

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

### **1.1 Systèmes nucléaires du futur**

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

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

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

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

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

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

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

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

## 1.2 Matériaux de gainage dans un RNR-Na

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

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

### ➤ Supporter une très forte dose d'irradiation

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

### ➤ Avoir de bonnes propriétés mécaniques à haute température

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

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

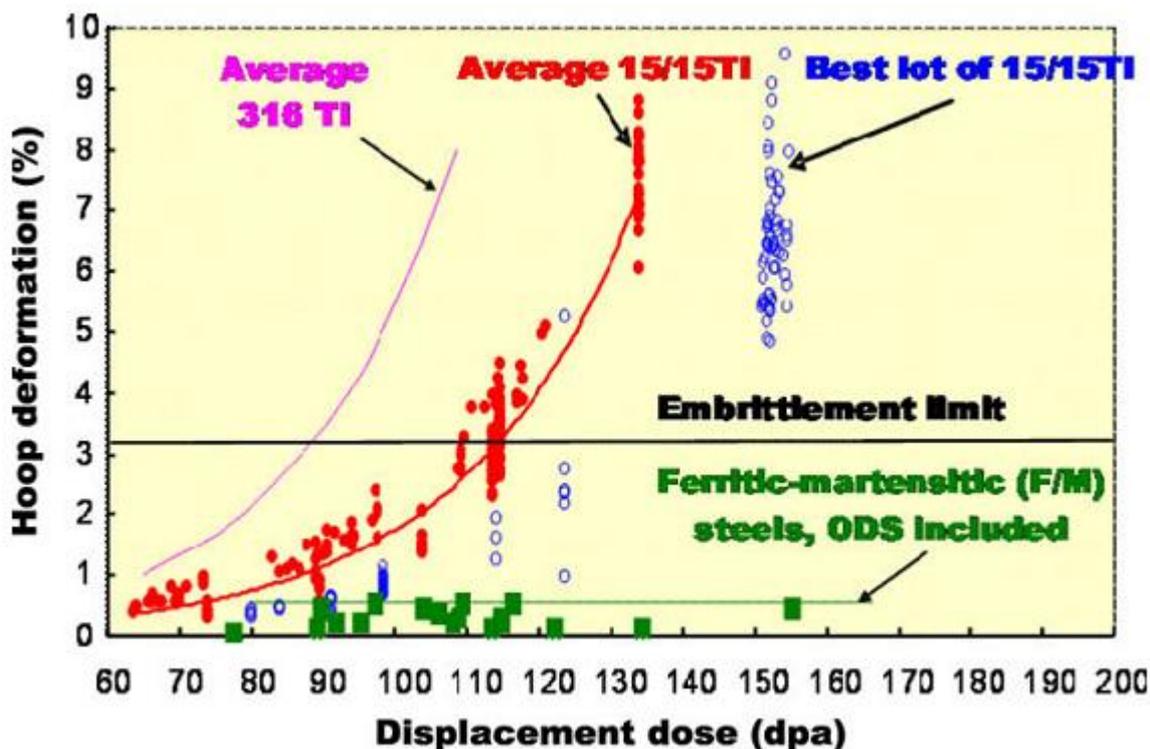


Figure I-1 : Gonflement sous irradiation de différentes nuances austénitiques (tubes de gainage Phénix), et de matériaux ferrito-martensitiques à des températures comprises entre 675 et 825K [Yvon, P. , et al. - 2009].

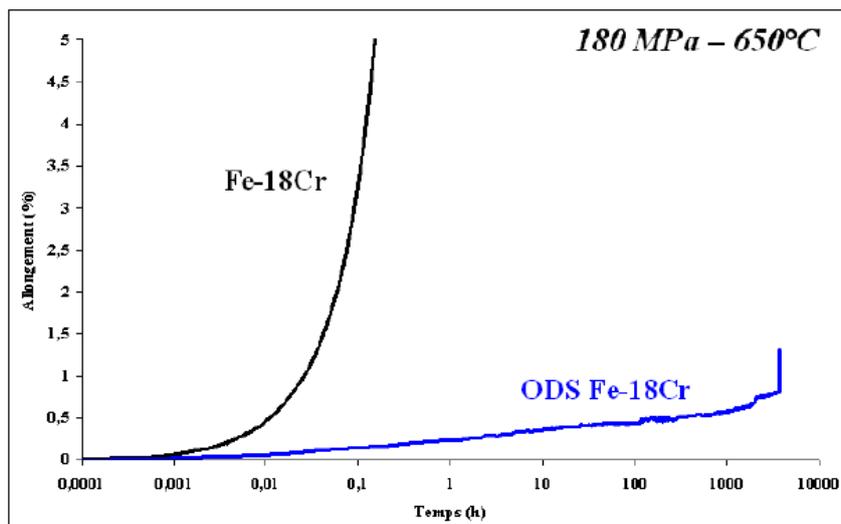


Figure I-2 : Courbe de fluage d'un alliage ferritique non renforcé comparée à celle d'un alliage ferritique Fe-18Cr ODS [Ratti, M. - 2009].

### ➤ Interaction avec l'environnement

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

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

### 1.3 Élaboration des aciers ODS

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

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

#### 1.3.1 Cobroyage

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

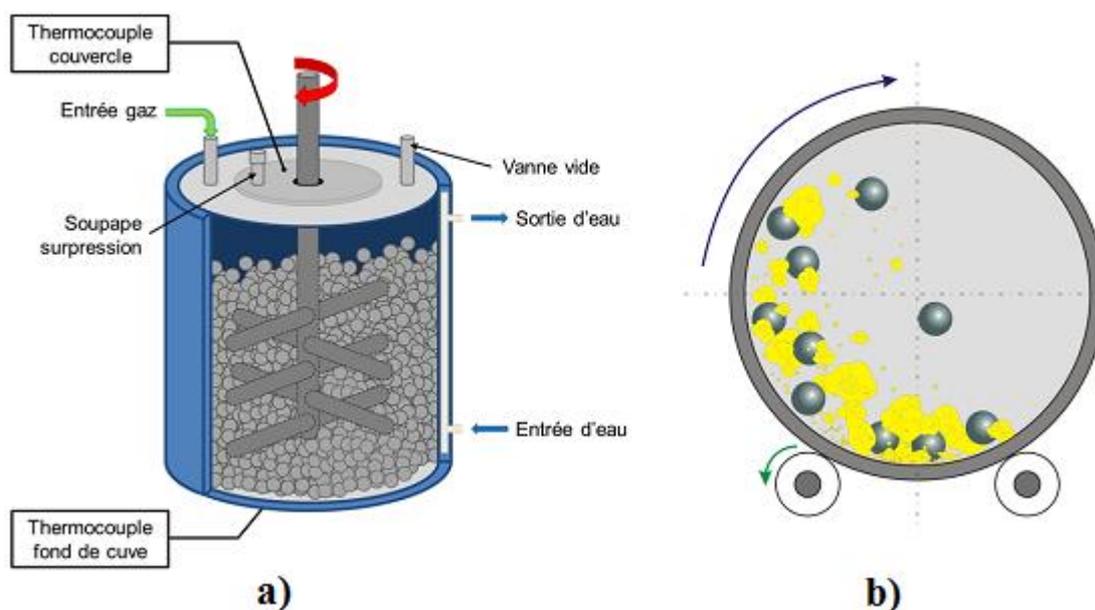


Figure I-3 : Schéma d'un broyeur : a) de type attriteur, et b) à boulets.

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

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

### 1.3.2 Consolidation

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

Pendant la consolidation des ODS, les oxydes  $Y_2O_3$  dissous durant le co-broyage précipitent sous forme d'oxydes complexes Y-Ti-O d'une façon fine et homogène dans la matrice. [Ratti, M. - 2009] a étudié la précipitation sous recuit à différentes températures dans un acier ODS Fe-18Cr-0,8Ti +0,3Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (% en masse). Il montre que la température définit la taille des nano-renforts ; elle est d'autant plus grande que la température est élevée (Figure I-4). Ces nano-renforts présentent une stabilité thermique remarquable grâce à leur forte cohérence avec la matrice. Cette cohérence existe entre les symétries cubique centrée et cubique à faces centrées, et n'est pas perdue pendant la croissance des particules sous recuit [Ribis, J., *et al.* - 2013]. La coalescence est alors très lente et la taille reste nanométrique, ce qui confère une grande stabilité à ces matériaux qui ne recristallisent qu'à des températures très élevées (1400°C) après filage à chaud [Zhong, S. Y. - 2012]. Ces nano-précipités sont aussi stables sous irradiation aux ions jusqu'à 45 dpa à 500°C [Lescoat, M. L., *et al.* - 2012].

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

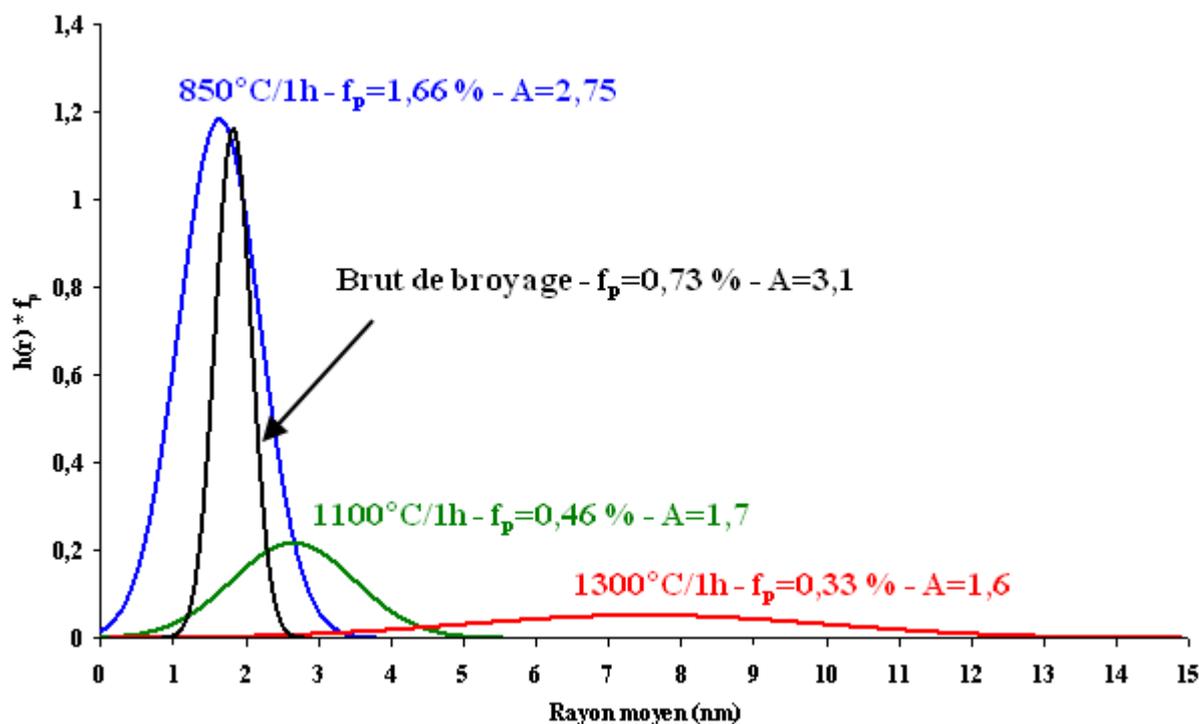


Figure I-4 : Distribution de taille des nano-particules après 48h de broyage et différents traitements thermiques de la nuance Fe-18Cr-0,8Ti-0,3Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, caractérisées par DNPA [Ratti, M. - 2009].

