

## **PARTIE III.**

# **ESSAIS THERMOMÉCANIQUES**

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

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

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



## Chapitre 1. DISPOSITIFS EXPÉRIMENTAUX

### 1.1 Torsion à chaud

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

#### 1.1.1 Géométrie de l'éprouvette

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



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

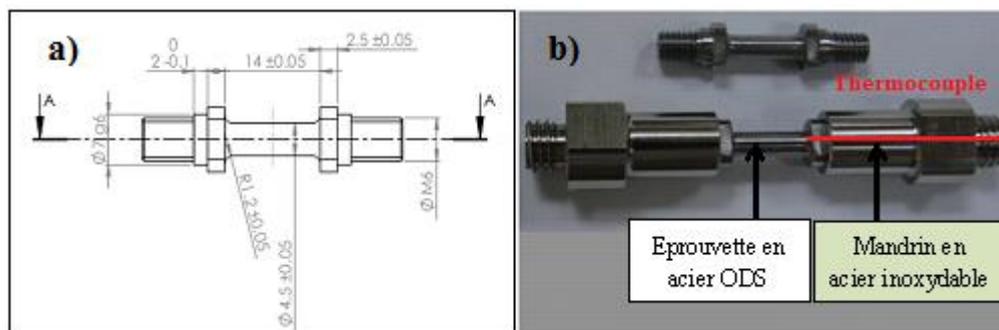


Figure III-2 : Éprouvette de torsion : a) géométrie, b) montage expérimentale de la mini-éprouvette.

### 1.1.2 Chauffage et déroulement d'essai

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

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

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

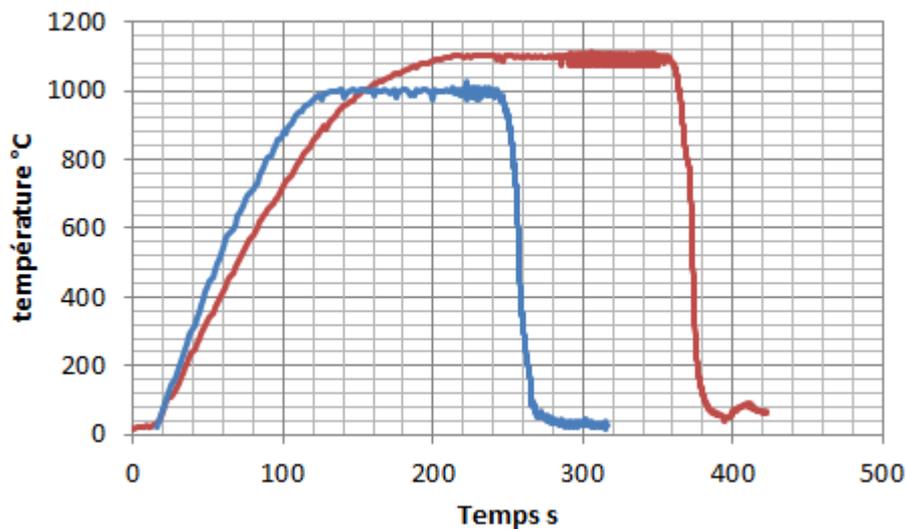


Figure III-3 : Cycles thermiques pour deux températures d'essai différentes, 1000 et 1100°C.

### 1.1.3 Conditions d'essais

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

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

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

|                  |      | Vitesse de déformation (s <sup>-1</sup> ) |     |    |
|------------------|------|---|-----|----|
|                  |      | 0,05                                      | 0,5 | 5  |
| Température (°C) | 1000 | E1  | E4  | E7 |
|                  | 1100 | E2  | E5  | E8 |
|                  | 1200 | E3  | E6  | E9 |

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

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

#### 1.1.4 Données brutes et dépouillement

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

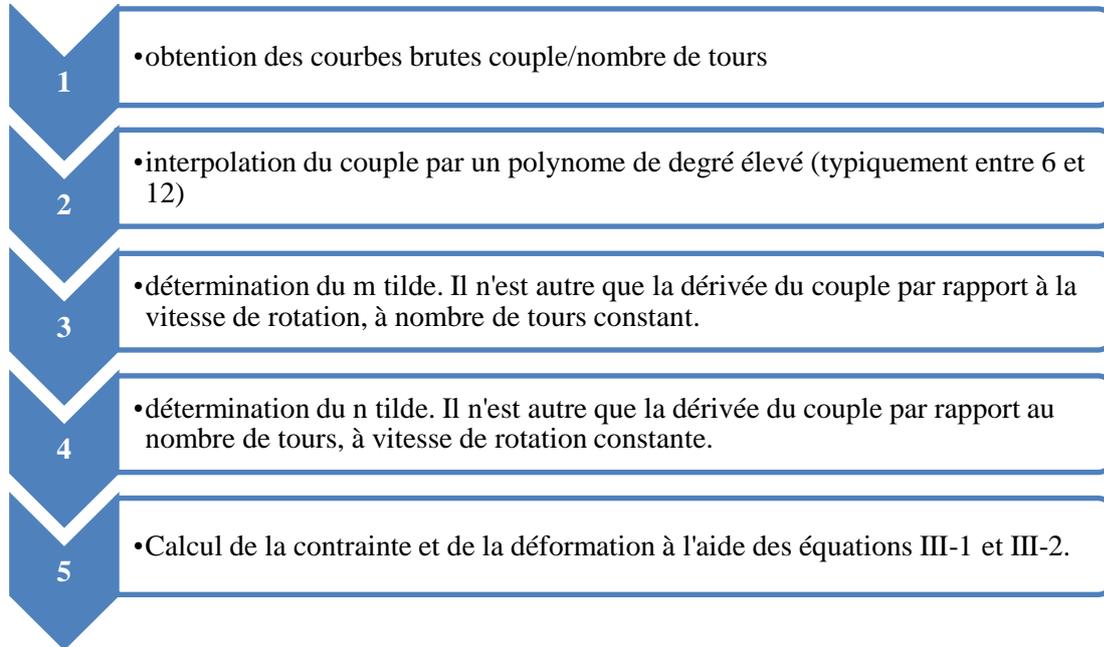


Figure III-4 : Logigramme d'analyse des essais de torsion.

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

### 1.1.5 Caractérisation des éprouvettes

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

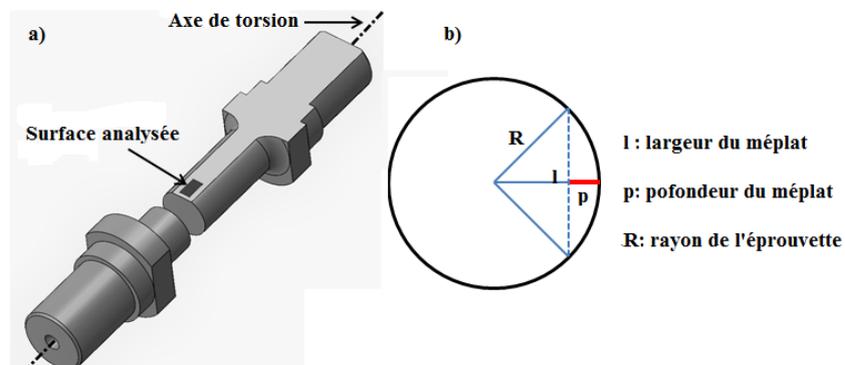


Figure III-5 : a) Schéma montrant la zone analysée de l'éprouvette, et b) Coupe transversale de l'éprouvette dans la zone utile.

