dans le Tableau 13. A 1250 °C, l'éprouvette déformée à faible vitesse diffuse davantage aux faibles valeurs de *q* que celle déformée à forte vitesse, et diffuse moins aux fortes valeurs de *q*. La courbe d'intensité de cette même éprouvette, s'éloigne sensiblement de celle du MB pour les valeurs de $q > 1$ nm^{-1}. Ceci traduit une baisse de fraction volumique des plus

petits précipités. En ce qui concerne les essais à 950 °C, l'intensité diffusée par l'éprouvette déformée à faible vitesse reste toujours supérieure à celle diffusée par l'éprouvette déformée plus rapidement, cependant, elle s'écarte notablement de celle du MB, particulièrement aux valeurs de *q* de l'ordre de 0,2 nm^{-1} à 0,5 nm^{-1}.

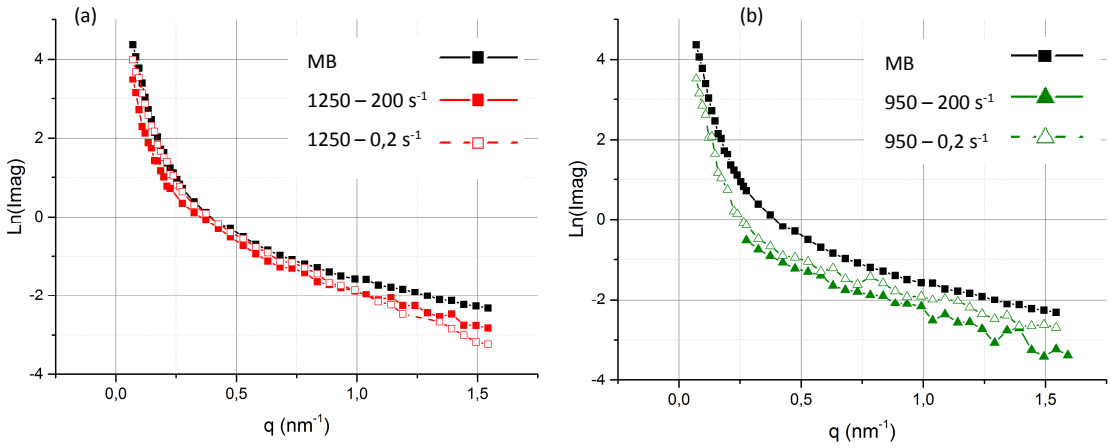


Figure 116 – Nuance d'acier 14Cr ODS : effet de la vitesse de déformation sur les courbes d'intensité diffusée (a) pour les essais à 1250 °C, (b) pour les essais à 950 °C, mesurés par DNPA.

	r_1 (nm)	σ_1 (nm)	f_{p1} (%)	r_2 (nm)	σ_2 (nm)	f_{p2} (%)	A_{moyen}
MB	1,2	0,4	1,28	4,6	1,5	0,14	2,1
1250°C – ε = 2 – $\dot{\varepsilon}$ = 0,2 s^{-1}	1,8	0,5	0,60	4,6	1,4	0,11	2,0
1250°C - ε = 2 - $\dot{\varepsilon}$ = 200 s^{-1}	1,4	0,4	0,86	4,2	1,4	0,10	2,0
1100°C – ε = 2 - $\dot{\varepsilon}$ = 200 s^{-1}	1,4	0,4	0,70	3,8	1,2	0,08	1,8
950°C - ε = 2 - $\dot{\varepsilon}$ = 0,2 s^{-1}	1,4	0,4	0,74	4,6	1,4	0,04	1,9
950°C – ε = 2 - $\dot{\varepsilon}$ = 200 s^{-1}	1,6	0,5	0,39	-	-	0,00	1,6

Tableau 13 – Nuance d'acier 14Cr ODS : rayons moyens, écart-types, fractions volumiques identifiés et rapport A_{moyen} évalué pour les différents essais de compression, identifiées à partir des données mesurées par DNPA.

Synthèse

Les distributions de taille de précipités ainsi que les paramètres identifiés pour ces distributions sont présentés en Figure 117 et Tableau 13 pour les éprouvettes ayant subi un cycle thermomécanique et pour le MB.

On observe pour toutes les conditions d'essais une baisse de la fraction volumique de précipités par rapport au MB. Cette baisse est importante et **comprise entre 30 % et 70 %.** Les conditions entrainant les **chutes les plus importantes de fraction volumique** de précipités, semblent être une **température importante associée à une faible vitesse de sollicitation** mécanique, ou au contraire une **température faible pour les éprouvettes sollicitées à forte vitesse**. Dans tous les cas, **le rayon moyen des précipités évolue peu** comparativement au MB (de l'ordre de quelques dixièmes de nanomètres). La population de petits précipités reste largement majoritaire comparativement à la population de précipités de plus

grande dimension. On note enfin, une modification du paramètre A, qui indique une **modification de la composition chimique des précipités**. Ce paramètre tend à diminuer par rapport au MB. Cette diminution semble impactée par la température d'essai et est **plus importante à faible température**. Ces résultats de DNPA ne permettent pas de déterminer le mécanisme à l'origine de la chute de fraction volumique de précipités ou de l'évolution de leur composition chimique. Des caractérisations complémentaires par MET ou éventuellement par SAT (Sonde Atomique Tomographique), seraient nécessaires. Un phénomène d'agglomération et de coalescence des renforts sous l'effet de la déformation comme observé dans certaines études sur le soudage par friction malaxe sur aciers ODS [100], pourrait entrainer l'apparition de renforts de dimension supérieure à la limite de cette technique de caractérisation, tout en diminuant la fraction volumique des précipités toujours observables. La modification de la composition chimique des renforts a également déjà été observée lors de sollicitations thermomécaniques sévères par soudage par friction malaxage, mais essentiellement dans le cas du PM2000 (acier ODS ferritique à 20 % de chrome, association des renforts avec l'aluminium présent comme élément d'addition) [115]. Un phénomène de dissolution des renforts ou de murissement d'Ostwald semble peu probable en raison de la grande stabilité des renforts à haute température [77][65], mais ne peut pas être exclu à partir de ces seules analyses.

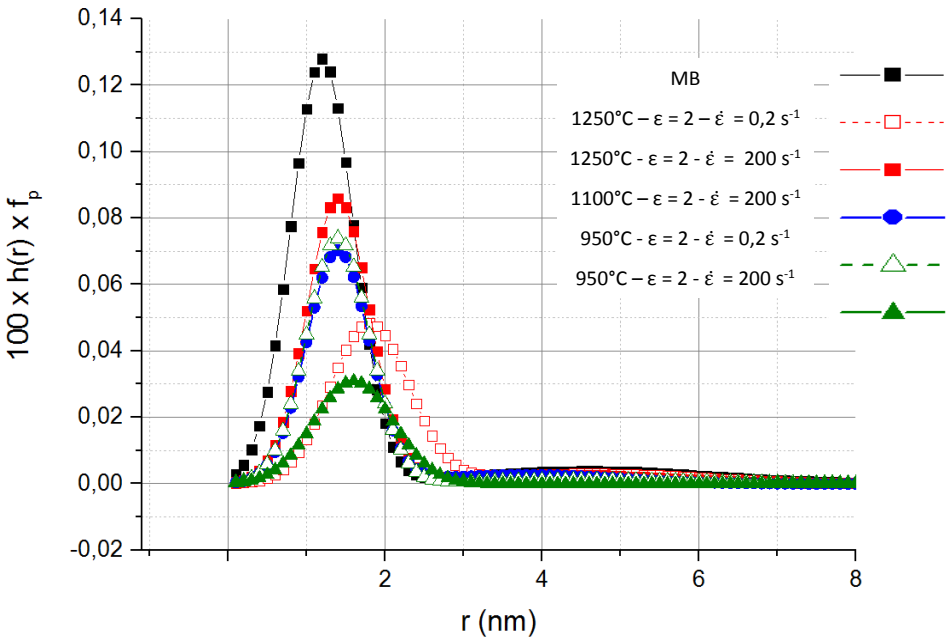


Figure 117 – Nuance d'acier 14Cr ODS : distribution de taille des précipités pour les différents essais de compression et le métal de base, identifiées à partir des données mesurées par DNPA.

3.2 Effet des paramètres des cycles thermomécaniques sur la nuance d'acier 9Cr ODS

Les résultats de DNPA sur éprouvettes de compression en nuance d'acier 9Cr ODS sont présentés dans un premier temps. Dans une seconde sous-partie, ces résultats sont comparés à ceux obtenus également sur éprouvette de compression par DXPA.

3.2.1 Résultats de DNPA

Effet de la température

L'état de précipitation des éprouvettes sollicitées à forte vitesse de déformation a été évalué par DNPA sur les éprouvettes sollicitées à 1100 °C et 1250 °C. Aux faibles valeurs de *q*, l'intensité diffusée est proche pour les deux éprouvettes et devient légèrement inférieure pour l'éprouvette sollicitée à 1250 °C aux plus fortes valeurs de *q* (Figure 118a). On note que l'intensité diffusée est globalement supérieure sur ces éprouvettes comparativement au MB et contrairement à ce qui peut être observé sur la nuance d'acier 14Cr ODS. La Figure 118b montre une évolution du rapport A en fonction de *q* pour les éprouvettes ayant subi un cycle thermomécanique, évolution à comparer à la valeur quasi-constante et de l'ordre de 2,25 observée sur le MB. Pour les faibles valeurs de *q*, le rapport A présente un plateau dont la valeur et la largeur dépend de la température d'essai. Une valeur d'environ 3 est observée pour l'éprouvette sollicitée à 1100 °C et le plateau s'étend sur la plage 0,2 nm^{-1} < q < 0,8 nm^{-1}. Pour celle déformée à 1250 °C, ce plateau a pour valeur 2,7 et est observé sur la plage 0,2 nm^{-1} < q < 0,8 nm^{-1}. Pour les valeurs supérieures de *q*, une baisse linéaire de A est observée. Pour l'éprouvette sollicitée à 1250 °C, ce rapport est toujours inférieur à celui obtenu sur l'éprouvette déformée à 1100 °C. Dans les 2 cas, ce rapport A devient inférieur à celui observé sur le MB aux fortes valeurs de *q*. Ceci indique d'une part une évolution de composition chimique des précipités dans les éprouvettes Geeble par rapport au MB et d'autre part, une évolution de leur composition en fonction de leur rayon.

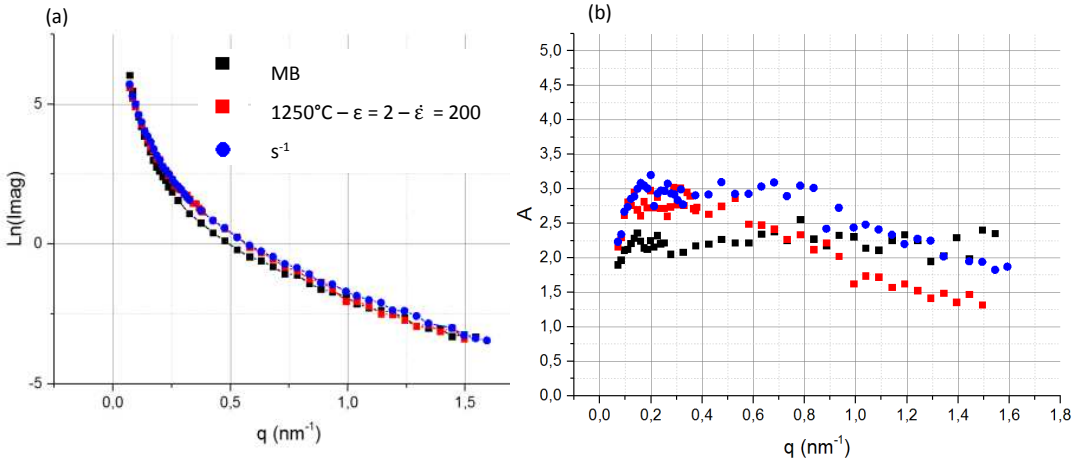


Figure 118 Nuance d'acier 9Cr ODS : (a) contribution magnétique à l'intensité diffusée par DNPA et (b) rapport A en fonction du module *q* du vecteur de diffusion pour le métal de base et les éprouvettes déformées grande vitesse.

Effet de vitesse de déformation à haute température

Les intensités diffusées et les rapports A pour les éprouvettes sollicitées à 1250 °C mais à vitesses de déformation différentes, sont tracés en Figure 119. On peut noter que l'intensité est légèrement supérieure aux petites valeurs de *q* pour l'éprouvette déformée lentement comparativement à celle sollicitée à forte vitesse de déformation. Aux fortes valeurs de *q*, cette tendance est inversée et l'intensité diffusée par l'éprouvette sollicitée à faible vitesse de déformation devient inférieure à celle mesurée sur le MB. L'évolution du rapport A présente qualitativement une même allure pour les 2

éprouvettes sollicitées à 1250 °C, c'est-à-dire qu'elle présente un plateau aux faibles valeurs de *q* suivi d'une décroissance linéaire à *q* supérieur.

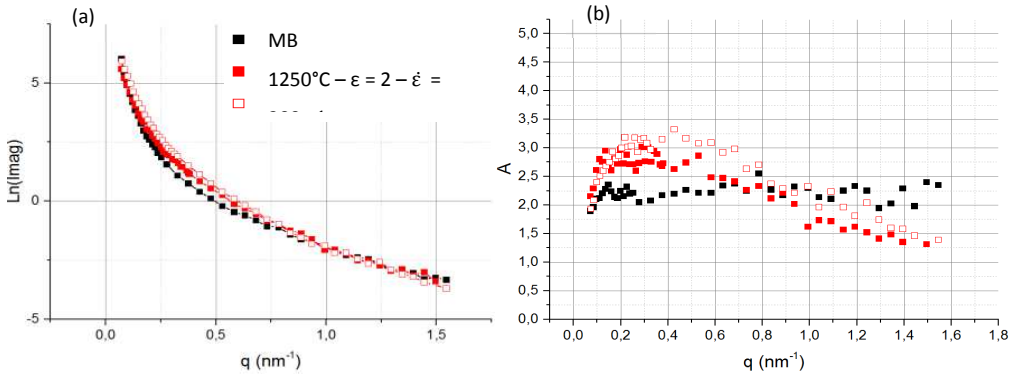


Figure 119 - Nuance 9Cr ODS : (a) contribution magnétique à l'intensité diffusée par DNPA et (b) rapport A en fonction du module *q* du vecteur de diffusion pour le métal de base, et les éprouvettes déformées 1250 °C (vitesses de déformation 200 s^{-1}et 0,2 s^{-1}).

Effet d'un cycle thermique sans déformation

Ces résultats sont comparés à ceux obtenus sur un échantillon chauffé au-delà de la température d'austénitisation puis trempé (Figure 120). L'échantillon est prélevé sur une partie non déformée d'une éprouvette chauffée à 1100 °C (éprouvette de traction utilisée pour l'identification de la loi de comportement mécanique). En raison du gradient de température dans l'éprouvette, la température atteinte dans la zone utilisée est estimée entre 1000 °C et 950 °C. Le temps de maintien en température est de 65 s, ce qui est donc identique à celui des éprouvettes déformées à faibles vitesses de déformation. On observe qu'un cycle de chauffage seul, entraine une augmentation de l'intensité diffusée et du paramètre A (sur toute la plage de *q* accessible) comparativement au MB. Cette augmentation est supérieure à celle observée sur les éprouvettes déformées lentement à 950 °C et 1250 °C (Figure 120a).

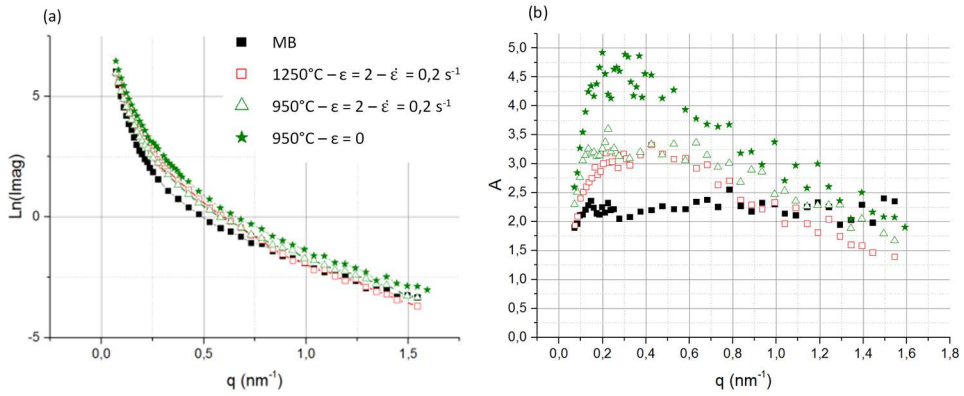


Figure 120 – Nuance d'acier 9Cr ODS : (a) contribution magnétique à l'intensité diffusée par DNPA et (b) rapport A en fonction du module *q* du vecteur de diffusion pour le métal de base, les éprouvettes déformées à faible vitesse et une éprouvette chauffée à 950 °C puis trempée.

Identification des distributions de tailles des précipités

L'identification des paramètres quantifiant les populations de précipités a été effectuée sur le MB, sur les éprouvettes déformées à forte vitesse (températures de 1100 °C et 1250 °C) et sur l'éprouvette ayant subi un cycle thermique sans déformation. Les distributions en taille des précipités et les résultats d'identifications sont présentés en Figure 121 et Tableau 14. Les précipités sont ici, décrits comme des particules sphériques. La population est bimodale et chaque population présente une distribution en taille gaussienne. Les précipités sont supposés non magnétiques. Pour les éprouvettes ayant subi un cycle thermomécanique, on observe surtout une augmentation de la fraction volumique de précipités par rapport au MB. L'éprouvette chauffée et non déformée présente à la fois une augmentation de fraction volumique et une augmentation du rayon des précipités les plus gros.

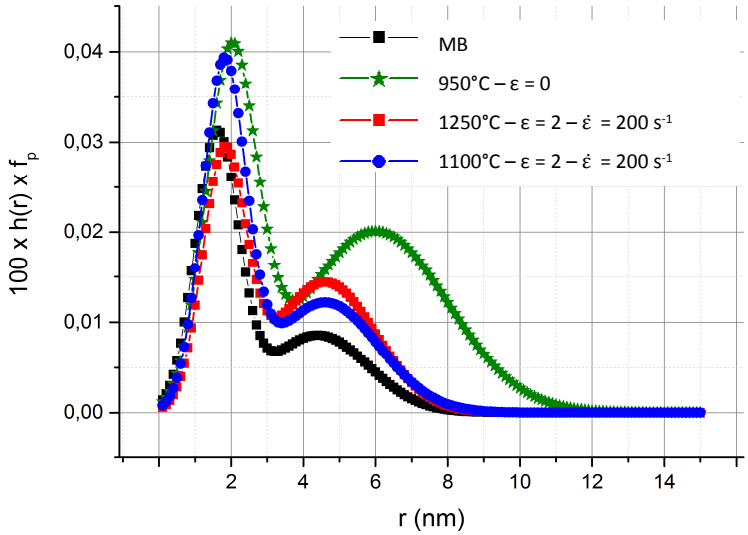


Figure 121 - Nuance d'acier 9Cr ODS : distribution de taille des précipités pour les essais à forte vitesse de déformation, le MB et l'échantillon non déformé, identifiée à partir des mesures de DNPA.

	r_1 (nm)	σ_1 (nm)	f_{p1} (%)	r_2 (nm)	σ_2 (nm)	f_{p2} (%)
MB	1,6	0,6	0,45	4,4	1,4	0,30
950°C – ε = 0	2	0,7	0,67	6,0	2,0	1,01
1250 °C – ε = 2 - $\dot{\varepsilon}$ = 200 s^{-1}	1,8	0,6	0,41	4,6	1,4	0,51
1100 °C - ε = 2 - $\dot{\varepsilon}$ = 200 s^{-1}	1,8	0,6	0,56	4,6	1,5	0,46

Tableau 14 - Nuance d'acier 9Cr ODS : rayons moyens, écart-types, fraction volumiques identifiés à partir des mesures de DNPA pour les essais à forte vitesse de déformation, le MB et l'échantillon non déformé.

Synthèse et discussion

On observe donc de manière générale une augmentation de l'intensité diffusée sur les éprouvettes sollicitées thermiquement ou thermo-mécaniquement par rapport au MB. Ceci peut traduire une

augmentation de la fraction volumique de précipités. Cette augmentation est corrélée avec une modification du rapport A qui traduit un changement de composition chimique des précipités.

Pour expliquer cette augmentation, on peut envisager la formation de carbures nanométriques lors de la trempe, phénomène déjà observé par Piozin [185] sur un acier inoxydable martensitique P91 (9 % de chrome). Sur cette nuance non renforcée, une augmentation de la température de traitement d'austénitisation tend à augmenter le diamètre des précipités. De plus, l'application d'une déformation à température pour laquelle l'austénite est métastable (500 °C ou 600 °C), tend à diminuer d'autant plus leur taille et leur fraction volumique que la déformation imposée est importante. Ces tendances sur l'effet de la température et de la déformation, sont qualitativement cohérentes avec l'effet des paramètres température et déformation sur l'état de précipitation mis en évidence par DNPA ici.

Le dépouillement des mesures de DNPA est réalisé en considérant les précipités comme non magnétiques (la longueur de diffusion magnétique des précipités est nulle dans le calcul du contraste magnétique), ce qui est correct pour l'étude des oxydes d'yttrium et de titane jusqu'à une teneur en fer de l'ordre de 40 % [81]. Le contraste magnétique intervient lors de l'identification de paramètres via le paramètre $f_p.\Delta\rho_{mag}^2$. Dans l'hypothèse de la formation de nouveaux précipités lors de la trempe, possiblement de cémentite M_3C, une meilleure connaissance de la composition des phases formées permettrait de calculer leur longueur de diffusion magnétique. Une modification de $\Delta\rho_{mag}^2$ visant à mieux prendre en compte la composition chimique réelle de ces phases induirait donc également, une modification de la fraction volumique évaluée. Enfin, si elle a bien lieu, la précipitation lors de la trempe est susceptible d'être fortement influencée par la vitesse de chauffage, la température maximale atteinte et la vitesse de refroidissement [186]. Des vitesses de chauffage et de refroidissement rapides, comme celles rencontrées en soudage, seraient plutôt défavorables à la dissolution des carbures préexistants (augmentation de la température de dissolution avec la vitesse de chauffage) et à la précipitation de carbures lors de la trempe. Comme dans le cas de la nuance d'acier 14Cr ODS, des caractérisations complémentaires (notamment par MET ou SAT) semblent nécessaires pour comprendre les mécanismes en jeu. Elles permettraient de déterminer l'origine de l'augmentation d'intensité diffusée en validant ou non l'hypothèse de formation de carbures nanométriques lors de la trempe. De nouvelles mesures de DNPA sur éprouvettes ayant subi un revenu semblent également nécessaires.

3.2.2 Comparaison aux résultats de DXPA sur éprouvette de compression et sur éprouvettes « chapeau »

Une éprouvette de compression, sollicitée à paramètres 1100 °C - ε = 2 - $\dot{\varepsilon}$ = 200 s^{-1} a été analysée par DXPA. La Figure 122 présente l'évolution des paramètres identifiés en traversant l'éprouvette le long de son axe. Les valeurs tracées sont la moyenne sur 3 filiations espacées radialement de 100 µm. Les barres d'erreur représentent l'écart type entre ces 3 filiations. Les paramètres identifiés pour le MB, et au niveau de la bande cisaillée d'une éprouvette chapeau sollicitée avec des paramètres d'essai équivalents, sont rappelés dans le Tableau 15 pour comparaison. On observe, sur l'éprouvette de compression, une augmentation du rayon moyen des précipités au centre de l'éprouvette. Cette augmentation est de l'ordre de 8 % par rapport au MB et l'intensité intégrée chute au niveau de cette zone. La baisse d'intensité est d'un peu plus de 20 % par rapport au MB. **Ces résultats sont très proches de ceux obtenus à partir de l'éprouvette sollicitée en cisaillement.** Ceci indique que sur cette nuance, le mode de sollicitation a peu d'effet sur les précipités identifiables à partir des mesures de DXPA. On retrouve, sur cette éprouvette, le fait que le cycle thermomécanique tende à légèrement augmenter le rayon des précipités mais surtout à réduire leur intensité intégrée, en cohérence avec les résultats de DXPA sur éprouvette de cisaillement et les résultats de DNPA sur éprouvette de compression en nuance d'acier 14Cr ODS.

Dans le cas de la DXPA, l'intensité diffusée dépend de la composition chimique des précipités via leur contraste électronique avec la matrice, et non magnétique comme pour la DNPA. En l'absence d'informations sur la nature des précipités formés lors de ces essais, il n'est pas possible d'évaluer leur contribution au signal diffusé et donc d'en déduire l'évolution des nano-oxydes initialement présents. Cependant, les mesures effectuées par DXPA dans les **zones chauffées et non déformées** des éprouvettes « chapeau » (non présenté ici) et de compression (loin du centre de l'éprouvette sur la Figure 122) montrent **que l'état de précipitation est proche de celui du MB.** En particulier, on **n'observe pas d'augmentation de l'intensité diffusée, comme c'est le cas en DNPA**. On peut donc supposer que **les précipités à l'origine de l'augmentation d'intensité observée en DNPA**, qui pourraient être des carbures nanométriques formés lors de la trempe, **ont peu d'effet, du fait de leur contraste électronique, sur l'intensité diffusée en DXPA**. Cette dernière technique permet donc d'accéder directement aux informations concernant les nano-oxydes.

