



HAL
open science

Comportement mécanique à haute température des aciers martensitiques revenus pour application aux réacteurs à neutrons rapides

Maxime Sauzay, France Dalle, Christel Caës, Ivan Tournié, J. Malaplate, Benjamin Fournier, Pierre-François Giroux, R. Lim

► To cite this version:

Maxime Sauzay, France Dalle, Christel Caës, Ivan Tournié, J. Malaplate, et al.. Comportement mécanique à haute température des aciers martensitiques revenus pour application aux réacteurs à neutrons rapides. *Matériaux* 2010, Oct 2010, Nantes, France. 14 p. hal-00570672

HAL Id: hal-00570672

<https://minesparis-psl.hal.science/hal-00570672>

Submitted on 1 Mar 2011

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

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

Comportement mécanique à haute température des aciers martensitiques revenus pour application aux réacteurs à neutrons rapides

M. Sauzay^a, F. Dalle^a, Ch. Caës^a, I. Tournié^a, J. Malaplate^a, B. Fournier^a, P.-F. Giroux^{a,b},
R. Lim^{a,b}

^a CEA Saclay, DEN/DMN/SRMA, bât. 455, 91191 Gif-sur-Yvette cedex, maxime.sauzay@cea.fr

^b Mines ParisTech/Centre des Matériaux UMR CNRS 7633, BP 87, 91003 Evry

RESUME:

La conception du futur réacteur à neutrons rapides à caloporteur sodium (SFR) a motivé de nombreuses études sur le comportement en fatigue, fluage et fatigue-fluage à haute température d'aciers martensitiques revenus (450-600°C). Depuis les années 80, l'instabilité de leur microstructure dans certaines conditions de chargement (fatigue, fluage) a été mise en évidence dans la littérature. Cette instabilité conduit à un adoucissement qu'il convient de comprendre et de prédire. Nous avons particulièrement étudié l'effet des chargements caractéristiques des conditions en service auxquelles seront soumis les composants du réacteur SFR (faibles amplitudes de déformation cycliques, longues durées de vie en fluage), pour lesquelles les données expérimentales sont rares. Des évolutions microstructurales et un adoucissement notable ont été mis en évidence dans ces conditions. Des modèles micromécaniques basés sur les densités de dislocations continus permettent de prédire qualitativement un grand nombre des phénomènes observés.

MOTS-CLES : *aciers martensitiques revenus, réacteurs du futur, fatigue, fluage, évolutions microstructurales.*

1 Introduction

Les aciers martensitiques revenus sont utilisés couramment dans les centrales thermiques du fait de leurs caractéristiques favorables du point de vue du dimensionnement en fatigue thermique (forte conductivité thermique et faible dilatation thermique). Leur comportement mécanique en fatigue et fluage a donc été largement étudié. Un adoucissement notable est observé lors de la déformation à haute température (500-700°C) [1-4]. A l'échelle macroscopique, cet adoucissement est mis en évidence grâce aux essais de dureté qui montrent une diminution progressive de la dureté lors de la déformation de fluage [5-6]. De même, les essais de fluage en traction (à force imposée) et en compression (à contrainte imposée) montrent qu'une fois le minimum de la vitesse de fluage atteint, une longue phase d'accélération est commune aux deux types d'essais [7]. Cette longue phase d'accélération précède l'apparition à l'échelle macroscopique de la striction et de l'endommagement qui induisent ensuite une accélération de plus en plus prononcée lors des essais de fluage en traction et conduisent à la rupture. Dans notre laboratoire, nous avons de plus mené des essais de traction monotone et de fluage interrompus afin de mesurer l'évolution du profil des éprouvettes. Ces mesures montrent que la striction n'est clairement observable que dans les derniers 10% de la durée de vie [8-9]. Et les observations des coupes polies des éprouvettes rompues mettent aussi en évidence l'absence d'endommagement dans la zone homogène (i.e. loin de la zone en striction) si les durées d'essai sont inférieures à quelques milliers d'heures à des températures supérieures à 600°C [10-11]. Nous pouvons donc en conclure qu'il existe bien un adoucissement lié à des évolutions microstructurales du matériau, à l'exclusion de tout endommagement ou effet de structure lié à la striction. Notons que les essais cycliques menés à des températures comprises entre 20°C et 600°C montrent que l'adoucissement est d'autant plus prononcé que la température est élevée [12].

Les observations des microstructures avant et après déformation mettent d'ailleurs clairement en évidence des évolutions notables en cours de déformation à haute température ($\geq 600^\circ\text{C}$). Lors des essais cycliques avec et sans temps de maintien et lors des essais de fluage, une croissance de la taille de sous-grain est observée et a été quantifiée. Il en est de même de la diminution de la densité de dislocations totales ou libres (i.e. dislocations à l'intérieur des sous-grains, n'appartenant pas aux joints faiblement désorientés). La microstructure initiale des aciers martensitiques revenus est en effet caractérisée par la présence de nombreux sous-grains de taille de l'ordre de 0.5 μm le long des lattes martensitiques (Figs 1 a et b). La

densité de dislocations est élevée ($>10^{14} \text{ m}^{-2}$). D'après [13], les dislocations sont plus nombreuses dans les joints faiblement désorientés qu'à l'intérieur des sous-grains. Les sous-grains sont en général de forme équi-axes et séparés par des joints faiblement désorientés (certains joints de lattes, joints transverses aux lattes) (Figs 1 a et b). A une échelle supérieure (quelques microns), les blocs et les paquets fortement désorientés (relations de Nishiyama-Wassermann et/ou Kurdjumov-Sachs) ainsi que les anciens joints de grains austénitiques sont présents [14,2] (Fig. 1 a). A température et déformation de fluage données, la croissance de la taille de sous-grain est d'autant plus prononcée que la contrainte est faible et le temps long [15-17]. La diminution de la densité de dislocation suit une tendance similaire [16]. D'après Pesicka et al [13], la densité de dislocations libres (i.e. contenu dans les sous-grains) diminue d'un facteur 3 jusqu'à ce que la vitesse de déformation atteigne son minimum puis la densité demeure stable. La densité de dislocations dans les sous-joints diminue quant à elle tout au long de l'essai de fluage. Un effet accélérateur de la température sur la croissance de la taille de sous-grain est aussi noté [16]. Tous les aciers martensitiques étudiés dans la littérature (grade 91, grade 92, nuances améliorées avec ajout de chrome, d'azote, tungstène...) subissent ces évolutions microstructurales pendant la déformation à haute température [18-21]. Mais leur intensité varie en fonction du matériau [12]. Notons que la déformation est un paramètre essentielle puisque le vieillissement thermique dans des conditions équivalentes aux essais mécaniques induisent des évolutions nettement plus limitées [15,19,22].

Pendant les essais longs, particulièrement en fluage, des évolutions importantes de l'état de précipitation sont notées mais elles dépendent beaucoup plus nettement de la composition chimique. A l'état trempé revenu, l'acier grade 91 contient de nombreux précipités $M_{23}C_6$ de taille environ 100nm (M : métal, Fe et Cr) qui sont localisés aux différents joints (Fig. 1 b). De nombreux précipités MX de taille quelques dizaines de nm (X : Nb ou V) sont aussi observés à l'intérieur des sous-grains. Les précipités MX demeurent stables en fluage mais les précipités $M_{23}C_6$ grossissent [15,23] et des laves peuvent apparaître et croître si la température est suffisamment élevée [24,23]. Enfin, la formation de phase Z ((CrV Nb)N) a aussi été rapportée [25]. Les précipités permettent d'ancrer les joints faiblement désorientés, ce qui diminue la croissance de la taille de sous-grain [26,27]. Les évolutions de l'état de précipitation peuvent donc mener à une moindre stabilité des sous-joints [27] et aussi affecter les effets de solution solide.

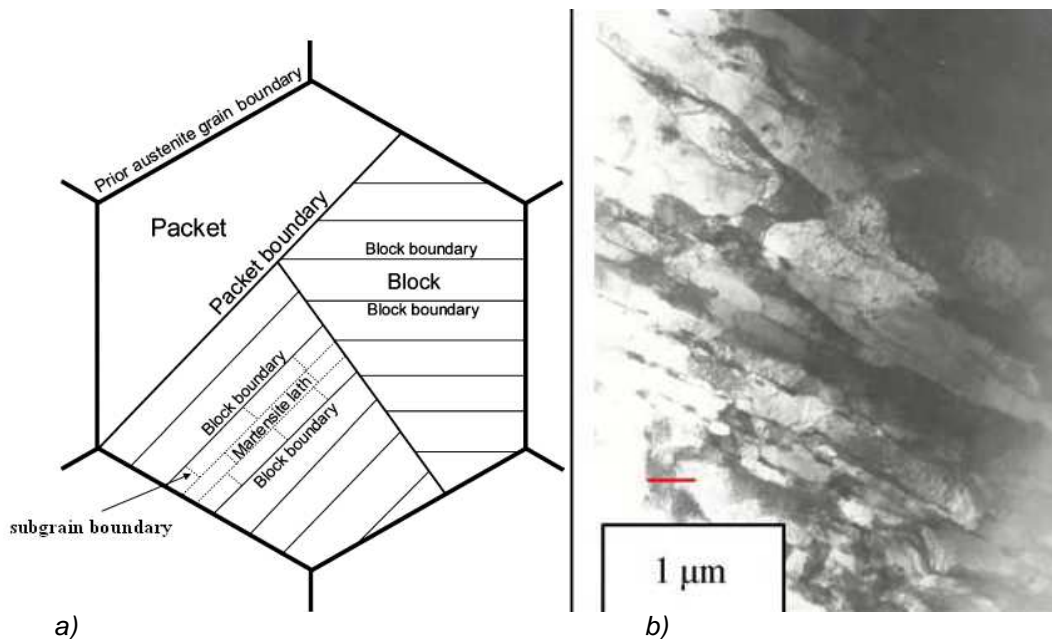


Fig. 1 a) Schematic microstructure of grade 91 steel [28]. Low angle boundaries (LABs) are plotted using dotted lines whereas other boundaries are plotted using continuous lines; b) Initial microstructure (TEM) [29].

