université de BORDEAUX

THÈSE PRÉSENTÉE

POUR OBTENIR LE GRADE DE

DOCTEUR DE

L'UNIVERSITÉ DE BORDEAUX

ÉCOLE DOCTORALE DES SCIENCES CHIMIQUES

SPÉCIALITÉ PHYSICO-CHIMIE DE LA MATIÈRE CONDENSÉE

Par Mohamed MABROUKI

Caractérisation de la tenue mécanique des assemblages bouchon-gaine en acier ODS obtenus par soudage par résistance

Sous la direction de : Angéline POULON-QUINTIN (directrice), Gilbert HENAFF (directeur), Diogo GONÇALVES (encadrant) et Serge PASCAL (encadrant)

Soutenance le : 22/03/2024

Membres du jury :

Rapporteur :	M. Pr. PAILLARD Pascal (Université de Nantes - Polytech'Nantes, IMN)
Rapporteur :	M. Pr. BERGHEAU Jean-Michel (École nationale d'ingénieurs de Saint-Étienne)
Examinateur :	M. Dr. POUVREAU Cédric (Université de Bretagne-Sud, IUT de Lorient, IRDL)
Examinateur :	M. Pr. ALEXIS, Joël (École Nationale d'Ingénieurs de Tarbes, CIMMES)
Examinateur :	M. Dr. AYMONIER, Cyril (Université de Bordeaux, ICMCB)
Examinatrice :	Mme. Dr. POULON-QUINTIN, Angéline (Université de Bordeaux, ICMCB)
Examinateur :	M. Pr. HENAFF, Gilbert (Université de Poitiers, Institut Pprime)
Examinateur :	M. Dr. GONCALVES, Diogo (EDF R&D)
Examinateur :	M. Dr. PASCAL, Serge (CEA Saclay, Université Paris-Saclay)

Membres invités :

Invité :	M. Dr. SORNIN, Denis (CEA Saclay, Université Paris-Saclay)

Caractérisation de la tenue mécanique des assemblages bouchon-gaine en acier ODS obtenus par soudage par résistance

Résumé :

Les aciers ODS (*Oxide Dispersion Strengthened*) ferrito-martensitiques, font partie des matériaux candidats à la fabrication des pièces pour le gainage de combustible des réacteurs nucléaires de 4^{ième} génération. L'assemblage type « bouchon-gaine » se fait par le procédé de soudage par résistance (SPR) en bout ; procédé de soudage en phase solide, connu pour avoir un impact limité sur la dispersion des nano-oxydes dans la zone soudée par rapport aux procédés de soudage par fusion. Un des objectifs de ces travaux est d'évaluer et de comprendre les effets du SPR sur la résistance mécanique finale de l'assemblage « bouchon-gaine » en acier 11Cr-ODS. Une approche couplant caractérisations microstructurales et mécaniques avec des simulations numériques (du procédé de SPR et des essais mécaniques) est adoptée. L'originalité de cette approche réside aussi dans le développement de deux géométries spécifiques d'éprouvettes de traction, permettant de localiser les sollicitations dans la zone soudée. En effet, les sollicitations thermomécaniques sévères induites par le SPR génèrent des hétérogénéités microstructurales au matériau avec des conséquences directes sur la résistance mécanique. Des microstructures complexes en termes de taille de grain, de texture locale, de phases en présence (ferrite, martensite, ferrite résiduelle) et de type de grain (recristallisé ou déformé) sont obtenues. Les essais mécaniques réalisés ont mis en évidence que la résistance mécanique de l'assemblage soudé peut être principalement associée à la zone interne du plan de joint, formant un angle d'environ 45° par rapport à l'axe de la gaine. Cette zone subit une déformation plastique significative, présente les valeurs de dureté les plus élevées et affiche un affinement plus prononcé de la microstructure. Un second objectif est l'évaluation des effets d'un traitement thermique post-soudage sur les propriétés microstructurales de la soudure et sur la résistance mécanique de l'assemblage soudé. Son effet est significatif s'il est réalisé au-dessus de la température de transformation de phase A_{c3}, tandis qu'il est limité, s'il est effectué en dessous d'A_{c3}. Lors d'essais de traction à température ambiante, la zone de rupture est déplacée de la zone soudée vers le métal à l'état de réception lorsque l'assemblage a subi un traitement thermique post-soudage adéquat.

Mots clés :

Aciers ODS, gaines de combustible, soudage par résistance SPR, caractérisations microstructurales, simulation numérique, caractérisations mécaniques, traitement thermique post-soudage.

Characterization of the mechanical strength of ODS steel plug-clad joints obtained by pressure resistance welding

Abstract :

Oxide Dispersion-Strengthened (ODS) ferrito-martensitic alloys are among the candidate materials for the manufacture of fuel cladding parts for 4th generation nuclear reactors. The « plug-clad » assembly is carried out by the Pressure Resistance Welding (PRW) process; a solid phase welding process known to have a limited impact on the dispersion of nano-oxides in the welded zone compared with fusion welding processes. One of the aims of this work is to assess and understand the effects of PRW on the final mechanical strength of the 11Cr-ODS steel plug-clad assembly. An approach coupling microstructural and mechanical characterizations with numerical simulations (PRW process and mechanical tests) is adopted. The originality of this approach also lies in the development of two specific geometries for tensile samples, enabling the localization of stresses in the welded zone. Indeed, the severe thermomechanical loadings imposed on the material during the PWR process generate microstructural heterogeneities in the material with direct consequences on its mechanical resistance. Complex microstructures in terms of grain size, local texture, phases (ferrite, martensite, residual ferrite) and grain type (recrystallized or deformed) are obtained. The mechanical tests indicate that the mechanical resistance of the welded assembly is primarily associated with the internal zone of the joint plane, forming an angle of approximately 45° with respect to the axis of the clad. This area is submitted to significant plastic deformation, presents the highest hardness values, and exhibits a more pronounced refinement of the microstructure. A second objective is the evaluation of the effects of a post-welding heat treatment on the microstructural properties of the weld and on the mechanical strength of the welded assembly. Its effect is significant if it is carried out above the phase transformation temperature, A_{c3}, while it is limited if below A_{c3}. During tensile tests at room temperature, the fracture zone is moved from the welded area to the as-received metal when the assembly has undergone adequate heat treatments.

Keywords :

ODS steels, fuel cladding, pressure resistance welding, microstructural and mechanical characterizations, numerical simulation, post-welding heat treatment.

Unité de recherche

Institut de Chimie de la Matière Condensée de Bordeaux ICMCB-CNRS, UPR 9048, 87, Avenue Dr A, Schweitzer, 33608 Pessac Cedex

A ma mère

Remerciements

Je ne pourrais pas achever ce manuscrit de thèse sans prendre le temps de remercier toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Je tiens tout d'abord à remercier les membres du jury de thèse d'avoir accepté de faire partie de celui-ci.

Je tiens à exprimer ma reconnaissance envers ma directrice de thèse, Angéline Poulon, pour son encadrement dynamique, ses précieux conseils scientifiques et sa rigueur exemplaire. Merci à Gilbert Henaff pour son encadrement et ses conseils avisés. Merci à Serge Pascal pour son encadrement, le temps que nous avons passé ensemble dans la salle de calcul, son soutien au développement du modèle ETM, ainsi que pour ses conseils et remarques très précis. Je suis très reconnaissant à mon encadrant Diogo Gonçalves, qui m'a fait confiance et grâce à qui j'ai eu l'opportunité de travailler sur ce beau sujet. Je tiens également à lui exprimer ma gratitude pour sa grande implication dans le suivi de mon travail tout au long de la thèse, période pendant laquelle j'ai pris un réel plaisir à apprendre et à collaborer à ses côtés.

Je tiens à remercier Denis Bertheau, Elodie Pons, Jean Luc Flament, Cristiano Oliveira Rodrigues, Anthony Chiron et Hawa Badji pour leurs contributions aux résultats expérimentaux obtenus dans le cadre de cette thèse.

Je tiens à remercier l'ensemble de l'équipe LTA pour sa sympathie et pour tous les bons moments passés autour d'un café ou d'un repas. En particulier, j'aimerais remercier mes collègues doctorants : Christopher, Baptiste, Damien, Ronan et Raphaël, pour le temps que nous avons passé ensemble ainsi que pour les discussions, non-scientifique et scientifique, que nous avons eues. Je tiens également à remercier François pour son célèbre « ça roule » qui a toujours égayé mon sourire.

Je tiens à exprimer ma gratitude envers mes amis pour leur soutien et les moments précieux passés en leur compagnie. Je remercie particulièrement Amir Khammari, Moez Rhimi et sa petite fille Mariem, Mohamed Ardhaoui, Abdelkader Makhlouf (Gadour) et Jasser Haded.

Je tiens à remercier ma famille, en particulier mon père, grâce à qui j'ai pu en arriver là. Merci pour tout, mon cher père Ali. J'exprime également ma gratitude envers mes deux frères : Salah et Yahia, et mes quatre sœurs : Afef, Laila, Mouna et Imen.

Je tiens à exprimer mes sincères remerciements à ma femme Amani. Je suis reconnaissant de t'avoir à mes côtés. Merci infiniment.

Enfin, je tiens à m'excuser auprès de toutes les personnes que j'aurais pu oublier de citer dans ces remerciements, et je souhaite qu'elles reçoivent ici toute ma gratitude et ma sympathie.

Sommaire

SOMMAIRE **1**

INTRODUCTION ..... **I**

A. CONTEXTE DE L'ETUDE I
B. PROBLEMATIQUE DE LA THESE II
C. OBJECTIFS ET DEMARCHE DE LA THESE IV

1 SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE **1**

1.1 INTRODUCTION 2
1.2 LES ACIERS ODS 3
1.2.1 Composition chimique, différentes familles d'aciers ODS *3*
1.2.2 Propriétés microstructurales des aciers ODS *5*
1.2.3 Propriétés mécaniques des aciers ODS *9*
1.3 SOUDAGE DES ACIERS ODS 11
1.3.1 Soudage en phase liquide des aciers ODS *11*
1.3.2 Soudage à l'état solide *12*
1.4 TRAITEMENTS THERMIQUES POST-SOUDAGE APPLIQUES AUX ACIERS FERRITO-MARTENSITIQUES 23
1.5 CARACTERISATION MECANIQUE DES ASSEMBLAGES SOUDES BOUCHON-GAINE 25
1.6 CONCLUSIONS 27

2 SOUDABILITE OPERATOIRE DE L'ACIER 11CR-ODS **29**

2.1 INTRODUCTION 30
2.2 MATERIAUX ET METHODE 30
2.2.1 Matériaux et géométrie des pièces à souder *30*
2.2.2 Procédé de SPR *31*
2.2.3 Caractérisation de la qualité de soudure *33*
2.3 OPTIMISATION EXPERIMENTALE DES PARAMETRES OPERATOIRES 33
2.3.1 Effet de la composition chimique sur le déroulement du soudage *34*
2.3.2 Identification de la zone opératoire *35*
2.4 SIMULATION NUMERIQUE DU PROCEDE SPR 37
2.4.1 Géométrie et maillage *37*
2.4.2 Modélisation Electro-Thermo-Mécanique (ETM) *38*
2.4.3 Modélisation électrothermique des résistances de contact *38*
2.4.4 Modélisation du contact mécanique *39*
2.4.5 Conditions aux limites et chargement *40*
2.4.6 Procédure de remaillage *41*
2.4.7 Calibration de la puissance de soudage *42*
2.4.8 Propriétés physique des alliages *43*
2.4.9 Validation du modèle *43*
2.5 RESULTATS ET DISCUSSIONS 44

2.5.1 Influence de l'énergie dissipée *44*
2.5.2 Influence de la force de soudage *46*
2.6 Conclusions 48

3 EFFET DU SPR SUR LA MICROSTRUCTURE ET LA TENUE MECANIQUE DE L'ASSEMBLAGE SOUDE 50

3.1 Introduction 51
3.2 Microstructure de l'acier 11Cr-ODS a l'etat de reception 52
3.3 Effet de soudage sur la microstructure de l'acier 11Cr-ODS 57
3.3.1 Identification des zones affectées par le SPR *57*
3.3.2 Caractérisation microstructurale des différentes zones affectées par le SPR *59*
3.3.3 Discussion sur les effets du SPR sur la microstructure de l'acier 11Cr-ODS *69*
3.3.4 Synthèse *74*
3.4 Caracterisation mecanique des assemblages soudes par des essais de traction bouchon-gaine 74
3.4.1 Résultats expérimentaux des essais de traction bouchon-gaine *77*
3.4.2 Simulation numérique des essais de traction avec éprouvettes « bouchon-gaine » en acier 9Cr-ODS *81*
3.4.3 Description du modèle éléments-finis *82*
3.4.4 Résultats de la simulation numérique des essais « bouchon-gaine » *83*
3.4.5 Discussion sur les résultats des essais mécanique bouchon-gaine *85*
3.4.6 Synthèse *89*
3.5 Effets des parametres operatoires sur les soudures en acier 11Cr-ODS 93
3.5.1 Effet de l'énergie dissipée de soudage *93*
3.5.2 Effet de la force *98*
3.6 Optimisation de la forme du plan de joint vis-a-vis de la tenue mecanique de l'assemblage soude 102
3.7 Conclusions du chapitre 3 104

4 EFFET DU TRAITEMENT THERMIQUE APRES SOUDAGE SUR LA MICROSTRUCTURE ET LA TENUE MECANIQUE DE L'ASSEMBLAGE SOUDE ... 106

4.1 Introduction 107
4.2 Effet du PWHT sur la microstructure de l'acier 11Cr-ODS 108
4.2.1 Effets du PWHT sur les caractéristiques métallurgiques de la soudure de l'acier 11Cr-ODS *110*
4.2.2 Effet sur la dureté *111*
4.2.3 Discussion sur les effets du PWHT sur la microstructure de l'acier 11Cr-ODS *124*
4.3 Caracterisation mecanique des assemblages traites par des essais de traction bouchon-gaine 128
4.3.1 Résultats expérimentaux des essais de traction bouchon-gaine *128*
4.3.2 Simulation numérique des essais de traction avec éprouvette « bouchon-gaine » *131*
4.3.3 Résultats de la simulation numérique des essais « bouchon-gaine » *131*
4.3.4 Discussion sur les résultats des essais mécaniques bouchon-gaine *133*

4.4 Conclusions du chapitre 4 134

5 EFFET DU SPR ET DU PWHT SUR LA TENUE MECANIQUE DE L'ASSEMBLAGE SOUDE EVALUE PAR DES ESSAIS DE TRACTION SUR DES EPROUVETTES DE TYPE TUILE 137

5.1 Introduction 138
5.2 Eprouvette de type « tuile » 139
5.2.1 Présentation de l'éprouvette 139
5.2.2 Dimensionnement de l'éprouvette 141
5.3 Essais de traction « tuile » 142
5.3.1 Résultats expérimentaux des essais 145
5.3.2 Simulation numérique des essais « tuile » 155
5.3.3 Résultats de la simulation numérique 156
5.3.4 Discussion 158
5.4 Conclusion du chapitre 5 163

CONCLUSIONS GENERALES ET PERSPECTIVES 164

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES 170

ANNEXES 181

Annexe 1 181
Annexe 2 182
Annexe 3 184
Annexe 4 195
Annexe 5 197
Annexe 6 199
Annexe 7 201
Annexe 8 203
Annexe 9 204

Introduction

a. Contexte de l'étude

Les projets pour les nouveaux cœurs des Réacteurs nucléaires à Neutrons Rapides refroidis au Sodium RNR-Na (Figure 1) conditionnent l'utilisation des gaines de combustible à des températures de service comprises entre 400 et 650 °C ainsi qu'à des doses d'irradiation supérieures à 150 dpa en fin de cycle (*i.e.* 6 à 8 ans) (S. Ukai 2012). Dans ce contexte, de nouveaux aciers Ferrito-Martensitiques (F-M), renforcés par une dispersion d'oxydes nanométriques (ODS en anglais, pour *Oxide Dispersion Strengthened*), ont été développés. La dispersion homogène d'oxydes nanométriques dans la matrice confère à ces matériaux d'excellentes propriétés mécaniques aux températures élevées, notamment en fluage (Shigeharu Ukai et Fujiwara 2002), ainsi qu'une bonne tenue au gonflement aux fortes doses d'irradiation (jusqu'à 150 dpa) (Yvon et Carré 2009).

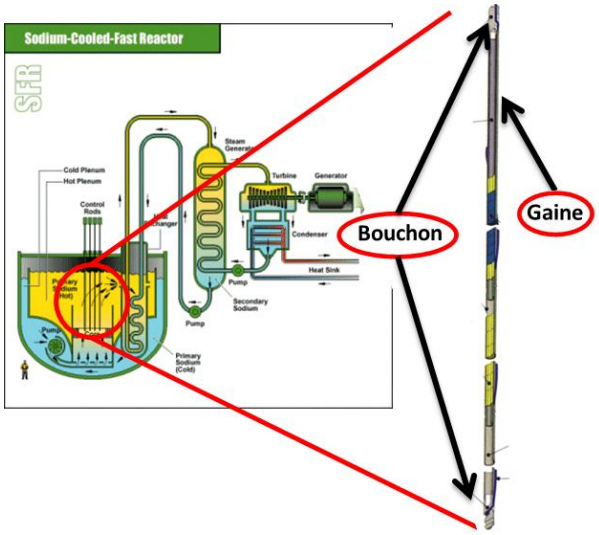


Figure 1. Schéma d'un réacteur nucléaire à neutrons rapides refroidi au sodium RNR-Na et d'une gaine de combustible fermée à chacune de ses extrémités par un bouchon (« Generation IV Systems » 2012).

De nombreux alliages F-M ODS, avec différentes teneurs en chrome, ont été développés et caractérisés au cours de ces dernières années : alliages martensitiques 9Cr (Toualbi et al. 2013), alliages ferritiques 12Cr (Narita et al. 2011), alliages ferritiques 14Cr (Karch 2015), alliages ferritiques 18Cr (Singh et al. 2022) et alliages ferritiques 20Cr (Sun et al. 2016). Contrairement aux alliages ferritiques, dans lesquels la teneur en chrome est supérieure à 12 % environ en masse, les aciers martensitiques ont une résistance à la corrosion plus faible. Cependant, l'excès de chrome peut fragiliser le matériau par formation de précipités intergranulaires de chrome lorsque ces matériaux sont soumis à des températures élevées (Kaito et al. 2004). Dans ce contexte, le CEA (Commissariat à l'Energie Atomique et aux Energies Alternatives) et le JAEA (*Japan Atomic Energy Agency*) étudient une nouvelle nuance d'acier ODS contenant 11 % en masse de Cr (Tanno et al. 2016; Durand 2021). La résistance à la corrosion de cet alliage s'est révélée

améliorée par rapport à celle obtenue pour les alliages 9Cr-ODS (Kaito et al. 2004), tout en conservant leur résistance au fluage à haute température (Ohtsuka et al. 2013).

b. Problématique de la thèse

Les gaines de combustible sont fermées à chacune de leurs extrémités par soudage d'un bouchon, permettant ainsi le confinement des pastilles de combustible nucléaire empilées à l'intérieur (Figure 1).

Pour les aciers ODS, la fusion du matériau pendant l'étape de soudage modifie la dispersion des nano-oxydes, entraînant une distribution hétérogène dans leur matrice métallique et, par conséquent, une perte locale des propriétés mécaniques (Shigeharu Ukai et al. 2005; Murty et Charit 2008; M et al. 2007; Jerred et al. 2010). Afin de contourner ce problème, les procédés de soudage à l'état solide ont été préconisés pour les aciers ODS. Parmi ceux-ci, le soudage par résistance (SPR) bout à bout a été choisi comme le procédé de référence au CEA pour la réalisation des gainages du combustible en acier ODS. Le procédé de SPR se décompose principalement en 3 grandes étapes, présentées Figure 2. Dans la phase d'accostage (1), la gaine et le bouchon à souder sont positionnés dans deux électrodes et une force, F_s, est appliquée sur la surface du bouchon, permettant la mise en contact des deux pièces. Cette force est maintenue tout au long du procédé. L'étape de soudage (2) se poursuit par le forgeage (3). Dans ces deux étapes, l'assemblage bouchon-gaine s'effectue grâce à la combinaison des effets de chauffage, à des températures très élevées par effet Joule au niveau du contact entre les deux pièces, et de la force appliquée. Le chauffage par effet Joule est induit par le passage d'un fort courant électrique, I_s, pendant un temps de soudage, t_s.

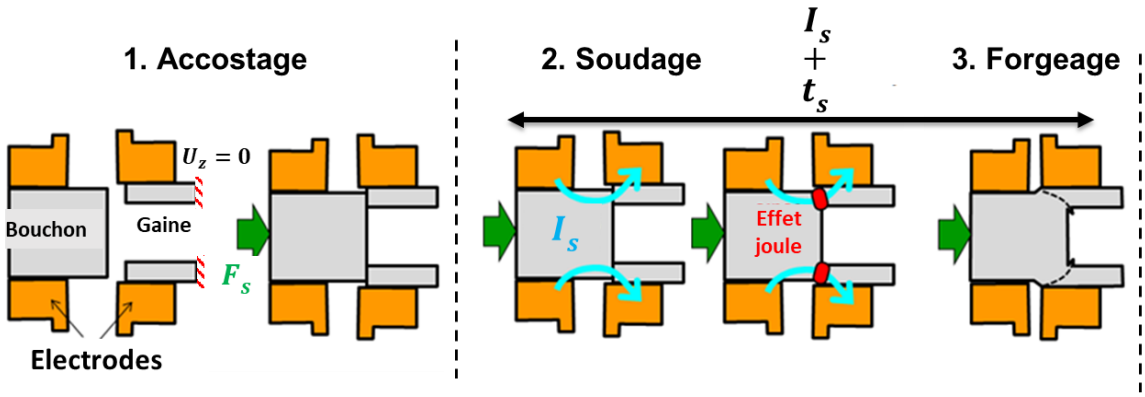


Figure 2. Principe du soudage par résistance bout à bout des assemblages de type bouchon-gaine.

Le procédé de SPR a été étudié auparavant pour différentes configurations de soudage en faisant varier l'alliage étudié, la géométrie des pièces soudées ou leur positionnement par rapport aux électrodes (Zirker et al. 1991; Corpace et al. 2012; Le Gloannec et al. 2016; Jerred et al. 2018). Des études expérimentales et numériques ont permis d'investiguer la soudabilité opératoire et métallurgique de ces différents assemblages, afin d'évaluer les effets des paramètres opératoires

sur la qualité des soudures obtenues et de définir une zone opératoire permettant de générer des soudures sans défaut tout en limitant un changement significatif dans la distribution et la taille des nano-oxydes.

Corpace et *al.* (Corpace 2011; Corpace et al. 2017) ont montré des changements significatifs de la microstructure dans la soudure, mais ils ne se sont pas intéressés à comprendre et identifier les origines de ces modifications. D'autres études (Le Gloannec 2016; Jerred et al. 2018; Doyen et al. 2019; Lear et al. 2022) ont été consacrées à la soudabilité métallurgique des aciers ODS, avec l'objectif de déterminer et de comprendre les effets du SPR sur l'évolution de leur microstructure et d'ainsi identifier les mécanismes associés lors du soudage. Pour cela, des caractérisations microstructurales fines (EBSD, MET, microsonde de Casting, DRPA...) ont été réalisées sur des soudures en acier 9Cr-ODS, 14Cr-ODS ou encore sur des éprouvettes modèles ayant subies des chargements thermomécaniques équivalents à ceux imposés lors du SPR. A l'échelle des grains, différentes zones affectées sont observées, dont une zone caractérisée par le raffinement de la microstructure, localisée au niveau du plan de joint. L'origine de ce raffinement a été attribuée au mécanisme de recristallisation dynamique, pour la nuance ferritique 14Cr-ODS, ou à l'association de la recristallisation dynamique à des transformations de phase, pour la nuance martensitique 9Cr-ODS (Le Gloannec 2016). Les caractéristiques microstructurales de ces zones ont été reliées à la composition chimique de l'acier et aux cycles thermomécaniques subis par celui-ci. A l'échelle des nano-oxydes, le SPR induit une augmentation de la taille de nano-oxydes dans les zones recristallisées, ainsi qu'une diminution de leur fraction volumique (Doyen et al. 2019; Lear et al. 2022). Les modifications de taille des nano-oxydes restent néanmoins négligeables par rapport aux autres procédés de soudage. Toutefois, ces modifications microstructurales pourraient être néfastes pour la tenue mécanique de l'assemblage. A notre connaissance, aucune étude sur le comportement mécanique des gaines en aciers ODS soudées par SPR n'a encore été publiée dans la littérature.

Par ailleurs, la soudabilité opératoire et métallurgique de la nouvelle nuance d'acier 11Cr-ODS n'a pas encore été investiguée. Dans le cadre de cette thèse, elle sera déterminée. Pour cette nuance, lors du refroidissement, il y aura formation de martensite. Sa présence et les changements microstructuraux qui surviennent pendant le soudage SPR peuvent potentiellement avoir un impact négatif sur la résistance mécanique finale du joint soudé. C'est pourquoi, une attention particulière sera accordée à la caractérisation expérimentale de la ténue mécanique de la soudure des assemblages gaine-bouchon réalisés en acier 11Cr-ODS. Des traitements thermiques après soudage (PWHT pour *Post-Weld Heat Treatment)*, seront également réalisés afin d'identifier leurs effets sur l'évolution de la microstructure de la soudure et sur la tenue mécanique de l'assemblage après PWHT.

c. Objectifs et démarche de la thèse

Les travaux présentés dans le cadre de cette thèse ont pour objectifs principaux d'évaluer les effets du SPR et du PWHT sur les propriétés métallurgiques et mécaniques d'assemblages soudés en acier 11Cr-ODS. L'originalité de l'approche proposée dans ces travaux réside dans la conception d'éprouvettes de traction spécifiques visant à permettre d'évaluer la tenue mécanique de l'assemblage soudé et la soudure elle-même dans l'état brut de soudage et après traitement thermique. Cela permettra d'apporter des éléments de compréhension sur la contribution des différentes zones affectées par le SPR à la résistance mécanique globale de l'assemblage soudé.

Afin d'atteindre ces objectifs, l'approche couplée expérience-simulation (Figure 3), comprenant 4 étapes clés, a été adoptée :

i. Étude de la soudabilité opératoire de l'acier 11Cr-ODS : l'objectif de cette étape est d'évaluer les effets des paramètres opératoires sur la qualité de la soudure et de définir une zone opératoire générant des soudures sans défaut ;
ii. Évaluation des effets du SPR sur la microstructure de l'acier 11Cr-ODS par des caractérisations microstructurales, ainsi que sur la résistance mécanique de l'assemblage soudé à l'aide d'essais de traction réalisés avec des éprouvettes de type « bouchon-gaine ». Les dimensions de ces éprouvettes ont été déterminées par simulation numérique afin de localiser les sollicitations au niveau de la soudure. Cette étape vise également à comprendre l'origine des différentes microstructures observées dans la soudure en fonction des cycles thermomécaniques imposés par le procédé SPR, qui peuvent être directement liées aux paramètres opératoires appliqués ;
iii. Définition des PWHTs optimisés en termes de durée et de température : étude de leurs effets sur les caractéristiques métallurgiques des assemblages soudés, ainsi que sur leur résistance mécanique en traction (réalisés avec des éprouvettes de type « bouchon-gaine ») ;
iv. Conception d'éprouvettes mécaniques spécifiques de type « tuile » pour analyser les effets du SPR et des PWHT sur la résistance mécanique de l'assemblage soudé et plus précisément de la zone soudée.

La simulation numérique par éléments finis avec le logiciel Cast3M (Cast3M 2021) intervient à différentes étapes de l'approche adoptée (Figure 3), notamment afin de : simuler le procédé de SPR et de maitriser son déroulement en fonction des paramètres opératoires choisis ; déterminer les cycles thermomécaniques induits par le SPR dans la zone soudée afin de comprendre les différentes origines des microstructures observées; dimensionner les éprouvettes mécaniques par

méthode inverse ; simuler les essais mécaniques de traction en prenant en compte les effets du soudage, afin de mieux comprendre et interpréter les résultats expérimentaux.

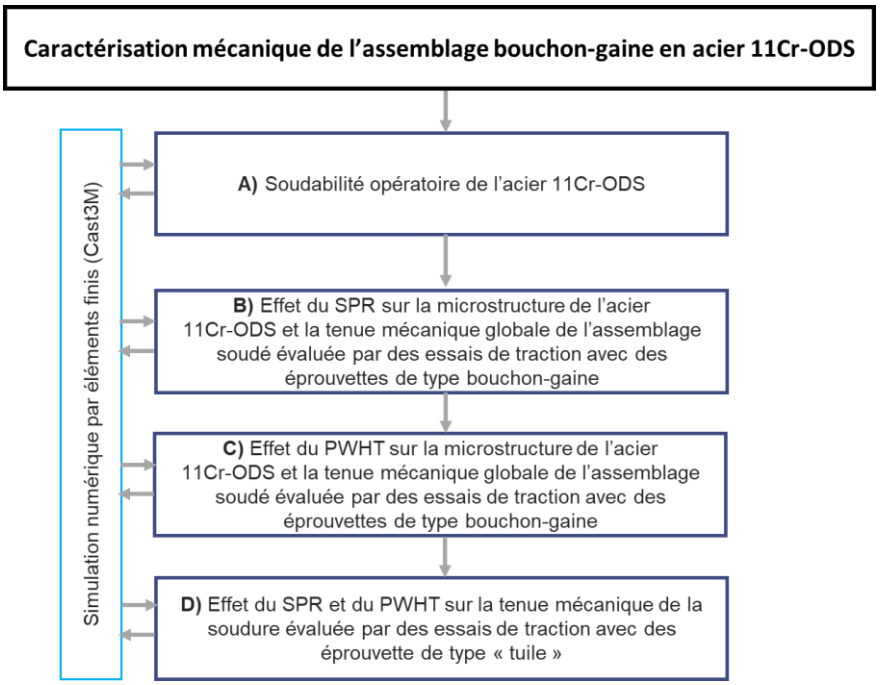


Figure 3. Synoptique de la démarche adoptée dans ces travaux de thèse.

Ce manuscrit de thèse est ainsi organisé en 5 chapitres.

Le premier chapitre, la synthèse bibliographique, rassemble les connaissances sur les principaux sujets abordés, à savoir : les aciers ODS ; le soudage par résistance SPR des gaines de combustible ; les effets du soudage et du traitement thermique post-soudage (PWHT) sur les propriétés métallurgiques et mécaniques des aciers ODS.

Le Chapitre 2 est dédié à l'étude de la soudabilité opératoire (étape **A,** Figure 3) de l'acier 11Cr- ODS. L'objectif est de définir une plage opératoire afin d'obtenir des soudures sans défaut, notamment en évitant des problèmes tels qu'un manque de liaison ou une fusion locale de matière. La définition de cette plage opératoire permettra par la suite d'assurer que le soudage se déroule uniquement à l'état solide, tout en minimisant l'impact du procédé sur la distribution des nano-oxydes dans la matrice métallique. Pour une meilleure compréhension de l'effet des paramètres opératoires appliqués et pour prédire les cycles thermomécaniques induits par le SPR sur le matériau, un modèle Electro-Thermo-Mécanique a été développé. Les prédictions de ce modèle ont été validées en les comparant aux résultats expérimentaux. Une étude numérique paramétrique est finalement réalisée, permettant d'évaluer les effets de chaque paramètre opératoire sur les caractéristiques de la soudure.

Le chapitre 3 est consacré, dans une première partie, à la caractérisation métallurgique des soudures en acier 11Cr-ODS (étape **B,** Figure 3), via une méthodologie de caractérisation multi-

physique et multi-échelle. L'objectif est d'évaluer et de maitriser les effets du SPR sur la microstructure des assemblages soudés en fonction des paramètres opératoires utilisés. La seconde partie de ce chapitre vise à évaluer l'impact des modifications microstructurales sur la résistance mécanique de l'assemblage soudé. Cependant, en raison de la taille réduite de la soudure (environ 1 mm de long), du fort gradient de microstructure au sein de la soudure et de la géométrie particulière de l'assemblage gaine-bouchon, il s'avère complexe d'extraire des échantillons directement de la zone soudée pour étudier sa résistance mécanique. Par conséquent, des éprouvettes spécifiques de traction de type « bouchon-gaine » sont conçues et dimensionnées par méthode inverse en utilisant des calculs par éléments-finis. Les résultats obtenus à partir de ces essais ont permis de mieux comprendre les facteurs déterminant la résistance mécanique de la soudure et apportent des éléments de compréhension sur la relation entre les différentes zones affectées par le soudage et la résistance mécanique globale de l'assemblage soudé.

Le chapitre 4 est consacré, dans une première partie, à l'évaluation de l'effet de différents PWHT sur les caractéristiques métallurgiques des soudures (étape **C**, Figure 3), point qui n'avait jusqu'ici jamais été abordé dans la littérature à notre connaissance. La deuxième partie de ce chapitre est consacré à l'évaluation des effets du PWHT sur la tenue mécanique de l'assemblage soudé, à partir d'essais de traction réalisés avec des éprouvettes de type « bouchon-gaine » traitées thermiquement. Les résultats de ces essais ont permis d'apporter des éléments de réponses sur les effets du PWHT sur la tenue mécanique de l'assemblage soudé.

Le chapitre 5 est dédié à la conception d'une éprouvette spécifique de type « tuile » (étape **D**, Figure 3). C'est une approche originale de la caractérisation mécanique en traction des assemblages soudés « bouchon-gaine ». L'objectif est de compléter les éléments de compréhension sur les effets des modifications microstructurales liées au SPR et au PWHT sur la résistance mécanique de la soudure. Les essais de traction sont menés sur des éprouvettes de type « tuile », sur l'état brut de soudage et après PWHT. Les résultats obtenus offrent une meilleure compréhension de la résistance mécanique de la soudure et, par conséquent, de la résistance mécanique de l'assemblage soudé.

Enfin, une conclusion générale résume les principaux résultats de cette étude et propose différentes perspectives pour la poursuite de ces travaux de recherche.

1 Synthèse bibliographique

Dans ce chapitre de synthèse bibliographique, les connaissances sur les aciers ODS, le Soudage Par Résistance (SPR) des gainages de combustible et les effets du SPR sur les propriétés mécaniques et métallurgiques des aciers ODS sont présentés. Le but est de dégager les éléments clés à prendre en compte dans cette étude dont l'objectif d'évaluer les effets du SPR et des traitements thermiques post-soudage (PWHT) sur les propriétés métallurgiques et mécaniques d'un assemblage en acier 11Cr-ODS ferrito-martensitique.

In this bibliographic chapter, knowledge about ODS steels, Pressure Resistance Welding (PRW) of fuel cladding and the welding effects on the mechanical and metallurgical properties of ODS steels, are presented. The goal is to identify the key points to be taken into account in this study, with the objective of assessing the effects of PRW and post-welding heat treatments (PWHT) on the metallurgical and mechanical properties of a ferrito-martensitic 11Cr-ODS steel assembly.

1.1 Introduction

Les aciers Ferrito-Martensitique (F-M) renforcés par une dispersion de nano-oxydes (en anglais ODS, pour *Oxide Dispersion Strengthened)* sont de potentiels candidats pour la réalisation de gainages de combustible pour les réacteurs RNR-Na (Réacteur à Neutron Rapide refroidi au sodium). Ces aciers ODS sont caractérisés par de bonnes propriétés mécaniques à haute température, notamment en fluage, grâce à la dispersion homogène de nano-oxydes dans leur matrice métallique. Au cours des dernières années, de nombreuses nuances F-M ODS avec différentes teneurs en Chrome (Cr) ont été développées : alliages martensitiques 9Cr, alliages ferritiques 14Cr, 15Cr, 18Cr et 20Cr. Les aciers martensitiques se caractérisent par une résistance à la corrosion plus faible que les aciers ferritiques, dans lesquels la teneur en chrome est supérieure ($>$ 12,0 % en masse). Toutefois, l'excès de chrome peut conduire à une fragilisation du matériau par la formation de précipités intergranulaires à base de chrome lorsque ces matériaux sont soumis à des températures élevées. Dans ce cadre, le CEA (Commissariat à l'Energie Atomique et aux Energies Alternatives) et la JAEA (Japan Atomic Energy Agency) étudient une nouvelle nuance d'acier ODS comme alternative, contenant 11 % de Cr en masse. Sa résistance à la corrosion est donc améliorée par rapport à celle obtenue pour les alliages 9Cr-ODS, tout en maintenant une bonne résistance au fluage à haute température.

Les gaines de combustibles se présentent sous forme de tubes fermés à chacune de leurs extrémités par un bouchon massif d'un acier de même nuance ou pas, afin de confiner le combustible nucléaire à l'intérieur. Cette fermeture se fait par un procédé de soudage avec apport de chaleur. Or cette étape de soudage, en particulier les techniques de soudage nécessitant la fusion de matière, induit une dispersion hétérogène des nano-oxydes lors du refroidissement et donc de la solidification dans les certaines zones affectées par le soudage. Localement les propriétés mécaniques à haute température en sont forcément affectées. Pour surmonter ce problème, les procédés de soudage à l'état solide sont préconisés pour les aciers ODS. Parmi ceux-ci, le procédé de Soudage Par Résistance (SPR) semble prometteur pour la réalisation des assemblages gaine-bouchon. Le SPR est connu pour avoir un impact limité sur la dispersion de nano-oxydes par rapport aux autres procédés de soudage, que ce soit à l'état solide ou liquide, quand il est maitrisé (Section 1.3.2.2.4). Cependant, la maitrise du SPR des aciers ODS reste un défi car elle nécessite une bonne connaissance de la soudabilité opératoire et métallurgique de chaque nuance d'acier ODS étudié en fonction de la configuration de soudage étudiée (géométries des pièces et électrodes). La littérature traite plutôt bien les effets du soudage des aciers ODS comme il sera présenté dans la Section 1.3. Toutefois, l'effet de traitements thermiques post-soudage (en anglais PWHT, pour *Post-Weld Heat Treatment)* sur les propriétés métallurgiques et mécaniques de l'assemblage soudé, n'est que très peu abordé.

C'est pourquoi ce premier chapitre est divisé en trois sections. La première est dédiée à la présentation des différentes nuances d'aciers ODS, avec une attention particulière pour les

nuances martensitiques, et plus particulièrement l'acier 11Cr-ODS. La seconde se consacre surtout sur le procédé de SPR utilisé pour la réalisation des gainages de combustible. Ensuite, une synthèse des études expérimentales et numériques consacrées à la soudabilité opératoire et métallurgique des aciers ODS par SPR est proposée. Finalement, la troisième section est consacrée aux effets du SPR, ainsi que du PWHT, sur les propriétés métallurgiques et mécaniques des assemblages soudés en géométrie bouchon-gaine.

1.2 Les aciers ODS

Par définition, les aciers F-M ODS sont des alliages Fer-Chrome renforcés par une dispersion homogène nanométrique d'oxydes d'Yttrium, afin d'améliorer la résistance mécanique du matériau, notamment aux températures élevées.

1.2.1 Composition chimique, différentes familles d'aciers ODS

La classification des aciers ODS est principalement basée selon leur teneur de chrome à savoir les aciers martensitiques, avec une teneur en Cr inférieure à 12% et les aciers ferritiques, avec une teneur en Cr supérieure à 12% (Figure 4).

La famille des aciers ferritiques possède une meilleur résistance à la corrosion en température, en raison de la teneur plus élevée en Cr (Guo et al. 2019). La forte teneur en Cr inhibe la transformation de phase ferrite/austénite dans ces aciers (ODS ou pas). L'acier reste ferritique jusqu'à sa température de fusion (Toualbi 2012). Ils sont donc moins susceptibles de subir des changements microstructuraux lors de traitements thermiques et la restauration des propriétés mécaniques de l'acier est facilitée, notamment sa ductilité. En revanche, la famille des aciers martensitiques subit une transformation de phase lorsque la température dépasse la température d'austénitisation (A_{c3}), lors du chauffage. La détermination de début et de fin de transformation de phase est classiquement déterminée par dilatométrie. Pour la nuance 11Cr-ODS étudiée par Erwann (Erwann 2015), dont la composition nominale est 11Cr-1W-0,3Ti-0,25Y_2O_3-0,1C, les températures de début et de fin de transformation ont été déterminées respectivement à 850 °C et 900 °C, par dilatométrie (vitesse de chauffage et refroidissement de 10 °C/min). Ces températures sont influencées par la composition nominal de ces aciers. Le Tableau 1 présente les éléments d'alliage majoritairement utilisés et leur effets désirés sur les propriétés et la microstructure.

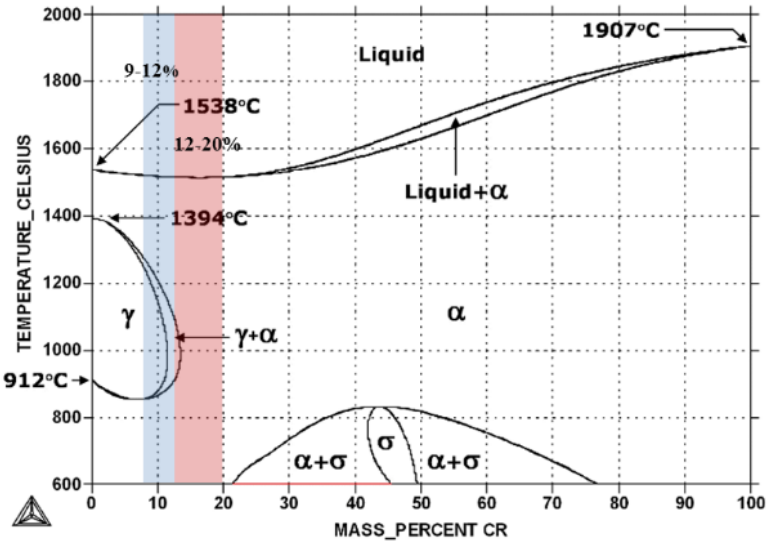


Figure 4. Diagramme d'équilibre binaire Fer-Chrome (Hary 2017). Zone bleue et rouge indiquent le pourcentage massique en Cr dans les nuances martensitiques et ferritiques respectivement.

Tableau 1. Eléments d'alliage majoritairement utilisés dans la composition des aciers ODS et leurs effets.

Yttrium	**Présente sous forme de nano-oxydes Y_2O_3 d'Yttrium dont la dispersion fine et dense permet d'améliorer les propriétés mécaniques en fluage à haute température (Ukai et al. 1993; Ukai 2012)**
Chrome (Cr)	**Elément α-gène qui permet de stabiliser la phase ferritique nécessaire pour la résistance à la corrosion (London et al. 2015).**
Titane (Ti)	**Elément α -gène ajouté pour favoriser la précipitation de nano-oxydes de type Y-Ti-O très fins, augmentant ainsi leur densité. L'ajout de titane permet d'améliorer les propriétés mécaniques à haute température en traction et en fluage (Ohtsuka et al. 2004; London et al. 2015; Dadé et al. 2017).**
Tungsténe (W)	**Elément α-gène contribuant au durcissement du matériau par effet de solution solide. Cet élément contribue également à l'obtention d'une dispersion homogène de nano-oxydes (Kim et al, 2003).**
Nickel (Ni)	**Elément γ-gène, permet de stabiliser la phase austénitique et sa formation durant un traitement thermique, en garantissant une structure martensitique après refroidissement rapide (Yamashiro et al, 2016).**
Carbone (C)	**Elément γ-gène interstitiel fortement durcissant, favorisant l'élargissement du domaine austénitique et ainsi la trempabilité des aciers. Les aciers ODS sont généralement caractérisés par une teneur faible de l'ordre de 0,1 % (Lambard 2000).**

Lors d'un refroidissement continu, la transformation martensitique se produit lorsque les vitesses de refroidissement (V_R) de l'austénite sont supérieures à la vitesse critique de trempe (V_{CT}). Le diagramme de Transformations en Refroidissement Continu (TRC) présenté dans la Figure 5 montre que les vitesses critiques pour l'obtention d'une microstructure purement ferritique ou martensitique pour une nuance 11Cr-ODS sont respectivement de l'ordre de 0,5 °C/s et 2 °C/s (Durand 2021). Evidemment, ces vitesses peuvent varier d'une nuance à une autre et sont influencées principalement par la taille de grain de l'austénite primaire et la composition chimique

nominale de l'acier (Brachet, Lambard, et Alamo 1999; Yamashiro et al. 2016). De manière très générale, dans le cas des aciers ODS, la présence des nano-oxydes dans la matrice limite la croissance des grains austénitiques à quelques microns, impactant directement la taille finale des grains (Brachet et al, 1999). C'est aussi cette taille des grains austénitiques qui va conditionner les vitesse critique de trempe avec des vitesses critiques l'ordre de 1000 °C/h et des tailles de grains de la phase gamma de quelques microns pour les aciers ODS. Leur présence influence aussi la vitesse critique de trempe pour une même nuance, comme l'acier 11Cr non-ODS (Figure 5). On peut voir qu'elle est supérieure en présence des nano-renforts.

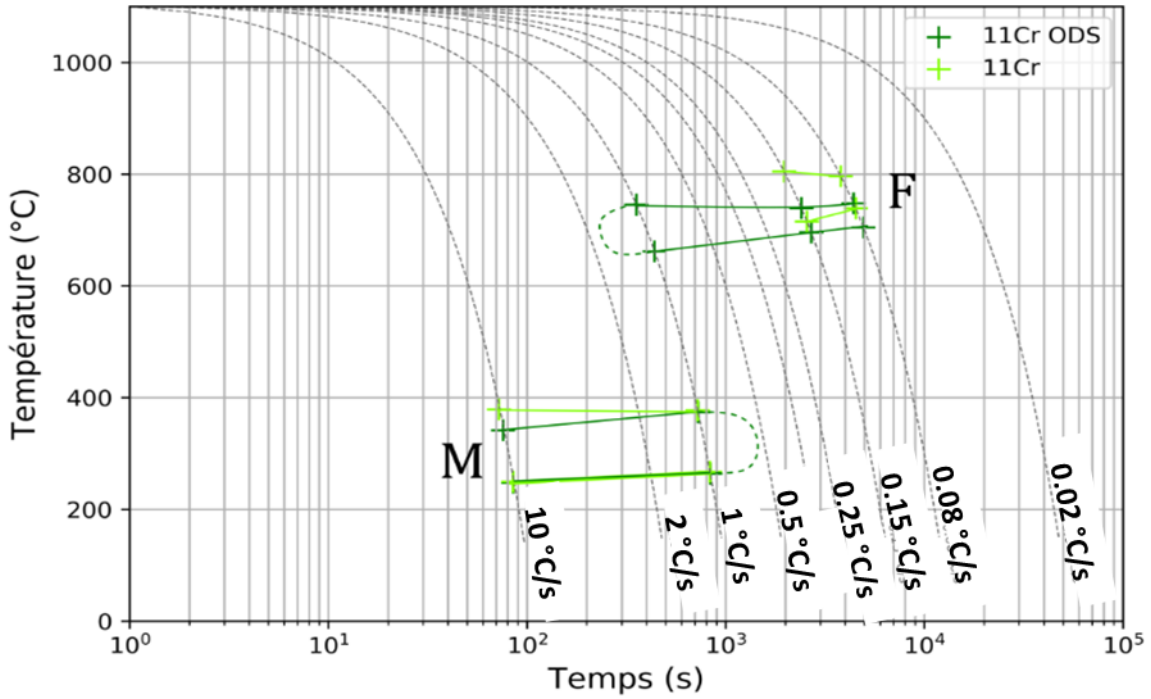


Figure 5. Comparaison des diagrammes TRC d'une nuance 11Cr-ODS (trait vert foncé) et 11Cr non-ODS (trait vert clair) (Durand 2021).

1.2.2 Propriétés microstructurales des aciers ODS

Cette étude s'intéressera surtout au soudage SPR de la nouvelle nuance d'acier 11Cr-ODS. Il est à noter que cette nuance d'acier ODS n'a été jusqu'ici que très peu investiguée dans la littérature contrairement à la nuance martensitique 9Cr-ODS. Dans cette section, une synthèse présentant les microstructures et les propriétés mécaniques des nuances ODS en particulier l'acier 9Cr-ODS et 11Cr-ODS est proposée.

1.2.2.1 Caractéristiques des grains et textures locales

Les nuances martensitiques 9Cr-ODS et 11Cr-ODS qui ont subi, après extrusion dans les même condition, des traitement thermiques d'austénitisation (1050 °C pendant 1 h), suivis d'un refroidissement lent, présentent des microstructures 100% ferritiques (Toualbi et al. 2013). Les grains sont équiaxes et de taille micrométrique. Quelques soit la composition aucune texture n'est

relevée (Figure 6) (Toualbi et al. 2013; Jaumier et al. 2019). Le type de microstructure obtenue s'explique par le mécanisme de recristallisation intervenant au cours du traitement thermique. Ce mécanisme de germination puis croissance des grains permet d'effacer la morphologie initiale des grains, de modifier leur taille et d'atténuer la texture cristallographique initialement présente et due à l'utilisation du procédé d'extrusion (Natira et al. 2004; Toualbi 2012).

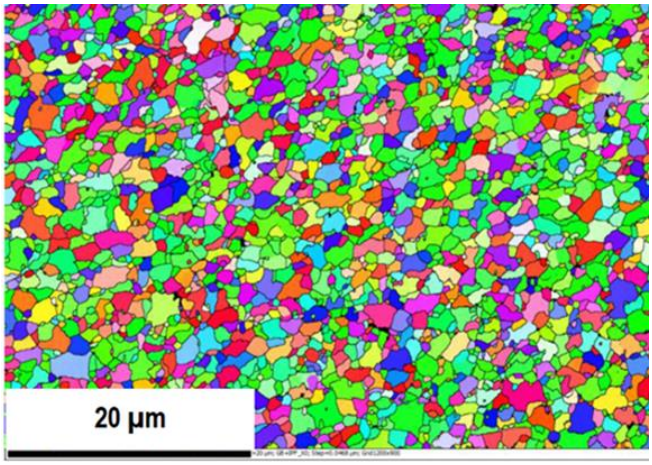
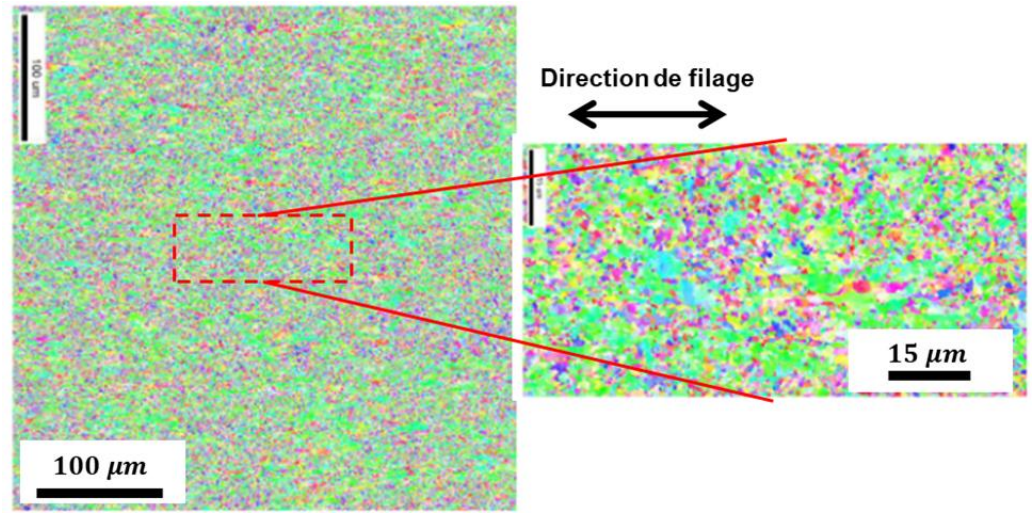
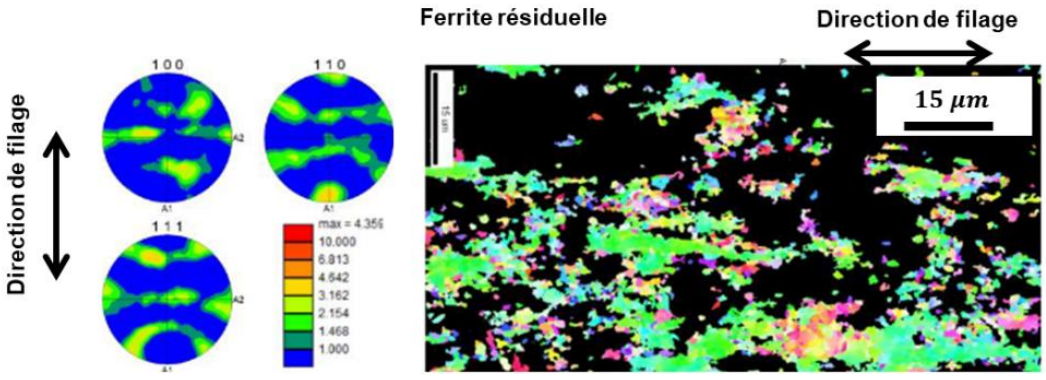


Figure 6. Cartographie EBSD (pour Electron Backscatter Diffraction*) d'un acier 11Cr-ODS après filage et traitement thermique à 1050 °C pendant 1 h (Erwann 2015).*

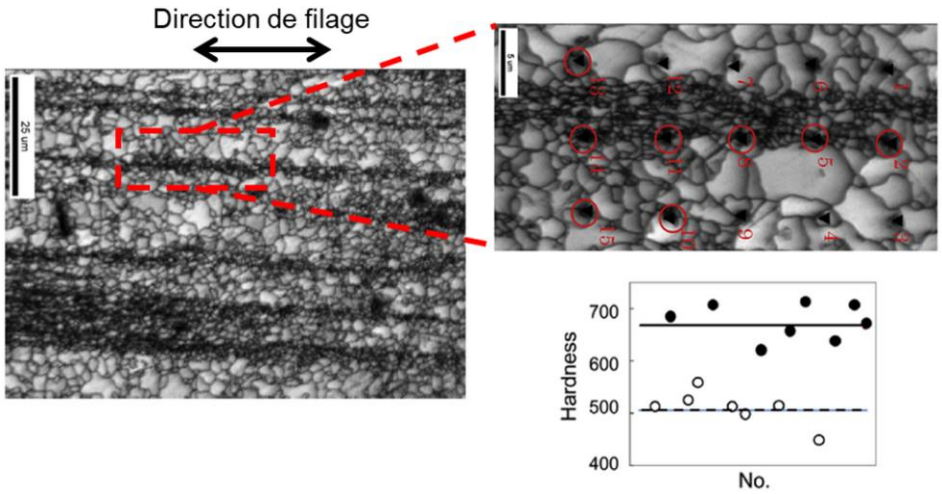
Des études menées au CEA et au JAEA ont cherché à élaborer des aciers ODS martensitiques contenant de la ferrite résiduelle (Figure 7) (Ukai et al. 2002; Tanno et al. 2013; Yamashiro et al. 2016; Durand 2021; Durand et al. 2022). Cette ferrite résiduelle représente la fraction de grains martensitique (ou ferritique) non transformée en austénite lors du traitement thermique d'austénitisation. L'intérêt de sa présence au sein de la matrice martensitique est d'améliorer les propriétés mécaniques, notamment en fluage (Ohtsuka et al. 2013; Durand et al. 2022). Durand (Durand 2021) a montré lors de la caractérisation d'une nuance d'acier 10Cr-ODS que la ferrite résiduelle se manifeste par des grains allongés possédant une texture de fibre α, avec les directions <110> parallèles à la direction de filage (Figure 7a,b). Au contraire, en s'appuyant sur des analyses EBSD, Yamashiro *et al.* (Yamashiro et al. 2016) ont observé dans un acier 11Cr-ODS que la ferrite résiduelle peut être également caractérisée par des bandes de grains équiaxes de petite taille, bandes parallèles à la direction d'extrusion (Figure 7c). La ferrite résiduelle caractérisée par des grains fins présente une dureté plus élevée par rapport à la phase ferritique à gros grains (Figure 7c).



(a)



(b)



(c) (d)

Figure 7. (a) Cartographies EBSD IPFX associées à la direction d'extrusion après filage à 1100 °C d'une nuance d'acier 10Cr-ODS et traitement thermique d'austénitisation pendant 1 h à 1050 °C.
(b) Cartographie EBSD de la phase ferritique seule non transformée obtenue à partir de la cartographie de gauche présentée à la Figure 7a.
(c) Cartographie EBSD en qualité d'image de la ferrite résiduelle grains noirs très fins pour un acier 11Cr-ODS après austénitisation à 1050 °C et refroidissement à 3 °C/min, et (d) mesures de dureté dans les différentes ferrites (cercle noir : microstructure fine - ferrite résiduelle, cercle blanc : microstructure grossière - ferrite) (Yamashiro et al, 2016).

1.2.2.2 Caractérisation des nano-précipités

La dispersion de nano-oxydes dans la matrice des aciers ODS dépend de plusieurs paramètres. Le procédé de fabrication de ces aciers ODS (Toualbi 2012; Spartacus 2020) est généralement optimisé afin d'améliorer les propriétés mécaniques en fluage à haute température et donc afin d'obtenir à une dispersion homogène de précipités nanométrique dans la matrice. Cet état de précipitation peut être caractérisé par plusieurs techniques expérimentales, comme la Microscopie Electronique en Transmission (MET), la Diffusion des rayons X aux Petits Angles (DRXPA, ou SAXS pour *Small Angle X-ray Scattering*), la Diffusion des Neutrons aux Petits Angles (DNPA, ou SANS pour *Small Angle Neutron Scattering*) ou la Sonde Atomique Tomographique (SAT, ou APT pour *Atomic Probe Tomography*).

Le Gloannec (Le Gloannec 2016) a étudié l'état de précipitation d'un acier 9Cr-ODS par DNPA. Les analyses montrent que la distribution en taille des nano-oxydes peut être décrite sous la forme de deux populations (Figure 8) : une première population de rayon moyen r_1 de l'ordre de 1,6 nm et la deuxième population de rayon moyen r_2 égal à 4,4 nm. La fraction volumique estimée pour les deux populations est respectivement de 0,45 et 0,30 %.

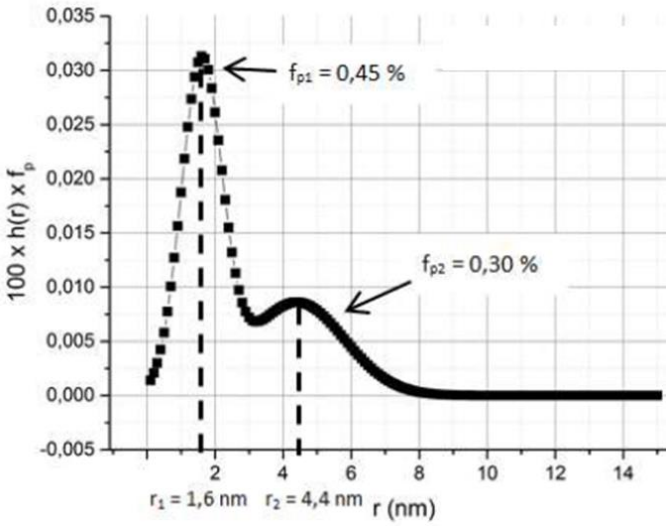
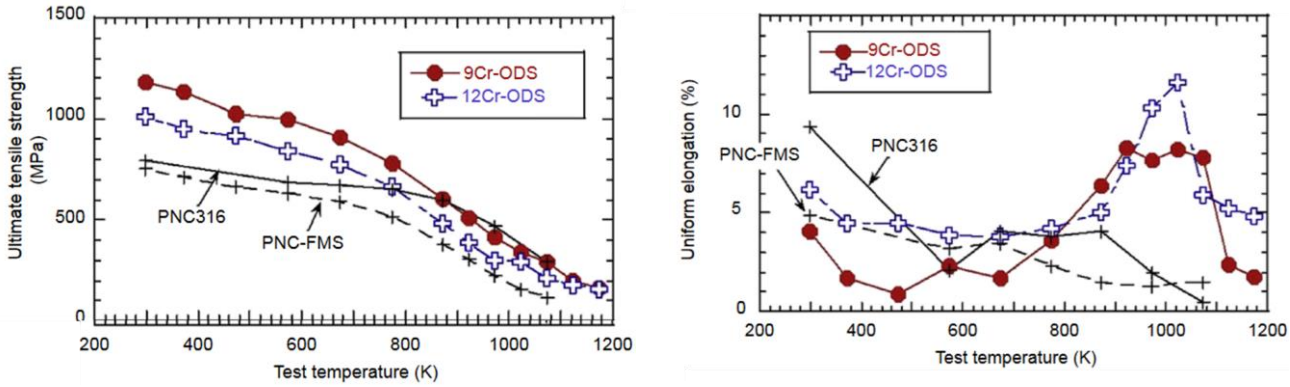


Figure 8. Distribution de la taille des précipités nanométrique obtenue par DNPA pour un acier 9Cr-ODS après filage à 1100 °C et traitement thermique d'austénitisation à 1050 °C pendant 1 h (Le Gloannec 2016).

On peut noter cependant que pour des aciers ODS de composition chimique identique et ayant subi le même procédé de fabrication, la distribution de la population de précipités est variable dans la littérature. Pour une nuance ferritique 14Cr-ODS, Toualbi *et al,* (Toualbi et al. 2012) ont montré par des analyses DNPA la présence de deux populations de rayons moyens situés, pour l'une, entre 4 nm et 6 nm (fractions volumiques de 0,25 à 0,9 %) et de 1,4 nm pour l'autre (fraction volumique de 1,3 à 2%). Pour la même nuance Dadé (Dade 2015) n'a identifié, par des analyses DNPA, qu'une seule population de précipité, de rayon moyen de l'ordre de 1,3 nm et de fraction volumique de 0,8 %. Dans tous les cas, cette distribution initiale des nano-oxydes peut être altérée par les procédés de soudage, comme il sera présenté dans la Section 1.3.2.2.4.

1.2.3 Propriétés mécaniques des aciers ODS

Ukai et al. (Ukai et al. 2017) comparent les propriétés mécaniques en traction en termes de résistance maximale et d'allongement à rupture pour des nuances renforcées (9 et 12Cr-ODS) ou non (PNC-FMS : Fe-11Cr et une nuance austénitique PNC316 non renforcée) (Figure 9). On observe qu'à partir de la température ambiante et jusqu'à 700 K (430 °C), la valeur de la résistance maximale des nuances martensitiques renforcées est toujours supérieure à celle des nuances sans renfort qu'elle soit martensitique ou austénitique. Cette différence est négligeable pour des températures plus élevées même si les nuances martensitiques ont toujours une résistance maximale supérieure à celle austénitique (Figure 9.a). L'allongement à la rupture présente des valeurs plus élevées pour les nuances non renforcées pour des températures inférieures à 530 °C (800 K). Pour des températures supérieures, un pic d'allongement est observé pour les nuances ODS (Figure 9.b).



(a) (b)

Figure 9. (a) Evolution de la résistance maximale à la traction en fonction de la température pour deux nuances 9Cr-ODS et 12Cr-ODS et pour un acier austénitique développé PNC316 et pour un acier martensitique PNC-FMS « Fe-11Cr non ODS ». (b) Evolution de l'allongement à la rupture (Ukai et al. 2017).

Pour une nuance 9Cr-ODS et 14Cr-ODS, Praud et Dadé (Praud 2012; Dade 2015) ont étudié les effets de la vitesse de sollicitation sur les propriétés mécaniques en traction uni-axiale. Ils ont montré que les effets de la vitesse sont limités pour des températures inférieures à 400 °C, et importants pour des températures supérieures à celle-ci (Figure 10). A 500 °C, par exemple, une chute de la limite d'élasticité et un écrouissage plus lent sont observés quand la vitesse de sollicitation diminue passant de $7\,10^{-4}\,s^{-1}$ à $10^{-5}\,s^{-1}$. A 600 °C, une chute de l'allongement à la rupture est observée quand la vitesse de sollicitation diminue. Il semble donc que la composition chimique n'influence pas cette tendance même si les valeurs de résistance maximale des deux nuances sont différentes.

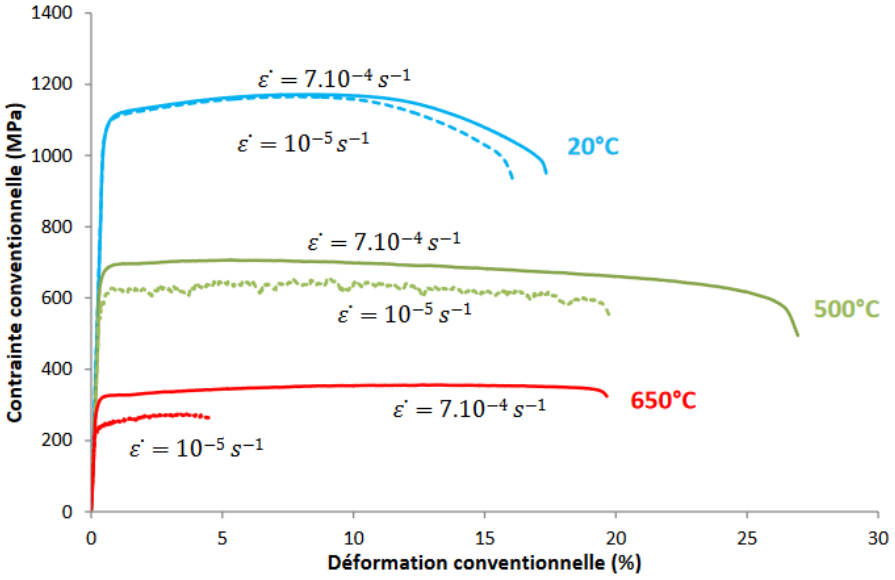
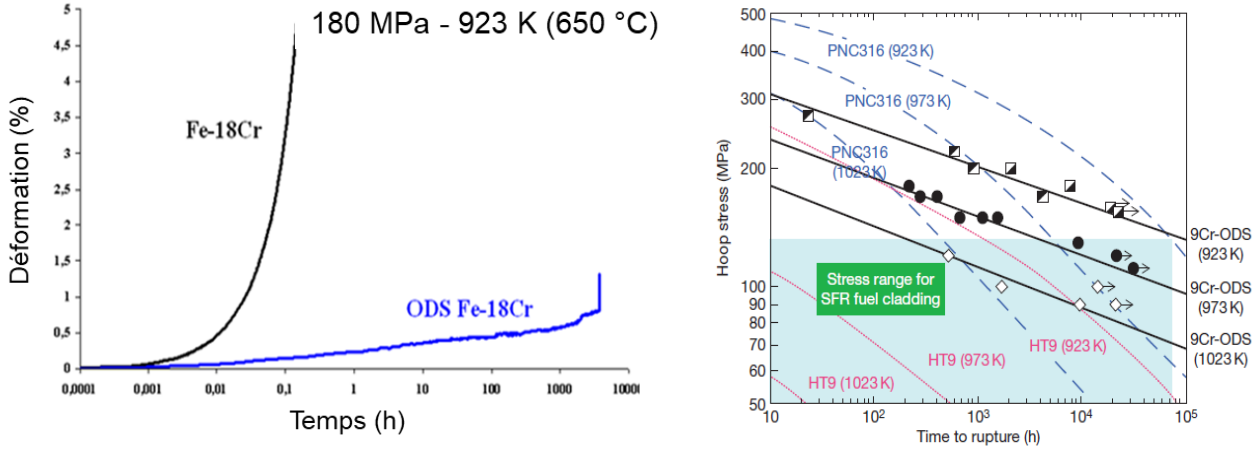


Figure 10. Effet de la vitesse de sollicitation sur le comportement mécanique en traction d'une nuance 9Cr-ODS. En trait plein, les essais réalisés avec une vitesse de $7\ 10^{-4}\ s^{-1}$*, et en pointillés avec une vitesse* $10^{-5}\ s^{-1}$ *(Dade 2015).*

En fluage uni-axial (Toualbi 2012) ou en pression interne (Allen et al. 2009), les aciers ODS présentent une excellente résistance en termes de temps et de déformation à la rupture, par rapport aux aciers non ODS, comme il est montré dans la Figure 11 pour un acier ferritique 18Cr-ODS.



(a) (b)

Figure 11. (a) Courbe de fluage uni-axial à 973 K (650 °C) d'un acier ferritique Fe-18 Cr comparée à celle d'un acier ferritique ODS (Fe-18 Cr-ODS) (Toualbi 2012). (b) Courbes de rupture par fluage sous pression interne d'un acier 9Cr-ODS dans la direction circonférentielle à des températures de 650, 700 et 750 °C, comparées à celles de l'acier HT9 (Fe-12Cr) et l'acier PNC316 (aciers austénitiques) (Allen et al. 2009).

Les meilleures propriétés mécaniques à haute température des aciers ODS par rapport aux aciers non renforcés s'expliquent par le rôle d'obstacles au mouvement des dislocations, joué par la dispersion homogène de nano-oxydes particulièrement stable en température (Ukai et al. 1993; Lambard 2000; Reppich 2002).

L'anisotropie des propriétés mécaniques en traction et en fluage est fortement influencée par l'anisotropie microstructurale (morphologique et cristallographique) des aciers ODS. Les études antérieures (Steckmeyer 2012; Tanno et al. 2014; Jaumier et al. 2019) ont démontré que les nuances caractérisées par une anisotropie microstructurale, en particulier les aciers ferritiques, présentent également des caractéristiques mécaniques anisotropes en traction et en fluage (Ratti 2009; Steckmeyer 2012). En revanche, pour les nuances martensitiques, qui sont plus sensibles à la recristallisation induite par des traitements thermiques, il est plus facile d'obtenir des propriétés mécaniques de nature isotrope (Jaumier et al. 2019).

1.3 Soudage des aciers ODS

Comme il a été évoqué dans la section précédente, les aciers ODS se caractérisent par de bonnes propriétés mécaniques à haute température grâce à la dispersion homogène de nano-oxydes. Il est donc nécessaire de la préserver après soudage en limitant l'impact du procédé sur la dispersion de nano-oxydes mais aussi sur la microstructure.

1.3.1 Soudage en phase liquide des aciers ODS

Dans la littérature, les études montrent que la fusion locale de la matière conduit à une modification de la dispersion des nano-oxydes, génère une microstructure cristalline hétérogène, en raison de la solidification du métal liquide et, finalement, à une perte des propriétés mécaniques locales. Différentes techniques de soudage par fusion ont été étudiées et appliquées aux acier ODS, principalement présentés sous la forme de plaques ou de tôles minces. Ces études révèlent d'une manière générale que ces procédés par fusion impactent fortement dans la zone fondue la distribution des nano-oxydes et de la microstucture. McKimpson et O'Donnell (McKimpson et O'Donnell 1994) ont montré que le procédé TIG (*Tungsten Inert Gas)* conduit à l'agglomération des nano-oxydes dans la zone fondue (Figure 12), ainsi qu'au changement significatif de la taille des grains, par rapport au métal de base après solidification. Il en résulte une baisse des propriétés mécaniques en traction à température ambiante et à haute température par rapport au métal à l'état de réception. Des observations similaires de dégradation des propriétés mécaniques en lien avec les changements microstructuraux sont reportées lors de l'utilisation d'autres techniques de soudage par fusion : i) Lindau *et al.* (Lindau et al. 2011) pour le soudage par faisceau d'électrons d'une nuance Eurofer97 ODS ; ii) Lemmen *et al.* (Lemmen et al. 2007) pour le soudage laser pour l'acier PM1000 ; iii) Miao *et al.* (Miao et al. 2007) pour l'électro Spark déposition. En conclusion, les procédés de soudage à l'état liquide sont donc à éviter pour les aciers ODS.

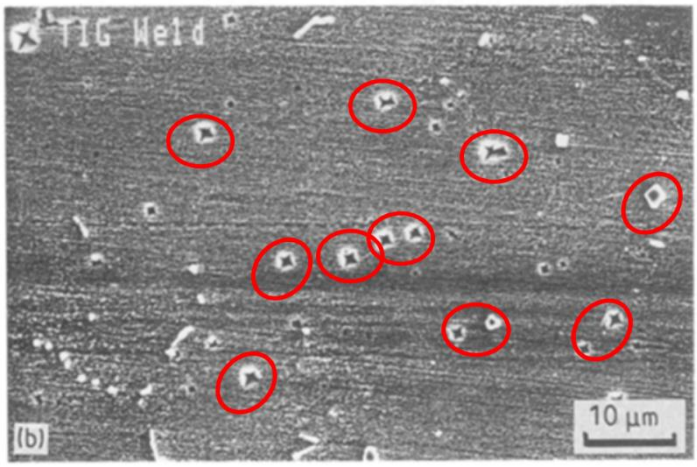


Figure 12. Image MEB montrant la microstructure d'un acier MA754 (20Cr-ODS) dans la zone fondue d'une soudure réalisée par le procédé TIG. Les cercles rouges indiquent les oxydes agglomérés (Molian, Yang, et Patnaik 1992).

1.3.2 Soudage à l'état solide

Deux procédés de soudage par phase solide sont principalement étudiés pour les aciers ODS : le soudage par friction malaxage (FSW, pour *Friction Stir Welding*) et le soudage par résistance, (SPR ou PRW, pour *Pressure Resistance Welding*).

1.3.2.1 Le soudage par friction malaxage FSW

Dans la littérature, le procédé FSW est étudié principalement dans une configuration de soudage entre tôles ou plaques pour différents types d'alliage (Al, Cu...) et aussi des aciers. La faisabilité de souder des gainages de combustible avec ce procédé n'a été étudiée à notre connaissance que par Kang et al. (Kang et al. 2016). Cependant, plusieurs études ont été menées pour évaluer les effets du FSW sur la microstructure des aciers ODS sous formes des tôles ou viroles (Uwaba et al. 2007; Chen, Tatlock, et Jones 2010; Wang et al. 2014; Dawson et al. 2017). Différentes zones affectées sont observées après soudage FSW, avec entre autres, une zone affectée thermiquement (ZAT) et une zone malaxée (ZM) ou affectée thermo-mécaniquement (ZATM). Les changements microstructuraux dans ces zones sont attribués aux mécanismes de recristallisation dynamique et aux changements de phase lors du soudage FSW. Les fortes déformations plastiques imposées dans la ZM induisent une coalescence de nano-oxydes, comme on peut le voir dans la Figure 13, et une dispersion hétérogène de ceux-ci. Par ailleurs, l'augmentation de la dureté observée dans la zone affectée par le soudage est liée entre autres, à la formation de martensite dans la ZAT, l'affinement de la microstructure dans la ZATM et la forte densité de dislocation due aux fortes déformations plastiques dans les zones mal recristallisées.

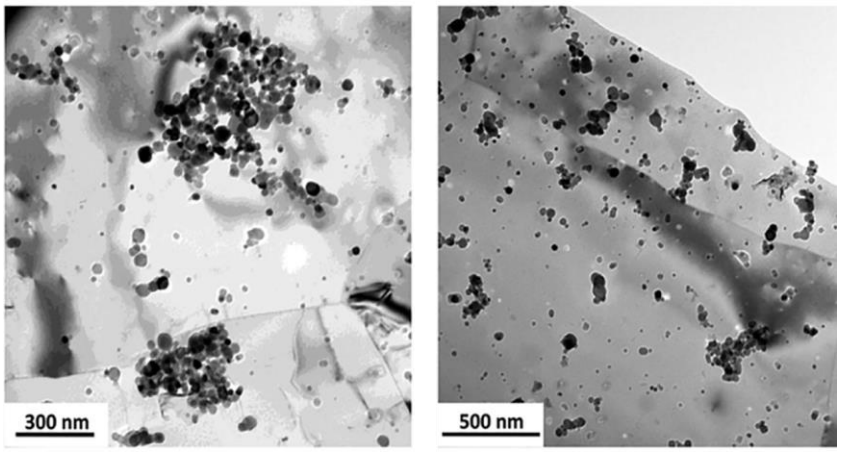


Figure 13, Images MET illustrant la coalescence de nano-oxydes dans la ZATM d'une soudure FSW en acier 20Cr-ODS (Dawson et al. 2017).

1.3.2.2 Le soudage par résistance du gainage de combustible en acier ODS

Le soudage par résistance (SPR) est le procédé de référence utilisé au CEA pour le soudage de gaines de combustible en acier ODS car il s'adapte à la géométrie particulière de ces pièces à assembler. Les études du SPR des aciers ODS disponibles dans la littérature sont principalement menées dans le but d'étudier la soudabilité opératoire et métallurgique des nuances ODS. Ce procédé étant celui utilisé dans le cadre de ces travaux de thèse, est présenté en détail dans la section suivante.

1.3.2.2.1 Principe du procédé

Le procédé de SPR se décompose en trois étapes (voir Figure 2, page II). Lors de la phase d'accostage, la gaine et le bouchon à souder sont positionnés dans deux électrodes en cuivre et une force, F_s, est appliquée sur la surface du bouchon, permettant la mise en contact des deux pièces, la gaine étant fixe. Cette force est ensuite maintenue tout au long du procédé. L'étape de soudage consiste en l'application d'un courant I_s pendant un temps t_s et se poursuit par l'étape de forgeage où la force est toujours appliquée mais pas le courant. Durant ces deux dernières étapes, l'assemblage bouchon-gaine s'effectue grâce à la combinaison de températures très élevées atteintes par effet Joule au niveau du contact entre les deux pièces, et de la force appliquée.

Des gaines et des bouchons chanfreinés ont ainsi été étudiés pour le soudage d'un acier 20Cr- ODS (Corpace et al. 2017), mais également d'un acier 9Cr non-ODS (Le Gloannec et al. 2016). Des gaines non chanfreinées et des bouchons chanfreinés ont par ailleurs été étudiés pour le soudage d'un acier 14Cr-ODS par (Lienert et al. 2022). Des géométries sans chanfrein ont enfin été étudiées pour les alliages 13Cr-ODS (De Burbure 1974), 9Cr-ODS (Seki et al. 2004; Doyen et al. 2019) et 14Cr-ODS (Zirker et al. 1991; Jerred et al. 2018; Doyen et al. 2019). Ces études ont montré la capacité du SPR à réaliser des gainages de combustibles en différentes configurations. Outre les différentes conditions initiales de contact entre les pièces et les nuances ODS étudiées, les dimensions des gaines et des bouchons peuvent également varier d'une étude

à l'autre. Des études ultérieures menées au CEA ont utilisées des gaines et des bouchons non chanfreinés, avec une surface de contact initiale entre les deux pièces mesurant moins de 250 μm en largeur (Goncalves 2020). Cette configuration s'est avérée prometteuse pour produire des soudures compactes sans fusion de la matière. Elle a donc été retenue dans le cadre de cette thèse (voir Chapitre 2).

1.3.2.2.2 Soudabilité opératoire

Des études de soudabilité opératoire par SPR ont été menées dans la littérature pour différentes configurations de soudage gaine-bouchon. La teneur en chrome des aciers étudiés varie de 9 à 20 % en masse. De plus, la géométrie des pièces soudées (dimensions ainsi que présence ou non d'un chanfrein) ou leur position par rapport aux électrodes sont aussi des paramètres étudiés (Corpace 2011; Le Gloannec 2016).

Identifier une zone opératoire permettrait d'obtenir des soudures de qualité, c'est-à-dire sans défaut de manque de liaison, sans fusion de la matière, sans regroupement ou modification de la dispersion des nano-oxydes. Etudier les effets des paramètres opératoires sur les caractéristiques de la soudure permettent ainsi par une approche expérimentale de définir une zone opératoire. Lienert *et al.* (Lienert et al. 2022) et Corpace *et al.* (Corpace 2011; Corpace et al. 2017) ont évalué les effets des paramètres opératoires du SPR, en prenant en compte l'effet des paramètres suivants : F_s la force appliquée, I_s l'intensité du courant appliqué (fonction du temps) et t_s la durée d'application du courant. La Figure 14 présente un exemple de détermination de la zone opératoire obtenue par Corpace avec une nuance 20Cr-ODS. Les effets de I_s et de t_s ont été regroupés sous l'effet d'un seul paramètre, à savoir l'énergie électrique dissipée, E_d, définie par l'Equation 1-1.

$$E_d = \int_0^{t_s} U(t) \times I_s(t) \times dt \qquad 1\text{-}1$$

Avec $U(t)$ la différence de potentiel mesurée en fonction du temps entre les mors. La zone opératoire générant des soudures adéquates a été ensuite définie (Figure 15) en fonction de la valeur de cette énergie et de la valeur finale du déplacement du bouchon par rapport à la gaine lors de soudage, U_B (défini sur la Figure 14).

D'autres paramètres peuvent également influer sur le bon déroulement du procédé de soudage et la qualité de la soudure obtenue, comme la présence d'un chanfrein (Corpace 2011). De plus, la longueur de la gaine dépassant de l'électrode avant soudage influence directement la taille et la position de la zone de plus haute température (Zirker et al. 1991; Corpace 2011) et donc la qualité finale de la soudure.

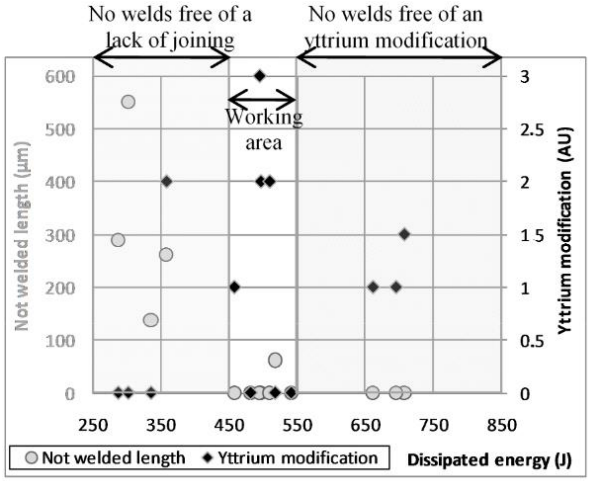


Figure 14. Exemple de zone opératoire identifiée expérimentalement à partir de la valeur de l'énergie dissipée pour obtenir des soudures en acier 20Cr-ODS sans manque de liaison ni modification significative de la dispersion de nano-oxydes (Corpace et al. 2017).

Expérimentalement, les effets des paramètres opératoires sur le déroulement du soudage sont évalués seulement en observant la qualité finale de la soudure sur des sections extraites d'un assemblage bouchon-gaine et peuvent être généralement corrélée à la valeur mesurée du déplacement de bouchon par rapport à la gaine (Corpace et al. 2017). En revanche, la mesure de la température et de la déformation imposées par le procédé dans la zone soudée est assez complexe à estimer *in-situ* en raison des cinétiques très rapides du SPR par rapport aux temps de réponse des systèmes d'instrumentation et des difficultés d'accessibilités des zones à instrumenter, la zone soudée se trouvant sous les électrodes. Afin de mieux comprendre le déroulement de la formation de la soudure et les effets des paramètres opératoires sans multiplier le nombre d'essais de soudage, la simulation numérique du procédé SPR par des calculs par élément finis a déjà été utilisée et validée (Corpace 2011; Le Gloannec et al. 2016; Feng et al. 2022; T. Na, Kim, et Kim 2023). Cette simulation permet également de déterminer localement les cycles thermomécaniques induits par le procédé au matériau afin d'acquérir une meilleure compréhension de l'origine des différentes microstructures observées dans la soudure.

1.3.2.2.3 Simulation numérique du procédé de SPR

Le SPR est un procédé multi-physique qui implique plusieurs phénomènes couplés : électriques, thermiques, mécaniques, métallurgiques et fluidiques (Figure 15) (Dupuy 2000). Lors du SPR, la chaleur générée par effet joule augmente fortement la température des pièces à souder et modifie les propriétés physiques des matériaux de manière hétérogènes dans la zone soudée. Par exemple, la diminution des propriétés mécaniques dans les zones chauffées favorise la déformation. En retour, les fortes déformations plastiques vont également générer de la chaleur avec des conséquences sur les phénomènes thermiques, électriques et métallurgiques dans les zones concernées. L'élévation seule de la température favorise la transformation de phases dans les alliages à différentes températures en fonction de leur composition. La cinétique de transformation de phase dépend surtout des cinétiques de chauffage et de refroidissement mais

elle peut également être impactée par la déformation plastique appliquée au matériau. La composition et la microstructure jouent sur les températures atteintes au cours du soudage (via la chaleur latente de transformation de phase), les propriétés physiques du matériau et la déformation plastique. Par ailleurs, les conductions thermique et électrique au niveau des interfaces de contact entre les deux pièces à souder et entre les pièces à souder et les électrodes, ont une forte influence sur les phénomènes thermiques, électriques et mécaniques aux premiers instants du soudage (Feulvarch, Robin, et Bergheau 2004; Fuentes et al. 2011).

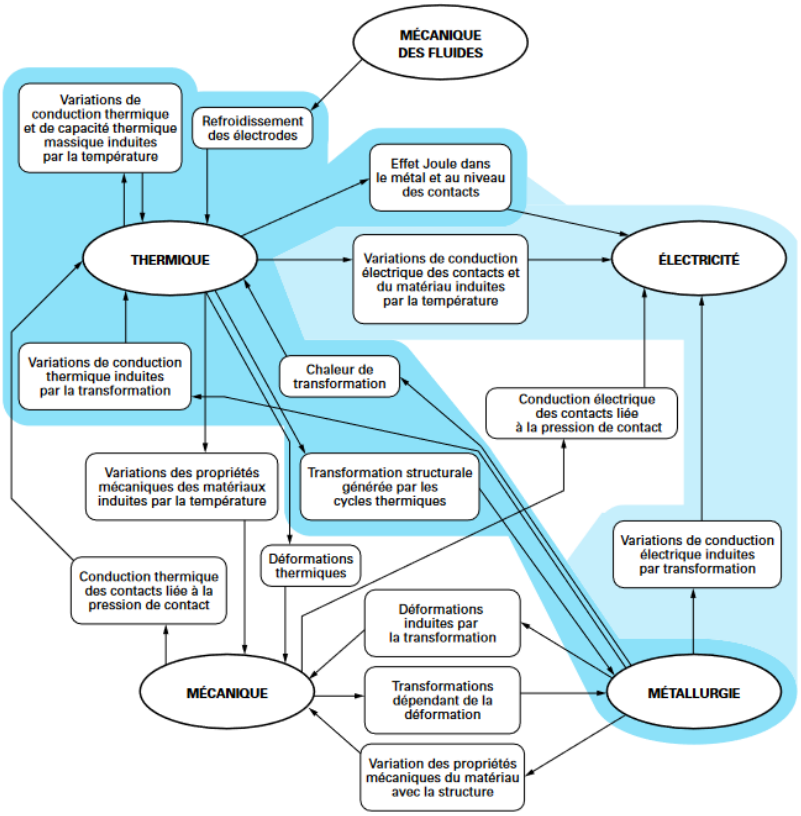


Figure 15. Phénomènes physiques impliqués lors du soudage par résistance (Dupuy 2000).

Dans la littérature, les travaux sur la simulation numérique du procédé SPR de gaines de combustible ont été principalement menés dans le cadre des études de soudabilités opératoires et métallurgiques des aciers ODS (Zirker et al. 1991; Corpace et al. 2012; Le Gloannec et al. 2016; T.-H. Na, Na, et Park 2018; Feng et al. 2022; T. Na, Kim, et Kim 2023). Ces simulations numériques visent à comprendre le déroulement du procédé, en cherchant à faire le lien entre les phénomènes électrique, thermique et mécanique, et la qualité de la soudure. Elles aident à comprendre les origines des changements microstructuraux observés dans la soudure. A ce jour, uniquement des modèles 2D-axisymétriques ont été proposés, prenant toujours en compte la géométrie des pièces à souder et celle des électrodes. Zirker et al. (Zirker et al. 1991) ont proposé un modèle très simplifié, ne prenant en compte que le couplage thermomécanique et un maillage rudimentaire. En négligeant les phénomènes électrothermiques aux interfaces de la soudure, la

température maximale calculée a été largement surestimée, dépassant la température de fusion du matériau.

Corpace (Corpace 2011) a proposé un modèle prenant compte des phénomènes Electro-Thermo-Mécaniques (ETM) et des Résistances de Contact Electro-Thermiques (RCET) entre la gaine et le bouchon, et entre les électrodes et les deux pièces. Il a corrélé les prédictions de la simulation numérique avec les paramètres opératoires, ce qui lui a permis de décomposer le procédé SPR en trois étapes principales (Figure 16) : (i) le chauffage à l'interface de contact entre les pièces à souder, principalement piloté par l'intensité du courant, (ii) le chauffage dans le volume, principalement contrôlé par la longueur de la gaine dépassant de l'électrode, et (iii) la déformation des deux pièces, contrôlée par la longueur de la gaine dépassant l'électrode, la force F_s, l'intensité du courant I_s et le temps de soudage t_s. Toutefois, compte-tenu de la grande amplitude et de la vitesse de la déformation imposée pendant le soudage SPR, l'absence de remaillage pendant les simulations a entraîné une incertitude non négligeable sur les valeurs des températures prédites.

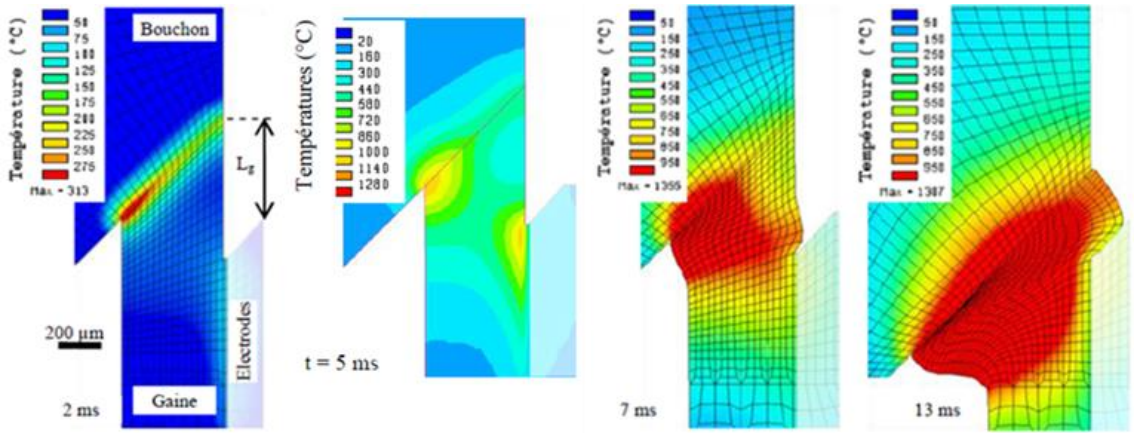


Figure 16. Exemple de l'évolution de la température et de la déformé au cours du temps pour l'acier 20Cr-ODS pour une configuration chanfreinée (Corpace 2011).

Selon Le Gloannec *et al.* (Le Gloannec et al. 2016; Le Gloannec 2016) la mise en œuvre d'une procédure de remaillage n'est toujours pas suffisante pour réduire totalement l'incertitude sur l'estimation des températures. Il serait nécessaire que les résistances de contact entre les pièces et les électrodes soient correctement modélisées. Le Gloannec et ses collaborateurs ont porté une attention particulière à la calibration des RCET par méthode inverse et méthode analytique, avant de proposer un modèle ETM complet, utilisant une procédure de remaillage automatique pour simuler le procédé de soudage des aciers 9Cr-ODS et 14Cr-ODS. En simulant le SPR avec des configurations chanfreinées et non chanfreinées, ces auteurs ont montré que la chaleur est concentrée autour du plan de joint lorsque la configuration non chanfreinée est utilisée, avec pour conséquence la réalisation de soudures de bonne qualité.

A une échelle plus locale, Le Gloannec (Le Gloannec 2016) a mis en évidence que les sollicitations imposées par le procédé au matériau sont sévères en termes de vitesse de déformation (de quelques dizaines à quelques centaines de s^{-1}), de niveaux de déformation atteints en chaque zone de la

soudure (déformations plastiques comprises entre 100 et 900 % dans une bande de largeur d'environ $100\,\mu m$), et de température maximale atteinte (température maximale de l'ordre de 1100 à 1300 °C), comme il est montré Figure 17.

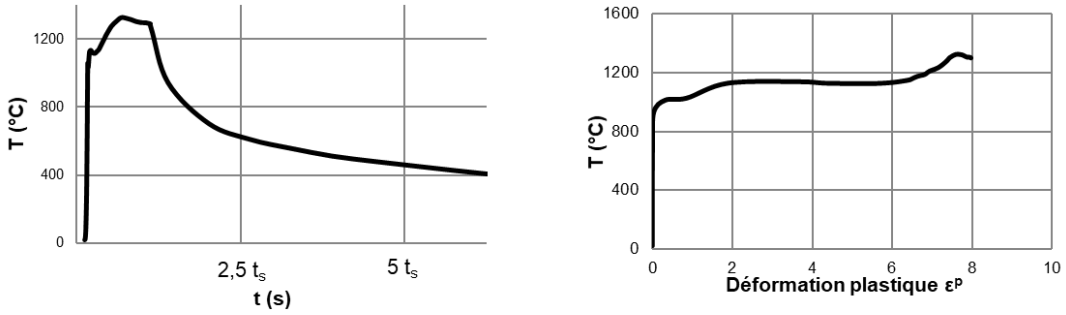


Figure 17. Evolution de la température en fonction de temps ou de la déformation plastique cumulée. Résultats issus de la simulation numérique pour un acier 14Cr-ODS (Le Gloannec 2016).

