



**HAL**  
open science

# Effets de la microstructure, de la texture et du vieillissement thermique sur la rupture fragile des aciers ODS

A. Rouffie, J. Crepin, B. Tanguy, S. Vincent

► **To cite this version:**

A. Rouffie, J. Crepin, B. Tanguy, S. Vincent. Effets de la microstructure, de la texture et du vieillissement thermique sur la rupture fragile des aciers ODS. Journées annuelles de la SF2M 2015 - Matériaux et conversion d'énergie, Oct 2015, Paris, France. cea-02492550

**HAL Id: cea-02492550**

**<https://cea.hal.science/cea-02492550>**

Submitted on 27 Feb 2020

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

# Effets de la microstructure, de la texture et du vieillissement thermique sur la rupture fragile des aciers ODS

Anne-Laure Rouffié<sup>1</sup>, Jérôme Crépin<sup>2</sup>, Benoît Tanguy<sup>3</sup>, Sébastien Vincent<sup>1</sup>

<sup>1</sup> CEA Saclay, DEN, DANS, DMN, SRMA, LC2M, 91191 Gif-sur-Yvette cedex, France

<sup>2</sup> MINES ParisTech, PSL Research University, Centre des Matériaux, UMR CNRS 7633, BP87, 91003 Evry cedex, France

<sup>3</sup> CEA Saclay, DEN, DANS, DMN, SEMI, 91191 Gif-sur-Yvette cedex, France

## Introduction

Les aciers ODS (Oxide Dispersion Strengthened) sont envisagés comme matériau de gainage du combustible pour les futurs réacteurs nucléaires au sodium de Génération IV. Ces matériaux présentent une excellente résistance au fluage à haute température et au gonflement sous irradiation, mais des interrogations subsistent quant à leur propriété de résilience. L'objectif de ce travail est de comprendre l'effet de différents paramètres (composition chimique, texture, vieillissement thermique...) sur le comportement à l'impact de cette famille d'aciers et sur l'apparition de la rupture de type fragile.

## Effet de la composition chimique sur le vieillissement

Cette étude a mis en évidence les effets du vieillissement thermique sur le comportement à l'impact de deux nuances d'acier ODS, l'une contenant 18%Cr et l'autre 14%Cr. Le comportement de ces nuances a été évalué en traction et en résilience, puis l'identification des phases observées au sein de la microstructure a été réalisée grâce à des mesures à la microsonde de Castaing, des prélèvements au FIB et des mesures de paramètres de maille en microscopie électronique en transmission.

### Nuance à 18%Cr

La phase  $\sigma$ , de composition Fe-38%Cr-5%W, et des carbures de type  $M_{23}C_6$ , de composition Fe-73%Cr-8%W, ont été observés après un vieillissement de 5000 heures à 600°C. Les tailles de ces précipités sont de l'ordre de plusieurs micromètres, ce qui est supérieur à la taille des grains (500 nm) de la nuance.

En termes de résistance mécanique, la présence de la phase  $\sigma$  a eu pour effet d'abaisser de 70% l'énergie de palier ductile lors des essais de résilience, et de réduire de 40% l'allongement à rupture en traction à +20°C. Cette fragilisation est directement liée à la rupture par clivage de la phase  $\sigma$  entre -100°C et +325°C. Cependant, la présence de cette phase n'a eu aucun effet significatif sur la limite d'élasticité ni sur la résistance maximale, éventuellement à cause d'un effet compensateur lié à la présence des carbures. Conformément à ce qui était attendu, l'essai de résilience est bien la technique de caractérisation mécanique la plus adaptée pour mettre en évidence la présence d'une telle phase intermétallique.

Etant donné que la température (600°C) et la durée (5000 heures), auxquelles est apparue la phase  $\sigma$ , sont comprises dans la gamme de fonctionnement du matériau de gainage, cette nuance d'acier ODS a donc été écartée pour l'application visée.