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

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

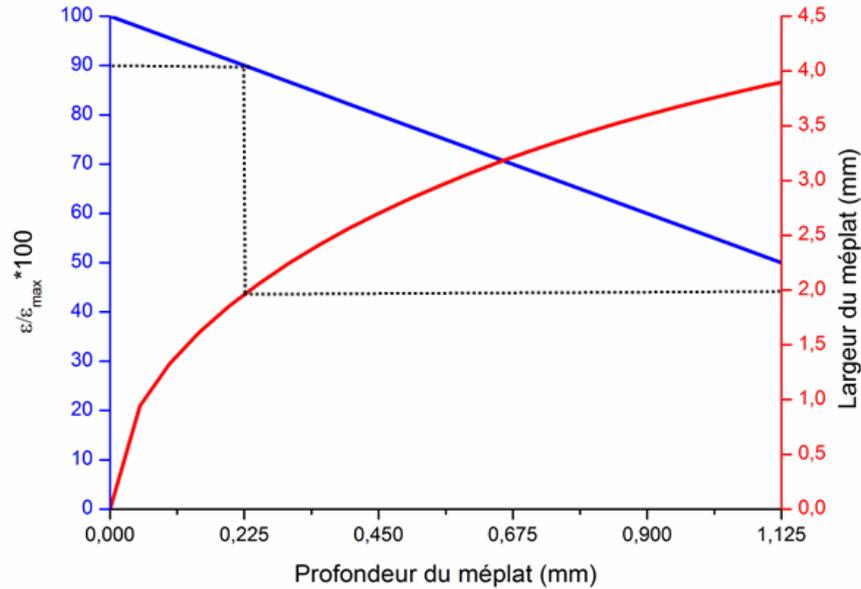


Figure III-6 : Déformation réelle dans une éprouvette de torsion exprimée en pourcentage de déformation nominale en fonction de la largeur du méplat.

## 1.2 Compression à chaud

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

### 1.2.1 Géométrie de l'éprouvette

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

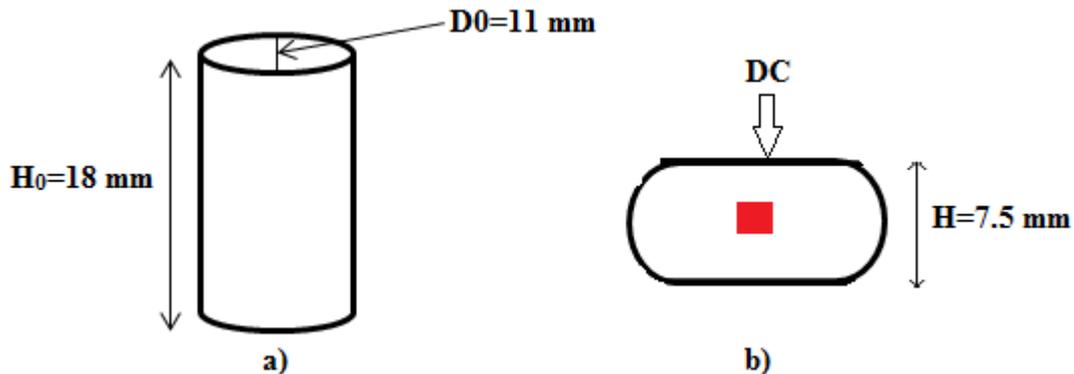


Figure III-7 : Géométrie des pions de compression : a) avant déformation, et b) après déformation : coupe suivant l'axe de compression. La zone analysée est marquée en rouge.

### 1.2.2 *Chauffage et déroulement d'essai*

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

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

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

### 1.2.3 *Conditions d'essais*

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

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

### 1.2.4 *Données brutes et dépouillement*

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

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

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

Avec :

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

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

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

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

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

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

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

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

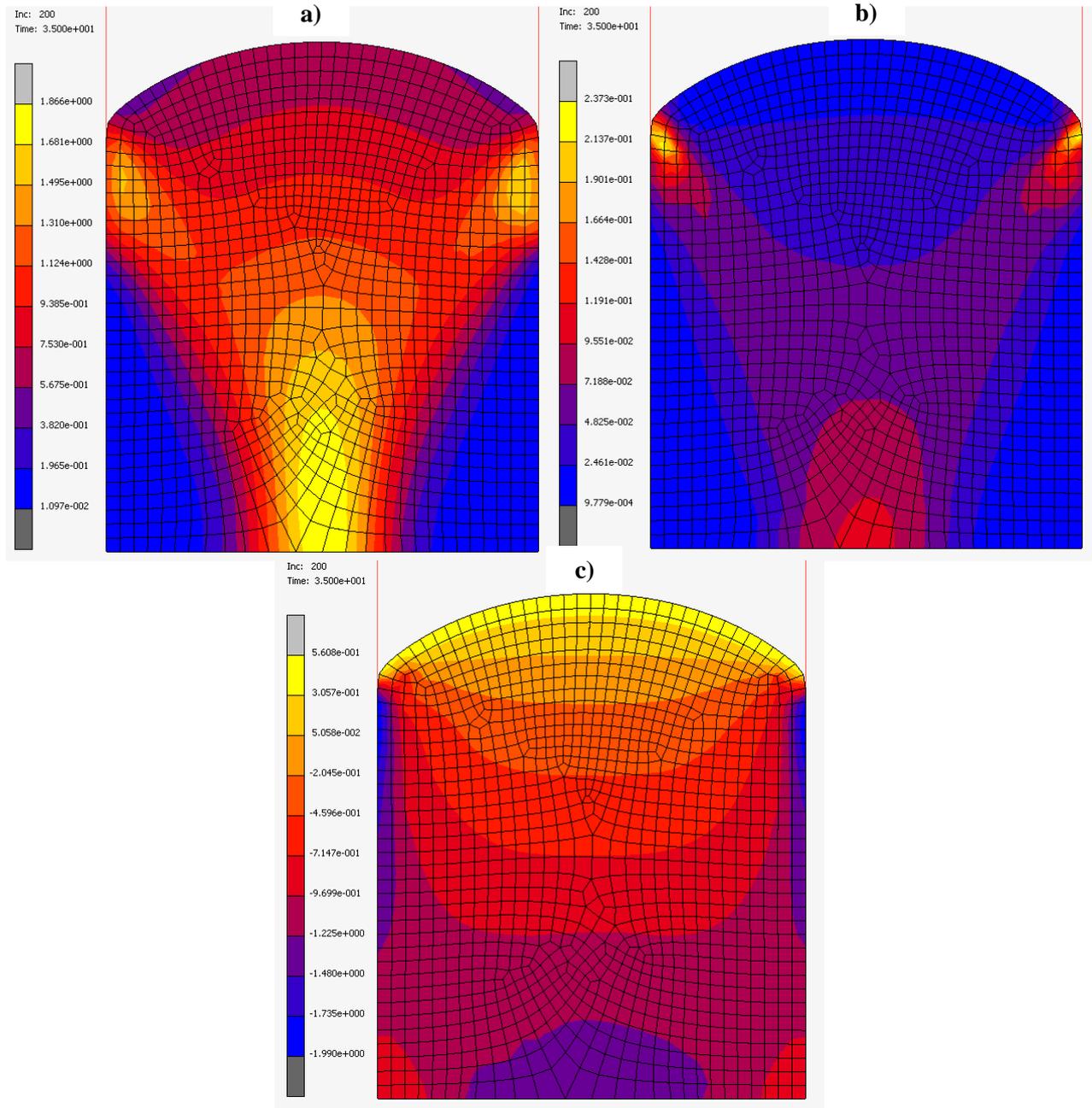
$$\dot{\bar{\varepsilon}} = \frac{\bar{\varepsilon}}{t} \quad (\text{Eq. III-7 bis})$$