La corrélation entre les résultats expérimentaux et ceux de la simulation numérique, a fortement aidé à la compréhension du déroulement de soudage pour les configurations de soudage étudiées par Corpace (Corpace 2011) et Le Gloannec (Le Gloannec 2016). Corpace a montré que le défaut de manque de liaison dépend du gradient de température à l'interface de contact entre la gaine et le bouchon (le point le plus chaud se trouvant dans la partie intérieure du contact). Ce type de défaut peut être évité en augmentant l'énergie de soudage et en réduisant la longueur de gaine dépassant de l'électrode. Le Gloannec lui montre que les changements microstructuraux dans la soudure sont en relation directe avec les cycles thermomécaniques locaux induits par le SPR au matériau. Il a également montré que ces sollicitations sont peu dépendantes de la nature de l'alliage qu'il soit renforcé ou pas (9Cr-ODS, 14Cr-ODS et P91). Il a corrélé les changements microstructuraux aux phénomènes de recristallisation dynamique (voir Section 1.3.2.2.4) dans les zones de hautes températures, de fortes déformations et de forte vitesse de déformation.

Plus récemment, Feng et al. (Feng et al. 2022) ont eux aussi optimisé par simulation numérique du procédé de SPR, la géométrie des électrodes pour le soudage de gainages en alliage de zirconium afin d'obtenir des soudures sans défaut de manque de liaison.

1.3.2.2.4 Soudabilité métallurgique et effets de SPR sur la microstructure des aciers ODS

Des premières caractérisations métallurgiques ont été menées dans le cadre de travaux de Corpace (Corpace 2011) sur des soudures en acier 20Cr-ODS chanfreinées, avec l'objectif d'identifier une zone opératoire (Figure 14) pour obtenir des soudures sans changement significatif de la répartition d'yttrium et sans manque de liaison. Pour cela, il a réalisé des analyses EBSD et des analyses chimiques par microsconde de Castaing. Ces analyses ont mis en évidence l'affinement de la taille des grains dans les zones situées au niveau du plan de joint. En outre, une modification de la répartition de l'élément yttrium dans ces zones (Figure 18) quantifiée par l'analyse par microsonde de Casting a été attribuée au mouvement des nano-oxydes en lien avec l'histoire

thermomécaniques vue dans ces zones. En effet, les nano particules peuvent se regrouper voire coalescer sur les murs de dislocation ou aux joints de grains, ce qui expliquerait le changement noté dans la répartition de l'yttrium. L'analyse EBSD met en évidence la présence d'une distribution hétérogène des grains. Toutefois, Corpace ne s'est pas intéressé aux différents mécanismes à l'origine des changements microstructuraux à l'échelle des grains et des nano-oxydes et leurs conditions d'occurrence en fonction des cycles thermomécaniques imposés au matériau.

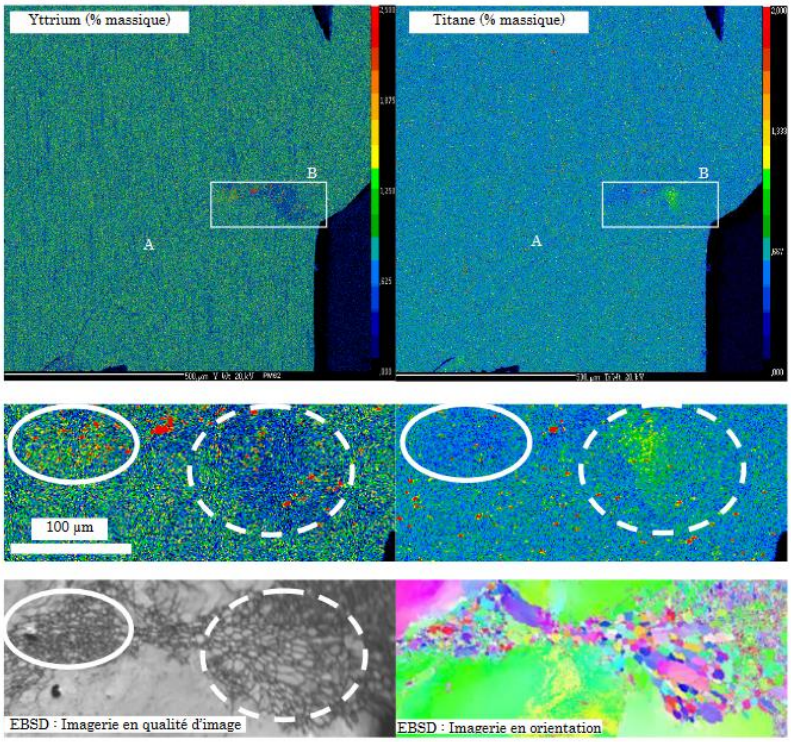


Figure 18. Exemple de soudure d'un acier 20Cr-ODS avec changement de la distribution des nano-oxydes (zone encadrée en blanc) : en haut et au milieu, cartographies chimique réalisées par microsonde de Castaing pour la répartition de l'Yttrium et du Titane. En bas, cartographies EBSD en qualité d'image et cartographie d'orientation mettant en évidence le changement de la taille des grains (Corpace 2011).

La compréhension des effets du SPR sur la modification microstructurale des aciers ODS, l'identification des mécanismes de recristallisation associés et leur conditions d'occurrence a fait l'objet des travaux de thèse de Le Gloannec (Le Gloannec 2016). Il a réalisé des caractérisations microstructurales fines à l'aide de techniques telles que l'EBSD, la microsonde de Castaing et la DNPA directement sur des soudures en acier 9Cr-ODS et 14Cr-ODS afin d'identifier les différentes zones affectées par le SPR et d'accéder à leurs caractéristiques métallurgiques. Ces caractérisations ont été couplées à la simulation numérique du procédé de soudage (Section 1.3.2.2.3) et à la simulation physique du procédé de SPR, à l'aide d'un simulateur thermomécanique Gleeble. Les analyses réalisées directement sur des soudures lui ont permis de montrer que les sollicitations induites par le SPR entrainent un affinement de la microstructure au niveau du plan de joint de la nuance 9Cr-ODS et 14Cr-ODS (Figure 19). De plus, il a mis en

évidence que les caractéristiques métallurgiques (taille et localisation des zones affectées, taille, morphologie et orientation des grains…) dépendent de la composition chimique (%Cr) de chaque nuance étudiée. L'affinement de la microstructure au niveau du plan de joint a été attribué selon Le Gloannec au mécanisme de recristallisation dynamique (dans le cas de l'acier 14Cr-ODS) ou à la combinaison de la recristallisation dynamique et la transformation de phase (dans le cas de l'acier 9Cr-ODS). Ses analyses ont permis d'établir une cartographie des mécanismes de recristallisation dynamique ayant lieu sur les deux nuances étudiées en fonction des cycles thermomécaniques imposés. Les mécanismes ainsi que leurs conditions d'occurrence seront détaillés dans deux paragraphes distincts ultérieurement.

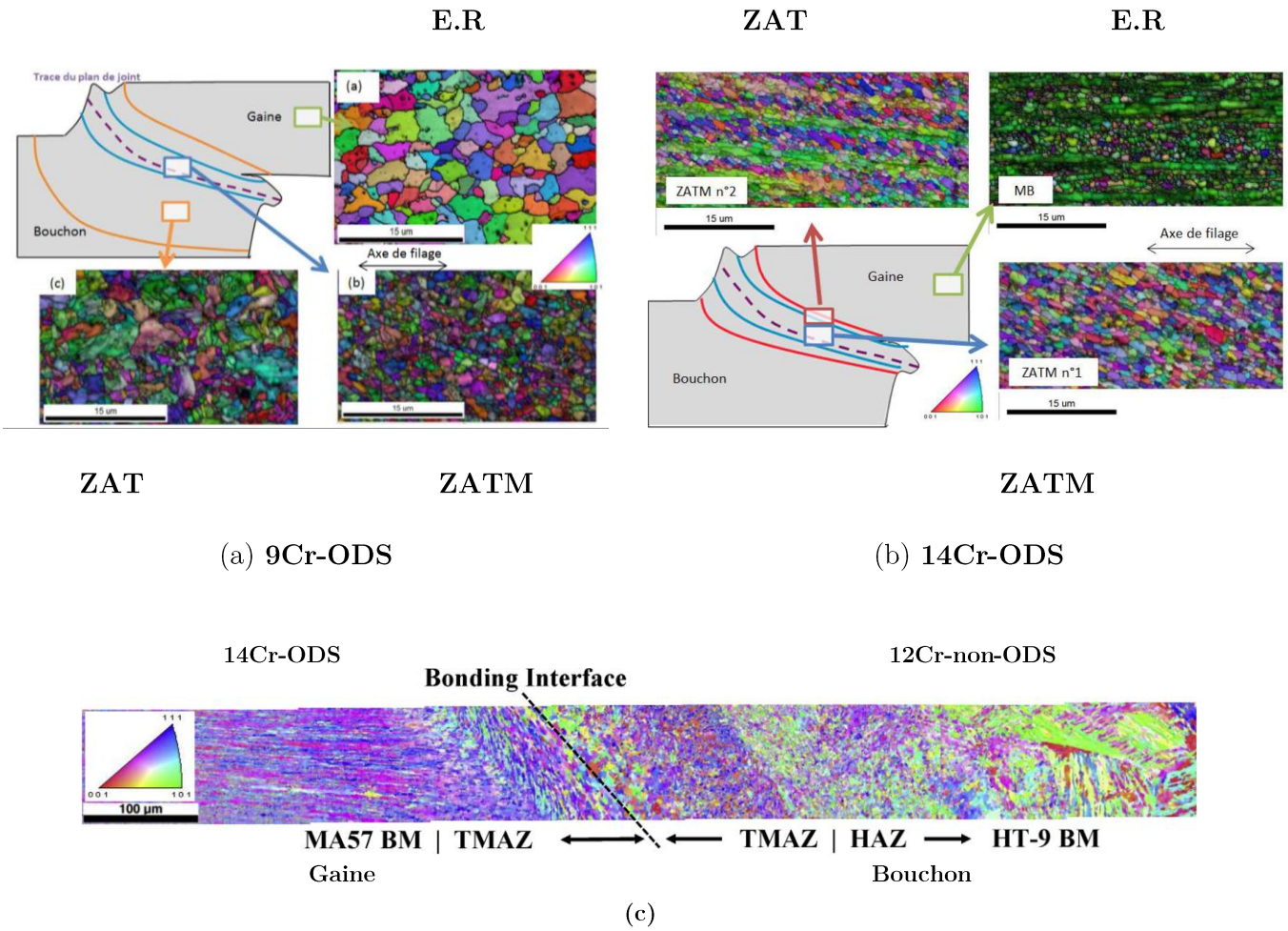


Figure 19. (a) Zones affectées par le SPR pour l'acier 9Cr-ODS (Le Gloannec 2016). (b) Zones affectées par le SPR pour la nuance 14Cr-ODS (Le Gloannec 2016). (c) Zones affectées par le SPR pour une soudure hétérogène entre la nuance 14Cr-ODS et la nuance 12Cr-non ODS (Jerred et al. 2018).

Pour les nuances 9Cr-ODS et 14Cr-ODS, la répartition d'yttrium n'a pas été modifiée au niveau du plan de joint (Figure 20a). Des analyses plus fines par DPNA, ont toutefois mis en évidence une augmentation du rayon de la population des petits précipités nanométriques et une diminution de leur fraction volumique près du plan de joint dans la ZATM (Figure 20b) (Le Gloannec 2016; Doyen et al. 2019). Toutefois, ces auteurs indiquent que ces analyses par DPNA restent semi-quantitatives en raison de leur résolution spatiale limitée et

peuvent donc sous-estimer la modification réelle de la dispersion de nano-oxydes au niveau du plan joint. A l'échelle de l'analyse chimique par microsonde de Casting, il est certain qu'aucun regroupement important ni de modification significative de la distribution des nano-précipités n'ont été mis en évidence. Lear *et al.* (Lear et al. 2022) ont évalué les effets du SPR sur la dispersion de nano-oxydes par MET. Ils ont montré qu'avec des paramètres opératoires optimisés et avec des énergies dissipées relativement faibles une dispersion homogène de nano-oxydes est observée au niveau du plan de joint (Figure 20c). Cependant, cette dispersion est directement impactée par les niveaux appliqués d'énergies comme on peut voir avec la comparaison des images MET obtenues avec deux conditions de soudage différentes (Figure 20c). Toutefois, dans la publication de Lear *et al.* la distribution des nano-oxydes dans le métal à l'état de réception n'a pas été présentée. Il demeure difficile d'évaluer de manière précise les effets de SPR sur la distribution des nano-oxydes.

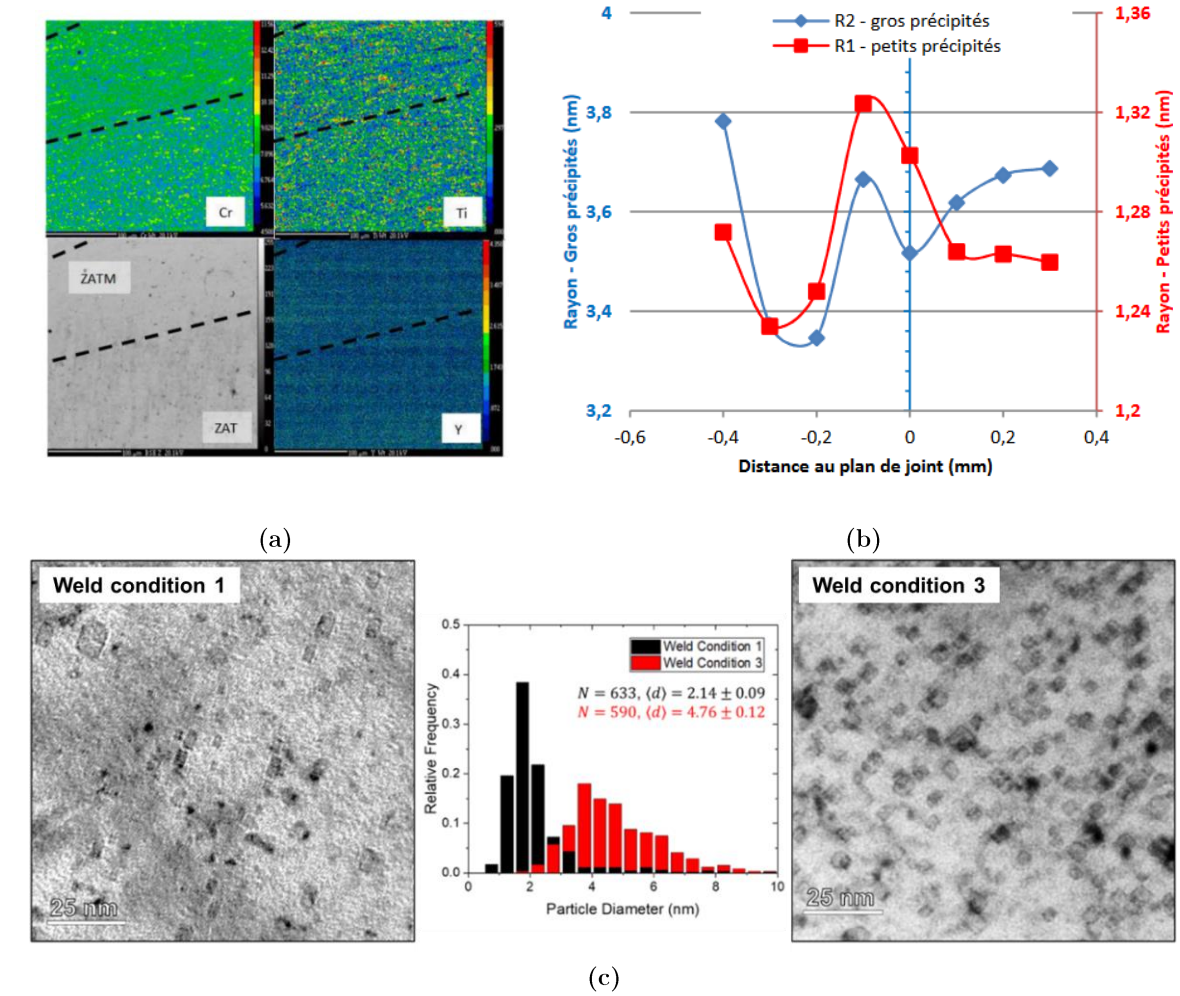


Figure 20. (a) Cartographies de répartition des éléments chimiques obtenues en microsonde de Castaing pour la répartition des éléments chrome, titane et yttrium d'une soudure en acier 9Cr-ODS (concentration croissante du bleu vers le rouge) (Le Gloannec 2016). (b) Evolution de l'intensité intégrée et du rayon des précipités à travers une soudure en acier 9Cr-ODS, déterminés par DPNA (Doyen et al. 2019). (c) Comparaison des images MET de la distribution de nano-oxydes en fonction différentes conditions de soudage pour une nuance 14Cr-ODS (Lear et al. 2022).

Le Gloannec (Le Gloannec 2016) a donc porté une attention particulière à l'identification des mécanismes à l'origine des différentes microstructures constituant les assemblages soudés en acier 9Cr-ODS et 14Cr-ODS et à leur conditions d'occurrence en lien avec les cycles thermomécaniques imposés. Pour la nuance 14Cr-ODS, l'origine des changements microstructuraux peut être attribuée aux différents mécanismes de recristallisation dynamique qui se produisent pendant le SPR, conduisant à une microstructure plus affinée. Plusieurs mécanismes de recristallisation distincts peuvent intervenir, à savoir :

- La recristallisation discontinue (RDD). Ce mécanisme implique la germination puis la croissance de ces germes conduisant à la formation de nouveaux, donnant naissance à la nouvelle structure. Le mécanisme de migration des joints de grains par la différence d'énergie stockée, SIBM (en anglais *Strain Induced Boundary Migration*), est le plus commun pour la RDD et conduit à la croissance de grains bien recristallisés ;
- La recristallisation continue (RDC) ne résulte pas de la formation de nouveaux germes de recristallisation mais plutôt du réarrangement et de l'annihilation des dislocations pendant la déformation. Les sous-structures formées par la restauration dynamique sont le résultat progressif de l'augmentation de la désorientation interne, transformée en joint de grains quand la valeur critique de désorientation est atteinte ;
- La recristallisation géométrique (RDG). Ce mécanisme est générateur de « nouveaux grains » aux grandes déformations. Les joints de grains fortement désorientés (traits épais dans la Figure 21a) deviennent de plus en plus ondulés (ou dentelés) au cours de la déformation tandis que les sous-grains, formés par restauration, gardent une morphologie approximativement constante. Lorsque l'une au moins de leurs dimensions devient suffisamment faible (environ deux fois la taille des sous-grains), les grains peuvent subir des « pincements » locaux conduisant à leur fragmentation (Figure 21b). Il en résulte une microstructure plus fine, formée essentiellement de joints fortement désorientés qui limitent des petits grains équiaxes de taille comparable à celle des sous grains (Figure 21c). Ces grains peuvent aussi contenir des sous-structures (Blum et al. 1996).

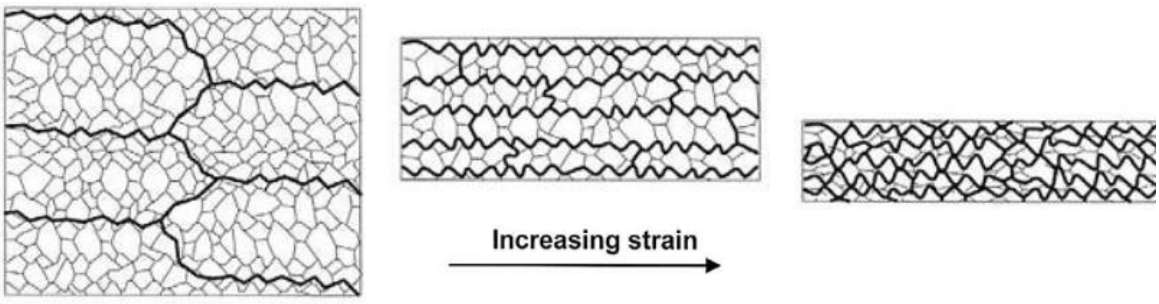


Figure 21. Représentation schématique du mécanisme de recristallisation dynamique géométrique (RDG) (Jazaeri et Humphreys 2004).

Certains de ces mécanismes interviennent selon les cycles thermomécaniques imposés par le procédé de SPR et en fonction de la nuance d'acier à souder. Pour la nuance 14Cr-ODS, Le Gloannec (Le Gloannec 2016) a dressé à une première cartographie des mécanismes de

recristallisation dynamique identifiées en fonction de la température maximale atteinte et de la vitesse de déformation (Figure 22). Pour la nuance 9Cr-ODS, caractérisée par la transformation de phase austénitique lors du chauffage et martensitique lors du refroidissement, l'identification des mécanismes d'évolution de la microstructure est plus complexe. Le Gloannec a envisagé en se basant sur l'étude de la texture que l'évolution de la microstructure de la nuance 9Cr-ODS peut être associée à l'occurrence du mécanisme de RDD en phase austénitique.

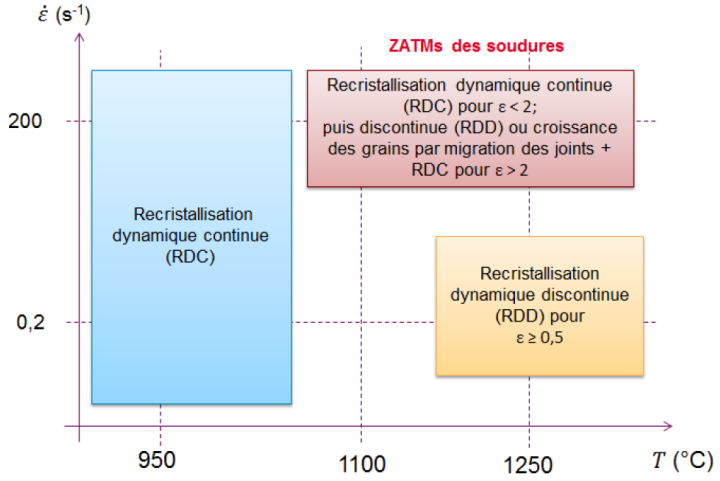


Figure 22. Cartographie des mécanismes de recristallisation dynamique identifiés lors d'essais de compression uniaxiale pour une nuance 14Cr-ODS dans la plage de sollicitations thermomécaniques (température, vitesse de déformation et déformation plastique) rencontrée en soudage par résistance SPR (Le Gloannec 2016).

Enfin, les mesures de dureté réalisées dans la zone soudée de différentes nuances ODS, montrent des valeurs de dureté très élevées par rapport au métal à l'état de réception (Seki et al. 2004; Doyen et al. 2019; Jerred et al. 2018). Cette augmentation est principalement liée à l'affinement de la taille des grains au niveau du plan de joint (Le Gloannec 2016) et à la présence de la martensite formée lors du refroidissement pour les nuances martensitiques.

1.4 Traitements thermiques post-soudage appliqués aux aciers ferrito-martensitiques

Pour les aciers F-M ayant une teneur en carbone comprise entre 0,1 et 0,2 % en masse, des traitements thermiques post-soudage (PWHT) sont généralement appliqués (Bonnet 1987). Ces PHWT sont nécessaires afin de réduire les contraintes résiduelles élevées induites par le procédé. Outre les contraintes résiduelles, les changements microstructuraux intervenant lors du soudage et la formation de certaines structures, notamment de la martensite lors de refroidissement, peuvent entrainer une augmentation de la dureté (Jiang et al. 2010), une diminution de la ténacité (Silwal et al. 2013) et de la ductilité (Zhao, Chiew, et Lee 2016). L'application d'un PWHT permet de restaurer ces propriétés à un niveau similaire à celui du métal à l'état de réception (X. Chen et al. 2012).

Dans le cas des assemblages gaine-bouchon, l'application d'un PWHT conventionnellement appliqué aux aciers F-M (760 à 780 °C pendant 1 à 2 h) n'est pas réaliste (Sornin 2021). En effet, la réalisation d'un traitement thermique à des températures élevées d'une gaine remplie par des pastilles de combustible, est difficilement réalisable dans des conditions industrielles, en raison du poids du système, de sa longueur et surtout des risques d'irradiation. La nécessité d'étudier un PWHT optimisé en termes de température et de durée et voire même localisé (traitement de la partie assemblée seulement) est nécessaire.

Seki et al. (Seki et al. 2004) ont montré qu'un PHWT à 700 °C pendant 10 min permet de réduire le gradient de dureté à travers la soudure d'un assemblage bouchon-gaine en acier 9Cr-ODS, obtenue par SPR (Figure 23). Des observations similaires ont été reportées par Jerred *et al.* (Jerred et al, 2018) et Gan et al. (J. Gan et al. 2018) pour des PWHT appliqués à des températures comprises entre 700 et 800 °C pendant 2 h sur des assemblages soudé en acier 14Cr-ODS et 20Cr-non ODS. Bien que les effets des différents PHWT appliqués par ces auteurs aient pour conséquence une baisse de la dureté travers la zone soudée, ces auteurs ne sont pas intéressés à leurs effets sur la microstructure dans cette zone. Gan *et al.* (J. Gan et al. 2018) ont montré qu'un PHWT à 760 °C pendant 2 h permet de déplacer la zone de rupture d'un essai d'éclatement à 180 °C de la zone soudée avant PWHT à la gaine après PWHT. Ceci peut être considéré comme un avantage du PWHT, puisque le comportement mécanique de la gaine est plus simple à maîtriser que celui de la zone soudée, qui est localisée dans une zone très réduite et présente une géométrie particulière dans le cas de l'assemblage soudé gaine-bouchon.

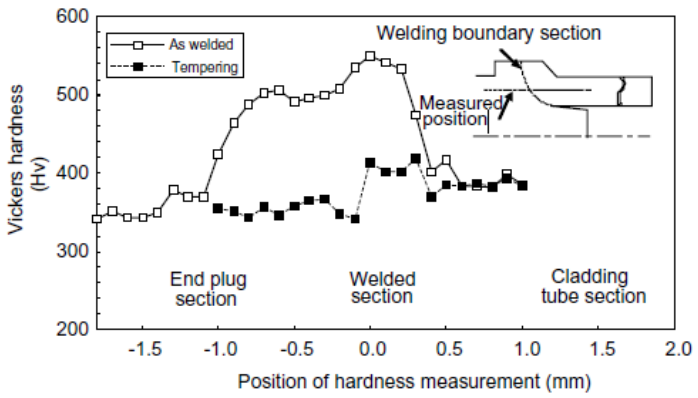


Figure 23. Evolution de valeur de la dureté avant et après traitement thermique post-soudage, le long du plan de joint d'une soudure homogène entre une gaine et un bouchon en acier 9Cr-ODS (Seki et al. 2004).

Dans la littérature, les effets des PWHT sur la microstructure des soudures en acier ODS ont été principalement menés dans le cadre d'études de soudage par FSW (Wang et al. 2013; Tang et al. 2016; Mazumder et al. 2016; Fu et al. 2022). Après PWHT à des températures comprises entre 700 et 800 °C pendant 1 h, une restauration de la microstructure est observée, comme illustré dans la Figure 24 pour une soudure en acier 9Cr-ODS. Une amélioration des propriétés mécanique de la zone soudée en traction et en fluage est alors observée (Wang et al. 2014). Ceci a été principalement attribué à la restauration de la microstructure après PWHT.

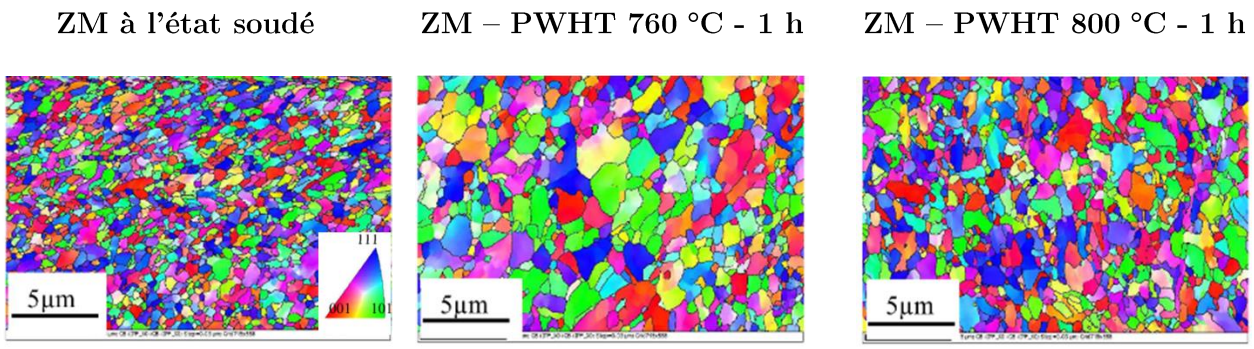


Figure 24. Cartographies EBSD montrant les effets des PWHT à 760 °C et 800 °C, 1h sur la microstructure de la soudure d'une nuance de 9Cr-ODS (Fu et al, 2022).

Enfin, plusieurs auteurs (Uwaba et al. 2007; Aubert et al. 2011; Yu et al. 2015) reportent également que selon les conditions de PWHT (temps, température de traitement et vitesse de refroidissement), la valeur de la dureté dans la soudure de nuances ODS ferritiques ou martensitiques, peut revenir au même niveau que celle du métal à l'état de réception.

1.5 Caractérisation mécanique des assemblages soudés bouchon-gaine

De nombreux résultats d'essais mécaniques réalisés sur des assemblages type bouchon-gaine, en acier ODS ou non, obtenus par soudage par résistance SPR ou par d'autres procédés de soudage, ont été publiés. Les principales études disponibles sur le sujet (liste non exhaustive) sont récapitulées dans le Tableau 2 et abordées plus en détail dans la suite de cette section.

Pour les essais mécaniques disponibles dans la littérature, les éprouvettes se composent d'assemblages soudés complets (Figure 25), ne donnant pas accès aux propriétés mécaniques de la soudure elle-même. La caractérisation de la tenue mécanique de la soudure des assemblages bouchon-gaine n'a pas fait à ce jour l'objet d'études détaillées dans la littérature du fait que ce type d'éprouvettes ne permettent pas la localisation des sollicitations dans la zone soudée. Ces caractérisations mécaniques sont donc insuffisantes pour connaitre et caractériser la tenue mécanique de la soudure par rapport au métal à l'état de réception.

Les essais mécaniques réalisés sont majoritairement des essais de traction et d'éclatement à différentes températures, comprises entre 20 et 800 °C. Globalement, ces essais ont pour objectif de tester le système d'assemblage de type bouchon-gaine et de valider (ou non) que la zone soudée a une tenue mécanique supérieure à celle du métal de base composant la gaine(Zirker et al. 1991; 2012). La rupture en traction de ces éprouvettes est plutôt localisée dans la gaine, avec une faible sollicitation mécanique des soudures. Seki *et al.* (Seki et al. 2004) ont reporté que les ruptures se produisent uniquement dans la gaine, et non dans la soudure, pour l'ensemble des essais de traction et d'éclatement réalisés sur des assemblages obtenus par SPR en acier 9Cr-ODS. Des observations similaires ont été rapportées pour des essais de traction et d'éclatement réalisés sur des assemblages obtenus, entre autres, par soudage par impulsion magnétique, friction malaxage, laser et TIG. Des essais de fatigue et de fluage ont été effectués par De Burbure

(De Burbure 1974; 1978). Même si peu d'informations sont accessible sur ces essais, ces auteurs ont indiqué une rupture localisée dans la gaine, en dehors du joint soudé.

Tableau 2. Synthèse non exhaustive des essais mécanique réalisés sur des assemblages de type gaine-bouchon pour différents alliages et différents procédés de soudage en phase liquide ou solide.

Procédé de soudage	**SPR**	**Impulsion magnétique**	**FSW**	**Laser**	**TIG**
Matériaux	**Alliage Zircaloy-4 ; Aciers austénitique non ODS ; Aciers 13Cr-ODSCr**	**HT9 (12Cr, martensitique non ODS) et 9Cr-ODS**	**Alliage de molybdène (Mo)**	**Alliage de molybdène (Mo)- Alliage Kanthal-D**	**Alliage de Zircaloy-4- HT9(12Cr, martensitique)**
Essais mécaniques réalisés	**Eclatement à température ambiante ; à 760 °C ; et 700 °C-Traction à température ambiante ; à 600 et 700 °C- Fatigue- Fluage- Pliage jusqu'à 760 °C**	**Eclatement à température ambiante et à 650 °C**	**Traction à température ambiante**	**Eclatement à température ambiante et à 180 °C- Traction à température ambiante**	**Eclatement et traction à température ambiante**
Zone de rupture	**Métal à l'état de réception**				
Références	**(De Burbure 1974) (De Burbure 1978) (Zirker et al. 1991) (Seki et al. 2004) (Kim et al. 2010) (Jerred et al. 2010) (J. Gan et al. 2018) (T.-H. Na, Na, et Park 2018) (Doyen et al. 2019)**	**(Lee et al. 2015)**	**(Xie et al. 2020)**	**(J. Gan et al. 2018) (An et al. 2018) (L.-J. Zhang et al. 2019)**	**(Perez et Saggese 1982) (Kim et al. 2010) (Lee et al. 2016) (Raju et al. 2021)**

En résumé, les essais mécaniques réalisés dans la littérature ne permettent pas d'accéder aux propriétés mécaniques de la soudure et d'évaluer la contribution des différentes zones affectées par le soudage à la résistance mécanique de l'assemblage soudé. En vue d'investiguer la résistance mécanique de la soudure à l'état soudé et d'évaluer les effets de PWHT sur les propriétés mécaniques de l'assemblage soudé, des essais mécaniques seront réalisés avec des éprouvettes spécifiques conçues dans le cadre de cette étude (Chapitres 3 à 5).

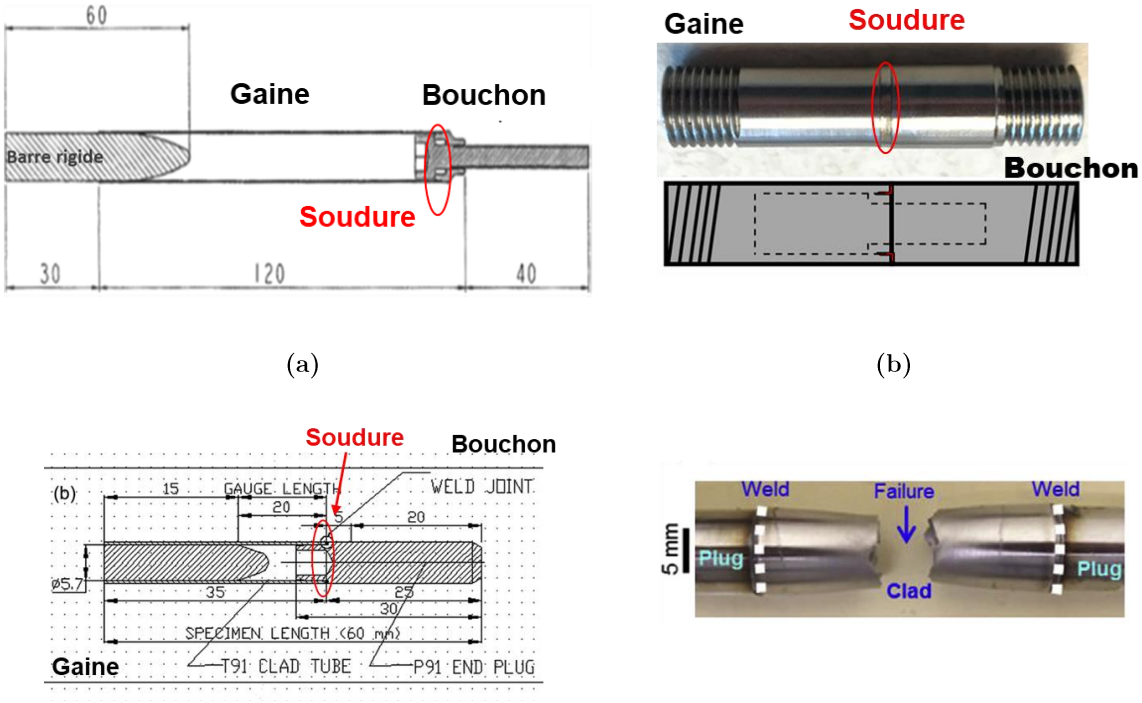


Figure 25. (a) Eprouvette type bouchon-gaine obtenue par SPR composée d'un bouchon percé et d'une barre rigide insérée dans la gaine pour la réalisation d'essais à 20 °C (Kim, Lee, et Yang 2001).
(b) Eprouvette type bouchon-gaine obtenue par SPR et laser. Eprouvette composée d'un bouchon et d'une gaine adaptée avec une longueur utile de 10 mm pour la réalisation d'essais de traction à 20 °C (J. Gan et al. 2018).
(c) Eprouvette type bouchon-gaine obtenue par TIG avec une barre rigide insérée dans la gaine pour la réalisation d'essais de traction à différentes températures à l'état soudé et post traité thermiquement (Raju et al. 2021).
(d) Eprouvette (après rupture) de type bouchon-gaine obtenue par SPR composée par deux joints soudés pour la réalisation d'essais de traction à température ambiante (Doyen et al. 2019).

1.6 Conclusions

Ce chapitre constitue une synthèse bibliographique des principaux aspects intervenant dans cette thèse, notamment le SPR des gainages de combustible et les effets du soudage sur les propriétés mécaniques et métallurgiques des aciers ODS. Dans l'objectif d'évaluer les effets du SPR et des PWHT sur les propriétés métallurgiques et mécaniques de l'acier 11Cr-ODS, les éléments clés suivants sont retenus :

- Les microstructures initiales des aciers ODS dépendent de la composition chimique, du procédé de fabrication et des traitements thermiques appliqués après fabrication. Les bonnes propriétés mécaniques à haute température de ces aciers sont assurées grâce à une dispersion homogène des nano-oxydes dans la matrice. Ces propriétés dépendent également de la morphologie et de la texture cristallographique des grains ;
- Le SPR en géométrie bouchon-gaine des aciers ODS permet la réalisation de soudures selon différentes configurations. Néanmoins, les travaux réalisés dans la littérature mettent en évidence que la transposition des résultats de soudabilité opératoire et métallurgique d'une configuration à une autre est assez complexe. Ainsi, une étape d'optimisation des paramètres opératoires est nécessaire pour la configuration de soudage

envisagée dans ces travaux de thèse, afin d'obtenir des soudures sans défaut et de garantir la répétabilité du procédé de soudage ;

- Dans la littérature, la simulation du procédé de SPR a été utilisée pour différentes configurations de soudage avec pour objectif d'étudier les effets des paramètres sur le déroulement du procédé et d'ainsi tenter de comprendre les origines de l'apparition des différentes microstructures observées dans la soudure. La mise en place de ce type de simulation est complexe puisqu'elle nécessite la prise en compte de plusieurs phénomènes physiques et leurs couplages. En outre, le remaillage en cours de calcul est nécessaire afin de prédire avec précision les cycles thermomécaniques sévères induits par le procédé SPR au matériau ;
- Le SPR induit des changements microstructuraux dans les aciers ODS à l'échelle de grains et de façon moindre, des nano-oxydes. Les caractéristiques morphologiques et cristallographiques des différentes microstructures constituant le joint soudé dépendent de plusieurs facteurs et notamment de la composition chimique de la nuance soudée qui impacte aussi les mécanismes de recristallisation et de transformation de phase pouvant avoir lieu. Ces mécanismes sont aussi directement corrélés avec les chargements thermomécaniques subis par le matériau lors du SPR. Des changements microstructuraux seront donc attendus pour la nuance 11Cr-ODS ;
- L'hétérogénéité microstructurale et la présence de la martensite, fragile, dans la soudure peut nuire à la tenue mécanique de l'assemblage soudé. Des PWHT sont généralement appliqués après soudage pour les aciers F-M. Toutefois, leurs effets sur les propriétés microstructurales de la soudure n'ont jamais été étudiés dans le cas des assemblages bouchon-gaine en acier ODS obtenus par SPR ;
- Les effets du SPR sur la résistance mécanique des assemblages soudés ne sont pas encore bien maitrisés. Cette maitrise passe par la compréhension de la résistance mécanique de la soudure. Les essais proposés dans la littérature ne permettent pas d'accéder à la résistance mécanique de celle-ci. Des éprouvettes mécaniques spécifiques et optimisées doivent être développées pour d'assurer les sollicitions dans la soudure et d'accéder à sa résistance.

2 Soudabilité opératoire de l'acier 11Cr-ODS

Dans ce chapitre, la soudabilité opératoire de la nuance 11Cr-ODS est étudiée en couplant expériences et simulations. Une zone opératoire permettant d'obtenir des soudures adéquates, sans défaut de manque de liaison et/ou sans fusion de la matière, est déterminée expérimentalement en faisant varier l'énergie de soudage. Un modèle Electro-Thermo-Mécanique est développé afin de simuler le procédé SPR. Sa validation a été faite par comparaison avec l'expérience. Une étude paramétrique numérique est réalisée à l'aide du modèle développé dans le but d'évaluer les effets des paramètres opératoires, notamment l'énergie de soudage et la force de soudage, sur le déroulement du soudage.

In this chapter, the operative weldability of the 11Cr-ODS steel grade is studied adopting a coupled experimental-simulation approach. Optimization experiments are carried out by varying the welding energy, allowing defining a working zone to obtain adequate welds without defects such as lack of assembly and/or without melting of the material. An Electro-Thermo-Mechanical model is developed to simulate the PRW process. The model is validated by comparison with experiment measurements and observations. A numerical parametric study is then performed to assess the effects of the process parameters, including welding energy and welding force, on the welding process.

2.1 Introduction

La synthèse bibliographique proposée dans le Chapitre 1 a mis en évidence le défi que représente la transposition des résultats de soudabilité opératoire d'une configuration à une autre. Les résultats de soudabilité opératoire dépendent de plusieurs facteurs dont, entre autres, les paramètres opératoires de soudage (force, intensité, durée), la configuration géométrique de soudage (dimensions et géométries des pièces et des électrodes aussi que leurs positions respectives) et les alliages à souder. L'objectif de ce chapitre est de déterminer la soudabilité opératoire de la nuance 11Cr-ODS pas encore été étudiée dans la littérature, afin d'optimiser les paramètres de soudage, de maitriser le déroulement du soudage et ainsi, éviter la formation de défauts de manque de liaison et/ou fusion.

Une approche couplée expérience-simulation est proposée. Des essais d'optimisation sont initialement réalisés avec une valeur de la force appliquée fixée tout en faisant varier l'énergie dissipée. Cela permet de regrouper les effets de l'intensité et de la durée du soudage. Les résultats présentés dans la Section 2.3.2 permettent d'identifier une zone opératoire en fonction de l'énergie dissipée et de la valeur du déplacement du bouchon en fin de soudage. En parallèle, les résultats obtenus avec le modèle Electro-Thermo-Mécanique (ETM) développé avec le logiciel par éléments-finis Cast3M (Cast3M 2021) viennent en soutien de la compréhension du déroulement du procédé de soudage. L'information obtenue localement permet de s'assurer que la température maximale atteinte ne dépasse pas la température de fusion de l'alliage. Le développement du modèle, ainsi que sa validation, sont présentés dans la Section 2.4. Enfin, une étude paramétrique numérique est réalisée avec ce modèle dans la Section 2.5 afin de comprendre les effets de l'énergie dissipée et la force appliquée lors du soudage SPR. Les principaux résultats sont présentés en fin de ce chapitre dans la partie conclusion.

2.2 Matériaux et méthode

2.2.1 Matériaux et géométrie des pièces à souder

Les essais de soudage sont réalisés avec la nuance d'acier martensitique 11Cr-ODS mais aussi avec les nuances martensitiques 9Cr-ODS et P91 (grade X10CrMoVNb9-1), en raison de la faible quantité disponible d'alliage 11Cr-ODS. Les compositions chimiques en pourcentages massiques de ces différents alliages sont présentées dans le Tableau 3. Les propriétés Electro-Thermo-Mécaniques de ces trois alliages sont proches dans les conditions de soudage considérées dans cette étude (cf. Section 2.3.1). L'utilisation de ces différentes nuances a permis d'augmenter le nombre d'essais et donc, de faire varier les paramètres opératoires sur une plus large gamme.

Tableau 3. Composition chimique (en % massique) des aciers martensitiques utilisés dans ces travaux : 11Cr-ODS, 9Cr-ODS et P91.

Nuance	Cr	C	Mn	Si	Ni	Ti	Mo	Cu	W	Y_2O_3
11Cr-ODS	11	0,1	0,3	-	0,3	0,2	0,25	-	-	0,25
9Cr-ODS	9	0,1	-	-	-	0,3	-	-	1	0,25
P91	8,30	0,09	0,40	0,22	0,13	-	0,95	0,05	-	-

Les bouchons et les gaines en acier 11Cr-ODS et 9Cr-ODS sont usinés directement à partir de barres brutes de 18 mm de diamètre, fabriquées au CEA (SRMA/LTMex) par filage de poudre compactée à 1100 °C, suivi d'un traitement thermique à 1050 °C pendant une heure et d'un refroidissement lent. Cela conduit à la formation d'une microstructure ferritique équiaxe (voir Section 1.2.2). La gamme complète de fabrication de ces barres est donnée par Toualbi (cf. Chapitre 1) (Toualbi 2012; Toualbi et al. 2013). Les bouchons et les gaines en P91 sont prélevés dans le sens du laminage de plaques épaisses commerciales. Ils présentent une microstructure martensitique trempée. Les températures de solidus T_S et de liquidus T_L sont équivalentes pour ces trois alliages, entre 1450 °C et 1500 °C (Le Gloannec 2016).

Pour les trois aciers martensitiques précédents, l'épaisseur de la gaine est fixée 0,5 mm, avec un diamètre extérieur de 10,73 mm. Le diamètre du bouchon est de 10,2 mm (Figure 26). L'épaisseur initiale de l'anneau de surface de contact entre la gaine et le bouchon est alors d'environ 235 µm. Bien qu'une tolérance dimensionnelle minimale ait été respectée lors de l'usinage des pièces ($\pm$ 50 µm), de petites variations sur l'épaisseur de la gaine ou sur le diamètre du bouchon ont été observées. Elles sont susceptibles d'affecter la qualité finale des soudures.

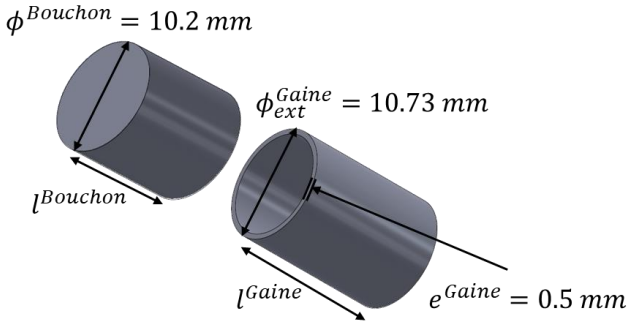


Figure 26. Géométrie et dimensions des pièces bouchon et gaine à souder SPR.

2.2.2 Procédé de SPR

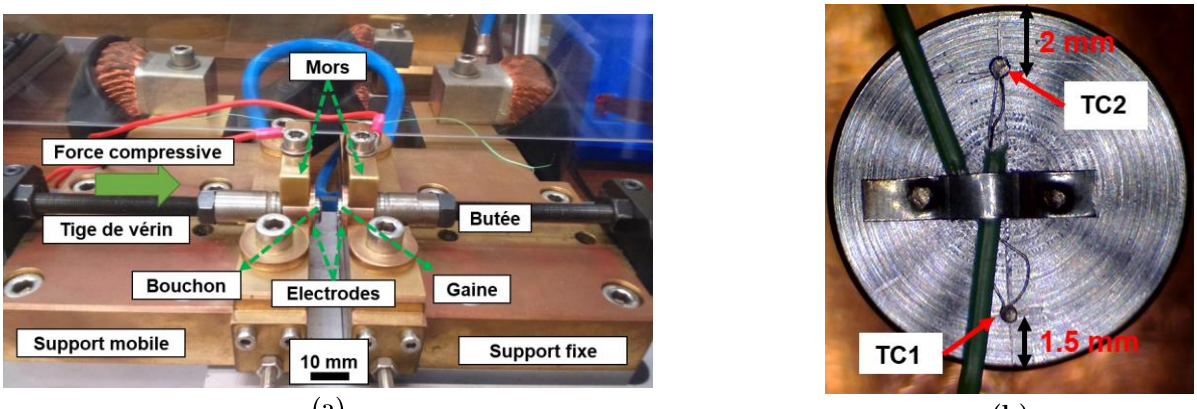
Les essais de soudage sont réalisés en utilisant l'installation de soudage par résistance SPR du Laboratoire des Technologies d'Assemblage (SRMA/LTA), conçue par la société TECHNAX et présentée Figure 27a. Le protocole de mise en place des pièces à souder suivi est celui précédemment défini par Corpace (Corpace 2011). Les fentes présentent sur les électrodes coté gaine et coté bouchon, sont mises à 180° l'une de l'autre. Le réglage de la machine se fait par une unité de contrôle permettant de définir tous les paramètres du procédé. Dans cette étude,

l'influence de la force de soudage F_s et de l'énergie dissipée de soudage E_d sont investiguées. L'énergie dissipée regroupe les effets de l'intensité électrique de soudage I_s et de sa durée d'application t_s, exprimé selon l'Equation 2-1 :

$$E_d = \int_0^{t_s} U(t) \times I_s(t) \times dt \qquad 2\text{-}1$$

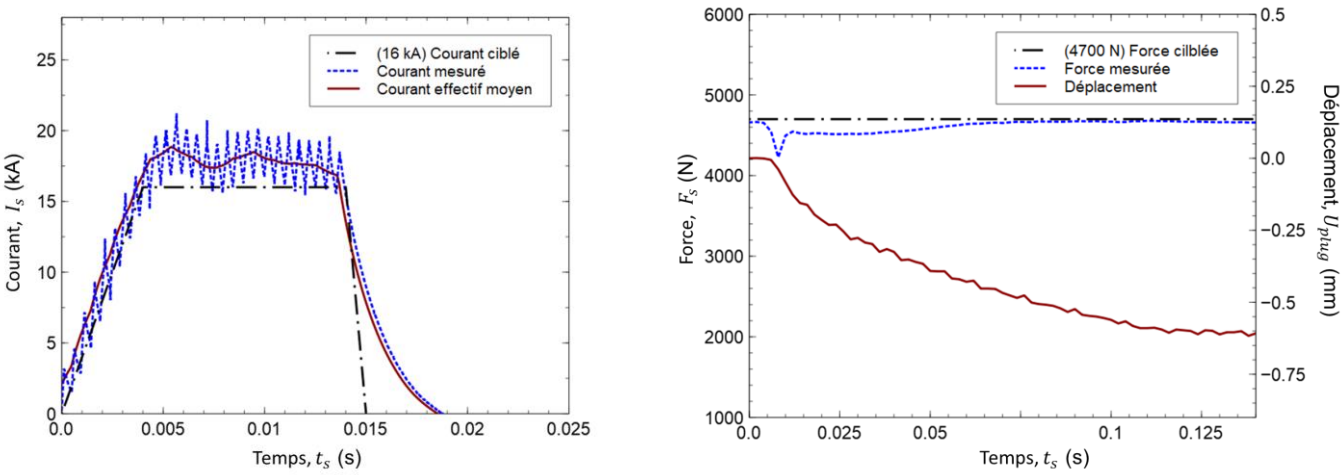
Pendant le soudage, des capteurs implantés dans le dispositif expérimental enregistrent *in-situ* l'évolution des paramètres de soudage (F_s, I_s, t_s), mais aussi la valeur de déplacement du bouchon, U_B, et la différence de potentiel électrique entre les deux mors, $U(t)$ (Figure 27). Des enregistrements types sont présentés Figure 28 ; on peut constater que l'intensité moyenne du courant appliqué respecte la valeur de la pente de la consigne (courant ciblé) même si la valeur effective moyenne est toujours légèrement supérieure. En revanche, cette différence est de plus de 13 % lorsque la valeur de la consigne est atteinte (16 kA) et présente quelques fluctuations. En fin du soudage SPR, l'intensité moyenne du courant diminue plus lentement que la valeur de consigne ce qui est cohérent avec l'arrêt soudain du courant. La force appliquée mesurée est globalement en bon accord avec la valeur de consigne de 4700 N (Figure 28b). Une chute d'environ 150 N de cette valeur est observée lorsque le bouchon commence à se déplacer au début du passage du courant (entre 0,008 et 0,01 s).

Des mesures complémentaires de température ont également été faites à l'aide de thermocouples de type K installés à la surface des bouchons, afin de comprendre les effets des paramètres opératoires sur les températures atteintes à proximité de la soudure (Figure 27b). Ces mesures ont également servi à calibrer la puissance thermique injectée dans le modèle (voir Section 2.4.7).



(a) (b)

Figure 27. (a) Bouchon et gaine insérés dans les électrodes du dispositif de soudage par résistance. (b) Vue de dessus d'un bouchon instrumenté avec des thermocouples de type K, utilisé pour des mesures complémentaires de température.



(a) (b)

Figure 28. Exemple de mesures in-situ enregistrées au cours d'un essai de soudage SPR d'un acier 11Cr-ODS. (a) Evolution du courant appliqué, I_s.(b) Evolution de la force de soudage, F_s et du déplacement du bouchon, U_B.

2.2.3 Caractérisation de la qualité de soudure

Après soudage, les assemblages sont coupés longitudinalement, polis miroirs puis attaqués chimiquement. La qualité de la soudure est analysée à l'aide d'observations au microscope optique Keyence VHX-1000, faites avant et après attaque chimique (solution d'acide oxalique), afin d'identifier, respectivement, la présence de défauts tels que des manques de liaison ou des porosités, et de quantifier les dimensions de la zone affectée par le SPR.

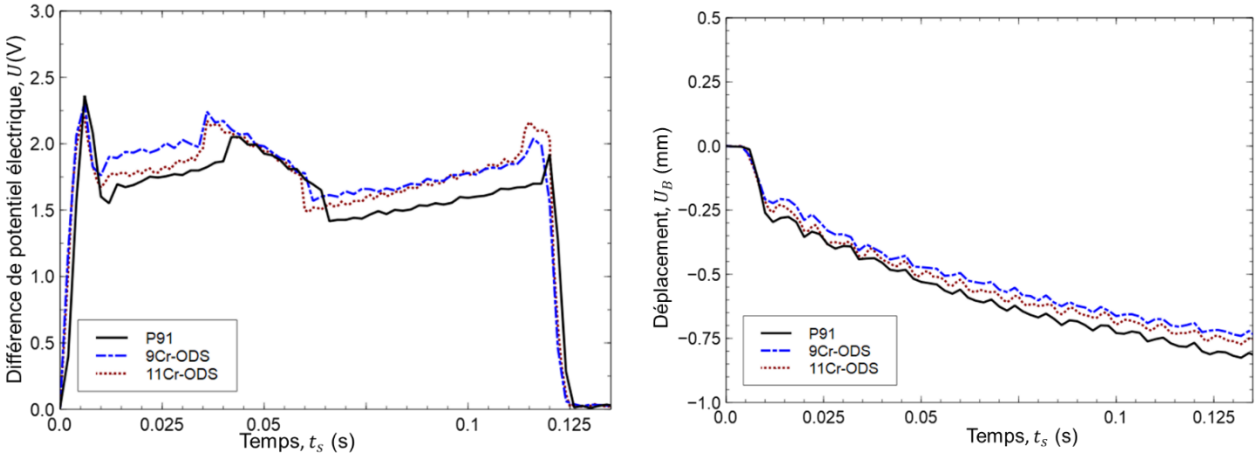
2.3 Optimisation expérimentale des paramètres opératoires

Pour réduire les paramètres opératoires à 2 au lieu de 3, les effets de l'intensité I_s et du temps t_s de soudage sont regroupés dans la variable d'énergie dissipée, E_d (Equation 1-1). Dans cette étude, l'optimisation du procédé de SPR est réalisée en identifiant expérimentalement une plage de valeurs de l'énergie dissipée E_d permettant d'obtenir des soudures sans défaut (manque de liaison et/ou fusion de matière). Afin de limiter le nombre d'essais, en particulier en raison de la faible quantité d'acier ODS disponible (9Cr-ODS et principalement 11Cr-ODS), la force de soudage est fixée à 4700 N. Ce choix de valeur est basé sur une étude préliminaire de la soudabilité de la nuance 11Cr-ODS réalisée au CEA (Goncalves 2020). La plage d'énergies des essais a été élargie en utilisant aussi la nuance P91, qui présente un comportement proche des matériaux ODS (Le Gloannec 2016; Le Gloannec et al. 2016). Comme cela sera démontré dans le paragraphe suivant (voir Figure 29 et Figure 30), les trois alliages utilisés dans cette étude présentent des réponses similaires lors des sollicitations liées au procédé de SPR pour le même jeu de paramètres procédé.

2.3.1 Effet de la composition chimique sur le déroulement du soudage

Afin d'évaluer les effets de la composition chimique de l'acier sur le déroulement du soudage, une série d'essais de soudage est réalisée en utilisant le même jeu de paramètres, à savoir : $(F_s, E_d) = (4700\ \text{N}, 2400\ \text{J})$.

Les mesures du potentiel électrique, $U(t)$, et du déplacement du bouchon, U_B, sont présentées Figure 29. Les différences notées entre les courbes de réponse des aciers 11Cr-ODS, 9Cr-ODS et P91 sont inférieures à 10 % et donc comparables à l'erreur de mesure expérimentale. Les observations microscopiques révèlent par ailleurs, des formes de soudure et de zones affectées par le SPR, identiques pour ces trois matériaux (Figure 30), avec toutefois une légère différence au niveau des bourrelets externe et interne. Cette différence peut être attribuée, principalement, à la valeur finale de déplacement du bouchon (Figure 29) ou à de petites différences dans la géométrie de contact initiale. Ces résultats valident que le comportement Electro-Thermo-Mécanique de ces trois aciers est similaire dans les conditions de soudage étudiées ici. Pour la suite, il sera donc considéré comparable et tous les essais seront utilisés pour définir la zone de soudabilité opératoire pour une force de soudage de 4700 N.



(a) (b)

Figure 29. Mesures expérimentales in-situ obtenues pour les aciers P91, 9Cr-ODS et 11Cr-ODS, en utilisant le même jeu de paramètres opératoires $(F_s, E_d) = (4700\ \text{N}, 2400\ \text{J})$: (a) Valeurs de la différence de potentiel électrique $U(t)$ mesurée entre les mors et (b) évolution de la valeur du déplacement du bouchon U_B.

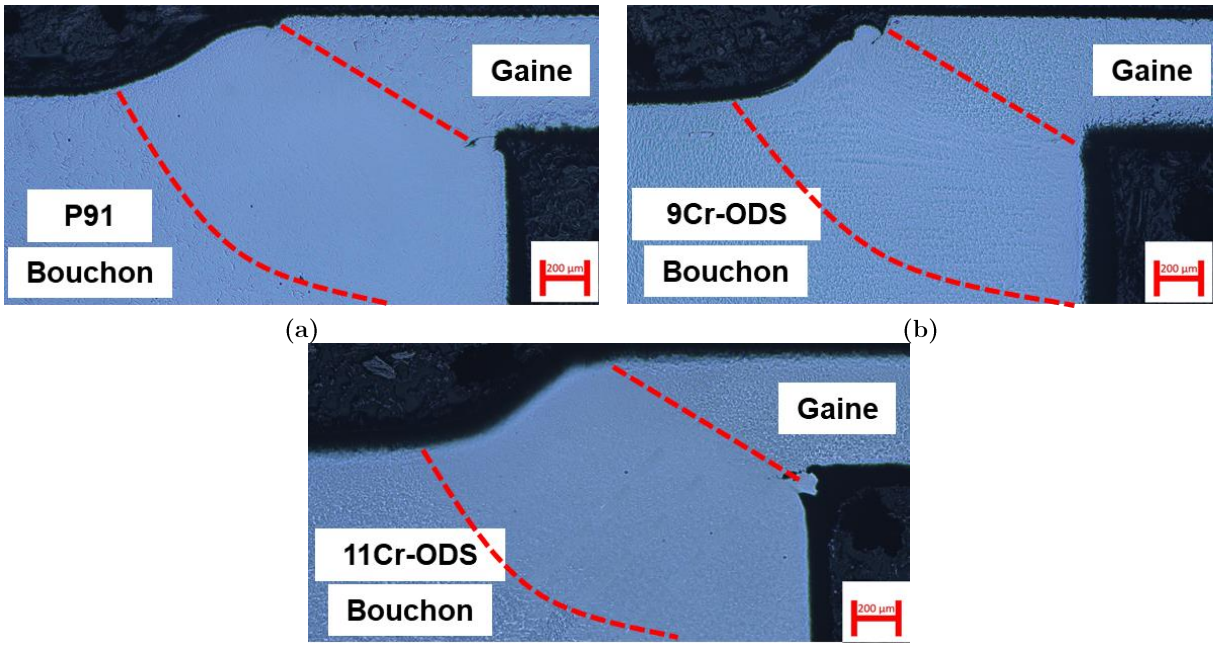


Figure 30. Observations microscopiques de soudures obtenues par SPR avec le même jeu de paramètres opératoires (F_s, E_d) = (4700 N, 2400 J) sur les aciers (a) P91, (b) 9Cr-ODS et (c) 11Cr-ODS. L'enveloppe de la zone affectée est approximativement indiquée par les traits rouges.

2.3.2 Identification de la zone opératoire

Afin de définir la zone opératoire, une série d'essais expérimentaux est effectuée en faisant varier l'énergie dissipée de soudage E_d et en gardant la force appliquée F_s fixée à 4700 N. La Figure 31 présente l'évolution de la valeur du déplacement du bouchon U_B, mesurée pour chaque essai en fonction de l'énergie dissipée et de l'alliage testé. Sur la base de 62 essais, il a été établi que le déplacement du bouchon augmente de manière quasi linéaire en fonction de l'énergie dissipée (Figure 31a). L'absence de manque de liaison externe (Figure 31b) est observée lorsque le déplacement du bouchon est inférieur à 0,7 mm, tandis que des éjections de matériau liquide (Figure 31d) sont constatées lorsque le déplacement du bouchon est supérieur à 1 mm. Les énergies de soudage correspondantes peuvent être exclues et la zone opératoire est ainsi définie dans un domaine central correspondant à une plage d'énergie dissipée comprise entre 1900 et 2500 J, et un déplacement du bouchon compris entre 0,7 et 1 mm (Figure 31a) permettant donc d'obtenir des soudures adéquates (Figure 31b).

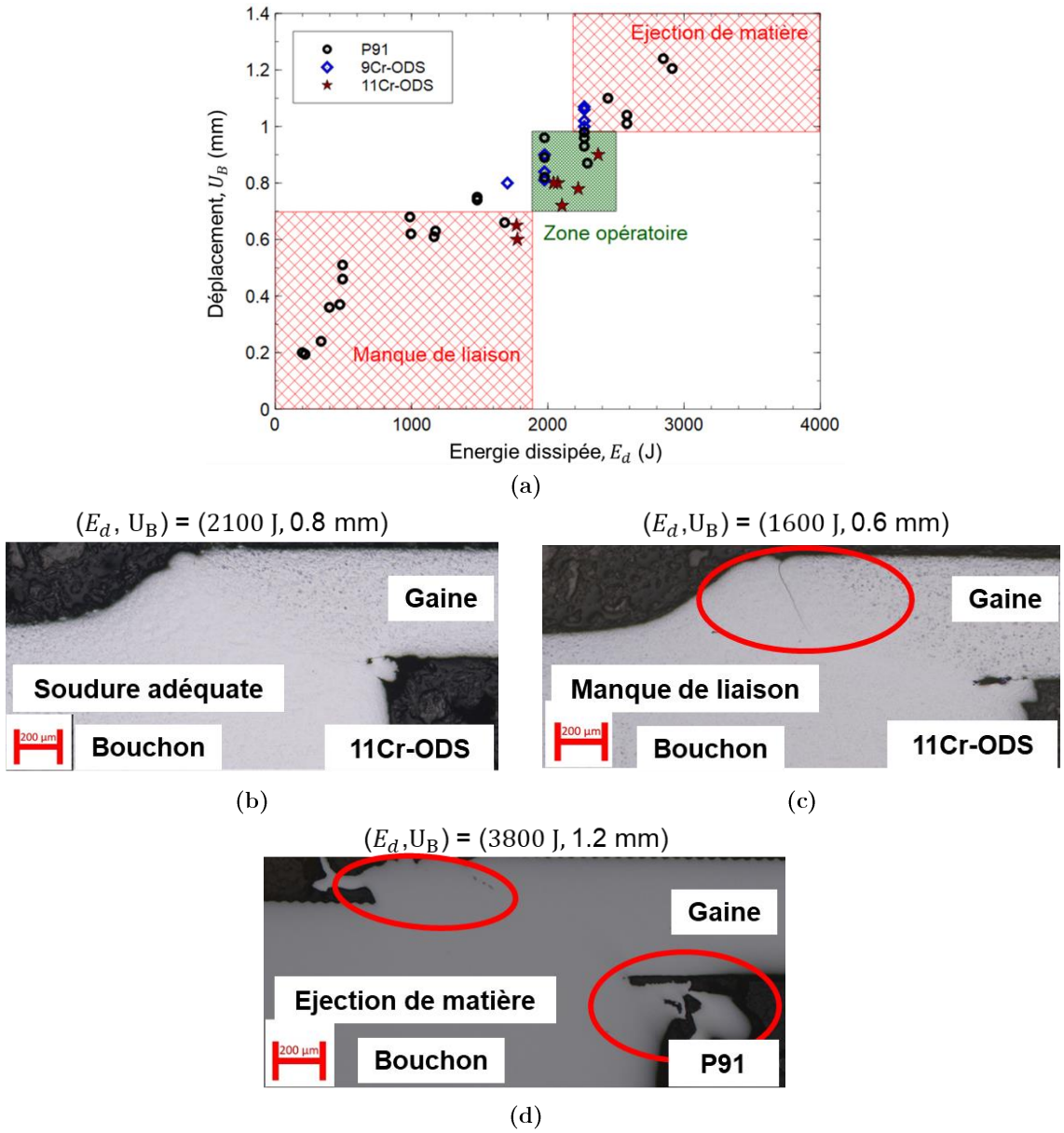


Figure 31. (a) Evolution de la valeur du déplacement du bouchon U_b en fonction de l'énergie dissipée E_d pour une même force de soudage appliquée F_s de 4700 N. La zone opératoire, définie entre 1900 et 2500 J et entre 0,7 et 1 mm, correspond à l'absence de défauts de soudage (manque de liaison ou éjection de matière liquide). Observations microscopiques montrant : (a) une soudure adéquate obtenue avec des conditions dans la zone opératoire ; (b) un cas de manque de liaison externe ; (c) un cas présentant des signes externes et internes d'éjection de matière.

La zone opératoire de la (Figure 31a) a été définie pour une force de soudage de 4700 N. L'étude expérimentale des effets de la force de soudage sur la zone opératoire, ou d'autres paramètres expérimentaux tels que la géométrie et la position des pièces par rapport aux électrodes, nécessiterait un nombre beaucoup plus important d'essai donc de matière. De plus, la mesure locale de température et de déformation reste difficile (discuté dans la Section 1.3.2.2.3).

Un modèle Electro-Thermo-Mécanique (ETM) a été développé en parallèle, afin de simuler le procédé de SPR et d'étudier les effets de la force de soudage sur la zone opératoire identifiée précédemment. La prédiction des cycles thermomécaniques induits par le procédé SPR au

matériau permet également de vérifier que le soudage se fait à l'état solide dans la zone opératoire. De plus, elle permet de mieux comprendre les origines de différentes microstructures observées dans la soudure ainsi que la résistance mécanique des soudures comme il sera montré dans les prochains chapitres.

2.4 Simulation numérique du procède SPR

Comme il a été évoqué dans le Chapitre 1, la simulation numérique du procédé de SPR doit prendre en compte les interactions entre les phénomènes électriques, thermiques et mécaniques, mais aussi les conditions de contact Electro-Thermo-Mécanique entre les pièces à souder et les électrodes (Dupuy 2000). Une procédure de remaillage automatique est nécessaire afin d'adapter le maillage au cours du calcul, de gérer les grandes déformations et de prédire avec précision les cycles thermomécaniques grâce au modèle numérique (Le Gloannec et al. 2016).

Dans les premiers travaux de recherche sur le SPR de gainages de combustible menés au CEA, Corpace (Corpace 2011) a développé un modèle ETM sans remaillage pour simuler le SPR avec le logiciel SYSWELD (développé par ESI group). Il a mis en évidence les limitations de la non prise en compte des grandes déformations. Ensuite dans ses travaux de thèse Le Gloannec (Le Gloannec 2016) a mis en place à l'aide du logiciel commercial MARC (développé par MSC Software) la simulation numérique du SPR avec une procédure de remaillage préimplantée afin de prédire avec précision les cycles thermomécaniques imposés par le procédé au matériau pour une configuration de soudage similaire à celle de cette étude. Dans ce document le modèle ETM est programmé à l'aide du logiciel Cast3M, développé au CEA pour les calculs scientifiques et industriels (Cast3M 2021). Le développement et la validation numérique du modèle ETM utilisé pour la simulation du procédé de SPR sont décrits dans la suite de cette partie.

Les sous parties suivantes seront consacrées à présenter les principales hypothèses de la modélisation réalisée. Ensuite, les résultats obtenus avec le modèle ETM développé seront validés par comparaison avec ceux issus des essais. Enfin, une étude paramétrique numérique sera réalisée à l'aide du modèle ETM développé afin d'évaluer les effets de l'énergie de soudage et de la force de soudage, sur le déroulement du procédé.

2.4.1 Géométrie et maillage

Le SPR de l'assemblage bouchon-gaine est modélisé en géométrie 2D-axisymétrique en respectant les dimensions du bouchon et de la gaine (Figure 26), et avec modélisation des électrodes (Figure 33). Le même maillage est utilisé pour les calculs électriques, thermiques et mécaniques. Il est constitué de 15305 éléments finis linéaires quadrangles (QUA4 dans la bibliothèque Cast3M). Le maillage est affiné à proximité de la surface de contact entre le bouchon et la gaine, où de forts gradients thermiques et de fortes déformations sont attendus. La procédure de remaillage automatique, développée dans le cadre de cette thèse (Section 2.4.6), est uniquement utilisé dans cette zone.

2.4.2 Modélisation Electro-Thermo-Mécanique

La simulation électrothermique (ET) bénéficie d'un couplage fort, avec résolution simultanée des deux physiques, électrique et thermique, et itération jusqu'à convergence du potentiel électrique et de la température. La simulation mécanique est chainée à chaque pas de calcul. Le calcul mécanique est réalisé en faisant l'hypothèse de grands-déplacements. L'équilibre est ainsi vérifié dans la configuration de fin de pas. Au pas suivant, le calcul ET est réalisé dans la configuration du pas précédent.

La simulation ET consiste à résoudre l'équation de conservation de la charge électrique et celle de la chaleur. Simultanément, la modélisation électrique est résolue selon une analyse non linéaire en régime permanent, tandis que la modélisation thermique est résolue selon une analyse non linéaire transitoire, les phénomènes électriques étant instantanés au regard de ceux de la thermique. Les quantités couplant les deux processus physiques, à savoir la conductivité électrique en fonction de la température, et le terme source de la thermique dû à l'effet Joule, sont mises à jour à chaque itération du schéma de résolution du problème thermoélectrique. Les phénomènes thermiques de convection et de rayonnement sont négligés en raison des cinétiques rapides de chauffage et de refroidissement observées au cours du procédé de SPR (Corpace 2011; Le Gloannec et al. 2016; Feng et al. 2022). L'effet des énergies de déformation plastique et de frottement est également négligé. Par souci de simplification, seul l'effet Joule est pris en compte. Le problème d'analyse statique est enchaîné en résolvant l'équation d'équilibre du modèle mécanique à chaque pas de temps (Annexe 1). Les propriétés des matériaux dépendant de la température sont mises à jour à chaque itération de la boucle de résolution du modèle ET et à chaque pas de temps de l'analyse statique.

Le comportement mécanique du matériau est simulé par un modèle simple, qui prend en compte l'écrouissage isotrope linéaire dans le régime élastoplastique. Il est décrit à partir des courbes d'écrouissage déterminées en utilisant les courbes de traction obtenues à différentes températures lors des essais réalisés dans cette étude. Les données utilisées relatives aux matériaux sont récapitulées dans l'Annexe 2.

2.4.3 Modélisation électrothermique des résistances de contact

Comme il a été mentionné dans le Chapitre 1 (cf. Section 1.3.2.2.3), la prise en compte des résistances des contacts électrothermiques (RCET) entre les pièces à souder et les électrodes, a une influence significative sur le procédé de SPR. Le Gloannec *et al.* (Le Gloannec et al. 2016) ont accordé une attention particulière à la modélisation et à la détermination de ces valeur RCET pour une configuration de soudage similaire à celle de cette étude. Ils ont identifié les résistances thermique et électrique de l'interface « bouchon-électrode » par une méthode inverse. Quant aux résistances de l'interface « gaine-électrode », ils les ont déterminées à l'aide d'une méthode analytique en se basant sur les paramètres géométriques de l'interface.

Dans le modèle ETM développé avec Cast3M, les RCET sont pris en compte de la même façon que Le Gloannec *et al.* (Le Gloannec et al. 2016) l'ont fait avec le logiciel MSC Marc. Ainsi, des résistances de contact électrique, RCE, sont introduites dans le modèle ETM entre la gaine et son électrode et entre le bouchon et son électrode. De même, des résistances de contact thermique, RCT, sont également utilisées. La discontinuité des champs de potentiel électrique et thermique entre deux surfaces est décrite respectivement par les équations 2-2 et 2-3:

$$J = \frac{1}{RCE}|V_p - V_e| = 0 \qquad \text{2-2}$$

$$q = \frac{1}{RCT}|T_p - T_e| = 0 \qquad \text{2-3}$$

Avec, J et q respectivement la densité de courant électrique et le flux de chaleur, V_p et V_e représentent les potentiels électriques, et T_p et T_e désignent les températures à la surface des pièces et des électrodes, respectivement. Les valeurs des RCT et RCE varient en fonction de la température et sont prises identiques à celles définies par Le Gloannec *et al.* (Le Gloannec 2016; Le Gloannec et al. 2016).

Dans cette étude, la résistance de contact électrique et thermique (RCET) entre la gaine et le bouchon n'est pas modélisée. On suppose une continuité des champs de température et de potentiel électrique entre ces deux pièces. Ce choix est justifié par les résultats numériques de Le Gloannec *et al.* (Le Gloannec 2016; Le Gloannec et al. 2016). Ils ont montré que les résistances de contact entre la gaine et le bouchon n'ont pas d'effet significatif sur le déroulement du soudage, notamment sur les prédictions des valeurs de température et de déformation plastique.

2.4.4 Modélisation du contact mécanique

Le contact mécanique entre les pièces soudées joue un rôle essentiel lors du SPR, en particulier sur le déplacement du bouchon et la forme de la soudure (Corpace 2011). Les caractéristiques tribologiques du contact entre les pièces soudées dans les conditions rencontrées lors du SPR en termes de température et de vitesse de déformation sont inconnues. En particulier, l'estimation du coefficient de frottement μ de la loi de Coulomb est complexe. Le Gloannec *et al.* (Le Gloannec et al. 2016) ont estimé ce coefficient à 0,6 pour une géométrie chanfreinée en utilisant une méthode inverse. Dans cette étude, la valeur de ce coefficient est également déterminée par méthode inverse afin d'obtenir des formes de soudures, après simulation, similaires à celles observées expérimentalement. Pour cela, une série de calculs a été lancée en faisant varier le coefficient μ de 0,05 à 0,5 (Figure 32).

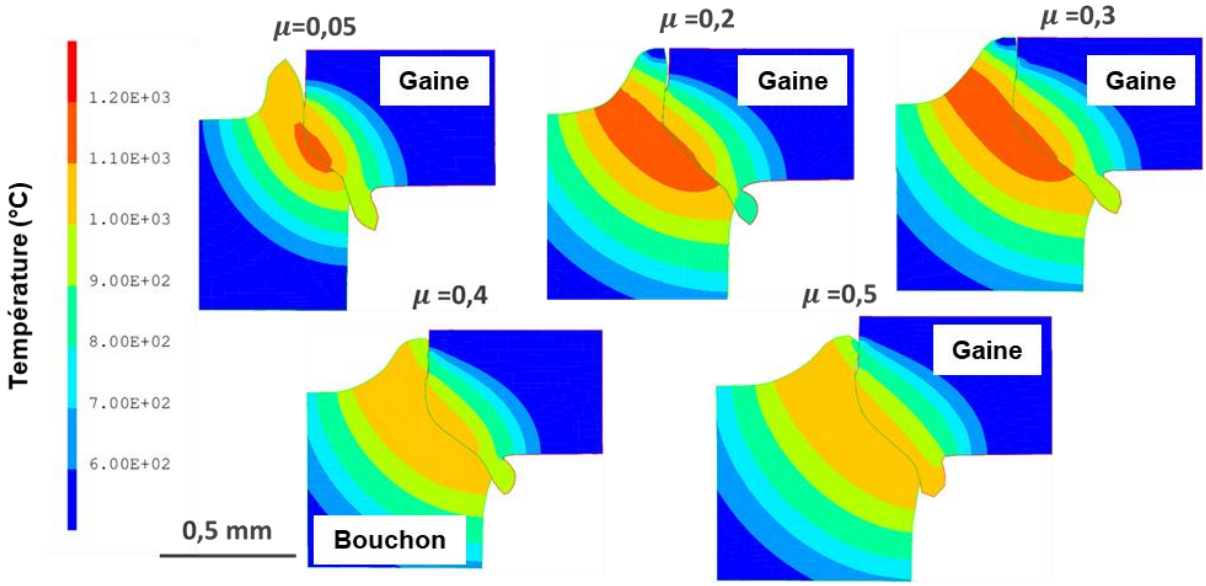


Figure 32. Champs de température représentés à l'instant $t_s = 40\ ms$ (40 ms après application du courant) pour différents coefficients de frottement μ. Paramètres procédés utilisés lors de la simulation (Fs, Is, ts) = (4700 N, 13 kA, 80 ms.

Ces calculs montrent qu'une faible valeur de μ (0,05) induit un glissement très important entre la gaine et le bouchon, avec la création d'un bourrelet extérieur dès les premiers instants de calcul, ce qui n'est pas observé expérimentalement. Pour des valeurs de $\mu > 0{,}4$, nous obtenons par le calcul un faible affaissement et un bourrelet extérieur et intérieur de taille très réduite, ce qui ne correspond pas non plus aux observations expérimentales. Un coefficient de frottement égal à 0,3 semble être le plus satisfaisant vis-à-vis de la géométrie finale de la soudure, tout en limitant les problèmes de convergence de calcul. Cette valeur de coefficient est choisie comme référence pour la suite de la modélisation. Toutefois, il est possible que le coefficient de frottement varie au cours du soudage, en passant d'une valeur faible au début du soudage à une valeur plus élevée, en raison de l'augmentation de la température à l'interface qui peut jouer sur les propriétés d'adhérence entre les deux surfaces. Ce phénomène ne sera pas pris en compte dans les résultats présentés dans cette étude. De plus, le contact mécanique entre les pièces à souder et les électrodes n'est pas modélisé car le maillage de leur interface est conforme, c'est-à-dire que les nœuds de leur interface sont communs.

2.4.5 Conditions aux limites et chargement

Les conditions aux limites et le chargement appliqués au modèle sont les suivants (Figure 33) :

(i) Conditions électriques : une densité de courant électrique J est appliquée à la surface extérieure de l'électrode du côté bouchon et une tension électrique nulle est imposée à la surface extérieure de l'électrode côté gaine.

(ii) Conditions mécaniques : une force de soudage F_s est appliquée à la surface gauche du bouchon et le déplacement U_z le long de la direction Z, est bloqué à l'extrémité de la gaine.

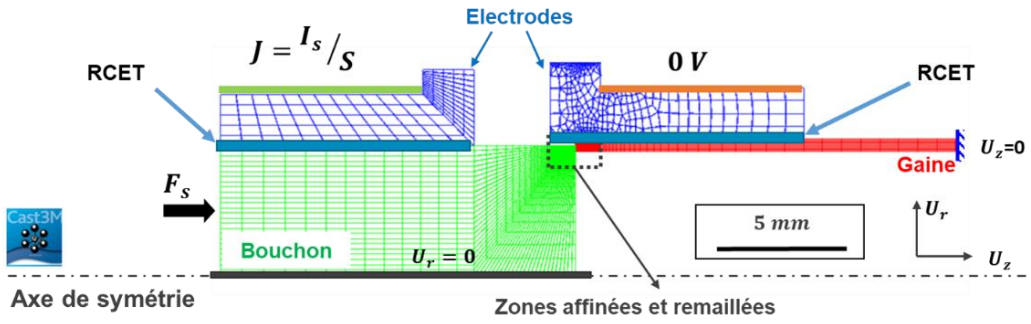


Figure 33. Maillage en géométrie 2D-axisymétrique du bouchon, de la gaine et des électrodes. Les conditions aux limites, le chargement et les interfaces de RCET sont également indiqués.

2.4.6 Procédure de remaillage

La procédure de remaillage a été développée et validée par la simulation d'un cas simplifié par rapport au SPR, celui du forgeage d'un tube (Figure 34). Les principales étapes de remaillage sont les suivantes : (i) extraction de la forme extérieure du maillage déformé ; (ii) remaillage de la zone à partir du contour déformé ; (iii) définition du modèle et des caractéristiques de la zone remaillée ; (iv) projection sur le nouveau maillage des champs calculés avec l'ancien maillage (déplacement, contrainte, déformation, température...) ; (v) assemblage de la partie remaillée au reste du maillage ; (vi) sauvegarde du nouveau modèle et poursuite du calcul. L'utilisation du remaillage est couteuse en temps de calcul. Pour une même simulation, le temps de calcul avec remaillage est trois fois supérieur à celui sans remaillage. Cependant, dans le cas de structures subissant des déformations très importantes, comme dans le cas du SPR, la procédure de remaillage est indispensable et permet de mener le calcul du début du procédé jusqu'au sa fin, ce qui n'a pas été possible sans remaillage jusqu'alors dans les autres études.

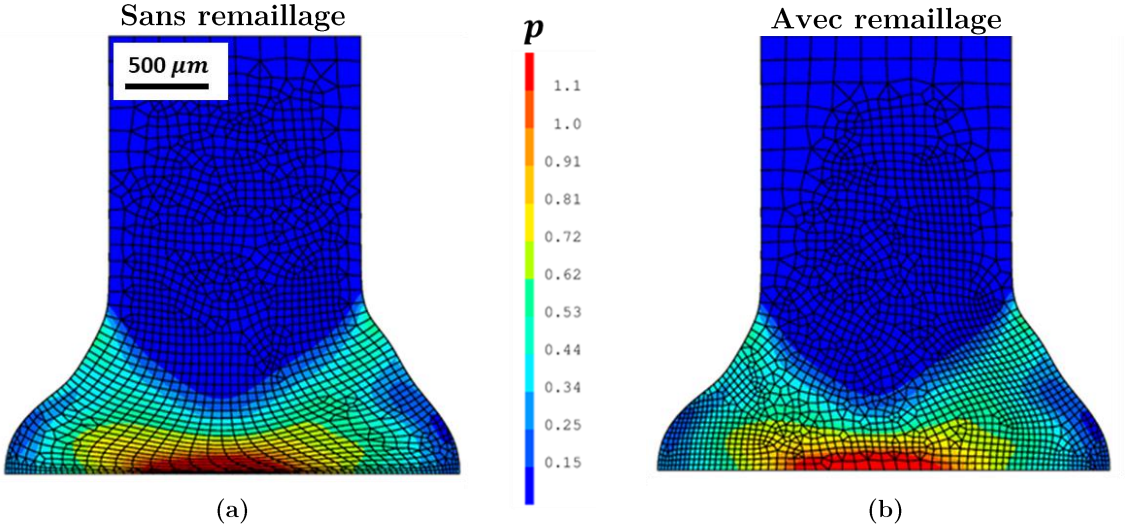


Figure 34. Déformation plastique cumulée lors du forgeage d'un tube, (a) avec et (b) sans remaillage.

2.4.7 Calibration de la puissance de soudage

La puissance électrique de soudage P_{exp} peut être exprimée par :

$$P_{exp}(t) = R(T) \times I_s^2(t) \quad \text{2-4}$$

La résistance électrique $R(T)$ dépend de la température T et peut être définie comme la somme de plusieurs résistances électriques élémentaires liées aux différents composants du soudage, telles que celles entre le bouchon et la gaine ou les électrodes et les mors (Figure 27). La puissance de soudage dépend également du courant I_s qui est un paramètre opératoire imposé. Pendant le procédé de soudage, le courant appliqué n'est pas constant et expérimentalement, on observe souvent des valeurs supérieures aux valeurs ciblées (Figure 28).

Pour les simulations numériques, seule la résistivité électrique des pièces à souder, des électrodes et de leurs interfaces est prise en compte dans le modèle ETM (Figure 33). L'intensité du courant de soudage est considérée comme constante. Des différences entre les puissances de soudage expérimentales et simulées, P_{exp} et P_{sim} respectivement, sont donc attendues. Afin de corriger ces différences et d'améliorer les prédictions de calcul, un coefficient d'efficacité η dépendant de l'énergie dissipée E_d, est introduit. La puissance simulée est exprimée comme suit :

$$P_{sim} = \eta(E_d) \times P_{exp} \quad \text{2-5}$$

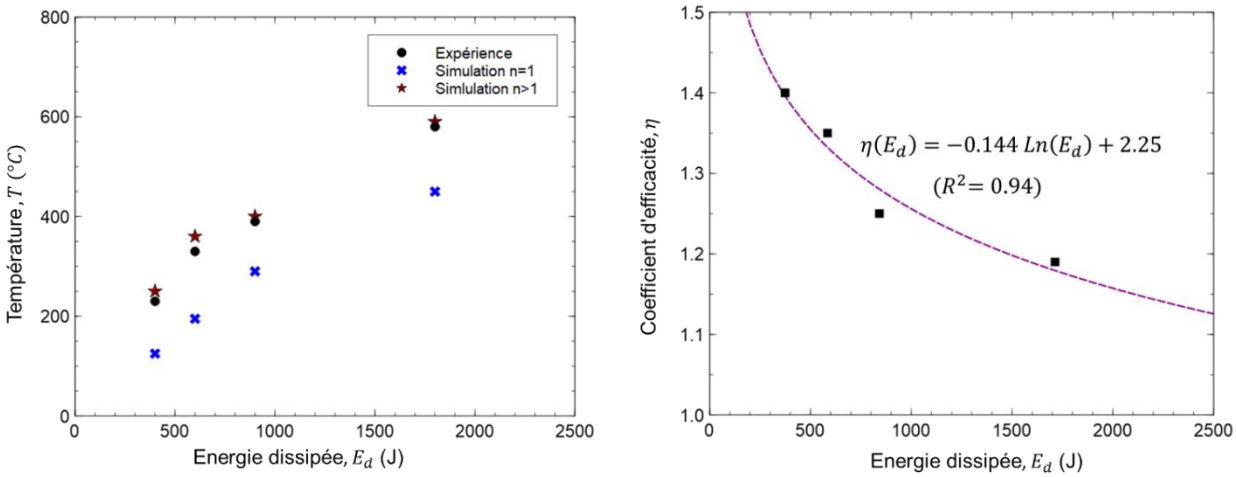
Le coefficient $\eta(E_d)$ est ajusté par méthode inverse en comparant la température maximale calculée avec la mesure expérimentale obtenue à partir des thermocouples installés sur la surface des bouchons (Figure 27.b). En raison des temps de soudage courts et de la cinétique rapide de chauffage observée pendant le procédé de SPR, la mesure de la température expérimentale est délicate. Pour limiter les problèmes liés au temps de réponse des thermocouples, des paramètres spécifiques avec un temps de soudage t_s plus long et une intensité électrique I_s plus faible, sont choisis (Tableau 4). Seule la valeur de la force F_s est maintenue à 4700 N.

Tableau 4. Paramètres de soudage spécifiques utilisés pour l'ajustement de la puissance de soudage simulée et la détermination du coefficient $\eta(T)$.

Condition	E_d (J)	t_s (ms)	I_s (kA)	F_s (N)
1	400	200	4	4700
2	600	200	5	4700
3	900	200	6	4700
4	1800	80	13	4700

Les températures maximales mesurées au niveau du thermocouple TC1 (Figure 27b) en fonction de l'énergie dissipée E_d, sont présentées Figure 35a. Elles sont comparées à celles calculées à l'aide du modèle ETM. Comme prévu, les températures prédites sont nettement inférieures aux températures expérimentales lorsque le paramètre η est égal à 1 ($P_{sim} = P_{exp}$). Pour chaque expérience, la valeur de η est ajustée afin d'atteindre les températures maximales expérimentales.

Les valeurs ajustées de $\eta(E_d)$ en fonction de E_d sont représentées Figure 35b. A partir de ces valeurs, une régression logarithmique de l'énergie dissipée est identifiée. Pour la simulation avec d'autres paramètres d'essais dans cette étude, le paramètre $\eta(E_d)$ est ajusté en prenant comme base la fonction logarithmique déterminée Figure 35.b.



(a) (b)

Figure 35. (a) Températures maximales T mesurées au niveau du thermocouple TC1 et simulées au même endroit du bouchon, pour différentes valeurs de l'énergie dissipée E_d. (b) Évolution du coefficient d'efficacité $\eta(E_d)$ en fonction de E_d.

2.4.8 Propriétés physique des alliages

Les propriétés électrothermiques de la nuance 9Cr-ODS (ρ, C_p,(Guilbert 2011), λ (Urvoy 2011) et σ^e(Le Gloannec 2016)) sont issues de la littérature. La limite d'élasticité R_e et le module de Young E sont obtenus à partir des courbes de traction de l'acier 9Cr-ODS à différentes températures réalisées dans le cadre de cette étude. Les valeurs de ces grandeurs sont fournies en Annexe 2. La densité volumique et le coefficient de Poisson pour la nuance 9Cr-ODS sont considérés comme constants : $\rho = 7760\ kg,m^{-3}$ et $\nu = 0{,}3$, respectivement.

2.4.9 Validation du modèle

Les résultats expérimentaux obtenus pour l'acier P91 sont utilisés pour l'étape de validation du modèle ETM. Comme cet acier subit une transformation de phase austénitique aux températures supérieures à 780 °C (Ac_1), la Zone Affectée Thermiquement (ZAT) peut être facilement identifiée après polissage miroir et attaque chimique.

La Figure 36a. compare la position et la taille de la ZAT observée expérimentalement à celle prédite numériquement et définie uniquement par la zone où la température Ac_1 a été dépassée. En effet, les transformations métallurgiques ne sont pas prises en compte dans ces simulations. On constate que les dimensions de la ZAT prédites par le modèle ETM (représentées par les lignes vertes continues) sont similaires à celles obtenues expérimentalement (indiquées par les lignes vertes pointillées). L'évolution du déplacement du bouchon U_B lors du soudage est

également bien décrite par rapport aux mesures expérimentales comme on peut le voir avec la quasi superposition des deux courbes $U_B = f(t_s)$ (Figure 36b).

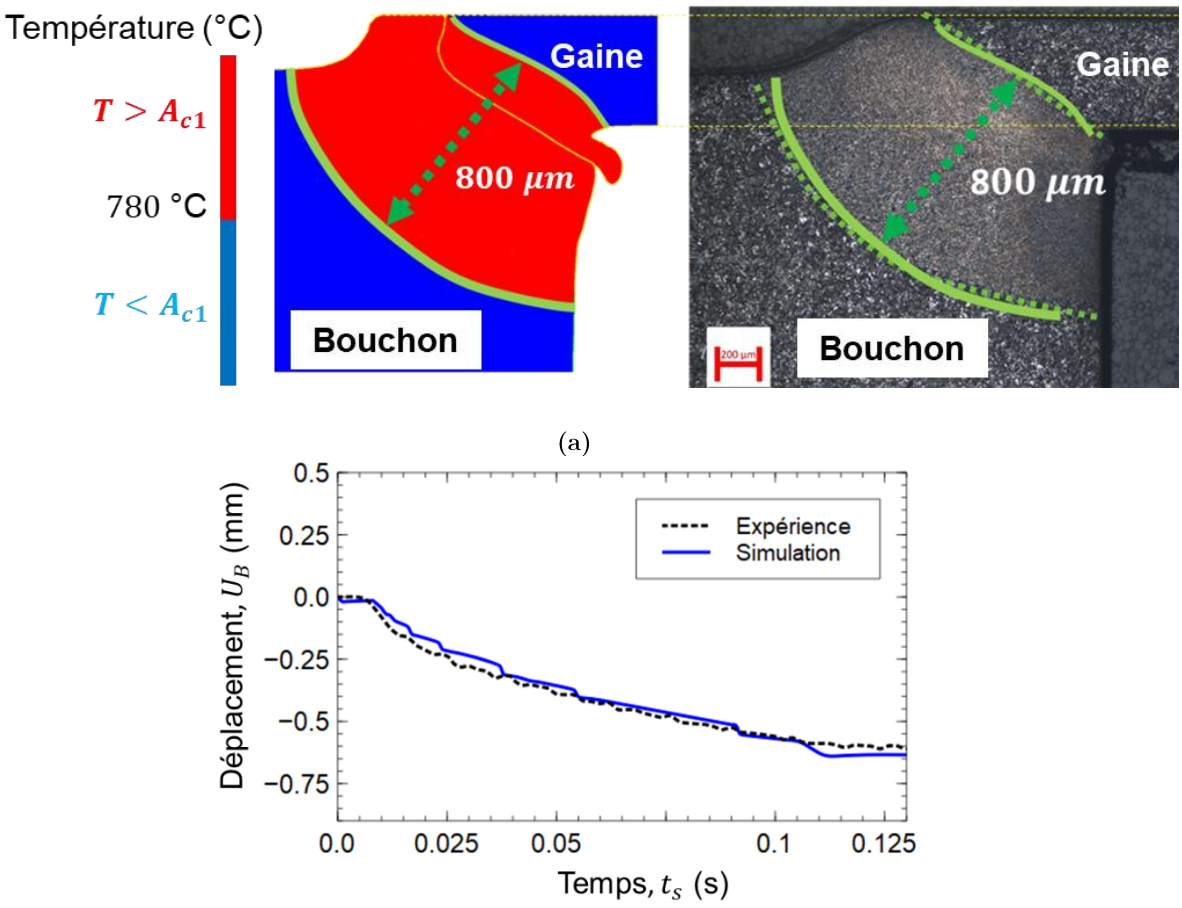


Figure 36. (a) Comparaison de la position et des dimensions de la ZAT obtenue expérimentalement (lignes pointillées) avec celles prédites par le modèle ETM (ligne continue), pour le SPR d'un acier P91. La ZAT calculée est définie par les éléments soumis à des températures supérieures à la température Ac_1. (b) Comparaison entre les courbes expérimentale et simulée du déplacement du bouchon U_B en fonction du temps de soudage t_s.