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

### 1.3.2.1 Compaction Isostatique à Chaud (CIC)

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

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

### 1.3.2.2 Filage à chaud

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

## 1.4 Propriétés mécaniques des nuances ferritiques

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

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

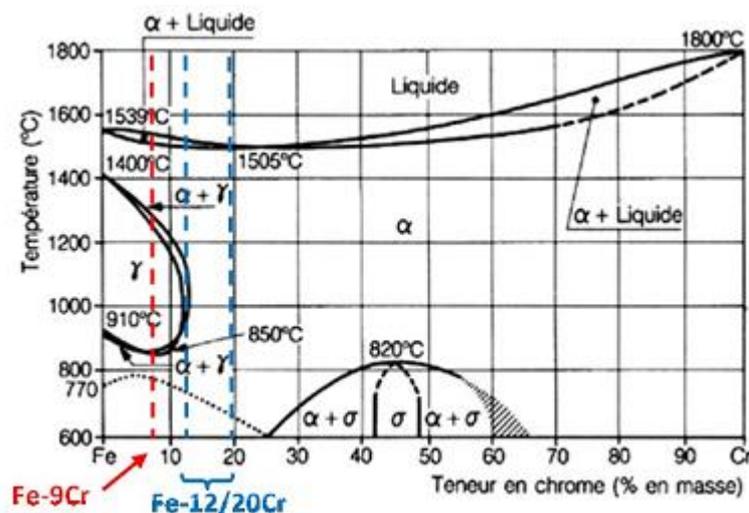


Figure I-5 : Diagramme d'équilibre binaire Fer-Chrome.

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

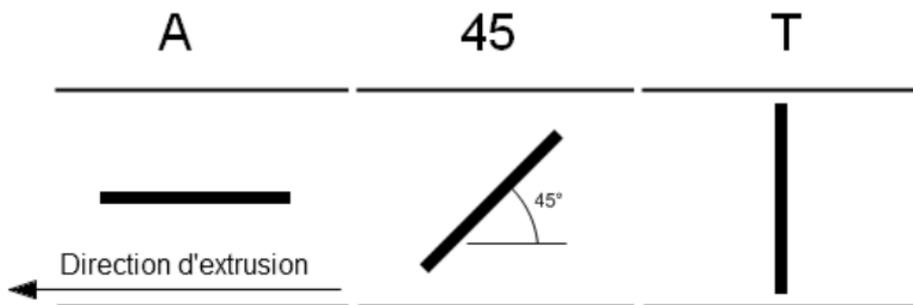


Figure I-6 : Schéma indiquant les trois directions de prélèvement des éprouvettes pour l'étude de l'anisotropie.

#### 1.4.1 Propriétés en traction

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

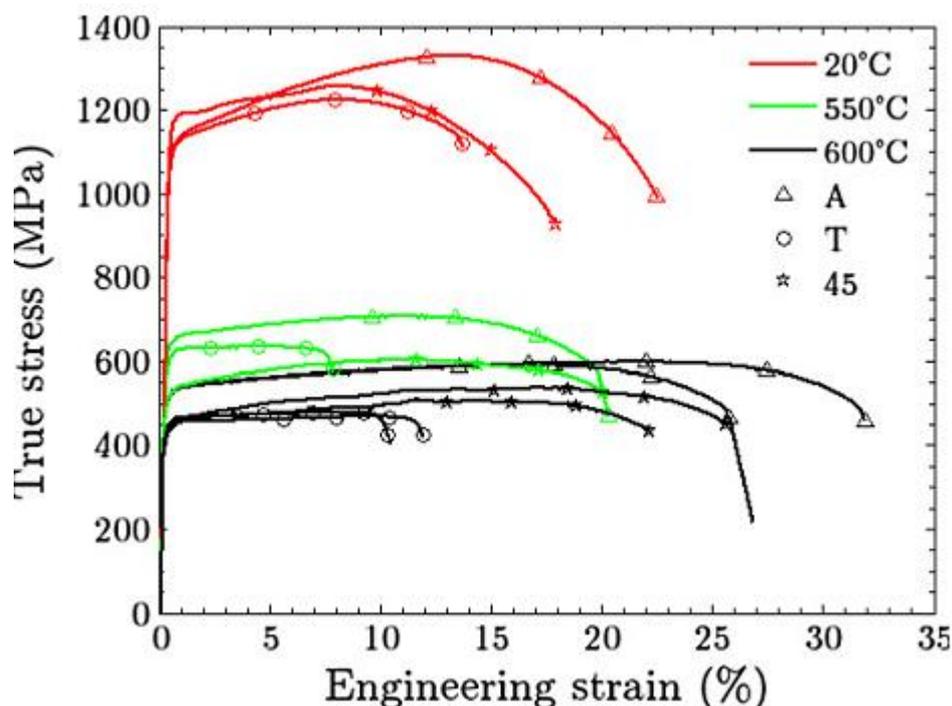


Figure I-7 : Courbes de traction d'un ODS 14Cr selon différentes directions de sollicitation : axiale (A), Transverse (T) et à 45° par rapport à l'axe de filage [Steckmeyer, A., *et al.* - 2012].

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

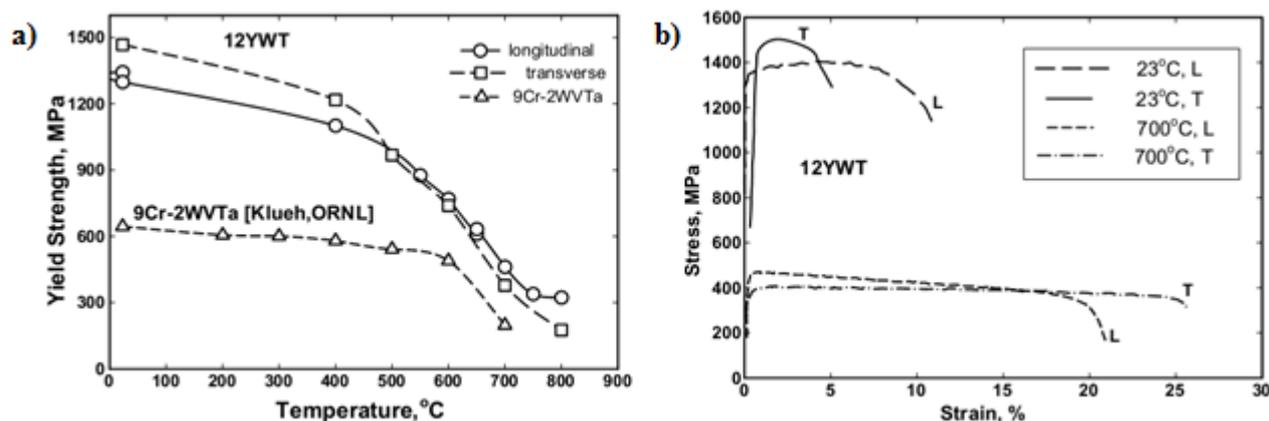


Figure I-8 : Anisotropie de comportement en traction de la nuance ODS 12YWT : a) Évolution de la limite d'élasticité en fonction de la température, et b) Courbes de traction dans les directions longitudinale et transverse. Essais réalisés à  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  [Sokolov, M. A., *et al.* - 2007].

