

Chapitre 3. ANALYSE DE LA MICROSTRUCTURE DE DÉFORMATION

3.1 Microstructure de torsion

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

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

3.1.1 Caractérisation des nuances ODS

3.1.1.1 Cartographies d'orientations cristallines

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

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

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

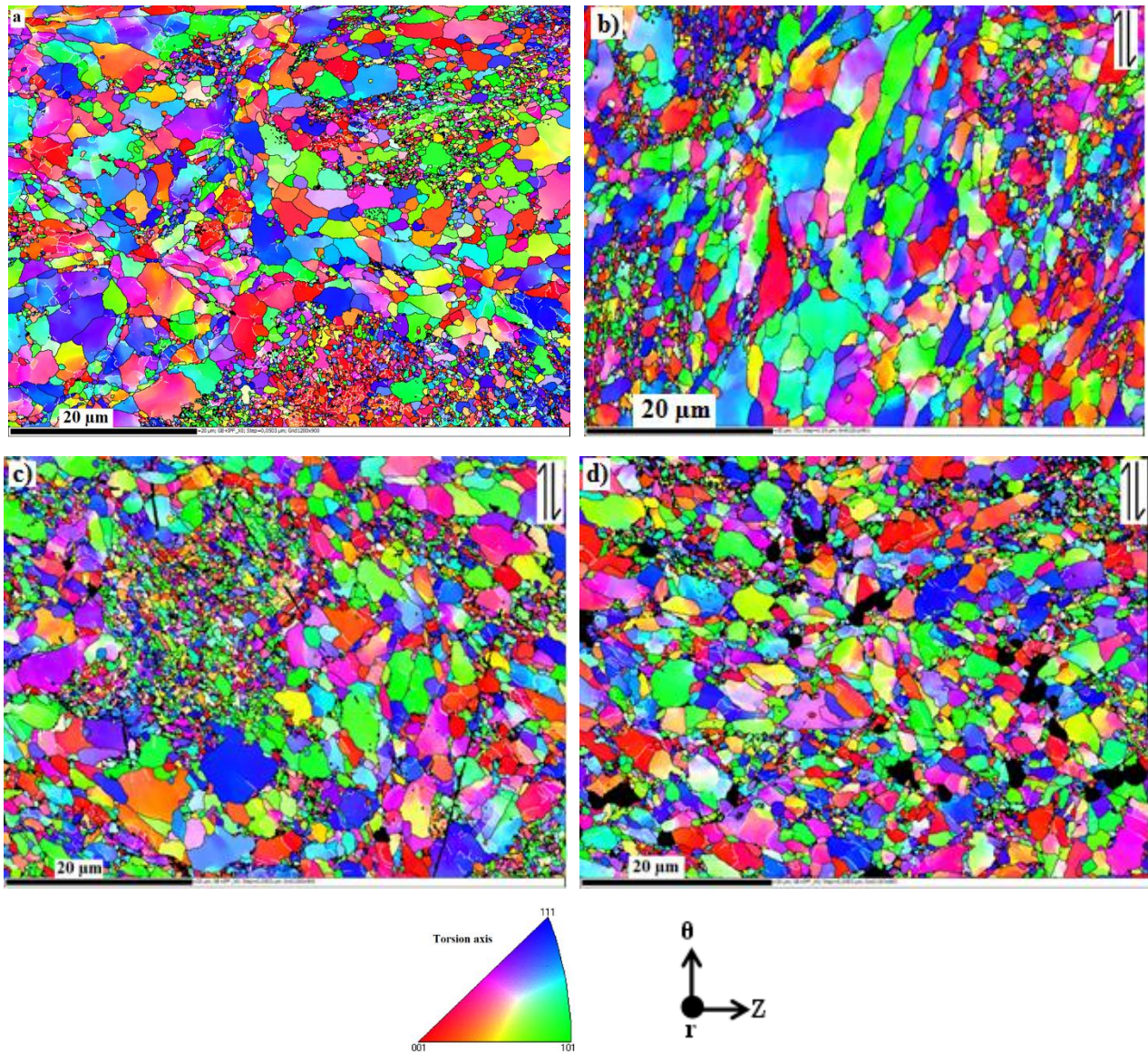


Figure III-23 : Microstructure de la nuance ODS fortement renforcée : a) avant déformation, et après déformation en torsion, à 0.05 s^{-1} , à deux températures : b) 1000°C jusqu'à rupture ($\bar{\epsilon} = 0.7$), c) 1200°C jusqu'à $\bar{\epsilon} = 0.4$, et d) 1200°C jusqu'à rupture ($\bar{\epsilon}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

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

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

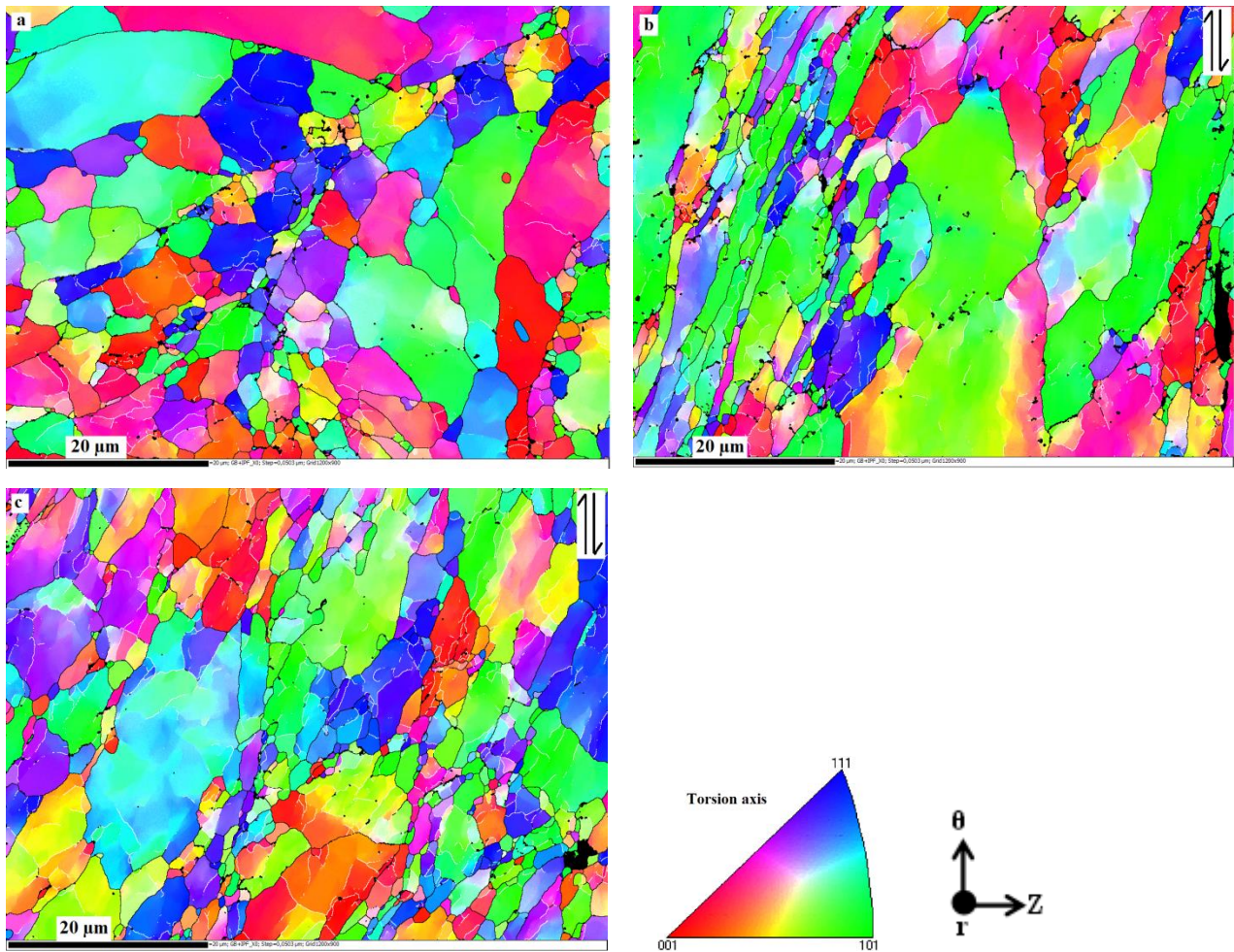
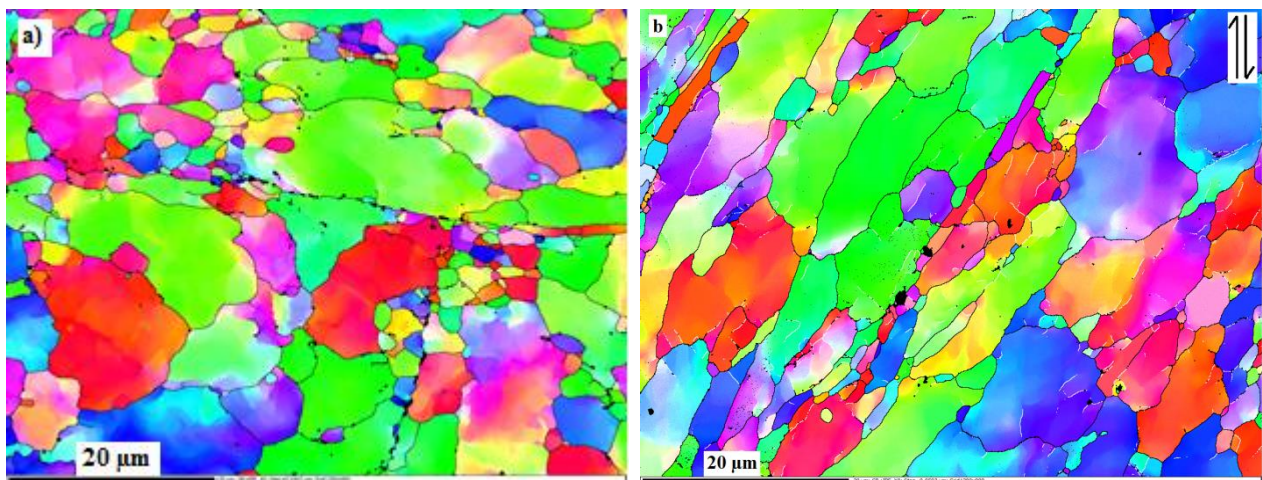


Figure III-24 : Microstructure de la nuance ODS de référence : a) avant déformation, et après déformation en torsion, à 0.05 s^{-1} , jusqu'à rupture à deux températures : b) 1000°C ($\bar{\epsilon} = 0.98$), et c) 1200°C ($\bar{\epsilon} = 1$).

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



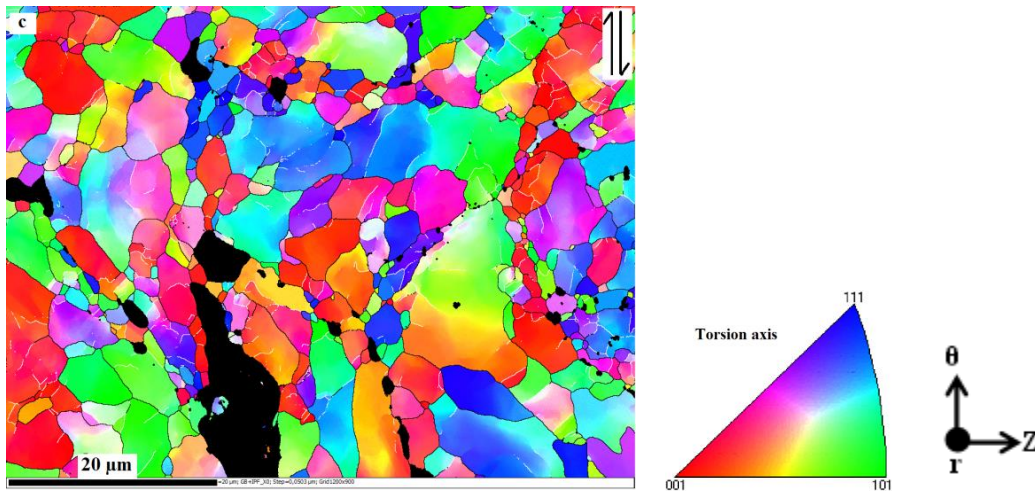


Figure III-25 : Microstructure de la nuance surcuite : a) avant déformation, et après déformation en torsion, à 0.05 s^{-1} , jusqu'à rupture à deux températures : b) 1000°C ($\bar{\epsilon}=0.5$), et c) 1200°C ($\bar{\epsilon}=0.6$).

3.1.1.2 Évolution de la taille et de la morphologie de grains

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

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

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

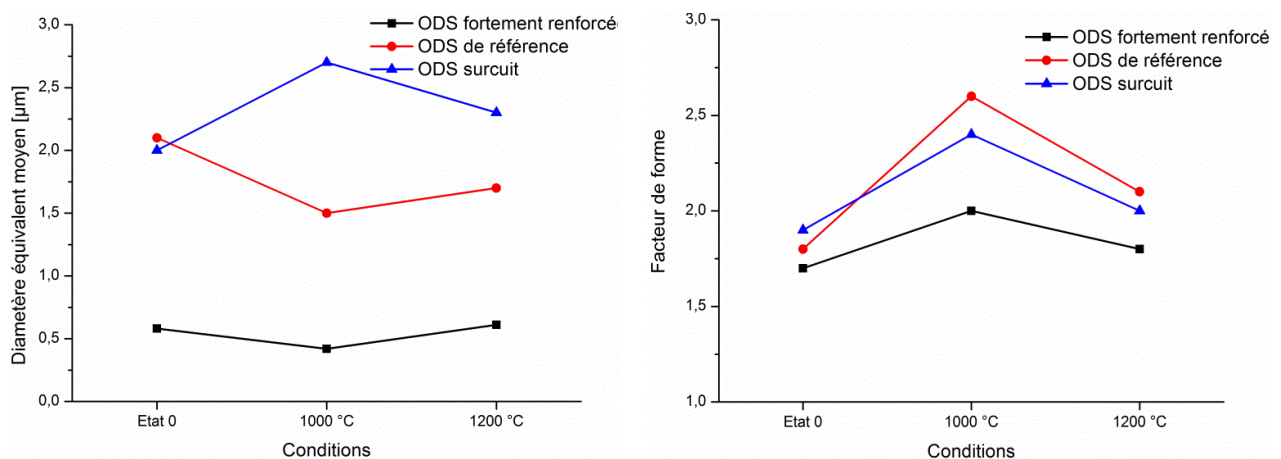
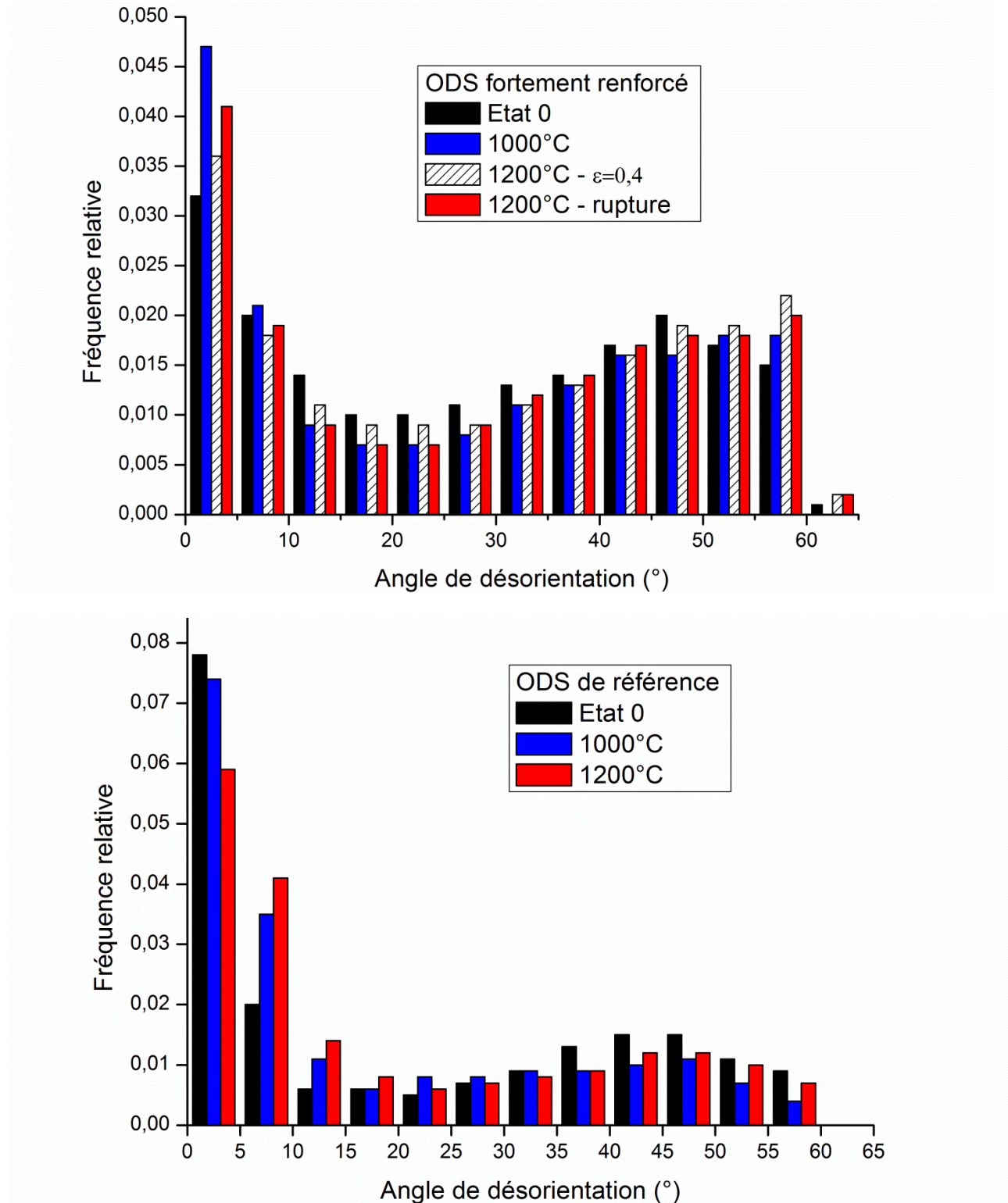


Figure III-26 : Évolution de la taille et de la morphologie de grains pendant la déformation en torsion à 0.05 s^{-1} , pour les trois nuances ODS.

