

Aciers inoxydables austénitiques à l'état non-irradié

Dans les internes de cuve des REP actuels, les aciers inoxydables austénitiques de la série AISI 300 sont employés : 304L hypertrempé (304L Hyp) comme matériaux de structure, pour le cloisonnement et les renforts, ainsi que 316/316L écroui (316/316L E) pour la visserie. L'acier 316L à très bas carbone a été largement utilisé par l'industrie nucléaire française. Il possède une très bonne résistance à la corrosion intergranulaire par rapport à sa nuance de base. Les dénominations, les spécifications chimiques des aciers pour l'industrie nucléaire et les compositions chimiques des matériaux de référence étudiés au sein du CEA [Pokor (2003), Garnier (2007), Renault et al. (2009) et Cissé (2012)] sont données dans les **Tableau 1.1** et **Tableau 1.2**.

N°	Norme AISI	Norme AFNOR	Références indicatives
1	304L	X2 CrNi19-10	Pokor (2003), Garnier (2007), Renault et al. (2009), Renault et al. (2010) et Renault et al. (2011)
2	304L	X2 CrNi 18-8	Cissé (2012)
3	316	X5 CrNiMo 17-11-2	Pokor (2003); Garnier (2007)
4	316L	X2CrNiMo17-12-2	AFNOR NFA 35573/574

Tableau 1.1 : Dénominations des aciers suivant la norme américaine AISI et la norme française AFNOR.

Nuance	C	S	P	Si	Mn	Ni	Cr	N	Mo	Cu	Co	B
304L (spéc.)	<0.035	<0.03	<0.04	<1	<2	[9;10]	[18.5;20]	<0.08	-	<1	<0.2	<15ppm
304L (Réf. 1)	0.022	7ppm	0.032	0.36	1.79	9.86	18.61	0.061	-	0.25	0.064	9ppm
304L (Réf. 2)	-	0.026	0.023	0.42	1.50	8.25	18.3	-	0.32	0.25	0.05	0.001
316 (spéc.)	[0.03;0.08]	<0.03	<0.035	<1	<2	[10;14]	[16;18]	-	[2.25;3]	<1	<0.2	-
316 (Réf. 3)	0.054	0.022	0.027	0.68	1.12	10.60	16.60	0.023	2.25	0.24	0.12	9ppm

Tableau 1.2 : Spécifications chimiques des aciers pour le nucléaire [RCC-M (1988)] et compositions chimiques des matériaux étudiés au sein du CEA (% en masse), avec les références citées dans le **Tableau 1.1**. Dans différentes nuances, le symbole « L » signifie la faible teneur en carbone.

Ces deux nuances de matériaux sont austénitisées à 1050°C pendant 30 minutes puis trempées à l'eau. Le matériau 316 E est utilisé à l'état écroui d'environ 12%. L'acier 304L Hyp possède des grains recristallisés d'un diamètre équivalent d'environ 40µm, contient peu de dislocations (densité initiale de l'ordre de grandeur de $10^{10}m^{-2}$) et une très faible quantité de ferrite ($\approx 1.3\%$). L'acier 316 E est presque purement austénitique et est utilisé à l'état écroui d'environ 12% résultant d'un écrouissage à froid lors de l'étirage des barres mères. Il contient moins de 0.07% de ferrite, une taille de grains

d'environ $40\mu\text{m}$, mais avec la présence de grains maclés et d'un réseau initial de dislocations très important (de l'ordre de grandeur de 10^{14}m^{-2}), sous forme de cellules de dislocations. Les microstructures pour ces deux matériaux à température ambiante sont montrées sur la **Figure 1.1**.

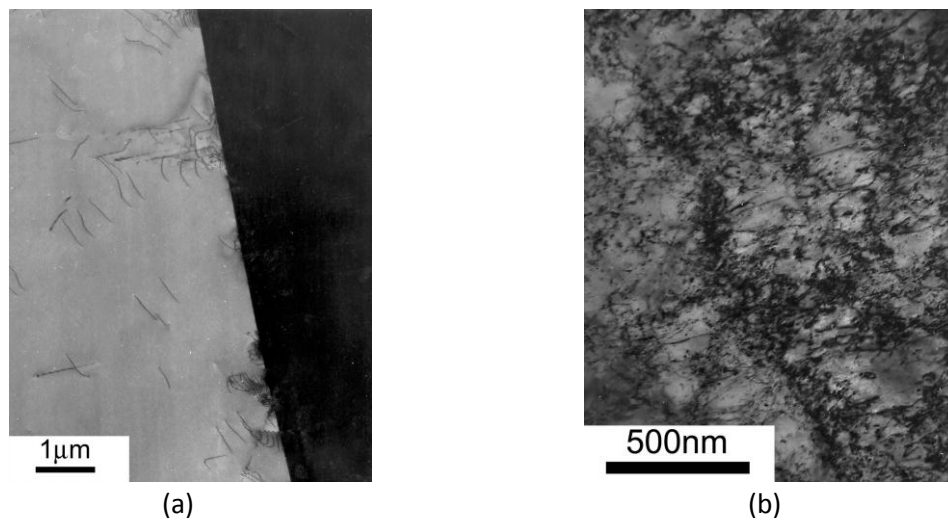


Figure 1.1 : Aspects microstructuraux en MET des aciers étudiés. (a) 304L Hyp ; (b) 316 E [Pokor (2003)].

Les aciers inoxydables austénitiques présentent un comportement élasto-viscoplastique. La **Figure 1.2** représente les courbes de traction des aciers 304 Hyp et 316 Hyp dans une large gamme de température entre -150°C et 450°C , réalisés à une vitesse de déformation de 10^{-3}s^{-1} . A basse température (-150°C , -100°C et -50°C sur la figure), une transformation martensitique intervient pour l'acier 304. Pour une température supérieure à la température ambiante, on observe une diminution de la limite d'élasticité et de l'allongement uniforme quand la température augmente. L'allongement après striction est relativement faible par rapport à l'allongement total. Entre 200°C et 400°C , l'influence de la température sur les propriétés mécaniques devient moins importante.

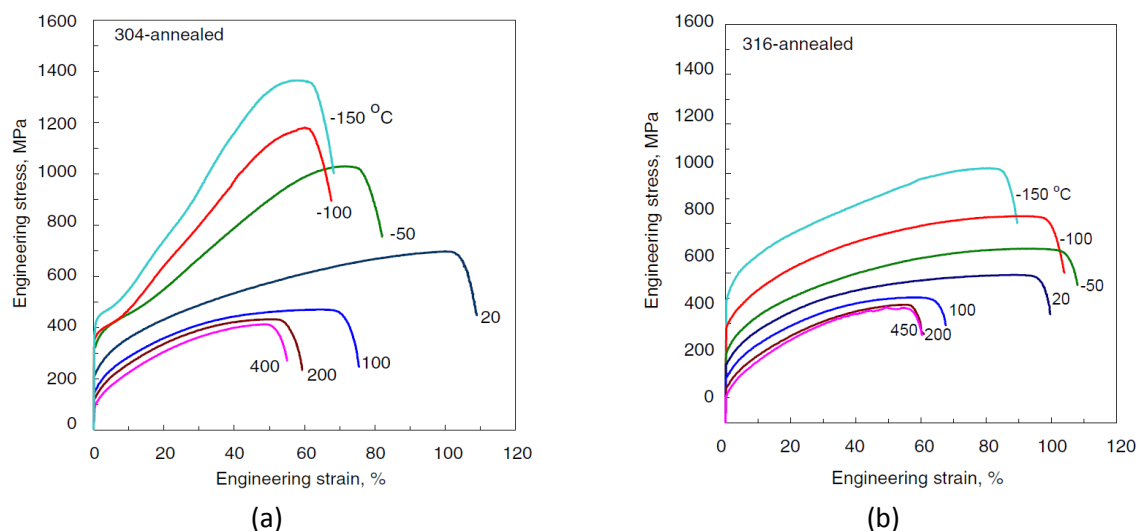


Figure 1.2 : Courbes de traction conventionnelles des aciers inoxydables austénitiques (a) 304 Hyp ; (b) 316 Hyp, obtenues pour des températures entre -150 et 450°C , pour une vitesse de déformation de 10^{-3}s^{-1} . [Byun et al. (2004)].

Sur la **Figure 1.2**, avec une augmentation de la température et pour une vitesse de déformation fixée à 10^{-3} s^{-1} , une forte augmentation du taux d'écrouissage pour les matériaux 304 Hyp et 316 Hyp est observée entre 20°C et 200°C. Par contre, entre 200°C et 450°C, le taux d'écrouissage reste quasiment constant. En outre, la sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation est positive à 20°C alors qu'elle devient négative à 400°C, avec une présence d'instabilités plastiques (effet Portevin-Le Chatelier) sur la courbe de traction (**Figure 1.3**). La sensibilité instantanée de la contrainte à la vitesse de déformation est très faible mais le vieillissement dynamique modifie fortement l'écrouissage [Kashyap et al. (1988), Shi et Northwood (1995), Samuel et al. (2002) et Garnier (2007)].

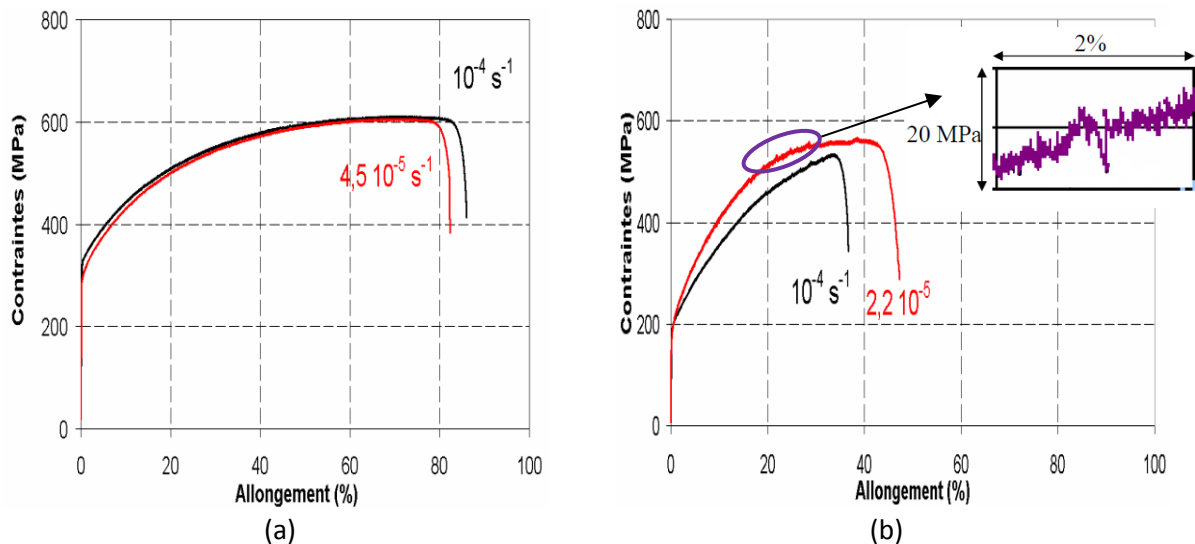


Figure 1.3 : Courbes de traction conventionnelles à différentes vitesses de déformation pour la nuance 304, (a) à 20°C, (b) à 400°C [Garnier (2007)].

Selon les différentes études, le phénomène de vieillissement dynamique pour les aciers austénitiques inoxydables à l'état non-irradié apparaît pour des températures entre 200°C et 800°C, dans une gamme de vitesse de déformation assez large (de 10^{-1} s^{-1} jusqu'à 10^{-7} s^{-1}). Quelques études du phénomène de PLC sur d'autres aciers inoxydables austénitiques sont reportées dans le **Tableau 1.3**.

Aciers AISI de la série 300	Référence
304, 304L, 303	de Almeida et al. (1998)
310	Shi et Northwood (1995)
316L, 316NG	Ehrnstén et al. (2005)
304, 316, 316LN	Byun et al. (2004)
316L	Kashyap et al. (1988)

Tableau 1.3 : Etudes du vieillissement dynamique sur différentes aciers inoxydables austénitiques.

1.2 Effets d'irradiation

1.2.1 Quelques notions : irradiation neutronique, réacteurs nucléaires

L'irradiation neutronique au sein des réacteurs nucléaires peut être caractérisée par différents paramètres : le spectre d'énergie, le flux et la fluence.

Le spectre d'énergie représente la répartition en énergie du nombre de neutrons par unité de temps et de surface. Dans un REP, le spectre d'énergie peut être très large, jusqu'à environ 10-20MeV (**Figure 1.4**). Dans ce spectre, on peut distinguer trois domaines énergétiques : un domaine thermique avec l'énergie des neutrons $E < 1\text{eV}$, un domaine rapide avec $E > 0.1\text{MeV}$ (voire 1MeV) et entre ces deux domaines un domaine intermédiaire de ralentissement, dans lequel le spectre est dit mixte.

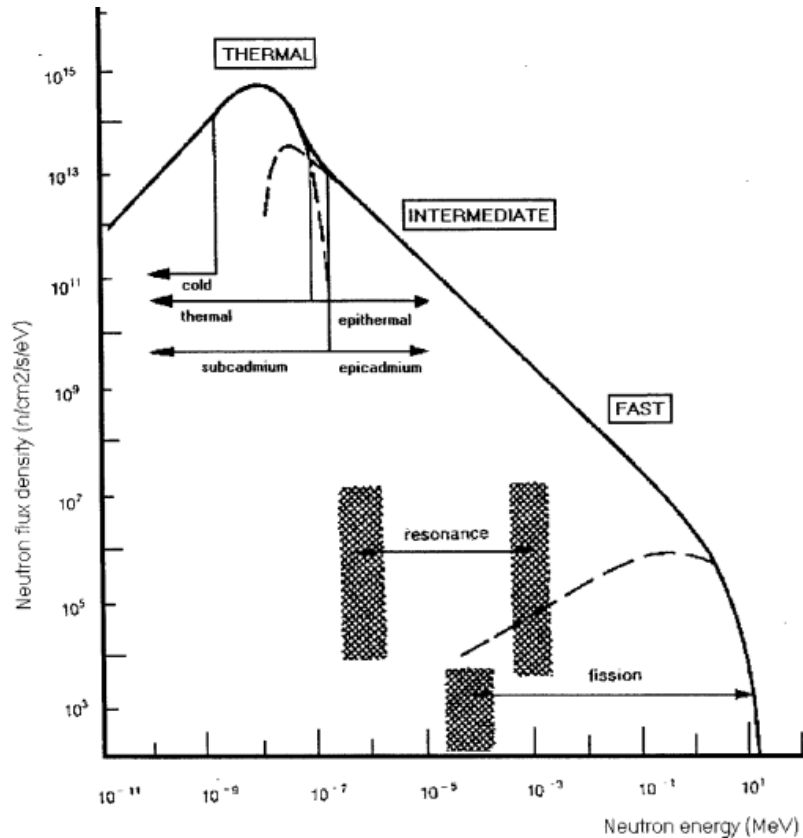


Figure 1.4 : Spectre neutronique pour un REP typique [IAEA (1970)].

Le flux neutronique représente le nombre de neutrons d'un certain domaine énergétique reçu par le matériau, au travers une surface unitaire pendant une seconde. Il dépend de la position au sein d'un réacteur. La fluence est l'intégrale du flux sur le temps. Pour caractériser le dégât d'un matériau irradié considéré, on introduit ici la notion de dose d'irradiation en déplacement par atome (dpa), qui compte le nombre de déplacements que subit chaque atome dans son réseau cristallin, donnée par le produit de la section efficace de déplacement effectif moyennée sur le spectre d'énergie et de la fluence.

Conventionnellement, on considère que seuls des neutrons rapides peuvent provoquer les principaux défauts ponctuels au sein d'un matériau. Par conséquent, les paramètres sont relatifs aux neutrons rapides qui possèdent des énergies supérieures à 0.1MeV (on considère $E > 1\text{MeV}$ en France, pour les neutrons rapides).

Un REP a un spectre mixte, avec un flux maximal de $1 \cdot 10^{-7} \text{dpa/s}$. Afin de réaliser des expériences pour étudier l'évolution des propriétés mécaniques et de la microstructure des aciers inoxydables austénitiques sous irradiation, un moyen direct est d'utiliser des composants remplacés au sein du cœur du REP (*e.g.* des vis de liaison) ou des échantillons du programme de surveillance placés dans des capsules d'irradiation situées à l'extérieur de l'enveloppe de cœur. Une autre façon de faire est de

simuler un environnement d'irradiation par le bombardement à l'aide d'autres particules, ou de réaliser des essais sur les échantillons irradiés en réacteurs expérimentaux, qui permettent de comparer et d'analyser des résultats des essais selon différentes conditions d'irradiation. Les conditions d'irradiation pour quelques réacteurs expérimentaux et pour les REP sont présentées dans le **Tableau 1.4**. Grâce à un fort flux neutronique et à un spectre très énergétique, les Réacteurs à Neutrons Rapides (RNR) peuvent fournir une anticipation des endommagements microstructuraux à la fin de durée de fonctionnement des REP. Par contre, le réacteur OSIRIS qui est aussi un réacteur à spectre mixte, permet de simuler qualitativement les conditions d'irradiation dans les REP, y compris la production d'hélium et d'hydrogène par les transmutations du Nickel et du Bore. Les taux de production d'Hélium par les réacteurs à spectre mixte ($\sim 15 \text{ appm/dpa}$) sont beaucoup plus élevés que ceux des RNR. Après 40 ans de fonctionnement, la dose maximale reçue par les composants des internes de cuve est estimée à 100 dpa.

Réacteur	Type	Temp. (°C)	Flux (dpa/s)
EBR-II (USA)	Neutrons rapides	~ 375	$\sim 1.4 \cdot 10^{-6}$
BOR-60 (Russie)	Neutrons rapides	~ 330	$\sim 9.4 \cdot 10^{-7}$
PHENIX (France)	Neutrons rapides	~ 385	$\sim 1 \cdot 10^{-6}$
OSIRIS (France)	Neutrons à spectre mixte	~ 330	$\sim 2.9 \cdot 10^{-7}$
REP	Neutrons à spectre mixte	280~380	$\sim 0.8 \cdot 10^{-7}$

Tableau 1.4 : Conditions d'irradiation pour quelques réacteurs expérimentaux et pour les REP.

Pour les composants dans un réacteur, en comptant tout le spectre d'énergie des neutrons, un dommage de 1 dpa est équivalent à une fluence ($E > 1 \text{ MeV}$) de $6.5 \cdot 10^{20} \text{ n/cm}^2$ en REP et REB (**Figure 1.5**) et à une fluence de $3.6 \cdot 10^{20} \text{ n/cm}^2$ en RNR [Lemaignan (2004)].

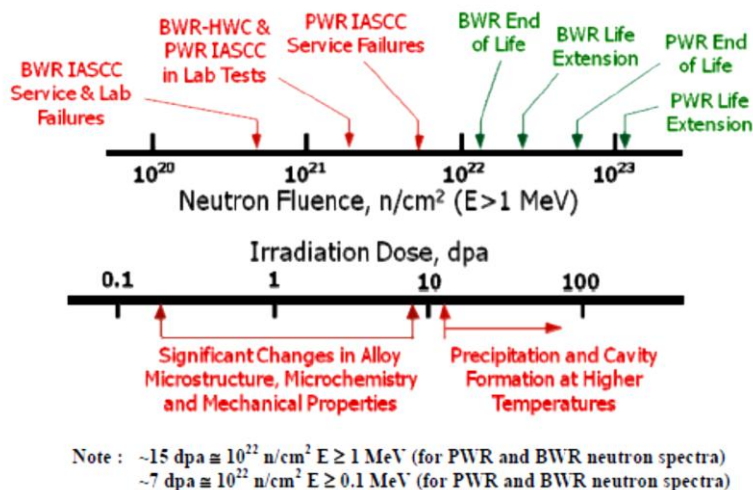


Figure 1.5 : Conversion fluence-dose en REP et REB [Bruemmer et al. (1999)].

1.2.2 Evolution des propriétés mécaniques due à l'irradiation

On ne s'intéresse ici qu'à l'effet d'irradiation sur les propriétés mécaniques des aciers inoxydables austénitiques en comportement monotone, à une température entre 250°C et 400°C. En raison d'une modification microstructurale sous irradiation (qui sera détaillée dans la section suivante), l'évolution macroscopique des propriétés mécaniques des aciers inoxydables austénitiques irradiés peut se traduire par :

- un durcissement,
- une perte de ductilité,
- une localisation de la déformation plastique,
- une perte de ténacité.

D'une manière générale, l'irradiation provoque un durcissement par une augmentation de la limite d'élasticité, et une diminution de la ductilité des aciers austénitiques. Pour les faibles doses jusqu'à une dizaine de dpa, et dans le domaine de température qui nous intéresse, le matériau montre une forte augmentation de la limite d'élasticité s'accompagnant d'une forte perte de ductilité. Au-delà d'une dose critique, une saturation de ces effets peut être observée (**Figure 1.6** et **Figure 1.7**). L'allongement uniforme devient très faible après la saturation, c'est-à-dire que la limite d'élasticité et la contrainte ultime sont quasiment égales. Les matériaux irradiés présentent toujours, à moyennes vitesses de déformation ($\sim 10^{-3} \text{s}^{-1}$), un comportement ductile, avec une phase d'adoucissement en raison de la localisation de la déformation plastique. L'allongement total se stabilise à environ 10%. On remarque que la saturation des propriétés mécaniques due à l'irradiation est légèrement plus rapidement atteinte pour les matériaux 304 que pour les matériaux 316 [Brager et al. (1984)].