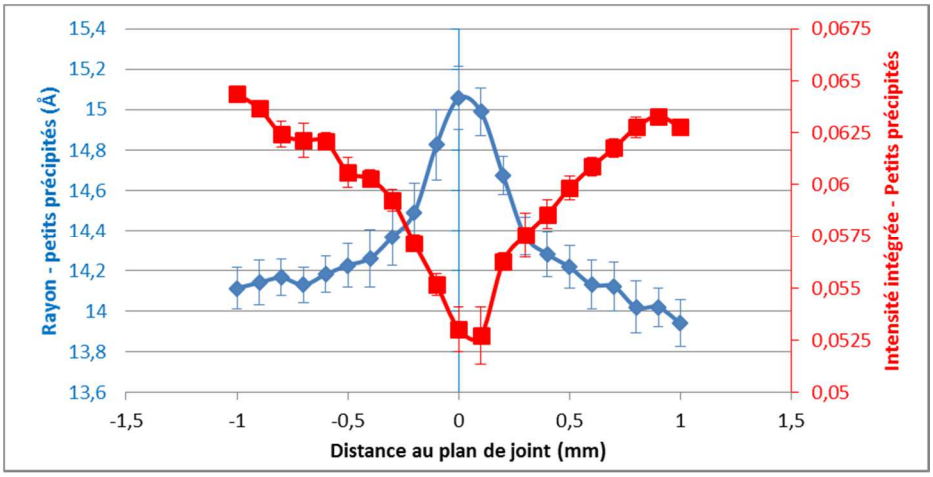


Figure 122 – Nuance d'acier 9Cr ODS : évolution des paramètres Q_O et R, identifiés à partir des mesures de DXPA, le long de l'axe de l'éprouvette de compression sollicitée à paramètres 1100 °C - ε = 2 - $\dot{\varepsilon}$ = 200 s^{-1}.

	Q_{0-1}	R_1 (Å)	Q_{0-2}	R_2 (Å)
1100 - 2 -200 - Compression	0,053	15,057	0,033	41,130
1100 - 2 – 200 - Cisaillement	0,053	13,594	0,034	38,050
MB	0,069	13,858	-	-

Tableau 15 - Nuance d'acier 9Cr ODS : paramètres identifiés à partir des mesures de DXPA pour les essais de compression et de cisaillement réalisés à paramètres 1100 °C - ε = 2 - $\dot{\varepsilon}$ = 200 s^{-1} et pour le métal de base.

Conclusion du chapitre IV

Des essais sollicitant le matériau en compression uniaxiale le long de son axe jusqu'à un niveau de déformation de l'ordre de 2, ont été réalisés à trois niveaux de température (950 °C, 1100 °C et 1250 °C) et deux niveaux de vitesse de déformation (200 s^{-1} et 0,2 s^{-1}) sur les nuances d'aciers 14Cr ODS et 9Cr ODS avec pour premier objectif d'étudier les conditions d'occurrence de la recristallisation dynamique.

Dans le cas de la nuance d'acier 14Cr ODS, différents mécanismes d'évolution microstructurale ont pu être mis en évidence. **A faible température, la microstructure évolue par RDC. A faible vitesse et haute température, cette nuance est l'objet d'un mécanisme de RDD dès un niveau de déformation modéré (de l'ordre de 0,5)**. La microstructure passe d'une microstructure caractéristique de cette nuance filée (présentant une population de petits grains équiaxes et une population de gros grains allongés, texturée) à une microstructure équiaxe non texturée, entre des niveaux de déformation de 0,4 et 0,7. Cette évolution brusque est associée à la présence d'un pic de contrainte macroscopique unique caractéristique de la **RDD en collier, plutôt inattendu pour un acier ferritique**. **A haute température et forte vitesse de sollicitation, on observe tout d'abord une évolution de la microstructure par RDC**. **A partir d'une déformation critique de l'ordre de 2, le déclenchement d'un mécanisme impliquant la migration de joints de grains est observé**. Ce mécanisme induit une chute brusque de la proportion de LABs, de la désorientation intragranulaire ainsi qu'une atténuation de la texture, en particulier de la composante <111> parallèle à l'axe de compression. Ce mécanisme peut être un **phénomène de RDD** dont la déformation critique serait très supérieure à celle observée à faible vitesse du fait d'une vitesse de déformation plus importante.

L'effet des cycles thermomécaniques sur la microstructure n'a été évalué par EBSD que pour deux conditions d'essai sur la nuance d'acier 9Cr ODS, en faisant varier la vitesse de déformation. Cependant, les résultats obtenus, notamment l'absence ou la présence à une intensité très faible des composantes de texture attendue en compression, **tendent à confirmer l'occurrence de la RDD en phase austénitique**.

Cette étude apporte donc des éléments de compréhension sur l'évolution microstructurale à chaud de cette nuance, bien qu'à l'aide d'essais générant des microstructures plus éloignées de celles du soudage (notamment en termes de textures) que ceux présentés au chapitre précédent. On peut cependant, ajouter que d'une manière générale, la compréhension de l'occurrence des mécanismes de recristallisation dynamique est un problème d'un grand intérêt pour la mise en forme des métaux puisqu'elle va permettre d'adapter leurs conditions de mise en forme en vue d'obtenir une microstructure souhaitée.

L'état de précipitation après essai a été déterminé par DNPA. Sur la nuance d'acier 14Cr ODS, on observe que pour toutes les conditions d'essais testées, les cycles thermomécaniques imposés aux éprouvettes entrainent une légère augmentation de la taille des nanorenforts, **mais surtout, une baisse de leur fraction volumique**. Cette diminution est importante, entre 30 % et 70 % suivant les conditions d'essai. Sur cette nuance, les tendances sur l'effet des paramètres observées sur les éprouvettes « chapeau » caractérisées par DXPA, ne sont pas retrouvées ici. Elles sont même inversées puisqu'à forte vitesse de sollicitation, une haute température semble préférable par rapport à une température inférieure en vue de conserver l'état de précipitation initial. Le résultat inverse est observé à faible vitesse. Les résultats ne permettent pas de mettre en évidence sur l'état de précipitation, une tendance sur l'effet d'un paramètre pris indépendamment mais semblent plutôt indiquer un effet couplé des paramètres vitesse et température.

Des caractérisations complémentaires par MET et SAT pourraient permettre de déterminer si cette diminution est due à une dissolution des renforts ou plus probablement à une agglomération de ces derniers, suivie de coalescence pouvant entrainer une augmentation de leur taille jusqu'à dépasser la taille limite de cette technique.

Sur la nuance d'acier 9Cr ODS, la DNPA révèle la formation d'une nouvelle population de précipités lors des essais qui présentent une composition chimique différente de celle des renforts. On peut formuler l'hypothèse de la formation de carbures nanométriques lors de la trempe qui a déjà été observée sur un matériau non renforcé mais de composition chimique proche [185]. Ces nouveaux

précipités influent fortement sur l'intensité diffusée en DNPA qui tend à augmenter après sollicitation thermomécanique, mais semblent beaucoup moins influents sur celle diffusée par DXPA qui diminue après essai de manière cohérente avec les observations effectuées sur éprouvettes de compression en nuance d'acier 14Cr ODS par DNPA et sur les éprouvettes « chapeau » des deux nuances par DXPA. Cette différence de comportement des précipités nouvellement formés vis-à-vis de ces deux techniques de diffusions aux petits angles, s'explique probablement du fait de leur composition chimique (qui influe sur l'intensité diffusée via le contraste magnétique avec la matrice pour la DNPA et le contraste électronique dans le cas de la DXPA. En conséquence, les mesures de DNPA sur la nuance d'acier 9Cr ODS brute de trempe rendent difficile l'analyse de l'évolution des nanorenforts présents dans le matériau avant essai puisque le signal qu'ils diffusent, se superpose à celui des précipités nouvellement formés lors des essais.

Conclusions générales et perspectives

Les aciers ferritiques et ferrito-martensitiques ODS, renforcés par dispersion d'oxydes nanométriques, sont des matériaux candidats pour constituer les gaines de combustibles des réacteurs nucléaires de IVème génération refroidis au sodium. Le procédé de soudage par résistance en bout des gaines à leurs bouchons impose localement au matériau des chargements thermomécaniques sévères susceptibles de modifier les propriétés de ces aciers. En effet, bien que ce procédé permette un soudage en phase solide, il peut entrainer une modification de la microstructure des aciers ODS, notamment à l'échelle des grains et des renforts nanométriques. Ces effets ont été jusqu'à présent peu étudiés dans la littérature.

Ces travaux de thèse visent à apporter des éléments de compréhension sur les effets du procédé de soudage par résistance sur la microstructure du matériau soudé et l'identification des mécanismes associés. L'étude porte sur les nuances ferrito-martensitique à 9 % de chrome (notée 9Cr ODS) et ferritique à 14 % de chrome (notée 14Cr ODS). Une approche couplée caractérisations-simulations est adoptée.

Les résultats obtenus sur les soudures ont mis en avant plusieurs verrous pour l'étude et la compréhension de la formation des microstructures de soudage, liés à la faible taille des zones à analyser, à l'hétérogénéité des zones situées au voisinage de la trace du plan de joint et aussi, à la complexité du procédé. C'est pourquoi est aussi développée dans ce manuscrit, une étude réalisée sur deux types d'éprouvettes technologiques testées sur simulateur thermomécanique et destinées à améliorer la compréhension des phénomènes mis en jeu lors du soudage.

Nous avons, dans un premier temps, **identifié les effets de ce procédé sur la microstructure des aciers 14Cr ODS** (ferritique) **et 9Cr ODS** (à transformation de phase) directement sur les soudures. **Sur la nuance d'acier 14Cr ODS**, trois zones ont pu être identifiées dans les soudures : (1) **le métal de base** (MB), présentant une microstructure qui associe petits grains équiaxes et gros grains allongés dans le sens de filage, ainsi qu'une texture de type fibre alpha ; (2) une première **Zone Affectée Thermo-mécaniquement** (dite ZATM n°1), située dans une bande de quelques dizaines de micromètres autour de la trace du plan de joint, qui présente un affinement de la microstructure et un changement de texture, et dans laquelle, les gros grains allongés présents dans le MB ne sont plus observés ; (3) ainsi qu'une **seconde Zone Affectée Thermo-Mécaniquement** (notée ZATM n°2), qui assure la transition entre la ZATM n°1 et le MB sur une distance de quelques dizaines de microns et où les gros grains allongés dans le sens de filage sont toujours observable mais où la texture de fibre alpha du MB est atténuée. Ces trois zones présentent une dureté similaire.

Sur les soudures en nuance d'acier 9Cr ODS, on peut également définir trois zones : (1) le **métal de base**; (2) une **Zone Affectée Thermiquement** (ZAT), caractérisée par une augmentation de la dureté et une microstructure présentant des « gros » grains microniques sous-structurés entourés de petits grains sub-microniques sans orientation morphologique préférentielle ni texture particulière ; (3) ainsi qu'une **ZATM** localisée dans un bande de quelques dizaines de micromètres autour de la trace du plan de joint, de dureté proche de celle de la ZAT et caractérisée par une microstructure fine (micronique), équiaxe et texturée, avec une texture qualitativement proche de celle observée dans la ZATM n°1 des soudures en nuance d'acier 14Cr ODS.

Sur les deux matériaux, **un affinement de la microstructure** est donc observé au niveau de la trace du plan de joint. Pour expliquer cet affinement de la microstructure, un mécanisme de recristallisation dynamique peut être envisagé. Sur la nuance 9Cr ODS, les phénomènes susceptibles d'induire cette microstructure peuvent en plus faire intervenir des changements de phase au chauffage (le matériau peut être en phase ferritique (α ou δ) ou austénitique lors de la déformation), des phénomènes de recristallisation dynamique dans ces différentes phases et des changements de phase au

refroidissement. A ce stade, se pose la question de la nature précise et des conditions d'occurrence des mécanismes à l'origine des microstructures identifiées en fonction de la nuance, question à laquelle nous tentons de répondre.

Des mesures de Diffusion des rayons X aux Petits Angles (DXPA) ont été réalisées sur soudures et ont permis de mettre en évidence un effet du procédé sur la taille et la fraction volumique des nano-renforts. Pour les deux nuances d'aciers ODS, on décrit les nanorenforts sous la forme de deux populations, respectivement de « petits » précipités (de rayon de l'ordre du nanomètre) et de « gros » précipités (de quelques nanomètres). On observe une **diminution de la fraction volumique** des plus petits précipités de l'ordre de 25 % au niveau des ZATMs des soudures sur les deux nuances.

Sur la nuance d'acier 14Cr ODS, cette diminution de fraction volumique est associée à une augmentation de la taille des petits précipités, de l'ordre d'une dizaine de pourcents et à une augmentation de la fraction volumique (de l'ordre de 60 %) des plus gros précipités. Ceci peut suggérer qu'au moins une partie des petits précipités initiaux grossissent jusqu'à atteindre une taille pour laquelle, ils sont identifiés comme appartenant à la population de gros précipités. Sur la nuance d'acier 9Cr ODS, ces effets sont plus limités. La faible dimension des zones caractéristiques des soudures ne nous permettent cependant pas de caractériser cet effet de manière fiable.

La compréhension des phénomènes mis en jeu pendant le soudage, passe par la connaissance des chargements thermomécaniques imposés localement dans chacune des zones des soudures précédemment identifiées. Pour ce faire, une simulation numérique du soudage intégrant la possibilité de fortes déformations lors du procédé, a été mise en place. La comparaison avec l'expérience a été faite avec pour observables la largeur de la ZAT, l'affaissement lors du soudage (déplacement axial du bouchon relativement à sa position initiale) et la forme globale des soudures.

Les cycles thermomécaniques locaux mettent en évidence **des sollicitations sévères en termes de vitesse de déformation (de quelques dizaines à quelques centaines de s^{-1}), de niveau de déformation (la déformation plastique cumulée est comprise entre 1 et 9 dans une bande d'un peu plus de 100 µm autour du plan de joint) et de température (de l'ordre de 1000 °C à 1300 °C lors de la déformation)**. Ces observations sont peu dépendantes des paramètres de soudage et du matériau utilisé pour le calcul. Ces constatations nous permettent d'identifier une plage de cycles thermomécaniques représentatifs des chargements au plan de joint et à son voisinage.

Ce sont ces chargements thermomécaniques qui ont été imposés aux éprouvettes technologiques de géométries optimisées afin de mieux comprendre la formation des microstructures dans les soudures. L'intérêt est de pouvoir maîtriser les conditions d'essai grâce à l'utilisation d'un simulateur thermomécanique Gleeble. D'autre part, les zones des éprouvettes sur lesquelles les microstructures sont « simulées » ont des dimensions supérieures à celles des zones identifiées sur les soudures, facilitant ainsi les caractérisations et leur fiabilité. Cette approche permet d'étudier indépendamment l'effet des paramètres température, déformation et vitesse de déformation sur les microstructures des aciers ODS.

Deux types de géométrie d'éprouvettes ont été développés. D'une part des éprouvettes à géométrie « chapeau », à partir desquelles une étude semi-quantitative de l'effet des paramètres imposés peut être menée. Elles permettent de solliciter mécaniquement le matériau en cisaillement, donc dans un état de sollicitations proche de celui imposées par le soudage. D'autre part, des éprouvettes permettant une sollicitation locale en compression uniaxiale, à partir desquelles une étude quantitative de l'effet des paramètres d'essai peut être réalisée.

Lors des essais sur éprouvettes « chapeau », la déformation est localisée sur une bande d'une largeur de l'ordre de 250 µm. L'étude de ces éprouvettes a permis de montrer que quelle que soit la nuance et pour l'ensemble des paramètres utilisés, les grains observés dans la bande déformée sont fins

(microniques) et équiaxes. Une texture de cisaillement peut également être observée dans la bande déformée. Les similitudes entre les microstructures produites par ces essais et celles identifiées au voisinage de la trace du plan de joint des soudures, valide l'approche consistant à simuler les microstructures de soudage par des essais sur éprouvettes « chapeau » sur un simulateur thermomécanique.

Ces essais ont permis d'apporter des éléments de discussion sur les mécanismes à l'origine de ces microstructures. **Pour la nuance d'acier 14Cr ODS, des signes pouvant être associés aux différents mécanismes de recristallisation dynamique envisageables sont observés**. Qu'il s'agisse de la Recristallisation Dynamique Continue (RDC), plutôt attendu comme le mécanisme prédominant lors de la déformation à chaud des aciers ferritiques, de la Recristallisation Dynamique Géométrique (RDG) susceptible de se produire à fort niveau de déformation, ou même de la Recristallisation Dynamique Discontinue (RDD) très rarement observée sur les aciers ferritiques. **Sur la nuance d'acier 9Cr ODS,** les observations permettent de guider l'interprétation de l'évolution microstructurale **vers l'hypothèse d'une déformation en phase austénitique** qui fait alors l'objet d'un mécanisme de recristallisation dynamique (possiblement de type RDD) suivi d'une transformation de phase au refroidissement (possiblement uniquement la transformation martensitique) respectant une relation d'orientation avec l'austénite.

Les essais sur éprouvettes « chapeau » ont également permis de mettre en évidence avec plus de fiabilité que sur les soudures (zones analysées plus uniformes en termes de microstructure), l'effet des paramètres température, déformation et vitesse de déformation sur les nano-renforts. Sur les deux nuances, nous avons observé à l'aide de mesure par DXPA, **une augmentation jusqu'à environ 25 %, de la taille des précipités initialement présents associée à une diminution de leur fraction volumique, qui peut atteindre 50 %**. Cette diminution de fraction volumique est au moins en partie, compensée par la formation d'une nouvelle population de précipités de taille supérieure. **Cet effet est d'autant plus marqué que la température et la déformation imposées sont importantes**.

L'étude sur les éprouvettes permettant un état de sollicitation locale en compression uniaxiale a montré que même si, ces essais sont mieux maîtrisés en termes de déformation et de vitesse de déformation imposées, ils génèrent sur les deux nuances une microstructure différente de celle induite par le soudage, notamment en termes de texture.

Ces essais ont tout de même permis de débuter **l'établissement d'une cartographie des mécanismes de recristallisation dynamique ayant lieu sur la nuance d'acier 14Cr ODS** en fonction des paramètres température, déformation et vitesse de déformation pris dans des plages équivalentes à celles du soudage et également inférieures. **L'occurrence du mécanisme de RDD** jusqu'à présent non observé sur cette nuance et qui aboutit à **une microstructure équiaxe non texturée**, a pu être identifiée lors de sollicitation **à haute température** (1250 °C) **et faible vitesse de déformation** (0,2 s^{-1}). **A haute température et forte vitesse de déformation (200 s^{-1}, i.e. pour les ordres de grandeur rencontrés en soudage), on observe la transition pour un niveau de déformation de l'ordre de 2, d'un mécanisme de RDC vers un mécanisme impliquant la migration des joints de grains à longue distance, possiblement de type RDD. A plus faible température** (950 °C), **le mécanisme de RDC** est évoqué pour expliquer l'affinement de la microstructure. Des essais complémentaires, réalisés à notamment à des vitesses de déformations intermédiaires, permettraient de compléter cette cartographie.

L'effet des cycles thermomécaniques sur la microstructure de la **nuance d'acier 9Cr ODS** n'a été évalué que pour deux conditions d'essai, en faisant varier la vitesse de déformation. Les résultats obtenus **tendent à confirmer l'occurrence de la RDD en phase austénitique** mais des essais complémentaires sont nécessaires pour établir une cartographie complète.

Ces essais de compression uniaxiale ont également permis par des mesures de Diffusion des Neutrons aux Petits Angles (DNPA), d'évaluer l'effet des conditions de sollicitations en compression sur l'état de

précipitation dont le comportement a été identifié comme dépendant de la nuance testée. Sur la nuance d'acier 14Cr ODS, ces mesures mettent en évidence un effet plus complexe des paramètres d'essais comparativement à ce qui a pu être observé sur les éprouvettes « chapeau ». Notamment à forte vitesse de sollicitation, **une haute température semble préférable par rapport à une température inférieure en vue de conserver l'état de précipitation initial**. C'est la tendance inverse de celle observée sur éprouvette chapeau. L'interprétation de ces résultats reste difficile en l'absence de compréhension du mécanisme à l'origine de l'évolution de l'état de précipitation. Sur la nuance d'acier 9Cr ODS, les mesures de DNPA mettent en évidence la formation d'une nouvelle population de précipités, de composition chimique ne correspondant pas à celle des nano-oxydes initialement présents dans le matériau de base. La comparaison des mesures de DXPA et de DNPA sur éprouvettes de compression semble indiquer que l'intensité diffusée par ces précipités est très faible en DXPA comparativement à celle diffusée par les nano-oxydes initialement présents. La formation de carbures nanométriques lors de la trempe a été évoquée mais non vérifiée, pour expliquer l'apparition de ces précipités.

Perspectives

De manière générale, ces travaux ont permis des avancées dans la maitrise et la compréhension des effets des sollicitations thermomécaniques sévères, rencontrées entre autres en soudage par résistance sur la microstructure des nuances d'aciers 9Cr ODS et 14Cr ODS, à l'échelle des grains et des précipités. Ils ont notamment permis d'apporter des éléments de discussion sur l'occurrence des mécanismes de recristallisation dynamique sur les aciers ODS sous sollicitations thermomécaniques sévères ainsi que de premiers résultats expérimentaux, sur l'effet de ces sollicitations sur l'état de précipitation de ces nuances. Ces éléments permettent de formuler des questions auxquelles, il n'a pas été possible de répondre dans le cadre de ce travail et d'appeler à des perspectives pouvant être dans la continuité directe de ces travaux de thèse c'est-à-dire prolongeant les essais et caractérisations réalisées, ou plus générales.

(1) En premier lieu, des travaux d'approfondissement seraient nécessaires afin d'affiner la connaissance des conditions d'occurrence des mécanismes de recristallisation dynamique des nuances ODS (i.e. pour déterminer encore plus précisément les frontières entre domaines).

En ce qui concerne les essais réalisés sur éprouvettes « chapeau », on peut envisager la réalisation d'essais à faible taux de déformation et à forte vitesse de déformation qui n'ont pas pu être menés dans cette étude. Ces essais pourraient permettre d'obtenir des éléments de compréhension complémentaires sur l'évolution microstructurale lors de la déformation sous sollicitation en cisaillement. Ce point présente un intérêt en particulier pour la nuance d'acier 14Cr ODS, pour laquelle les essais sur éprouvettes « chapeau » ont mis en évidence des signes pouvant être associées aux différents mécanismes de recristallisation dynamique envisageables. Des essais arrêtés au niveau et juste après le pic de force observé lors de la déformation des éprouvettes, permettraient de trancher sur l'origine de ce pic et de la chute de force subséquente, et ainsi de tester l'hypothèse d'occurrence d'un mécanisme de RDD sur les éprouvettes « chapeau » en nuance d'acier 14Cr ODS.

Les essais de compression ont permis d'amorcer la réalisation d'une cartographie des mécanismes de recristallisation dynamique intervenant sur la nuance d'acier 14Cr ODS en fonction des paramètres température, déformation et vitesse de déformation. Des essais complémentaires réalisés notamment, à des vitesses de déformations intermédiaires, permettraient de compléter cette cartographie. En particulier, il peut donc être intéressant de prolonger cette étude pour déterminer des limites plus précises entre les domaines d'occurrence de la RDC qui produit un matériau texturé et sous-structuré et présentant éventuellement une anisotropie morphologique, et la RDD qui permet d'atténuer la texture et l'anisotropie morphologique de ce matériau, pour lequel des traitements

thermiques visant à induire une recristallisation statique sont difficilement réalisables dans des conditions industrielles en raison des températures élevées nécessaires. Ces perspectives vont donc au-delà de l'application au soudage par résistance des gaines de combustibles et touchent de manière plus générale, à la mise en forme et au contrôle des microstructures des aciers ODS ferritiques. Sur la nuance d'acier 9Cr ODS, des caractérisations ont été menées sur un nombre très limité d'éprouvettes de compression. On peut donc également envisager des caractérisations sur des éprouvettes sollicitées dans une plage de paramètre plus large.

(2) Une seconde piste pour de futurs travaux serait d'apporter des éléments de compréhension des mécanismes à l'origine de l'évolution des nanorenforts sous sollicitations thermomécaniques sévères.

En effet, les mécanismes à l'origine de cette évolution qui pourraient notamment impliquer l'agglomération des nanorenforts sous l'effet de la déformation suivie d'un phénomène de coalescence ou éventuellement un phénomène de dissolution des nanorenforts, ne peuvent pas être déterminés simplement via des analyses par DXPA ou DNPA réalisées dans la présente étude. Des observations complémentaires par Microscopie Electronique en Transmission (MET) et éventuellement par Sonde Atomique Tomographique (SAT), pourraient apporter de premiers éléments de réponse.

Une meilleure compréhension de ces mécanismes est nécessaire pour pouvoir interpréter les tendances concernant l'effet des paramètres d'essai observées sur les éprouvettes « chapeau » et les éprouvettes de compression. On peut également envisager de faire le lien entre l'évolution des nanorenforts sous sollicitation thermomécanique sévère et les mécanismes de recristallisation dynamique ayant lieu.

De plus, la connaissance des mécanismes à l'origine de l'évolution des renforts permettrait d'évaluer au moins qualitativement, l'impact de cette évolution sur les propriétés mécaniques des nuances d'aciers ODS. En effet, un phénomène aboutissant à l'augmentation de la taille et la diminution de la densité en nombre des renforts va d'une part, tendre à diminuer les propriétés mécaniques de ces nuances et d'autre part, revêt un caractère irréversible. A l'inverse, dans l'hypothèse d'une dissolution partielle des renforts, on peut envisager toujours de manière hypothétique, un traitement thermique post sollicitation thermomécaniques sévère visant à provoquer la reprécipitation des nanorenforts et qui pourrait induire une précipitation fine et une forte densité en nombre de renforts.