### Nuance à 14%Cr

Contrairement à la nuance à 18%Cr, la phase  $\sigma$  n'a pas été observée sur la nuance à 14%Cr vieillie à 600°C pendant 10000 heures. En effet, une teneur de 14% en chrome est insuffisante pour stabiliser cette phase, et ce quelle que soit la température. De plus, nous n'avons pas observé de phase  $\chi$ , une autre phase intermétallique déjà rencontrée dans les nuances d'acier ODS à 13-14%Cr par [Zakine, 1996] et [Steckmeyer, 2012], et qui a des effets similaires à ceux de la phase  $\sigma$  sur les propriétés en traction et en résilience. La raison probable est la faible teneur en titane de la nuance étudiée (0,3%) par rapport aux nuances étudiées par Zakine et al. (2,2%) et par Steckmeyer et al. (1%).

D'autres phases ont cependant été observées dans la nuance à 14%Cr que nous avons caractérisée après vieillissement thermique. A la température de vieillissement de 600°C, des phases de Laves de type  $Fe_2W$  d'une taille de l'ordre de 1  $\mu m$  ont été mises en évidence à la microsonde de Castaing, de même que des carbures de chrome. Cependant, nous n'avons pas observé de modification sur le comportement en traction et en résilience de cette nuance, et ce pour des durées de vieillissement de 5000 heures et de 10000 heures.

De nombreux carbures de chrome sont également apparus après vieillissement à la température de 500°C. Mais, comme dans le cas de l'état vieilli à 600°C, aucune modification significative du comportement en traction n'a été observée après des durées de vieillissement de 5000 et de 10000 heures. Par contre, il semblerait que la dispersion en énergie à rupture mesurée sur les courbes de résilience, et due au mécanisme de bifurcation, soit atténuée par la présence de ces carbures.

A la température de 400°C, la présence de la phase  $\alpha'$  a été mise en évidence après des vieillissements d'une durée de 5000 heures et de 10000 heures. La présence de cette phase a eu pour principal effet d'augmenter de +20°C la valeur de la TTDF, mais l'influence de cette phase sur les propriétés mécaniques de cette nuance d'acier ODS apparaît très limitée.

Contrairement aux autres phases citées précédemment, la phase  $\alpha'$  de taille nanométrique ne peut pas être mise en

évidence à la microsonde de Castaing. Sa présence a été repérée tout d'abord grâce à la mesure du pouvoir thermoélectrique puis par calorimétrie différentielle à balayage (DSC). Cette technique nous a également permis d'identifier la température de remise en solution de ces précipités, qui est de 570°C dans le cas de la nuance étudiée. Enfin, nous avons pu observer des précipités  $\alpha'$  en microscopie en transmission, et quantifier leur taille et leur fraction volumique par diffusion des neutrons aux petits angles (DNPA). Ces premiers résultats montrent que le nombre de précipités  $\alpha'$  augmente avec la durée de vieillissement à 400°C, alors que leur taille reste stable à environ 1,7 nm.

## Effets de la texture morphologique et cristallographique sur les propriétés mécaniques

Cette étude a en outre mis en évidence le rôle prépondérant de la texture morphologique et cristallographique sur les mécanismes de rupture des aciers ODS. A basse température, la propagation du clivage est régie par la notion de grains effectifs, qui sont constitués de grains faiblement désorientés ( $<15^\circ$ ) les uns par rapport aux autres. Les particules et les nano-renforts semblent, quant à eux, n'avoir aucun effet sur la propagation du clivage.

Cependant, la répartition des différents types de particules (oxyde d'yttrium, oxydes de titane, carbure de titane, oxyde d'aluminium) semble influencer la taille et l'orientation cristallographique des grains, qui régissent eux-mêmes les mécanismes de propagation du clivage. En effet, il semblerait que deux populations de précipités soient présentes dans la nuance à 14%Cr, l'une constituée majoritairement de gros précipités d'une taille comprise entre 100 nm et 1  $\mu\text{m}$ , et l'autre constituée majoritairement de petits précipités d'une taille inférieure à 100 nm. La localisation des plus gros grains, dont l'orientation cristallographique diffère de la composante majoritaire de la texture globale, semblerait alors correspondre aux zones caractérisées par une population de gros précipités. Cette tendance reste toutefois à confirmer par d'autres observations.