Plusieurs mécanismes de croissance des sous-grains sous l'effet de la déformation à haute température ont été proposés dans la littérature :

- *knitting out* ou détricotage [2]. D'après les observations en MET in-situ, des dislocations sont incorporées dans les joints de grains faiblement désorientés (*knitting in*) ou sont en sont extraits (*knitting out*). Le modèle sur lequel nous avons travaillé est basé sur ce type de mécanisme
- déplacements des sous-joints et annihilation entre sous-joints contenant des dislocations parallèles et de signes opposés. En se basant sur les déplacements de sous-joints observés dans les matériaux à taille de grain standard et sans précipité [30], Blum et al. [7] ont proposé ce mécanisme qui pourrait servir de fondement physique au modèle phénoménologique de croissance de sous-grain proposé par Blum et ses

collaborateurs [17]. Toutefois, les observations en MET in-situ sur aciers martensitiques revenus n'ont pas permis d'observer des déplacements de sous-joints [31,32], probablement à cause de l'ancrage par les précipités et/ou les atomes en solution solide éventuellement ségrégués dans les sous-joints. Holec et Dlouhy [27] ont d'ailleurs modélisé par calcul de dynamique des dislocations 2D le désancrage de joints tilt symétriques ancrés par des précipités. Le glissement et la montée des dislocations coins du sous-joint sont pris en compte dans les calculs qui montrent que pour des conditions proches de celles concernant les aciers martensitiques en fluage à 600°C, seuls les sous-joints de désorientations inférieures à quelques dixièmes de degré s'échappent sous l'effet de la contrainte appliquée. Certains sous-joints contenant un nombre plus élevé de familles de dislocations sont a priori moins susceptibles de se déplacer à cause des nœuds créés dans le sous-joint. C'est ce que confirment les observations in-situ de Caillard et Martin sur l'aluminium [30]. Les déplacements de dislocations mobiles sont par contre couramment observés en MET in situ lors de la déformation à haute température des aciers martensitiques revenus (glissement primaire, dévié...) [31,32].

- déplacements des jonctions Y [33] dont la modélisation a été proposée par Li [34-35]. Ce mécanisme est probablement à l'œuvre durant le revenu après trempe [36]. Il permettrait d'expliquer le changement de géométrie des lattes observé pendant le revenu (forme « pointue » → forme « ellipsoïdale »). Mais cette évolution ayant déjà eu lieu pendant le revenu, les jonctions dites Y ne sont plus visibles après le revenu. Comme décrit précédemment, l'ancrage par les précipités et la solution solide limite probablement les déplacements de sous-joints et de jonctions à l'état revenu.

Une fois décrit l'évolution des sous-joints et de la taille de sous-grain, d , il est nécessaire de relier cette taille à une contrainte interne. Dans les sous-grains, les mécanismes pourraient être la tension de ligne, la contrainte critique d'émission de dislocations par les sources, le stockage de dislocations couplé à un écrouissage de type forêt... Quoiqu'il en soit, les études expérimentales de la littérature concernant l'effet de la taille de sous-grain en fluage montrent que la contrainte macroscopique dépend linéairement de $1/d$ (au lieu de $1/\sqrt{d}$ pour les grains à fortes désorientations). Les compilations de McQueen [37] et Blum et al. [7] sont assez convaincantes. Néanmoins, Li [38,39] en calculant la contrainte macroscopique nécessaire pour que la dislocation en tête d'un empilement de dislocations coins traverse un joint tilt symétrique obtient une contrainte dépendant linéairement de $(\theta/d)^{1/2}$ avec θ la désorientation. Kim et Weertman [1] obtiennent aussi une dépendance en $(1/d)^{1/2}$ en déformation cyclique (d : taille de sous-grain à mi-durée de vie).

2. Analyse du comportement macroscopique des aciers martensitiques

Nous avons étudié en détails l'influence de l'amplitude de déformation totale appliquée. L'évolution de la chute de contrainte peut être tracée en fonction du nombre de cycles ou de la déformation plastique cumulée. Quelque soit la représentation choisie, plus l'amplitude de déformation est élevée plus la chute de contrainte est rapide. A mi-durée de vie lors d'essais sous air, la différence demeure notable (Fig. 2 a). Nous avons aussi mené des essais sous une amplitude de $\pm 0.15\%$ pour lesquels après 3.3 millions de cycles, seules des fissures de quelques dizaines de microns sont observées en surface grâce au MEB (SEM). La chute de contrainte est alors de -55MPa alors que lors des premiers cycles, l'amplitude de contrainte est inférieure à la limite d'élasticité conventionnelle. Après 3.3 millions de cycles, la contrainte a diminué de 30%. Même sous des amplitudes de déformation viscoplastique très faibles ($< 10^{-4}$), l'adoucissement cyclique est donc considérable à mi-durée de vie. L'ajout d'un temps de maintien en traction ou en compression lors de chaque cycle induit un adoucissement un peu plus prononcé à déformation viscoplastique cumulée donnée (Fig. 2 a). Dans ce type de représentation, l'effet de temps de maintien est en général réduit [40]. Cet effet est nettement plus marqué à nombre de cycles donné. Des essais menés antérieurement au SRMA permettent d'évaluer l'influence de la température. Conformément aux conclusions de la littérature, plus la température est élevée, plus l'adoucissement est prononcé (Fig. 2 b). Une dépendance similaire de l'adoucissement vis-à-vis de l'amplitude de déformation et de la température a été observée lors de l'adoucissement cyclique des polycristaux de cuivre à grain sub-micronique (UFG) [41].

Yaguchi et Takahashi [44] ont montré que, pour une variation de déformation cyclique de 3%, l'essentiel de l'adoucissement cyclique s'expliquait par une diminution progressive de la composante cinématique (*back stress*). Nous avons décomposé la contrainte en ses parties cinématique, X , isotrope (*athermal short range stress*), R , et visqueuse (*thermal short range stress*), σ_v . Cette décomposition a été définie par Cottrell [45] et est couramment utilisée dans la littérature. Elle renseigne sur les mécanismes de durcissement ou d'adoucissement se déroulant à l'échelle des dislocations. Un soin particulier a été attaché à la décomposition pratique des boucles d'hystérésis mesurées. Cette décomposition s'avérait délicate (décomposition peu reproductible d'un cycle à l'autre) à cause du nombre de points de mesure limité par cycle (~400) et de la forte composante visqueuse à haute température [43]. Une méthode de dépouillement originale a donc dû être mise en œuvre par B. Fournier lors de sa thèse menée en collaboration avec le Centre des Matériaux à Evry (Fournier, 2007) [46]. Les erreurs de mesure sont supposées suivre une loi gaussienne centrée. Son écart-type est identifié sur une montée en charge dans le domaine élastique. Les

contraintes délimitant le domaine élastique sont détectées d'après la probabilité de s'écarter de la droite élastique.

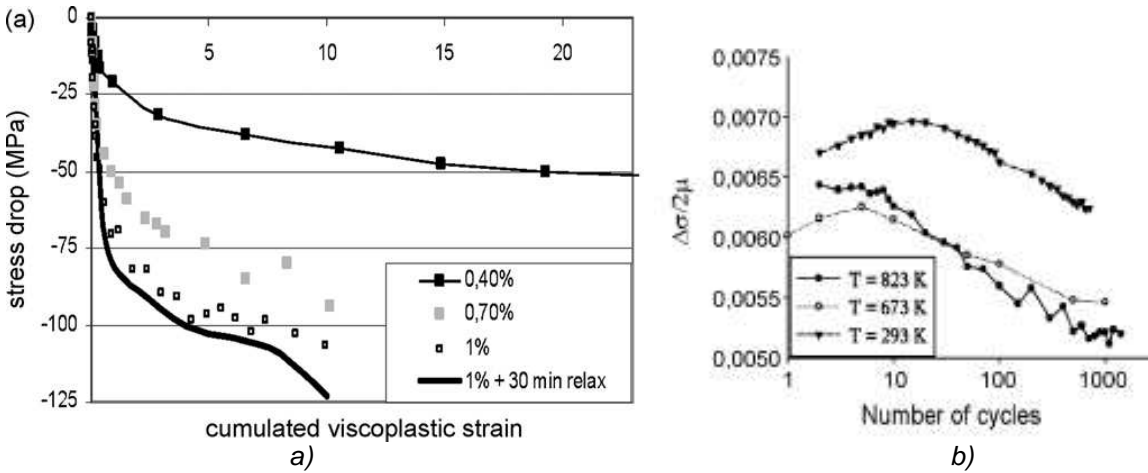


Fig. 2 a) evolution of the stress amplitude drop with respect to the cumulated viscoplastic strain $p=2N\Delta E^{vp}$ for various strain variations (grade 91, 550°C) [42]. The drop is defined as the difference between the stress amplitude measured at the N^{th} and first cycles b) evolution of the normalized stress amplitude measured during cycling for various temperatures (grade 91, strain variation: $\Delta E=1\%$, elastic shear modulus depending on the temperature, $T: \mu$) [43].