Enfin, sur la nuance d'acier 9Cr ODS, les résultats de DNPA sur éprouvettes de compression ont permis de suggérer la formation de nouveaux précipités lors des essais. L'hypothèse de la formation de carbures nanométriques lors de la trempe qui a déjà été observée sur la nuance d'acier à 9 % de chrome non ODS, a été avancée mais n'a pas été vérifiée. Une meilleure connaissance notamment en ce qui concerne la composition chimique de ces supposés nouveaux précipités, semble indispensable. Elle est nécessaire d'une part, pour interpréter de manière plus complète les résultats des techniques de diffusion aux petits angles (des neutrons et des rayons X) et notamment, le fait que l'intensité diffusée par DNPA semble fortement influencée par la présence de ces précipités, alors que l'intensité diffusée par DXPA semble ne pas permettre de mettre en évidence leur présence. D'autre part, la connaissance de leur nature permettrait d'envisager leur évolution après sollicitation thermomécanique sévère comme par exemple, lors d'un traitement de revenu post soudage qui pourrait largement modifier les éventuels carbures.

(3) Une autre perspective de ces travaux serait l'étude du vieillissement (thermique et/ou sous irradiations) des microstructures observées dans les soudures (ou reproduites par essai Gleeble). En effet, on peut s'interroger sur l'effet de la modification des grains et des nanorenforts sur la stabilité de ces microstructures. Ce point peut être traité par des caractérisations microstructurales après vieillissement.

(4) Enfin, il peut être envisagé d'étudier l'effet des modifications microstructurales décrites dans ce document, sur les propriétés mécaniques des aciers ODS. Des travaux allant dans ce sens et évoqués en Annexe 5, ont été amorcés et pourront être complétés. Ils montrent à partir d'essais de traction sur éprouvettes sollicitées en compression à haute vitesse et forte température, un effet très limité des chargements thermomécaniques imposés sur la limite élastique à température ambiante des aciers ODS, dans la limite des essais réalisés. Des essais mécaniques à chaud ou en fluage pourront également être envisagés.

Bibliographie

[1] M. L. Lescoat, “Etude du comportement des nano-renforts des matériaux ODS (Oxide Dispersion Strengthened) sous irradiation : Approche analytique par des irradiations aux ions,” Thèse, Université de Lille 1, France, 2012.

[2] A. Das, “Revisiting Stacking Fault Energy of Steels,” *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 47, no. 2, pp. 748–768, 2015.

[3] T. R. Oliveira and F. Montheillet, “Texture Evolution during Direct and Reversed Hot Torsion Tests of Stabilized Ferritic Stainless Steels,” pp. 477–482, 2005.

[4] A. Karch, “Étude des évolutions microstructurales lors de la transformation à chaud d’aciers ferritiques renforcés par dispersion d’oxydes,” Thèse, Ecole nationale supérieure des Mines de Paris, France, 2014.

[5] Y. Yazawa, M. Muraki, Y. Kato, and O. Furukimi, “Effect of Chromium Content on Relationship Between r -value and { 111 } Recrystallization Texture in Ferritic Steel,” *ISIJ Int.*, vol. 43, no. 10, pp. 1647–1651, 2003.

[6] F. Montheillet, “Métallurgie en mise en forme à chaud,” *Tech. l’ingénieur. Matériaux métalliques*, vol. 33, no. 0, 2009.

[7] J. Schmitt, P. Fabregue, and B. Thomas, “Recristallisation Dynamique dans les aciers,” *J. Phys. IV*, vol. 5, no. C3, pp. C3-153-C3-163, 1995.

[8] F.J. Humphreys and M. Hatherly, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, Second edi. Oxford: Elsevier, 2004.

[9] H. J. McQueen and M. E. Kassner, “Comments on ‘a model of continuous dynamic recrystallization’ proposed for aluminum,” *Scr. Mater.*, vol. 51, no. 5, pp. 461–465, 2004.

[10] R. Sandström, “On recovery of dislocations in subgrains and subgrain coalescence,” *Acta Metall.*, vol. 25, no. 8, pp. 897–904, 1977.

[11] R. Sandström, “Subgrain growth occurring by boundary migration,” *Acta Metall.*, vol. 25, no. 8, pp. 905–911, 1977.

[12] J. C. M. Li, “Possibility of subgrain rotation during recrystallization,” *J. Appl. Phys.*, vol. 33, no. 10, pp. 2958–2965, 1962.

[13] Y. Huang and F. J. Humphreys, “Transient dynamic recrystallization in an aluminium alloy subjected to large reductions in strain rate,” *Acta Mater.*, vol. 45, no. 11, pp. 4491–4503, 1997.

[14] H. J. McQueen and W. Blum, “Dynamic recovery: sufficient mechanism in the hot deformation of Al (< 99.99),” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 290, no. 1, pp. 95–107, 2000.

[15] S. Gourdet and F. Montheillet, “An experimental study of the recrystallization mechanism during hot deformation of aluminium,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 283, no. 1–2, pp. 274–288, 2000.

[16] S. Gourdet and F. Montheillet, “A model of continuous dynamic recrystallization,” *Acta Mater.*, vol. 51, no. 9, pp. 2685–2699, 2003.

[17] C. Castan, “Etude de la recristallisation au cours du laminage a chaud d’aciers a basse densite fer-aluminium,” Thèse, Ecole Nationales Supérieure des Mines de Saint-Etienne, France, 2011.

[18] A. Dehghan-Manshadi and P. D. Hodgson, “Dependency of Recrystallization Mechanism to the Initial Grain Size,” *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 39A, pp. 2830–2840, 2008.

[19] M. E. Kassner and S. R. Barrabes, “New developments in geometric dynamic recrystallization,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 410–411, no. January, pp. 152–155, 2005.

[20] H. Jazaeri and F. J. Humphreys, “The transition from discontinuous to continuous recrystallization in some aluminium alloys I - The deformed state,” *Acta Mater.*, vol. 52, no. 11, pp. 3239–3250, 2004.

[21] T. Sakai, A. Belyakov, R. Kaibyshev, H. Miura, and J. J. Jonas, “Dynamic and post-dynamic recrystallization under hot, cold and severe plastic deformation conditions,” *Prog. Mater. Sci.*, vol. 60, no. 1, pp. 130–207, 2014.

[22] P. Bate and B. Hutchinson, “A re-evaluation of the mechanism of SIBM,” *Acta Metall.*, vol. 36, no. 2, pp. 195–198, 1997.

[23] T. Sakai and J. J. Jonas, “Dynamic recrystallization : mechanical and microstructural considerations,” *Acta Metall.*, vol. 32, no. 2, pp. 189–209, 1984.

[24] H. Yamagata, “Dynamic recrystallization of single-crystalline aluminum during compression tests,” *Scr. Metall. Mater.*, vol. 27, no. 6, pp. 727–732, Sep. 1992.

[25] H. Yamagata, “Dynamic recrystallization and dynamic recovery in pure aluminum at 583K,” *Acta Metall. Mater.*, vol. 43, no. 2, pp. 723–729, 1995.

[26] K. Tanaka, M. Otsuka, and H. Yamagata, “Effect of Orientation and Purity on the Dynamic Recrystallization of Aluminum Single Crystals with Multi Glide Systems,” *Mater. Trans. JIM*, vol. 40, no. 3, pp. 242–247, 1999.

[27] U. Suhuddin, S. Mironov, H. Krohn, M. Beyer, and J. F. Dos Santos, “Microstructural evolution during friction surfacing of dissimilar aluminum alloys,” *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.*, vol. 43, no. 13, pp. 5224–5231, 2012.

[28] S. V. S. Narayana Murty, S. Torizuka, K. Nagai, T. Kitai, and Y. Kogo, “Grain boundary diffusion controlled ultrafine grain formation during large strain-high Z deformation of coarse (200µm) grained ultra-low carbon steel,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 457, no. 1–2, pp. 162–168, May 2007.

[29] S. Murty Narayana, S. Torizuka, K. Nagai, N. Koseki, and Y. Kogo, “Classification of microstructural evolution during large strain high deformation of a 0.15 carbon steel,” *Scr. Mater.*, vol. 52, no. 8, pp. 713–718, Apr. 2005.

[30] C. Ghosh, V. V. Basabe, J. J. Jonas, Y. M. Kim, I. H. Jung, and S. Yue, “The dynamic transformation of deformed austenite at temperatures above the Ae3,” *Acta Mater.*, vol. 61, no. 7, pp. 2348–2362, 2013.

[31] H. Yada, C.-M. Li, and H. Yamagata, “Dynamic g → a Transformation during Hot Deformation in Iron – Nickel – Carbon Alloys,” *ISIJ Int.*, vol. 40, no. 2, pp. 200–206, 2000.

[32] C.-M. Li, H. Yada, and H. Yamagata, “An in-situ X-ray diffraction study of gamma -> alpha transformation during hot deformation in Fe-6%Ni alloys,” in *ISIJ International*, 1999, vol. 39, pp. 209–211.

[33] J. J. Jonas, C. Ghosh, X. Quelennec, and V. V. Basabe, “The Critical Strain for Dynamic Transformation in Hot Deformed Austenite,” *ISIJ International*, vol. 53, no. 1. pp. 145–151,

2013.

[34] P. J. Hurley and P. D. Hodgson, “Effect of process variables on formation of dynamic strain induced ultrafine ferrite during hot torsion testing,” *Mater. Sci. Technol.*, vol. 17, no. November, pp. 1360–1368, 2001.

[35] L. Sun, K. Muszka, B. P. Wynne, and E. J. Palmiere, “Effect of strain path on dynamic strain-induced transformation in a microalloyed steel,” *Acta Mater.*, vol. 66, pp. 132–149, 2014.

[36] H. Beladi, G. L. Kelly, and P. D. Hodgson, “Ultrafine grained structure formation in steels using dynamic strain induced transformation processing.,” *Int. Mater. Rev.*, vol. 52, no. 1, pp. 14–28, 2007.

[37] S. C. Hong, S. H. Lim, K. J. Lee, D. H. Shin, and K. S. Lee, “Effect of Undercooling of Austenite on Strain Induced Ferrite Transformation Behavior,” *ISIJ Int.*, vol. 43, no. 3, pp. 394–399, 2003.

[38] Y. Adachi and K. Tsuzaki, “Coherent-to-Incoherent Transition of Intergranular bcc- precipitates by Pre- / Post-deformations in a Ni – 43Cr Alloy,” *ISIJ Int.*, vol. 45, no. 11, pp. 1703–1710, 2005.

[39] X. Sun, H. Dong, Q. Liu, and Y. Weng, “Dynamically Transformed Ferrite Fraction Inferred From Dilatometry Measurements After Deformation.,” *Mater. Sci. Eng.*, vol. 487A, pp. 93–98, 2008.

[40] X. Sun, H. Luo, H. Dong, Q. Liu, and Y. Weng, “Microstructural Evolution and Kinetics for Post-dynamic Transformation in a Plain Low Carbon Steel,” *ISIJ Int.*, vol. 48, no. 7, pp. 994–1000, 2008.

[41] K. Dawson, S. Cater, G. J. Tatlock, and C. Stanhope, “Friction stir welding of PM2000 ODS alloy,” *Mater. Sci. …*, vol. 30, no. 13b, pp. 1685–1690, 2014.

[42] S. Noh, R. Kasada, A. Kimura, S. H. C. Park, and S. Hirano, “Microstructure and mechanical properties of friction stir processed ODS ferritic steels,” *J. Nucl. Mater.*, vol. 417, no. 1–3, pp. 245–248, Oct. 2011.

[43] F. Corpace, “Soudage par résistance du gainage combustible ODS d’un réacteur nucléaire de 4ème génération,” Thèse, Université de Bordeaux, France. Available from : http://www.theses.fr/2011BOR14463, 2011.

[44] W. Han, A. Kimura, N. Tsuda, H. Serizawa, D. Chen, H. Je, H. Fujii, Y. Ha, Y. Morisada, and H. Noto, “Effects of mechanical force on grain structures of friction stir welded oxide dispersion strengthened ferritic steel,” *J. Nucl. Mater.*, vol. 455, no. 1–3, pp. 46–50, Dec. 2014.

[45] Y. Sugino, S. Ukai, B. Leng, N. Oono, S. Hayashi, and T. Kaito, “Grain boundary sliding at high temperature deformation in cold-rolled ODS ferritic steels,” *J. Nucl. Mater.*, vol. 452, no. 1–3, pp. 628–632, 2014.

[46] G. Zhang, Z. Zhou, H. Sun, L. Zou, M. Wang, and S. Li, “Hot deformation behavior and processing map of a 9Cr ferritic / martensitic ODS steel,” *J. Nucl. Mater.*, vol. 455, no. 1–3, pp. 139–144, 2014.

[47] E. I. Poliak and J. J. Jonas, “A one-parameter approach to determining the critical conditions for the initiation of dynamic recrystallization,” *Acta Mater.*, vol. 44, no. 1, pp. 127–136, 1996.

[48] J. Baczynski and J. J. Jonas, “Texture development during the torsion testing of alpha-iron and two if steels,” *Acta Mater.*, vol. 44, no. 11, pp. 4273–4288, 1996.

[49] J. Baczynski and J. J. Jonas, “Torsion textures produced by dynamic recrystallization in alpha-

iron and two interstitial-free steels," *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 29, no. 2, pp. 447–462, 1998.

[50] A. Hildenbrand, L. S. Tóth, A. Molinari, J. Baczynski, and J. J. Jonas, "Self-consistent polycrystal modelling of dynamic recrystallization during the shear deformation of a Ti IF steel," *Acta Mater.*, vol. 47, no. 2, pp. 447–460, 1999.

[51] Y. Onuki, K. Okayasu, and H. Fukutomi, "Texture Development in Ferritic Steels during High Temperature Uniaxial Compression Deformation," *Mater. Sci. Forum*, vol. 703, pp. 810–813, 2012.

[52] I. L. Dillamore, H. Katoh, and K. Haslam, "The Nucleation of Recrystallisation and the Development of Textures in Heavily Compressed Iron-Carbon Alloys," *Texture*, vol. 1974, no. 3, pp. 151–156, 1974.

[53] H. Hu, "Texture of metals," *Texture*, vol. 1, no. C, pp. 233–258, 1974.

[54] H. Fukutomi and K. Okayasu, "Control of Textures in Aluminum Solid Solution Alloys by Hightemperature Deformation," in *PRICM: 8 Pacific Rim International Congress on Advanced Materials and Processing*, 2013, pp. 965–972.

[55] H. K. D. . Bhadeshia and R. W. . Honeycombe, *Steels : microstructures and properties.* Oxford: Butterworth-Heinemann, 2006.

[56] B. Hutchinson, L. Ryde, E. Lindh, and K. Tagashira, "Texture in hot rolled austenite and resulting transformation products," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 257, no. 1, pp. 9–17, 1998.

[57] H. K. D. H. Bhadeshia, "Martensite and Bainite in Steels : Transformation Mechanism & Mechanical Properties," *Le J. Phys. IV*, vol. 7, no. C5, pp. C5-367-C5-376, 1997.

[58] P. Chapellier, R. K. Ray, and J. J. Jonas, "Prediction of transformation textures in steels," *Acta Metall. Mater.*, vol. 38, no. 8, pp. 1475–1490, 1990.

[59] E. Boucard, "Étude De L'Influence De L'État Métallurgique De L'Austénite Sur La Microstructure De Transformation De Phase Dans Les Aciers Bas Carbone," Thèse, Université de Lorraine, France, 2014.

[60] H. Beladi, G. S. Rohrer, A. D. Rollett, V. Tari, and P. D. Hodgson, "The distribution of intervariant crystallographic planes in a lath martensite using five macroscopic parameters," *Acta Mater.*, vol. 63, pp. 86–98, 2014.

[61] N. J. Wittridge and J. J. Jonas, "The austenite-to-martensite transformation in Fe–30%Ni after deformation by simple shear," *Acta Mater.*, vol. 48, no. 10, pp. 2737–2749, Jun. 2000.

[62] M. Sum and J. J. Jonas, "A Dislocation Reaction Model for Variant Selection During the Austenite-to-Martensite Transformation," *Textures Microstruct.*, vol. 31, no. 4, pp. 187–215, 1999.

[63] N. J. Wittridge, J. J. Jonas, and J. H. Root, "A Dislocation-Based Model for Variant Selection during the gamma -to- alpha' Transformation," *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 32, no. April, pp. 889–901, 2001.

[64] L. Gavard, "Recristallisation dynamique d ' aciers inoxydables austénitiques de haute pureté," Thèse, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 2001.

[65] M. Dadé, J. Malaplate, J. Garnier, F. De Geuser, N. Lochet, and A. Deschamps, "Influence of consolidation methods on the recrystallization kinetics of a Fe-14Cr based ODS steel," *J. Nucl.*

Mater., vol. 472, pp. 143–152, 2016.

[66] P. Cunat, “Aciers inoxydables: Critères de choix et structure,” *Tech. l’ingénieur. L’Entreprise Ind.*, vol. M4540, 2000.

[67] L. Toualbi, “Optimisation de la gamme de fabrication de tubes en aciers renforcés par une dispersion nanométrique d ’ oxydes (ODS) : compréhension des relations microstructure / propriétés mécaniques,” Thèse, Ecole nationale supérieure des mines de Paris, France., 2012.

[68] P. Olier, M. Couvrat, C. Cayron, N. Lochet, and L. Chaffron, “Incidence of mechanical alloying contamination on oxides and carbides formation in ODS ferritic steels,” *J. Nucl. Mater.*, vol. 442, no. 1–3 SUPPL.1, pp. S106–S111, 2013.

[69] C. Suryanarayana, “Mechanical alloying and milling,” *Prog. Mater. Sci.*, vol. 46, no. 1–2, pp. 1–184, 2001.

[70] N. Sallez, “Recrystallization, abnormal grain growth and ultrafine microstructure of ODS ferritic steels.,” Thèse, Université de Grenoble, France, 2014.

[71] M. Praud, “Plasticité d’alliages renforcés par nano-précipitation,” Thèse, Université de Toulouse Paul Sabatier, France, 2012.

[72] X. Boulnat, D. Fabregue, and M. Perez, “High-Temperature Tensile Properties of Nano-Oxide Dispersion Strengthened Ferritic Steels Produced by Mechanical Alloying and Spark Plasma Sintering,” *… Mater. Trans. A*, vol. 44, no. 6, pp. 2461–2465, Apr. 2013.

[73] M. Couvrat, “Fabrication d’aciers ODS à haute performance : relation procédé - microstructure - propriétés mécaniques,” Thèse, Université de Rennes 1, France, 2015.

[74] D. Sornin, T. Grosdidier, J. Malaplate, I. Tiba, P. Bonnaillie, N. Allain-Bonasso, and D. Nunes, “Microstructural study of an ODS stainless steel obtained by Hot Uni-axial Pressing,” *J. Nucl. Mater.*, vol. 439, no. 1–3, pp. 19–24, 2013.

[75] X. Boulnat, “Fast high-temperature consolidation of Oxide-Dispersion Strengthened (ODS) steels : process, microstructure, precipitation, properties.,” Thèse, INSA Lyon, France, 2014.

[76] J. Ribis and Y. De Carlan, “Interfacial strained structure and orientation relationships of the nanosized oxide particles deduced from elasticity-driven morphology in oxide dispersion strengthened materials,” *Acta Mater.*, vol. 60, no. 1, pp. 238–252, 2012.

[77] J. Ribis, M. L. Lescoat, S. Y. Zhong, M. H. Mathon, and Y. De Carlan, “Influence of the low interfacial density energy on the coarsening resistivity of the nano-oxide particles in Ti-added ODS material,” *J. Nucl. Mater.*, vol. 442, no. 1–3 SUPPL.1, pp. S101–S105, 2013.

[78] N. Sallez, C. Hatzoglou, F. Delabrouille, D. Sornin, L. Chaffron, M. Blat-Yrieix, B. Radiguet, P. Pareige, P. Donnadieu, and Y. Bréchet, “Precipitates and boundaries interaction in ferritic ODS steels,” *J. Nucl. Mater.*, 2016.

[79] C. A. Williams, D. Haley, E. A. Marquis, G. D. W. Smith, and M. P. Moody, “Defining clusters in APT reconstructions of ODS steels,” *Ultramicroscopy*, vol. 132, pp. 271–278, 2013.

[80] F. De Geuser and A. Deschamps, “Precipitate characterisation in metallic systems by small-angle X-ray or neutron scattering,” *Comptes Rendus Phys.*, vol. 13, no. 3, pp. 246–256, 2012.

[81] M. H. Mathon, M. Perrut, S. Y. Zhong, and Y. De Carlan, “Small angle neutron scattering study of martensitic / ferritic ODS alloys,” *J. Nucl. Mater.*, vol. 428, no. 1–3, pp. 147–153, 2012.

[82] L. Toualbi, C. Cayron, P. Olier, J. Malaplate, M. Praud, M. H. Mathon, D. Bossu, E. Rouesne, a. Montani, R. Logé, and Y. De Carlan, "Assessment of a new fabrication route for Fe-9Cr-1W ODS cladding tubes," *J. Nucl. Mater.*, vol. 428, no. 1–3, pp. 47–53, 2012.

[83] S. Zhong, J. Ribis, and V. Klosek, "Study of the thermal stability of nanoparticle distributions in an oxide dispersion strengthened (ODS) ferritic alloys," *J. Nucl. …*, vol. 428, no. 1–3, pp. 154–159, Sep. 2012.

[84] H. Sakasegawa, L. Chaffron, F. Legendre, L. Boulanger, T. Cozzika, M. Brocq, and Y. De Carlan, "Correlation between chemical composition and size of very small oxide particles in the MA957 ODS ferritic alloy," *J. Nucl. Mater.*, vol. 384, no. 2, pp. 115–118, 2009.

[85] S. Y. Zhong, J. Ribis, N. Lochet, Y. De Carlan, V. Klosek, and M. H. Mathon, "Influence of nano-particle coherency degree on the coarsening resistivity of the nano-oxide particles of Fe-14Cr-1W ODS alloys," *J. Nucl. Mater.*, vol. 455, no. 1, pp. 618–623, 2014.

[86] E. Bouchaud, J.-P. Bouchaud, S. Naka, G. Lapasset, and H. Octor, "Dissolution of precipitates by migrating grain boundaries," *Acta Met. Mater.*, vol. 40, pp. 3451–3458, 1992.

[87] A. Steckmeyer, "Caractérisation et modélisation du comportement mécanique à haute température des aciers ferritiques renforcés par dispersion d'oxydes," Thèse, Ecole nationale supérieure des Mines de Paris, France, 2012.

[88] M. Dadé, "Plasticité d'alliages nanorenforcés pour le gainage combustible des réacteurs de 4ème génération : compréhension et modélisation de l'influence des différents paramètres microstructuraux sur le comportement d'alliages modèles.," Thèse, Université Grenoble Alpes, 2015.

[89] B. Hary, T. Guilbert, P. Wident, T. Baudin, R. Logé, and Y. De Carlan, "Investigation of the relationships between mechanical properties and microstructure in a Fe-9 % Cr ODS steel," *EPJ Nucl. Sci. Technol.*, vol. 2, no. 7, 2016.

[90] G. H. Gessinger, "Joining techniques for P/M superalloys," in *Powder Metallurgy of Superalloys*, Baden, Switzerland: Buttefworth & Co., 1984, pp. 295–327.

[91] T. Kelly, "Welding of mechanically alloyed ODS materials.," in *Trends in welding research in the United States*, S. A. David, Ed. 1981, pp. 471–485.

[92] I. Charit, "A Comparative Study of Welded ODS Cladding Materials for AFCI / GNEP Applications," University of Idaho, 2011.

[93] E. Tabakin, S. Kuz'min, Y. Ivanovich, and S. Ukai, "Investigation of the Y2O3 distribution in the weld joints of dispersion-hardened steel cladding of fast-reactor fuel elements," *At. Energy*, vol. 102, no. 6, pp. 348–351, 2007.

[94] N. Jerred, L. Zirker, B. Jacques, T. Bradshaw, I. Charit, J. Cole, M. Frary, D. Butt, M. Meyer, and K. L. Murty, "Pressure Resistance Welding of High Temperature Metallic Materials," Idaho National Laboratory, 2010.

[95] S. Ukai, T. Kaito, and M. Seki, "Oxide dispersion strengthened (ODS) fuel pins fabrication for BOR-60 irradiation test," *J. Nucl. Sci. Technol.*, vol. 42, no. 1, pp. 109–122, 2005.

[96] S. Noh, A. Kimura, and T. K. Kim, "Diffusion bonding of 9Cr ODS ferritic/martensitic steel with a phase transformation," *Fusion Eng. Des.*, vol. 89, no. 7–8, pp. 1746–1750, Oct. 2014.

[97] I. Wright, G. Tatlock, H. Badairy, and C. Chen, “Summary of Prior Work on Joining of Oxide Dispersion-Strengthened Alloys,” Oak Ridge National Laboratory, 2009.

[98] J. Lee, J. Park, M. Lee, C. Rhee, and T. Kim, “End Closure Joining of Ferritic-Martensitic and Oxide-Dispersion Strengthened Steel Cladding Tubes by Magnetic Pulse Welding,” *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 46A, pp. 3132–3139, 2015.

[99] L. N. Brewer, M. S. Bennett, B. W. Baker, E. A. Payzant, and L. M. Sochalski-kolbus, “Characterization of residual stress as a function of friction stir welding parameters in oxide dispersion strengthened (ODS) steel MA956,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 647, pp. 313–321, 2015.

[100] C. Y. Kang, T. H. North, and D. D. Perovic, “Microstructural Features of Friction Welded MA 956 Superalloy Material,” *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 27A, no. December, pp. 4019–4029, 1996.

[101] R. Nandan, G. G. Roy, T. J. Lienert, and T. Debroy, “Numerical modelling of 3D plastic flow and heat transfer during friction stir welding of stainless steel,” *Sci. Technol. Weld. Join.*, vol. 11, no. 5, pp. 526–537, 2006.

[102] J. Cho, D. E. Boyce, and P. R. Dawson, “Modeling strain hardening and texture evolution in friction stir welding of stainless steel,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 398, pp. 146–163, 2005.

[103] M. Assidi, L. Fourment, and T. W. Nelson, “Friction model for friction stir welding process simulation : Calibrations from welding experiments,” *Int. J. Mach. Tools Manuf.*, vol. 50, no. September 2016, pp. 143–155, 2010.