D'autre part, les nuances texturées sont sujettes à l'apparition du mécanisme de bifurcation lorsque le matériau est en phase de transition ductile fragile. La bifurcation est un mécanisme de rupture majoritairement intergranulaire, et semble être également favorisé dans une moindre mesure par la présence de grains dont l'orientation cristallographique diffère de la texture de fibre globale. Ce mécanisme est très consommateur en énergie et engendre de la dispersion sur les énergies à rupture mesurées, ce qui se traduit par des valeurs en énergies plus élevées en zone de transition que sur le palier ductile. En conséquence, la méthode conventionnelle utilisée pour définir les valeurs de la TTDF et de l'énergie de palier ductile n'est pas adaptée à ce type de comportement, puisque cette valeur est sous-estimée et l'énergie de palier ductile est surestimée. Un critère de comparaison basé sur les énergies à l'amorçage de la rupture brutale a donc été proposé. Dans le cadre de cette étude, ce critère correspond à la température à laquelle l'énergie à l'amorçage de la rupture atteint la valeur de 4 J

avec des éprouvettes de résilience de type mini-Charpy ( $27 \times 4 \times 3 \text{mm}^3$ ) entaillées en V. Cette valeur seuil de l'énergie à l'amorçage peut ensuite être ajustée en fonction du critère technologique qui sera retenu. Bien que le classement des nuances reste inchangé en utilisant ce critère plutôt que la valeur de la TTDF, le principal intérêt est de se baser sur des valeurs comparables entre elles puisqu'on s'affranchit de la composante aléatoire due au mécanisme de bifurcation.

Le mécanisme de bifurcation apparaît quelle que soit la vitesse de sollicitation sur les éprouvettes de résilience. Un essai de ténacité a été mené à la température de +20°C selon la direction de sollicitation matérialisée par des flèches sur la Figure 1. Sur cette éprouvette, la fissure principale a bifurqué à la perpendiculaire de la direction attendue, de manière identique à ce qui a été observé sur les éprouvettes de résilience et de flexion. Dans le cas de la géométrie tube, le mécanisme de bifurcation a également été observé par Chao et al. [Chao, 2013]. L'occurrence de la rupture par bifurcation est donc une tendance forte dans le cas des nuances d'acier ODS texturé.

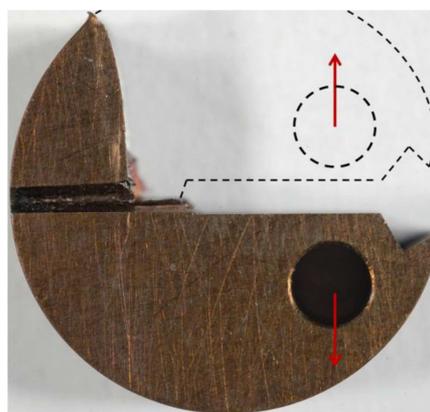


Figure 1. Eprouvette de ténacité rompue par bifurcation à la température de 20°C. Les flèches indiquent la direction de traction parallèle à la direction d'extrusion (DE).

## Références

- C. Zakine, C. Prioul, D. François, *Influence of the  $\chi$ -phase on the tensile properties of ODS steels*, Journal of Nuclear Materials 230, 1996, 78–83.
- A. Steckmeyer, R. Vargas Hideroa, J.M. Gentzbittel, V. Rabeau, B. Fournier, *Tensile anisotropy and creep properties of a Fe-14CrWTi ODS ferritic steel*, Journal of Nuclear Materials 426, 2012, 182–188.
- J. Chao, C. Capdevila, M. Serrano, A. Garcia-Junceda, J.A. Jimenez, G. Pimentel, and E. Urones-Garrote, *Notch Impact Behavior of Oxide-Dispersion-Strengthened (ODS) Fe20Cr5Al Alloy*, Metallurgical and Materials Transactions A 44A, 2013, 4581–4594.

## Remerciements

Ce travail est soutenu par le programme "CPR ODISSEE" financé par AREVA, CEA, CNRS, EDF et Mécachrome sous la référence n°070551.