2.5 Résultats et discussions

2.5.1 Influence de l'énergie dissipée

L'influence de l'énergie dissipée E_d sur la valeur finale du déplacement du bouchon U_B est étudiée numériquement en faisant varier sa valeur jusqu'à 3500 J. La force de soudage reste fixée à 4700 N comme lors des expériences. Les valeurs calculées de déplacement du bouchon sont présentées et comparées aux mesures expérimentales en fonction de la valeur de l'énergie dissipée dans la Figure 37. Jusqu'à une valeur d'énergie dissipée de 2500 J, il y a une bonne cohérence entre les résultats issus de la simulation (trait noir) et ceux issus de l'expérience. Pour les valeurs supérieures à 2500 J, la valeur du déplacement du bouchon est sous-estimée par rapport à celle donnée par l'expérience.

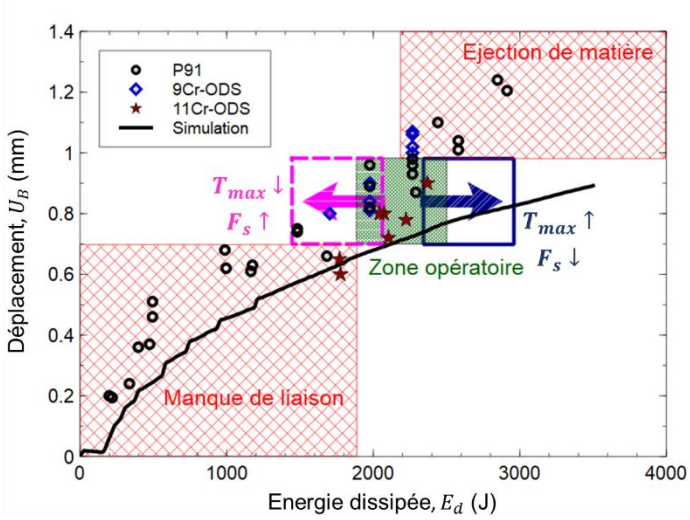


Figure 37. Comparaison entre les valeurs expérimentales et les prédictions numériques de la valeur de déplacement du bouchon U_B en fonction de l'énergie électrique dissipée E_d pour une force fixée à $4700\,N$. L'effet de l'augmentation ou de la diminution de la force sur la position de la zone opératoire (Section 2.5.2) est schématisé par le rectangle avec des lignes pointillées et continues roses et bleues, respectivement.

Les effets de l'énergie dissipée E_d sur la valeur du déplacement du bouchon U_B, de la température maximale atteinte $\mathrm{T_{max}}$, et de la déformation plastique cumulée p, sont comparés dans la Figure 38. En augmentant l'énergie E_d, le chauffage généré par effet joule augmente également et par conséquent, la température maximale atteinte durant le soudage aussi. Comme la résistance mécanique du matériau diminue fortement avec l'augmentation de la température (notamment la limite d'élasticité Annexe 2), la déformation plastique cumulée augmente et de ce fait, le déplacement du bouchon également.

Pour de fortes énergies imposées, les faibles valeurs de déplacement du bouchon (Figure 37) pourraient être attribuées à la sous-estimation des températures prédites par les simulations numériques. La température maximale prédite pour $E_d = 3000$ J, est d'environ 1200 °C alors que des signes évidents de fusion du matériau sont observés expérimentalement, indiquant que la température a localement dépassé la température de fusion de 1450 °C. Les faibles valeurs de déplacement pourraient être également liées au coefficient de frottement entre les pièces à souder, supposé constant lors du soudage. La modélisation inadéquate du contact électro-thermo-mécanique entre le bouchon et l'électrode, formé au cours du soudage, pourrait également expliquer ces résultats. De plus, d'autres phénomènes tels que la surchauffe locale de l'assemblage conduisant à la fusion du matériau, et les transformations des phases possibles, ne sont pas pris en compte dans le modèle proposé bien qu'ils puissent avoir une incidence significative sur le déplacement final du bouchon.

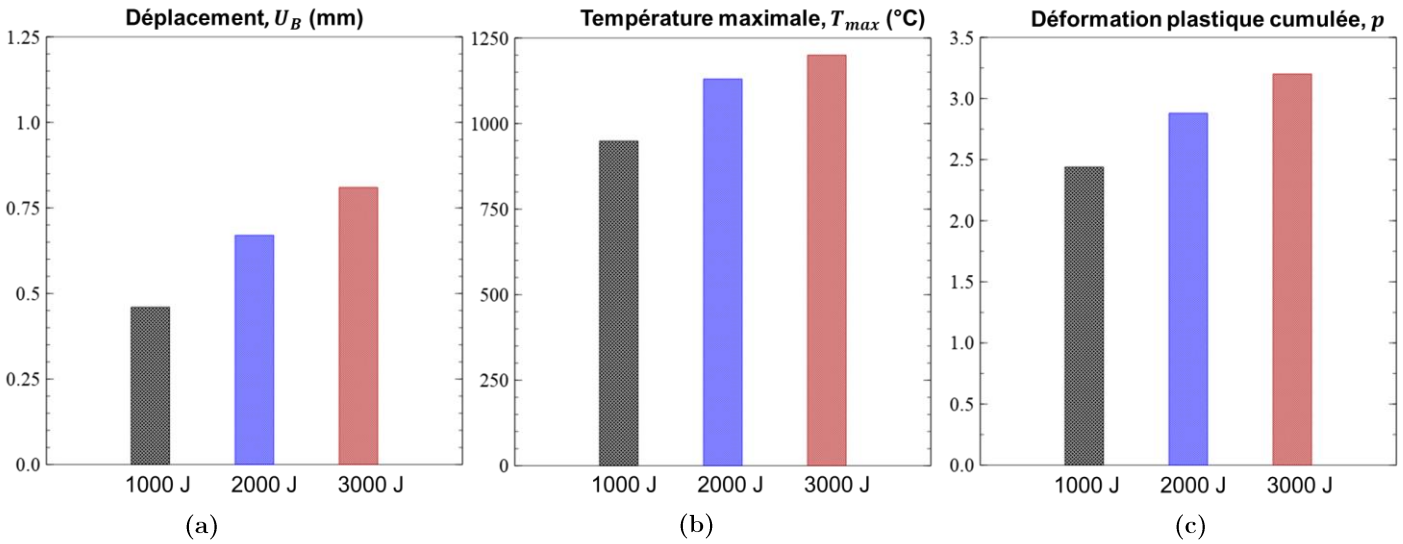


Figure 38. Prédictions numériques (a) du déplacement du bouchon U_B; (b) de la température maximale atteinte T_{max} et (c) de la déformation plastique cumulée p, pour différentes énergies dissipées E_d. Les valeurs sont extraites d'un nœud situé au niveau du plan de joint.

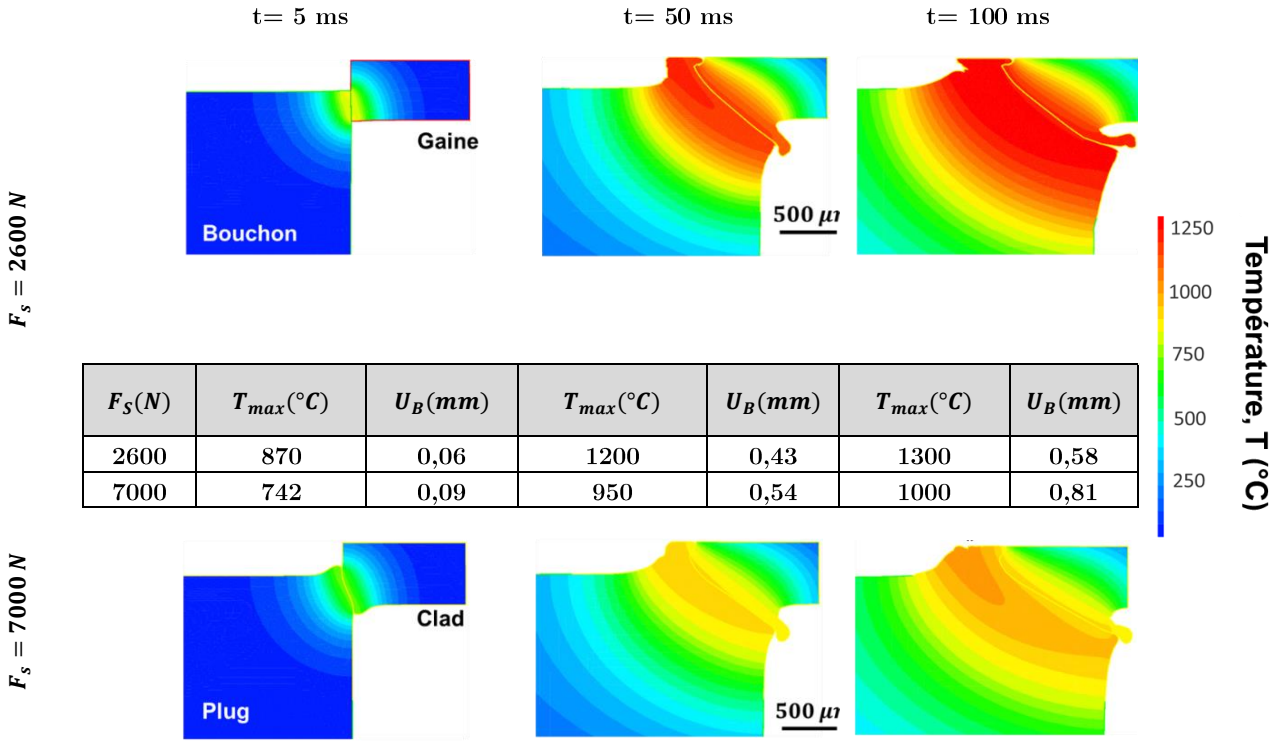
Le modèle développé permet de simuler le procédé de SPR tant que la valeur de E_d reste inférieure à 2500 J. Toutefois, il permet de voir les tendances d'évolution de la température maximale et de la déformation plastique cumulée.

2.5.2 Influence de la force de soudage

Afin de réduire le nombre d'essais expérimentaux, la valeur de la force de soudage a été maintenue constante à 4700 N pour déterminer la zone opératoire. Néanmoins, la valeur de F_s a également un effet sur la qualité de la soudure. Afin de quantifier numériquement l'effet de la force sur le déroulement du soudage la valeur de E_d est fixée à 2500 J. Deux valeurs de forces ont été retenues : 2600 et 7000 N. La Figure 39 permet de comparer les champs de température calculés à partir de la simulation numérique, en fonction de la force appliquée. Ces comparaisons sont réalisées au début du soudage (5 ms), au milieu du soudage (50 ms), et à la fin du soudage (100 ms).

L'augmentation de la force de soudage entraîne une réduction des valeurs de température prédites et par conséquent, de la largeur de la ZAT. La valeur du déplacement du bouchon est plus importante aux différents instants de soudage par rapport aux valeurs obtenues avec une force plus faible (Figure 39).

Par exemple, à la fin du procédé, à 100 ms, une différence de – 30 % de la valeur de la température maximale atteinte est obtenue lorsque la force la plus forte est appliquée, par rapport à celle pour la force la plus faible. Cela se traduit aussi par une diminution d'environ 35 % des dimensions de la ZAT. Bien que la valeur prédite par la simulation du déplacement du bouchon soit plus élevée, les dimensions des bourrelets intérieurs et extérieurs sont inférieures à celles obtenues avec une force appliquée de 2600 N. À la fin du soudage, la valeur du déplacement final du bouchon pour une force de 7000 N est d'environ 28 % plus élevée que celle obtenues pour une force de 2600 N.



$F_S(N)$	$T_{max}(°C)$	$U_B(mm)$	$T_{max}(°C)$	$U_B(mm)$	$T_{max}(°C)$	$U_B(mm)$
2600	870	0,06	1200	0,43	1300	0,58
7000	742	0,09	950	0,54	1000	0,81

Figure 39. Evolution des champs de températures obtenus en SPR en imposant une énergie dissipée constante E_d (2500) *et différentes valeurs de la force de soudage (*2600 *et* 7000 *N). Résultats présentés pour* t_s *= 5, 50 et 100 ms.*

L'augmentation de la force induit une déformation des pièces dès le début du procédé de SPR (5 ms , Figure 39). Cela conduit à une augmentation de la surface de contact entre la gaine et le bouchon et par conséquent, à une réduction significative du taux de chauffage par effet Joule d'où des températures atteintes plus faibles. En revanche, l'application d'une force retarde le début de la déformation et permet de maintenir une surface de contact faible sur une période plus longue, ce qui conduit à un chauffage par effet Joule plus important et des valeurs de températures maximales atteintes plus élevées.

Ces résultats mettent en évidence des effets significatif de la force appliquée sur la zone opératoire identifiée et représentée sur la Figure 37. On observe que, pour une même énergie dissipée de 2500 J, le déplacement du bouchon est de 0,58 mm pour une force de 2600 N, et de 0,81 mm pour 7000 N. Dans le premier cas, U_B se situe en dehors de la zone opératoire déterminée expérimentalement et présentée Figure 37. Dans le second cas, U_B se place à l'intérieur de la zone identifiée. Pour la plus faible force de soudage appliquée, pour obtenir un déplacement du bouchon à 0,7 mm c'est-à-dire la valeur minimale peut être dans la zone opératoire expérimentale, une énergie dissipée supérieure à 2500 J serait nécessaire, déplaçant la zone opératoire vers des valeurs plus élevées (Figure 37, carré bleu). Par conséquent, une augmentation de la température maximale serait également observée, ce qui pourrait accroitre le risque de fusion du matériau. En revanche, pour la valeur de la force de soudage la plus élevée (7000 N), une énergie dissipée inférieure à 2500 J serait suffisante (Figure 37) afin d'obtenir un déplacement du bouchon

équivalent à celui obtenu avec la force de soudage de 4700 N, réduisant ainsi les températures maximales atteintes pendant le soudage et le risque de fusion. Cependant, le risque de fusion, de défauts de liaison et de fissuration de la soudure se verraient augmentés.

2.6 Conclusions

Dans ce chapitre, une approche couplée expérience-simulation a été mise en œuvre pour optimiser les paramètres opératoires du SPR pour une configuration géométrique « bouchon-gaine ». Les essais d'optimisation du procédé SPR ont montré expérimentalement que l'énergie dissipée combinée au déplacement du bouchon, sont des paramètres clés pour garantir des soudures sans défaut. En particulier, nous avons constaté qu'à force constante, le déplacement du bouchon varie quasi-linéairement en fonction de l'énergie dissipée. Sur la base de ces essais, la zone opératoire déterminée lorsque la force appliquée au bouchon est de 4700 N, a une valeur d'énergie dissipée comprise entre 1900 J et 2500 J et une valeur de déplacement du bouchon compris entre 0,7 et 1 mm. Ce jeu de paramètres permet d'obtenir des soudures sans défaut de type « manque de liaison » ou fusion de matière.

Parallèlement, un modèle ETM a été développé et validé pour simuler le procédé de SPR et évaluer le déroulement du soudage en fonction des paramètres opératoires appliqués. Les résultats obtenus par le calcul ont montré que :

- Dans la zone opératoire définie, la température maximale atteinte dans la zone affectée par le SPR reste nettement inférieure à la température de fusion des alliages assemblés. L'augmentation de la valeur de l'énergie dissipée conduit à une augmentation de la température maximale, ainsi qu'à une déformation plastique cumulée plus importante et à des valeurs de déplacement du bouchon plus élevées ;
- Une réduction de la force de soudage appliquée implique qu'un apport d'énergie dissipée plus important se fait nécessaire afin de maintenir constante la qualité des soudures. Cependant, cela entraîne également une augmentation des températures maximales atteintes pendant le SPR et par conséquent, un risque plus élevé de défauts de type fusion. En revanche, l'augmentation de la force de soudage réduit la valeur de l'énergie nécessaire pour obtenir des soudures de qualités. Par conséquent, les températures maximales atteintes pendant le soudage sont elles aussi réduites, augmentant ainsi le risque de défauts de liaisons.

Le modèle développé montre également que les sollicitations thermomécaniques imposées au matériau par le SPR sont sévères en termes de température (températures maximales supérieures à 900 °C), de déformation plastique cumulée (déformations maximales de l'ordre de 300 %) et de vitesse de déformation (allant de 100 s^{-1} à 10 s^{-1}). Ces sollicitations thermomécaniques sévères sont susceptibles d'induire des hétérogénéités microstructurales dans la soudure, comme cela a été présenté dans le Chapitre 1. Des modifications microstructurales sont attendues dans les

soudures en acier 11Cr-ODS, notamment en raison de la sensibilité de cette nuance aux transformations de phases. Il est possible que de la martensite soit présente dans la soudure, ce qui peut entrainer la fragilisation du matériau et une perte locale des propriétés mécaniques de l'assemblage soudé. Le chapitre suivant est donc consacré à l'étude des effets du SPR sur la microstructure et la tenue mécanique des assemblages « gaine-bouchon ».

3 Effet du SPR sur la microstructure et la tenue mécanique de l'assemblage soudé

Dans ce chapitre, les effets du procédé de soudage par résistance (SPR) sur l'évolution de la microstructure de l'acier 11Cr-ODS sont étudiés. Des mesures de micro-dureté et des analyses EBSD réalisées au voisinage du cordon de soudure, permettent d'identifier et de caractériser les différentes zones affectées thermiquement et/ou mécaniquement par le SPR. Des essais de traction sont ensuite réalisés avec des éprouvettes de type « bouchon-gaine », dimensionnées en utilisant des calculs par éléments-finis afin de localiser les sollicitations le plus proche possible du cordon de soudure. L'objectif principal est d'évaluer et de maitriser les impacts des modifications microstructurales sur la résistance mécanique de l'assemblage et de la zone soudée elle-même. Les résultats permettent d'établir un lien entre la microstructure, la forme du plan de joint, le mode de rupture et la résistance mécanique de l'assemblage soudé. Une étude paramétrique expérimentale et une numérique sont réalisées afin d'évaluer les effets de l'énergie dissipée et la force de soudage sur les caractéristiques de la soudure, notamment le changement de la microstructure et la forme du plan de joint. Ceci vise à prédire leurs conséquences sur la résistance mécanique finale de l'assemblage. Cette étude montre un effet limité des paramètres opératoires sur les parties interne et externe du plan de joint. Pourtant, ils jouent un rôle crucial dans la résistance mécanique finale de l'assemblage. Enfin, une optimisation de la forme du plan de joint vis-à-vis de la résistance mécanique finale de l'assemblage soudé est proposée. Pour cela, les effets de la géométrie de contact initiale entre la gaine et le bouchon sont étudiés à l'aide du modèle développé pour simuler le procédé SPR. Cette démarche révèle un effet significatif sur la forme du plan de joint et sur la déformation plastique autour.

In this chapter, the effects of the PRW on the microstructure evolutions of the 11Cr-ODS steel are investigated. Micro-hardness measurements and EBSD analyses carried out near the welded joint are used to identify and characterize the different zones affected by the welding process. Tensile tests are subsequently carried out using "plug-clad" specimens, dimensioned through an inverse method to create stress concentrations as close as possible to the welded joint. The aim of these tests is to assess and understand the effects of microstructural modifications on the mechanical strength of both welded joint and assembly. The results of these tests allow establishing a link between the microstructure, the shape of the joint plane, the fracture mode and the mechanical strength of the welded joint. In complement, experimental and numerical parametric studies are proposed to evaluate the effects of the dissipated energy and the welding force on the characteristics of weldments, with a focus on the microstructure modifications and the shape of the joint plane, and by consequence on its mechanical strength. This study shows a limited effect of process parameters on the inner part of the joint plane. Despite this, they play a crucial role in the mechanical strength of the welded joint. Finally, an optimization of the joint plan shape in relationship to the mechanical strength of the welded joint is proposed. The effects of the initial contact geometry between the clad and the plug are studied using the model developed to simulate the PRW process, allowing assessing its effect on the shape and plastic deformation of the joint plane.

3.1 Introduction

Dans le chapitre 2, un modèle ETM a été proposé pour simuler le procédé de SPR. Il a été validé par comparaison des résultats obtenus avec ceux de différentes mesures expérimentales réalisées sur les joints soudés, telles que la température, la position et taille de la ZAT, ainsi que le déplacement du bouchon par rapport à la gaine. Les prédictions du modèle ont montré que les cycles thermomécaniques imposés au matériau sont sévères en termes de température, contrainte, déformation et vitesse de déformation.

L'étude bibliographique proposée au Chapitre 1 montre que les sollicitations thermomécaniques induites par le SPR dans les aciers ODS génèrent différentes zones affectées thermiquement et/ou mécaniquement, avec d'importantes modifications de la microstructure. Les caractéristiques métallurgiques de chaque zone dépendent principalement de la composition chimique de l'acier, et notamment de sa teneur en chrome (Jerred et al. 2018; Doyen et al. 2019; Lienert et al. 2022). Dans le cas des nuances avec une teneur en Cr inférieure à 12 % caractérisées par la possibilité d'avoir des transformations austénitique et martensitique lors du SPR, la présence de martensite dans la soudure en fin de procédé est rendue possible. La tenue mécanique de l'assemblage soudé peut en être affectée (Silwal et al. 2013; Zhao, Chiew, et Lee 2016).

Les modifications microstructurales liées au SPR sur la nuance 11Cr-ODS, pas encore étudiées dans la littérature, seront tout d'abord investiguées dans ce chapitre. La méthodologie de caractérisation microstructurale, décrite dans l'Annexe 3, est appliquée pour caractériser la microstructure de l'acier 11Cr-ODS à l'état de réception (Section 3.2), puis pour déterminer son évolution, via le suivi de la taille des grains, des phases en présence, de la texture locale, de l'évolution des distributions de joints de grains et de la désorientation intra-granulaire des zones affectées par le SPR (Section 3.3).

Dans la seconde partie de ce chapitre, on s'intéresse aux effets des modifications microstructurales sur la résistance mécanique de l'assemblage. Pour confirmer que la soudure présente une résistance mécanique identique voire supérieure à celle du métal à l'état de réception, des essais mécaniques de traction ont été proposés dans la littérature, avec notamment des éprouvettes de type « bouchon-gaine » (Seki et al. 2004; Jerred et al. 2010; Jian Gan et al. 2019). Pour se faire, les auteurs s'appuient sur le fait que la rupture de l'éprouvette est localisée dans la gaine (voir Section 1.5). Cependant, ces essais s'avèrent insuffisants et non satisfaisants pour évaluer les effets des modifications microstructurales sur la tenue mécanique des assemblages soudés. Dans l'objectif de saisir comment cette modification microstructurale impacte la résistance mécanique de l'assemblage, ainsi que celle de la soudure elle-même, une série d'essais de traction est proposée dans la Section 3.4. Ces essais de traction sont réalisés avec des éprouvettes de type « bouchon-gaine » conçues pour tenter de localiser les sollicitations mécaniques au plus proche du cordon de soudure. Le dimensionnement de ces éprouvettes s'est appuyé sur des résultats issus de la simulation numérique par éléments-finis présentés en Annexe 4.

Les résultats expérimentaux sont comparés à ceux issus des calculs numériques dans la Section 3.4.4. Une discussion des résultats fournis par les 2 approches est alors proposée. Pour finir, l'effet de l'énergie dissipée et de la force de soudage sur les caractéristiques de la soudure (taille des zones affectées, microstructure, forme du plan de joint…) sont étudiés afin de mieux comprendre leurs impacts sur la résistance mécanique de l'assemblage. Les résultats de cette partie sont présentés et discutés dans la Section 3.5. Une optimisation de la forme du plan de joint dont le but est d'augmenter la résistance mécanique de l'assemblage est proposée sur la base d'une approche numérique à l'aide du modèle ETM proposé dans le Chapitre 2. En se basant sur la modification de la géométrie de contact initiale entre la gaine et le bouchon, ces calculs permettent de proposer une géométrie initiale du bouchon et de la gaine différente de celle utilisée dans cette étude.

3.2 Microstructure de l'acier 11Cr-ODS à l'état de réception

Les caractérisations métallurgiques sont réalisées dans le plan de coupe longitudinal par rapport à l'axe de la barre d'acier 11Cr-ODS fournie par le SRMA/LTMEX (FGT 17-003 n°3). Cette barre a été obtenue par filage à 1100 °C, puis soumise à un traitement thermique d'austénitisation à 1050 °C pendant une heure, suivi d'un refroidissement lent pour obtenir une microstructure complètement ferritique (cf. Section 1.2.2).

Sur la base de dix mesures, la dureté moyenne de l'acier 11Cr-ODS à l'état de réception, a été estimée à 250 $\pm$ 10 $HV_{0.1}$. Les températures de début et de fin de transformation de la ferrite en l'austénite, notées Ac_1 et Ac_3, ont été déterminées par des mesures en calorimétrie différentielle (DSC pour *Differential Scanning Calorimetry*) avec une vitesse de chauffage de 10 °C/min (Figure 40). Les valeurs obtenues se situent autour de 840 °C pour l'Ac_1 et 870 °C pour l'Ac_3. Il convient de noter que ces résultats sont très proches de ceux obtenus par Erwann (Erwann 2015) pour une nuance 11Cr-ODS présentant une composition chimique similaire. Cependant, lorsqu'on les compare aux températures relevées pour la nuance 11Cr-ODS étudiée par Yamashiro et al (Yamashiro et al. 2016) ainsi qu'aux nuances 10Cr-ODS et 12Cr-ODS étudiés par Durand (Durand 2021), une différence d'environ 100 °C est observée. Cette disparité peut s'expliquer par les variations de composition chimique qui influencent les températures de transformation de phase.

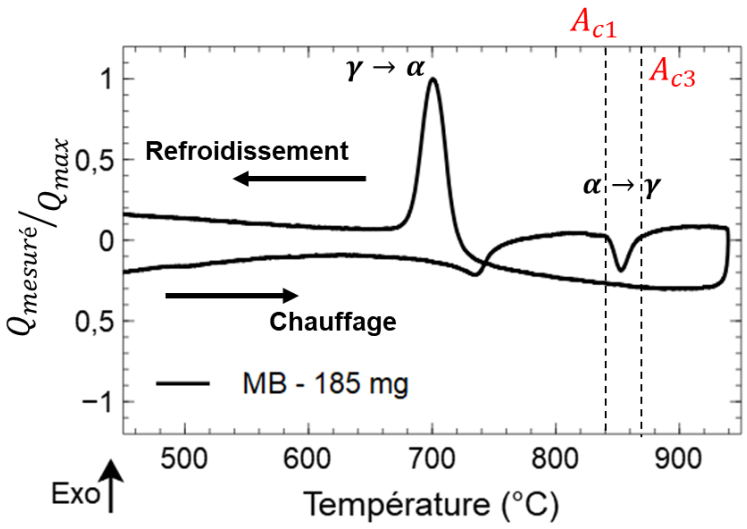


Figure 40. Résultat de mesure par calorimétrie différentielle DSC pour l'acier 11Cr-ODS à l'état de réception (vitesse de chauffage et de refroidissement de 10 °C/min).

Des analyses EBSD sont réalisées à partir de l'identification de la phase ferritique afin de caractériser la microstructure et la texture locale du métal à l'état de réception. Les analyses sont réalisées avec un pas de 100 nm. Les grains sont délimités par un minimum de quatre pixels, ainsi qu'un angle de désorientation supérieur ou égal à 10°. La taille des grains est déterminée par la méthode du diamètre de cercle équivalent. Des détails sur les techniques de caractérisation (dureté, EBSD…), ainsi que sur la méthode de traitement des résultats, sont donnés Annexe 3.

L'analyse par EBSD de l'acier à l'état de réception est présentée Figure 41 via la figure de pole inverse (ou en anglais *Inverse Pole Figure* (IPFX)), ainsi qu'aux figures de pole {111}, {001} et {110}. Cette microstructure peut être considéré comme formée de deux populations de grains, en se basant sur la taille critique de $2\,\mu m$, équivalente à la taille moyenne de l'ensemble des grains (Tableau 5). Ce critère de taille semble aussi pertinent afin d'isoler les petits grains regroupés en bandes (Figure 41c). Ainsi, les grains de taille inférieure à $2\,\mu m$ sont appelés « petits grains (PG) ». Leur taille moyenne est de $0{,}9 \pm 0{,}5\ \mu m$ (Figure 41c). Ceux dont la taille dépasse cette valeur sont qualifiés de « gros grains (GG) ». Ils ont une taille moyenne de $4 \pm 1{,}5\ \mu m$ (Figure 41b). La fréquence relative des grains en fonction de leur taille est présentée Figure 42. Les diamètres moyens des grains d_m et leur distribution surfacique en fonction de la population considérée sont présentés dans le Tableau 5. Les GG correspondent à environ 92% de la fraction surfacique.

Les deux populations sont caractérisées par des grains équiaxes. Toutefois, les PG sont regroupés en bandes parallèle au sens d'extrusion de la barre d'acier (Figure 41c). Des observations similaires ont été reportées par Le Gloannec pour une nuance d'acier 9Cr-ODS (Le Gloannec 2016).

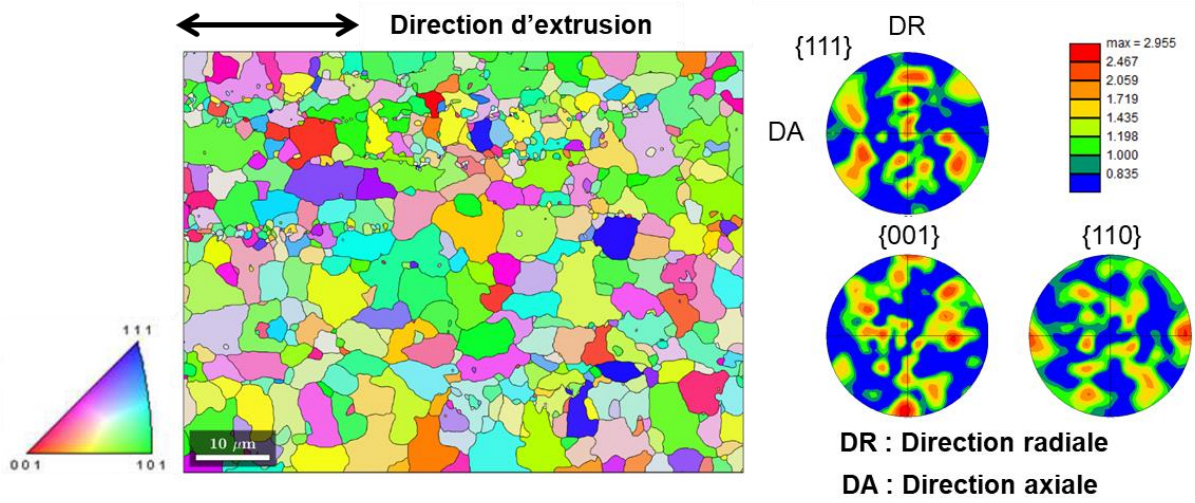
Tableau 5. Diamètres moyens et fractions surfaciques des grains pour chaque population ($> 2\ \mu m$ et $\leq 2\ \mu m$) évalués à partir des cartographies EBSD présentées Figure 41 .

	Gros grains	**Petits grains**	**L'ensemble des grains**
Fraction surfacique (%)	91,2	8,8	100
$d_m(\mu m)$/Écart type	4.0/1,5	0,9/0,5	1,9/1,8
Nombre de grains	226	391	617

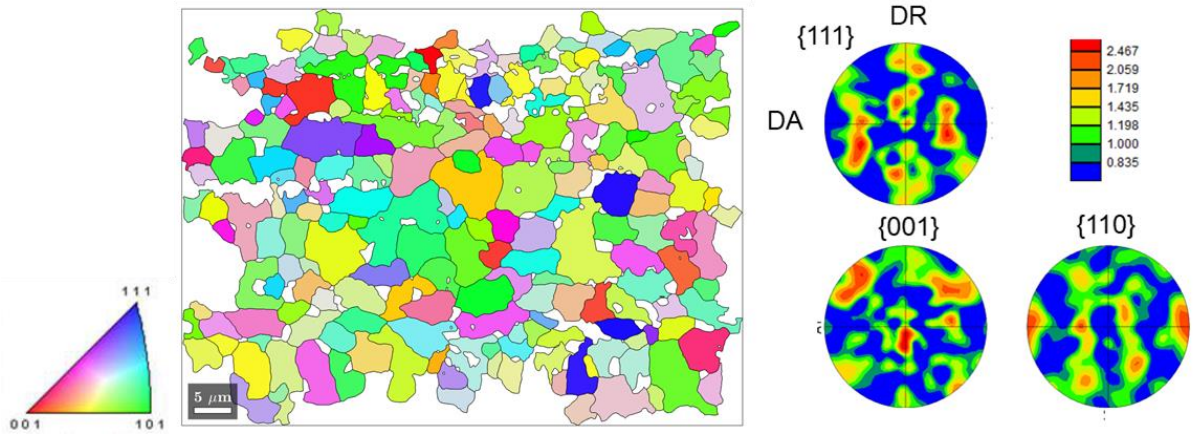
L'IPFX ainsi que les figures de pole {111}, {001} et {110} associées, à l'ensemble des grains, aux GG et aux PG sont présentés Figure 41. La même tendance est observée dans les trois cas analysés, avec un grand nombre de grains orientés selon la direction [110]. La fonction de distribution des orientations cristallines, ODF présentée en Annexe 3 en fonction de la population considérée, indique pour la population de PG une texture de fibre α peu marquée ainsi que la présence d'une autre composante, à savoir {111}<011>. Pour la population de GG, l'ODF montre plutôt une texture cube peu marquée (qui peut se voir sur la figure de pole {001}) de type {001}<110> avec aussi une composante de plus faible intensité, à savoir {111}<011>.

La distribution de l'indice de qualité d'image moyenne normalisée par grain IQ_N peut être utilisée pour distinguer la ferrite de la martensite(Mujica et al. 2010; Pandey et al. 2019) ou potentiellement la ferrite résiduelle non transformée en austénite (Durand 2021). Bien que le traitement thermique final appliqué vise à obtenir une microstructure 100% ferritique, l'analyse via l'indice IQ_N indique la présence de grains avec de faibles valeurs d'IQ_N (Figure 43a). Ceux-ci peuvent être associés à la ferrite non transformée lors de ce traitement. De plus, cette phase est associée principalement aux PG (grains rouges sur la Figure 43b). La présence de ferrite résiduelle et son association à de PG, ont été aussi observées dans diverses études de la littérature. Yamashiro *et al.* (Yamashiro et al. 2016) l'ont observée pour la nuance 11Cr-ODS, tandis que Yamamoto *et al.* (M. Yamamoto et al. 2010) pour les nuances 9Cr-ODS. De même, Durand et al. (Durand 2021; Durand et al. 2022) ont étudié sa présence dans les nuances 12Cr-ODS et 10Cr- ODS. Selon Yamashiro *et al.*, les nano-oxydes peuvent bloquer la transformation austénitique, ce qui introduit une force connue sous le nom de « force d'épinglage » vis-à-vis de cette transformation.

(a) Tous les grains



(b) Petits grains



(c) Gros grains

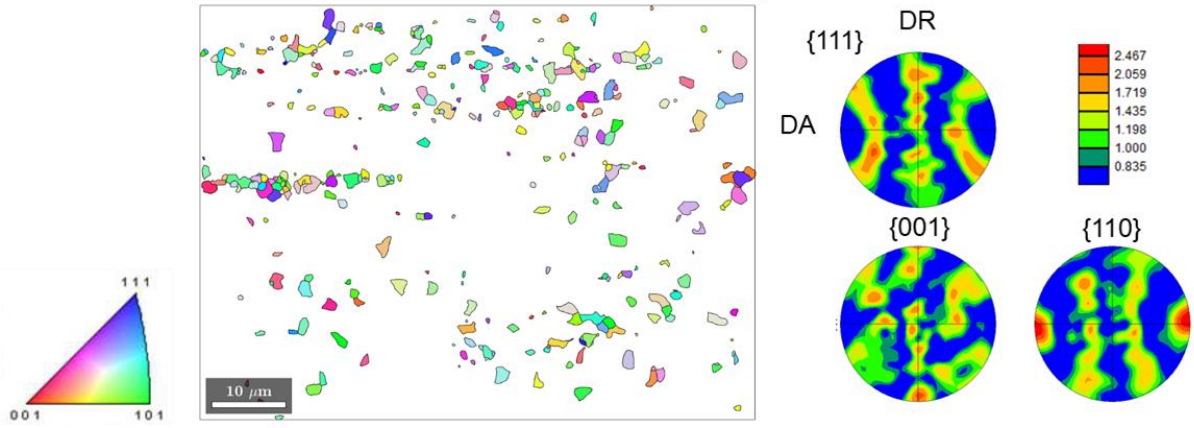
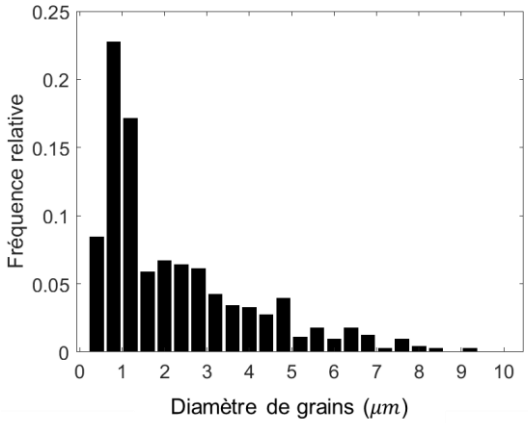
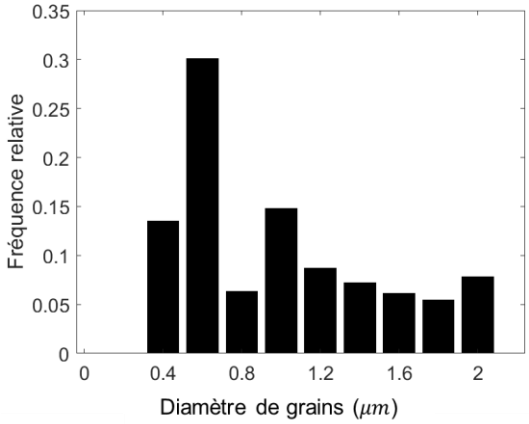


Figure 41. Images de pole inverse IPFX associée à la direction de filage (direction axiale, DA) et figures de pole {111}, {001} et {110} associée : (a) pour l'ensemble les grains ; (b) pour la population des gros grains ; (c) pour la population des petits grains. Non prise en compte des grains du bord des images IPX.

(a) Tous les grains



(b) Petits grains



(c) Gros grains

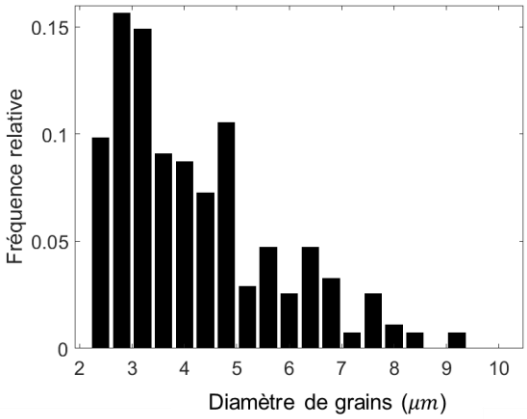
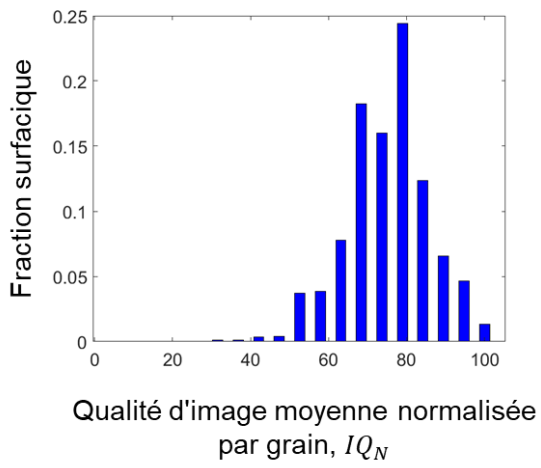
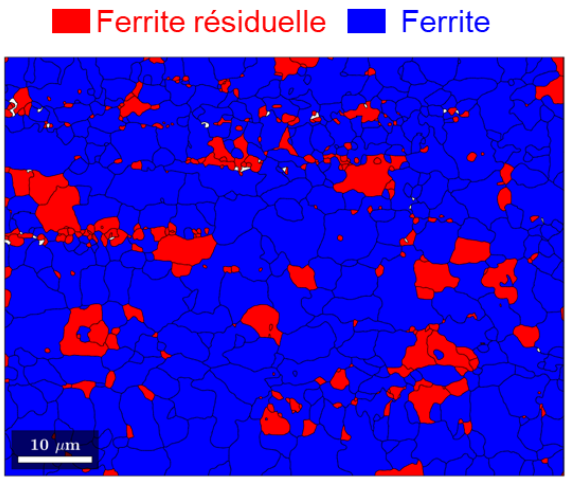


Figure 42. Distribution des tailles de grains (fréquence relative) évaluée à partir de des cartographies présentées Figure 41: (a) ensemble des grains ; (b) pour la population des gros grains ; (c) pour la population des petits grains.



(a)



(b)

Figure 43. (a) Distribution de la fraction surfacique en fonction de la qualité d'image moyenne normalisée par grain. (b) Répartitions surfaciques des grains de la cartographie présentée à la Figure 41.a à faible IQ_N (≤ 60) associés à la ferrite résiduelle (rouge) et fort IQ_N (> 60) associés à la ferrite (bleu).

3.3 Effet de soudage sur la microstructure de l'acier 11Cr-ODS

Afin d'évaluer et de maitriser les effets du SPR sur l'évolution de la microstructure de l'acier 11Cr-ODS, une méthodologie de caractérisation multi-physique et multi-échelle est adoptée. Elle permet d'identifier les différentes zones affectées par le SPR et de caractériser leurs microstructures. Pour cela, des mesures de micro-dureté et des analyses EBSD sont corrélées aux résultats issus de la simulation numérique (Chapitre 2). Par la suite, les résultats présentés sont ceux obtenus avec les paramètres opératoires suivants : (F_s, E_d) = (4700 N, 2400 J).

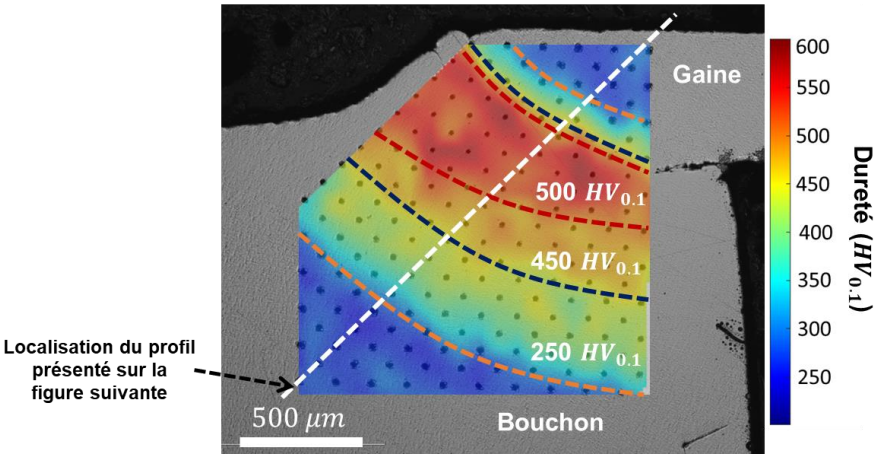
3.3.1 Identification des zones affectées par le SPR

Pour localiser les différentes zones affectées par le soudage, des cartographies de dureté Vickers sont réalisées au niveau de la zone soudée en appliquant une charge de 100 g pendant 15 s. Les empreintes sont réalisées tous les 100 μm et orientées à 45° par rapport l'axe de la gaine (Figure 44). Le profil des valeurs de mesure de la dureté présenté Figure 45 révèle la présence d'un gradient significatif de dureté au niveau du joint soudé, avec un pic de sa valeur à environ 550 $HV_{0.1}$ au niveau du plan de joint. La largeur globale de la zone affectée par le soudage est de l'ordre du millimètre, avec une étendue plus importante du côté du bouchon (environ 0,8 mm) que du côté de la gaine (environ 0,3 mm).

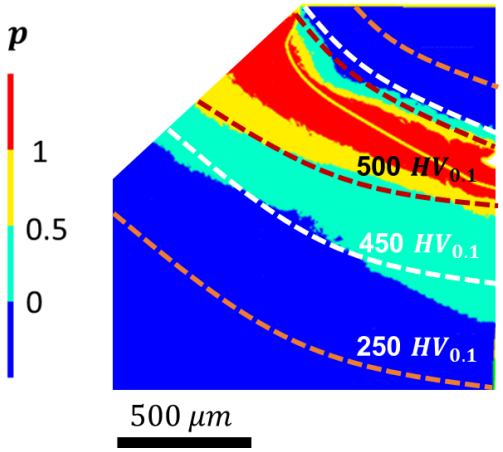
En se basant sur les valeurs de dureté mesurées (Figure 44 et Figure 45) et les cycles thermomécaniques induits par le procédé au matériau, déterminés grâce à la simulation numérique (Figure 44b,c), trois zones distinctes sont définies :

i. La première Zone Affectée Thermo-Mécaniquement, ZATM1, est caractérisée par une dureté supérieure à 500 $HV_{0.1}$, des déformations plastiques cumulées supérieures à 0,5 et des températures supérieures à 1000 °C ;
ii. La seconde Zone Affectée Thermo-Mécaniquement, ZATM2, est caractérisée par une dureté comprise entre 450 $HV_{0.1}$ et 500 $HV_{0.1}$, des déformations plastiques cumulées inférieures à 0,5 et des températures supérieures à 1000 °C ;
iii. Enfin, la Zone Affectée Thermiquement, ZAT, présente des valeurs de dureté comprises entre la dureté du métal à l'état de réception (250 $HV_{0.1}$) et 450 $HV_{0.1}$. Dans cette zone, les températures maximales atteintes sont supérieures à la température de début de transformation de phase austénitique A_{c1} ($\approx$ 840 °C), avec de plus faibles déformations plastiques cumulées.

(a) Cartographie de dureté



(b) Champ de déformation plastique cumulée



(c) Champ de température maximale

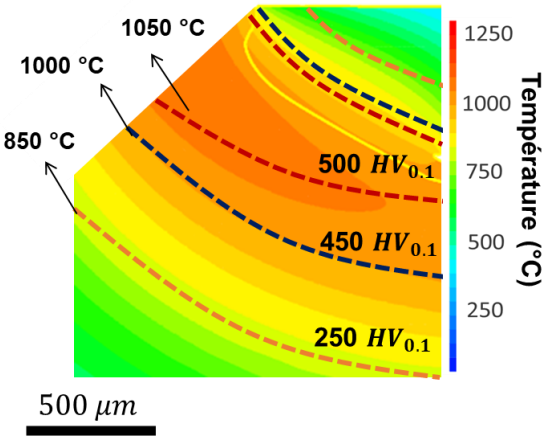


Figure 44. (a) Cartographie de micro-dureté d'une soudure en acier 11Cr-ODS obtenue avec les paramètres (F_s, E_d) = (4700 N, 2400 J). Corrélation entre les mesures de dureté et les prédictions numériques des cycles thermomécaniques. Superposition des valeurs de micro-dureté sur les champs de (b) déformation plastique cumulée et (c) température maximale.

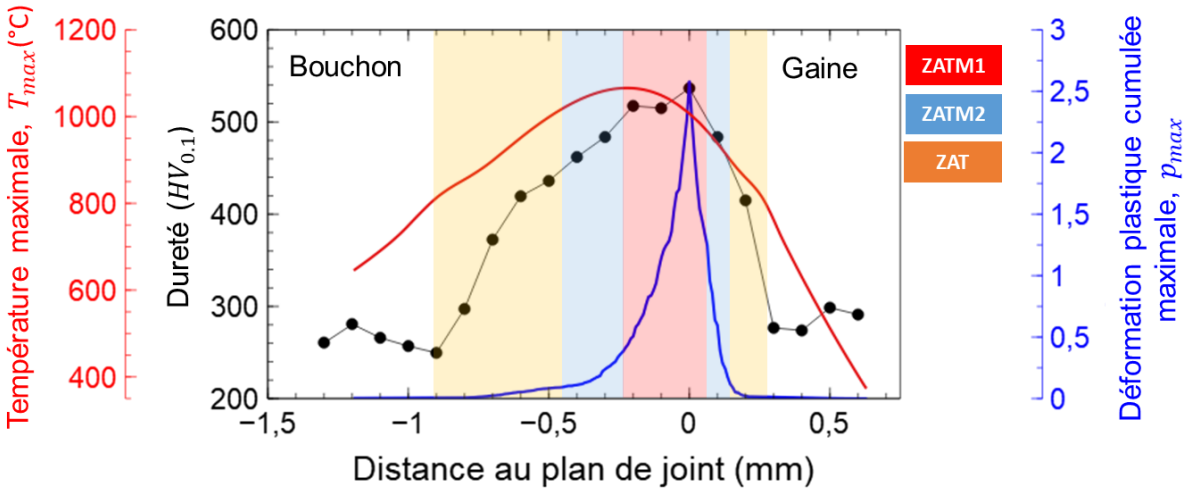


Figure 45. Evolution des valeurs de micro-dureté le long de la ligne blanche indiquée Figure 44.a , de la déformation plastique cumulée et de la température maximale prédites numériquement au même endroit. Soudure obtenue avec les paramètres (F_s, E_d) = (4700 N, 2400 J).

3.3.2 Caractérisation microstructurale des différentes zones affectées par le SPR

Afin d'évaluer les effets du SPR sur la microstructure de l'acier 11Cr-ODS dans les trois zones identifiées au paragraphe précédent, des caractérisations des microstructures par EBSD ont été réalisées (Figure 46). Étant donné les tailles réduites de chaque zone, la localisation de chaque cartographie EBSD est basée sur la position des empreintes de micro-dureté à travers la soudure (Figure 44a). Les cartographies EBSD ont été obtenues chaque fois entre deux empreintes de dureté le long de la ligne blanche représentée sur la Figure 44a. Elles ont été réalisées dans les mêmes conditions d'acquisition que pour le métal à l'état de réception (cf. Section 3.2).

Sur la Figure 46, les IPFX montrent un changement évident de microstructure entre la ZAT, la ZATM2 et la ZATM1 par rapport à celle du métal à l'état de réception (ER). On constate à la fois un changement de la taille des grains et de leurs orientations. Dans la suite de cette partie, l'affinement de la microstructure sera évalué en comparant la distribution de la taille des grains dans les différentes zones affectées avec celle du métal à l'état de réception. Les textures locales dans ces différentes zones affectées seront comparées à celle du métal à l'état de réception. Pour évaluer la quantité de martensite présente dans les différentes zones affectées par le SPR, la méthode basée sur l'évaluation de la distribution de l'indice de qualité d'image normalisé par grain, IQ_N, à partir des cartographies EBSD est utilisée. On s'intéresse également à la distribution des désorientations des joints des grains, déterminées à partir des analyses EBSD dans les différentes zones affectées et le métal à l'état de réception, ainsi qu'à la proportion d'angles de faible désorientation (inférieure à 10°, noté LAB, pour *Low Angle Boundary*) et d'angles de forte désorientation (supérieure à 10°, noté HAB pour *High Angle Boundary*). La

désorientation intra-granulaire entre un pixel de mesure et ses proches voisins dans les différentes zones affectées et le métal à l'état de réception sera évaluée par le paramètre appelé *Kernel Average Misorientation* (KAM). La désorientation moyenne entre l'orientation moyenne d'un grain et l'orientation de chaque pixel du grain considéré sera évaluée par le paramètre appelé *Grain Orientation Spread* (GOS). Des informations supplémentaires sur la méthodologie expérimentale appliquée sont données en Annexe 3.

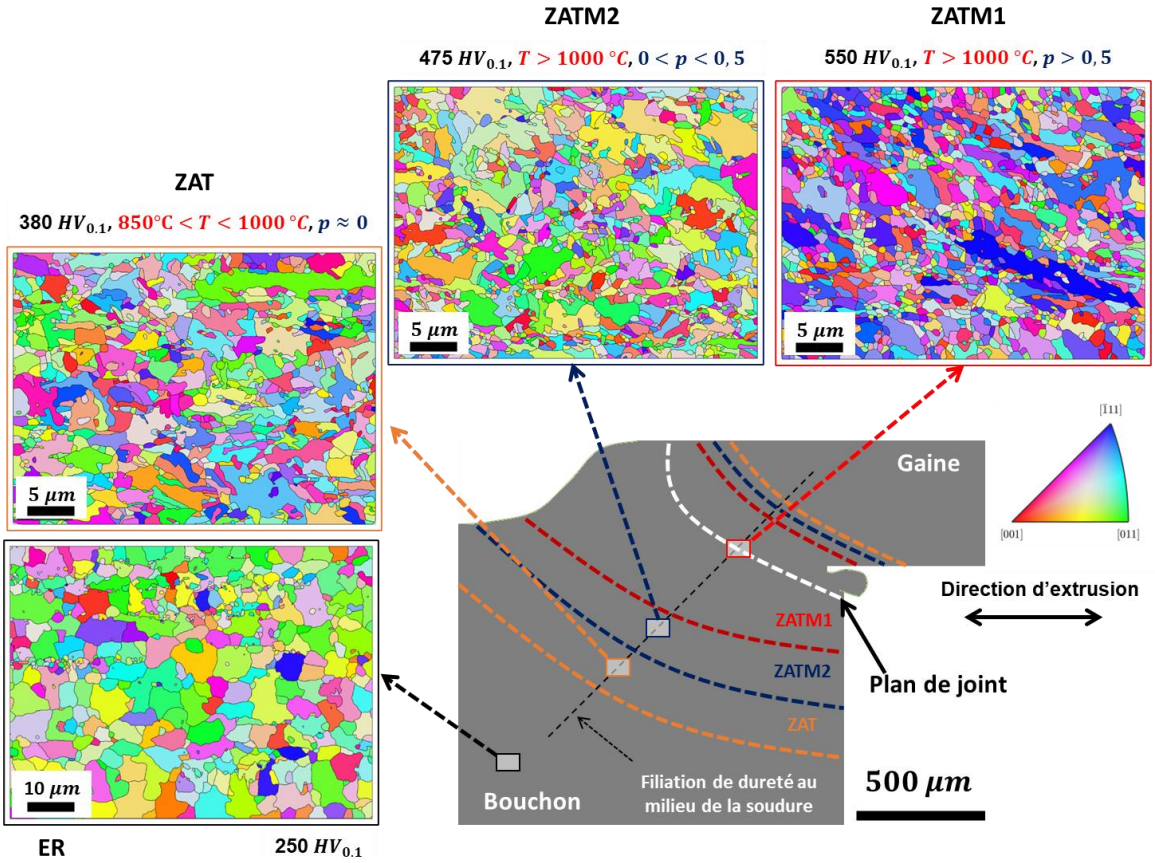


Figure 46. Cartographies EBSD IPFX (associées à la direction de filage) montrant l'évolution de la microstructure dans chacune des zones identifiées. Soudure obtenue avec les paramètres (F_s, E_d) = (4700 N, 2400 J).

3.3.2.1 Morphologie et taille de grains

Comme dans le métal à l'état de réception (Section 3.2), une classification des grains en fonction de leur taille est effectuée en utilisant le même critère limite de taille de 2 μm. Le Tableau 6 indique la taille moyenne des grains et la fraction surfacique pour chaque population de grains (PG et GG), estimées dans chacune des zones affectées par le soudage. Une forte augmentation de la fraction surfacique des PG peut être observée dans les trois zones affectées par le SPR (Tableau 6). Cette augmentation est la plus prononcée dans la ZATM1, avec une fraction de PG atteignant 76 %.

En comparant la taille moyenne des grains du métal à l'état de réception à celle de la ZAT, on observe une diminution de celle-ci ainsi que la disparition des PG allongés (Figure 46 et Tableau 7). On observe également un affinement de l'ensemble des grains, avec une augmentation

importante de la fraction surfacique de PG atteignant 55 %. La taille moyenne des PG n'a pas significativement varié alors qu'une réduction d'environ 51 % de la taille moyenne de la population à GG par rapport à l'état de réception est observée.

En analysant la distribution de la taille des grains de la ZAT par rapport à celle de la ZATM2, on constate qu'il n'y a pas de réel changement. On observe simplement une légère diminution du nombre des GG par rapport aux PG. De plus, on observe dans la ZATM2 un affinement de la microstructure similaire à celui observé dans la ZAT (Figure 46), avec une fraction surfacique de PG de 52 %.

En comparant la taille des grains de la ZATM2 à celle de la ZATM1, on peut observer que la taille moyenne des PG est légèrement plus grande dans la ZATM1, tandis que celle des GG est légèrement plus petite. De plus, on peut observer que les grains dans la ZATM1 sont orientés à environ 45° par rapport à l'axe de la gaine (Figure 46). La fraction surfacique de PG atteint 76 % dans la ZATM1 contre 52 % dans la ZATM2. Le diamètre moyen de GG (2,25 ± 1,06 μm) reste similaire à celui estimé dans la ZATM2 et la ZAT, mais avec une fraction surfacique plus faible, se situant à moins de 24 %.

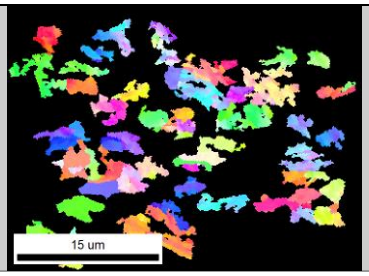
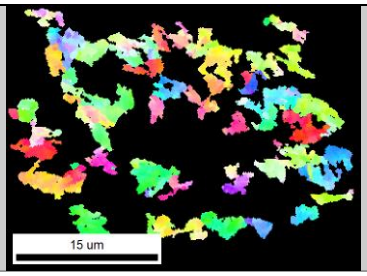
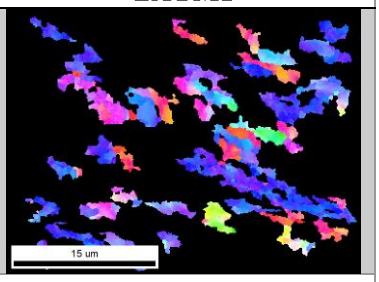
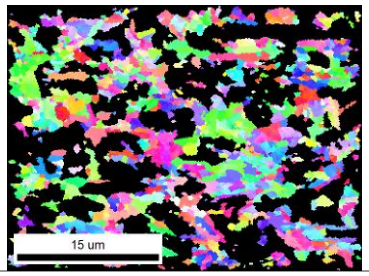
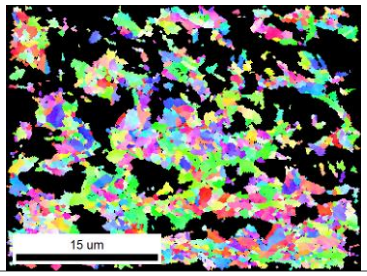
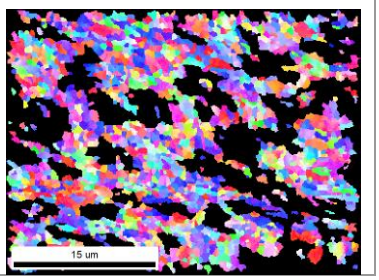
Les observations mentionnées ci-dessus en ce qui concerne la taille moyenne des grains et l'affinement de la microstructure peuvent être observées qualitativement sur les IPFX Figure 46 et quantitativement dans les Tableau 6 et

Tableau 7. Cet affinement des grains dans les trois zones affectées par le soudage peut être corrélé aux mécanismes de recristallisation dynamique, à la déformation plastique et à la transformation de phase, comme il sera discuté dans la Section 3.3.3.

Tableau 6. Fraction surfaciques et diamètre moyen des petits grains (PG), des gros grains (GG) et de l'ensemble des grains (EG) dans les différentes zones affectées par les soudages. Valeurs évaluées à partir de l'analyse des cartographies présentées Figure 46 pour les différentes zones affectées de la cartographie et celle de la Figure 41 pour le métal à l'état de réception. Soudure obtenue avec les paramètres (F_s, E_d) = (4700 N, 2400 J).

	ER			**ZAT**			**ZATM2**			**ZATM1**		
	GG	**PG**	**EG**	**GG**	**PG**	**EG**	**GG**	**PG**	**EG**	**GG**	**PG**	**EG**
Fraction surfacique (%)	92	8	100	45	55	100	48	52	100	24	76	100
d_m (μm)	3,8	0,9	1,9	2,2	0,4	0,9	2,4	0,57	0,64	2,3	0,69	0,75
Écart type	1,5	0,5	1,8	0,6	0,3	0,6	1,1	0,35	0,52	1,1	0,32	0,47
Nombre de grains	226	391	617	55	1113	1168	43	1527	1570	27	1395	1422

Tableau 7. Cartographies IPFX (associées à la direction de filage) de la population des GG et des PG montrant l'évolution de la microstructure dans chacune des zones identifiées. Soudure obtenue avec les paramètres (F_s, E_d) *= (4700 N, 2400 J).*

IPFX	ZAT	ZATM2	ZATM1
GG			
PG			

3.3.2.2 Texture locale dans les différentes zones affectées

Les textures locales déterminées par EBSD dans les différentes zones affectées sont comparées à celles du métal à l'état de réception à partir des figures de pôles {111},{001} et {110} (Figure *47*) et à partir des ODF (Annexe 3).

Dans la ZAT, on constate que la texture fibre α, observée pour les PG dans le matériau à l'état de réception, n'est plus observée. De maniérée globale, pour les GG et les PG de la ZAT, on observe une texture qui se rapproche de la texture *Transformed brass 3* (Figure 47) mais l'intensité pour les GG est supérieure à celle pour les PG, respectivement : 10,3 et 3,8 (voir ODF de la ZAT en Annexe 3).

Dans la ZATM2, la texture des GG et des PG est proche de la texture *Transformed copper 2* (voir Figure 47 et ODF de la ZATM2 en Annexe 3). La présence de cette texture peut être principalement liée à la recristallisation dynamique.

Enfin, le changement le plus significatif de la texture est observé dans la ZATM1. On remarque une texture très différente de celle du métal à l'état de réception (Figure 47). Sur les ODF de la ZATM1 présentés en Annexe 3, la texture se rapproche d'une texture *Brass* pour les GG et les PG. La présence de cette texture peut s'expliquer par la recristallisation dynamique qui a eu lieu dans cette zone lors de soudage.

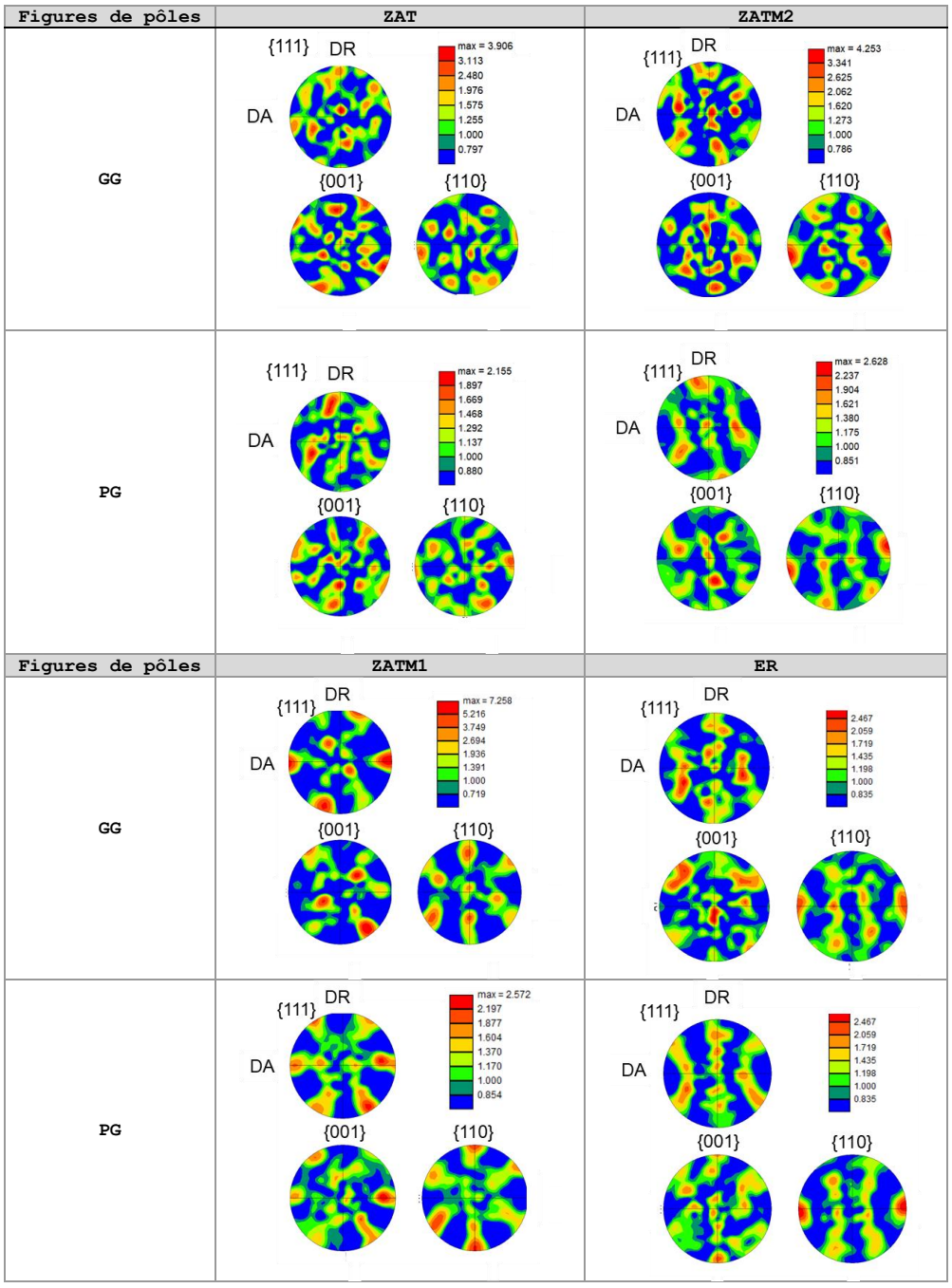


Figure 47. Comparaison des figures de pôles {111}, {001} et {110} pour les gros et les petits grains dans la ZAT, la ZATM2, la ZATM1 et l'ER. Soudure obtenue avec les paramètres (F_s, E_d) = (4700 N, 2400 J).

3.3.2.3 Quantification de la martensite

Les températures maximales atteintes dans les différentes zones affectées par le soudage dépassent la température de transformation austénitique, A_{c3} (870 °C, Section 3.3.1). Etant donné que la vitesse de refroidissement durant le procédé de SPR[1] excède la vitesse critique de trempe estimée

[1] Environ 600 °C/s selon les prédictions numériques

à environ de 2 °C/s, la présence de martensitique est possible dans la soudure, même si le temps de maintien à des températures supérieures à A_{c3} est très court, à peine 0,12 s.

Afin d'évaluer la fraction de la martensite dans les différentes zones affectées par le soudage, la méthode basée sur l'utilisation de l'indice de qualité d'image normalisée moyenne par grain est employée (Annexe 3). La fraction de la martensite identifiée dans les différentes zones affectées par le SPR ainsi que à la population de PG et de GG sont présentées dans le Tableau 8. Globalement, on observe la fraction de martensite la plus élevée dans la ZATM1, avec 76 %. La ZATM2 et la ZAT présentent, quant à elles, une fraction de martensite d'environ 50 %. La fraction élevée de la martensite dans la ZATM1 par rapport aux autres zones peut s'expliquer par le fait que sa formation est favorisée par la déformation plastique (Naderi et Bleck 2007). De plus, cette fraction élevée dans la ZATM1 peut expliquer le pic de la dureté observée au niveau du plan de joint.

Dans le métal à l'état de réception, la fraction surfacique de martensite est de 30 %. Toutefois, la présence de cette phase dans le métal à l'état de réception n'est pas attendue, étant donné que le traitement thermique final appliqué à la barre vise à obtenir une microstructure 100% ferritique. Cette fraction de 30 % peut donc correspondre à la ferrite résiduelle, comme évoqué dans la Section 3.2. En effet, cette phase se caractérise aussi par un indice d'image de qualité faible. Il convient également de noter que la méthode utilisée peut entraîner des erreurs dans la quantification des phases métallurgiques, qui sont liées à la méthode elle-même, ainsi qu'au seuil choisi (Annexe 3).

Tableau 8. Fractions surfaciques de martensite estimées par population de grains dans les différentes zones affectées par le soudage évalué à partir des cartographies de la Figure 46.
Soudure obtenue avec les paramètres (F_s, E_d) = (4700 N, 2400 J).

	ER		**ZAT**		**ZATM2**		**ZATM1**	
Fraction totale de martensite par zone affectée (%)	30		50		52		76	
	GG	**PG**	**GG**	**PG**	**GG**	**PG**	**GG**	**PG**
Fraction de martensite par population de grains (%)	30	50	40	55	43	58	70	79

Enfin, malgré l'utilisation de cette méthode pour différencier la martensite de la ferrite, il reste toutefois difficile d'identifier la structure de la martensite en lattes, blocs ou paquets par ces analyses EBSD. Cette difficulté est liée, entre autres, à la petite taille des grains et au pas utilisé pour ces analyses. Hary *et al.* (Hary et al. 2016) ont observé pour une nuance d'acier 9Cr-ODS des sous-structures qui peuvent être identifiées comme des lattes, des blocs ou des paquets dans la martensite avec des analyses EBSD réalisées avec un pas de 10 nm. Dans cette étude, l'identification de la structure martensitique ne sera pas faite.

3.3.2.4 *Distribution des joints de grains*

La distribution des angles de désorientation pour chaque zone identifiée après le soudage est indiquée Figure 49. La désorientation minimale prise en compte est de 2°. Dans le métal à l'état de réception, des joints de forte désorientation ($\theta > 10°$) sont observés. La faible fraction de LAB indique la présence de faibles taux de déformation dans les grains. Le matériau à l'état de réception est donc constitué de grains bien recristallisés.

La fraction de HAB dans les zones affectées par le soudage subit une réduction significative et les courbes de distributions des angles de désorientation des joints de grains montrent un premier pic à 3,5° (Figure 49). L'augmentation notable de la population de LAB dans les trois zones affectées par le soudage peut être corrélée aux déformations plastiques intra-granulaire, ainsi qu'à la présence de martensite. En outre, on peut également observer que la fraction de LAB dans les GG dans les différentes zones affectées est plus importante que celle dans les PG (Figure 49b,c).

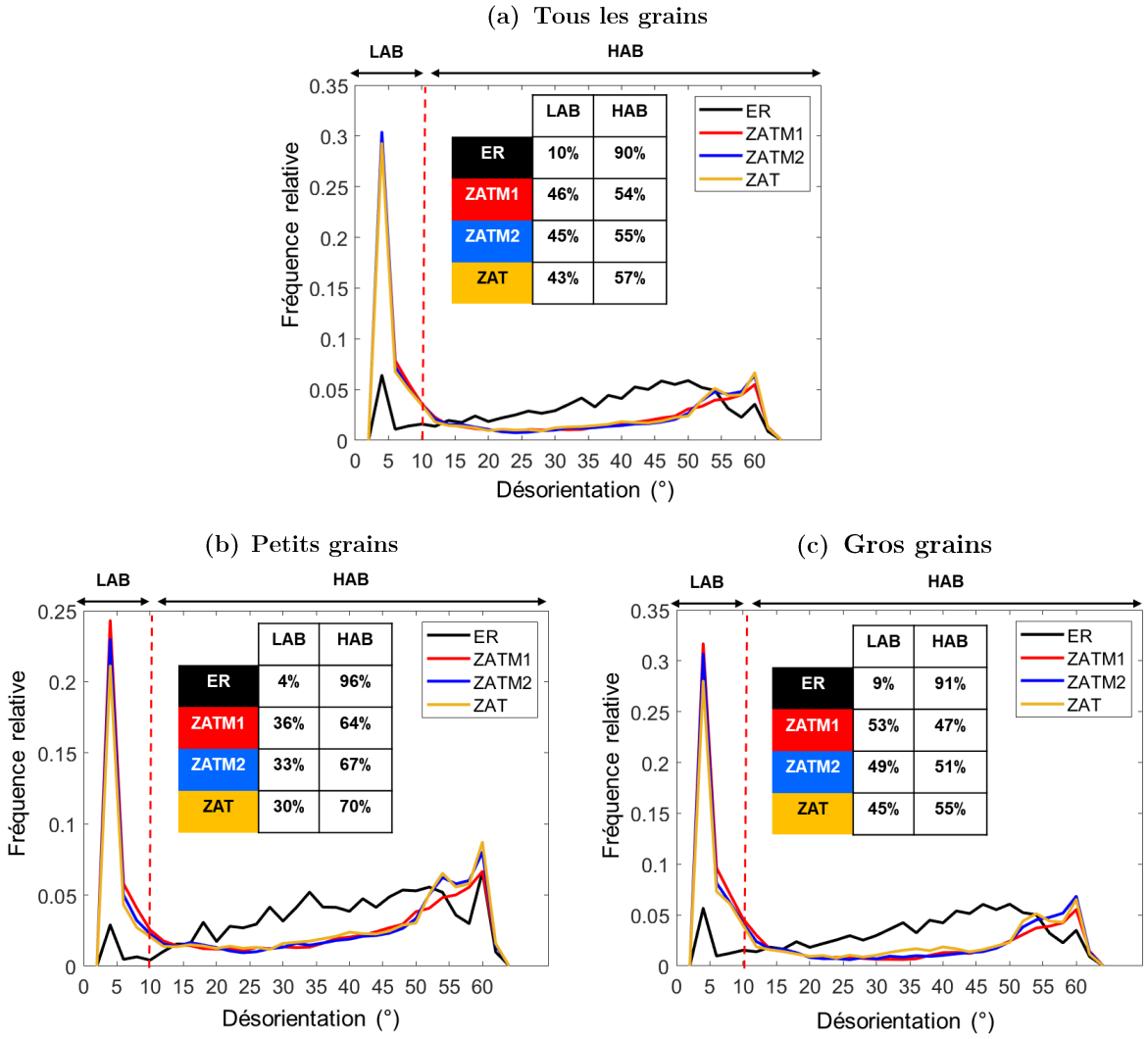


Figure 48. Distribution des angles de désorientation pour le métal à l'état de réception et les trois zones affectées par le soudage (enveloppe des histogrammes discrétisées à 2°) : (a) pour tous les grains, (b) pour les petits grains et (c) pour les GG. Soudure en acier 11Cr-ODS obtenue avec les paramètres (F_s, E_d) = (4700 N, 2400 J).

Dans les zones affectées par le soudage, on peut également noter l'augmentation de la proportion des joints de très forte désorientation, entre 50° et 60°. Ce deuxième pic à 60° a été également reporté dans la littérature pour des aciers ODS ou non en phase martensitique (Flower et Lindley 2000; Morito et al. 2003; Suikkanen et al. 2011; Zilnyk et al. 2015)). Selon ces auteurs, ce pic peut être associé aux désorientations entre variants de martensite formés à partir d'un même grain d'austénite en respectant une relation d'orientation de type *Kurdjumov-Sach* (K-S) ou *Nishiyama-Wassermann* (N-W)(Suikkanen et al. 2011). La fraction de joints présentant une désorientation de 60° dans les zones affectées par le soudage s'élève à près de 8 %, contre moins de 3 % dans le métal à l'état de réception.

3.3.2.5 Distribution des désorientations intra-granulaire : analyses KAM et GOS

Des analyses KAM et GOS ont été réalisées pour fournir des informations concernant l'état intra-granulaire des grains de chaque zone affectée par le soudage et le métal à l'état de réception. Les valeurs moyennes de KAM et GOS pour l'ensemble des grains, pour les PG et les GG indiquées dans les Tableau 9 et Tableau 10. Les cartographies de KAM et GOS pour les PG et les GG sont présentées Figure 49 et Figure 50 pour les différentes zones investiguées.

Tableau 9. Valeur de KAM moyenne pour l'ensemble des grains et la population de PG et GG dans les différentes zones affectées Soudure obtenue avec les paramètres (F_s, E_d) = (4700 N, 2400 J).

KAM	ER	ZAT	ZATM2	ZATM1
L'ensemble des grains	0,57 ±0,23	1,29 ±0,88	1,49 ±0,92	1,41 ±0,95
Petits grains	0,59 ±0,51	1,24 ±0,84	1,45 ±0,91	1,33 ±0,94
Gros grains	0,40 ±0,34	1,33 ±0,92	1,57 ±0,93	1,63 ±0,96

Tableau 10. Valeur de GOS moyenne pour l'ensemble des grains et la population de PG et GG dans les différentes zones affectées Soudure obtenue avec les paramètres (F_s, E_d) = (4700 N, 2400 J).

GOS	ER	ZAT	ZATM2	ZATM1
L'ensemble des grains	0,76 ±0,95	1,89 ±1,43	2,12 ±1,55	2,06 ±1,63
Petits grains	0,76 ±0,73	1,76 ±1,26	1,98 ±1,76	1,94 ±1,94
Gros grains	0,81 ±1,22	4,02 ±2,22	5,28 ±1,74	5,92 ±1,56

Les grains ferritiques du métal à l'état de réception présentent une désorientation intra-granulaire faible ($KAM_{moyenne} = 0{,}57 \pm 0{,}23$; $GOS_{moyenne} = 0{,}76 \pm 0{,}95$), ce qui indique une densité réduite de dislocations géométriquement nécessaires ainsi qu'une faible déformation plastique. Ce type de résultat est attendu pour les matériaux ayant subi des traitements thermiques d'austénitisation suivis d'un refroidissement lent, favorisant ainsi la restauration de la microstructure par le mécanisme de recristallisation.

Une augmentation des valeurs moyennes de KAM et GOS est notée dans les trois zones affectées par le soudage, suggérant une forte déformation du réseau cristallin. Si on compare les valeurs moyennes de KAM et GOS pour l'ensemble des grains dans la ZAT, elles sont supérieures à celles

du métal à l'état de réception (environ deux fois plus élevées, voir Tableau 9 et Tableau 10). Cette augmentation peut être attribuée principalement aux cycles thermiques subis par la ZAT. En ce qui concerne l'ensemble des grains dans la ZATM2 et la ZATM1, on peut observer que les valeurs moyennes de KAM et GOS sont similaires et supérieures à celles de la ZAT, mettant ainsi en évidence les effets de la déformation plastique subie par la ZATM2 et la ZATM1 sur la distribution des désorientations intra-granulaires. En outre, la faible désorientation intra-granulaire moyenne dans la ZAT par rapport à la ZATM2 et la ZATM1 est en accord avec les mesures de dureté.

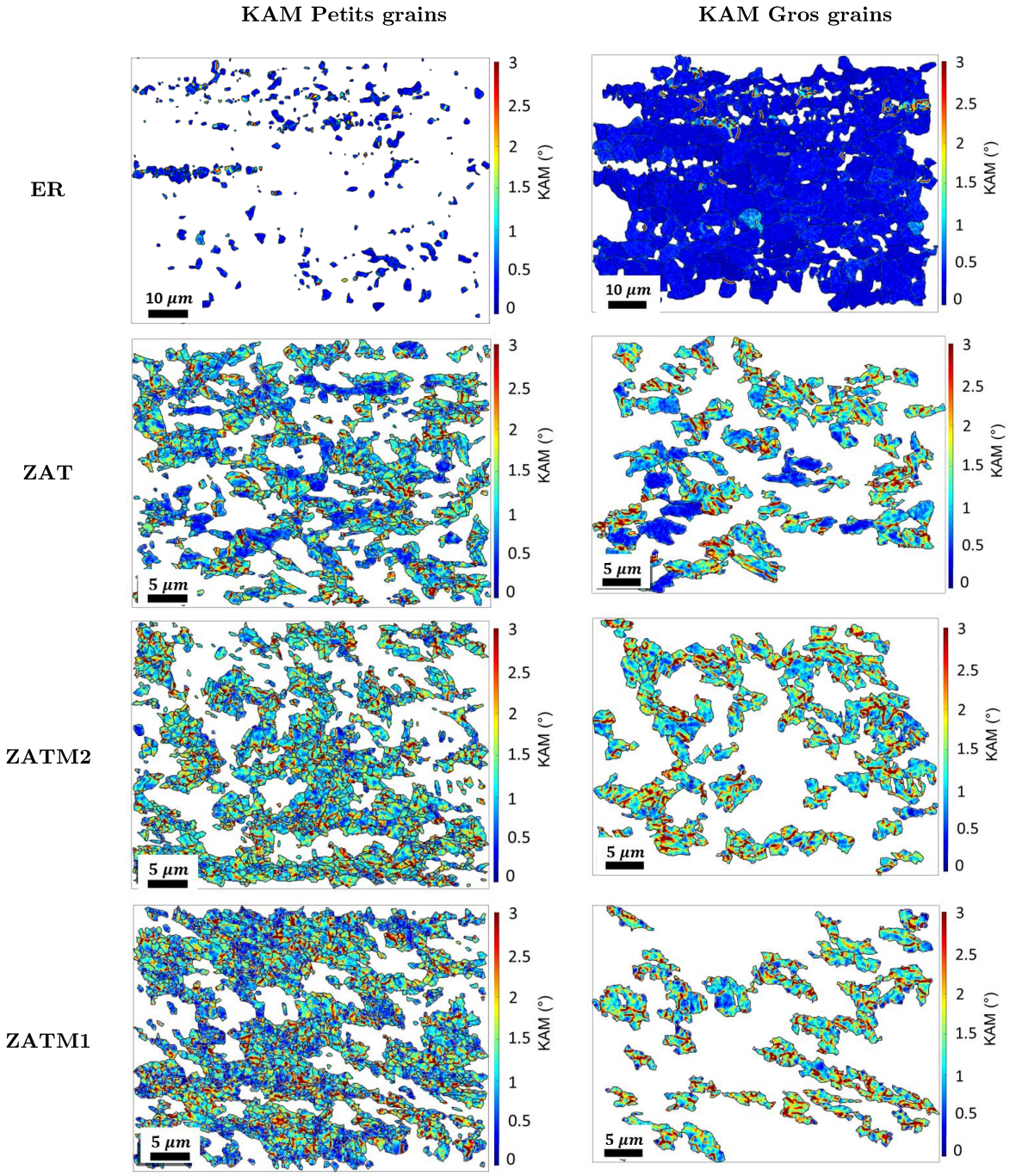


Figure 49. Cartographies des valeurs de KAM pour les petits et les gros grains pour le métal à l'état de réception, la ZAT, ZATM2 et la ZATM1. Soudure obtenue avec les paramètres (F_s, E_d) = (4700 N, 2400 J).

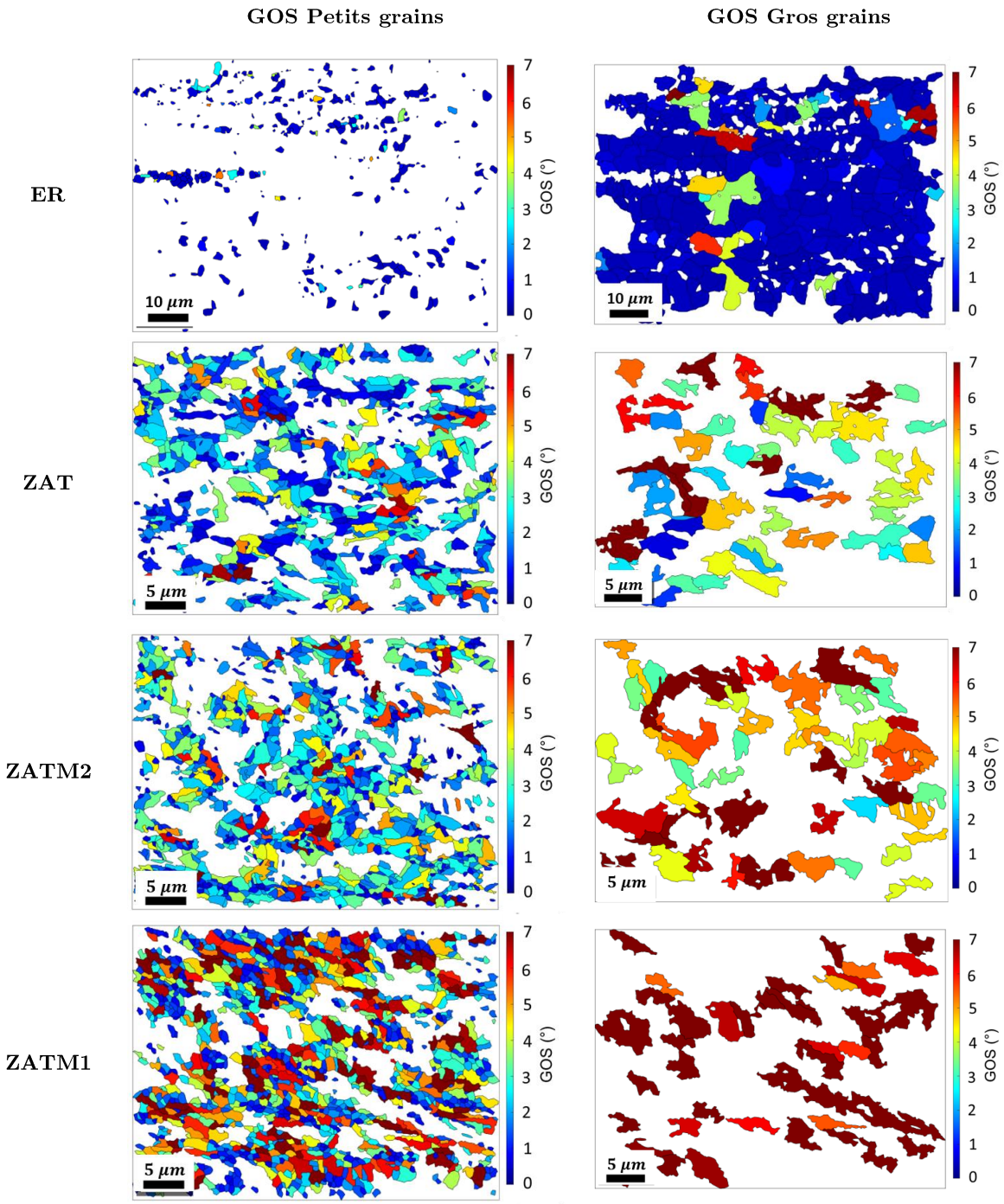


Figure 50. Cartographies des valeurs de GOS pour les petits et les gros grains pour le métal à l'état de réception, la ZAT, ZATM2 et la ZATM1. Soudure obtenue avec les paramètres (F_s, E_d) = (4700 N, 2400 J).

On peut également observer, dans les cartographies KAM et GOS, une hétérogénéité de la microstructure dans les différentes zones affectées (Figure 49 et Figure 50). Des régions présentant une faible valeur de KAM (inférieure à 1) indiquent une faible déformation locale du réseau cristallin. Les valeurs moyennes élevées de GOS (supérieures ou égales à 5°, voir Tableau 10) des GG dans la ZATM2 et la ZATM1 pourraient indiquer une déformation intra-granulaire significative. En revanche, les PG sont caractérisés par des valeurs plutôt faibles de GOS (inférieures à 2°, voir Tableau 10) suggérant une faible déformation intra-granulaire. Ces

hétérogénéités locales peuvent également signaler l'occurrence de mécanismes de recristallisation, de déformation plastique et la présence de martensite

3.3.3 Discussion sur les effets du SPR sur la microstructure de l'acier 11Cr-ODS

Les cycles thermomécaniques variés induits localement par le SPR sur l'acier 11Cr-ODS conduisent à l'apparition d'une microstructure cristalline complexe. Les mesures de dureté et les analyses EBSD mettent en évidence une augmentation de la dureté, la présence de martensite, un affinement de la microstructure, un changement de la texture et une évolution de la distribution des joints de grains et de la désorientation intra-granulaire dans les différentes zones affectées.

L'évolution de la microstructure le long de la soudure résulte de la coexistence de plusieurs phénomènes métallurgiques se produisant simultanément. Ces mécanismes sont discutés dans des sous-sections en se basant sur les résultats présentés précédemment.

3.3.3.1 Formation de la martensite

Lors du chauffage, la nuance 11Cr-ODS subit une transformation austénitique (ferrite à l'austénite) aux températures supérieures à 840 °C. De plus, une transformation de l'austénite en ferrite delta se produit pour des températures dépassant 1250 °C (Cunat 2000). Cependant, la température maximale atteinte lors du SPR reste inférieure à 1050 °C environ, si on se base sur les résultats de la simulation numérique (Figure 44c) et l'absence de trace de phénomène de fusion. Par conséquent, il ne devrait pas y avoir de formation de ferrite delta dans ces conditions.

Pendant l'étape de refroidissement, les cinétiques de refroidissement prédites numériquement dépassent largement la vitesse critique de trempe nécessaire pour obtenir une structure martensitique (environ 2 °C/s (Durand 2021)) d'où la structure mixte ferrite/martensite obtenue. La méthode basée sur l'indice de qualité d'image moyenne par grain IQ_N, a montré que c'est la ZATM1 qui présente la fraction de martensite la plus élevée (76 %). La ZATM2 et la ZAT quant à elles, ont une fraction de martensite d'environ 50 %. Cette méthode reste néanmoins semi-qualitative pour distinguer la ferrite de la martensite, puisque l'estimation de la fraction de martensite est fortement influencée par le seuil choisi. En outre, la distribution de l'indice de qualité d'image est influencée à la fois par la phase métallurgique (ferrite ou martensite) et par le niveau de déformation plastique(Baudin 2011).

Les analyses issues du Tableau 8 indiquent que la formation de martensite serait principalement associée aux PG, dont la taille moyenne est inférieure à 2 μm. Cependant, il est important de noter qu'une ferrite fortement déformée peut également présenter une valeur plus faible de IQ_N. Par conséquent, il est difficile d'établir un lien exclusif entre les PG et la présence de martensite. De plus, une fraction de martensite plus élevée serait attendue dans les zones subissant plus de

déformation plastique, puisque la formation de martensite est favorisée par celle-ci (Naderi et Bleck 2007). Une fraction de martensite plus élevée est donc attendue au niveau du plan de joint, dans la zone la plus déformée plastiquement.

Il est important de noter que dans le métal à l'état de réception, cette méthode détecte une fraction de martensite de 30%. Cependant, il est à souligner que la présence de cette phase n'est pas anticipée après le traitement thermique appliqué après filage (Erwann 2015).

La création d'une microstructure biphasée, constituée à la fois de grains de ferrite et d'autres de martensite, peut influencer la localisation de la déformation plastique lors de sollicitations mécaniques. De plus, la martensite peut également favoriser la fragilisation de l'assemblage, notamment en présence de contraintes résiduelles générées pendant le SPR. En effet, il a été montré qu'en service, à des températures de l'ordre de 650 °C, la relaxation de contraintes résiduelles, associée à la fragilisation des joints de grains par la précipitation de phases secondaires, peut conduire à de la fissuration inter-granulaire (Sung, Heo, et Kim 2017; L. Zhang et al. 2020). Ce type de fissuration, normalement observé dans la ZAT des matériaux soudés (par les procédés avec fusion de matière), peut être limité par la mise en place de traitements thermiques post-soudage. L'effet de post-traitements thermique sera abordé dans le Chapitre 4.

3.3.3.2 Raffinement de la microstructure

Le raffinement de la microstructure, ainsi que la forte augmentation de la population de LAB constatée dans les différentes zones affectées par le soudage peuvent être attribuées à la déformation plastique à haute température et aux phénomènes de recristallisation dynamique. Lors de la déformation, des réarrangements substantiels des dislocations se produisent, formant des structures telles que des murs ou des cellules de dislocations. Ces réarrangements favorisent la recristallisation lorsque le matériau est exposé à des températures élevées (Nawrocki et al. 2003; Yvon et Carré 2009; Castan 2011; Mandal, Bhaduri, et Subramanya Sarma 2011).