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

### **Estimation de l'hétérogénéité de la déformation**

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

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



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

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

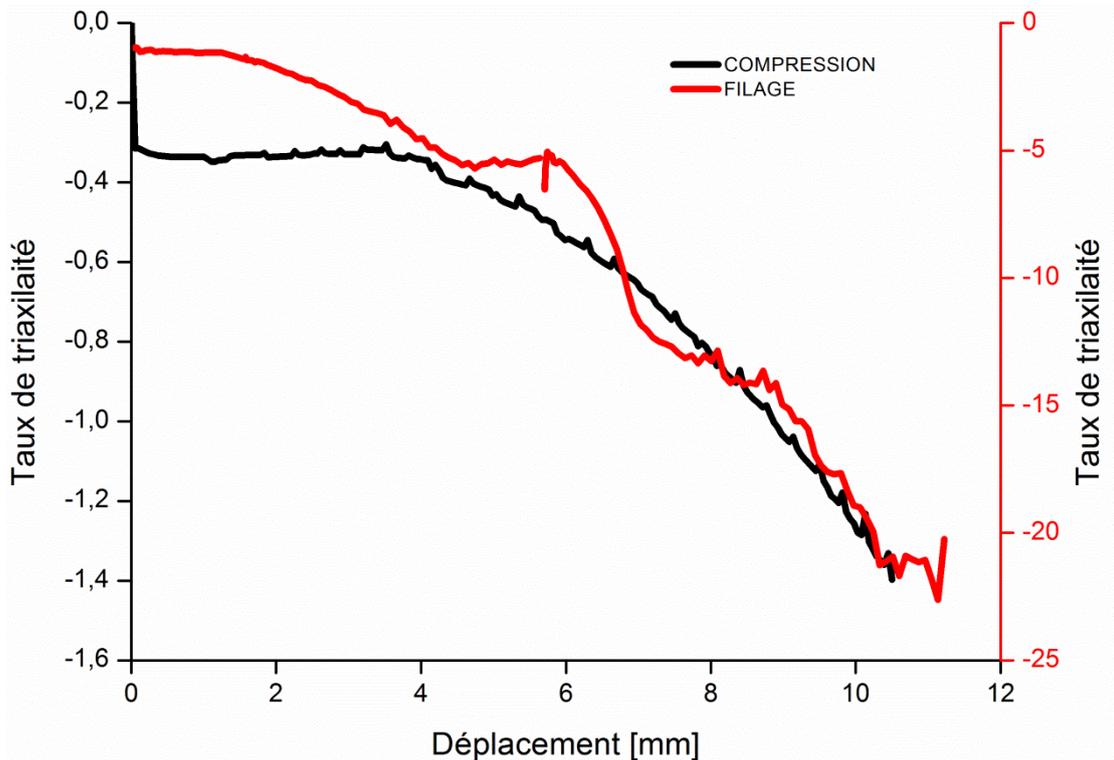


Figure III-9 : Évolution de la triaxialité des contraintes en compression (cœur du lopin), et en filage (ligne centrale).

### 1.2.5 Caractérisation des éprouvettes

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

#### Évolution de la forme des échantillons

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

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

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



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

Les conditions sont :

*Essai 1 : 0.05/s et 1000°C*

*Essai 4 : 0.5/s et 1000°C*

*Essai 2 : 0.05/s et 1100°C*

*Essai 5 : 0.5/s et 1100°C*

*Essai 3 : 0.05/s et 1200°C*

*Essai 6 : 0.5/s et 1200°C*

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

## Chapitre 2. RHÉOLOGIE À HAUTE TEMPÉRATURE

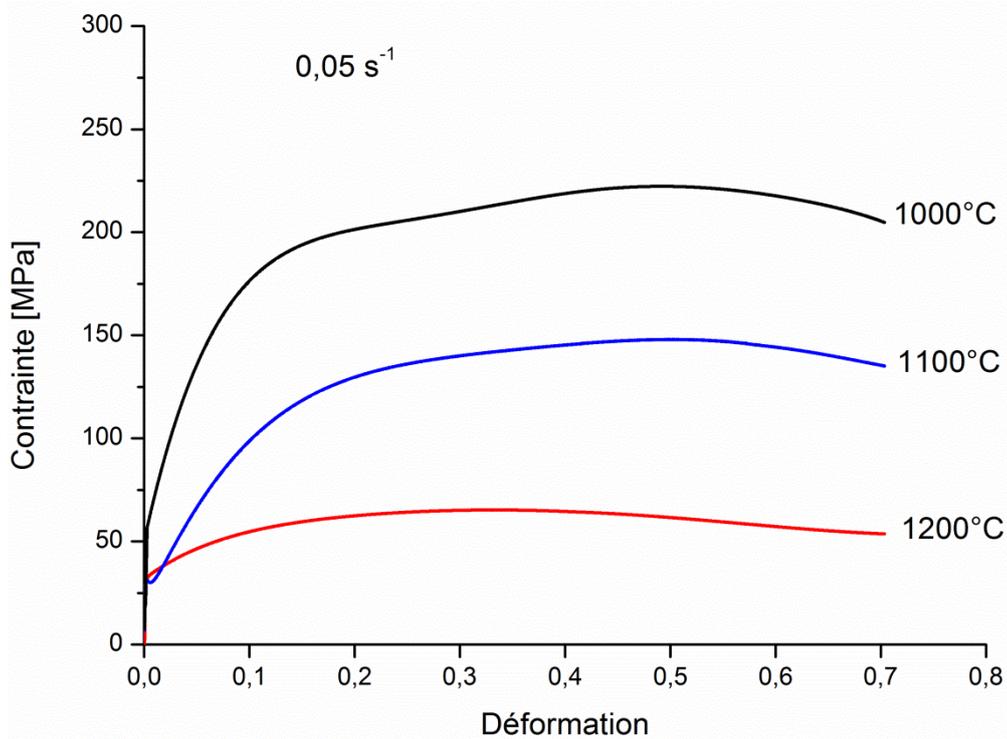
L'objectif de ce chapitre est d'analyser le comportement mécanique des nuances étudiées en fonction de la température, de la vitesse de déformation ainsi que du type de sollicitation (torsion et compression).