3.1.1.3 Distribution des angles de désorientations

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



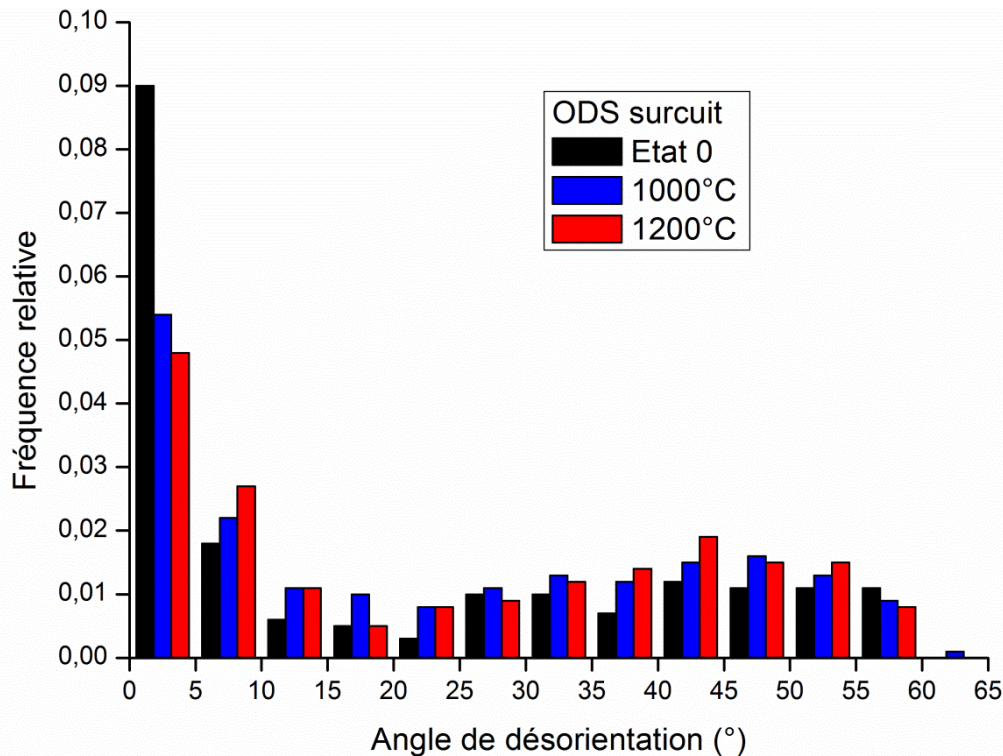


Figure III-27 : Évolution de la distribution des angles de désorientations dans les nuances ODS déformées en torsion.

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

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

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

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

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

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

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

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

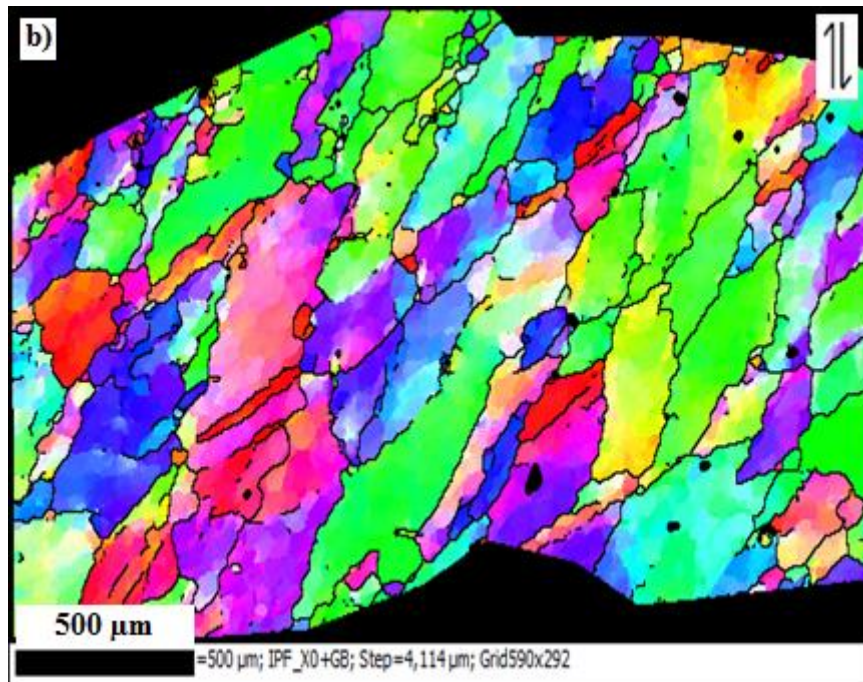
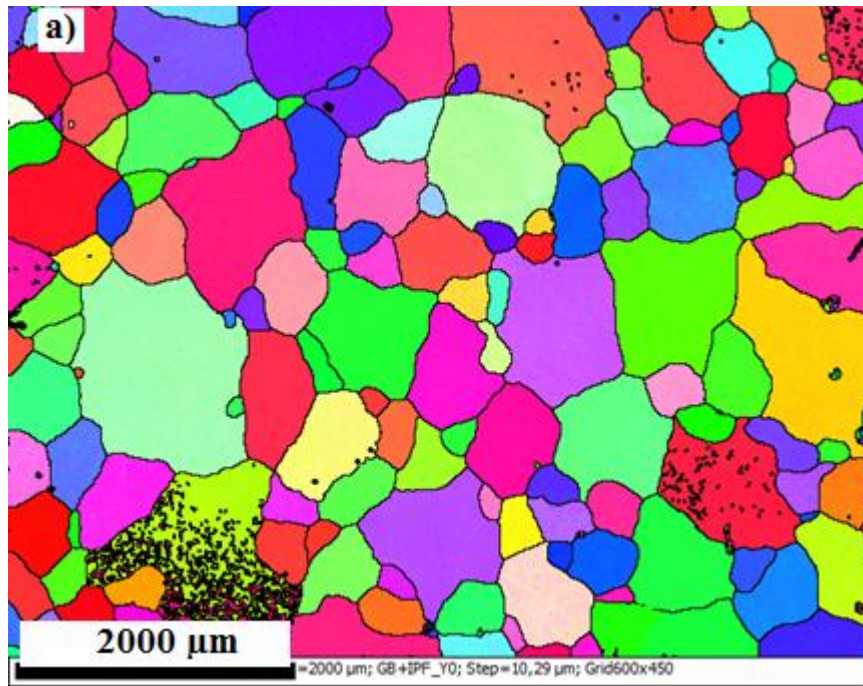
Les différences de comportement observées entre 1000 et 1200°C peuvent donc être liées à la dépendance à la température de l'interaction entre (sous) joints, dislocations et précipités.

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

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

3.1.2.1 Cartographies d'orientations cristallines

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



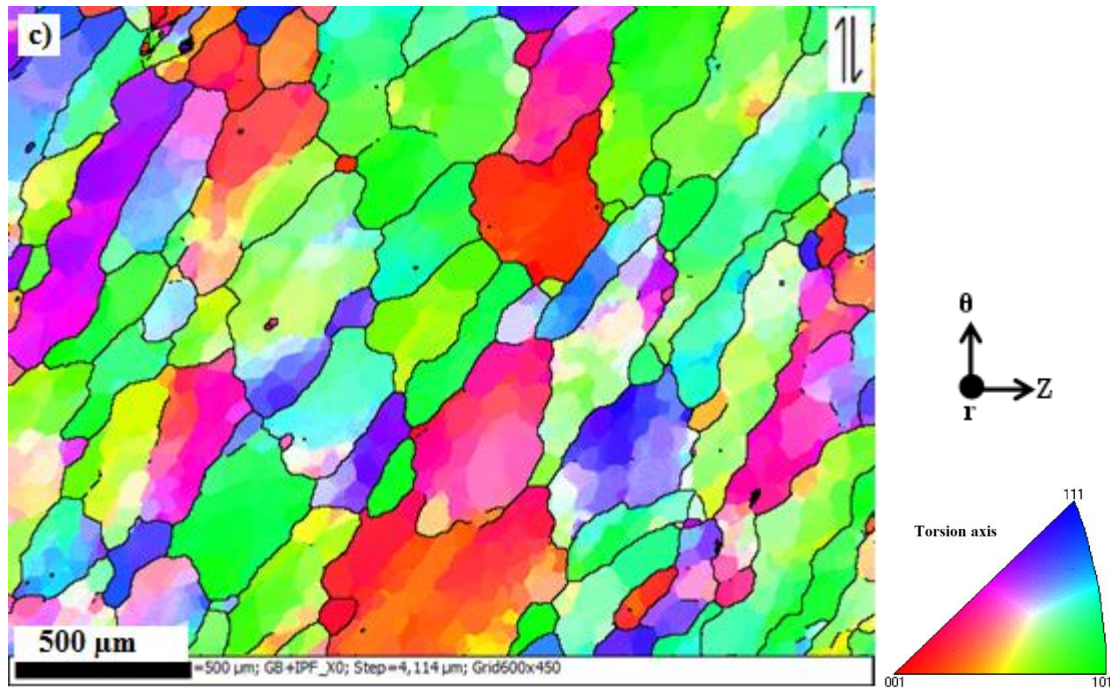


Figure III-28 : Microstructure de la nuance non renforcée : a) avant déformation, et après déformation en torsion, à 0.05 s^{-1} , jusqu'à un niveau de déformation $\bar{\epsilon}=1$ à deux températures : b) 1000°C , et c) 1200°C .

3.1.2.2 Évolution de la taille et de la morphologie des grains

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

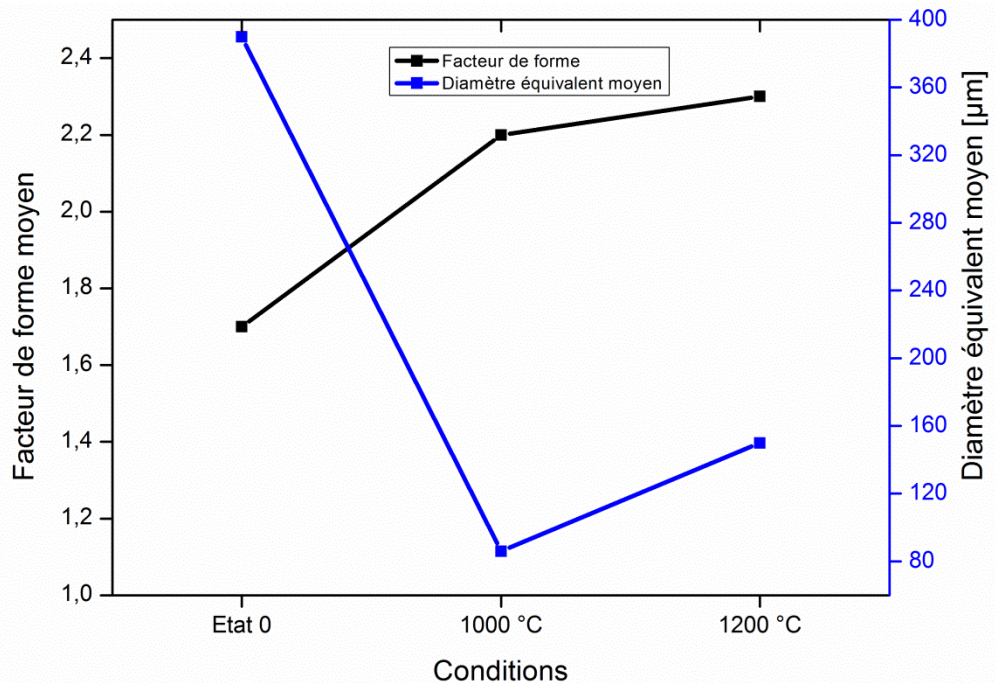


Figure III-29 : Évolution de la taille et de la morphologie de grains pendant la déformation de la nuance non renforcée en torsion à 0.05 s^{-1} .

3.1.2.3 Distribution des angles de désorientations

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

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

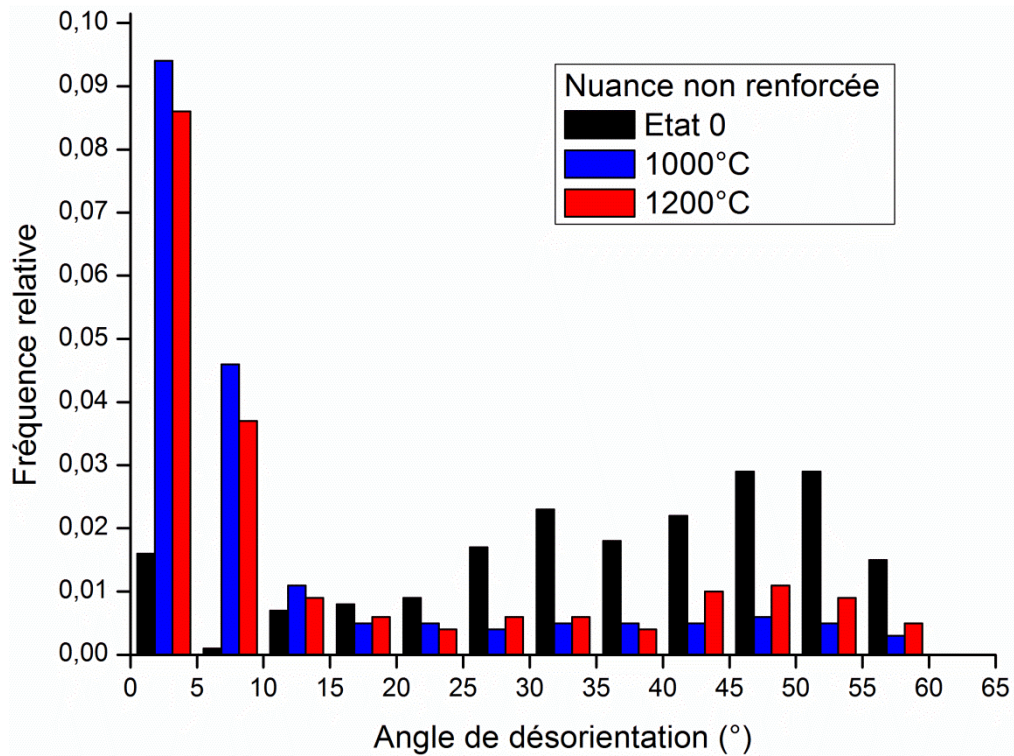


Figure III-30 : Évolution de la distribution des angles de désorientations dans la nuance non renforcée déformée en torsion.