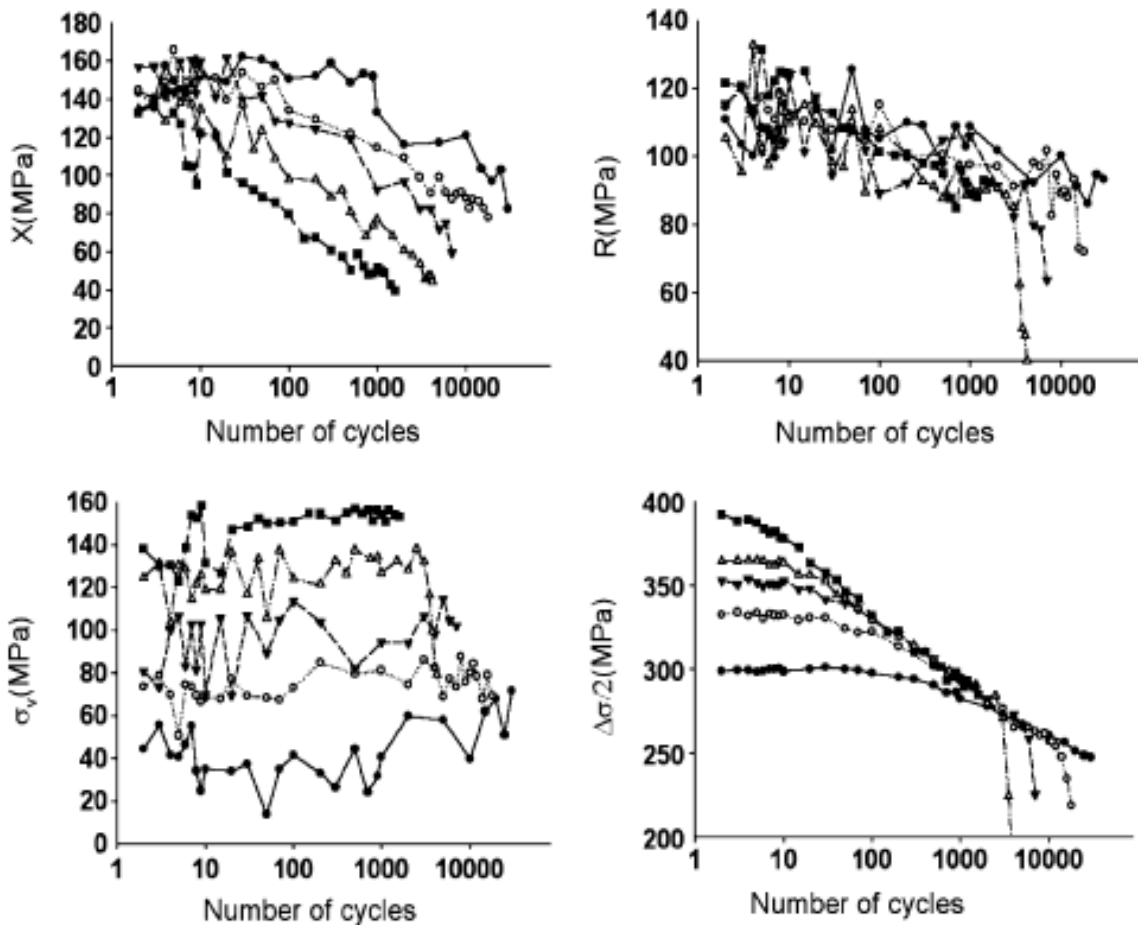


Fig. 3 influence of the total strain variation on the evolution of the kinematic, isotropic, viscous and total stress amplitudes (grade 91, 550°C, $\Delta E=1\%$, 0.7%, 0.6%, 0.5% and 0.4%) [43].

L'écart par rapport à la loi gaussienne est défini d'après les *Statistical Process Control* principes qui permettent de détecter la survenue d'événements très improbables tant que les données suivent la loi gaussienne. A la différence des méthodes décrites dans la littérature, cette méthode conduit à des

décompositions reproductibles d'un cycle à l'autre [43]. Nous pouvons confirmer les résultats de Yaguchi et Takahashi [44] en les généralisant à tous les niveaux de déformation et de température. Nos mesures confirment aussi les conclusions de Armas et al. [47] obtenues en distinguant contrainte interne et contrainte effective sur un acier martensitique revenu F82H modifié sollicité à 450°C. La forte baisse cyclique de la contrainte cinématique pourrait être le reflet à l'échelle macroscopique de la croissance de la taille de sous-grain. Selon la déformation appliquée, la baisse de la composante cinématique varie entre -80 et -40MPa. La décroissance se ralentit au fur et à mesure du cyclage. La chute de la composante isotrope est de l'ordre de -20MPa, indépendamment de l'amplitude de déformation. La contrainte visqueuse évolue peu en cours de cyclage. Grâce à sa dépendance par rapport à la vitesse de déformation viscoplastique mesurée, des volumes d'activation de $25b^3$ aux fortes vitesses (fatigue) et de $230b^3$ (fluage) ont été évalués [40]. Ces faibles volumes sembleraient mettre en évidence des interactions à très courte portée. En dessous de 400°C, la contrainte visqueuse devient négligeable mais l'essentiel de l'adoucissement provient toujours de la diminution de la contrainte cinématique [43]. L'effet du temps de maintien en relaxation et en fluage a aussi été étudié [40].

Lors d'essais de fatigue-fluage avec temps de maintien à contrainte constante, nous avons mesuré les vitesses de fluage stationnaire lors des temps de maintien. Sur la Fig. 4 a, nous avons représenté les points expérimentaux obtenus lors d'essais de fluage pur, au premier cycle des essais de fatigue-fluage et enfin à mi-durée de vie de ces mêmes essais. Les deux premières séries de points s'alignent correctement, ce qui montre que la première montée en charge lors du cyclage reproduit convenablement un essai de fluage pur. Il en est autrement des points obtenus lors du maintien à mi-durée de vie des essais de fatigue-fluage. A contrainte donnée, les vitesses de déformation viscoplastique mesurées à mi-durée de vie sont environ 100 fois plus élevées que les vitesses mesurées lors d'essais de fluage pur. L'adoucissement cyclique et les évolutions microstructurales correspondantes induisent donc une augmentation considérable des vitesses de fluage qui peuvent s'avérer nocives dans les conditions en service. L'ampleur de cet effet est aussi élevée à faible qu'à forte amplitude de déformation cyclique (Fig. 4 a). Toutefois, à la déformation cyclique la plus faible, la vitesse de fluage n'est pas atteinte lors du temps de maintien à cause de la limite en temps imposée. Pour des amplitudes cycliques de $\pm 0.15\%$, il s'avère impossible d'investiguer convenablement ces effets d'adoucissement lors d'essais de fatigue-fluage à cause des temps d'occupation nécessairement restreints des machines d'essais. Nous avons donc mené des essais séquentiels complémentaires afin d'une part d'étudier l'influence d'un cyclage à très faible amplitude sur la vitesse minimum de fluage et d'autre part d'obtenir des résultats en terme de fluage tertiaire et de durée de vie en fluage. Nous comparons sur la Fig. 4 b, la courbe de déformation mesurée lors d'un essai de fluage après pré-cyclage pendant 3.3 millions de cycles sous $\pm 0.15\%$ avec celle mesurée sur le matériau de base. La contrainte appliquée au cours des essais de fluage est identique à la contrainte maximum mesurée après 3.3 millions de cycles. De nouveau, l'effet de l'adoucissement cyclique paraît considérable avec une vitesse de fluage minimum multipliée par un facteur 400. Le point expérimental obtenu se positionne de manière convenable sur la courbe obtenue en fatigue-fluage bien que les conditions soient différentes (étoile rouge sur la Fig. 4 a). La durée de vie en fluage divisée par 100 (Fig. 4 b). Le mode de rupture se réduit dans les deux cas essentiellement à de la striction. Les mesures par profilométrie lors des interruptions des essais de fluage montrent que la striction est visible seulement dans les derniers % de la durée de vie en fluage. Dubey et al. [22] ont aussi observé une déformation de fluage nettement plus élevée sur un acier martensitique pré-déformé cycliquement (facteur 10 à 20 sur la vitesse minimum).

De manière similaire, l'étude des courbes de fluage primaire mesurées lors d'essais de fluage ou de fatigue-fluage permet de conclure aussi à une augmentation d'un facteur 10 à 100 des vitesses de fluage primaire à contrainte et temps de fluage identiques. Les essais séquentiels donnent des résultats similaires en fluage primaire.

Nous complétons la description des résultats d'essais par les courbes de durées de vie mesurées lors d'essais de fluage sur l'acier grade 91 pour des températures comprises entre 500 et 600°C. L'originalité de ces résultats réside d'une part dans l'application de températures plutôt faibles par rapport aux essais de la littérature et d'autre part dans les durées de vie qui sont de 160000h à 500°C et 94000h à 600°C. Ces conditions sont proches des conditions en service (faibles contraintes). L'extrapolation de résultats obtenus pour des durées de vie courtes ou des températures élevées peut en effet prêter à discussion [49]. Les temps à rupture sont représentés en fonction soit de la contrainte appliquée (Fig. 5 a) soit de la vitesse de déformation plastique minimum (Fig. 5 b). Le premier type de représentation ne permet pas d'obtenir de courbe maîtresse tandis que le second type de représentation, dit de Monkman-Grant permet d'obtenir une courbe unique valide sur toute la gamme de température (500-625°C) et pour tous les niveaux de contrainte ou vitesse. Les points expérimentaux obtenus sur d'autres aciers martensitiques (grade 92, nuances améliorées par ajout de N ou W...) se situent aussi sur cette courbe maîtresse qui paraît être valide pour une large gamme d'aciers martensitiques revenus. L'existence de cette courbe maîtresse, fonction de la vitesse de déformation viscoplastique minimum, paraît s'expliquer en premier lieu par le mécanisme d'instabilité viscoplastique (striction) qui est le mode d'endommagement prédominant lors de la plupart de ces essais. Toutefois des cavités intergranulaires caractéristiques d'un endommagement de fluage sont

observées sur les coupes polies des éprouvettes des deux essais long terme menés à rupture [9]. De telles observations sont en accord avec les observations à plus haute température rapportées dans la littérature [10,11]. Notons enfin que le point expérimental correspondant à l'essai séquentiel (cyclage puis fluage) décrit précédemment se place aussi sur le courbe maîtresse dans la représentation de Monkman-Grant (étoile rouge, Fig. 5 b) alors qu'il se situe très loin des courbes de durée de vie en fluage fonction de la contrainte à la température d'essai, 550°C.