#### 1.4.2 Propriétés en fluage

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

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

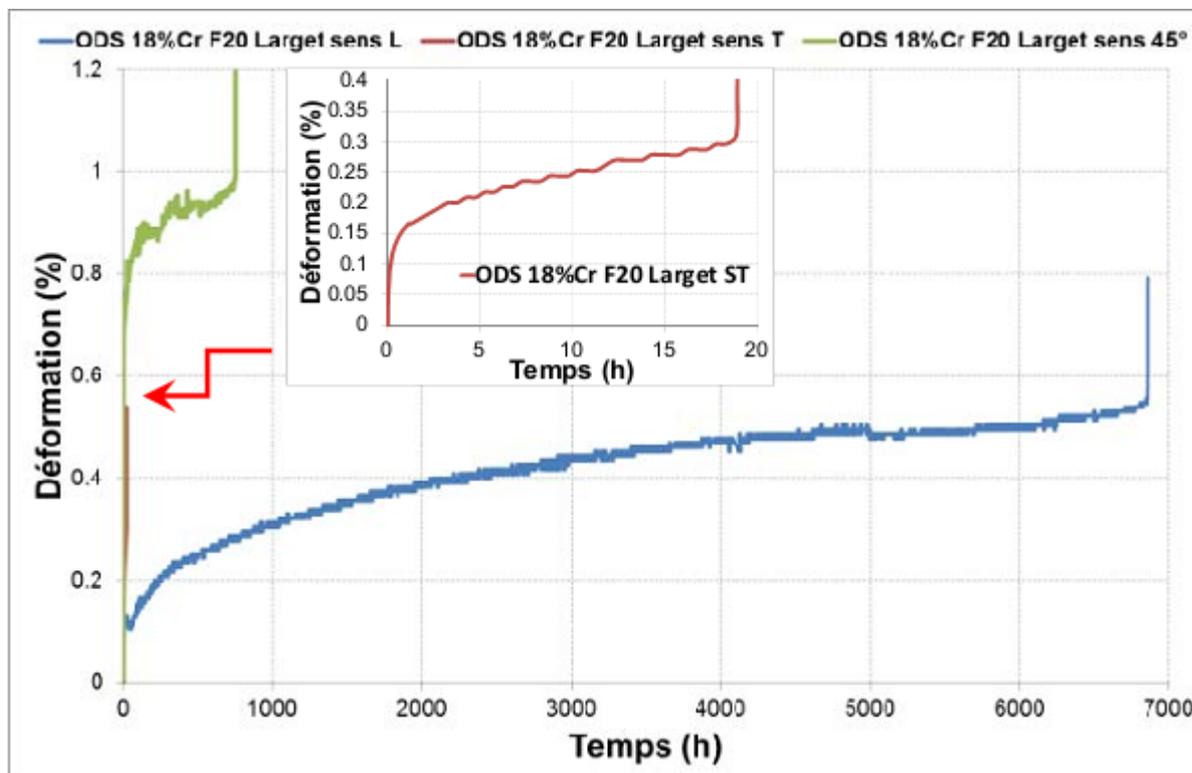


Figure I-9 : courbes de fluage d'un acier ODS à 18%Cr (éprouvettes prélevées dans trois sens SL, ST et S45° ; et sollicitées à 300 MPa / 650°C) [Ratti, M. - 2009]

### 1.4.3 Propriétés de résilience

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

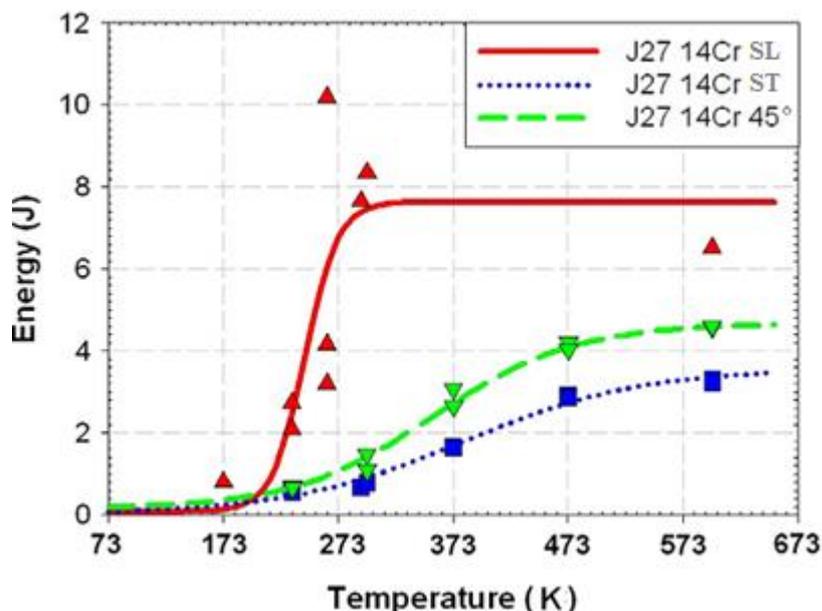


Figure I-10 : Transition ductile fragile dans une barre 14Cr sollicitée selon différentes orientations [Fournier, B., *et al.* - 2012].

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

## 1.5 Rôles des joints de grains dans les aciers ODS

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

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

### ➤ Étude de Yoshizawa, 1995

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

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

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

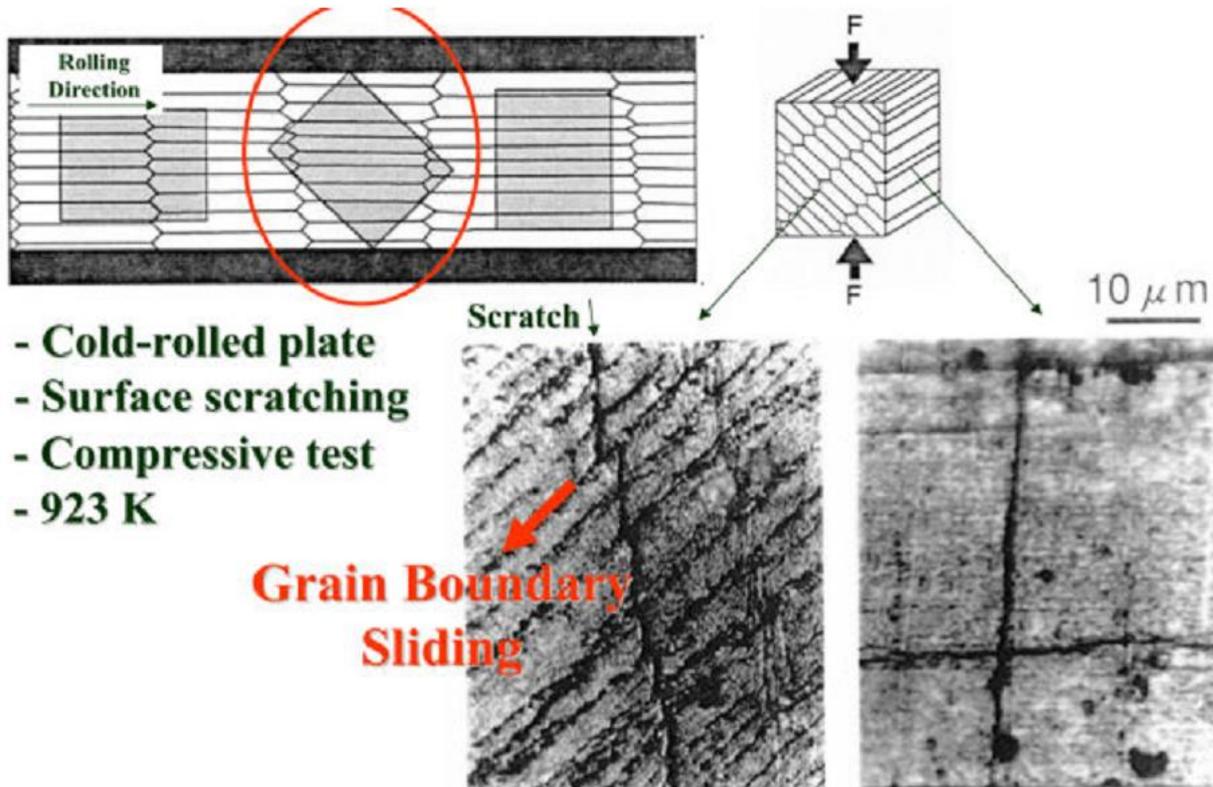


Figure I-11 : Observation du glissement aux joints de grains dans une nuance ODS 12Cr déformée en compression [Inoue, M., *et al.* - 2007].

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

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

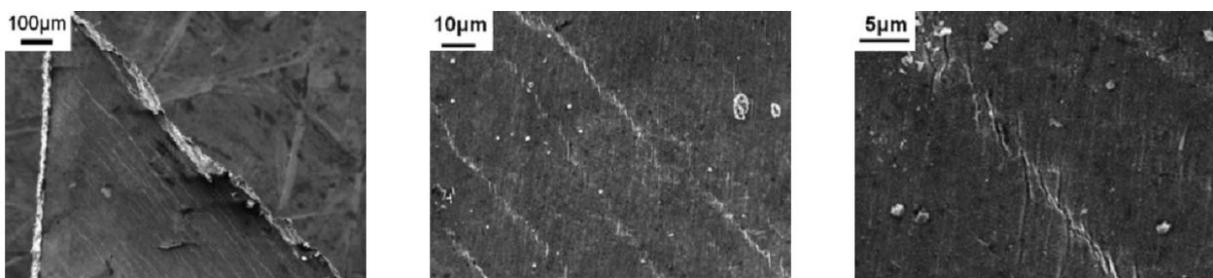


Figure I-12 : Micrographies des faciès de rupture en traction à 800°C et  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  d'une nuance ODS 15Cr recristallisée. L'éprouvette est prélevée à 45° de la direction de laminage et l'axe de traction est verticale [Sugino, Y., *et al.* - 2011].

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

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

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

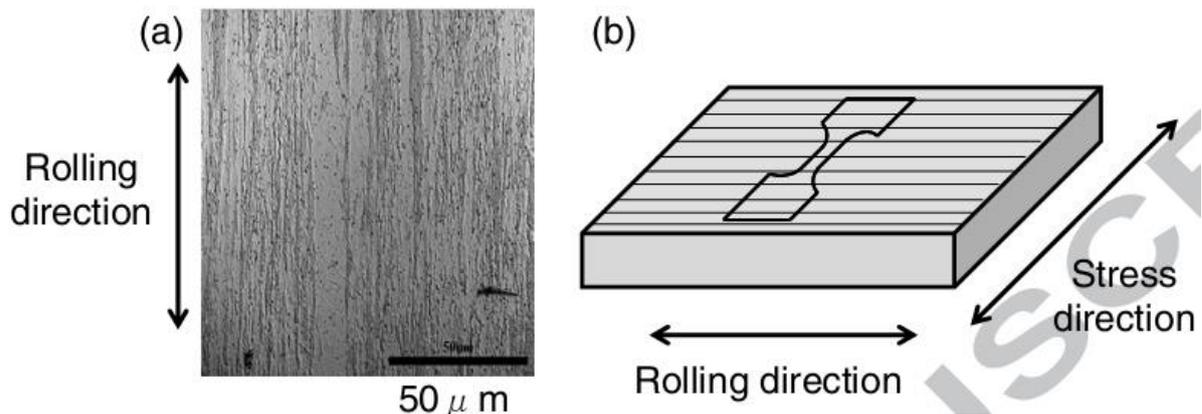


Figure I-13 : Essai de traction sur un acier ferritique ODS : (a) Microstructure de l'échantillon laminé à froid, et (b) Schéma de relation entre la direction de laminage et la direction de sollicitation [Sugino, Y., *et al.* - 2014].

