



HAL
open science

Contributions à la mécanique de la rupture : Application aux aciers inoxydables austénitiques irradiés

Jérémy Hure

► **To cite this version:**

Jérémy Hure. Contributions à la mécanique de la rupture : Application aux aciers inoxydables austénitiques irradiés. Matériaux. Sorbonne Université, 2020. tel-04553590

HAL Id: tel-04553590

<https://cea.hal.science/tel-04553590>

Submitted on 20 Apr 2024

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

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



SORBONNE UNIVERSITÉ
FACULTÉ DES SCIENCES ET INGÉNIERIE

Habilitation à Diriger des Recherches

par

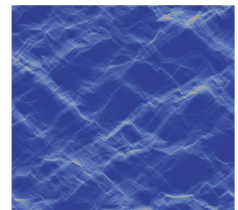
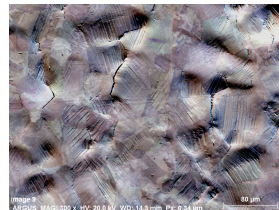
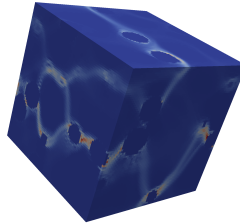
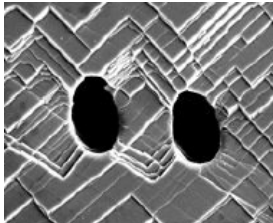
Jérémy HURE

CEA Saclay

Département des Matériaux pour le Nucléaire

Laboratoire de Comportement mécanique des Matériaux Irradiés

Contributions à la mécanique de la rupture :
Application aux aciers inoxydables austénitiques irradiés



Soutenue publiquement le 9 Décembre 2020 devant le jury composé de :

M. Laurent DELANNAY	Professeur Université Catholique de Louvain	<i>Rapporteur</i>
Mme Monique GASPÉRINI	Professeur Université Paris 13	<i>Rapporteur</i>
M. Philippe PAREIGE	Professeur Université de Rouen	<i>Rapporteur</i>
M. Éric ANDRIEU	Professeur Institut National Polytechnique de Toulouse	<i>Examineur</i>
M. Jacques BESSON	Directeur de Recherches CNRS	<i>Examineur</i>
M. Djimédo KONDO	Professeur Sorbonne Université	<i>Examineur</i>
M. Benoît TANGUY	Directeur de Recherches CEA	<i>Invité</i>

En un mot, l'analyse micrographique permet de comparer un échantillon à un échantillon type. Mais si son utilité industrielle est grande, son utilité physique est jusqu'à présent très douteuse. [...] Il n'existe que des rapports d'espèces entre les propriétés mécaniques d'un métal et sa structure microscopique.

H. Bouasse, Résistance des Matériaux, 1947

P'têt ben qu'oui, p'têt ben qu'non
Sagesse normande

Remerciements

D'une thèse de doctorat à une thèse d'habilitation, 8 années se sont écoulées à la vitesse de la lumière, avec même parfois l'impression que ça a été encore plus vite! 8 années à tenter de comprendre ces phénomènes de vieillissement des matériaux utilisés dans le nucléaire civil, cette énergie qui fût considérée comme d'avenir, puis passée de mode, mais qui, je l'espère, constituera une partie au moins de notre avenir énergétique. Je tiens tout d'abord à remercier mes directeurs de thèse (de doctorat) Benoît Roman et José Bico qui, au-delà des compétences techniques et des connaissances qu'ils m'ont apportées, ont su transmettre (à moi et aux autres bébé chercheurs que nous étions - Joël, Thomas, Miguel, ...) ce que c'est que de faire de la recherche, ce qui s'est avéré fort utile pour passer des instabilités des plaques minces à la plasticité cristalline des métaux! Cette transition thématique liée à mon arrivée au CEA m'a permis de retrouver un autre Benoît (Tanguy) qui m'avait accompagné lorsque je faisais mes premières armes dans la recherche au cours de mon stage de fin d'études. Merci Benoît pour m'avoir fait confiance, pour m'avoir mis le pied à l'étrier sur les thématiques qui font l'objet de ce mémoire, pour nos discussions scientifiques, pour ta disponibilité. J'aurai difficilement pu avoir un meilleur acolyte pour ces aventures. J'en profite pour remercier tous mes collègues du Département des Matériaux pour le Nucléaire - on mesure difficilement la chance incroyable d'être au sein de ce département qui étudie les matériaux à toutes les échelles - et au delà les collègues du CEA avec qui j'ai eu le plaisir de travailler. Mentions spéciales pour Thomas Helfer (grand maître c++) et Arnaud Courcelle (neutronicien-microscopiste-...). Je remercie également tous ceux qui contribuent à faire fonctionner cette institution qu'est le CEA, dont la forte structuration ne cesse de faire sourire nos collègues ("Où travailles-tu ? CEA/DES/ISAS/DMN/SEMI/LCMI") mais qui, je l'espère là-encore, réussira à passer directement de l'institution novatrice qu'elle était lors de sa création après-guerre à indémodable, en tout cas sans perdre son âme dans des effets de mode. Faire de la recherche, c'est surtout travailler ensemble, et je remercie les collègues d'EDF et de Framatome ainsi que les collègues universitaires (je ne prendrai pas le risque de les nommer un par un par peur d'en oublier, chacun se reconnaîtra aisément). Un grand merci à Eric Andrieu, Jacques Besson et Djimédo Kondo pour les échanges que nous avons pu avoir ces dernières années, ainsi que pour avoir accepté d'être membres de ce jury. Mention spéciale à Djimédo que je peux désormais appeler M. le Président. Un grand merci également aux rapporteurs de ce mémoire, Monique Gaspérini, Laurent Delannay et Philippe Pareige, pour avoir accepté cette charge, pour leurs analyses des résultats présentés et leurs suggestions. Rien ne pouvait me faire plus plaisir que de pouvoir échanger avec ce jury constitué des "locomotives" des domaines abordés dans la suite! Enfin, et surtout, je termine ces remerciements par ceux sans qui ce rapport serait bien plus mince, et je pense bien sûr aux étudiants de Master qui nous ont suivis sur ces sujets : Michael, Pierre-Olivier, Raphaël, Valentin, Axel, Jean-Michel, XiaoDan, Disen, Cédric, Flavien, Shareef, et aux doctorants (l'intersection avec la liste précédente étant non nulle) : Jyoti, Pierre-Olivier, Jean-Michel qui sont devenus docteurs, et ceux qui y travaillent : Cédric, Rachma. Chaque histoire est différente, mais ça commence souvent par un "Pourrais-tu me montrer comment faire ça?" pour finir par quelque chose comme "Tu n'oublieras pas de relire l'article que je t'ai envoyé!" Bref, de l'étudiant au collègue (voire, qui sait, au chef dans quelques années!). Je laisserai le dernier mot à ma femme Wenyi et à ma fille Cécile sans lesquelles il serait difficile de supporter la frustration associée au fait d'essayer de comprendre des choses qu'on ne comprend pas. Morceaux choisis : "Qu'est-ce qu'il fait papa? Il travaille?" "Il travaille pas, il regarde des couleurs sur son ordinateur". Les couleurs, ce sont les résultats de calculs éléments finis ...