L'augmentation de la population de LAB pourrait être corrélée à la présence de martensite dans les zones affectées et aux désorientations développées au niveau des sous-joints de latte, comme il a été reporté par Zilnyk et al (Zilnyk et al. 2015). Les LAB agissent comme des obstacles aux dislocations, augmentant ainsi la dureté et par conséquent, la limite d'élasticité du matériau suivant la loi définie par Hall et Petch (Hall 1951). La formation de sous-joints de grains a également un impact sur l'écrouissage du matériau, entraînant une augmentation plus significative de la composante isotrope de la contrainte (non thermiquement activée) (Haddou, Gaudin, et Feaugas 2001; Giroux et al. 2010). Cependant, les LAB peuvent également agir comme des points de concentration de contraintes et de précipitation de phases secondaires aux températures élevées ce qui peut favoriser la propagation de fissures dans les matériaux (Boellinghaus, Lippold, et Cross 2016; Kromm et al. 2020; L. Zhang et al. 2020; Py-Renaudie et al. 2023).

En corrélant les analyses de la fraction surfacique de LAB (Figure 48) et de la martensite dans les différentes zones affectées (Tableau 8), on peut observer une augmentation de la fraction surfacique de LAB et de la fraction de martensite entre le métal à l'ER et la ZAT. Ceci suggère que le durcissement dans la ZAT peut être essentiellement associé à la formation de martensite et au nombre de dislocations. Entre la ZAT et la ZATM2, aucune différence notable n'est observée dans la fraction de LAB et la fraction de martensite. Cependant, les valeurs de dureté dans la ZATM2 sont plus élevées que dans la ZAT. Le durcissement dans la ZATM2 peut donc être attribué à la fraction de martensite, qui pourrait être sous-estimée par la méthode utilisée pour distinguer la ferrite de la martensite. De plus, la taille des grains dans la ZATM2 est plus petite, comme indiqué dans le Tableau 6, ce qui peut également contribuer au durcissement observé. Enfin, entre la ZATM2 et la ZATM1, bien que la fraction de LAB soit similaire, la fraction de martensite est plus importante dans la ZATM1, suggérerait ainsi un effet de durcissement associé principalement à la martensite.

3.3.3.3 Recristallisation dynamique

En général, une valeur élevée de KAM (supérieure à 1°) est obtenue pour les grains ayant subi d'importantes déformations du réseau cristallin. En revanche, les grains recristallisés présentent une valeur de KAM plus faible (inférieure à 1°) (Boulnat et al. 2014). L'analyse de la valeur de KAM peut servir de critère pour étudier les mécanismes de transformation de phase et de recristallisation dans les différentes zones affectées par le soudage. Toutefois, sa valeur est fortement impactée les paramètres d'analyse sélectionnés comme le pas d'analyse et le rayon d'analyse (Wright, Nowell, et Field 2011).

A l'inverse, la valeur de GOS n'est pas influencée par les paramètres d'acquisition. Cette analyse mesure la différence entre l'orientation moyenne du grain et toutes les mesures effectuées en son sein. C'est un paramètre lié à l'état de déformation du matériau, fréquemment employé dans la littérature pour mettre en évidence les grains recristallisés lors de la déformation à chaud des aciers ODS ou pas. Les grains avec une valeur de GOS inférieure à 2° sont considérés comme des grains recristallisés (Mandal, Bhaduri, et Subramanya Sarma 2011; Behera et al. 2016; Eleti et al. 2019; J. Zhang, Zhang, et Yan 2022).

La formation de la ZAT est principalement attribuable au cycle thermique appliqué lors du soudage, même si la durée de maintien à des températures supérieures à A_{c3} est très courte (à peine 0,12 s). Néanmoins, ce laps de temps semble suffisant pour permettre la transformation de phase lors du soudage, ce qui est confirmé par ailleurs par la présence de martensite au sein de la ZAT. Les valeurs moyennes de KAM et GOS augmentent (voir Tableau 9, Tableau 10 et Tableau 11) lorsqu'on les compare à celles du métal à l'état ER et de la ZAT, ce qui est en accord avec les effets de la température et de la transformation de phase. En ce qui concerne la valeur moyenne de GOS dans la ZAT pour l'ensemble des grains, elle est légèrement inférieure à 2°. Pour les PG, la valeur moyenne reste inférieure à 2°, tandis que pour les GG, elle

est supérieure à 2°. Selon le critère de 2°, cela suggère la possibilité de recristallisation dynamique dans cette zone. Cependant, les valeurs de déformation plastique et de température atteintes dans la ZAT sont faibles pour activer le mécanisme de recristallisation dynamique. Ces PG à faible valeur de GOS ($\leq 2°$) pourraient donc correspondre à des grains ferritiques non-transformés lors du soudage, en raison de l'orientation cristalline, de la taille de grain ou même des hétérogénéités locales en composition chimique.

Tableau 11. Fractions surfaciques des grains ayant une valeur de GOS inférieure ou supérieure à 2° dans le métal à l'état de réception et la ZAT. La fraction de ferrite et de martensite associée aux grains ayant une valeur de GOS inférieure ou supérieure à 2° est indiqué. Soudure obtenue avec les paramètres (F_s, E_d) = (4700 N, 2400 J).

	ER				**ZAT**			
Fraction surfacique (%)	GG		PG		GG		PG	
GOS ≤ 2° dont	88,5		90		19		47	
	Ferrite	Martensite	Ferrite	Martensite	Ferrite	Martensite	Ferrite	Martensite
	58	42	89	11	23	77	55	45
GOS > 2° dont	11,5		10		81		53	
	Ferrite	Martensite	Ferrite	Martensite	Ferrite	Martensite	Ferrite	Martensite
	49	51	46	54	54	46	67	33

Sur la base d'une analyse approfondie de la microstructure et de l'évolution de la texture de l'acier 9Cr-ODS, Le Gloannec (Le Gloannec 2016) montre que la recristallisation dynamique est fortement liée à la température et au niveau de déformation appliqués sur le matériau, ainsi qu'à la vitesse de déformation. Il a également attribué l'origine d'une microstructure martensitique plus fine dans les ZATM à la recristallisation dynamique discontinue (RDD), en raison du raffinement de la microstructure austénitique avant la transformation martensitique. Cette observation serait en accord avec la microstructure à grains fins, présentant majoritairement une valeur de GOS inférieure à 2°, observée pour la nuance 11Cr-ODS. La fraction de grains recristallisés dans la ZATM1 et la ZATM2 est estimée respectivement à 26 % et 20 %. Cette fraction de grains recristallisés correspond uniquement à des PG dont 55 % sont martensitiques (Tableau 12).

Il a toutefois été noté que l'estimation de la fraction de grains recristallisés reste difficile en se basant uniquement sur les valeurs de GOS et sur un seuil critique de 2°. En effet, dans la littérature, ce seuil critique de 2° a été principalement utilisé pour distinguer des grains recristallisés de ceux déformés par des procédés de mise en forme, notamment l'extrusion, qui induisent des vitesses de déformation et des cinétiques de chauffage et de refroidissement largement inférieures à celles rencontrées dans le SPR (Wright, Nowell, et Field 2011; Rajesh et al. 2017; G. Zhang et al. 2015). Ce critère de 2° peut donc conduire à des erreurs dans la quantification de la fraction de grains recristallisés dans notre cas, en raison de la différence importante entre les cycles thermomécaniques induits par la SPR et ceux rapportés dans la littérature.

Le Tableau 12 indique que la ZATM1 et la ZATM2 présentent un comportement microstructural différent, bien que la fraction de grains ayant un GOS inférieur à 2° sont similaire (26 % et 20 %, respectivement). En effet, dans la ZATM2 (T > 1000 °C, $0 < p <$0,5) la population des grains ayant un GOS supérieur à 2° (« mal » recristallisés) correspond majoritairement à la ferrite, pour les deux populations de grain. En revanche, dans la ZATM1 (T > 1000 °C, $p >$0,5), les GG et les PG sont principalement martensitiques. Cette observation peut être attribuée à la déformation plastique favorisant ainsi la formation de martensite dans la ZATM1 (Baudin 2011). De plus, la fraction plus élevée de ferrite dans la ZATM2 laisse supposer la présence de ferrite résiduelle.

Enfin, il convient à noter que dans la ZATM1 et la ZATM2, la situation est complexe en ce qui concerne la quantification de la fraction des grains recristallisés, pour les raisons évoquées dans le paragraphe précédent. Les grains recristallisés peuvent avoir une valeur de GOS inférieure à 2°, mais les grains ayant une valeur de supérieure peuvent également être des grains recristallisés. En effet, ce critère de 2° peut être plus facilement appliqué après le traitement thermique pour évaluer la fraction de grains recristallisés (cf. chapitre 4).

Tableau 12. Fractions surfaciques des grains ayant une valeur de GOS inférieure ou supérieure à 2° dans la ZATM2 et la ZATM1. La fraction de ferrite et de martensite associée aux grains ayant une valeur de GOS inférieure ou supérieure à 2° est indiquée. Soudure obtenue avec les paramètres (F_s, E_d) = (4700 N, 2400 J).

	ZATM2				**ZATM1**			
Fraction surfacique (%)	**GG**		**PG**		**GG**		**PG**	
GOS ≤ 2°	0		33		0		62	
	Ferrite	Martensite	Ferrite	Martensite	Ferrite	Martensite	Ferrite	Martensite
dont	-	-	40	60	-	-	45	55
GOS > 2°	100		67		100		38	
	Ferrite	Martensite	Ferrite	Martensite	Ferrite	Martensite	Ferrite	Martensite
dont	64	56	67	33	40	60	24	74

Effectivement, la cinétique de refroidissement très rapide semble indiquer une formation préférentielle de martensite. Néanmoins, la ferrite pourrait également se former à des vitesses de refroidissement élevées, étant donné que sa formation est favorisée par la déformation de l'austénite à haute température (Khlestov, Konopleva, et Mcqueen 1998; Hanlon, Sietsma, et Zwaag 2001). Il est également possible que la fraction de grains recristallisés corresponde à de la ferrite résiduelle. La présence de cette phase peut être associée à une distribution plus dense de nano-oxydes, ce qui peut empêcher la transformation de ferrite en austénite lors du chauffage, comme suggéré par Durand et al. (Durand et al. 2022). Toutefois, il apparaît très compliqué d'attribuer la fraction de grains recristallisés à la ferrite formée à partir de l'austénite ou recristallisée à partir de la ferrite résiduelle.

3.3.3.4 Effet du soudage sur la distribution de nano-oxydes

Des analyses MET étaient prévues pour évaluer l'effet du soudage sur la distribution des nano-oxydes dans les différentes zones affectées de l'acier 11Cr-ODS. Cependant, ces analyses n'ont

pas pu être réalisées dans le cadre de ce travail. D'autres recherches disponibles dans la littérature portent sur l'effet du SPR sur la taille et la fraction volumique des nano-oxydes. Par la diffusion des rayons X aux petits angles (DXPA), Le Gloannec (Le Gloannec 2016) a mis en évidence l'augmentation du diamètre des nano-oxydes de 2 nm à 7 nm au niveau du plan de joint associé à une diminution de fraction volumique de nano-oxydes ayant un diamètre de l'ordre de 1 nm. Ces observations sont en accord avec les analyses MET réalisées par Lear et al. (Lear et al. 2022). Pour le cas de l'acier 11Cr-ODS, il est également envisagé que le SPR puisse impacter la taille et la distribution des nano-oxydes, notamment dans la zone fortement déformée, la ZATM1. Cette modification pourrait avoir localement des répercussions sur les propriétés mécaniques de la ZATM1 par rapport aux autres zones affectées par le SPR et au métal à l'état de réception, étant donné qu'une dispersion fine et homogène de nano-oxydes induits des bonnes propriétés mécaniques (Klueh et al. 2005).

3.3.4 Synthèse

Dans cette partie de chapitre, l'objectif était d'évaluer les effets du SPR sur la microstructure de l'assemblage bouchon-gaine en acier 11Cr-ODS, qui n'ont jamais été étudié dans la littérature à notre connaissance. Il a été montré que les sollicitations thermomécaniques sévères, localisées dans une zone très réduite d'une largeur d'environ 1 mm autour du plan de joint, génèrent des hétérogénéités de microstructures et la présence de trois zones affectées. Ces trois zones, ZAT, ZATM2 et ZATM1, peuvent être distinguées par la température et la déformation plastique maximales subies lors du soudage, les valeurs de dureté mesurées après soudage et les caractéristiques microstructurales complexes. Afin de mieux comprendre l'effet des modifications microstructurales sur la résistance mécanique de l'assemblage soudé, il est impératif d'accéder aux propriétés mécaniques des différentes zones affectées par le soudage et de déterminer la contribution de chacune à la résistance mécanique globale de l'assemblage soudé. Cependant, la taille très réduite des différentes zones affectées et la géométrie particulière de l'assemblage soudé « gaine-bouchon » rendent très difficile la réalisation et le choix d'éprouvettes appropriées pour atteindre les objectifs mentionnés. Dans ce but et afin d'analyser les effets des changements microstructuraux sur la résistance mécanique des assemblages soudés, une approche numérique est proposée pour le dimensionnement des éprouvettes mécaniques. Cette conception vise à localiser les sollicitations au sein de la zone soudée comme cela est détaillé dans la section suivante.

3.4 Caractérisation mécanique des assemblages soudés par des essais de traction bouchon-gaine

Pour une meilleure compréhension de l'impact de ces modifications microstructurales sur le comportement mécanique de l'assemblage soudé, il semble essentiel d'accéder et d'évaluer la tenue mécanique de tout l'assemblage en localisant les sollicitations dans les zones impactées par

le SPR. Compte tenu de la taille réduite de ces zones (ZAT, ZATM2 et ZATM1), ainsi que de la géométrie complexe et des dimensions de ces assemblages, le choix d'une éprouvette appropriée permettant de solliciter mécaniquement le joint soudé et ainsi, d'étudier le comportement mécanique des assemblages soudés, s'avère être challenge. Afin de relever ce défi, le dimensionnement d'éprouvettes de type « bouchon-gaine » a été réalisé en s'appuyant sur la simulation numérique de ces essais (logiciel Cast3M (Cast3M 2021)). Ce type d'éprouvette spécifique a déjà été préalablement utilisée dans la littérature. Cependant, les auteurs ne cherchaient pas à localiser les sollicitations mécaniques dans la zone soudée ; par différentes tests de traction (Seki et al. 2004; Jerred et al. 2018; Jian Gan et al. 2019) et d'éclatement (Seki et al. 2004), ces auteurs veulent uniquement montrer que la rupture se fait en dehors de la zone soudée. Les résultats de l'étude numérique utilisée pour le dimensionnement des éprouvettes sont présentés en Annexe 4. Cette approche a permis de restreindre la sollicitation mécanique à la zone soudée et d'accéder ainsi à sa résistance mécanique.

Cette nouvelle configuration d'éprouvettes de traction comprend trois parties du côté de la gaine (Figure 51) : une partie creuse d'épaisseur et de diamètres similaires à ceux de la gaine, une partie pleine et une partie filetée. Afin de favoriser la localisation des sollicitations mécaniques au niveau de la soudure, la longueur de la partie creuse de la gaine a été réduite, tout en faisant les ajustements nécessaires dans la partie pleine, pour maintenir la soudure centrée dans la zone utile de l'éprouvette. Une longueur utile L_u de 2 mm a finalement été retenue pour les éprouvettes testées dans la suite de cette étude sur le comportement en traction des assemblages « gaine-bouchon ». Il convient aussi de noter que la simulation numérique permet d'affirmer qu'il est difficile de localiser les sollicitations mécaniques entièrement au niveau de la soudure avec une géométrie d'éprouvette de type « bouchon-gaine » (Annexe 4).

Les éprouvettes de traction ont été soudées avec les paramètres opératoires suivants : $(F_s, E_d) = (4700\ \text{N}, 2400\ \text{J})$. Le protocole expérimental de soudage est celui présenté dans le Chapitre 2. Les essais de traction ont été réalisés à l'Institut Pprime (Poitiers) avec une machine de traction modèle Instron 8562 de capacité max 100 kN (vérin électromécanique) équipée d'un four à résistance modèle Severn Furnaces. Des lignes d'amarrage spécialement usinées pour ces essais ont été employées, permettant ainsi l'utilisation d'éprouvettes d'une longueur totale de 45 mm, tout en assurant que la soudure se trouve au milieu du four utilisé lors des essais en température. Le dispositif utilisé est présenté Figure 52.

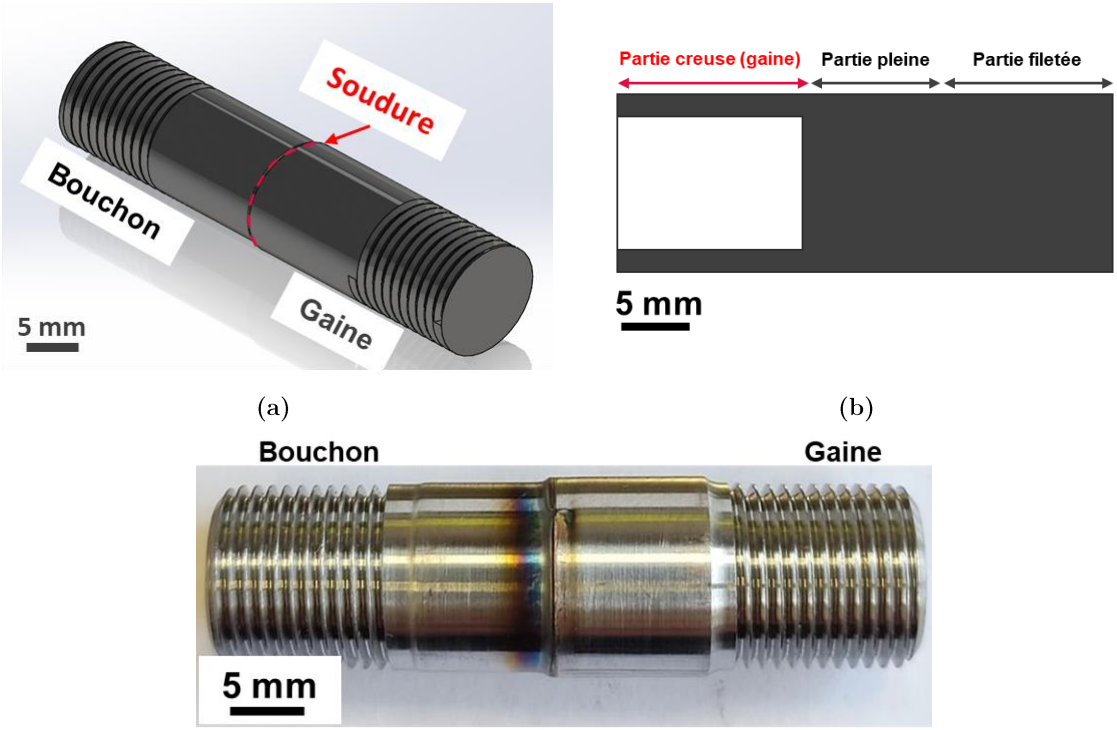


Figure 51. (a) Représentation 3D de l'éprouvette « bouchon-gaine » conçue pour les essais de traction. (b) Schéma 2D de la partie gaine utilisée (vue en coupe longitudinale). (c) Eprouvette « bouchon-gaine » soudée avec une longueur utile L_u de la partie creuse de la gaine de 2 mm. Paramètres de SPR : (F_s, E_d) = (4700 N, 2400 J).

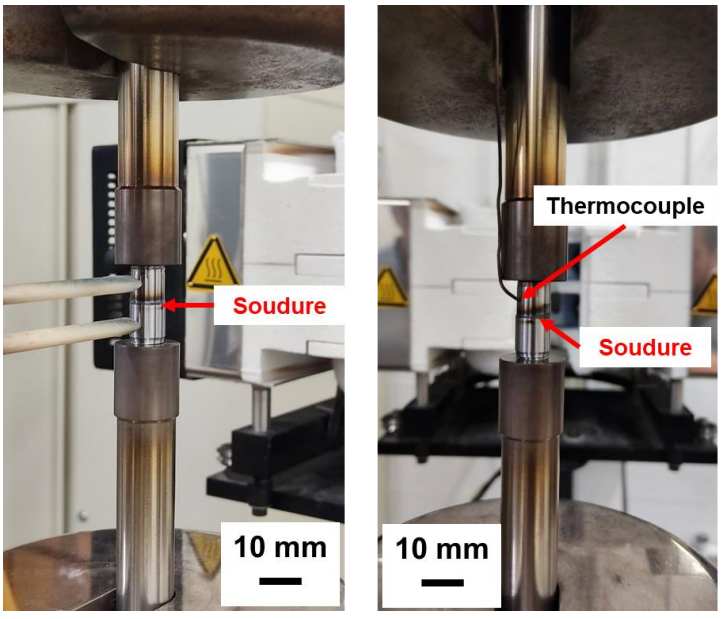


Figure 52. Photographies de la machine de traction Instron 8562 avec une éprouvette « gaine-bouchon » positionnée avec (a) un extensomètre pour un essai à température ambiante et (b) un thermocouple pour un essai à 600 °C.

Des éprouvettes en acier P91 et en acier 9Cr-ODS ont été usinées, en raison du faible stock d'acier 11Cr-ODS restant et du nombre d'essais prévus. Pour rappel (cf. Section 2.3), ces aciers se comportent de façon similaire à l'acier 11Cr-ODS lors des sollicitations thermomécaniques

subies lors du SPR. De plus, dans le cas de l'acier 9Cr-ODS, les microstructures dans les différentes zones sont également semblables à celles observées pour l'acier 11Cr-ODS, notamment en termes de gradient de dureté, d'affinement de la microstructure et de changement local de la texture (Annexe 5).

Les essais ont été réalisés à température ambiante et à 600 °C. Ce choix de la température se justifie par l'ordre de température maximale envisagée lors du fonctionnement du gainage de combustible dans les réacteurs RNR-Na. Les essais ont été effectués en contrôlant le déplacement du vérin. La déformation a été continuellement suivie à l'aide d'un extensomètre positionné de part et d'autre de la soudure (Figure 52.a). Les essais ont été effectués à une vitesse de déformation constante de $\mathbf{7.10^{-4}}\ s^{-1}$. Pour les essais à 600 °C, les éprouvettes ont été percées et instrumentées par un thermocouple de type K coté bouchon, afin de contrôler la température au voisinage de la zone soudée (Figure 52.b). La vitesse de chauffage choisie est de à 10 °C/min (idem rampe de chauffage utilisé pour les analyses par DSC), avec un temps de maintien de 40 minutes pour homogénéiser la température avant de débuter l'essai de traction. Ces essais ont tous été réalisés sous atmosphère non-contrôlée.

Les courbes de traction contrainte-déformation ne sont pas employées dans cette étude puisque la géométrie de l'éprouvette utilisée génère un chargement complexe dans la zone soudée, différent de la sollicitation d'un essai de traction uni axiale. Dans la suite, les courbes force-déplacement mesurées lors des essais sont présentées (Section 3.4.1) et comparées à celles issues de la simulation numérique (Section 3.4.4) pour aider à l'interprétation des résultats.

3.4.1 Résultats expérimentaux des essais de traction bouchon-gaine

Le Tableau 13 synthétise les différents essais réalisés, indique la force maximale atteinte et la localisation de la rupture pour chaque essai. La Figure 53 présente les courbes force-déplacement mesurées pour l'ensemble des essais réalisés pour les aciers P91 et 9Cr-ODS.

Tableau 13. Synthèse des conditions des essais de traction réalisés avec la géométrie de l'éprouvette « bouchon-gaine » en fonction de l'alliage testé.

Matériaux	Référence d'essai	T (°C)	F_{max}(kN)	Zone de rupture
P91	E1-P91	Ambiante (20°C)	10,8	Dans la zone soudée
	E2-P91		10	Dans la zone soudée
	E3-P91	600 °C	6,7	En dehors de la zone soudée
	E4-P91		6,7	En dehors de la zone soudée
9Cr-ODS	E1-9Cr-ODS	Ambiante (20°C)	13,6	Dans la zone soudée
	E2-9Cr-ODS		12,2	Dans la zone soudée
	E3-9Cr-ODS	600 °C	7,3	Rupture mixte majoritairement dans la gaine
	E4-9Cr-ODS		7,2	Rupture mixte majoritairement dans la gaine

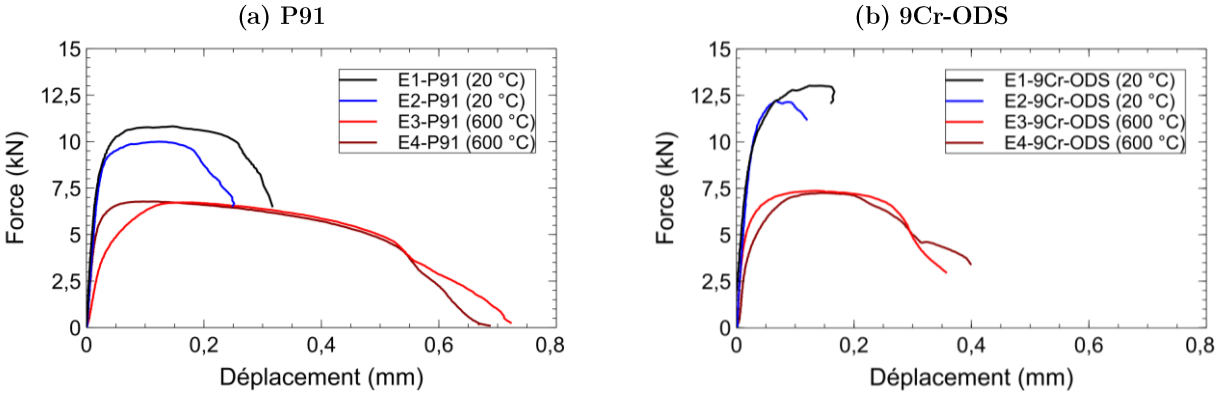
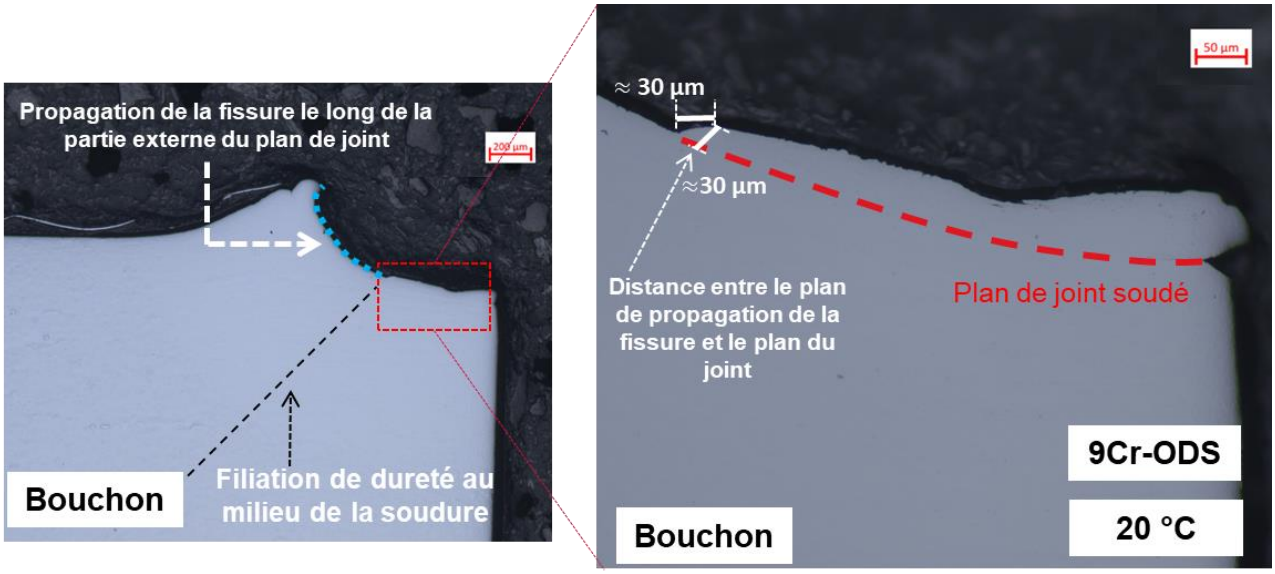


Figure 53. Courbes force-déplacement mesurées à partir des essais de traction à température ambiante (20°C) et 600 °C avec des éprouvettes de géométrie « bouchon-gaine » en aciers : (a) P91 et (b) 9Cr-ODS.

Les essais réalisés à température ambiante pour les aciers P91 et 9Cr-ODS ont tous générés une rupture au niveau de la zone soudée. Sur les sections des éprouvettes rompues (Figure 54), on peut voir la présence de deux zones avec deux modes de rupture différents : (i) une zone de rupture interfaciale, se situant à l'extérieur du plan de joint de la soudure ; (ii) une autre zone de rupture dans la zone affectée par le soudage du côté de la gaine. Un exemple de faciès de rupture est présenté Figure 55 pour l'acier 9Cr-ODS testé à température ambiante. L'analyse plus fine de ce faciès indique une rupture ductile avec présence de cupules dans la zone affectée par le soudage du côté de la gaine (Figure 55). En revanche, dans la zone extérieure de l'assemblage, on peut voir Figure 56 que la rupture a lieu au-dessus de la position initiale de la zone d'interface grâce à la présence du relief qui met en évidence que la fissure s'est propagée le long de la partie externe du plan de joint. On voit aussi la disparition des cupules au bénéfice d'un aspect granulaire. Le mode de rupture a changé avec une propagation de fissures intergranulaires dans une zone qui pourrait être localisée à l'interface des ZATM ou de la ZAT et de la ZATM2 à la vue de la taille des grains.

Pour les essais réalisés à 600 °C avec la nuance P91, les ruptures sont localisées au niveau de la gaine, en dehors de la zone soudée comme il est évident à voir en regardant la localisation du plan de joint (voir la ligne rouge en pointillées, Figure 56). Pour l'acier 9Cr-ODS, on observe des ruptures mixtes localisées dans la zone soudée mais principalement du côté de la gaine (Figure 57a,b). Un mode de rupture similaire à celui des essais réalisés à 20 °C est observé, avec deux zones de rupture : à l'extérieur du plan de joint et dans la zone affectée du côté de la gaine. La différence de localisation de la rupture entre la nuance P91 et 9Cr-ODS pourrait mettre en évidence l'influence des nano-oxydes sur celle-ci. Cependant, en raison du nombre très limité d'essais réalisés, il sera difficile de confirmer cette hypothèse. En effet, les observations des faciès de rupture des échantillons rompus à 600 °C ne permettent pas d'analyser clairement le mode de rupture de chaque zone puisque les surfaces se sont oxydées lors du refroidissement après les essais réalisés sous air.

Les résultats concernant la zone de rupture présentent des difficultés d'interprétation en raison de la complexité de la géométrie du joint soudé et de l'éprouvette « bouchon-gaine », soumise simultanément à des forces de traction, de cisaillement et de flexion. En conséquence, il n'est pas possible de caractériser directement la réponse mécanique du joint soudé en se basant uniquement sur les mesures de force et déplacement. Il est cependant intéressant de voir que même lorsque la géométrie de l'éprouvette est conçue pour localiser la sollicitation mécanique dans la zone soudée, la rupture se fait en dehors de la zone fragile (i.e. où la dureté est la plus importante) quelle que soit la température de l'essai. Par conséquent, la simulation numérique peut aider à apporter des éléments de compréhension sur les origines des modes de rupture observés en remontant aux champs de contrainte et de déformation vus dans les différentes zones, et en prenant en compte dans les calculs, les modifications des propriétés mécaniques.



(a) (b)

Figure 54. Vue en coupe de l'éprouvette de type « bouchon-gaine » rompue après essai de traction à 20 °C. Acier 9Cr-ODS, essai de traction E2-9Cr-ODS : rupture au niveau de la soudure. (a) vue globale et (b) vue zoomée sur la zone indiquée par le rectangle rouge sur la Figure 56.a.

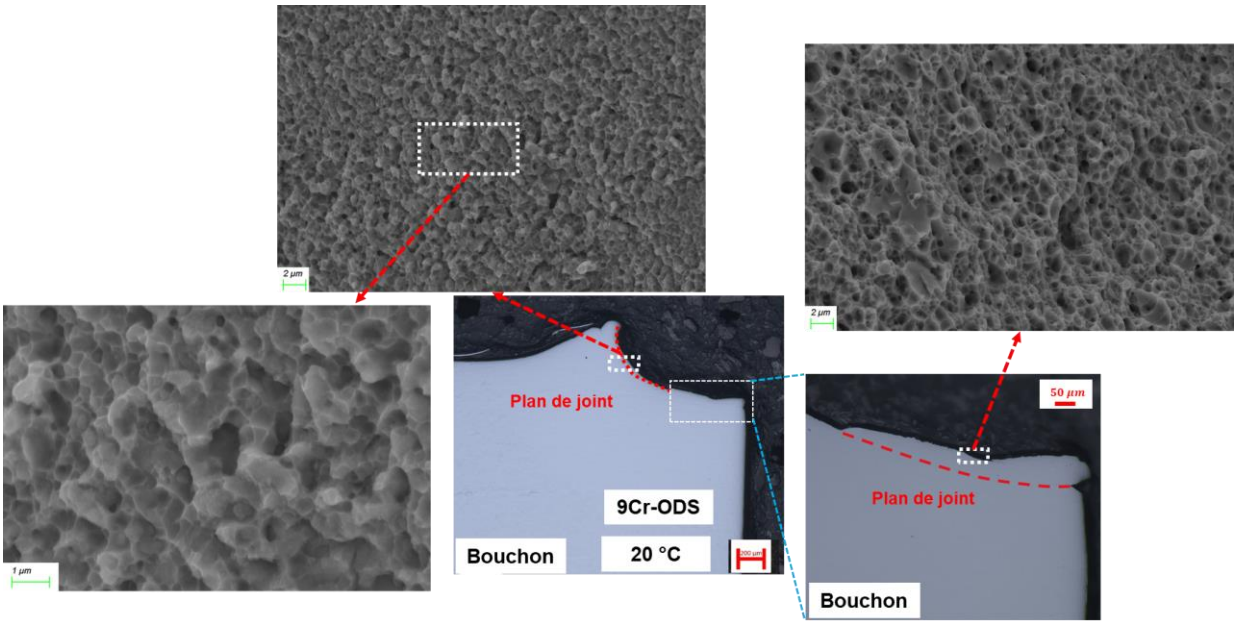


Figure 55. Essai E2-9Cr-ODS (à 20 °C). Images MEB des différents faciès de rupture. La position des zones observées est indiquée par des rectangles blancs.

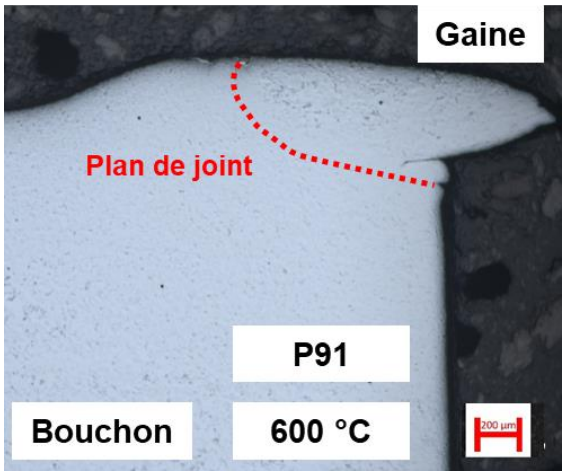


Figure 56. Vue en coupe d'une éprouvette de type « bouchon-gaine » rompue après essai de traction à 600 °C. Acier P91, essai de traction E3-P91 : rupture coté gaine.

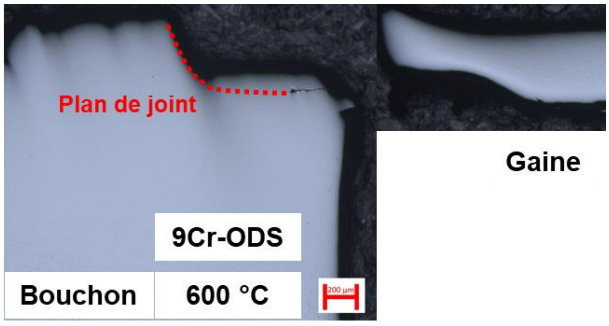


Figure 57. Vue en coupe d'une éprouvette de type « bouchon-gaine » rompue après essai de traction à 600 °C. Acier 9Cr-ODS, essai de traction E3-9Cr-ODS : rupture mixte majoritairement dans la gaine.

3.4.2 Simulation numérique des essais de traction avec éprouvettes « bouchon-gaine » en acier 9Cr-ODS

Il existe plusieurs approches dans la littérature pour simuler des essais mécaniques sur des éprouvettes présentant des zones affectées par le soudage. La méthode la plus couramment employée consiste à modéliser les différentes zones affectées avec des lois de comportement établies à partir d'essais de traction réalisés sur des éprouvettes prélevées dans chacune de ces zones (Nguyen 2009; Chanh 2022; Py-Renaudie 2023). Cette approche est principalement utilisée lorsque les zones affectées par le soudage sont suffisamment grandes pour permettre le prélèvement d'éprouvettes pour les essais de traction.

Lors du soudage SPR en configuration « bouchon-gaine », le prélèvement d'éprouvettes dans chaque zone affectée s'avère impossible à mettre en œuvre, en raison de leurs tailles très réduites (inférieure à 0,5 mm par zone) et de leurs géométries particulières. Une alternative serait de reproduire les microstructures représentatives des microstructures de soudage par des essais Gleeble, comme a fait Le Gloannec (Le Gloannec 2016). Des éprouvettes de traction de plus grande taille pourrait être ensuite prélevées et utilisées pour des essais mécaniques afin d'identifier les lois de comportement spécifiques aux différentes zones (Dancette 2009; Huin 2017). Cependant, comme il a été montré par Le Gloannec (Le Gloannec 2016), reproduire les cycles thermomécaniques rencontrés en SPR par des essais Gleeble est difficile, en raison des vitesses de déformation très élevées appliquées lors du SPR et des configurations d'éprouvettes à utiliser pour ce faire.

Certains auteurs se limitent donc à des essais expérimentaux sur des éprouvettes contenant la soudure et estiment la résistance mécanique des zones affectées en se basant sur des lois empiriques à partir de mesures de dureté (Cahoon 1972; Bardelcik et al. 2012). Cette méthode reste discutable et ne permet pas d'accéder avec précision aux propriétés mécaniques de chaque zone. Par ailleurs, les nuances d'aciers ODS, récemment développées, sont encore mal connues en termes de lois de comportement empiriques permettant de prédire le comportement élastoplastique à partir de mesures de dureté.

Une dernière approche consiste à intégrer les résultats issus de la simulation du procédé de soudage dans les données de départ de la simulation des essais mécaniques. Cela permet entre autres de prendre en compte les contraintes résiduelles induites par le procédé dans les simulations des essais de traction (C. Chen et al. 2019). De plus, les zones affectées sont définies directement à l'aide des champs de températures prédits par la simulation numérique du soudage.

Dans cette étude, cette dernière approche est adoptée. Elle permet de prendre en compte les contraintes résiduelles et les déformations engendrées par le soudage dans les différentes zones, afin de suivre leur évolution lors de la simulation des essais mécaniques. L'objectif de la simulation

numérique des essais de traction avec éprouvettes type « bouchon-gaine » est d'apporter des éléments de compréhension sur les modes de rupture observés expérimentalement.

3.4.3 Description du modèle éléments-finis

La Figure 58 présente le maillage en géométrie 2D-axisymétrique de l'éprouvette « bouchon-gaine » présentant la géométrie retenue pour les essais dans cette étude. Ce maillage est composé d'éléments finis linéaires quadrangles (QUA4 dans la bibliothèque du logiciel Cast3M). Le maillage est spécialement raffiné au niveau de la soudure afin de prendre en compte les effets du soudage dans la simulation des essais de traction « bouchon-gaine ».

Les champs de contrainte, déformation totale, déformation plastique et déformation plastique cumulée (paramètre d'écrouissage) calculés lors de la simulation numérique du procédé de SPR sont projetés sur ce maillage permettant d'intégrer la présence des différentes zones précédemment identifiées (cf. Section 3.3.1). Un exemple de champ projeté est illustré pour le cas de la déformation plastique cumulée (Figure 59). Le choix d'utiliser un nouveau maillage au lieu de poursuivre le calcul avec le maillage obtenu à la fin de la simulation du procédé de SPR, est justifié par le fait que, même avec la procédure de remaillage, les éléments sont déformés au niveau des bourrelets extérieur et intérieur. Cela pourrait modifier les prédictions numériques au niveau de la zone soudée. De plus, cette projection est nécessaire pour réaliser des calculs en 3D avec un autre type d'éprouvette conçue dans le cadre de cette thèse (cf. Chapitre 5).

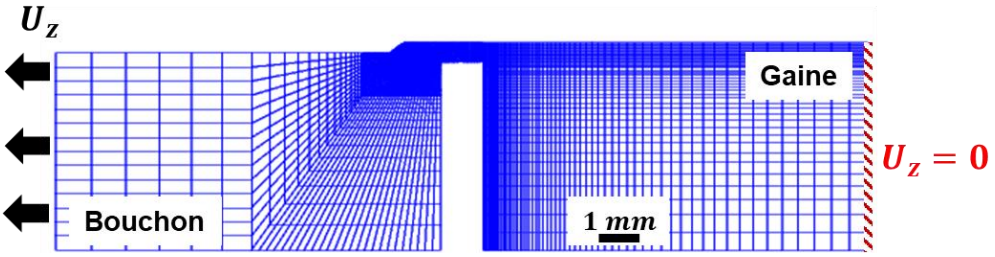


Figure 58. Géométrie et maillage de l'éprouvette « bouchon-gaine » utilisée pour la simulation numérique des essais de traction. Les conditions aux limites sont aussi indiquées sur la figure.

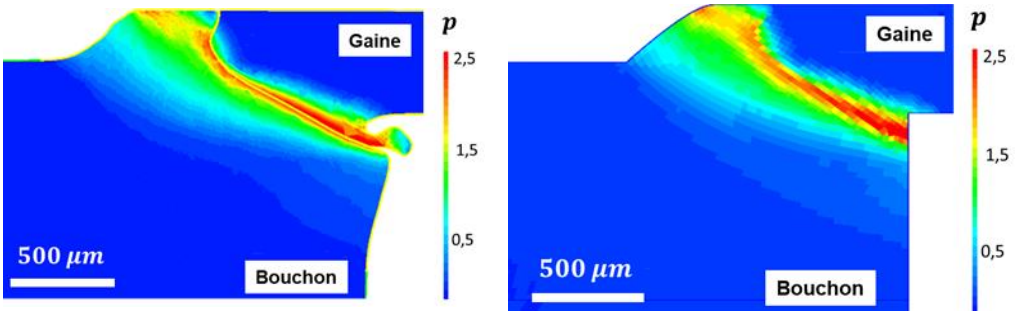


Figure 59. Comparaison entre (a) le champ de déformation plastique cumulée atteint à la fin de la simulation numérique du SPR et (b) le champ projeté utilisé pour la simulation des essais « bouchon-gaine ».

La loi de comportement utilisée pour cette simulation est la même que celle appliquée pour la simulation du procédé de SPR, à savoir une loi élastoplastique avec écrouissage isotrope (cf. Section 2.4.2). Les données des différentes propriétés des aciers (limite élastique, module d'Young, masse volumique…) utilisées pour simuler les essais de traction, sont aussi celles utilisées pour simuler le SPR. Les simulations numériques ont été réalisées aux mêmes températures que celle des essais : à 20 °C (température ambiante) et 600 °C. Deux types d'essais ont été simulés : le premier en considérant un « matériau homogène », avec des propriétés mécaniques uniformes dans toute l'éprouvette ; et le second en considérant un « matériau soudé », avec la prise en compte des champs de contrainte et de déformation liés au procédé de SPR. Les calculs sont réalisés en conditions de grands déplacements et grandes déformations.

3.4.4 Résultats de la simulation numérique des essais « bouchon-gaine »

La Figure 60 présente la comparaison entre les courbes expérimentales de force-déplacement mesurées avec les essais en nuances 9Cr-ODS et celles calculées numériquement avec les données matérielles de la même nuance. Il est à noter que la déformation plastique calculée numériquement pour le cas d'un matériau soudé est plus importante que celle obtenue pour le matériau homogène. En revanche, la force maximale simulée est plus élevée pour le matériau avec propriétés homogènes le long de l'éprouvette. Cette différence s'explique par l'état mécanique initial considéré pour chaque cas, qui impose une longueur de déformation utile réduite dans le cas du matériau soudé, en raison d'une zone pré-écrouie entre le bouchon et la gaine, due au soudage.

A température ambiante, on observe une surestimation des forces maximales prédites pour les éprouvettes homogènes et soudées par rapport à la force mesurée expérimentalement. La zone de rupture se situe au niveau du plan de joint (Figure 54) expérimentalement, tandis que numériquement la déformation se localise principalement au milieu de la partie creuse de la gaine (Figure 61a,b).

Ces différences de résultats peuvent s'expliquer par 4 facteurs principaux :

i. La non-prise en compte de la modification de la microstructure des différentes zones (taille des grains, texture, répartition des phase…). En effet, l'impact de la microstructure sur le comportement mécanique de chacune des zones peut affecter les propriétés mécaniques locales de l'assemblage soudé et le comportement final. Ceci peut se voir si on compare les résultats de la simulation du « matériau homogène » avec ceux du « matériau soudé » ;
ii. La modélisation numérique définie parfaitement le plan de joint. Dans la réalité, des défauts de liaison entre le bouchon et gaine peuvent être observés dans la région du bourrelet extérieur (cf. Chapitre 2 Section 2.2.3). Il est important de noter que cette zone est soumise à une déformation plastique plus faible à la fin du procédé de SPR (Figure

58). La non prise en compte des défauts de soudage (Figure 61) entraîne une déformation plutôt au niveau de la gaine, or des concentrations de contraintes au niveau des défauts de liaison qui apparaissent comme des amorces de fissures, pourraient favoriser la rupture de l'assemblage le long de la zone extérieure du plan de joint.

iii. La différence de surface sollicitée expérimentalement et numériquement. Expérimentalement une tolérance dimensionnelle de $\pm 0{,}05$ mm a été requise lors de l'usinage des pièces. Cependant, une légère différence dans l'épaisseur de la gaine peut entraîner une différence entre la force simulée et la force mesurée, étant donné que l'épaisseur numérique de la gaine est fixée à 0,5 mm. De plus, une différence dans la forme de la soudure expérimentale et celle modélisée peut contribuer dans une telle différence ;

iv. Le désalignement axial de l'éprouvette due à un défaut dans la machine de soudage SPR (non étudié dans ces travaux de thèse) peut également être l'origine d'une telle différence.

A une température de 600 °C, on remarque que les courbes force-déplacement pour les matériaux homogènes et soudés sont identiques et en meilleur accord avec la courbe mesurée expérimentalement (Figure 60). Ce résultat peut s'expliquer par la localisation de la déformation plastique au niveau de la gaine, à la fois expérimentalement et numériquement (Figure 61c,d).

A 600 °C, la déformation plastique cumulée simulée lors des calculs pour les deux types d'éprouvettes (matériau homogène et avec soudure) sont similaires (Figure 61c,d) contrairement aux résultats obtenus à température ambiante. Ces résultats peuvent suggérer que les défauts de manque de liaison peuvent être mieux accommodés à haute température, ce qui a entraîné la localisation de la déformation en dehors de cette zone. En outre, ces résultats peuvent également suggérer que la présence de la soudure n'a pas d'impact direct sur le déroulement de l'essai de traction à haute température. En effet, lors des essais mécaniques à 600 °C, un temps de maintien de 40 minutes à cette température a été appliqué afin d'assurer une répartition homogène de la température dans l'échantillon. Ce point sera discuté plus en détail dans le chapitre suivant. Les conditions de temps de maintien et de température favorisent ou non la restauration des propriétés mécaniques au sein de la zone soudée avec de possibles conséquences sur les propriétés mécaniques locales des zones affétées par le soudage. Or cela, n'a été pas pris en compte dans le calcul.

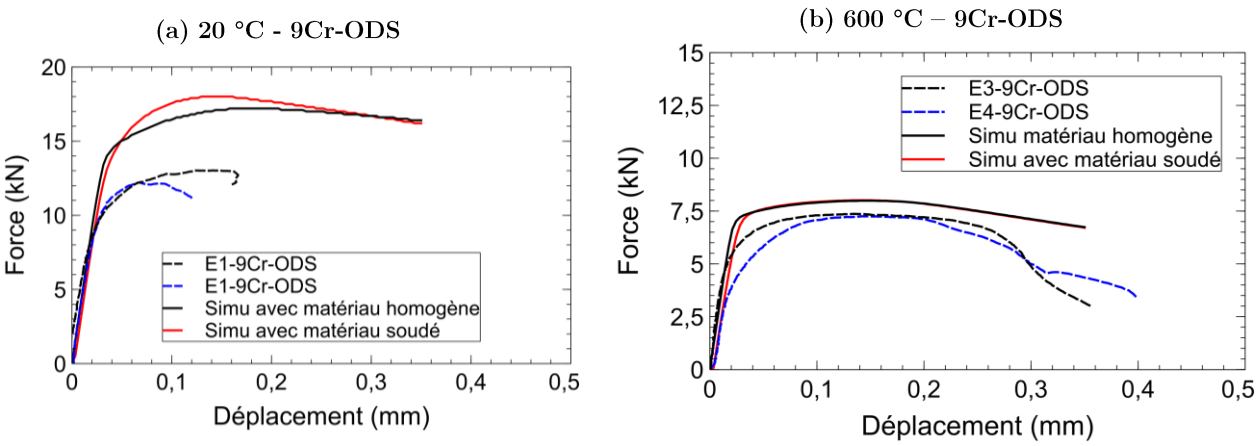


Figure 60. Comparaison des courbes force-déplacement mesurées expérimentalement avec celles simulées pour un « matériau homogène » et avec la prise en compte des effets de soudage dans l'échantillon : (a) à 20 °C et (b) à 600 °C.

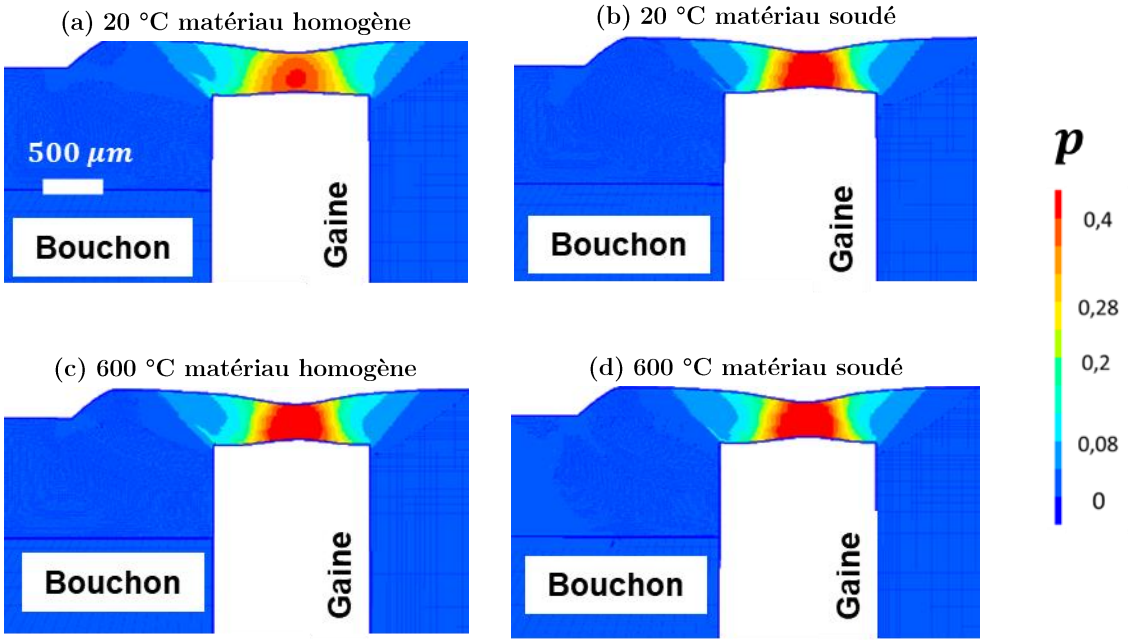


Figure 61. Comparaison des champs de déformation plastique après essai de traction : (a) et (c) avec un « matériau homogène » à respectivement 20 °C et 600 °C et (b) et (d) avec la prise en compte des effets de soudage à respectivement 20 °C et 600 °C. La déformation plastique liée au procédé de soudage n'est pas représentée dans les figures (b) et (d) pour faciliter la comparaison avec les résultats obtenus pour le « matériau homogène ». Cette omission a été faite afin de mieux distinguer les effets spécifiques de l'essai de traction sur chaque état de matériau considéré lors des simulations.

3.4.5 Discussion sur les résultats des essais mécanique bouchon-gaine

Il convient d'abord de noter que les hypothèses faites sur le mode de rupture observé reposent sur un nombre limité d'essais, en raison du faible stock de matériaux ODS, comme mentionné précédemment. Il sera sans doute nécessaire de confirmer ces résultats en multipliant le nombre d'essais à chaque température.

Lors des essais réalisés à température ambiante, la rupture de l'éprouvette s'est produite au niveau de la soudure, avec deux modes de rupture identifiés : intergranulaire, à l'extérieur du plan de joint de la soudure, et ductile dans la zone affectée par le soudage du côté de la gaine. En revanche, pour les essais à 600 °C, la rupture (de type ductile) s'est localisée principalement du côté de la gaine.

Les résultats de la simulation numérique du soudage (Figure 59) ont mis en évidence que la forme du plan de joint simulé peut être décomposé en deux parties distinctes : une première partie externe caractérisée par une déformation plastique cumulée maximale du côté du bouchon uniquement ; et une seconde partie située au niveau interne du plan de joint, caractérisée par une déformation plastique maximale de la gaine et du bouchon, formant un angle d'environ 45° entre la zone déformée et l'axe de la gaine. Ces observations sont cohérentes avec les mesures de dureté effectuée après soudage (cf. Figure 45), indiquant que la zone la plus déformée présente également une valeur de dureté plus élevée.

Le niveau plus faible de déformation observé dans la partie externe du plan de joint du côté de la gaine semble exercer une influence significative sur la résistance mécanique du joint soudé et sur le mode de rupture observé à température ambiante. Cet état de déformation peut conduire à un manque de liaison sur la partie externe du plan de joint d'une largeur très faible, inférieure à 500 nm (Figure 62). Lorsqu'une force de traction est appliquée, une décohésion de la partie externe du plan de joint due au manque de liaison observé favoriserait ainsi l'apparition d'une fissure qui se propagerait le long de cette partie externe du plan de joint (trait bleu, Figure 54).

Les observations faites sur l'échantillon en acier 9Cr-ODS rompu à 20 °C indiquent la présence d'une marche d'environ 30 μm (Figure 54), avant que la fissure continue à se propager presque parallèlement par rapport au plan de joint toujours du côté de la gaine. Pour les essais réalisés à 600 °C, des observations similaires ont été faites lorsque la fissure se produit dans la zone soudée (Figure 57).

En faisant la corrélation avec le champ de déformation plastique cumulée prédit par les simulations numériques et le chemin de propagation de la fissure (cf. Figure 54), la fissure serait bloquée et déviée au niveau de la zone la plus déformée du joint soudé (déformation plastique cumulée supérieure à 2). Cette partie du plan joint, située dans la ZATM1, est aussi caractérisée par une dureté maximale de 550 $HV_{0.1}$. Cela entraîne une limite d'élasticité et une contrainte à la rupture plus élevées que dans les autres zones. La propagation de la fissure continuerait via les zones moins déformées plastiquement (déformation plastique cumulée inférieure à 1,5), caractérisées par une dureté plus faible que celle de la ZATM1. Cependant, il est important de souligner que la compréhension du trajet de la fissure demeure particulièrement complexe, car elle requerrait une analyse de la situation dans la configuration déformée au moment où la fissure bifurque. De surcroît, cela impliquerait une étude approfondie de la mécanique de la rupture en utilisant des critères établis, lesquels dépassent probablement la portée de cette étude.

La Figure 62 présente la microstructure observée par EBSD au centre et aux extrémités (intérieur et extérieur) du plan de joint. Des différences sont visibles en termes de distribution de taille des grains (Tableau 14), distribution des désorientations intra-granulaire (Figure 63), ainsi que de fraction de grains recristallisés et de fraction de martensite dans les trois zones observées le long du plan de joint (Tableau 14). Ces variations de microstructure peuvent être attribuées au gradient des sollicitations thermomécaniques lors du SPR, notamment le niveau de déformation plastique et la vitesse de déformation (Figure 64).

Tableau 14. Fractions surfaciques et diamètres moyens des petits grains (PG), des gros grains (GG) et l'ensemble des grains (EG) dans les différentes zones affectées par le SPR le long du plan de joint. Valeurs évaluées à partir des cartographies présentées dans la Figure 46. Fraction surfacique des grains ayant une valeur de GOS $\leq 2°$ *et* $> 2°$ *et fraction de martensite présente dans les gros et les petits grains.*
Soudure obtenue avec les paramètres (F_s, E_d) *= (4700 N, 2400 J).*

	ER			**ZATM1**			**ZATM1 Externe**			**ZATM1 Interne**		
	GG	**PG**	**EG**	**GG**	**PG**	**EG**	**GG**	**PG**	**EG**	**GG**	**PG**	**EG**
Fraction surfacique (%)	92	8	100	24	76	100	10,6	89,4	100	3	97	100
d_m **(**μm**)**	3,8	0,9	1,9	2,25	0,69	0,75	2,71	0,48	1,09	2,43	0,44	0,76
Écart type	1,5	0,5	1,8	1,06	0,32	0,47	0,44	0,28	0,66	0,4	0,18	0,44
Nombre de grains	226	391	617	27	1395	1422	25	2195	2220	5	3242	3247
Fraction de GOS $\leq 2°$**(%)**	88,5	90	91	0	35	26	0	32	28	0	40	36
Fraction de GOS $> 2°$ **(%)**	11,5	10	9	100	65	74	100	68	72	100	60	64
Fraction de martensite (%)	30	51	30	70	79	76	56	58	54	82	87	87

La région extérieure et dans une moindre mesure la région au milieu, présente une fraction plus faible de martensite (respectivement 54 % et 76 %) que celle de la région intérieure estimée à 87 % environ (Tableau 14). Lors du soudage, la zone extérieure subit des niveaux de déformation et des vitesses de déformation moins élevées que les autres zones (Tableau 14). Ceci peut expliquer la diminution de la quantité de la martensite car cela limite la transformation martensitique. Une fraction plus élevée de la population de PG peut être observée dans les extrémités intérieure (97 %) et extérieure (89 %) de la ZATM1 en comparaison avec le milieu du plan de joint (76 %). Dans l'ensemble du plan de joint, la fraction de PG, ainsi que le diamètre moyen des grains a été fortement réduit en comparaison au métal à l'état de réception, la ZAT et la ZAMT2 (Tableau 6). Dans la zone interne tout comme dans la zone externe de la ZATM1, la taille moyenne d_m des PG est la plus petite (respectivement 0,44 μm et 0,48 μm) alors que dans le milieu de la ZATM1 elle est de 0,69 μm.

En se basant sur ces observations et selon Hary et al. (Hary et al. 2016), le raffinement des grains dans la phase martensitique induit une limite d'élasticité plus élevée par rapport à la phase ferritique. La fraction de martensite le long du plan de joint peut donc modifier localement les propriétés mécaniques, notamment la limite d'élasticité. De plus, en se basant sur ces observations et en accord avec l'effet Hall-Petch (Hall 1951), la présence de grains plus fins dans le matériau conduit à une limite d'élasticité plus élevée dans l'ensemble de la ZATM1 par rapport au métal à l'état de réception, la ZAT et la ZATM2. La faible différence de taille moyenne de grain entre les différentes zones investiguées le long du plan de joint pourrait justifier le changement de trajectoire de la fissure pendant l'essai de traction. En tenant compte d'un coefficient de Hall-Petch de $0{,}2\ MPa * \mathrm{m}^{0,5}$ pour un acier ferritique (Takaki 2010), ainsi que de la différence en termes de taille moyenne entre la zone centrale et les zones interne et externe de la ZATM1, une variation de l'ordre de 35 MPa pourrait être évaluée pour la limite d'élasticité. La différence de limite d'élasticité entre l'intérieur de la ZATM1 et la ZAT peut être estimée à 45 MPa. Cette différence s'élève à 100 MPa par rapport au métal à l'état de réception. Toutefois, la justification du changement de trajectoire de la fissure pendant l'essai est plus complexe, étant donné que la résistance à la fissuration est contrôlée par la ténacité qui est à son tour dépendante de la limite d'élasticité (Ritchie, Knott, et Rice 1973).

L'augmentation de la densité de dislocations, résultant à la fois de la déformation plastique et de la transformation martensitique, est également supposée augmenter la limite d'élasticité locale du matériau. Cependant, cette augmentation accroît également le risque de fragilisation du matériau en limitant l'accommodation de la déformation plastique par le mécanisme de déformation intra-granulaire (Liu et al. 2018). Les analyses KAM et GOS (Figure 63) indiquent un état de déformation moins sévère du côté intérieur de la ZATM1 par rapport à sa partie centrale. Dans cette dernière, moins de grains présentant une valeur de GOS très élevée (>7°) sont observés. En utilisant la valeur critique de 2° pour les mesures GOS afin d'évaluer le taux de recristallisation du matériau, une fraction de surface de 36 % est observée à l'intérieur du plan de joint, comparée à 26 % dans sa région médiane (Tableau 14). Cette fraction plus élevée de grains recristallisés et moins déformés, favoriserait donc l'adaptation de la déformation plastique dans cette région.

Enfin, il est important de souligner que les différences observées dans la zone de rupture entre l'assemblage P91, localisée au niveau de la gaine, et l'assemblage soudé en acier 9Cr-ODS, localisée à la fois dans la gaine et la zone soudée du côté de la gaine, pourraient être aussi la conséquence des effets des nano-oxydes sur la localisation de la déformation. En effet, un changement local dans la distribution et/ou la taille des nano-oxydes pourrait entraîner une perte locale des propriétés mécaniques, conduisant ainsi à la localisation de la déformation dans cette zone. Des essais mécaniques supplémentaires et une caractérisation de la distribution des nano-oxydes dans la zone soudée pourraient apporter des éléments de confirmation et des réponses.

3.4.6 Synthèse

Dans cette deuxième partie du chapitre, l'objectif était d'évaluer les effets des modifications microstructurales sur la résistance mécanique de l'assemblage soudé en acier 11Cr-ODS. Pour ce faire et dans le but d'accéder aux propriétés mécaniques des différentes zones affectées par le soudage afin de déterminer la contribution de chacune à la résistance mécanique globale de l'assemblage soudé, des éprouvettes spécifiques de type « Bouchon-gaine » ont été conçues pour localiser la sollicitation au niveau de la zone soudée. Les essais de traction réalisés avec ces éprouvettes ont permis d'identifier les différents modes de rupture ayant lieu dans les assemblages à 20 °C et à 600 °C. Dans le cas de faciès de rupture « mixte » où la fissure commence le long du plan de joint externe puis se propage dans la gaine, il semble évident que la rupture est amorcée par le défaut de manque de liaison car celui-ci est orienté perpendiculaire à la sollicitation mécanique. Puis, en suivant le plan de joint, la fissure est déviée et tend à venir dans la direction de sollicitation et ne peut donc plus se propager. On peut imaginer que la partie fissurée agit alors comme un bras de levier et vient « déchirer » la partie située dans la gaine. Pour ce qui est du cas de la rupture dans la gaine, la situation est plus simple. La plasticité s'amorce dans la gaine où elle se localise jusqu'à rupture. Sans défaut de manque de liaison, il est peu probable qu'une rupture se produise le long du plan de joint. Enfin, la corrélation entre la zone de rupture et la microstructure peut indiquer que la modification de la résistance mécanique du joint soudé est associée à la modification de la microstructure de la zone interne du plan de joint, formant un angle d'environ 45° par rapport à l'axe de la gaine subissant une forte déformation plastique. L'optimisation de la résistance mécanique du joint soudé peut donc être recherchée en optimisant la forme et l'orientation du plan de joint et de la déformation plastique autour de celui-ci. Cette optimisation peut être envisagée via les paramètres opératoires ou via la géométrie des pièces à souder. C'est cette solution de changement de géométrie qui va être étudiée dans les deux sections suivantes.

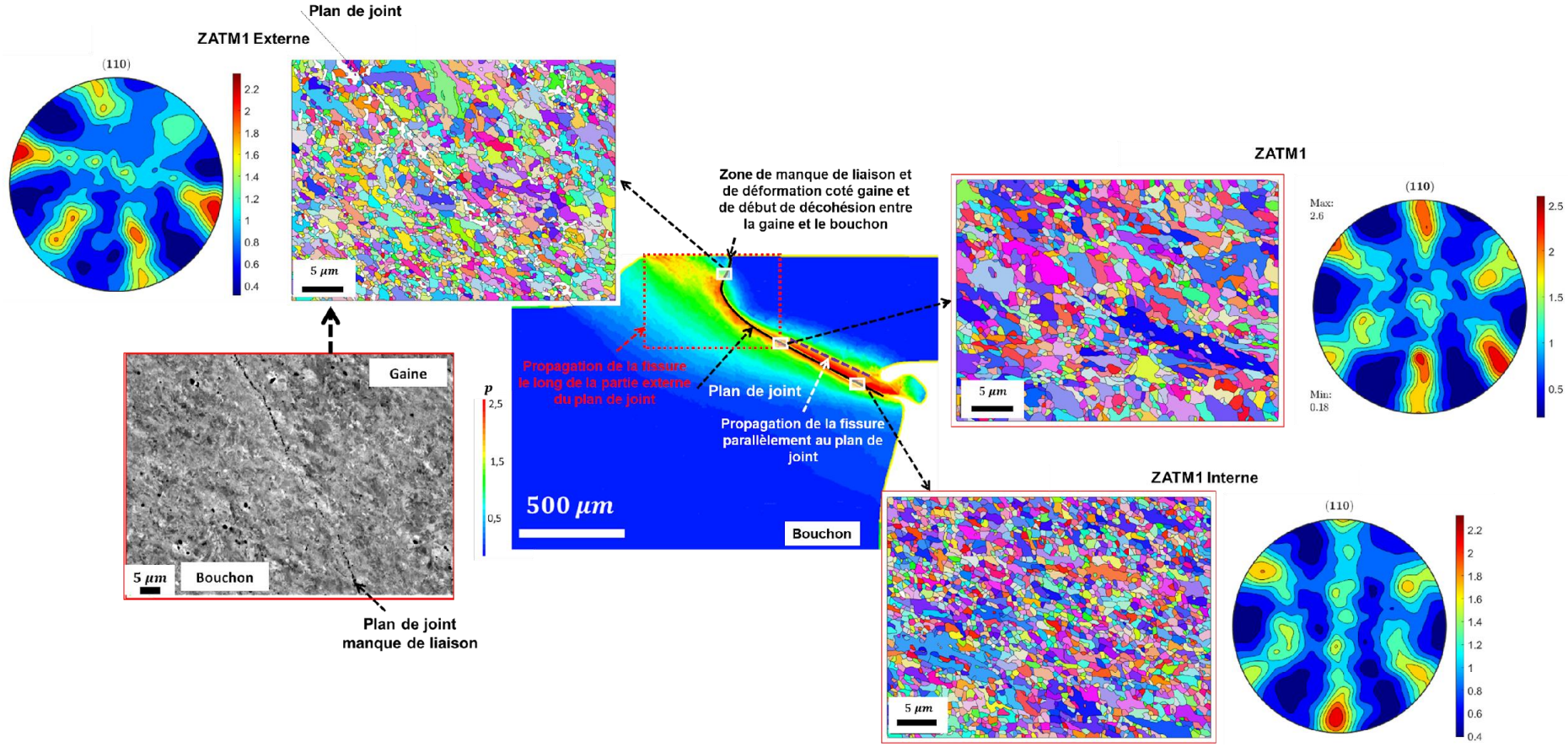


Figure 62. Corrélation entre déformation plastique cumulée, forme du plan de joint et microstructure. Soudure obtenue avec les paramètres (F_s, E_d) *= (4700 N, 2400 J).*

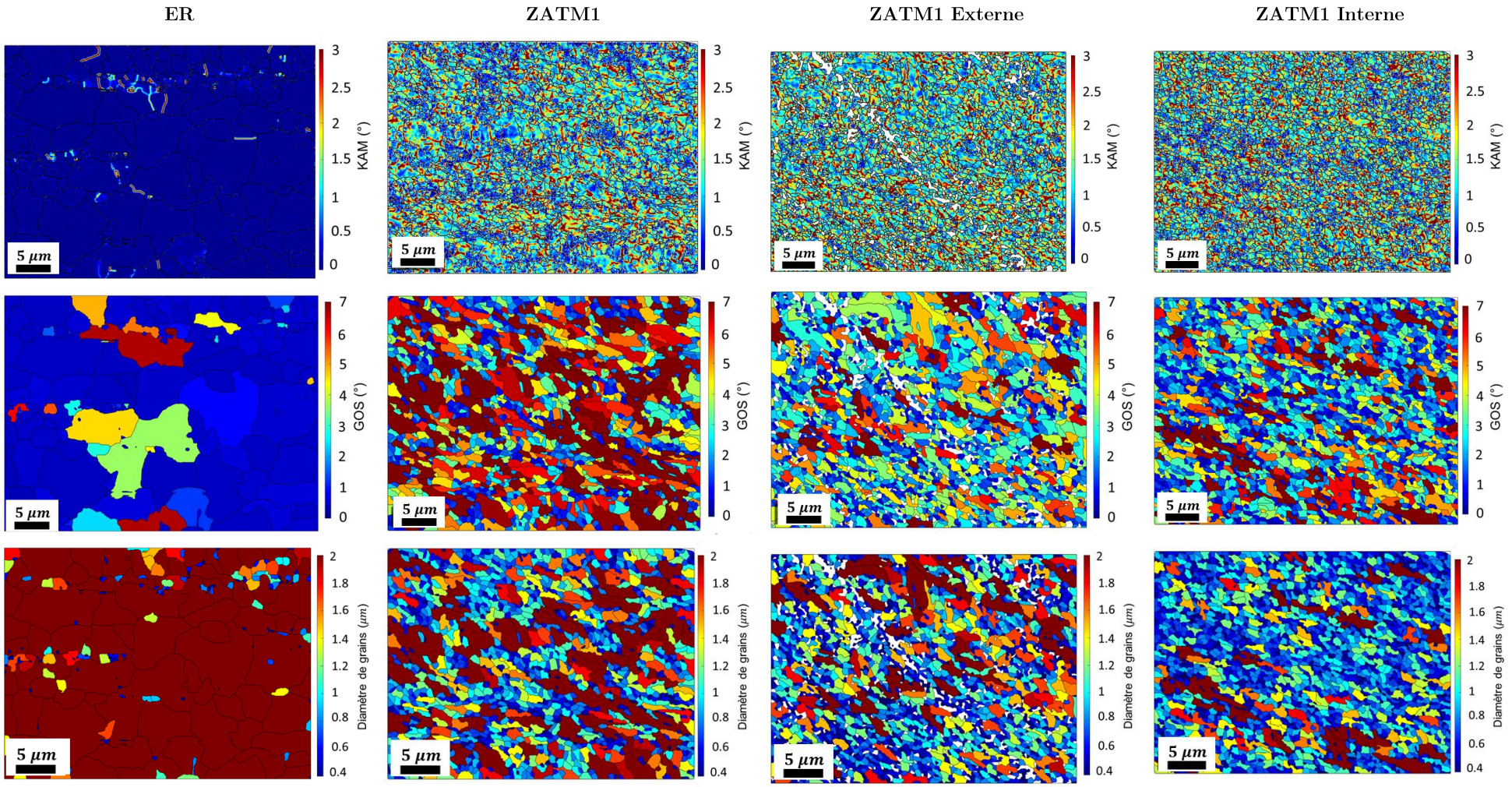


Figure 63. Cartographies des analyses KAM, GOS et des taille de grain, pour le métal à l'état de réception, les ZATM1, ZATM1 externe et ZATM1 interne. Soudure obtenue avec les paramètres (F_s, E_d) = (4700 N, 2400 J).

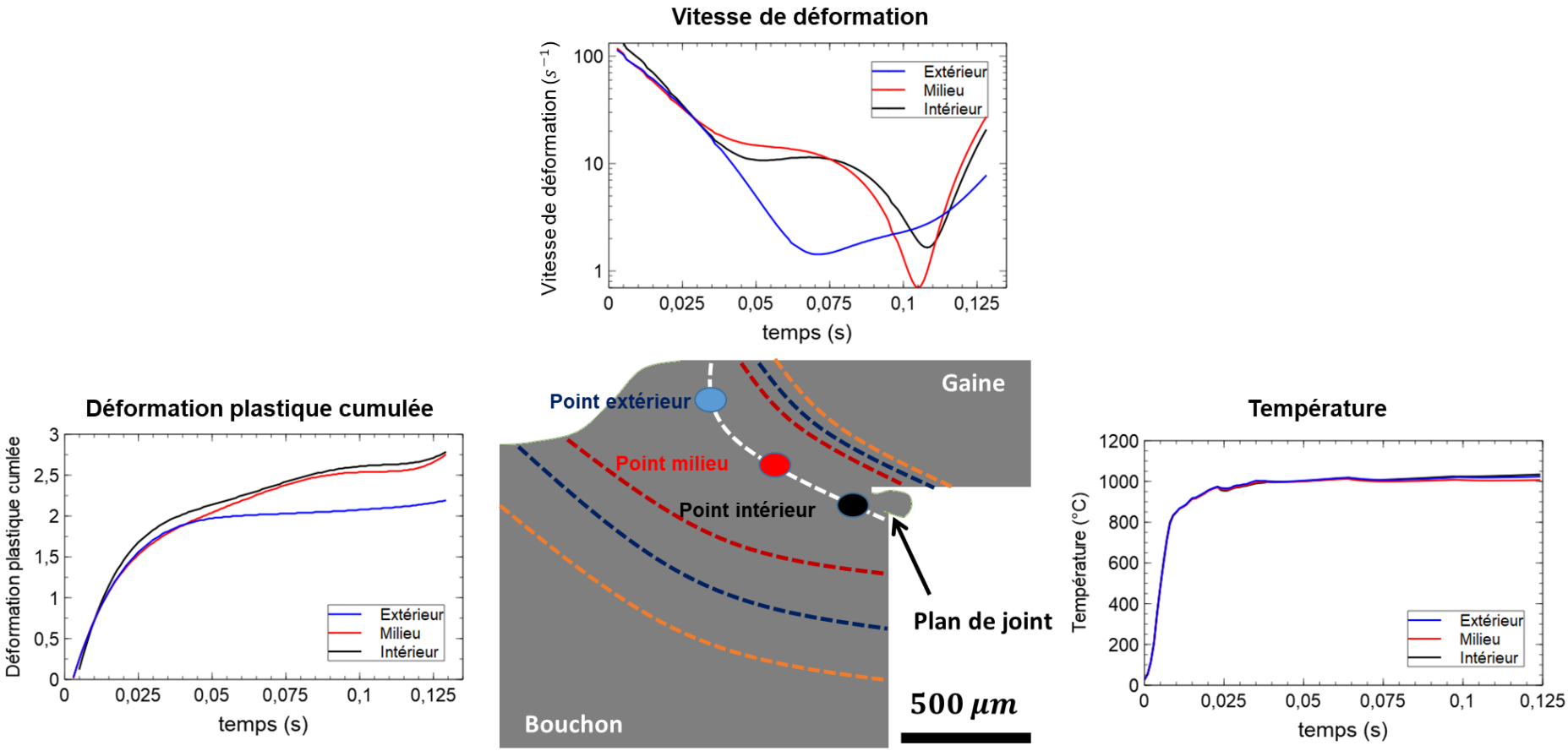


Figure 64. Prédiction numériques des cycles thermomécaniques à travers le plan de joint d'une soudure réalisée avec les paramètres (F_s, E_d) = (4700 N, 2400 J).

3.5 Effets des paramètres opératoires sur les soudures en acier 11Cr-ODS

Dans cette section, les effets de l'énergie dissipée, E_d, et de la force de soudage, F_s, sur les caractéristiques microstructurales et la forme du plan de joint de la soudure sont étudiés. Une comparaison des résultats expérimentaux avec ceux issus de la simulation numérique est faite.

3.5.1 Effet de l'énergie dissipée de soudage

L'influence de l'énergie dissipée E_d sur les caractéristiques métallurgiques et la forme du plan de joint est étudiée en comparant deux essais réalisés à des valeurs d'énergie différentes 2400 J et 2000 J. La force de soudage est maintenue constante (4700 N). Comme démontré dans le Chapitre 2, l'augmentation de l'énergie dissipée conduit à une augmentation de la valeur finale du déplacement du bouchon U_B. Les valeurs mesurées d'U_B sont respectivement 0,9 mm et 0,8 mm pour 2400 J et 2000 J. Par conséquent, on peut s'attendre à un niveau de déformation plastique plus important lorsque E_d est plus élevée.

Les cartographies de micro-dureté réalisées sur les sections de ces deux soudures sont présentées Figure 65. La Figure 66 présente les cycles thermomécaniques appliqués lors du soudage, tels que prédits numériquement. La corrélation entre la micro-dureté, la déformation plastique cumulée, la température maximale et la fraction de martensite à travers la soudure est établie dans la Figure 67.

Lorsque l'énergie est réduite, la comparaison de la distribution des valeurs de dureté au sein de la zone soudée (Figure 65) avec les profils établis le long d'une ligne inclinée à 45° de l'axe de la gaine et traversant la soudure (Figure 67), montre une évolution similaire avec possibilité de définir trois zones (ZAT, ZATM2 et ZATM1) comme au paragraphe 3.2.1. On constate que du côté du bouchon, la largeur de la ZAT est augmentée lorsque l'énergie est accrue, tandis que du côté de la gaine, il n'y a pas de variation notable. Toutefois, la valeur maximale de la dureté atteinte dans la ZATM1 passe de 540 $HV_{0.1}$ pour 2400 J à 560 $HV_{0.1}$ pour 2000 J alors que le pic de déformation plastique cumulée atteint une intensité respective de 2,5 et 2,25. On peut noter également que la température maximale atteinte dans la zone du pic de déformation plastique est de 1000 °C pour l'énergie de 2400 J et de 950 °C pour 2000 J. Ces variations dans les cycles thermomécaniques subis par les zones les plus déformées ont une influence sur l'occurrence des phénomènes de recristallisation, de déformation et de formation de la martensite, lesquels peuvent à leur tour contribuer à la différence dans les valeurs de dureté observées.

(a) (F_s, E_d) = (4700 N, 2400 J)

(b) (F_s, E_d) = (4700 N, 2000 J)

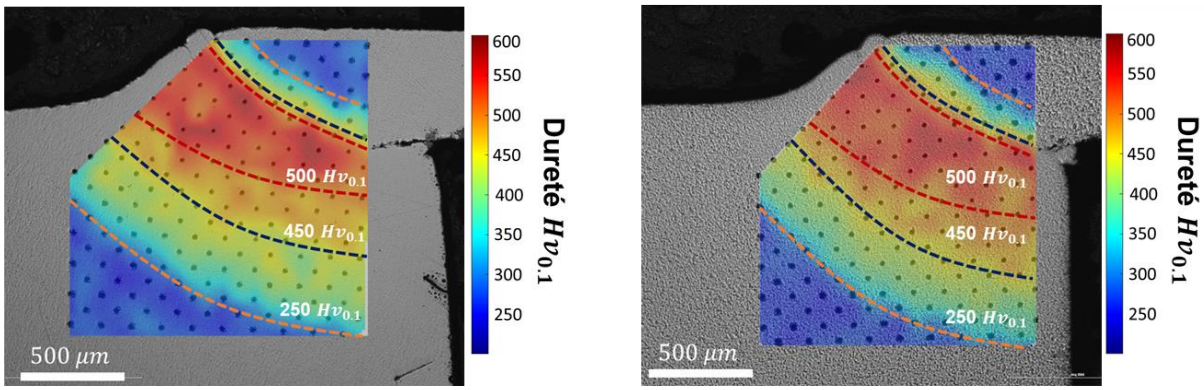


Figure 65. Effet de l'énergie de soudage sur la distribution de la valeur de la dureté. Cartographies de dureté des soudures obtenues avec une énergie de (a) 2400 J et (b) 2000 J. La force est fixée à 4700 N et la durée du soudage à 100 ms.

(a) (F_s, E_d) = (4700 N, 2400 J)

(b) (F_s, E_d) = (4700 N, 2000 J)

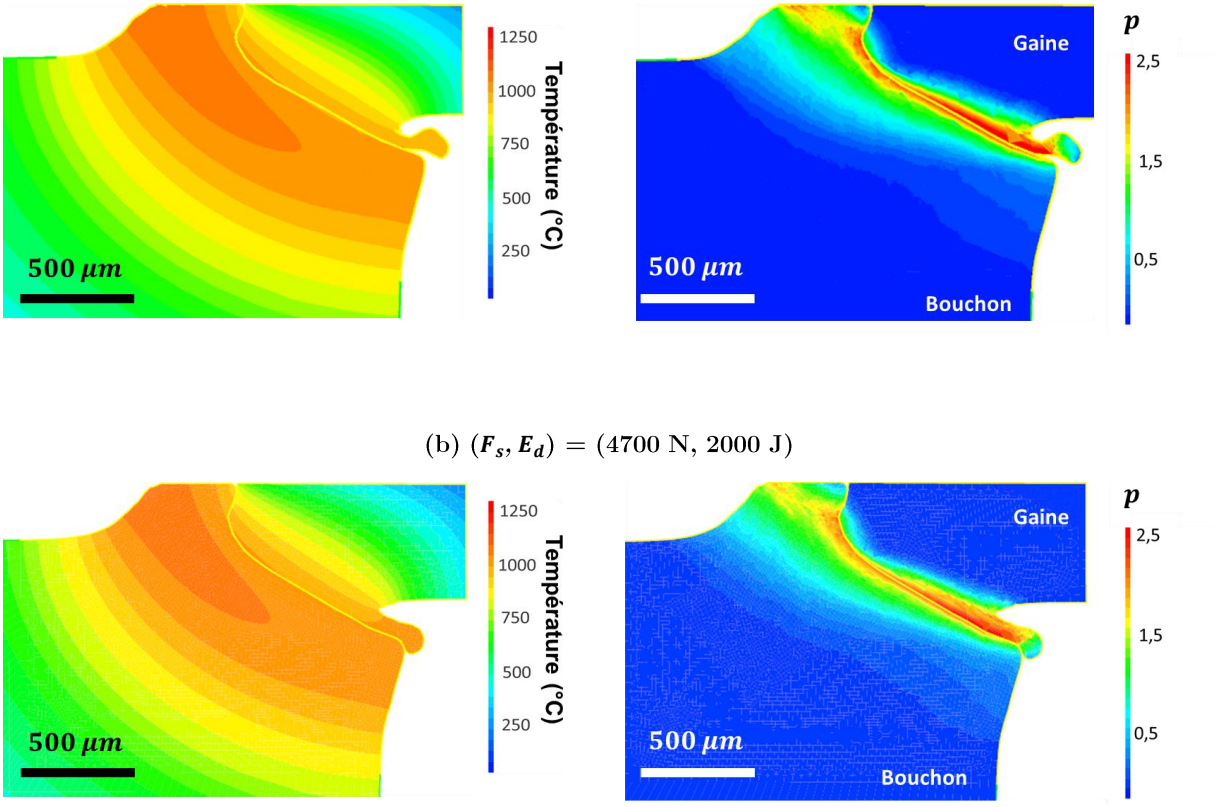


Figure 66. Effet de l'énergie de soudage sur les champs de températures maximales et de déformations plastiques cumulées atteints lors du soudage (a) Soudures simulées avec une énergie de (a) 2400 J et (b) 2000 J. La force est fixée à 4700 N et la durée du soudage à 100 ms.

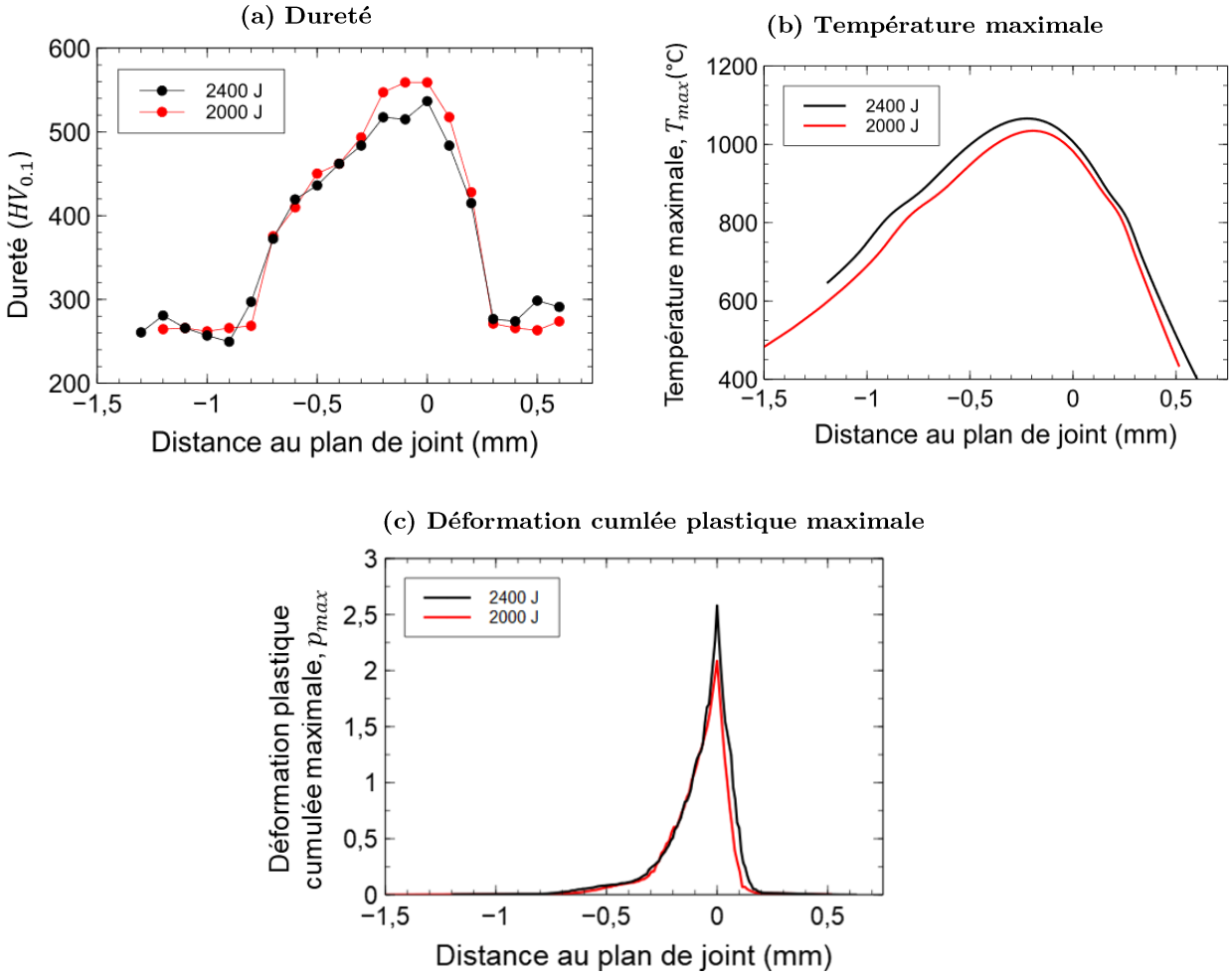


Figure 67. Effet de l'énergie de soudage sur la dureté (a), sur la température (b) et la déformation plastique cumulée maximale (c) travers la soudure. La force est fixée à 4700 N et la durée du soudage à 100 ms.

La Figure 68 compare la microstructure au niveau du plan de joint des soudures à 2400 et à 2000 J. La fraction surfacique des GG et des PG, la taille moyenne des grains, leurs nombres, la fraction de grains ayant une valeur de GOS inférieure ou égale à 2°, ou supérieure à 2° ainsi que la fraction de martensite sont comparées dans le Tableau 15.

Pour les deux soudures, on observe la présence d'un nombre important de PG, avec des grains allongés orienté d'un angle de 45° par rapport à l'axe de la gaine. On constate une fraction surfacique de 84 % de PG dans la soudure réalisée avec la plus faible énergie, ce qui est plus élevé que celle obtenue avec l'énergie de 2400 J (76 %). En ce qui concerne l'ensemble des grains, le diamètre moyen augmente de 0,6 μm à 0,75 μm lors l'énergie passe de 2000 à 2400 J. Pour les GG et les PG, le diamètre moyen est toujours plus petit lorsque l'énergie utilisée est réduite : respectivement, 2 μm et 0,55 μm comparé à 2,25 μm et 0,69 μm. La microstructure légèrement raffinée, obtenue avec l'énergie de 2000 J, peut donc contribuer à des valeurs de dureté légèrement plus élevées que celles mesurées pour la soudure 2400 J.

Les températures maximales atteintes sont très proches dans les deux cas, avec une différence d'environ de 50 °C à travers la soudure (Figure 67), tandis que la déformation plastique cumulée

maximale atteinte au niveau du plan de joint avec une énergie de 2400 J est de 2.5, comparée à une déformation plastique cumulée maximale de 2 avec une énergie 2000 J. On observe également que la vitesse moyenne déformation entre 40 ms et 90 ms, notée $\dot{\varepsilon}_{moyenne}{}_{40\,ms}^{90\,ms}$, pour la soudure obtenue avec une énergie 2000 J est plus faible (8 s^{-1}) que celle obtenue avec une énergie 2400 J (14 s^{-1}) (Figure 69). De plus, on constate que son évolution en fonction de temps dépend de l'énergie appliquée. La différence de vitesse moyenne de déformation peut fournir des éléments de compréhension concernant la disparité dans la distribution des grains. En effet, selon Le Gloannec (Le Gloannec 2016) et sur la base d'essais Gleeble réalisés sur une nuance 9Cr-ODS, l'augmentation de la déformation plastique cumulée de 2 à 3,5 à 1250 °C et à une forte vitesse de déformation (200 s^{-1}), n'entraîne pas de variation significative de la taille des grains. En revanche, une faible vitesse de sollicitation (0,2 s^{-1}) induit une taille de grains deux fois supérieure à celle obtenue à forte vitesse (200 s^{-1}).

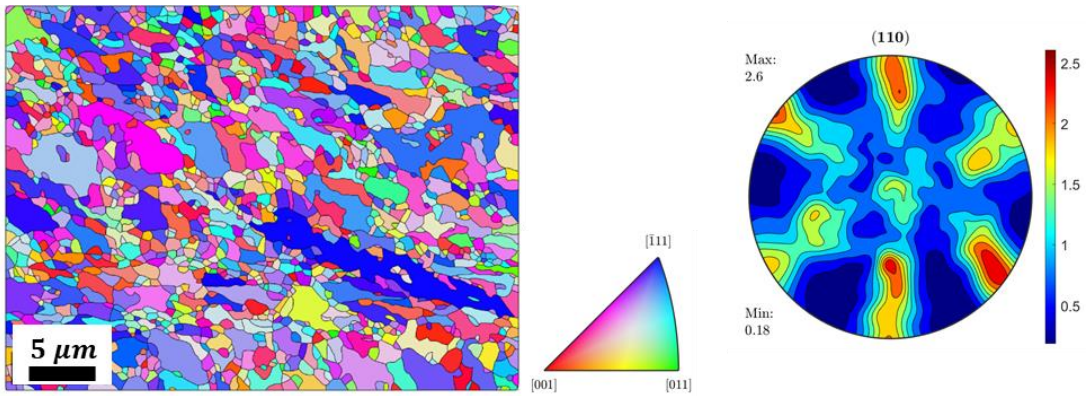
Dans notre cas, au début du soudage (t ≤ 35 ms), quelle que soit l'énergie utilisée, au niveau du plan de joint, $\dot{\varepsilon}$ varie entre 100 et 20 s^{-1}, ce qui peut être considéré comme des vitesses intermédiaires. Pour des temps plus longs, le comportement diffère selon les résultats de simulation. Alors que la vitesse de déformation pour 2000 J continue de décroître plus lentement pour les temps allant jusqu'à 110 ms, celle pour l'énergie de 2400 J semble se stabiliser vers 15 s^{-1} puis décroître fortement pour atteindre des valeurs inférieures à 10 s^{-1}(Figure 69). Cette différence de comportement peut expliquer la variation de taille des GG et des PG, ainsi que les fractions surfaciques observées, à savoir une diminution de la taille des GG et des PG lorsque l'énergie diminue.

La texture des PG (les plus nombreux et représentatifs) n'est pas impactée par la diminution de l'énergie de soudage (Figure 68), bien que cela ait un effet sur la taille des grains.

Enfin, il est à souligner que l'augmentation de l'énergie de soudage a un impact restreint sur la forme du plan de joint et sur la déformation plastique qui l'entoure (Figure 66).