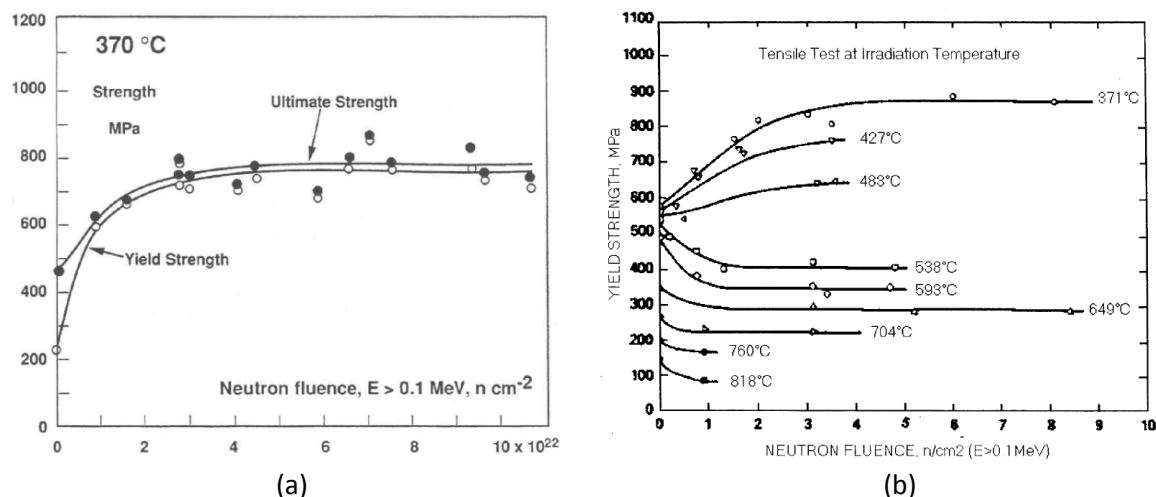


Figure 1.6 : (a) Evolution de la limite d'élasticité et de la limite à la rupture en fonction de la fluence pour le matériau 304L irradié à 370°C dans EPR-II [Holmes et Straalsund (1977)], (b) Evolution de la limite d'élasticité en fonction de la fluence pour le matériau 316L irradié à différentes températures [Garner et al. (1981)].

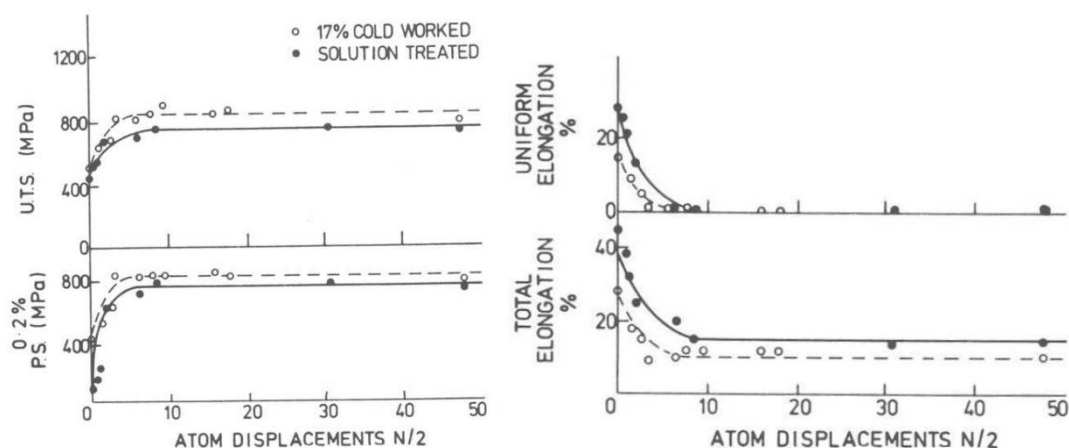


Figure 1.7 : Evolution des propriétés mécaniques en fonction de la dose pour le matériau 316L irradié à l'état écroui ou hypereutecté à 300°C [Bagley et al. (1987)].

L'effet de la vitesse de déformation sur la contrainte des aciers austénitiques irradiés est moins remarquable qu'à l'état non-irradié. La **Figure 1.8** représente les courbes de traction à 320°C pour 2 vitesses, d'un acier stabilisé au titane 08Kh18N10T, dont la composition chimique est proche de celle de l'acier AISI 321, irradié dans un réacteur russe VVER 440. Bien que la sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation soit très faible au niveau de la limite d'élasticité et de la résistance mécanique, la phase d'adoucissement est modifiée. On présente les données concernées dans le **Tableau 1.5** sur l'influence de la vitesse sur les propriétés mécaniques de l'acier 304L irradié à 8.1dpa et à 375°C dans le réacteur expérimental EBRII à l'INL (USA). Les résultats confirment que dans une large gamme de vitesse, le comportement mécanique du matériau est peu sensible à la vitesse de déformation.

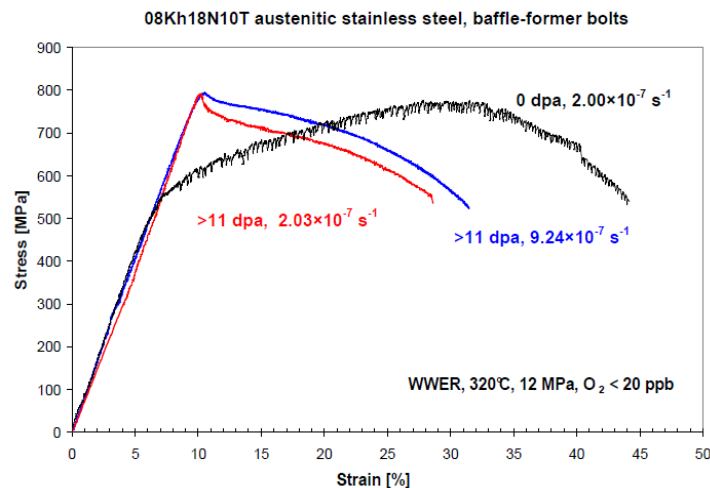


Figure 1.8 : Courbes de traction conventionnelles, réalisées par les échantillons des vis renfort-cloison, dans un réacteur VVER, essai en milieu simulé VVER à 320°C [Ernestová et al. (2010)].

$\dot{\epsilon}$ (s ⁻¹)	$R_{e0.2}$ (MPa)	R_m (MPa)	A_u (%)
1. 10 ⁻¹	721	729	0.41
3. 10 ⁻⁴	710	716	0.34
1. 10 ⁻⁶	706	722	0.40

Tableau 1.5 : Effet de la vitesse de déformation sur les propriétés mécaniques de l'acier 304L irradié à 8.1dpa et à 375°C, et testé à 375°C dans le réacteur EBRII [Garnier (2007)].

La température d'irradiation est l'un des facteurs qui influence le plus les propriétés mécaniques des aciers inoxydables austénitiques. On reporte sur la **Figure 1.9(b)** l'évolution de la limite d'élasticité en fonction de la fluence pour l'acier 316L à différentes températures d'irradiation. Il est à noter que la limite d'élasticité du matériau irradié évolue avec la température d'irradiation, ce qui peut être interprété par deux phénomènes physiques [Holmes et Straalsund (1977)] :

- $T_{irr} < 500^\circ\text{C}$: un durcissement dû à la création des défauts de l'irradiation ;
- $T_{irr} > 500^\circ\text{C}$: un adoucissement induit par la restauration thermique de l'écrouissage ;
- $T_{irr} \approx 500^\circ\text{C}$: une compétition de ces deux phénomènes physiques.

La **Figure 1.9(a)** montre l'effet de la température d'irradiation sur la limite d'élasticité de différents aciers austénitiques irradiés entre 10 et 15dpa. Dans l'intervalle des températures entre 250°C et 400°C, la limite d'élasticité ne varie pas beaucoup. Le durcissement maximal est atteint au voisinage de 300°C. Une faible influence de la température d'irradiation à 20°C et 277°C sur le

durcissement calculé par $\Delta\sigma_{0.2} = \sigma_{0.2}^{\text{irradié}} - \sigma_{0.2}^{\text{non-irradié}}$ est aussi montré sur la **Figure 1.9(b)**, pour les aciers 304L et 316L.

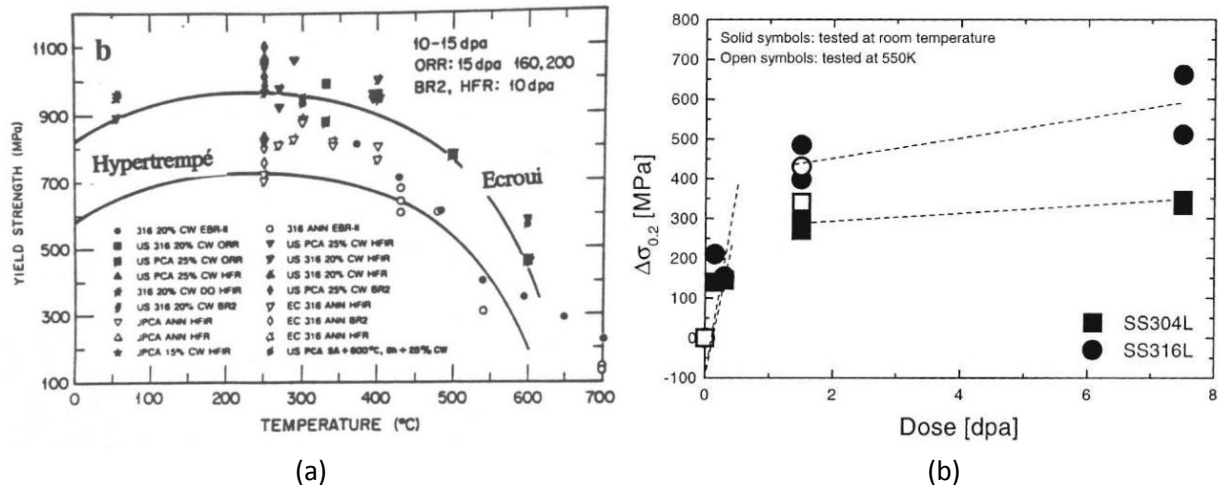


Figure 1.9 : (a) Effet de la température d'irradiation sur la limite d'élasticité des aciers austénitiques irradiés [Odette et Lucas (1991)], (b) Variation du durcissement avec la dose pour les matériaux 304L et 316L, à température ambiante et à 550K. Les températures d'irradiation et d'essai sont identiques [Bailat et al. (2000)].

Les **Figure 1.10** et **Figure 1.11** représentent l'évolution des propriétés mécaniques en fonction de la température d'essai, pour les aciers 316 et 304 irradiés à 466°C et 370°C. La limite d'élasticité décroît avec l'augmentation de la température d'essai. L'allongement uniforme et l'allongement total diminuent fortement quand la température d'essai est inférieure à celle d'irradiation. Pour une température d'essai plus élevée, la diminution de l'allongement total devient faible.

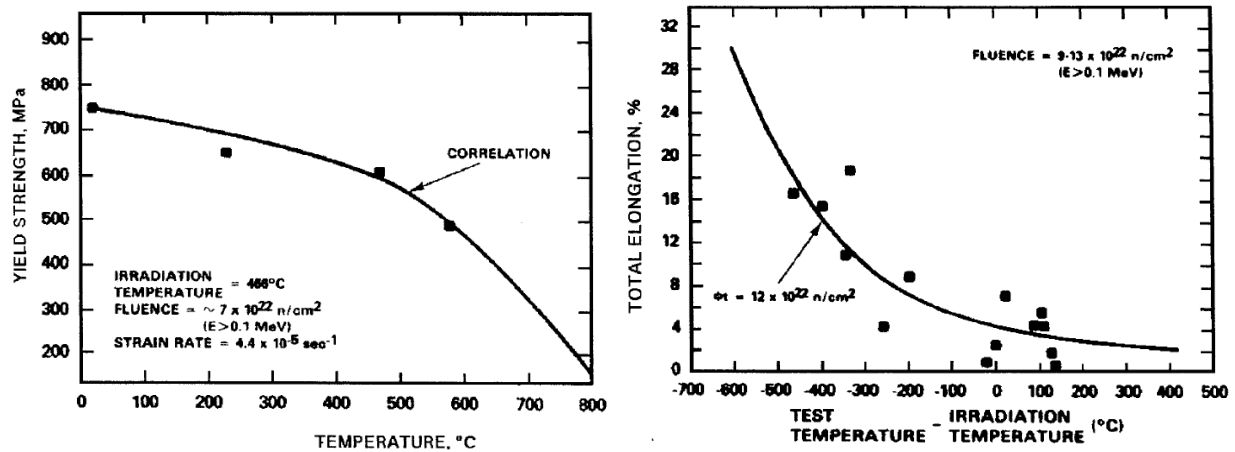


Figure 1.10 : Effet de la température d'essai sur la limite d'élasticité et l'allongement total d'un acier 316 irradié à 466°C [Hamilton et al. (1982)].

Sur les **Figure 1.12** et **Figure 1.13**, on présente les courbes de traction des aciers inoxydables austénitiques 304L Hyp, 316L Hyp et 316 E données dans les littératures [Averty et al. (1998), Averty et al. (1999), Alamo et al. (2000), Brachet et al. (2001), Pokor (2003), Pokor et al. (2004a) et Pokor et al. (2004b)]. Les matériaux étudiés sont irradiés dans les réacteurs OSIRIS et BOR-60, à 330°C. Ces résultats montrent un très bon accord avec l'évolution des propriétés mécaniques présentée dans cette section.

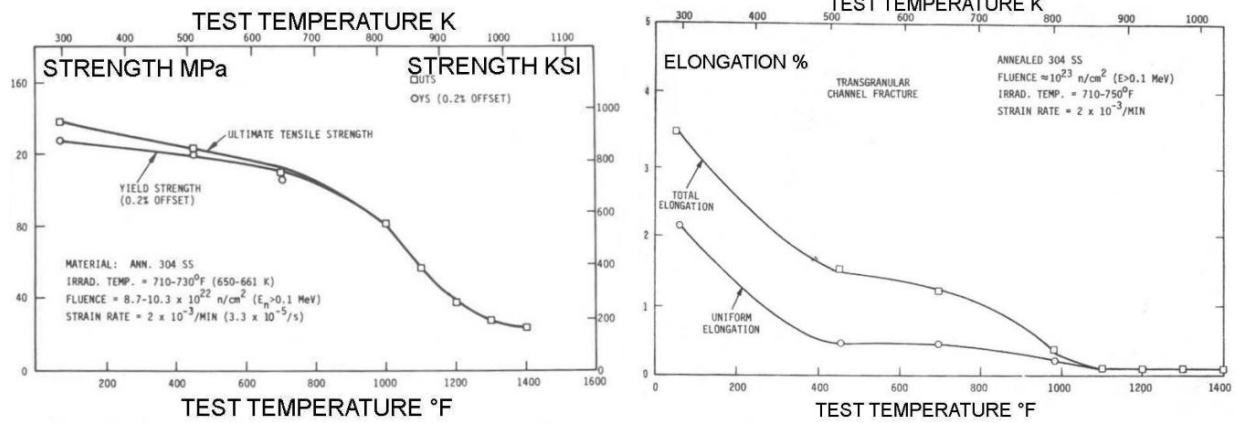


Figure 1.11 : Effet de la température d'essai sur la limite d'élasticité et l'allongement uniforme d'un acier 304 irradié à 370°C [Fish et Hunter (1976)].

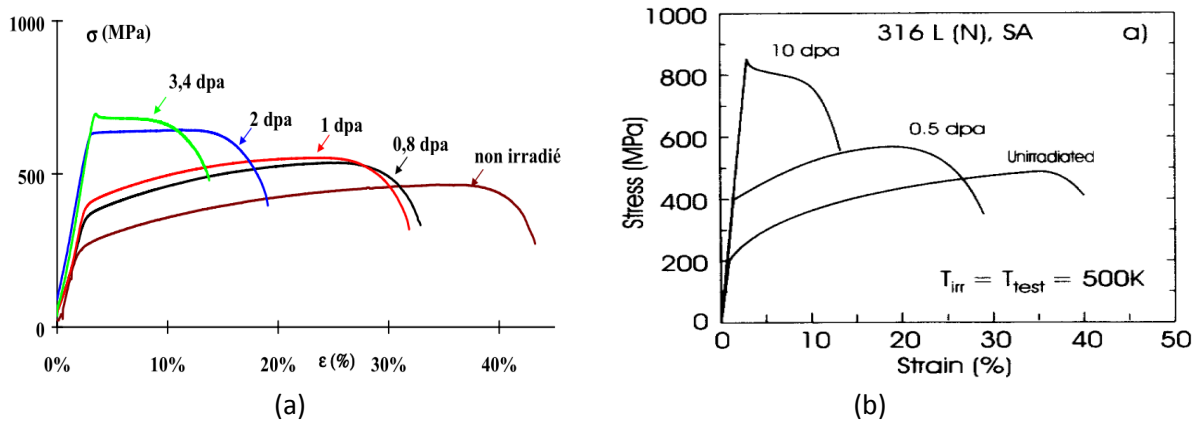


Figure 1.12 : Courbes de traction : (a) d'un acier 304L Hyp, irradiés à différentes doses dans OSIRIS à 330°C et testés à 330°C, avec le module d'Young non corrigé [Pokor (2003) et Pokor et al. (2004a)], (b) d'un acier 316L Hyp, irradiés à différentes doses [de Vries (1990)].

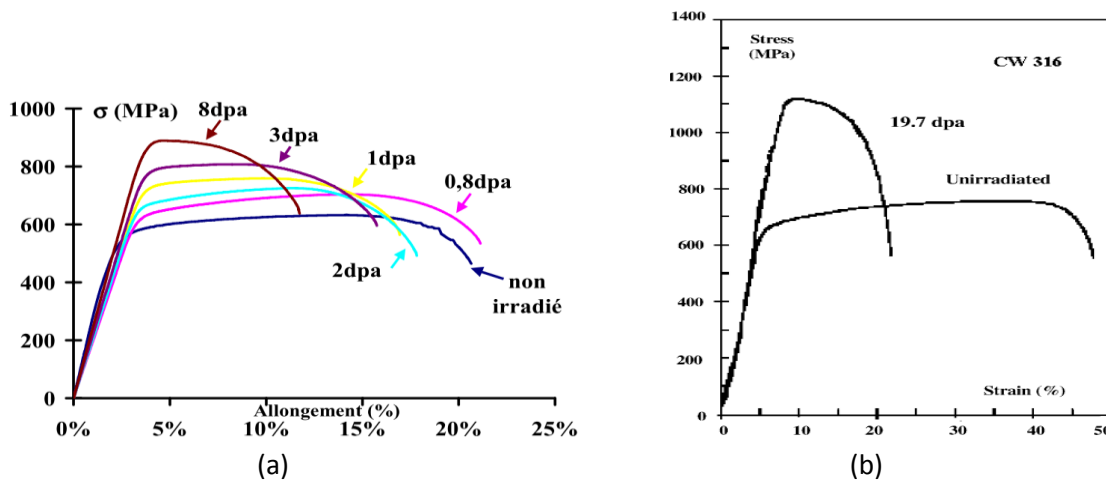


Figure 1.13 : Courbes de traction : (a) d'un acier 316 E, irradiés à différentes doses dans OSIRIS à 330°C et testés à 330°C, avec le module d'Young non corrigé [Pokor (2003)], (b) d'un acier 316 E, irradiés à différentes doses dans BOR-60 à 330°C et testés à 330°C [Pokor et al. (2004b)].

La forte diminution de la ductilité due à l'irradiation a une implication significative sur la perte de ténacité dans les aciers austénitiques [Lucas et al. (1996)]. Cependant, cette dernière est très peu étudiée, spécialement dans les conditions d'irradiation des REP. Quelques données sur la variation de

la valeur critique de l'énergie à la rupture J_Q (ou J_{Ic}) des aciers 304, 304L et 316 avec la fluence sont présentées sur la **Figure 1.14**. On note ici que J_{Ic} peut être directement liée à la ténacité K_{Ic} , par la formule : $J_{Ic} = K_{Ic}^2(1-2\nu)/E$, avec E le module de Young et ν le coefficient de Poisson. On observe une forte perte de la ténacité des aciers austénitiques quand la fluence augmente. J_Q (ou J_{Ic}) présentent une dépendance similaire avec la fluence. Comme le montre le **Tableau 1.6**, la ténacité K_c des aciers de type 316 à des doses de 4dpa et 10dpa ne change pas beaucoup. Un régime stationnaire est probablement atteint. L'effet de la température sur la ténacité à la rupture est présenté sur le **Figure 1.15**. Pour une température supérieure à environ 100°C, la ténacité à la rupture J_Q de l'acier 316 irradié à 3dpa décroît quand la température augmente.

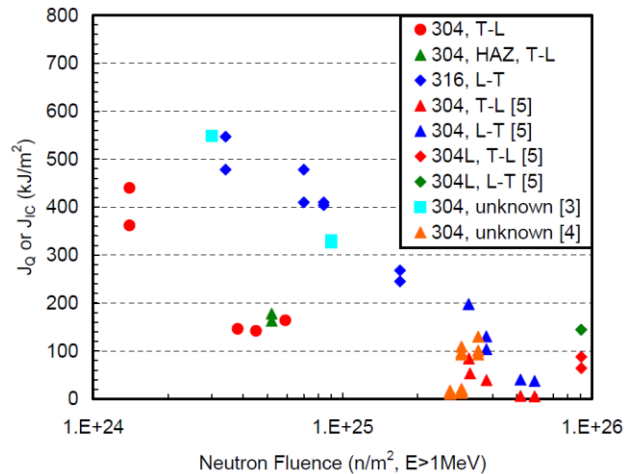


Figure 1.14 : Effet de la fluence sur la ténacité à la rupture des aciers 304, 304L et 316, selon différentes orientations des éprouvettes CT. Les échantillons testés dans la littérature présentée sont irradiés dans un BWR, et testés à 288°C. Les conditions d'irradiation et d'essai des données issues d'autres littératures ne sont pas être précisées [Torimaru et al. (2010)].