Table des matières

Avant-propos	7
1 Introduction	11
1.1 Contexte des travaux	12
1.1.1 Environnement	12
1.1.2 Démarche scientifique	13
1.1.3 Plan du mémoire	16
1.2 Les aciers inoxydables austénitiques irradiés en conditions REP	17
1.2.1 Microstructure d’irradiation	17
1.2.2 Mécanismes de déformation	18
1.2.3 Propriétés mécaniques	19
2 Corrosion sous contraintes intergranulaire	21
2.1 Introduction	22
2.1.1 Position du problème	22
2.1.2 Revue de la littérature	24
2.1.2.a Caractérisation expérimentale	24
2.1.2.b Modélisation et Simulation	27
2.1.3 Axes d’étude	29
2.2 Caractérisation expérimentale des conditions de fissuration	30
2.2.1 Effet des conditions d’irradiation et de milieu	30
2.2.1.a Protocole expérimental	30
2.2.1.b Principaux résultats et interprétation	32
2.2.2 Effet des paramètres locaux	35
2.2.2.a Protocole expérimental	35
2.2.2.b Principaux résultats et interprétation	37
2.3 Évaluation numérique des contraintes intergranulaires	41
2.3.1 Outils et méthodes numériques	41
2.3.1.a Loi de comportement	41
2.3.1.b Agrégats polycristallins	43
2.3.2 Distributions de contraintes normales aux joints de grains	44
2.3.2.a Effet du niveau d’irradiation	45
2.3.2.b Vers des lois empiriques génériques	47
2.3.2.c Comparaisons locales expériences - simulations	50
2.4 Conclusion : Un exemple d’application	53

3	Rupture ductile par croissance et coalescence de cavités	55
3.1	Introduction	56
3.1.1	Position du problème	56
3.1.2	Revue de la littérature	58
3.1.2.a	Caractérisation expérimentale	58
3.1.2.b	Modélisation et Simulation	59
3.1.3	Axes d'étude	62
3.2	Caractérisation expérimentale de cavités sous chargement mécanique	63
3.2.1	Effet de taille	63
3.2.1.a	Protocole expérimental	64
3.2.1.b	Principaux résultats et interprétation	65
3.2.2	Effet de la localisation	67
3.2.2.a	Protocole expérimental	67
3.2.2.b	Principaux résultats et interprétation	69
3.3	Développement et validation de modèles homogénéisés	72
3.3.1	Outils théoriques et numériques	72
3.3.1.a	Analyse limite	72
3.3.1.b	Homogénéisation numérique	74
3.3.2	Critères de coalescence	75
3.3.2.a	Avec effet de formes de cavités	76
3.3.2.b	Avec effet de taille	79
3.3.2.c	Avec effet de la cristallographie locale	81
3.4	Conclusion : Un exemple d'application	83
4	Projet de recherche	87
4.1	Travaux en cours	88
4.1.1	Corrosion sous contraintes	88
4.1.1.a	Modèle simplifié pour les contraintes intergranulaires	88
4.1.1.b	Calibration de la loi de comportement	89
4.1.2	Rupture ductile	89
4.1.2.a	Vers des modèles régularisés	89
4.1.2.b	Déchirure de monocristaux	90
4.2	Perspectives de recherche	91
	Quelques mots pour conclure	95
5	Annexes	97
5.1	Curriculum Vitae	98
5.2	Sélection d'articles	104
5.2.1	A micromechanical analysis of intergranular stress corrosion cracking	104
5.2.2	A coalescence criterion for porous single crystals	139
	Références Bibliographiques	169

Avant-propos

Été / Automne 2016, États-Unis : Indian Point 2 : 227, Salem 1 : 189, D.C. Cook 2 : 179. Présence signalée de clusters (NRC, 2016). Cette épidémie concerne les vis cloisons-renforts utilisées dans les structures internes de cuve des Réacteurs nucléaires à Eau Pressurisée (REP) présentant des indications de fissuration à la suite de contrôles optiques et ultra-sonores, soit de l'ordre de 20-30% de l'ensemble des vis pour chaque réacteur. Ces tests positifs sont confirmés lors du démontage des vis où plus de la moitié sont retirées en deux parties à Salem 1. Sur la période 2016-2019, plus de 2000 vis seront remplacées sur les REP américains (Amberge, 2019). Reprenons le fil de cette épidémie (Cauvin *et al.*, 1994). Le patient zéro¹ est français : nous sommes en 1989 à la centrale nucléaire de Bugey qui abrite 4 REP de technologie américaine Westinghouse. Les réacteurs sont en fonction depuis moins de 10 ans. À l'intérieur de la cuve se trouvent des structures - dites internes de cuves - principalement en acier inoxydable austénitique permettant, entre autres, de guider les assemblages combustibles et de canaliser l'eau (Fig. 1a)

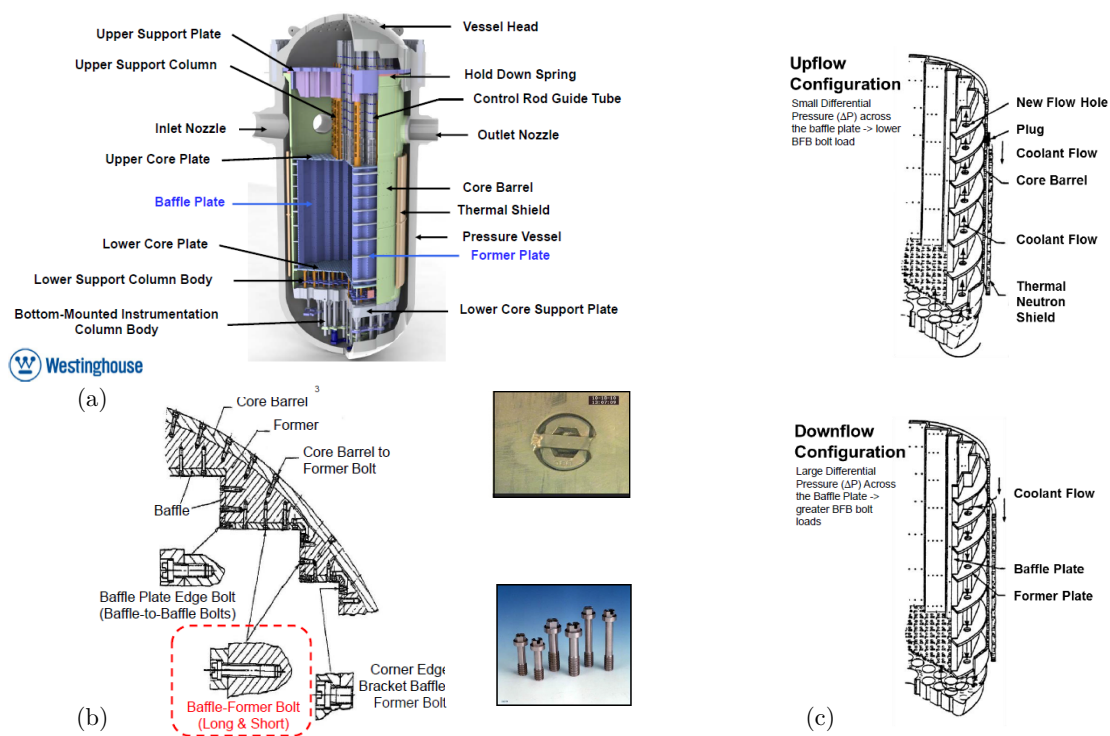


FIGURE 1 – (a) Schéma des structures internes de cuve des Réacteurs à Eau Pressurisée (b) Assemblage vissé cloisons - renforts - enveloppe de cœur. Visualisation d'une vis en condition réelle avec la présence de la clavette de maintien soudée (c) Configurations possibles de circulations d'eau entre les cloisons et l'enveloppe de cœur (Sources NRC, EPRI)

1. en tout cas le premier test positif

En particulier, ces structures comportent un assemblage vissé de cloisons et de renforts, ces derniers étant eux-mêmes vissés sur l’enveloppe de cœur (Fig. 1b). Cet assemblage est refroidi en détournant une partie de l’eau entrant dans le cœur et en la faisant passer entre les cloisons et l’enveloppe, du haut vers le bas (configuration downflow) ou de bas en haut (configuration upflow) (Fig. 1c). Les internes de cuve sont soumis à rude épreuve en fonctionnement, avec des températures comprises entre 300°C et 360°C, un bombardement de neutrons de haute énergie ($E > 1\text{MeV}$) émis par la réaction de fission nucléaire avec un flux de l’ordre de $10^{13}\text{n.cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ et le contact avec le milieu aqueux.