[104] P. Heurtier, M. J. Jones, C. Desrayaud, J. H. Driver, F. Montheillet, and D. Allehaux, “Mechanical and thermal modelling of Friction Stir Welding,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 171, pp. 348–357, 2006.

[105] E. F. Jean-Christophe Roux, J. C. Roux, E. Feulvarch, and J. M. Bergheau, “Simulation of Material consequences induced by FSW for a trigonal pin,” in *XII International Conference on Computational Plasticity. Fundamentals and Applications*, 2013, no. September, pp. 1274–1285.

[106] J. Cho and P. R. Dawson, “Investigation on Texture Evolution during Friction Stir Welding of Stainless Steel,” *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 37, pp. 1147–1164, 2006.

[107] K. Yabuuchi, N. Tsuda, A. Kimura, Y. Morisada, H. Fujii, H. Serizawa, S. Nogami, A. Hasegawa, and T. Nagasaka, “Effects of tool rotation speed on the mechanical properties and microstructure of friction stir welded ODS steel,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 595, pp. 291–296, Feb. 2014.

[108] J. Wang, W. Yuan, R. S. Mishra, and I. Charit, “Microstructural and mechanical properties of friction stir welded oxide dispersion strengthened alloy.,” *J. Nucl. Mater.*, no. 432, pp. 274–280, 2013.

[109] B. W. Baker and L. N. Brewer, “Joining of Oxide Dispersion Strengthened Steels for Advanced Reactors,” *JOM*, vol. 66, no. 12, pp. 2442–2457, 2014.

[110] B. W. Baker, T. R. McNelley, and L. N. Brewer, “Grain size and particle dispersion effects on the tensile behavior of friction stir welded MA956 oxide dispersion strengthened steel from low to elevated temperature,” *Mater. Sci. Eng. A*, no. 589, pp. 217–227, 2014.

[111] H. S. Kang, M. Vasudevan, S. Noh, H. Ju, and J. Jang, “Friction stir welding of F/M ODS steel plug and F/M steel tube,” *Fusion Eng. Des.*, vol. 109–111, pp. 182–185, 2016.

[112] M. H. Mathon, V. Klosek, Y. de Carlan, and L. Forest, “Study of PM2000 microstructure evolution following FSW process,” *J. Nucl. Mater.*, vol. 386–388, pp. 475–478, Apr. 2009.

[113] B. J. Inkson and P. L. Threadgill, “Friction welding of FeAl40 Grade 3 ODS alloy,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 258, no. 1–2, pp. 313–318, Dec. 1998.

[114] C.-L. Chen, G. J. Tatlock, and a. R. Jones, “Microstructural evolution in friction stir welding of nanostructured ODS alloys,” *J. Alloys Compd.*, vol. 504, pp. S460–S466, Aug. 2010.

[115] C. Chen, P. Wang, and G. Tatlock, “Phase transformations in yttrium–aluminium oxides in friction stir welded and recrystallised PM2000 alloys,” *Mater. High Temp.*, vol. 26, no. 3, pp. 299–303, 2009.

[116] B. Mazumder, X. Yu, P. D. Edmondson, C. M. Parish, M. K. Miller, H. M. Meyer, and Z. Feng, “Effect of friction stir welding and post-weld heat treatment on a nanostructured ferritic alloy,” *J. Nucl. Mater.*, vol. 469, pp. 200–208, 2016.

[117] S. De Burbure, “Resistance butt welding of dispersion-hardened ferritic steels,” in *Advances in Welding Processes 3rd International conference*, 1975.

[118] S. De Burbure, “Resistance welding of pressurized capsules for in-pile creep experiments,” *Weld. J.*, vol. 57, no. 11, pp. 23–30, 1978.

[119] L. R. Zirker, J. H. Bottcher, S. Shikakura, C. L. Tsai, and M. L. Hamilton, “Fabrication of oxide dispersion strengthened ferritic clad fuel pins.,” Argone National Laboratory, 1991.

[120] M. Seki, K. Hirako, S. Kono, Y. Kihara, T. Kaito, and S. Ukai, “Pressurized resistance welding technology development in 9Cr-ODS martensitic steels,” *J. Nucl. Mater.*, vol. 329–333, pp. 1534–1538, Aug. 2004.

[121] G. Eggert and P. Dawson, “Assessment of a thermoviscoplastic model of upset welding by comparison to experiment,” *Int. J. Mech. Sci.*, vol. 28, no. 9, pp. 563–589, 1986.

[122] A. Monnier and B. Froidurot, “A coupled-field simulation of an electrical contact during resistance welding,” in *Proceedings of the 52nd IEEE Holm Conference on Electrical Contacts*, 2006, pp. 95–102.

[123] H. Nied, “The finite element modeling of the resistance spot welding process,” *Weld. J.*, no. April, 1984.

[124] J. M. Bergheau, “Apports de la modélisation numerique pour l’optimisation des procédés de soudage,” *Cours du Colloq. Natl. MECAMAT, Aussois, Janv*, pp. 1–13, 2003.

[125] T. Dupuy, “Simulation numérique du soudage par résistance,” *Tech. l’ingénieur*, 2000.

[126] P. Rogeon, P. Carre, J. Costa, G. Sibilia, and G. Saindrenan, “Characterization of electrical contact conditions in spot welding assemblies,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 195, no. 1–3, pp. 117–124, Jan. 2008.

[127] A. Monnier, “Etude et simulation du soudage par résistance de matériaux de contact,” Thèse, Université Paris-sud XI, France., 2006.

[128] M. Bahrami, J. R. Culham, and M. M. Yovanovich, “Modeling thermal contact resistance: a scale analysis approach,” *J. Heat Transfer*, vol. 126, no. 6, pp. 896–905, 2004.

[129] P. Rogeon, R. Raoelison, P. Carre, and F. Dechalotte, “A Microscopic Approach to Determine

Electrothermal Contact Conditions During Resistance Spot Welding Process," *J. Heat Transfer*, vol. 131, no. 2, p. 22101, 2009.

[130] N. F. H. Kerstens and I. M. Richardson, "Heat distribution in resistance upset butt welding," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 209, no. 5, pp. 2715–2722, Mar. 2009.

[131] E. Feulvarch, V. Robin, and J. Bergheau, "Resistance spot welding simulation: a general finite element formulation of electrothermal contact conditions," *J. Mater. Process. Technol.*, no. 153–154, pp. 436–441, Nov. 2004.

[132] B. Bourouga, V. Goizet, and J. Bardon, "Predictive model of dynamic thermal contact resistance adapted to the workpiece-die interface during hot forging process," *Int. J. heat mass …*, vol. 46, pp. 565–576, 2003.

[133] A. De, M. P. Thaddeus, and L. Dorn, "Numerical Modelling of Resistance Spot Welding of Aluminium Alloy.," *ISIJ Int.*, vol. 43, no. 2, pp. 238–244, 2003.

[134] R. N. Raoelison, A. Fuentes, C. Pouvreau, P. Rogeon, P. Carré, and F. Dechalotte, "Modeling and numerical simulation of the resistance spot welding of zinc coated steel sheets using rounded tip electrode: Analysis of required conditions," *Appl. Math. Model.*, vol. 38, no. 9–10, pp. 2505–2521, May 2014.

[135] C. Courbon, "Vers une modélisation physique de la coupe des aciers spéciaux : intégration du comportement métallurgique et des phénomènes," Thèse, Université de Lyon, 2011.

[136] G. Jacquet, "Etude de la cinétique de recristallisation au cours du laminage a chaud d'aciers inoxydables ferritiques stabilisés," Thèse, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint Etienne, France, 2013.

[137] J. Favre, "Recrystallization of L-605 Cobalt Superalloy during Hot-Working Process," Thèse, INSA Lyon - Tohoku University, France - Japan, 2012.

[138] F. Montheillet and C. Desrayaud, "Essais rhéologiques à chaud," *Tech. l'ingénieur. …*, 2009.

[139] S. T. Mandziej, "Testing for Susceptibility to Hot Cracking on Gleeble TM Physical Simulator," in *Hot cracking phenomena in welds*, Springer, 2005, pp. 347–376.

[140] F. An, Y. Sha, F. Zhang, and L. Zuo, "Effect of Zener-Hollomon parameter on deformation microstructure in Fe-3% Si alloy," *Acta Met. Sin.(Engl. Lett.)*, vol. 24, no. 1, pp. 1–8, 2011.

[141] R. Shi and Z. Liu, "Hot Deformation Behavior of P92 Steel Used for Ultra-Super-Critical Power Plants," *J. Iron Steel Res. Int.*, vol. 18, no. 7, pp. 53–58, Jul. 2011.

[142] A. Hor, "Simulation physique des conditions thermomécaniques de forgeage et d'usinage: caractérisation et modélisation de la rhéologie et de l'endommagement," Thèse, Arts et Métiers ParisTech, 2011.

[143] R. W. Evans and P. J. Scharning, "Systematic errors in flow stress measurement for the hot plane strain compression test," *Mater. Sci. Technol.*, vol. 20, pp. 431–440, 2004.

[144] M. S. Loveday, G. J. Mahon, B. Roebuck, A. J. Lacey, E. J. Palmiere, C. M. Sellars, and M. . Van Der Winden, "Measurement of flow stress in hot plane strain compression tests," *Mater. High Temp.*, vol. 23, pp. 85–118, 2006.

[145] A. Ohmori, S. Torizuka, K. Nagai, N. Koseki, and Y. Kogo, "Effect of Deformation Temperature and Strain Rate on Evolution of Ultrafine Grained Structure through Single-Pass Large-Strain

Warm Deformation in a Low Carbon Steel," *Mater. Trans.*, vol. 45, no. 7, pp. 2224–2231, 2004.

[146] U. Andrade, M. A. Meyers, K. S. Vecchio, and A. H. Chokshi, "Dynamic recrystallization in high-strain, high-strain-rate plastic deformation of copper," *Acta Met. Mater.*, vol. 42, no. 9, pp. 3183–3195, 1994.

[147] M. A. Meyers, V. F. Nesterenko, J. C. Lasalvia, and Q. Xue, "Shear localization in dynamic deformation of materials : microstructural evolution and self-organization," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 317, pp. 204–225, 2001.

[148] A. Mishra, M. Martin, N. N. Thadhani, B. K. Kad, E. A. Kenik, and M. A. Meyers, "High-strain-rate response of ultra-fine-grained copper," *Acta Mater.*, vol. 56, pp. 2770–2783, 2008.

[149] T. R. Mcnelley, "Microstructural evolution in adiabatic shear localization in stainless steel," *Acta Mater.*, vol. 51, pp. 1307–1325, 2003.

[150] L. Antoinat, "Contribution à la caractérisation de la déformation et de la rupture dynamique de structures sous impact : Modélisation et apporche expérimentale.," Thèse, Ecole nationale supérieure d'Arts et Métiers, 2014.

[151] J. Peirs, P. Verleysen, and J. Degrieck, "The use of hat-shaped specimens for dynamic shear testing," *Found. Civ. Environ. Eng.*, vol. 11, pp. 97–111, 2008.

[152] W. A. Fields, D.S. Backofen, "Determination of Strain Hardening Characteristics by Torsion Testing," in *Proceedings of the 60th Annual Meeting of the American Society for Testing and Materials*, 1957, pp. 1259–1272.

[153] O. Lurdos, "Lois de comportement et recristallisation dynamique: approches empirique et physique," Thèse, Ecole nationale supérieure des Mines de Saint-Etienne, 2008.

[154] F. Krumphals, Z. Gao, H. Zamani, S. Mitsche, N. Enzinger, and C. Sommitsch, "Physical and Numerical Simulations of the Microstructure Evolution in AA6082 During Friction Stir Processing by Means of Hot Torsion and FEM," *Mater. Sci. Forum*, vol. 762, pp. 590–595, 2013.

[155] "Synthèse des études de R&D pour les matériaux de coeur de réacteurs de 4eme génération - Avancement en fin d'AVP2 - Note collective projet MACNA," CEA/DEN/DANS/DMN. Rapport CEA 15 - 007, 2015.

[156] A. Vaugoude and E. Michel, "Fabrication et caractérisation de nuances ODS Fe-9Cr et Fe-11Cr consolidées. Rapports de stage de fin d'études d'Adrien Vaugoude et Erwan Michel.," DEN/DANS/DMN/SRMA/LA2M. Rapport CEA 15 - 039, 2015.

[157] D. Hamon and J.-L. Béchade, "Analyse de barres en acier ODS du CPR ODISSEE," DEN/DANS/DMN/SRMA/LA2M. Rapport CEA 13 - 033, 2013.

[158] K. D. Zilnyk, V. B. Oliveira, H. R. Z. Sandim, A. Möslang, and D. Raabe, "Martensitic transformation in Eurofer-97 and ODS-Eurofer steels : A comparative study," *J. Nucl. Mater.*, vol. 462, pp. 360–367, 2015.

[159] A. F. Gourgues, H. M. Flower, and T. C. Lindley, "Electron backscattering diffraction study of acicular ferrite, bainite, and martensite steel microstructures," *Mater. Sci. Technol.*, vol. 16, no. 1, pp. 26–40, 2000.

[160] Farren, W.S. and G. I. Taylor, "The heat developed during plastic extension of metals.," *Proc. R. Soc. London*, vol. A107, pp. 422–451, 1925.

[161] G. I. Taylor and H. Quinney, “The Latent Energy Remaining in a Metal after Cold Working,” *Proc. R. Soc. A Math. Phys. Eng. Sci.*, vol. 143, no. 849, pp. 307–326, Jan. 1934.

[162] R. Nandan, G. G. Roy, T. Debroy, and I. Introduction, “Numerical Simulation of Three-Dimensional Heat Transfer and Plastic Flow During Friction Stir Welding,” *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 37, no. 4, pp. 1247–1259, 2006.

[163] C. McAuliffe, R. Karkkainen, C. Yen, and H. Waisman, “Numerical modeling of friction stir welded aluminum joints under high rate loading,” *Finite Elem. Anal. Des.*, vol. 89, pp. 8–18, 2014.

[164] J. Brocail, M. Watremez, and L. Dubar, “Identification of a friction model for modelling of orthogonal cutting,” *Int. J. Mach. Tools Manuf.*, vol. 50, no. 9, pp. 807–814, 2010.

[165] P. Rosakis, A. J. Rosakis, and G. Ravichandran, “A thermodynamic internal variable model for the partition of plastic work into heat and stored energy in metals,” vol. 48, pp. 581–607, 2000.

[166] S. Urvoy, “Détermination de la diffusivité thermique de différentes nuances d’aciers conventionnelles et ODS et d’une nuance d’aluminium.,” CEA/DEN/DANS/DMN/SRMA/LA2M. Note d’essai 11-51, 2011.

[167] T. Guilbert, “Fourniture des coefficients de dilatation thermique et des valeurs de capacité calorifique obtenues sur des nuances d’acier et d’aluminium.,” CEA/DEN/DANS/DMN/SRMA/LA2M. Note d’essai 11-11, 2011.

[168] S. Vincent and J. Ribis, “Caractérisations microstructurales et mécaniques des aciers ODS CEA - 5eme rapport d’avancement.,” DEN/DANS/DMN/SRMA/LC2M&LA2M. Rapport CEA 13-3393, 2013.

[169] B. Le Gloannec, O. Doyen, C. Pouvreau, A. Doghri, and A. Poulon-Quintin, “Numerical simulation of resistance upset welding in rod to tube configuration with contact resistance determination,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 238, pp. 409–422, 2016.

[170] M. G. Cooper, B. B. Mikic, and M. M. Yovanovich, “Thermal Contact Conductance,” *Int J. Heat Mass Transf.*, vol. 12, pp. 279–300, 1969.

[171] A. Doghri, “Optimisation et validation de la simualtion numérique du soudage par résistance de gaines de combustibles,” CEA/DEN/DM2S/SEMT/LTA. Rapport de stage CEA, 2015.

[172] G. Roux, “Prévision des contraintes résiduelles induites par le soudage TIG d’un acier martensitique (X10CrMoVNb9-1),” Thèse, Université Pierre et Marie Curie (Paris 6), France, 2007.

[173] T. Braham Bouchnak, “Study of extreme stress behavior and machinability of a new aeronautical titanium alloy : the ti555-3,” Thèse, Arts et Métiers ParisTech, 2010.

[174] A. Hor, F. Morel, and J. Lebrun, “An experimental investigation of the behaviour of steels over large temperature and strain rate ranges,” *Int. J. Mech. Sci.*, vol. 67, pp. 108–122, 2013.

[175] J. Mackenzie, “Second paper on statistics associated with the random disorientation of cubes,” *Biometrika*, pp. 229–240, 1958.

[176] V. M. Khlestov, E. V. Konopleva, and H. J. McQueen, “Effects of hot deformation on austenite transformation in 10w carbon Mo-Nb and C-Mn steels,” *Mater. Sci. Technol.*, vol. 14, no. 8, pp. 783–792, 1998.

[177] D. N. Hanlon, J. Sietsma, and S. Van Der Zwaag, “The Effect of Plastic Deformation of Austenite on the Kinetics of Subsequent Ferrite Formation,” *ISIJ Int.*, vol. 41, no. 9, pp. 1028–1036, 2001.

[178] H. Beladi, P. Cizek, and P. D. Hodgson, “Dynamic Recrystallization of Austenite in Ni-30 Pct Fe Model Alloy : Microstructure and Texture Evolution,” vol. 40, no. May, 2009.

[179] P. Cizek, P. Wynne, and W. M. Rainforth, “EBSD investigation of the microstructure and texture characteristics of hot deformed duplex stainless steel,” *J. Microsc.*, vol. 222, pp. 85–96, 2006.

[180] L. S. Toth and J. J. Jonas, “Modelling the texture changes produced by dynamic recrystallization,” *Scr. Metall. Mater.*, vol. 27, no. c, pp. 359–363, 1992.

[181] S. Takaki, K. Fukunaga, J. Syarif, and T. Tsuchiyama, “Effect of Grain Refinement on Thermal Stability of Metastable Austenitic Steel,” *Mater. Trans.*, vol. 45, no. 7, pp. 2245–2251, 2004.

[182] S. Morito, H. Saito, T. Ogawa, T. Furuhara, and T. Maki, “Effect of austenite grain size on the morphology and crystallography of lath martensite in low carbon steels.,” *ISIJ Int.*, vol. 45, no. 1, pp. 91–94, 2005.

[183] F. Montheillet, “Moving grain boundaries during hot deformation of metals : Dynamic recrystallization,” in *Moving interfaces in crystalline solids*, F. Fischer, Ed. Springer Wien New York, 2005, pp. 203–256.

[184] A. M. Wusatowska-Sarnek, H. Miura, and T. Sakai, “Nucleation and microtexture development under dynamic recrystallization of copper,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 323, no. 1–2, pp. 177–186, 2002.

[185] E. Piozin, “Influence des traitements thermomécaniques sur la microstructure et sur les propriétés mécaniques d’un acier 9%Cr (Grade 91),” Thèse, Ecole nationale supérieure des Mines de Paris, France, 2010.

[186] C. García De Andrés, G. Caruana, and L. F. Alvarez, “Control of M23C6 carbides in 0.45C-13Cr martensitic stainless steel by means of three representative heat treatment parameters,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 241, no. 1–2, pp. 211–215, 1998.

[187] T. Baudin, “Analyse EBSD - Principe et cartographies d’orientations,” *Tech. l’ingénieur*, 2010.

[188] T. Baudin, “Analyse EBSD - Déformation et recristallisation des matériaux métalliques,” *Tech. l’ingénieur*, 2011.

[189] L. P. Kubin and a. Mortensen, “Geometrically necessary dislocations and strain-gradient plasticity: A few critical issues,” *Scr. Mater.*, vol. 48, no. 2, pp. 119–125, 2003.

[190] A. Guinier and G. Fournet, *Small-angle scattering of X-rays*. New York: J. Wiley & Sons, 1955.

[191] S.-Y. Zhong, “Etude des évolutions microstructurales à haute température en fonction des teneurs initiales de Y, Ti et O et de leur incidence sur les hétérogénéités de déformation dans les aciers ODS-Fe-14Cr1W.,” Thèse, Université Paris-Sud, 2012.

[192] T. Leblond, P. Olier, D. Nunes, D. Bossu, and G. Loupias, “Comparison of properties of extruded steels reinforced or not by Y-Ti-O nanoparticules.,” in *3rd Int. Conf. on thermo. proc. of steels, Padova*, 2008.

[193] J. A. Greenwood and J. H. Tripp, “The contact of two nominally flat rough surfaces,” *Proc. Inst. Mech. Eng.*, vol. 185, no. 1, pp. 625–634, Jun. 1970.

[194] M. Bahrami, M. M. Yovanovich, and J. R. Culham, “Thermal contact resistance at low contact pressure: Effect of elastic deformation,” *Int. J. Heat Mass Transf.*, vol. 48, no. 16, pp. 3284–3293, Jul. 2005.

[195] H. S. Carslaw and J. C. Jaeger, *Conduction of heat in solids*, 2nd editio. London, 1959.

[196] M. M. Yovanovich, Y. S. Muzychka, and J. R. Culham, “Spreading Resistance of Isoflux Rectangles and Strips on Compound Flux Channels,” *J. Thermophys. Heat Transf.*, vol. 13, no. 4, pp. 495–500, 1999.

[197] R. Holm, *Electric contact : Theory and application*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 1967.

[198] O. Ancelet and P. Matheron, “Development of an new measurement system for tensile testing.,” in *ASME Pressure Vessel and Piping Divison Conference*, 2010, pp. 861–869.

Annexe 1 – Techniques expérimentales

EBSD

La technique EBSD (Electron BackScattering Diffraction) réalisée à l'aide d'un microscope électronique à balayage, permet de déterminer l'orientation cristallographique des zones balayées par indexation de clichés de diffraction des électrons rétrodiffusés (dites bandes de Kikuchi) par les plans cristallins. Dans le cadre de cette thèse, les caractérisations EBSD ont été efféctuées pour les éprouvettes « chapeau » sur un MEB EVO50 de marque Zeiss et pour les soudures et les éprouvettes de compression sur deux MEB-FEG (Field Emission Gun) SUPRA 55VP et SIGMA HD de marque Zeiss. Le traitement des données est effectué à l'aide du logiciel OIM de TSL. Les détails de cette technique et des possibilités qu'elle offre en termes d'analyses peuvent être trouvés dans [187][188]. Dans cette annexe, on ne présente que certains aspects particuliers de l'utilisation de cette technique qui ont servi pour l'étude des nuances ODS.

Détermination de la distribution des désorientations intragranulaires

La désorientation moyenne d'un point de mesure par rapport à ses proches voisins dans un même grain, peut être quantifiée à l'aide du paramètre KAM (Kernel Average Misorientation) définit comme :

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

avec N le nombre de proches voisins choisis, et Θ_i l'angle de désorientation entre le pixel de référence et son $i^{ème}$ proche voisin, dans la limite de désorientation définissant un joint de grain.

En pratique, le calcul du paramètre KAM nécessite de définir le rang des voisins les plus éloignés par rapport au point dont la désorientation est calculée. Les voisins de rang 1 représentent la couronne de pixels entourant directement le pixel pour lequel le KAM est calculée. Les voisins de rang 2 représentent la couronne entourant directement la couronne de voisins de rang 1, etc.

Pour un même rang maximal N, il est possible d'évaluer le KAM comme la moyenne de la désorientation entre le point central et tous ses voisins de rang ≤ N, ou de ne prendre en compte que les voisins de rang N.

La présence de dislocations géométriquement nécessaires au sein d'un grain tend à induire des hétérogénéités locales d'orientation. En faisant une hypothèse sur le motif géométrique formé par l'arrangement de ces dernières, il est possible de relier le KAM à la densité de dislocations géométriquement nécessaires, qui est elle-même liée à l'énergie stockée par le grain [189].

Pour une même population de grains, la distribution des désorientations entre un point de mesure et ses proches voisins dépend du rang des voisins observés, ou rayon d'évaluation. Une augmentation du rayon d'évaluation tend à décaler les désorientations vers les angles supérieurs, voir Figure 123.

Dans ce manuscrit, nous avons choisi d'évaluer le KAM à partir uniquement des voisins situés à 200 nm du point central c'est-à-dire, les voisins du second rang pour les cartographies réalisées avec un pas de 100 nm (cartographies sur les soudures pour lesquelles la distribution de KAM est présentée au chapitre II paragraphes 3.2.3 et 3.3.3) et les voisins du 4ème rang pour les cartographies réalisées avec un pas de 50 nm (cartographies sur éprouvettes de compression pour lesquelles la distribution de KAM est présentée au chapitre IV paragraphe 2.1.1).

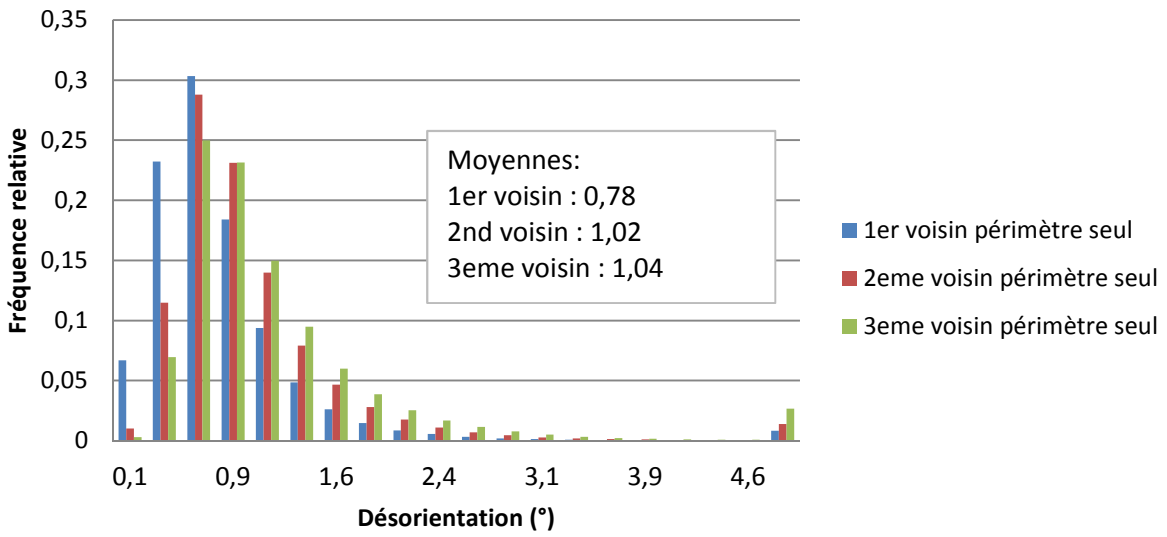


Figure 123 – Exemple de distribution de désorientation intragranulaire dans les petits grains du MB de la nuance d'acier 14 CrODS pour 3 valeurs de rayon d'évaluation (pas de mesure de 100 nm).