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

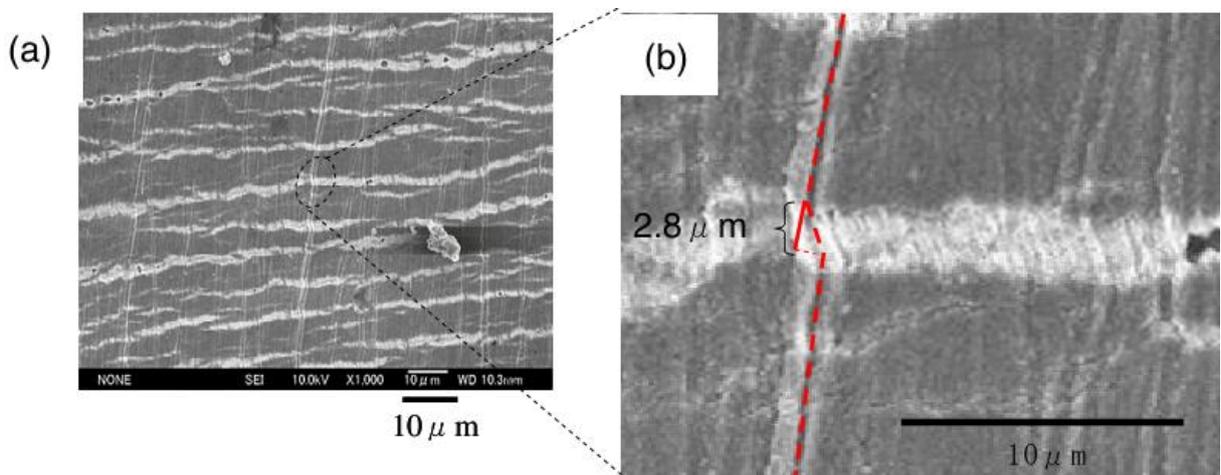


Figure I-14 : Micrographies des faciès de rupture en traction à  $800^\circ\text{C}$  et  $10^{-2}\ \text{s}^{-1}$  d'une nuance ODS 15Cr non recristallisée. La direction de laminage est horizontale et l'axe de traction est verticale [Sugino, Y., *et al.* - 2014].

### ➤ Phénomène de superplasticité

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

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

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

#### Modèle d'accommodation par diffusion

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

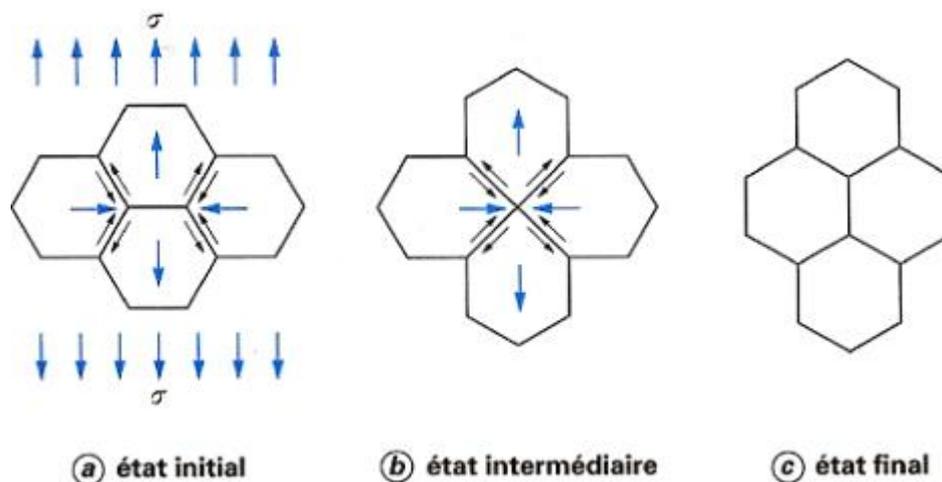


Figure I-15 : Illustration schématique de glissement aux joints accommodé par diffusion [Blandin, J.J., *et al.* - 1996].

#### Modèle d'accommodation par mouvement de dislocations

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

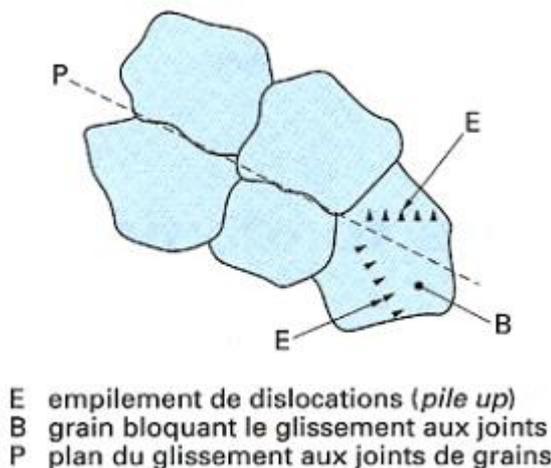


Figure I-16 : Illustration schématique de glissement aux joints accommodé par déformation plastique avec mouvement de dislocations [Blandin, J.J., *et al.* - 1996].

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

## 1.6 Endommagement à haute température des aciers ODS

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

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

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

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

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

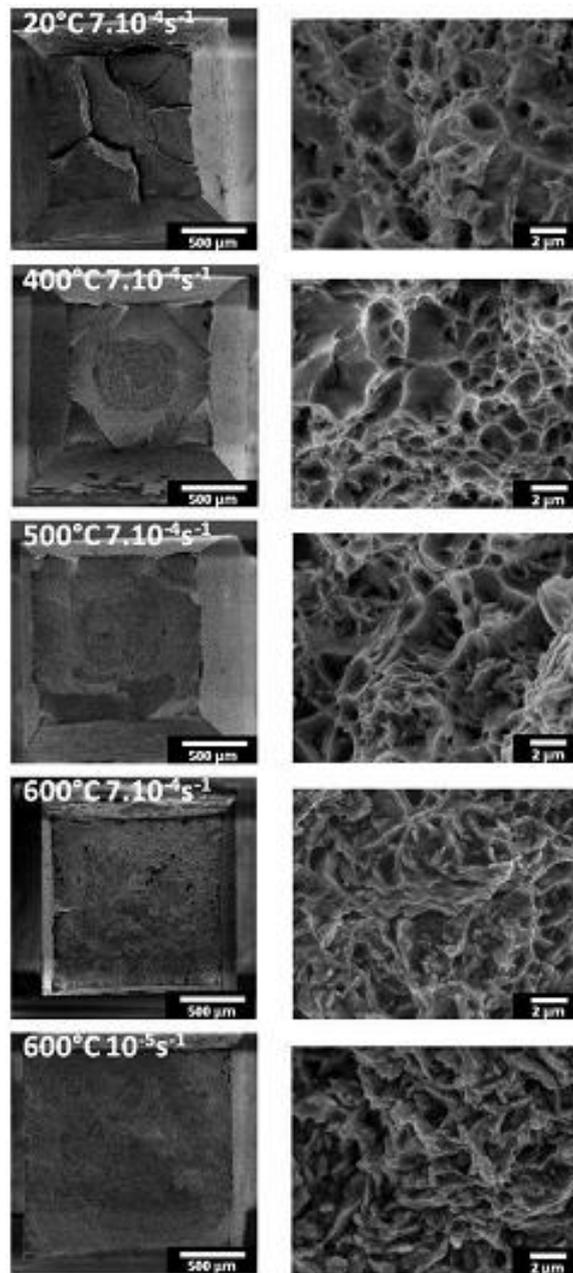


Figure I-17 : Faciès de rupture des éprouvettes de la nuance ODS 14Cr (J05) testés en traction à différentes températures et vitesses de déformation [Praud, M. - 2012].

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

### 1.7 Effet d'une seconde phase

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

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

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

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

$F_v$  : fraction volumique des précipités,

$r$  : rayon moyen des précipités (m).

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

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

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

#### ➤ Cisaillement des précipités

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

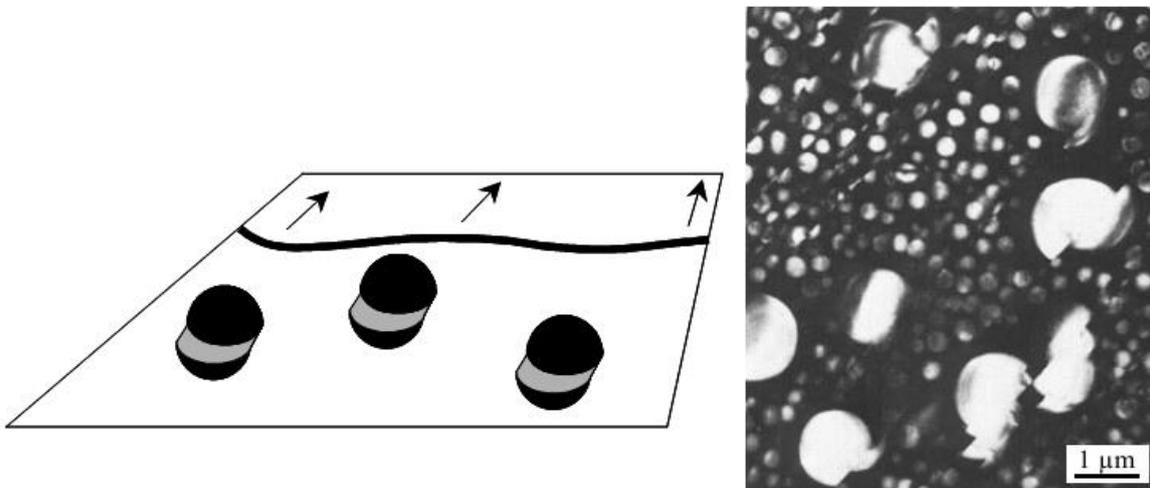
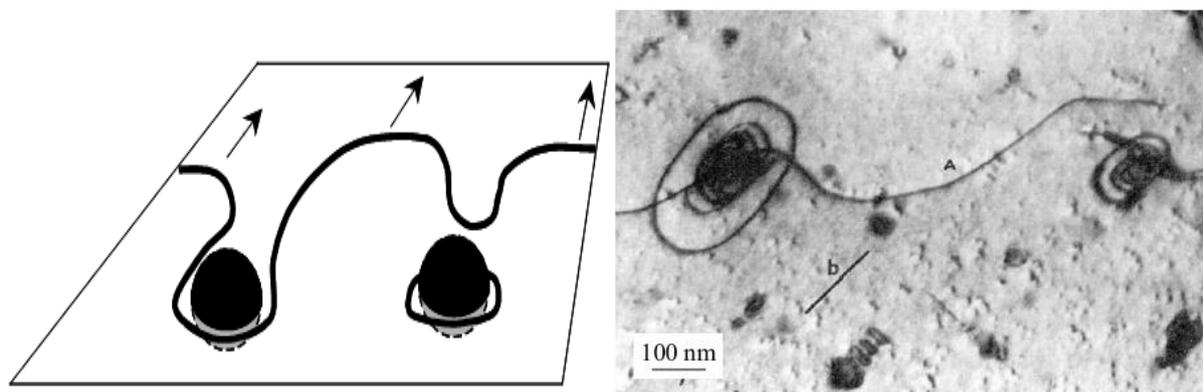


Figure I-18 : Cisaillement des précipités par les dislocations : Schéma du mécanisme (à gauche), et observation, par microscopie électronique en transmission, de précipités cisailés dans un superalliage à base nickel (à droite) [François, D., *et al.* - 1995].