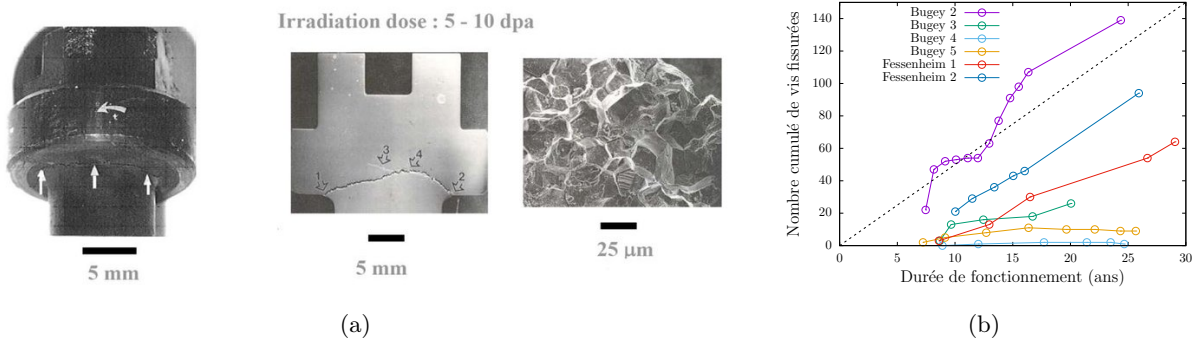


FIGURE 2 – (a) Observations d’une vis retirée de réacteur, montrant une fissuration intergranulaire au niveau de la transition entre la tête et le fût ainsi qu’un faciès de rupture de type intergranulaire (b) Évolution du nombre cumulé de vis fissurées en fonction de la durée de fonctionnement pour les REP français de type CP0. La droite en traits pointillés correspond à 5 vis / an (NRC, 2016).

Après un peu moins de 10 années à ce régime, soit un niveau d’irradiation de l’ordre de 10^{22}n.cm^{-2} , une inspection par ultrasons permet d’identifier 46 vis présentant des indications de fissuration sur le réacteur de Bugey 2 (Cauvin *et al.*, 1994). L’extraction de ces vis et leurs expertises conduisent à identifier un mode de rupture de type intergranulaire, avec amorçage et propagation de fissures au niveau de la transition entre la tête et le fût de la vis (Fig. 2a). Un mécanisme de type corrosion sous contraintes intergranulaire est mis en avant pour expliquer ces ruptures se manifestant sur des vis présentant la particularité de se trouver dans des zones de haute température et fort niveau d’irradiation, et ayant les contraintes mécaniques les plus élevées. Pour ces niveaux de contraintes, l’acier inoxydable austénitique utilisé pour les vis, de type 316 écroui, est considéré comme résistant à la corrosion sous contraintes en milieu aqueux, le phénomène est donc dénommé corrosion sous contraintes assistée par l’irradiation (ou Irradiation Assisted Stress Corrosion Cracking, IASCC). 4 des 6 réacteurs (Bugey 2 & 3, Fessenheim 1 & 2) de même conception (dite CP0) présentent des symptômes marqués (Fig. 2b). S’agissant d’un phénomène de corrosion sous contraintes, les traitements existants consistent à utiliser un matériau moins sensible à la corrosion en milieu aqueux, à réduire la température pour limiter l’oxydation et / ou à diminuer le niveau de contraintes mécaniques. Cette dernière solution est mise en œuvre par l’exploitant, en changeant le sens de circulation de l’eau entre l’enveloppe de cœur et les cloisons - de downflow vers upflow² - ce qui a pour effet de réduire la pression différentielle au niveau des cloisons, ainsi que de modifier le design des vis pour limiter la sévérité du congé de raccordement entre le fût et la tête. Ces mesures, associées à une stratégie de tests périodiques, ont pour effet de contenir l’évolution de l’épidémie avec un taux

2. Pour certains réacteurs français et américains cette conversion a en fait été effectuée non pas suite à l’expertise de la visserie, mais suite aux conséquences délétères sur les assemblages périphériques d’écoulement au travers des cloisons (Cauvin *et al.*, 1994) pouvant être une indication indirecte de problèmes sur la visserie.

moyen d'indications de rupture à ce jour de l'ordre de 5 vis / an sur la conception CP0 (Fig. 2b). Les autres conceptions utilisées en France (dites CPY) en configuration upflow, utilisant une géométrie différente de vis refroidie, présentent à ce jour moins de 5 indications de fissurations par réacteur (NRC, 2016).

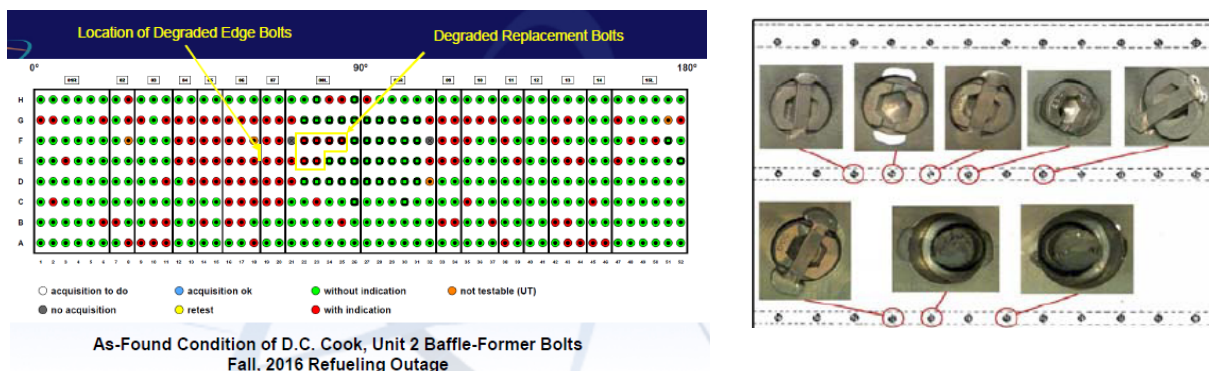


FIGURE 3 – (a) Localisation des indications de fissurations de vis sur le cloisonnement du réacteur D.C. Cook 2 et mise en évidence de clusters de fissuration (b) Observations optiques en réacteur des têtes de vis montrant les différentes dégradations possibles : clavettes et / ou têtes manquantes (NRC, 2016)

L'épidémie s'est propagée avec une intensité variable à l'ensemble de la flotte mondiale de REP : Belgique, USA, Corée (IAEA, 2011), avec des pratiques en termes de tests et de traitements différentes, les internes de cuve des réacteurs japonais d'Ikata 1 & 2 ayant par exemple été complètement remplacés de manière préventive (Ikeda *et al.*, 2012). Mais revenons en 2016. Les réacteurs américains d'Indian Point 2 et Salem 1 sont d'une conception et d'une date de mise en service similaires aux réacteurs français de type CP0. À deux différences près : les vis cloisons-renforts sont en acier inoxydable austénitique de type 347, plus sensible à la corrosion en milieu aqueux (Wilson *et al.*, 2002), et en configuration downflow. À cela s'ajoute une pratique de tests différente, avec de premières inspections requises après environ 25 années de fonctionnement (NRC, 2016). Tous les ingrédients sont réunis pour observer une seconde vague qui conduit à la nécessité de remplacer plus de 2000 vis entre 2016 et 2019 sur une dizaine de réacteurs.