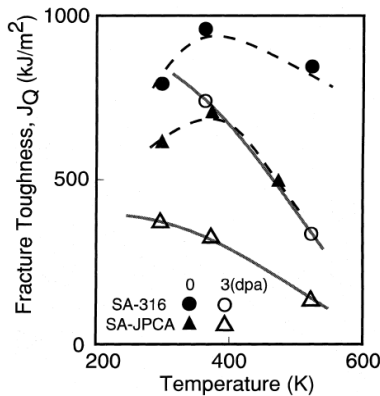


Figure 1.15 : Effet de la température sur la ténacité des aciers 316 et JPCA, non-irradiés et irradiés à 3dpa dans le réacteur HFR [Jitsukawa et al. (1999)].

Acier	Dose (dpa)	T_{test} (°C)	K_c (MPa.m ^{1/2})
316L-Ti	~4	265	47
	~10		47
316L(N)	~4		46
	~10		37

Tableau 1.6 : Paramètre de la ténacité pour les aciers de type 316, irradiés à 4dpa et 10dpa dans le réacteur expérimental russe SM-2, testés à 265°C [Rodchenkov et al. (2009)].

1.2.3 Evolution microstructurale lors de l'irradiation

Comme pour la section précédente, on ne s'intéresse ici qu'à la microstructure induite par l'irradiation, dans les aciers inoxydables austénitiques, à une température entre 250 et 400°C.

Lors de l'irradiation neutronique dans les réacteurs, la fission nucléaire produit des interactions entre les neutrons incidents et les atomes du métal irradié, conduisant à une formation de défauts ponctuels dans le réseau cristallin. Si le neutron est assez énergétique ($>40\text{eV}$ pour les aciers inoxydables), il peut se produire un déplacement d'atome, ce qui permet de créer simultanément une paire de défauts ponctuels de Frenkel : une lacune et un auto-interstitiel. Si cet atome primaire du matériau (en anglais, PKA : *primary knock-on atom*) possède assez d'énergie pour réaliser des collisions avec d'autres atomes dans le réseau cristallin, on parle d'une cascade de déplacements, ce qui entraîne un certain nombre de lacunes et d'interstitiels. Pour les aciers inoxydables austénitiques utilisés comme matériaux des internes de cuve, la dose maximale reçue jusqu'à la fin de sa durée de fonctionnement nominale peut atteindre 100dpa, c'est-à-dire que chaque atome dans le matériau se déplace en moyenne 100 fois.

Dans la gamme de températures moyennes ($0.2T_{\text{fusion}} < T < 0.5T_{\text{fusion}}$), les défauts ponctuels peuvent évoluer par la migration de ces défauts. Influencés par la température, la densité des puits (cavités, dislocations, boucles de dislocations, joints de grains, surfaces libres ou précipités) et le flux, ils vont pouvoir produire une recombinaison, une annihilation sur les puits, ou une agglomération pour former des défauts plans ou volumiques. Les principales évolutions microstructurales induites par l'irradiation en moyenne température sont présentées ci-dessous :

- l'évolution du réseau initial de dislocations
- la formation d'une nouvelle microstructure de dislocations
- la formation des bulles de gaz ou/et des cavités
- la ségrégation sur les puits
- la précipitation de seconde phase
- la formation de bandes claires

1.2.3.1 Evolution du réseau initial de dislocations

L'étude de la microstructure sur l'acier de type 316 E irradié montre que le réseau initial de dislocations associé à l'écrouissage tend à disparaître lorsque la dose d'irradiation augmente [Azam et al. (1973), Maziasz (1992), Boulanger et al. (1996), Pokor et al. (2004c) et Edwards et al. (2009)]. La microstructure initiale du matériau est constituée de macles et de dislocations organisées en cellules, selon le taux d'écrouissage [Boulanger, 1996; Garnier, 2007]. Les dislocations sont considérées comme les puits préférentiels pour les interstitiels à moyenne température, car elles interagissent plus fortement avec le champ de déformations d'un interstitiel qu'avec celui d'une lacune. Ceci provoque leur montée suivie par leur annihilation entre elles ou aux joints de grains. Cependant, le réseau initial de dislocations dans un matériau semble être moins important comme puits préférentiel pour les interstitiels que les dislocations formées au cours de l'irradiation. La restauration du réseau initial de dislocations due à l'écrouissage dépend aussi de la température. Pour une température relativement plus élevée ($>500^{\circ}\text{C}$), la restauration complète du réseau de dislocations d'écrouissage semble plus rapide. A 375°C , les dislocations d'écrouissage ont complètement disparu pour une dose de 10dpa, mais les macles initiales sont toujours présentes [Pokor et al. (2004c)]. Des résultats similaires sont aussi observés dans la littérature [Boulanger et al. (1996)], à une température plus élevée (600°C).

A notre connaissance, les seules données de la littérature ouverte concernant des densités du réseau initial de dislocations des aciers inoxydables austénitiques en fonction de la fluence et de la dose sont illustrées respectivement dans la **Figure 1.16(a)** et **(b)**. Ces données sont obtenues pour les matériaux irradiés en RNR, à haute (500°C) et moyenne (320°C) températures. A l'état non-irradié, les densités du réseau initial de dislocations sont de $4 \cdot 10^{12} \text{m}^{-2}$ et $7 \cdot 10^{15} \text{m}^{-2}$ pour l'état hypertrempé et écroui sur la **Figure 1.16(a)** [Garner and Wolfer (1982)], et de 10^{10}m^{-2} et 10^{14}m^{-2} pour l'état hypertrempé et écroui sur la **Figure 1.16(b)**. Sur ces deux figures, les densités du réseau de dislocations évoluent avec l'irradiation et puis saturent. Cependant, les évolutions des densités de dislocations pour l'acier hypertrempé présentent une tendance inverse. A haute température, la densité du réseau initial de dislocations pour l'état hypertrempé augmente pour raison du défautement de boucles de Frank (détaillé dans la prochaine section) de taille très grande (>50nm) en boucles parfaites et de l'incorporation de ces boucles parfaites dans le réseau de dislocations. Par contre, à moyenne température, la taille de boucles de Frank (autour de 10nm) est insuffisante pour réaliser le défautement de boucles, le réseau de dislocations tend donc à disparaître lorsque la dose d'irradiation augmente. Pour l'état écroui, peu importe la température d'irradiation, la densité de dislocations diminue par recuit. La densité du réseau de dislocations à la saturation qui est indépendante de l'état initial du matériau, est atteinte à quelques dizaines de dpa.

Dans un environnement REP, la température d'irradiation est au voisinage de 330°C. La densité et la taille de boucles de Frank observées en REP sont très comparables avec celles observées en BOR-60. On considère donc que la **Figure 1.16(b)** peut mieux représenter l'évolution du réseau initial de dislocations.

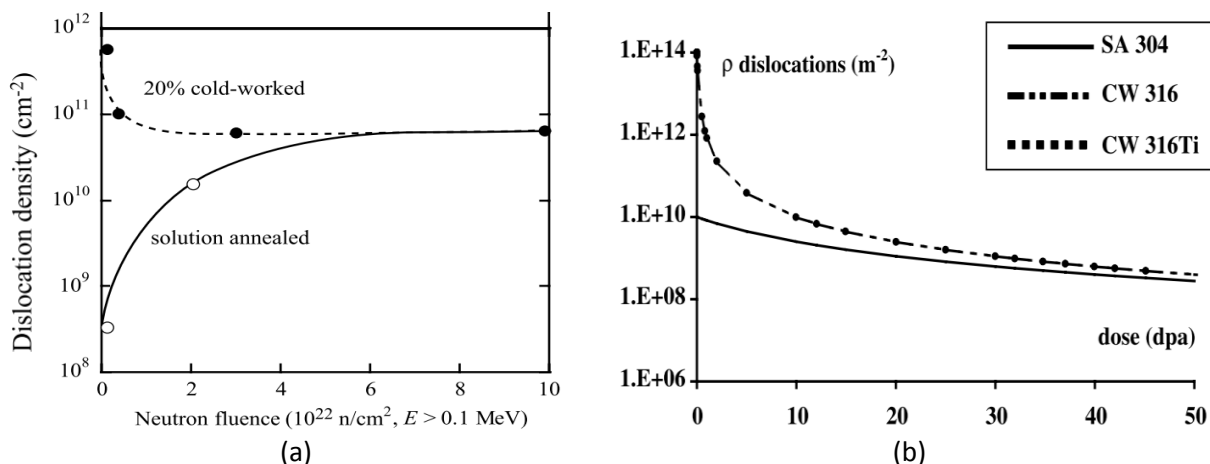


Figure 1.16 : Densités initiales de dislocations en fonction de la fluence d'irradiation (ou de la dose), pour (a) les aciers 316 hypertrempé et écroui, irradiés dans EBR-II (RNR) à 500°C [Garner (1994)], (b) l'acier 304L Hyp, 316 E et 316Ti E, irradié dans BOR-60 (RNR) à 320°C (ou dans OSIRIS (REP) à 330°C) [Pokor et al. (2004c)].

1.2.3.2 Formation d'une nouvelle microstructure de dislocations

Les défauts principalement formés au cours de l'irradiation dans différents matériaux de structure cubique à faces centrées (CFC) ont été étudiés (**Tableau 1.7**), soit par moyen expérimental en Microscopie Electronique en Transmission (MET), soit par moyen numérique en Dynamique Moléculaire (DM).

Matériau	Défaut d'irradiation	Références
Aciers inoxydables austénitiques/palladium	Boucles de Frank de type interstitiel	[Foster et al. (1995)] [Boulanger et al. (1996)] [Victoria et al. (2000)]
Aluminium hypertrempé	Boucles de Frank de type lacunaire	[Strudel et Washburn (1964)]
Cuivre hypertrempé/or hypertrempé	Tétraèdres de fautes d'empilement	[Zinkle et Matsukawa (2004)] [Osetsky et al. (2006)] [Victoria et al. (2000)]

Tableau 1.7 : Quelques études sur différents défauts formés au cours de l'irradiation dans divers matériaux de structure CFC.

Dans les aciers inoxydables austénitiques irradiés de structure CFC, dans une gamme de température entre 280°C et 380°C, on observe souvent simultanément plusieurs types de microstructures de dislocations : les dislocations parfaites, les "black dots" et les boucles de Frank. A partir d'observations au MET, bien que l'énergie de faute d'empilement dans les matériaux CFC soit relativement faible, on montre que la proportion de tétraèdres de faute d'empilement de taille nanométrique observés (en anglais, SFT : *Stacking Fault Tetrahedra*) est inférieure à 1% de la densité totale d'amas présents dans un acier 304L [Zinkle et Sindelar (1988) et Victoria et al. (2000)]. Une explication pour cette faible proportion de SFT est synthétisée par [Pokor (2003)] à partir de plusieurs publications : les amas lacunaires conduisent à la formation de cavités ou/et de bulles de gaz dans les aciers inoxydables austénitiques.

Les dislocations parfaites ont été observées en MET dans les aciers 304L Hyp à l'état irradié, sous forme de nombreux segments de lignes de dislocation [Renault et al. (2010) et Renault et al. (2011)] (**Figure 1.17**). La distribution spatiale de ces segments de dislocations qui se situent souvent à proximité des boucles de Frank est homogène. Selon Renault, sous irradiation, ces dislocations parfaites observées correspondent à celles formées lors de l'accumulation des défauts induits par irradiation plutôt qu'à la rémanence des dislocations issues de l'érouissage. En plus, la microstructure de dislocations parfaites passe de son réseau initial pour les aciers hypertrempés ou écrouis à une microstructure contenant des segments de lignes de dislocation formée au cours d'irradiation.

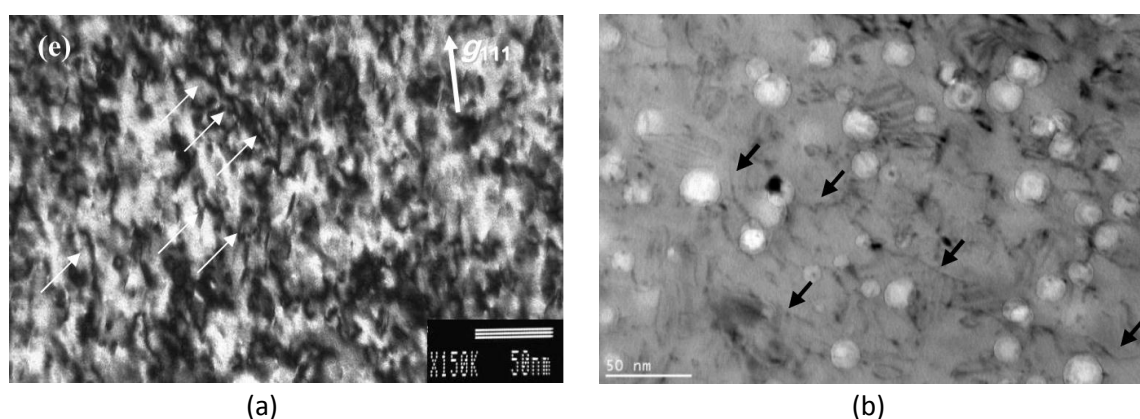


Figure 1.17 : Observations de dislocations parfaites en MET, (a) indiquées par les flèches blanches, dans un acier 304 E irradié à 21.6dpa à 320°C, dans le réacteur BOR-60 (RNR) [Renault et al. (2010)] ; (b) indiquées par les flèches noires, dans un acier 304L Hyp irradié à 36dpa à 390°C, dans le réacteur PHENIX (RNR) [Renault et al. (2011)].

Les "black dots" sont des amas de défauts ponctuels de faibles dimensions, souvent inférieurs à 2nm. A cause de ces petites tailles, ces objets apparaissent comme des points noirs non résolus en

MET. Leur nature est encore incertaine. Selon [Zinkle et al. (1993)], les "black dots" sont des petits amas lacunaires. Ils se forment dès une très faible dose. Pour une température inférieure à 350-400°C, leur densité atteint assez rapidement une saturation (de l'ordre de grandeur de 10^{22}m^{-3}), pour moins de 1dpa. Cependant, lorsque la température est plus élevée ($>400^\circ\text{C}$), les "black dots" présentent une instabilité, ce qui donc conduit à une diminution de leur densité [Maziasz (1993)].

Les boucles de Frank sont des boucles de dislocations fautées qui contiennent une faute d'empilement. Elles sont de nature interstitielle dans les aciers inoxydables austénitiques, situées dans les plans cristallographiques $\{111\}$ et de vecteur de Burgers $b=a/3\langle 111 \rangle$, sous la forme de boucles ellipsoïdales planes ou polygonales planes. Les boucles de Frank fautées sont sessiles ("immobiles" sur leur cylindre de glissement). En fonction de la dose et de la température, ces boucles fautées peuvent croître. Après avoir atteint un diamètre critique ($\sim 50\text{nm}$ d'après [Boulanger et al. (1996)]), elles deviennent instables, ce qui provoque leur défautement, et se forment finalement en une partie du réseau de dislocations générales qui sont glissiles (capables de glisser lors d'un glissement pur) [Zinkle et al. (1993)].

La **Figure 1.18** représente le domaine d'existence des "black dots", des boucles de Frank (Frank loops) et le réseau de dislocations pour différentes températures et doses, de l'acier 316 Hyp selon diverses études [Maziasz et Mc Hargue (1987)].

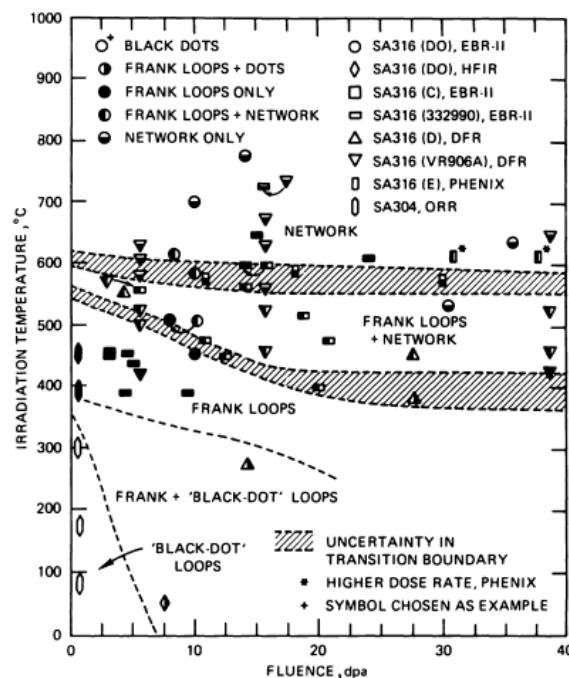


Figure 1.18 : Domaines d'existence de différents défauts d'irradiation, pour l'acier 316 Hyp, à partir d'une compilation des données obtenues en RNR [Maziasz et Mc Hargue (1987)].

La densité et la taille des boucles de Frank évoluent avec la température d'irradiation et la dose. Sur les **Figure 1.19** et **Figure 1.20**, on observe que ces boucles se forment à faible dose ($<1\text{dpa}$). Leur densité et leur taille augmentent avec la dose, et une tendance à la saturation est observée pour une dose au voisinage de 5-10dpa pour les températures d'irradiation entre 385°C et 395°C . Pour les températures supérieures à 500°C , la taille des boucles de Frank diminue après avoir atteint une valeur maximale autour de 5dpa. Ce fait est probablement dû au défautement des boucles de Frank de grandes dimensions. Par ailleurs, la densité des boucles de Frank augmente avec la température

jusqu'à environ 350°C, et ensuite diminue avec l'augmentation de la température d'irradiation, pour former le réseau de dislocations. Ce dernier devient le défaut d'irradiation prépondérant à partir d'une température d'irradiation d'environ 500°C.

Il est à remarquer que l'état métallurgique initial des matériaux (hypertrempé ou écroui) influence très peu la densité de boucles de Frank à partir d'une température d'irradiation de 300°C. A basse température (<250°C), la densité de boucles de Frank dans le matériau écroui est bien inférieure à celle dans le matériau hypertrempé (**Figure 1.19(b)**). Il semble que le réseau initial de dislocations dû à l'écrouissage empêche la formation de boucles de Frank à basse température. De plus, la densité de boucles de Frank dans les aciers 304 Hyp et 316 Hyp irradiés à 280°C est quasiment identique, tandis que la taille moyenne de boucles de Frank dans l'acier 316 Hyp est un peu plus grande que celle dans l'acier 304 Hyp [Bruemmer et al. (1999)].

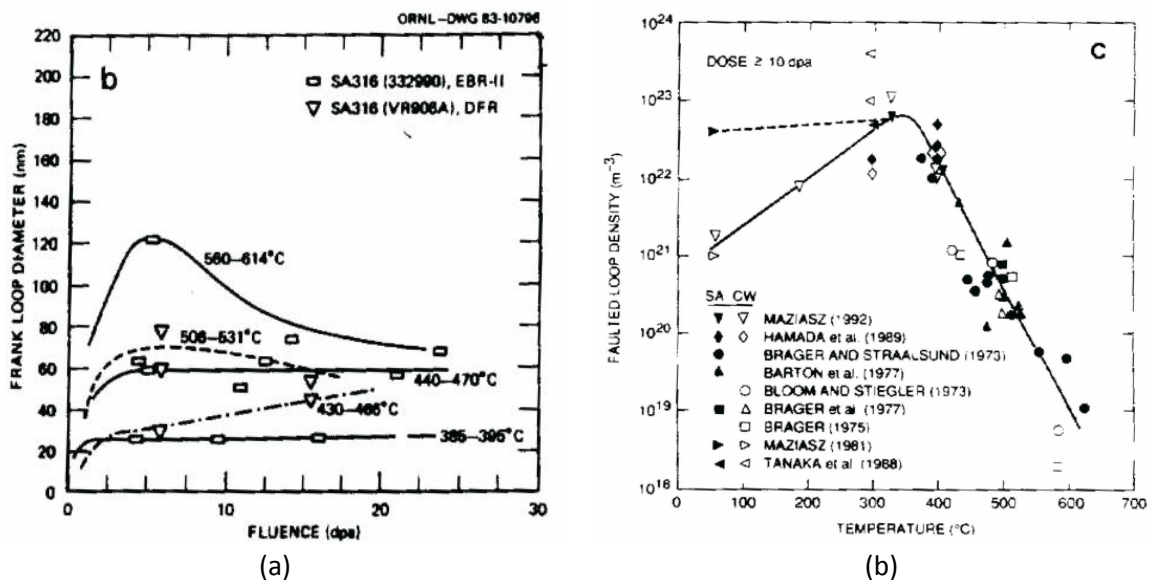


Figure 1.19 : Evolution de la taille et de la densité des boucles de Frank pour des aciers 316, (a) leur taille en fonction de la fluence, pour différentes températures, à l'état hypertrempé [Maziasz (1993)], (b) leur densité en fonction de la température d'irradiation, pour les aciers 316 hypertrempés et écrouis [Zinkle et al. (1993)].