Distinction entre MB et ZAT sur les soudures en nuance d'acier 9Cr ODS

Une cartographie en « qualité d'image » est présentée en Figure 124 dans la zone de transition entre ZAT et métal de base de la soudure étudiée au chapitre II. La qualité d'image est un paramètre associé à la qualité des diagrammes de Kikuchi enregistrées lors des mesures.

Pour un même échantillon, donc une même préparation des zones observées et de mêmes paramètres d'acquisition, la qualité d'image peut être reliée qualitativement à la perfection des mailles cristallines des zones étudiées. L'identification des figures de diffraction est faite ici, par rapport à la maille cubique centrée du fer alpha. Une zone présentant des mailles proches de celle du fer alpha apparaitra avec une qualité d'image importante. A l'inverse une maille distordue comme celle de la martensite, une zone fortement écrouie ou une zone présentant de nombreux joints de grains (microstructure fine), apparaitra avec une qualité d'image inférieure. La Figure 124 permet d'observer distinctement les zones présentant des grains initiaux de ferrite en couleur claire sur l'image (bonne qualité d'image) et la ZAT, grains plus sombres (qualité d'image plus faible). Les dimensions de la ZAT (située à une distance de l'ordre de 900 µm du plan de joint dans le cas présenté ici), évaluées à l'aide des observations EBSD, sont cohérentes avec les dimensions estimées par filiation de dureté qui révèle une forte élévation de la dureté dans cette zone.

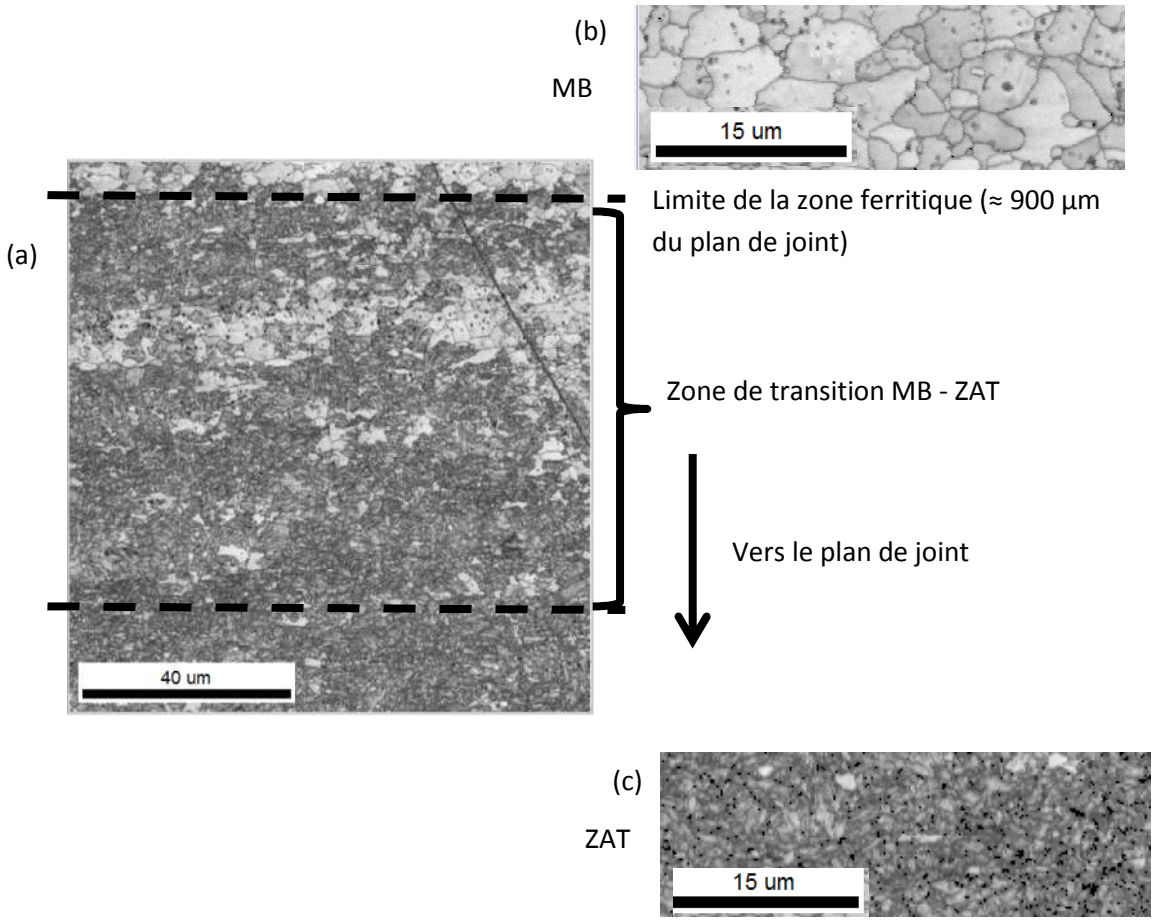


Figure 124 – (a) Cartographie EBSD en qualité d'image à la limite de la ZAT effectuée à partir de la fiche matériau de la ferrite alpha : le MB apparait en couleur claire et la ZAT apparait plus sombre. (b) Métal de base seul. (c) ZAT seule.

Microsonde de Castaing

Des caractérisations sont menées par microsonde de Castaing. Cette technique basée sur l'analyse de photons X issus de la désexcitation des atomes par dispersion de longueur d'onde permet des analyses quantitatives de la teneur en élément chimique des échantillons étudiés.

Des cartographies sont réalisées à l'aide d'une microsonde CAMECA SX100 avec une tension de 20 kV. Les surfaces à analyser sont balayées par pointés successifs. Le volume analysé pour un pointé est de l'ordre de 1 μm^3. Les cartographies sur soudures complètes sont réalisées avec un pas de 1 µm entre les points de mesure. Un meilleur contraste peut être obtenu en appliquant un pas inférieur au micromètre, sans que le volume d'analyse ne soit modifié. Des cartographies avec un pas de 0,2 µm ou 0,5 µm sont réalisées dans les zones d'intérêt des soudures et des éprouvettes Gleeble.

Détermination de l'état de précipitation par diffusion aux petits angles de rayons X et de neutrons (DXPA et DNPA)

Les analyses par DXPA ont été menées à l'European Synchrotron Radiation Facility (ESRF) de Grenoble sur la ligne D2AM. Le traitement des données brutes et l'identification des paramètres (rayon, intensité

intégrée) ont été réalisés par Frédéric De Geuser en collaboration avec Alexis Deschamps (SIMAP, Grenoble).

Les mesures de DNPA ont été effectuées au CEA de Saclay sur la ligne PAXY du Laboratoire Léon Brillouin (LLB) en collaborationn avec Pascale Jegou et Marie-Hélène Mathon.

La théorie et les principes généraux décrivant la diffusion aux petits angles sont décrits dans [190]. Des méthodes dont celle utilisée dans cette étude, et permettant d'extraire des informations sur l'état de précipitation dans des métaux à partir de spectre de diffusion de rayon X, sont décrites dans [80] et dans [81] en ce qui concerne la DNPA.

Dans cette partie, le lien entre les précipités et l'intensité diffusée est explicité. Les différences entre DXPA et DNPA en termes d'informations sur les précipités pouvant être obtenues à partir des courbes d'intensité diffusée est précisé.

Pour les deux techniques, l'interaction entre le rayon incident et les précipités présents dans la matrice va entrainer la diffusion du rayonnement dont l'intensité diffusée *I(q),* va évoluer avec le module du vecteur de diffusion : $q = \frac{4\pi\sin(\theta)}{\lambda}$. θ est le demi-angle de diffusion et λ la longueur d'onde du rayonnement.

L'approche adoptée ici, pour faire le lien entre les mesures expérimentales et les caractéristiques des renforts, consiste à identifier les paramètres d'un modèle de manière à faire correspondre intensité mesurée et intensité théorique prédite par le modèle. Pour une population de précipités respectant une fonction de distribution en taille *f(R)*, généralement une fonction Gaussienne ou log-normale, et en l'absence d'interférence entre précipités, l'intensité diffusée s'exprime sous la forme :

$$I(q) = \int_0^\infty f(R) I_1(q,R) dR$$

Avec $I_1(q, R)$ l'intensité diffusée pour une valeur de q donnée par un seul précipité de rayon R.

Dans le cas des aciers ODS, pour lesquels la fraction volumique de précipités est faible et les particules séparées par une distance importante comparativement à leur taille, les précipités n'interfèrent pas entre eux.

La fonction $I_1(q, R)$ va dépendre de la morphologie des précipités, qui est généralement considérée comme sphérique dans les études de l'état de précipitation des nuances d'aciers ODS par ces techniques [70][85]. Même dans le cas de précipités ellipsoïdaux (de facteur de forme 1,5 dans le cas des tubes en acier 0DS laminés à froid), cette hypothèse constitue une bonne approximation et permet de déterminer le rayon des renforts avec une erreur évaluée à 20 % [81]. L'intensité diffusée par un précipité sphérique de rayon R peut s'exprimer comme suit :

$$I_1(q,R) = \Delta\rho^2 V_p^2 (3\frac{\sin(qR) - qRcos(qR)}{(qR)^3})^2$$

Avec $\Delta\rho$ le contraste entre le précipité et la matrice, et V_p son volume. L'intensité diffusée pour une valeur de *q* donnée dépend donc non seulement du rayon R mais également du contraste $\Delta\rho$ entre le précipité et la matrice. Dans le cas de la DXPA, $\Delta\rho$ est le contraste électronique c'est-à-dire, la différence de densité électronique multipliée par le facteur de diffusion des électrons entre les particules diffusantes et la matrice. Dans le cas de la DNPA, le contraste est la différence entre les rapports de la longueur de diffusion des neutrons dans une phase donnée (précipité ou matrice) sur le volume atomique de cette phase.

Cas de la DXPA

Dans le cas de la DXPA, les mesures sont effectuées à un niveau d'énergie de 300 keV en dessous du seuil d'absorption de l'yttrium (E = 17,038 keV). La gamme de valeurs de q accessibles sur l'installation est comprise entre 0,015 $Å^{-1}$ et 0,33 $Å^{-1}$.

Deux paramètres sont identifiés : le rayon moyen des précipités et l'intensité intégrée Q_0. Elle est reliée à la fraction volumique f_p des précipités dans des conditions isotropes, par :

$$Q_0(\lambda) = \int_0^\infty I(q)q^2 dq = 2\pi^2 |\Delta\rho(\lambda)|^2 f_p(1 - f_p)$$

Dans le cas des nuances d'aciers ODS, on a : $1 - f_p \approx 1$.

La Figure 125 présente un exemple d'évolution de l'intensité diffusée I et du produit Iq^2 (représentation de Kratky) en fonction du module q pour le métal de base (BM) du matériau 14Cr ODS et dans une éprouvette chapeau de même nuance (paramètre 1250 °C – ε = 3,5 - $\dot{\varepsilon}$ = 200 s^{-1}). L'intensité mesurée en deux zones de l'éprouvette, est présentée : au niveau de la bande cisaillée (Centre) et loin de la bande cisaillée (Far, zone chauffée non déformée). On observe un pic localisé autour de q ≈ 0,15 $Å^{-1}$ sur les courbes « BM » et « Far » en représentation de Kratky. Dans ces zones, l'identification de paramètres permet d'identifier une population de précipités de rayon de l'ordre de 0,7 nm avec une intensité de 0,1. Pour la zone « centre », il est nécessaire de considérer les précipités sous la forme de deux populations pour obtenir une meilleure identification des paramètres : l'une de rayon légèrement supérieur à celui des précipités dans les zones « Far » et « MB » puis la seconde, de rayon plus important et qui va contribuer au maximum local observé pour les faibles valeurs de q sur la Figure 125b.

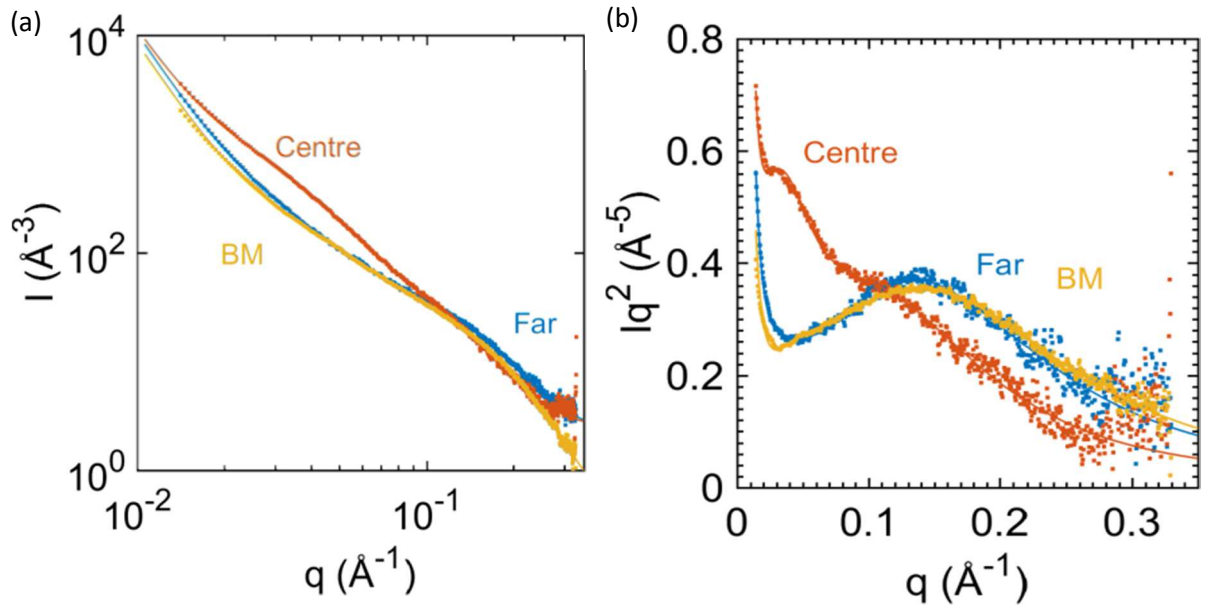


Figure 125 – (a) Intensité diffusée I et (b) produit Iq^2 en fonction du module q du vecteur de diffusion dans le métal de base de la nuance d'acier 14Cr ODS (BM) et en deux points d'une éprouvette chapeau en nuance d'acier 14Cr ODS (1250 °C – ε = 3,5 - $\dot{\varepsilon}$ = 200 s^{-1}) : au niveau de la bande cisaillée (Centre) et loin de cette bande (Far).

En pratique, l'identification de la seconde population de « gros » précipités peut être réalisée sur le MB et loin de la zone cisaillée, voir Figure 126. Cependant, d'une part l'intensité intégrée associée est faible et d'autre part, la prise en compte de cette population ne modifie pas ou très peu les paramètres identifiés pour la première population. Enfin, la contribution de cette population n'est pas visible sur les courbes de la Figure 125b. L'interprétation physique des paramètres de cette population dans ces zones est donc plus délicate qu'au niveau de la bande cisaillée. La comparaison entre zone cisaillée, zone chauffée et MB ne sera pas effectuée dans ce document en ce qui concerne cette seconde population. Ces remarques restent valables dans le cas de la nuance d'acier 9Cr ODS. Cependant, sur cette nuance, la taille des précipités étant supérieure, la gamme de *q* accessible ne permet vraisemblablement pas de mesurer l'intensité diffusée par l'ensemble des précipités. En particulier, les paramètres identifiés sur la seconde population de précipités formés au niveau de la bande cisaillée des éprouvettes « chapeau » ne seront interprétés qu'en termes qualitatifs.

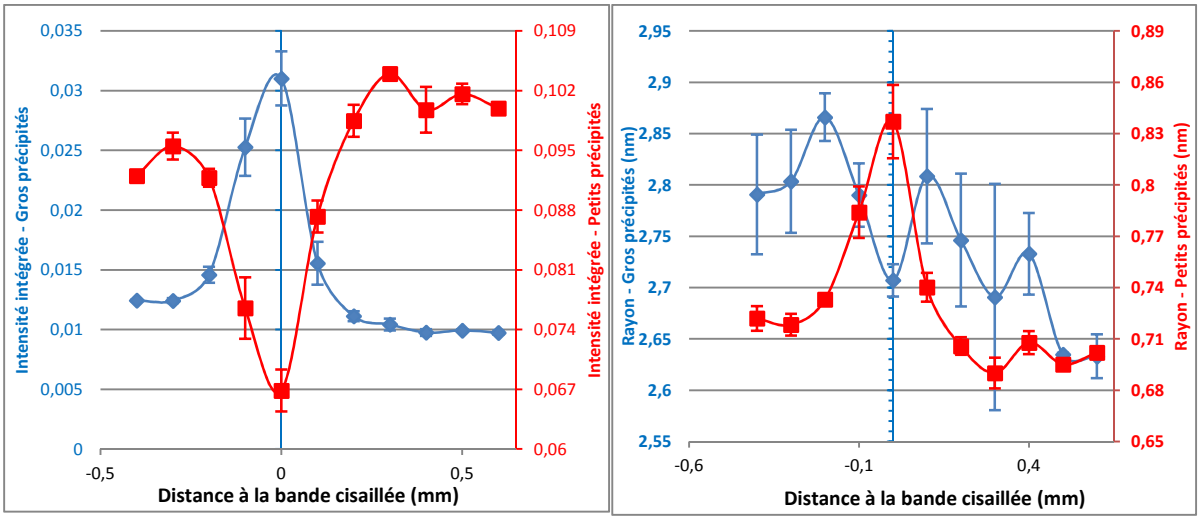


Figure 126 – Evolution des paramètres Q_0 et R identifiés pour les deux populations de précipités en fonction de la distance à la bande cisaillée (éprouvette en nuance d'acier 14Cr ODS 1250 °C – ε = 3,5 - $\dot{\varepsilon}$ = 200 s^{-1}, moyenne et écart-types sur 3 filiations radiales espacées de 100 µm dans la direction axiale).

Cas de la DNPA

Les mesures de DNPA sont réalisées en imposant un champ magnétique saturant (1,7 T) perpendiculaire au faisceau incident et horizontal au niveau des échantillons. Les mesures sont effectuées dans deux configurations : la première avec une distance échantillon-écran de 2 m et la seconde avec une distance de 5 m. Les longueurs d'ondes utilisées dans ces configurations sont respectivement de 6 Å et 9 Å. La gamme de valeurs de *q* accessibles est alors de 0,007 $Å^{-1}$ à 0,16 $Å^{-1}$ ce qui permet d'accéder au signal diffusé par des précipités de plus grande dimension qu'avec la DXPA (gamme plus large vers les petites valeurs de *q*). En contrepartie, le signal diffusé par les précipités les plus petits (grandes valeurs de *q*) n'est pas mesuré dans son intégralité.

Pour un matériau magnétique, l'intensité diffusée peut être décomposée sous la forme d'une contribution d'origine nucléaire et une contribution d'origine magnétique. Cela revient à substituer le terme de contraste $\Delta\rho^2$ par la somme de deux contrastes respectivement nucléaire et magnétique $\Delta\rho_{nucl}^2 + \Delta\rho_{mag}^2\sin(\alpha)$, avec α l'angle entre le moment magnétique des atomes (qui s'oriente parallèlement au champs magnétique appliqué) et le vecteur de diffusion dans le plan de l'échantillon. Dans le cas du faisceau dévié dans la direction parallèle au champ magnétique (horizontalement),

l'intensité diffusée ne présente que la contribution nucléaire. L'intensité diffusée perpendiculairement au champ représente la somme des intensités magnétique et nucléaire. La différence entre les deux permet d'obtenir la contribution magnétique seule. Le contraste nucléaire dépend de la composition chimique des précipités via la longueur de diffusion des neutrons dans cette phase et son volume atomique. Dans le cas de précipité non magnétique, comme c'est le cas des oxydes à teneur en fer inférieur à 40 %, le moment magnétique moyen des atomes est nul. Le contraste magnétique est alors indépendant de la chimie exacte des précipités.

L'état de précipitation est étudié en considérant les précipités sous la forme de deux populations de particules sphériques de distribution en taille gaussienne. Trois paramètres sont identifiés à partir des courbes d'intensité d'origine magnétique pour chaque population : le rayon moyen, la dispersion de la fonction gaussienne et le produit $f_p.\Delta\rho_{mag}^2$ de la fraction volumique des précipités et du carré du contraste magnétique qui permet alors de déterminer la fraction volumique d'oxyde sans faire d'hypothèse sur leur composition.

Le rapport A des intensités perpendiculaire et parallèle au champ magnétique, donne des indications sur la composition chimique des précipités (Tableau 16) via sa dépendance au contraste nucléaire entre précipités et matrice :

$$A = 1 + \frac{\Delta\rho_{mag}^2}{\Delta\rho_{nucl}^2}$$

Particules	$\Delta\rho^2$ nucléaire $x10^{21}$ (cm^{-4})	$\Delta\rho^2$ magnétique $x10^{21}$ (cm^{-4})	Rapport A
$Y_2Ti_2O_7$	1,16	1,78	2,54
Y Ti O	1,89	1,78	1,90
Y_2O_3	0,8	1,78	3,20
$(YTi)_2O_3$	1,9	1,78	1,95
TiO_2	2,2	1,78	1,80
Porosité	5,2	1,78	1,34

Tableau 16 - Valeurs des contrastes magnétique et nucléaire et du rapport A. D'après [191]**.**

Annexe 2 – Propriétés des matériaux prises en compte dans la simulation numérique

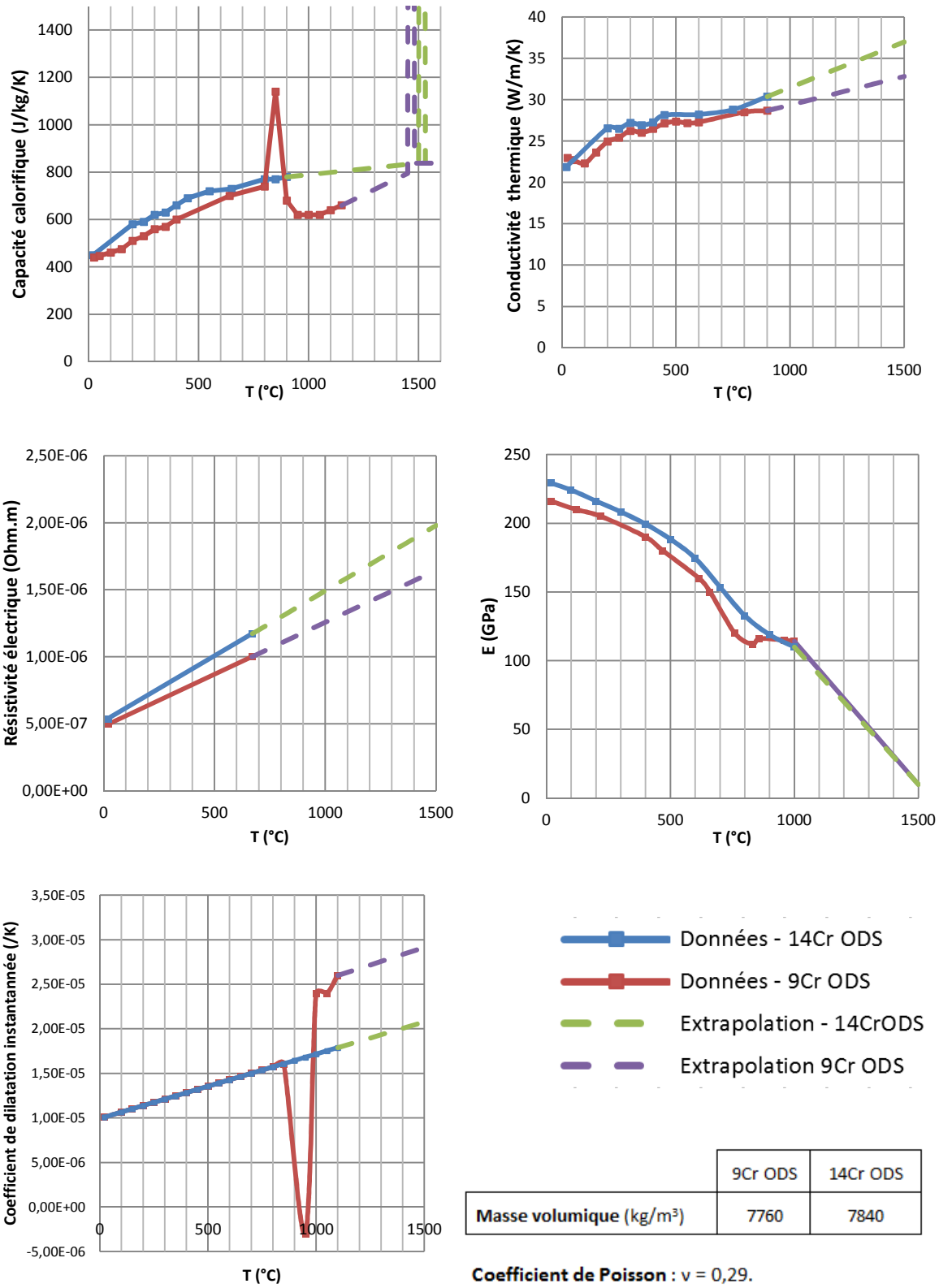
Propriétés des aciers (gaine et bouchon)

Trois nuances d'aciers sont modélisées pour application à la simulation numérique : l'acier P91 non renforcé, l'acier 9Cr ODS et l'acier 14Cr ODS. En raison de valeurs très proches sur les paramètres électriques et thermiques entre les aciers 9Cr ODS et P91, les propriétés de ces 2 matériaux sont considérées égales à l'exception des paramètres de la loi de comportement mécanique.