#### ➤ Contournement des précipités

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



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

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

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

Par ailleurs, la présence des précipités sur les joints de grains peut favoriser la recristallisation dynamique dite continue (§ 1.10.3). En effet, [Adachi, H., *et al.* - 2005] montrent que l'augmentation de la quantité des précipités de type  $\text{Al}_3\text{Zr}$ , présents sur les joints de grains dans un alliage Al-Zn-Mg, élargit le domaine de l'existence de la recristallisation dynamique continue pendant le filage en empêchant le mouvement des joints de grains. Des joints de grains peu mobiles permettent aux sous-structures de se développer plus aisément à l'intérieur des grains.

## 1.8 Texture des structures BCC

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

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

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

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

### 1.8.1 Texture de filage

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

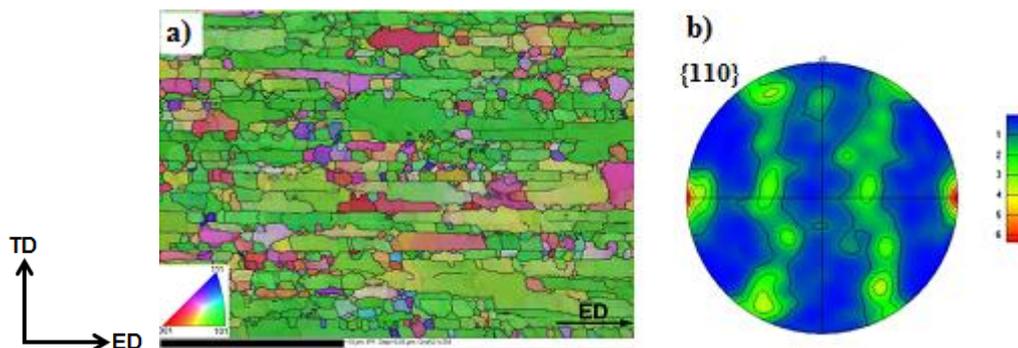


Figure I-20 : Microstructure d'un ODS Fe-14Cr-1W-0.4Ti-0.3Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> filé à 1100°C: a) Cartographie d'orientations cristallines, et b) Figure de pôles  $\{110\}$  correspondante [Garcia-Junceda, A., *et al.* - 2012].

### 1.8.2 Texture de torsion

Baczynski et Jonas [Baczynski, J., *et al.* - 1996] ont étudié la recristallisation dynamique d'alliages cubiques centrés (fer  $\alpha$  et deux aciers IF) déformés à chaud par torsion (cisaillement). Les principales orientations idéales issues d'essais de torsion sont données dans le Tableau I-1 en termes de plan de cisaillement et de direction de cisaillement et aussi en termes d'angles d'Euler ( $\varphi_1$  ;  $\Phi$  ;  $\varphi_2$ ) (selon la convention de Bunge). La figure de pôles  $\{110\}$  représentant ces orientations idéales est donnée en Figure I-21. Ces orientations se situent sur deux fibres : la fibre  $\{110\} \langle uvw \rangle$  qui correspond à la direction  $\langle 110 \rangle$  parallèle à l'axe z, et la fibre  $\{hkl\} \langle 111 \rangle$  qui correspond à la direction  $\langle 111 \rangle$  parallèle à l'axe  $\theta$ .

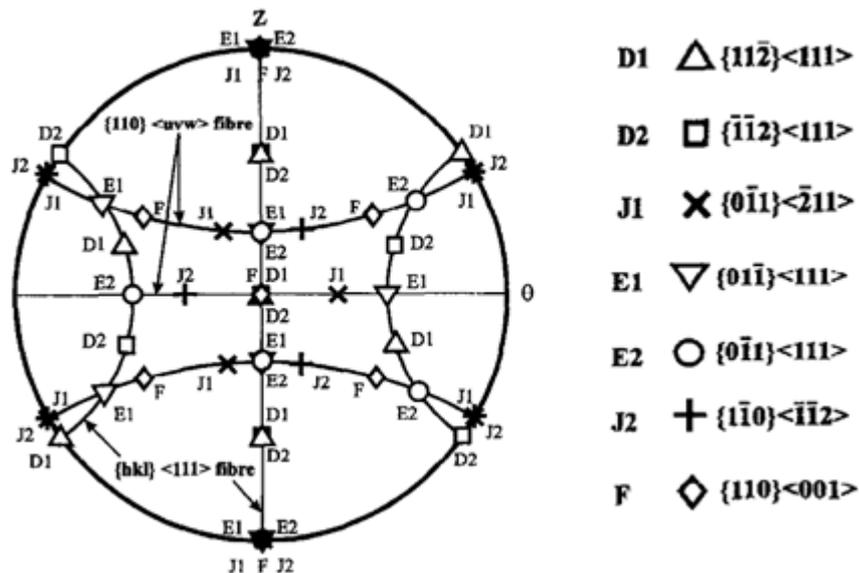
Pour conserver la symétrie de l'essai de torsion (symétrie monoclinique), certaines orientations idéales comme E1/E2 et J1/J2 doivent apparaître par paires. Elles sont appelées symétriques d'ordre deux. Les orientations D1, D2 et F sont, quant à elles, déjà symétriques par rapport à l'axe radial (le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

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

Orientation	Plan de cisaillement $r\Theta$	direction de cisaillement $\theta$	$\phi_1$	$\Phi$	$\phi_2$
D1	$\{11\bar{2}\}$	$\langle 111 \rangle$	125.3	45.0	0.0
D2	$\{\bar{1}\bar{1}2\}$	$\langle 111 \rangle$	54.7	45.0	0.0
E1	$\{01\bar{1}\}$	$\langle 111 \rangle$	39.2	65.9	26.6
E2	$\{0\bar{1}1\}$	$\langle 111 \rangle$	90.0	35.3	45.0
F	$\{110\}$	$\langle 001 \rangle$	180.0	45.0	0.0
J1	$\{0\bar{1}1\}$	$\langle \bar{2}11 \rangle$	30.0	54.7	45.0
J2	$\{1\bar{1}0\}$	$\langle \bar{1}\bar{1}2 \rangle$	90.0	54.7	45.0

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

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


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

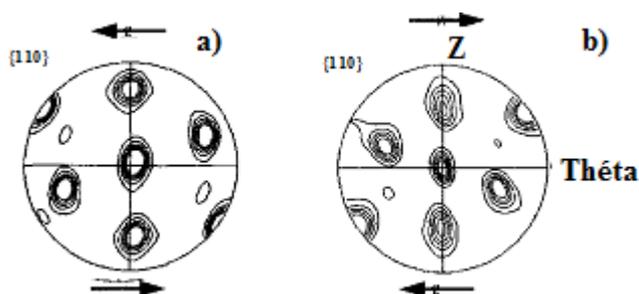


Figure I-22 : Figure de pôles {110} d'un acier 11CrTi après déformation en torsion à 900°C et  $1 \text{ s}^{-1}$ ,  $\bar{\epsilon} = 20$  : a) la composante D2, et b) la composante D1. Les flèches indiquent le sens du cisaillement [Oliveira, Tarcisio R., *et al.* - 2005].

### 1.8.3 Texture de compression

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

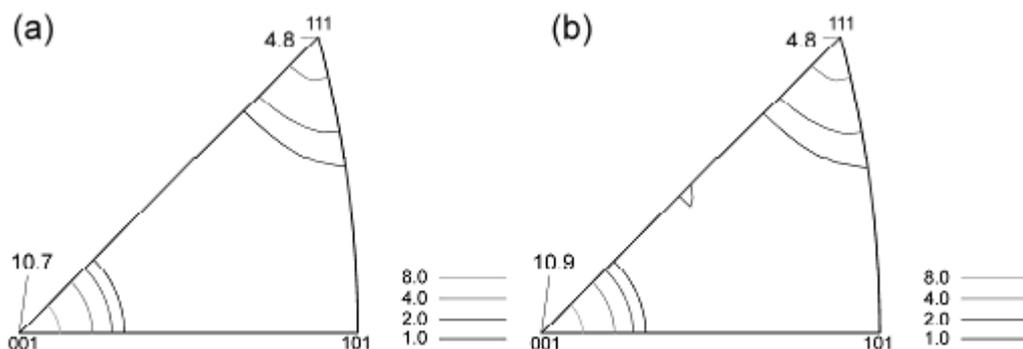


Figure I-23 : Figures de pôles inverses correspondant à l'axe de compression, a) Fe-3%Si comprimé à 1093K et  $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  à une déformation égale à -0.96. b) Acier AISI430 comprimé à 1093K et  $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  à une déformation égale à -0.98. Selon [Onuki, Y,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

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

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

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

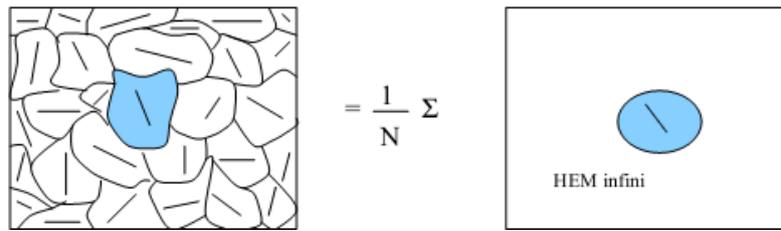


Figure I-24 : Schéma de la représentation du polycristal dans le modèle VPSC.