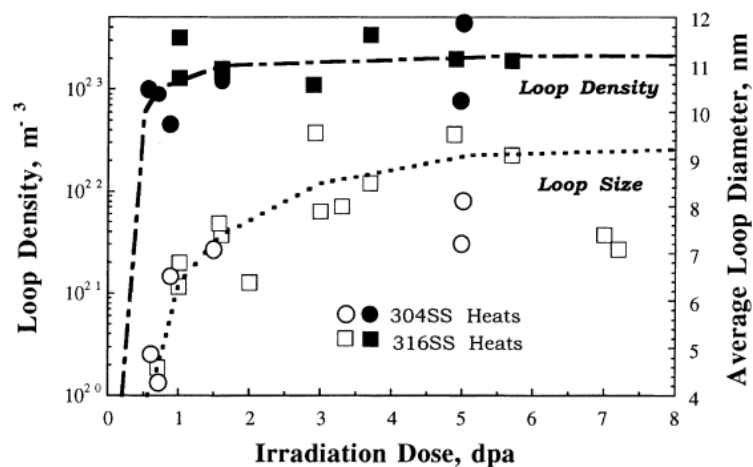


Figure 1.20 : Evolutions de la taille et de la densité de boucles de Frank des aciers 304 et 316 irradiés dans un réacteur à eau légère (REL), à basse température (280°C) [Bruemmer et al. (1999)].

Les "black dots" et les boucles de Frank se distribuent de manière homogène dans les grains (**Figure 1.21**). Selon la littérature [Renault et al. (2010)], la densité et la taille de boucles de Frank observées sur différents plans de glissement de type $\{111\}$ sont très similaires. Cependant, une zone dénuée de défauts d'irradiation à proximité des joints de grains à faibles doses a été observée [Bruemmer (1997), Simonen et al. (1999), Edwards et al. (2003a) et Pokor (2003)], provenant de la capture des défauts d'irradiation dans le joint de grains. Cette zone dans l'acier 304 est moins large que celle dans l'acier 316 pour une dose donnée (**Figure 1.22**). Lorsque la dose augmente, cette zone tend à disparaître. Et à 5-10dpa, on ne la voit plus (**Figure 1.23**).

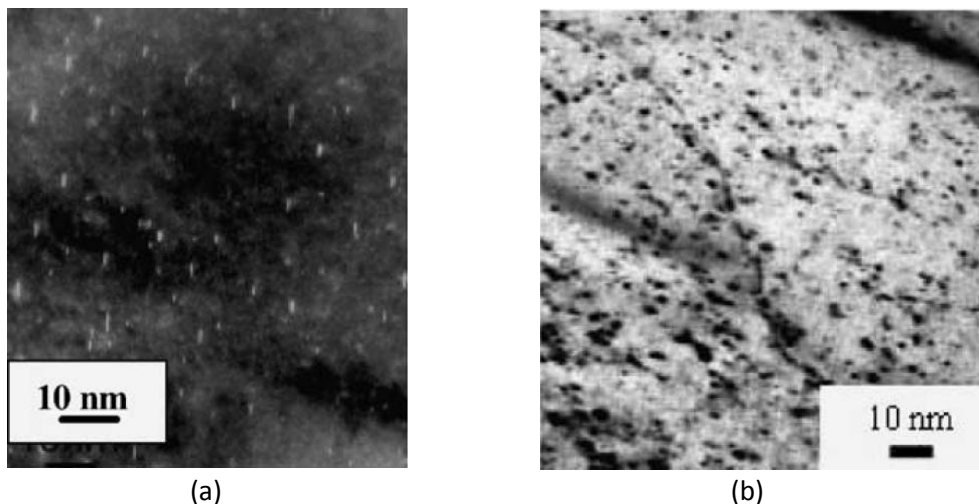


Figure 1.21 : (a) Boucles de Frank, (b) "black dots" dans un acier 304 Hyp irradié à 0.8dpa, à 330°C [Pokor et al. (2004c)].

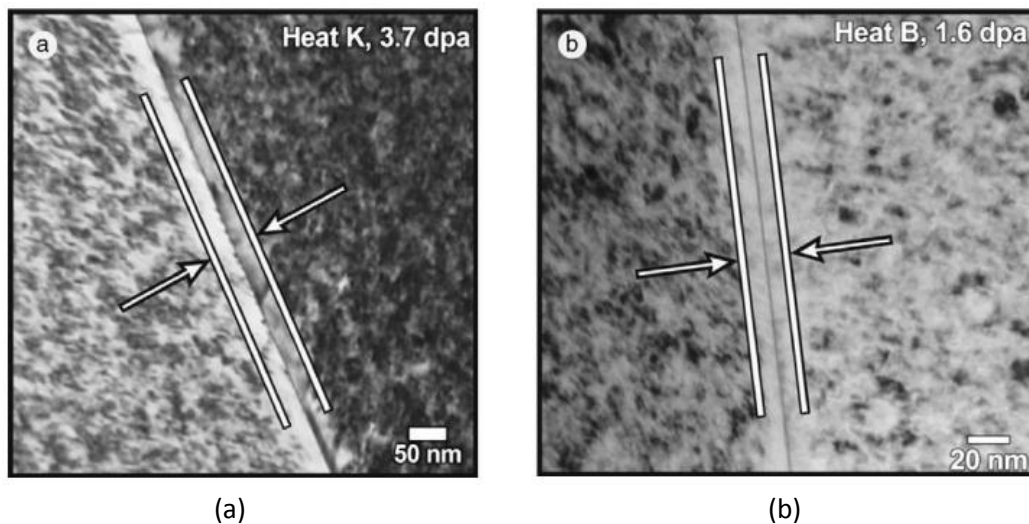


Figure 1.22 : Zones de dénuée de défauts d'irradiation dans les aciers inoxydables austénitiques, irradiés dans un REL, à 275°C (a) acier 316, irradié à 3.7dpa, (b) acier 304, irradié à 1.6dpa [Edwards et al. (2003a)].

On reporte dans le **Tableau 1.8** une compilation des données sur la densité et la taille des "black dots" et des boucles de Frank dans les aciers 304 et 316, selon diverses références de la littérature.

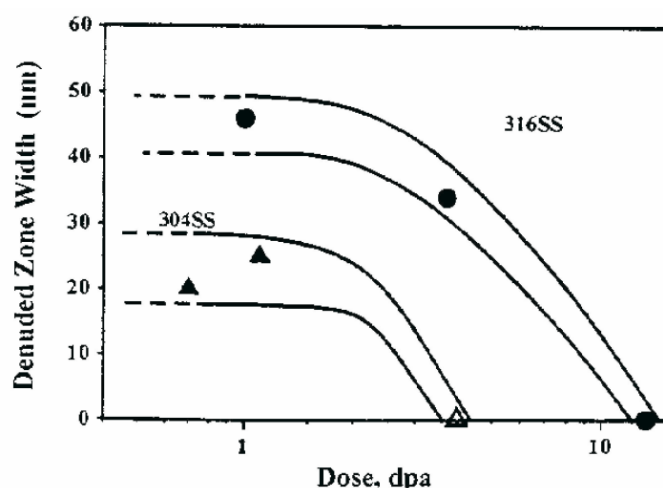


Figure 1.23 : Largeur de la zone dénudée de défauts d'irradiation en fonction de la dose, pour les aciers 304 et 316 [Simonen et al. (1999)].

Matériau	Conditions d'irradiation	Black dots		Frank loops	
		Densité (m^{-3})	Taille (nm)	Densité (m^{-3})	Taille (nm)
J316 ¹	ORR, 7.4dpa, 330°C	$1.1 \cdot 10^{23}$	1.2	$5.5 \cdot 10^{22}$	8.0
316 ²	HFIR, 0.79dpa, 65-100°C	$3.0 \cdot 10^{23}$	1.8	$1.0 \cdot 10^{23}$	3.5
304 Hyp ³	OSIRIS, 0.8-2-3.4dpa, 330°C	$4.1-2.6 \cdot 10^{22}$	4.6-3.5-/	$4.5-7.4-6.3 \cdot 10^{22}$	4.7-5.9-7.4
	BOR-60, 20-40dpa, 320°C	-	-	$6.3-7.7 \cdot 10^{22}$	7.3-7.0
	EBR-II, 8-10dpa, 375°C	-	-	$3.0-3.3 \cdot 10^{22}$	11.5-12.4
316 E ³	OSIRIS, 0.8-2-3.4dpa, 330°C	$/-9.2 \cdot 10^{21}$	$/-8.7 \cdot 10^{21}$	$2.8-2.9-3.1 \cdot 10^{22}$	9.3-7.7-10
	BOR-60, 10-20-40dpa, 320°C	-	-	$6.0-4.4-6.2 \cdot 10^{22}$	7.5-7.4-7.3
	EBR-II, 8-10dpa, 375°C	-	-	$3.2-3.2 \cdot 10^{22}$	12.1-12.2
316 E ⁴	PWR, 33dpa, 290°C	-	-	$1.5 \cdot 10^{23}$	8.5
	PWR, 70dpa, 315°C	-	-	$7.6 \cdot 10^{22}$	10
316 E ⁵	PWR, 7.5dpa, 333°C	-	-	$1.2 \cdot 10^{23}$	12.5
	PWR, 12.2dpa, 343°C	-	-	$8.5 \cdot 10^{22}$	9.5
	PWR, 19.5dpa, 320°C	-	-	$9.2 \cdot 10^{22}$	6.9
304 Hyp ⁶	PWR, 35dpa, 310°C	-	-	$1.5 \cdot 10^{22}$	10
304 E ⁷	PWR, 21.6dpa, 300°C	-	-	$2.4 \cdot 10^{22}$	9.8
304L ⁷	BOR-60, 86dpa, 320°C	-	-	$1.75 \cdot 10^{22}$	9.0
316 ⁷		-	-	$1.74 \cdot 10^{22}$	8.5
304L ⁸	BWR, 7.5dpa, 277°C	-	-	$3.0 \cdot 10^{23}$	7.3
316L ⁸		-	-	$1.7 \cdot 10^{23}$	5.9
304L Hyp ⁹	PHENIX, 11dpa, 380°C	-	-	$2.7 \cdot 10^{22}$	14.8
	PHENIX, 36dpa, 390°C	-	-	$2.8 \cdot 10^{22}$	14
304L Hyp ¹⁰	BOR-60, 60-86-95-120dpa, 330°C	-	-	$5.1-7-5.3-6.3 \cdot 10^{22}$	8.7-9-8.8-8.3
316 E ¹⁰	BOR-60, 60-86-95dpa, 330°C	-	-	$7.4-7.0-5.6 \cdot 10^{22}$	7-8.5-9.3

Tableau 1.8 : Densités et tailles de black dots et de boucles de Frank, dans les aciers inoxydables austénitiques de type 304 et 316, sous différentes conditions d'irradiation neutronique [Hashimoto et al. (2000)]¹ [Hashimoto et al. (2006)]² [Pokor (2003)]³ [Pokor et al. (2004b)]³ [Edwards et al. (2009)]⁴ [Edwards et al. (2003b)]⁵ [Goltrant et al. (1998)]⁶ [Renault et al. (2010)]⁷ [Bailat et al. (2000)]⁸ [Renault et al. (2011)]⁹ [Renault et al. (2009)]¹⁰, ORR : Oak Ridge Research Reactor (RNR), HFIR : High Flux Isotope Reactor (RNR).

La densité et la taille des boucles de Frank sur différents plans de glissement dans un même grain d'un acier 304 E irradié à 21.6 dpa dans un REP sont montrées dans le **Tableau 1.9**. Leur distribution est similaire (**Figure 1.24**).

Plans de glissement	(111)	(-111)	(1-11)	(11-1)	{111}
Densité (10^{22} m^{-3})	2.41	2.19	-	2.59	2.38
Taille (nm)	6.59	6.36	-	7.70	9.80

Tableau 1.9 : Densité et tailles de boucles de Frank observées sur différents plans de glissement dans le même grain d'un acier 304 E [Renault et al. (2010)].

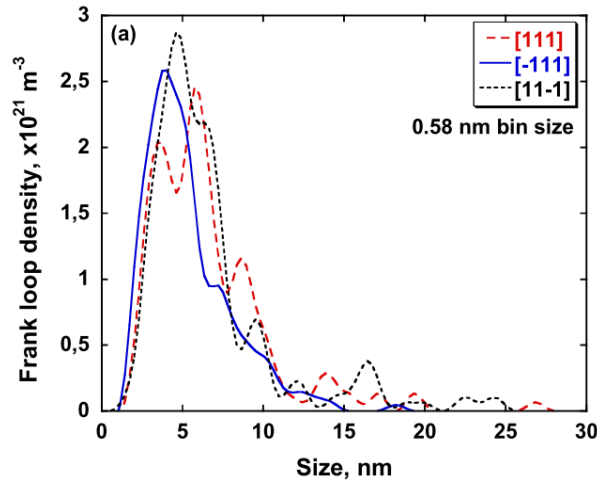


Figure 1.24 : Distribution de la densité de boucles de Frank en fonction de leur taille pour différents plans de glissement dans le même grain d'un acier 304 E [Renault et al. (2010)].

1.2.3.3 Formation de bulles de gaz et de cavités

On s'intéresse ici à la formation et à l'évolution des cavités vides et des bulles de gaz, dans les aciers inoxydables austénitiques utilisés comme matériaux des internes de cuve dans les REP. L'effet de ces bulles et cavités sur les propriétés mécaniques est un des objectifs de cette étude. Ces deux types de défauts volumiques dus à l'irradiation peuvent conduire à un phénomène de gonflement macroscopique des composants de structure, après une irradiation neutronique à forte dose. Le gradient de gonflement provoque une possibilité de distorsion dans ces composants [Dubuisson (2011)], ce qui fait un lien avec les phénomènes de l'IASCC et du fluage par irradiation.

Outre de la composition chimique elle-même, la formation des cavités et des bulles de gaz dépend fortement de la température, et aussi du type de réacteur (fluence, spectre, etc.). Dans un réacteur REP, les neutrons épithermiques (neutrons situés dans la gamme d'énergie de 10eV à 20keV environ et ayant une vitesse supérieure à celle des neutrons thermiques) et thermiques conduisent à la production des gaz d'hydrogène et d'hélium. L'origine principale de la production d'hélium dans les aciers inoxydables austénitiques est par une chaîne de transmutations du Nickel : $^{58}\text{Ni} + n \rightarrow ^{59}\text{Ni} + \gamma$, et puis $^{59}\text{Ni} + n \rightarrow ^{56}\text{Fe} + ^4_2\text{He}$ ($\sim 15 \text{ appm}^1/\text{dpa}$), et aussi par une réaction de transmutation du Bore (un élément d'ajout très mineur dans le matériau) : $^{10}\text{B} + n \rightarrow ^7\text{Li} + ^4_2\text{He}$ (au maximum 20 appm au total). Ainsi, dans les REP, l'irradiation produit beaucoup plus de gaz que dans les RNR, dont le

¹ appm : atomic parts per million

spectre est représenté par les neutrons à haute énergie (neutrons rapides). Sur la **Figure 1.25**, on présente le domaine d'existence de cavités vides et de bulles de gaz en fonction de la fluence et de la température, pour les aciers inoxydables austénitiques, selon les données présentées dans la littérature. Cependant, compte tenu de l'effet de spectre, ces résultats ne sont pas forcément transposables au REP.

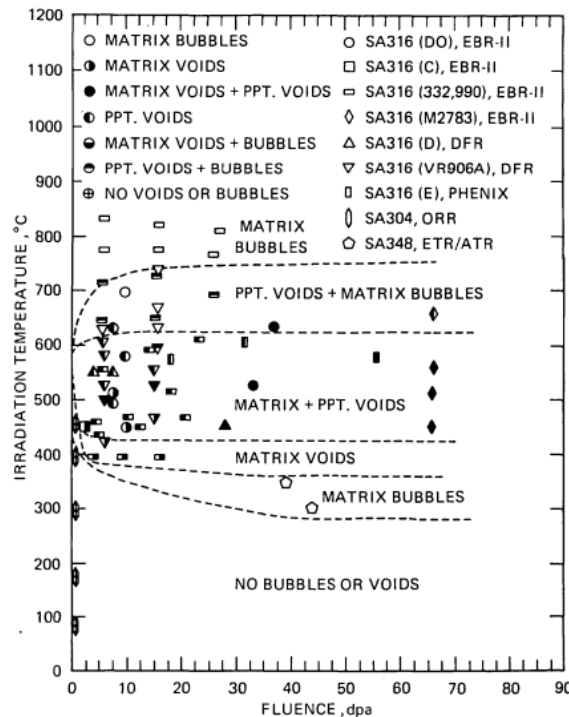


Figure 1.25 : Domaine d'existence de cavités vides et de bulles de gaz, en fonction de la fluence et de la température, pour les aciers inoxydables austénitiques [Maziasz et Mc Hargue (1987), Maziasz (1993) et Zinkle et al. (1993)].

A une température relativement basse ($<280^{\circ}\text{C}$), aucune cavité vide ni aucune bulle de gaz ne sont observées (ou mentionnées) dans les références étudiées ici [Edwards et al. (2003a)]. En fait, à basse température, la mobilité des lacunes et des interstitiels est relativement faible. Un équilibre dynamique entre les défauts interstitiels et les défauts lacunaires est construit. Les défauts interstitiels sont des boucles de dislocations, et les défauts lacunaires sont des "black dots" [Zinkle et al (1993)]. Ces "black dots" restent stables pour une température inférieure à environ 300°C . Ce phénomène permet d'empêcher la germination des bulles de gaz.

A partir d'une température proche de 300°C , l'instabilité des "black dots" s'amorce, tandis que les boucles de Frank restent stables jusqu'à une température d'environ 500°C . Dans cette gamme de température, le réseau initial de dislocations et les boucles de Frank présentent un biais d'absorption des défauts ponctuels de type interstitiel. En plus, la diffusion des lacunes devient plus facile, ce qui augmente la possibilité de rencontrer d'autres lacunes et des atomes d'hélium. Les atomes d'hélium jouent un rôle important comme catalyseur pour le regroupement de lacunes qui migrent par diffusion dans le matériau, ce qui est considéré comme une source de germination des cavités. La formation de cavités vides est en général favorisée par la présence d'hélium. En général, le phénomène de gonflement dépend des paramètres d'irradiation, tels que la température, le flux de neutrons et la quantité de gaz créée au cours de l'irradiation [Dubuisson (2011)].

La majorité de l'hélium produit par transmutation reste dans la matrice et une faible quantité est stockée dans les bulles de gaz [Odette et Lucas (1989) et Johnston et al. (2001)]. A ce jour, la concentration d'hélium peut déjà être relativement précisément mesurée et prédite grâce à la maîtrise de la connaissance du spectre neutronique, de l'histoire d'irradiation, et de la composition chimique de l'acier [Garner et al. (2001)]. En plus, au cours de l'irradiation, d'autres gaz sont aussi créés (hydrogène) [Maziasz (1993)]. La source d'hydrogène est principalement par la transmutation (n, p), mais aussi par un environnement d'irradiation combinée à la présence d'eau (milieu primaire pour les REP). Une fois qu'un certain volume de bulles de gaz est atteint, l'hydrogène produit par ces sources peut ensuite être stocké. Dans les aciers inoxydables austénitiques, la teneur maximale d'hydrogène en conditions de REP est environ 400-600appm [Garner et Greenwood (2003) et Garner et al. (2006)], qui respecte la loi de Sieverts [Erwin et Kerr (1982)]. Cependant, une grande quantité d'hydrogène au-delà de cette quantité estimée peut être mesurée sous différentes conditions d'irradiation [Edwards et al. (2003b), Fujimoto et al. (2005) et Garner et al. (2006)]. Dans ces cas-là, l'hydrogène est plus susceptible d'être stocké à l'intérieur de bulles de gaz, que sur la surface de cavités ou dans le réseau cristallin. Plus mobile que l'hélium, la mesure de la quantité d'hydrogène est très sensible à la température d'irradiation, au taux de dose, et aussi à la microstructure due à l'irradiation [Jacobs (1987) et Garner et al. (2001)].

Un moyen pour distinguer les cavités vides et les bulles de gaz est d'observer au MET la forme de cavités. En raison de la pression interne qui peut atteindre jusqu'à 10 000atm, les bulles de gaz sont "purement" sphériques. Par contre, les cavités vides sont légèrement facettées (**Figure 1.26** et **Figure 1.27**), notamment suivant les plans de glissement de type {111}. En position intragranulaire, les cavités observées présentent préférentiellement une distribution uniforme, et se trouvent éventuellement à l'interface de certains précipités [Maziasz et Mc Hargue (1987)]. Si la diffusion des gaz est suffisante, on peut trouver les bulles de gaz aux joints de grains, ou sur les dislocations, avec une densité plus élevée que celles dans le réseau cristallin (**Figure 1.28**). La formation de nano-cavités au bord des joints de grains provoque une sensibilité à la rupture intergranulaire et à la corrosion sous contrainte intergranulaire (IGSCC) (**Figure 1.28(b)** et **Figure 1.29**) [Bruemmer et al. (1999)]. On remarque ici que le matériau observé sur les **Figure 1.26(a)** et **Figure 1.28** est issu des tubes d'instrumentation (tubes RIC) et celui sur la **Figure 1.26(b)** est issu d'une vis, situées au cœur du réacteur Tihange 1, où le flux est assez important.