Les évolutions avec la température des propriétés des matériaux utilisées pour la simulation numérique, sont obtenues à partir de données de la littérature ou déterminées expérimentalement pour les besoins de cette étude. L'origine des valeurs prises en compte est résumée dans le Tableau 17. Les évolutions de ces propriétés avec la température sont présentées en Figure 127 et Figure 128. Des extrapolations sont réalisées aux plus hautes températures. Elles sont représentées avec des pointillés sur les figures suivantes.

Propriété	Source	Méthode de détermination
Capacité calorifique	[167]	Méthode en continu
Diffusivité thermique – utilisée pour calculer la conductivité thermique	[166]	Méthode flash
Déformation thermique – utilisée pour calculer le coefficient de dilatation instantané	[167]	Dilatométrie (chauffage à 1 °C/s) – correction de dilatation du porte-échantillon/poussoir en silice
Module d'Young	[192]	Analyse des fréquences de résonance
Résistivité électrique	Mesures à l'ICMCB (CNRS, Pessac)	Méthode 4 pointes
Loi de comportement mécanique	T < 950 °C : [87][71][168][172] T ≥ 900 °C : mesures à l'IRDL (UBS, Lorient)	T < 950 °C : Essais de traction (plage de vitesse de déformation 10^{-5} s^{-1} – 10^{-3} s^{-1}) 950 °C ≤ T ≤ 1250 °C : essais de traction relaxation sur Gleeble 3500 (plage de vitesses de déformation 0,05 s^{-1} – 25 s^{-1})

Tableau 17 – Origines des sources bibliographiques ou des mesures dont sont tirées les propriétés des matériaux utilisées pour la simulation numérique. Méthodes de détermination associées.



	9Cr ODS	14Cr ODS
Masse volumique (kg/m³)	7760	7840

Coefficient de Poisson : ν = 0,29.

Figure 127 – Propriétés des matériaux utilisées dans la simulation numérique pour les aciers 9Cr ODS (et P91) et 14Cr ODS, hors loi de comportement mécanique.

Annexe 2 – Propriétés des matériaux prises en compte dans la simulation numérique

La conductivité thermique λ mise en données pour les simulations a été calculée à partir de mesures de diffusivité thermique via la formule suivante :

$$\rho C_p D = \lambda$$

Avec D la diffusivité thermique en $W.m^{-1}.K^{-1}$, ρ la masse volumique en $kg.m^{-3}$ et C_p la capacité calorifique massique en $J.kg^{-1}.K^{-1}$.

La masse volumique est prise constante lors de ce calcul mais son évolution avec la dilatation thermique, est prise en compte avec : $\rho(T) \approx \rho_0(1 - 3\varepsilon^{th}(T))$.

Une loi élasto-visco-plastique avec écrouissage isotrope est utilisée pour modéliser le comportement mécanique des matériaux. Le logiciel MARC propose un certain nombre de modèles pré-implémentés. Les valeurs des paramètres du modèle et leur évolution avec la température sont à renseigner. Les équations de la loi de comportement prise en compte sont les suivantes :

Loi d'écrouissage isotrope : $R = R_{inf}(1 - \exp(-b.p))$

Loi d'écoulement visco-plastique : $\dot{p} = \langle\frac{f}{K}\rangle^n = (\frac{\langle\sigma_{VM} - R - \sigma_y\rangle}{K})^n$

Avec p la déformation plastique cumulée, f la fonction de charge, σ_{VM} la contrainte équivalente de Von Mises et (R_{inf}, b, K, n, σ_y) les paramètres du modèle.

Les paramètres de la loi de comportement pour les températures inférieures à 950 °C (900 °C pour le P91), sont évalués à l'aide de données de la littérature (paramètre déjà identifiés ou évalués pour les besoins de cette étude, à partir de courbes de traction) issues d'essais à faibles vitesses de déformation (plage de vitesse 10^{-5} s^{-1} - 10^{-3} s^{-1}). Il a été vérifié par comparaison entre les calculs menés avec une loi de comportement élasto-visquo-plastique et ceux avec une loi de comportement élasto-plastique avec écrouissage isotrope, que les paramètres identifiés pour la loi d'écoulement visco-plastique dans ces conditions, ont peu d'effet sur le début de l'affaissement de la soudure et le début de la déformation plastique locale dans la soudure (survenant à partir d'une température critique de l'ordre de 1000 °C comme évoqué au Chapitre II). Pour les températures supérieures, des essais de traction-relaxation à vitesse de déformations variables, sont réalisés sur l'installation Gleeble. Des sollicitations en traction pour trois vitesses d'avances du vérin sont successivement imposées (Figure 129), chacunes étant suivies d'un maintien en position du vérin mobile. La déformation plastique orthoradiale est calculée à partir de mesures par un extensomètre diamétral. Chaque essai est réalisé à température constante. Les paramètres du modèle sont identifiés par minimisation d'une fonction d'écart entre la contrainte mesurée et celle calculée par méthode du gradient réduit généralisé, de manière à correspondre au mieux aux résultats des 3 cycles de déformation. Des vitesses de déformation entre 0,04 s^{-1} et 25 s^{-1} ont pu être atteintes pour des températures entre 900 °C et 1250 °C.

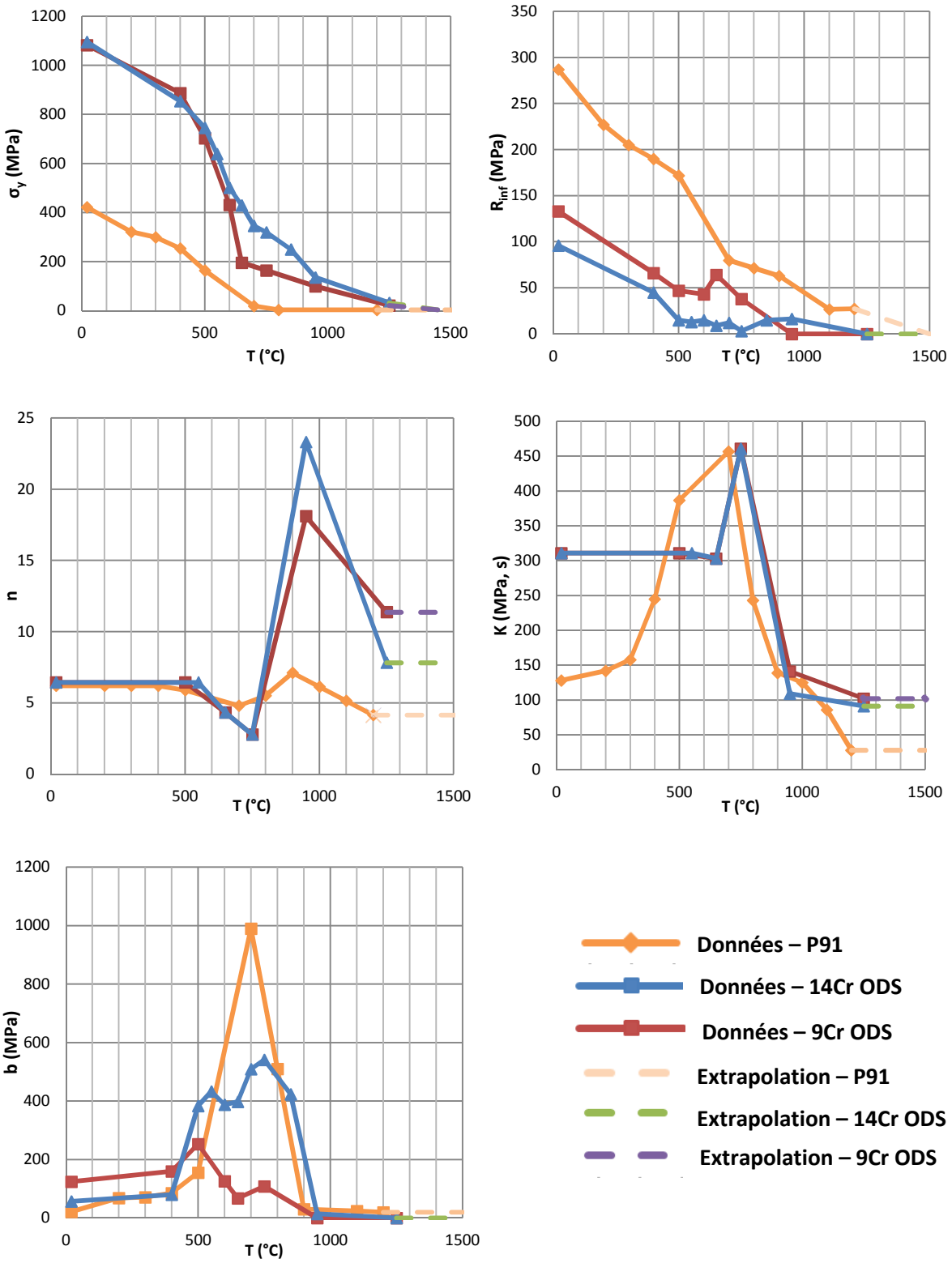


Figure 128 – Paramètres de la loi de comportement mécanique utilisés pour modéliser les 3 nuances d'acier.

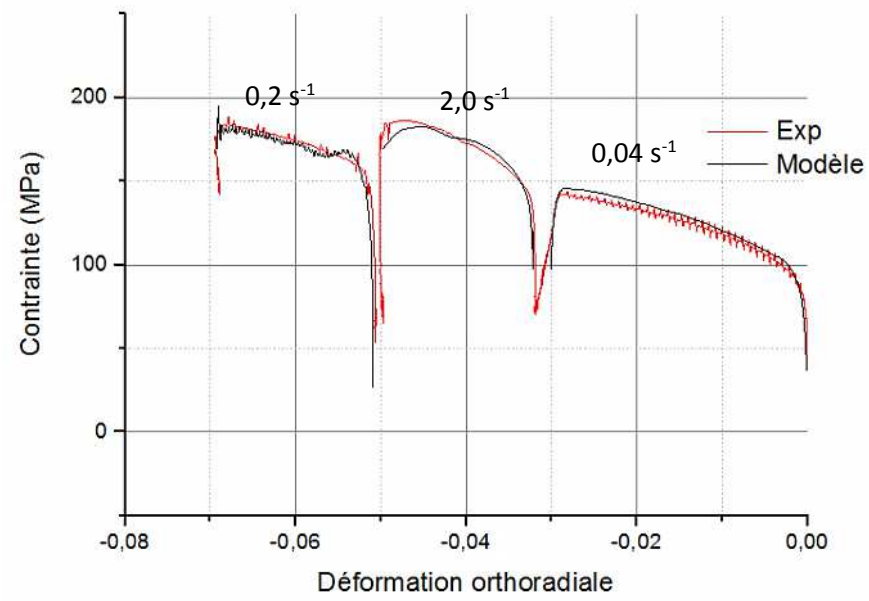


Figure 129 – Exemple de courbe contrainte – déformation obtenue lors d'essais de traction à 3 vitesses de déformation pour la nuance d'acier P91 à 900 °C.

Propriétés de l'alliage CuCrZr des électrodes

Les électrodes sont supposées ne pas subir de déformations irréversibles au cours du procédé. Par conséquent, un comportement élastique est renseigné. Le module d'Young (124 GPa), le coefficient de Poisson (0,33) et la masse volumique (8900 kg/m^3) sont pris constants avec la température. Ainsi, seule l'évolution avec la température de leurs propriétés thermiques et électriques est renseignée avec prise en compte de la fusion à 1080 °C. Il est à noter que la température dans l'électrode est très inférieure à celle dans la soudure. La zone présentant une élévation de température est localisée à l'interface avec la gaine. La température maximale atteinte en simulation est bien inférieure au point de fusion de l'alliage CuCrZr (T_{max} < 700 °C). Les propriétés utilisées sont reprises d'une étude précédente sur le soudage par résistance en bout de gaines appliqué aux combustibles et sont présentées en Figure 130 [43].

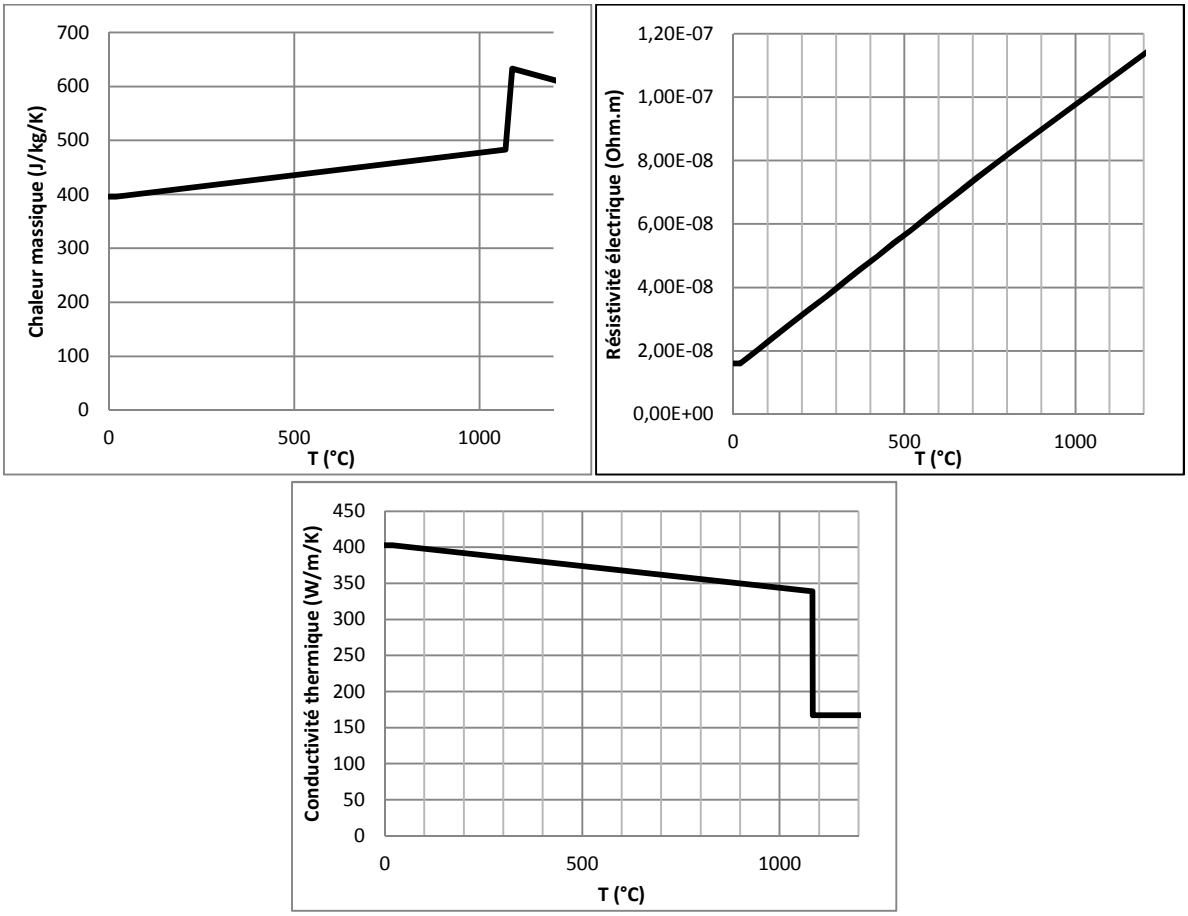


Figure 130 – Evolution des propriétés thermiques et électriques prises en compte dans le modèle numérique pour simuler le comportement du matériau des électrodes en CuCrZr [43].

Influence des propriétés électrothermiques des matériaux sur le soudage

Des simulations ont été réalisées en faisant varier de $\pm$ 20 % (par rapport aux valeurs présentées précédemment) la résistivité électrique, la conductivité thermique et la capacité calorifique de l'acier (ici, dans le cas du P91 sur un calcul à paramètres I_9, F_9 et t_9 et sur un bouchon de diamètre 10,2 mm) et de l'alliage des électrodes (noté Cu sur la Figure 131). Ceci permet de mettre en évidence les propriétés électrothermiques les plus influentes sur les résultats des calculs. D'autre part, ces variations constituent des cas plus critiques que la variation dans le seul domaine d'extrapolation de ces propriétés vis-à-vis de l'effet sur les résultats de simulation. Ils permettent donc d'encadrer l'influence d'une erreur sur ces dernières. Ces variations sont également de l'ordre du maximum de différence observée (sur la résistivité électrique) entre les propriétés électrothermiques d'une nuance d'acier à 9 % de chrome (P91 ou 9Cr ODS) et la même propriété sur la nuance d'acier 14Cr ODS. Les observables utilisés sont la température maximale atteinte, l'affaissement final de la soudure et la largeur de la ZAT (définie ici, comme la distance entre les interceptions des isovaleurs 900 °C en fin de calcul avec une droite orientée à 45 ° par rapport à l'axe de symétrie du modèle et traversant la soudure en son milieu). Les résultats sont présentés en Figure 131. On observe en premier lieu, qu'une modification des propriétés de l'alliage des électrodes est bien moins influente qu'une modification équivalente dans les propriétés de l'acier P91.

On observe également que la conductivité thermique est de moindre influence comparée aux autres paramètres. Ceci peut s'expliquer par les temps caractéristiques très courts du procédé qui ne sont

pas favorables à une influence prééminente de la diffusion thermique sur le champ de température lors du soudage. A l'inverse, la résistivité électrique et la capacité calorifique ont une forte influence sur notamment l'affaissement et la taille de la ZAT. Ceci confirme le rôle prédominant de l'effet Joule sur le développement de la soudure comparativement aux autres phénomènes, comme la diffusion thermique. La température maximale atteinte est peu modifiée par une variation des propriétés électrothermiques.

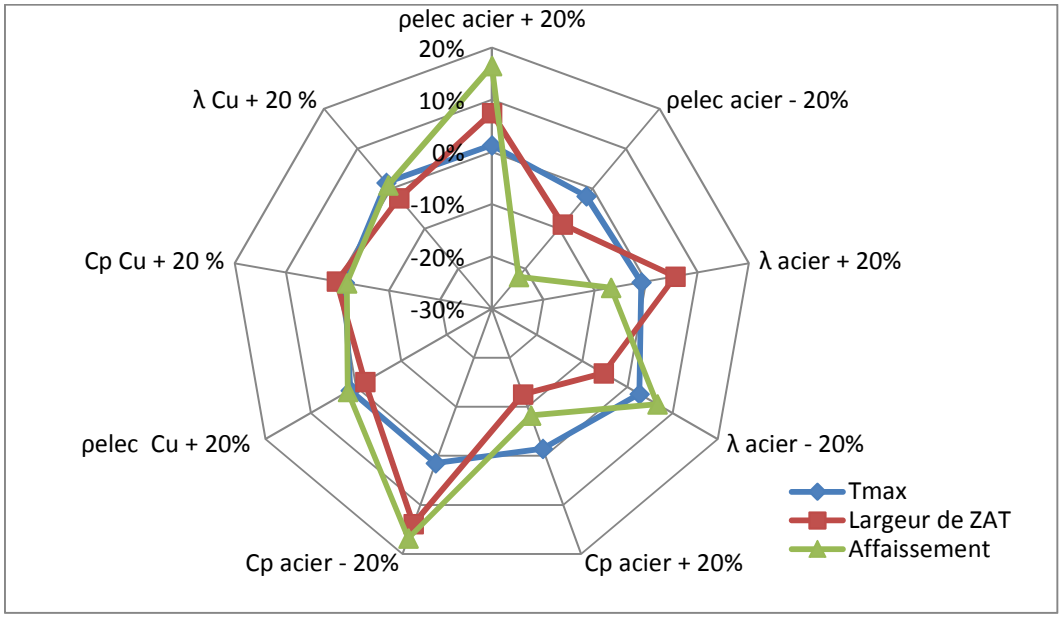


Figure 131 - Influence (en %) des propriétés électrothermiques des matériaux (acier P91 et cuivre) sur les résultats de calculs.

Annexe 3 – Evaluation de résistances de contact thermiques et électriques [169]

Dans cette partie, nous présentons la méthode développée pour calibrer des modèles macroscopiques de résistances de contact électriques et thermiques afin d'obtenir un bon accord entre simulation et expérience sur les observables retenus (forme de la soudure et de l'ex-plan de joint, taille et forme de la ZAT et affaissement en cours de soudage). Les jeux de valeurs obtenus n'ont pas vocation à avoir une signification physique précise.

Evaluation de jeux de valeurs de résistances de contact entre pièces et électrodes

La démarche adoptée pour déterminer des jeux de valeurs de résistances de contact électrique (RCE) et thermique (RCT) entre pièces et électrode a pour point de départ les observations expérimentales suivantes :

- pour des intensités de soudage importantes, des zones transformées (formation de martensite après soudage) ou fondues peuvent être observées sous l'électrode du côté du bouchon. Elles sont situées en extrémité d'électrode.

- dans ces mêmes conditions, la soudure, située sous l'électrode en contact avec la gaine, ne présente pas de zone de fusion, voir Figure 132.

Des simulations réalisées en appliquant de même valeurs de résistances de contact entre gaine et électrode ($RCE/RCT_{g\text{-}e}$) et entre bouchon et électrode ($RCE/RCT_{b\text{-}e}$), avec des valeurs permettant de retrouver un échauffement conséquent sous l'électrode du côté du bouchon ($T \approx T_{solidus}$), entrainent un dépassement de la température de fusion au niveau de la soudure et dans la gaine dès un temps de chauffage très court (de l'ordre de 10 ms, pour un temps de soudage de 80 ms). Ceci n'est pas observé expérimentalement et suggère que des jeux valeurs de résistances de contact (RCE, RCT) différents doivent être appliqués au niveau de ces 2 interfaces en vue de pouvoir simuler le procédé. Une explication possible est liée à la configuration géométrique des contacts pièces – électrodes qui diffèrent de part et d'autres du plan de joint. Le bouchon sort de l'électrode alors que la gaine est à l'intérieur de celle-ci. De plus, il est probable que le contact en extrémité d'électrode diffère géométriquement du contact sous l'électrode loin de son extrémité, du fait d'effets de bord.

Il est proposé ici, d'évaluer des jeux (RCT, RCE) par 2 méthodes différentes. La première utilise une méthode inverse à partir de mesures expérimentales dans une configuration de contact électrode-pièce similaire au contact entre électrode et bouchon c'est-à-dire pour laquelle une partie de la pièce dépasse de l'électrode. Les paramètres identifiés sont appliqués à l'interface bouchon-électrode dans la simulation du soudage. Pour la seconde méthode, une approche analytique est adoptée. Les paramètres identifiés sont appliqués à l'interface gaine-électrode dans la simulation du soudage. Ce choix d'une approche analytique côté gaine est guidé par la difficulté à réaliser des mesures de température ou de potentiel électrique permettant d'évaluer par méthode inverse, les jeux (RCT, RCE) dans une configuration représentative de la géométrie du contact gaine-électrode, pour lequel l'électrode dépasse de la gaine.

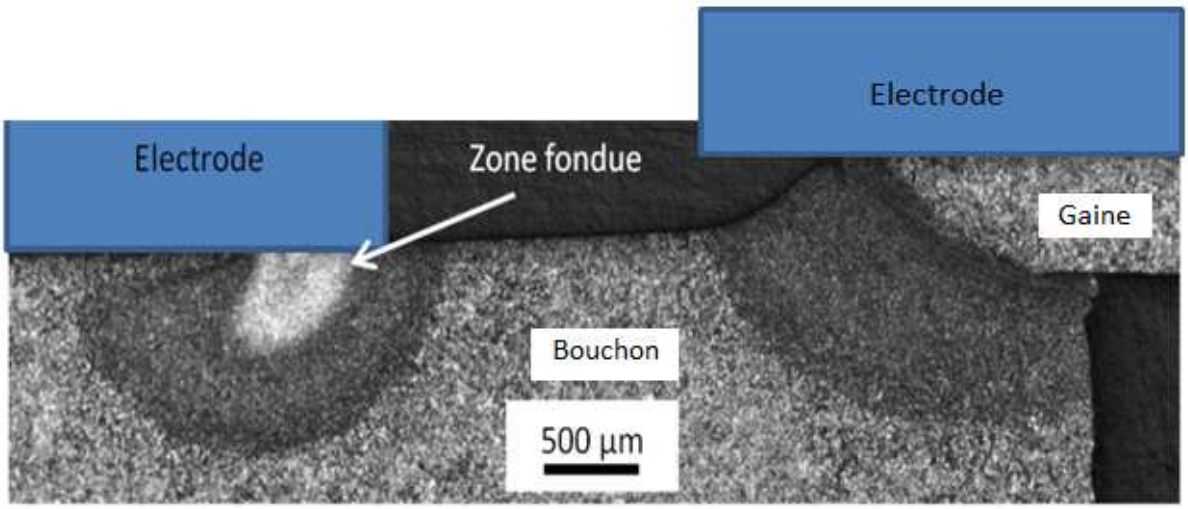


Figure 132 – Mise en évidence de la présence d'une zone fondue sous l'électrode du côté du bouchon pour une zone soudée ne présentant pas de zone fondue réalisée en acier P91 avec les paramètres ($1.1I_9$, F_9, t_9).

Approche analytique (contact gaine-électrode)

Prédiction de l'évolution de la micro-géométrie sous l'effet d'une pression de contact

A partir des valeurs des paramètres rugosimétriques, on peut évaluer l'ordre de grandeur et l'évolution en fonction de la température et de la pression, de la résistance due aux microcontacts entre pièce et électrode. Des mesures par profilométrie optique ont été réalisées sur les surfaces de gaines et d'électrodes afin de déterminer ces paramètres.