Ces observations suggèrent que la variation de l'énergie de soudage n'exercerait pas d'influence significative sur la résistance mécanique de l'assemblage soudé, ni sur les modes de rupture évoqués dans la Section 3.4.5.

(a) (F_s, E_d) = (4700 N, 2400 J)



(b) (F_s, E_d) = (4700 N, 2000 J)

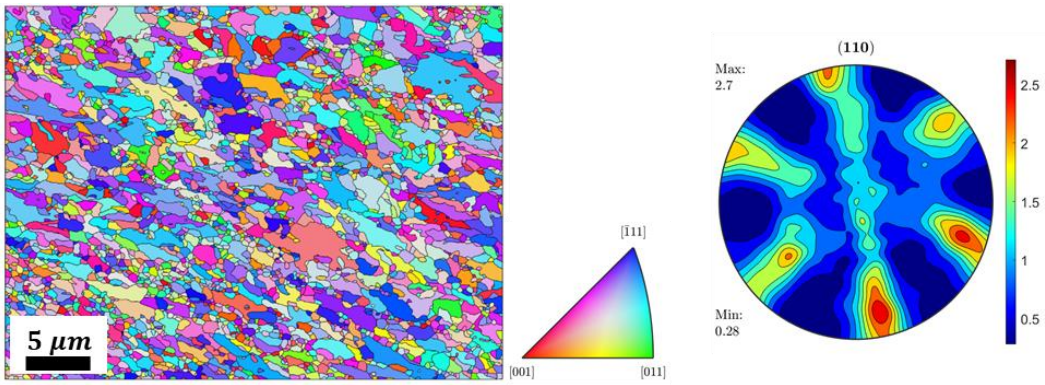


Figure 68. Effet de l'énergie dissipée sur la microstructure et la texture locale au niveau du plan de joint, pour les soudures obtenues avec une énergie de (a) 2400 J et (b) 2000 J. La force est fixée à 4700 N et la durée du soudage à 100 ms.

Tableau 15. Effet de l'énergie dissipée sur la distribution de la fraction surfacique et du diamètre moyen de petits et gros grains au niveau du plan de joint pour les soudures obtenues avec une énergie de 2400 J et 2000 J. La force est fixée à 4700 N et la durée du soudage à 100 ms.

	Etat de réception			**ZATM1 2400 J**			**ZATM1 2000 J**		
	GG	**PG**	**EG**	**GG**	**PG**	**EG**	**GG**	**PG**	**EG**
Fraction surfacique (%)	92	8	100	24	76	100	16	84	100
$d_m(\mu m)$	3,8	0,9	1,9	2,25	0,69	0,75	2	0,55	0,6
Écart type	1,5	0,5	1,8	1,06	0,32	0,47	0,8	0,3	0,4
Nombre de grains	226	391	617	27	1395	1422	30	3080	3110
Fraction de GOS ≤ 2° (%)	88,5	90	91	0	35	26	0	32	27
Fraction de GOS > 2° (%)	11,5	10	9	100	65	74	100	68	73
Fraction de martensite (%)	30	51	30	70	79	76	56	68	61

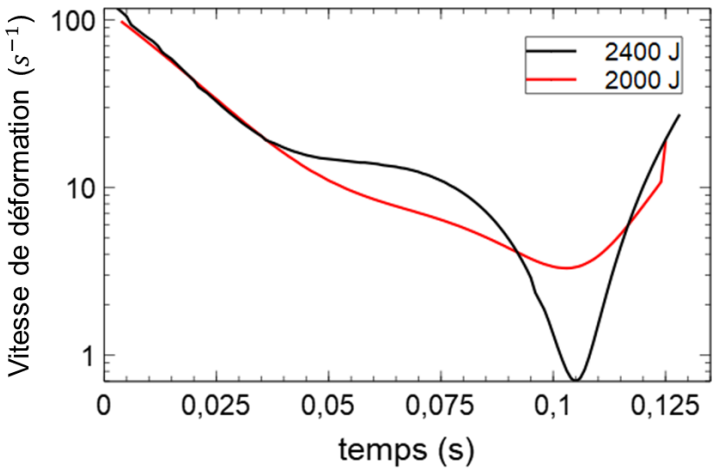


Figure 69. Evolution de la vitesse de déformation maximale au niveau du plan de joint pour les soudures obtenues avec une énergie de 2400 J et 2000 J. La force est fixée à 4700 N et la durée du soudage à 100 ms.

3.5.2 Effet de la force

Pour investiguer les effets de la force appliquée lors de SPR sur les propriétés métallurgiques et la forme du plan de joint de la soudure, on a choisi de travailler avec une énergie dissipée de 1600 J et en appliquant deux forces différentes : 4700 N et 7000 N. Les Figure 70 et Figure 71 présentent, respectivement, des comparaisons entre les cartographies de micro-dureté, des champs de température et de déformation plastique cumulée maximales obtenus pour ces deux essais.

L'augmentation de la force de soudage a un impact significatif sur les caractéristiques de la ZATM1. On observe une variation d'environ 20 % de sa largeur. Cette différence est principalement due aux cycles thermomécaniques induits par le procédé de soudage sur le matériau. Pour la force de 7000 N, la déformation plastique cumulée dans la ZATM1 se produit à des températures inférieures à 950 °C (Figure 71 et Figure 72). En revanche, la déformation plastique survient à des températures maximales supérieures à 1000 °C avec une force de 4700 N (Figure 71 et Figure 72). Les effets de la force de soudage sur les champs de température ont été précédemment discutés dans le Chapitre 2 (cf. Section 2.5.2).

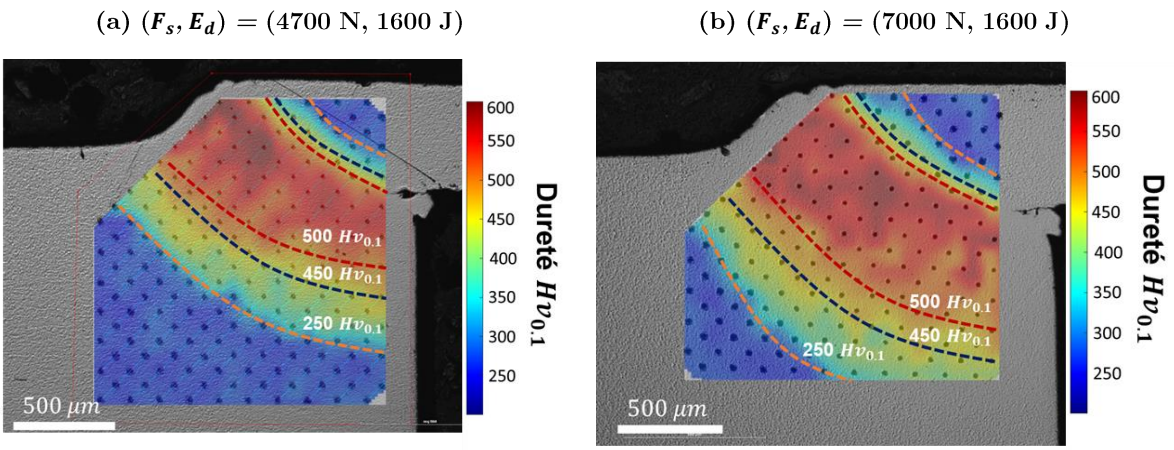


Figure 70. Effet de la force de soudage sur le gradient de dureté pour une énergie dissipée fixée à 1600 J. (a) Cartographies de dureté des soudures obtenues avec une force de (a) 4700 N et (b) 7000 N. L'énergie dissipée est fixée à 1600 J et la durée du soudage à 100 ms.

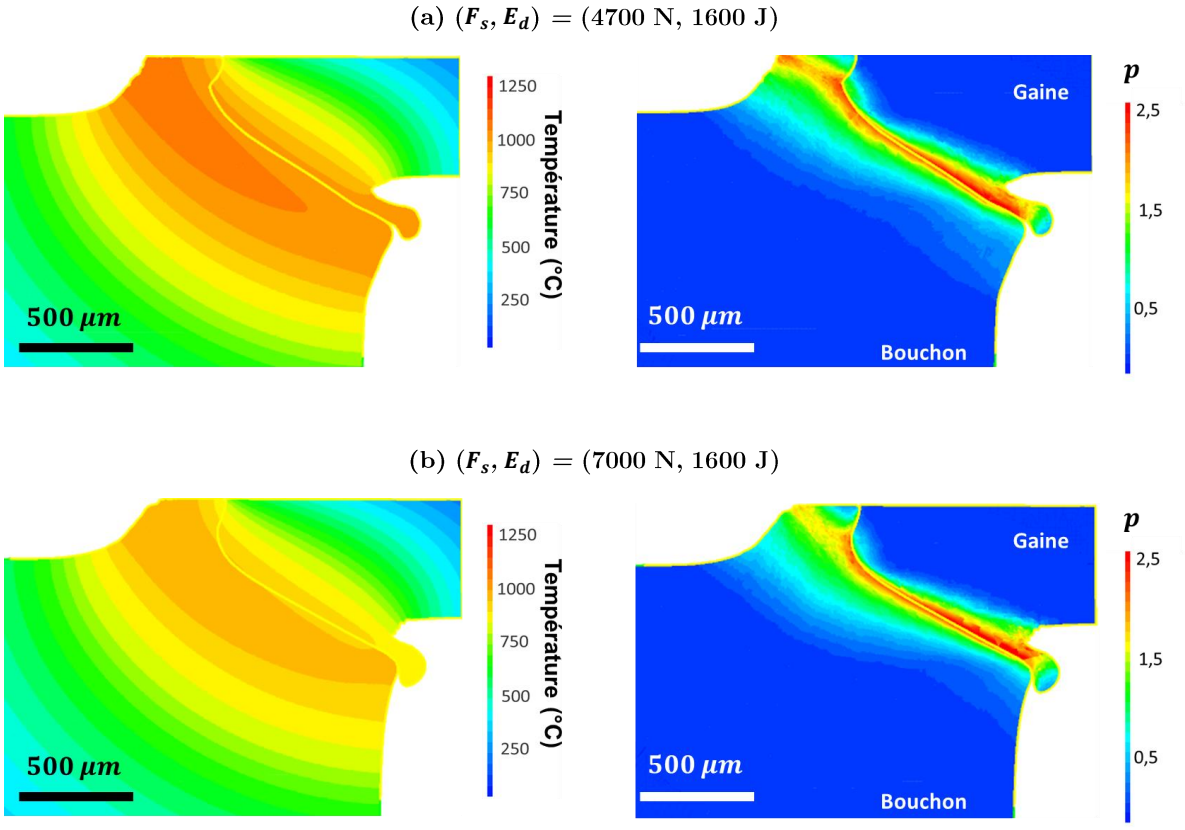
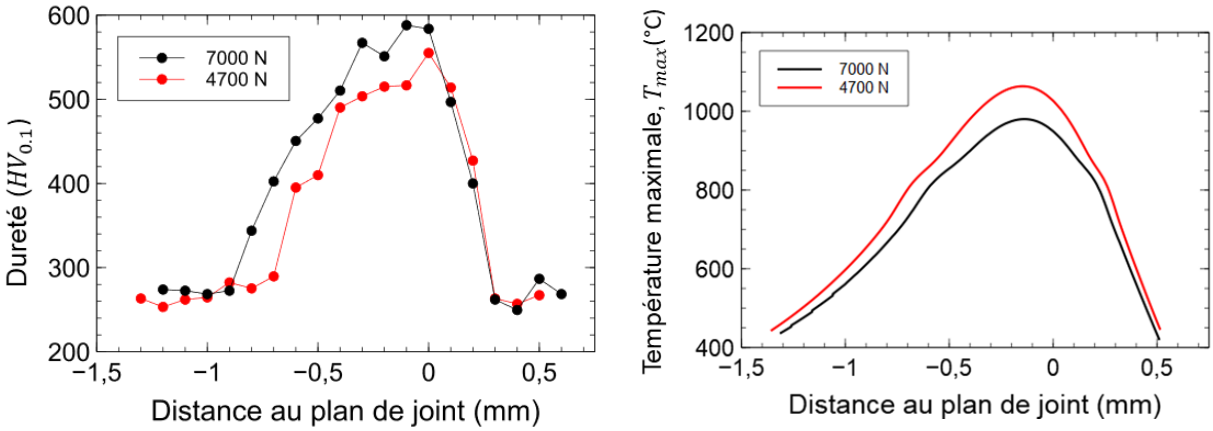


Figure 71. Effet de la force de soudage sur les champs de température et de déformation plastique atteintes lors du soudage pour une énergie fixée à 1600 J et une durée de soudage de 100 ms. Soudures obtenues avec une force de (a) 4700 N et (b) 7000 N.

(a) Dureté

(b) Température maximale



(c) Déformation plastique cumlée maximale

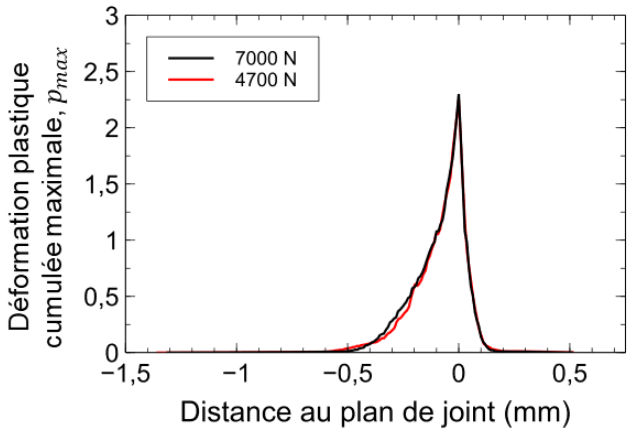


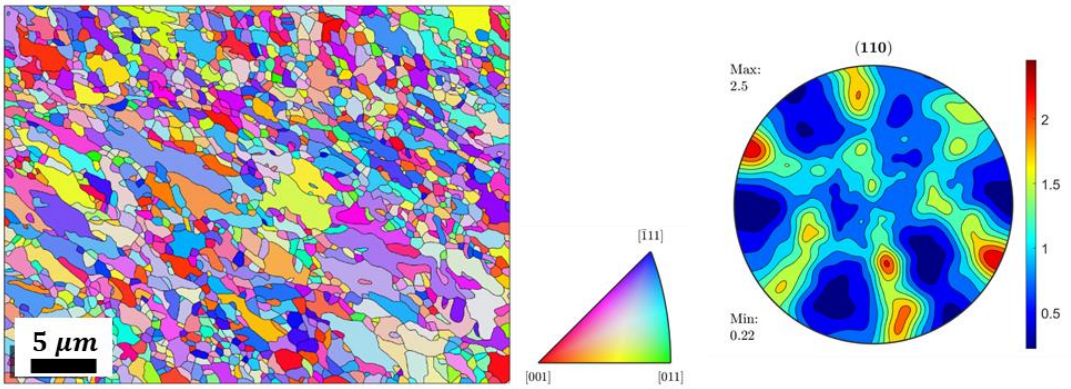
Figure 72. Effet de la force de soudage sur l'évolution de la dureté (a), et sur la température (b) et la déformation plastique cumulée maximale (c) travers la soudure selon une ligne orientée à 45 ° de l'axe de la gaine, pour une énergie fixée à 1600 J et une durée de soudage de 100 ms.

Les différences de chargement thermomécanique induits par le procédé sur le matériau, en particulier la température maximale atteinte dans la ZATM1 et la vitesse de déformation, se traduisent directement par une différence dans les microstructures observées au niveau du plan de joint. La Figure 73 présente les cartographies IPFX et les figure de pôle {110} associées, obtenues pour les deux forces appliquées. La fraction surfacique des GG et des PG, la taille moyenne des grains, leurs nombres, la fraction de grains ayant une valeur de GOS inférieure ou égale à 2° ou supérieure à 2° ainsi que la fraction de martensite, sont comparées dans le Tableau *16.*

Lorsqu'une force de soudage plus élevée est appliquée, on observe un raffinement plus prononcé de la microstructure. Pour une force de 7000 N, la taille moyenne des GG et des PG est respectivement de 2,5 μm et 0,5 μm, comparée à 2,6 μm et 0,7 μm pour la soudure obtenue avec une force de 4700 N. De plus, on remarque une fraction plus élevée de PG (83 %) pour la force la plus élevée, par rapport à celle (72 %) obtenue avec une force de 4700 N. La dureté plus élevée

dans la soudure obtenue avec une force de 7000 N peut être en partie attribuée à l'affinement des grains, suivant la loi de Hall-Petch mais peut aussi être liée à l'augmentation de la fraction de martensite, estimée à 82 % et bien supérieurs aux 52 % obtenus avec une force de 4700 N. De plus, on peut observer que la fraction des grains recristallisés n'est pas affectée par l'augmentation de la force, comme la montre le Tableau 16. Ceci suggère que, même si la température et la vitesse de déformation subies par le matériau ne sont pas exactement les mêmes, elles peuvent conduire, à une déformation plastique cumulée maximale identique et à une fraction similaire de grains recristallisés. Enfin, on peut noter dans la Figure 73 que la diminution de la force de soudage n'affecte pas la texture des PG, qui sont les plus nombreux et les plus représentatifs, bien que cela ait un impact sur leur taille.

(a) $(F_s, E_d) = (4700\ \text{N}, 1600\ \text{J})$



(b) $(F_s, E_d) = (7000\ \text{N}, 1600\ \text{J})$

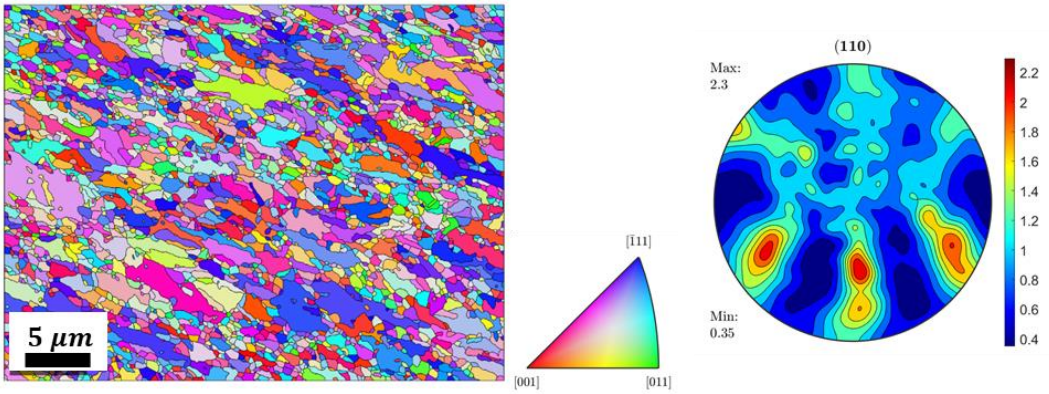


Figure 73. Effet de la force de soudage sur la microstructure et la texture locale au niveau du plan de joint, pour les soudures obtenues avec une énergie dissipée fixée à 1600 J et une force de (a) 4700 N et (b) 7000 N. Durée de soudage de 100 ms.

Tableau 16. Effet de la force de soudage sur la distribution de valeurs moyennes de la fraction surfacique et du diamètre des petits et gros grains au niveau du plan de joint pour les soudures obtenues avec une force de 4700 N ou 7000N et une énergie fixée à 1600 J. Durée de soudage de 100 ms.

	Etat de réception			**ZATM1 4700 N**			**ZATM1 7000 N**		
	GG	**PG**	**EG**	**GG**	**PG**	**EG**	**GG**	**PG**	**EG**
Fraction surfacique (%)	92	8	100	22	72	100	17	83	100
$d_m(\mu m)$	3,8	0,9	1,9	2.6	0.7	0.8	2.5	0.5	0.5
Écart type	1,5	0,5	1,8	0.6	0.7	0.4	0.5	0.3	0.3
Nombre de grains	226	391	617	39	1619	1658	34	3350	3384
Fraction de GOS ≤ 2° (%)	88,5	90	91	0	40	31	0	37	30
Fraction de GOS > 2° (%)	11,5	10	9	100	60	69	100	63	70
Fraction de martensite (%)	30	51	30	77	60	52	71	83	82

3.6 Optimisation de la forme du plan de joint vis-à-vis de la tenue mécanique de l'assemblage soudé

Dans les sections précédentes, il a été établi que l'augmentation de l'énergie dissipée et de la force de soudage conduit à un effet limité sur la forme finale du plan de joint. Celui-ci conserve sa forme, avec la partie externe caractérisée par une faible déformation plastique entre le bouchon et la gaine, quasi parallèle à l'axe de la gaine et une deuxième partie caractérisée par une déformation plastique maximale et orienté à 45° par rapport l'axe de la gaine. Comme mentionné dans la Section 3.4.5, il a été observé que la résistance en traction de l'assemblage soudé avec une géométrie « bouchon-gaine » est impactée par la présence de cette zone peu déformée, plus susceptible de favoriser la propagation de fissures.

Pour maximiser la résistance mécanique de l'assemblage soudé, il est donc impératif d'optimiser la forme du plan de joint afin SPR, afin qu'il ne soit constitué que d'une partie, orientée à 45° par rapport à l'axe de la gaine, avec des déformations plastiques distribuées dans le bouchon et dans la gaine. Etant donné que l'obtention d'une telle optimisation de la configuration du plan de joint est complexe, les effets de la géométrie initiale du contact entre la gaine et le bouchon sur la configuration finale du plan de joint sont étudiés numériquement.

La Figure 74 compare les résultats de la simulation numérique obtenus avec la géométrie étudiée sur la forme du plan de joint et la déformation plastique cumulée avec les résultats obtenus avec une géométrie présentant un chanfrein. Ce chanfrein de 45° sur le bouchon, crée un point de contact réduit entre la gaine et le bouchon avant le soudage. La comparaison des résultats obtenus à $t = t_s$ met en évidence la localisation de la déformation cumulée au niveau du bourrelet externe de la gaine et du bouchon, entraînant une déformation plus uniforme à l'extérieur du joint soudé (Figure 74b). On peut voir que la zone déformée à l'extérieure du plan de joint est

plus large du côté de la gaine pour la géométrie avec chanfrein. Cependant, on peut observer que la déformation maximale est encore localisée dans la partie interne du plan de joint. Il sera sans doute nécessaire d'optimiser aussi la géométrie de contact, en particulier l'angle du chanfrein, afin de garantir une déformation maximale le long du plan de joint et d'envisager une meilleure résistance mécanique.

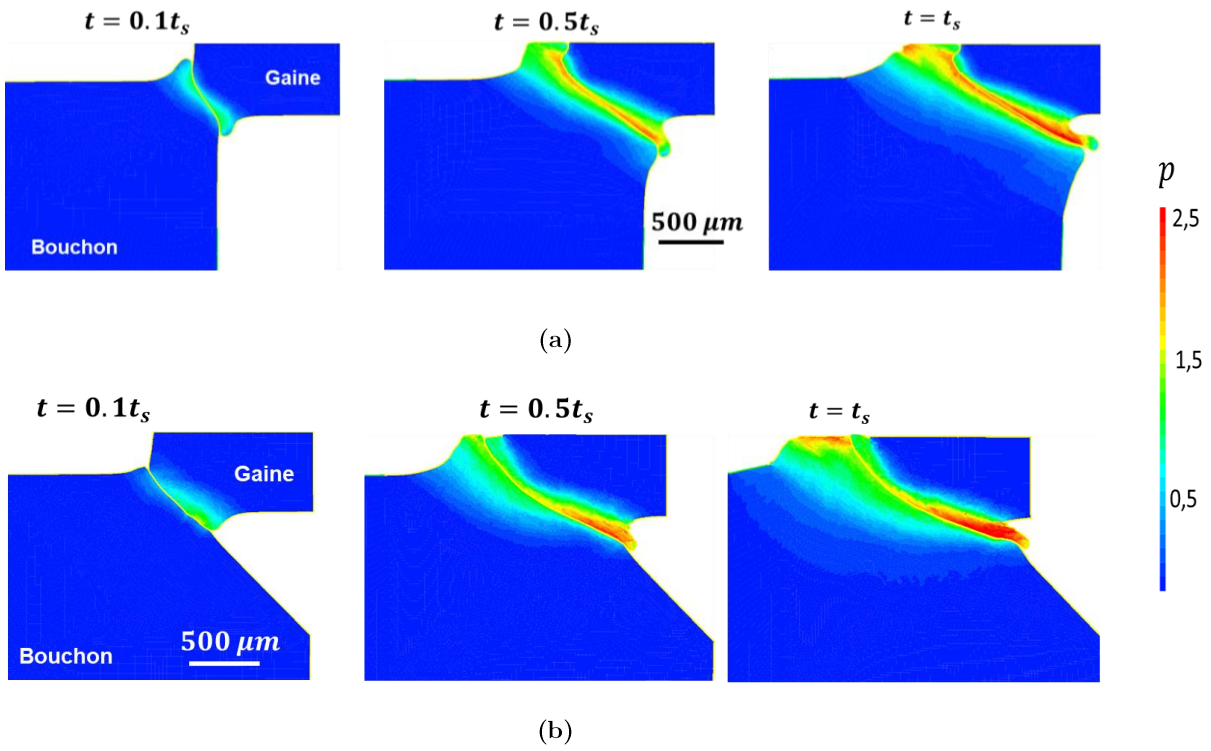


Figure 74. Effet de la géométrie des pièces à souder sur le champ de déformation plastique cumulée et la forme du plan de joint pendant le soudage SPR. Résultats simulés avec la géométrie des pièces à souder étudiées (a) et de pièces à souder chanfreinées (b). Paramètres de soudage (E_d, F_s, t_s) *= (2500 J, 4700 N, 100 ms).*

Des configurations avec chanfreins de contact ont déjà fait l'objet d'études dans la littérature (Corpace et al. 2017; Feng et al. 2022). Cependant, cette nouvelle configuration n'a pas encore été explorée expérimentalement. La particularité de cette configuration réside dans le fait que le contact gaine-bouchon lors du contact entre la gaine et le bouchon chanfreiné est situé sous l'électrode de la gaine (similairement à la configuration étudiée et présentée dans la Figure 27 du Chapitre 2, page 32). De plus, l'absence de bourrelet externe par rapport aux configurations étudiées dans la littérature permettrait d'éviter l'usinage post-soudage des assemblages, difficile à réaliser notamment avec précision, en raison des faibles dimensions. Une étude expérimentale d'optimisation de cette géométrie, en prenant en compte les caractéristiques du chanfrein, serait nécessaire. Des expériences préliminaires de soudage avec la géométrie proposée seraient nécessaires pour confirmer les résultats de la simulation numérique. Des analyses microstructurales et mécaniques seraient également nécessaires afin d'évaluer les effets de soudage avec cette géométrie sur la tenue mécanique de l'assemblage soudé SPR. Ces propositions ne

seront pas étudiées expérimentalement dans le cadre de ces travaux de thèse en raison des contraintes de temps et de matière.

3.7 Conclusions

L'objectif de ce chapitre était d'évaluer les effets du procédé de soudage sur la microstructure et les caractéristiques mécaniques de l'assemblage bouchon-gaine en acier 11Cr-ODS. La microstructure des différentes zones affectées par le soudage a été corrélée aux déformations plastiques, vitesses de déformation et températures appliquées au matériau lors du SPR, ainsi qu'aux mesures de dureté à travers les soudures. Des essais de traction réalisés avec des éprouvettes de type « bouchon-gaine » ont permis d'identifier les différents modes de rupture ayant lieu dans l'assemblage. Les effets de l'énergie dissipée et de la force de soudage sur les caractéristiques métallurgiques et la forme du plan de joint ont été également étudiés expérimentalement et numériquement. Enfin, une voie d'optimisation de la résistance mécanique de l'assemblage a été proposée en modifiant la géométrie de contact initiale entre la gaine et le bouchon.

Les principales conclusions tirées de cette étude sont :

- L'hétérogénéité des cycles thermomécaniques induits par le procédé au sein du matériau se traduit par la présence de trois zones affectées par le soudage (ZAT, ZATM2 et ZATM1), qui peuvent être distinguées par la température et la déformation plastique maximales appliquées lors du SPR, par les valeurs de dureté mesurées après soudage et par les caractéristiques microstructurales ;
- Les sollicitations thermomécaniques sévères (température, déformation et vitesse de déformation rapide) induites par le SPR sur l'acier 11Cr-ODS génèrent des hétérogénéités de microstructure. L'évolution de la microstructure dans la soudure est limitée à une zone très réduite d'une largeur d'environ 1 mm ;
- Les microstructures dans les différentes zones affectées sont complexes en termes de tailles des grains, de textures locales, de phase en présence (ferrite, martensite, ferrite résiduelle) et de type de grains (recristallisés ou déformés) ;
- Les facteurs déterminants pour la résistance mécanique du joint soudé comprennent le manque de liaison, la faible déformation plastique côté gaine et la forme du plan de joint dans la partie extérieure de celui-ci ;
- La résistance mécanique de l'assemblage soudé peut être associée à la zone intérieure du plan de joint, formant un angle d'environ 45° par rapport à l'axe de la gaine. Cette zone subit une déformation plastique significative, présente les valeurs de dureté les plus élevées, et affiche le raffinement de la microstructure le plus prononcé ;
- L'augmentation de l'énergie de soudage dissipée de 2000 J à 2400 J pour une force de soudage fixée à 4700 N conduit à une distribution moins fine des grains au niveau du plan de joint et se traduit par des valeurs de dureté légèrement inférieures. Cependant,

cette variation de l'énergie de soudage a un effet très limité sur la forme du plan de joint et la déformation plastique à son pourtour. Cela suggère un effet limité de l'augmentation de l'énergie dissipée sur la résistance mécanique du joint soudé ;

- L'augmentation de la force de soudage de 4700 N à 7000 N, pour une énergie de soudage à 1600 J, conduit à une distribution plus fine des grains au niveau du plan de joint, ainsi qu'à des valeurs de dureté et de largeur de ZATM1 plus élevées. Cependant, tout comme pour l'augmentation de l'énergie, l'augmentation de la force n'a pas d'impact significatif sur la forme du plan de joint, ni sur déformation plastique autour de celui-ci. Cela suggère aussi un effet limité des paramètres opératoires sur ces aspects ;
- Pour maximiser la résistance mécanique de l'assemblage soudé, l'étude numérique menée avec une géométrie avec un chanfrein initial de contact de 45 ° entre la gaine et le bouchon semble prometteuse pour produire une déformation plastique homogène le long du plan de joint. Une optimisation plus poussée de cette géométrie de contact est encore nécessaire afin de pouvoir envisager une réelle amélioration de la résistance mécanique de l'assemblage soudé.

Afin d'améliorer les propriétés mécaniques de l'assemblage soudé, on peut aussi chercher à restaurer les propriétés mécaniques et métallurgiques des différentes zones affectées par le SPR, grâce à l'application de traitements thermiques post-soudure (PWHTs) optimisés en termes de temps et de température. Le chapitre suivant est consacré à l'étude des effets des PWHTs sur la microstructure de la soudure de l'acier 11Cr-ODS, ainsi que sur leur impact sur la résistance mécanique de l'assemblage soudé.

4 Effet du traitement thermique après soudage sur la microstructure et la tenue mécanique de l'assemblage soudé

Dans ce chapitre, les effets d'un Traitement Thermique Après Soudage (PWHT pour Post-Weld Heat Treatment) sur la microstructure de la soudure en acier 11Cr-ODS obtenue par SPR sont étudiés. L'analyse des soudures par Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC pour Differential Scanning Calorimetry) a été réalisée pour optimiser les paramètres de temps et de température des PWHTs dans le cadre de cette thèse. De nombreux échantillons ont été prélevées au sein d'une même soudure et soumis à différentes conditions au sein de la DSC, dans l'objectif de quantifier préliminairement les effets des PWHTs sur le gradient de dureté dans la zone soudée. Les conditions pour les PWHTs retenus ont été appliquées à des assemblages soudés afin d'évaluer leurs effets sur les caractéristiques microstructurales de la soudure par des analyses EBSD. Les analyses réalisées sur les soudures traitées thermiquement révèlent un effet significatif sur le gradient de dureté et sur la microstructure pour le PWHT réalisé au-dessus de la température de transformation austénitique, A_{c3}, i.e. à 900 °C pendant 15 min. Pour les différents PWHTs réalisés au-dessous de cette température, un effet similaire sur le gradient de dureté et la microstructure ont été observés. Finalement, des essais de traction réalisés avec les éprouvettes de type « bouchon-gaine » traitées thermiquement à 775 °C pendant 15 min ont permis d'évaluer les impacts d'un PWHT sur la résistance mécanique de l'assemblage soudé et de la soudure elle-même. Pour les éprouvettes testées à température ambiante, la rupture a eu lieu au niveau de la gaine après traitement thermique, tandis qu'une rupture au niveau du joint soudé était observée à l'état soudé. A haute température, à 600 °C, le PWHT n'a pratiquement pas impacté la résistance mécanique de l'assemblage soudé, et des modes de ruptures similaires à l'état soudé sont observés.

In this chapter, the effects of the Post-Weld Heat Treatment (PWHT) on the microstructure of 11Cr-ODS weldments obtained by PRW are investigated. PWHTs are first conducted using Differential Scanning Calorimetry (DSC) in order to optimize the duration and the temperature parameters of PWHTs. Numerous samples were taken from a single welded sample. They were heat treated with various temperature and duration conditions in the DSC to quantify the effects of PWHTs on the hardness gradient across the weld. Assemblies were then submitted to PWHT with the selected parameters in order to assess their impact on the microstructure characteristics of the weldments, using mainly EBSD analyses. Analyses carried out on these specimens revealed a significant effect on the hardness gradient and microstructure when PWHT was conducted above the austenitic transformation temperature, A_{c3}, i.e. at 900 °C during 15 min. For the different PWHTs performed below this temperature, a similar effect was observed. Finally, tensile tests were carried out using "plug-clad" specimens heat-treated at 775 °C for 15 min to evaluate the mechanical strength of both welded joint and assembly. For specimens tested at room temperature, failure after heat treatment was localized into the clad, whereas in the as-welded state, it was at the welded joint. At high temperatures, 600 °C, the PWHT had minimal impact on the mechanical strength of the welded assembly, and the failure modes observed were similar to those in the as-welded state.

4.1 Introduction

Dans le chapitre 3, les effets du soudage sur la microstructure de l'acier 11Cr-ODS et la tenue mécanique de l'assemblage bouchon-gaine ont été étudiés. Les analyses microstructurales ont montré que les sollicitations thermomécaniques induites par le procédé sur le matériau génèrent des hétérogénéités complexes au niveau de la microstructure, notamment en termes de tailles des grains, de la transformation de phase avec la présence de ferrite, de martensite et/ou de ferrite résiduelle et aussi de la présence de grains recristallisés ou déformés en fonction des zones étudiées (ZAT, ZATM2, ZATM1). Les essais mécaniques réalisés avec des éprouvettes de type « bouchon-gaine » conçues pour solliciter la zone soudée ont montré une rupture sur l'extérieur du plan de joint et au niveau de la zone affectée par le soudage du côté de la gaine. La rupture dans ces zones a été associée à plusieurs facteurs, notamment la faible liaison entre la partie extérieure de la gaine et le bouchon ainsi que l'hétérogénéité microstructurale et la présence de martensite.

La revue bibliographique présentée au Chapitre 1 montre que dans le cas des aciers Ferrito-Martensitiques (F-M), les changements microstructuraux survenant pendant le soudage, notamment la formation de martensite pendant le refroidissement, peuvent avoir un impact négatif sur la résistance mécanique du joint soudé (Jiang et al. 2010; Silwal et al. 2013; Zhao, Chiew, et Lee 2016). Des traitements thermiques après soudage ou PWHT, pour *Post-Weld Heat Treatments*, sont généralement appliqués pour restaurer les propriétés mécaniques de la soudure à un niveau similaire à celui du métal à l'état de réception.

Dans le cas des joints soudés bouchon-gaine en acier ODS F-M, les effets du PHWT sur les propriétés mécaniques ont été étudiés par Seki *et al* (Seki et al. 2004). Un PWHT de 700 °C pendant 10 min a été réalisé sur des soudures en acier 9Cr-ODS, conduisant à l'homogénéisation des valeurs de dureté à travers la soudure. Les essais de traction et d'éclatement en pression interne réalisés uniquement sur des soudures traitées ont montrés des ruptures localisées uniquement dans la gaine. Toutefois, la réalisation de ces essais sans comparaison à ceux réalisés directement à l'état soudé, semble insuffisante pour quantifier les effets bénéfiques du PWHT sur la résistance mécanique de l'assemblage soudé SPR, d'autant plus que la géométrie utilisée ne localisait pas la sollicitation mécanique dans la zone soudée. Ces auteurs ne se sont pas non plus intéressés aux effets de ces PWHTs sur l'évolution de la microstructure de la soudure.

Il faut noter que le PWHT utilisé par Seki *et al* diffère des traitements thermiques conventionnellement appliqués aux aciers F-M, typiquement entre 760 et 780 °C pendant 1 à 2 h (Bonnet 1987). Cela est principalement dû au fait que le PWHT conventionnel d'une gaine remplie de pastilles de combustible semble difficile à réaliser industriellement, nécessitant ainsi l'étude d'un PWHT optimisé en termes de durée et de température (Sornin 2021).

A notre connaissance, les modifications microstructurales liées au PWHT appliquées aux joints soudés obtenus par SPR en aciers ODS n'ont jamais été étudiées dans la littérature. Ce sujet sera initialement abordé dans ce chapitre, notamment dans le cas de l'acier 11Cr-ODS. Les effets des PWHTs étudiés dans ce chapitre sont analysés uniquement sur la base d'une soudure obtenue avec les paramètres (F_s, E_d) = (4700 N, 2400 J).

La méthodologie de caractérisation microstructurale utilisée pour évaluer les effets des PWHTs sur la microstructure de la soudure en acier 11Cr-ODS est la même que celle précédemment (Chapitre 3 et Annexe 3).

La deuxième partie de ce chapitre quantifie les effets du PWHT sur la résistance mécanique du joint soudé. Des essais de traction sont réalisés avec la même géométrie d'éprouvettes « bouchon-gaine » que celle utilisée dans le Chapitre 3 mais sur des échantillons ayant préalablement subi un traitement thermique à 775 °C pendant 15 minutes. Le but est de comprendre l'impact du PWHT sur la résistance mécanique de la soudure. Les résultats expérimentaux des essais de traction sont comparés à ceux obtenus par simulation numérique dans la section 4.3.3. Une discussion basée sur ces comparaisons et les analyses microstructurales est également proposée à la fin de ce chapitre.

4.2 Effet du PWHT sur la microstructure de l'acier 11Cr-ODS

Afin de choisir des conditions optimisées en termes de durée et de température pour les PWHTs étudiés dans ce travail de thèse, des analyses thermiques préliminaires ont été effectuées par Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC pour *Differential Scanning Calorimetry*). Ensuite, des traitements thermiques in-situ dans la DSC ont été réalisés. Ce choix a été motivé par les principales raisons suivantes :

- Économie de matière : les PWHTs ont été réalisés avec de petits échantillons, prélevés au sein de la même soudure, pesant moins de 200 mg ;
- Réalisation des PWHTs sous atmosphère contrôlée (argon) avec suivi de masse (pour vérifier l'occurrence ou non des phénomènes d'oxydation) et avec une bonne maîtrise de la température de l'échantillon ± 2 °C (compte tenu de la faible taille de l'échantillon utilisé et du contrôle de la température dans la DSC) ;
- Possibilité de faire une analyse préliminaire des effets des PWHT en réalisant facilement des mesures de dureté à travers le joint soudé sur ces petits échantillons à faces parallèles restés plans.

Des PHWTs ont été effectués à l'Institut de Chimie de la Matière Condensée de Bordeaux (ICMCB), avec une vitesse de chauffage et de refroidissement de 10 °C/min (la même vitesse de chauffage utilisée pour la réalisation des essais de traction à 600 °C). Le Tableau *17* résume les conditions de température et temps appliquées pour chaque traitement thermique.

Tableau 17. Conditions de températures et durées appliquées pour les PWHTs d'échantillons prélevées au niveau d'une soudure en acier 11Cr-ODS obtenue avec les paramètres (F_s, E_d) = (4700 N, 2400 J).

Référence	Température [°C]	Temps [min]
PHWT-1	900	10
PHWT-2	775	10
PHWT-3	600	10
PHWT-4	500	10
PHWT-5	500	300

Pour rappel, les températures de début et de fin de transformation de la ferrite en l'austénite, notées Ac_1 et Ac_3, ont été déterminées par des mesures calorimétriques par DSC avec une vitesse de chauffage de 10 °C/min (cf. Chapitre 3, Section 3.2). Les valeurs obtenues se situent autour de 840 °C pour l'Ac_1 et de 870 °C pour l'Ac_3.

La Figure 75 présente les mesures de dureté effectuées sur les échantillons après PWHTs. Il est important de noter que, en raison de la petite taille des échantillons prélevés dans la soudure, la détermination de la position des différentes zones affectées thermo-mécaniquement (ZAT, ZATM2, ZATM1) s'est avérée difficile. L'objectif de ces mesures est d'évaluer si la dureté du métal se rapproche de celle à l'état de réception ou reste dans des valeurs similaires à celles déjà identifiées dans la soudure sans PWHT.

Sur la Figure 75, la ligne pointillée noire représente la dureté du métal à l'état de réception. Pour le PWHT effectué à 500 °C, quelle que soit la durée du traitement, une dureté supérieure à 450 $HV_{0.1}$ est constatée. Pour les traitements à 600 °C et 775 °C pendant 10 minutes, la dureté est de 350 $HV_{0.1}$. Enfin, pour le PWHT à 900 °C, on retrouve une dureté similaire à celle du métal à l'état de réception.

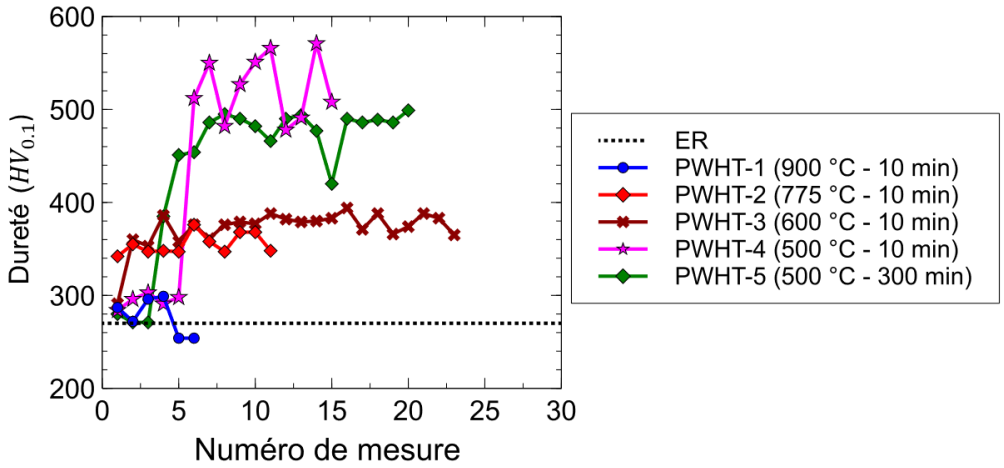


Figure 75. Mesures de dureté réalisées sur des échantillons traités dans la DSC et prélevés au sein d'une soudure obtenue avec les paramètres (F_s, E_d) = (4700 N, 2400 J).

En conclusion, les mesures de dureté réalisées sur les petits échantillons traités dans la DSC montrent un adoucissement de la zone soudée pour les PHWTs réalisés à des températures supérieures à 600 °C. À la suite de cette étude préliminaire, les conditions suivantes ont été retenues pour l'étude de l'impact des PWHTs sur les microstructures de la soudure bouchon-gaine *(F_s, E_d) = (4700 N, 2400 J)* dans la suite de ce chapitre :

- **900 °C – 15 min** : Bien que ce traitement soit difficilement réalisable industriellement en raison de sa température élevée, il a été choisi afin d'étudier l'effet de la transformation de phase sur les propriétés microstructurales de la soudure, étant donné que la température de fin de transformation de ferrite en austénite, A_{c3}, est de 870 °C. La durée de 15 min a été choisie afin d'assurer l'homogénéisation de la température dans l'assemblage soudé beaucoup plus gros que lors du traitement thermique dans la DSC ;
- **775 °C - 15 min** : La température pour cette condition de traitement est prise dans la plage de températures conventionnelles pour le PWHTs appliqués aux aciers F-M. Elle se situe également entre la température de transformation de phase (A_{c1} et A_{c3}) et la température de service maximale envisagée (entre 600 °C et 650 °C au niveau du bouchon supérieur de la gaine de combustible) ;
- **600 °C - 15 min** : Cette condition a été choisie pour étudier les effets du PHWT dans des conditions de température proches de la température maximale de fonctionnement envisagée pour le bouchon supérieur. Cette température présente l'avantage de pouvoir réaliser le PWHT in-situ dans la centrale nucléaire en cours de fonctionnement ;
- **600 °C - 30 min** : Cette condition a été sélectionnée principalement pour évaluer les effets de la durée du PWHT et se rapprocher de la durée du palier en température présent lors des essais mécaniques de traction.

4.2.1 Effets du PWHT sur les caractéristiques métallurgiques de la soudure de l'acier 11Cr-ODS

Comme la résistance mécanique du joint soudé peut être associée à la microstructure au niveau du plan de joint (Chapitre 3), les effets des PWHTs sur la microstructure sont évalués à partir de la microstructure située au milieu du plan de joint. Afin d'évaluer et de mieux maitriser les effets du PWHT sur la microstructure de l'acier 11Cr-ODS soudé. La méthodologie de caractérisation multi-physique et multi-échelle adoptée dans le Chapitre 3 est à nouveau utilisée pour les analyses présentées dans ce chapitre.

Les PWHTs retenus et présentés dans la section précédente ont été réalisés à l'ICMCB sur des soudures obtenues avec les paramètres *(F_s, E_d) = (4700 N, 2400 J)*, sous atmosphère contrôlée (Argon) dans un four tubulaire chauffé par induction. Ces traitements ont été aussi effectués à une vitesse de chauffage et de refroidissement de 10 °C/min. Cependant, en raison du chauffage par induction et de l'absence de système de refroidissement, la vitesse de refroidissement réelle a été plus lente que la vitesse de consigne. Pendant le

PWHT, la température a été contrôlée par des thermocouples de type K placés à l'intérieur du four uniquement.

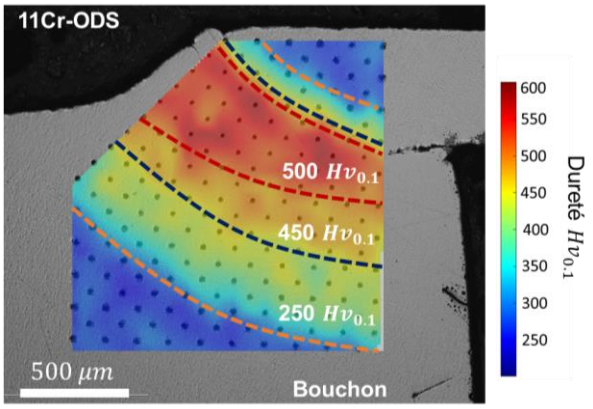
4.2.2 Effet sur la dureté

Pour évaluer les effets des différents PWHTs sur le gradient de dureté à travers la soudure, des cartographies de dureté ont été réalisées (Figure 76). Il est évident que quelles que soit les conditions de PWHT choisies, il y a un effet significatif sur les valeurs de dureté dans le voisinage du plan de joint. Afin de mieux quantifier et visualiser cet effet, la Figure 77 présente l'effet, pour un temps fixé, du changement de température sur le gradient de dureté (Figure 77a), ainsi que celui du temps de traitement thermique pour une même température (Figure 77b).

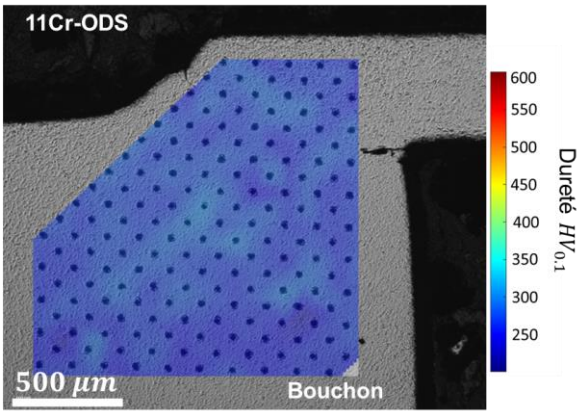
Après le PWHT à 900 °C pendant 15 min, on retrouve des valeurs de dureté de 250 $HV_{0.1}$, similaires à celles du métal à l'état de réception. Cette diminution significative de la valeur de dureté peut principalement être associée à une forte croissance de la taille des grains due à un mécanisme de recristallisation statique, à la transformation de phase ainsi qu'à la diminution de la quantité de martensite présente. Après les PWHTs effectués à 600 °C et 775 °C pendant 15 min, on observe un plateau de dureté à environ 350 $HV_{0.1}$, ce qui pourrait être cohérent avec une restauration statistique de la microstructure sans changement de taille de grains, et éventuellement, une précipitation de carbures.

Après le traitement thermique post-soudage (PWHT) réalisé à 600 °C pendant 30 minutes, on observe des valeurs de dureté similaires à celles du PWHT effectué à la même température pendant 15 minutes. Ces valeurs sont également équivalentes à celles trouvées pour le PWHT effectué à 775 °C pendant 15 minutes. Les raisons de cette diminution peuvent être similaires. Ces résultats seront discutés dans la Section 4.2.3 après l'étude des microstructures par EBSD.

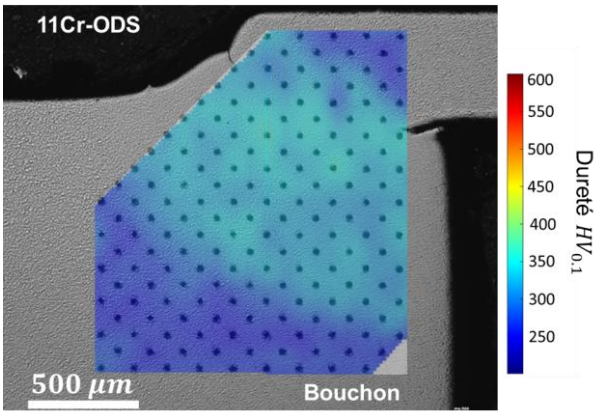
(a) Brut de soudage



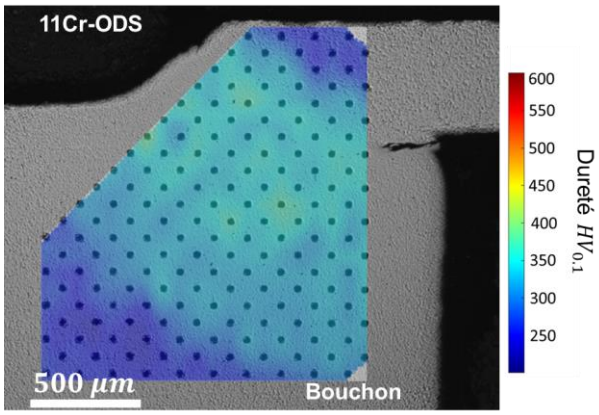
(b) 900 °C – 15 min



(c) 775 °C – 15 min



(d) 600 °C – 15 min



(e) 600 °C – 30 min

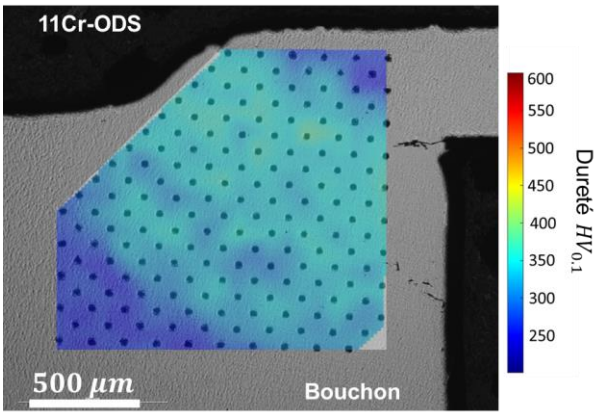
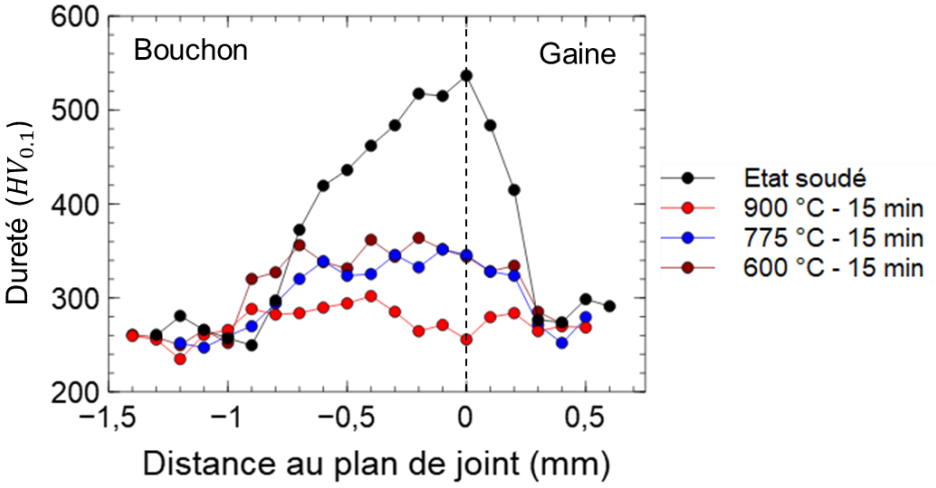


Figure 76. Cartographies de micro-dureté réalisées sur des soudures en acier 11Cr-ODS obtenues avec les paramètres (F_s, E_d) = (4700 N, 2400 J). (a) Brut de soudage et après les différents traitements thermiques à : (b) 900 °C pendant 15 min ; (c) 775 °C pendant 15 min ; (d) 600 °C pendant 15 min et (e) 600 °C pendant 30 min.

(a) Effet de la température



(b) Effet du temps

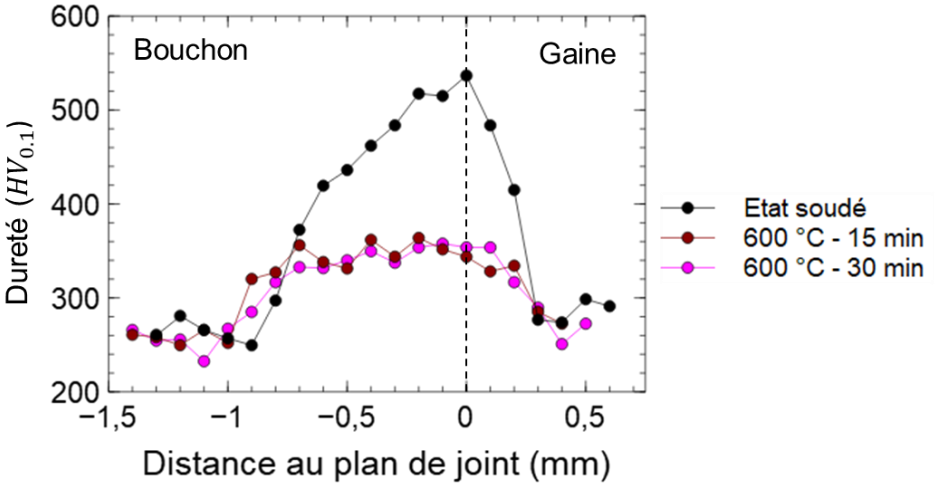


Figure 77. Profils de micro-dureté des soudures en acier 11Cr-ODS obtenues avec les paramètres (F_s, E_d) = (4700 N, 2400 J) après soudage et après différents traitements thermiques. (a) Effet de la température (900 °C, 775 °C, 600 °C) de PWHT pour une durée de traitement de 15 min. (b) Effet de la durée du PWHT pour une température fixée à 600 °C.

4.2.2.1 Effet du PWHT sur la microstructure au niveau du plan de joint

Des analyses EBSD ont été réalisées au niveau du plan de joint dans la ZATM1 (Figure 78). Comme dans le Chapitre 3, la localisation des cartographies EBSD au niveau des plans de joint est basée sur la position des empreintes de micro-dureté à travers la soudure (Figure 76 et Figure 77). Les analyses ont été faites entre les empreintes de la diagonale centrale traversant la soudure. Il convient de noter qu'en raison de variations dans l'emplacement des empreintes d'une soudure à une autre, les positions des cartographies EBSD peuvent légèrement différer.

Les effets des PWHTs sur les microstructures des ZATM1 sont évalués en comparant les valeurs moyennes des tailles de grains à l'état brut de soudage et après les différentes PWHTs (Tableau *18* et Tableau 19). La texture locale dans les ZATM1 est déterminée à partir de l'analyse des figures de pôles (Figure 79 et Tableau 20).

Pour évaluer la fraction de martensite présente dans les différentes ZATM1, la même méthode employée dans le Chapitre 3 et basée sur l'évaluation de la distribution de l'indice de qualité d'image normalisé par grain IQ_N à partir des cartographies EBSD, est utilisée. L'évolution de la fraction de martensite après les différents PWHTs est présentée dans le Tableau 21.

La distribution des désorientations des joints de grain, déterminées à partir des analyses EBSD dans la ZATM1 à l'état brut de soudage et après les PWHTs, ainsi que la proportion d'angles de faible désorientation (inférieure à 10°, notés LAB) et d'angles de forte désorientation (notés HAB) sont présentés à les Tableau 22 et Tableau 23. Les effets du PWHT sur la désorientation intra-granulaire dans la ZATM1 à l'état soudé, puis traité, sont évalués par les paramètres KAM et GOS, respectivement Figure 80 et Figure 81.

Ces résultats seront présentés dans les sous-sections suivantes puis discutés.

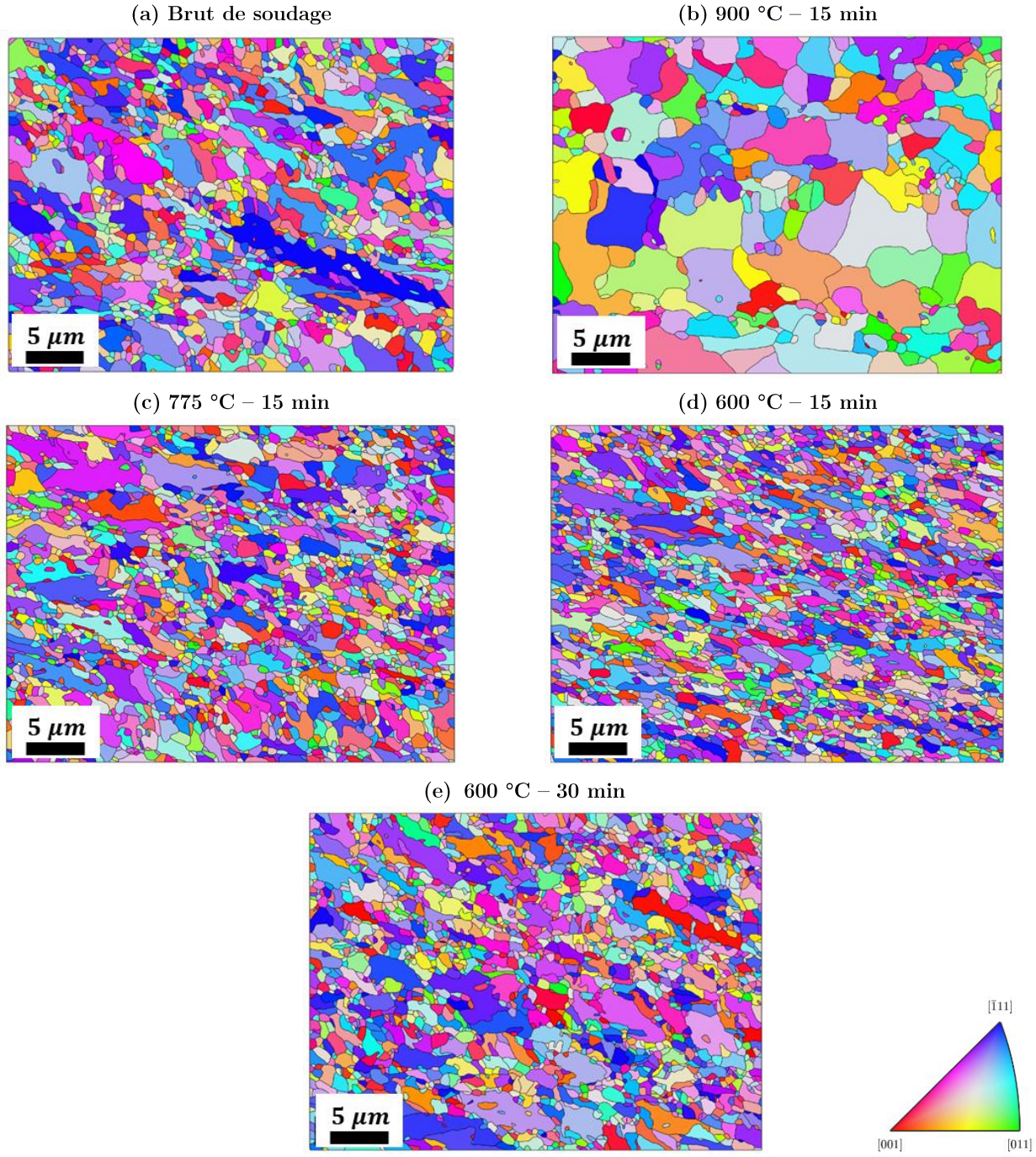


Figure 78. Cartographies EBSD IPFX (associées à la direction de filage) dans la ZATM1 (a) après soudage et traitement thermique à : (b) 900 °C pendant 15 min ; (c) 775 °C pendant 15 min ; (d) 600 °C pendant 15 min et (e) 600 °C pendant 30 min. Soudures obtenues avec les paramètres (F_s, E_d, t_s) = (4700 N, 2400 J, 100 ms).

4.2.2.1.1 Morphologie, taille de grain et texture locale

La même classification des grains en fonction de leur taille, basée sur le critère limite de 2 μm, utilisée dans le Chapitre 3, est effectuée pour évaluer les effets du PWHT sur la microstructure de l'acier 11Cr-ODS soudé. Le Tableau 18 et le Tableau 19 indiquent, respectivement, les effets

de la température et de la durée du PWHT sur la fraction surfacique de chaque population de grains dans la ZATM1, leur taille moyenne ainsi que leur nombre.

Tableau 18. Effet de la température du PWHT sur la fraction surfacique et le diamètre moyen des petits grains (PG), des gros grains (GG) et l'ensemble des grains (EG) dans la ZATM1. Données évaluées à partir des cartographies présentées à la Figure 78. Soudure obtenue avec les paramètres (F_s, E_d) = (4700 N, 2400 J).

	Brut de soudage			**900 °C – 15 min**			**775 °C – 15 min**			**600 °C – 15 min**		
	GG	**PG**	**EG**	**GG**	**PG**	**EG**	**GG**	**PG**	**EG**	**GG**	**PG**	**EG**
Fraction surfacique (%)	24	76	100	76	24	100	23	77	100	8,6	91,4	100
d_m **(**μm**)**	2,25	0,69	0,75	3,24	0,81	1,31	2,55	0,56	0,59	2,42	0,53	0,53
Écart type	1,06	0,32	0,47	1,08	0,47	1,18	0,66	0,31	0,39	0,66	0,27	0,3
Nombre de grains	27	1395	1422	83	239	322	37	2334	2371	9	2925	2934

Tableau 19. Effet du temps du PWHT sur la fraction surfacique et le diamètre moyen des petits grains (PG), des gros grains (GG) et l'ensemble des grains (EG) dans la ZATM1. Données évaluées à partir des cartographies présentées à la Figure 78. Soudure obtenue avec les paramètres (F_s, E_d) = (4700 N, 2400 J).

	Brut de soudage			**600 °C – 15 min**			**600 °C – 30 min**		
	GG	**PG**	**EG**	**GG**	**PG**	**EG**	**GG**	**PG**	**EG**
Fraction surfacique (%)	24	76	100	8,6	91,4	100	24,5	75,5	100
d_m **(**μm**)**	2,25	0,69	0,75	2,42	0,53	0,53	2,06	0,52	0,61
Écart type	1,06	0,32	0,47	0,66	0,27	0,3	1,02	0,32	0,42
Nombre de grains	27	1395	1422	9	2925	2934	13	2201	2214

La comparaison entre les Figure 78.a et b met en évidence qu'un PWHT à 900 °C conduit à un changement radical de la microstructure. Les grains orientés à environ 45° par rapport à l'axe de la gaine ne sont plus observés. Le Tableau 18 montre une augmentation très significative du nombre de grains à l'état traité par rapport à celle dans l'état brut de soudage. La taille moyenne de l'ensemble des grains à l'état traité est de 1,31 $\pm$ 1,18 μm, comparée à 0,75 $\pm$ 0,47 μm à l'état brut de soudage. La population des GG passe de 24 à 76 % en fraction surfacique, traduisant ainsi la réduction drastique du nombre de PG après le PWHT (Tableau 18). La taille moyenne des PG est augmentée d'environ 20 %, tandis que celle des GG n'est augmentée que d'environ 10 %. En effet, c'est la quantité de chacun qui est fortement modifiée en raison de la croissance des grains lors de ce traitement thermique. En ce qui concerne l'évolution de la texture, on remarque une très grosse différente par rapport à l'état brut de soudage (Figure 79). La texture des PG à l'état traité se rapproche d'une texture de type « Copper » {112}<111> (Tableau 20), tandis que celle à l'état brut de soudage se rapproche d'une texture Brass {110}<112> (cf. Chapitre 3, Section 3.3.2). Les GG conservent en partie seulement la texture initiale ({111}<011>), étant donné la diminution significatif de l'intensité maximale, ce qui met en évidence que la texture de déformation initialement présente dans la ZATM1 est fortement

atténué après le PWHT. Enfin, le développement de cette texture dans la ZATM1 après le PWHT peut s'expliquer par la germination et la croissance des nouveaux grains (Doherty et al. 1997) au cours de la recristallisation statistique et de la transformation de phase, comme il sera discuté dans la Section 4.2.3.

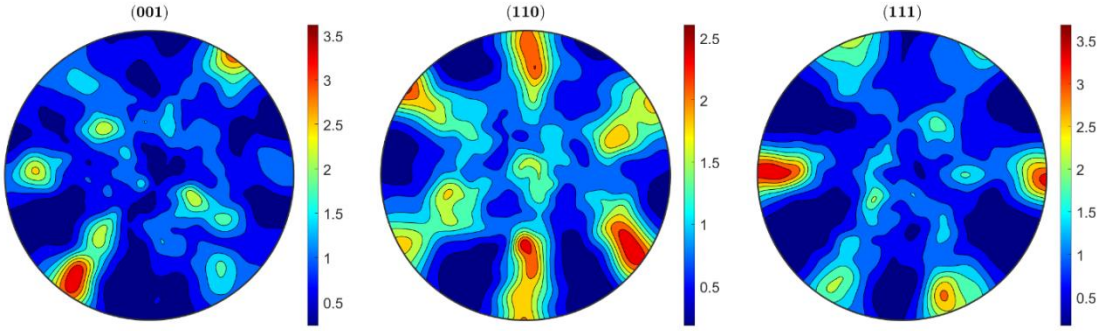
Tableau 20. Comparaison de la texture pour les GG et les PG à l'état brut de soudage et après PWHT à 900 °C pendant 15 min.

Texture proches	Brut de soudage	900 °C – 15 min
PG	{110}<112>	{112}<111>
(intensité maximale)	(6,03)	(9,62)
GG	{111}<011>	{111}<011>
(intensité maximale)	(33,78)	(12,89)

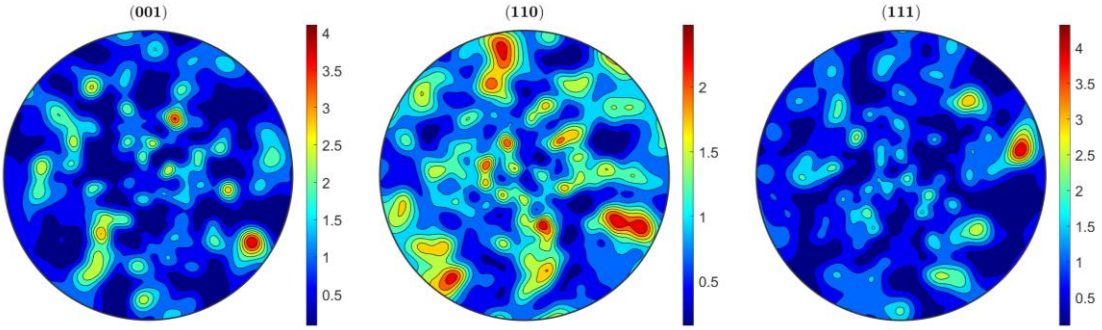
Pour les PWHTs réalisés à 775 °C pendant 15 min et 600 °C pendant 30 min, la fraction de la population de PG dans la ZATM1 est estimée respectivement à 77 % et 75,5 %. Cette fraction est équivalente à celle trouvée dans la ZATM1 à l'état brut de soudage. Pour le PWHT effectué à 600 °C pendant 15 min, on observe une fraction encore plus importante de la population de PG, estimée à 91,4 %. Ces variations de valeurs cependant relativement proches, doivent être reliées à la position de la zone analysée, en sachant que les grains sont plus raffinés dans la partie intérieure du plan de joint que dans sa partie extérieure et centrale (voir Tableau 14, Chapitre 3).

En effet, pour les traitements thermiques à des températures inférieures à Ac_1, nous n'attendons pas de modification significative de la microstructure car les mécanismes de recristallisation ne sont pas thermodynamiquement favorables à ces températures. Cela se confirme par le maintien de l'orientation à 45° des grains après PWHT (voir les Figure 78c-e et les comparer à la Figure 78a.). De plus, cela peut être confirmé par la taille moyenne des GG et des PG qui sont similaires (Tableau 18 et Tableau 19) ainsi que par la similitude de la texture des ZATM1 après les PWHTs avec celle de l'état brut de soudage(Figure 79c-e et Figure 79a). Cependant, les différences entre ces figures de pôle peuvent s'expliquer par la difficulté à localiser précisément ces analyses aux mêmes endroits de la ZATM1.

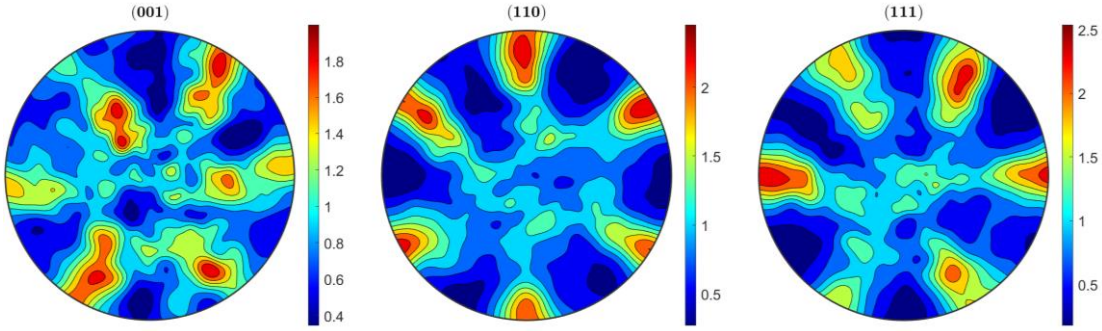
(a) Brut de soudage



(b) 900 °C – 15 min



(c) 775 °C – 15 min



(d) 600 °C – 30 min

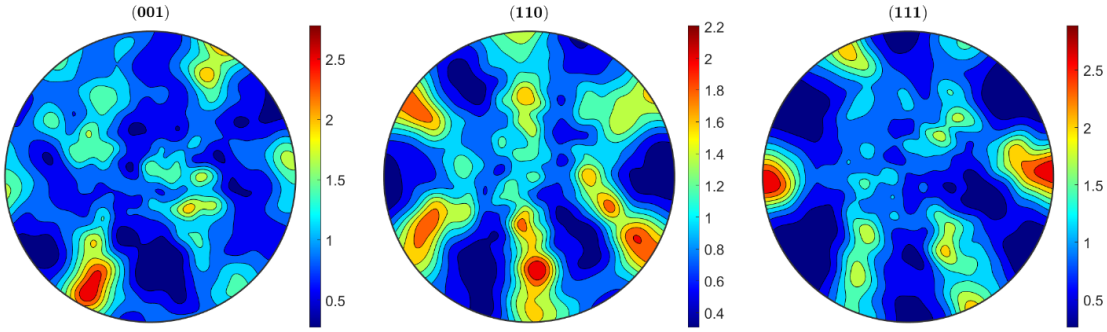


Figure 79. Figures de pôles {001}, {110} et {111} dans les ZATM1s (a) brut de soudage et PWHTs à : (b) 900 °C pendant 15 min ; (c) 775 °C pendant 15 min ; (d) 600 °C pendant 30 min. Soudure obtenue avec les paramètres (F_s, E_d) *= (4700 N, 2400 J).*

4.2.2.1.2 Quantification de la martensite

A l'état soudé et comme évoquée dans le Chapitre 3, la fraction de martensite dans la ZATM est d'environ 76 %. Après le PWHT à 900 °C pendant 15 min, au-dessus d'A_{c3}, la quantité de martensite est fortement diminuée (environ 8 %, Tableau 21), ce qui explique en partie, avec le grossissement des grains, la baisse de dureté notée. Après ce PWHT, on obtient une microstructure majoritairement ferritique, ce qui est cohérent avec la vitesse de refroidissement du PHWT, inférieure à 10 °C/min. En effet, les données de la littérature indiquent qu'une microstructure 100 % ferritique peut être obtenue pour des vitesses de refroidissement inférieure à 0,5 °C/min (Durand 2021).

Aprés les PWHTs réalisés à 775 °C et 600 °C, on observe que la fraction de martensite diminue (Tableau 21), même si ces PWHTs sont effectués à des températures inférieurs à A_{c1} et pendant seulement 15 min. On peut noter également qu'à 600 °C, la répartition de la fraction de martensite est quasi la même pour les GG et les PG, alors qu'à 775 °C, il y a plus de martensite dans les PG.

Tableau 21. Fractions surfaciques de martensite présentes dans les ZATM1s à l'état brute de soudage et après les différents PWHTs étudiés. Soudures obtenues avec les paramètres (F_s, E_d) = (4700 N, 2400 J).

	Etat burt de soudage		**900 °C - 15 min**		**775 °C – 15 min**		**600 °C – 15 min**		**600 °C – 30 min**	
Fraction totale de la martensite (%)	76		8,1		30,3		40,8		28	
	GG	**PG**	**GG**	**PG**	**GG**	**PG**	**GG**	**PG**	**GG**	**PG**
Fraction de la martensite par population de grains (%)	70	79	6,3	17,5	13	31,3	36,6	40,9	20,1	28,2

4.2.2.1.3 Distribution des joints de grains et désorientations intra-granulaire

La fraction de LAB dans la ZATM1 après chaque PWHT est indiquée dans les Tableau 22 et Tableau 23. A l'état soudé, la fraction de LAB dans la ZATM1 est de 46 %. De plus, les grains de la ZATM1 à l'état soudé présentent une forte désorientation intra-granulaire, ce qui indique une forte densité de dislocations géométriquement nécessaires et une forte déformation plastique du réseau cristallin (Figure 80 et Figure 81).

Suite au traitement thermique effectué à 900 °C pendant 15 min, une diminution significative de la fraction de LAB est observée, la faisant passer à 22 % de la fraction totale. La faible proportion de LAB indique un faible taux de déformation intra-granulaire, comme le confirment les analyses GOS et KAM (Figure 80 et Figure 81). Les valeurs moyenne de KAM et de GOS après ce PWHT (Tableau 22) sont similaires à celles du métal à l'état de réception (cf. Chapitre 3, Section 3.3.2). La diminution significative de la proportion de la fraction de LAB dans ces conditions de

traitement thermique peut être reliée au mécanisme de recristallisation statique et la transformation de phase.

La fraction de LAB dans les ZATM1s après PWHTs à 775 °C et 600 °C pendant 15 min diminue légèrement par rapport à l'état soudé, passant, respectivement, à 35 % et 37 %. En se concentrant sur les PG, qui sont plus nombreux et plus représentatifs, les valeurs moyennes de KAM et GOS sont similaires et comparables à celle obtenue dans la ZATM1 à l'état brut de soudage (Tableau *22*). On peut donc conclure, en prenant en compte la variation de la quantité de martensite (forte diminution mais toujours présente, Tableau 21), qu'il y a eu un phénomène de restauration partielle grâce à un effet thermique qui, en raison de notre méthode d'estimation de la quantité de martensite, est en partie peut être masqué et se traduit par la diminution de la fraction LAB.

Pour le PWHT à 600 °C, en augmentant la durée de 15 à 30 min, on peut observer une fraction de LAB équivalente à celle après le PWHT à 775 °C pendant 15 min et inférieure à celle dans la ZATM1 à l'état brut de soudage. Ce résultat valide l'hypothèse que la différence des résultats après les PWHTs peut être attribuée à des écarts de mesure dus simplement à la position de la zone analysée, comme pour les résultats des analyses précédentes (taille moyenne des grains, texture…). En se concentrant sur les PG et en comparant les données des PWHTs à 600 °C pendant 15 et 30 min, on peut observer une fraction de LAB similaire, une augmentation de la valeur moyenne KAM, et une valeur moyenne GOS identique (Tableau 22). On peut également observer une diminution de la quantité de martensite en passant de 15 à 30 min (Tableau 21). En comparant ces résultats avec ceux de l'état brut de soudage, on peut conclure que l'augmentation du temps de maintien de 15 à 30 min n'a pas d'impact significatif sur la distribution des désorientations des joints de grains et potentiellement sur la restauration partielle. Enfin, il se peut qu'une durée plus élevée puisse avoir un impact sur le phénomène de restauration, étant donné que la fraction de martensite diminue en passant de 15 à 30 min, ce qui peut partiellement masquer la présence de grains restaurés, comme mentionné précédemment.

Tableau 22. Effet de la température des PWHTs pour un temps fixé à 15 min sur la fréquence relative des LAB, HAB et valeurs moyennes des KAM et GOS. Soudures obtenues avec les paramètres (F_s, E_d) = (4700 N, 2400 J).

	Brut de soudage			900 °C – 15 min			775 °C – 15 min			600 °C – 15 min		
	GG	**PG**	**EG**	**GG**	**PG**	**EG**	**GG**	**PG**	**EG**	**GG**	**PG**	**EG**
Fréquence relative LAB (%)	53	36	46	19	9	22	43	26	35	42	31	37
Fréquence relative HAB (%)	47	64	54	81	91	78	57	64	65	58	69	63
KAM moyenne	1,63 ± 0,96	1,33 ± 0,94	1,41 ± 0,95	0,74 ± 0,48	0,86 ± 0,52	0,76 ± 0,50	1,67 ± 1,01	1,49 ± 0,97	1,54 ± 0,92	0,86 ± 0,52	1,81 ± 1,07	1,62 ± 1,00
GOS moyenne	5,92 ±1,56	1,94 ±1,94	2,06 ±1,63	1,59 ±1,47	1,01 ±0,84	1,14 ±1,04	6,55 ±1,92	2,01 ±1,63	2,09 ±1,75	6,43 ±1,79	2,07 ±1,51	2,09 ±1,55

Tableau 23. Effet du temps de PWHT pour une température fixée à 600 °C sur la fréquence relative de LAB, HAB et valeurs moyennes de KAM et GOS. Soudures obtenues avec les paramètres (F_s, E_d) = (4700 N, 2400 J).

	Brut de soudage			600 °C – 15 min			600 °C – 30 min		
	GG	**PG**	**EG**	**GG**	**PG**	**EG**	**GG**	**PG**	**EG**
Fréquence relative LAB (%)	53	36	46	42	31	37	45	32	38
Fréquence relative HAB (%)	47	64	54	58	69	63	55	68	62
KAM moyenne	1,63 ±0,96	1,33 ±0,94	1,41 ± 0,95	0,86 ±0,52	1,61 ±1,07	1,62 ±1	2,4 ±1,14	2,04 ±1,15	2,13 ±1,16
GOS moyenne	5,92 ± 1,56	1,94 ± 1,94	2,06 ± 1,63	6,43 ± 1,79	2,07 ± 1,51	2,09 ± 1,55	6,63 ± 1,81	2,08 ± 1,54	2,14 ± 1,64

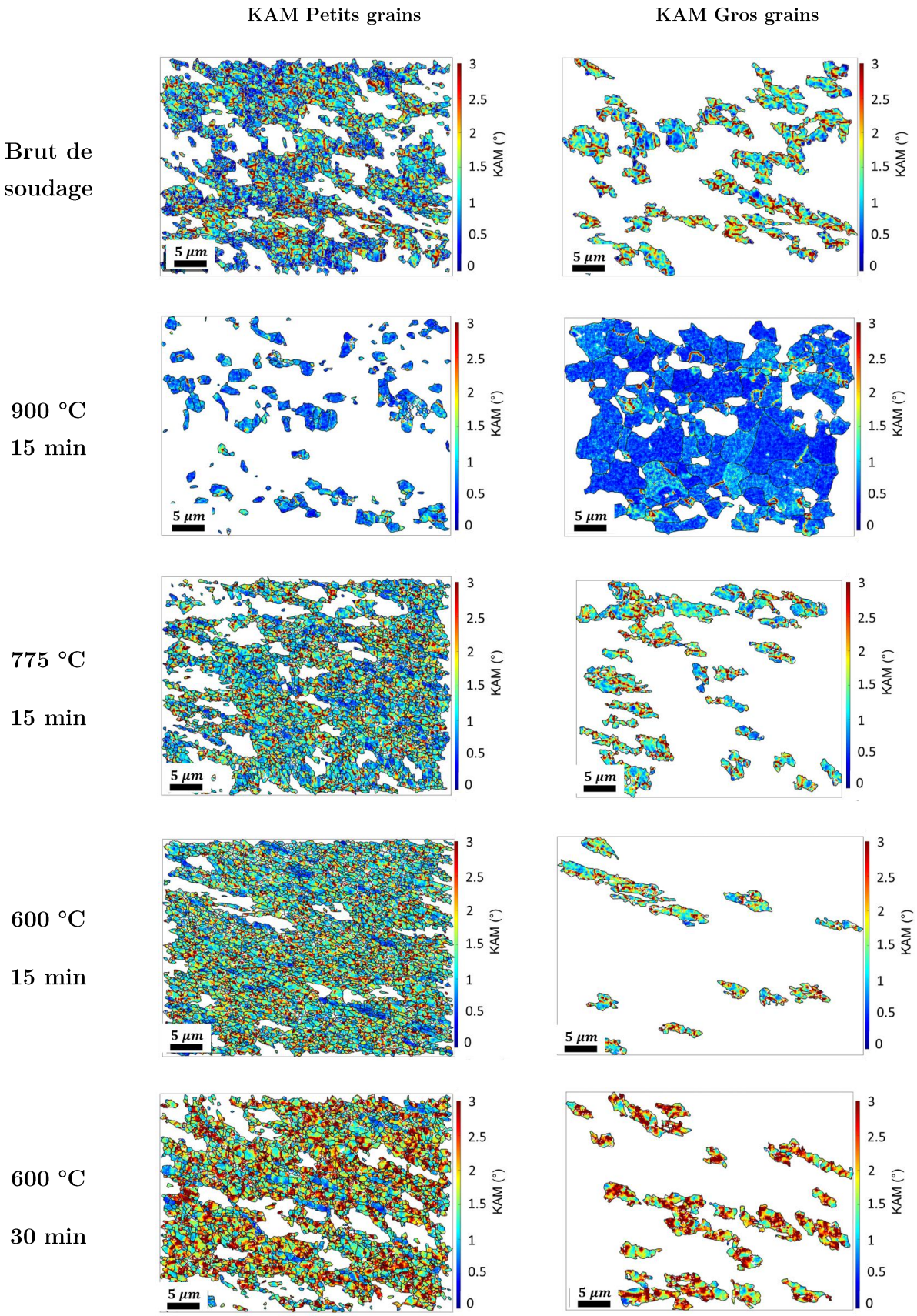


Figure 80. Cartographies des analyses KAM pour les PG et les GG pour le métal à l'état de réception, la ZAT, ZATM2 et ZATM1. Soudure obtenue avec les paramètres (F_s, E_d) = (4700 N, 2400 J).

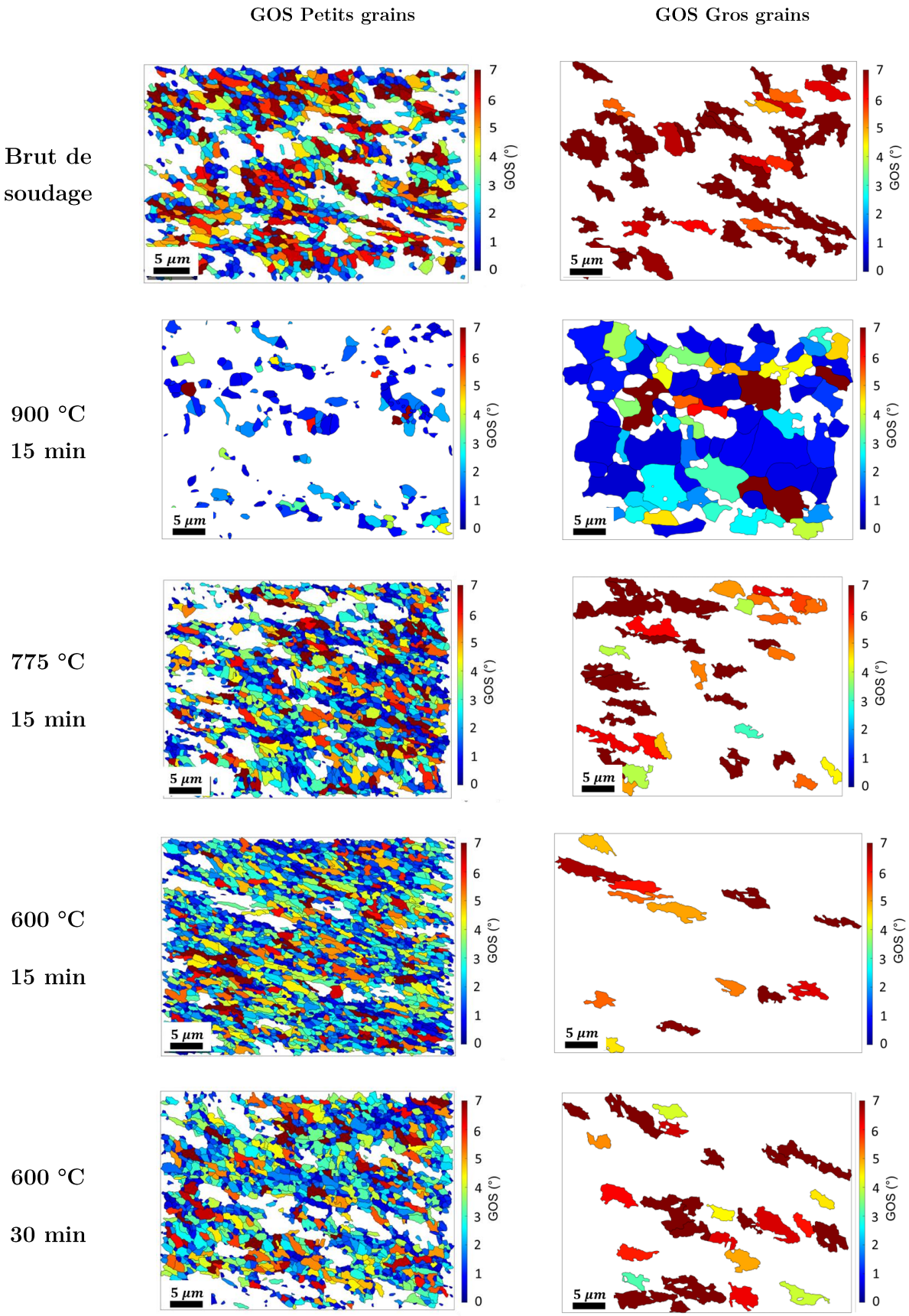


Figure 81. Cartographies des analyses GOS pour les PG et les GG pour le métal à l'état de réception, la ZAT, ZATM2 et ZATM1. Soudure obtenue avec les paramètres (F_s, E_d) = (4700 N, 2400 J).

4.2.3 Discussion sur les effets du PWHT sur la microstructure de l'acier 11Cr-ODS

Les différents PHWTs appliqués engendrent des modifications métallurgiques de la soudure de l'acier 11Cr-ODS obtenue par SPR. Les mesures de dureté et les analyses EBSD mettent en évidence un effet significatif du PHWT réalisé à 900 °C pendant 15 min, conduisant à une dureté homogène à travers la soudure d'une valeur similaire à celle obtenue pour le métal à l'état de réception, la présence de ferrite, un grossissement de la microstructure, une modification de la texture et une évolution de la désorientation intra-granulaire. Les analyses réalisées sur des soudures après les PWHTs à 775 °C pendant 15 min et 600 °C pendant 15 min et 30 min, révèlent une dureté homogène à travers la soudure mais supérieure à celle du métal à l'état de réception. Ces caractérisations indiquent en outre un effet limité de ces PHWTs sur la microstructure de la soudure.

Les modifications microstructurales observées dans la ZATM1 au niveau du plan de joint après les différents PHWTs appliqués sont le résultat de la contribution de plusieurs mécanismes métallurgiques. Ces mécanismes sont discutés dans la suite, en s'appuyant sur les résultats présentés précédemment.

4.2.3.1 Formation de la ferrite

La nuance 11Cr-ODS se caractérise par une transformation austénitique (passant de la phase alpha, ferrite/martensite, à la phase gamma, austénite) à des températures supérieures à la température Ac_1 (840 °C). La température de fin de cette transformation Ac_3 pour la nuance 11Cr-ODS, à savoir la transformation complète de la phase alpha en austénite, est de 870 °C. L'application du PWHT à 900 °C pendant 15 min conduit donc, à une austénitisation quasi-totale de la microstructure formée lors du soudage en austénite(Sassoulas 2016). La méthode basée sur l'indice de qualité d'image moyenne par grain, IQ_N, a indiqué une microstructure biphasée avec presque 92 % de ferrite en raison du refroidissement lent appliqué après le traitement thermique. La martensite présente dans la ZATM1 après ce PWHT peut s'expliquer par un temps de maintien de 15 min qui n'aurait pas permis la transformation complète de la martensite formée lors du soudage en austénite, conduisant ainsi à maintenir la présence d'une fraction résiduelle. Toutefois, il convient de noter que la fraction résiduelle de martensite peut être associée simplement aux erreurs de quantification liées à la méthode utilisée.

4.2.3.2 Recristallisation et restauration statique

4.2.3.2.1 PWHT appliqué à 900 °C pendant 15 min

Le grossissement de la microstructure, ainsi que la forte diminution de la population de LAB observée dans la ZATM1 après le PWHT réalisé à 900 °C pendant 15 min sont principalement attribués à la recristallisation statique en phase austénitique. Lors du PWHT et pour des températures supérieures à Ac_1, de nouveaux germes libres vont apparaitre et croître afin de

générer la microstructure finale (Humphreys et Hatherly 2012). En se fixant un critère basé sur un valeur seuil de de GOS de 2°, la fraction de grains complétement recristallisés après le PWHT est de 75 % (Tableau 24). Le développement d'une nouvelle texture, notamment pour les PG, différente de la texture initiale de déformation est un marqueur de la recristallisation statique discontinue (Sakai et al. 2014). En effet, ce mécanisme fait apparaitre des germes orientés aléatoirement et atténue la texture de déformation (Jensen, Rowenhorst, et Schmidt 2007). Sous l'effet de la croissance des nouveaux grains, les grains déformés, écrouis et sous-structurés, seraient diminués et consommés, ce qui conduirait à la diminution des valeurs de KAM et GOS (Tableau 22).

La recristallisation statique lors du PWHT appliqué à 900 °C permet ainsi d'éliminer les contraintes résiduelles induites par le procédé de soudage, de restaurer les propriétés mécaniques du métal à l'état de réception dans les zones affectées grâce à la croissance des grains et ainsi, d'améliorer la ductilité de l'assemblage soudé voire sa ténacité d'après Rieth *et al.* (Rieth et al. 2021). Toutefois, ces modifications ne sont pas envisageables en pratique puisque ce type de PWHT n'est pas applicable industriellement.

Tableau 24. Comparaison de la fraction surfacique des grains recristallisés de la ZATM1 à l'état brut de soudage et après le PWHT à 900 °C pendant 15 min. Soudures obtenues avec les paramètres (F_s, E_d) = (4700 N, 2400 J).

	Brut de soudage			**900 °C – 15 min**		
Fraction surfacique (%)	**GG**	**PG**	**EG**	**GG**	**PG**	**EG**
GOS ≤ 2°	**0**	**35**	**26**	**71**	**87**	**75**
Fraction de GOS > 2°	**100**	**65**	**74**	**29**	**13**	**25**

4.2.3.2.2 PWHT appliqué en dessous de la température A_{c1}

Les valeurs de KAM et GOS observées dans la ZATM1 à l'état soudé et après les différents traitements thermiques appliqués au-dessous de la température A_{c1} restent similaires (Tableau 22 et Tableau 23). La fraction de grains complétement recristallisés après les différents PWHTs est similaire à celle à l'état brut de soudage (Tableau 25). Dans l'ensemble, ces résultats suggèrent un impact limité de ces PWHTs sur la densité de dislocations géométriquement nécessaires, et il semble que les températures de ces PWHTs soient insuffisantes pour déclencher le mécanisme de recristallisation statique.