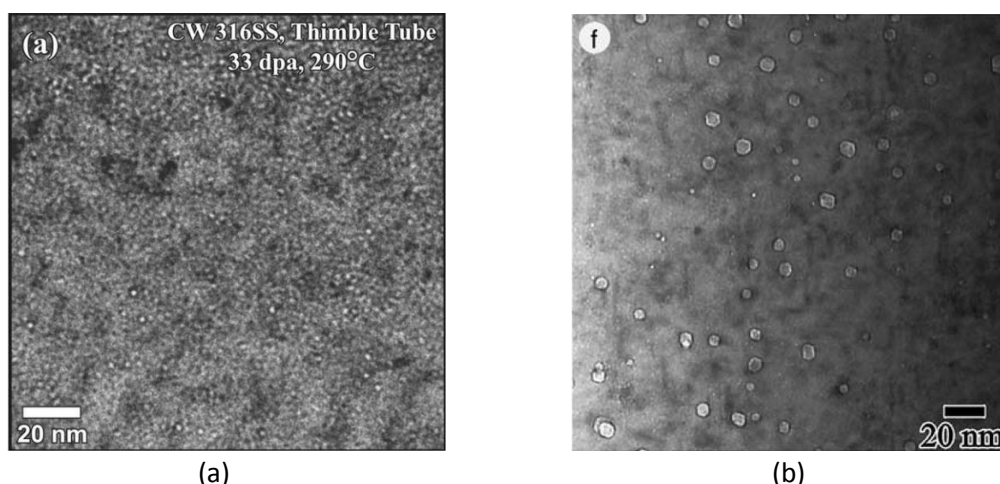


Figure 1.26 : Observations en MET des cavités formées dans l'acier 316 E, tube d'instrumentation irradié en REP, (a) nano-bulles de gaz, à 33dpa, 290°C [Edwards et al. (2009)]; (b) cavités vides, à 7.5dpa, 330°C [Edwards et al. (2003b)].

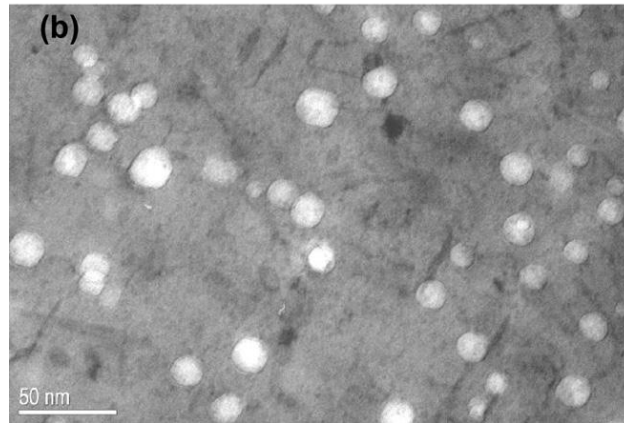


Figure 1.27 : Observations en MET des cavités formées dans l'acier 304L Hyp, irradié à 36dpa à 390°C dans le réacteur PHENIX, [Renault et al. (2011)].

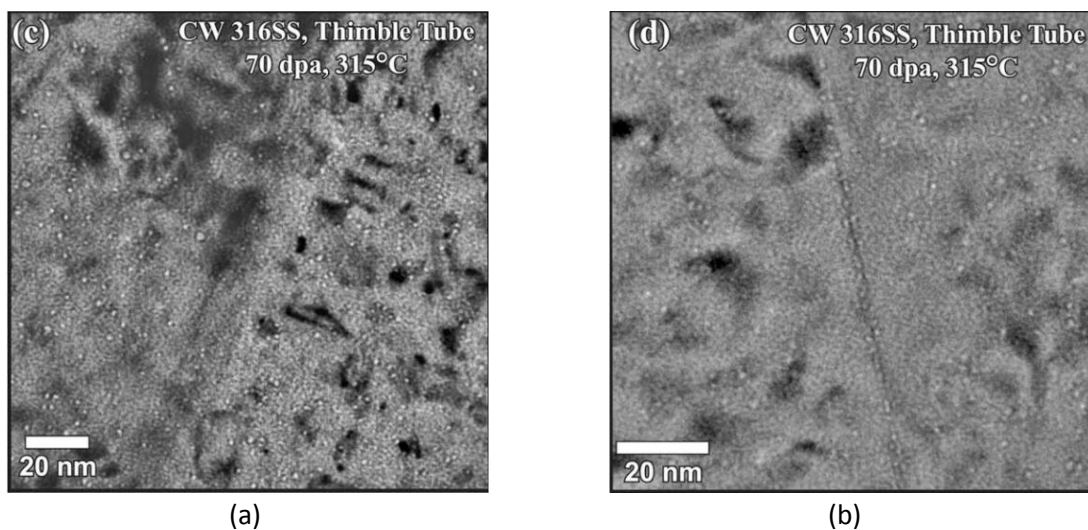


Figure 1.28 : Observations en MET des cavités formées dans l'acier 316 E, tube d'instrumentation irradié en REP, à 70dpa, pour une température de 315°C, (a) cavités en position intragranulaire; (b) "bubble-like" cavités aux joints de grains [Edwards et al. (2009)].

La taille moyenne des bulles de gaz est assez faible, souvent inférieure à 3nm. Elles peuvent croître soit par regroupement de lacunes et d'atomes de gaz, soit par coalescence entre elles. En général, la formation de cavités vides est favorisée par la présence d'hélium. Les bulles de gaz ultrafines germées empêchent la formation des cavités vides à une température relativement basse (~300°C). Après la germination des bulles de gaz, pour une température plus élevée, elles croissent jusqu'à un diamètre critique. Au-delà de ce diamètre, ces bulles de gaz peuvent se transformer en cavités vides, et croître par l'absorption de lacunes en sursaturation créée par l'irradiation, sans avoir besoin d'être stabilisées par une pression interne de gaz [Maziasz (1993)]. Edwards a noté l'existence d'un pic pour la densité des cavités observées qui correspond à une taille d'environ 3-4nm. Ceci est probablement dû à la transformation de bulles de gaz en cavités vides [Edwards et al. (2003b)] (**Figure 1.30**). Le diamètre critique de la transformation de bulles de gaz stables en cavités vides augmente avec la teneur d'hélium dans les aciers inoxydables austénitiques [Pedraza et Maziasz (1987) et Foster et al. (1995)].

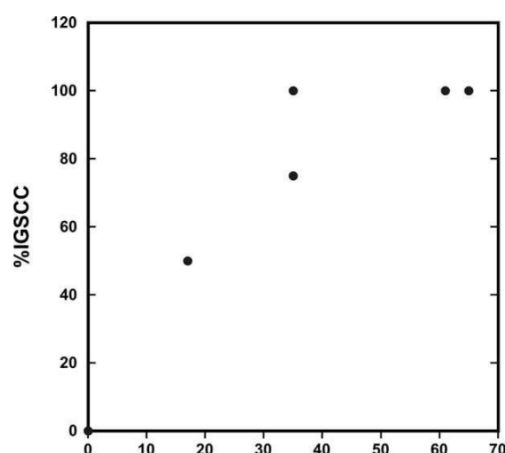


Figure 1.29 : Taux de l'IGSCC mesuré en fonction de la dose (en dpa), pour un acier 316 écroui [Fujimoto et al. (2005)].

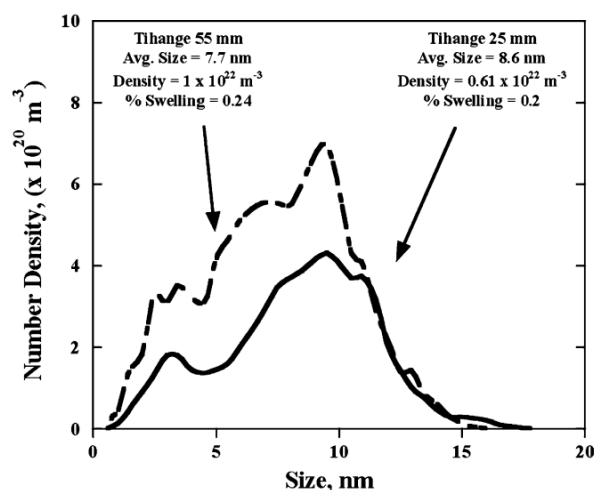


Figure 1.30 : Densité des cavités observées en fonction de leur taille, pour deux conditions d'irradiation : à 12.2dpa, 343°C en trait plein et à 7.5dpa, 333°C en pointillés, sur une vis de REP [Edwards et al. (2003b)].

On synthétise dans le **Tableau 1.10** des données de la littérature sur les cavités dans les aciers inoxydables austénitiques de type 304 et 316 dans diverses références de la littérature.

Matériau	Conditions d'irradiation	Densité (m^{-3})	Taille (nm)	Teneur d'hélium (appm)	Teneur d'hydrogène (appm)	Gonflement macroscopique (%)
316 E ¹	PWR, 7.5dpa, 333°C	$1.0 \cdot 10^{22}$	7.7	48.8	1840, 3740	0.24
	PWR, 12.2dpa, 343°C	$6.1 \cdot 10^{21}$	8.6	52.7	720, 1260, 3660, 3710	0.2
	PWR, 19.5dpa, 320°C	$<10^{20}$	<2	71	493, 743	<0.01
316 E ²	PWR, 33dpa, 290°C	$6.1 \cdot 10^{22}$	-	-	-	-
	PWR, 70dpa, 315°C	$1.6 \cdot 10^{23}$	<3	-	-	<0.2
304 Hyp ³	PWR, 9dpa, 310°C	$0.93 \cdot 10^{21}$	6.0	-	-	0.01
304 Hyp ⁴	PWR, ~35dpa, ~310°C	$1.0 \cdot 10^{21}$	1.0	-	-	<0.01
316 E ⁵	PWR, ~35dpa, ~300°C	$6.0 \cdot 10^{23}$	1.0	-	-	0.03
316 E ⁶	PWR, 12dpa, 360°C	$2.3 \cdot 10^{21}$	10	-	-	0.12
304 Hyp ⁷	EBR-II, 10dpa, 375°C	$4.7 \cdot 10^{21}$	5.4	-	-	0.04
316 E ⁷		quelques	4.6	-	-	-
304 E ⁷	EBR-II, 8.9dpa, 375°C	$7.8 \cdot 10^{21}$	10.8	-	-	0.7
304 Hyp ⁸	EBR-II, 4.8dpa, 371°C	$4.3 \cdot 10^{20}$	24	-	-	0.325
	EBR-II, 15dpa, 371°C	$4.6 \cdot 10^{20}$	30	-	-	0.65
304L Hyp ⁹	PHENIX, 11dpa, 380°C	$3.5 \cdot 10^{21}$	8.3	-	-	0.11
	PHENIX, 36dpa, 390°C	$6.1 \cdot 10^{21}$	13	-	-	0.7

Tableau 1.10 : Densités et tailles de cavités, teneurs d'hélium et d'hydrogène, et taux de gonflement, dans les aciers inoxydables austénitiques de type 304 et 316, sous différentes conditions d'irradiation neutronique [Edwards et al. (2003b)]¹ [Edwards et al. (2009)]² [Byrne et al. (2002)]³ [Goltrant et al. (1998)]⁴ [Foster et al. (1995)]⁵ [Etienne et al. (2008)]⁶ [Pokor et al. (2004c)]⁷ [Allen et al. (2000)]⁸ [Renault et al. (2010)]⁹.

Les données du **Tableau 1.10** montrent que la teneur de gaz, la densité et la taille des cavités dépendent fortement des conditions d'irradiation (spectre, température, dose, etc.). D'après Edwards [Edwards et al. (2003b)], dans un réacteur nucléaire, la région où le plus fort gonflement dû aux cavités vides est détecté est celle qui contient la quantité la plus élevée d'hydrogène. Les tailles de cavités dans les 304 Hyp et 316 E sont comparables, mais la densité de cavités dans le 304 Hyp est plus élevée que dans le 316 E, pour les mêmes conditions d'irradiation. Le taux de dose semble jouer un rôle important sur le gonflement [Dubuisson (2011)]. Un sommet du niveau de gonflement a été observé en fonction du taux de dose en RNR. Les cavités apparaissent plus tôt dans l'acier 304 Hyp que dans l'acier 316 E, par l'irradiation aux neutrons [Pokor et al. (2004b)] ou par l'irradiation aux protons avec une pré-injection d'hélium [Sencer et al. (2003)]. Le pré-écrouissage de l'acier inoxydable austénitique permet de retarder et de réduire le gonflement. Dans un matériau, la présence d'un grand nombre de dislocations limite la sursaturation lacunaire, ce qui permet de réduire la formation et la croissance de cavités. La teneur en éléments d'addition en solution solide est aussi un facteur très important qui influence l'effet du gonflement. Une augmentation de la teneur en Ni et une diminution de la teneur en Cr permettent d'augmenter efficacement la résistance au gonflement dans un environnement nucléaire (e.g. l'acier 15-15 Ti écroui) [Dubuisson (2011)]. L'utilisation des aciers ferritiques-martensitiques renforcés par des dispersions d'oxydes (en anglais : *ODS steel*) est également une orientation actuelle de recherche pour réduire l'effet du gonflement [Zhang et al. 2009 et Toloczko et al. 2004].

En conditions d'irradiation REP, une fragilisation due au gonflement (en anglais, *swelling-induced embrittlement*) au mode de rupture par quasi-clivage peut se produire pour un taux de gonflement égal ou supérieur à 10 % [Hamilton et al. (1987), Garner et al. (1993) et Foster et al. (1995)]. Pour un taux de gonflement d'environ 5-6%, une transition du mode de rupture apparaît, en passant de la rupture ductile à la rupture par quasi-clivage (ou « *Channel fracture* ») (**Figure 1.31**) [Dubuisson (2011)]. Le mécanisme de la fragilisation due au gonflement est très lié aux autres évolutions microstructurales à forte dose ou à très haute température : ségrégation, précipitation et instabilité de phase [Hamilton et al. (1987)]. Selon les études sur les RNR, un gonflement élevé (>10%) peut apparaître dans les aciers inoxydables austénitiques [Neustroev et Garner (2008) et Porollo et al. (2009)]. Par contre, pour les REP, le taux de gonflement extrapolé à une dose de 100dpa est toujours inférieur à 10%, selon les études sur les RNR (EBR-II et HFIR) [Foster et al. (1995) et Allen et al. (1999)]. Tous les facteurs (température, dose, taux de dose, production de gaz et microstructure, etc.) qui impactent le phénomène de gonflement, peuvent avoir des effets opposés et interconnectés, ce qui complique l'étude sur l'extrapolation de l'effet du gonflement en REP [Dubuisson (2011)].

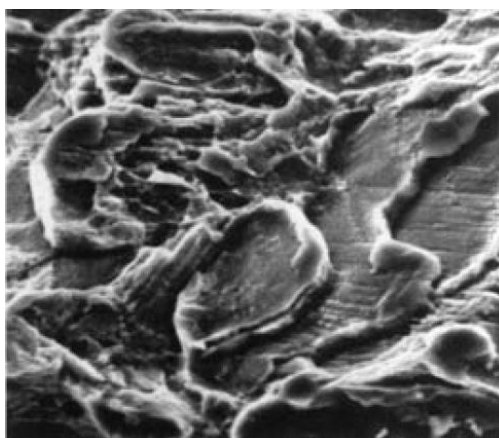


Figure 1.31 : Faciès de rupture d'un acier 316 Ti irradié à une température de 405°C dans le réacteur PHENIX (RNR), à une dose de 48dpa.

Par conséquent, le phénomène de la fragilisation due au gonflement n'apparaît probablement pas dans les structures internes de cuve des REP, selon l'extrapolation basée sur les études en RNR. Cependant, des études plus directes et plus approfondies sont nécessaires pour explorer ce phénomène limitant la durée de fonctionnement du REP.

1.2.3.4 Ségrégation induite par irradiation

La ségrégation induite par irradiation (en anglais : *RIS, Radiation-Induced Segregation*) est un effet d'irradiation qui conduit à une redistribution des éléments de soluté et d'impureté dans le matériau. Ce phénomène se traduit par un enrichissement ou un appauvrissement des éléments d'alliage sur les puits : principalement les joints de grains, mais aussi les dislocations, les boucles de Frank, les cavités, les surfaces libres et les joints de phases. Sur la **Figure 1.32**, Renault [Renault et al. (2009)] a présenté les profils de composition chimique de deux grains dans les aciers 304 Hyp, irradiés respectivement à 60dpa et à 95dpa, pour une température de 330°C. Une cohérence globale a été observée dans tous les grains étudiés. On observe un enrichissement en nickel et en silicium, et un appauvrissement de fer et de chrome aux joints de grains. Une observation similaire a été trouvée dans le travail d'Edwards [Edwards et al. (2003b)]. La RIS augmente fortement entre 0dpa et 10-20dpa avant d'atteindre une stabilisation.

Le phénomène de RIS peut être expliqué par deux principaux mécanismes, qui sont reportés sur la **Figure 1.33** :

- **Ségrégation par l'effet Kirkendall inverse** : En raison de coefficients de diffusion différents des solutés parmi les Fe, Cr et Ni, le chrome et le fer ayant une vitesse de diffusion plus élevée vont s'appauvrir au voisinage des puits afin d'équilibrer la migration des lacunes vers les puits. Le nickel ayant la vitesse de diffusion la plus faible ségrège sur ces puits.
- **Ségrégation par l'association interstitielle** : Les auto-interstitiels entraînent les éléments à rapport de taille négatif (Si, P), et diffusent vers les puits.

Edwards [Edwards, 2003b] observe que le Ni s'enrichit sur les surfaces de cavités, tandis que le Fe et le Cr s'appauvrissent sur ces surfaces. La baisse de la teneur en Ni dans le réseau cristallin provoque une transformation de phases de l'austénite γ en martensite ϵ lors de la déformation. Une rupture peut se produire au joint de grain entre ces deux phases, où le module de déchirement devient quasiment zéro, spécialement à une température relativement basse [Hamilton et al. (1987) et Foster et al. (1995)]. De plus, en utilisant une sonde atomique tomographique (SAT), on observe que les amas Ni-Si sont formés au niveau des boucles de Frank. La ségrégation du Mo et du P sur l'interface de ces boucles est aussi observée [Etienne et al. (2008)]. Selon Bruemmer, le seul effet de la RIS sur la possibilité de l'IASCC est dû à l'appauvrissement en Cr aux joints de grains dans les aciers inoxydables austénitiques. En plus, si le bore ségrège aux joints de grains, il est possible que l'hélium produit par la transmutation s'enrichisse au voisinage de joints de grains, ce qui provoque une fragilisation intergranulaire [Bruemmer et al. (1999)].

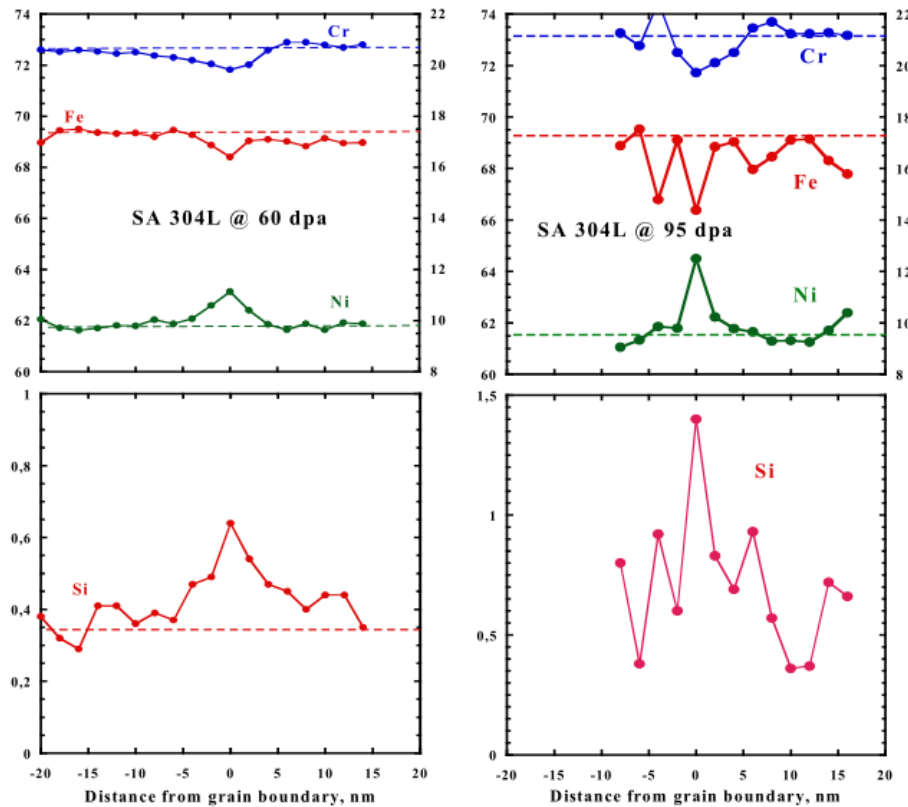


Figure 1.32 : Profils de ségrégation mesurés sur les joints de grains dans les matériaux 304 Hyp, irradiés à 60dpa et à 95dpa, à 330°C. Un enrichissement de Ni et Si et un appauvrissement de Fe et Cr aux joints de grains ont été observés [Renault et al. (2009)].

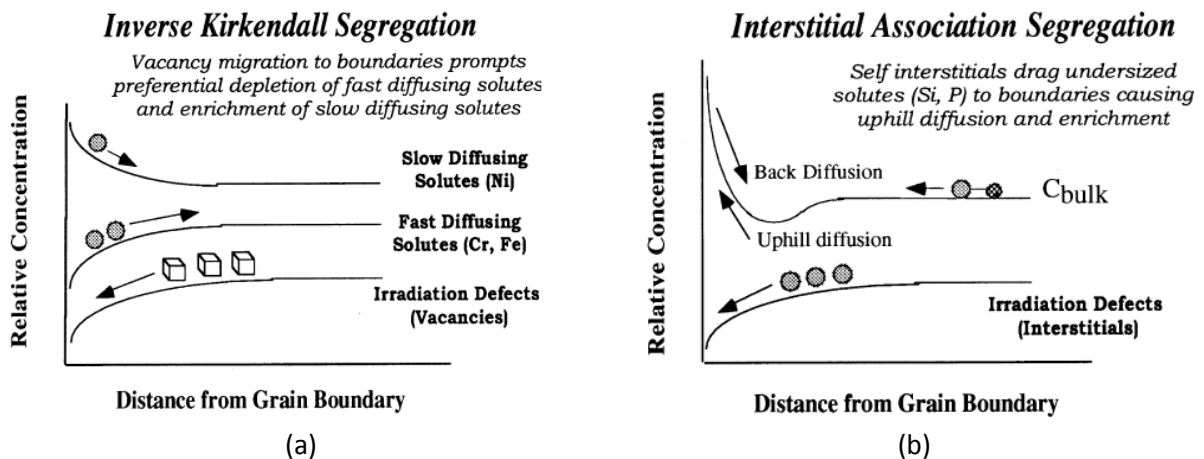


Figure 1.33 : (a) Le mécanisme de ségrégation par l'effet Kirkendall inverse, (b) le mécanisme de ségrégation par l'association interstitielle [Bruemmer et al. (1999)].

