

Évolution des nano-oxydes et de la microstructure au cours du procédé de fabrication d'aciers renforcés par dispersion d'oxydes

Gabriel SPARTACUS

Sous la direction de A. Deschamps et F. De Geuser
Co-encadré par J. Malaplate (CEA-Saclay)

Mercredi 16 décembre 2020

Jury :

M Yves Bréchet - Professeur, académie des sciences, examinateur
Mme Cristelle Pareige - professeure à l'université de Rouen - GPM, rapportrice
Mme Myriam Dumont - Maître de conférences HDR, MSMP Arts et Métiers, rapportrice
M Damien Fabrègue - Professeur à l'INSA de Lyon - MATEIS, examinateur

Résumé : Les aciers renforcés par dispersion d'oxydes (ODS pour Oxide Dispersion Strengthened) sont des matériaux candidats pour leur utilisation comme gainage du combustible pour des centrales nucléaires de génération IV. Dans ces aciers, une dispersion de nano-oxydes Y-Ti-O à l'origine de l'essentiel des propriétés mécaniques de l'alliage, est incorporée dans une matrice par métallurgie des poudres. Pendant ce procédé, une poudre d'acier Fe-Cr est broyée avec une poudre d'Y₂O₃ et une poudre de TiH₂, afin de mettre en solution l'Y, le Ti et l'O, autrement immiscible dans la matrice. Le broyage induit aussi une microstructure de très petits grains avec une forte densité de dislocations. La poudre obtenue est ensuite consolidée par filage à chaud ou compaction isostatique à chaud à une température de 1100°C. Cette étape induit la précipitation des nano-oxydes, finement dispersés dans la matrice, en forte densité numérique et extrêmement stables à haute température. La microstructure évolue aussi pendant le recuit, de façon concomitante à l'évolution des nano-oxydes, qui agissent comme points d'ancrage pour les joints de grains et les dislocations. Ceci mène à un phénomène de croissance anormale des grains (croissance importante de certains grains seulement), et à une répartition de taille de grains bimodale après consolidation. L'objectif de cette thèse est de caractériser la cinétique et les évolutions de chimie des nano-oxydes, ainsi que les évolutions de la microstructure granulaire, pendant le procédé de fabrication, qui sont encore mal compris. Ces résultats sont cruciaux pour la maîtrise du procédé de fabrication des aciers ODS, et représentent un jeu de données unique pour le développement de simulations de précipitation.

Ainsi, des échantillons de poudres après broyage ont été compactés à froid, afin de les densifier sans induire la précipitation des nano-oxydes. Ces échantillons ont été ensuite caractérisés au cours du traitement thermique de consolidation. La cinétique de précipitation a été mesurée sur plusieurs nuances d'aciers ODS par diffusion de rayons-X aux petits angles (SAXS pour Small Angle X-ray Scattering) in-situ pendant le traitement thermique jusqu'à 1100°C. Pour caractériser les évolutions de chimie et de structure des nano-oxydes, des mesures de SAXS anormales au seuil de l'Y (in-situ), au seuil du Ti (ex-situ), de diffusion de neutrons aux petits angles et de sonde atomique tomographique ont été réalisées. Finalement, l'évolution de la microstructure granulaire a été caractérisée par diffraction des rayons-X in-situ.

Ces caractérisations ont été réalisées sur des aciers ODS ferritiques et ferritiques / martensitiques, ainsi que sur des aciers ODS comportant des variations sur les propriétés des renforts. En particulier, la présence d'amas de très petite taille contenant de l'Y, de l'O et du Ti dans une moindre mesure a été constatée dès la condition post-broyage. Ces amas, évoluent en chimie et en structure jusqu'à devenir des nano-oxydes stables, $Y_2Ti_2O_7$ pyrochlore et Y_2TiO_5 orthorhombique, dans des proportions variables suivant les nuances. De plus, une augmentation de la vitesse de croissance et de coalescence a été observée lors du changement de phase de la matrice des ODS ferritiques / martensitiques. La comparaison entre les résultats de cinétique de précipitation et de microstructure granulaire a permis la compréhension des températures de croissance anormale des grains, suivant la nuance considérée. Finalement, les comparaisons des simulations de précipitation avec les résultats expérimentaux ont permis d'obtenir de nouveaux éléments de compréhension des mécanismes de précipitations.