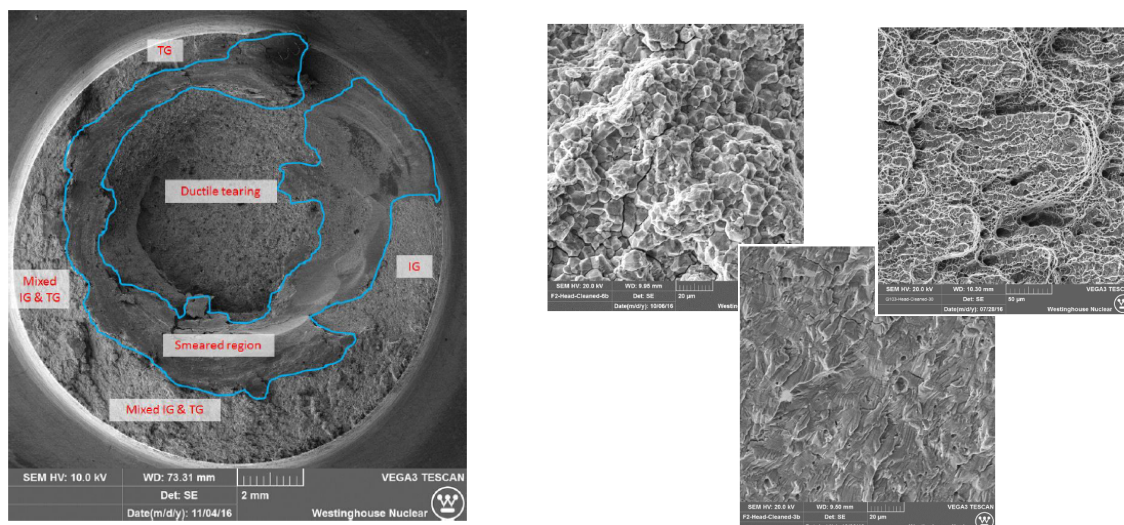


FIGURE 4 – Observations par Microscopie Électronique à Balayage (MEB) du faciès de rupture de vis en acier inoxydable austénitique de type 347 ayant rompues en réacteurs (Smith *et al.*, 2018), mettant en évidence trois zones distinctes : intergranulaire, transgranulaire, ductile à cupules

En outre, l'analyse de la localisation des vis présentant des indications de fissurations fait apparaître un fait nouveau, à savoir la présence de clusters (Fig. 3). Certaines cloisons sont exemptes de fissuration alors que d'autres peuvent regrouper plus de 50 vis fissurées. La présence de ces clusters pose la question de la redistribution des efforts dans les vis adjacentes. De plus, les observations des faciès de rupture font apparaître un mode de rupture mixte : corrosion sous contraintes intergranulaire (IGSCC), transgranulaire (TGSCC) et ductile transgranulaire, avec possiblement des indications de fatigue (Fig. 4).

Au prix d'une démarche rigoureuse de maintenance et d'utilisation des bonnes pratiques dont l'efficacité a été démontrée par le retour d'expériences, le phénomène de fissuration des vis cloisons - renforts d'internes de cuve REP peut être contenu sur les réacteurs susceptibles, avec des taux moyens de fissuration bas comme le montrent les données sur les réacteurs français de type CPO (5 vis / an) ou américains dans des configurations équivalentes (Amberge, 2019). À ces niveaux, la possibilité de détachement de cloisons en conditions normales et incidentelles est considérée comme faible (NRC, 2016), et le risque principal est le détachement de la tête de la vis et sa migration dans le cœur du réacteur³, pouvant endommager le combustible nucléaire. Pourtant, la situation actuelle reste non satisfaisante pour plusieurs raisons. D'un point de vue industriel, l'absence de modèles prédictifs quantitatifs de fissuration ne permet pas d'anticiper les maintenances à prévoir ni même de pouvoir cibler celles-ci sur les vis les plus à risque. De plus, l'absence d'indications de fissurations sur un réacteur à un instant donné ne permet en rien de le considérer immunisé sur l'ensemble de sa durée de fonctionnement. D'un point de vue scientifique, les modes de rupture observés sur ces matériaux irradiés (Fig. 4) restent insuffisamment compris et modélisés (Chopra & Rao, 2011a; Chopra & Rao, 2011b). Ces deux points de vue se rejoignent dans une perspective sociétale d'acceptation du nucléaire civil, et ce dans un contexte de prolongation de la durée de vie des centrales, qui passe par la démonstration de la compréhension, la modélisation, la simulation et la prédiction de l'ensemble des phénomènes observés dans les réacteurs, et ce quand bien même ces études ne seraient pas appliquées à un instant donné auprès des Autorités de Sécurité pour autoriser le fonctionnement du réacteur. La nécessité de ce travail de fond s'est trouvée une nouvelle fois mise en lumière par la découverte en 2018, pour la première fois sur un REP, de fissures centimétriques sur l'enveloppe de cœur (Amberge *et al.*, 2018), rappelant l'importance de disposer, en avance, des éléments permettant la compréhension, la modélisation et la simulation de la rupture des aciers inoxydables austénitiques fortement irradiés.

Ce mémoire constitue donc une contribution à la mécanique de la rupture des matériaux irradiés, et spécifiquement à deux des modes de rupture observés sur les vis d'internes de cuve REP (Fig. 4), à savoir **la corrosion sous contraintes intergranulaire** et **la rupture ductile par croissance et coalescence de cavités transgranulaires** des aciers inoxydables austénitiques. Les résultats obtenus sur les deux thématiques sont néanmoins assez généraux et applicables dans un contexte plus large. L'environnement de travail, la démarche scientifique ainsi que le plan du mémoire sont décrits dans le chapitre suivant.

3. ce qui est observé malgré le faible espace entre les assemblages combustibles et les cloisons, ainsi que la présence des clavettes (Fig. 3)

Chapitre 1

Introduction

1.1	Contexte des travaux	12
1.1.1	Environnement	12
1.1.2	Démarche scientifique	13
1.1.3	Plan du mémoire	16
1.2	Les aciers inoxydables austénitiques irradiés en conditions REP	17
1.2.1	Microstructure d'irradiation	17
1.2.2	Mécanismes de déformation	18
1.2.3	Propriétés mécaniques	19

1.1 Contexte des travaux

1.1.1 Environnement

J'ai soutenu en 2012 une thèse de doctorat en Physique de l'Université Paris 7 - Paris Diderot réalisée à l'École Supérieure de Physique et de Chimie Industrielles (ESPCI) dans le laboratoire de Physique et Mécanique des Milieux Hétérogènes (PMMH) sur la thématique des instabilités élastiques des plaques minces. À l'issue de celle-ci, j'ai rejoint¹ le Département des Matériaux pour le Nucléaire (DMN) du Commissariat à l'Énergie Atomique et aux Énergies Alternatives (CEA Saclay) en tant qu'Ingénieur-Chercheur. Le DMN a pour vocation d'étudier les matériaux de structures utilisés dans le contexte nucléaire : à ce titre, les aciers constitutifs de la cuve et des internes de cuve des Réacteurs à Eau Pressurisée ainsi que les alliages de Zirconium utilisés pour les gaines de combustibles REP constituent une part très importante de l'activité. Les études réalisées au DMN sont d'un spectre très large, de fondamentale à appliquée et des échelles atomistiques aux calculs de (petites) structures, avec des développements expérimentaux, numériques et théoriques. Au sein du DMN, je fais partie du Service d'Étude des Matériaux Irradiés (SEMI) dédié à la caractérisation et à la modélisation des matériaux issus de réacteurs de puissance ou de recherche (Fig. 1.1), en prenant appui sur une plateforme expérimentale (LECI) constituée de cellules blindées permettant la caractérisation de matériaux radioactifs. Au sein du SEMI, je suis membre du Laboratoire de Comportement mécanique des Matériaux Irradiés (LCMI) dédié à l'étude de l'évolution des propriétés mécaniques des métaux avec l'irradiation.