1.2.3.5 Précipitation sous irradiation

Aux températures rencontrées dans les internes des REP (280-380°C), il existe très peu de données de la littérature ouverte sur la précipitation sous irradiation. Des petits précipités avec une faible densité ont été observés, pour un acier 316 E, irradié dans un REP à 70dpa et à 315°C [Edwards et al. (2009)]. Cependant, ni leur phase ni leur type n'ont été identifiés. Une précipitation en seconde phase γ' (Ni_3Si) a été identifiée dans le fût d'une vis en 316 E, irradié dans un REP, à [12.2dpa 343°C] et

à [19.5dpa 320°C] [Edwards et al. (2003b)]. La densité de précipités γ' est $\sim 0.6 \cdot 10^{23} \text{m}^{-3}$, avec une taille moyenne d'environ 3nm (en comparaison avec la densité de boucles de Frank $0.85 \cdot 10^{23} \text{m}^{-3}$ avec une taille moyenne de 9.5nm). Ces précipités sont situés sur le réseau préexistant de dislocations. Une autre phase de précipité qui ne correspond à aucune phase connue a aussi été observée. Dans la littérature ouverte [Renault et al. (2010)], Renault a présenté une observation des précipités en position intergranulaire d'un acier 316E irradié à 21.6dpa et à environ 300°C, en conditions d'irradiation des REP (Chooz A). La taille et la forme de ces précipités observés aux joints de grain sont irrégulières. Les phases de précipité τ ($M_{23}X_6$), η (M_6X), G ($M_6Ni_{16}Si_7$) et γ' ont été identifiées dans l'acier 304L Hyp irradié dans le réacteur PHENIX à 390°C. Ces deux familles de nano-précipité sont riches en Ni et Cr [Renault et al. (2011)]. De nombreux précipités ont aussi été trouvés à l'intérieur et à proximité des joints de grains. La taille et la forme de ces précipités observés aux joints de grain sont irrégulières. Cependant, l'influence de cette précipitation intergranulaire sur quelques fissures observées autour des joints de grain n'est pas claire dans cette étude.

La formation de la précipitation en seconde phase γ' est fortement liée à la ségrégation induite par irradiation du Ni et du Si. A forte dose d'irradiation, cette phase peut éliminer une grande partie du Ni et la plupart du Si du réseau cristallin. L'appauvrissement du Ni dans le réseau cristallin accélère le gonflement par cavités. La phase γ' observée dans l'acier 316 dépend beaucoup des conditions d'irradiation (type de réacteur, taux de dose, histoire de l'irradiation) [Brager et Garner (1983)].

1.2.3.6 Formation de bandes claires

Après avoir détaillé les principaux défauts microstructuraux formés au cours de l'irradiation à l'échelle nanométrique, on présente ici des modes de déformation à l'échelle micrométrique, sur les matériaux inoxydables austénitiques, après une déformation plastique post-irradiation. Les mécanismes de déformation dépendent fortement de la température d'essai, de la contrainte, de la vitesse de déformation et de la dose d'irradiation. Les principaux mécanismes de localisation de la déformation sont liés à la formation de macles et à la formation de canaux de dislocation. A différents niveaux de doses et de contraintes, la **Figure 1.34** reporte les domaines où on observe de différentes modes de déformation, dans les aciers de type 316, irradiés et testés à basse température (60-100°C).

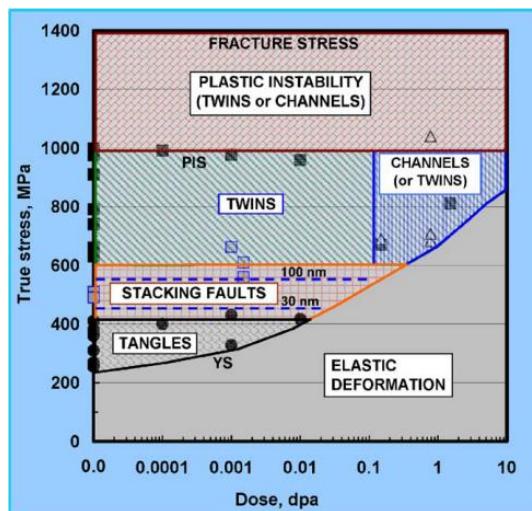


Figure 1.34 : Modes de déformation des aciers 316 et 316LN, en fonction de la contrainte rationnelle et de la dose. Les matériaux sont irradiés dans un HFIR (High Flux Isotope Reactor), à une température d'irradiation basse (60-100°C), et testés à une température ambiante [Byun et al. (2006)].

Selon différentes sources de la littérature [Cole et Bruemmer (1995), Bailat et al. (2000), Hashimoto et al. (2000), Victoria et al. (2000) et Byun et al. (2001)], pour une température d'irradiation relativement basse ($<100^{\circ}\text{C}$), le mécanisme prédominant de localisation de la déformation dans les aciers inoxydables austénitiques est la formation de bandes de maclage. Pour ces températures, la cisssion résolue critique de maclage est largement atteinte en raison de l'augmentation de la limite d'élasticité due à l'irradiation. Lorsque la température d'irradiation augmente, les canaux de dislocation deviennent de plus en plus importants pour une localisation de la déformation [Lee et al. (2001b) et Lee et al. (2001c)], car la cisssion résolue critique de maclage devient difficile à atteindre quand l'énergie de faute d'empilement augmente avec la température. En l'occurrence, on parle d'une transition de mode de déformation. Dans les gammes de température de fonctionnement des REP ($280\text{--}380^{\circ}\text{C}$), il semble que le mode de déformation soit lié à la vitesse de déformation. La déformation a lieu par canaux dans les aciers inoxydables austénitiques, à une faible vitesse de déformation (de l'ordre de 10^{-6}s^{-1}), avec très peu (ou aucune) macles observées [Cole et Bruemmer (1995), Hashimoto et al. (2000) et Victoria et al. (2000)]. A une vitesse de déformation moyenne (de l'ordre de 10^{-4}s^{-1}), le mode de déformation reste par canaux, mais avec une présence non négligeable de macles [Cole et Bruemmer (1995), Bailat (1999), Bailat et al. (2000), Hashimoto et al. (2000) et Nogaret (2007)] (**Figure 1.35** et **Figure 1.36**). D'après Bailat [Bailat et al. (2000)], pour une température de 277°C , le mode de déformation des aciers 304 et 316 à faibles doses est le maclage. Cependant, à 1.5dpa , les canaux sont observés dans l'acier 304, mais le model de déformation dans l'acier 316 est inchangée. La différence de mode de déformation entre les aciers 304 et 316 pourrait être une raison pour expliquer une sensibilité plus importante à l'IASCC pour l'acier 304 que pour l'acier 316.

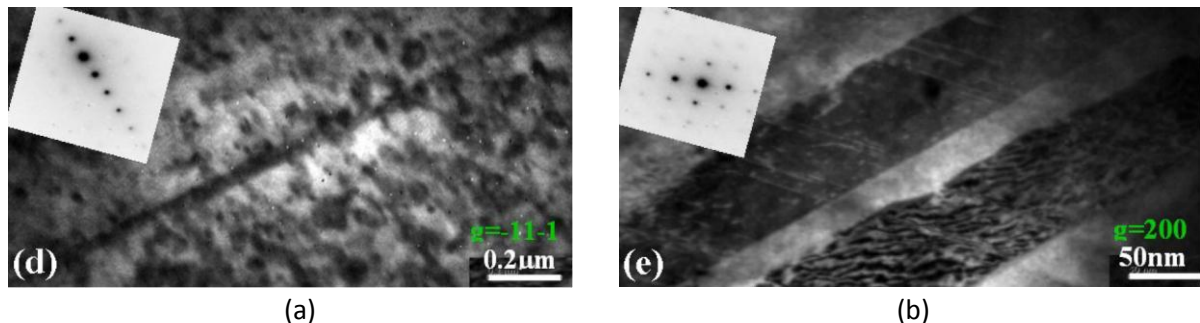


Figure 1.35 : Bandes de maclage observées dans l'acier 316, irradié et testé à 350°C , (a) macles observées sur la tranche; (b) bandes de maclage incliné qui permet de visualiser la microstructure interne de la macle [Nogaret (2007)].

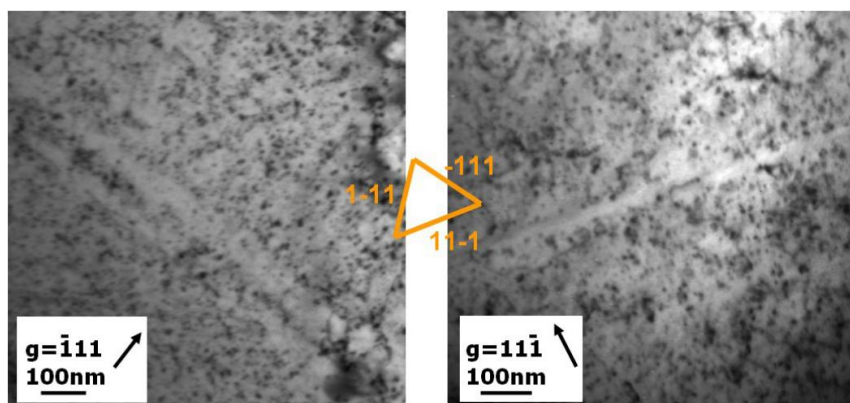


Figure 1.36 : Bandes claires formées par glissement de dislocations parfaites [Nogaret (2007)].

Bien que les bandes de maillage observées soient également libres de défauts d'irradiation, on parle de "bandes claires" spécifiquement pour désigner les canaux libres de défauts d'irradiation (ou avec une densité de défauts très réduite, selon les observations au MET *in-situ* dans [Pokor (2003)]), formés par glissement de dislocation parfaites, dont le passage fait disparaître les défauts créés au cours de l'irradiation. Les bandes claires constituent le principal mécanisme de localisation de la déformation aux températures de fonctionnement des REP dans les aciers inoxydables austénitiques. D'une manière générale, les bandes claires observées en MET possèdent une largeur de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres jusqu'à une centaine de nanomètres, et une hauteur de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres pour les aciers inoxydables austénitiques. L'annihilation progressive des boucles de Frank dans des bandes claires suite à un glissement des dislocations conduit à un adoucissement local dans les grains déformés et ainsi à la création d'une zone de passage préférentielle pour le glissement des dislocations suivantes. Pokor [Pokor (2003)] a observé lors d'une expérience de traction *in-situ* sur un acier 304 Hyp irradié aux ions, qu'au-delà d'une certaine contrainte seuil, la formation de bandes claires est certainement due au passage d'un grand nombre de dislocations mobiles, qui conduit à la disparition des boucles de Frank induites par irradiation. Puis les dislocations se déplacent uniquement dans ces bandes au sein d'un grain lorsque la contrainte augmente (**Figure 1.37**) ; le reste du grain ne se déformant pas plastiquement, sauf par apparition de nouveaux canaux.

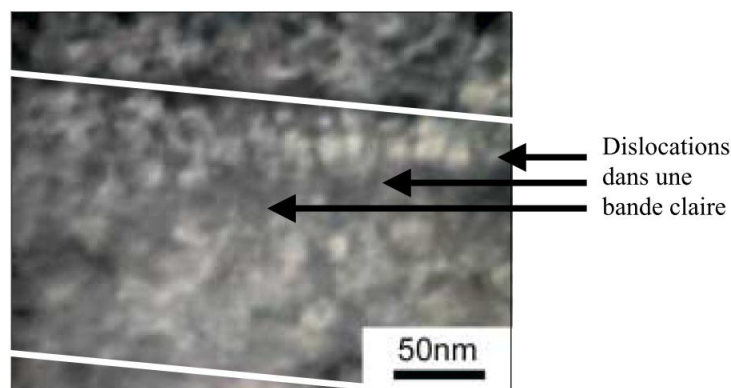


Figure 1.37 : Déplacement des dislocations mobiles dans les bandes claires formées lors d'une déformation plastique [Pokor (2003)].

Selon Edwards [Edwards et al. (2005)], les dislocations issues de sources de Frank-Read sont fortement décorées et ancrées par la microstructure créée par irradiation. Par conséquent, les dislocations plus glissiles sont issues de sites de concentration de contraintes/déformations, tels que des joints de grains, des interfaces, et des sites d'amorçage de fissures [Robach (2003), Robach et al. (2003) et Edwards et al. (2005)]. Une fois que ces dislocations ont été créées, elles peuvent glisser très rapidement selon les plans de glissement appropriés, et "effacer" les défauts d'irradiation sur ces plans. Selon Lee [Lee et al. (2001a)], les boucles de Frank créées au cours de l'irradiation dans l'acier 316LN interagissent avec l'empilement de dislocations, et se défont pour transformer en boucles parfaites. Ces dernières sont balayées par le glissement des dislocations. Sur la **Figure 1.38**, on montre les bandes claires formées par le passage des dislocations issues d'une pointe de fissure. Les bandes claires se propagent avec une vitesse de propagation très élevée à travers tout le grain jusqu'à ce qu'elles rencontrent des obstacles (interfaces, joints de grains, d'autres bandes, etc.). Le passage ultérieur des dislocations dans les bandes claires peut provoquer surtout un empilement de dislocations aux joints de grains. Cela conduit à une concentration de contraintes aux joints de grains, qui peut être une source de la rupture intergranulaire [Sauzay et al. (2010)]. Dans certaines conditions, les bandes claires peuvent même traverser les joints de grains ou de macles.

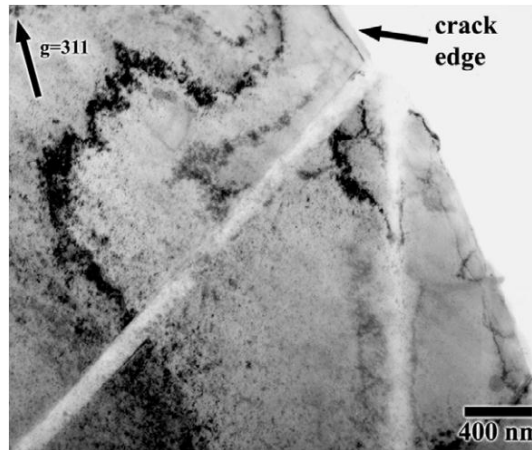


Figure 1.38 : Bandes claires formées au bord d'une fissure [Robach (2003)].

1.2.4 Bilan – effet d'irradiation sur les aciers inoxydables austénitiques

En conditions REP, les aciers inoxydables austénitiques montrent une évolution microstructurale due à l'irradiation neutronique, ce qui peut se traduire par une restauration du réseau initial de dislocations, une formation de défauts d'irradiation ("black dots", boucles de Frank, bulles de gaz, cavités vides, et éventuellement les précipités intergranulaires et intragranulaires), une ségrégation sur les puits, ainsi qu'une formation des bandes claires au cours de la déformation plastique. D'après cette recherche bibliographique, les conclusions suivantes peuvent être tirées : la microstructure de boucles de Frank est peu sensible aux conditions d'irradiation (densité à l'ordre de grandeur de 10^{22}m^{-3}), à l'exception de la température d'irradiation. La densité de boucles de Frank augmente avec la dose et tend vers une saturation à 5-10dpa. Au contraire, la population de cavités montre une grande dépendance avec le spectre du réacteur, la température et la dose d'irradiation. Le phénomène de la fragilisation due au gonflement n'apparaît probablement pas dans les structures internes de cuve des REP, selon l'extrapolation basée sur les études en RNR. Cependant, des expériences en conditions REP sont nécessaires pour explorer ce phénomène qui limitant éventuellement la durée de fonctionnement du réacteur.

Les boucles de Frank jouent un rôle important dans le durcissement et le fluage par irradiation des matériaux. Au cours de la déformation plastique, les bandes claires libres de boucles de Frank ont été observées. La formation des canaux est considérée comme principale mécanisme de localisation de la déformation, ce qui conduit à un adoucissement à l'échelle macroscopique. La ségrégation aux joints de grains et les bandes claires contribuent à la susceptibilité à l'IASCC et provoquent une perte de ténacité. La formation de bulles de gaz et de cavités vides peut conduire à un gonflement macroscopique. Cependant, les données dans la littérature ouverte en conditions REP à fortes doses ne sont pas assez nombreuses. Une modélisation qualitative (voire quantitative) est donc une étape incontournable pour prédire le comportement mécanique des aciers inoxydables austénitiques irradiés à fortes doses, pour assurer le fonctionnement des REP et contribuer à la prolongation de leur durée de fonctionnement.

1.3 Mécanismes de déformation dans les aciers inoxydables austénitiques fortement irradiés

Comme présenté dans la dernière section, au cours de l'irradiation neutronique, l'évolution microstructurale des matériaux irradiés conduit à une modification macroscopique du comportement mécanique lors de la déformation, qui se traduit surtout par un durcissement suivi par un adoucissement sur la courbe de traction, pour les matériaux irradiés à fortes doses (e.g. **Figure 1.12**). Cette évolution microstructurale montre une tendance à la saturation autour de 10dpa pour les aciers inoxydables austénitiques. Nous présentons progressivement dans cette section deux modèles à bases physiques permettant de décrire les mécanismes de durcissement et d'adoucissement par irradiation.

1.3.1 Modèle de durcissement par barrières dispersées et d'adoucissement par canalisation

Le modèle de durcissement par barrières dispersées (en anglais : *Dispersed Barrier Hardening Model*) est le modèle le plus souvent utilisé pour décrire le durcissement induit par irradiation des matériaux métalliques. Une belle synthèse a été faite dans la thèse d'Onimus [Onimus (2003)]. En considérant que les défauts d'irradiation immobiles (principalement les boucles de Frank dans les aciers inoxydables austénitiques) agissent comme obstacles aux dislocations mobiles, de plus, ces boucles sont uniformément distribuées dans le matériau, selon les études dans la littérature [Friedel (1964), Kelly et Nicholson (1971), Adda et al. (1991), Estrin (1996), Onimus (2003) et Pokor (2003)], il faut appliquer une tension de ligne suffisante pour qu'une dislocation mobile puisse franchir les obstacles (**Figure 1.39**). L'expression du durcissement par les boucles de Frank peut s'écrire par :

$$\Delta\sigma = \frac{\alpha M \mu b}{l}, \text{ avec } l = (Nd)^{\frac{1}{2}}$$

avec l la distance moyenne entre boucles de Frank, α la force d'obstacles effective des boucles de Frank, M le facteur de Taylor, μ le module de cisaillement, b le vecteur de Burgers, N la densité volumique des boucles de Frank, et d la taille des boucles de Frank. On note que la force d'obstacles des boucles de Frank présente un effet durcissant moyen entre 0.2 et 0.5, synthétisée dans la thèse de Pokor [Pokor (2003)] issues de différentes littératures.

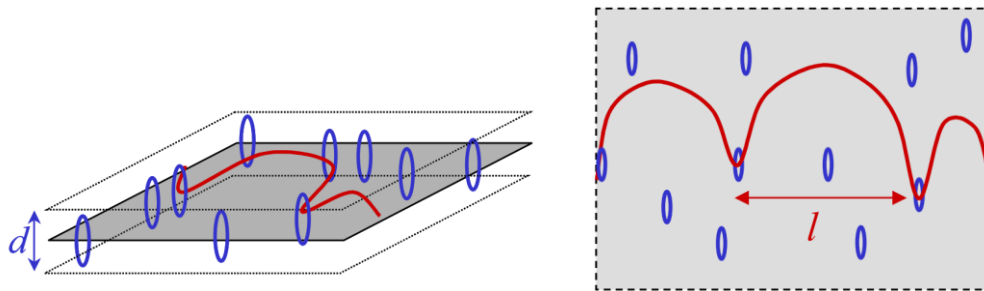


Figure 1.39 : Ancrage d'une ligne de dislocation par les boucles coupant son plan de glissement [Onimus (2003)].

Ce modèle de durcissement suggère que les défauts d'irradiation agissent comme des obstacles rigides et indestructibles (durcissement de type Orowan). Cette hypothèse n'est pas réaliste, car l'annihilation des boucles de Frank et la formation des canaux (bandes claires) ont été constatées suite à une déformation plastique d'un acier inoxydable austénitique irradié (**Section 1.2.3.6**). Ici, on distingue les interactions « *in-plane* » et « hors plan » entre dislocations et boucles de Frank. Rodney [Rodney (2000) et Pokor (2003)] a réalisé les simulations en statique moléculaire à 0K de l'interaction entre une dislocation et une boucle de Frank dans le nickel. Dans le cas où la dislocation et la boucle de Frank se situent dans le même plan de glissement de type {111}, l'application d'une contrainte entraîne ici une interaction « *in-plane* » entre eux qui conduit à un défautement de la boucle de Frank qui se transforme en boucle parfaite. Par contre, dans le cas où la dislocation et la boucle de Frank se situe dans des plans de glissement différents, l'application d'une contrainte n'entraîne pas de défautement de la boucle. La dislocation peut traverser la boucle de Frank en créant une marche sur la boucle. Des travaux de Yang par les simulations de dynamique moléculaire [Yang et al. (2003)] ont confirmé ces deux types d'interactions présentées ci-dessus. Il a montré que dans ces deux cas, les boucles de Frank ne peuvent pas devenir des boucles prismatiques. Le défautement d'une boucle de Frank est suivi par l'incorporation de cette boucle parfaite dans la ligne de dislocation mobile. Ainsi, les boucles de Frank peuvent être sources des dislocations lors d'une déformation plastique. Ce mécanisme d'annihilation des boucles de Frank de type interstitiel « *in-plane* » peut s'écrire par : $\frac{a}{3}[111] + \frac{a}{6}[2\bar{1}\bar{1}] + \frac{a}{6}[\bar{1}2\bar{1}] \rightarrow \frac{a}{2}[110]$. Les résultats ci-dessus ont également été observés dans les travaux de Nogaret [Nogaret (2007)] réalisés par la DDD et la DM, qui a étudié en particulier les interactions entre les différents types de dislocations (vis, coin et mixte) et les différents types de défauts d'irradiation (boucles de Frank et tétraèdres de fautes d'empilement).