Une géométrie de contact équivalente, constituée d'un plan et d'une surface rugueuse présentant des aspérités dont la distribution des hauteurs suit une loi gaussienne, est considérée. Le recours à cette géométrie équivalente est justifiée par l'étude de Greenwood et Tripp [193]. Dans l'hypothèse d'une déformation purement plastique du matériau le plus ductile, on peut exprimer a le rayon moyen des micro-contacts et n leur densité surfacique, en fonction du rapport de la pression de contact apparente sur la limite élastique de ce matériau [194] par :

$$a = \sqrt{\frac{8}{\pi}}\left(\frac{R_q}{m}\right)\exp(\lambda^2)\, erfc(\lambda)$$

$$n = \frac{1}{16}\left(\frac{m}{R_q}\right)^2 \frac{\exp(-2\lambda^2)}{erfc(\lambda)}$$

Avec m la pente absolue moyenne en surface des aspérités, R_q la rugosité quadratique et $\lambda = \frac{Y}{\sqrt{2}R_q}$ (avec Y la distance entre le profil moyen de la surface rugueuse et la surface plane).

Par un bilan des forces, on peut également écrire :

$$\frac{S_{réelle}}{S_{apparente}} = \frac{P}{H_{Cu}} = \frac{1}{2} erfc(\lambda)$$

Où S_i représentent respectivement, les surfaces de contact réelles et apparentes, P la pression apparente de contact et H_{Cu} la micro-dureté Vickers de l'alliage CuCrZr des électrodes.

Les paramètres rugosimétriques équivalents calculés à partir de ceux des 2 surfaces, sont Rq (la rugosité quadratique) et m (la pente absolue moyenne) :

$$R_q = \sqrt{R_{q-gaine}^2 + R_{q-electrode}^2}$$

$$m = \sqrt{{m_{gaine}}^2 + {m_{électrode}}^2}$$

Résistances de contact locales dues aux micro-contacts au niveau des aspérités

La contribution à la résistance de contact des constrictions de courant dues aux microcontacts au niveau des aspérités est déterminée à partir d'un modèle de type CMY (Cooper-Mikic-Yovanovich). Dans le cas de contacts circulaire isothermes de rayon moyen a, la résistance de contact s'écrit [195] :

$$R_{micro} = \frac{(1 - \varepsilon)^{1,5}}{2kna}$$

Avec $k = \frac{2k_1k_2}{(k_1+k_2)}$ la conductivité thermique ou électrique équivalente de l'interface avec k_i celle du matériau i, n le nombre de micro-contacts par unité de surface et $\varepsilon = \sqrt{\frac{A_r}{A_a}}$ avec A_a la surface de contact apparente et Ar la surface réelle.

Prise en compte de l'ondulation de surface due aux stries d'usinage

Le procédé de tournage utilisé pour la réalisation des pièces à assembler et des électrodes, induit la formation de stries de hauteur et de distance les séparant, supérieures à celles des aspérités. Toujours en ayant recours à une géométrie équivalente entre surface plane et surface rugueuse, on propose ici, de modéliser cette dernière comme la somme d'une distribution uniforme d'aspérités de paramètres géométriques m_s, Rq_s et λ_s, et d'une surface axisymétrique de hauteur évoluant sinusoïdalement selon l'axe des pièces, d'amplitude $\sqrt{2}Rq_L$ et de période λ_L. Dans cette approche, la surface équivalente est constituée comme les 2 surfaces réelles, d'une distribution uniforme d'aspérités et d'une ondulation de surface induite par les stries d'usinage. Les paramètres R_q, m et pente moyenne équivalents sont calculés comme les moyennes quadratiques de ceux des 2 surfaces en contact. La longueur d'onde de l'ondulation de surface est proche, de l'ordre de 15 µm pour les 2 surfaces. Cette valeur est retenue comme longueur d'onde de la surface équivalente. La résistance de contact est alors la somme des résistances de constrictions dues aux aspérités dont le plan moyen est porté par l'ondulation de la surface et de la résistance de constriction au niveau des crêtes des stries d'usinage.

Evolution le long du profil d'ondulation des résistances dues aux micro-contacts au niveau des aspérités

La position x le long de l'axe de la gaine est prise en compte dans le calcul des paramètres a(x), n(x) et donc de $RC_{micro}(x)$ par l'intermédiaire de la distance adimensionnée λ(x) entre le profil moyen de la surface rugueuse décrit comme évoluant de manière sinusoïdale dans la direction axiale, et la surface plane :

$$\lambda(x) = \frac{Y(x)}{\sqrt{2}\,R_{qs}} = \lambda(0) + \frac{R_{qL}}{R_{qs}}(1 - \cos(\frac{2\pi}{\lambda_L}x))$$

Avec pour origine, le point le plus haut d'une crête du profil d'ondulation.

Résistance due à l'ondulation de surface

La résistance de constriction macroscopique due aux stries d'usinage est évaluée en considérant les crêtes du profil comme des sources de chaleur comprises entre deux demi plans et en utilisant la formule proposée par Yovanovich [196] pour le cas d'une bande rectangulaire appliquée dans le cas d'une géométrie axisymétrique :

$$RC_{stries} = \frac{2A_a}{\pi kLN}\ln(\frac{1}{\sin\left(\frac{\pi b}{2\lambda_L}\right)})$$

Avec A_a la surface de contact apparente, k la conductivité équivalente, b la largeur de la bande rectangulaire, λ_L la période spatiale des stries, L un facteur de forme pris égal à la racine de la surface de la bande et N le nombre de stries à l'interface. Le flux passant d'un corps à l'autre à travers les microcontacts est calculé sur une période des stries d'usinage. La valeur b est alors prise égale à la largeur de bande par laquelle 95 % du flux est transféré.

Limites et validité du modèle CMY

Le modèle CMY est historiquement utilisé pour calculer les résistances de contact thermiques dans le vide ou en présence d'un film de fluide dont la conductivité est négligeable devant celle des microcontacts en régime permanent et en l'absence de source de chaleur interne. Les formules présentées précédemment sont établies à partir de la connaissance du champ de température au niveau d'une aspérité, obtenu par résolution d'une équation de Laplace (équation de la chaleur en régime stationnaire en l'absence de sources internes). Une équation de ce type régissant l'évolution spatiale du potentiel électrique peut être obtenue en régime permanent, si les charges volumiques sont localement nulles au sein d'une aspérité. Cela nécessite de pouvoir considérer que la conductivité électrique est constante dans cette zone [197]. En d'autres termes, il est nécessaire de faire l'hypothèse d'un gradient de température nul (ou suffisamment faible) dans l'aspérité pour que la conductivité électrique puisse y être considérée constante.

Il a été vérifié par calcul qu'aux pressions de contact évaluées par simulation du soudage et induites par la dilatation thermique de la gaine et le bridage des électrodes dans la gaine, la prise en compte d'un film de fluide conducteur thermique (air) ne modifie la RCT que de l'ordre de 6 %. Elle peut donc être négligé, bien que son effet devienne prédominant aux très faibles pressions de contact (P < 0,5 MPa, contre P > 10 MPa lors du soudage).

Les hypothèses de régime stationnaire et de découplage des résistances thermiques et électriques (pas de source de chaleur dans les aspérités et un gradient de température faible dans l'aspérité) ne sont en revanche à priori, pas vérifiées en conditions de soudage par effet Joule. L'impact des écarts entre le cas réel de soudage et le domaine de validité des modèles, n'a pas été évalué durant cette étude.

De plus, l'hypothèse d'une surface de contact électrique et thermique égale c'est-à-dire en l'absence d'impuretés de surface induisant une différence de comportement thermique et électrique comme la présence d'un oxyde mauvais conducteur électrique mais permettant le passage d'un flux de chaleur, est nécessaire pour calculer à la fois les RCE et RCT par les formules présentées précédemment. Cette

hypothèse tend à surestimer la surface de contact électrique et donc à sous-estimer la valeur de résistance électrique.

On choisit donc ici, d'évaluer des ordres de grandeur de jeux de paramètres (RCT, RCE) à l'aide d'un modèle analytique, sans pouvoir vérifier la validité de certaines hypothèses du modèle dans les cas de soudage. De plus, la prise en compte des résistances de contact dans la simulation sous la forme de paramètres appliqués à l'interface entre les corps, ne permet pas une description précise des températures réelles au niveau des aspérités. Cependant, en ce qui concerne la RCE, l'ordre de grandeur déterminé a pu être vérifié expérimentalement et validé par des mesures de potentiel électrique (V1 et V2 sur la Figure 133) de part et d'autre de l'électrode côté gaine lors du chauffage par résistance d'éprouvettes « monobloc » c'est-à-dire à géométrie gaine-bouchon ne présentant pas de chanfrein.

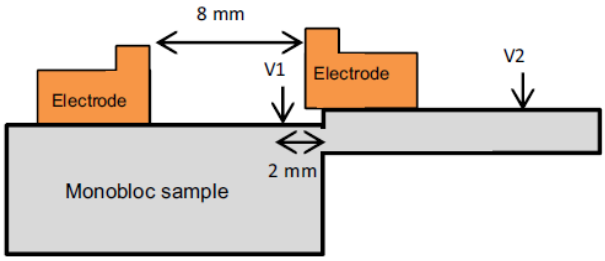


Figure 133 – Schéma d'une éprouvette monobloc utilisée pour la validation expérimentale de l'ordre de grandeur de la RCE entre la gaine et l'électrode.

Evaluation des résistances de contact par méthode inverse (contact bouchon-électrode)

Pour la configuration de contact entre bouchon et électrode (contact b-e), pour laquelle une partie du bouchon traversée par le courant est située entre 2 électrodes et non, sous une électrode comme c'est le cas de la gaine, des échauffements locaux sont observés. Ils ne peuvent être retrouvés par simulation en appliquant les ordres de grandeur de résistances de contact évaluées dans la partie précédente, comme illustré en Figure 134a et b.

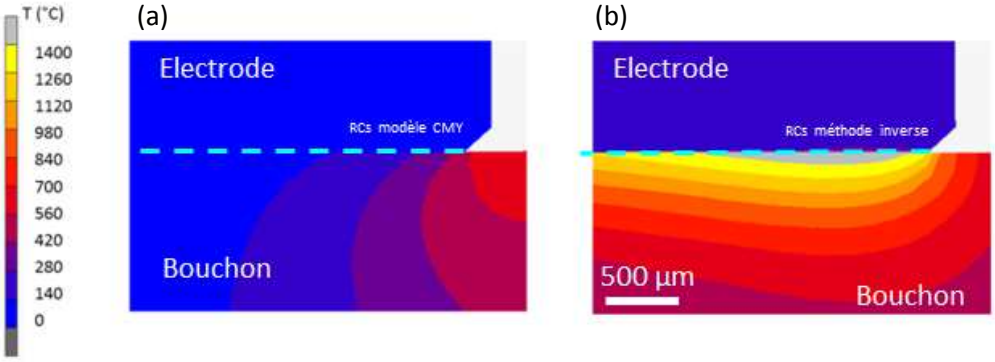


Figure 134 - Champ de température calculés sous l'électrode côté bouchon suivant les conditions de contact appliquées : (a) RCs déterminées par modèle CMY, (b) RCs déterminées par méthode inverse.

Pour cette configuration de contact, des essais spécifiques et une identification de paramètres par méthode inverse ont été réalisés dans le cadre du stage d'Anis Doghri [171]. Ceux-ci sont décrits dans la suite et également dans [169].

Dispositif expérimental

Les essais sont effectués avec l'installation SOPRANO sur des barres ou des gaines de diamètre 10,73 mm et de longueur 50 mm. Deux thermocouples de type K (diamètre de fil 110 µm) sont soudés par décharge capacitive entre les électrodes. Le potentiel est mesuré, comme lors des essais de soudage, en surface supérieure des mors, ainsi qu'en extrémité de la pièce (Vg et Vd sur la Figure 135). De plus, deux thermocouples sont positionnés sur la barre entre les deux électrodes pour effectuer des mesures de températures. Comme nous le verrons dans la suite, la position de ces thermocouples et le choix de la phase de chauffage ou de refroidissement doit permettre d'identifier des valeurs de RCT et RCE de manière indépendante (et donc de s'affranchir de leur couplage).

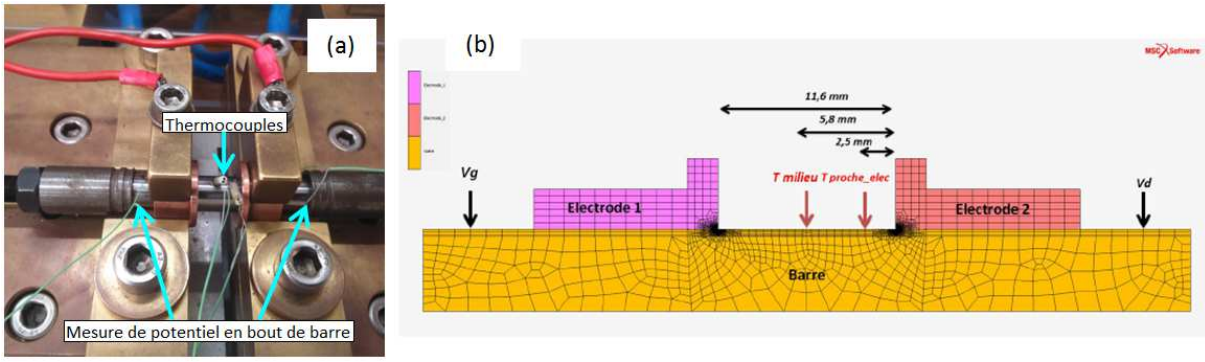


Figure 135 – (a) Dispositif expérimental utilisé sur l'installation SOPRANO pour la détermination des RCT et RCE entre gaine et bouchon et (b) géométrie du modèle, maillage et position des thermocouples lors des essais.

Méthodologie

Une intensité de d'environ $I_9/3$ est appliquée pendant un temps compris entre quelques dizaines et quelques centaines de millisecondes (généralement 200 ms). Le potentiel électrique en extrémités de pièce (Vg et Vd sur la Figure 135) est relevé pendant ce cycle de chauffage. Il a été vérifié que la RCT entre pièces et électrodes est peu influente sur ces observables, de sorte qu'il est possible de recaler la RCE à partir de ces mesures indépendamment des valeurs de la RCT. Le temps de réponse des thermocouples étant de l'ordre de grandeur du temps de chauffage, la RCT est identifiée à partir des courbes de température mesurées entre les électrodes lors des phases de refroidissement. En effet, pendant cette phase, le courant est nul donc la RCE n'intervient plus.

La procédure est la suivante pour chaque essai :

- mesure des potentiels électriques Vg et Vd lors du chauffage, puis recalage de la RCE en simulation numérique de manière à obtenir une évolution des potentiels mesurés cohérente avec l'expérience. Le recalage de la RCE se fait en fonction de la température uniquement. Cette dernière est évaluée par simulation. La valeur de température

maximale au contact (du côté du bouchon) en fin de chauffage est retenue comme valeur de température à laquelle est attribuée la valeur de RCE recalée.

- mesure des températures lors de la phase de refroidissement puis recalage de la RCT en simulation numérique de manière à obtenir une évolution des températures mesurées cohérente avec l'expérience. Il a été observé que le rayonnement et la convection sont peu influents sur les cinétiques de refroidissement comparativement à la RCT. Les valeurs de RCT sont recalées en fonction de la température uniquement. La valeur de T associée à la valeur de RCT recalée est le maximum atteint au contact lors de l'essai simulé. En effet, on considère d'une part que l'échange de chaleur se fera préférentiellement au niveau de la zone qui a été la plus chaude donc pour laquelle les aspérités sont les plus écrasées. De plus, en cas de forte variation de la résistance de contact sur l'interface, la résistance équivalente sera proche des valeurs observées sur les zones de plus faibles résistances, son inverse étant la somme des inverses des résistances des surfaces élémentaires. D'autre part, il est considéré que l'évolution de la RCT au chauffage se fait par écrasement et plastification des aspérités. L'évolution au refroidissement se fera par déformation élastique et thermique de ces dernières donc sera d'amplitude faible. La RCT est alors considérée lors du refroidissement comme égale à sa valeur lorsque le maximum de température au contact est atteint durant le chauffage.

De manière à décrire l'évolution en température des résistances de contact, les recalages sont effectués de manière itérative en partant des essais les plus froids vers les essais plus chauds. Une fois tous les essais traités, la cohérence des résultats de simulation à l'expérience est vérifiée en prenant en compte l'évolution des RCs en fonction de la température.

Comme précisé au chapitre II, la prise en compte des résistances de contact dans la simulation sous la forme de paramètres imposés aux interfaces, ne permet pas une description précise des températures au niveau des aspérités. Ici encore, cette méthode ne permet pas d'attribuer un sens physique à une valeur de RCT ou RCE à température donnée, mais plutôt de déterminer des jeux de paramètres (RCE, RCT) qui entrainent un bon accord entre la simulation et l'expérience de soudage vis-à-vis des observables donnés.

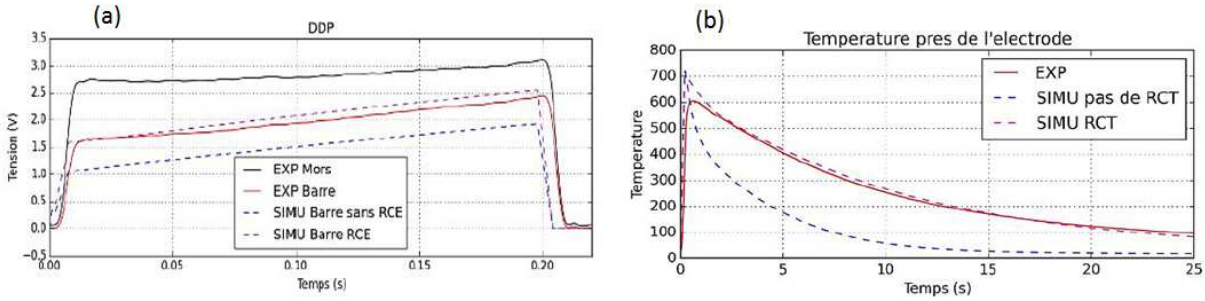


Figure 136 – (a) Exemple de différence de potentiel expérimentale mesurée entre les extrémités de la barre et entre les mors, et différence de potentiel simulée avant et après recalage de la RCE. (b) Exemple de cycles de refroidissement mesuré et simulés au niveau du thermocouple proche de l'électrode avant et après recalage de la RCT. Conditions (0.9I_9, 200 ms). D'après [171].

Résultats

L'évolution des résistances de contact évaluées par les 2 méthodes, est présentée en fonction de la température en Figure 137. Les RC_{g-e} déterminées par modèles CMY tracées sur cette figure sont évaluées à une pression de contact apparente de 10 MPa qui correspond à la contrainte simulée atteinte à l'interface gaine-électrode après quelques millisecondes de chauffage sous l'effet de la dilatation thermique de la gaine (suivie d'une légère augmentation pendant la suite du calcul). Au-delà de cette valeur, les RC_{g-e} évoluent peu avec la pression de contact.

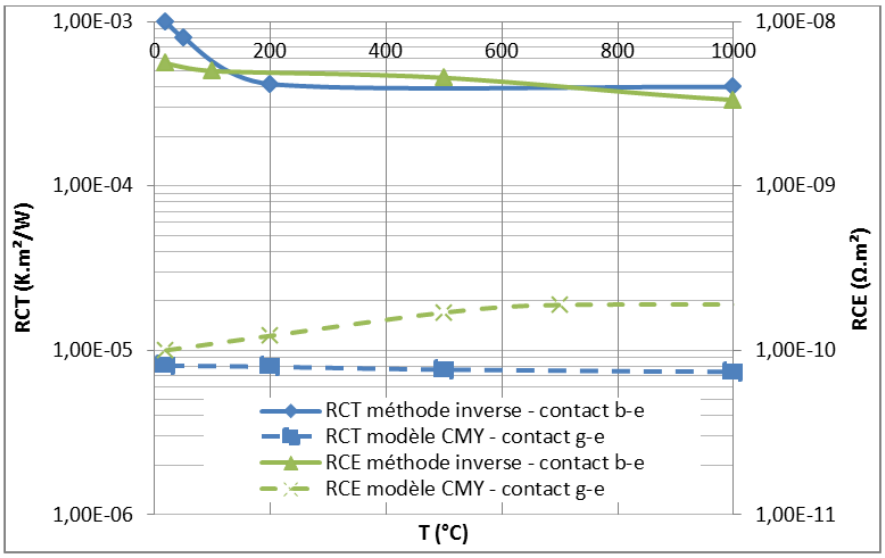


Figure 137 – Evolution des valeurs des résistances de contact évaluées par méthode inverse (contact bouchon-électrode) et modèle CMY (contact gaine-électrode).

Détermination des RCs entre pièces (i.e. entre gaine et bouchon)

La démarche adoptée est analogue à celle présentée dans la thèse de F. Corpace [43]. La différence de potentiel (DDP) est mesurée entre 2 point de mesures situés de part et d'autre du plan de joint dans une configuration pour laquelle les diamètres extérieurs de la gaine et du bouchon sont égaux. Les mesures sont comparées aux résultats obtenus sur éprouvette « monobloc » de même géométrie c'est-à-dire, sans plan de joint entre bouchon et gaine qui ne forment alors, qu'une unique pièce. Ces comparaisons permettent de déduire la contribution de la RCE à la DDP mesurée.

La RCE_{p-p} (RC pièce-pièce) est recalée afin de retrouver des valeurs cohérentes pour les DDP et la résistance électrique entre les points de mesures pour le cas simulé et l'expérience. La géométrie et la position des points de mesure V1 et V2, l'évolution de la résistance électrique entre ces points lors d'un essai ainsi que l'évolution de la RCE_{p-p} obtenue sont présentés en Figure 138. Il a été vérifié par simulation que la RCT a très peu d'impact sur le déroulement du soudage. Comme nous n'avons pas réussi à trouver des conditions permettant de découpler RCT de RCE pour ce contact, nous avons décidé de ne pas prendre en compte la RCT et d'intégrer son effet uniquement dans la RCE calibrée.

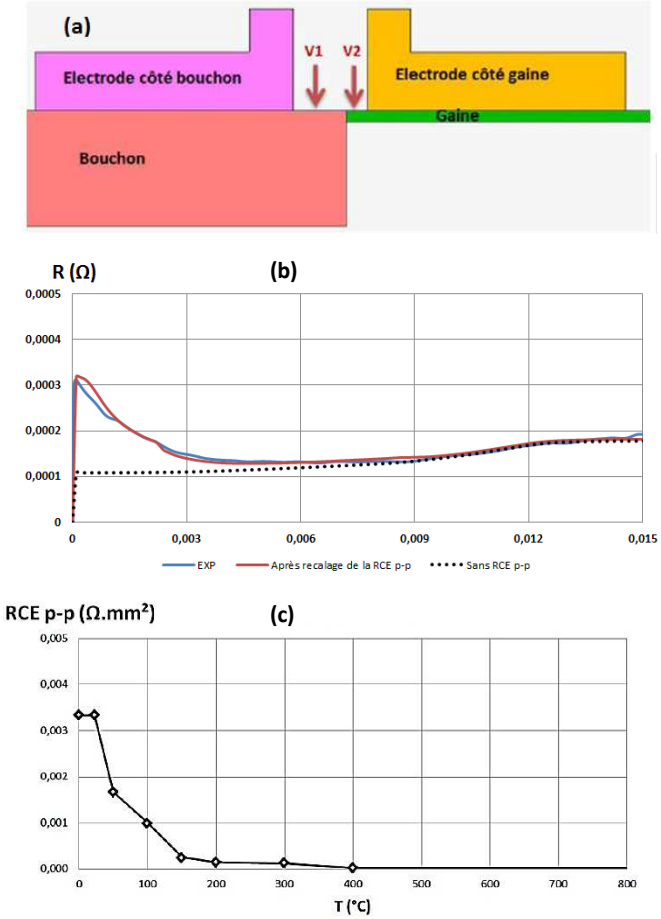


Figure 138 – (a) Géométrie et position des points de mesure de potentiel. (b) Comparaison des résistances électriques R entre les points de mesures obtenues expérimentalement, par simulation sans RCE p-p et avec prise en compte de la RCE pour un essai sur la nuance d'acier P91 à paramètres (0,8I_9, F_9). (c) Evolution avec la température de la RCE p-p déterminée.

Influence des valeurs de résistances de contact

Des variations de ± 50 % de la valeur de référence (i.e. autour des valeurs précédemment calibrées) ont été imposées sur les résistances de contact électrique et thermique entre gaine et électrode, et entre bouchon et électrode à paramètres de soudage (I_9, F_9, t_9) pour un diamètre de bouchon 10,2 mm. Les observables précédents sont utilisés ainsi que la température maximale sous l'électrode du côté bouchon. On note qu'une variation de résistance de contact entre bouchon et électrode a très peu d'influence sur ces observables. Toutes les variations observées sont inférieures à 5 %. L'effet le plus important est obtenu sur l'affaissement par une modification de la RCE $_{b\text{-}e}$. Il s'explique par la modification des lignes de courant électrique et donc, du chauffage local par effet Joule entre le plan de joint et l'électrode du côté du bouchon. Une variation des résistances de contact entre gaine et électrode est légèrement plus influente sur les observables choisis. Une augmentation de la taille de la ZAT de 8 % et de l'affaissement de 6 % peut être obtenue en augmentant la $RCT_{g\text{-}e}$ de 50 %.