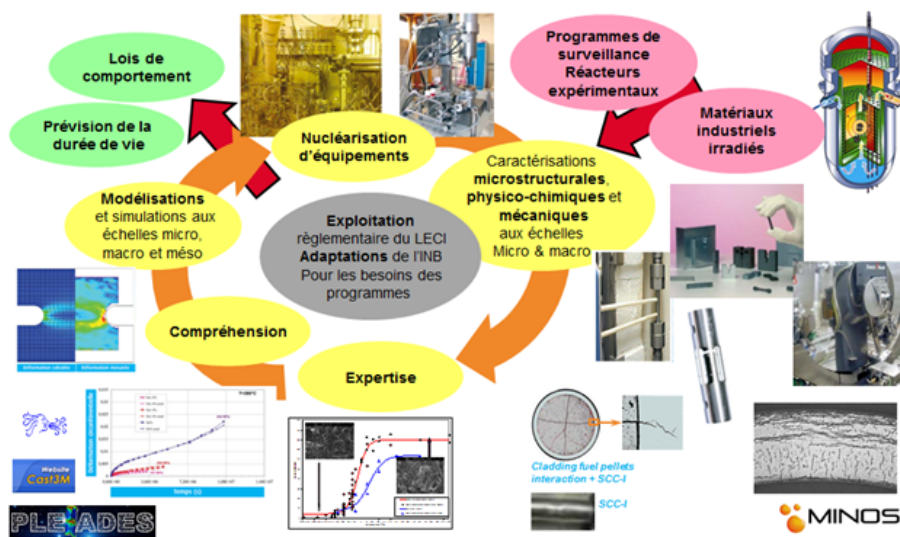


FIGURE 1.1 – Aperçu général des activités du Service d'Étude des Matériaux Irradiés

Mon activité est constituée de deux parties complémentaires. La première, de nature appliquée, est réalisée au travers d'actions en partenariat avec les industriels du nucléaire - EDF et Framatome - et vise à fournir des données et des modèles concernant les propriétés mécaniques (comportement, rupture) des aciers de cuves et d'internes de cuve REP. Cette activité repose sur la réalisation et l'analyse d'essais mécaniques sur matériaux irradiés aux neutrons en réacteur, principalement sur les thématiques du comportement et de la rupture de l'acier de cuve, du comportement et de la rupture - ductile et corrosion sous contraintes - des aciers inoxydables austénitiques. Cette activité

1. changeant au passage complètement de thématiques de recherche !

donne lieu parfois à des articles (Hure *et al.* , 2015; Renault-Laborne *et al.* , 2018), mais le plus souvent à des rapports internes². La deuxième activité, de nature plus fondamentale, vise à apporter des éléments de compréhension et à développer des modèles à bases physiques sur les mêmes thématiques, et plus particulièrement corrosion sous contraintes et rupture ductile des aciers inoxydables austénitiques irradiés, par une démarche couplant expériences modèles, développement théoriques et études numériques. Ce mémoire porte sur les travaux réalisés dans le cadre de cette seconde activité sur la période 2013 - 2019, notamment au cours des thèses de Jyoti Gupta (corrosion sous contraintes), de Pierre-Olivier Barrioz et Jean-Michel Scherer (rupture ductile), et grâce aux interactions fructueuses avec les collègues du DMN, tout particulièrement Benoît Tanguy et Arnaud Courcelle, ainsi que les collègues universitaires : Éric Andrieu et Lydia Laffont (CIRIMAT - ENSIACET), Jacques Besson et Samuel Forest (Centre des Matériaux - Mines ParisTech), Leon Cizelj et Samir El Shawish (Jozef Stefan Institute).

En parallèle, par souhait personnel de contribuer à la transmission des connaissances dans le domaine de la mécanique et des matériaux, et puisque d'aucun affirme que "*l'expérience d'enseignement fait progresser le chercheur, [...] la passion fait des miracles pour rattraper le temps ainsi utilisé*", je poursuis une activité d'enseignement, commencée pendant ma thèse dans le cadre d'un monitorat à l'Université Paris 7 - Paris Diderot, d'une part à Sorbonne Université dans le Master de Mécanique, et d'autre part à l'ESPCI dans le cadre de préceptorat en Mécanique des solides.

1.1.2 Démarche scientifique

La démarche scientifique retenue au cours des activités de recherche présentées dans ce mémoire repose sur les trois choix décrits ci-dessous :

- ***Not too big, not too small : The appropriate scale*** (Marshall Stoneham & Harding, 2003)

L'approche multi-échelle en sciences des matériaux est devenu ces dernières années un nouveau paradigme en termes de modélisation. À titre d'exemple, la démarche des projets européens PERFORM-60 (2009 - 2013) et SOTERIA (2015 - 2019) dédiés à la modélisation des aciers de cuves et d'internes de cuves REP (Al Mazouzi *et al.* , 2011) est décrite sur la Fig. 1.2a, montrant l'ambition de couvrir et de maîtriser l'ensemble des échelles, de l'*ab-initio* aux composants industriels, et de déduire l'évolution des propriétés mécaniques macroscopiques à partir des événements atomiques élémentaires. Cette démarche, satisfaisante intellectuellement et qui doit rester l'ambition à long terme, se heurte néanmoins à des difficultés techniques - comment passer d'une échelle à une autre ? - mais également et surtout humaines - qui maîtrise l'ensemble des concepts utilisés ?

L'approche utilisée par la suite n'est pas multi-échelle, en tout cas pas au sens large tel que présenté sur la Fig. 1.2a, mais tente simplement de se placer à la bonne échelle vis-à-vis du problème étudié³ tout en utilisant de manière qualitative les informations obtenues aux échelles inférieures. Cette approche fait apparaître nécessairement des paramètres qui doivent être calibrés par rapport à des expériences, et qui, *in fine*, devront pouvoir être déterminés dans le cadre de l'approche multi-échelle. L'échelle retenue est celle du matériau à l'échelle du grain - monocristal - ou de l'agrégat

2. 600 pages cumulées au compteur à ce jour !

3. ce que Marshall Stoneham & Harding (Marshall Stoneham & Harding, 2003) résument en parlant de l'échelle appropriée : ni trop grande, ni trop petite.

polycristallin, dans le cadre de la mécanique des milieux continus. Si cette approche pourra / devra être enrichie par des informations obtenues aux échelles inférieures, elle est en revanche d'ores et déjà complémentaire des études réalisées par les industriels du nucléaire visant à déterminer les conditions locales au niveau des composants du réacteur. Une illustration de cette approche est donnée sur la Fig. 1.2b dans le cas des vis d'internes de cuve REP, pour lesquelles des calculs de structures sont réalisés afin de déterminer les champs locaux : température, flux et fluences d'irradiation, contraintes mécaniques (Pandit *et al.*, 2018).