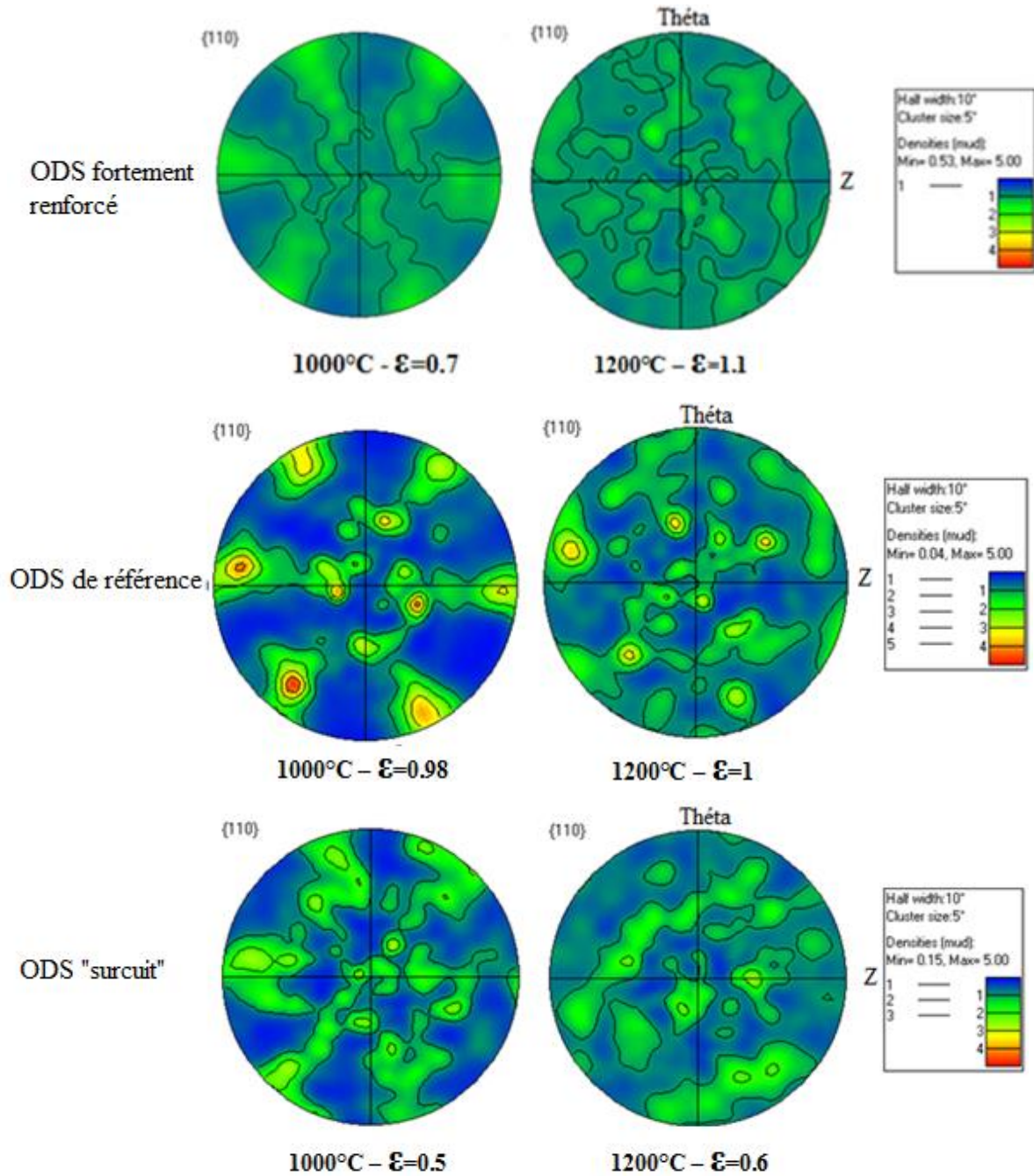
Avant déformation, cette nuance présente une microstructure très grossière en comparaison avec les nuances ODS précédentes. Elle est constituée de gros grains ferritiques relativement équiaxes avec une taille moyenne de l'ordre de 390 μm . Rappelons que les tailles typiques des nuances renforcées sont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

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

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

3.1.3 Texture de torsion

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



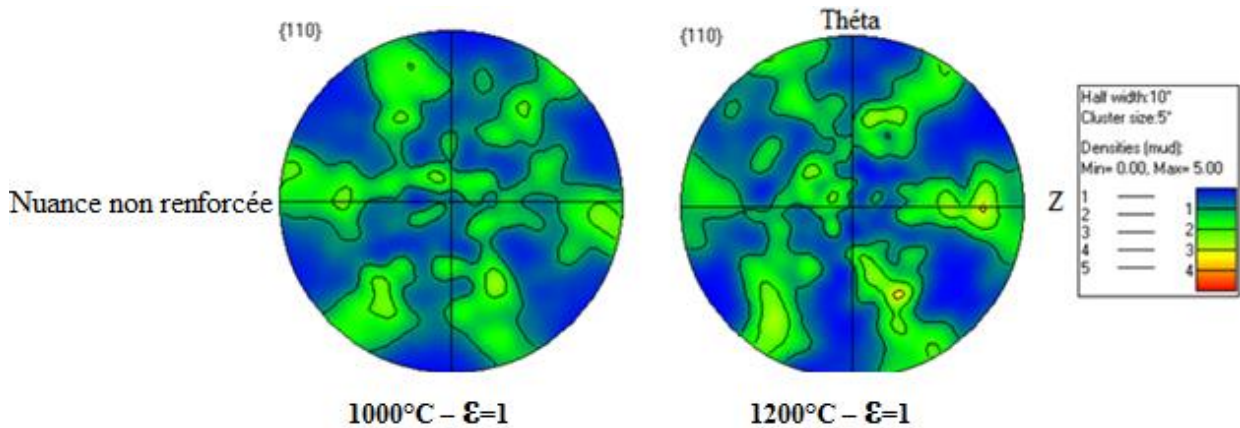


Figure III-31 : Figures de pôles {110} obtenues pour les différentes nuances déformées en torsion à 0.05 s^{-1} .

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

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

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

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

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

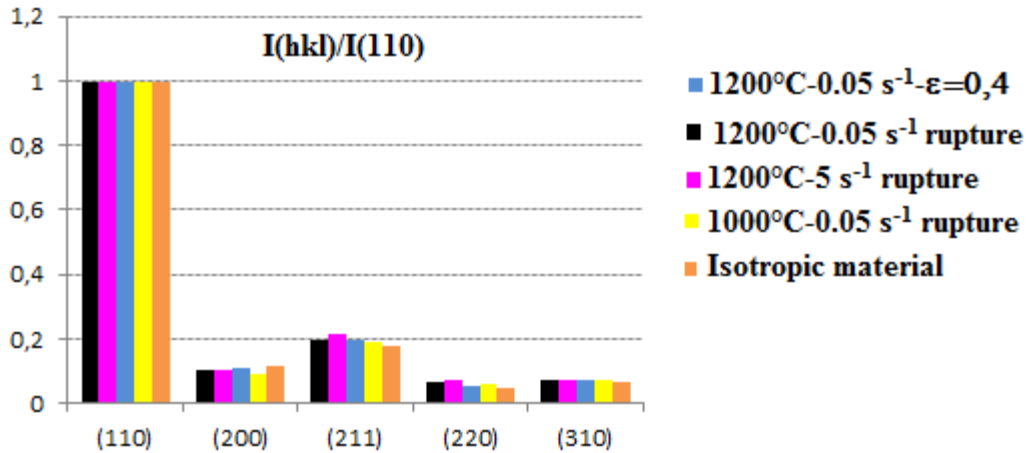


Figure III-32 : Intensités relatives $I_{(hkl)}/I_{(110)}$ obtenues par diffraction des Rayon X sur plusieurs échantillons de la nuance fortement renforcée déformés en torsion dans différentes conditions d'essais.

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

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

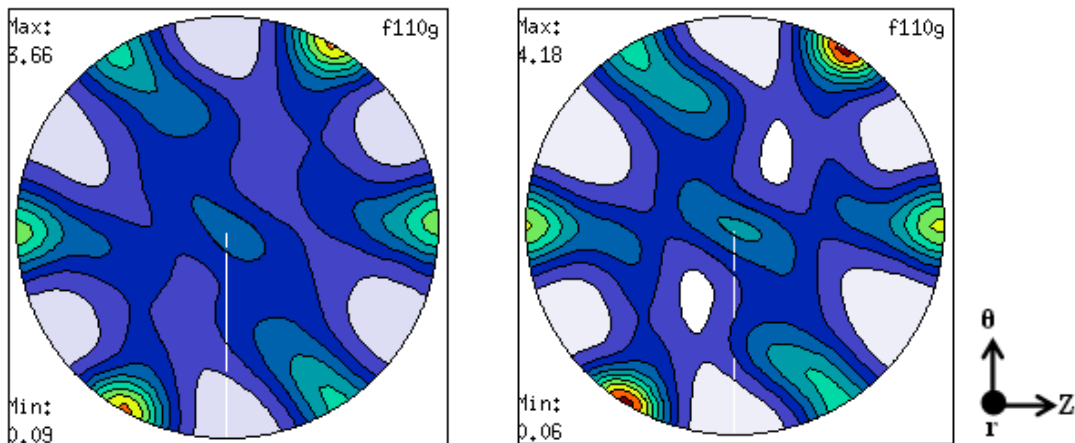


Figure III-33 : Figures de pôles numériques, obtenues par VPSC, associées à une sollicitation de cisaillement pur d'un matériau de structure cubique centrée jusqu'à : $\epsilon=1$ (à gauche), et $\epsilon=2$ (à droite).

3.1.4 Conclusion partielle

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

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

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

3.2 Microstructure de compression

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

3.2.1 Caractérisation de la nuance ODS de référence

3.2.1.1 Cartographies d'orientations cristallines

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

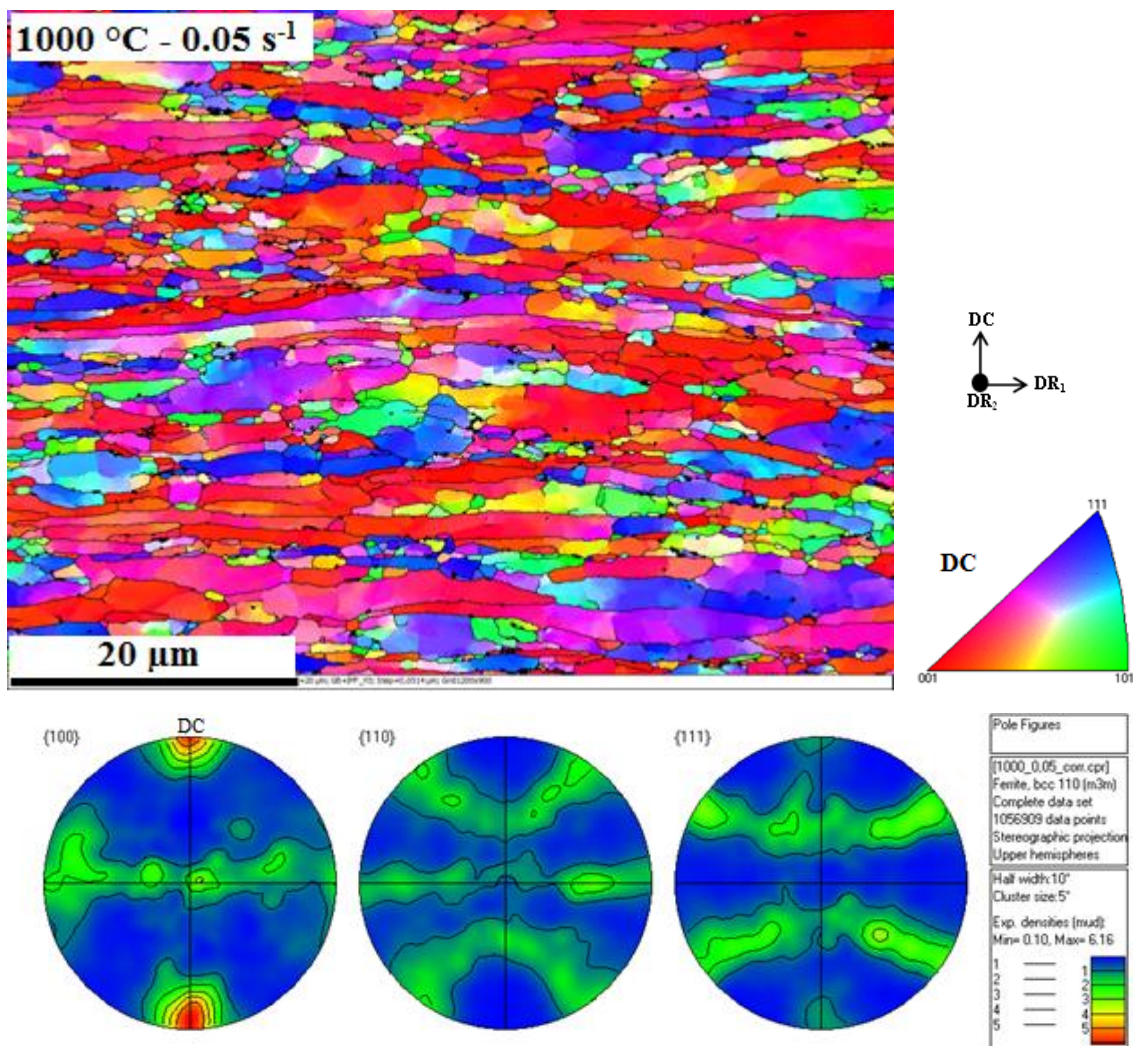


Figure III-34 : Microstructure de la nuance ODS de référence déformée en compression à 1000°C jusqu'à un niveau de déformation proche de l'unité.

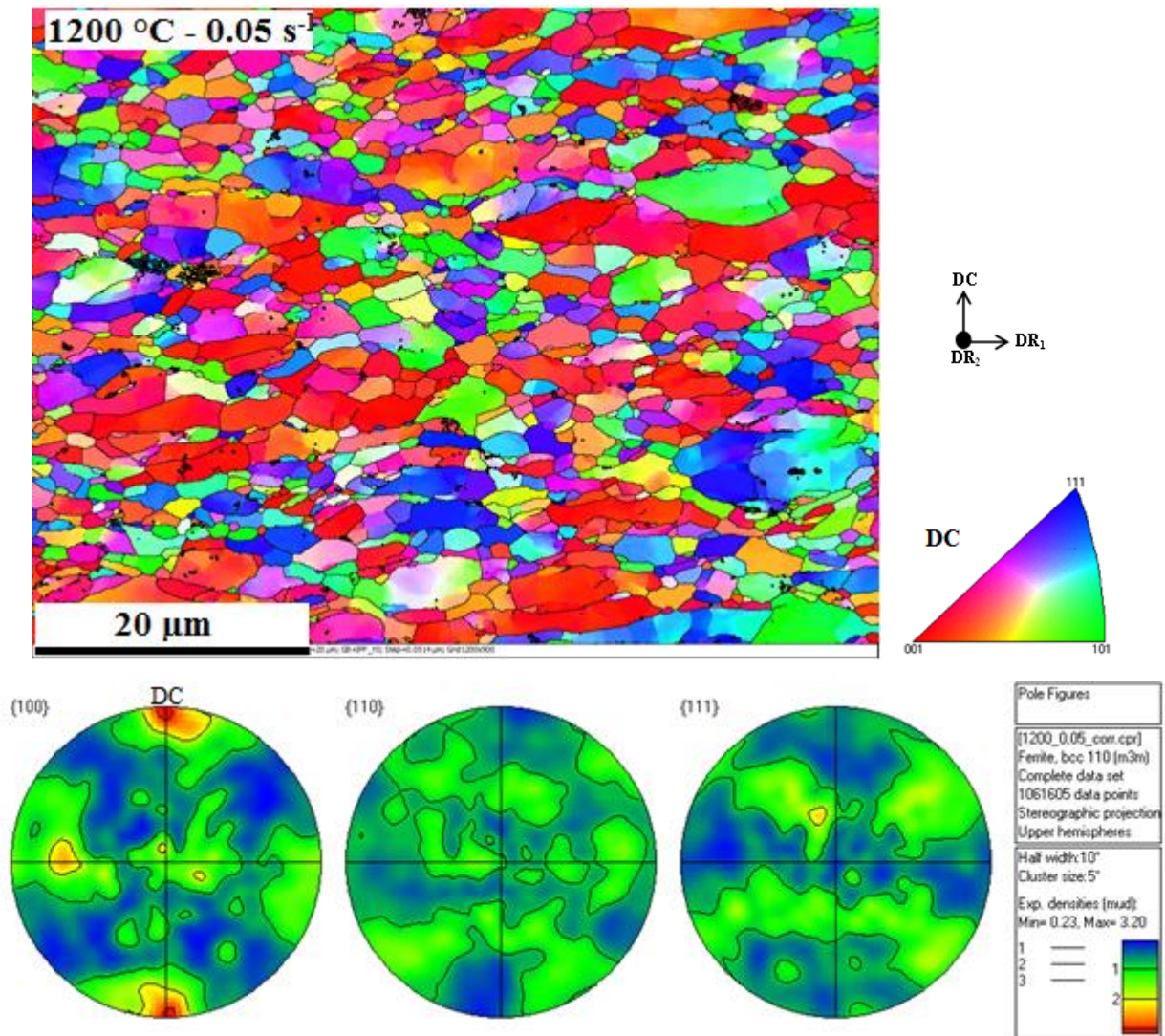


Figure III-35 : Microstructure de la nuance ODS de référence déformée en compression à 1200°C jusqu'à un niveau de déformation proche de l'unité.