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

## 1.10 Évolution de la microstructure lors de la déformation à chaud

### 1.10.1 Introduction

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

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

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

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

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

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

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

### 1.10.2 Restauration dynamique

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

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

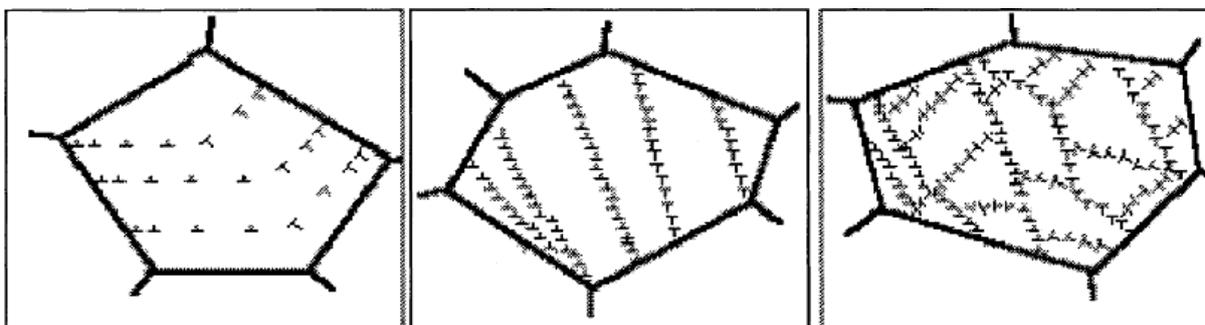


Figure I-25 : Schéma de formation des sous-grains par restauration dynamique avec l'augmentation de la déformation (de gauche à droite) [Gao, F., *et al.* - 2000].

### 1.10.3 Recristallisation dynamique continue (RDC)

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

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

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

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

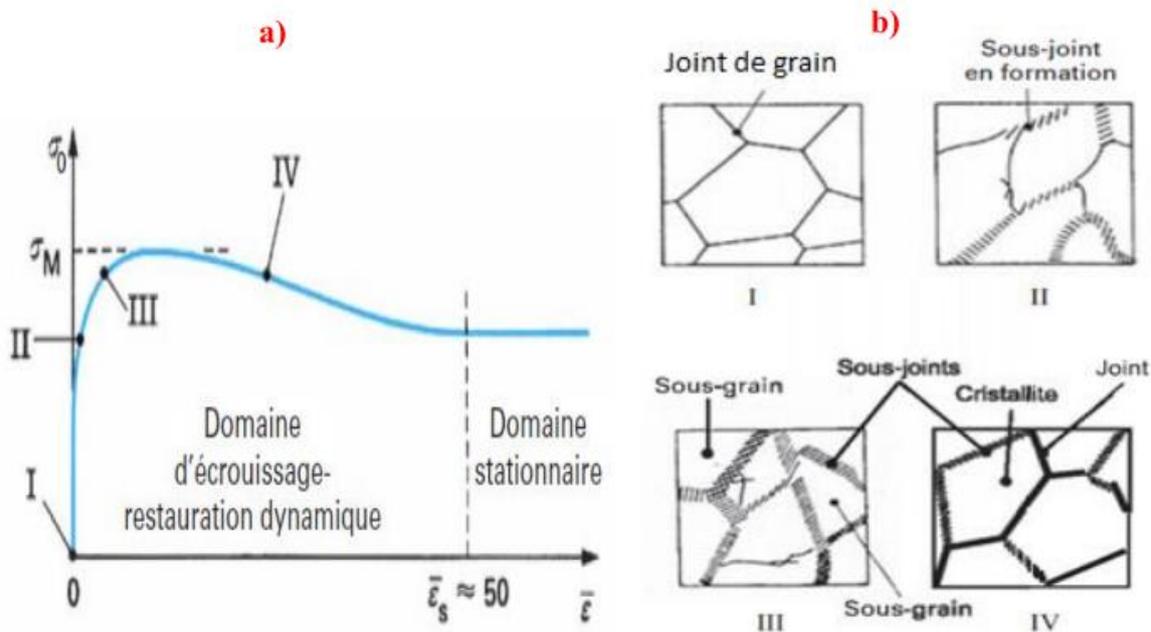


Figure I-26 : Représentation schématique des variations subies au cours de la RDC - a) courbes contrainte-déformation, b) modifications structurales [Montheillet, F. - 2009].

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

#### 1.10.4 Recristallisation dynamique discontinue (RDD)

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

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

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

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

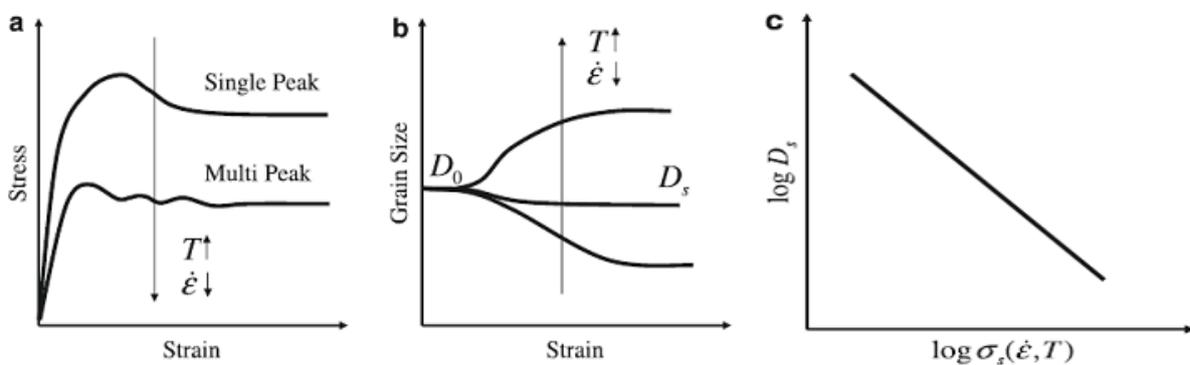


Figure I-27 : Illustration des observations expérimentales liées à la RDD : a) courbes contrainte-déformation montrant le passage d'un seul pic à plusieurs en fonction de  $Z$ , b) évolution de la taille initiale des grains  $D_0$  à la taille stationnaire  $D_s$  en fonction de  $Z$ , c) relation entre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

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

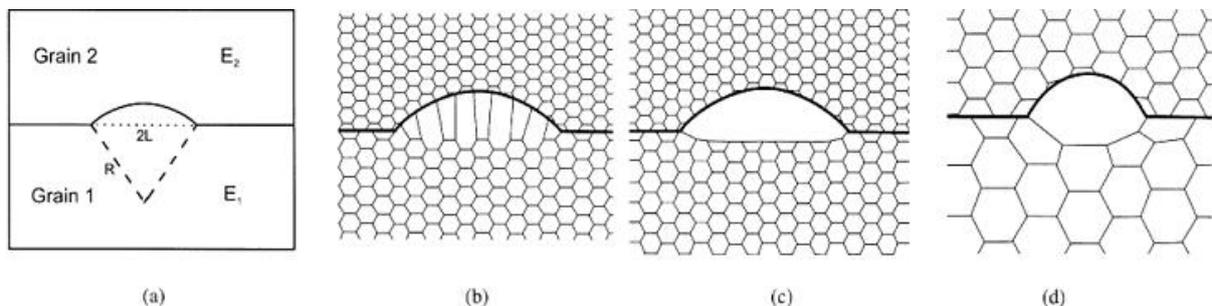


Figure I-28 : Schéma du mécanisme de SIBM : a) gonflement du joint de grains séparant un grain de faible énergie ( $E_1$ ) d'un grain d'énergie plus grande ( $E_2$ ), b) entraînement des structures de dislocations par le joint de grains mobile, c) joint de grains libéré des structures de dislocations,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

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

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

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

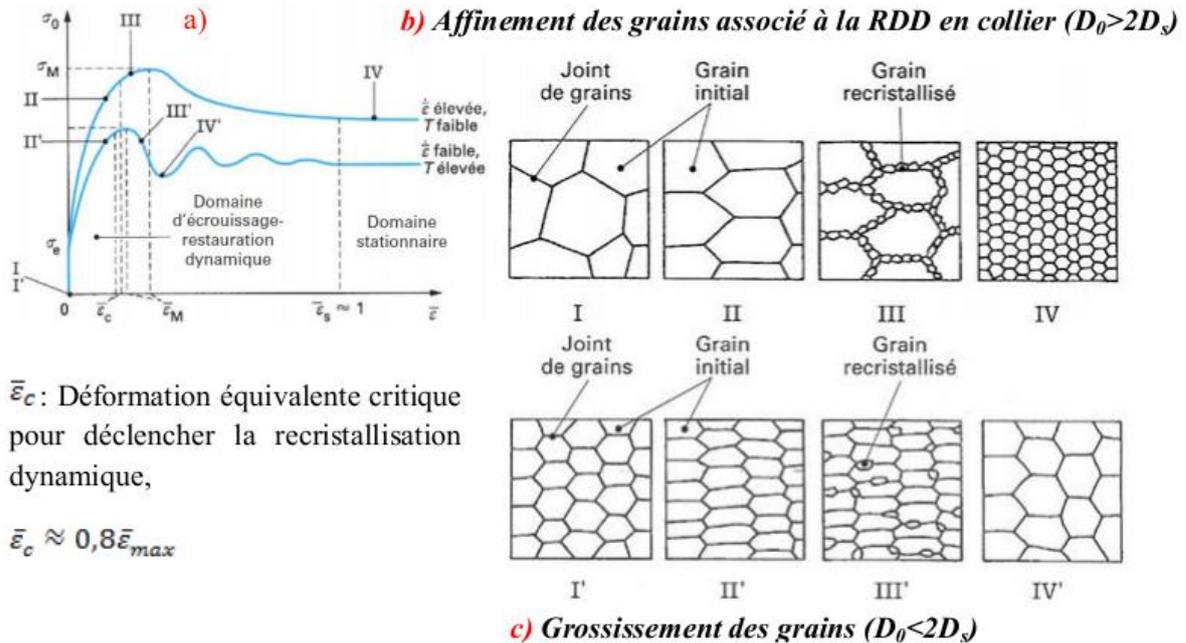


Figure I-29 : Représentation schématique des variations subies au cours de la RDD - a) courbes contrainte-déformation, b-c) modifications structurales [Montheillet, F. - 2009].