### 2.1 Courbes contrainte déformation

#### 2.1.1 Essais de torsion

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

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



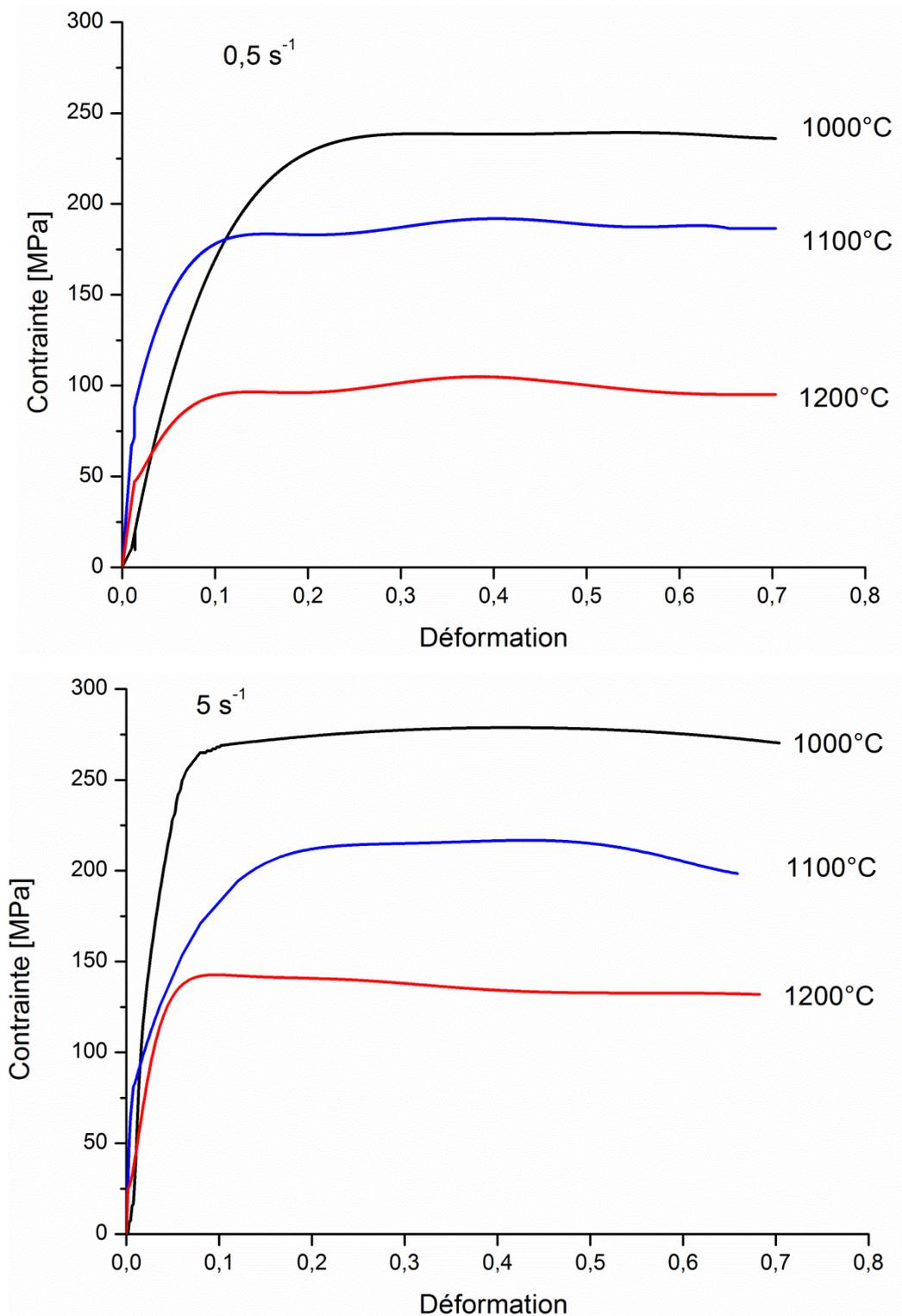


Figure III-11 : Courbes contrainte-déformation obtenues en torsion pour la nuance ODS fortement renforcée.

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

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

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

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

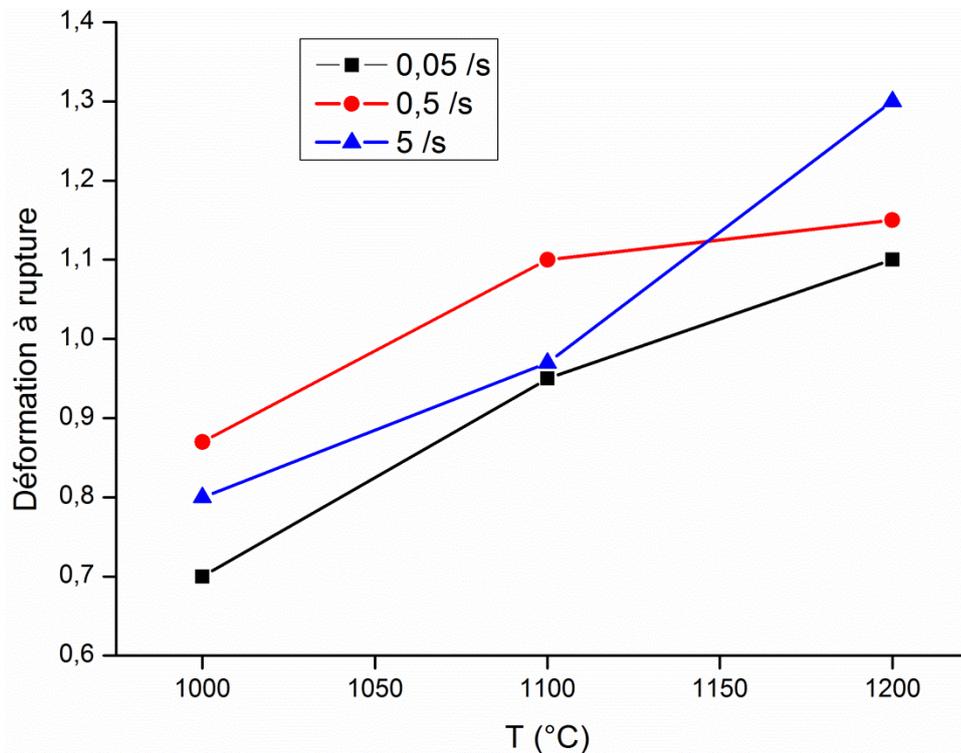


Figure III-12 : Évolution du niveau de déformation à rupture de la nuance ODS fortement renforcée déformée en torsion.

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

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

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

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

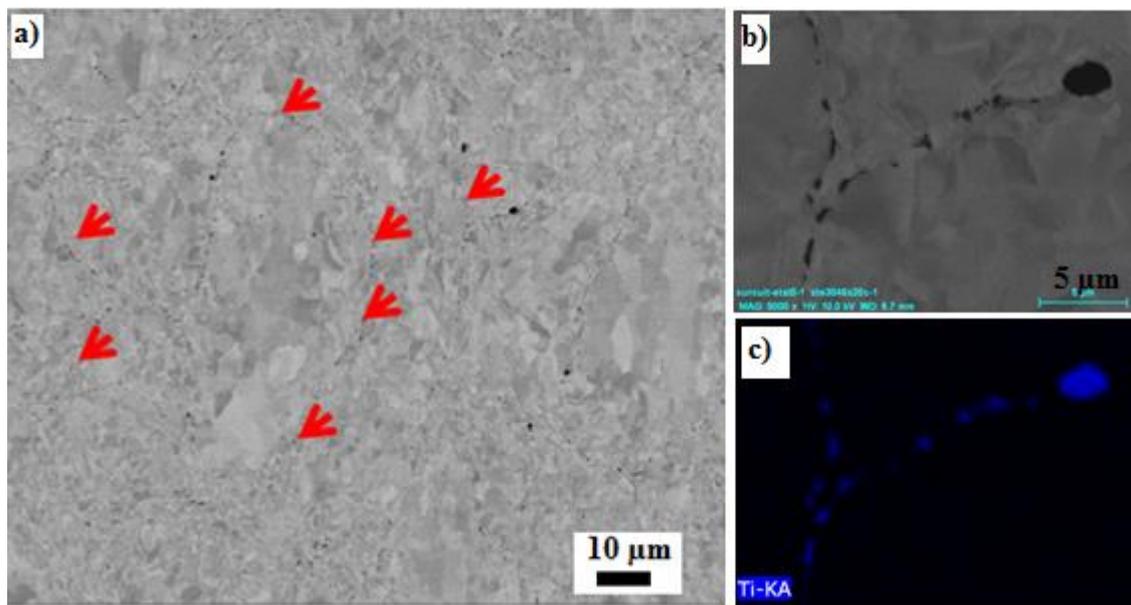


Figure III-13 : (a) Micrographie de la nuance ODS surcuite. Les flèches rouges indiquent les chapelets d'oxydes qui décorent les joints des ex-particules de poudres. (b-c) L'analyse chimique de ces précipités à l'EDX (Energy Dispersive X-ray) montrent qu'ils sont riches en titane.