3.2.1.2 Distribution des angles de désorientations

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

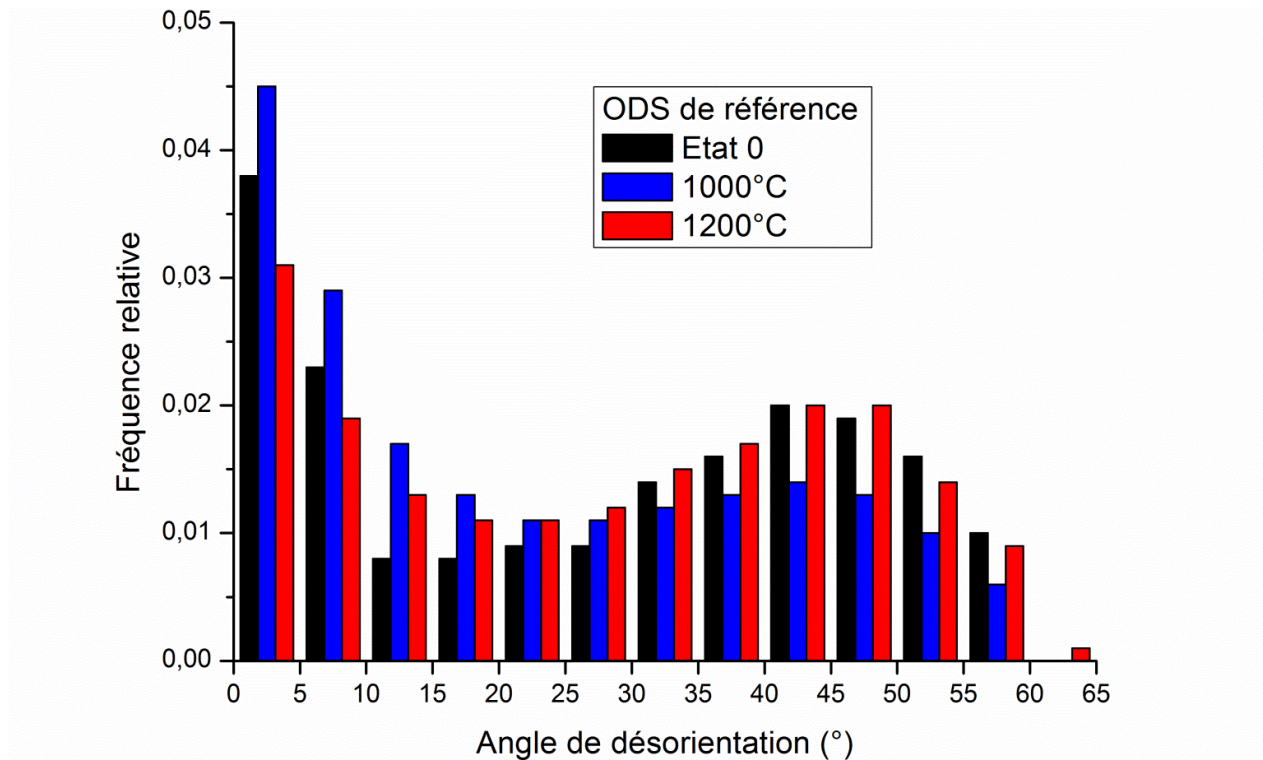


Figure III-36 : Évolution de la distribution des angles de désorientations dans la nuance ODS de référence déformée en compression.

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

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

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

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

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

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

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

3.2.2 *Caractérisation de la nuance non renforcée*

3.2.2.1 Cartographies d'orientations cristallines

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

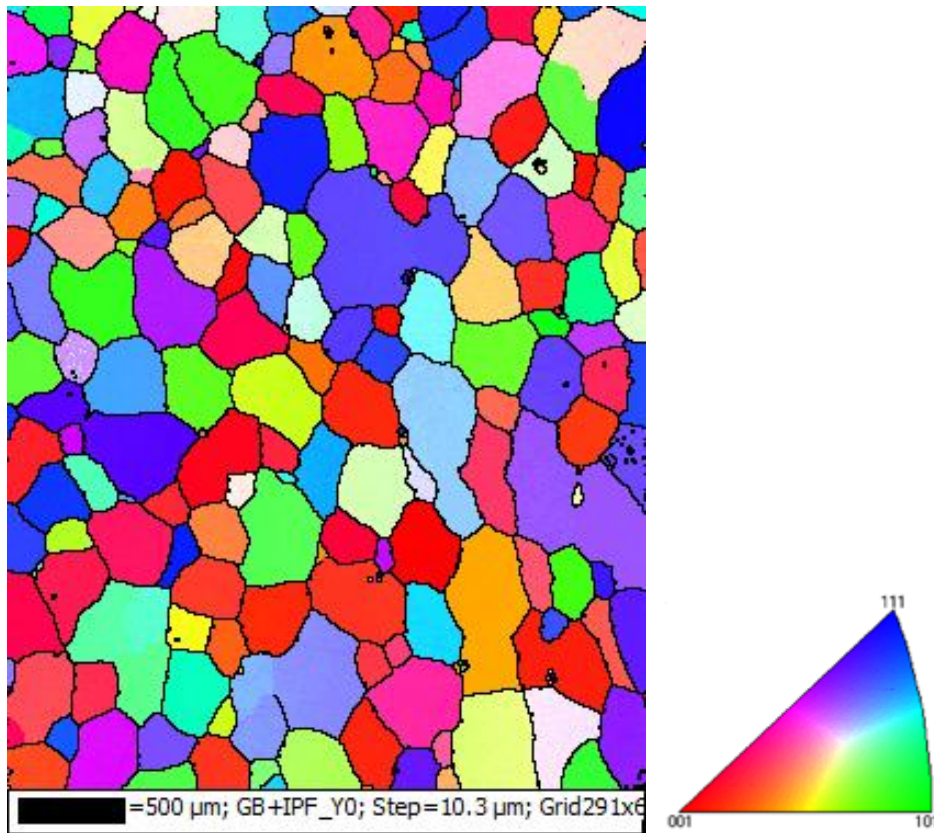


Figure III-37 : Microstructure de la nuance non renforcée avant déformation en compression.

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

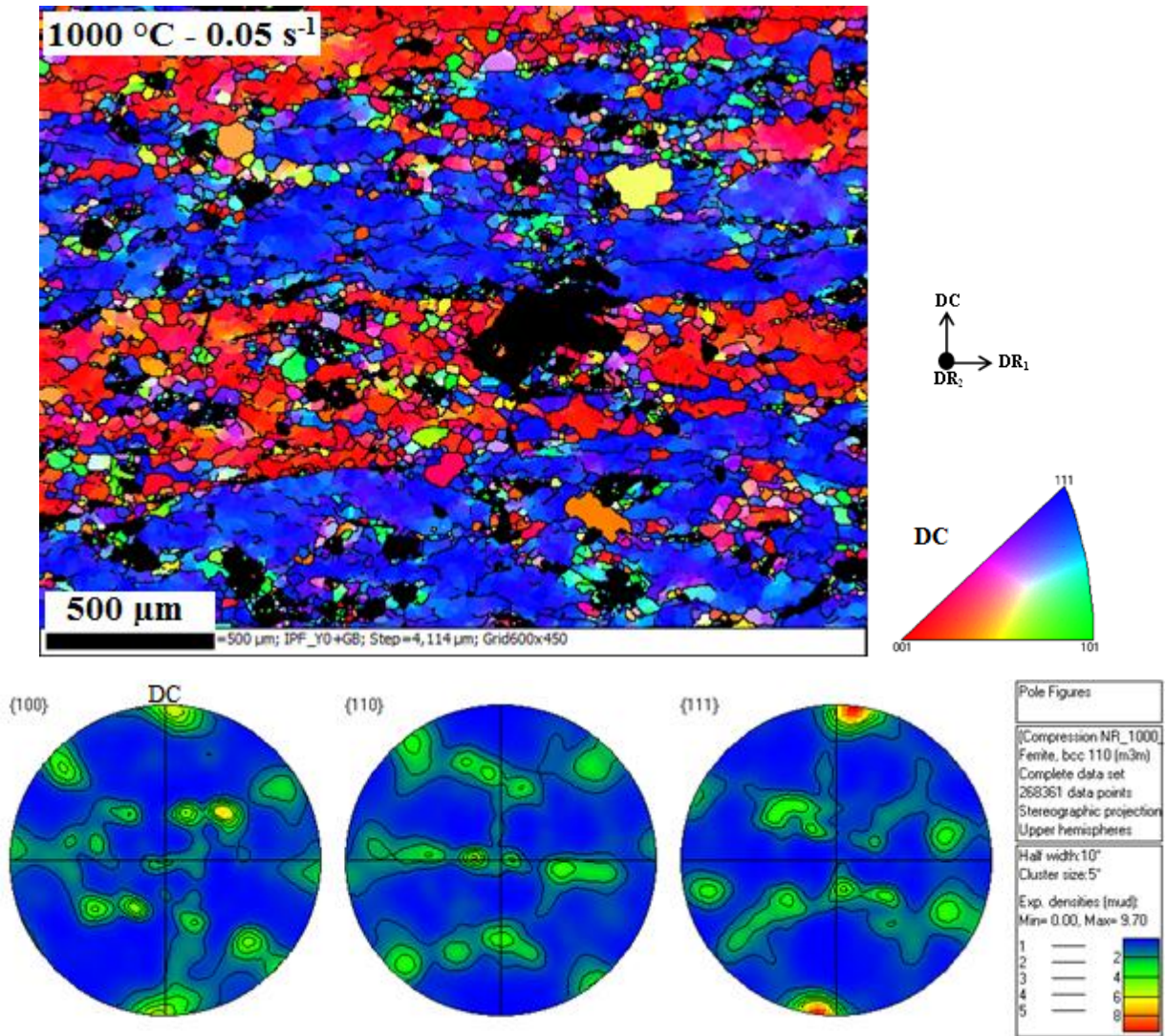


Figure III-38 : Microstructure de la nuance non renforcée déformée en compression à 1000°C jusqu'à un niveau de déformation proche de l'unité.

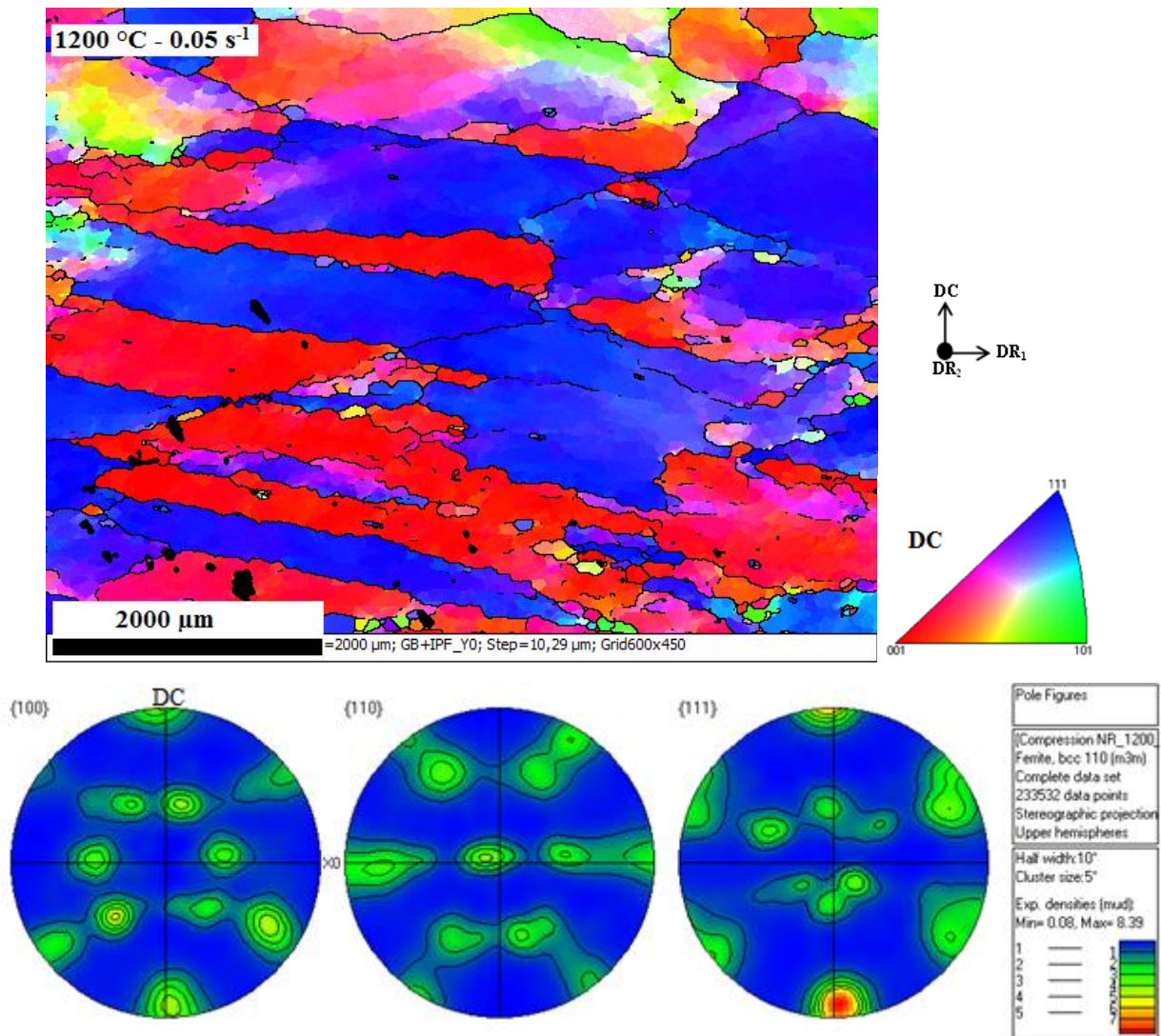


Figure III-39 : Microstructure de la nuance non renforcée déformée en compression à 1200°C jusqu'à un niveau de déformation proche de l'unité.

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

Cet acier à 14% en masse de Cr, issu de la métallurgie des poudres, contient notamment 1000ppm de carbone en impuretés, répartis de manière hétérogène. Pendant une montée en température, les zones riches en C (élément γ -gène) vont se transformer partiellement en austénite à partir de A_{c1} (entre 800 et 900°C). Ainsi, à 1000°C, le matériau se trouve dans le domaine biphasé ($\alpha+\gamma$). En raison de la solubilité différente du carbone dans l'austénite et la ferrite, le carbone restera ségrégué dans les domaines austénitiques. Lors d'un refroidissement rapide, cette austénite se transforme en martensite à une température M_s proche de 310°C (voir Annexe A-6), ce qui explique donc la microstructure biphasée observée dans cette nuance après déformation à 1000°C.

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

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

3.2.2.2 Distribution des angles de désorientations

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

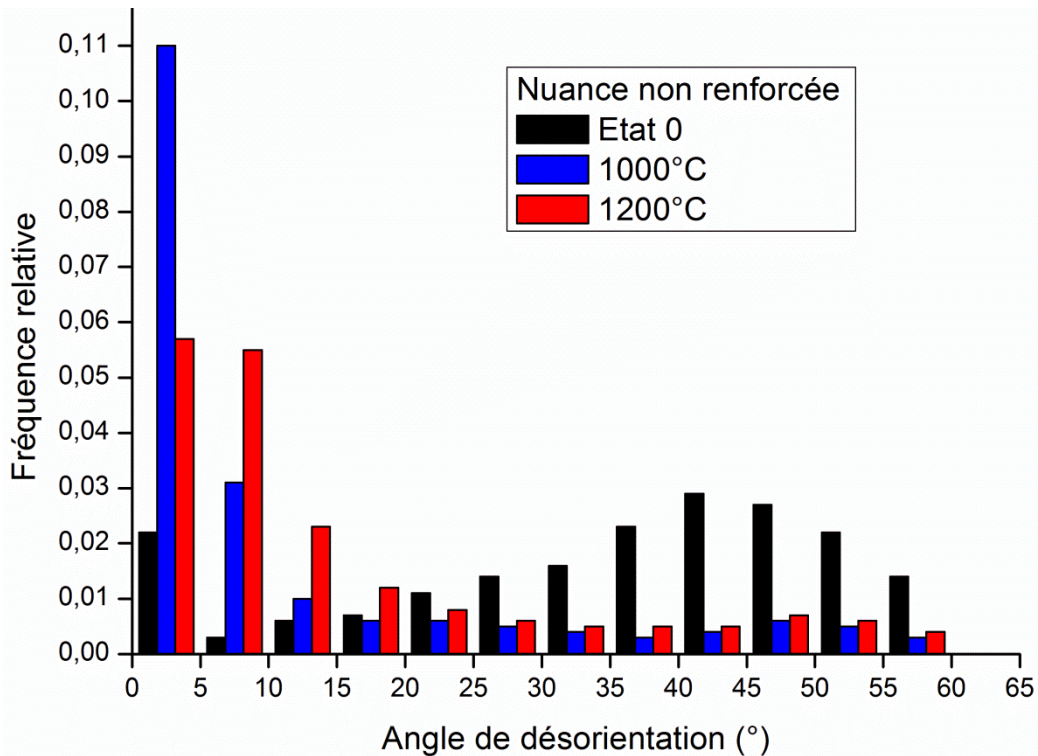


Figure III-40 : Évolution de la distribution des angles de désorientations dans la nuance non renforcée déformée en compression.