La chute de la dureté observée après ces PWHTs peut être liée à la restauration du réseau de dislocations. En effet, la restauration statique a lieu par le réarrangement et l'annihilation des dislocations quand les métaux sont soumis à des températures élevées (Humphreys et Hatherly 2012). Pendant cette étape de restauration, l'annihilation des dislocations, introduites par déformation plastique lors du soudage, engendre une réduction de l'énergie interne. Les propriétés du matériau déformé lors du soudage sont restaurées à travers cette diminution de densité de dislocations, abaissant macroscopiquement la dureté et la limite d'élasticité de celui-ci (Srivastava, Tewari, et Prakash 2010). Des observations similaires ont été reportées dans la

littérature pour des PWHTs réalisés à des températures comprises entre 700 °C et 800 °C sur des assemblages soudés obtenus par SPR ou par FSW sur des aciers ODS martensitiques (Fu et al. 2022; Jerred et al. 2018; Yu et al. 2015; Seki et al. 2004).

Tableau 25. Comparaison de la fraction surfacique des grains recristallisés de la ZATM1 à l'état brut de soudage et après les PWHTs au-dessous d'A_{c1}. Soudures obtenues avec les paramètres (F_s, E_d) = (4700 N, 2400 J).

	Brut de soudage			**775 °C – 15 min**			**600 °C – 15 min**			**600 °C – 30 min**		
Fraction de surfacique (%)	**GG**	**PG**	**EG**	**GG**	**PG**	**EG**	**GG**	**PG**	**EG**	**GG**	**PG**	**EG**
GOS ≤ 2°	**0**	**35**	**26**	**0**	**37**	**30**	**0**	**36**	**34**	**0**	**35**	**28**
GOS > 2 °	**100**	**65**	**74**	**100**	**63**	**70**	**100**	**64**	**66**	**100**	**65**	**74**

En revanche, les PWHTs appliqués au-dessous de la température A_{c1} ne devraient à priori pas avoir d'impact sur la structure cristalline de la soudure. Toutefois, une évolution de la quantité de martensite de la ZATM1 a été observée après les différents traitements appliqués au-dessus d'A_{c1} (Tableau 21). On retrouve la plus grande quantité de martensite (40 %) après un PWHT réalisé à 600 °C pendant 15 min. Cette quantité diminue à 30,3% lorsque la température du PWHT passe à 775 °C pendant 15 min et à 28 % lorsque la durée passe à 30 min pour une température de 600 °C. Cette diminution de la quantité de martensite, estimée par la méthode de l'indice de qualité d'image moyenne par grain, peut être attribuée à un phénomène de restauration partielle favorisé par un effet thermique plus prononcé avec l'augmentation de la température et/ou de la durée de traitement. En effet, il est possible qu'une partie des grains identifiés comme étant des grains martensitiques à l'état brut de soudage soit de grains ferritiques déformés qui se sont restaurés lors des PWHTs.

Outre la restauration statique, la chute de dureté après les PWHTs appliqués en dessous d'A_{c1} peut être également corrélée et attribuée à la précipitation de carbures ($M_{23}C_6$, M_6C…) aux interfaces d'inter-lattes de la martensite, en réduisant ainsi la fraction de carbone libre dans les interstitiels des grains (Lambard 2000). Ceci a été largement reportée dans la littérature pour la zone soudée des assemblages soudés par FSW ou par fusion des aciers martensitiques (Ji et al. 2022; S. Li et al. 2021; Liu et al. 2018; Pandey et al. 2019; Pandey, Giri, et Mahapatra 2016; Barbadikar et al. 2015; Hurtado-Noreña et al. 2015).

4.2.3.3 Effet du PWHT sur la distribution de nano-oxydes

Comme pour l'état soudé, des analyses MET étaient prévues pour évaluer l'effet du PWHT sur la distribution des nano-oxydes au niveau du plan de joint, dans la ZATM1 de la soudure en acier 11Cr-ODS. Toutefois, ces analyses n'ont pas pu pas être réalisées dans le cadre de cette étude. Dans la littérature, les effets du PWHT sur la distribution des nano-oxydes dans la zone soudée, que ce soit par le procédé de SPR ou un autre procédé, n'ont pas encore fait l'objet d'études, contrairement aux effets du soudage sur cette distribution.

Les effets du traitement thermique sur la distribution de nano-oxydes ont été principalement étudiée après l'étape de filage de la barre. Après cette étape, généralement réalisée à 1150 °C, la distribution de nano-oxydes est influencée par la température de traitement thermique. Noh *et al.* (Noh et al. 2013) ont reporté la présence des nano-oxydes d'une taille supérieure à 20 nm, avec une taille moyenne de 12 nm, après traitement thermique post-filage à 750 °C pendant 1 h d'une barre en acier 9Cr-ODS. En revanche, de très fines particules de nano-oxydes, inférieures à 10 nm et de taille moyenne de 5 nm, distribuées de façon homogène, ont été observées après un traitement thermique d'austénitisation post-filage à 1050 °C pendant 1 h. Ces différences dans la distribution de nano-oxydes après ces deux traitements thermiques ont été associées à la transformation austénitique (Masahiro Yamamoto et al. 2011), et plus particulièrement à la précipitation des nano-oxydes lors du filage à chaud et à leur cohérence avec la matrice ferritique (Alinger, Odette, et Hoelzer 2004). En effet, le changement de phase et la transition d'une structure ferritique (CC) à une matrice austénitique (CFC) perturbent la cohérence entre les nano-oxydes et la matrice, ce qui se traduit par une différence dans la distribution des nano-oxydes en fonction de la température du traitement thermique, notamment quand elle dépasse la température A_{c1}. Ces résultats suggèrent que le PWHT appliqué à 900 °C pourrait avoir un effet sur la distribution des nano-oxydes dans la zone affectée. En revanche, pour les PWHT appliqués en dessous de la température de transformation austénitique, on s'attend à un effet négligeable sur la distribution des nano-oxydes dans la zone affectée.

4.2.3.4 Synthèse

Dans cette première partie du chapitre, des PWHTs optimisés en termes de durée et de température de traitement ont été identifiés. Leurs effets sur les caractéristiques métallurgiques de la soudure en acier 11Cr-ODS ont été évalués au moyen de mesures de micro-dureté et d'analyses EBSD. Les résultats montrent un effet significatif du PWHT appliqué à 900 °C pendant 15 min sur les caractéristiques métallurgiques de la soudure, homogénéisant la valeur de la dureté et réduisant la présence de martensite. Cette homogénéisation pourrait contribuer à maitriser la tenue mécanique de l'assemblage soudé sous des sollicitations similaires à celles rencontrées en service. Toutefois, l'application de ce PWHT n'est pas envisageable industriellement.

Les PWHTs appliqués en dessous de la température de transformation austénitique induisent des effets limités sur les caractéristiques métallurgiques de la soudure. Bien que les effets de ces PWHTs aient un impact très limité sur la microstructure à l'échelle des grains, ils pourraient améliorer la résistance mécanique de l'assemblage, notamment sa ductilité locale. Dans la section suivante, les effets du PWHT sur la tenue mécanique de l'assemblage soudé, évalués par les essais avec les éprouvettes type « bouchon-gaine », seront étudiés.

4.3 Caractérisation mécanique des assemblages traités par des essais de traction bouchon-gaine

Les PWHTs étudiés dans la section précédente ont été optimisés en termes de temps et de température dans le but de proposer des traitements thermiques répondant aux contrainte industrielle. Etant donné que la réalisation d'un PWHT à des températures très élevées ou pendant une longue durée est difficilement réalisable, le PWHT appliqué à 775 °C pendant 15 min a été retenu pour étudier ses effets sur la tenue mécanique de l'assemblage soudé. Ce choix est motivé par le fait que la température de ce PWHT se situe entre la température de fonctionnement maximale envisagée et la température A_{c1}, et que la durée du traitement reste courte. Pour une meilleure compréhension de l'impact de ce PWHT retenu sur la résistance mécanique de l'assemblage soudé, une série d'essais de traction a été réalisée en utilisant des éprouvettes de type « bouchon-gaine » optimisées, de même géométrie que celles employées dans le Chapitre 3.

Les essais de traction ont été réalisés à température ambiante et à 600 °C, en utilisant les mêmes moyens et les mêmes conditions d'essais qu'au le Chapitre 3 (Section 3.4). Des éprouvettes en acier 9Cr-ODS ont été utilisées, en raison du faible stock d'acier 11Cr-ODS. Le choix de cette nuance se justifie, comme mentionné dans le Chapitre 3, par le fait que ces deux matériaux subissent des changements microstructuraux similaires lors du soudage, notamment en termes de gradient de dureté, d'affinement de la microstructure et de changement local de texture. De plus, après un traitement thermique à 600 °C pendant 30 min, ce matériau présente également des évolutions similaires à celles observées avec la nuance 11Cr-ODS dans les mêmes conditions de PWHT en termes de dureté et de microstructures (Annexe 7). Il est donc attendu un effet similaire du PWHT effectué à 775 °C pendant 15 min sur ces deux nuances d'acier ODS.

A nouveau, les courbes de traction contrainte-déformation ne sont pas employées dans ce chapitre puisque la géométrie de l'éprouvette utilisée génère un chargement complexe, différent d'une traction simple. Les courbes force-déplacement mesurées lors des essais sont présentées (Section 4.3.1) et comparées aux résultats de la simulation numérique (Section 4.3.3) pour aider l'interprétation des résultats.

4.3.1 Résultats expérimentaux des essais de traction bouchon-gaine

Le Tableau 26 rappelle les essais réalisés sur l'état brut de soudage et présente ceux réalisés après le PWHT à 775 °C pendant 15 min en indiquant la force maximale atteinte et la localisation de la zone de la rupture pour chaque éprouvette testée. La Figure 82 présente les courbes force-déplacement mesurées avant traitement thermique et après.

Tableau 26. Résultats des essais de traction réalisés à l'état brut de soudage (F_s, E_d) = (4700 N, 2400 J) sur des éprouvettes de type « bouchon-gaine » et après un traitement thermique à 775 °C pendant 15 min.

Matériaux	Référence d'essai	T (°C)	F_{max}(kN)	Zone de rupture
9Cr-ODS brut de soudage	E1-9Cr-ODS	Ambiante (20°C)	13,6	Dans la zone soudée
	E2-9Cr-ODS		12,2	Dans la zone soudée
	E3-9Cr-ODS	600 °C	7,3	Rupture mixte majoritairement dans la gaine
	E4-9Cr-ODS		7,2	Rupture mixte majoritairement dans la gaine
9Cr-ODS traité à 775 °C pendant 15 min	E5-9Cr-ODS	Ambiante (20°C)	15	En dehors de la zone soudée
	E6-9Cr-ODS	600 °C	8	Rupture mixte majoritairement dans la gaine
	E7-9Cr-ODS		7.3	Rupture mixte majoritairement dans la gaine

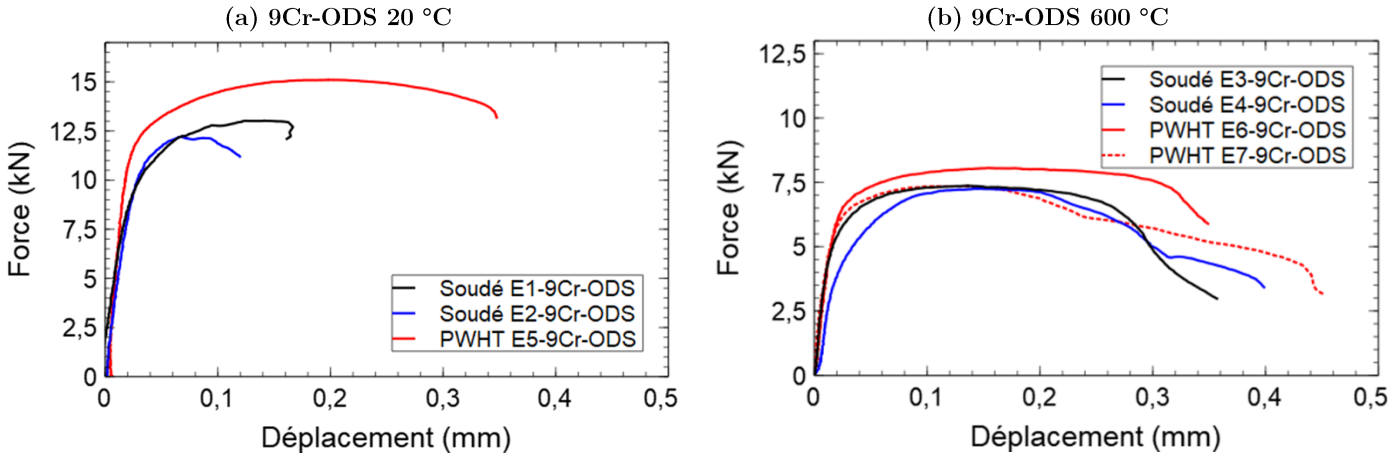


Figure 82. Courbes force-déplacement mesurées à partir des essais de traction à (a) 20 °C et (b) 600 °C avec des éprouvettes de type « bouchon-gaine » en acier 9Cr-ODS à l'état brut de soudage (F_s, E_d) = (4700 N, 2400 J) et après PWHT (775 °C pendant 15 min).

L'unique essai de traction réalisé à température ambiante après traitement thermique a entraîné une rupture au niveau de la gaine, contrairement à l'essai réalisé sur l'état brut de soudage qui présente une rupture au niveau de la soudure (Figure 83). Cette différence dans la zone de rupture se comprend directement en regardant l'évolution de la courbe force-déplacement (Figure 82a). En effet, on observe que la force et le déplacement maximaux atteints à l'état traité (respectivement 15 kN et 0,35 mm) sont supérieurs que ceux à l'état brut de soudage (13,5 kN et 0,18 mm). L'analyse des faciès de rupture indique une rupture ductile avec la présence de cupules.

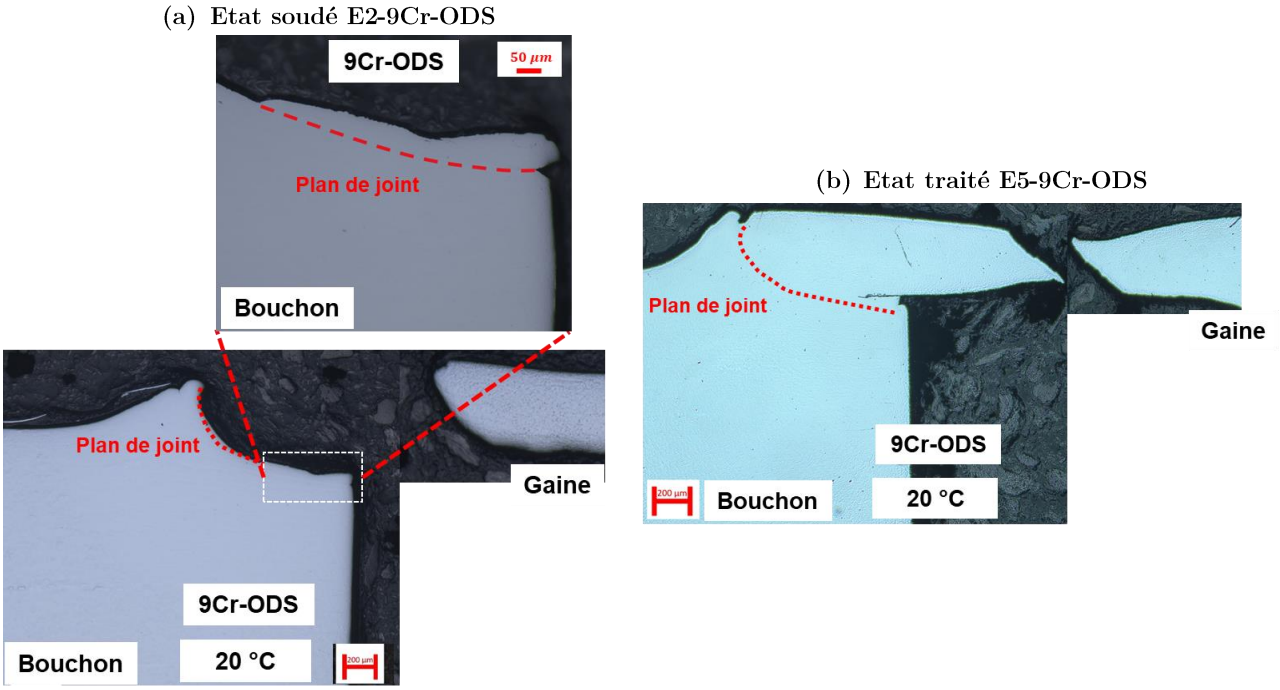


Figure 83. Vues en coupe des éprouvettes de type « bouchon-gaine » en acier 9Cr-ODS rompues après essai de traction à 20 °C. Comparaison de la zone de rupture pour les essais réalisés sur l'état (a) brut de soudage (essai E2 -9Cr-ODS) et (b) traité à 775 °C pendant 15 min (essai E5-9Cr-ODS).

Pour les deux essais réalisés après PWHT et à 600 °C, on observe des ruptures mixtes, principalement localisée dans la gaine, résultats similaires à ceux observés à l'état soudé (Figure *84*). Sur la Figure 82b, on peut voir que les déplacements mesurés sont quasi similaires qu'il y ait eu un PWHT ou non avant l'essai. Il convient également de noter que la dispersion entre les courbes des essais à l'état brut de soudage et traité, peut être principalement due à une légère différence dans l'épaisseur de la gaine, la forme de la soudure et le désalignement de l'éprouvette lors du soudage. Ces résultats semblent indiquer une restauration « partielle » des propriétés mécaniques du matériau à l'état soudé au cours des essais mécaniques à 600 °C, pour lesquels un temps de maintien de 40 min a été appliqué avant la sollicitation mécanique afin d'assurer l'homogénéisation de la température dans l'échantillon. Cette restauration mécanique « partielle » à 600 °C a été en partie mis en évidence par une restauration microstructurale « partielle » via les résultats microstructuraux présentés dans la Section 4.2, où les valeurs de dureté des différentes zones affectées par le SPR ont été considérablement réduites grâce aux traitements thermiques effectués à cette température.

La comparaison des résultats des essais réalisés à 600 °C sur ces deux états, soudé et traité thermiquement, permet de conclure à un effet négligeable sur la résistance mécanique du joint des traitements thermiques réalisés en séquence : un premier à 775 °C pendant 15 min suivi par un deuxième dans le four de la machine de traction (600 °C pendant 40 min). Ceci permet de conclure qu'un PWHT à 600 °C serait suffisant pour restaurer les propriétés mécaniques. Comme à l'état soudé, les observations des faciès de rupture après essai à 600 °C ne permettent pas d'analyser le mode de rupture, puisqu'ils se sont oxydés lors du refroidissement à l'air.

Enfin, comme il a été évoqué dans la Section 3.4.1 du chapitre 3, la simulation numérique d'essais « bouchon-gaine » s'avère nécessaire afin d'apporter des éléments de compréhension sur les origines des modes de rupture observés. Les deux sections suivantes y seront consacrées.

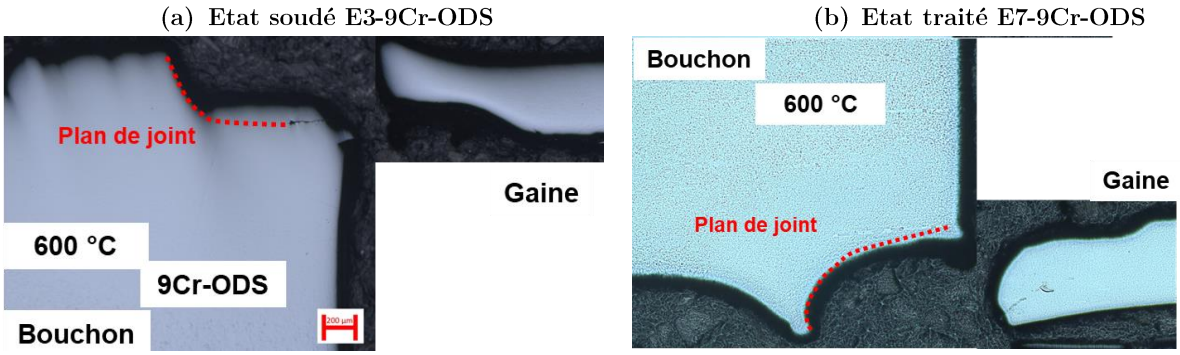


Figure 84. Vues en coupe des éprouvettes de type « bouchon-gaine » en acier 9Cr-ODS rompues après des essais de traction à 600 °C. Comparaison de la zone de rupture pour les essais réalisés sur l'état (a) brut de soudage (essai E3-9Cr-ODS) et (b) traité à 775 °C pendant 15 min (essai E7-9Cr-ODS).

4.3.2 Simulation numérique des essais de traction avec éprouvette « bouchon-gaine »

Pour la simulation numérique des essais de traction réalisés sur l'état traité, la même approche numérique que celle adoptée pour simuler ces essais à l'état soudé a été utilisée. Cette approche et la description du modèle sont décrites en détail dans les Sections 3.4.2 et 3.4.3 du chapitre 3. Bien que la microstructure à l'échelle du grain après PWHT effectué à 775 °C pendant 15 min soit similaire à l'état brut de soudage, et que le niveau de dureté soit plus élevé que celui du métal à l'état de réception, lorsque la soudure a été traitée thermiquement, « matériau homogène », avec des propriétés mécaniques uniformes dans toute l'éprouvette, a été considéré à température ambiante et à 600 °C pour la simulation. Ce choix facilite la prise en compte des effets du PWHT sur la restauration mécanique du matériau. Cependant, il convient de noter que ce choix ne permet pas de prendre en compte l'état métallurgique des différentes zones, ni l'état des contraintes résiduelles de soudage.

4.3.3 Résultats de la simulation numérique des essais « bouchon-gaine »

La Figure 85 compare les courbes expérimentales de force-déplacement obtenues expérimentalement à celles calculées numériquement. A température ambiante, on observe un accord relatif de la courbe force-déplacement simulée avec celle mesurée, celle-ci surestimant d'environ 13 % la force maximale mesurée expérimentalement. La courbe force-déplacement obtenue à 600 °C par simulation est en bon accord avec les courbes expérimentales (Figure 85b). Dans les deux cas, la simulation prévoit la localisation de la déformation dans la gaine (Figure *86*), ce qui est cohérent avec les observations expérimentales (Figure 83b et Figure 84b).

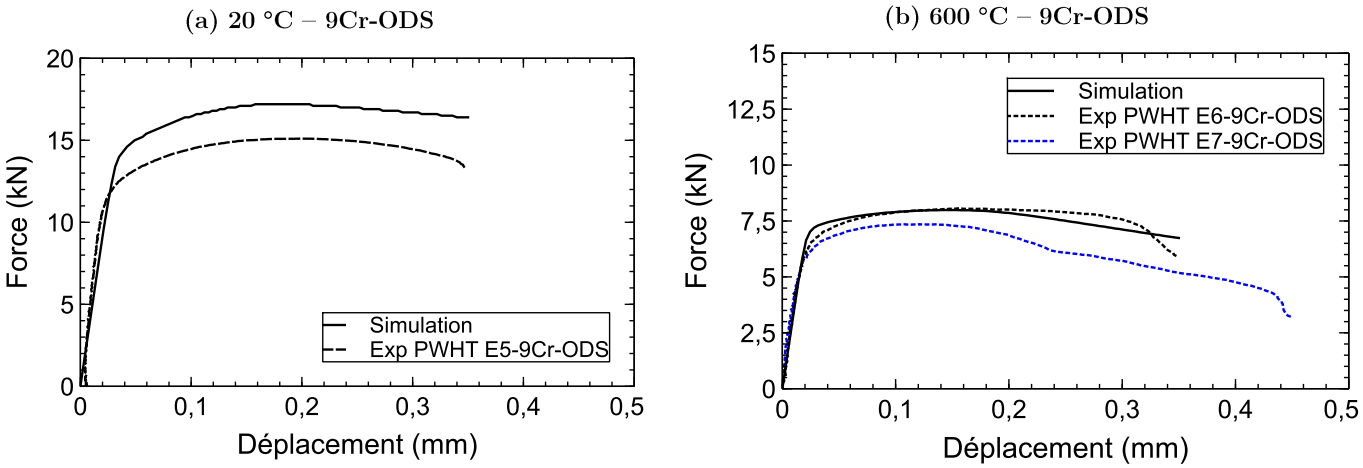


Figure 85. Comparaison entre les courbes « force-déplacement » mesurées expérimentalement (9Cr-ODS traité à 775 °C pendant 15 min) et celles simulées numériquement pour un matériau à l'état traité thermiquement et dit « homogène » : (a) à 20 °C et (b) à 600 °C.

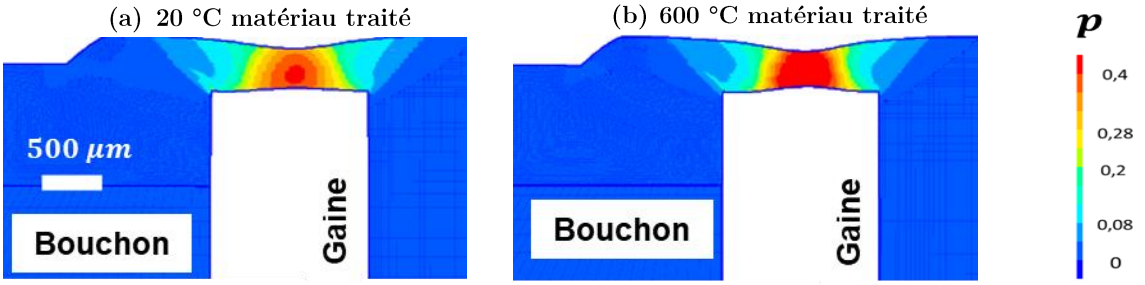


Figure 86. Comparaisons des champs de déformation plastique après essai de traction pour un matériau à l'état traité thermiquement et dit « homogène » : (a) à 20 °C et (b) à 600 °C.

L'écart à 20 °C entre les courbes de la force maximale mesurée et de celle simulée peut s'expliquer par :

i. La non-prise en compte l'état métallurgique des différentes zones affectées par le SPR, notamment la ZATM1, ni les hétérogénéités microstructurales après le PWHT et les propriétés afférentes ;

ii. Une différence entre l'épaisseur réelle de la gaine et celle modélisée. En effet, la tolérance dimensionnelle sur l'épaisseur de la gaine spécifiée pour l'usinage des pièces est de $\pm 0{,}05$ mm. L'épaisseur nominale de la gaine étant de 0,5 mm, il est tout à fait possible que son épaisseur réelle, donc sa section, présente un écart de 10 % par rapport à celle modélisée, valeur du même ordre que l'écart observé sur la force maximale (13 %). De plus, une différence de géométrie entre la soudure réelle et celle modélisée peut également contribuer à cette disparité ;

iii. Un défaut d'alignement axial de l'éprouvette, dû à un défaut d'alignement du bouchon et de la gaine sur la machine de soudage, peut également être l'origine de cet écart.

4.3.4 Discussion sur les résultats des essais mécaniques bouchon-gaine

Comme dans le Chapitre 3 et compte tenu du nombre limité d'essais réalisés à l'état brut de soudage, il conviendrait de réaliser des essais supplémentaires à l'état traité afin de confirmer les observations faites et mieux comprendre l'effet du PWHT sur la tenue mécanique de l'assemblage soudé.

Lors de l'unique essai réalisé à température ambiante sur une éprouvette ayant subi un PWHT à 775 °C pendant 15 min, la rupture de l'éprouvette s'est produite loin de la zone soudée malgré le dimensionnement des éprouvettes. En revanche, pour les deux essais à 600 °C, tout comme pour ceux réalisés sur l'état brut de soudage, la rupture est mixte affectant principalement la gaine.

La présence de martensite revenue dans la ZATM1 à l'état traité peut être corrélée à des propriétés mécaniques plus élevées, notamment une limite d'élasticité supérieure à celle du métal à l'état de réception. Selon Hary et al. (Hary et al. 2016), une microstructure biphasée ferrito-martensitique se caractérise par une limite d'élasticité plus élevée qu'une microstructure 100 % ferritique. De plus, le raffinement de la microstructure par rapport au métal à l'état de réception (Tableau 18) doit également contribuer à augmenter la limite d'élasticité de la ZATM1 par un effet Hall-Petch (Hall 1951). Toutefois, le PWHT appliqué à 775 °C pendant 15 min a permis d'homogénéiser la dureté à travers la soudure, en réduisant la dureté de la ZATM1 à l'état soudé de 550 $HV_{0.1}$ à 350 $HV_{0.1}$. Cette baisse de dureté s'accompagne généralement d'une augmentation de la ductilité (H. Li et al. 2015). Pour l'essai réalisé à température ambiante, l'augmentation de la ductilité au niveau du plan de joint semble réduire l'impact d'un potentiel manque de liaison au niveau de celui-ci et de fait, la rupture a lieu dans la zone la plus fine c'est-à-dire la gaine. L'amélioration de la ductilité dans la zone affectée au niveau du plan de joint par rapport à l'état soudé peut alors favoriser la localisation de la déformation plastique au niveau de la gaine.

En s'appuyant sur ces éléments, l'explication de la rupture de la gaine à l'état traité réside dans le fait que le PWHT permet de passer d'un mode de rupture fragile le long du plan de joint (état soudé, martensitique) à un mode de rupture plus ductile, qui résiste mieux à la propagation, en tout cas suffisamment pour que la déformation plastique se localise dans la gaine ou potentiellement à l'interface ZAT/ZATM2.

Le mode de rupture et l'évolution de la courbe force-déplacement pour un essai sur une éprouvette brute de soudage traitée in-situ à 600 °C pendant 40 min et une autre prétraitée à 775 °C pendant 15 min, puis traitée une seconde fois in-situ à 600 °C pendant 40 min avant d'être testée mécaniquement, sont similaires. Ceci peut être attribué principalement au temps de maintien (40 min) appliqué pour homogénéiser la température dans l'éprouvette avant la réalisation de l'essai en température. On peut penser que le prétraitement à 600 °C pendant 40 min permet d'homogénéiser la valeur de la dureté à travers la soudure au même niveau qu'après le PWHT

appliqué à 775 °C pendant 15 min, étant donné les effets similaires des PWHTs réalisés à 775 °C pendant 15 min et à 600 °C pendant 30 min (Figure 76 et Figure 77). Deux hypothèses peuvent être envisagées pour expliquer la rupture localisée principalement dans la gaine :

- La première hypothèse suppose que la rupture dans la gaine est principalement due à sa faible épaisseur par rapport à la zone soudée, ainsi qu'à des contributions provenant de désalignements de l'assemblage soudé SPR. Dans ce cas, on peut conclure que la microstructure de la zone soudée est entièrement restaurée. Donc c'est la zone de faible épaisseur qui est rompue en premier. Dans ce cas, pas d'effet microstructural ;
- La deuxième hypothèse suppose que la rupture, estimée comme ayant eu lieu dans la gaine, pourrait être eu au niveau de l'interface ZAT/ZATM2. En raison de la complexité des sollicitations au sein de la zone soudée, les ruptures sont observées très proches du plan de joint, toujours du côté de la gaine. De plus, étant donné que les éprouvettes « bouchon-gaine » sont dimensionnées pour localiser les sollicitations dans la zone soudée, l'effet microstructural peut être envisagé. Les tailles de grains dans les zones ZATM1 et ZATM2 restent en moyenne plus petites et plus homogènes que dans le métal à l'état de réception ou la ZAT. Bien que la zone soudée ait retrouvé des niveaux de dureté similaires à ceux du métal à l'ER, mais légèrement supérieurs, les petites tailles de grains sont maintenues dans ces zones ZATM1 et ZATM2 après le PWHT. De plus, une comparaison des essais réalisés à 600 °C sur la nuance P91 et 9Cr-ODS indique que la présence du renfort impacte fortement la déformation, tout comme la localisation de la zone de rupture (respectivement dans la gaine ou mixte). Par conséquent, on peut conclure que la rupture peut se produire à l'interface entre la ZAT et ZATM2 du côté de la gaine en raison des effets microstructuraux. Ceci peut confirmer qu'il est nécessaire de préserver une bonne distribution des renforts et une zone avec des grains de petite taille et en plus grande quantité afin de préserver la localisation de la rupture du côté de la gaine. Enfin, des analyses supplémentaires seront sans doute nécessaires pour affiner cette hypothèse et apporter encore des éléments de compréhensions sur la contribution de la microstructure à la localisation de la rupture.

4.4 Conclusions

L'objectif de ce chapitre était d'évaluer les effets du PWHT sur la microstructure de la soudure et les caractéristiques mécaniques de l'assemblage bouchon-gaine en acier 11Cr-ODS. Des PWHTs optimisés en termes de durée et température de traitement ont été identifiés sur la base des mesures de dureté réalisées sur des échantillons pesant moins de 200 mg chacun, prélevés sur une soudure en acier 11Cr-ODS ayant subi des traitements thermiques dans un DSC. Les PHWTs retenus ont été ensuite réalisés sur des assemblages soudés afin d'évaluer leurs effets sur les caractéristiques métallurgiques de la soudure par des mesures de dureté et des analyses EBSD. Enfin, des essais de traction réalisés avec des éprouvettes de type « bouchon-gaine » ont permis

d'identifier les différents modes de rupture de l'assemblage à l'état traité et de les comparer avec ceux observés à l'état soudé.

Les principales conclusions de cette étude sont :

- Le PWHT réalisé au-dessus de la température A_{c1}, à 900 °C pendant 15 min, a un effet significatif sur les caractéristiques métallurgiques de l'assemblage soudé. Ce traitement thermique homogénéise la valeur de la dureté à travers la soudure, en la rabaissant au même niveau que celle du métal à l'état de réception, mais induit un grossissement des grains. La microstructure générée après refroidissement lent est 100 % ferritique ;
- Les PWHTs appliquées en dessous d'A_{c1}, à 775 °C et 600 °C pendant 15 min, conduisent à une homogénéisation de la valeur de la dureté à travers la soudure, mais à un niveau qui reste supérieur à celui du métal à l'état de réception. Un plateau de dureté à 350 $HV_{0.1}$ est ainsi observé dans la soudure contre une dureté de 250 $HV_{0.1}$ du métal à l'état de réception. Après ces deux PWHTs, la microstructure de la soudure au niveau du plan de joint est similaire à celle de l'état soudé SPR, avec une fraction de martensite estimé à 80 % ;
- Pour le PWHT réalisé à 600 °C, l'augmentation de la durée de traitement de 15 min à 30 min n'a d'impact ni sur la dureté ni sur la microstructure à travers la soudure ;
- La microstructure des soudures ayant subi différents PWHTs à une température en dessous de A_{c1} est aussi complexe que celle à l'état soudé en termes de taille des grains, de texture, de phases présentes et de type de grains (recristallisés, déformés) ;
- Lors d'un essai de traction à température ambiante, les facteurs déterminants pour la résistance mécanique du joint soudé sans post-traitement, sont : un manque de liaison à la périphérie extérieur du plan de joint, une faible déformation plastique côté gaine et la forme du plan de joint sur sa partie extérieure. Ils semblent avoir un effet réduit sur la résistance mécanique de l'assemblage soudé post-traité à 775 °C pendant 15 min. En effet, lors de l'essai réalisé, la rupture s'est localisée dans la gaine ;
- Pour les essais de traction à 600 °C, le PWHT appliqué à 775 °C pendant 15 min semble avoir un effet limité sur la résistance mécanique de l'assemblage soudé. Lors des essais mécaniques réalisés sur les états soudé et traité, des modes de rupture similaires sont obtenus et situés principalement dans la gaine.

Les essais réalisés avec des éprouvettes de type « bouchon-gaine » ont l'avantage de solliciter la totalité de la soudure. Toutefois, ce type d'éprouvette présente deux inconvénients majeurs. Le premier est que l'éprouvette « bouchon-gaine » consomme une quantité importante de matériau ODS, dont le stock était très limité pour la réalisation de cette étude. Cela a conduit à la réalisation d'un nombre très limité et à l'utilisation de différentes nuances d'acier ODS ou non. Deuxièmement, les éprouvettes de type « bouchon-gaine » sont axialement désalignées en raison d'un défaut lié à la machine de soudage (ce défaut n'est pas traité dans ces travaux). Ce

désalignement peut être un facteur déterminant dans le mode de rupture observé. De plus, quantifier la contribution de ce défaut au mode de rupture observé est assez compliqué. Afin de mieux analyser la tenue mécanique de l'assemblage à l'état soudé et traité, d'évaluer la contribution des différentes zones affectées par le soudage sur la tenue mécanique du joint soudé et de minimiser les effets de désalignement des assemblages soudés sur les résultats des essais mécaniques, de nouvelles éprouvettes spécifiques sont développées et proposés dans le chapitre suivant.

5 Effet du SPR et du PWHT sur la tenue mécanique de l'assemblage soudé évalué par des essais de traction sur des éprouvettes de type tuile

Dans ce chapitre, les effets du soudage par résistance SPR et du Traitement Thermique Post-Soudage PWHT sur la tenue mécanique de la soudure sont étudiés. Pour cela, des essais de traction sont réalisés sur des éprouvettes de type « tuile ». Ces éprouvettes sont conçues et dimensionnées afin de solliciter efficacement le joint soudé tout en minimisant les impacts des défauts de soudage sur les résultats des essais. Un autre avantage de ces éprouvettes est qu'à partir d'un assemblage soudé deux éprouvettes peuvent être extraites. Ceci permet de réduire la quantité de matière nécessaire pour l'étude des propriétés mécaniques, compte tenu de sa disponibilité limitée. Les éprouvettes tuiles sont prélevées sur des assemblages soudés en acier 9Cr-ODS et en acier 11Cr-ODS. Des essais avec ces deux nuances ont été réalisés. À température ambiante, les résultats de ces essais montrent que la soudure se caractérise par une meilleure tenue mécanique que celle du métal à l'état de réception. Les ruptures sont localisées principalement dans le métal à l'état de réception, que ce soit pour la nuance 9Cr-ODS ou 11Cr- ODS traitées à 775 °C pendant 15 minutes ou non traitée. À 600 °C, et pour la nuance 11Cr- ODS, les essais réalisés sur l'état soudé ou traité à 775 °C pendant 15 minutes sont réalisés sur un état métallurgique similaire. Ces essais révèlent une rupture au niveau de la soudure, confirmant que la résistance mécanique de l'assemblage soudé peut être associée à la partie intérieure du plan de joint, comme cela a été mis en évidence par les essais « bouchon-gaine ». Pour la même température et pour la nuance 9Cr-ODS, les essais réalisés montrent une rupture localisée principalement au niveau du métal à l'état de réception. Ces résultats contribuent à démontrer la bonne qualité de la soudure en acier 9Cr-ODS et sa bonne tenue mécanique par rapport à celles de la soudure en acier 11Cr-ODS.

In this chapter, the effects PRW and PWHT on the mechanical strength of the weld are investigated. To this end, tensile tests are carried out using "tile" type specimens. These specimens are designed and dimensioned to localize the load into the welded joint, while minimizing the impact of welding defects on test results. In addition, these specimens reduce the consumption of material, given its limited availability. Tile specimens are taken from welded joints in 9Cr-ODS and 11Cr-ODS steels, and tests were carried out with both grades. At room temperature, the tensile tests results show that the weld exhibits better mechanical strength than the as-received metal. Fractures are mainly located in the as-received metal, whether for the 9Cr-ODS weld or for the 11Cr-ODS weld treated at 775°C for 15 minutes, or not. At 600°C, and for the 11Cr-ODS grade, tests carried out on the welded condition or the heat-treated condition at 775°C for 15 minutes, are performed on a similar metallurgical condition. These tests revealed failure in the weld, confirming that the mechanical strength of the welded joint can be associated with the inner part of the joint plane, as demonstrated by the plug-clad tests. For the same temperature and for the 9Cr-ODS grade, the tests carried out show a fracture localized mainly at the level of the as-received metal. These results may indicate the good quality of the 9Cr-ODS weldments and its mechanical strength compared with the 11Cr-ODS ones.

5.1 Introduction

Dans le Chapitre 3, les effets du soudage par résistance (SPR) sur la microstructure de l'acier 11Cr-ODS ainsi que sur la tenue mécanique de l'assemblage soudé ont été étudiés. Des éprouvettes mécaniques de type « bouchon-gaine » ont été conçues pour solliciter le joint soudé, dans l'objectif de déterminer la contribution des différentes zones affectées par le SPR à la résistance mécanique globale de l'assemblage soudé. Dans le Chapitre 4, des traitements thermiques post-soudage (PWHT) appliqués sur ces éprouvettes ont permis d'investiguer l'évolution de la microstructure et de la résistance mécanique de l'assemblage, en suivant la même méthode que celle appliquée dans le Chapitre 3.

Les précédents essais réalisés ont permis d'apporter des éléments de compréhension concernant le comportement sous sollicitation mécanique de l'assemblage soudé, et notamment de définir les facteurs responsables de la détermination de la résistance mécanique du joint soudé, tels que : (i) la présence de défauts de liaison ; (ii) la faible déformation plastique du côté de la gaine, ainsi que la forme de la partie extérieure du plan de joint ; et (iii) l'évolution de la microstructure le long du plan de joint.

En réalité, la résistance mécanique de l'assemblage soudé a été principalement associée à celle du comportement de la zone intérieure du plan de joint, formant un angle d'environ 45° par rapport à l'axe de la gaine. Pour rappel, cette zone subit une déformation plastique significative, présente les valeurs de dureté les plus élevées, et affiche un affinement plus prononcé de la microstructure pour les conditions de soudage retenues pour ces essais (E_d, F_s)= (2400 J, 4700 N).

Dans la littérature, les éprouvettes de type « bouchon-gaine » ont été largement utilisées pour l'évaluation de la résistance mécanique des assemblages soudés en acier ODS ou non, obtenus par SPR ou par d'autres procédés (Chapitre 1) mais sans optimisation de leur géométrie pour solliciter la zone soudée.

Les éprouvettes de type « bouchon-gaine » utilisées dans le cadre de cette étude dont la longueur de la partie creuse de la gaine a été modifié, ainsi que celles des géométries différentes utilisées dans la littérature, présentent à la fois des avantages et des inconvénients. L'avantage majeur réside dans le fait que ce type d'éprouvettes, permet de tester l'assemblage soudé entier et de vérifier l'intégralité de la soudure. L'objectif de ces essais est de pouvoir garantir une rupture dans la gaine afin d'exclure le joint soudé des calculs de dimensionnement du crayon à combustible pour l'ingénierie.

Cependant, ces éprouvettes présentent également deux inconvénients majeurs pour notre étude. Le premier inconvénient est la consommation substantielle de matériau associée aux éprouvettes « bouchon-gaine », qui a conduit à la réalisation d'un nombre limité d'essais et à l'utilisation de différentes nuances d'aciers. Malheureusement, les tests avec l'acier 11Cr-ODS n'ont pas pu être réalisés avec cette géométrie d'éprouvettes. Deuxièmement, les éprouvettes de type « bouchon-

gaine » ne sont pas toujours parfaitement symétriques, en raison d'un défaut d'alignement lié à la machine de soudage. Ce défaut peut être un facteur déterminant dans le mode de rupture activé et sa localisation. En ce qui concerne la compréhension des mécanismes de rupture de la soudure et pas de l'assemblage soudé dans sa totalité, ces éprouvettes limitent les observables possibles. L'accès à la quantification de la déformation ou de la contrainte de la zone soudée n'est pas possible ou demeure très complexe par cet essai.

Pour répondre à ces problématiques, la première partie de ce chapitre se concentre sur la conception d'une nouvelle géométrie d'éprouvette de type « tuile », n'ayant pas encore été utilisé à notre connaissance dans la littérature pour caractériser la résistance mécanique de soudures. L'objectif est d'évaluer et d'apporter des éléments de compréhension des effets des modifications microstructurales liées au SPR puis au PWHT, sur la résistance mécanique finale de la zone soudée.

Dans la suite du chapitre, une série d'essais de traction est réalisée avec ces éprouvettes de type « tuile ». Ces essais sont effectués sur l'état soudé ainsi que sur l'état après un post traitement thermique à 775 °C pendant 15 minutes. Les résultats expérimentaux des essais de traction sont ensuite comparés à ceux obtenus par simulation numérique. Enfin, une discussion basée sur ces résultats est proposée à la fin du chapitre.

5.2 Eprouvette de type « tuile »

5.2.1 Présentation de l'éprouvette

Afin d'approfondir la compréhension de l'influence des changements microstructuraux induits par le SPR et le PWHT sur les caractéristiques mécaniques de l'assemblage soudé en acier 11Cr- ODS, il est impératif d'évaluer la résistance mécanique de la soudure. Dans ce but, mais aussi afin de pallier les inconvénients en termes de quantité de matière et de défauts présents à cause du manque d'alignement des éprouvettes bouchon-gaine, nous avons développé des essais sur des éprouvettes de type « tuile ». Cette géométrie d'éprouvette tuile a déjà été utilisée au CEA (SRMA/LC2M) pour étudier le comportement mécanique dans le sens longitudinal des gaines filées (Toualbi et al. 2013; Jaumier et al. 2019) donc uniquement d'éprouvette homogènes sans soudure.

Des éprouvettes de type tuiles ne contenant pas de soudure sont usinées à partir des gaines (2 à la fois). Leurs dimensions sont présentées Figure 87.

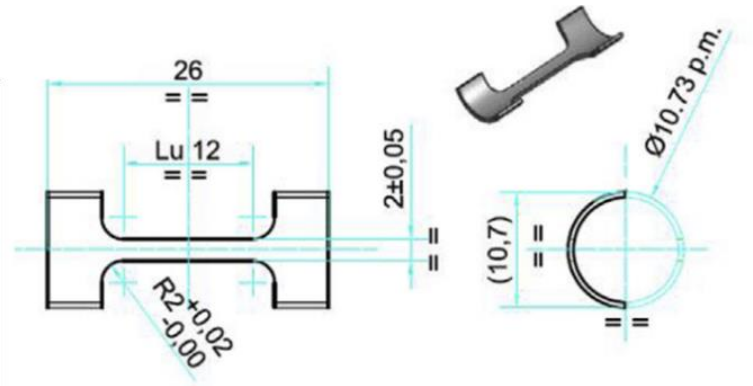


Figure 87. Géométrie de l'éprouvette de type « tuile » utilisée par le SRMA/LC2M (Toualbi et al., 2013; Jaumier et al., 2019).

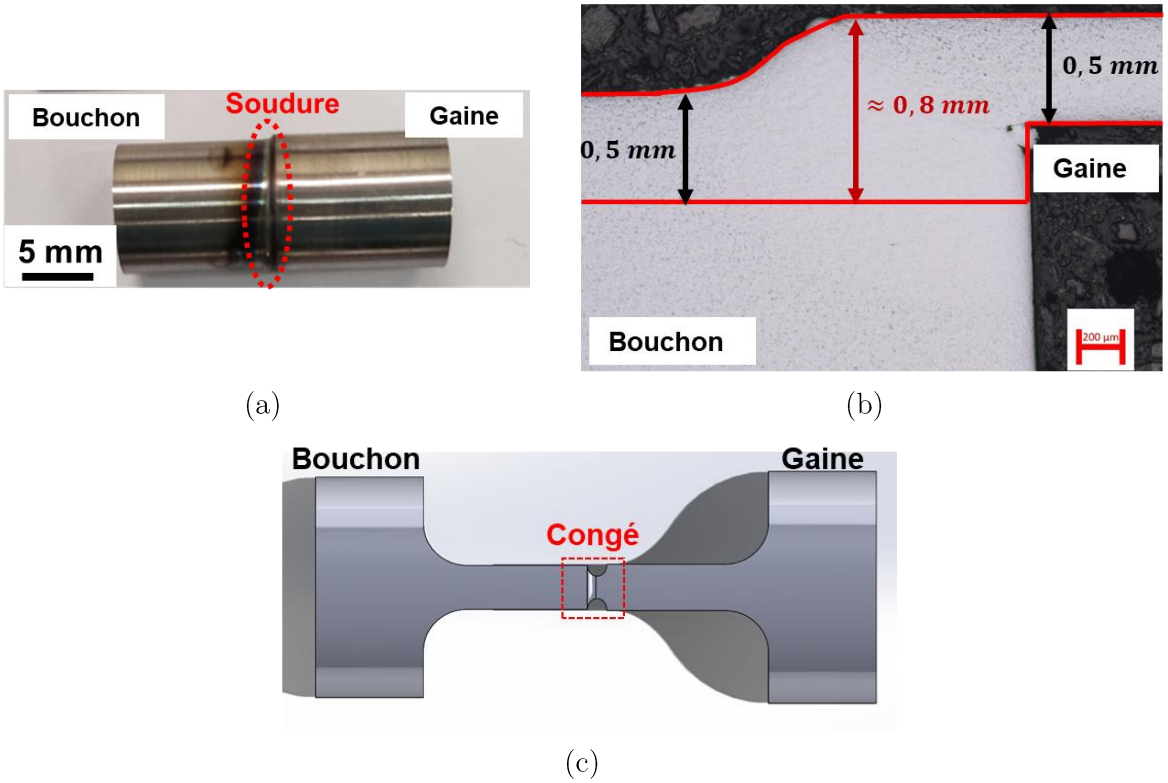


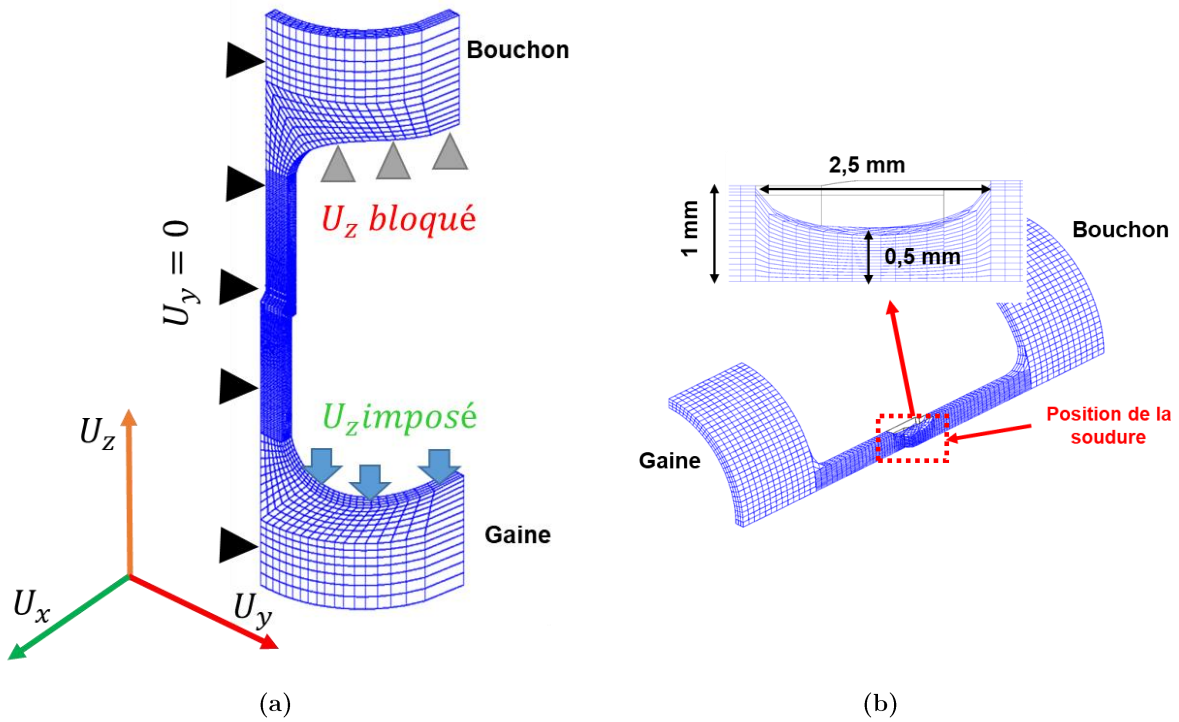
Figure 88. (a) Assemblage soudé. (b) Macrographie d'une soudure avec schématisation du contour de l'éprouvette tuile usinée et de la surépaisseur dans la zone de la soudure. (c) Avec congé schéma de principe.

On peut à partir d'un assemblage bouchon-gaine prélever à priori, deux éprouvettes contenant une zone soudée, multipliant ainsi le nombre d'essais expérimentaux (cf. Section 5.3). Dans le cas de l'assemblage bouchon-gaine soudé, le prélèvement de la tuile se révèle plus complexe que pour les prélèvements directement dans la gaine, en raison de la présence de la partie pleine du bouchon et de la différence de diamètre entre la gaine et le bouchon (Figure 88a). De plus, les éprouvettes « tuiles » avec une zone soudée présentent une surépaisseur, de l'ordre de 0,8 mm au niveau de la soudure, comme illustré Figure 88.b. Lors d'un essai de traction sur l'éprouvette « tuile », il se peut que cette surépaisseur puisse conduire à la localisation de la déformation dans les zones de plus faible épaisseur, que ce soit du côté de la gaine ou du bouchon. Pour tenter de remédier à cette situation et voir l'influence d'une surépaisseur, deux types d'éprouvette de type

« tuile » ont été testées : une éprouvette tuile dite « simple » présentant une surépaisseur dans la zone de la soudure (Figure 88b), et une éprouvette de type tuile avec une section réduite grâce à la présence d'un congé dans la zone plus épaisse, dite « avec congé » (Figure 88c). Comme pour le dimensionnement des éprouvettes « bouchon-gaine », des simulations numériques ont été menées pour concevoir la géométrie des éprouvettes de type tuiles.

5.2.2 Dimensionnement de l'éprouvette

Des simulations numériques d'essais de traction ont été réalisées pour dimensionner le congé situé au niveau de la zone soudée en vue de localiser la déformation dans celle-ci. Nous avons pris en compte les conditions de symétrie et seule une moitié de l'éprouvette tuile a été modélisée en 3D. La Figure 89 présente le maillage utilisé, ainsi que les conditions aux limites et le chargement appliqués pour ces calculs. Les dimensions du congé au niveau de la soudure sont présentées dans la Figure 89b. Le maillage est composé d'éléments finis hexaédriques à 8 nœuds à interpolation linéaire (élément CUB8 de Cast3M). Tout comme pour la simulation des essais de traction avec les éprouvettes de type « bouchon-gaine », la géométrie de la soudure prise en compte est basée sur une macrographie représentative des soudures observées expérimentalement.



(a) (b)

Figure 89. (a) Maillage, chargement et conditions aux limites appliqués pour la simulation des essais de traction. (b) Maillage d'une éprouvette « tuile » avec présence d'une soudure et réalisation d'un congé.

Par souci de simplification, et comme pour les calculs de dimensionnement des éprouvettes « bouchon-gaine » (Annexe 4), les calculs de dimensionnement de ces éprouvettes ont été réalisés en négligeant l'hétérogénéité de comportement liée à la présence de la zone soudée. L'objectif est d'analyser l'éventuelle localisation de la déformation dans la zone soudée (i.e. avec surépaisseur) et de déterminer les dimensions du congé permettant de la favoriser. Le comportement mécanique

est décrit par la même loi élastoplastique avec écrouissage isotrope linéaire utilisée pour dimensionner les éprouvettes de type « bouchon-gaine ». Les propriétés matériaux de l'alliage 9Cr-ODS ont été utilisées (Annexe 4).

Les champs de déformation plastique cumulée obtenus avec l'éprouvettes tuile « simple » et « avec congé » sont présentés Figure 90. Comme attendu pour l'éprouvette tuile « simple », la localisation de la déformation plastique est observée en dehors de la soudure, du côté du bouchon (Figure 90a). Il convient de noter que, dans le cas des éprouvettes tuile dites « simple », bien que la soudure présente une surépaisseur par rapport à la gaine et au bouchon, un défaut de manque de liaison dans la partie extérieure du joint peut entraîner une déformation localisée dans la zone soudée. La présence d'un congé permet de localiser la déformation au niveau de la zone soudée (Figure 90b).

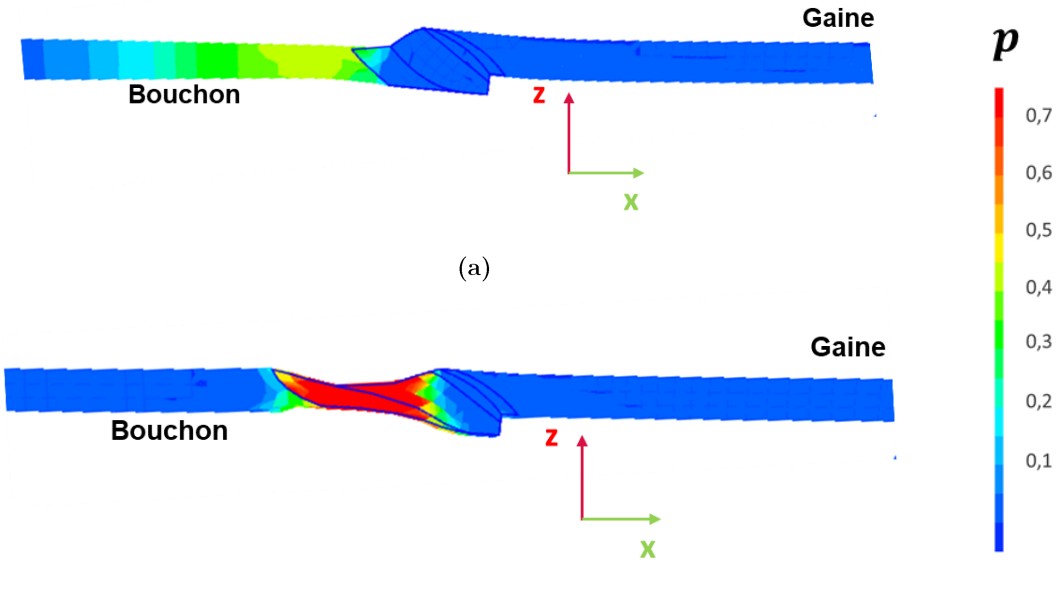


Figure 90. Champs de déformation plastique issus des simulations numériques d'un essai de traction sur éprouvettes : (a) tuile « simple » et (b) tuile « avec congé ». Le congé est situé dans le bouchon, à gauche du plan de joint.

5.3 Essais de traction « tuile »

La campagne expérimentale d'essais de traction sur éprouvette « tuile » a été réalisée au SRMA/LC2M. Une machine de traction modèle INSTRON 8862, équipée d'une cellule de force de 2 kN et d'un four à lampe (Figure 91a), a été utilisée. Pour les essais réalisés à haute température (600 °C), l'éprouvette a été enveloppée dans une feuille métallique afin de limiter le gradient thermique dans la zone utile (Figure 91b). Le suivi de la température a été assuré par un thermocouple placé sur l'éprouvette et un temps de maintien de 20 minutes a été appliqué afin d'homogénéiser la température dans le four avant le début de l'essai. Des têtes d'amarrage spécifiques, présentées Figure 91c, sont utilisées pour ces essais.

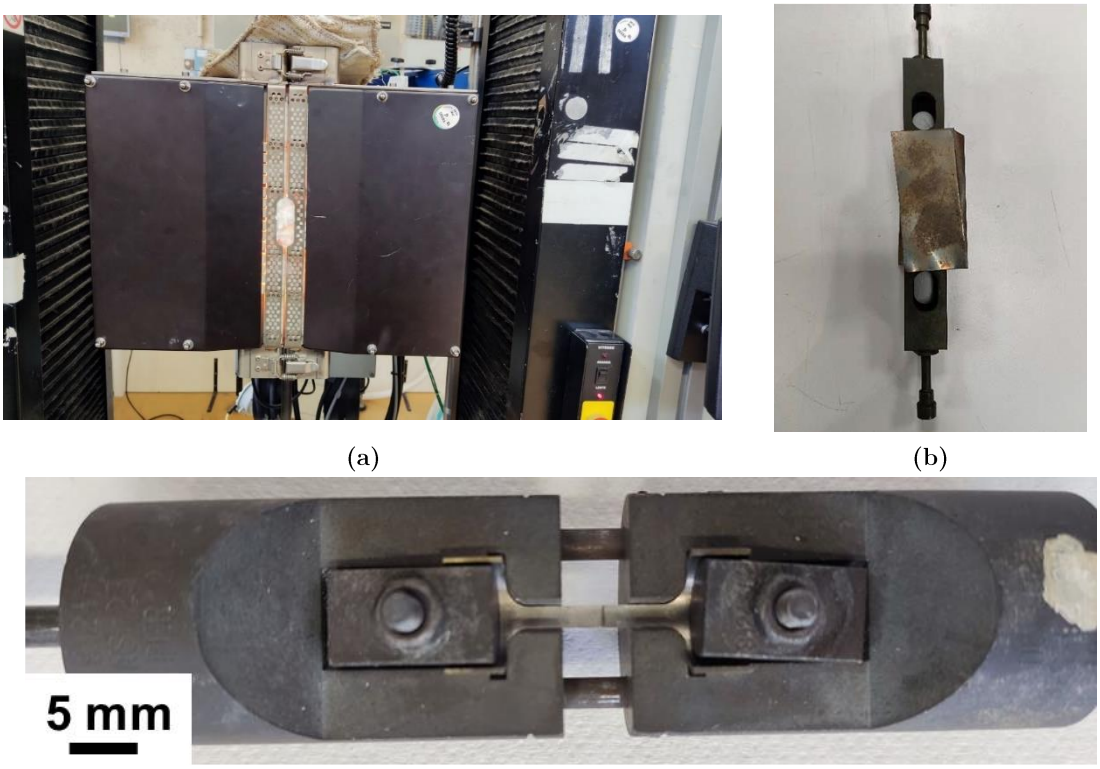
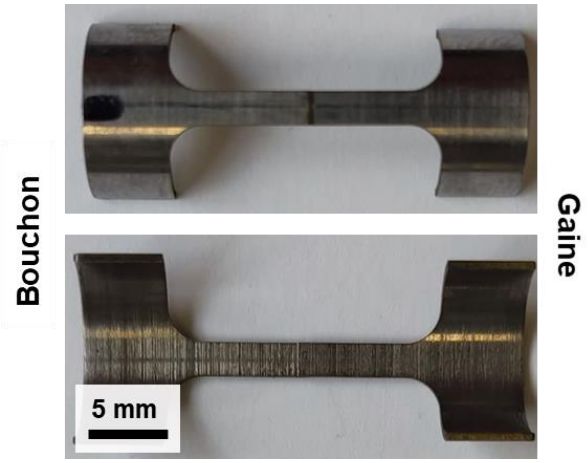


Figure 91. (a) Machine de traction du SRMA/LC2M équipée d'un four à lampes utilisée pour les essais de traction sur éprouvette de géométrie de type « tuile ». (b) Feuille métallique servant à envelopper l'éprouvette afin de limiter le gradient thermique dans la zone utile. (c) Exemple d'éprouvette tuile « simple » positionnée dans les têtes d'amarrage.

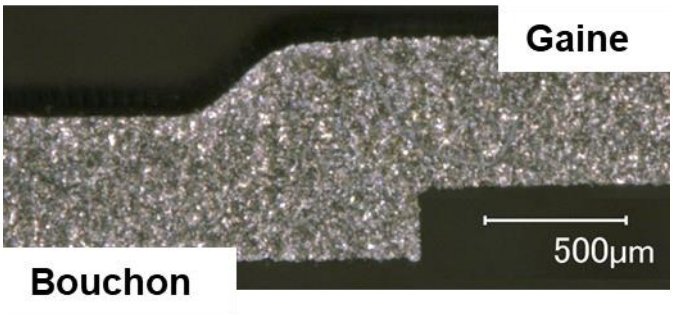
Quatre types d'éprouvettes définies en fonction du matériau et de la géométrie sont utilisées dans cette étude :

- **Tuile SANS soudure en acier 9Cr-ODS** : Prélevée directement d'une barre d'acier 9Cr-ODS, tout en gardant une géométrie similaire à celle de l'assemblage soudé (Figure *92*a,b). L'utilisation de ce type d'éprouvette a pour but d'analyser l'effet de la géométrie spécifique sur les résultats, en s'affranchissant des effets d'hétérogénéité de la microstructure lié au procédé de soudage ;
- **Tuile avec congé en acier 9Cr-ODS AVEC soudure** : Prélevée à partir des assemblages soudés en acier 9Cr-ODS obtenue avec les paramètres (E_d, F_s) = (2400 J, 4700 N). Ces éprouvettes présentent un congé de réduction de section au niveau de la soudure (Figure 92c) ;
- **Tuile en acier 9Cr-ODS AVEC soudure** : Prélevée à partir des assemblages soudés en acier 9Cr-ODS soudés (Figure 92.d) obtenue avec les même paramètres (E_d, F_s) = (2400 J, 4700 N);
- **Tuile en acier 11Cr-ODS AVEC soudure** : Prélevée à partir des assemblages soudés en acier 11Cr-ODS (Figure 92.d) à l'état soudé et après traitement thermiquement à 775 °C pendant 15 min. Ces éprouvettes sont également obtenues avec les même paramètres (E_d, F_s) = (2400 J, 4700 N).

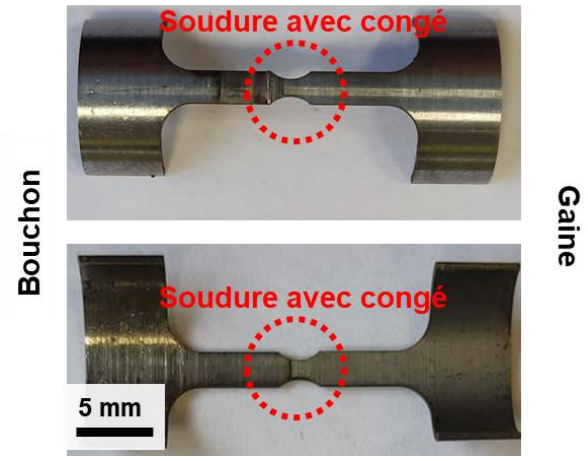
(a) Eprouvette tuile sans soudure



(b) Macrographie de la section de l'eprouvette tuile sans soudure et avec sa géomtrie usinée



(c) Eprouvette tuile avec congé (avec soudure)



(d) Eprouvette tuile (avec soudure)

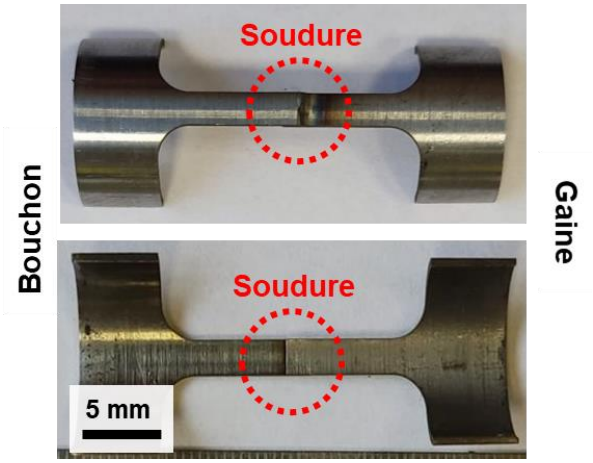


Figure 92. (a) Eprouvette « tuile » sans soudure prélevée directement de la barre en acier 9Cr-ODS. (b) Macrographie de la section l'éprouvette « tuile sans soudure » avec une forme similaire de la soudure. (c) Eprouvette « tuile avec congé », prélevée à partir des assemblages soudés en acier 9Cr-ODS. (d) Eprouvette « tuile » prélevée à partir des assemblages soudés en acier 9Cr-ODS et 11Cr-ODS. Eprouvettes SPR obtenues avec les paramètres (E_d, F_s) *= (2400 J, 4700 N).*

Deux éprouvettes tuiles ont été prélevées à partir de chaque assemblage soudé, en suivant un plan de découpe identique, perpendiculairement aux fentes des électrodes de la gaine et du bouchon. Il est important de noter que, en raison de défauts d'homogénéité le long de la circonférence, les deux éprouvettes prélevées peuvent présenter des géométries différentes au niveau des bourrelets extérieurs et intérieurs de la zone soudée. L'Annexe 9 présente les vues en section au niveau de la zone soudée de deux éprouvettes extraites du même assemblage bouchon-gaine.

Les essais ont été réalisés à température ambiante et à 600 °C avec une vitesse de déformation estimée à $7.10^{-4}\,s^{-1}$ en imposant la vitesse du déplacement du vérin (Figure 91). Pour déterminer l'allongement de l'éprouvette testée, le déplacement du vérin a été utilisé en s'affranchissant de la rigidité de la machine. Ce type d'analyse a été également utilisé dans la

littérature pour des essais tuile classique sans soudure ni surépaisseur (Gussev et al. 2023; Jaumier et al. 2019; Toualbi et al. 2013) ou pour des essais de traction pour lesquels la mesure de la déformation par un extensomètre n'est pas réalisable, comme c'est souvent le cas lors d'essais *in-situ* (Gussev et al. 2023; Finfrock 2022).

5.3.1 Résultats expérimentaux des essais

Les Tableau 27 et Tableau 28 synthétisent respectivement les essais réalisés avec les nuances 9Cr-ODS et 11Cr-ODS en indiquant la force maximale atteinte et la localisation de la rupture pour chaque essai. Les résultats de ces essais seront détaillés dans la suite.

Tableau 27. Synthèse des essais de traction avec des éprouvettes de type « tuile », sans et avec soudure ainsi qu'avec ou sans congé, en acier 9Cr-ODS. Les éprouvettes soudées n'ont pas subi de post-traitement thermique.

Matériaux/Géométrie	**Référence d'essai**	**Température (°C)**	F_{max}**(N)**	**Zone de rupture**
9Cr-ODS Eprouvette Tuile Sans Soudure	E1tss-9Cr-ODS	Ambiante (20 °C)	730	En dehors de la forme de la soudure usinée
	E2tss-9Cr-ODS		779	En dehors de la forme de la soudure usinée
	E3tss-9Cr-ODS	600 °C	311	En dehors de la forme de la soudure usinée
	E4tss-9Cr-ODS		303	En dehors de la forme de la soudure usinée
9Cr-ODS Eprouvette Tuile Avec Congé et avec soudure	E1tac-9Cr-ODS	Ambiante (20 °C)	283	Soudure au niveau du congé
	E2tac-9Cr-ODS	600 °C	173	Soudure au niveau du congé
9Cr-ODS Eprouvette tuile et avec soudure	E1t-9Cr-ODS	Ambiante (20 °C)	778	En dehors de la zone soudée
	E2t-9Cr-ODS		721	En dehors de la zone soudée
	E3t-9Cr-ODS		632	Dans la zone soudée
	E4t-9Cr-ODS	600 °C	286	En dehors de la zone soudée
	E5t-9Cr-ODS		297	En dehors de la zone soudée
	E6t-9Cr-ODS		266	En dehors de la zone soudée

Tableau 28. Synthèse des essais de traction avec des éprouvettes en acier 11Cr-ODS de type « tuile » à l'état soudé et aussi après avoir subi un post-traitement thermique.

Matériaux/Géométrie	Référence d'essai	Température (°C)	F_{max}(N)	Zone de rupture
11Cr-ODS Eprouvette tuile soudée et avec soudure	E1t-11Cr-ODS	Ambiante (20°C)	1027	En dehors de la zone soudée
	E2t-11Cr-ODS		994	Dans la zone soudée
	E3t-11Cr-ODS		1010	En dehors de la zone soudée
	E4t-11Cr-ODS	600 °C	325	Dans la zone soudée
	E5t-11Cr-ODS		212	Dans la zone soudée
	E6t-11Cr-ODS		228	Dans la zone soudée
	E7t-11Cr-ODS		359	En dehors de la zone soudée
	E8t-11Cr-ODS		296	Dans la zone soudée
11Cr-ODS Eprouvette tuile traitée à 775 °C pendant 15 min	E9t-11Cr-ODS	Ambiante (20°C)	987	En dehors de la zone soudée
	E10t-11Cr-ODS		953	En dehors de la zone soudée
	E11t-11Cr-ODS		956	En dehors de la zone soudée
	E12t-11Cr-ODS		1007	Dans la zone soudée
	E13t-11Cr-ODS	600 °C	305	Dans la zone soudée
	E14t-11Cr-ODS		310	Dans la zone soudée
	E15t-11Cr-ODS		290	Dans la zone soudée
	E16t-11Cr-ODS		363	Dans la zone soudée

5.3.1.1 Tuile sans soudure en acier 9Cr-ODS

La Figure 93 présente les courbes force-déplacement mesurées pour les essais réalisés avec les éprouvettes de type « tuile sans soudure » en acier 9Cr-ODS, à température ambiante et à 600 °C. Les essais effectués à température ambiante ont conduit à une rupture au niveau de la section la moins épaisse du côté du bouchon (Figure 94a). Ces observations confirment les résultats de la simulation numérique présentés dans la Section 5.2.2. Le décalage radial dû à la différence de diamètre entre la gaine et le bouchon n'entraîne pas de rupture dans la section la plus épaisse de la soudure usinée.

Pour les essais réalisés à 600 °C, les ruptures sont également localisées au niveau de la section la moins épaisse, mais du côté de la gaine cette fois-ci, assez proches de la section la plus épaisse (Figure 94b). Cette différence peut être attribuée à de possibles défauts métallurgiques du matériau (Inhomogénéité dans la distribution des nano-oxydes, inclusions, soufflures, ségrégation…) et à de légères variations dimensionnelles après l'usinage (des écarts de $\pm$ 0,05 mm ont été observées le long de la zone utile pour certaines éprouvettes) ou encore, à partir d'un défaut présent dans la zone d'angle droit en lien avec l'usinage de l'éprouvette.

En comparant les courbes force-déplacement des essais réalisés à 20 °C et 600 °C, on peut constater une diminution d'un facteur d'environ 2 pour les valeurs maximales de la force et du déplacement. Cette réduction de la force est probablement attribuable à la baisse des propriétés mécaniques en fonction de la température. Cependant, la diminution du déplacement maximal est inattendue, étant donné que l'allongement de l'éprouvette augmente généralement avec la température de l'essai. Cette baisse pourrait alors être liée aux défauts mentionnés précédemment

ou éventuellement à un effet de structure. De plus, à 20 °C, la striction de l'éprouvette est évidente, tandis qu'à 600 °C, elle ne l'est pas. La rupture s'effectue toujours avec un angle d'environ 45°.

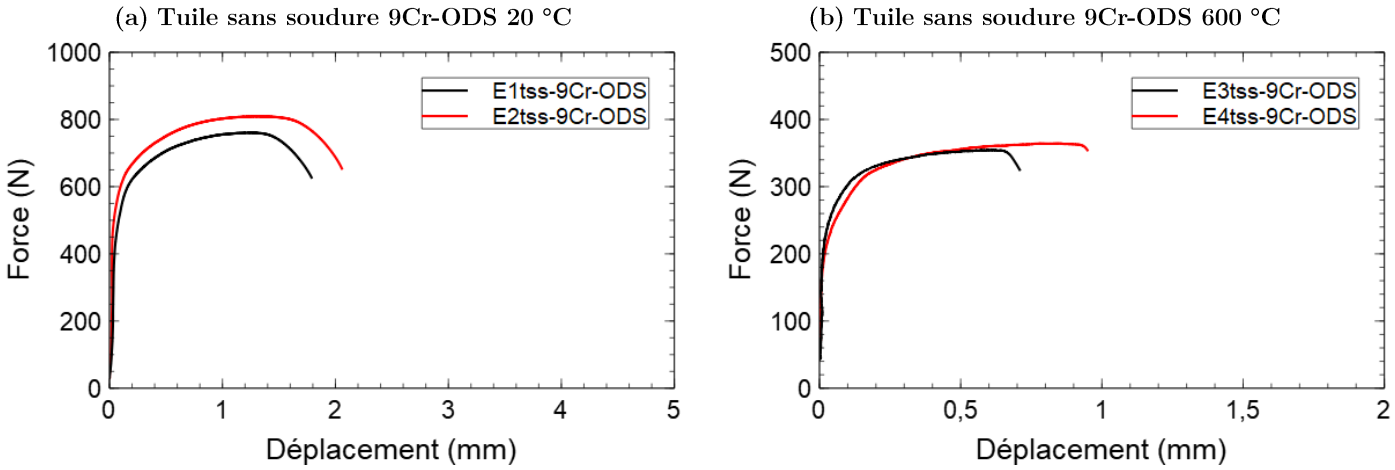


Figure 93. Courbes force-déplacement mesurées lors des essais de traction à température ambiante (a) (20°C) et (b) 600 °C avec éprouvettes type « tuile sans soudure » en acier 9Cr-ODS.

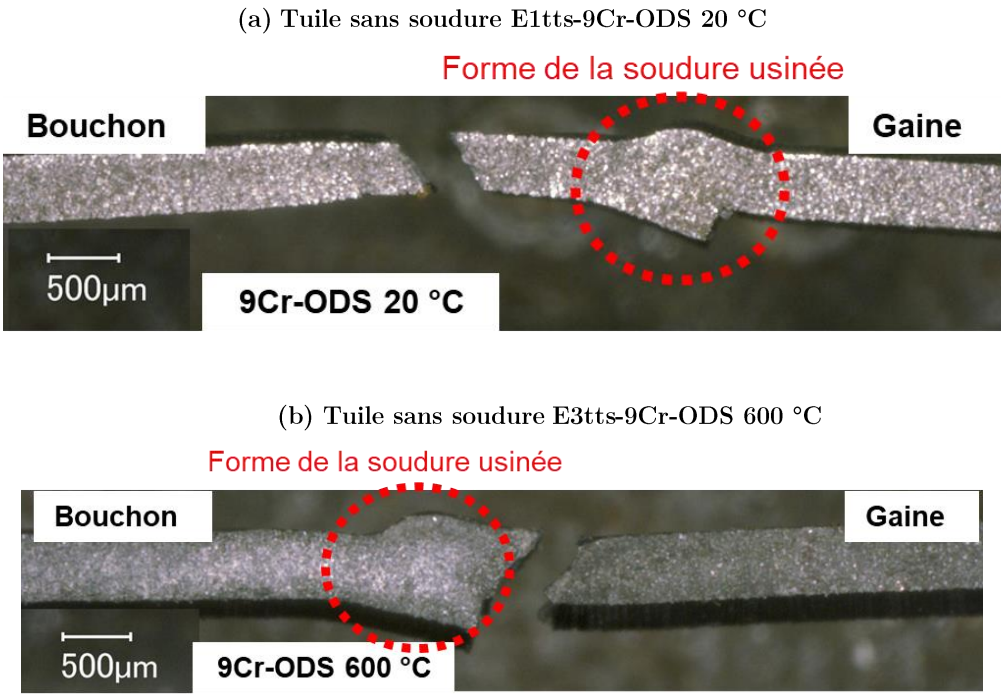


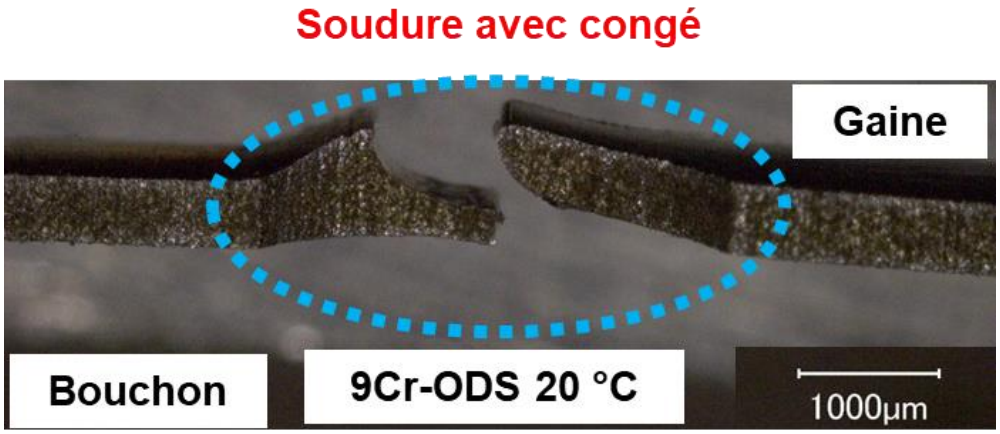
Figure 94. Vues en coupe des éprouvettes de type « tuile sans soudure » en acier 9Cr-ODS rompues en dehors de la soudure usinée après essai de traction à (a) 20 °C (essai E1tts-9Cr-ODS) et (b) 600 °C (essai E3tts- 9Cr-ODS).

5.3.1.2 Tuile avec congé en acier 9Cr-ODS

Pour les éprouvettes de type « tuile avec congé », la réduction de la section a effectivement permis de localiser les déformations et donc la rupture, au niveau au niveau de la zone soudée (Figure 95), en accord avec les calculs numériques de dimensionnement (Section 5.2.2). Cependant, il est important de noter que la réalisation d'une éprouvette tuile avec congé est beaucoup plus complexe que celle d'une éprouvette tuile simple, en raison des faibles dimensions

de l'éprouvette et du congé. De plus, le positionnement exact du congé par rapport à la soudure est difficile à réaliser et donc à reproduire à l'identique, sans compter que le congé réduit le volume de soudure analysé, ce qui limite la représentativité de chaque essai. Pour ces raisons, il a été décidé de ne pas poursuivre l'utilisation d'éprouvette tuile avec congé.

(a) Tuile avec congé E1tac-9Cr-ODS 20 °C



(b) Tuile avec congé E2tac-9Cr-ODS 600 °C

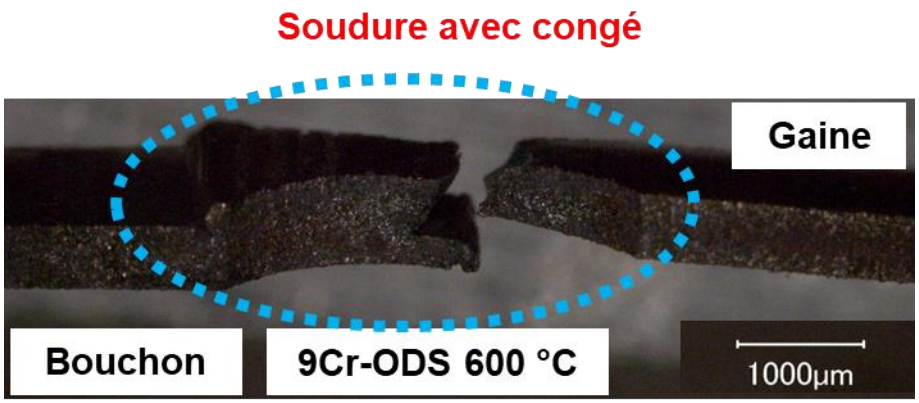


Figure 95. Vues en coupe des éprouvettes de type « tuile avec soudure » en acier 9Cr-ODS rompues au niveau du congé, dans la zone soudée à : (a) 20 °C (essai E1tac-9Cr-ODS) et (b) 600 °C (essai E2tac- 9Cr- ODS).

5.3.1.3 Tuile en acier 9Cr-ODS avec soudure

La Figure 96 présente les courbes force-déplacement mesurées pour l'ensemble des essais réalisés avec l'éprouvette « tuile » en acier 9Cr-ODS. Pour 2 essais sur 3 réalisés à température ambiante, la rupture est localisée en dehors de la soudure (Figure 97a). Seul un essai dans ces conditions a entrainé une rupture au niveau de la soudure (Figure 97b). Le résultat a mis en évidence la présence de deux zones de rupture, avec deux modes de rupture différents : une zone de rupture interfaciale, se situant à l'extérieur du plan de joint de la soudure, et une autre zone de rupture dans la zone affectée par le soudage du côté du bouchon comme vu précédemment (cf. Section 3.4.1 du Chapitre 3). Ce mode de rupture peut être attribué à un défaut de manque de liaison au niveau extérieur du plan de joint, qui a favorisé la propagation de fissure tout au

long de la soudure. La déviation de la fissure vers la zone affectée du côté du bouchon, plutôt que dans la gaine, comme cela avait été observé précédemment pour les essais de traction « bouchon-gaine » (cf. Section 3.4.5 du chapitre 3), est peut-être associée à la géométrie de la tuile. Les éprouvettes tuile favorisent une sollicitation en flexion plus importante que dans le cas des éprouvettes de type « bouchon-gaine », qui comportent un bouchon massif limitant ce type de sollicitation. Il est important de noter que ce mode de rupture mixte n'a été observé que dans un seul des essais réalisés avec les éprouvettes tuiles, que ce soit en acier 9Cr-ODS ou en acier 11Cr-ODS (cf. partie suivante). Il est difficile d'attribuer ce mode de rupture uniquement à la géométrie de l'éprouvette car d'autres facteurs, notamment d'éventuels défauts de soudage, pourraient également avoir eu un effet déterminant sur ce mode de rupture.

Pour l'ensemble des essais réalisés à 600 °C, les ruptures sont systématiquement localisées, soit au niveau de la gaine, soit au niveau du bouchon (Figure 98), contrairement aux essais « bouchon-gaine » réalisés dans le Chapitre 3, où des ruptures mixtes, localisées dans la soudure mais principalement dans la gaine ont été observées. Ces résultats peuvent indiquer que les ruptures mixtes observées dans les essais « bouchon-gaine » peuvent être dues au désalignement de l'éprouvette plutôt qu'à la résistance mécanique de la soudure. En effet, lors de l'essai « bouchon-gaine », une rupture dans une partie de l'assemblage soudé, au niveau du métal non affecté par le soudage, peut favoriser, avec le désalignement de l'éprouvette, une rupture au niveau de la soudure dans l'autre partie de celui-ci.

(a) Tuile 9Cr-ODS 20 °C **(b) Tuile 9Cr-ODS 600 °C**

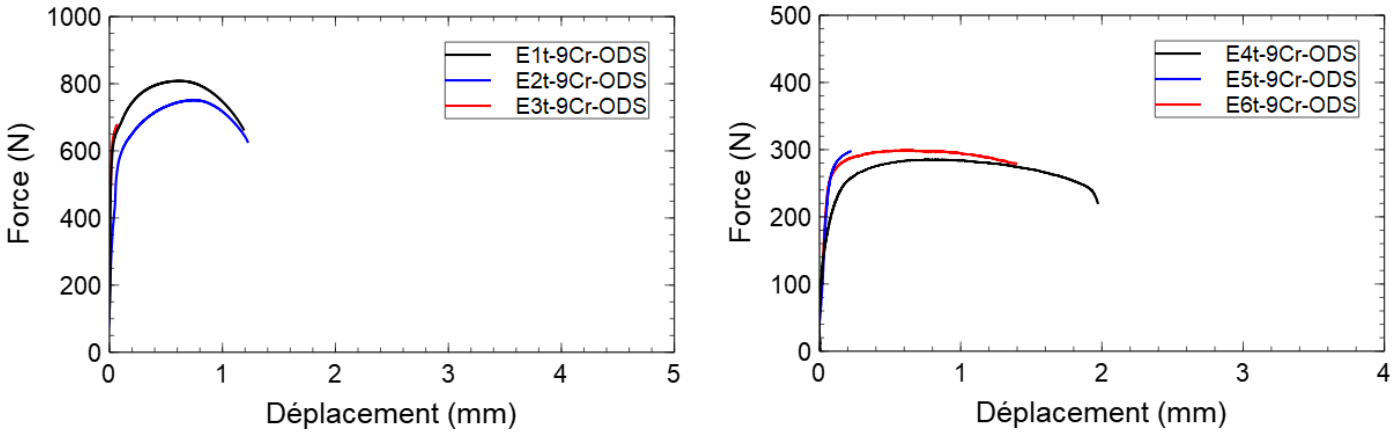
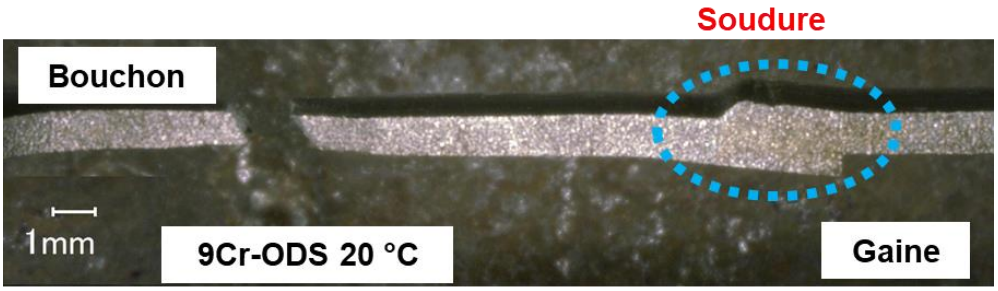


Figure 96. Courbes force-déplacement mesurées à partir des essais de traction avec éprouvettes type « tuile » en acier 9Cr-ODS à : (a) température ambiante et à (b) 600 °C.

(a) Eprouvette tuile E2t-9Cr-ODS 20 °C



(b) Eprouvette tuile E3t-9Cr-ODS 20 °C

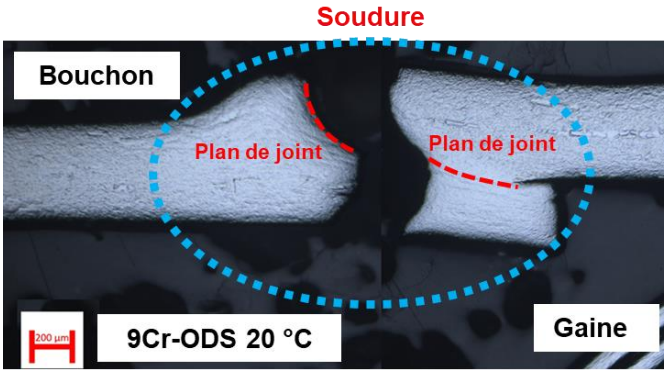
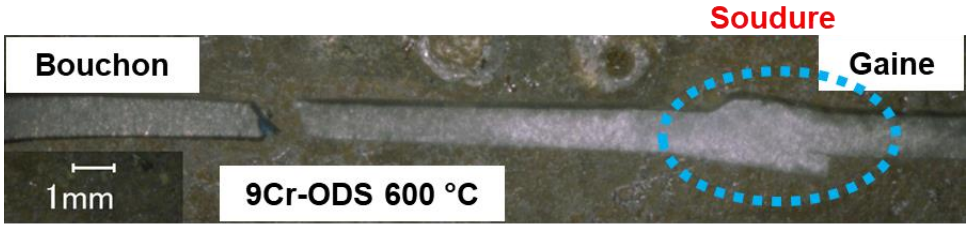


Figure 97. Vues en coupe des éprouvettes « tuile » en acier 9Cr-ODS rompues en traction à 20 °C (a) : essai E2t-9Cr-ODS rupture au niveau du bouchon et (b) essai E3t-9Cr- ODS avec une rupture au niveau de la soudure, en raison, sans doute, d'un défaut de manque de liaison au niveau du plan de joint extérieur.

(a) Eprouvette tuile E4t-9Cr-ODS 600 °C



(b) Eprouvette tuile E5t-9Cr-ODS 600 °C

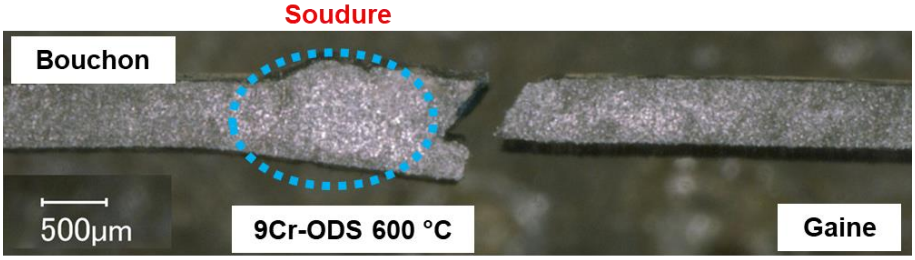


Figure 98. Vues en coupe des éprouvettes « tuile » en acier 9Cr-ODS rompues en traction à 600 °C (a) : essai E4t-9Cr-ODS avec rupture au niveau du bouchon et (b) essai E5t-9Cr- ODS avec rupture au niveau la gaine.

5.3.1.4 Tuile en acier 11Cr-ODS

La Figure 99 compare les courbes force-déplacement obtenues pour l'ensemble des essais réalisés avec les éprouvettes en acier 11Cr-ODS à l'état brut de soudage et après PWHT. Sur deux essais réalisés à température ambiante à l'état brut de soudage, la rupture s'est produite loin de la zone soudée au niveau de la gaine/bouchon. En revanche, pour un essai effectué dans ces conditions, la rupture s'est localisée au niveau de la soudure (Figure 100a). Cette rupture peut être reliée à un possible défaut de soudage. En ce qui concerne les essais après PWHT, un seul essai a conduit à une rupture au niveau de la soudure, dans la zone extérieure du plan de joint et dans la zone affectée du côté de la gaine (Figure 100b).

On peut observer une similarité dans l'évolution de la courbe force-déplacement et la force maximale atteinte pour ces deux états microstructuraux. Ceci est cohérent avec la zone de la rupture, qui s'est localisée principalement dans le métal à l'état de réception. Toutefois, on note une différence dans la valeur du déplacement maximal atteint à l'état brut de soudage et après un PWHT.