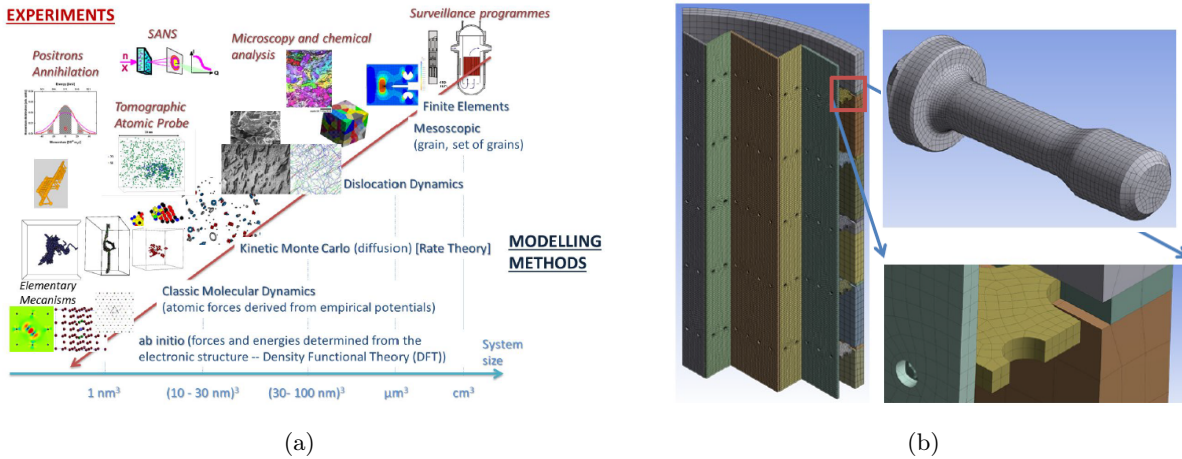


FIGURE 1.2 – (a) Approche multi-échelle mise en avant au cours des projets européens PERFORM-60 (2009 - 2013) et SOTERIA (2015 - 2019) dédiés à la modélisation des aciers de cuves et d'internes de cuves REP (Al Mazouzi *et al.*, 2011) (b) Illustration de calculs de cloisonnement permettant de déterminer les conditions thermo-neutro-mécaniques locales au niveau de la visserie (Pandit *et al.*, 2018)

• Une approche micromécanique

Afin de comprendre et de modéliser les mécanismes de rupture intergranulaire et ductile par croissance et coalescence de cavités, une approche micromécanique est poursuivie qui consiste à descendre d'une échelle par rapport à celle à laquelle le phénomène est observé afin de déterminer les mécanismes microscopiques, puis de remonter à l'échelle supérieure si besoin par homogénéisation.

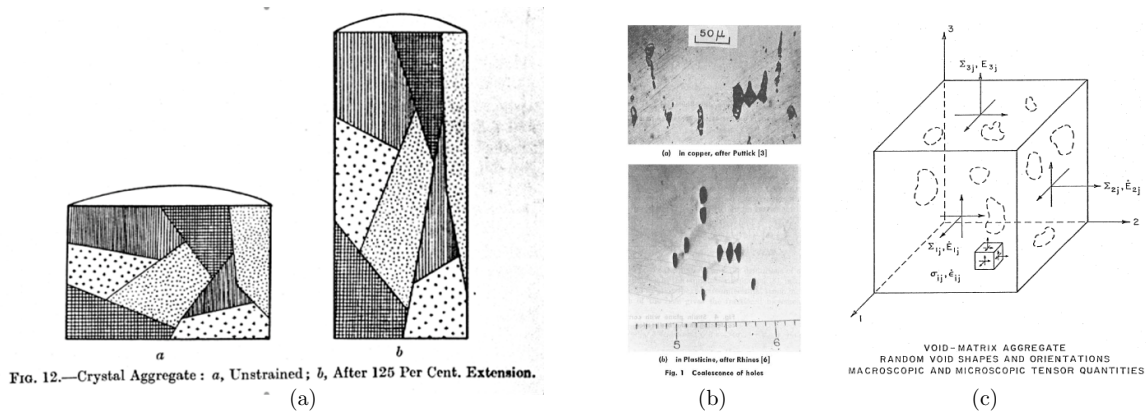
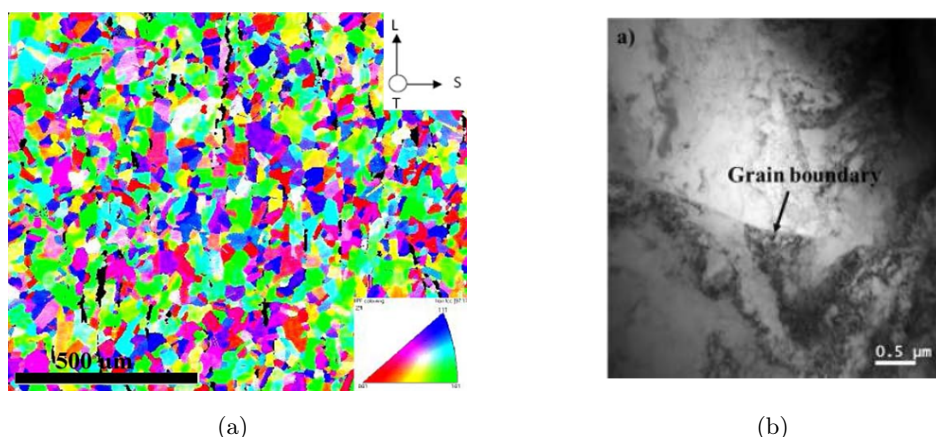


FIGURE 1.3 – (a) Hypothèse de déformation homogène d'un agrégat polycristallin sous chargement mécanique (Taylor, 1938) (b) Détermination des mécanismes microscopiques à l'aide d'expériences modèles (McClintock, 1968) (c) Homogénéisation de matériaux poreux (Gurson, 1977)

En ce qui concerne la rupture intergranulaire, l'objectif est d'une part de pouvoir passer du chargement mécanique macroscopique obtenu à partir des calculs de cloisonnement (Fig. 1.2b) aux champs mécaniques locaux au niveau des joints de grains, et d'autre part d'évaluer les mécanismes locaux de fissuration. Cette démarche se situe dans la droite ligne des travaux sur le passage micro-macro des agrégats polycristallins initiés par Sachs et Taylor (Taylor, 1938) (Fig. 1.3a). Pour la rupture ductile par croissance et coalescence de cavités, l'enjeu est quant à lui de réaliser l'homogénéisation de matériaux poreux pour remonter à un matériau équivalent utilisable dans des calculs de structures, tout en validant expérimentalement les hypothèses utilisées en ce qui concerne les mécanismes locaux de déformation. Là-encore, cette approche trouve son origine dans les travaux pionniers de McClintock (McClintock, 1968) et de Gurson (Gurson, 1977) (Fig. 1.3b,c).

• **Des expériences modèles**

La réalisation d'expériences sur des matériaux irradiés dans des réacteurs nucléaires de puissance ou de recherche est complexe d'une part du fait de la radioactivité des échantillons qui nécessite de recourir à des expériences réalisées à l'aide de télémanipulateurs en cellules blindées, et d'autre part par la complexité intrinsèque aux matériaux industriels en termes d'homogénéité de microstructure et de compositions chimiques. À cela s'ajoutent des conditions d'irradiations dont l'historique est parfois seulement partiellement connu. Ces expériences sont néanmoins indispensables pour obtenir des données sur l'état réel de ces matériaux irradiés, mais peuvent être limitées pour comprendre les phénomènes en jeu.