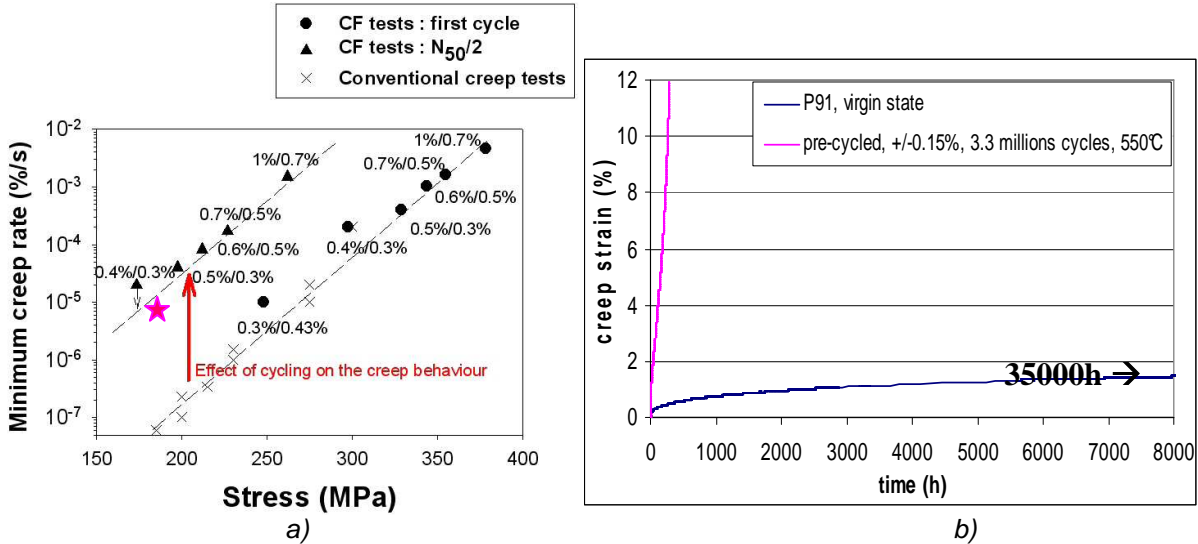


Fig. 4 a) minimum creep strain rates measured either during conventional creep tests/1st cycle or during the hold times recorded at half-life of creep-fatigue tests. For each experimental point, both the cyclic total strain amplitude and the additional creep strain are indicated [48]. The red star corresponds to the sequential test: high-cycle fatigue followed by a creep test (grade 91, 550°C, Fig. 3 b); b) comparison between the creep deformation curves recorded either on virgin specimen or on a pre-cycled specimen (3.3 10⁶ cycles at a strain amplitude of ±0.15%) (grade 91, 550°C, creep stress: 185MPa).

Les deux essais longs menés à rupture ne permettent pas de conclure à une accélération des mécanismes d'endommagement lors des essais long terme comme il est possible de le faire à 650°C à partir des résultats de Abé (Fig. 5 a). Mais un essai à 600°C toujours en cours et actuellement largement entré en stade tertiaire devrait se terminer après un temps à rupture de l'ordre de 230000h, environ inférieur d'un facteur 4 à l'extrapolation effectuée à partir des données obtenues à 600°C pour des durées de vie inférieures à 100000h [50].

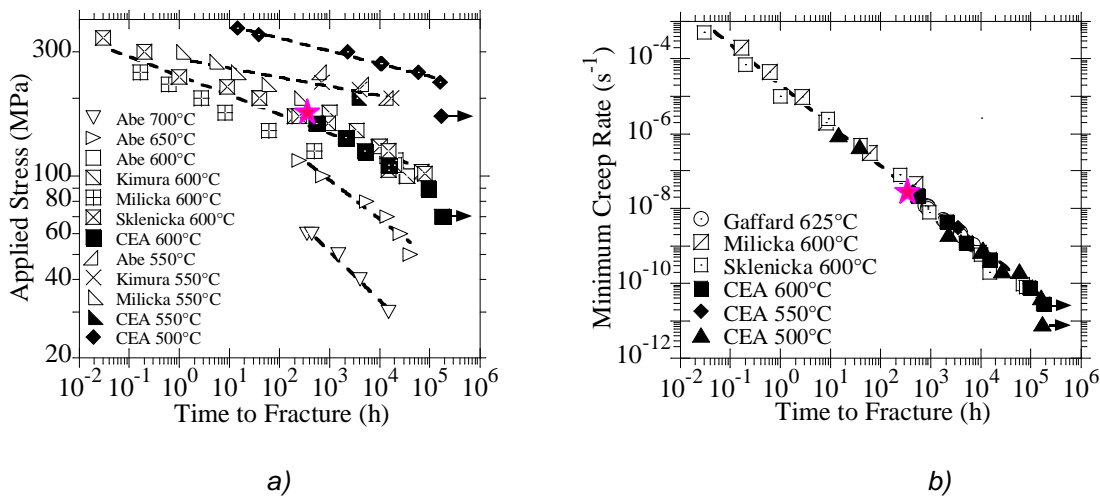


Fig. 5 a) Applied stress versus time to fracture for grade 91 for temperatures ranging from 500 to 700°C; b) Monkman-Grant curve with minimum creep rate versus time to fracture for grade 91 at temperatures ranging from 500 to 625°C [50]. The red stars plotted in each figure correspond to the sequential test: high-cycle fatigue followed by a creep test (grade 91, 550°C, Fig. 4 b).

3. Observations des évolutions microstructurales durant la déformation des aciers martensitiques

Grâce aux nombreux essais cycliques décrits précédemment et aux observations EBSD et MET (*TEM*) effectuées sur certaines éprouvettes après rupture, nous avons pu étudier l'effet de la déformation cyclique et du temps de maintien sur les évolutions microstructurales. La taille de sous-grain est initialement de $0.4\mu\text{m}$ et la densité totale de dislocations de $(1.3\pm 0.4) 10^{-14}\text{m}^{-2}$ [51,46,8]. Les tailles de sous-grain sont évaluées grâce à la reconnaissance visuelle des sous-joints sur des images MET et à des décomptes (longueur/largeur ou aire par sous-grain). Les densités de dislocations sont mesurées par une méthode de type *intercept lines*. Conformément à la littérature [19,22], nous concluons qu'une déformation viscoplastique cyclique est nécessaire puisque dans les têtes des éprouvettes, sollicités dans le domaine élastique, aucune évolution microstructurale n'est observée même lors d'un essai durant 6 mois à 550°C (comparer Figs. 1 b et 6 b). En un temps d'essai beaucoup plus court, une déformation cyclique de $\pm 0.5\%$ sans maintien induit une évolution microstructurale importante avec disparition de certains joints (les précipités apparaissent alors bien visibles) (Fig. 6 a). La taille de sous-grain croît et la densité de dislocations diminue d'un facteur 2 (densité de $6\pm 0.7) 10^{-14}\text{m}^{-2}$). Plus la déformation cyclique est élevée, plus l'évolution de la microstructure est homogène et plus la croissance de la taille de sous-grain est prononcée. L'ajout d'un temps de maintien en relaxation de 90 min accentue ces évolutions (densité de dislocations divisée par 4 avec une densité de $(3.1\pm 0.3) 10^{-13}\text{m}^{-2}$) (Fig. 7 a). Lorsque les déformations cycliques et de fluage sont suffisamment élevées, la microstructure finale est plutôt homogène, avec des « sous-grains » de taille environ $1.5\mu\text{m}$ (Fig. 8 a) et une faible densité de dislocations. Ce facteur de croissance de 3 est proche de ceux mesurés à forte amplitude de déformation avec ou sans maintien et publiés dans la littérature [1,4]. Cette taille de $1.5\mu\text{m}$ est similaire à celle des blocs fortement désorientés. Les mesures EBSD effectuées avec un pas de $0.5\mu\text{m}$ montrent d'ailleurs que la microstructure de blocs n'est pas modifiée par le cyclage [46,52]. Cette conclusion est en accord avec les mesures FEG-EBSD du groupe de G. Eggeler en fluage [19,53] et les observations FEG-SEM et MET de Kimura et al. en fatigue-fluage [54]. La croissance de la taille de sous-grain paraît donc être due à la disparition d'un nombre plus ou moins important de joints faiblement désorientés dans tout ou partie des blocs. Etant donné que le pas de l'EBS est de l'ordre de grandeur de la taille de sous-grain initial, cet outil n'est pas adapté à l'étude de l'évolution fine des désorientations intra-bloc. Le microscope FEG-EBSD permet d'aborder une telle étude [19,53]. Toutefois grâce à l'EBS "classique", une diminution non négligeable de la désorientation moyenne intra-bloc (moyenne des valeurs absolues des désorientations entre pixels d'un bloc) a été mise en évidence. Cette diminution correspond à la disparition de sous-joints ou tout du moins à la baisse des désorientations qu'ils portent [51,52].

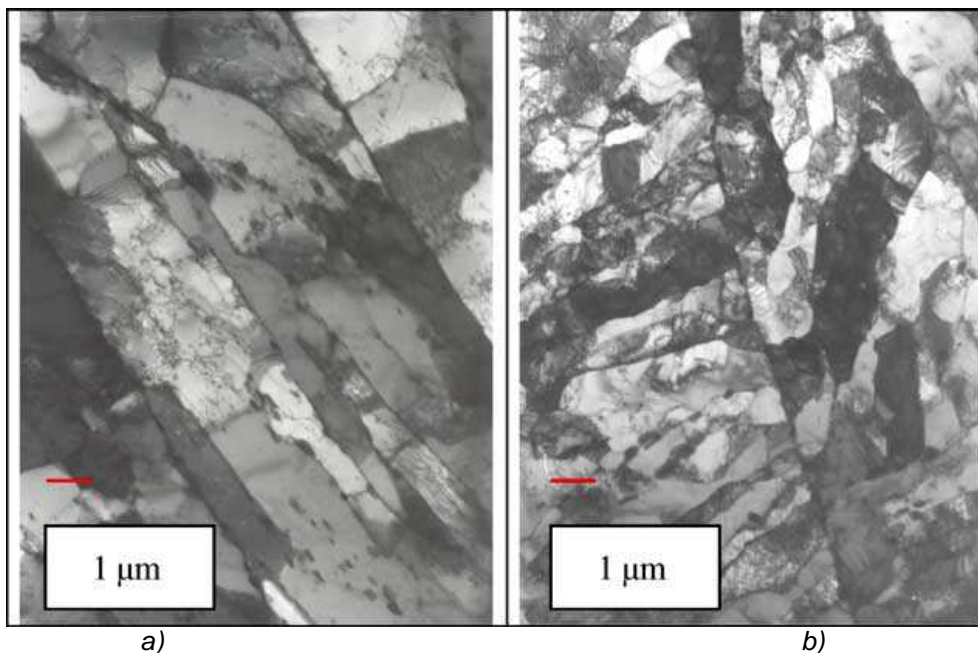


Fig. 6 a) final microstructure observed after 6500 cycles $\Delta E=1\%$, $t_{\text{cycling}}=10\text{h}$, 550°C , TEM); b) final microstructure observed after ageing ($t_{\text{ageing}}=5500\text{h}$, 550°C , TEM) [29].