En ce qui concerne les essais réalisés à 600 °C à l'état brut de soudage et à celui après un PWHT, ils sont réalisés sur un état métallurgique similaire, étant donné que le temps de maintien de 20 minutes à 600 °C permet de produire des effets similaires du PWHT à 775 °C pendant 15 min (cf. Chapitre 4). Sur les 8 essais réalisés à 600 °C à l'état brut de soudage et traité, on observe que dans sept cas la rupture se produit au niveau de la soudure, dans la zone extérieure du plan de joint et dans la zone affectée du côté de la gaine (Figure 101 et Figure 102a,b).

On peut noter une importante disparité dans l'évolution des courbes force-déplacement, que ce soit à l'état brut de soudage ou traité. Cette disparité peut être principalement attribuée à des différences dans les zones réellement sollicitées pour chaque essai. En effet, bien que la zone de rupture soit généralement localisée dans la zone soudée, au niveau du plan de joint extérieur et de la zone affectée du côté de la gaine, la fraction de la zone rompue au niveau du plan de joint et dans la zone affectée n'est pas toujours la même pour chaque essai, comme montré Figure 103. Ceci est dû à la non-homogénéité présente dans la soudure le long de la circonférence de l'assemblage, malgré la section réduite de l'éprouvette « tuile ». De plus, les différences dimensionnelles et géométriques, en particulier au niveau de la zone soudée, contribuent également à la disparité observée dans l'évolution des courbes force-déplacement.

L'interprétation des résultats concernant la zone de rupture présente des difficultés en raison de la complexité de la géométrie du joint soudé et des éprouvettes « tuile », soumises simultanément à des forces de traction, de cisaillement et de flexion, comme les résultats des essais réalisés avec les éprouvettes « bouchon-gaine » présentés dans les Chapitres 3 et 4. Par conséquent, il n'est pas possible de caractériser directement la réponse mécanique du joint soudé en se basant uniquement sur les mesures de force et de déplacement, notamment en ce qui concerne la

résistance mécanique de l'assemblage. Ainsi, il est indispensable d'avoir recours à la simulation numérique pour obtenir des informations sur les champs de contrainte et de déformation, en prenant en compte les effets du soudage sur les propriétés mécaniques. Ces simulations, qui seront présentés dans les sections suivantes, devraient permettre de mieux comprendre les origines des modes de rupture observés.

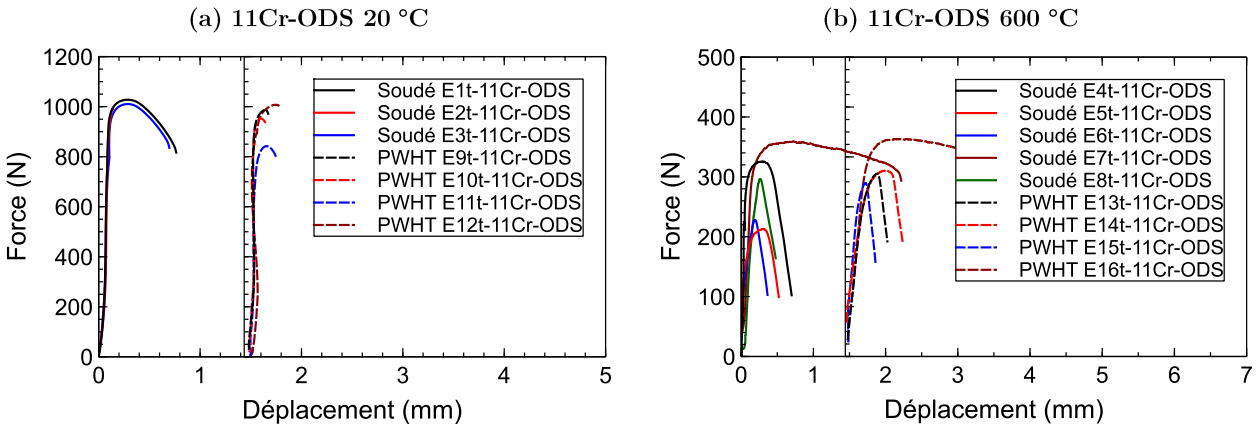


Figure 99. Comparaison des courbes force-déplacement mesurées lors des essais de traction (a) à 20 °C et (b) 600 °C sur éprouvettes type « tuile » en acier 11Cr-ODS à l'état soudé (en trait continu) et après traitement thermique à 775 °C pendant 15 min (en trait discontinu).

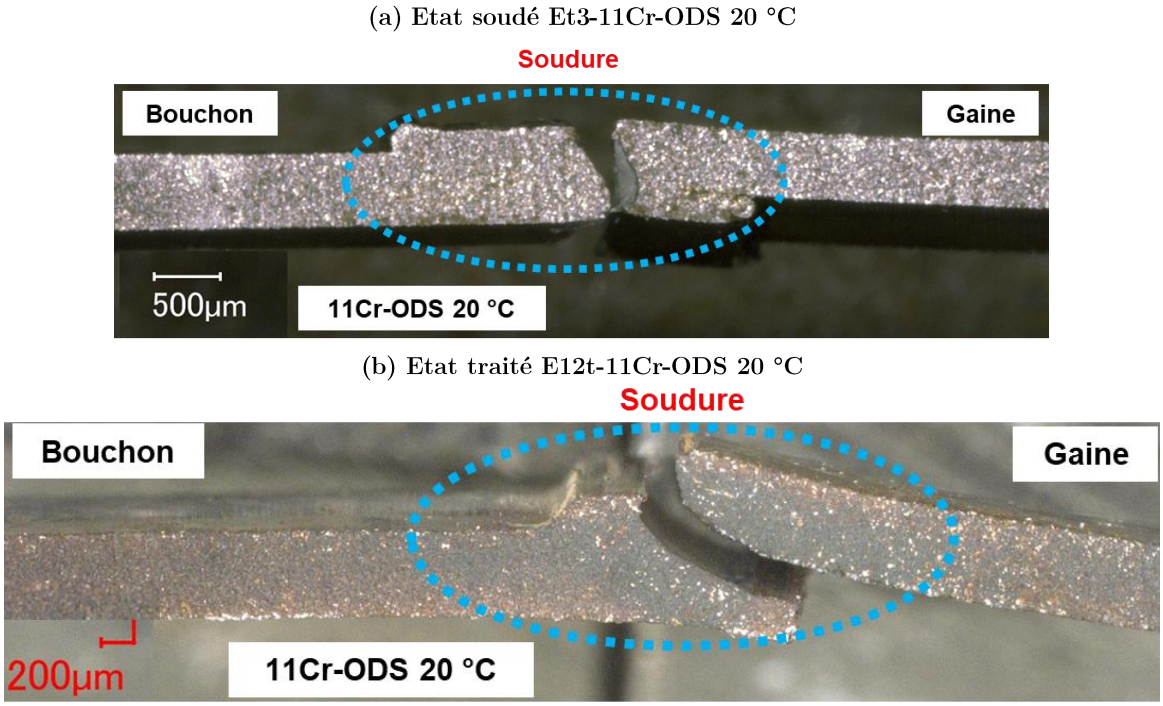


Figure 100. Vues en coupe des éprouvettes de type « tuile » en acier 11Cr-ODS rompues après essai de traction à 20 °C. Comparaison de la zone de rupture pour les essais réalisés sur l'état (a) soudé (essai Et3-11Cr- ODS) et (b) après traitement thermique à 775 °C pendant 15 min (essai E12-11Cr-ODS).

Etat soudé E4t-11Cr-ODS 600 °C

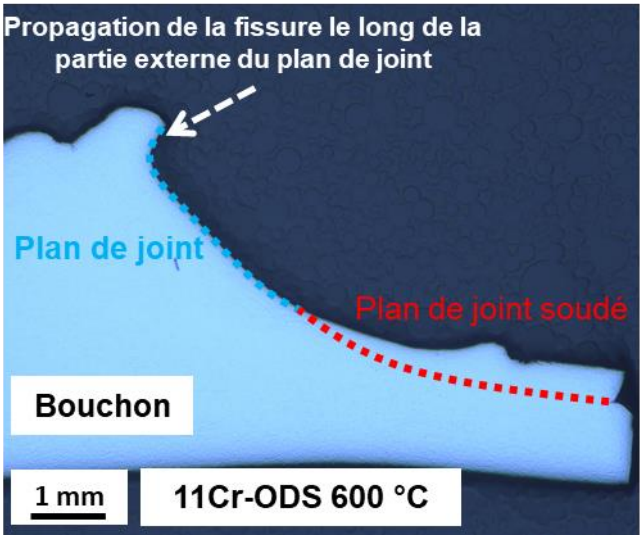
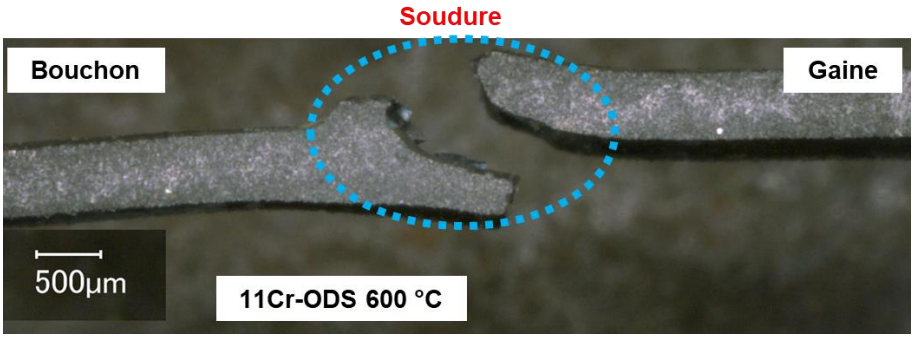


Figure 101. Vue en coupe de l'éprouvette en acier 11Cr-ODS (Et4-11Cr-ODS) de type « tuile » rompue après essai de traction à 600 °C : rupture au niveau de la soudure.

(a) Etat soudé Et4-11Cr-ODS 600 °C



(b) Etat traité Et13-11Cr-ODS 600 °C

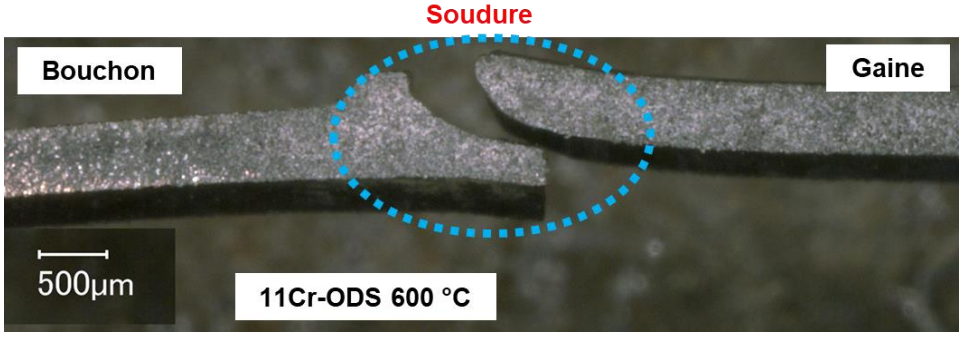
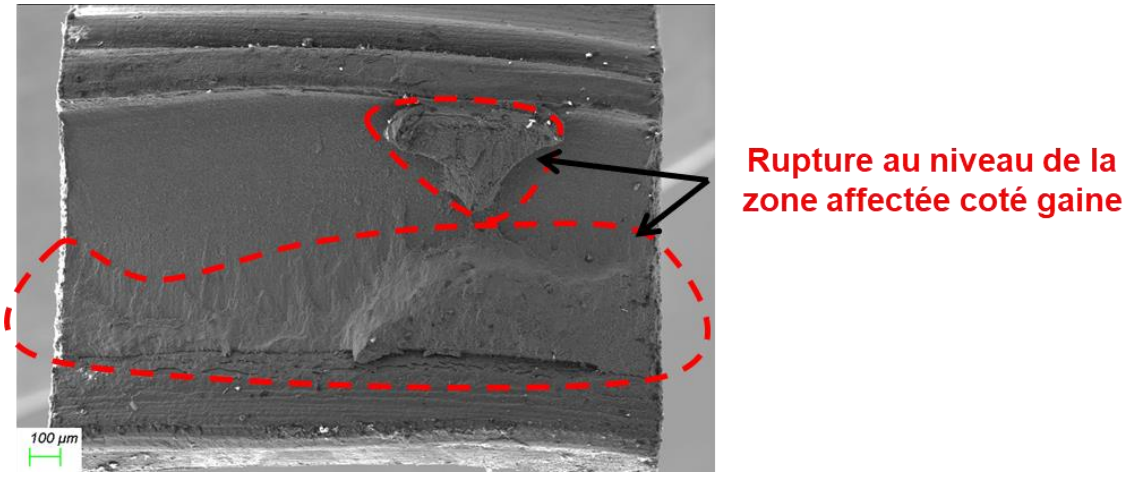
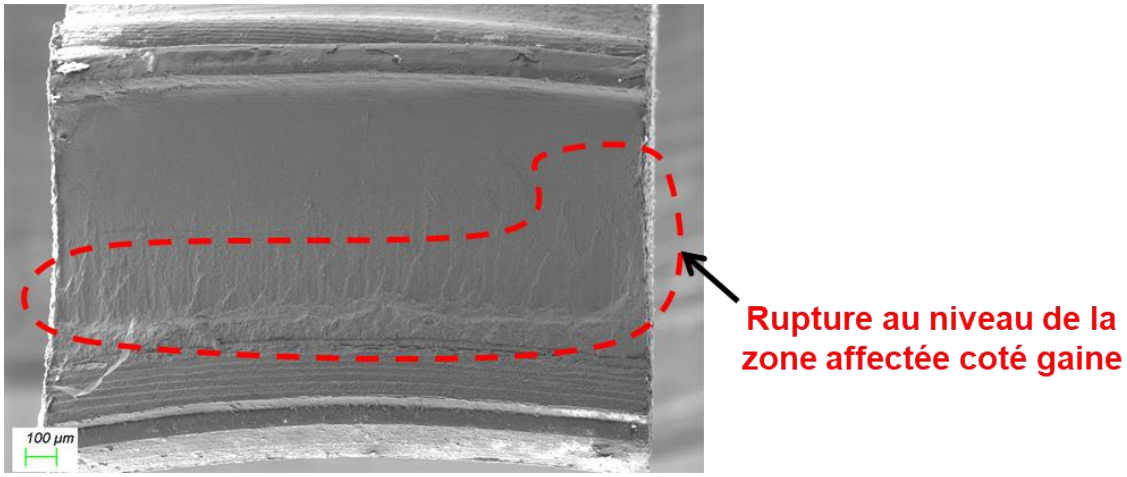


Figure 102. Vues en coupe des éprouvettes de type « tuile » en acier 11Cr-ODS rompues après essai de traction à 600 °C (a) sur l'état soudé (essai E4-11Cr-ODS) et (b) traité à 775 °C pendant 15 min (essai E13-11Cr-ODS).

(a) Etat soudé Et4-11Cr-ODS 600 °C



(b) Etat soudé Et6-11Cr-ODS 600 °C



(c) Etat traité Et14-11Cr-ODS 600 °C

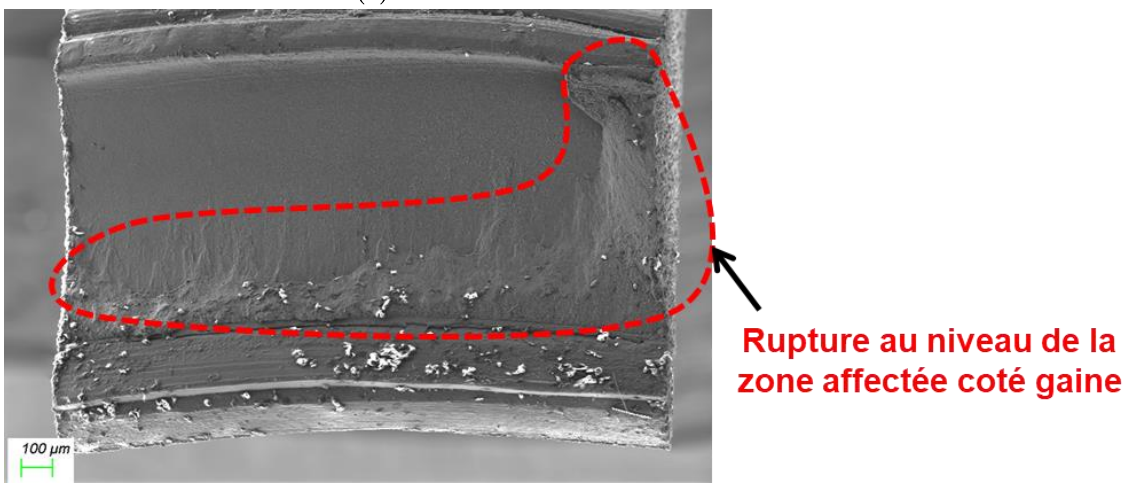


Figure 103. Exemples de faciès de rupture incliné à 45° typiques obtenus après les essais à 600 °C sur l'état soudé (a) essai Et4-11Cr-ODS et (b) essai Et6-11Cr-ODS ou (c) après traitement thermique à 775 °C pendant 15 min (essai Et14-11Cr-ODS). Les zones cerclées de rouge indiquent celles rompues au niveau de la zone affectée coté gaine.

5.3.2 Simulation numérique des essais « tuile »

L'approche numérique utilisée pour simuler les essais de traction avec l'éprouvette « bouchon-gaine » a été reprise pour simuler les essais sur éprouvettes « tuile ». Cette approche est décrite en détail dans la Section 3.4.2 du chapitre 3. La Figure 89 présente le maillage en géométrie 3D de la moitié de l'éprouvette « tuile ». Le maillage est raffiné au niveau de la soudure afin de prendre en compte les effets du soudage (contraintes, déformation et déformation plastique) dans la simulation des essais de traction.

Les champs de contrainte, de déformation totale, de déformation plastique et de déformation plastique cumulée (paramètre d'écrouissage) calculés lors de la simulation numérique du procédé de soudage dans un système de coordonnées polaires sont projetés sur la section de l'éprouvette « tuile » ($U_y = 0$). Ensuite, des champs tridimensionnels sont générés à partir des champs bidimensionnels en convertissant leur système de coordonnées de polaire à cartésien à l'aide de la matrice de passage. Un exemple de projection est illustré Figure 104.

La loi de comportement utilisée pour cette simulation est la même que celle utilisée pour la simulation du procédé de soudage SPR, à savoir une loi élastoplastique à écrouissage isotrope (voir la partie 2.4.2 Modélisation ETM chapitre 2), en utilisant les propriétés matériaux de l'acier 9Cr-ODS, en grands déplacements et en grandes déformations. Ces simulations ont été réalisées pour les deux températures utilisées pendant les essais de traction (20 et 600 °C), en considérant :

- Un « matériau soudé » avec prise en compte des champs de contrainte et de déformation liés au procédé de soudage SPR pour simuler les essais de traction sur la tuile en acier 9Cr-ODS à l'état soudé. Calculs réalisés uniquement à température ambiante ;

- Un « matériau homogène » avec des propriétés mécaniques uniformes dans toute l'éprouvette pour simuler les essais tuile en acier 9Cr-ODS à 600 °C. Ce choix est justifié par le fait que les temps de maintien de 15 ou de 30 minutes à 600 °C permettent d'induire une restauration des propriétés mécaniques (cf. Chapitre 4). Un temps de maintien de 20 minutes à 600 °C, requis pour homogénéiser la température dans le four de traction, induirait donc des effets identiques à ceux des PWHTs (au-dessous d'A_{c3}) étudiés dans le Chapitre 4. De plus, ce choix permet de prendre en compte les effets du PWHT sur la restauration mécanique du matériau. Cependant, il est important de noter que ce choix ne permet pas de prendre en compte l'état métallurgique des différentes zones, ni les contraintes résiduelles de soudage pouvant encore être présentes.

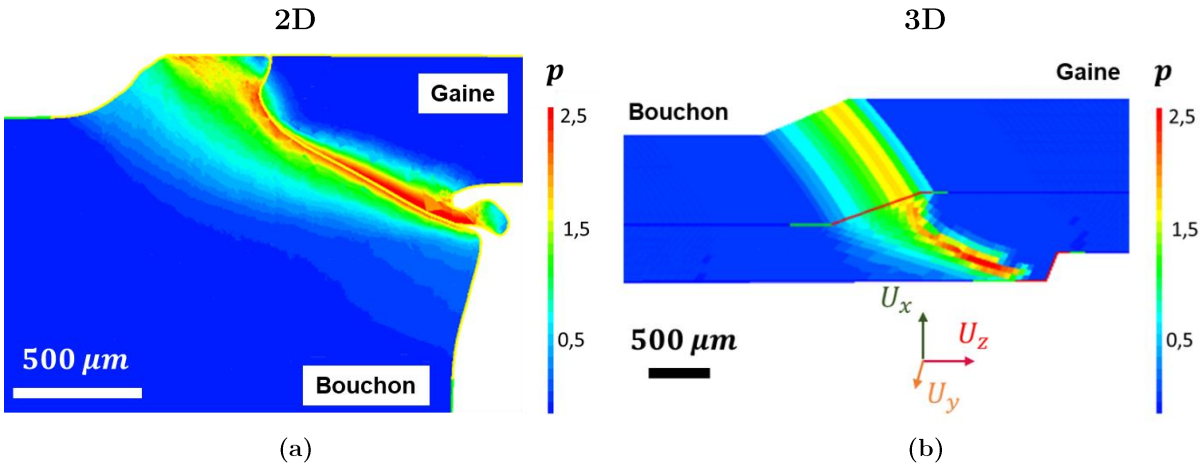


Figure 104. Comparaison entre (a) le champ de déformation plastique cumulée atteint à la fin de la simulation numérique du soudage SPR et (b) le champ de déformation plastique cumulée projeté utilisé ensuite pour la simulation des essais de traction avec éprouvettes « tuile ».

5.3.3 Résultats de la simulation numérique

La Figure 105 compare les courbes force-déplacement obtenues expérimentalement à celles prédites par les calculs. À température ambiante, on observe que la courbe force-déplacement calculée est en accord avec la courbe mesurée expérimentalement (Figure 105a), avec une surestimation d'environ 5 % de la force maximale prédite numériquement. Ceci peut être lié principalement aux différences dimensionnelles entre la tuile modélisée et celle prélevée. Ces résultats sont cohérents avec une rupture dans la zone de localisation de la déformation plastique au niveau du métal à l'état de réception, à la fois expérimentalement (Figure 97a) et numériquement (Figure 106a).

En comparant les résultats numériques obtenus en prenant en compte ou pas, de la présence d'une zone soudée (Figure 106), on observe un impact limité de l'état « mécanique » de la soudure sur le champ de déformation plastique cumulée après l'essai de traction sur l'éprouvette tuile. Ces résultats indiquent que la géométrie tuile n'est pas encore optimisée pour solliciter le joint soudé à 20 °C. Cependant, lorsque la soudure présente des défauts de type manque de liaison, la géométrie tuile favoriserait une rupture au niveau de la soudure (Figure 97b), permettant ainsi de mieux déterminer et comprendre la contribution des différentes zones affectées sur la tenue mécanique de l'assemblage soudé.

À 600 °C, des différences non négligeables sont observées entres les courbes expérimentales et numériques, avec une surestimation d'environ 25 % de la force maximale pour la prédiction numérique. La zone de rupture expérimentale, localisée au niveau du métal à l'état de réception (Figure 98), correspond à la zone de localisation de la déformation prédite numériquement (Figure *107*). Ces différences en termes d'évolution de la force et de sa valeur maximale peuvent s'expliquer par les mêmes facteurs que ceux évoqués pour les essais de traction bouchon-gaine, comme mentionné dans la Section 4.3.3 du Chapitre 4 à savoir :

- La non-prise en compte de l'état métallurgique des différentes zones, en particulier de la ZATM1, ainsi que des hétérogénéités microstructurales après le maintien à 600 °C pendant 20 min ;
- Une différence de surface sollicitée, due aux tolérances dimensionnelles. Une tolérance de ± 0,05 mm a été requise lors de l'usinage des pièces. Cependant, une légère différence dans l'épaisseur de la gaine peut entraîner une divergence entre la force mesurée et celle simulée numériquement, étant donné la faible épaisseur de référence pour la gaine (seulement 0,5 mm). De plus, des variations dans la forme de la soudure obtenue expérimentalement par rapport à la modélisation peuvent également contribuer à cette disparité.

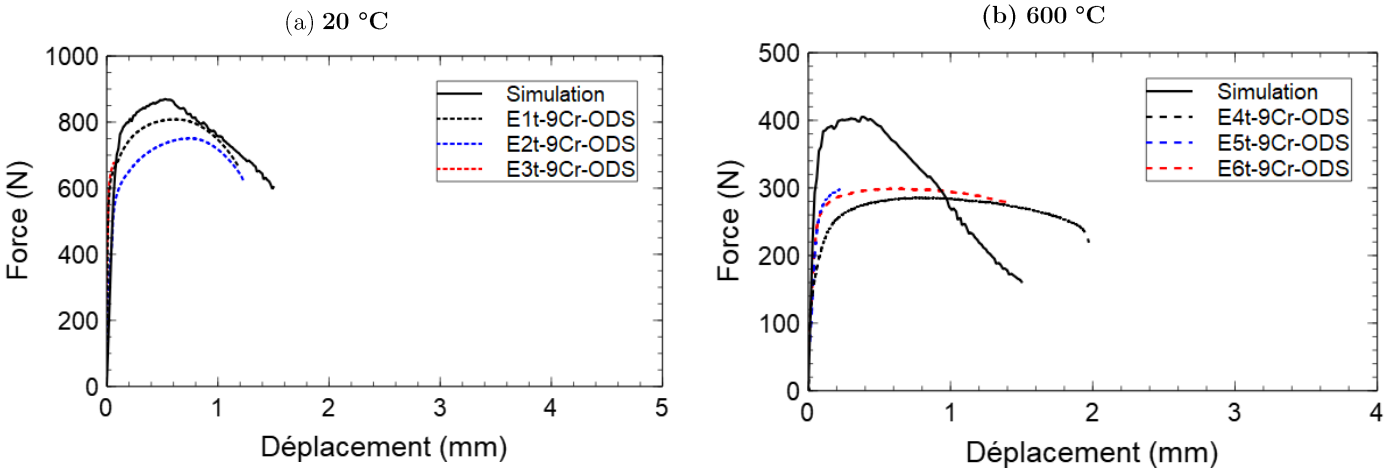


Figure 105. Comparaison entre les courbes « force-déplacement » mesurées expérimentalement et celles simulées numériquement pour un acier 9Cr-ODS (a) à l'état dit « soudé » à 20 °C et (b) pour un matériau traité thermiquement et dit « homogène » à 600 °C.

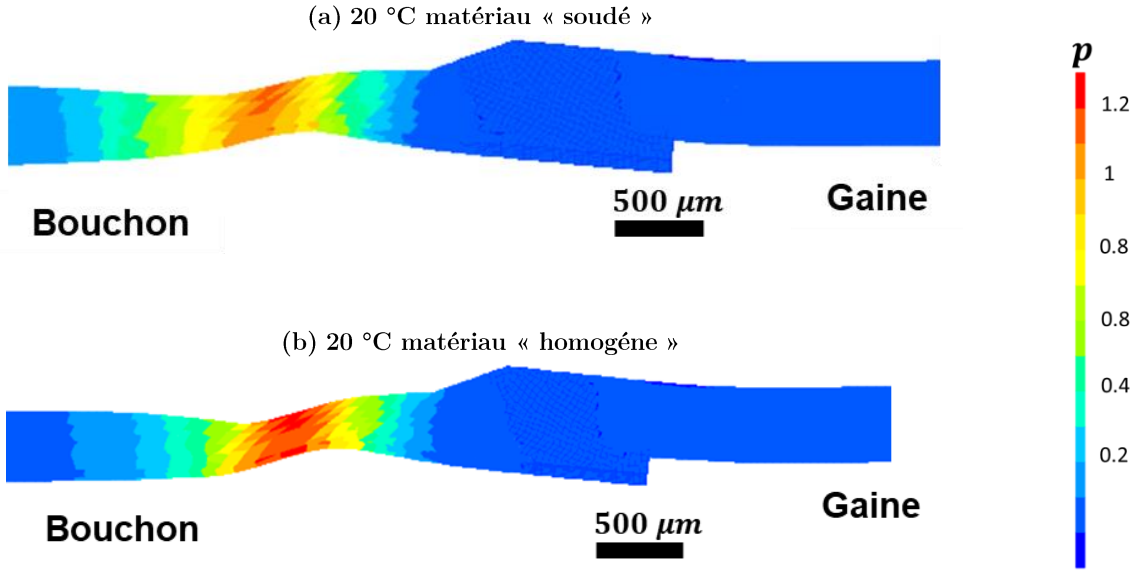


Figure 106. Comparaisons des champs de déformation plastique après essai de traction à 20 °C pour un matériau (a) « soudé » et (b) « homogène ».

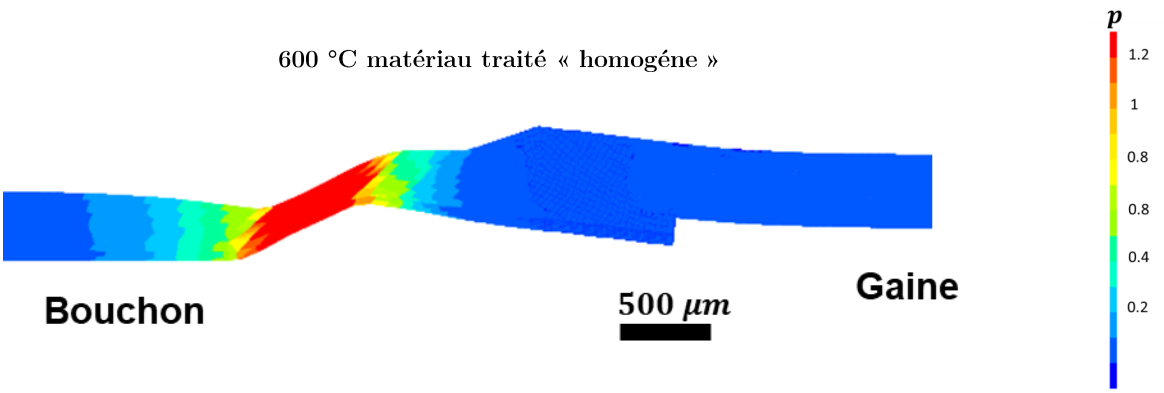


Figure 107. Champ de déformation plastique après essai de traction à 600 °C pour un matériau après traitement thermique, avec propriétés « homogènes » le long de la soudure.

5.3.4 Discussion

5.3.4.1 Corrélation entre les résultats des essais « tuile » et essais « bouchon-gaine » en acier 9Cr-ODS

Lors des essais avec les éprouvettes type « tuile » réalisés à température ambiante, la rupture s'est produite principalement au niveau du métal à l'état de réception (Figure 97a). Toutefois, la présence de défauts de liaison, qui peut dépendre de la position du prélèvement de la tuile, peut favoriser une rupture mixte au niveau de la soudure du côté extérieur du plan de joint et dans la zone affectée du côté du bouchon (Figure 97a). Lorsqu'elle est apparue, cette rupture mixte a mis en évidence que, même lors des essais sur les éprouvettes « tuile », la résistance mécanique de l'assemblage est principalement corrélée à la zone intérieure du plan de joint. Les origines de ce mode de rupture ont été discutées et corrélées à la microstructure à l'état soudé, comme expliqué dans la Section 3.4.5 du Chapitre 3. En effet, dans la zone extérieure du plan de joint et en raison de la faible déformation plastique du côté de la gaine, il peut y avoir la présence d'un manque de liaison d'une largeur très faible. La décohésion de cette zone favorise l'apparition d'une fissure qui se propose le long du plan de joint. Le chemin de propagation de cette fissure dévie au milieu du plan de joint (Figure 97) pour se propager en dehors de celui-ci.

En comparant ces résultats sur éprouvettes « tuile » avec ceux des essais avec les éprouvettes « bouchon-gaine », où la rupture a eu lieu au niveau de la soudure, trois conclusions importantes peuvent être tirées :

- La rupture mixte au niveau de la soudure lors des essais avec les éprouvettes « bouchon-gaine » peut être attribuée à la présence de défauts de liaison sur la partie extérieure du plan de joint et au désalignement axial de l'éprouvette « bouchon-gaine » ;

- Les essais « tuile » confirment, en cas de rupture dans le métal à l'état de réception, qu'il y a absence de défauts de soudage, ce qui contribue à assurer la résistance mécanique du joint soudé. Cependant, cela ne signifie pas nécessairement la bonne résistance mécanique

de la soudure par rapport au métal de base, étant donné que les résultats des essais avec les éprouvettes tuiles sans soudure montrent que cette géométrie d'éprouvette n'est pas encore optimisée pour solliciter la zone soudée sauf en présence de défaut de soudage ;

- Les informations obtenues à partir des essais sur les éprouvettes « bouchon-gaine » sont similaires à celles obtenues à partir des essais sur éprouvette « tuile ».

Les essais réalisés avec les éprouvettes « tuile » à 600 °C sont effectués sur un état traité thermiquement plutôt que sur un état soudé, en raison d'un temps de maintien à 600 °C de 20 minutes dans le four de la machine de traction. En effet, on retrouve les mêmes profils de dureté que ceux obtenus après PWHT réalisé à 775 °C pendant 15 minutes (cf. Chapitre 4). L'ensemble des essais effectués à 600 °C montre une rupture au niveau du métal de base. En comparant ces résultats avec les essais réalisés avec les éprouvettes « bouchon-gaine », où la rupture a été de mode mixte, affectant à la fois la soudure et principalement la gaine, on peut envisager que cette rupture est peut-être due au désalignement de l'éprouvette et potentiellement, au défaut de soudage plutôt qu'à la résistance mécanique de la soudure en l'absence du défaut. L'utilisation de la géométrie de type « tuile » permet en partie de s'affranchir de cela, avec statistiquement, l'augmentation dans les éprouvettes de la présence d'une zone soudée exempte de défauts de soudage.

5.3.4.2 Comparaison des résultats des essais tuile en acier 11Cr-ODS et en acier 9Cr-ODS

A température ambiante, les essais réalisés avec les éprouvettes « tuile » en acier 11Cr-ODS ont entrainé principalement une rupture au niveau du métal à l'état de réception, similaire aux essais effectués avec les éprouvettes en acier 9Cr-ODS. Comme expliqué précédemment, cette zone de rupture peut être attribuée à la géométrie de la tuile, qui sollicite principalement le métal à l'état de réception en l'absence de défaut de soudage. Lorsqu'un défaut est présent au niveau de la soudure, les essais réalisés avec les éprouvettes « tuile » en acier 11Cr-ODS confirment que la tenue mécanique de l'assemblage soudé peut toujours être corrélée à la partie intérieure du plan de joint, comme cela a été mis en évidence par les essais « bouchon-gaine » et « tuile » en acier 9Cr-ODS.

A température ambiante et à l'état traité, les essais réalisés avec les éprouvettes « tuile » en acier 11Cr-ODS ont principalement entraîné des ruptures au niveau du métal à l'état de réception, de manière similaire aux essais à l'état soudé. Les effets du PWHT sur la tenue mécanique de l'assemblage à 20 °C est difficile à évaluer avec ce type d'éprouvette.

Pour l'ensemble des essais réalisés à 600 °C, la rupture s'est localisée au niveau de la soudure. Les ruptures à 600 °C se sont produites au niveau du plan de joint extérieur et au niveau de la zone affectée par la gaine. Les origines de ce mode de rupture ont été expliqué, discuté et corrélées

à la microstructure le long du plan de joint dans la Section 3.4.5 et 4.3.4 du chapitre 3 et 4, respectivement. La Figure 109 illustre une corrélation entre la zone de rupture des essais « tuile » et la microstructure le long du plan de joint, similaire à celle établie dans le Chapitre 3 pour les essais « bouchon-gaine ». On peut observer que la fissure initiée dans la partie externe du plan de joint est déviée au niveau de la partie centrale vers la zone affectée par le SPR du côté de la gaine, sans continuer à se propager le long du plan de joint. Ceci suggère que la déviation de la fissure au niveau de la zone centrale vers la ZAT, pourrait potentiellement être liée à l'augmentation de la limite d'élasticité, la fraction de la martensite et à la proportion de grains recristallisés dans la partie interne de la ZATM1. Cette contribution pourrait améliorer la résistance mécanique, notamment en termes de ténacité, tout en préservant la ductilité locale. Cependant, il convient de rappeler que la compréhension du trajet de la fissure demeure très complexe, étant donné qu'elle nécessiterait une analyse de la situation dans la configuration déformée au moment où la fissure bifurque. De plus, cela impliquerait une analyse par mécanique de la rupture avec des critères établis, qui sont certainement au-delà de la portée de cette étude.

On peut observer une différence au niveau de la zone de rupture, qui s'est principalement localisée dans la soudure pour l'assemblage en acier 11Cr-ODS et dans le métal à l'état de réception pour l'assemblage en acier 9Cr-ODS, bien que les modifications microstructurales induites par le SPR et le PWHT sur ces deux nuances soient similaires. On observe sur la Figure 108 une évolution similaire de la dureté après le soudage et le PWHT à 600 °C pendant 30 min sur la soudure en acier 11Cr-ODS et 9Cr-ODS. On constate aussi globalement des caractéristiques microstructurales assez proches (Tableau 29 et Tableau 30). Toutefois, on peut noter une différence dans le nombre de grains en comparant l'état brut de soudage de l'acier 11Cr-ODS avec celui de l'acier 9Cr-ODS. La même observation est constatée en comparant les états traités. On peut également noter une certaine disparité dans la fraction des grains recristallisés et la fraction de martensite, qui sont toujours supérieures pour la nuance 9Cr-ODS, tant à l'état brut de soudage qu'à l'état traité. Ces différences peuvent en partie contribuer aux variations de la localisation de la rupture entre l'assemblage soudé en acier 11Cr-ODS et 9Cr-ODS. Néanmoins, les origines des différences dans la zone de rupture sont difficiles à expliquer uniquement à partir des essais réalisés et des analyses microstructurales effectuées. Des analyses microstructurales et mécaniques seront sans doute nécessaires pour mieux comprendre les origines de ces différences et d'apporter des éléments des réponses.

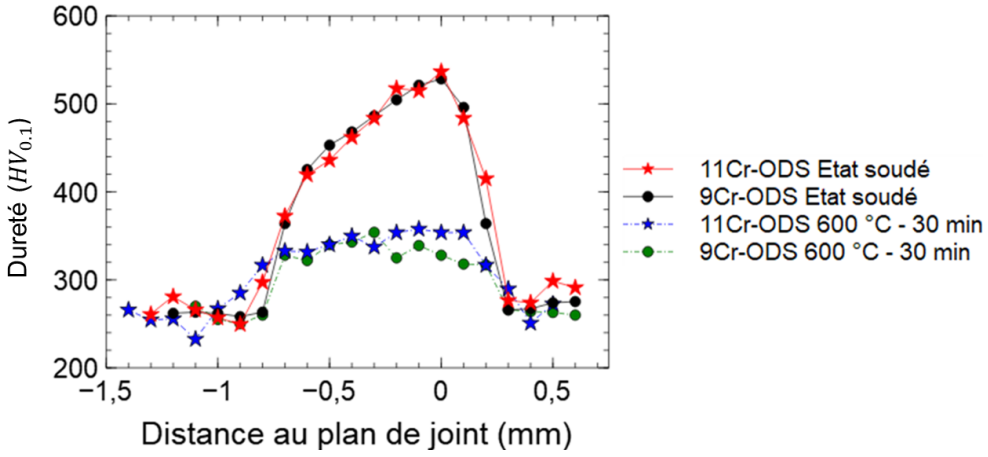


Figure 108. Comparaisons des effets de soudage et de PWHT à 600 °C pendant 30 min sur le gradient de dureté à travers la soudure en acier 11Cr-ODS et 9Cr-ODS.

Tableau 29. Comparaison des effets du soudage SPR sur les caractéristiques microstructurales d'une soudure en acier 11Cr-ODS et d'une autre en acier 9Cr-ODS. Soudures obtenues avec les paramètres (F_s, E_d) = (4700 N, 2400 J).

	ZATM1-11Cr-ODS			ZATM1-9Cr-ODS		
	GG	**PG**	**EG**	**GG**	**PG**	**EG**
Fraction surfacique (%)	24	76	100	10	90	100
d_m (μm)	2,25	0,69	0,75	2,4	0,63	0,65
Écart type	1,06	0,32	0,47	0,7	0,26	0,31
Nombre de grains	27	1395	1422	17	2225	2239
Fraction de GOS $\leq$ 2 (%)	0	35	26	0	40	35
Fraction de GOS > 2 (%)	100	65	74	100	60	65
Fréquence relative LAB (%)	53	36	46	46	31	34
Fraction de martensite (%)	70	79	76	40	71	69

Tableau 30. Comparaison des effets de PWHT à 600 °C pendant 30 min sur les caractéristiques microstructurales d'une soudure en acier 11Cr-ODS et d'une autre en acier 9Cr-ODS.
Soudures SPR obtenues avec les paramètres (F_s, E_d) = (4700 N, 2400 J).

	ZATM1-11Cr-ODS 600 °C – 30 min			ZATM1 9Cr-ODS 600 °C – 30 min		
	GG	**PG**	**EG**	**GG**	**PG**	**EG**
Fraction surfacique (%)	24,5	75,5	100	17	83	100
d_m (μm)	2,06	0,52	0,61	2,62	0,69	0,72
Écart type	1,02	0,32	0,42	0,5	0,32	0,40
Nombre de grains	13	2201	2214	28	1699	1727
Fraction de GOS $\leq$ 2 (%)	0	35	28	0	38	31
Fraction de GOS > 2 (%)	100	65	74	100	62	68
Fréquence relative LAB (%)	45	32	38	44	33	36
Fraction de martensite (%)	20,1	28,2	28	83	48	42

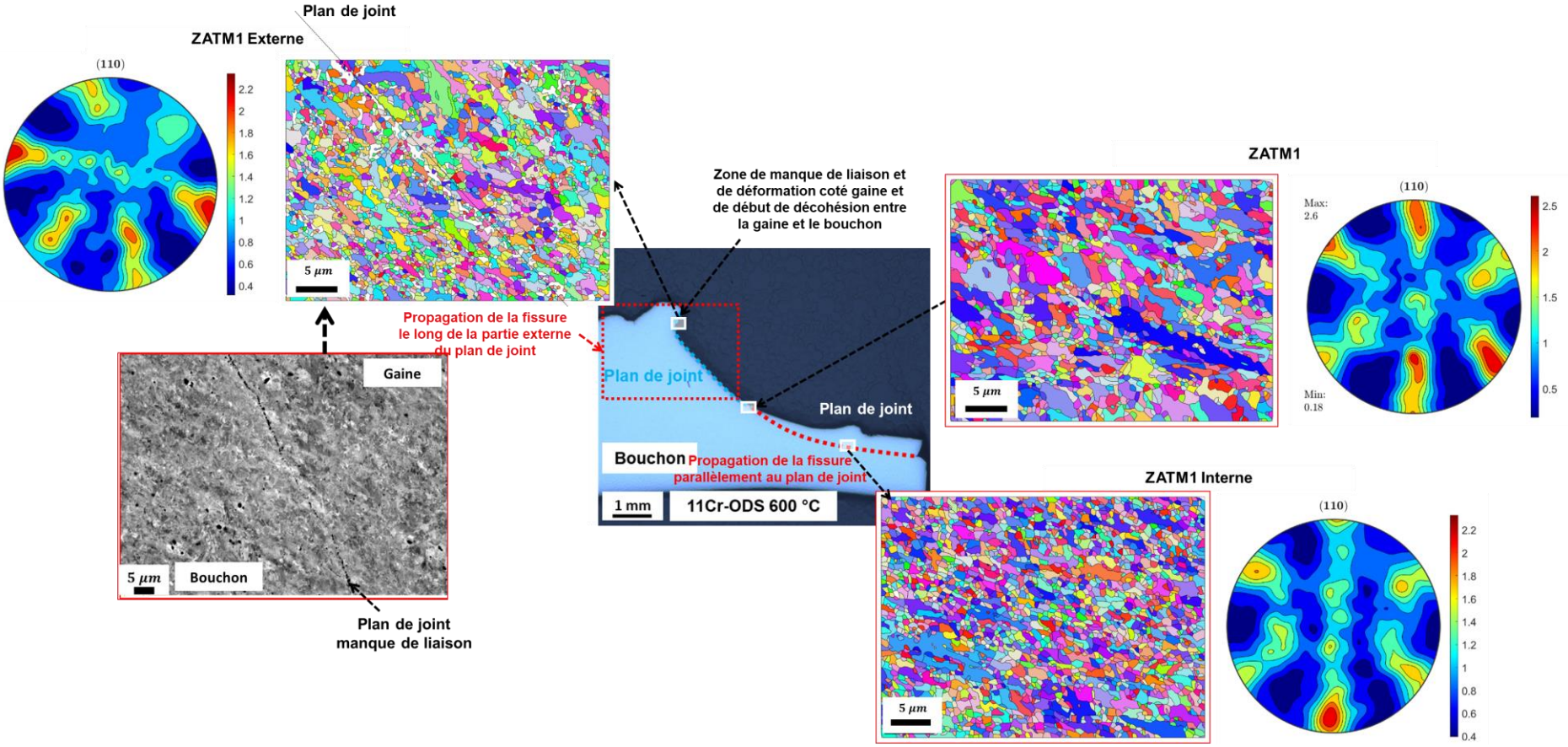


Figure 109. Vue en coupe de l'éprouvette de type « tuile » en acier 11Cr-ODS (essai de traction Et4-11Cr-ODS) rompue au niveau de la soudure après un essai de traction à 600 °C. Corrélation entre la zone de la rupture, la forme du plan de joint et la microstructure.

5.4 Conclusion

L'objectif de ce chapitre était de concevoir des éprouvettes mécaniques optimisées par rapport à l'éprouvette « bouchon-gaine » pour solliciter le joint soudé et plus économes en matière.

Pour atteindre ces objectifs, l'utilisation d'éprouvettes de type « tuile » dimensionnées par méthode inverse, a été proposée pour évaluer les effets du SPR et du PWHT sur la résistance mécanique des soudures en aciers 9Cr-ODS et 11Cr-ODS.

Les principales conclusions de cette étude sont les suivantes :

- Les informations issues des essais sur éprouvette « tuile » quant à la contribution des différentes zones affectées par le SPR et des défauts de soudage, à la résistance mécanique de l'assemblage soudé sont similaires à celles tirées des essais « bouchon-gaine » avec une consommation de matière nettement moins importante ;
- En l'absence de défauts de soudage, les essais réalisés semblent confirmer que les éprouvettes de type tuile ne permettent pas d'accéder aux propriétés mécaniques de la soudure ;
- En présence de défauts de soudage, les essais avec les éprouvettes de type tuile confirment que la résistance mécanique de l'assemblage soudé peut être attribuée à la partie interne du plan de joint ;
- La soudure en acier 9Cr-ODS semble avoir une meilleure résistance mécanique que celle en acier 11Cr-ODS.

Les essais de traction réalisés avec l'éprouvette de type « tuile » et de type « bouchon-gaine » démontrent que la présence de défauts de soudage et le désalignement des assemblages soudés sont des facteurs déterminants pour la tenue mécanique des assemblages soudés. Il sera nécessaire de continuer à optimiser le procédé de soudage SPR pour améliorer les propriétés mécaniques de l'assemblage soudé, en accordant une attention particulière à la correction du désalignement des pièces, qui peut être dû à un défaut d'alignement des axes de la machine de soudage ou de coaxialité des électrodes. De plus, pour étudier la résistance mécanique de l'assemblage soudé, il serait judicieux d'utiliser uniquement des éprouvettes « tuile », puisque les résultats issus des essais avec cette géométrie d'éprouvettes sont similaires à ceux des essais sur éprouvette « bouchon-gaine », et qu'une économie de matière peut être faite. Par ailleurs, il sera sans doute nécessaire de réaliser des essais à température ambiante et à 600 °C avec des éprouvettes « tuile » prélevées sur les deux moitiés d'un même assemblage soudé, afin de mieux comprendre l'influence de la position du prélèvement sur la zone de rupture.

Conclusions générales et perspectives

Les principaux objectifs de cette thèse étaient d'évaluer les effets du Soudage Par Résistance (SPR) et de Traitements Thermiques Post-Soudage (PWHT) sur les caractéristiques métallurgiques d'assemblages « bouchon-gaine » en acier 11Cr-ODS, ainsi que sur leur résistance mécanique globale et comme celle de la soudure. Pour atteindre ces objectifs, une approche couplée expérience-simulation a été adoptée.

Dans un premier temps, la soudabilité opératoire de l'assemblage en combinant expérience et simulation numérique a été étudiée. Sur le plan expérimental, des essais d'optimisation ont permis d'identifier une plage de paramètres opératoires permettant l'obtention des soudures exemptes de défaut de type manque de liaison ou fusion de matière. Cette plage de paramètres opératoires a été définie en fonction de l'énergie électrique dissipée et de la valeur finale du déplacement du bouchon. Pour l'acier 11Cr-ODS et la géométrie étudiée, et pour une force de soudage fixée à 4700 N, ces valeurs sont respectivement comprises entre 1900 et 2500 J et entre 0,7 et 1,0 mm. Les soudures obtenues avec des paramètres dans cette plage de grandeurs ont été considérées comme conformes pour la suite de notre étude.

Sur le plan numérique, un modèle Electro-Thermo-Mécanique (ETM) a été développé avec le logiciel Cast3M pour simuler le procédé de soudage. Ce modèle a permis d'évaluer et de mieux comprendre les effets des paramètres opératoires sur le déroulement du soudage, ainsi que d'étudier les effets de la force de soudage sur la plage opératoire identifiée. Les résultats des simulations numériques ont montré que l'augmentation de l'énergie électrique dissipée entraîne une augmentation de la température et de la déformation plastique cumulée lors du soudage. Dans la plage opératoire définie, la température maximale atteinte dans la zone affectée par le SPR reste nettement inférieure à la température de fusion. Les calculs réalisés avec une énergie électrique de 2400 J et deux autres forces de soudage (2600 N et 7000 N) ont montré que diminuer la force de soudage conduit à devoir augmenter l'énergie électrique pour conserver la même qualité de soudure. Cependant, faire cela augmente le risque d'une fusion localisée de la matière. En ce qui concerne l'augmentation de la force de soudage, elle réduit la quantité d'énergie électrique nécessaire pour obtenir une même qualité de soudure mais diminue les températures maximales atteintes, augmentant ainsi le risque d'un manque de liaison.

Dans un deuxième temps, les effets du SPR sur la microstructure de l'acier 11Cr-ODS ont été évalués et étudiés en fonction des paramètres opératoires appliqués. Pour cela, une méthodologie de caractérisation multi-physique et multi-échelle des assemblages soudés a été mise en place. En se basant sur les mesures de dureté et les cycles thermomécaniques induits par le SPR prédits numériquement, trois zones affectées ont pu être identifiées. La première Zone Affectée Thermo-Mécaniquement (ZATM1) se caractérise par une dureté supérieure à 500 $HV_{0.1}$. Dans cette zone,

la simulation numérique du soudage prédit des déformations plastiques cumulées très importantes, supérieures à 0,5. Cette zone est également soumise aux températures les plus élevées pendant le procédé de soudage selon les prédictions numériques. La deuxième Zone Affectée Thermo-Mécaniquement (ZATM2) est caractérisée par une dureté comprise entre 450 $HV_{0.1}$ et la dureté minimale de la ZATM1, soit 500 $HV_{0.1}$. Dans cette zone, des déformations plastiques cumulées sont inférieures à 0,5 et des températures supérieures à 1000 °C sont atteintes. Enfin, la Zone Affectée Thermiquement (ZAT) présente des valeurs de dureté comprises entre la valeur de la dureté du métal à l'état de réception (250 $HV_{0.1}$) et celle de la ZATM2, soit 450 $HV_{0.1}$. Dans cette zone, les températures maximales atteintes sont supérieures à la température de transformation de phase $A_{c1} =$ 840 °C mais les déformations plastiques sont faibles, voire nulles.

Les analyses EBSD réalisées sur le métal à l'état de réception ont indiqué une microstructure entièrement ferritique. En se considérant une taille critique de 2 μm, équivalente à la taille moyenne de l'ensemble des grains, deux populations de grains ont été considérées : les petits grains PG (taille moyenne inférieure à 2 µm) et les gros grains GG (taille moyenne supérieure à 2 µm). La texture du métal à l'état de réception est peu marquée. Dans les différentes zones affectées par le soudage, des microstructures plus complexes en termes de taille de grains, de texture locale, de phases présentes (ferrite, martensite, ferrite résiduelle) et d'état de déformation (recristallisé ou déformé), ont été observées.

La distribution des grains dans les différentes zones affectées par le SPR indique un raffinement de la microstructure par rapport au métal à l'état de réception. Ce raffinement est plus prononcé dans la ZATM1, avec une taille moyenne des grains de 0,75 μm et une fraction plus élevée de la population de PG. Les figures de pôles dans les différentes zones affectées ont montré un effet significatif du SPR sur la texture dans la ZATM1, qui se rapproche d'une texture de type « Brass », par rapport aux autres zones. La distribution de la qualité d'image IQ moyenne normalisée par grain, utilisée pour distinguer la ferrite de la martensite, a montré une microstructure biphasée Ferrito-Martensitique (F-M) dans les différentes zones affectées par le soudage, avec une fraction de martensite plus élevée et atteignant 76 %, dans la ZATM1. De plus, la corrélation entre les phases et la taille des grains a montré que la martensite est principalement présente dans les PG, dont la taille moyenne est inférieure à 2 μm. La distribution de la valeur de GOS dans les différentes zones affectées a montré la présence de grains déformés et recristallisés.

L'affinement de la microstructure, dans la ZATM1 et la ZATM2, a été attribué aux mécanismes de recristallisation dynamique et de transformation de phases. Cependant, la nature exacte du mécanisme, ainsi que ses conditions d'occurrence et la phase impliquée (ferrite et/ou austénite), restent difficiles à déterminer à partir des analyses effectuées. En ce qui concerne les changements microstructuraux dans la ZAT, ils ont été principalement attribués à la transformation de phase.

En effet, les valeurs de déformation plastique et de température atteintes dans la ZAT sont considérées comme trop faibles pour activer le mécanisme de recristallisation dynamique.

Les effets de l'énergie électrique dissipée et de la force de soudage sur les caractéristiques métallurgiques de la soudure ont été évalués par des mesures de dureté à travers la soudure et par des analyses EBSD au niveau de la ZATM1. L'augmentation de l'énergie de soudage dissipée, passant de 2000 à 2400 J, tout en maintenant la force de soudage constante à 4700 N, se traduit par un raffinement moins important de la taille des grains au niveau de la ZATM1 et s'accompagne de valeurs de dureté légèrement plus basses. En revanche, l'augmentation de la force de soudage de 4700 à 7000 N, tout en maintenant une énergie de soudage à 1600 J, entraîne une distribution des grains plus fine, ainsi qu'à des valeurs de dureté et de largeur de la ZATM1 plus élevées.

Dans une autre étape de l'approche adoptée, la définition de traitements thermiques post-soudage optimisés en termes de durée et de température, et l'identification de leurs effets sur les caractéristiques métallurgiques de l'assemblage soudé SPR, ont été entrepris. La méthodologie de caractérisation microstructurale établie pour évaluer les effets du SPR sur la microstructure a de nouveau été employée.

Le PWHT effectué au-dessus de la température A_{c3}, soit à 900 °C pendant 15 min, a un effet notable sur les propriétés métallurgiques de l'assemblage soudé. En effet, ce traitement thermique homogénéise la dureté à travers la soudure, ramenant sa valeur au même niveau que celle du métal à l'état de réception (250 $HV_{0.1}$) et induit un grossissement des grains. La microstructure générée après le refroidissement lent est quasi ferritique. Ces résultats ont été attribués aux mécanismes de recristallisation statique et aux transformations de phase.

Les PWHTs appliqués à 775 °C et 600 °C pendant 15 min (en dessous de la température A_{c1}), ont conduit à une homogénéisation de la valeur de la dureté à travers la soudure, mais à une valeur restant supérieure à celle du métal à l'état de réception. Un plateau de dureté de 350 $HV_{0.1}$ a été observé dans la soudure comparé à une dureté de 250 $HV_{0.1}$ pour le métal à l'état de réception. Après ces deux PWHTs, la microstructure de la soudure au niveau du plan de joint est similaire à celle de l'état soudé, mais avec une fraction de martensite estimée moins élevée que celle à l'état brut de soudage. Concernant le traitement thermique à 600 °C, l'augmentation de la durée du traitement de 15 à 30 min n'a pas un effet remarquable sur la dureté et la microstructure de la zone soudée.

La microstructure des soudures ayant subi les divers PWHTs à des températures inférieures à la température A_{c1} est tout aussi complexe que celle observée de l'état soudé en termes de tailles des grains, de textures locales, de phases présentes et de type de grains (recristallisés, déformés). Cette similitude dans la microstructure s'explique par le fait que les mécanismes de recristallisation ne sont pas thermodynamiquement favorables à ces températures de PWHT.

Dans une dernière étape, les effets des modifications métallurgiques sur la tenue mécanique de l'assemblage soudé « bouchon-gaine », ainsi que de la soudure, ont été évalués sur des échantillons à l'état brut de soudage et après traitement thermique à 775 °C pendant 15 min. De plus, des efforts ont été déployés pour déterminer la contribution des différentes zones affectées à la résistance mécanique de l'assemblage soudé.

En raison de la petite taille de la soudure (environ 1 mm de long), du fort gradient de microstructure de la zone soudée et de la géométrie particulière de l'assemblage soudé, il s'avérait complexe de prélever des échantillons directement de la soudure pour évaluer les effets du SPR et du PWHT sur la résistance mécanique de l'assemblage soudé et la soudure. Pour contourner ces difficultés, de premières éprouvettes de type « bouchon-gaine » ont été conçues et dimensionnées à l'aide de calculs par éléments finis. Ce travail visait à localiser les déformations au niveau du joint soudé afin de déterminer la contribution des différentes zones affectées par le SPR à la résistance mécanique globale de l'assemblage.

Les résultats des essais « bouchon-gaine » ont montré que la résistance mécanique de l'assemblage soudé SPR peut être principalement associée à la zone interne du plan de joint, formant un angle d'environ 45° par rapport à l'axe de la gaine. Cette zone subit une déformation plastique significative, présente les valeurs de dureté les plus élevées et affiche un affinement plus prononcé de la microstructure.

Les effets du PWHT sur la résistance mécanique de l'assemblage soudé ont été mis en évidence par des essais de traction réalisés à température ambiante. On constate un déplacement de la zone de rupture. Alors qu'elle se produit dans la soudure à l'état soudé, elle se situe dans la gaine après traitement thermique. Cependant, les essais effectués à 600 °C n'ont pas permis de conclure de manière définitive quant aux effets du PWHT sur la tenue mécanique de l'assemblage soudé, étant donné que le temps de maintien dans le four destiné à homogénéiser la température, induit des effets métallurgiques similaires à ceux du PWHT retenu. Pour cette condition d'essai, la zone de rupture et l'évolution des courbes force-déplacement obtenues avec une éprouvette traitée ou non, sont similaires. Ces résultats confirment l'effet négligeable sur la résistance mécanique de l'assemblage des traitements thermiques effectués en séquence : le premier à 775 °C pendant 15 min, suivi d'un second à 600°C pendant 40 min dans le four de la machine de traction Un traitement thermique à 600 °C in-situ est suffisant pour restaurer partiellement les propriétés mécaniques du joint soudé.

Un deuxième type d'éprouvette de type « tuile » a été conçu et dimensionné afin d'optimiser davantage les essais de traction et les sollicitations au niveau du joint soudé tout en étant plus économe en matière. Ce type d'éprouvette a aussi pour avantage de réduire l'impact des effets d'un défaut d'alignement des axes de la machine de soudage. L'analyse des résultats obtenus avec ces éprouvettes conduit à des conclusions similaires à celles obtenues avec les éprouvettes « bouchon-gaine » concernant la tenue mécanique de l'assemblage. Celle-ci peut dépendre de la

partie interne du plan de joint, alors que le manque de liaison en partie externe du plan de joint pénalise la résistance mécanique de l'assemblage soudé.

La conception de l'éprouvette « tuile » a permis de réaliser un nombre important d'essais et de confirmer la bonne intégrité de la soudure. Pour les prochaines études sur le soudage SPR des assemblages « bouchon-gaine », nous recommandons l'utilisation d'éprouvettes « tuile » car cela permet d'économiser de la matière tout en offrant une caractérisation mécanique tout aussi riche que celle obtenue à partir d'éprouvettes « bouchon-gaine ».

Les essais réalisés avec les éprouvettes « bouchon-gaine » et « tuile » ont mis en évidence que la résistance mécanique du joint soudé peut être améliorée en optimisant la forme du plan de joint afin d'augmenter la déformation plastique sur la partie externe de ce plan. Nous avons montré que l'augmentation de l'énergie électrique dissipée de 2000 à 2400 J, pour une force de soudage fixée à 4700 N, a un effet limité sur la forme et la déformation plastique du plan de joint. Cet effet limité a également été observé lorsqu'on augmente la force de soudage de 4700 à 7000 N, pour une énergie électrique dissipée de 2400 J. Enfin, une géométrie présentant un chanfrein de 45 ° par rapport à l'axe de la gaine, limitant le contact initial entre la gaine et bouchon, a été proposée et étudiée numériquement. Cette géométrie semble favoriser une déformation plastique plus homogène tout au long du plan de joint. Une étude plus approfondie de la géométrie de contact, notamment en ce qui concerne l'angle du chanfrein, demeure toutefois nécessaire.

De manière générale, ces travaux de thèse ont permis d'obtenir plusieurs avancées significatives sur la maîtrise de la soudabilité opératoire de la nuance d'acier 11Cr-ODS, la compréhension des effets du SPR sur l'évolution de la microstructure de la zone affectée par le soudage SPR, la définition et l'évaluation des effets des PWHTs optimisés en termes de durée et de température sur la microstructure de la soudure. De plus, ils ont permis d'évaluer les effets du SPR et du PWHT sur la tenue mécanique de l'assemblage soudé et de la soudure, en s'appuyant sur des résultats d'essais mécaniques de traction avec de nouvelles géométries d'éprouvettes spécifiques conçues et dimensionnées dans le cadre de cette thèse. Ces travaux ont enfin apporté des éléments de compréhension concernant la contribution des différentes zones affectées par le soudage, ainsi que l'identification des facteurs les plus impactant pour la tenue mécanique de l'assemblage soudé.

Les perspectives de recherche concernant ces travaux de thèse sont, notamment :

- L'étude et l'optimisation de la soudabilité opératoire lorsque la configuration avec chanfrein de contact entre les deux pièces à souder est utilisée et les conséquences sur la résistance mécanique de l'assemblage soudé « gaine-bouchon »;
- L'étude de la soudabilité opératoire et métallurgiques des gaines filées est une démarche qui n'a pas encore été abordée. Les barres et les gaines filées présentent des différences au niveau de leurs propriétés mécaniques (Toualbi 2012) et

microstructurales (tailles et morphologies des grains, textures ainsi que les tailles et distributions des nano-oxydes). L'objectif serait d'évaluer les effets de ces différences microstructurales sur la soudabilité opératoire et métallurgique des gaines filées par rapport à celles usinées à partir de barres lors de leur soudage SPR en configuration « bouchon-gaine » ;

- Des travaux d'approfondissement sont nécessaires concernant les mécanismes d'évolutions microstructurales de la nuance 11Cr-ODS lors du SPR, leurs conditions d'occurrence et les origines des phases présentes dans la zone affectée par le soudage (ferrite, ferrite résiduelle, martensite). Ces aspects n'ont pas pu être maîtrisés et identifiés par la simple caractérisation et les analyses effectuées dans ces travaux. Des analyses microstructurales plus approfondies, notamment de l'analyse de la texture des différentes zones affectées sur des échantillons de plus grandes tailles ayant subi des cycles thermomécaniques similaires à ceux imposés par le SPR, pourraient apporter des éléments de réponse et de compréhension ;
- L'évaluation des effets du SPR et du PWHT sur l'évolution de la distribution des nano-oxydes dans la soudure en acier 11Cr-ODS pourraient apporter des éléments d'interprétation supplémentaires nécessaire à l'interprétation de certains résultats obtenus et aider à garantir la résistance mécanique des différentes zones affectées par le soudage. Des analyses par microscopie électronique en transmission ou par d'autres moyens de caractérisation expérimentales (DNPA, SAT…) pourraient être utilisées ;
- L'effet du vieillissement thermique des joints soudés, notamment sur l'évolution de la microstructure dans les différentes zones affectées, mériterait également d'être examinée avant d'utiliser les assemblages en réacteur. De même, l'influence de l'irradiation sur la microstructure et la tenue mécanique du joint soudé doit être envisagée ;
- Enfin, la qualification de ces soudures nécessiterait sans doute aussi l'étude de leur tenue mécanique sous des chargements similaires à ceux rencontrés en service, c'est à dire des sollicitations combinées de fluage et de pression interne, à des températures d'environ 650 °C et sous irradiation.

Références bibliographiques

Alinger, M. J, G. R Odette, et D. T Hoelzer. 2004. « The development and stability of Y–Ti–O nanoclusters in mechanically alloyed Fe–Cr based ferritic alloys ». *Journal of Nuclear Materials*, Proceedings of the 11th International Conference on Fusion Reactor Materials (ICFRM-11), 329-333 (août): 382-86. https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2004.04.042.

Allen, T., H. Burlet, R. K. Nanstad, M. Samaras, et S. Ukai. 2009. « Advanced Structural Materials and Cladding ». *MRS Bulletin* 34 (1): 20-27. https://doi.org/10.1557/mrs2009.8.

An, Geng, Jun Sun, Yuanjun Sun, Weicheng Cao, Qi Zhu, Qinglin Bai, et Linjie Zhang. 2018. « Fiber Laser Welding of Fuel Cladding and End Plug Made of La2O3 Dispersion-Strengthened Molybdenum Alloy ». *Materials* 11 (7): 1071. https://doi.org/10.3390/ma11071071.

Aubert, P., F. Tavassoli, M. Rieth, E. Diegele, et Y. Poitevin. 2011. « Review of Candidate Welding Processes of RAFM Steels for ITER Test Blanket Modules and DEMO ». *Journal of Nuclear Materials*, Proceedings of ICFRM-14, 417 (1): 43-50. https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2010.12.248.

Barbadikar, Dipika R., G.S. Deshmukh, L. Maddi, K. Laha, P. Parameswaran, A.R. Ballal, D.R. Peshwe, R.K. Paretkar, M. Nandagopal, et M.D. Mathew. 2015. « Effect of Normalizing and Tempering Temperatures on Microstructure and Mechanical Properties of P92 Steel ». *International Journal of Pressure Vessels and Piping* 132-133 (août): 97-105. https://doi.org/10.1016/j.ijpvp.2015.07.001.

Bardelcik, A., M. J. Worswick, S. Winkler, et M. A. Wells. 2012. « A Strain Rate Sensitive Constitutive Model for Quenched Boron Steel with Tailored Properties ». *International Journal of Impact Engineering* 50 (décembre): 49-62. https://doi.org/10.1016/j.ijimpeng.2012.06.007.

Baudin, Thierry. 2011. « Analyse EBSD - Déformation et recristallisation des matériaux métalliques », 24.

Behera, A. N., A. Chaudhuri, R. Kapoor, J. K. Chakravartty, et S. Suwas. 2016. « High temperature deformation behavior of Nb–1wt.%Zr alloy ». *Materials & Design* 92 (février): 750-59. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.12.077.

Blum, W., Q. Zhu, R. Merkel, et H. J. McQueen. 1996. « Geometric Dynamic Recrystallization in Hot Torsion of Al□5Mg□0.6Mn (AA5083) ». *Materials Science and Engineering: A* 205 (1): 23-30. https://doi.org/10.1016/0921-5093(95)09990-5.

Boellinghaus, Thomas, John Lippold, et C. Cross. 2016. *Cracking Phenomena in Welds IV*. https://doi.org/10.1007/978-3-319-28434-7.

Bonnet, Christian. 1987. « Traitements thermiques associés au soudage des aciers », 15.

Boulnat, Xavier, Michel Perez, Damien Fabregue, Thierry Douillard, Marie-Hélène Mathon, et Yann de Carlan. 2014. « Microstructure Evolution in Nano-Reinforced Ferritic Steel Processed By Mechanical Alloying and Spark Plasma Sintering ». *Metallurgical and Materials Transactions A* 45 (3): 1485-97. https://doi.org/10.1007/s11661-013-2107-y.

Brachet, J. C., V. Lambard, et A. Alamo. 1999. « Studies of Phase Transformations Occurring in Conventional, Low Activation (LA) and Oxide Dispersion Strengthened (ODS) 7–11% Cr–(Mo, W, V, Nb, Ta) Martensitic Steels ». In *chez Proceedings of the Int. Conf. on Solid-solid Phase Transformations, Kyoto*.

Cahoon, J. R. 1972. « An Improved Equation Relating Hardness to Ultimate Strength ». *Metallurgical and Materials Transactions B* 3 (11): 3040-3040. https://doi.org/10.1007/BF02652880.

Cast3M. 2021. « CEA Software Cast3M “www-cast3m.cea.fr” ». CEA. www-cast3m.cea.fr.

Castan, Christophe. 2011. « Etude de la recristallisation au cours du laminage a chaud d’aciers a basse densite fer-aluminium ». Phdthesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne. https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00721834.

Chanh, Constance. 2022. « Analyse du lien entre microstructure, chargement mécanique et fissuration lors de la traction en croix de soudures par point par résistance d’un acier inoxydable martensitique ». http://www.theses.fr. 6 juillet 2022. http://www.theses.fr/s222342.

Chen, Cheng, Sing-Ping Chiew, Ming-Shan Zhao, Chi-King Lee, et Tat-Ching Fung. 2019. « Welding Effect on Tensile Strength of Grade S690Q Steel Butt Joint ». *Journal of Constructional Steel Research* 153 (février): 153-68. https://doi.org/10.1016/j.jcsr.2018.10.009.

Chen, Tatlock, et Jones. 2010. « Microstructural Evolution in Friction Stir Welding of Nanostructured ODS Alloys ». *Journal of Alloys and Compounds*, 16th International Symposium on Metastable, Amorphous and Nanostructured Materials, 504 (août): S460-66. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2010.02.192.

Chen, Xizhang, Yuming Huang, Bruce Madigan, et Jianzhong Zhou. 2012. « An Overview of the Welding Technologies of CLAM Steels for Fusion Application ». *Fusion Engineering and Design* 87 (9): 1639-46. https://doi.org/10.1016/j.fusengdes.2012.06.009.

Corpace, Fabien. 2011. « Soudage par résistance du gainage combustible ODS d'un réacteur nucléaire de 4ème génération ». PhD Thesis, Université Sciences et Technologies - Bordeaux I. https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00786263.

Corpace, A. Monnier, A. Poulon Quintin, et J.-P. Manaud. 2012. « Resistance upset welding of an ODS steel fuel cladding - Identification of the thermal and mechanical phenomena using a numerical simulation ». *Materiaux et Techniques* 100 (4): 291-98. https://doi.org/10.1051/mattech/2012026.

Corpace, Arnaud Monnier, Jacques Grall, Jean-Pierre Manaud, Michel Lahaye, et Angeline Poulon-Quintin. 2017. « Resistance Upset Welding of ODS Steel Fuel Claddings—Evaluation of a Process Parameter Range Based on Metallurgical Observations ». *Metals* 7 (9): 333. https://doi.org/10.3390/met7090333.

Cunat, Pierre-Jean. 2000. « Aciers inoxydables - Critères de choix et structure ». *Étude et propriétés des métaux*, mars. https://doi.org/10.51257/a-v1-m4540.

Dadé, M., J. Malaplate, J. Garnier, F. De Geuser, F. Barcelo, P. Wident, et A. Deschamps. 2017. « Influence of Microstructural Parameters on the Mechanical Properties of Oxide Dispersion Strengthened Fe-14Cr Steels ». *Acta Materialia* 127 (avril): 165-77. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2017.01.026.

Dade, Mickaël. 2015. « Plasticité d'alliages nanorenforcés pour le gainage combustible des réacteurs de 4ème génération : compréhension et modélisation de l'influence des différents paramètres microstructuraux sur le comportement d'alliages modèles ». Phdthesis, Université Grenoble Alpes. https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01285682.

Dancette, Sylvain. 2009. « Comportement mécanique des soudures par points : mécanismes et stratégies de prédiction dans le cas des tôles en acier pour automobile », janvier.

Dawson, H., M. Serrano, S. Cater, N. Iqbal, L. Almásy, Q. Tian, et E. Jimenez-Melero. 2017. « Impact of Friction Stir Welding on the Microstructure of ODS Steel ». *Journal of Nuclear Materials* 486 (avril): 129-37. https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2016.12.033.

De Burbure. 1974. « Resistance butt welding of dispersion-hardened ferritic steels ».

De Burbure, S. 1978. « Resistance Welding of Pressurized Capsules for In-Pile Creep Experiments ». *Weld. J. (Miami)* 57 (11): 23-30.

Doherty, R. D., D. A. Hughes, F. J. Humphreys, J. J. Jonas, D. Juul Jensen, M. E. Kassner, W. E. King, T. R. McNelley, H. J. McQueen, et A. D. Rollett. 1997. « Current issues in recrystallization: a review ». *Materials Science and Engineering: A* 238 (2): 219-74. https://doi.org/10.1016/S0921-5093(97)00424-3.

Doyen, Olivier, Brendan Le Gloannec, Alexis Deschamps, Frédéric De Geuser, Cédric Pouvreau, et Angéline Poulon-Quintin. 2019. « Ferritic and Martensitic ODS Steel Resistance Upset Welding of Fuel Claddings: Weldability Assessment and Metallurgical Effects ». *Journal of Nuclear Materials* 518 (mai): 326-33. https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2019.03.013.

Dupuy, Thomas. 2000. « Simulation numérique du soudage par résistance », 14.

Durand, Anthony. 2021. « Propriétés métallurgiques et mécaniques de nouvelles nuances d'aciers nano-renforcées à changement de phases comportant de la ferrite non transformée ». Phdthesis, Université Paris-Saclay. https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-03519627.

Durand, Anthony, Denis Sornin, Olivier Taché, Thomas Guilbert, François Brisset, Ludovic Delbes, Benoît Baptiste, Thierry Baudin, et Roland Logé. 2022. « Stability of Untransformed Ferrite in 10Cr ODS Steel ». *Journal of Nuclear Materials*, novembre, 154146. https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2022.154146.

Eleti, Rajeshwar R., Tilak Bhattacharjee, Akinobu Shibata, et Nobuhiro Tsuji. 2019. « Unique deformation behavior and microstructure evolution in high temperature processing of

HfNbTaTiZr refractory high entropy alloy ». *Acta Materialia* 171 (juin): 132-45. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2019.04.018.
Erwann. 2015. « Étude des conditions de mise en forme à chaud d'un acier ODS à 11%Cr », 2015.
Feng, Gang, Jian Lin, Jia Yang, Zhenxin Liang, Li Lu, Yongping Lei, et Hanguang Fu. 2022. « Numerical Modeling of Pressure Resistance Welding of Zirconium Alloy Tube-End Plug Joint ». *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, juin. https://doi.org/10.1007/s00170-022-09513-5.
Feulvarch, E., V. Robin, et J. M. Bergheau. 2004. « Resistance Spot Welding Simulation: A General Finite Element Formulation of Electrothermal Contact Conditions ». *Journal of Materials Processing Technology*, Proceedings of the International Conference in Advances in Materials and Processing Technologies, 153-154 (novembre): 436-41. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2004.04.096.
Finfrock, Christopher. 2022. « Temperature and Strain Rate Dependence of the Martensitic Transformation and Mechanical Properties in Advanced High Strength Steels ».
Flower, H.M., et T.C. Lindley. 2000. « Electron backscattering diffraction study of acicular ferrite, bainite, and martensite steel microstructures ». *Materials Science and Technology* 16 (1): 26-40. https://doi.org/10.1179/026708300773002636.
Fu, Zongjian Chai, Shilei Han, Danhua Liu, Yongqin Chang, Yuxiang Chen, Yanfen Li, et al. 2022. « Effect of Post-Weld Heat Treatment on a Friction Stir Welded Joint between 9Cr-ODS and CLF-1 Steels ». *Materials Characterization* 187 (mai): 111868. https://doi.org/10.1016/j.matchar.2022.111868.
Fuentes, Adrien, P. Rogeon, Patrick Carré, Tahar Loulou, et Aurore Morançais. 2011. *Modélisation du contact électrothermique – Conséquences sur la température de contact*.
Gan, J., N. Jerred, E. Perez, et D. C. Haggard. 2018. « Laser and Pressure Resistance Weld of Thin-Wall Cladding for LWR Accident-Tolerant Fuels ». *JOM* 70 (2): 192-97. https://doi.org/10.1007/s11837-017-2697-8.
Gan, Jian, Nathan D. Jerred, Emmanuel Enrrique Perez, Brady L. Mackowiak, Nikolaus Cordes, et Mukesh Bachhav. 2019. « ODS Thin-Wall Cladding Joining Technique Development ». INL/EXT-19-55825-Rev000. Idaho National Lab. (INL), Idaho Falls, ID (United States). https://www.osti.gov/biblio/1604760.
« Generation IV Systems ». 2012. GIF Portal. 2012. https://www.gen-4.org/gif/jcms/c_40465/generation-iv-systems.
Giroux, P. F., F. Dalle, M. Sauzay, J. Malaplate, B. Fournier, et A. F. Gourgues-Lorenzon. 2010. « Mechanical and microstructural stability of P92 steel under uniaxial tension at high temperature ». *Materials Science and Engineering: A* 527 (16): 3984-93. https://doi.org/10.1016/j.msea.2010.03.001.
Goncalves, D. 2020. « CEA internal report (private communication) ».
Goncalves, Diogo. 2020. « Livrable 2020 sur le soudage par résistance (SPR) des gaines à leur bouchon en acier 11%Cr ODS (Oxide Dispersion Strengthened). »
Guilbert. 2011. « Fourniture des coefficients de dilatation thermique et des valeurs de capacité calorifique obtenues sur des nuances d'acier et d'aluminium.," CEA/DEN/DANS/DMN/SRMA/LA2M. » Note d'essai 11-11,.
Guo, Xianglong, Yi Fan, Wenhua Gao, Rui Tang, Kai Chen, Zhao Shen, et Lefu Zhang. 2019. « Corrosion Resistance of Candidate Cladding Materials for Supercritical Water Reactor ». *Annals of Nuclear Energy* 127 (mai): 351-63. https://doi.org/10.1016/j.anucene.2018.12.007.
Gussev, M. N., B. Garrison, C. Massey, A. Le Coq, K. Linton, et K. A. Terrani. 2023. « A Correlation-Based Approach for Evaluating Mechanical Properties of Nuclear Fuel Cladding Tubes ». *Journal of Nuclear Materials* 574 (février): 154192. https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2022.154192.
Haddou, H., Ch Gaudin, et X. Feaugas. 2001. « Stacking fault energy (sfe) and grain size effects (d) on the tensile behaviour of fcc polycrystalline alloys at 300 K: Back stress and effective stress evolutions ». *Le Journal de Physique IV* 11 (PR4): Pr4-283.
Hall, E. O. 1951. « The Deformation and Ageing of Mild Steel: III Discussion of Results ». *Proceedings of the Physical Society. Section B* 64 (9): 747. https://doi.org/10.1088/0370-1301/64/9/303.

Hanlon, David N., Jilt Sietsma, et Sybrand Van Der Zwaag. 2001. « The Effect of Plastic Deformation of Austenite on the Kinetics of Subsequent Ferrite Formation. » *ISIJ International* 41 (9): 1028-36. https://doi.org/10.2355/isijinternational.41.1028.

Hary, Benjamin. 2017. « Compréhension et modélisation de l'influence du taux de renforts et de la texture de déformation sur la recristallisation des aciers ODS ferritiques ». These de doctorat, Université Paris-Saclay (ComUE). https://www.theses.fr/2017SACLS339.

Hary, Benjamin, Thomas Guilbert, Pierre Wident, Thierry Baudin, Roland Logé, et Yann de Carlan. 2016. « Investigation of the Relationships between Mechanical Properties and Microstructure in a Fe-9%Cr ODS Steel ». *EPJ Nuclear Sciences & Technologies* 2: 7. https://doi.org/10.1051/epjn/e2016-50008-7.

Huin, Thibaut. 2017. « Experimental and Numerical Investigation of the Mechanical Behaviour of Dissimilar Arc and Spot Welds of Advanced High Strength Steels ». Phdthesis, Université de Lyon. https://theses.hal.science/tel-01921591.

Humphreys, F. J., et M. Hatherly. 2012. *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*. Elsevier.

Hurtado-Noreña, C., C. A. Danón, M. I. Luppo, et P. Bruzzoni. 2015. « Evolution of Minor Phases in a P91 Steel Normalized and Tempered at Different Temperatures ». *Procedia Materials Science*, International Congress of Science and Technology of Metallurgy and Materials, SAM - CONAMET 2013, 8 (janvier): 1089-98. https://doi.org/10.1016/j.mspro.2015.04.172.

Jaumier, T., S. Vincent, L. Vincent, et R. Desmorat. 2019. « Creep and Damage Anisotropies of 9%Cr and 14%Cr ODS Steel Cladding ». *Journal of Nuclear Materials* 518 (mai): 274-86. https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2019.02.041.

Jazaeri, H., et F. J. Humphreys. 2004. « The Transition from Discontinuous to Continuous Recrystallization in Some Aluminium Alloys: I – the Deformed State ». *Acta Materialia* 52 (11): 3239-50. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2004.03.030.

Jensen, Dorte Juul, David J. Rowenhorst, et Søren Schmidt. 2007. « Misorientation Aspects of Growth during Recrystallization ». *Materials Science Forum* 558-559: 85-92. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.558-559.85.

Jerred, N. D., I. Charit, L. R. Zirker, et J. I. Cole. 2018. « Pressure Resistance Welding of MA-957 to HT-9 for Advanced Reactor Applications ». *Journal of Nuclear Materials* 508 (septembre): 265-77. https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2018.05.046.

Jerred, L. Zirker, I. Charit, J. Cole, M. Frary, D. Butt, M. Meyer, et K. L. Murty. 2010. « Pressure Resistance Welding of High Temperature Metallic Materials ». INL/CON-10-19185. Idaho National Laboratory (INL). https://www.osti.gov/biblio/1016182.

Ji, Xin, Lei Cui, Dongpo Wang, Huijun Li, Yongchang Liu, Chao Zhang, et Han Gao. 2022. « Microstructure and High-Temperature Mechanical Properties of RAFM Steel Processed by Friction Stir Processing Combined with Tempering Heat Treatment ». *Materials Science and Engineering: A* 831 (janvier): 142195. https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.142195.

Jiang, Zhizhong, Litian Ren, Jihua Huang, Xin Ju, Huibin Wu, Qunying Huang, et Yican Wu. 2010. « Microstructure and Mechanical Properties of the TIG Welded Joints of Fusion CLAM Steel ». *Fusion Engineering and Design* 85 (10-12): 1903-8. https://doi.org/10.1016/j.fusengdes.2010.06.019.

Kaito, T, T Narita, S Ukai, et Y Matsuda. 2004. « High Temperature Oxidation Behavior of ODS Steels ». *Journal of Nuclear Materials*, Proceedings of the 11th International Conference on Fusion Reactor Materials (ICFRM-11), 329-333 (août): 1388-92. https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2004.04.203.

Kang, Suk Hoon, M. Vasudevan, Sanghoon Noh, Hyun Ju Jin, Jinsung Jang, et Tae Kyu Kim. 2016. « Friction Stir Welding of F/M ODS Steel Plug and F/M Steel Tube ». *Fusion Engineering and Design*, Proceedings of the 12th International Symposium on Fusion Nuclear Technology-12 (ISFNT-12), 109-111 (novembre): 182-85. https://doi.org/10.1016/j.fusengdes.2016.03.033.

Karch, Abdellatif. 2015. « Étude des évolutions microstructurales lors de la transformation à chaud d'aciers ferritiques renforcés par dispersion d'oxydes », 193.

Khlestov, V. M., E. V. Konopleva, et H. J. Mcqueen. 1998. « Effects of hot deformation on austenite transformation in 10w carbon Mo-Nb and C-Mn steels ». *Materials Science and Technology* 14 (8): 783-92. https://doi.org/10.1179/mst.1998.14.8.783.

Kim, Soo-Sung, Geun-Il Kim, Jung-Won LEE, Jin-Hyun KOH, et Choon-Ho PARK. 2010. « Effect of Heat on the Soundness of Zircaloy-4 End Cap Closure Using a Resistance Upset Welding ». *Journal of Nuclear Science and Technology* 47 (3): 262-68. https://doi.org/10.1080/18811248.2010.9711953.

Kim, Soo-Sung, Chul-Yung Lee, et Myung-Seung Yang. 2001. « Investigation on Nd:YAG Laser Weldability of Zircaloy-4 End Cap Closure for Nuclear Fuel Elements ». *Nuclear Engineering and Technology* 33 (2): 175-83.

Klueh, R. L., J. P. Shingledecker, R. W. Swindeman, et D. T. Hoelzer. 2005. « Oxide dispersion-strengthened steels: A comparison of some commercial and experimental alloys ». *Journal of Nuclear Materials* 341 (2): 103-14. https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2005.01.017.

Kromm, A., T. Lausch, D. Schroepfer, M. Rhode, et T. Kannengiesser. 2020. « Influence of Welding Stresses on Relief Cracking during Heat Treatment of a Creep-Resistant 13CrMoV Steel Part II: Mechanisms of Stress Relief Cracking during Post Weld Heat Treatment ». *Welding in the World* 64 (5): 819-29. https://doi.org/10.1007/s40194-020-00881-8.

Lambard, V. 2000. « Development of ODS ferritic-martensitic steels for application to high temperature and irradiation environment ». CEA-R--5918. CEA/Saclay. http://inis.iaea.org/Search/search.aspx?orig_q=RN:32007851.

Le Gloannec. 2016. « Modifications microstructurales sous sollicitations thermomécaniques sévères : application au soudage par résistance des gaines de combustibles en aciers ODS ». PhD Thesis, Université de Bordeaux. https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01941717.

Le Gloannec, B., O. Doyen, C. Pouvreau, A. Doghri, et A. Poulon-Quintin. 2016. « Numerical Simulation of Resistance Upset Welding in Rod to Tube Configuration with Contact Resistance Determination ». *Journal of Materials Processing Technology* 238 (décembre): 409-22. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2016.07.042.

Lear, Calvin Robert, Jonathan Gregory Gigax, Matthew M. Schneider, Todd Edward Steckley, Thomas J. Lienert, Stuart Andrew Maloy, et Benjamin Paul Eftink. 2022. « Solid-State Welding of the Nanostructured Ferritic Alloy 14YWT Using a Capacitive Discharge Resistance Welding Technique ». *Metals* 12 (1): 23. https://doi.org/10.3390/met12010023.

Lee, Jung, Jong Kim, Ki-Hwan Kim, Jeong Park, et Sung Kim. 2016. « Development of End Plug Welding Technique for SFR Fuel Rod Fabrication ». *Science and Technology of Nuclear Installations* 2016 (janvier): 1-9. https://doi.org/10.1155/2016/9549805.

Lee, Jin-Ju Park, Min-Ku Lee, Chang-Kyu Rhee, Tae-Kyu Kim, Alexey Spirin, Vasiliy Krutikov, et Sergey Paranin. 2015. « End Closure Joining of Ferritic-Martensitic and Oxide-Dispersion Strengthened Steel Cladding Tubes by Magnetic Pulse Welding ». *Metallurgical and Materials Transactions A* 46 (7): 3132-39. https://doi.org/10.1007/s11661-015-2905-5.

Lemmen, H. J. K., K. J. Sudmeijer, I. M. Richardson, et S. van der Zwaag. 2007. « Laser Beam Welding of an Oxide Dispersion Strengthened Super Alloy ». *Journal of Materials Science* 42 (13): 5286-95. https://doi.org/10.1007/s10853-006-0168-7.

Li, H., S. Gao, Y. Tian, D. Terada, A. Shibata, et N. Tsuji. 2015. « Influence of Tempering on Mechanical Properties of Ferrite and Martensite Dual Phase Steel ». *Materials Today: Proceedings*, International Conference on Martensitic Transformations, ICOMAT-2014, 2 (janvier): S667-71. https://doi.org/10.1016/j.matpr.2015.07.372.

Li, Shengli, Xinqi Yang, Napat Vajragupta, Wenshen Tang, Alexander Hartmaier, et Huijun Li. 2021. « The influence of post-weld tempering temperatures on microstructure and strength in the stir zone of friction stir welded reduced activation ferritic/martensitic steel ». *Materials Science and Engineering: A* 814 (mai): 141224. https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.141224.

Lienert, T.J., C.R. Lear, T.E. Steckley, L.R. Lindamood, J.E. Gould, S.A. Maloy, et B.P. Eftink. 2022. « Projection-Capacitor Discharge Resistance Welding of 430 Stainless Steel and 14YWT ». *Journal of Manufacturing Processes* 75 (mars): 1189-1201. https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2022.01.036.

Lindau, R., M. Klimenkov, U. Jäntsch, A. Möslang, et L. Commin. 2011. « Mechanical and Microstructural Characterization of Electron Beam Welded Reduced Activation Oxide Dispersion Strengthened – Eurofer Steel ». *Journal of Nuclear Materials*, Nuclear Materials IV, 416 (1): 22-29. https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2011.01.025.

Liu, G. L., S. W. Yang, W. T. Han, L. J. Zhou, M. Q. Zhang, J. W. Ding, Y. Dong, F. R. Wan, C. J. Shang, et R. D. K. Misra. 2018. « Microstructural evolution of dissimilar welded joints between reduced-activation ferritic-martensitic steel and 316L stainless steel during the post weld heat treatment ». *Materials Science and Engineering: A* 722 (avril): 182-96. https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.03.035.

London, A. J., S. Santra, S. Amirthapandian, B. K. Panigrahi, R. M. Sarguna, S. Balaji, R. Vijay, C. S. Sundar, S. Lozano-Perez, et C. R. M. Grovenor. 2015. « Effect of Ti and Cr on Dispersion, Structure and Composition of Oxide Nano-Particles in Model ODS Alloys ». *Acta Materialia* 97 (septembre): 223-33. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2015.06.032.

M, Tabakin E., Kuz'min S. V, Ivanovich Yu V, Ukai S, Kaito T, et Seki M. 2007. « Investigation of the Y2o3 Distribution in the Weld Joints of Dispersion-Hardened Steel Cladding of Fast-Reactor Fuel Elements ». *Atomic Energy* 102 (6): 430-35.

Mandal, Sumantra, A. K. Bhaduri, et V. Subramanya Sarma. 2011. « A Study on Microstructural Evolution and Dynamic Recrystallization During Isothermal Deformation of a Ti-Modified Austenitic Stainless Steel ». *Metallurgical and Materials Transactions A* 42 (4): 1062-72. https://doi.org/10.1007/s11661-010-0517-7.

Mazumder, B., X. Yu, P. D. Edmondson, C. M. Parish, M. K. Miller, H. M. Meyer, et Z. Feng. 2016. « Effect of Friction Stir Welding and Post-Weld Heat Treatment on a Nanostructured Ferritic Alloy ». *Journal of Nuclear Materials* 469 (février): 200-208. https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2015.11.061.

McKimpson, M. G., et D. O'Donnell. 1994. « Joining ODS Materials for High-Temperature Applications ». *JOM* 46 (7): 49-51. https://doi.org/10.1007/BF03220748.

Miao, P., G. R. Odette, J. Gould, J. Bernath, R. Miller, M. Alinger, et C. Zanis. 2007. « The Microstructure and Strength Properties of MA957 Nanostructured Ferritic Alloy Joints Produced by Friction Stir and Electro-Spark Deposition Welding ». *Journal of Nuclear Materials*, Proceedings of the Twelfth International Conference on Fusion Reactor Materials (ICFRM-12), 367-370 (août): 1197-1202. https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2007.03.232.

Molian, P. A., Y. M. Yang, et P. C. Patnaik. 1992. « Laser Welding of Oxide Dispersion-Strengthened Alloy MA754 ». *Journal of Materials Science* 27 (10): 2687-94. https://doi.org/10.1007/BF00540691.

Morito, S., H. Tanaka, R. Konishi, T. Furuhara, et T. Maki. 2003. « The Morphology and Crystallography of Lath Martensite in Fe-C Alloys ». *Acta Materialia* 51 (6): 1789-99. https://doi.org/10.1016/S1359-6454(02)00577-3.

Mujica, L., S. Weber, H. Pinto, C. Thomy, et F. Vollertsen. 2010. « Microstructure and Mechanical Properties of Laser-Welded Joints of TWIP and TRIP Steels ». *Materials Science and Engineering: A* 527 (7): 2071-78. https://doi.org/10.1016/j.msea.2009.11.050.

Murty, K.L., et I. Charit. 2008. « Structural Materials for Gen-IV Nuclear Reactors: Challenges and Opportunities ». *Journal of Nuclear Materials* 383 (1-2): 189-95. https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2008.08.044.

Na, Taehyung, Taehyeon Kim, et Yongdeog Kim. 2023. « Analysis of Foreign Substance Flow within the Weld Joint through Simulation in Pressurized Water Reactor Nuclear Fuel Rods ». *Applied Sciences* 13 (15): 8905. https://doi.org/10.3390/app13158905.