Ainsi, comme évoqué dans le chapitre 1, **l'ordre de grandeur des RC entre pièces et électrodes est très influent sur le déroulement du soudage. Une fois cet ordre de grandeur identifié, des variations autour de celui-ci entrainent de faibles effets.**

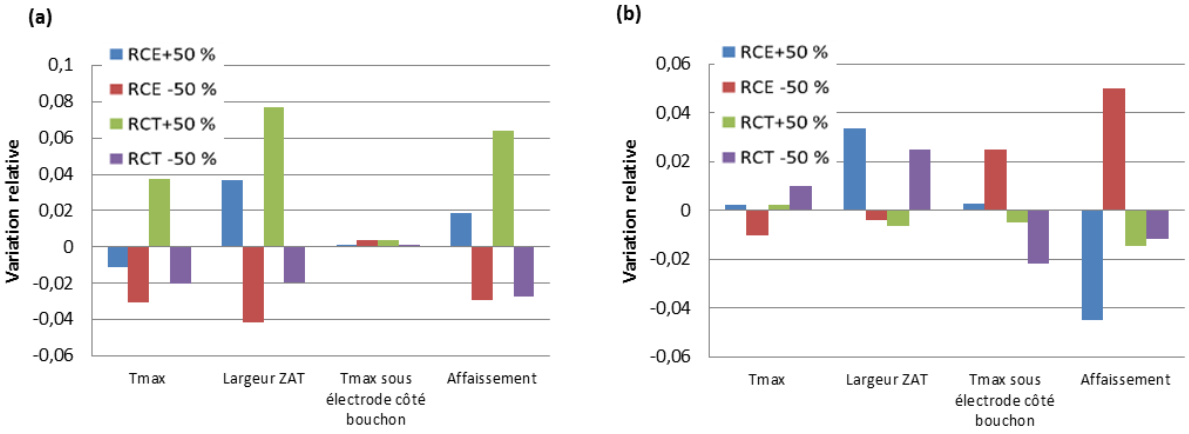
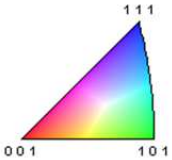


Figure 139 – Influences d'une variation des valeurs de résistances de contact sur les résultats de calcul (a) pour l'interface gaine-électrode, (b) pour l'interface bouchon-électrode. Nuance d'acier P91 (I_9, F_9, t_9).

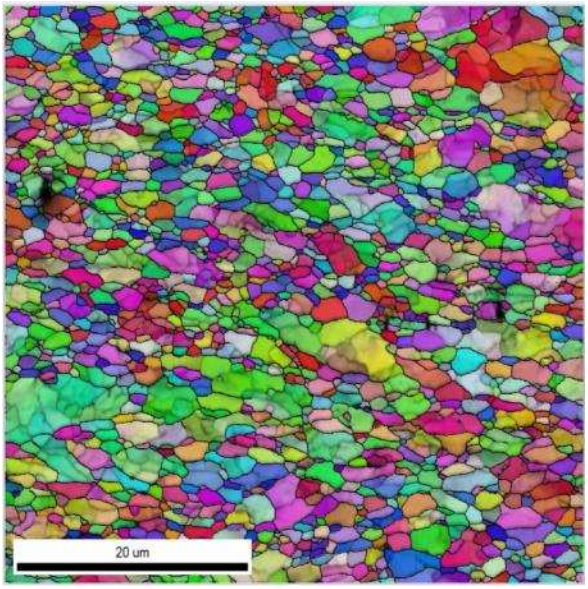
En ce qui concerne **les résistances de contact entre gaine et bouchon, on observe que la prise en compte de ces conditions à l'interface est très peu influente sur les résultats de calcul lorsqu'on les compare au cas où elles ne sont pas prises en compte** (contact électrique et thermique parfait). L'effet principal est la localisation du chauffage à l'interface gaine-bouchon pendant les premiers instants du procédé (4 ms). En revanche, la diminution des valeurs de résistance de contact avec la température tend à rendre cet effet négligeable pour les temps supérieurs. Une modification de l'ordre de 3 % est observée par exemple, sur l'affaissement en prenant en compte ou non ces résistances de contact. Ces conclusions sont confirmées expérimentalement via des comparaisons entre des soudures bouchon-gaine (i.e. avec plan de joint) et des soudures sur des pièces monobloc (i.e. sans plan de joint) de même géométrie réalisées avec les même paramètres de soudage.

Annexe 4 – Cartographies EBSD sur éprouvettes de compression en nuance d'acier 14Cr ODS

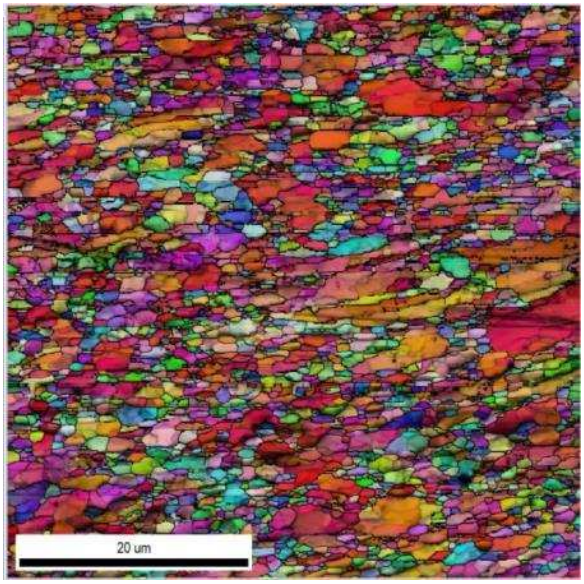
Les cartographies EBSD présentées ici, sont des cartographies IPF (figures de pôles inverses) réalisées sur l'axe de compression des éprouvettes. Les paramètres indiqués correspondent aux paramètres imposés au matériau dans la zone cartographiée. Les joints de grains (θ > 10 °) sont indiqués en noir. L'axe de compression (toujours vertical) est pris comme référence pour le code couleur, qui est défini par le triangle standard suivant :



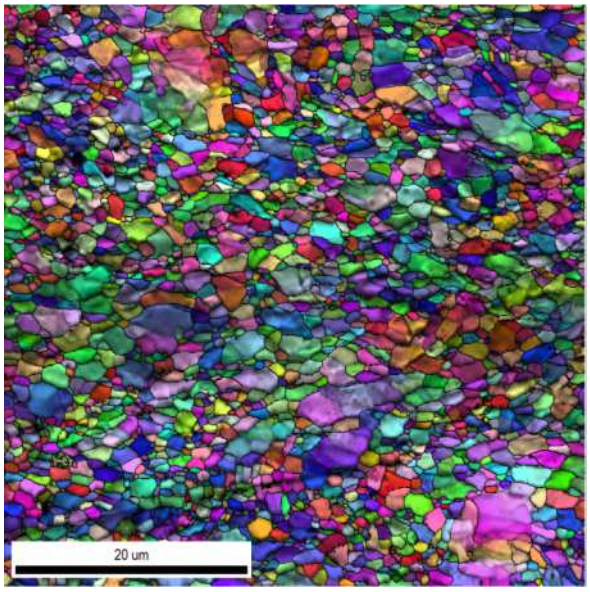
Eprouvette 1250 °C – ε = 2 - $\dot{\varepsilon}$ = 0,2 s^{-1} :



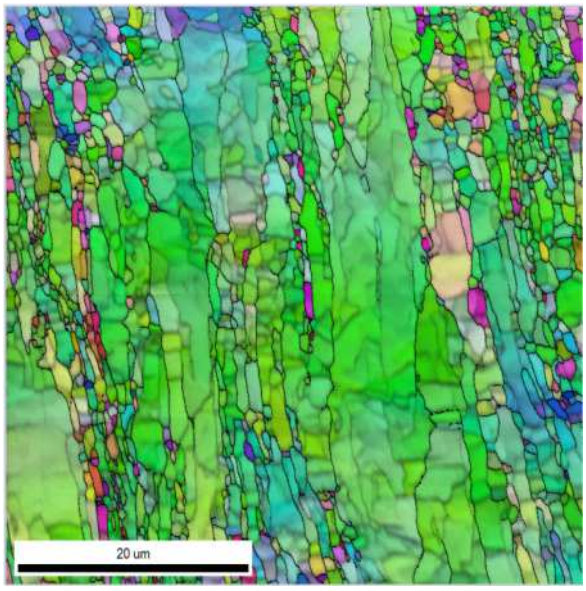
Eprouvette 1250 °C – ε = 2 - $\dot{\varepsilon}$ = 200 s^{-1} :



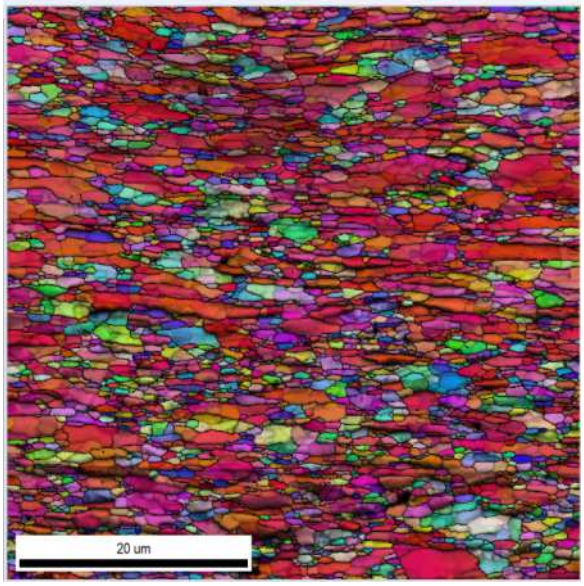
Eprouvette 1250 °C – ε = 0,7 - $\dot{\varepsilon}$ = 0,2 s^{-1} :



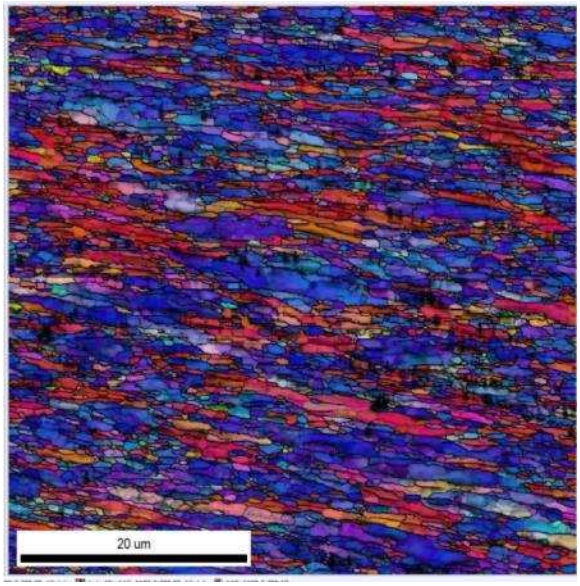
Eprouvette 1250 °C – ε = 0,4 - $\dot{\varepsilon}$ = 0,2 s^{-1} :



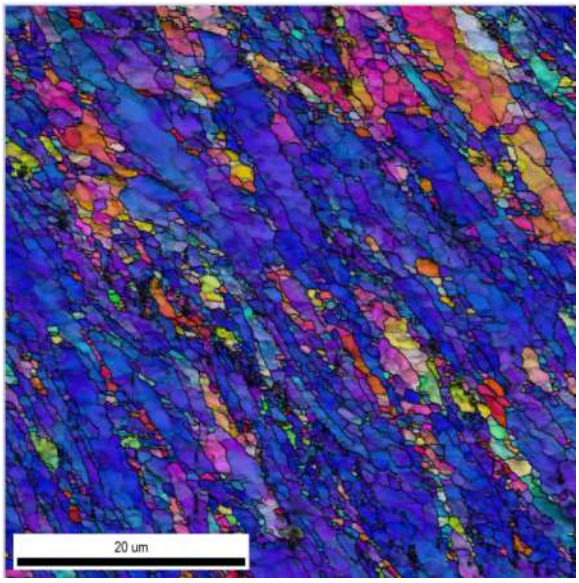
Eprouvette 1100 °C – ε = 2 - $\dot{\varepsilon}$ = 200 s^{-1} :



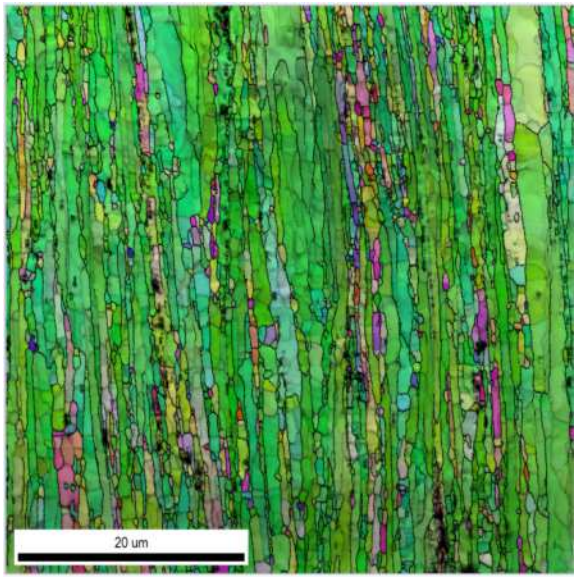
Eprouvette 1100 °C – ε = 1,8 - $\dot{\varepsilon}$ = 200 s^{-1} :



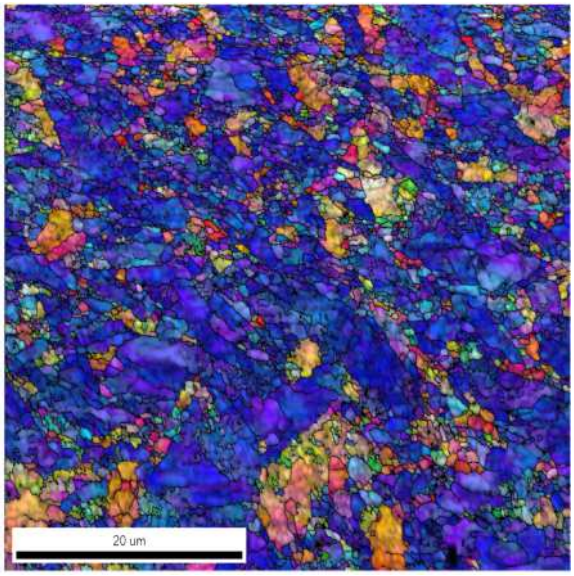
Eprouvette 1100 °C – ε = 0,9 - $\dot{\varepsilon}$ = 200 s^{-1} :



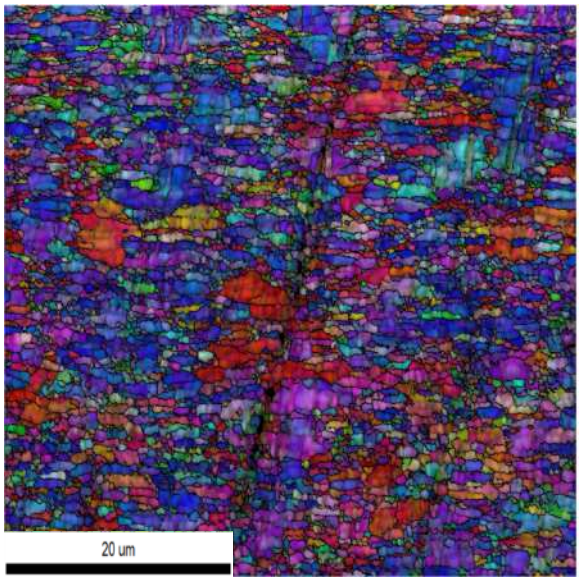
Eprouvette 1100 °C – ε = 0 - $\dot{\varepsilon}$ = 200 s^{-1} :



Eprouvette 950 °C – ε = 2 - $\dot{\varepsilon}$ = 200 s^{-1} :



Eprouvette 950 °C – ε = 2 - $\dot{\varepsilon}$ = 0,2 s^{-1} :



Annexe 5 – Essais de traction sur éprouvettes Gleeble sollicitées en compression

De premiers essais visant à évaluer l'effet des mécanismes de recristallisation dynamique identifiés au chapitre 4, sur les propriétés mécaniques locales ont été réalisés. L'objectif est d'obtenir les lois de comportements des différentes microstructures recristallisées mécaniquement. Dans cette annexe, nous présentons la démarche adoptée à partir d'un exemple pour la nuance d'acier 14Cr ODS.

L'approche adoptée consiste à exploiter les éprouvettes Gleeble de compression pour réaliser des essais de traction ultérieurs. La démarche implique l'usinage d'éprouvettes de traction de géométrie présentée Figure 140, à partir des éprouvettes de compression déformées. Les essais de traction sont réalisés sur l'installation IMEC du SEMT/LISN du CEA de Saclay [198]. Cette installation a entre autres la particularité de disposer d'une instrumentation par profilométrie Laser permettant de balayer l'éprouvette dans la direction axiale lors de la déformation. Ceci permet d'accéder au déplacement local du diamètre de l'éprouvette tout le long de celle-ci, avec une résolution axiale de l'ordre de quelques dizaines de micromètres et donc d'obtenir les lois de comportement de l'ensemble des microstructures constitutives de la partie utile de l'éprouvette de traction lors d'un seul essai de traction.

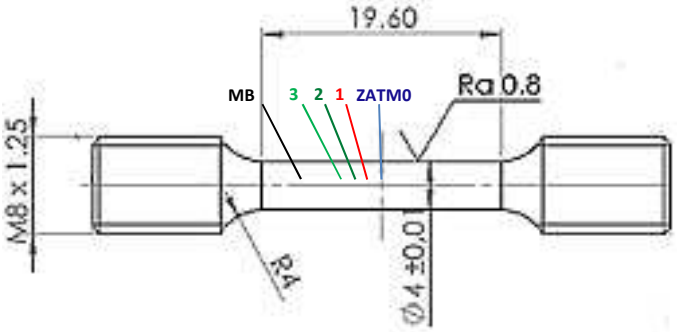


Figure 140 – Géométrie de l'éprouvette de traction usinée dans une éprouvette Gleeble après essai de compression.

Les limites de cet essai sont :

- la sollicitation est uniaxiale et perpendiculaire à l'orientation des grains (plutôt allongés dans le sens radial après compression) ;
- les textures des microstructures produites par essais Gleeble de compression sont différentes de celles du soudage (cf. chapitre 4).

Ces points sont limitants si l'on souhaite pouvoir extrapoler les informations accessibles par ces essais aux microstructures produites lors du soudage. La recherche de solutions permettant d'évaluer les lois de comportement de microstructures similaires à celles observées sur les soudures peut être envisagée (via d'autres éprouvettes Gleeble et/ou d'autres essais mécaniques post Gleeble).

La Figure 141 présente les courbes contrainte-déformation obtenues le long d'une éprouvette de traction sollicitée à température ambiante et vitesse de déformation de 10^{-4} s^{-1}. Cette éprouvette est usinée à partir d'une éprouvette Gleeble de compression sollicitée à 1100 °C, vitesse de déformation de 200 s^{-1} et déformation de l'ordre de 2 en milieu d'éprouvette. Les différentes courbes (nommées ZATMi, i = 0 à 3 pour les zones correspondant au matériau chauffé et déformé lors des essais Gleeble) correspondent aux positions axiales indiquées en légende de la figure avec pour origine le milieu d'éprouvette (zone la plus déformée lors des essais de compression). La courbe MB correspond au métal de base. La déformation utilisée ici, est la déformation plastique locale $\varepsilon = |2\ln(a(x)/a0)|$ avec

a(x) le rayon de l'éprouvette à une distance x du milieu d'éprouvette et a_0 le rayon initial. Cette déformation est exprimée en %. La contrainte correspond à la contrainte de Bridgman (Figure 142), c'est-à-dire la contrainte corrigée en prenant en compte l'effet de triaxialité dû à la striction de l'éprouvette.

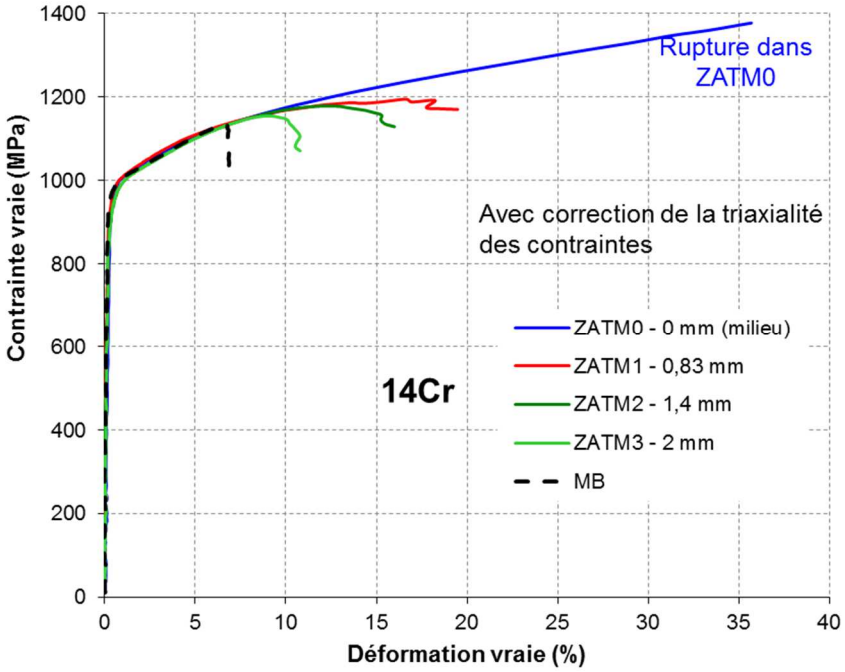


Figure 141 - Courbes de traction de différentes zones de l'éprouvette de traction. Les valeurs en mm dans la légende correspondent à l'éloignement de la zone par rapport au milieu de l'éprouvette (dans le sens de la longueur de l'éprouvette).

$$\sigma_{Bridgman} = \frac{\frac{F}{\pi a^2}}{\left(1+\frac{2R}{a}\right)\ln\left(1+\frac{a}{2R}\right)}$$

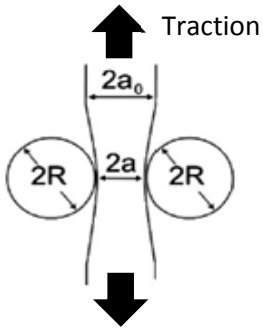


Figure 142 – Formule de Bridgman pour la correction de la contrainte avec prise en compte de la triaxialité des contraintes dans une zone présentant de la striction. (R : rayon de striction, a : rayon de l'éprouvette en zone de striction, a_0 : rayon initial de l'éprouvette).

On remarque que les différentes zones de la partie utile de l'éprouvette ont une courbe de traction très similaire jusqu'à une déformation de quelques pourcents. Pour les déformations supérieures, la déformation plastique se concentre dans une zone de plus en plus réduite et centrée sur le milieu d'éprouvette, jusqu'à se concentrer uniquement en milieu d'éprouvette et y induire la rupture.

La loi de comportement en traction de l'acier 14Cr ODS est donc peu sensible aux sollicitations thermomécaniques sévères imposées préalablement lors de l'essai Gleeble de compression, au moins jusqu'à quelques pourcents de déformation.

Modifications microstructurales sous sollicitations thermomécaniques sévères: application au soudage par résistance des gaines de combustibles en aciers ODS.

Résumé : Les aciers renforcés par dispersion d'oxydes (ODS) sont des matériaux candidats pour constituer les gaines de combustibles des réacteurs nucléaires de IVème génération refroidis au sodium (RNR-Na). Le soudage par résistance en bout de ces gaines est étudié dans ce travail, avec pour objectif la détermination et la compréhension des effets du procédé sur l'évolution de la microstructure des aciers ODS à 9 % et 14 % de chrome à l'échelle des grains et des oxydes nanométriques. Une approche couplant caractérisations microstructurales sur soudures, simulation numérique et simulation physique du procédé, à l'aide d'un simulateur thermomécanique Gleeble 3500, est adoptée. Le soudage par résistance en bout impose localement des conditions de sollicitations sévères en termes de déformation, vitesse de déformation et température. Ces sollicitations induisent un affinement de la microstructure dont l'origine peut être attribuée à un mécanisme de recristallisation dynamique (acier à 14 % de chrome) ou à l'association de la recristallisation dynamique et des transformations de phase (acier à 9 % de chrome). Les conditions d'occurrence de la recristallisation dynamique sont étudiées sur ces matériaux. On montre notamment la possibilité d'une transition entre recristallisation dynamique continue et discontinue sur l'acier à 14 % de chrome en fonction des conditions de sollicitation. Il est également observé que ces sollicitations thermomécaniques sévères induisent une augmentation de la taille des oxydes nanométriques associée à une diminution de leur fraction volumique.

Mots clés : Aciers ODS, soudage par résistance en bout, recristallisation dynamique, simulation numérique, simulation physique, essais Gleeble, microstructure, gaines de combustible.

Microstructural changes under severe thermomechanical conditions: application to resistance upset welding of fuel cladding in ODS steels.

Abstract: Oxide dispersion strengthened (ODS) steels are considered as candidate materials for the development of fuel cladding for sodium-cooled fast reactors (SFR). Resistance upset welding of the cladding is studied in this work. The aim is to determine and to understand the process effects on the microstructure of ODS steels with 9% and 14% of chromium at the scales of the grains and the nanometric oxides. An approach coupling microstructural characterization of welds, numerical simulation and physical simulation of the process, using a thermomechanical simulator Gleeble 3500, is proposed. Resistance welding locally imposes severe thermomechanical conditions in terms of strain, strain rate and temperature. Refinement of the microstructure is noted and correspond to a dynamic recrystallization mechanism (14 % Cr steel) or the combination of dynamic recrystallization and phase transformations (9 % Cr steel). The conditions of occurrence of dynamic recrystallization are studied. The possibility of a transition between continuous and discontinuous dynamic recrystallization is shown for the 14 % Cr steel according to the loading conditions. Such severe thermomechanical conditions induce an increase in the size of nanoscale oxides associated with a decrease of their volume fraction.

Keywords: ODS steels, resistance upset welding, dynamic recrystallization, numerical simulation, physical simulation, Gleeble tests, microstructure, fuel cladding.

Unité de recherche

Institut de Chimie de la Matière Condensée de Bordeaux ICMCB-CNRS, UPR 9048, 87, Avenue Dr A. Schweitzer, 33608 Pessac Cedex