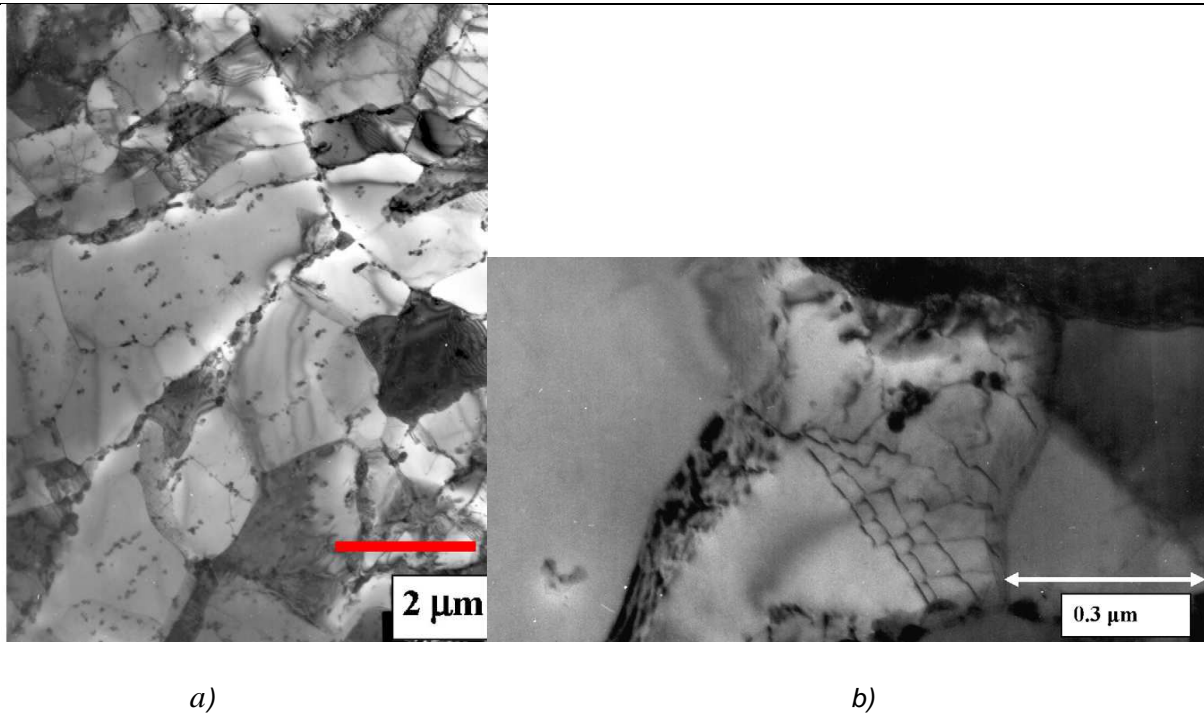


Fig. 7 a) TEM images of the microstructures after a fatigue-relaxation test ($\Delta E_{fatigue}=1\%$, $t_r=30min$, $N_f \approx 1800$ cycles, $550^\circ C$) [42]; TEM observation of knitting out of a low-angle boundary (grade 91 steel subjected to creep-fatigue at $550^\circ C$) [55].

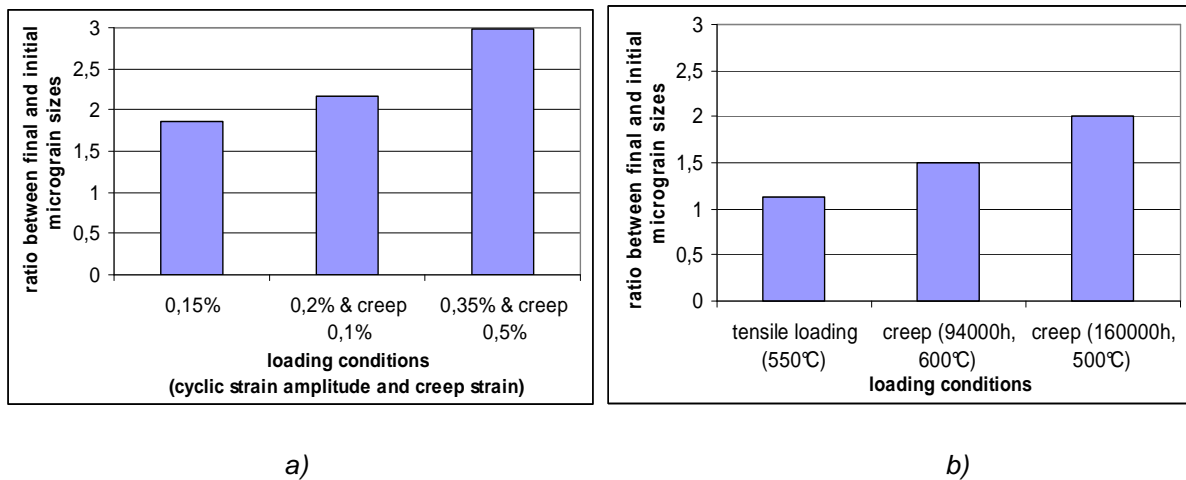


Fig. 8 measured growth factor of the sub-grains (ratio between final and initial sizes): a) fatigue and creep-fatigue tests (grade 91, $550^\circ C$) [52]; b) tensile loading (grade 92, $550^\circ C$) [8] and creep tests (grade 91, 500 and $600^\circ C$).

Concernant les mécanismes de disparition des sous-grains, des réseaux de dislocations formant probablement des sous-joints à l'état initial mais partiellement détruits, ont été plusieurs fois observés dans nos lames minces (Fig. 7 b). Ces sous-joints paraissent épinglés mais une partie de leur réseau a disparu pendant le cyclage. Enfin, l'état de précipitation ne paraît pas avoir sensiblement évolué durant les essais cycliques à $550^\circ C$ (durées < 6 mois).

Nous avons aussi observé les fûts et les têtes des éprouvettes de fluage long terme (160000h à $500^\circ C$ et 94000h à $600^\circ C$). Les observations sont toujours effectuées loin des zones en striction. Une croissance de la taille de sous-grain est observée (facteur 1.5 à 2) (Fig. 8 b) ainsi qu'une diminution de la densité totale de dislocations (facteur 2 à 4). Ces ratios sont conformes à ceux de la littérature, mesurés à $600^\circ C$ mais pour des temps plus courts [4,15,16] (Vasina et al., 1995; Orlova et al., 1998; Cerri et al., 1998). La déformation correspondante est de l'ordre de 10% (mesures par profilométrie). P.-F. Giroux a aussi mesuré une croissance modérée de la taille de sous-grain mais n'a pas constaté de diminution de la densité de

dislocations lors d'un essai de traction monotone à 550°C sur l'acier grade 92 (vitesse : $2.5 \cdot 10^{-4}$; déformation dans le fût loin de la striction : ~10%) [8]. Ces observations confirment qu'à température et déformation donnée, les évolutions microstructurales sont d'autant plus prononcées que la durée de l'essai est prolongée.

4. Eléments de modélisation de l'adoucissement des aciers martensitiques

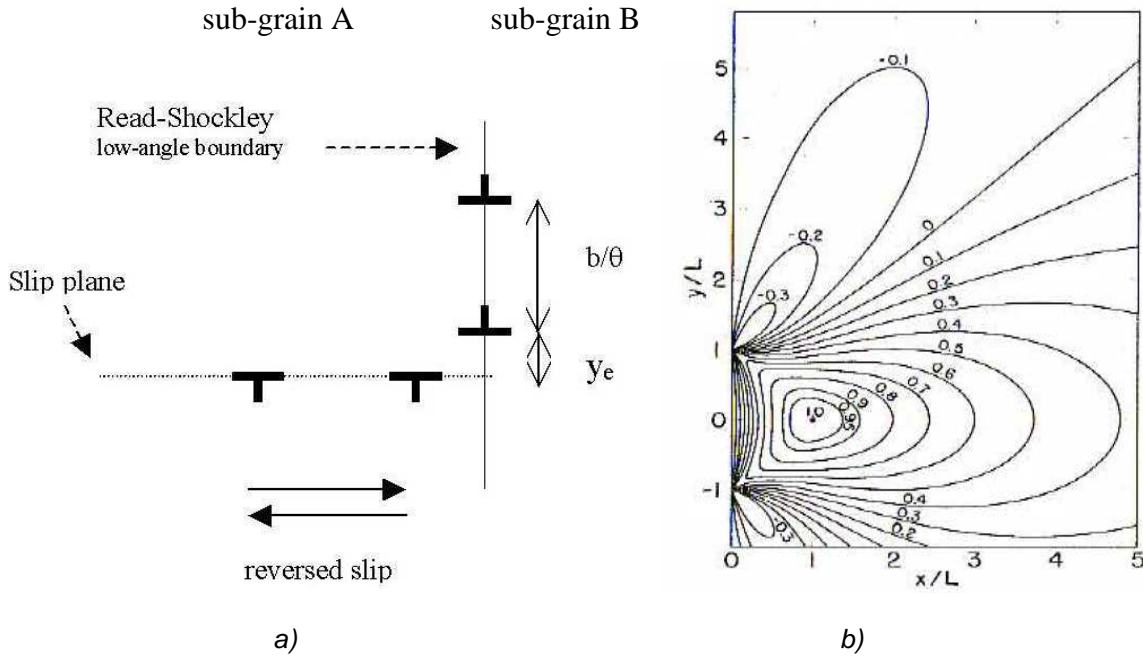


Fig. 9 a) interactions between mobile edge dislocations and parallel LAB edge dislocations (symmetric tilt LAB) (Bürgers vector length: b ; LAB misorientation : θ) (sauzay, 2005); b) isovalues of the shear stress, σ_{xy} , induced by a edge LAB of finite height, $2L$. The edge dislocations are infinite and perpendicular to the figure [34,35]. Stress unit: $\mu b/2\pi(1-\nu)h$ (shear elastic modulus: μ ; Poisson ratio: ν ; LAB inter-dislocation spacing: $h=b/\theta$).