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

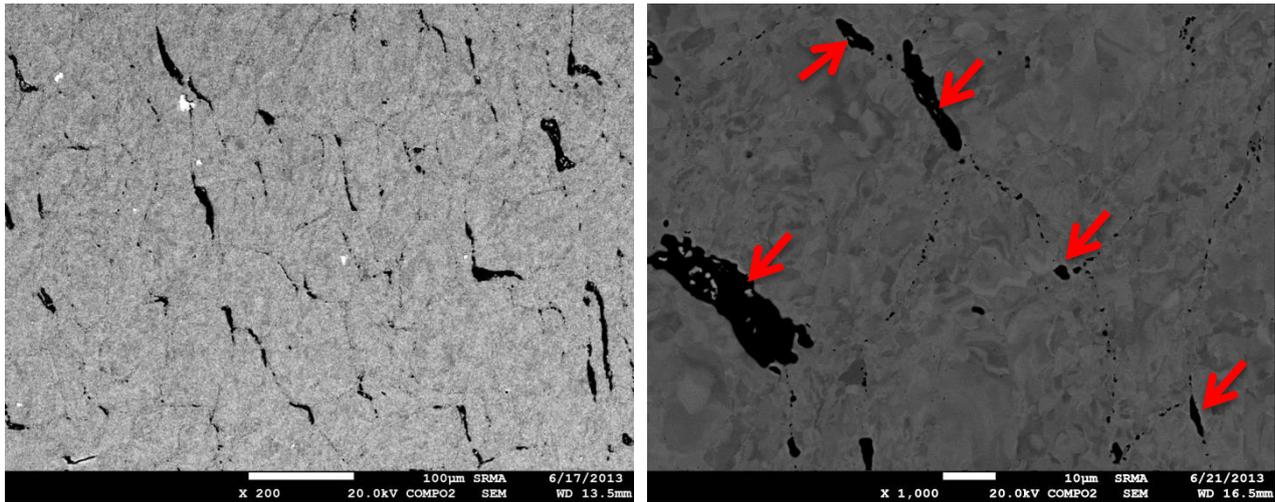


Figure III-14 : Micrographie de la nuance ODS surcuite après rupture en torsion à haute température. Les flèches rouges indiquent certaines porosités d'endommagement.

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

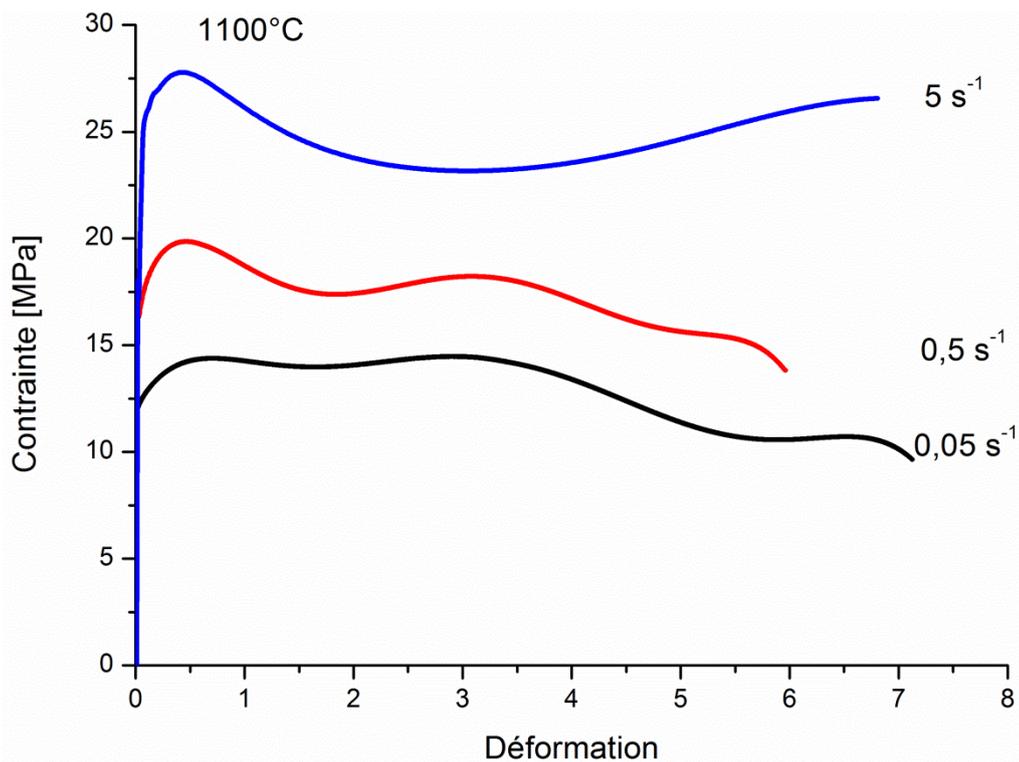


Figure III-15 : Courbes contrainte-déformation obtenues en torsion à 1100°C pour la nuance ODS non renforcée.

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

### 2.1.2 Essais de compression

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

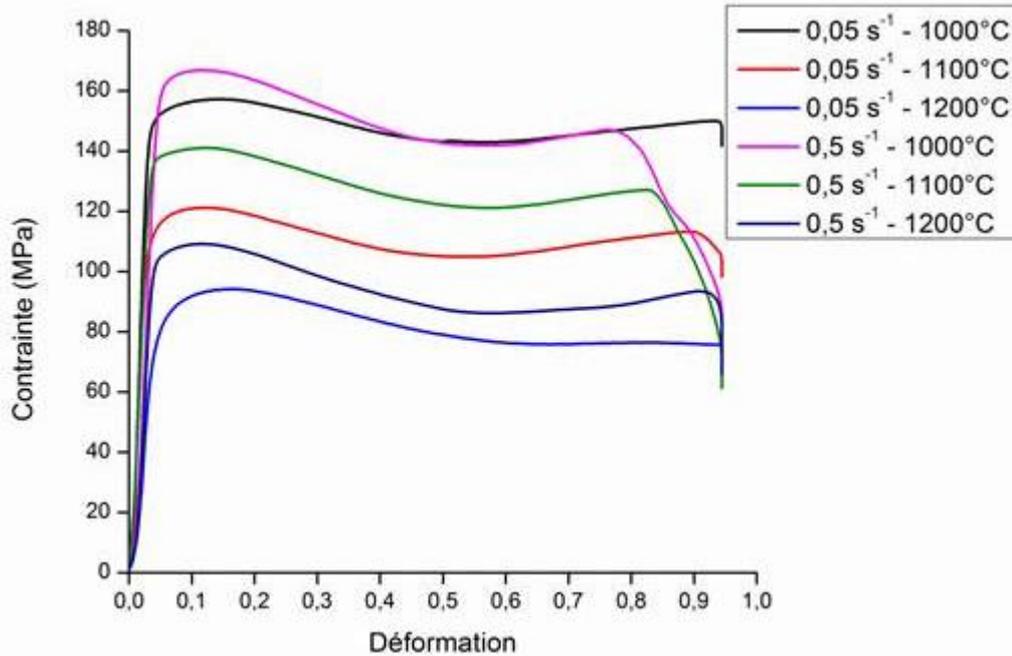


Figure III-16 : Courbes contrainte-déformation obtenues en compression pour la nuance ODS de référence.