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

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

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

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

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

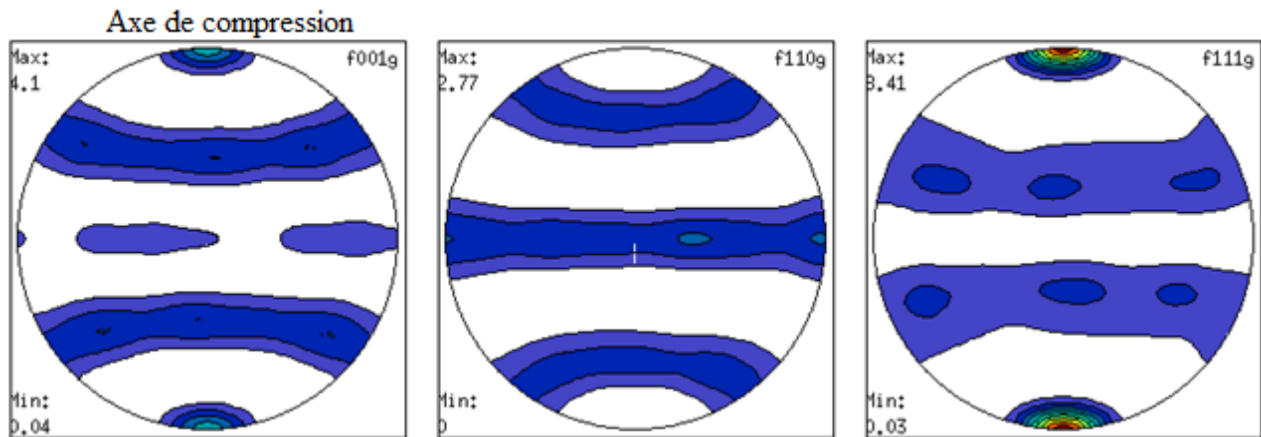


Figure III-41 : Figures de pôles numériques, obtenues par VPSC, associées à une sollicitation en compression d'un matériau de structure cubique centrée jusqu'à un niveau de déformation égale à 1.

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

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

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

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

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

3.3 Synthèse et discussion

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Température de déformation	Nuances ODS		Nuance non renforcée	
	Évolution de la microstructure	Mécanismes dominants associés	Évolution de la microstructure	Mécanismes dominants associés
1000°C	<ul style="list-style-type: none"> - Présence des grains allongés - Développement d'une texture cristallographique - Formation d'une quantité importante de sous-joints (LAB) 	<ul style="list-style-type: none"> - Déformation en volume de grains (plasticité intragranulaire) - Restauration dynamique / recristallisation dynamique continue 	<ul style="list-style-type: none"> - Affinement de la microstructure - Présence des grains allongés - Développement d'une texture cristallographique - Formation de plus de LAB en comparaison avec les nuances ODS 	<ul style="list-style-type: none"> - Déformation en volume de grains plus active (absence de précipités) - Recristallisation dynamique continue
1200°C	<ul style="list-style-type: none"> - Grains relativement équiaxes - Texture cristallographie faible - Formation de moins de LAB en comparaison avec 1000°C - Endommagement intergranulaire sévère (en torsion) 	<ul style="list-style-type: none"> - Déformation intragranulaire limitée - Accommodation de la déformation aux niveaux des joints de grains 	<ul style="list-style-type: none"> - Texture cristallographique proche de celle observée à 1000°C - Formation de moins de LAB en comparaison avec 1000°C. 	<ul style="list-style-type: none"> - Recristallisation dynamique continue - Mobilité des joints de grains - Consommation des sous-joints par les joints en mouvement.

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

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

3.4 Conclusion

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

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

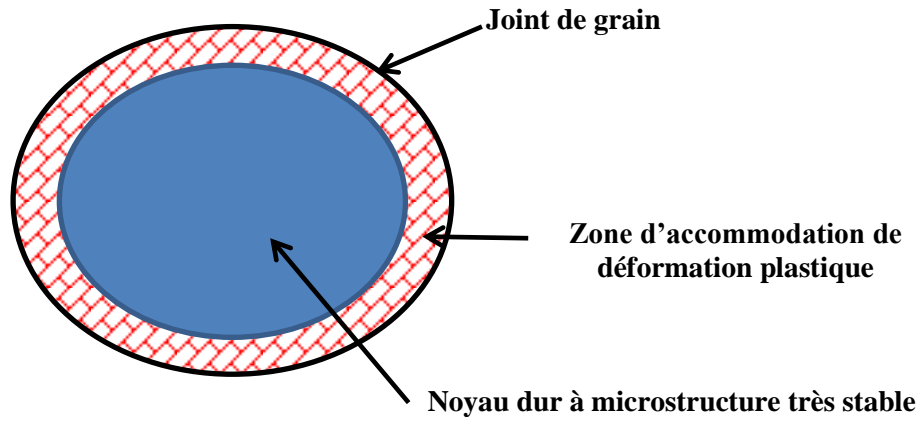


Figure III-42 : Schéma d'un grain présentant une activité intra-granulaire faible.

CONCLUSION GÉNÉRALE

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

PERSPECTIVES

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

Perspectives technologiques

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

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

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

Perspectives scientifiques

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

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

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

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

BIBLIOGRAPHIE

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

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

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

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

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

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

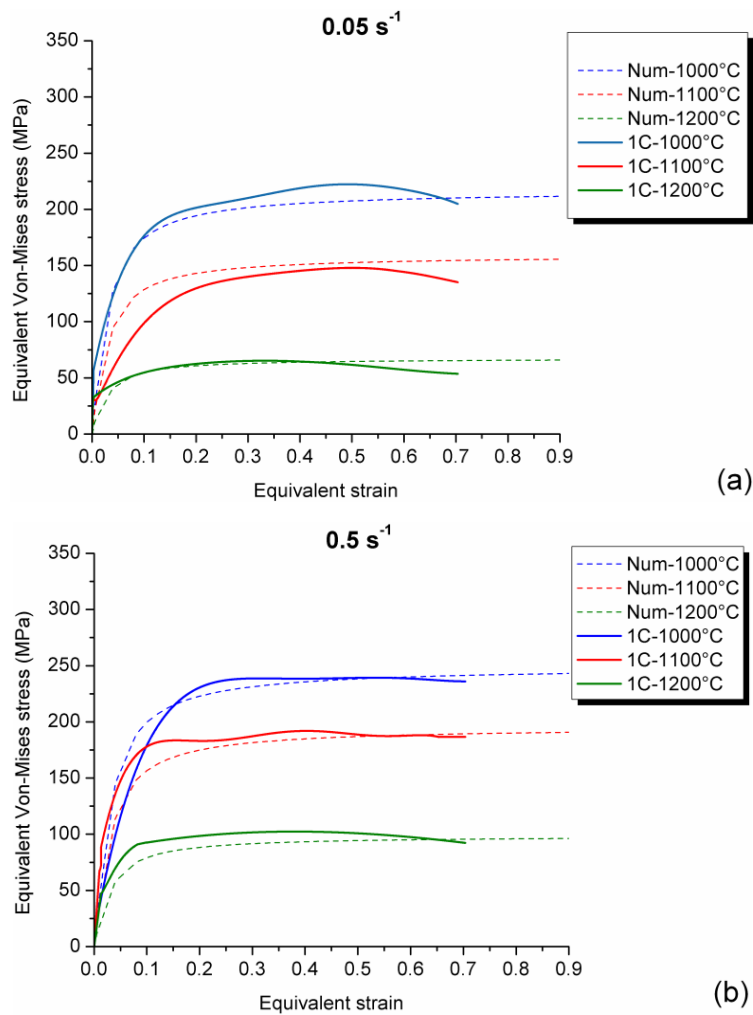
ANNEXES

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

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

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

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



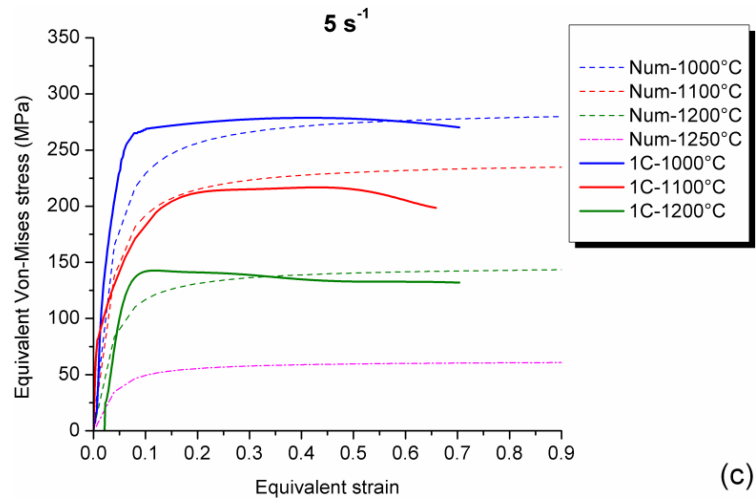


Figure A-1 : Identification, à partir des essais de torsion à chaud, des paramètres d'une loi de comportement pour la nuance ODS fortement renforcée. Ligne : courbe expérimentale, pointillé: courbe numérique.

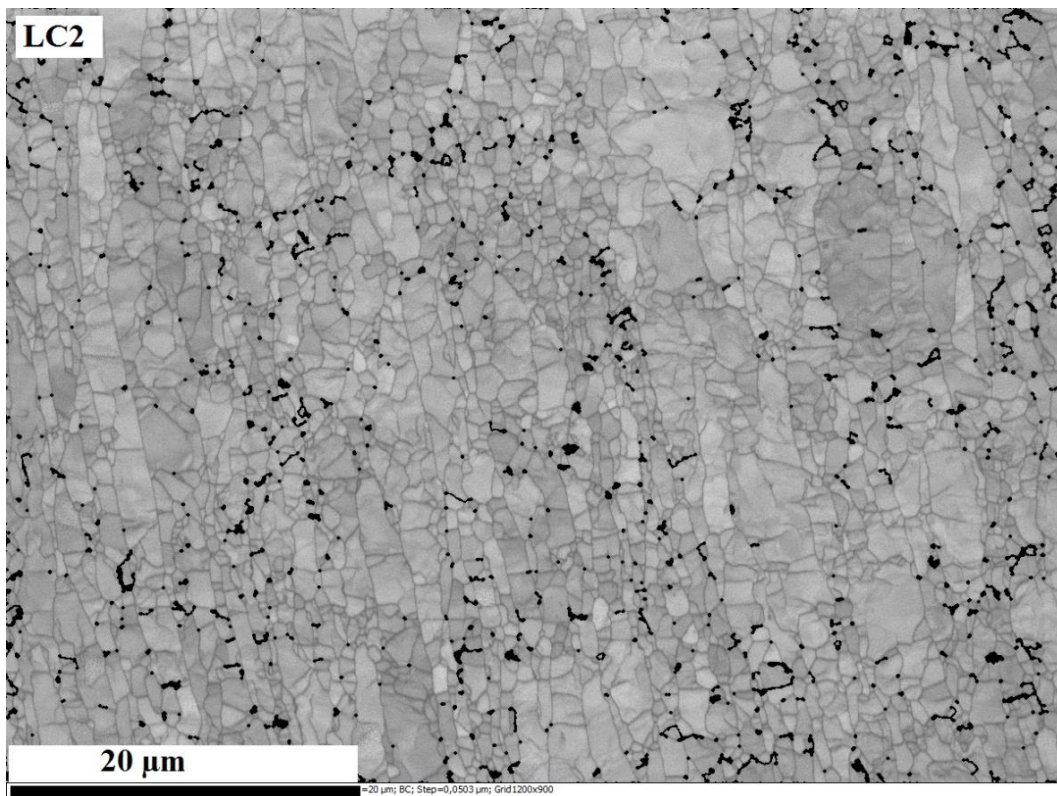
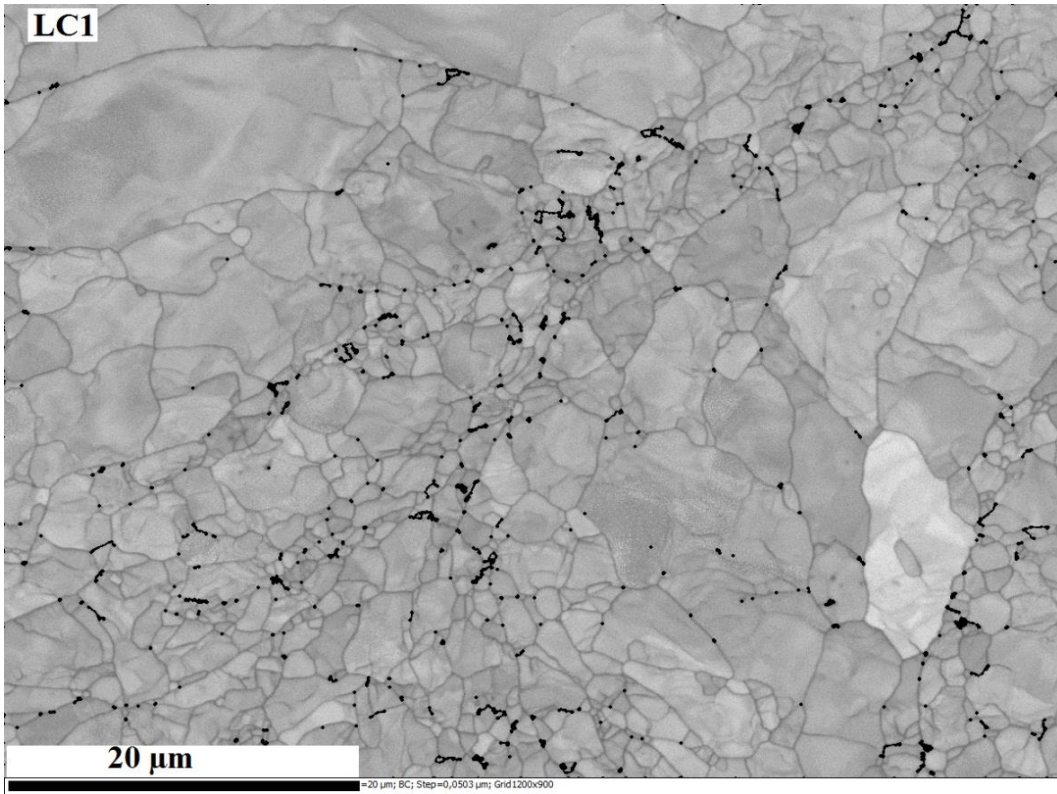
Les courbes ci-dessous correspondent aux paramètres suivants :

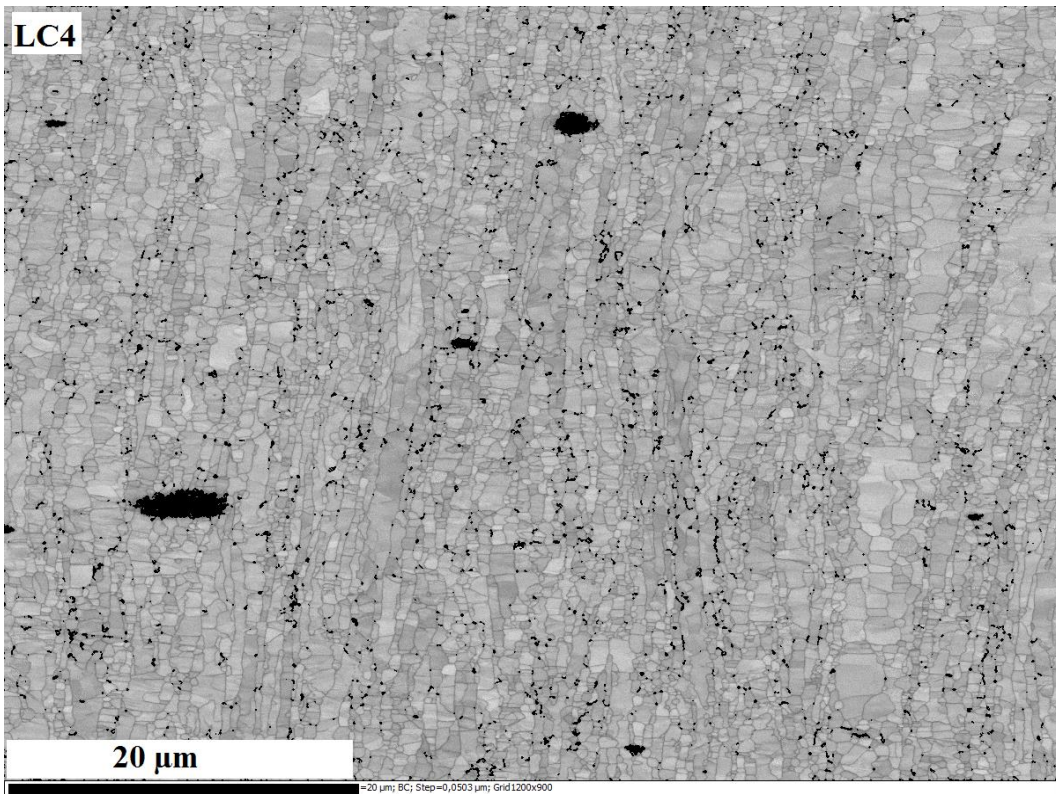
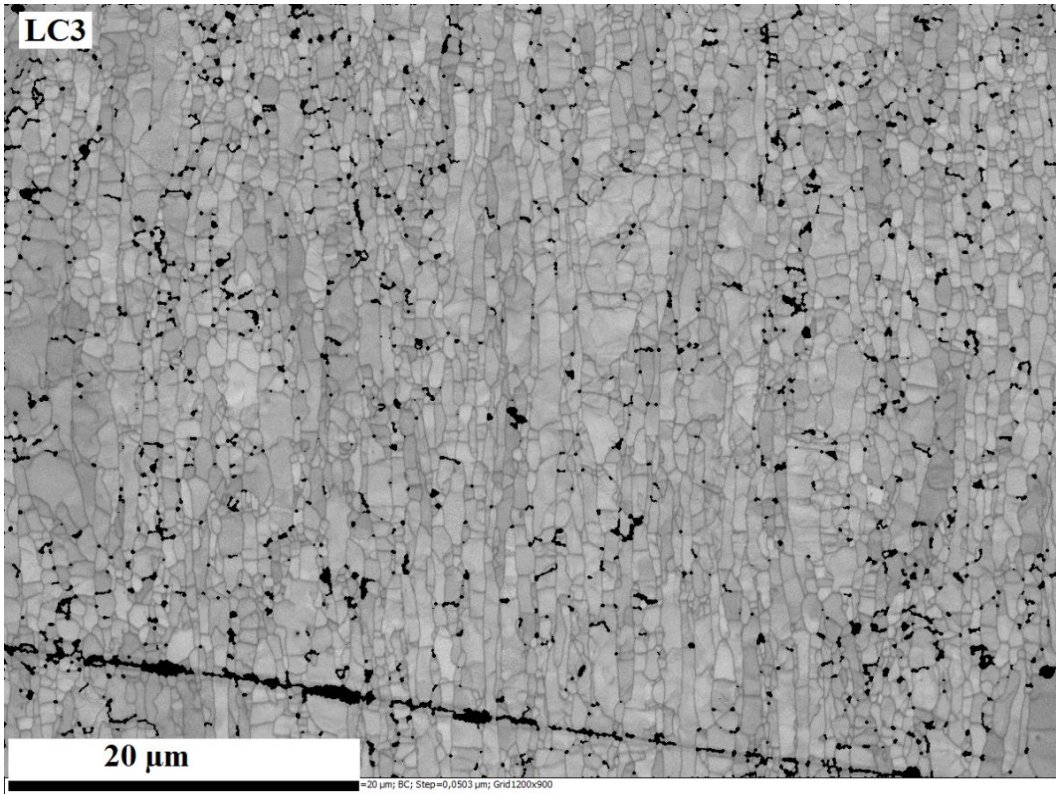
	σ_y	A	n1	n2	n3	Ts
Acier ODS	40	375	0.025	21	145	1310