1.3.2 Modèle par blocage des sources induites par les cascades

Le modèle de durcissement par blocage des sources induites par les cascades (en anglais : *Cascade Induced Source Hardening Model*) est un modèle proposé par Trinkaus et Singh [Trinkaus et al. (1997a), Singh et al. (1997) et Trinkaus et al. (1997b)]. Blewitt [Blewitt et al. (1960)] a envisagé que le mécanisme de durcissement par irradiation n'est pas de type Orowan, puisque les défauts d'irradiation n'agissent pas comme des obstacles rigides et indestructibles, mais est conduit par l'ancrage des dislocations par les amas de défauts ponctuels sous forme de petites boucles glissiles créées par les cascades, à la manière des atmosphères de Cottrell, qui devient des sources de Frank-Read. Ces boucles de type interstitiel peuvent glisser uni-dimensionnellement et être piégées par les champs de contraintes des dislocations si la distance entre les boucles et la dislocation est inférieure à une distance critique de « stand-off », en formant un nuage de défauts qui ancrent les dislocations décorées. Dans le cas où les dislocations sont fortement décorées (avec une forte dose), l'application d'une contrainte critique va conduire à l'activation de sources de Frank-Read à partir de ces dislocations ou d'autres entités microstructurales, pour amorcer la déformation plastique et interagir avec d'autres défauts d'irradiation (**Figure 1.40**). Dans le cas de faible dose (*i.e.* une faible densité d'amas ponctuels) ou d'une densité de dislocations forte (matériau écroui), on peut imaginer que la contrainte critique pour désancrer les dislocations soit atteinte avant celle nécessaire pour activer des sources Frank-Read. On appelle dans ce texte, l'un ou l'autre des mécanismes, « effet d'avalanche » pour décrire le processus de désancrage des dislocations. La cission critique nécessaire pour débloquent les dislocations peut s'exprimer comme :

$$\tau \approx 0.1\mu(b/l)(d/y)^2$$

avec l l'espace moyen entre deux boucles, μ le module de cisaillement, b le vecteur de Burgers, y la distance de « stand-off », et d le diamètre des boucles.

Ce modèle est principalement soutenu par la simulation numérique (par la dynamique moléculaire, etc) [Trinkaus (1997b), Rodney (1999), Osetsky et al. (2000), Rodney et al. (2001) et Huang et Ghoniem (2002)]. Cependant, peu d'études expérimentales permettent de justifier ce mécanisme. La **Figure 1.41** montre une dislocation située dans un nuage de boucles interstitielles, dans un cuivre irradié aux neutrons, observée en TEM *ex-situ* [Makin (1964)]. Il n'est pas clair que les petites boucles sont en train de glisser vers la dislocation pour l'ancrer ou d'être balayées par cette dislocation car les densités des boucles entre les deux côtés de cette dislocation sont très différentes. A ce jour, aucune étude spécifique n'a été trouvée concernant les aciers inoxydables austénitiques.

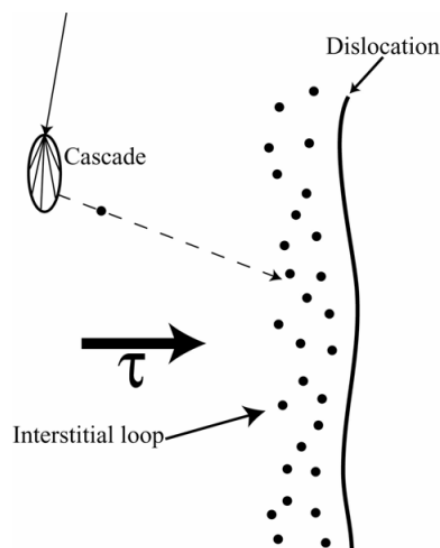


Figure 1.40 : Principe de mécanisme de durcissement par blocages des sources induites par les cascades [Robach (2003)].

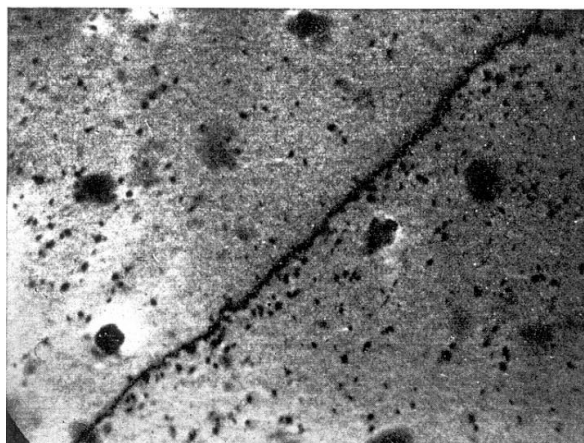


Figure 1.41 : Une dislocation située dans un nuage de boucles interstitielles, dans un cuivre irradié aux neutrons, observée en TEM *ex-situ* [Makin (1964)].

1.4 Modèles monocristallins pour une structure CFC

1.4.1 A propos de l'échelle monocristalline

La **Figure 1.42** présente différents types de simulation du comportement plastique avec les transitions entre les différentes échelles. On découvre que l'échelle monocristalline se trouve au centre de cette approche. Un monocristal est un domaine du matériel qui possède une orientation cristallographique. Il peut servir à fournir une modélisation sur un VER (Volume Élémentaire Représentatif) en tenant compte des paramètres caractéristiques (texture, fraction volumique des phases, morphologie, etc.). Son comportement se déduit des interactions entre les dislocations, qui par ailleurs, sont principalement étudiées et caractérisées par les méthodes de DDD (Dynamique des Dislocations Discrètes) et de DM (Dynamique Moléculaire).

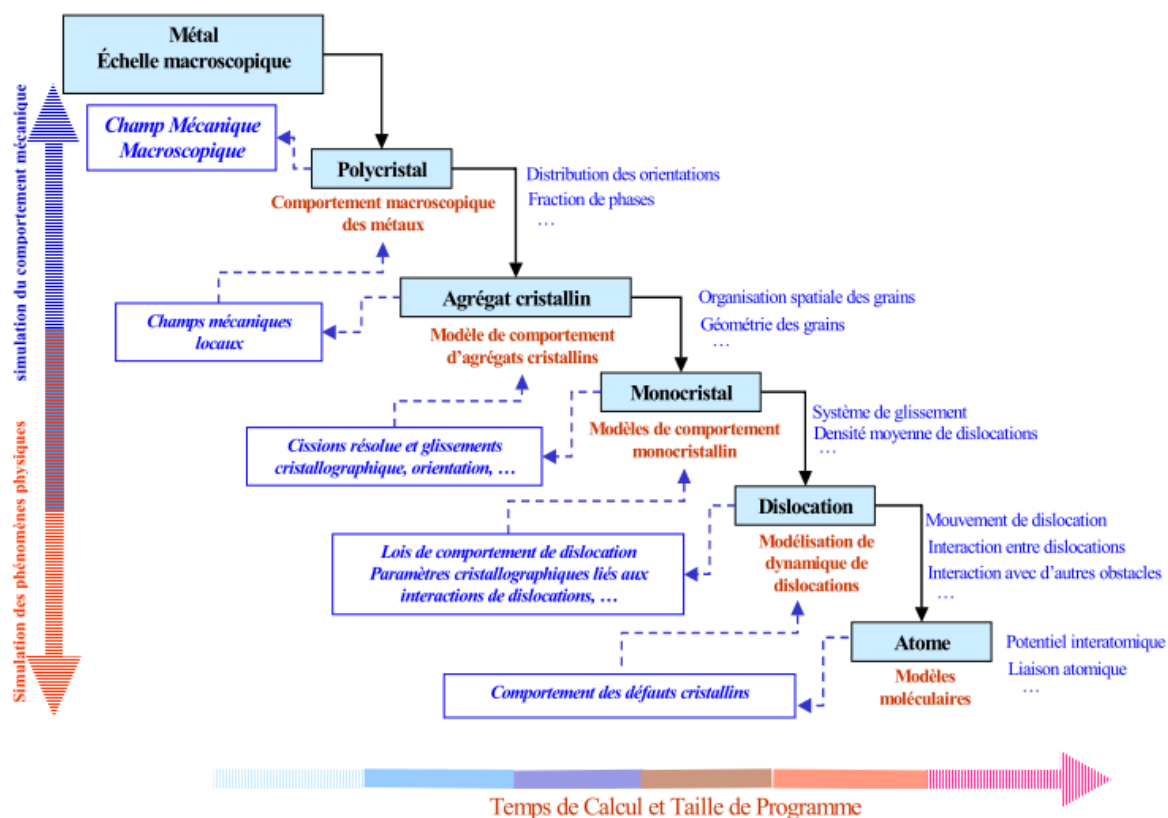


Figure 1.42 : Etudes de comportement plastique sur les différentes échelles disponibles [Saai (2007)].

1.4.2 Quelques notions élémentaires

- **Structure Cubique à Faces Centrées (CFC) :** les aciers inoxydables austénitiques présentent une structure Cubique à Faces Centrées (CFC) : 8 nœuds aux sommets du cube et 6 nœuds au centre de chacune des faces de ce cube. Le glissement s'effectue sur les plans cristallographiques les plus denses de type $\{111\}$ et suit les directions les plus denses de type $\langle 110 \rangle$ (**Figure 1.43**). Un système de glissement s est caractérisé par son plan normal (vecteur $\underline{n}^s$) et sa direction de glissement (vecteur $\underline{m}^s$). Par conséquent, pour un matériau CFC, 24 systèmes de glissement sont définis. Pour raison de la symétrie géométrique, le nombre de

systèmes de glissement est souvent réduit à 12, et repérés par la convention de Schmid et Boas (**Tableau 1.11**).

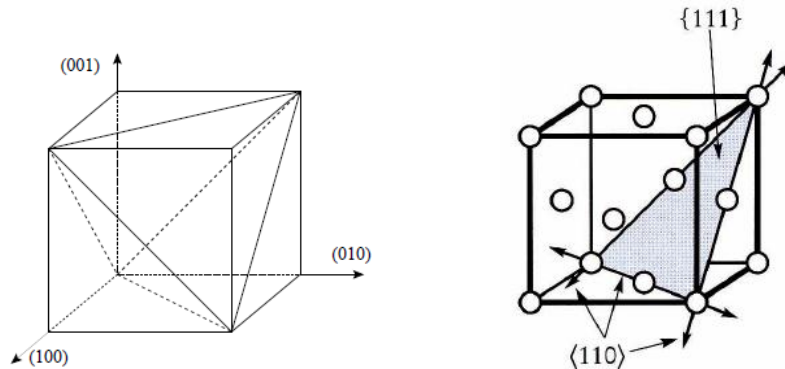


Figure 1.43 : Les systèmes de glissement pour les matériaux CFC : 4 plans de glissement de type {111}, et 3 directions de glissement de type <110> (au lieu de 6 pour raison de la symétrie) dans chaque plan de glissement.

s	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Nom	B4	B2	B5	D4	D1	D6	A2	A6	A3	C5	C3	C1
$\underline{n}^s$	(111)			(1 $\bar{1}$ 1)			(1 $\bar{1}$ 1)			(1 $\bar{1}$ 1)		
$\underline{m}^s$	[$\bar{1}$ 01]	[0 $\bar{1}$ 1]	[$\bar{1}$ 10]	[$\bar{1}$ 01]	[011]	[110]	[0 $\bar{1}$ 1]	[110]	[101]	[$\bar{1}$ 10]	[101]	[011]

Tableau 1.11 : 12 systèmes de glissement pour un cristal CFC, selon la convention de Schmid-Boas, avec n la normale aux plans de glissement et m la direction de glissement [Schmid et Boas (1935)].

- **Loi de Schmid** : la relation entre la contrainte de traction suivant la direction $\underline{l}$ et la cisssion résolue sur un système de glissement s (**Figure 1.44**) :

$$\tau^s = \underline{\sigma} : \underline{N}^s = \sigma(\underline{l} \otimes \underline{l}) : (\underline{m}^s \otimes \underline{n}^s) = \sigma(\underline{n}^s \cdot \underline{l})(\underline{m}^s \cdot \underline{l}) = \sigma(\cos \chi \cos \theta)$$

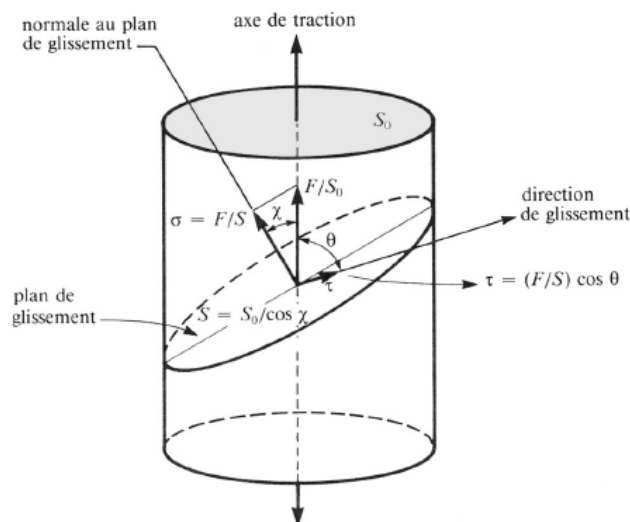


Figure 1.44 : Représentation de la loi de Schmid sur un monocristal.

où χ représente l'angle entre la direction de traction et la normale au plan de glissement, et θ représente l'angle entre la direction de traction et la direction de glissement. On note que tous les vecteurs $\underline{l}$, $\underline{m}^s$ et $\underline{n}^s$ sont unitaires. Le facteur de Schmid peut s'exprimer par :

$$f_{Schmid} = \cos \chi \cos \theta = \frac{\tau^s}{\sigma} = (\underline{n}^s \cdot \underline{l})(\underline{m}^s \cdot \underline{l})$$

Schmid a formulé une condition générale de l'écoulement plastique sur un système de glissement, afin de déterminer les systèmes actifs. Le glissement γ^s du système s s'amorcera dès que la cission résolue $|\tau^s|$ dépasse la cission résolue critique τ_c^s . Le glissement et la cission résolue possèdent le même signe, ce qui permet de décrire les deux sens de glissement.

- **Projection cristallographique** : la loi de Schmid et la convention de Schmid et Boas permettent de réaliser une projection stéréographique pour repérer tous les systèmes de glissement sur un plan (**Figure 1.45**). Selon différentes directions de chargement projetées sur ce plan, un certain nombre de systèmes de glissement sera activé. Le nombre d'activation de systèmes de glissement est égal au nombre de triangles qui partagent la position de l'axe de chargement projetée. Si ce dernier se trouve à l'intérieur d'un triangle, un seul système de glissement sera activé (glissement simple). Et s'il est situé sur la frontière de plusieurs triangles, tous les systèmes de glissement dans ces triangles seront activés (glissement multiple).

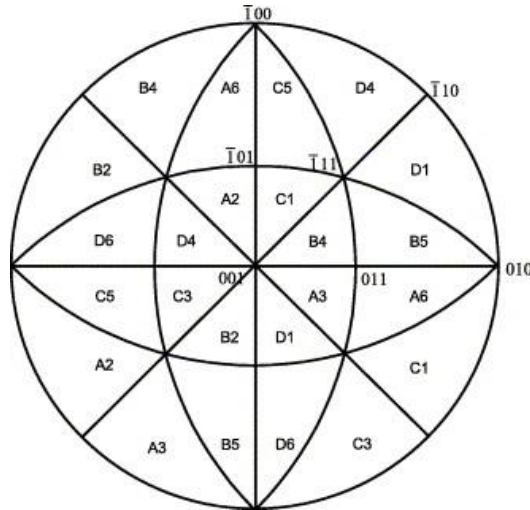


Figure 1.45 : Projection stéréographique faisant apparaître les systèmes de glissement, selon la convention de Schmid et Boas. L'activation de systèmes de glissement dépend de l'axe de chargement projeté sur le plan.

- **Angles d'Euler** : En science des matériaux, les angles d'Euler sont utilisés pour décrire l'orientation cristalline (orientation d'une cristallite par rapport aux axes de l'échantillon), notamment dans le domaine de l'analyse de texture (orientation préférentielle). Les angles sont alors en général notés par (ϕ_1, Φ, ϕ_2) avec la convention de Bunge [Bunge (1965) et Bunge (1982)], en passant de la base globale xyz à la base locale $x'y'z'$ (**Figure 1.46**).

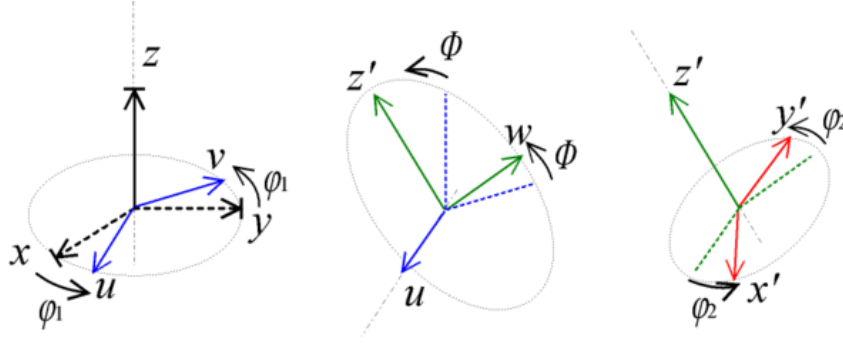


Figure 1.46 : Représentation des angles d'Euler selon la convention zxz.

1.4.3 Modèle de comportement du monocristal CFC

Pour étudier numériquement le comportement du monocristal de structure CFC, différents types de modèles ont été développés depuis les années 70. En général, on peut utiliser deux lois pour décrire la plasticité cristalline : une loi d'écoulement permettant de vérifier si un système de glissement est activé, et si tel est le cas de déterminer la vitesse de glissement de ce système, et une loi d'écrouissage pour décrire le durcissement sur chaque système activé suite à un glissement. On présente ici deux sortes de modèles monocristallins : le modèle physique de Teodosiu-Tabourot et le modèle phénoménologique de Cailletaud.

1.4.3.1 Loi d'écoulement viscoplastique

Le passage du comportement individuel d'une dislocation à celui de la densité moyenne de dislocations sur le système s peut se faire en utilisant la relation d'Orowan :

$$\dot{\gamma}^s = \rho_m^s b \bar{v}^s \quad \text{Équation 1.1}$$

où ρ_m^s est la densité de dislocations mobiles, b est la norme du vecteur de Burgers et $\bar{v}^s$ la vitesse moyenne d'une dislocation.

Teodosiu et Tabourot [Teodosiu (1975), Tabourot (1992) et Tabourot et al. (1997)] ont proposé une loi d'écoulement physique basée sur la théorie du mouvement thermiquement activé des dislocations pour chaque système de glissement :

$$\dot{\gamma}^s = \rho_m^s b^2 v_D \exp\left(\frac{-\Delta G}{kT}\right) \exp\left(\frac{(\tau^s - \tau_c^s) \Delta V}{kT}\right) \quad \text{Équation 1.2}$$

avec v_D la fréquence de Debye, ΔG l'énergie d'activation relative au franchissement des obstacles à contrainte nulle, k la constante de Boltzmann, T la température, ΔV le volume d'activation, τ^s la cission résolue projetée sur le système de glissement s (24 systèmes de glissement pour un matériau CFC, sans tenir compte de la symétrie) et τ_c^s la cission critique pour activer le glissement du système s .

Afin de faciliter les applications numériques [Tabourot(1992), Hoc et al. 2001 et Fivel et Forest (2004)], en faisant tendre τ^s vers τ_c^s et un développement limité au premier ordre en τ^s / τ_c^s , la loi d'écoulement de manière multiplicative peut s'écrire comme :

$$\dot{\gamma}^s = \begin{cases} \dot{\gamma}_0 \left| \frac{\tau^s}{\tau_c^s} \right|^n \text{signe}(\tau^s), & \text{si } |\tau^s| > \tau_c^s \\ 0, & \text{sinon} \end{cases}, \text{ en posant } \dot{\gamma}_0 = \rho_m^s b^2 v_D \exp\left(\frac{-\Delta G}{kT}\right) \text{ et } n = \frac{\tau_c^s \Delta V}{kT} \quad \text{Équation 1.3}$$

Pour un matériau CFC, cette loi est souvent valable dans une gamme de températures inférieure à $0.3T_f$, c'est-à-dire un régime de déformation à froid, pour que la cission thermiquement activée issue d'un champ de contraintes à courte distance reste petite.