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

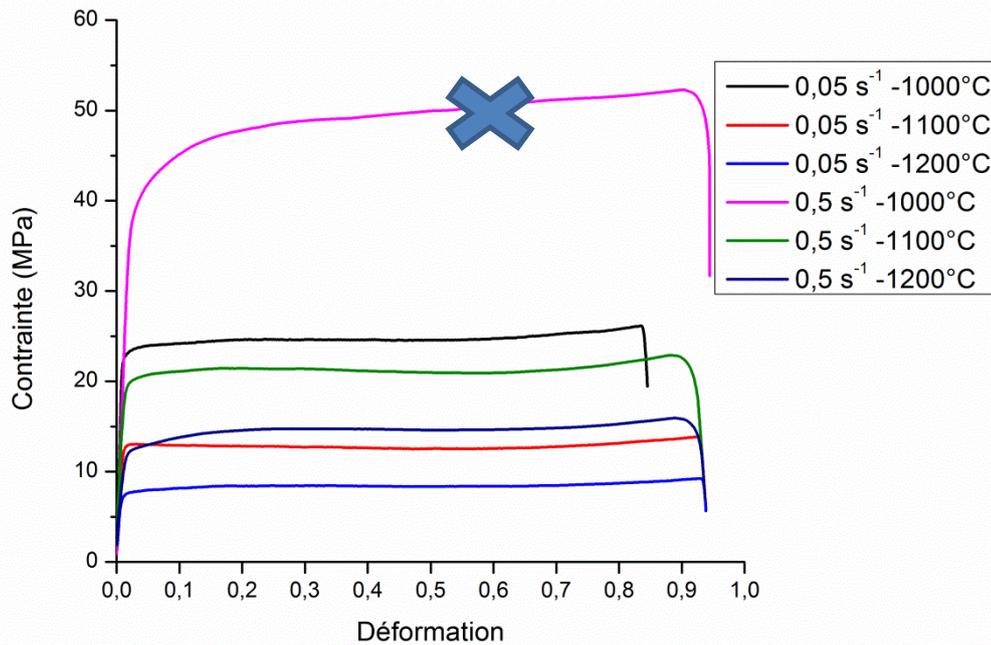


Figure III-17 : Courbes contrainte-déformation obtenues en compression pour la nuance non renforcée.

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

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

## 2.2 Calcul des paramètres rhéologiques

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

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

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

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

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

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

### **Le volume d'activation ( $V_a$ )**

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

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

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

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

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

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

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

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

## **2.2.1 Sensibilité à la vitesse de déformation ( $m$ )**

### **2.2.1.1 Nuance ODS fortement renforcée**

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

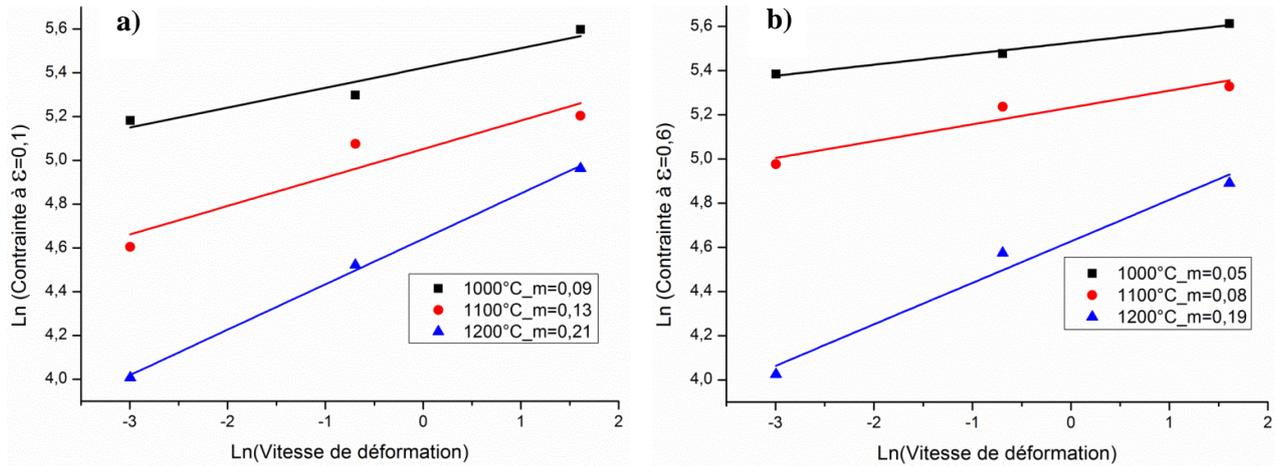


Figure III-18 : Valeurs des paramètres de sensibilité à la vitesse de déformation pour la nuance ODS fortement renforcée : a)  $\epsilon=0,1$  et b)  $\epsilon=0,6$ .

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

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

### 2.2.1.2 Nuance ODS de référence

Les calculs sont réalisés à partir des courbes contrainte-déformation obtenues en compression. Les valeurs associées à des niveaux de déformation équivalents à 0,1 et 0,6 sont données dans le Tableau III-4. Pour ces calculs, nous ne disposons que de deux vitesses de déformation ( $0,05$  et  $0,5 \text{ s}^{-1}$ ), et pas trois comme ci-dessus pour la nuance fortement renforcée.

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

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

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

|                |              |              |
|----------------|--------------|--------------|
| <b>Moyenne</b> | <b>0.054</b> | <b>0.058</b> |
|----------------|--------------|--------------|