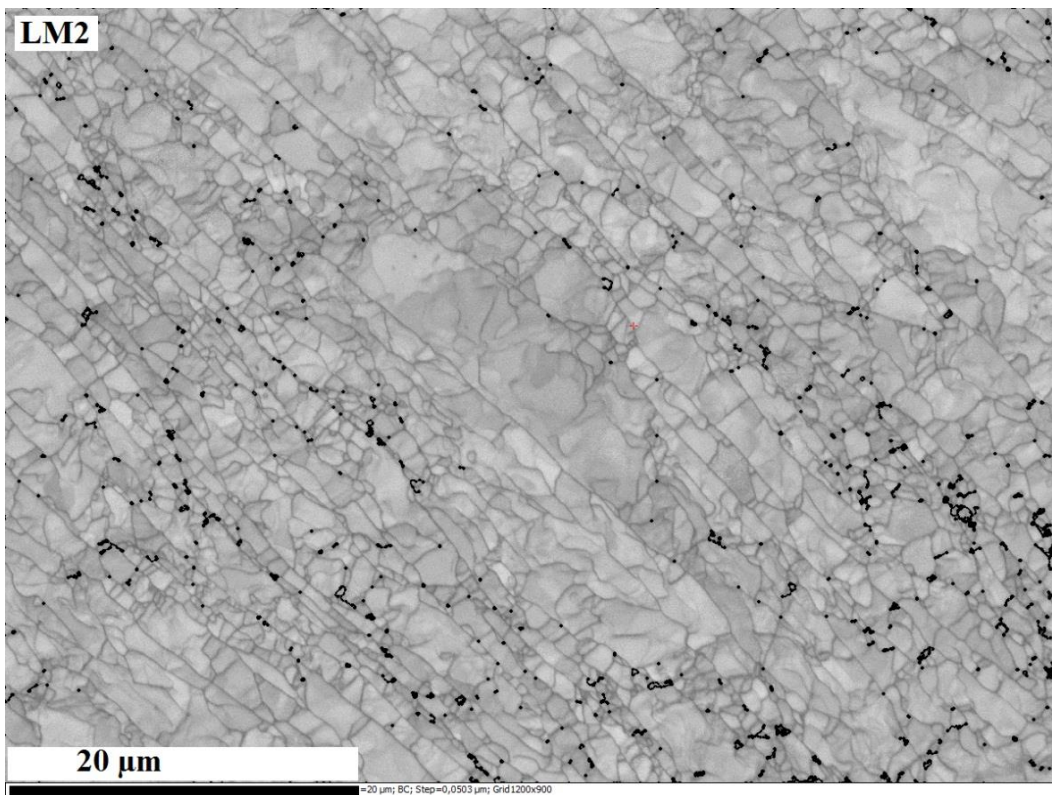
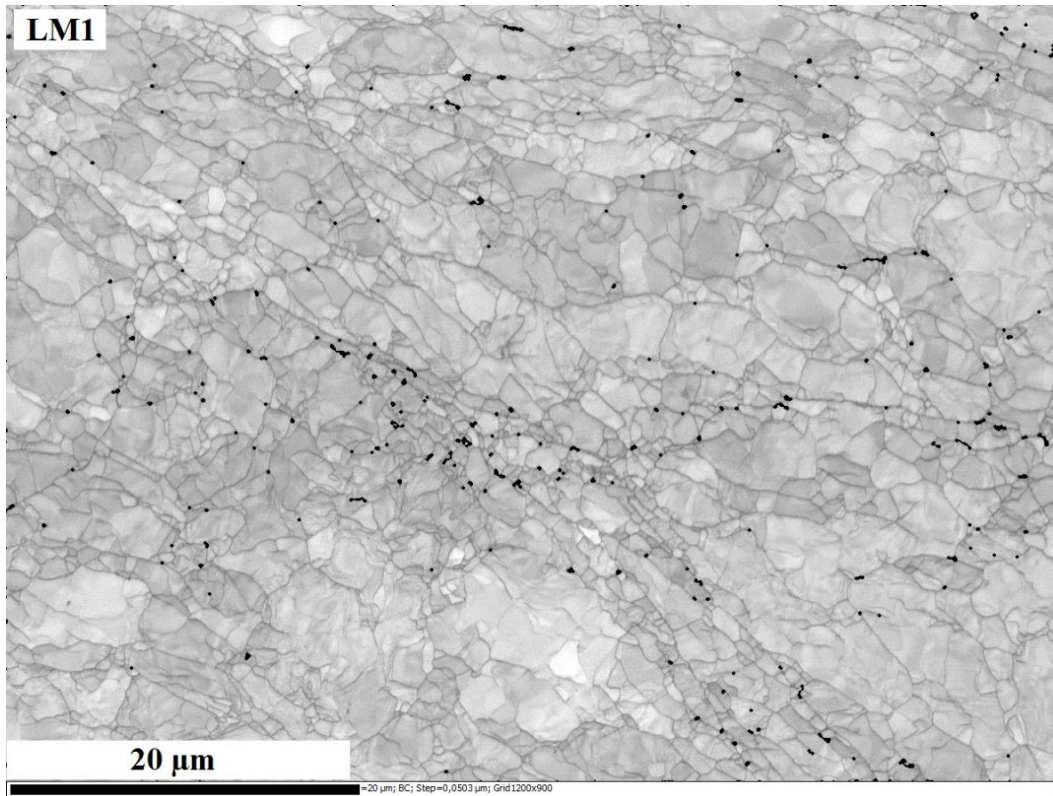
Annexe A-2. Cartographies EBSD en « Band Contrast »

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

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







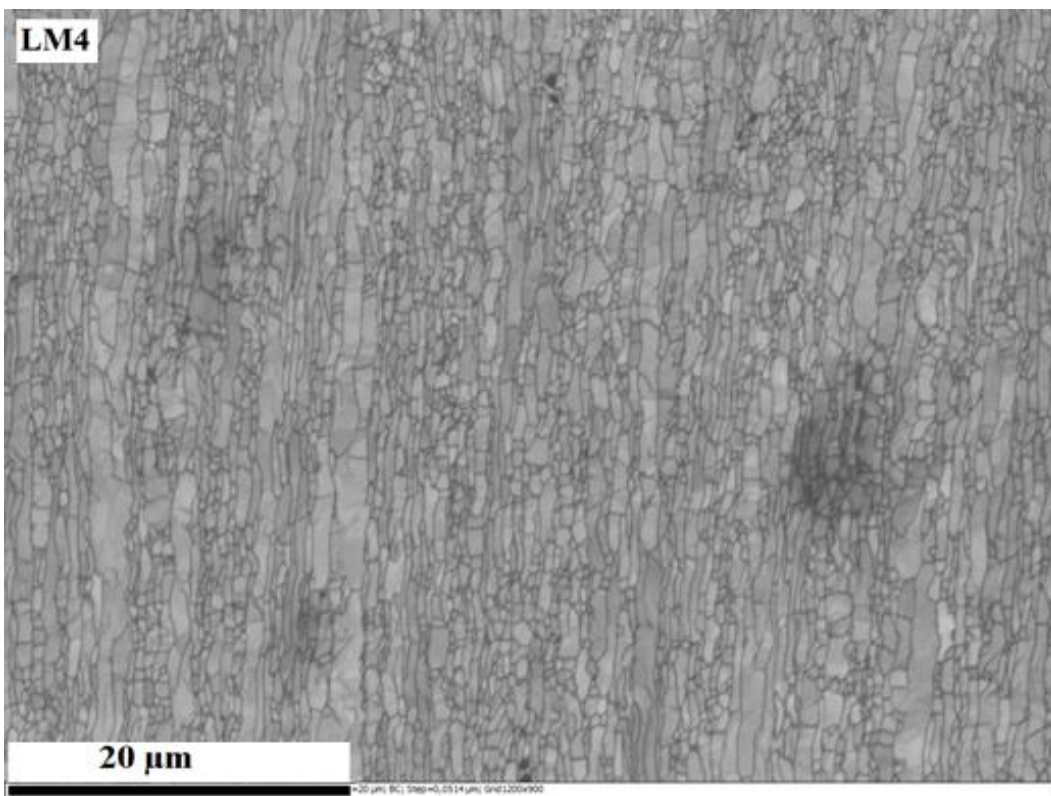
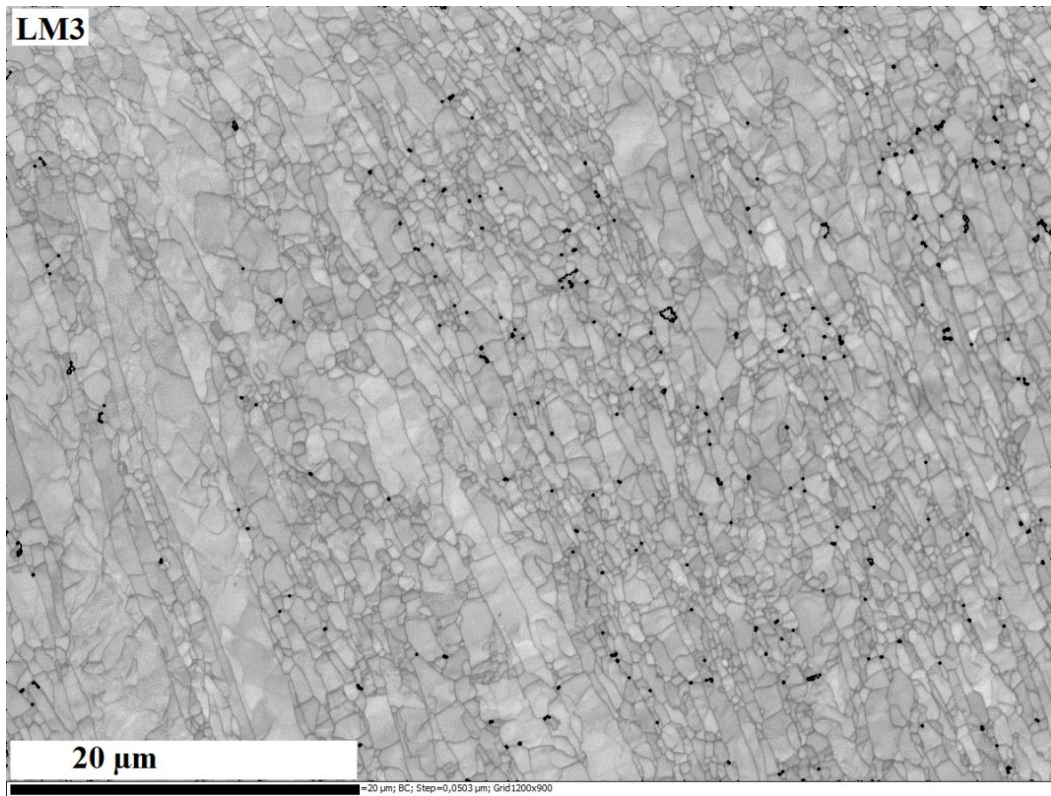


Figure A-2 : Cartographies EBSD en Band Contrast de la nuance ODS de référence à différents stades du filage.