### 1.10.5 Recristallisation dynamique géométrique (RDG)

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

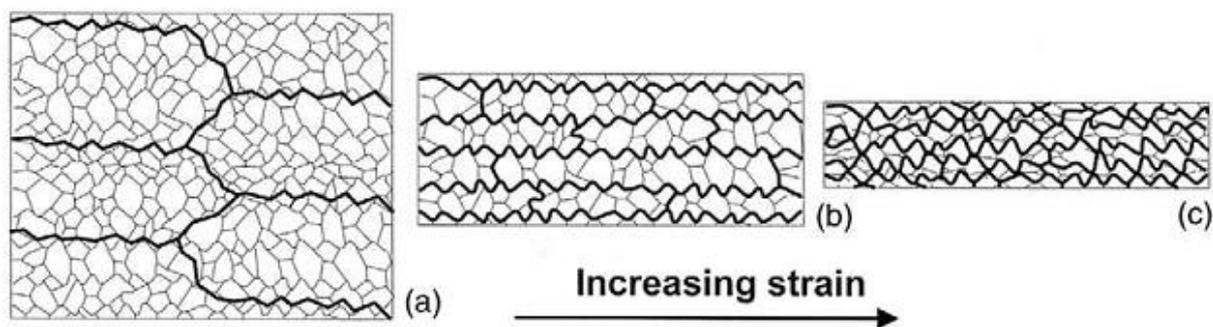


Figure I-30 : Représentation schématique du mécanisme de recristallisation dynamique géométrique [Humphreys, F.J., *et al.* - 2004].

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

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

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

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

## 1.11 Critères de distinction entre la RDD, RDC, RDG

### 1.11.1 Énergie de défaut d'empilement (SFE)

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

### 1.11.2 Allure des courbes contrainte-déformation

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

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

### 1.11.3 Évolution de la désorientation des parois

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

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

### 1.11.4 Texture de déformation

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

## 1.12 Transition RDC/RDD

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

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

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

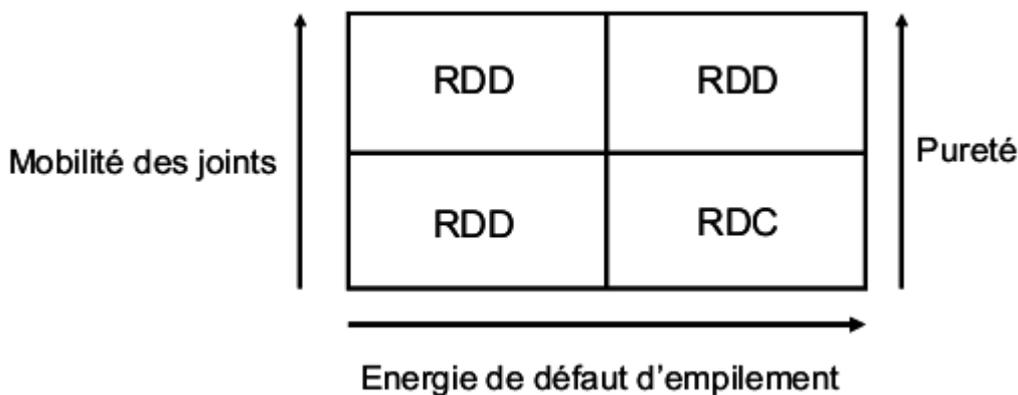


Figure I-31 : Domaines d'apparition de la recristallisation dynamique discontinue et de la recristallisation dynamique continue [Tanaka, K., *et al.* - 1999].

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

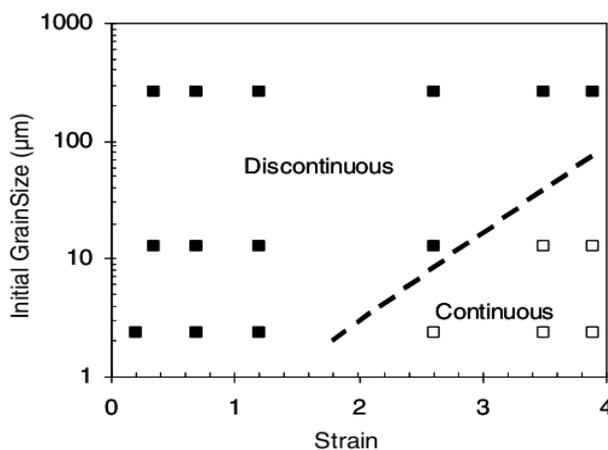


Figure I-32 : Effet de la taille initiale de grains et de la déformation sur la transition RDD/RDC dans l'alliage AA8006 [Jazaeri, H., *et al.* - 2004].

### 1.13 Cas des aciers ferritiques

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

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

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

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

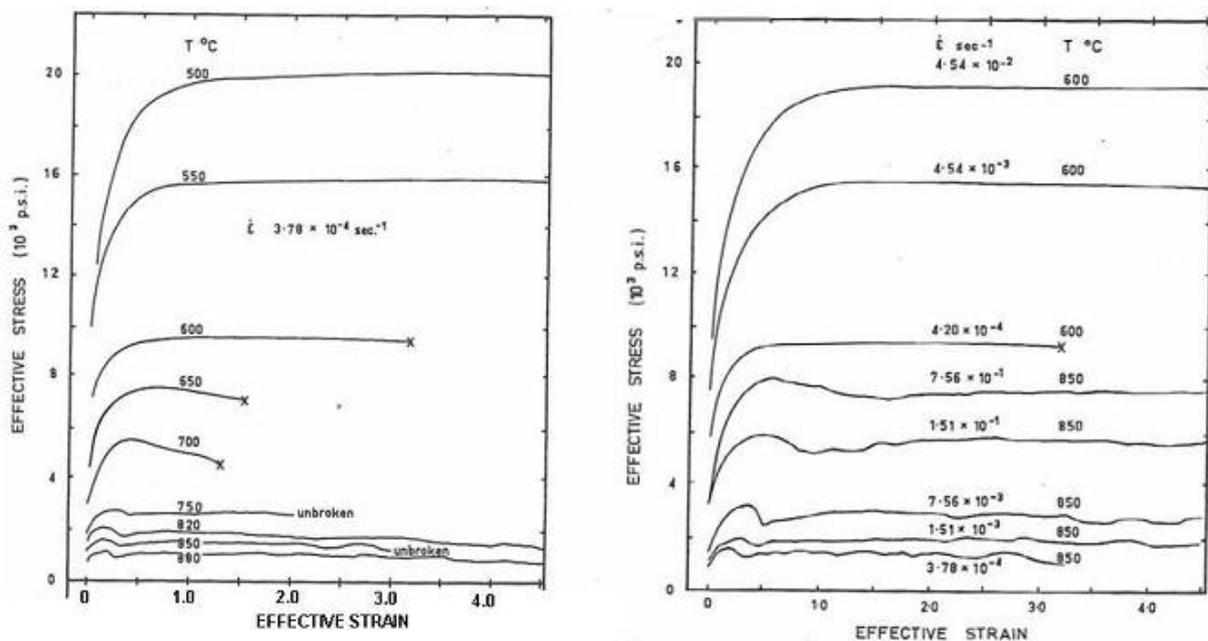


Figure I-33 : Courbes contrainte-déformation du fer  $\alpha$  déformé en torsion dans différentes conditions [Glover G., *et al.* - 1973].

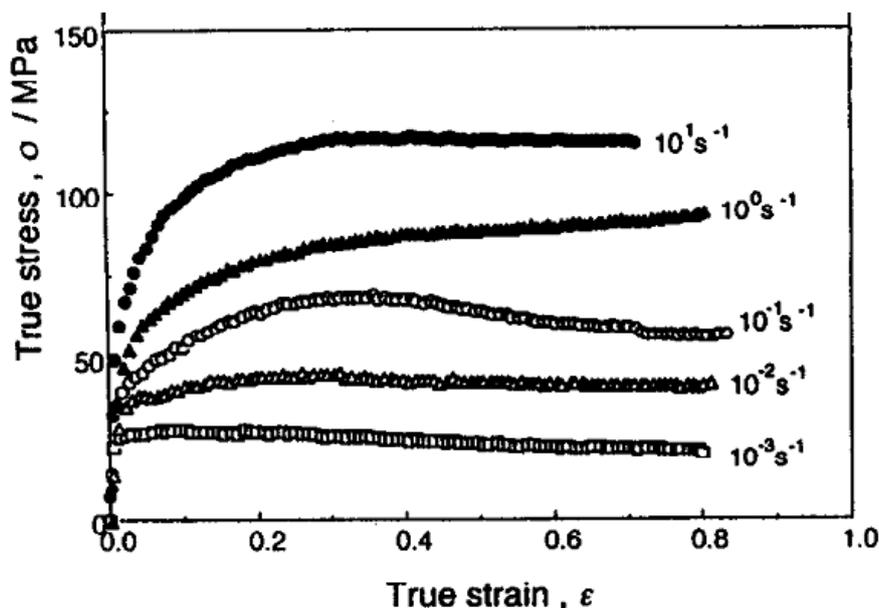


Figure I-34 : Courbes contrainte-déformation d'un acier IF comprimé à 850°C à différentes vitesses de déformation [Tsuiji, N., *et al.* - 1997].