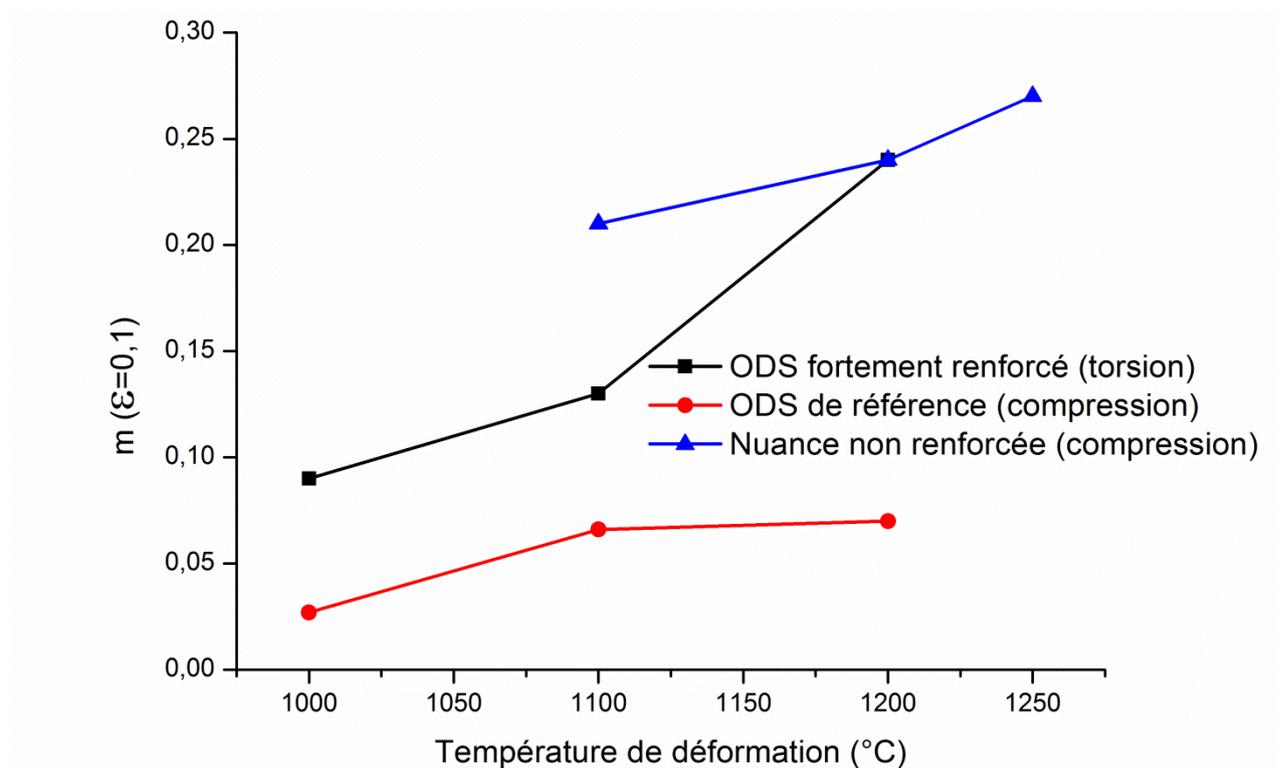
### 2.2.1.3 Nuance non renforcée

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

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

| $T_{\text{déf}} (\text{°C})$ | $m (\varepsilon=0,1)$ | $m (\varepsilon=0,6)$ |
|------------------------------|-----------------------|-----------------------|
| 1100                         | 0,21                  | 0,24                  |
| 1200                         | 0,24                  | 0,27                  |
| 1250                         | 0,27                  | 0,3                   |
| <b>Moyenne</b>               | <b>0,24</b>           | <b>0,27</b>           |

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



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

#### 2.2.1.4 Synthèse partielle

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

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

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

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

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

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

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

### 2.2.2 Sensibilité à la température – énergie d'activation $Q$

#### 2.2.2.1 Nuance ODS fortement renforcée

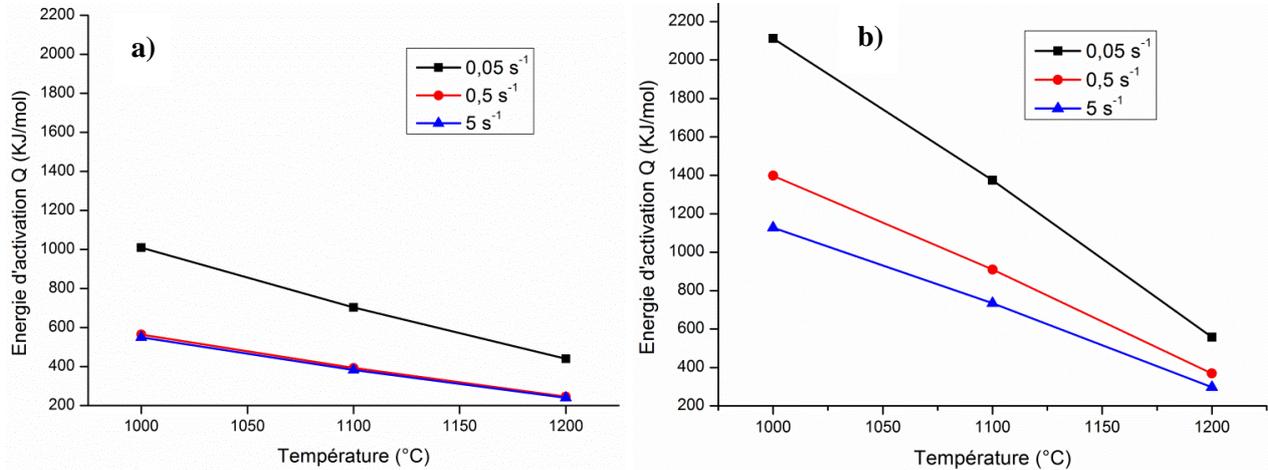
Les calculs sont réalisés à partir des courbes contrainte-déformation obtenues en torsion. Les valeurs des énergies d'activation apparentes associées à  $\sigma(\epsilon=0,1)$  et à  $\sigma(\epsilon=0,6)$  calculées sont données dans le Tableau III-6 et le Tableau III-7, respectivement, et présentées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

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

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

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

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

Figure III-20 : Évolution de l'énergie d'activation apparente associée à : a)  $\sigma(\varepsilon=0,1)$  et b)  $\sigma(\varepsilon=0,6)$  en fonction de la température pour la nuance ODS fortement renforcée.

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

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

| $T_{\text{déf}} (\text{°C})$ | $Q (\epsilon=0,1)$ | $Q (\epsilon=0,6)$ |
|------------------------------|--------------------|--------------------|
| 1000                         | 708                | 1549               |
| 1100                         | 493                | 1007               |
| 1200                         | 309                | 408                |
| <b>Moyenne</b>               | <b>503</b>         | <b>988</b>         |

### 2.2.2.2 Nuance ODS de référence

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

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

| Vitesse de déformation<br>( $s^{-1}$ ) | <b>0.05</b> |            |            | <b>0.5</b>  |            |            |
|--|-------------|------------|------------|-------------|------------|------------|
| Température (°C)                       | 1000        | 1100       | 1200       | 1000        | 1100       | 1200       |
| Q (KJ/mol)                             | <b>1532</b> | <b>618</b> | <b>601</b> | <b>1207</b> | <b>487</b> | <b>473</b> |

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

| Vitesse de déformation<br>( $s^{-1}$ ) | <b>0.05</b> |            |            | <b>0.5</b> |            |            |
|--|-------------|------------|------------|------------|------------|------------|
| Température (°C)                       | 1000        | 1100       | 1200       | 1000       | 1100       | 1200       |
| Q (KJ/mol)                             | <b>842</b>  | <b>789</b> | <b>905</b> | <b>670</b> | <b>628</b> | <b>720</b> |