Fe	C	Cr	Ni	Mn	Mo	Si	Cu	V	Mg	P	S	W
Bal	0.012	18.75	8.55	1.65	0.02	0.45	0.24	0.015	0.003	0.01	0.002	0.035

FIGURE 1.4 – Caractéristiques de l'acier inoxydable austénitique de type SA304L utilisé dans les études expérimentales présentées dans la suite : (a) Cartographie EBSD montrant l'absence de texture et la présence de ferrite (en noir) (b) Observation en Microscopie Électronique en Transmission (MET) montrant une faible densité de dislocations (c) Composition chimique (en % massique)

Ainsi, l'ensemble des résultats expérimentaux décrits dans ce mémoire porte sur un acier inoxydable austénitique de type SA304L (Fig. 1.4), qui est à la fois pertinent pour l'étude des internes de cuves REP puisque constitutif des cloisons et des renforts, mais également plus simple en termes de microstructure que le matériau utilisé pour les vis (CW316) du fait du traitement thermique d'hypertrempe. D'autre part, les expériences réalisées sont *modèles* dans le sens où elle visent à mettre en évidence les mécanismes physiques à l'œuvre et à infirmer / confirmer les modèles, selon une

démarche similaire à celle présentée sur la Fig. 1.3b. Enfin, l'état irradié est obtenu en soumettant le matériau à un faisceau d'ions dans un accélérateur de particules, permettant d'obtenir, en choisissant les bonnes conditions, une microstructure (Fig. 1.5a) et un comportement mécanique (Fig. 1.5b) similaire à ceux observés après irradiation aux neutrons, et ce sans induire de radioactivité (Was, 2007). Le choix de ces *bonnes conditions* sera détaillé dans la suite.

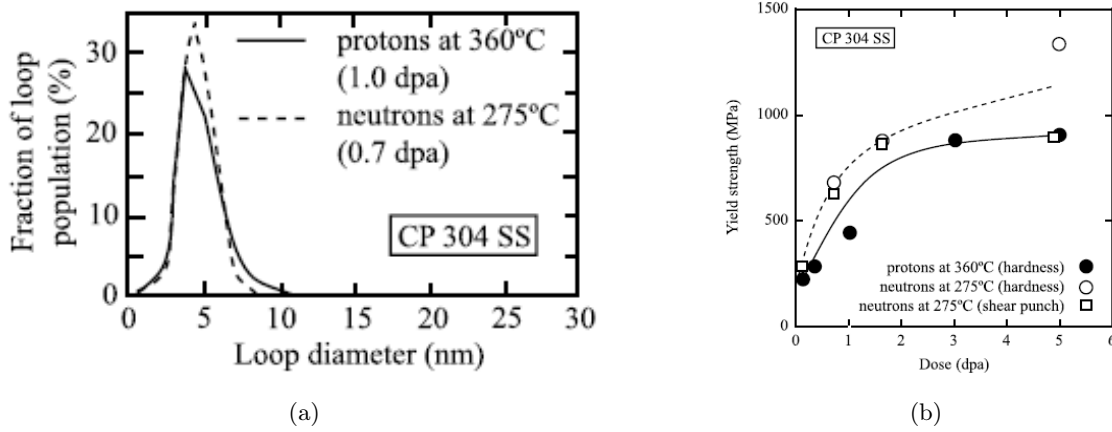


FIGURE 1.5 – Comparaisons de (a) la taille des défauts d'irradiation et (b) de la limite d'élasticité pour un acier de type 304 irradié aux neutrons et aux protons (Was, 2007)

1.1.3 Plan du mémoire

Ce mémoire est organisé comme suit. Le chapitre 2 traite de la corrosion sous contraintes assistée par l'irradiation des aciers inoxydables austénitiques, ou plus spécifiquement de la corrosion sous contraintes intergranulaire en milieu REP de ces matériaux à l'état irradié. Une revue synthétique de la littérature permet de mettre en évidence les éléments manquants en ce qui concerne la compréhension du phénomène et sa modélisation. Les démarches expérimentales - basées sur la réalisation d'expériences modèles sur matériau irradié aux ions - et numériques - basées sur l'évaluation de contraintes intergranulaires - sont présentées tout d'abord séparément puis de manière couplée afin d'investiguer les conditions d'amorçage locales de fissures intergranulaires. Le chapitre 3 s'intéresse à la rupture ductile par croissance et coalescence de cavités dans les aciers fortement irradiés. Bien que la thématique de la rupture ductile ait été abondamment traitée depuis les années 1960, les particularités observées dans les aciers fortement irradiés et mises en évidence au cours de la revue bibliographique viennent questionner l'applicabilité des modèles existants. Des expériences modèles originales sont réalisées pour évaluer les hypothèses sous-jacentes aux modèles homogénéisés pour matériaux poreux, et de nouveaux modèles sont développés pour pallier aux manques. Le chapitre 4 présente enfin quelques travaux en cours sur les deux thématiques, à savoir d'une part la caractérisation micromécanique du comportement des grains et joints de grains des aciers inoxydables austénitiques, et d'autre part la simulation robuste de la déchirure ductile. Les perspectives de recherche sont finalement exposées.

1.2 Les aciers inoxydables austénitiques irradiés en conditions REP

Les principales caractéristiques de l'évolution avec l'irradiation aux neutrons de la microstructure, des mécanismes de déformation et des propriétés mécaniques conventionnelles des aciers inoxydables de la série 300 sont brièvement rappelées dans cette partie pour les conditions d'irradiation REP ($\sim 340^\circ\text{C}$). Ces données seront par la suite complétées dans le Chapitre 2 pour la corrosion sous contraintes intergranulaires, et dans le Chapitre 3 pour la rupture ductile.

1.2.1 Microstructure d'irradiation

La microstructure des aciers inoxydables austénitiques de la série 300 évolue fortement avec l'irradiation. Les observations réalisées en Microscopie Électronique en Transmission (MET) sur des vis cloisons-renfort déposées du réacteur de Tihange 1 (Van Renterghem *et al.*, 2018) permettent d'étudier l'effet de la dose d'irradiation du fait du gradient de flux le long de l'axe de la vis⁴. La dose d'irradiation est mesurée en dpa (déplacements par atomes), évaluée par calcul, qui estime le nombre de fois, en moyenne, qu'un atome de la matrice métallique a été déplacé de sa position dans le réseau cristallin (Stoller *et al.*, 2013). L'utilisation de cette grandeur vise à permettre de s'affranchir de la nature de la particule énergétique ayant conduit aux défauts d'irradiation. Typiquement, les structures internes de cuves ont des doses d'irradiation estimées maximales de l'ordre de 80dpa pour 60 ans de fonctionnement. La Fig. 1.6a montrent les observations MET le long d'une vis en acier 316 initialement dans un état écroui. Le défaut d'irradiation principal est de type boucle de Frank qui correspond à une boucle de dislocations associée à une faute d'empilement, provenant de l'agglomération d'amas d'interstitiels.