En se fondant sur nos observations et celles de la littérature, nous avons proposé un modèle de disparition des sous-joints sous l'effet de la déformation viscoplastique cyclique ou monotone. D'après les observations en MET in situ [31,32] ou les calculs de Holec et Dlouhy [27], il semble que les sous-joints des aciers martensitiques revenus sont épinglés par les précipités et limités dans leurs déplacements. Nous avons donc supposé que les dislocations mobiles jouaient un rôle essentiel. D'après le modèle de Read et Shockley [56], les joints faiblement désorientés peuvent être représentés comme des réseaux de une, deux ou trois familles de dislocations [57]. Un exemple concernant un joint tilt symétrique (i.e. formé de dislocations coins identiques) est dessiné Fig. 9 a. Nous avons supposé que des annihilations entre dislocations mobiles et dislocations des sous-joints avaient lieu et pouvaient conduire à une réduction de la densité de dislocations dans les sous-joints et éventuellement à la disparition de certains d'entre eux. La taille de sous-grain s'en trouvait augmenté d'autant. Les calculs des évolutions des densités ou des désorientations d'un sous-joint formé d'une famille de dislocations coins ou vis sont décrits par exemple dans [55]. Le formalisme est proche de celui utilisé par Differt et Essmann [58] et est basé sur les densités de dislocations continues, les distances d'annihilation athermiques de deux coins (vis) parallèles et de signe opposée, y_e (y_s) [59] et les volumes d'annihilation correspondant. Il est ensuite nécessaire de calculer dans un bloc donné la probabilité d'activation d'un ou de plusieurs systèmes de glissement menant à annihilation (i.e. correspondant à des dislocations similaires à celles du sous-joint). Cette probabilité dépend du caractère vis ou coin des dislocations, du nombre de familles de systèmes de glissement et du nombre de système activé par bloc [29].

Un mur infini de dislocations coins parallèles n'induit pas de champ à longue portée. Les zones répulsives et attractives à courte portée (pour les dislocations parallèle de même signe) ont une hauteur équivalente à proximité du sous-joint ($\sim h$) [34,35]. Mais si le joint a une hauteur fini, $2L$, il existe un champ répulsif à longue portée ($\sim L$) mais aussi à courte portée (\sim quelques h) [34,35] (Fig. 9 b). A l'échelle d'un agrégat de sous-grains, et du fait des nombreux sous-joints présents, il ne semble pas exister de contrainte à longue portée supérieure à la contrainte macroscopique [60,61]. Mais les contraintes répulsives à plus courte portée mises en évidence par Li sur joint de hauteur finie expliqueraient pourquoi les dislocations coins mobiles de signes

opposés seraient attirées par le sous-joint tandis que les coins de même signe seraient repoussés. Des résultats similaires sont obtenus par Li [38,39] avec des joints formés de une ou deux familles de dislocations vis. Par souci de simplicité, nous n'avons donc considéré que le flux de dislocations mobiles de signe opposé à celles du sous-joint. Nous avons donc négligé tout mécanisme d'augmentation de la désorientation et de création de sous-joint.

Des calculs analytiques ont tout d'abord été menés en utilisant soit le modèle de Taylor [62] soit le modèle de Sachs [63]. La structure cristallographique est Cubique Centrée (BCC) et nous avons pris en compte 24 systèmes de glissement par bloc. A forte déformation, le modèle d'annihilation de sous-joint couplé avec le modèle de Taylor et une contrainte critique de franchissement des sous-joints proposée par Li [38,39] donne une évolution de l'amplitude de contrainte macroscopique en accord qualitatif avec les mesures expérimentales [29]. Le modèle de Sachs suppose un unique système de glissement activé par bloc, ce qui conduit à des probabilités d'activation des systèmes de glissement menant à annihilation des dislocations de sous-joints beaucoup plus faible que lorsque le modèle de Taylor est adopté (5 systèmes activés par bloc). Donc, à faible amplitude de déformation [51], le modèle de Sachs prévoit des adoucissements beaucoup plus faibles, ce qui est en accord avec les résultats d'essais et les observations (Figs 2 a et 8 a).

Nous avons aussi souhaité introduire le temps et la température dans ce modèle en supposant d'une part que les dislocations coins pouvaient monter sous l'effet de la diffusion de lacunes et d'autre part que l'hypothèse d'une répartition homogène des dislocations mobile n'était plus valide au-delà du premier cycle [55]. Les lacunes sont créées par annihilation de coins ou traînage de crans par les vis comme il est proposé dans la littérature. La température est supposée suffisamment élevée ($T \geq 600^\circ\text{C}$) pour que la cinétique soient uniquement pilotée par la création de lacunes [42]. La vitesse d'annihilation des sous-joints tilts symétriques dépend alors directement de l'amplitude de déformation viscoplastique du cycle, tout comme la baisse de contrainte induite (Fig. 10 b), ce qui est en accord avec les résultats d'essais (Fig. 2 a). Un léger effet de temps de maintien est aussi reproduit (Fig. 2 a). Cette approche devrait maintenant intégrer le glissement dévié des vis qui est aussi dépendant du temps et de la température.

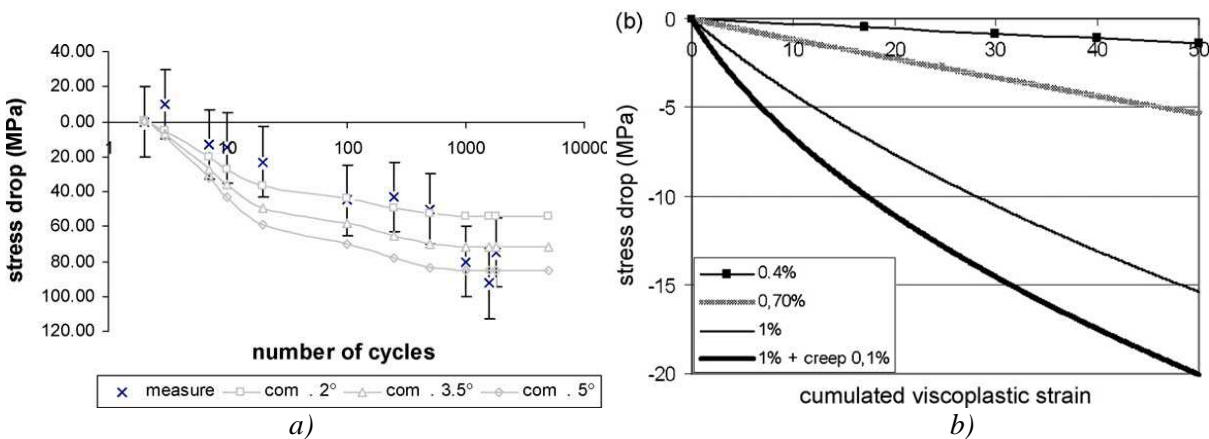


Fig. 10 a) comparison between predicted and measured backstress drops ($M=2.9$: Taylor factor). The initial misorientation values used for computations are 2° , 3.5° and 5° ; b) Simulated evolution of the stress amplitude drop with respect to the cumulative viscoplastic strain, $p=2N\Delta E^{vp}$ ($T=550^\circ\text{C}$) [29]. Influence of the applied strain amplitude and influence of the hold time for a fatigue strain variation $\Delta E_{fatigue}=1\%$. Symmetric tilt LABs. The following parameters are used: $\gamma_e=6b$, $\gamma_s=200b$ [59], $\rho=\rho_{tot}/10=1.6 \cdot 10^{13} \text{m}^{-2}$, (five activated slip systems and one-half edge/one half screw) $b=2.51 \cdot 10^{-10} \text{m}$, initial sub-grain size $d=0.7 \mu\text{m}$, initial misorientation: $\theta_0=5^\circ$, $M=2.9$ and the viscoplastic strain measured at the first cycle is used [42].

Grâce à une collaboration avec le Prof. G. Eggeler (Université de Bochum, Allemagne), nous avons utilisé comme entrées du modèle d'annihilation de sous-joints, des densités cumulées de désorientations entre sous-grains mesurées au FEG-EBSD [19,64,53]. Des mesures ont aussi été effectuées pendant et après fluage (minimum de la vitesse et fin de vie), ce qui nous a permis une comparaison entre histogrammes prédits et mesurés. Les déformations étant comprises entre 1 et 8%, nous avons utilisé le modèle de Taylor. Les paramètres du modèle sont alors essentiellement la répartition entre coins et vis dans les joints faiblement désorientés et les distances d'annihilation. Les comparaisons pour un acier martensitique sollicité à 650°C et un alliage FeCr produit par ECAP sollicité à 600°C (matériau modèle) montrent que les densités cumulées prédites sont en accord raisonnable avec les mesures FEG-EBSD [55] (Figs 11 a et b).

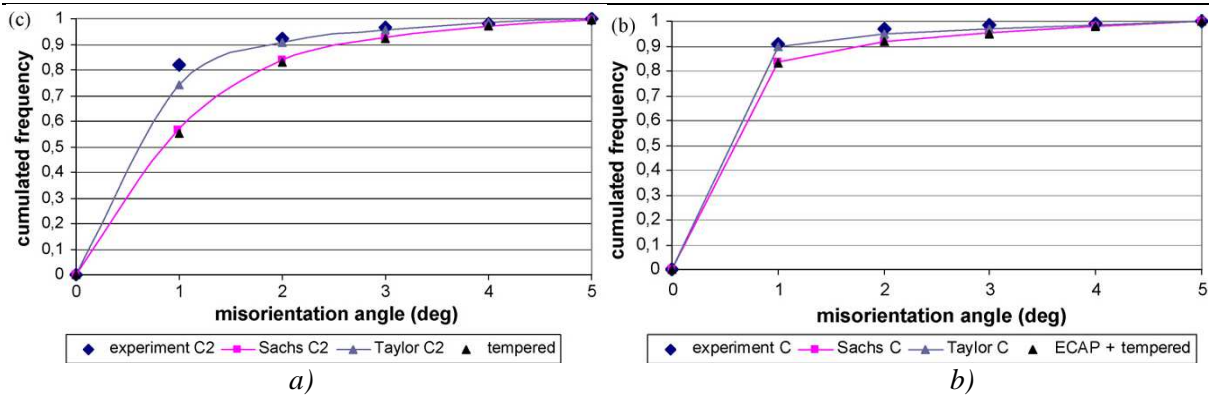


Fig. 11 a) Comparison between experimental and simulated frequencies of misorientations for the tempered martensite ferritic steel subjected to a tensile stress of 120MPa at 650°C. Experimental and simulated frequencies at the end of stage III (C2: measured strain: 8%) (experimental data: [19]; simulations: [55]); b) Comparison between experimental and simulated frequencies of misorientations for the ECAP-processed material with 10% Cr subjected to a tensile stress of 100MPa at 600°C. Experimental and simulated frequencies at the end of stage III (C: measured strain: 8%) (experimental data: [65,53,64]; simulations: [55]). LAB dislocations: edge: 50% and screw: 50%. Annihilation distances: $y_e \approx 1.6\text{nm}$ and $y_s \approx 50\text{nm}$ [59].