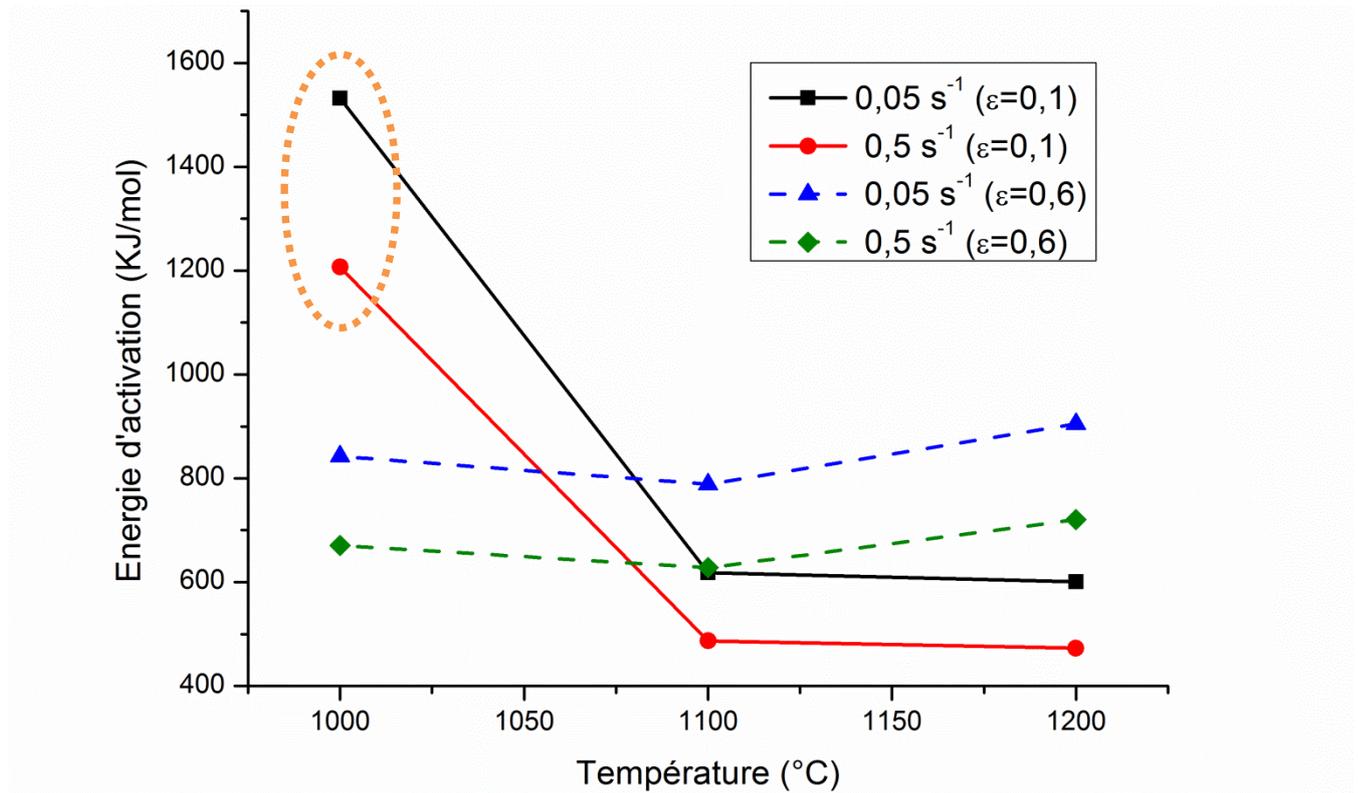


Figure III-21 : Évolution de l'énergie d'activation apparente associée à  $\sigma$  ( $\epsilon=0,1$ ) et  $\sigma$  ( $\epsilon=0,6$ ) en fonction de la température pour la nuance ODS de référence.

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

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

| $T_{\text{déf}}$ (°C) | Q ( $\epsilon=0,1$ ) | Q ( $\epsilon=0,6$ ) |
|-----------------------|----------------------|----------------------|
| 1000                  | 1370                 | 756                  |
| 1100                  | 552                  | 708                  |
| 1200                  | 537                  | 812                  |
| <b>Moyenne</b>        | <b>820</b>           | <b>758</b>           |

### 2.2.2.3 Nuance non renforcée

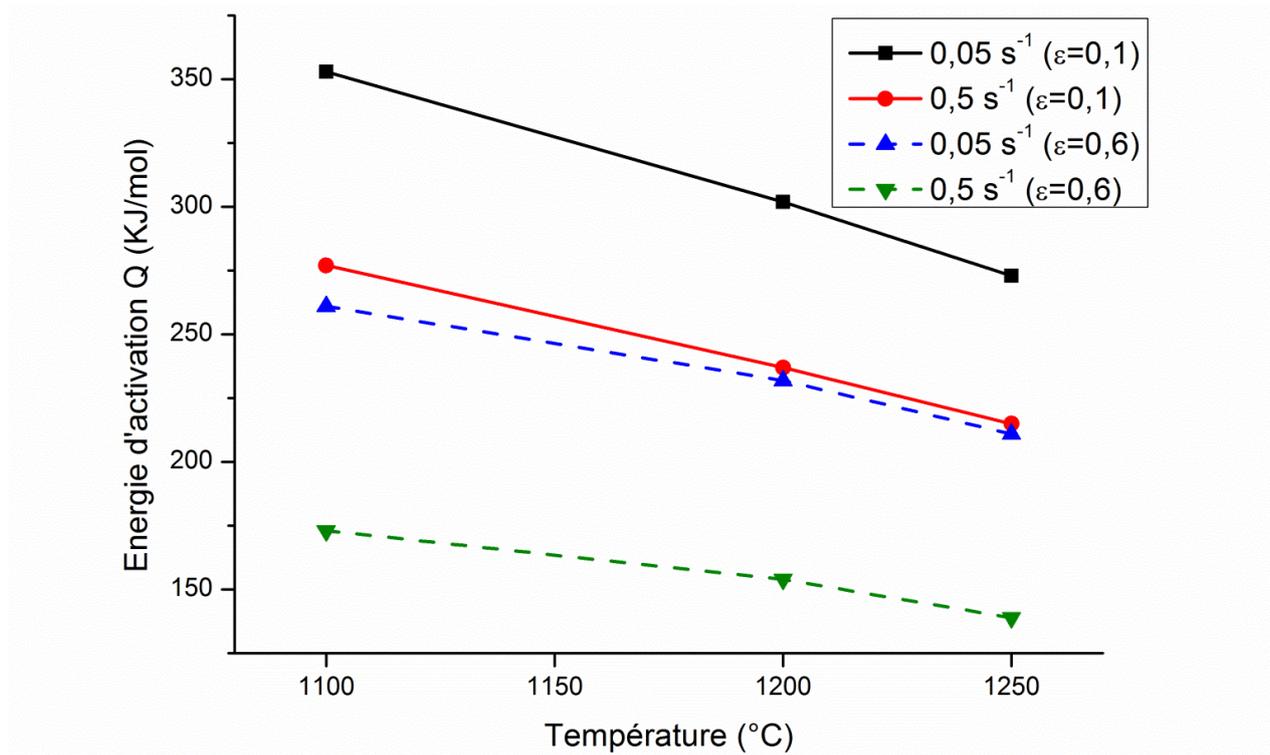
Les calculs sont réalisés à partir des courbes contrainte-déformation obtenues en compression. Les valeurs trouvées sont données dans le Tableau III-12 et le Tableau III-13, et présentées en Figure III-22.

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

| Vitesse de déformation (s <sup>-1</sup> ) | 0.05       |            |            | 0.5        |            |            |
|---|------------|------------|------------|------------|------------|------------|
| Température (°C)                          | 1100       | 1200       | 1250       | 1100       | 1200       | 1250       |
| Q (KJ/mol)                                | <b>353</b> | <b>302</b> | <b>273</b> | <b>277</b> | <b>237</b> | <b>215</b> |

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

| Vitesse de déformation (s <sup>-1</sup> ) | 0.05       |            |            | 0.5        |            |            |
|---|------------|------------|------------|------------|------------|------------|
| Température (°C)                          | 1100       | 1200       | 1250       | 1100       | 1200       | 1250       |
| Q (KJ/mol)                                | <b>261</b> | <b>232</b> | <b>211</b> | <b>173</b> | <b>154</b> | <b>139</b> |

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

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

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

| $T_{\text{déf}} (^{\circ}\text{C})$ | Q ( $\epsilon=0,1$ ) | Q ( $\epsilon=0,6$ ) |
|-------------------------------------|----------------------|----------------------|
| 1100                                | 315                  | 217                  |
| 1200                                | 270                  | 193                  |
| 1250                                | 244                  | 175                  |
| <b>Moyenne</b>                      | <b>276</b>           | <b>195</b>           |

#### 2.2.2.4 Synthèse partielle

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

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

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

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

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

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

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

### 2.2.3 Volume d'activation

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

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

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

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

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

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

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

### 2.3 Bilan du chapitre

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

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

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

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

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