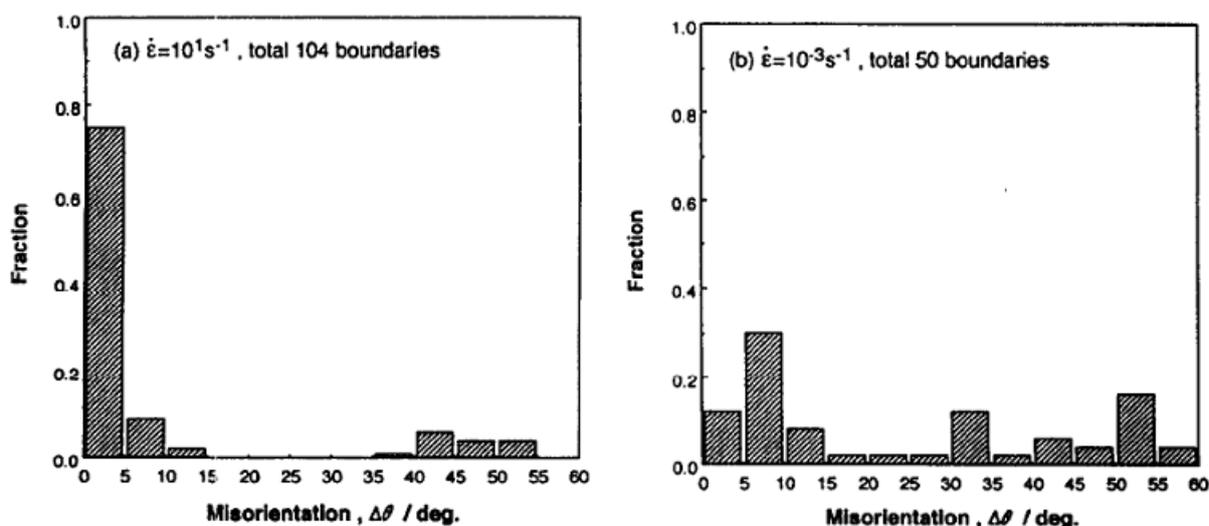


Figure I-35 : Distribution des angles de désorientation pour deux échantillons déformés à une température de 850°C jusqu'à une déformation de 0.8 pour une vitesse de  $10 \text{ s}^{-1}$  (à gauche), et  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  (à droite) [Tsuiji, N., *et al.* - 1997].

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

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

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

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

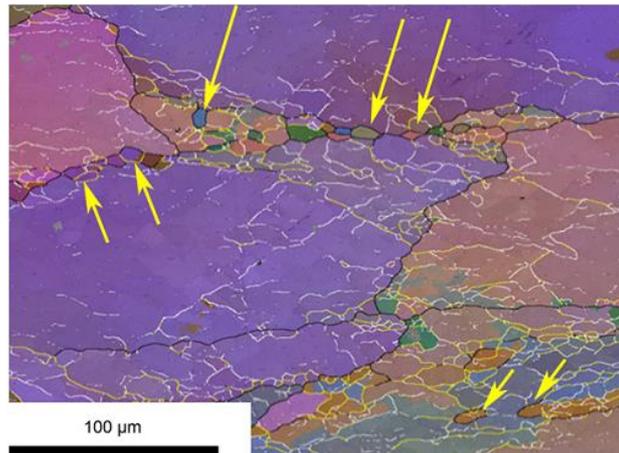


Figure I-36 : Microstructure d'un acier 21% Cr déformé à 1000°C et  $1 \text{ s}^{-1}$  à  $\epsilon=0.6$ . Les traits blancs et jaunes présentent les sous-joints de désorientations entre 2-5° et 5-15°, respectivement. Les traits noirs ( $>15^\circ$ ) représentent les joints de grains. Les flèches jaunes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

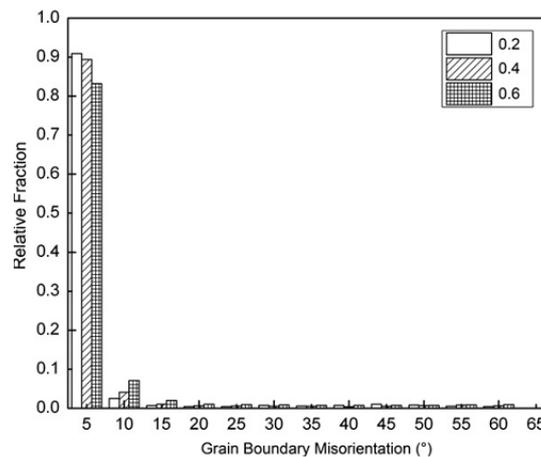


Figure I-37 : Augmentation de désorientations avec la déformation [Mehtonen, S. V., *et al.* - 2013].

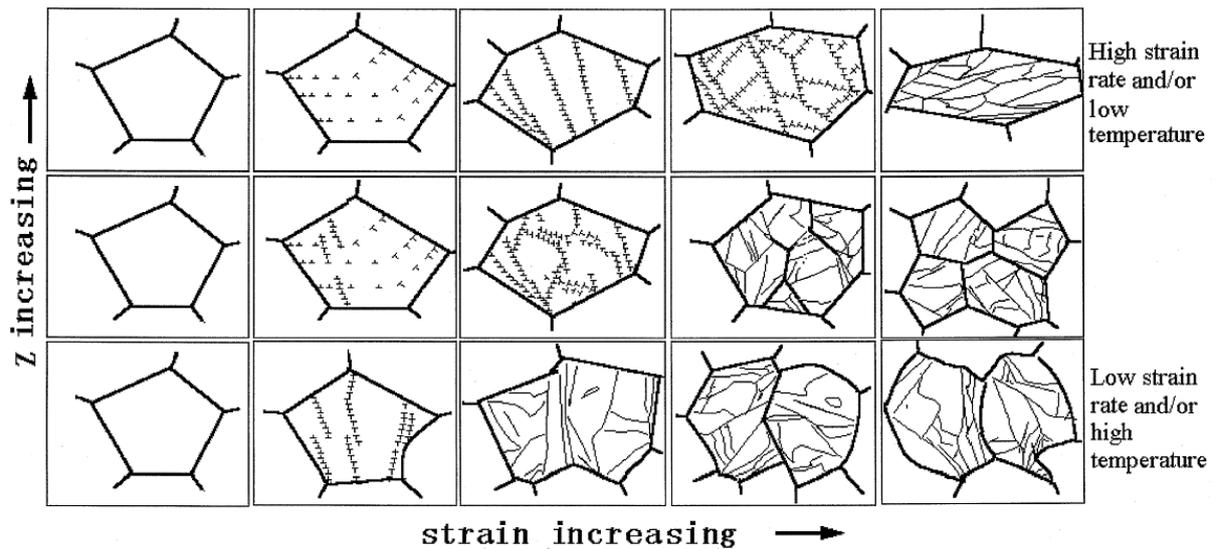


Figure I-38 : Schéma de la formation des sous-joints par restauration et l'apparition des nouveaux joints par recristallisation dynamique avec la déformation à différentes valeurs de Z [Gao, F., *et al.* - 2000].

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

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

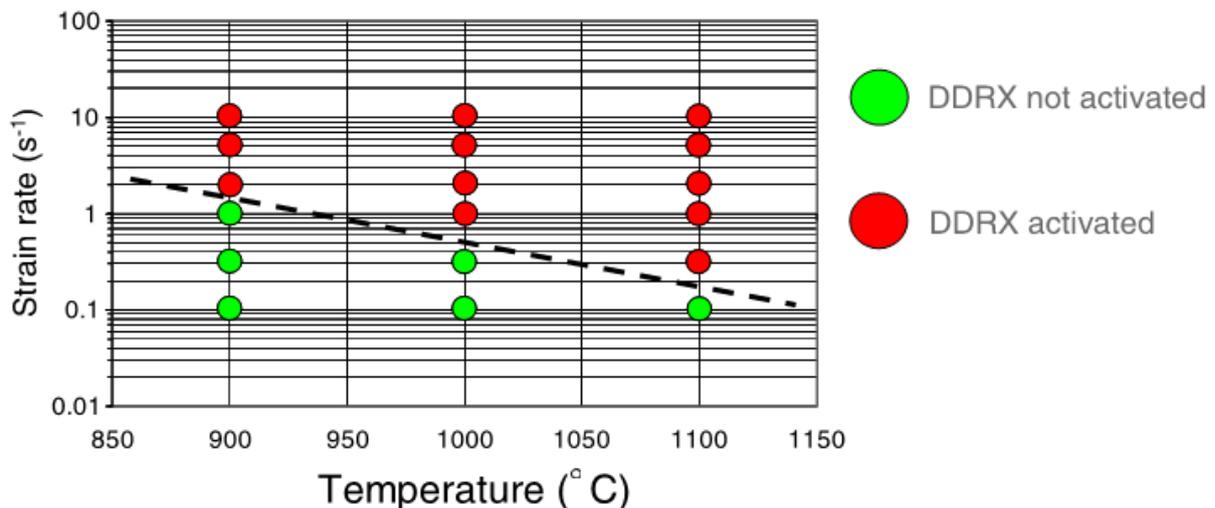


Figure I-39 : Domaines d'activation de la RDD dans un acier Fe-8%Al [Castan, C., *et al.* - 2013].

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

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

### 1.14 Évolution de la microstructure après déformation

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

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

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

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

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

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

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

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

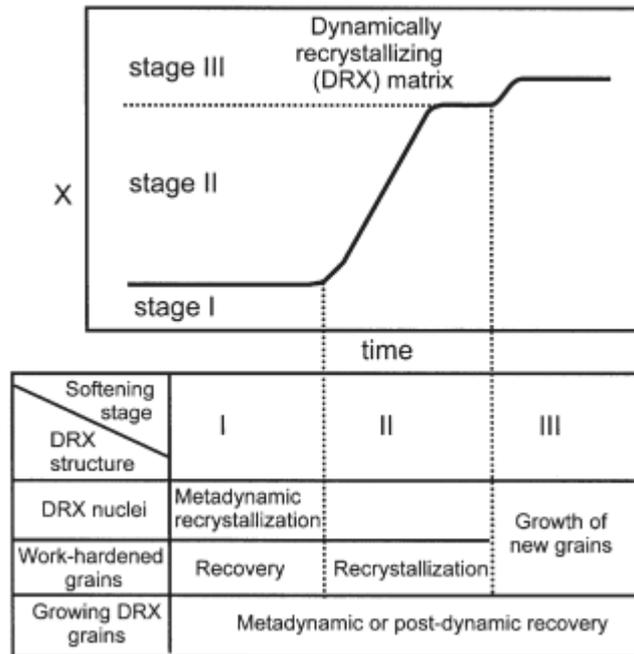


Figure I-40 : Différents étapes d'adoucissement et leurs mécanismes de restauration sous-jacents après déformation à chaud [Humphreys, F.J., *et al.* - 2004].

### 1.15 Bilan

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

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

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