En se référant à une gamme large de distances d'annihilation variant selon les métaux/alliages et selon la température, nous avons aussi montré que les distances d'annihilation choisies dans cette gamme influençaient peu les prédictions. Mais, la nature des sous-joints est un paramètre plus sensible comme le montre la Fig. 12 a. Une connaissance plus approfondie des réseaux constituant les sous-joints s'avère donc nécessaire. D'après les observations de Caillard et Martin [60] sur de l'aluminium, 80% des sous-joints formés pendant le fluage sont constitués de deux familles de dislocations mixtes. Guttman a étudié les sous-joints des aciers martensitiques revenus [36]. Elle conclue en général à la présence de deux familles de dislocations mixtes de vecteur de Burgers de type $\langle 111 \rangle$. Des travaux sont en cours pour prendre en compte d'une part plusieurs familles de dislocations par sous-joint et d'autre part le caractère mixte de ces dislocations. Le précédent calcul de l'évolution des densités cumulées de désorientations entre sous-grains permet d'évaluer la croissance des sous-grains. En effet, d'après les résultats de Holec et Dlouhy [27], les joints tilt symétriques se disloquent sous l'effet d'une contrainte caractéristique du fluage des aciers martensitiques à 600°C seulement si la désorientation est inférieure à 0.3-0.5°. Ces angles critiques nous permettent d'évaluer la fraction de sous-joints "disloqués" i.e. tels que la désorientation soit devenue inférieure à 0.3-0.5° en cours de déformation. Comme les mesures des tailles de sous-grains sont connues, il est possible d'évaluer la fraction de joints faiblement désorientés disparus (dans un agrégat cubique 2D de cubes, le nombre de sous-grains par unité d'aire est inversement proportionnel au carré de la taille de sous-grain). Les simulations et les mesures sont en assez bon accord [55] (Fig. 12 b).

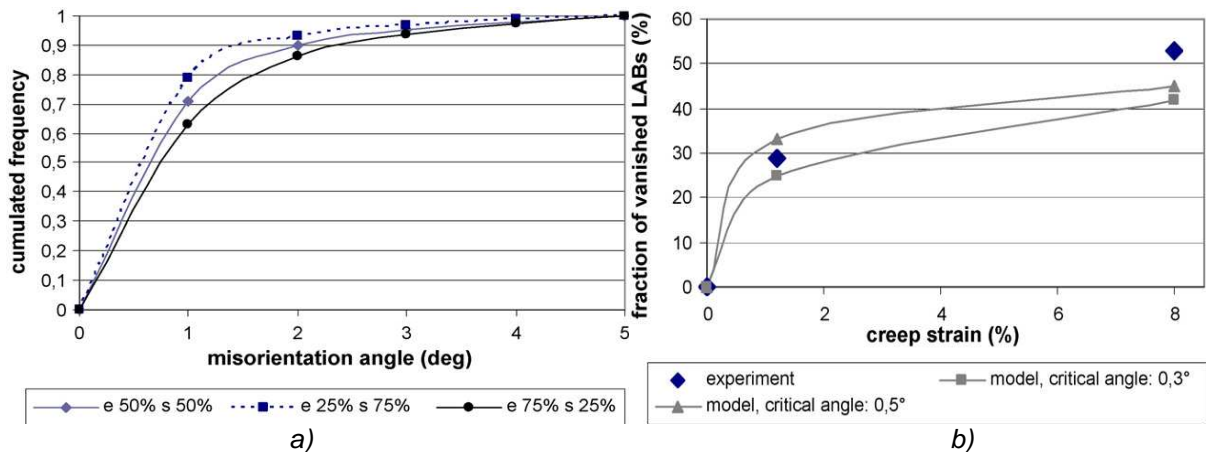


Fig. 12 a) influence of the fractions of edge and screw dislocations contained in the LABs. Three sets of LAB dislocation partition are used: edge: 50% and screw: 50%, edge: 25% and screw: 75% and edge: 75% and screw: 25%. Frequencies of misorientations computed for the tempered martensite ferritic steel subjected to a tensile stress of 120MPa at 650°C. Accumulated strain: 1,2% (C1); b) predicted fractions of vanished LABs depending on the critical misorientation angle for the LAB by passing precipitates [27]. Comparison with data computed using the mean sub-grain sizes measured by TEM [19]. LAB dislocations: edge: 50% and screw:

50%. Annihilation distances: $y_e \approx 1.6\text{nm}$ and $y_s \approx 50\text{nm}$ [59]. Taylor model. Tempered martensite ferritic steel subjected to a tensile stress of 120MPa at 650°C. A cumulated strain: 1,2% (C1) and 8% (C2).

Enfin, pendant sa thèse, B. Fournier a implanté un modèle polycristallin à champ moyen fondée d'une part sur une loi de localisation bloc \rightarrow polycristal [66] et d'autre part sur le modèle d'adoucissement à l'échelle du bloc (diminution du nombre de sous-joints selon l'activation des systèmes de glissement du bloc, et baisse inhérente de la contrainte interne calculé grâce au modèle d'empilement de Li [38,39]. Quelques paramètres doivent être identifiés (énergie et volume d'activation, cission critique initiale...). Les courbes expérimentales utilisées lors de l'identification sont la première boucle d'hystérésis mesurée pour les variations de déformation totale de 0.4% et 1% ainsi que la boucle d'hystérésis à mi-durée de vie pour une variation de 1%. A la différence du modèle de Taylor ou de Sachs, ce modèle prédit de manière naturelle un faible nombre de système activé à faible amplitude et un fort nombre à amplitude élevée. C'est ce qui est aussi prédit par les calculs EF cristallins [67]. Similairement aux résultats d'essais, l'adoucissement prédit est donc d'autant plus prononcé que l'amplitude de déformation est élevée (Figs 13 a et b). Toutefois, la vitesse d'adoucissement est en général surestimée. Parmi les causes possibles, citons : la présence d'une seule famille de dislocations par sous-joint et l'hypothèse de répartition homogène des dislocations libres. Enfin, le fait que l'évolution microstructurale soit respectivement hétérogène à faible amplitude et homogène à forte amplitude, s'explique qualitativement par des calculs polycristallins à champ moyen ou par EF cristallins [67]. Des résultats plus récents peuvent être trouvés dans [68]. Le nombre de paramètres matériau a été réduit et l'identification porte seulement sur la première montée en charge.

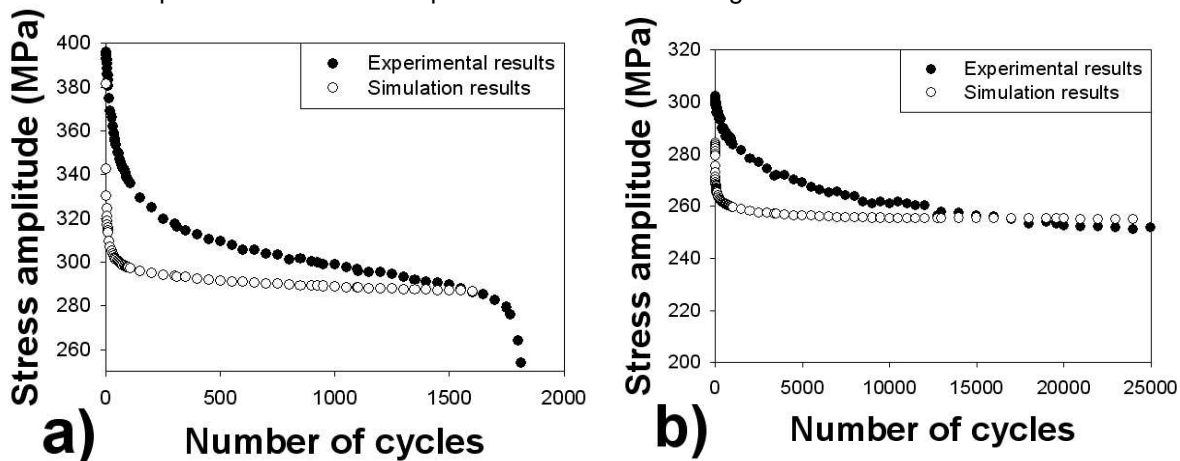


Fig. 13 numerical simulations of the cyclic softening depending on the applied strain amplitude a) $\Delta E=1\%$; b) $\Delta E=0.4\%$ [46].

5. Conclusions et perspectives concernant l'adoucissement des aciers martensitiques

La conception du futur réacteur à neutrons rapides à caloporteur sodium (SFR) a motivé de nombreuses études sur le comportement à haute température (450-600°C) en fatigue et/ou fluage, d'aciers martensitiques revenus. Depuis les années 80, l'instabilité de leur microstructure dans certaines conditions de chargement (fatigue, fluage) a été mise en évidence dans la littérature. Cette instabilité conduit à un adoucissement qu'il convient de comprendre et de prédire.

Nous avons particulièrement étudié l'effet des chargements caractéristiques des conditions en service auxquelles seront soumis les composants du SFR (faibles amplitudes de déformation cycliques, longs maintiens en fluage), pour lesquelles les données expérimentales sont rares.

Un adoucissement cyclique notable est mis en évidence même pour des amplitudes cycliques correspondant à des contraintes plus faibles que la limite d'élasticité conventionnelle. Même si un ralentissement de l'adoucissement en cours de cyclage est observé, aucune saturation n'est constatée. Un cyclage de plusieurs millions de cycles à très faible amplitude conduit à des vitesses de fluage 100 fois supérieures à celles mesurées sur le matériau de base. Les essais de fluage long terme (durées de vie 10-20 ans) se caractérisent par un stage secondaire assez limité suivi par un long stade tertiaire dû à l'accélération des vitesses de déformation induite par l'adoucissement progressif du matériau. La rupture a lieu par une striction qui n'est visible macroscopiquement que lors des derniers % de la durée de vie. Une cavitation intergranulaire est observée pour les plus longues durées de vie mais elle n'affecte pas le caractère prédictif de la loi de Monkman-Grant qui lie vitesse de déformation stationnaire et durée de vie.