Annexe A-3. Cartographies de désorientations intragranulaires

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

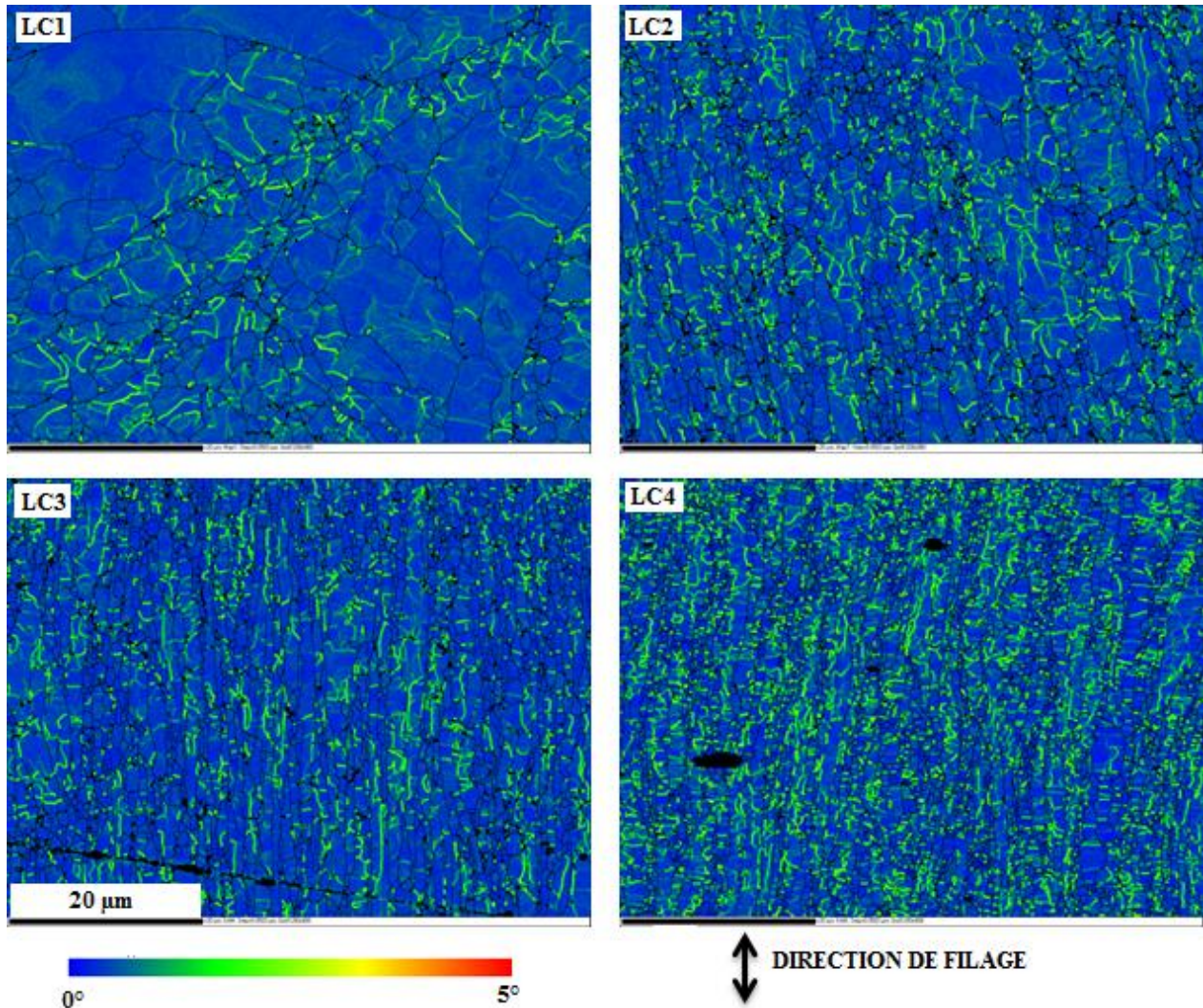


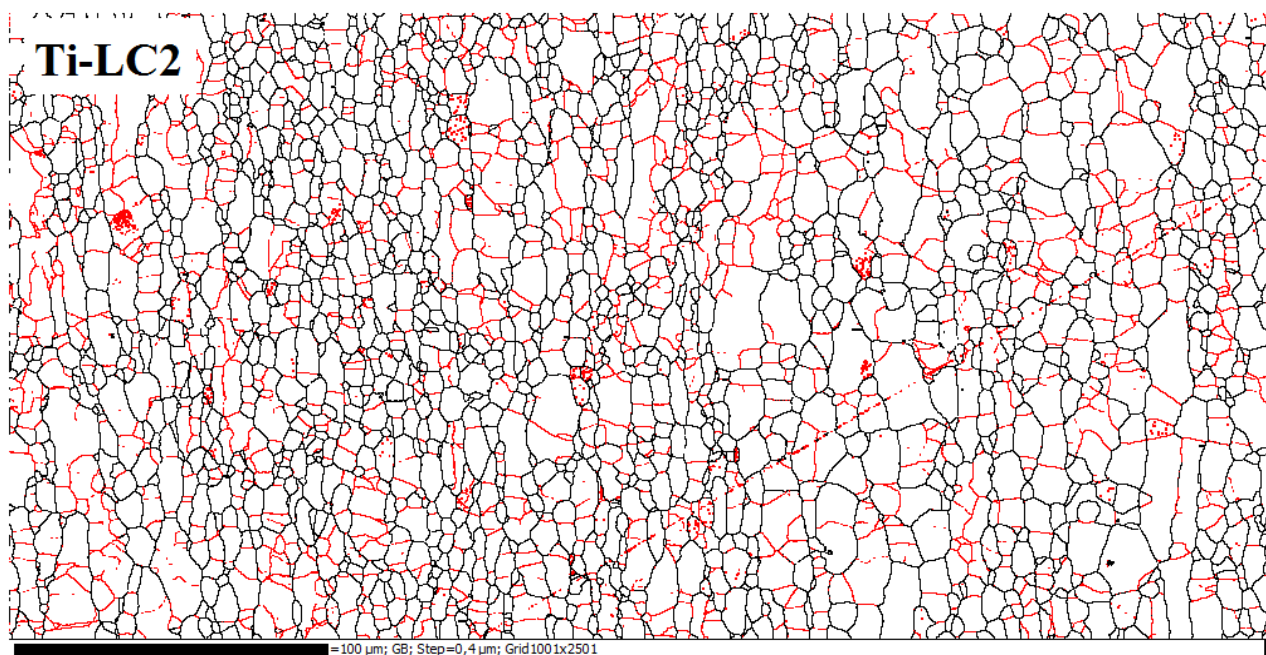
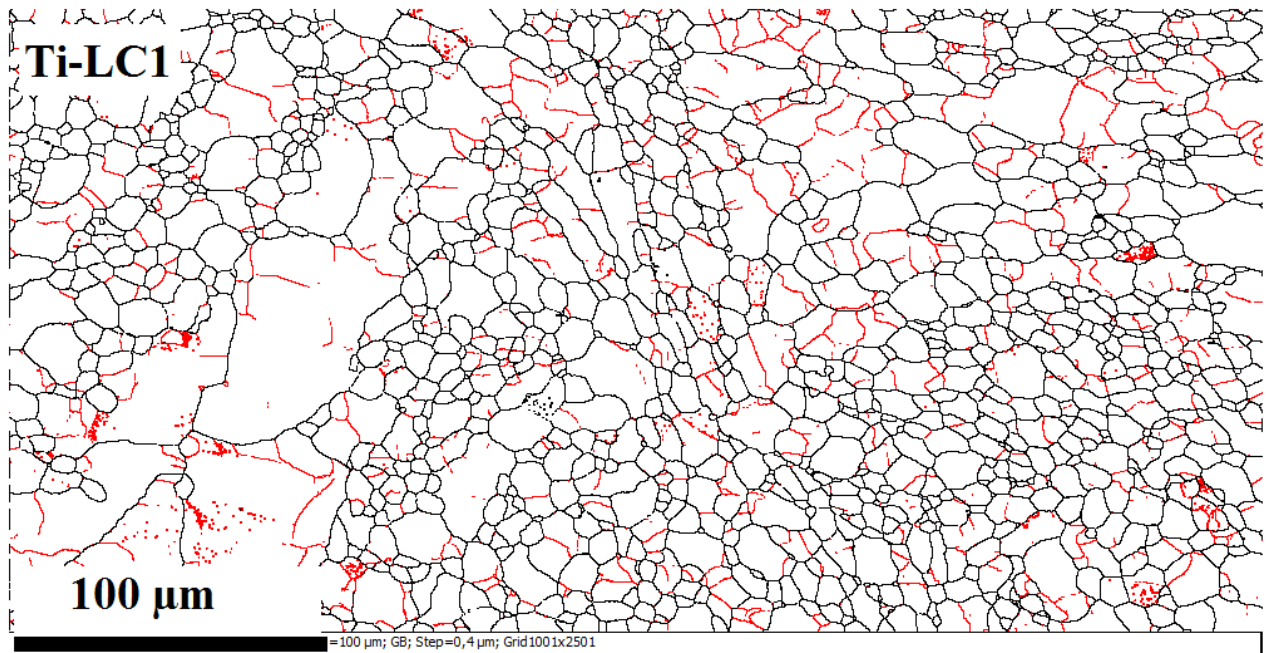
Figure A-3 : Désorientations intragranulaires dans la nuance ODS de référence suivant la ligne centrale du culot de filage (3^{ème} voisins).

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

Annexe A-4. Cartographies des joints de grains

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

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



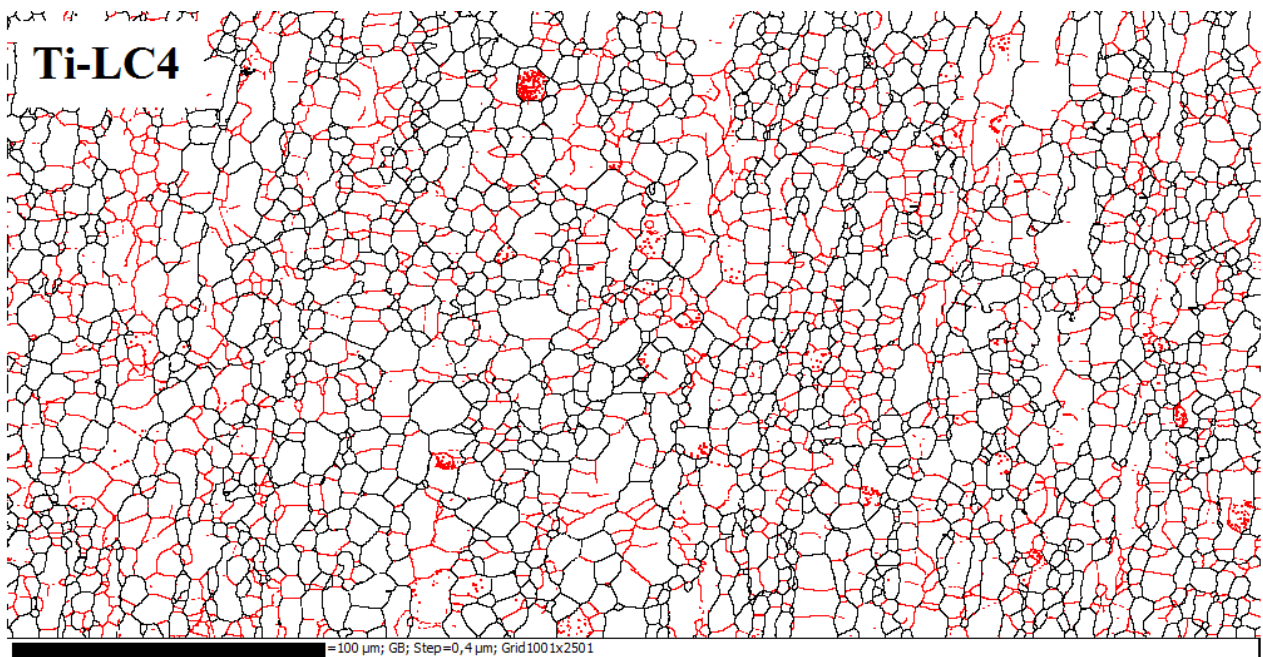
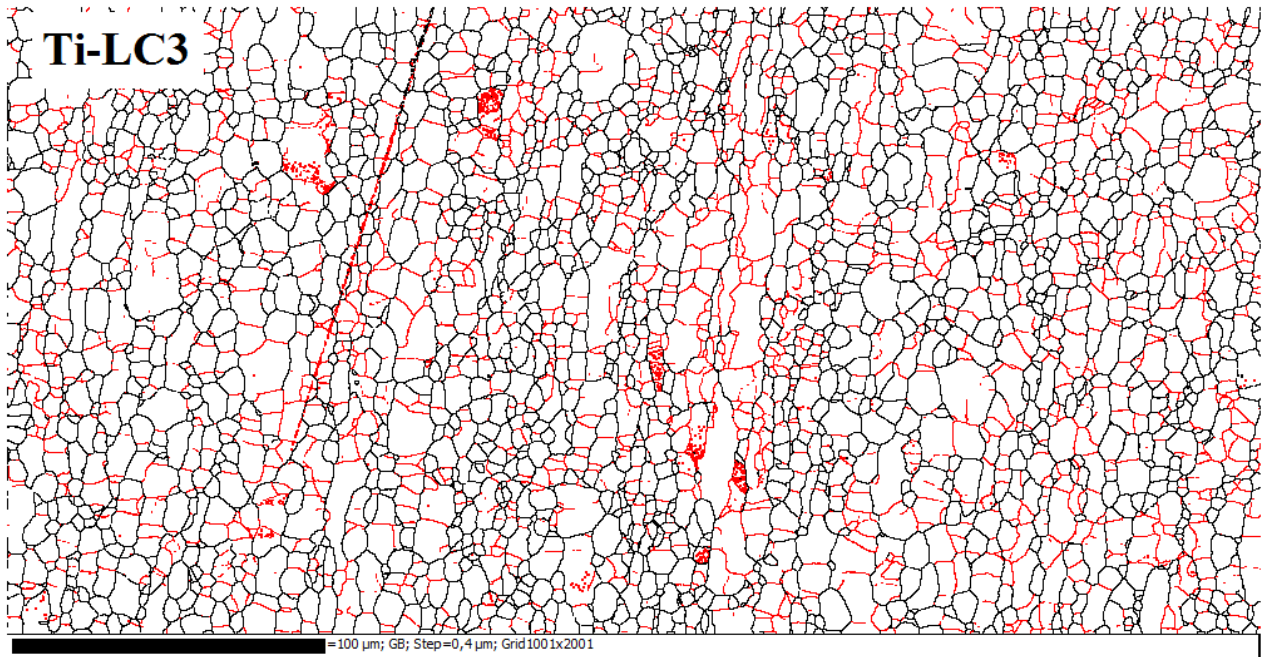


Figure A-4 : Cartographies des joints de grains de la nuance renforcée en titane à différents stades du filage.

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

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

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

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

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

De plus, les porosités d'endommagement apparaissent souvent sur les joints de grains. Un phénomène déjà observé dans les nuances ODS, et qui confirme les faibles propriétés mécaniques des joints de grains sous chargement mécanique à haute température dans ces nuances élaborées par métallurgie des poudres.

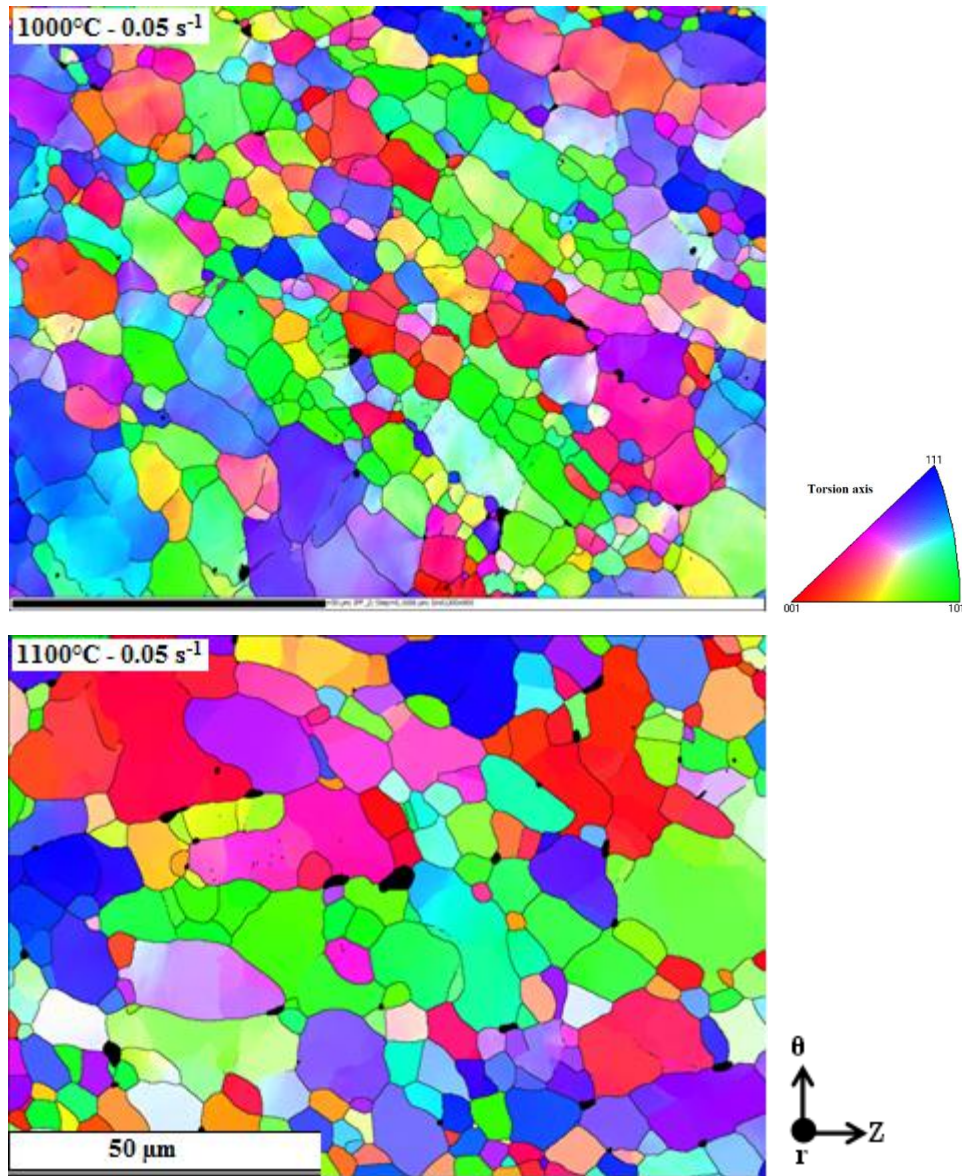
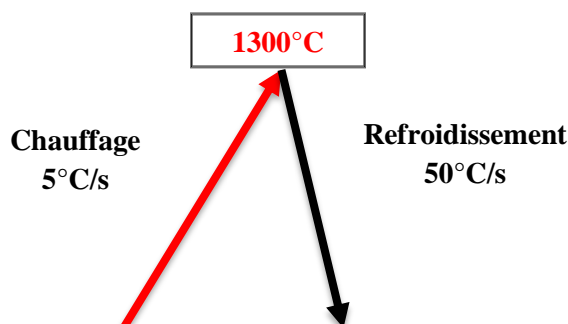


Figure A-5 : Microstructure de la nuance renforcée en titane après déformation en torsion, à 0.05 s^{-1} , jusqu'à rupture à deux températures : 1000°C ($\bar{\epsilon} = 1.5$), et 1100°C ($\bar{\epsilon} = 2$).

Annexe A-6. Mesures dilatométrie et calorimétrie

L'objectif de ces mesures était de détecter une éventuelle transformation de phases $\alpha \Rightarrow \gamma + \alpha$ dans la nuance non renforcée (acier ferritique Fe-14%Cr-1% W avec 1000ppm de C en impuretés), et mesurer dans le cas échéant la température Ac1.

Concernant l'essai de dilatométrie, le cycle thermique appliqué à l'échantillon, sous un environnement neutre (He), est illustré de la manière suivante :



La courbe de dilatométrie obtenue est présentée sur la Figure A-6.