Na, Tae-Hyung, Suck-Joo Na, et Young-Whan Park. 2018. « A Study on Characteristics of End Plug Resistance Welding Process in Nuclear Fuel Rods by Experiment and Numerical Simulation ». *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* 98 (9): 2241-55. https://doi.org/10.1007/s00170-018-2365-3.

Naderi, Malek, et Wolfgang Bleck. 2007. « Martensitic Transformation during Simultaneous High Temperature Forming and Cooling Experiments ». *Steel Research International* 78 (12): 914-20. https://doi.org/10.1002/srin.200706306.

Narita, T., S. Ukai, S. Ohtsuka, et M. Inoue. 2011. « Effect of Tungsten Addition on Microstructure and High Temperature Strength of 9CrODS Ferritic Steel ». *Journal of Nuclear Materials*, Proceedings of ICFRM-14, 417 (1): 158-61. https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2011.01.060.

Natira, Takeshi, Shigeharu UKAI, Takeji KAITO, Satoshi OHTSUKA, et Toshimi KOBAYASHI. 2004. « Development of Two-Step Softening Heat Treatment for Manufacturing 12Cr-ODS

Ferritic Steel Tubes ». *Journal of Nuclear Science and Technology* 41 (10): 1008-12. https://doi.org/10.1080/18811248.2004.9726324.

Nawrocki, J G, J N DuPONT, C V Robino, J D Puskar, et A R Marder. 2003. « The Mechanism of Stress-Relief Cracking in a Ferritic Alloy Steel », 11.

Nguyen, Thai Ha. 2009. « Prédiction de la non-rupture fragile dans un joint soudé en acier C-Mn dans le domaine de la transition fragile/ductile ». Phdthesis, Ecole Centrale de Lille. https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00578811.

Noh, SANGHOON, BYOUNG-KWON Choi, CHANG-HEE Han, SUK HOON Kang, JINSUNG Jang, YONG-HWAN Jeong, et TAE KYU Kim. 2013. « EFFECTS OF HEAT TREATMENTS ON MICROSTRUCTURES AND MECHANICAL PROPERTIES OF DUAL PHASE ODS STEELS FOR HIGH TEMPERATURE STRENGTH ». *Nuclear Engineering and Technology* 45 (6): 821-26. https://doi.org/10.5516/NET.02.2013.529.

Ohtsuka, S., T. Kaito, T. Tanno, Y. Yano, S. Koyama, et K. Tanaka. 2013. « Microstructure and High-Temperature Strength of High Cr ODS Tempered Martensitic Steels ». *Journal of Nuclear Materials* 442 (1-3): S89-94. https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2013.06.010.

Ohtsuka, S, S Ukai, M Fujiwara, T Kaito, et T Narita. 2004. « Improvement of 9Cr-ODS Martensitic Steel Properties by Controlling Excess Oxygen and Titanium Contents ». *Journal of Nuclear Materials*, Proceedings of the 11th International Conference on Fusion Reactor Materials (ICFRM-11), 329-333 (août): 372-76. https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2004.04.043.

Pandey, Chandan, Anoj Giri, et M. M. Mahapatra. 2016. « Evolution of Phases in P91 Steel in Various Heat Treatment Conditions and Their Effect on Microstructure Stability and Mechanical Properties ». *Materials Science and Engineering: A* 664 (mai): 58-74. https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.03.132.

Pandey, Chandan, Manas Mohan Mahapatra, Pradeep Kumar, J. G. Thakre, et N. Saini. 2019. « Role of Evolving Microstructure on the Mechanical Behaviour of P92 Steel Welded Joint in As-Welded and Post Weld Heat Treated State ». *Journal of Materials Processing Technology* 263 (janvier): 241-55. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2018.08.032.

Perez, Teresa Estela, et María Eugenia Saggese. 1982. « Welding Structures in Gas Tungsten Arc-Welded Zircaloy-4 ». *Metallography* 15 (1): 43-52. https://doi.org/10.1016/0026-0800(82)90040-4.

Praud, Mathilde. 2012. « Plasticité d'alliages Renforcés Par Nano-Précipitation ». Phd, Université de Toulouse, Université Toulouse III - Paul Sabatier. http://thesesups.ups-tlse.fr/2049/.

Py-Renaudie, Baptiste. 2023. « Effect of welding on stress relaxation cracking of the austenitic stainless steel AISI 316L(N) ». These de doctorat, Université Paris sciences et lettres. https://www.theses.fr/2023UPSLM001.

Py-Renaudie, Baptiste, Diogo Goncalves, Serge Pascal, Mohamed Sennour, Vladimir A. Esin, et Thilo F. Morgeneyer. 2023. « Effect of Welding Microstructure on Stress Relaxation Cracking Studied by Controlled Residual Stress Generation in a 316L(N) Austenitic Stainless Steel ». *Metallurgical and Materials Transactions A* 54 (12): 4650-70. https://doi.org/10.1007/s11661-023-07182-x.

Rajesh, J., R. Vijay, S. Ganesh Sundara Raman, et G. Sundararajan. 2017. « Hot deformation behavior of n-ODS-18Cr steel ». *Procedia Engineering*, International Conference on the Technology of Plasticity, ICTP 2017, 17-22 September 2017, Cambridge, United Kingdom, 207 (janvier): 191-96. https://doi.org/10.1016/j.proeng.2017.10.760.

Raju, M. Bala Parandhma, K. Sankaranarayanasamy, S. Latha, T. V. Prabhu, et G. V. Prasad Reddy. 2021. « Tensile Properties of Modified 9Cr–1Mo Steel Clad Tube to End Plug Weld Joint ». *Journal of Materials Engineering and Performance* 30 (5): 3718-25. https://doi.org/10.1007/s11665-021-05648-w.

Ratti, Mathieu. 2009. « Développement de nouvelles nuances d'aciers ferritiques/martensitiques pour le gainage d'éléments combustibles des RnR-Na ». Thèse de doctorat, Université Paris Saclay.

Reppich, B. 2002. « On the Dispersion Strengthening Mechanisms in ODS Materials ». *Zeitschrift Fur Metallkunde* 93 (7): 605-13. https://doi.org/10.3139/146.020605.

Rieth, Michael, Michael Dürrschnabel, Simon Bonk, Ute Jäntsch, Thomas Bergfeldt, Jan Hoffmann, Steffen Antusch, et al. 2021. « Technological Processes for Steel Applications in Nuclear Fusion ». *Applied Sciences* 11 (24): 11653. https://doi.org/10.3390/app112411653.

Ritchie, R. O., J. F. Knott, et J. R. Rice. 1973. « On the relationship between critical tensile stress and fracture toughness in mild steel ». *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 21 (6): 395-410. https://doi.org/10.1016/0022-5096(73)90008-2.

Sakai, Taku, Andrey Belyakov, Rustam Kaibyshev, Hiromi Miura, et John J. Jonas. 2014. « Dynamic and Post-Dynamic Recrystallization under Hot, Cold and Severe Plastic Deformation Conditions ». *Progress in Materials Science* 60 (mars): 130-207. https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2013.09.002.

Sassoulas, Hervé. 2016. « Traitements thermiques des aciers inoxydables ». *Traitements des métaux*, mars. https://doi.org/10.51257/a-v3-m1155.

Seki, M, K Hirako, S Kono, Y Kihara, T Kaito, et S Ukai. 2004. « Pressurized Resistance Welding Technology Development in 9Cr-ODS Martensitic Steels ». *Journal of Nuclear Materials* 329-333 (août): 1534-38. https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2004.04.172.

Silwal, B., L. Li, A. Deceuster, et B. Griffiths. 2013. « Effect of postweld heat treatment on the toughness of heat-affected zone for grade 91 steel ». *Weld. J* 92 (92): 80s-87s.

Singh, Ratnakar, Ujjwal Prakash, Deepak Kumar, et Kinkar Laha. 2022. « Nano Oxide Particles in 18Cr Oxide Dispersion Strengthened (ODS) Steels with High Yttria Contents ». *Materials Characterization* 189 (juillet): 111936. https://doi.org/10.1016/j.matchar.2022.111936.

Sornin, Denis. 2021. « Expert dans les matéraiux ODS ».

Spartacus, Gabriel. 2020. « Evolution des nano-oxydes et de la microstructure au cours du procédé de fabrication d'aciers renforcés par dispersion d'oxydes ». Phdthesis, Université Grenoble Alpes [2020-....]. https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-03187788.

Srivastava, Bipin Kumar, S. P. Tewari, et Jyoti Prakash. 2010. « A review on effect of preheating and/or post weld heat treatment (PWHT) on mechanical behavior of ferrous metals ». *International Journal of Engineering Science and Technology* 2 (4): 625-31.

Steckmeyer, Antonin. 2012. « Caractérisation et modélisation du comportement mécanique à haute température des aciers ferritiques renforcés par dispersion d'oxydes ». Phdthesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris. https://pastel.archives-ouvertes.fr/pastel-00819136.

Suikkanen, Pasi P., Cyril Cayron, Anthony J. DeArdo, et L. Pentti Karjalainen. 2011. « Crystallographic Analysis of Martensite in 0.2C-2.0Mn-1.5Si-0.6Cr Steel using EBSD ». *Journal of Materials Science & Technology* 27 (10): 920-30. https://doi.org/10.1016/S1005-0302(11)60165-5.

Sun, Duanjun, Chunyuan Liang, Jinlong Shang, Jihui Yin, Yaru Song, Weizhou Li, Tianquan Liang, et Xiuhai Zhang. 2016. « Effect of Y2O3 Contents on Oxidation Resistance at 1150 °C and Mechanical Properties at Room Temperature of ODS Ni-20Cr-5Al Alloy ». *Applied Surface Science* 385 (novembre): 587-96. https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2016.05.143.

Sung, Hyun Je, Nam Hoe Heo, et Sung-Joon Kim. 2017. « Difference in Reheat Cracking Susceptibility of 2.25Cr-W and 9Cr-W Heat-resistant Steels ». *ISIJ International* 57 (7): 1268-72. https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2016-737.

Takaki, Setsuo. 2010. « Review on the Hall-Petch Relation in Ferritic Steel ». *Materials Science Forum* 654-656: 11-16. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.654-656.11.

Tang, Wei, Jian Chen, Xinghua Yu, David A. Frederick, et Zhili Feng. 2016. « Heat Input and Post Weld Heat Treatment Effects on Reduced-Activation Ferritic/Martensitic Steel Friction Stir Welds ». In *Friction Stir Welding and Processing VIII*, édité par Rajiv S. Mishra, Murray W. Mahoney, Yutaka Sato, et Yuri Hovanski, 83-87. Cham: Springer International Publishing. https://doi.org/10.1007/978-3-319-48173-9_9.

Tanno, Takashi, Satoshi Ohtsuka, Yasuhide Yano, Takeji Kaito, Yojiro Oba, Masato Ohnuma, Shinichi Koyama, et Kenya Tanaka. 2013. « Evaluation of Mechanical Properties and Nano-Meso Structures of 9–11%Cr ODS Steels ». *Journal of Nuclear Materials* 440 (1-3): 568-74. https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2013.04.006.

Tanno, Takashi, Satoshi Ohtsuka, Yasuhide Yano, Takeji Kaito, et Kenya Tanaka. 2014. « Effects of Manufacturing Process on Impact Properties and Microstructures of ODS Steels ». *Journal of Nuclear Materials*, Proceedings of the 16th International Conference on Fusion Reactor Materials (ICFRM-16), 455 (1): 480-85. https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2014.07.075.

Tanno, Takashi, Yasuhide Yano, Hiroshi Oka, Satoshi Ohtsuka, Tomoyuki Uwaba, et Takeji Kaito. 2016. « Strength Anisotropy of Rolled 11Cr-ODS Steel ». *Nuclear Materials and Energy* 9 (décembre): 353-59. https://doi.org/10.1016/j.nme.2016.02.009.

Thieblemont, Éric. 1992. « Modélisation du soudage par résistance par points ». PhD Thesis, Vandœuvre-lès-Nancy, INPL. http://www.theses.fr/1992INPL068N.

Toualbi. 2012. « Optimisation de la gamme de fabrication de tubes en acier renforcés par une dispersion nanométrique d'oxydes (ODS) : compréhension des relations microstructures / propriétés mécaniques ». PhD Thesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris. https://pastel.archives-ouvertes.fr/tel-01609775.

Toualbi, C. Cayron, P. Olier, R. Logé, et Y. de Carlan. 2013. « Relationships between Mechanical Behavior and Microstructural Evolutions in Fe 9Cr–ODS during the Fabrication Route of SFR Cladding Tubes ». *Journal of Nuclear Materials* 442 (1): 410-16. https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2013.04.052.

Toualbi, L., C. Cayron, P. Olier, J. Malaplate, M. Praud, M. -H. Mathon, D. Bossu, et al. 2012. « Assessment of a New Fabrication Route for Fe–9Cr–1W ODS Cladding Tubes ». *Journal of Nuclear Materials*, Special Issue of the International Workshop on Dispersion Strengthened Steels for Advanced Nuclear Applications – DIANA, 428 (1): 47-53. https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2011.12.013.

Ukai, M. Harada, H. Okada, M. Inoue, S. Nomura, S. Shikakura, K. Asabe, T. Nishida, et M. Fujiwara. 1993. « Alloying Design of Oxide Dispersion Strengthened Ferritic Steel for Long Life FBRs Core Materials ». *Journal of Nuclear Materials* 204 (septembre): 65-73. https://doi.org/10.1016/0022-3115(93)90200-I.

Ukai, Shunji MIZUTA, Masayuki FUJIWARA, Takanari OKUDA, et Toshimi KOBAYASHI. 2002. « Development of 9Cr-ODS Martensitic Steel Claddings for Fuel Pins by means of Ferrite to Austenite Phase Transformation ». *Journal of Nuclear Science and Technology* 39 (7): 778-88. https://doi.org/10.1080/18811248.2002.9715260.

Ukai, S. Ohtsuka, T. Kaito, Y. de Carlan, J. Ribis, et J. Malaplate. 2017. « 10 - Oxide Dispersion-Strengthened/Ferrite-Martensite Steels as Core Materials for Generation IV Nuclear Reactors ». In *Structural Materials for Generation IV Nuclear Reactors*, édité par Pascal Yvon, 357-414. Woodhead Publishing. https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100906-2.00010-0.

Ukai, S. 2012. « Oxide Dispersion Strengthened Steels ». In *Comprehensive Nuclear Materials*, 241-71. Elsevier. https://doi.org/10.1016/B978-0-08-056033-5.00069-0.

Ukai, Shigeharu, et Masayuki Fujiwara. 2002. « Perspective of ODS Alloys Application in Nuclear Environments ». *Journal of Nuclear Materials* 307-311 (décembre): 749-57. https://doi.org/10.1016/S0022-3115(02)01043-7.

Ukai, Shigeharu, Takeji KAITO, Masayuki SEKI, Alexander A. MAYORSHIN, et Oleg V. SHISHALOV. 2005. « Oxide Dispersion Strengthened (ODS) Fuel Pins Fabrication for BOR-60 Irradiation Test ». *Journal of Nuclear Science and Technology* 42 (1): 109-22. https://doi.org/10.1080/18811248.2005.9726370.

Urvoy. 2011. « Détermination de la diffusivité thermique de différentes nuances d'aciers conventionnelles et ODS et d'une nuance d'aluminium.," CEA/DEN/DANS/DMN/SRMA/LA2M. » Note d'essai 11-51,.

Uwaba, Tomoyuki, Shigeharu Ukai, Tatsuyoshi Nakai, et Masayuki Fujiwara. 2007. « Properties of Friction Welds between 9Cr-ODS Martensitic and Ferritic–Martensitic Steels ». *Journal of Nuclear Materials*, Proceedings of the Twelfth International Conference on Fusion Reactor Materials (ICFRM-12), 367-370 (août): 1213-17. https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2007.03.221.

Wang, Jiye, Wei Yuan, Rajiv S. Mishra, et Indrajit Charit. 2013. « Microstructural Evolution and Mechanical Properties of Friction Stir Welded ODS Alloy MA754 ». *Journal of Nuclear Materials* 442 (1): 1-6. https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2013.08.012.

———. 2014. « An Evaluation of Creep Behaviour in Friction Stir Welded MA754 Alloy ». *Journal of Materials Engineering and Performance* 23 (9): 3159-64. https://doi.org/10.1007/s11665-014-1092-7.

Wright, Stuart, Matt Nowell, et David Field. 2011. « A Review of Strain Analysis Using Electron Backscatter Diffraction ». *Microscopy and microanalysis : the official journal of Microscopy Society of America, Microbeam Analysis Society, Microscopical Society of Canada* 17 (mars): 316-29. https://doi.org/10.1017/S1431927611000055.

Xie, Miaoxia, Xiangtao Shang, Yanxin Li, Zehui Zhang, Minghui Zhu, et Jiangtao Xiong. 2020. « Rotary Friction Welding of Molybdenum without Upset Forging ». *Materials* 13 (8): 1957. https://doi.org/10.3390/ma13081957.

Yamamoto, M., S. Ukai, S. Hayashi, T. Kaito, et S. Ohtsuka. 2010. « Formation of residual ferrite in 9Cr-ODS ferritic steels ». *Materials Science and Engineering: A* 527 (16): 4418-23. https://doi.org/10.1016/j.msea.2010.03.079.

Yamamoto, Masahiro, Shigeharu Ukai, Shigenari Hayashi, Takeji Kaito, et Satoshi Ohtsuka. 2011. « Reverse phase transformation from α to γ in 9Cr-ODS ferritic steels ». *Journal of Nuclear Materials*, Proceedings of ICFRM-14, 417 (1): 237-40. https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2010.12.250.

Yamashiro, Tetsuya, Shigeharu Ukai, Naoko Oono, Satoshi Ohtsuka, et Takeji Kaito. 2016. « Microstructural Stability of 11Cr ODS Steel ». *Journal of Nuclear Materials* 472 (avril): 247-51. https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2016.01.002.

Yu, Zhenzhen, Zhili Feng, David Hoelzer, Lizhen Tan, et Mikhail A. Sokolov. 2015. « Friction Stir Welding of ODS and RAFM Steels ». *Metallurgical and Materials Transactions E* 2 (3): 164-72. https://doi.org/10.1007/s40553-015-0054-9.

Yvon, P., et F. Carré. 2009. « Structural Materials Challenges for Advanced Reactor Systems ». *Journal of Nuclear Materials* 385 (2): 217-22. https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2008.11.026.

Zhang, Guangming, Zhangjian Zhou, Kun Mo, Pinghuai Wang, Yinbin Miao, Shaofu Li, Man Wang, et al. 2015. « The microstructure and mechanical properties of Al-containing 9Cr ODS ferritic alloy ». *Journal of Alloys and Compounds* 648 (novembre): 223-28. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2015.06.214.

Zhang, Jun, Xiaoxin Zhang, et Qingzhi Yan. 2022. « Comprehensive Analysis of the Cladding Tubes Manufactured by a New 10Cr1SiY Ferrite/Martensitic Steel ». *Nuclear Materials and Energy* 32 (septembre): 101206. https://doi.org/10.1016/j.nme.2022.101206.

Zhang, L., K. Wang, Y. Huang, C. Xu, et J. Chen. 2020. « Method and Criteria to Evaluate Reheat Cracking Susceptibility The Notched C-Ring Test Method and Evaluation Criteria Is Used to Evaluate Reheat Cracking Susceptibility in the Coarse Grain Heat-Affected Zone of 2.25Cr1Mo0.25V Steel ». *Welding Journal* 99 (6): 175-83. https://doi.org/10.29391/2020.99.017.

Zhang, Lin-Jie, Jun-Yu Pei, Liang-Liang Zhang, Jian Long, Jian-Xun Zhang, et Suck-Joo Na. 2019. « Laser Seal Welding of End Plug to Thin-Walled Nanostructured High-Strength Molybdenum Alloy Cladding with a Zirconium Interlayer ». *Journal of Materials Processing Technology* 267 (mai): 338-47. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2018.12.028.

Zhao, M. S., S. P. Chiew, et C. K. Lee. 2016. « Post Weld Heat Treatment for High Strength Steel Welded Connections ». *Journal of Constructional Steel Research* 122 (juillet): 167-77. https://doi.org/10.1016/j.jcsr.2016.03.015.

Zilnyk, K. D., V. B. Oliveira, H. R. Z. Sandim, A. Möslang, et D. Raabe. 2015. « Martensitic Transformation in Eurofer-97 and ODS-Eurofer Steels: A Comparative Study ». *Journal of Nuclear Materials* 462 (juillet): 360-67. https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2014.12.112.

Zirker, J. H. Bottcher, S. Shikakura, C. L. Tsai, et M. L. Hamilton. 1991. « Fabrication of Oxide Dispersion Strengthened Ferritic Clad Fuel Pins ». ANL/CP-72041; CONF-911001-21. Argonne National Lab., IL (United States). https://www.osti.gov/biblio/5166718.

Zirker, Larry, Nathan Jerred, Indrajit Charit, et James Cole. 2012. « History of Resistance Welding Oxide Dispersion Strengthened Cladding and Other High Temperature Materials at Center for Advanced Energy Studies ». INL/EXT-12-25281. Idaho National Laboratory (INL). https://doi.org/10.2172/1042354.

Annexes

Annexe 1

Équations fondamentales du modèle électro-thermo-mécanique

- **Modélisation électrique**

Les phénomènes électriques sont décrits par l'équation de conservation de la charge, qui permet de calculer le champ de potentiel électrique :

$$div(\vec{j}) = 0 \qquad 0\text{-}1$$

$$\vec{j} = -\sigma^e(T) \times \overrightarrow{grad}\, V \qquad 0\text{-}2$$

Avec $\vec{j}$ le vecteur densité de courant volumique et V le potentiel électrique. La conductivité électrique σ^e dépend de la température T. Dans les simulations du SPR, la phase transitoire électromagnétique est généralement négligeable. Thieblemont (Thieblemont 1992) a montré que le phénomène électrique peut être considéré comme statique. La source de chaleur générée par effet Joule Q s'exprime en fonction du potentiel électrique selon :

$$Q = \vec{j} \times \overrightarrow{grad}(V) = -\sigma^e(T)\, \overrightarrow{grad}(V) \times \overrightarrow{grad}(V) \qquad 0\text{-}3$$

- **Modélisation thermique**

Les phénomènes thermiques sont décrits par l'équation de la chaleur, qui permet de calculer la température en tous points du domaine modélisé et à chaque instant :

$$\rho(T).C_p(T).\frac{\partial T}{\partial t} = div(\vec{q}) + Q \qquad 0\text{-}4$$

$$\vec{q} = \lambda(T).\overrightarrow{grad}(T) \qquad 0\text{-}5$$

Avec ρ la masse volumique, C_p la capacité calorifique et λ la conductivité thermique. Le flux de diffusion thermique est symbolisé par $\vec{q}$. La source de chaleur générée par effet joule Q, est la même que dans l'Équation 0-3.

- **Modélisation mécanique**

Les phénomènes mécaniques sont décrits par l'équation d'équilibre statique et permettent de calculer le déplacement des pièces modélisées, leurs déformations et les contraintes générées :

$$div(\boldsymbol{\sigma}) = 0 \qquad 0\text{-}6$$

Avec $\boldsymbol{\sigma}$ le tenseur des contraintes.

Annexe 2

Propriétés physiques de l'acier 9Cr-ODS utilisé dans la simulation.

Tableau 31. Propriétés physiques de l'acier 9Cr-ODS utilisées dans la simulation en fonction de la température.

$T\ [°C]$	$C_p\ [J \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1}]$	$\sigma^e\ [\Omega^{-1}.mm^{-1}]$	$\lambda\ [W \cdot mm^{-1} \cdot K^{-1}]$	$\sigma_y\ [MPa]$	E [MPa]	$\alpha\ [K^{-1}]$
25	440	2000	0.023	800	216000	1.01 E-5
100	440	1900	0.0223	760	211000	1.1 E-5
200	510	1700	0.0249	720	205000	1.17E-5
300	560	1510	0.0263	680	190000	1.24 E-5
400	600	1350	0.0265	650	180000	1.31 E-5
500	680	1200	0.0274	600	160000	1.39 E-5
700	950	1000	0.0257	280	150000	1.53 E-5
800	780	900	0.0253	200	115000	1.6 E-5
900	680	850	0.029	180	115000	2.4 E-5
1000	620	800	0.0265	50	114000	2.4 E-5
1100	640	760	0.0273	10	90000	1.01 E-5
1450	795	606	0.0328	5	30000	1.1 E-5

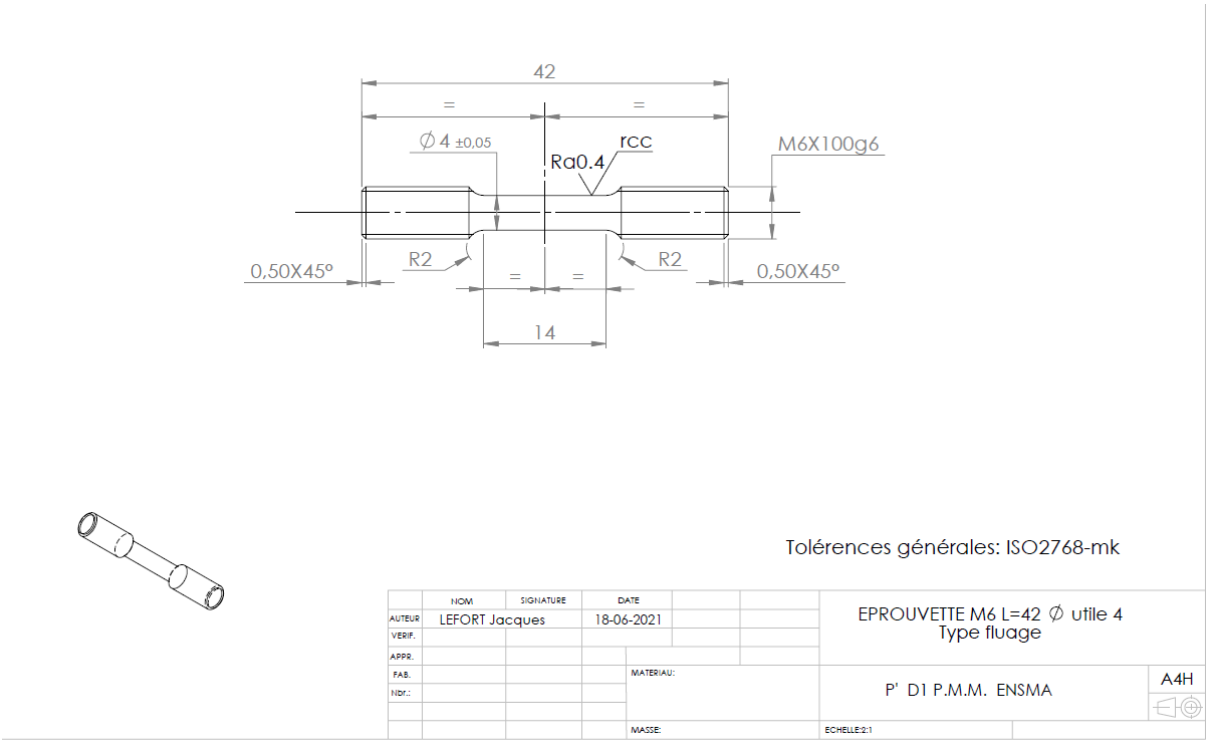


Figure 110. Géométrie et dimensions des éprouvettes de traction en acier 9Cr-ODS.

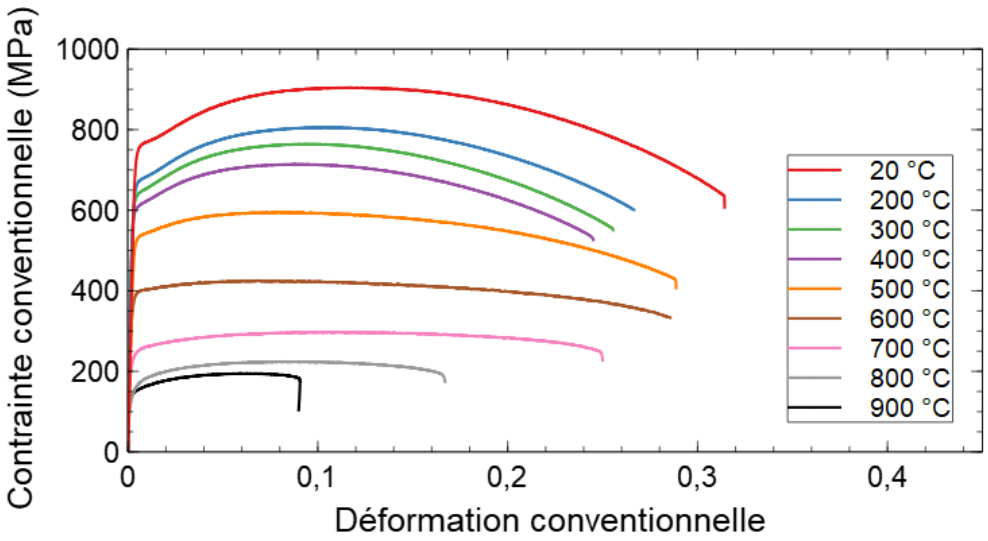


Figure 111. Courbes de traction conventionnelle pour la nuance 9Cr-ODS, testée pour une vitesse de déformation de $10^{-3}s^{-1}$. *La géométrie et les dimensions des éprouvettes utilisées sont présentées dans la Figure 110*

Annexe 3

Méthodologie expérimentale pour les caractérisations microstructurales et mécaniques

- **Préparation métallographique des échantillons**

Après soudage, les assemblages « bouchon-gaine » ont été coupés en deux selon le plan longitudinal à l'axe d'extrusion. Une attention particulière a été portée à la position de la découpe, en la réalisant toujours au niveau de la fente de l'électrode, facile à repérer car elle laisse un petit défaut de surface sur l'échantillon. Après découpe, une des moitiés a été polie miroir à l'aide de papiers abrasifs SiC et de pâtes diamantées. Pour les analyses EBSD, un polissage supplémentaire à l'aide d'une solution de silice colloïdale est appliqué sur un plateau vibrant pendant 2 à 4 heures.

- **Mesure de micro-dureté**

Après la préparation métallographique, pour chaque soudure analysée, une cartographie de dureté Vickers est réalisée avec une charge de 0,1 **kg** à l'aide d'un appareil Innovatest Falcon 508. Un pas de 0,1 **mm** est utilisé entre les points de mesure.

- **EBSD**

Les observations de la microstructure sont réalisées à l'aide d'un Microscope Electronique à Balayage (MEB), modèle Zeiss Gemini Sigma 500, fonctionnant à une tension d'accélération de 20 kV et connecté à une caméra d'acquisition des clichés de bandes de Kikushi (EBSD), Bruker e-Flash et à un détecteur des électrons rétrodiffusés, Bruker XFlash6-30.

En raison de la petite taille de la zone affectée par le soudage, les positions des cartographies EBSD sont fixées à partir de la position des empreintes de micro-dureté réalisées à travers la soudure, le long d'une ligne situées à 45° par rapport à l'axe de la gaine. Un pas d'analyse de 100 nm est utilisé. Les caractérisations EBSD sont faites à partir de l'identification de la phase ferritique.

Les analyses sont traitées avec l'outil de MTEX (Bachmann, Hielscher, et Schaeben 2011). Les cartographies sont « nettoyées », c'est à-dire que les pixels non indexés isolés se voient affecter l'orientation de leur plus proche voisin. Ces pixels non indexés sont localisés dans des zones fortement écrouies, des rayures, ou des joints de grains. Une fois le nettoyage fait, les analyses suivantes sont réalisées :

i. Taille des grains

Les grains sont définis comme étant constitués par un minimum de quatre pixels, ainsi que par un angle de désorientation supérieur ou égale à 10°. Le diamètre des grains est déterminé par la méthode du diamètre de cercle équivalent.

ii. Distribution de la qualité d'image moyenne par grain normalisée

La distribution de l'indice de qualité d'image IQ peut être utilisée pour différencier la ferrite de la martensite dans la zone soudée (Mujica et al. 2010; Das et al. 2011; Kumar et al. 2019). La ferrite conduit à un indice de qualité d'image élevé, tandis que la martensite est caractérisée par une faible qualité d'image en raison de dislocations géométriques moins importantes (Nowell, Wright, et Carpenter 2009). Une répartition bimodale de la distribution des valeurs de IQ indique donc la présence de deux phases : ferrite et martensite. La valeur moyenne de IQ par grain est généralement utilisée pour améliorer le contraste entre la martensite et la ferrite. De plus, la valeur moyenne de IQ normalisée par grain, IQ_N (Equation 0-1) permet une comparaison plus précise des microstructures composées de mêmes phases mais avec des fractions différentes (Wu et al. 2005).

$$IQ_N = \frac{IQ - IQ_{Min}}{IQ_{Max} - IQ_{Min}} \times 100 \qquad \text{0-1}$$

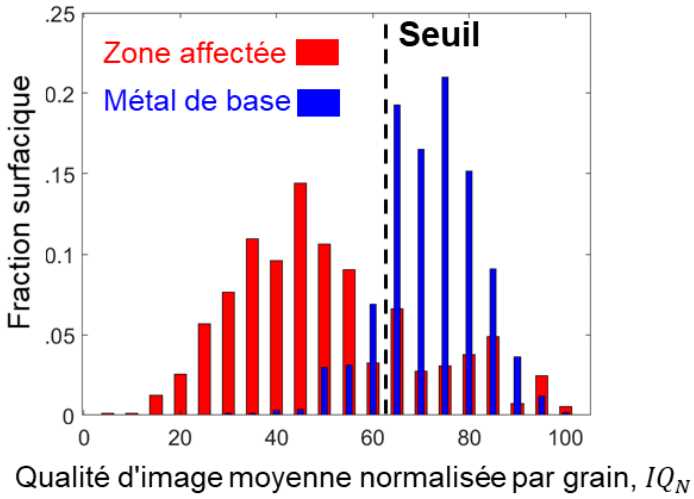
Dans l'Equation 0-1, IQ_{Min} et IQ_{Max} sont respectivement la qualité d'image minimale et maximale. Dans cette étude, nous avons choisi d'utiliser la distribution de IQ_N pour identifier la présence de la martensite et quantifier sa fraction dans les différentes zones affectées par le soudage.

La Figure 112 montre un exemple de comparaison de la distribution d'IQ_N dans le métal de base (histogramme en bleu) et dans une zone affectée par le soudage (histogramme en rouge). On observe que le métal de base se caractérise par une distribution quasi gaussienne, attestant de la présence d'une seule phase la ferrite avec IQ_N élevé. Pour la zone affectée par le soudage SPR, on observe une distribution bimodale d'IQ_N traduisant la présence de deux phases, ferrite et martensite (IQ_N faible).

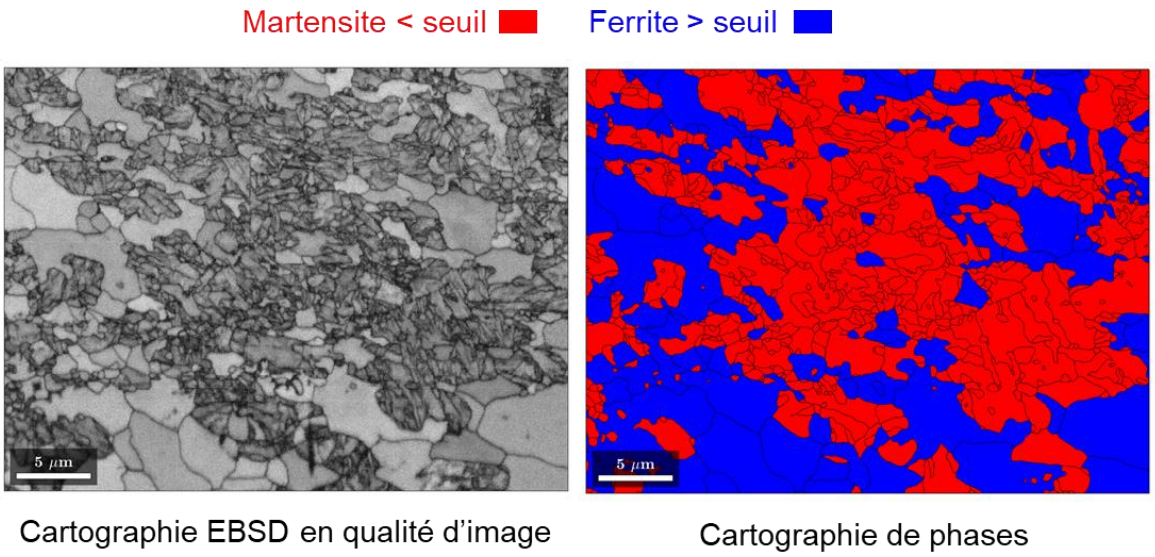
Dans cette étude, la définition d'un seuil séparant la ferrite de la martensite lorsque la distribution des valeurs de IQ_N est bimodale, est basée sur une méthode simple consistant à fixer la valeur limite entre les 2 distributions (Figure 112). Une répartition de grains ferritiques (grains en bleu sur la Figure 112b), ayant une valeur de IQ_N supérieure à la valeur limite définie, et martensitiques (grains en rouge sur la Figure 112b), caractérisés par une valeur IQ_N inférieure à la valeur limite définie, est ensuite réalisée.

L'évaluation de la fraction de martensite à travers la soudure est réalisée à partir des cartographies EBSD réalisées entre chaque point de mesure à travers la soudure avec une

tolérance sur la valeur limite de $\pm 5°$. Ceci a permis d'estimer les erreurs de quantification sur le taux de martensite induites par le choix du seuil (Figure 112b).



(a)



(b)

Figure 112. (a) Exemple de comparaison de la distribution de l'indice IQ_N entre métal de base et zone affectée par le SPR. (b) Répartition surfacique des grains à faible valeur d'IQ_N associée à la martensite (en gris foncé ou en rouge) et forte valeur associée à la ferrite (en gris clair ou en bleu), déterminés à partir du graphe d'IQ_N présenté en (a) ; la figure de droite est obtenue après application d'un seuil sur la valeur IQ_N .

iii. Evaluation de la texture

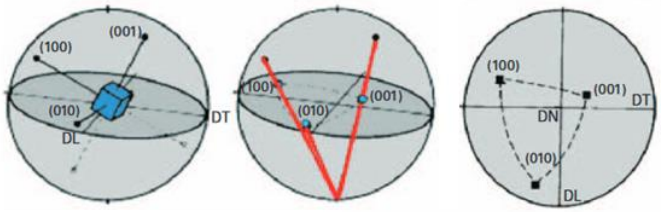
a. Figure de pôles et figure de pôles inverse

La figure de pôles PF est utilisée pour décrire les orientations cristallographiques des grains de la zone analysée. Cette figure représente la projection stéréographique d'une famille de plans cristallins {hkl} sur le plan de l'échantillon. Le principe de construction de la figure de pôle {110} pour une maille dans le plan défini par les directions longitudinale (DL) et transversale (DT) de l'échantillon est présenté dans (Figure 113a). Si une direction cristalline est privilégiée sur la

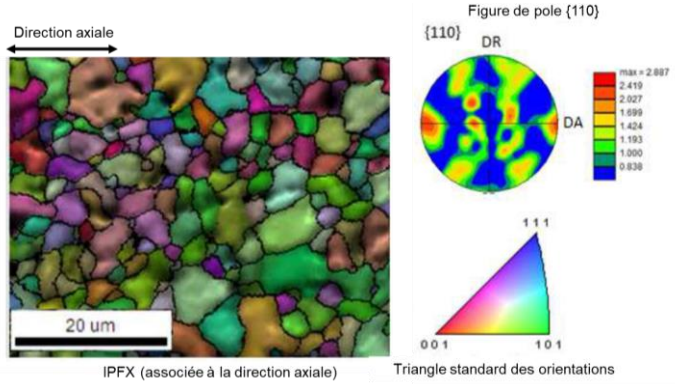
cartographie, les projections stéréographiques présentent une densité plus importante dans certaines régions du plan de l'échantillon considéré (Figure 113b).

Une autre méthode largement utilisée est la figure de pôles inverse, IPF, qui permet de déterminer rapidement si le matériau est texturé ou non. Cette figure présente la projection stéréographique du vecteur de chaque maille colinéaire à la direction du repère de l'échantillon sur le plan des orientations cristallines locales. Ce plan est appelé triangle standard des orientations (Figure 113b). Il fournit l'orientation de chaque grain de la cartographie EBSD. Sur la figure de pôle, il est ainsi possible d'analyser les densités d'orientations maximales obtenues pour les différents axes de projection. Par exemple, la cartographie EBSD d'une nuance 9Cr- ODS extrudée, présentée sur la Figure 113b (Le Gloannec 2016), indique une forte texturation du matériau dans la direction <110> selon l'axe x, c'est-à-dire l'axe utilisé pour extruder le matériau lors de sa fabrication.

Les figures PF et IPF indiquent uniquement l'orientation des directions cristallines sélectionnées, ce qui signifie qu'il faut définir à la fois une direction cristalline et une direction géométrique du repère de l'échantillon. Cela ne représente qu'une fraction des orientations révélées par l'EBSD, d'où la nécessité d'utiliser un moyen supplémentaire pour définir la texture des matériaux, notamment la fonction de distribution des orientation (ODF) et l'indice de texture.



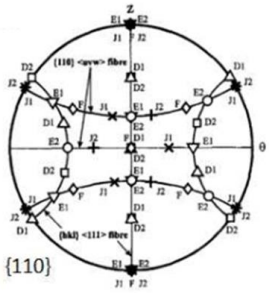
(a)



(b)

	Orientation	SPN	SD†	φ_1	Φ	φ_2
△	D1	$(11\bar{2})$	[111]	125.3	45.0	0.0
□	D2	$(\bar{1}\bar{1}2)$	[111]	54.7	45.0	0.0
▽	E1	$(01\bar{1})$	[111]	39.2	65.9	26.6
○	E2	$(0\bar{1}1)$	[111]	90.0	35.3	45.0
◇	F	(110)	[001]	180.0	45.0	0.0
×	J1	$(0\bar{1}1)$	$[\bar{2}11]$	30.0	54.7	45.0
+	J2	$(1\bar{1}0)$	$[\bar{1}\bar{1}2]$	90.0	54.7	45.0

†Shear direction (SD) is that of positive shear (θ) axis.



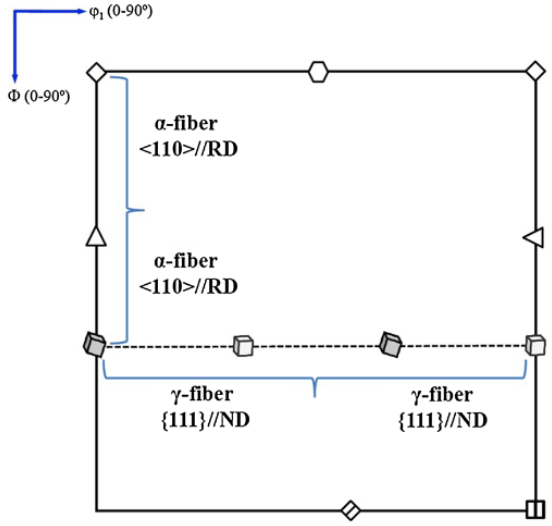
(c)

Figure 113. (a) Détail des étapes de construction d'une figure de pole {100} ; (b) Cartographie EBSD associée à la direction axiale d'une nuance 9Cr-ODS après extrusion à 1050 °C et traitement thermique d'austénitisation pendant 1 h (Le Gloannec 2016), figure de pole {110} associée à la cartographie et le triangle standard des orientations ; (c) Orientations idéales développées en cisaillement sur aciers ferritiques : à gauche définition en termes de plan (SPN) et direction (SD) de cisaillement et en termes d'angles d'Euler (φ1, φ, φ2) à droite figure de pôle {110} pour des essais de torsion (Baczynski et Jonas 1996).

iv. Fonction de distribution des orientations et Indice de texture

La fonction de distribution des orientations (ODF) indique la densité de présence de chaque orientation cristallographique révélées par l'EBSD dans l'espace d'Euler ($\boldsymbol{\varphi_1, \varphi_2, \phi}$). La méthode de calcul de cette fonction est détaillée dans le livre de Bunge (Bunge 2013). Pour les aciers avec une structure CC extrudés, cette fonction est généralement présentée par la section $\boldsymbol{\varphi_2 = 45°}$ qui contient la plupart des composantes de texture et de fibres classiquement observées dans ce cas (Figure 114).

On peut enfin noter que l'acuité de la texture peut être caractérisée par l'indice de texture IT (Bunge 2013). Pour une structure isotrope, cet indice est égal à 1 ; plus la structure est texturée, plus la valeur de IT est élevée.



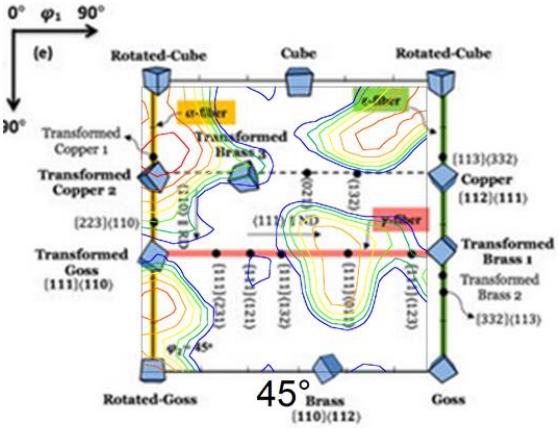
Orientation	Euler angles φ_1	Φ	φ_2	Symbol
{111}<110>	0°	55°	45°	
	60°	55°	45°	
{111}<112>	30°	55°	45°	
	60°	55°	45°	
{112}<110>	0°	35°	45°	
{001}<110>	0°	0°	45°	
{112}<111>	90°	35°	45°	
{110}<001>	90°	90°	45°	
{110}<112>	50°	90°	45°	

(a)

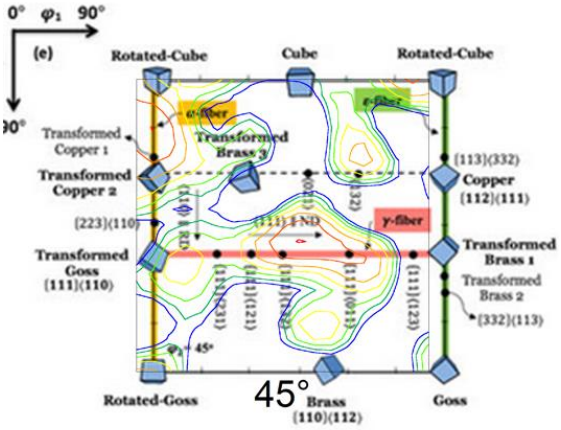
Figure 114. (a) Caractérisations des fibres et composantes des textures des aciers CC présentés dans la section de la fonction de distribution d'orientation (ODF) $\varphi_2 = 45°$ dans l'espace d'Euler (Hamad, Megantoro et Ko 2014).

- **Fonction de distribution des orientations ODF du métal à l'état de réception**

(a) **Tous les grains**



(b) **Gros grains**



(c) **Petits grains**

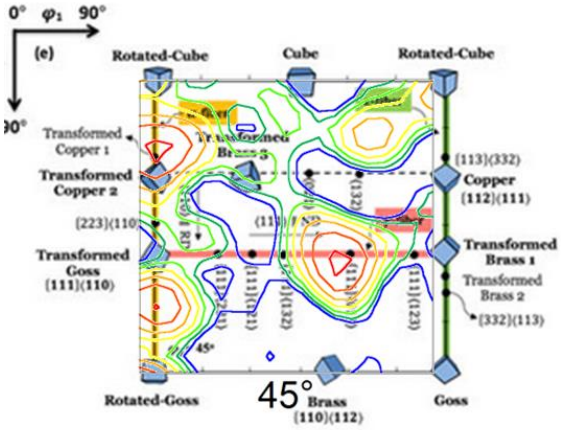
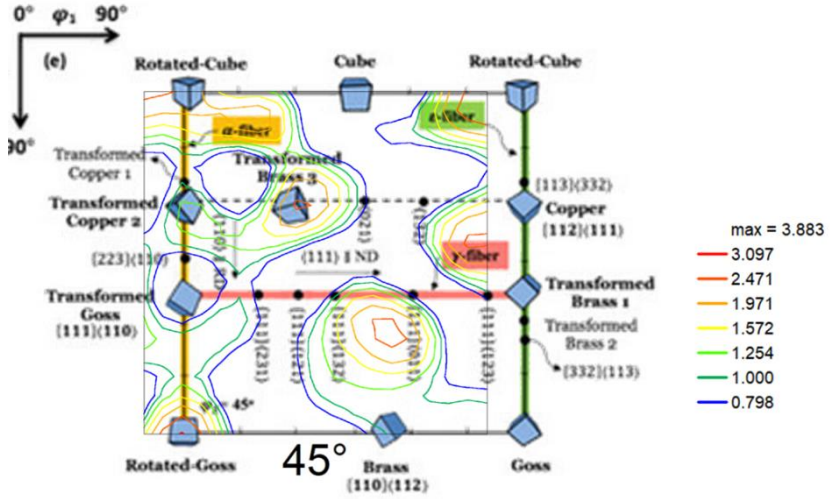


Figure 115. ODF (Orientation Distribution Function) (a) Pour l'ensemble des grains ; (b) Pour la population des gros grains ; (c) Pour la population des petits grains. Superposition avec les composantes de texture classiquement observées des aciers de structure CC.

- **Fonction de distribution des orientations ODF de la ZAT**

(a) **ZAT petits grains**



(b) **ZAT gros grains**

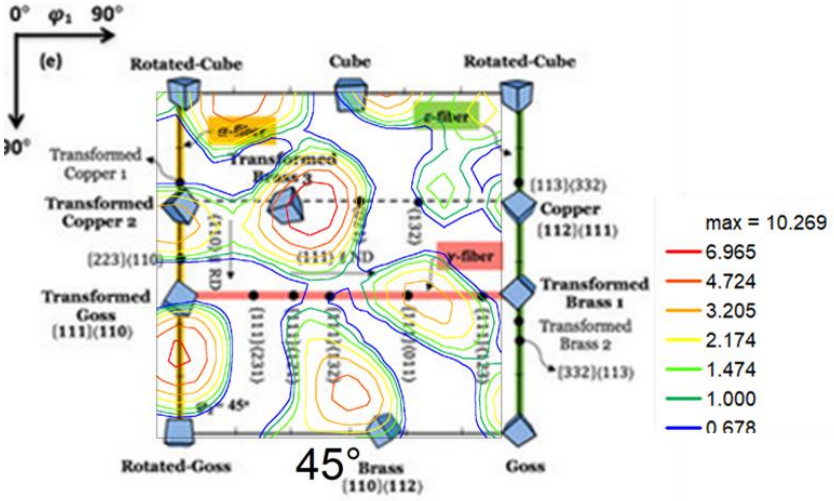
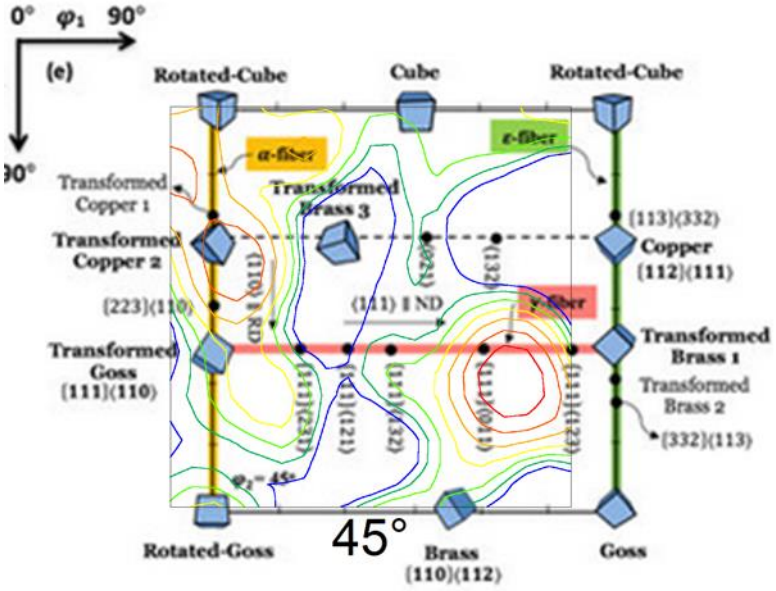


Figure 116. ODF (Orientation Distribution Function) de la ZAT (a) Pour la population des petits grains ; (b) Pour la population des gros grains. Superposition avec les composantes de texture classiquement observées des aciers de structure CC.

- **Fonction de distribution des orientations ODF de la ZATM2**

(a) **ZATM2 petits grains**



(b) **ZATM2 gros grains**

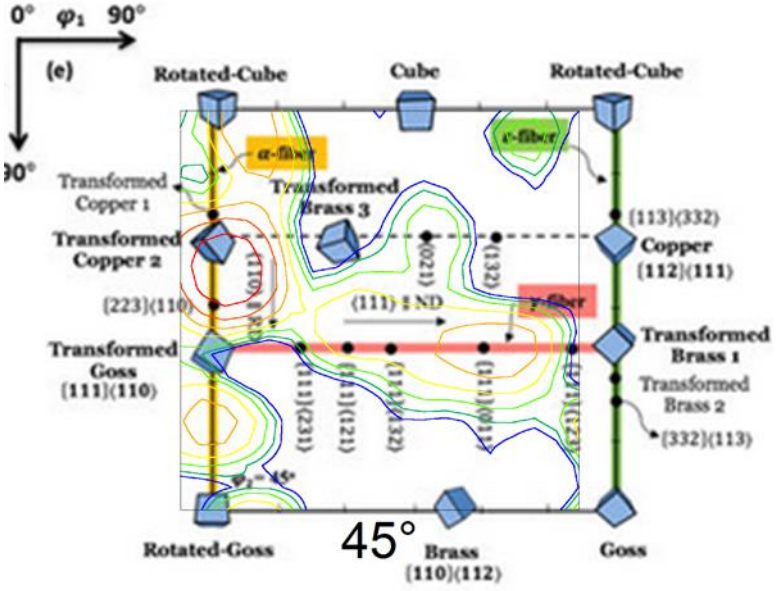
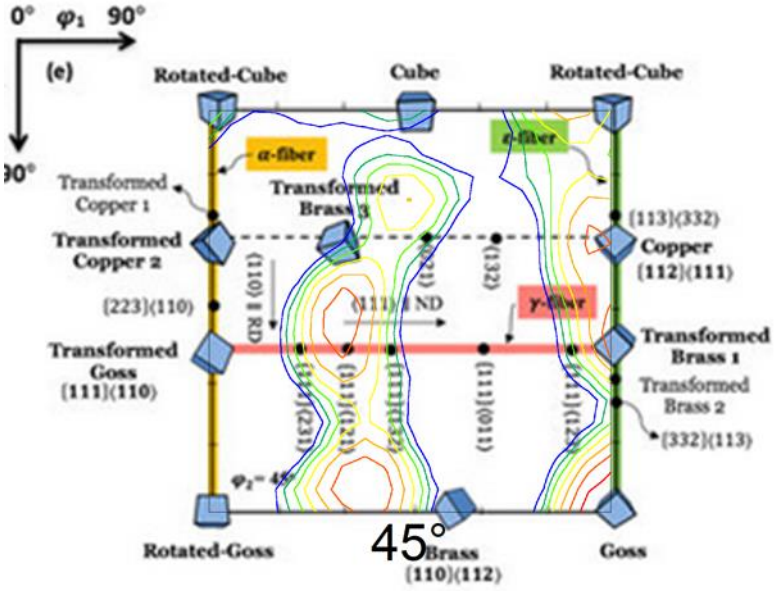


Figure 117. ODF (Orientation Distribution Function) de la ZATM2 (a) Pour la population des petits grains ; (b) Pour la population des gros grains. Superposition avec les composantes de texture classiquement observées des aciers de structure CC.

- **Fonction de distribution des orientations ODF de la ZATM1**

(a) **ZATM1 petits grains**



(b) **ZATM1 gros grains**

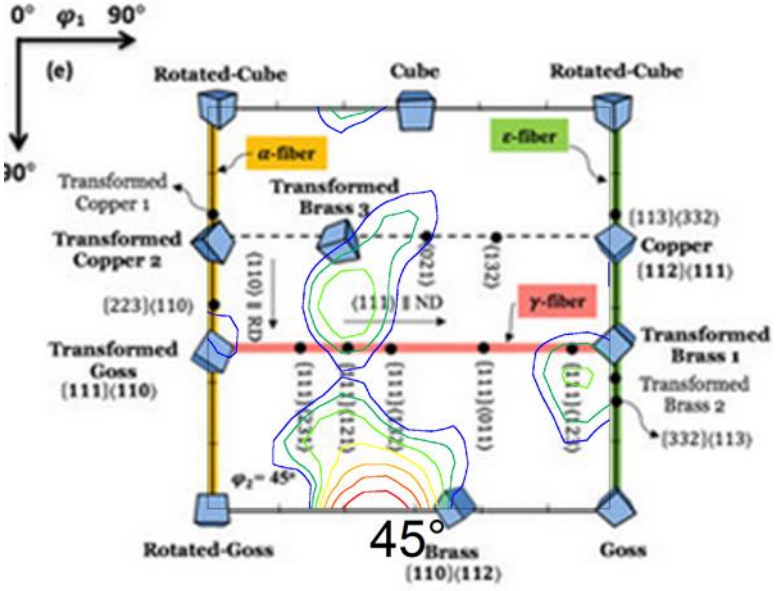


Figure 118. ODF (Orientation Distribution Function) de la ZATM1 (a) Pour la population des petits grains. (b) Pour la population des gros grains. Superposition avec les composantes de texture classiquement observées des aciers de structure CC.

v. KAM (*Kernel Average Misorientation*)

La distribution des désorientations intra-granulaires peut être quantifiée par le paramètre KAM. Ce paramètre calcule la désorientation entre un pixel considéré et ses voisins. Les désorientations supérieures à la valeur de l'angle critique choisi pour définir un grain, soit 10°, est exclu du calcul. Dans cette étude, le KAM est calculé à partir des voisins du second rang c'est-à-dire à 2 pixels i.e. 200 nm. Ce paramètre peut être en corrélation directe avec la densité de dislocations géométriquement nécessaires (GND) présentes dans le matériau déformé (Gao et al. 2000; Kubin, Devincre, et Hoc 2008).

vi. GOS (*Grain Orientation Spread*)

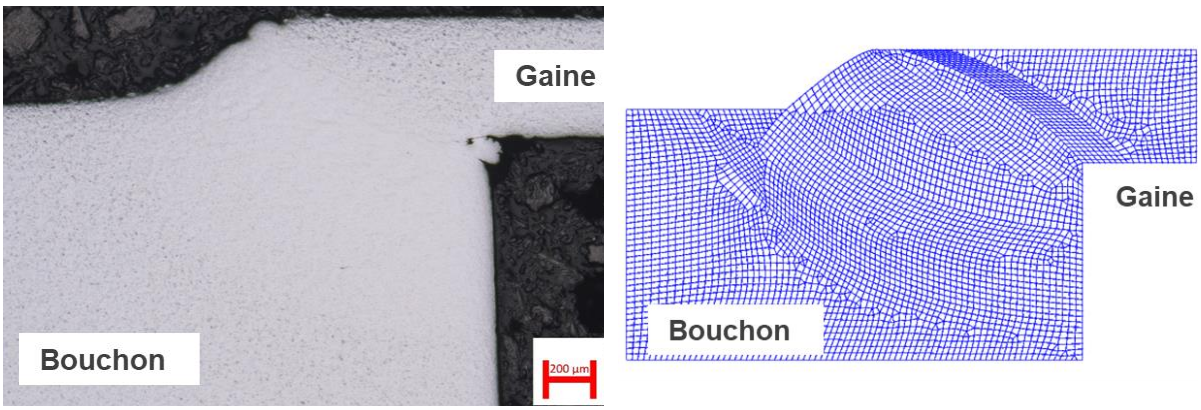
La distribution des désorientations moyennes entre l'orientation moyenne du grain et l'orientation de chaque pixel du grain considéré peut-être quantifiée par le paramètre GOS. Chaque grain est caractérisé par une valeur de GOS exprimée en degré, permet de caractériser l'homogénéité de l'orientation d'un grain.

L'étude de la distribution des orientations intra-granulaire par les paramètres KAM et GOS est très utile pour apporter des éléments de compréhension des mécanismes d'évolution de la microstructure sous l'influence de la déformation plastique, d'une transformation de phase ou encore la recristallisation dans les différentes zones affectées par le soudage SPR. On note, par exemple, qu'un grain recristallisé est caractérisé par une valeur de GOS très faible indiquant une désorientation interne très faible. Au contraire, un grain déformé est caractérisé plutôt par de forts gradients de désorientation intra-granulaire.

Annexe 4

Dimensionnement de l'éprouvette bouchon-gaine

L'objectif est d'optimiser la longueur de la partie creuse de la gaine afin de localiser les sollicitations au niveau de la soudure. Pour cela, des simulations numériques d'essais de traction à 20 °C ont été réalisées. Un maillage 2D axisymétrique est créé de manière à reproduire fidèlement la géométrie d'une soudure « bouchon-gaine » à partir d'une macrographie (Figure 119). Des éléments quadrangles à 4 nœuds à interpolation linéaire (éléments QUA4 de Cast3M) sont utilisés. Le diamètre extérieur et l'épaisseur de la gaine sont respectivement de 10.73 mm et 0.5 mm. Le diamètre du bouchon est de 10.2 mm. Les parties filetées ne sont pas modélisées. La longueur utile entre les mors est de 22 mm (Figure 120).



(a) (b)

Figure 119. (a) Macrographie représentative d'une soudure « bouchon-gaine » en acier 11Cr-ODS. (b) Détails du maillage créé au niveau de la soudure et utilisé pour la simulation du comportement mécanique de l'assemblage « bouchon-gaine ».

Le comportement mécanique du matériau est modélisé à l'aide d'une loi élasto-plastique avec un écrouissage isotrope linéaire. Par souci de simplification, les calculs de dimensionnement ont été réalisés en négligeant l'effet du soudage SPR sur les propriétés locales des différentes zones affectées. Ainsi, des propriétés mécaniques homogènes sont imposées sur toute la longueur de l'éprouvette, avec des paramètres identifiés pour le métal à l'état de réception, à température ambiante ($E = 200000\,MPa$, $\nu = 0.3$, $\sigma_y = 800\,MPa$, $h = 23\,MPa$).

Dans ces conditions, l'objectif est de déterminer la longueur L_u de la partie creuse de la gaine la plus favorable à localisation des sollicitations dans la zone soudée. Les conditions aux limites appliquées sont indiquées Figure 120, notamment, le déplacement imposé à la surface extérieure du bouchon et le blocage du déplacement axial de la surface extérieure de la gaine. L'analyse est réalisée en tenant compte de l'hypothèse de grands déplacements.

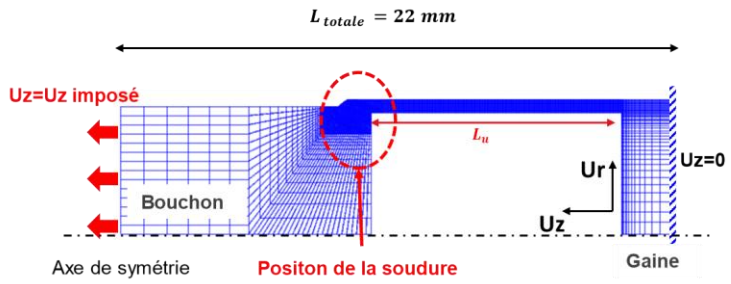
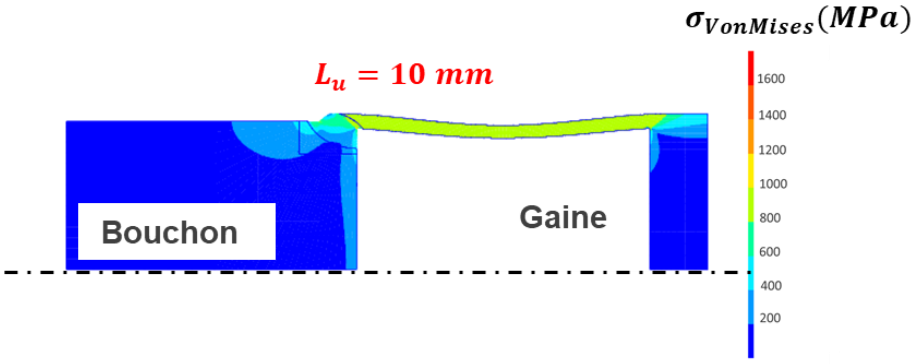
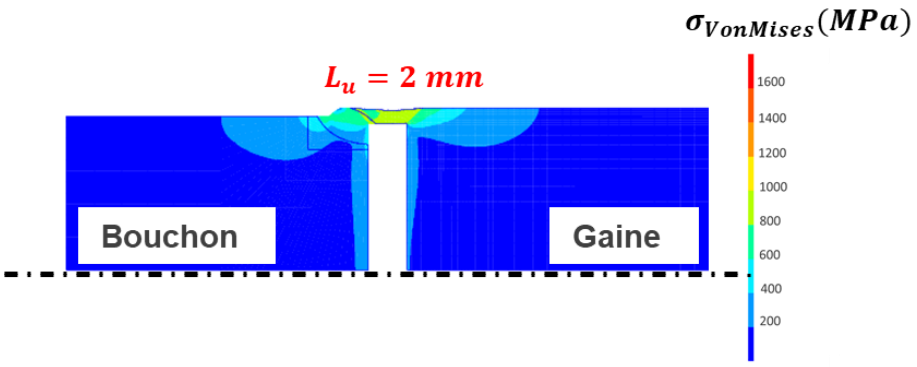


Figure 120. Maillage et conditions aux limites utilisés pour la modélisation par éléments finis de l'essai de traction avec une éprouvette type « bouchon-gaine ».

Des calculs ont été réalisés pour différentes valeurs de longueur utile de la gaine, tout en maintenant la longueur totale L_{totale} de l'éprouvette fixe égale à $22\ mm$ (distance entre les mors) (Figure 121). Comme il était attendu, les résultats confirment qu'il faut minimiser la longueur utile de la gaine pour favoriser la localisation des sollicitations au niveau de la zone soudée (Figure 121). Une longueur utile L_u de 2 mm a finalement été retenue pour les éprouvettes utilisées dans nos travaux, bien que les simulations numériques suggèrent que l'obtention d'une localisation des sollicitations au niveau de la soudure uniquement demeure complexe avec ce type de géométrie.



(a)



(b)

Figure 121. Champs de contraintes de Von Mises obtenus avec une longueur L_u de la partie creuse de la gaine de : (a) 10 mm et (b) 2 mm.

Annexe 5

Effet du SPR sur la microstructure de l'acier 9Cr-ODS

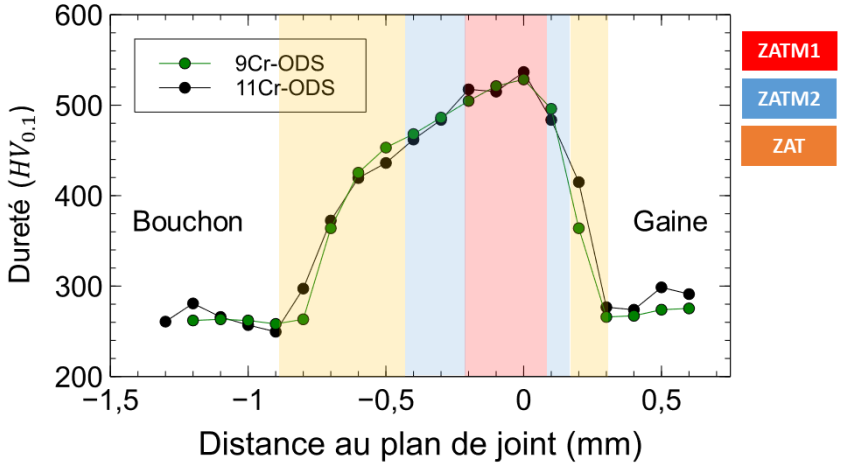


Figure 122. Evolution de la valeur de la micro-dureté le long d'une ligne inclinée de 45° par rapport à l'axe de la gaine pour une soudure SPR réalisée avec l'acier 9Cr-ODS et une avec l'acier 11Cr-ODS. Paramètres utilisés (F_s, E_d, t_s) *= (4700 N, 2400, 100 ms).*

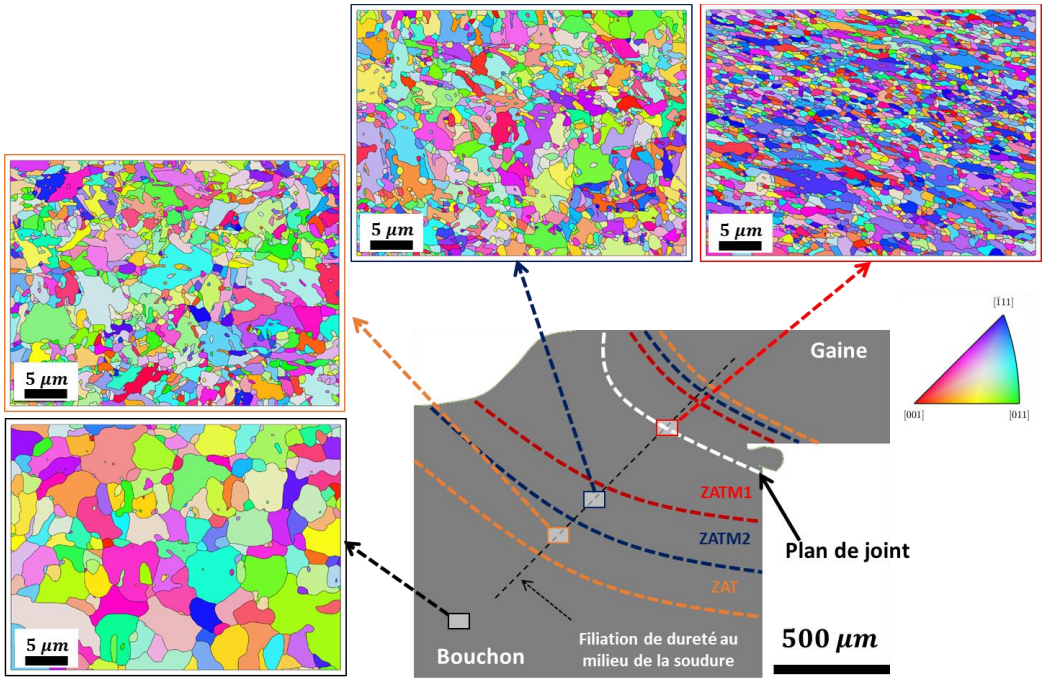


Figure 123. Soudure en acier 9Cr-ODS obtenue avec les paramètres (F_s, E_d, t_s) *= (4700 N, 2400, 100 ms). Cartographies IPFX (associées à la direction de filage) montrant l'évolution de la microstructure dans les différentes zones affectées par le SPR.*

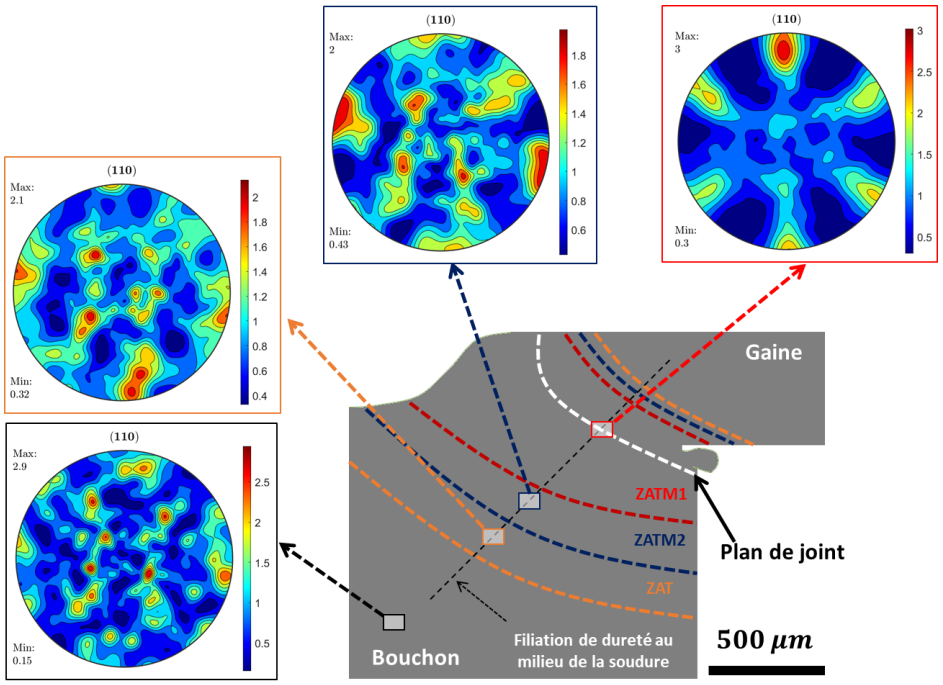
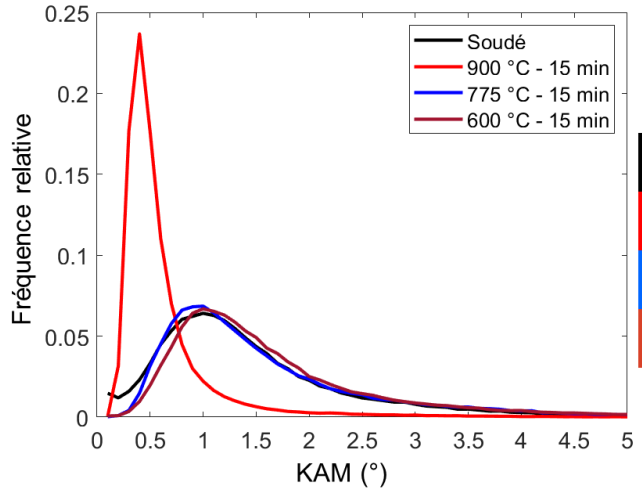


Figure 124. Soudure en acier 9Cr-ODS obtenue avec les paramètres (F_s, E_d, t_s) = (4700 N, 2400, 100 ms). La figure de pôle {110} montre l'évolution de la texture dans les différentes zones affectées par le soudage.

Annexe 6

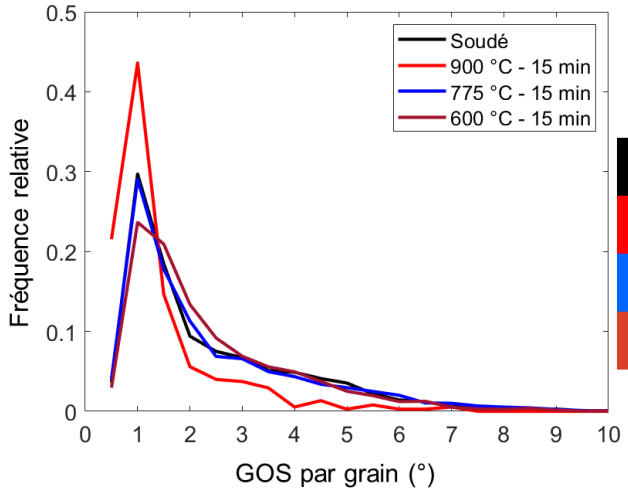
Distribution des valeurs obtenues par analyses KAM et GOS à l'état soudé et après les différents traitements thermiques

Effet de la température



	Moyenne Ecart-type
Soudé	1,4 0,9
900 °C – 15 min	0,57 0,52
775 °C – 15 min	1,53 1,02
600 °C – 15 min	1,61 1,04

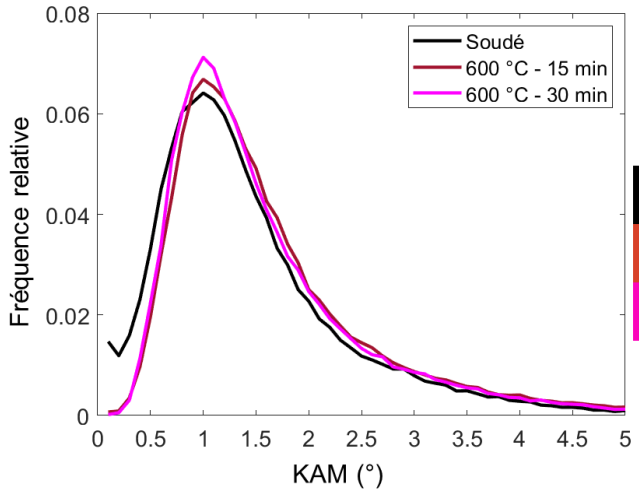
(a)



	Moyenne Ecart-type
Soudé	2,1 1,6
900 °C – 15 min	1,1 1
775 °C – 15 min	2,1 1,7
600 °C – 15 min	2,1 1,5

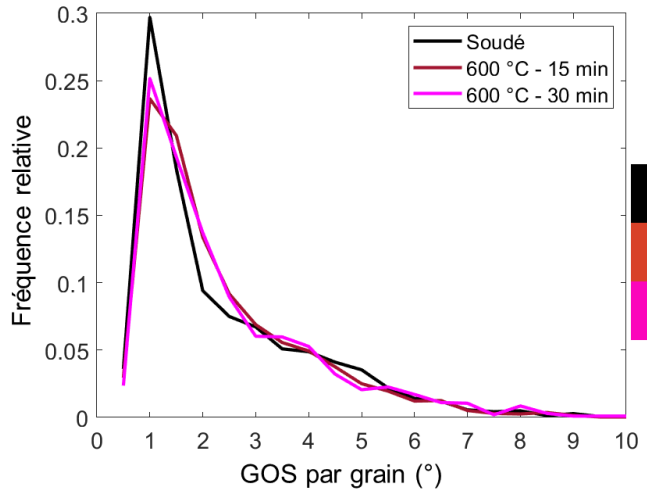
(b)

Figure 125. Effet de la température de PHWT sur la distribution des valeurs d'analyse dans la ZATM1 : (a) KAM (enveloppes des histogrammes discrétisées à 0.1°) et (b) GOS (enveloppes des histogrammes discrétisées à 0.5°). Soudures obtenues avec les paramètres (F_s, E_d, t_s) *= (4700 N, 2400, 100 ms).*



	Moyenne Ecart-type
Soudé	1,4 0,9
600 °C – 15 min	1,61 1,04
600 °C – 30 min	1,56 1

(a)



	Moyenne Ecart-type
Soudé	2,1 1,6
600 °C – 15 min	2,1 1,5
600 °C – 30 min	2,1 1,6

(b)

Figure 126. Effet du temps de PHWT sur la distribution des valeurs d'analyse dans la ZATM1 : (a) KAM (enveloppes des histogrammes discrétisées à 0.1°) et (b) GOS (enveloppes des histogrammes discrétisées à 0.5°). Soudures obtenues avec les paramètres (F_s, E_d, t_s) *= (4700 N, 2400, 100 ms).*

Annexe 7

Effet du PHWT réalisé à 600 °C pendant 30 min sur la soudure en acier 9Cr-ODS

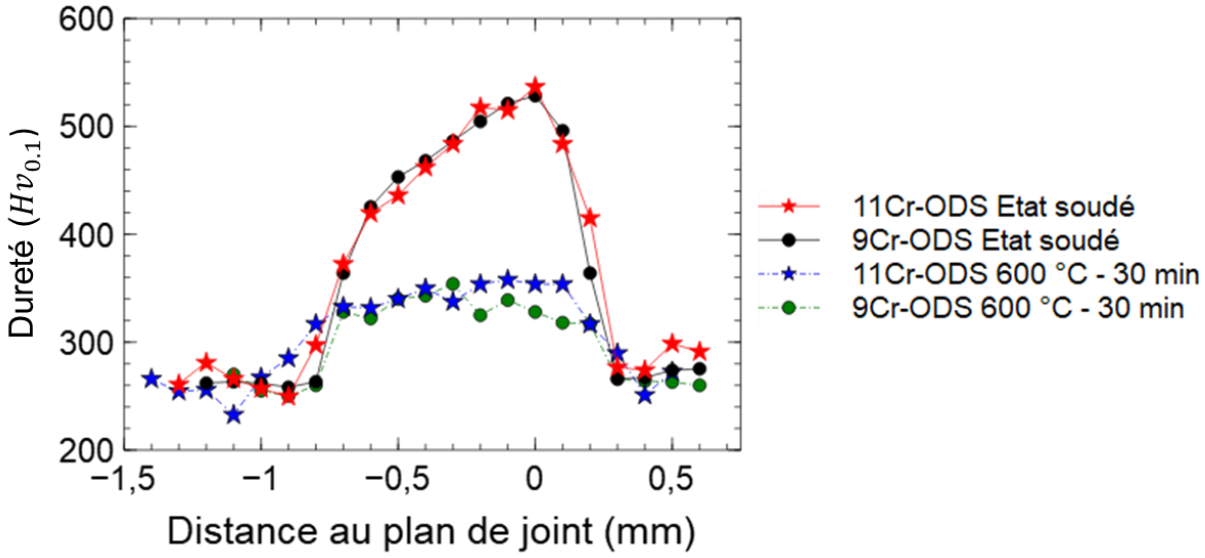


Figure 127. Evolution des valeurs de la micro-dureté à l'état soudé et traité à 600 °C pendant 30 min le long d'une ligne inclinée de 45° par rapport à l'axe de la gaine pour une soudure SPR. Soudures en acier 11Cr-ODS et 9Cr-ODS obtenues avec les paramètres (F_s, E_d, t_s) = (4700 N, 2400, 100 ms).

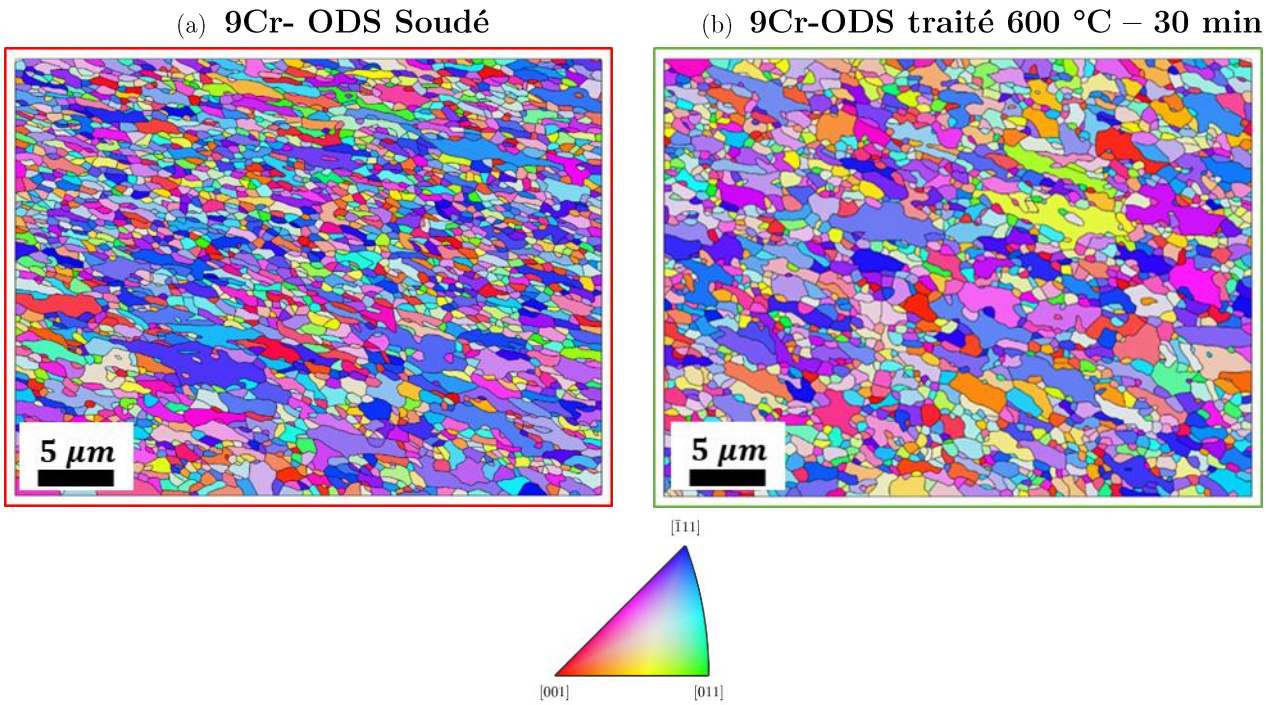


Figure 128. Cartographies EBSD IPFX (associées à la direction de filage) dans la ZATM1 (a) après soudage et (b) après traitement thermique à 600 °C pendant 30 min. Soudure en acier 9Cr-ODS obtenue avec les paramètres (F_s, E_d, t_s) = (4700 N, 2400, 100 ms).

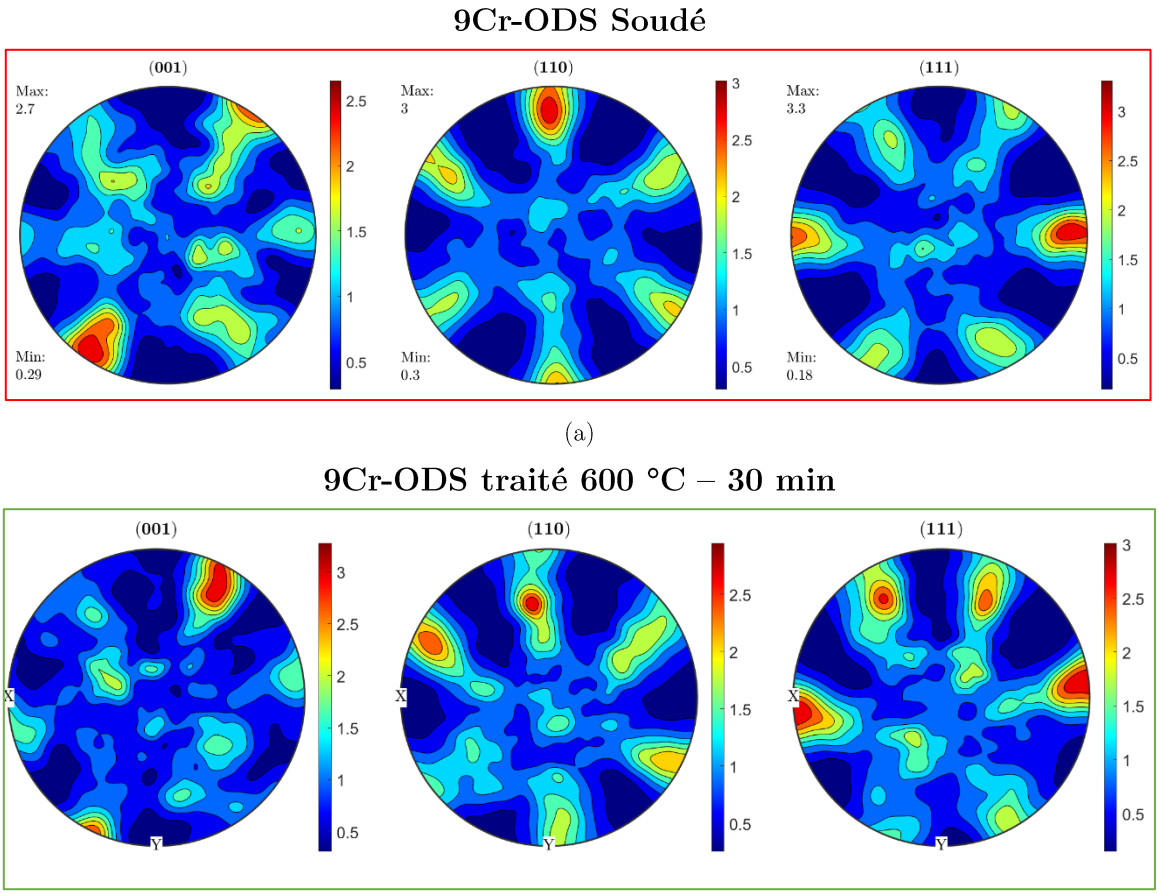


Figure 129. Figures de pôles {001}, {110} et {111} obtenues dans la ZATM1 (a) après soudage et (b) après traitement thermique à 600 °C pendant 30 min. Soudures d'un acier 9Cr-ODS obtenues avec les paramètres (F_s, E_d, t_s) *= (4700 N, 2400, 100 ms).*

Annexe 8

Exemples de courbes force-déplacement brutes et après correction

(a) **Eprouvette tuile sans soudure 9Cr-ODS 20 °C**

(b) **Eprouvette tuile sans soudure 9Cr-ODS 600 °C**

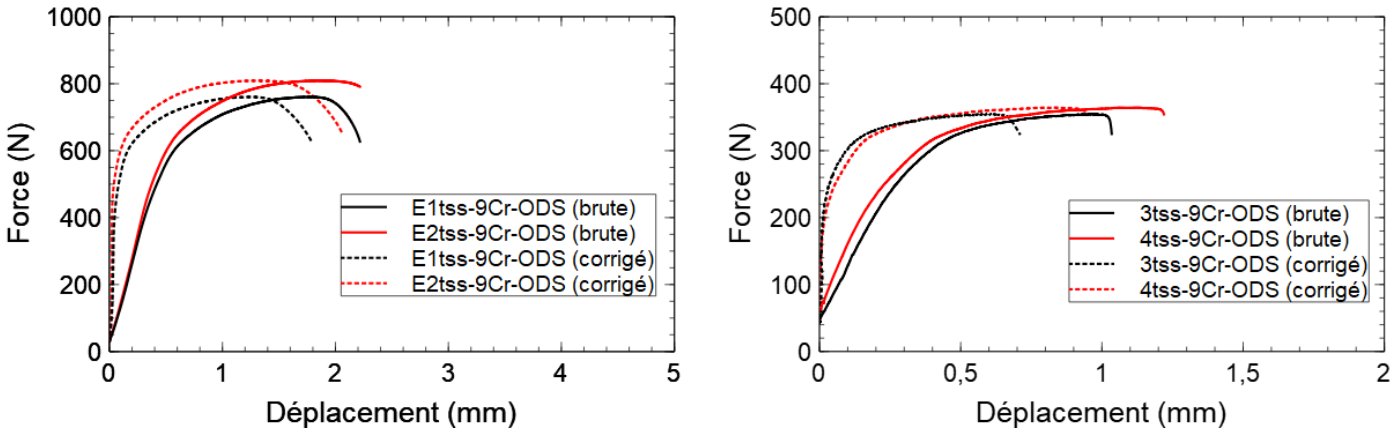
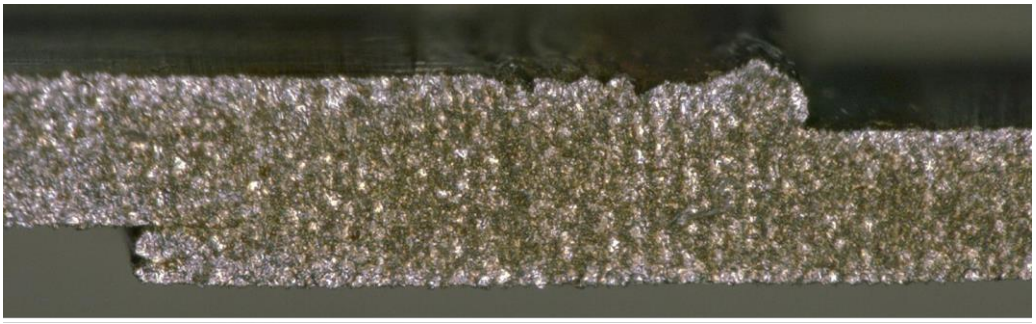


Figure 130. Comparaison des courbes « force-déplacement » mesurées et corrigées à partir des essais de traction à (a) 20 °C et (b) 600 °C avec des éprouvettes de type « tuile sans soudure » en acier 9Cr-ODS.

Annexe 9

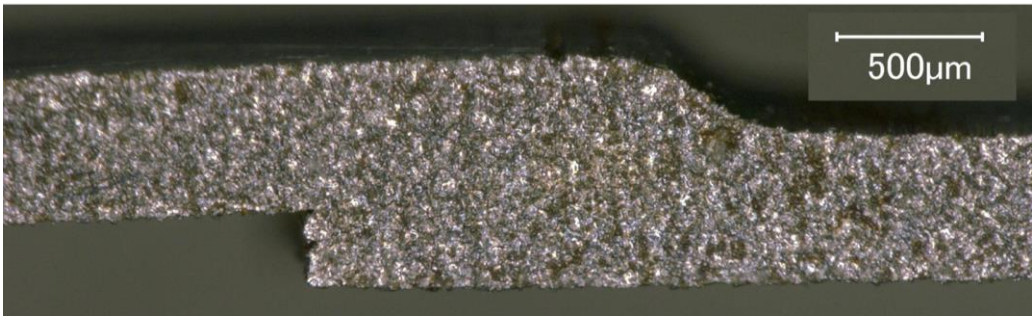
Géométries d'éprouvettes « tuiles » prélevées à partir du même assemblage soudé (vue en section).

Géométrie de l'éprouvette tuile utilisée pour les essais à 20 °C



(a)

Géométrie de l'éprouvette tuile utilisée pour les essais à 600 °C



(b)

Figure 131. Exemples de géométries des éprouvettes « tuile » en acier 11Cr-ODS utilisées principalement pour les essais à (a) 20 °C et (b) 600 °C. Assemblages obtenus avec les paramètres (F_s, E_d, t_s) = (4700 N, 2400, 100 ms).