Cette loi permet de réunir sur une courbe unique les résultats à rupture de nombreux aciers martensitiques, dans la gamme de température 500 à 650°C et pour de s durées de vie d'une dizaine d'heures à 10-20 ans.

Les observations en microscopie électronique en transmission mettent en évidence l'évolution de la microstructure initiale de martensite revenue caractérisée par une faible taille de sous-grain (~0.5µm) et une forte densité de dislocation (~2.10¹⁴m⁻²). Une croissance de la taille de sous-grain (facteur 2 à 3), une diminution de la densité de dislocations (facteur 2 à 4) et des précipitations pour les longues durées de vie en fluage sont observées. Les données quantitatives obtenues permettent la comparaison avec des modèles micromécaniques basés sur les densités de dislocations mobiles et les densités de dislocations dans les sous-joints.

Les évolutions de la microstructure et du comportement mécanique sont modélisées en se basant sur les mécanismes physiques décrits précédemment. La striction est simulée par un modèle d'instabilité mécanique en tenant compte de l'adoucissement des matériaux en cours de sollicitations. Les comparaisons entre prédictions et mesures expérimentales sont enfin encourageantes, tant aux échelles macroscopiques que microscopiques.

Références

- [1] Kim S, J. R. Weertman. Metall. Trans. A; 19:999, 1988.
- [2] Eggeler G. Acta Metall.; 37:3225, 1989.
- [3] P. Lukas, L. Kunz, V. Skelnicka, Mat. Sci. Eng. A129 249-255, 1990.
- [4] Vasina R, Lukas P, Kunz L, Sklenicka V. Fat. Fract. Eng. Mat. Struct.; 18:27, 1995.
- [5] Abé F, Nakazawa S, Araki H, Noda T. Met. Trans. A; 23:469, 1992.
- [6] Masuyama F. Hardness model for creep life assessment of high strength martensitic steels. Kyushu Institute of Technology, Japon, 2009.
- [7] Blum, W, Straub S, Vogler S. High temperature materials and processes; 12:31, 1993.
- [8] Giroux P-F, Dalle F, Sauzay M, Perez G, Tournié I, Rabeau V, Malaplate J, Van den Berghe, Fournier B, Gourgues A-F. Mat. Sci. Eng. A, 16-17, 3984-3993, 2010.
- [9] Lim R, Sauzay M, Gourgues A-F. European Conference on Fracture, Dresden, Allemagne, 2010.
- [10] Eggeler G, Nilsvang N, Ilschner B. Steel Research; 2:87, 1987.
- [11] Gaffard V. Experimental study and modelling of high temperature creep flow and damage behavior of 9Cr1Mo-NbV steels and weldments. Thèse Ecole des Mines de Paris, 2005.
- [12] Armas AF, Petersen C, Schmitt R, Avalos M, Alvarez I. J. Nucl. Mat.; 329-333:252, 2004.
- [13] Pesicka J, Dronhofer A, Eggeler G. Mat. Sci. Eng. A; 387-389:176, 2004.
- [14] Marder JM, Marder AR. Trans. ASME; 62:1, 1969.
- [15] Orlova A, Bursik J, Kucharova K, Sklenicka V. Mat. Sci. Eng. A; 245:39, 1998.
- [16] Cerri E, Evangelista E, Spigarelli S, Bianchi P. Mat. Sci. Eng. A, 245:285, 1998.
- [17] Polcik P, Sailer T, Blum W, Straub S, Bursik J, Orlova A. Mat. Sci. Eng. A; 260:252, 1999.
- [18] Ennis P, Czyrska Filemonowicz. OMNI; 1, 2002.
- [19] Dronhofer A, Pesicka J, Dlouhy A, Eggeler G. Z. Metallkd. ; 94:5, 2003.
- [20] Sawada K, Kubo K, Abé F. Mat. Sci. Eng. A; 319-321:784, 2001.
- [21] Kim S, Song B, Ryu W, Hong J. J. Nucl. Mat.; 329-333:299, 2004
- [22] Dubey JS, Chilukuru H, Chakravarty JK, Schwienheer M, Scholz A, Blum W. Mat. Sci. Eng. A ; 406:152, 2005.
- [23] Hald J. Materials at high temperature; 21:41 2004.
- [24] Dimmler G, Weinert P, Kozeschnik E, Cerjak H. Mater. Charact.; 51:341, 2003.
- [25] Sklenicka V, Kucharova K, Svoboda M, Kloc L, Bursik J, Kroupa A. Materials Characterization; 51:35, 2003.
- [26] Abé F, Horiuchi T, Taneike M, Kimura K, Muneki S, Igarahi. Dixième Joint International Conference on Creep and Fracture Engineering Materials and Structures, Prague, République Tchèque, p. 16, 2001.
- [27] Holec D, Dlouhy A., Z. Metallkd.; 96:6, 2005.
- [28] Kitahara H, Ueji R, Tsuji N, Minamino Y. Acta Mater.; 54:1279, 2006.
- [29] Sauzay M, Brillet H, Monnet I, Mottot M, Barcelo F, Fournier B, Pineau A. Mat. Sci. Eng. A; 400-401:241, 2005.
- [30] Caillard D, Martin JL. Acta Metall., 30:491, 1982.
- [31] Guettaz L, Miller JP, Urvoy S. Note Technique CEA/DTENS/SMP/LSMM 2002/128, 2003.
- [32] Blum W. Communication personnelle, 2009.
- [33] Abé F. Fourth int. conf. on recrystallization and related phenomena, Ensdai, Japon. Sakai T et Suzuki HG, éditeurs. 1999.
- [34] Li JCM. Acta Met.; 8:296, 1960.
- [35] Li JCM. Acta Met.; 8:563, 1960.
- [36] Guttmann D. Etude du revenu de la martensite dans les aciers faiblement alliés à 2% de manganèse. Influence de l'antimoine. Thèse de l'université d'Orsay, France, 1974.
- [37] McQueen HJ. Met. Trans. A; 8:807, 1977.

-
- [38] Li JCM. *Trans. Met. Soc. AIME*; 227:239, 1963.
- [39] Li JCM. *Theory of strengthening by dislocation groupings. Electron Microscopy and strength of metals.* Thomas G et Washburn J, éditeurs. Interscience Publishers, p. 713, 1963.
- [40] Fournier B, Sauzay M, Caës C, Mottot M, Noblecourt M, Pineau A. *Mat. Sci. Eng. A*; 437:197, 2006.
- [41] Höppel HW, Zhou ZM, Mughrabi H, Valiev RZ. *Phil. Mag. A*; 82:1781, 2002.
- [42] Sauzay M, Fournier B, Mottot M, Pineau A, Monnet I. *Mat. Sci. Eng. A*; 483:410, 2008.
- [43] Fournier B, Sauzay M, Caës C, Noblecourt M, Mottot M, 2006 a. *Mat. Sci. Eng. A*; 437:183, 2006.
- [44] Yaguchi M, Takahashi Y. *Int. J. Plast.*; 16:241, 2000.
- [45] Cottrell AH. *Dislocations and plastic flow in crystals*, Oxford University Press, 1953.
- [46] Fournier B. *Fatigue-fluage des aciers martensitiques à 9-12%Cr : comportement et endommagement.* Thèse Ecole des Mines de Paris et CEA Saclay. France, 2007.
- [47] Armas AF, Alvarez-Armas I, Petersen C, Avalos M, Schmitt R. *ESIS*; 29:45, 2002.
- [48] Fournier B, Sauzay M, Caës C, Noblecourt M, Mottot M, Allais L, Tournié I, Pineau A, 2009 a. *Met. Trans.*; 40:321, 2009.
- [49] Cailletaud G, Nouailhas D, Grattier J, Levailant C, Mottot M, Tortel J, Escaravage C, Héliot J, Kang S. *Nucl. Eng. Design*; 83:267, 1984.
- [50] Haney, Dalle, Sauzay. *Mat. Sci. Eng. A*, 510-511, 99-103, 2009.
- [51] Fournier B, Sauzay M, Mottot M, Brilllet H, Monnet I, Pineau A. *First International ECCO Conference*, Londres, Grande-Bretagne, 2005.
- [52] Fournier B, Sauzay M, Barcelo F, Rauch E, Renault A, Cozzika T, Dupuy L, Pineau A. *Met. Trans.*; 40:330, 2009.
- [53] Tak K-G, Schulz U, Eggeler G. *Mat. Sci. Eng. A*, 510-511, 2009.
- [54] Kimura M, Yamaguchi K, Hayakawa M, Kobayashi K, Kanazawa K. *Int. J. Fat.*; 28:300, 2006.
- [55] Sauzay M. *Mat. Sci. Eng. A*, 510-511, 74-80, 2009.
- [56] Read WT, Shockley W. *Phys. Rev.*; 78:275, 1950.
- [57] Sutton AP, Balluffi RW. *Interfaces in crystalline materials.* Oxford Science Publications, Oxford, 1995.
- [58] Differt D, Essmann U. *Mat. Sci. Eng. A* ; 164:295, 1993.
- [59] Essmann U, Mughrabi H. *Phil. Mag.* 40:731, 1979.
- [60] Caillard D, Martin JL, 1982 a. *Acta Metall.*, 30:437, 1982.
- [61] Sedlacek R, Blum W. *Comp. Mater. Sci.*; 13:148, 1998.
- [62] Taylor GI. *J. Inst. Metals* 62:307, 1938.
- [63] Sachs G, 1928. *Zeitschrift der VDI*; 72:734, 2002.
- [64] Tak KG. *Diplomarbeit*, University of Bochum, Allemagne, 2007.
- [65] Kosta A, Tak K-G, Hellmig RJ, Estrin Y, Eggeler G. *Acta Mater.*; 55:539, 2007.
- [66] Cailletaud G, Doquet V, Pineau A. *Cyclic multiaxial behaviour of an austenitic stainless steel: microstructural observations and micromechanical modelling.* Kussmaul K, McDiarmid D, Socie D, éditeurs. *Fatigue under biaxial and multiaxial loading.* Mechanical Engineering Publications, London, p. 131, 1991.
- [67] Sauzay M, Evrard P, Steckmeyer A, Ferrié. *Procedia Eng.*; 2:531,2010.
- [68] Giroux PF, Dalle F, Sauzay M, Caës C, Fournier B, Morgeneyer T, Gourgues AF. *Procedia Eng.*; 2:2141,2010.