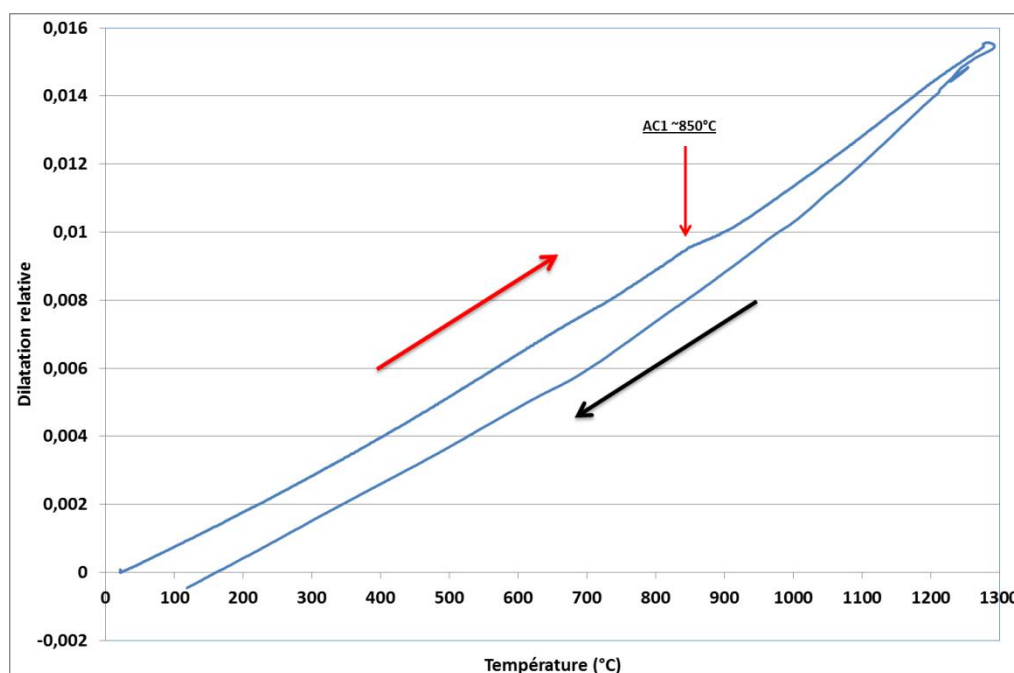
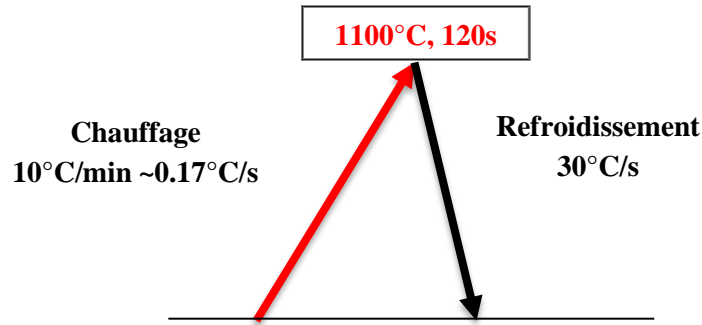


Figure A-6 : Courbe de dilatométrie obtenue sur la nuance non renforcée entre 20°C et 1300°C ($V_c=5^\circ\text{C/s}$ et $V_r = 50^\circ\text{C/s}$).

Au cours du chauffage une légère contraction entre 800°C et 900°C est observée. Au refroidissement, on n'observe pas d'incidents significatifs.

Un essai complémentaire de calorimétrie DSC est réalisé sur un deuxième échantillon de la même nuance. L'essai est réalisé sous gaz neutre (Ar), et le cycle thermique réalisé est représenté ci-dessous :



Le thermogramme de calorimétrie obtenu est présenté sur la Figure A-7. Lors du chauffage, on note la présence du point de curie vers 700°C, suivi d'un deuxième pic endothermique de faible intensité entre 800°C et 900°C. Au refroidissement, on observe le pic inverse du point de curie vers 700°C, et à plus basse température, nous avons un pic exothermique vers 300°C.

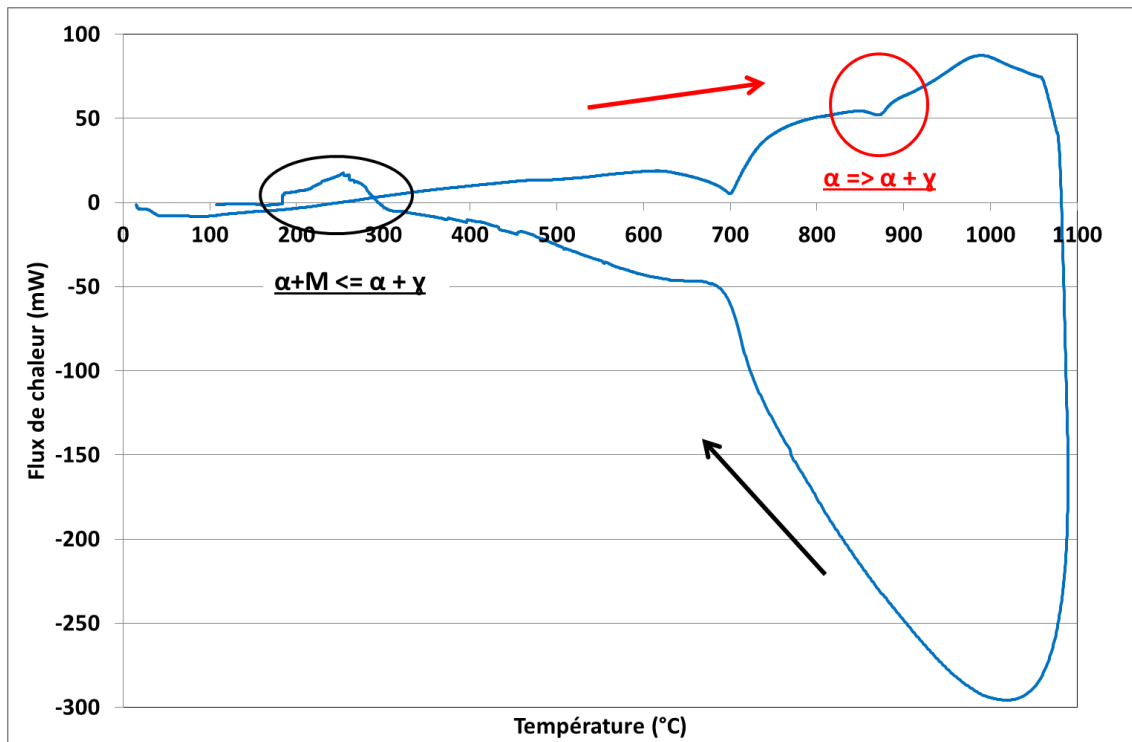


Figure A-7 : Thermogramme obtenu sur l'acier à 14% de Cr entre 20°C et 1100°C ($V_c=10^\circ\text{C}/\text{min}$ et V_r (four coupé) ~ $30^\circ\text{C}/\text{min}$).

Au vu des résultats obtenus en dilatométrie et en calorimétrie, nous observons des incidents de faibles intensités qui sont liés apparemment à une transformation partielle de la ferrite en austénite entre 800°C et 900°C. Les températures de début (Ac_1) et de fin de l'incident (Ac_3) mesurées expérimentalement ($\pm 10^\circ\text{C}$) sont regroupées dans le Tableau A-1.

Tableau A-1 : Températures expérimentales Ac1 et Ac3.

	Ac1	Ac3
Dilatométrie ($V_c=5^\circ\text{C/s}$)	850°C	910°C
Calorimétrie ($V_c \sim 0.17^\circ\text{C/s}$)	840°C	894°C

Nous avons essayé d'estimer la fraction transformée associée à ces incidents sur les courbes. Pour ce faire, nous avons comparé la dilatation et l'enthalpie relevées à 800°C aux valeurs caractéristiques d'une transformation complète $\alpha \Rightarrow \gamma$ (Tableau A-2). Dans les deux cas, nous trouvons un pourcentage d'austénite voisin de 10%.

Tableau A-2 : Estimation expérimentale du pourcentage d'austénite apparu d'après les courbes de dilatométrie et de la calorimétrie.

	Notre étude	Transformation $\alpha \Rightarrow \gamma$ complète	% austénite déduit (Ratio)
Dilatométrie	$\Delta l/l$ à 800°C $\sim 3.5 \cdot 10^{-4}$	$\Delta l/l$ à 800°C $\sim 2.6 \cdot 10^{-3}$	$\sim 10\%$
Calorimétrie	$\Delta H \sim 1\text{J/g}$	$\Delta H \sim 12\text{J/g}$	$\sim 10\%$

Lors du refroidissement, la dilatométrie ne montre pas l'existence d'incidents significatifs notamment aux basses températures, contrairement au résultat de calorimétrie. Sur ce dernier, on voit la présence d'un pic exothermique, probablement lié à la transformation de l'austénite en martensite ($\gamma \Rightarrow \alpha'$). Le M_s relevé est proche de 310°C. En comparant l'enthalpie de formation à celle correspondant à une transformation complète $\gamma \Rightarrow \alpha'$, nous trouvons un ratio de $\sim 15\text{-}20\%$, ce qui est tout à fait cohérent avec le pourcentage d'austénite obtenue au chauffage, aux incertitudes près.

Annexe A-7. Évolution de la dureté au cours du filage

Pour le culot de filage de la nuance ODS de référence, des filiations de dureté ont été réalisées, grâce à une machine de cartographie de dureté automatique Struers, au Laboratoire des Techniques d'Assemblages du Service d'Études Mécanique et Thermiques (LTA/SEMT) au CEA Saclay (Figure A-8). La charge appliquée est de 2 kg, avec un pas de 0.5 mm, soit environ quatre fois la taille de l'empreinte (supérieure à 100 μm). Les mesures se font automatiquement, et les empreintes ne pouvant pas être mesurées sont signalées à l'opérateur qui effectue la mesure manuellement.



Figure A-8 : Machine de cartographie de dureté du LTA/SEMT.

La Figure A-9 présente l'évolution de la dureté suivant la ligne centrale du culot de filage.

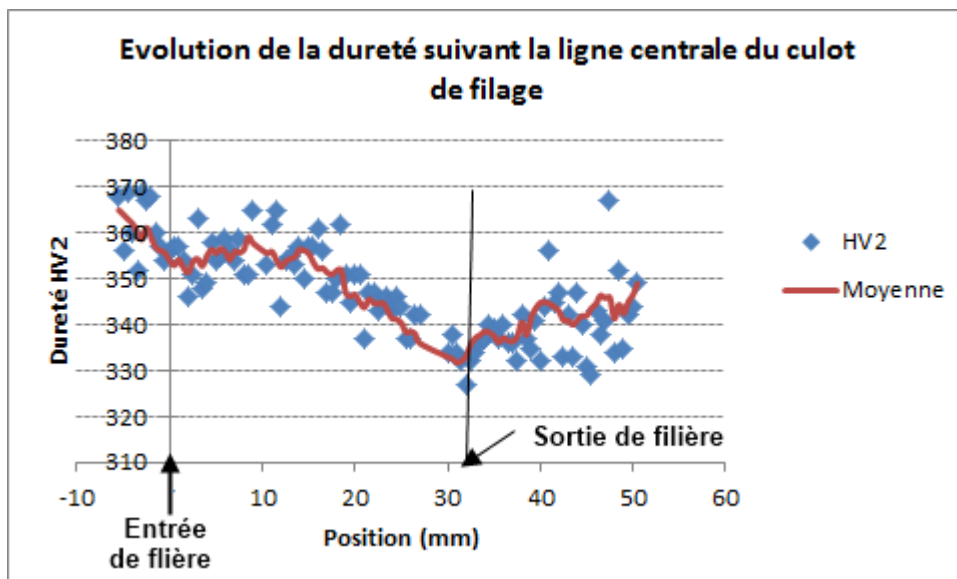


Figure A-9 : Évolution de la dureté suivant la ligne centrale d'un culot de filage de la nuance ODS de référence.

Au cours du filage, on note un adoucissement du matériau. La dureté baisse d'environ 30HV2 ; elle passe de 365 à 335HV2 environ. À la sortie de filière, on note une très légère augmentation de la dureté. Le

matériau filé présente ainsi une dureté de l'ordre de 340 HV2. Cela peut être expliqué par des légers effets post-dynamiques (restauration) dans la partie qui s'est auto-échauffée, et est restée immobile dans la filière (refroidissement plus lent que la partie qui est sortie de la filière).

Par ailleurs, la dureté de plusieurs états filés est donnée dans le Tableau A-3. Ces mesures ont été faites à partir d'une vingtaine de points.

Tableau A-3: Dureté de plusieurs nuances ferritiques à l'état filé.

Nuance	ODS de référence	ODS surcuit	Non renforcée
Dureté HV2	342	300	180
Écart type	4	7	5

La nuance non renforcée présente une dureté à peu près deux fois plus faible que la nuance ODS de référence. La dureté de la nuance surcuite est intermédiaire. Il est intéressant aussi de noter que la dureté du culot de filage de la nuance ODS de référence varie entre 370 et 330, c.-à-d. qu'elle reste partout plus dur que la nuance surcuite, qui est à 300 HV2, et où les dislocations ont pu davantage se réorganiser.

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

RESUME : L'élaboration des aciers ODS fait appel à une étape de consolidation par filage à chaud. Les propriétés très anisotropes de ces matériaux à l'état filés, notamment les nuances purement ferritiques (>12% Cr), nécessitent une meilleure compréhension des effets du procédé de filage sur la microstructure. Ainsi, ce travail de thèse a pour objectif principal d'étudier les évolutions de la microstructure lors de la transformation à chaud des aciers inoxydables ODS ferritiques, et plus globalement de comprendre le comportement de ces matériaux sous sollicitation mécanique à haute température. Pour cela, des essais de filage interrompus et des essais thermomécaniques de torsion et de compression à chaud (1000-1200°C) ont été réalisés sur plusieurs aciers ferritiques à 14% de Cr présentant différents taux de renfort en titane et en yttrium. Les microstructures obtenues après déformation ont été caractérisées par EBSD.

L'ensemble des analyses microstructurales effectuées montre que la mise en forme à chaud des aciers ferritiques par filage s'accompagne d'une recristallisation dynamique de type continue. Après formation des sous-joints par restauration, leurs désorientations continuent à croître, et ceux-ci se transforment graduellement en joints de grains au cours de la déformation. La cinétique de ce mécanisme semble néanmoins fortement influencée par les caractéristiques de la précipitation présente dans le matériau ; la recristallisation devenant moins complète lorsque les précipités sont plus fins et plus nombreux. En plus du taux de renfort, l'étude de la déformation de ces nuances en torsion et en compression dans des conditions proches de celles observées en filage révèle également une forte influence de la température sur leur comportement. Les microstructures de déformation présentent une évolution d'autant plus importante que la température et/ou le taux de renfort sont limités. À 1000°C, les évolutions observées indiquent la présence de la recristallisation dynamique continue. En revanche, lorsque l'on augmente la température et/ou le taux de renfort, la déformation s'accompagne d'une évolution limitée de la microstructure, notamment en torsion où un endommagement sévère aux niveaux des joints de grains est observé. Dans ce cas, les résultats sont interprétés par un mécanisme d'accommodation de la déformation au voisinage des joints de grains. Les paramètres rhéologiques calculés à partir de ces essais mécaniques confirment la tendance à une faible activité plastique au sein des grains dans les nuances renforcées.

Mots clés : RNR-Na, aciers ODS, filage à chaud, essais thermomécaniques, recristallisation dynamique, plasticité, joints de grains, EBSD.

Study of the microstructure evolution of ferritic stainless ODS steels during hot working

ABSTRACT : The production of ODS steels involves a powder consolidation step usually using the hot extrusion (HE) process. The anisotropic properties of extruded materials, especially in the ODS ferritic grades (>wt%12Cr), need a better understanding of the metallurgical phenomena which may occur during HE and lead to the observed microstructure. The hot working behavior of these materials is of particular interest. The methodology of this work includes the microstructure analysis after interrupted hot extrusion, hot torsion and hot compression (1000-1200°C) tests of ferritic steels with 14%Cr and different amounts in Ti and Y₂O₃.

The microstructure evolution during hot extrusion process is associated with continuous dynamic recrystallization (CDRX). It leads to the creation of new grains by the formation of low angle boundaries, and then the increase of their misorientation under plastic deformation. The investigations highlight also the role of precipitation on the kinetics of this mechanism; it remains incomplete in the presence of fine and dense nanoprecipitates. After hot deformation in torsion and compression, it is noticed that both precipitates and temperature deformation have a significant impact on the deformation mechanisms and microstructure evolution. Indeed, the CDRX is dominant when temperature and amount of reinforcement are limited. However, when they are increased, limited microstructure evolution is observed. In this case, the results are interpreted through a mechanism of strain accommodation at grain boundaries, with low dislocation activity in the bulk of the grains.

Keywords : SFR reactors, ODS steels, hot extrusion, thermomechanical tests, dynamic recrystallization, plasticity, grain boundaries, EBSD.