Cailletaud [Cailletaud (1987) et Cailletaud (1992)] a développé un modèle de type micromécanique phénoménologique qui prend en compte les changements de trajet de chargement pour simuler le comportement anisotrope viscoplastique des monocristaux. Ce modèle viscoplastique à seuil consiste à proposer des variables d'écrouissage cinématique x^s et isotrope r^s attachées, de manière additive, à chaque système de glissement :

$$\dot{\gamma}^s = \left\langle \frac{|\tau^s - x^s| - r^s}{K} \right\rangle^n \text{sign}(\tau^s - x^s) \quad \text{Équation 1.4}$$

où n et K sont les paramètres de Norton qui caractérisent la viscosité, r^s représente l'écrouissage isotrope, décrit par une évolution de la cission critique. $\langle \bullet \rangle = (\bullet)$ si $\bullet \geq 0$, $\langle \bullet \rangle = 0$ sinon.

On remarque que la loi phénoménologique à seuil vérifie bien la loi de Schmid, qui donne une condition générale d'écoulement sur un système de glissement. Tant que $|\tau^s - x^s| < r^s$, il n'existe aucun glissement, car tous les systèmes de glissement sont inactivés.

1.4.3.2 Loi d'écrouissage pour les matériaux à l'état non-irradié

La contrainte de tension de ligne est à l'origine physique de l'écrouissage isotrope, dont l'effet se représente par une contrainte interne indépendante du sens de chargement. L'expression de la contrainte de tension de ligne τ_μ dépend uniquement de la longueur du segment de dislocation entre

les obstacles l : $\tau_\mu \approx \frac{\alpha \mu b}{l}$, avec α le paramètre d'écrouissage et μ le module de cisaillement. Si la répartition des obstacles reste uniforme, la longueur moyenne du segment de dislocation entre ces obstacles peut s'exprimer approximativement en fonction de la racine carrée de la densité de dislocations de la forêt par : $l \approx \frac{1}{\sqrt{\rho}}$.

La contrainte appliquée doit dépasser la tension de ligne, afin de faire déplacer une ligne de dislocation. La limite d'activation du mouvement de dislocations sur le système s de glissement peut être définie par : $\tau_{\mu}^s = \alpha \mu b \sqrt{\rho}$, où ρ est la densité de dislocations forêts de tous les systèmes [Mecking et Kocks (1981)]. Le paramètre de l'écrouissage α est de l'ordre de 0.35 pour les matériaux CFC [Saada (1960) et Madec (2001)].

On suppose que τ_{μ}^s est indépendant de la température. Selon ce modèle physique, la cission critique athermique τ_{μ}^s pour activer le glissement d'un système s dépend de la densité de dislocations de tous les systèmes de glissement et de l'effet des interactions entre les systèmes de glissement. Les auteurs [Franciosi (1984), Franciosi (1985) et Tabourot (1992)] ont généralisé l'expression de la cission critique athermique comme :

$$\tau_{\mu}^s = \mu b \sqrt{\sum_u a^{su} \rho^u} \quad \text{Équation 1.5}$$

La cission critique complète τ_c^s peut s'exprimer comme la somme de la partie athermique τ_{μ}^s et de la friction du réseau cristallin τ_0 qui dépend de la température : $\tau_c^s = \tau_0 + \tau_{\mu}^s$.

La loi ci-dessus est souvent utilisée dans le cas du comportement d'un matériau CFC à haute température. Notons ρ^u la densité de dislocations forêts du système u , et a^{su} la matrice d'interaction 12x12 qui sera présentée dans la section suivante. Cette dernière est préférablement utilisée dans notre modèle de plasticité cristalline par rapport à un simple paramètre de l'écrouissage α , afin de mieux décrire les interactions entre dislocations.

Pour compléter la relation d'écrouissage isotrope, on a besoin maintenant d'une loi d'évolution des densités de dislocations pour calculer la cission critique. Classiquement, la densité de dislocations sur le système de glissement s se décompose en deux termes : un terme de multiplication (ou de stockage) basée sur la relation d'Orowan et un autre terme d'annihilation [Mecking et Lucke (1970), Essman et Mughrabi (1979) et Mecking et Kocks (1981)]. Elle peut s'écrire alors :

$$\dot{\rho}^s = \frac{1}{b} \left(\frac{1}{L^s} - g_c \rho^s \right) |\dot{\gamma}^s| \quad \text{Équation 1.6}$$

Pour le terme de multiplication, L^s présente le libre parcours moyen des dislocations mobiles avant d'être immobilisées par les obstacles, ce qui dépend de la racine carrée de dislocations forêt :

$$L^s = \frac{K}{\sqrt{\sum_{u \neq s} \rho^u}} \quad \text{Équation 1.7}$$

avec K le facteur de proportionnalité qui compte le nombre des obstacles franchis par une dislocation avant son arrêt.

Quant au terme d'annihilation, le facteur de proportionnalité $g_c=2y_c$ dépend du mécanisme d'annihilation des dipôles de dislocations, avec $y_c=R\beta$ une constante appelée distance moyenne d'annihilation de la densité de dislocations.

On obtient maintenant l'expression complète de la loi d'évolution des densités de dislocations du modèle de Teodosiu-Tabourot :

$$\dot{\rho}^s = \frac{1}{b} \left(\frac{\sqrt{\sum_{u \neq s} \rho^u}}{K} - g_c \rho^s \right) |\dot{\gamma}^s| \quad \text{Équation 1.8}$$

Il est à noter que la loi présentée précédemment permet de décrire l'écrouissage isotrope. Selon des études [Ashby (1970), Feaugas (1999) et Mughrabi (2001)], les incompatibilités intergranulaire et intragranulaire de déformation plastique provoquent en plus un écrouissage cinématique. Le comportement plastique à écrouissages isotrope et cinématique du cristal CFC comprenant les lois d'évolution des densités de dislocations a été étudié dans la thèse de Saai [Saai (2007)].

Dans le modèle de Cailletaud [Cailletaud (1988) et Méric et Cailletaud (1991)], l'écrouissage (χ^s et r^s) est de type additif. La loi d'évolution non linéaire de l'écrouissage isotrope peut être définie sous la forme explicite :

$$r^s = r_0 + Q \sum_r h^{sr} [1 - \exp(-Bv^r)], \text{ avec } \dot{v}^s = |\dot{\gamma}^s| \quad \text{Équation 1.9}$$

où Q et B sont deux paramètres qui interviennent dans la fonction exponentielle permettant une saturation de la cission critique, h^{sr} est la matrice d'écrouissage prenant la même forme que a^{su} décrite par Franciosi, et le glissement plastique cumulé est noté v^s .

Pour compléter la description, on introduit aussi une loi d'évolution non linéaire de l'écrouissage cinématique :

$$\chi^s = c a^s, \text{ avec } \dot{a}^s = \dot{\gamma}^s - d |\dot{\gamma}^s| a^s - \left(\frac{|a^s|}{M} \right)^m \text{sign}(a^s) \quad \text{Équation 1.10}$$

Cette loi permet une saturation sous chargement monotone et en glissement simple, vers c/d . Un terme supplémentaire de restauration statique (décrite par les coefficients M et m) est introduit pour une meilleure description des phénomènes de fluage et relaxation. Ce modèle prend en compte aussi l'effet Bauschinger dans le cadre des chargements cycliques.

Un parallèle analytique entre le modèle physique de Teodosiu-Tabourot et le modèle phénoménologique de Cailletaud est réalisé dans différentes littératures [Gérard (2008) et Fivel et Forest (2004)]. La forme de la loi d'évolution de la densité de dislocations permet de réconcilier a posteriori ces deux approches.

1.4.3.3 Loi d'écrouissage en prenant compte de l'effet d'irradiation

D'après la **Section 1.2** et la **Section 1.3**, nous avons décrit les différents types de défauts formés au cours de l'irradiation. Les boucles de Frank qui font partie de la microstructure de dislocations dans un matériau à l'état irradié sont considérées dans la littérature comme une source importante du durcissement par irradiation. De même, leur annihilation suite à une déformation plastique conduit à un phénomène d'adoucissement. Sous certaines hypothèses, dans le cas du durcissement par interaction avec les dislocations de forêt, Friedel et Kelly [Friedel (1964) et Kelly et Nicholson (1971)] ont originalement proposé que l'augmentation de la cission critique soit proportionnelle à la racine carrée de la densité des boucles :

$$\Delta \tau_c = \alpha_i \mu b \sqrt{Nd} \quad \text{Équation 1.11}$$

où α_i présente la force d'obstacles effective des boucles de Frank, μ est le module de cisaillement, b est la norme du vecteur de Burgers pour les boucles de dislocations, N est la densité en nombre par unité de volume de ces boucles, et d le diamètre moyen des boucles de dislocations. Ici, on peut noter une densité surfacique (areal density) de boucles par [Lucas (1993)], dont l'unité est m^{-2} comme celle de la densité de dislocations.

Mughrabi [Mughrabi et al. (1993)] montre que l'énergie des jonctions entre dislocations et boucles est bien supérieure à l'énergie apportée par l'activation thermique. Ce résultat permet de simplifier l'expression de la cission critique, car le durcissement lié aux jonctions entre dislocations et boucles est donc pris en compte au niveau de la cission critique athermique comme celui lié aux dislocations. Onimus [Onimus (2003)] propose une expression complète de la cission critique du système s qui peut s'écrire comme la racine carrée de la somme des densités de dislocations et de boucles, pour un alliage de zirconium, en distinguant les forces d'obstacles effectives des dislocations α et des boucles α_i (**Équation 1.12**). Krishna utilise également ce type d'expression « **la racine de la somme** » dans ses travaux [Krishna et al. (2010) et Krishna et De (2011)].

$$\tau_\mu^s = \tau_0 + \mu b \sqrt{\alpha^2 \sum_u \rho^u + \alpha_i^2 Nd} \quad \text{Équation 1.12}$$

Différente de celle présentée ci-dessus, la cission critique du système s qui peut s'exprimer comme la somme des racines carrées des densités de dislocations et de boucles de Frank (**Équation 1.13**). Ce genre de modèle « **la somme des racines** » est inspiré directement par **Équation 1.11** et aussi largement utilisé que le modèle « la racine de la somme » pour modéliser la cission critique en prenant compte de l'effet d'irradiation [Friedel (1964), Kelly et Nicholson (1971), Pokor (2003), Pokor et al. (2004a) et Pokor et al. (2004b)]. A notre connaissance, il n'y a à ce jour aucune étude spécifique aux échelles inférieures par DDD ou DM pour justifier quel modèle correspond mieux à la physique.

$$\tau_\mu^s = \tau_0 + \mu b \left(\alpha \sqrt{\sum_u \rho^u} + \alpha_i \sqrt{Nd} \right) \quad \text{Équation 1.13}$$

La loi d'évolution de la densité de dislocations pour un matériau irradié garde la même forme que celle pour un matériau non irradié dans la littérature. Par ailleurs, il faut maintenant fournir une loi d'évolution de la densité de boucles. En prenant en compte le mécanisme d'annihilation de boucles de

Frank par le passage des dislocations dans les canaux, les bandes claires formées provoquent un adoucissement local dans le matériau. Rodney puis Pokor et Onimus [Rodney et al. (2001), Onimus (2003), Pokor (2003) et Pokor et al. (2004a)] ont proposé une loi d'évolution de la densité de boucles par :

$$\dot{N} = -\rho NH\bar{v} \quad \text{Équation 1.14}$$

où ρ est la densité de dislocations, $H/2$ représente une distance critique au plan de glissement de dislocation afin de capturer les boucles, et $\bar{v}$ est la vitesse moyenne de dislocations. En appliquant la relation d'Orowan $\dot{\gamma} = -\rho b\bar{v}$, on peut établir son expression finale, en fonction du glissement cumulé sur tous les systèmes concernés :

$$\dot{N} = -\frac{H}{b} N \sum_p |\dot{\gamma}^p| \quad \text{Équation 1.15}$$

Basé sur le mécanisme d'annihilation de dislocations développé par Cheong et Busso [Cheong et Busso (2004)], Krishna et al. [Krishna et al. (2010) et Krishna et De (2011)] ont proposé un modèle très complet de la loi d'évolution des défauts d'irradiation $\dot{\rho}_{def}^\alpha$, en prenant en compte la probabilité d'annihilation P_{ann} et la densité de défauts stabilisés ρ_{sdef}^α . Pour un système de glissement α ($\alpha = 1...24$), la probabilité d'annihilation $P_{ann} = A_s^\alpha \rho_d^\alpha$ s'exprime par le produit de l'aire d'annihilation de défauts d'irradiation A_s^α (qui dépend de la distance critique de « stand-off » d_s et du libre parcours moyen L^α) par la densité de dislocations ρ_d^α . Cette loi s'écrit alors :

$$\dot{\rho}_{def}^\alpha = -\left(A_s^\alpha \rho_d^\alpha\right) \left(\rho_{def}^\alpha - \rho_{sdef}^\alpha\right) \frac{d_{def}^\alpha}{b^\alpha} \dot{\gamma}^\alpha, \text{ avec } A_s^\alpha = \left[2d_s L^\alpha + \pi d_s^2\right] \quad \text{Équation 1.16}$$

1.4.4 Interactions entre dislocations

Depuis les années 60, Hirth a commencé les études sur les interactions entre dislocations de différents systèmes de glissement [Hirth (1960)]. Il existe de nombreuses études expérimentales sur l'écrouissage des monocristaux CFC [Jackson et Basinski (1976), Miyamoto et al. (1977), Franciosi et al. (1980), Franciosi (1985) et Wu et al. (1991)]. Les essais de durcissement latent fournissent un moyen qui permet d'évaluer les interactions entre les dislocations primaires créées par une pré-déformation en glissement simple et les dislocations activées par une seconde étape de l'essai. Selon les essais, différents types d'interactions entre le système primaire et le système latent ont été mis en évidence. Lorsque les systèmes sont sécants, ils peuvent former des jonctions ou des verrous : la jonction glissile, le verrou de Hirth et le verrou de Lomer (jonction sessile). En plus, 3 autres systèmes peuvent également intervenir dans les interactions : auto-écrouissage (système avec lui-même), interaction coplanaire (systèmes avec les mêmes plans de glissement) et interaction colinéaire (entre un système et son système dévié). A partir de tous les essais expérimentaux, un classement de ces six interactions d'après [Franciosi (1985) et Bassani et Wu (1991)] est donné par :

Auto-écrouissage < Colinéaire < Hirth < Coplanaire < Glissile < Lomer

Le développement progressif depuis les années 90 de la méthode numérique de Dynamique des Dislocations Discrètes (DDD) permet de fournir plus d'informations quantitatives sur les interactions entre dislocations [Kubin et Canova (1992) et Devincere et al. (1992)]. Le modèle DDD peut servir à identifier les coefficients de la matrice d'interaction dans le modèle de plasticité cristalline basé sur la densité de dislocations. Par exemple, les coefficients d'interaction entre différents systèmes de glissement, notés par a^{su} , utilisés dans la loi d'écrouissage peuvent être déterminés par une mesure de la contrainte de cisaillement appliquée sur un système s pour que ce système puisse traverser une population de dislocations forêts sur un système u avec une densité de dislocations ρ^u [Fivel (1997)].

Ici, on introduit la notion de matrice d'interaction (ou la matrice de force) permettant de prendre en compte les interactions entre systèmes de glissement dans la loi d'écrouissage du modèle monocristallin. Basée sur le modèle de Mandel [Mandel, 1965] en dissociant l'auto-écrouissage et l'écrouissage latent, Franciosi [Franciosi (1984) et Franciosi (1985)] propose une matrice 12x12 symétrique pour décrire les interactions des systèmes octaédriques CFC (**Tableau 1.12**). De fait de sa forme complète et sa signification physique de ses termes d'interaction entre les systèmes de glissement, cette matrice d'interaction a^{su} est construite à partir de 6 coefficients indépendants (**Tableau 1.13**).

	A2	A3	A6	B2	B4	B5	C1	C3	C5	D1	D4	D6
A2	a_1	a_2	a_2	a_4	a_5	a_5	a_3	a_5	a_6	a_3	a_6	a_5
A3		a_1	a_2	a_5	a_3	a_6	a_5	a_4	a_5	a_6	a_3	a_5
A6			a_1	a_5	a_6	a_3	a_6	a_5	a_3	a_5	a_5	a_4
B2				a_1	a_2	a_2	a_3	a_6	a_5	a_3	a_5	a_6
B4					a_1	a_2	a_6	a_3	a_5	a_5	a_4	a_5
B5						a_1	a_5	a_5	a_4	a_6	a_5	a_3
C1							a_1	a_2	a_2	a_4	a_5	a_5
C3								a_1	a_2	a_5	a_3	a_6
C5									a_1	a_5	a_6	a_3
D1										a_1	a_2	a_2
D4											a_1	a_2
D6												a_1

Symétrique

Tableau 1.12 : Matrice d'interaction des systèmes de glissement pour une structure CFC [Franciosi (1985)].

<i>L'interaction entre les dislocations d'un même système, a^{su} pour $s=u$</i>	
a_1	auto-écrouissage (interaction du système avec lui-même)
<i>Les interactions entre différents systèmes de glissement, a^{su} pour $s \neq u$</i>	
a_2	interaction coplanaire (avec le même plan de glissement $\underline{n}$)
a_3	formation de verrous de Hirth (interaction entre les dislocations sur les systèmes orthogonaux)
a_4	interaction colinéaire (interaction entre un système et son système dévié, avec les mêmes vecteurs de Burgers $\underline{m}$)
a_5	formation de jonctions glissiles
a_6	formation de verrous de Lomer (jonctions sessiles)

Tableau 1.13 : Six paramètres dans la matrice d'interaction pour une structure CFC.

Les coefficients qui conduisent à la formation de jonctions de Lomer et des jonctions glissiles étaient attendus comme les plus grands, ce qui permettait d'expliquer le stade de l'écroissage important gouverné par l'interaction entre systèmes sécants en glissement double. D'après les études de DDD, certains auteurs [Madec (2001), Madec et al. (2003) et Devincré et al. (2006)] ont trouvé que le glissement dévié joue un rôle important dans l'organisation de la microstructure. En plus, ils ont montré que l'interaction colinéaire présente une valeur beaucoup plus forte que celle initialement considérée, car de nombreuses annihilations entre les systèmes primaires et déviés interviennent dans le durcissement. Par conséquent, de nombreux petits segments sont produits dans le plan de glissement primaire, limités par des nœuds à l'intersection des plans primaire et dévié. Les nœuds et les petits segments de dislocations deviennent des sources fortes de durcissement.

A partir des simulations de DDD, un nouveau classement de 4 interactions non-coplanaires (**Tableau 1.14**) est obtenu :

Hirth < Lomer < Glissile < Colinéaire

Groupe	<i>Jonctions entre systèmes sécants</i>			<i>Annihilation entre systèmes différents</i>	<i>Références</i>
<i>Coefficient</i>	<i>a₃</i>	<i>a₆</i>	<i>a₅</i>	<i>a₄</i>	
<i>Valeur en moyen</i>	0.05	0.069	0.95	0.55	[Madec (2001)]
	0.051	0.084	0.075	1.265	[Madec, 2003]
	0.0454	0.122	0.137	0.625	[Devincré, 2006]

Tableau 1.14 : Classement des interactions non-coplanaires obtenues par la DDD.

Selon des études récentes, la formation de jonction de Hirth a été réévaluée [Devincré et al. (2008) et Kubin et al. (2008)]. Elles proposent que l'auto-écrouissage et l'interaction coplanaire soient de l'ordre de la formation de jonctions de Lomer. En fait, les interactions dipolaires sont fortement liées à l'annihilation des petits segments de dislocations vis par les systèmes déviés et à la formation de "superjogs" colinéaires. A partir des coefficients publiés dans [Kubin et al. (2008)], les 6 coefficients d'interaction pour les aciers inoxydables austénitiques de type AISI 300 sont également proposés, en corrigeant légèrement les interactions dipolaires [Monnet (2009)] (**Tableau 1.15**). On note que ces coefficients sont identifiés par la méthode DDD pour une température ambiante. Aucune donnée n'a été reportée dans la littérature ouverte sur l'influence de la température sur les coefficients d'interaction.

Groupe	<i>Interactions dipolaires</i>		<i>Jonctions entre systèmes sécants</i>			<i>Annihilation entre systèmes différents</i>	<i>Références</i>
<i>Coefficient</i>	<i>a₂</i>	<i>a₁</i>	<i>a₃</i>	<i>a₆</i>	<i>a₅</i>	<i>a₄</i>	
<i>Valeur en moyen</i>	0.122	0.122	0.07	0.122	0.137	0.625	[Kubin et al. (2008)]
	0.124	0.124	0.07	0.122	0.137	0.625	[Monnet (2009)]

Tableau 1.15 : Valeurs des coefficients d'interaction entre dislocations obtenus par la DDD.

1.4.5 Bilan – modèle monocristallin pour les aciers inoxydables austénitiques

Selon la recherche bibliographique dans cette section, une modélisation de la loi de comportement à l'échelle cristalline permet de simuler le comportement d'un matériau à l'échelle mésoscopique (polycristalline) en appliquant des informations récupérées à partir des échelles plus fines. Les aciers inoxydables austénitiques présentent une structure Cubique à Faces Centrées (CFC). 12 systèmes de glissement ont été repérés par la convention de Schmid et Boas. Une matrice d'interaction entre dislocations a été choisie, dont 6 coefficients ont été identifiés par G. Monnet en utilisant la méthode DDD.

Deux modèles monocristallins ont été présentés précédemment : le modèle physique de Teodosiu-Tabourot et le modèle phénoménologique de Cailletaud. Des lois d'écoulement et d'écrouissage ont été détaillées respectivement. Dans le cadre de ma thèse, la loi d'écrouissage est basée sur une loi d'évolution de la densité de dislocations et une loi d'évolution de la densité de boucles de Frank pour les matériaux à l'état irradié. Selon différentes façons d'exprimer le durcissement par les boucles de Frank, deux modèles « la racine de la somme » et « somme des racines » ont été établis pour la suite de la thèse.