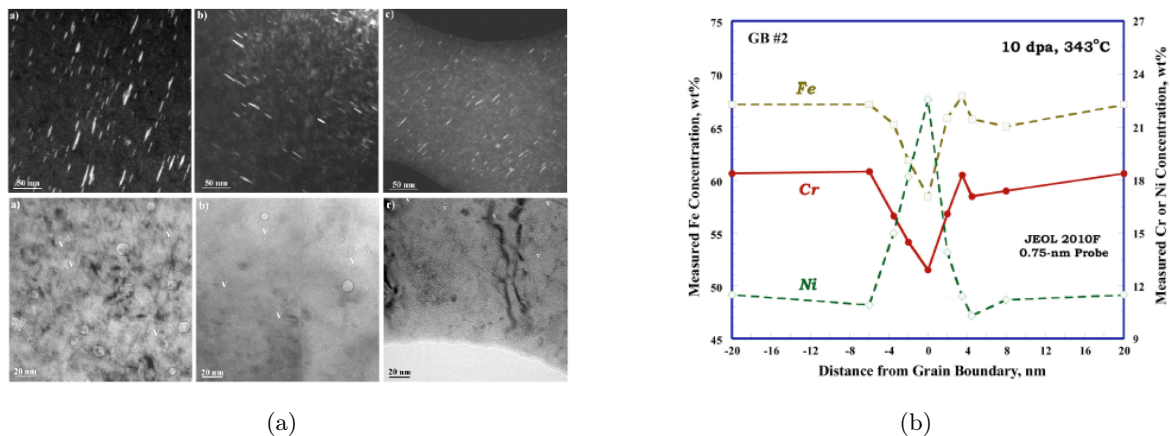


FIGURE 1.6 – (a) Observations MET le long d'une vis du réacteur de Tihange 1, correspondant à des doses de 13, 22 et 35dpa (de gauche à droite) et de températures d'irradiation comprises entre $\sim 320^\circ\text{C}$ et $\sim 340^\circ\text{C}$ (Van Renterghem *et al.*, 2018) (b) Évolutions de la chimie des joints de grains (Edwards *et al.*, 2001)

D'autres évolutions microstructurales sont également observées, comme la présence de nanocavités provenant de l'agglomération de lacunes (Fig. 1.6a), l'apparition de précipités et une évolution du réseau de dislocations dans le cas des matériaux initialement dans un état écroui, avec une disparition quasi-complète de celui-ci. À ces évolutions microstructurales s'ajoutent également des modifications de la chimie locale notamment aux joints de grains (Fig. 1.6b) avec un appauvrissement marqué en

4. À noter qu'il existe également un gradient de température le long de la vis, pour plus de détails (Van Renterghem *et al.*, 2018)

Chrome et en Fer et un enrichissement en Nickel. Les valeurs typiques de ces évolutions pour une dose de l'ordre de 20 dpa sont indiquées dans le Tab. 1.1.

Type de défauts	Densité (10^{22}m^{-3})	Taille (nm)	Commentaires
Boucles de Frank	[1 – 10]	[5 – 15]	Saturation après 5-10 dpa
Cavités	[0.1 – 1]	[2 – 10]	Pas de saturation
Précipités	[0.1 – 1]	[2 – 10]	Pas de saturation

TABLE 1.1 – Quantification des densités et tailles des défauts d’irradiation au niveau du milieu de la vis de Tihange 1, pour une dose de 22dpa (Van Renterghem *et al.* , 2018)

Ces évolutions sont bien documentées dans la littérature (Konings & Stoller, 2020), et les recherches actuelles dans ce domaine portent sur les mécanismes de formation et d’évolution en fonction des conditions d’irradiation. La microstructure d’un acier inoxydable de la série 300 évolue donc fortement avec l’irradiation en conditions REP, conduisant à la présence en forte densité, de l’ordre de 10^{22}m^{-3} , de nano-structures de plusieurs types avec une taille typique de l’ordre de 10nm, ce qui entraîne des modifications à la fois dans les mécanismes de déformation et les propriétés mécaniques.

1.2.2 Mécanismes de déformation

L’évolution de la microstructure, et plus particulièrement la présence de boucles de Frank, conduit à une évolution des mécanismes de déformation intragranulaires : c’est le phénomène de canalisation de la déformation dans des bandes (ou dislocation channelling). L’observation de surface d’échantillons polis non irradié fait apparaître des bandes de glissement très rapprochées (à l’échelle de la taille de grains) visibles sous la forme de marches de surface (Fig. 1.7.A.a) et provenant de la nature intrinsèquement discrète du glissement de dislocations. Avec l’irradiation, un mécanisme de déformation très hétérogène est observé (Fig. 1.7.A.b,c,d) avec la présence de bandes très espacées dans chaque grain. Les observations MET (Fig. 1.7.B) permettent de relier ces marches à la présence de canaux dans lesquels l’ensemble de la déformation s’est produite, les autres zones étant essentiellement non déformées. Le degré de localisation, tel que mesuré par ces canaux, est plus important pour les faibles niveaux de déformations, et pour les fortes doses d’irradiation.

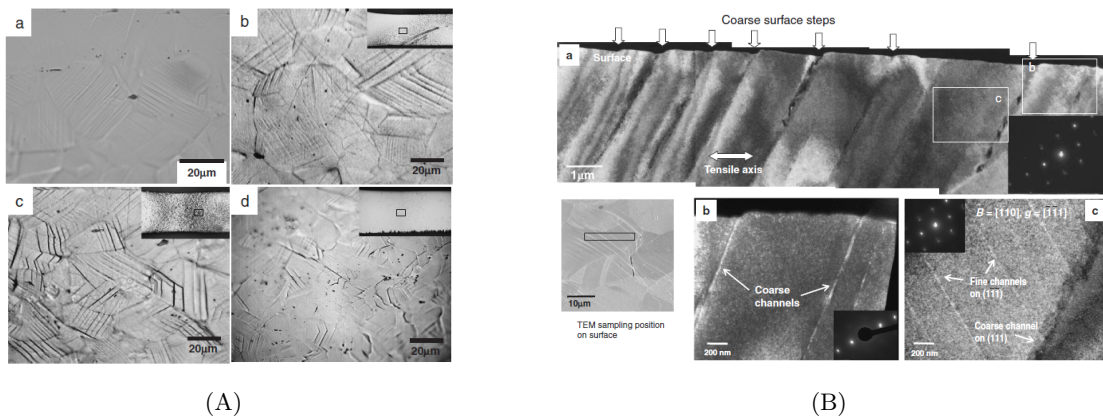


FIGURE 1.7 – (A) Observations optiques de la surface d’un acier inoxydable austénitique de type CW316 déformé à l’état (a) non irradié, (b,c,d) irradié à 4 et 35dpa (B) Observations MET en coupe reliant des marches de surface aux canaux de déformations (Nishioka *et al.* , 2008)

Ce mécanisme de déformation n'est pas unique aux matériaux irradiés et se retrouve dans les matériaux présentant des défauts microstructuraux immobiles, par exemple des enchevêtrements de dislocations suite à une prédéformation (Luft *et al.*, 1975), ou des défauts d'hypertrempe (Bapna *et al.*, 1967; Mori & Meshii, 1969). Dans tous les cas, le mécanisme est similaire : la mise en mouvement des dislocations mobiles du fait du chargement mécanique conduit au nettoyage partiel des défauts immobiles, créant un canal privilégié pour le mouvement des dislocations suivantes. Ce mécanisme a été notamment confirmé par les études en Dynamique Moléculaire décrivant les interactions entre une dislocation et une boucle de Frank (Rodney, 2004), ainsi que par les études de Dynamique des Dislocations qui permettent de reproduire l'apparition de ces canaux (Cui *et al.*, 2018a; Cui *et al.*, 2018b). Cette dernière étude montre en particulier les conditions nécessaires d'apparition du phénomène en termes de densités de défauts et de chargement mécanique. La localisation de la déformation est marquée lorsque le chargement mécanique conduit à du glissement simple dans un matériau contenant peu d'autres défauts que ceux responsables de la localisation. A contrario, la présence d'une forte densité de dislocations et / ou d'un chargement mécanique conduisant à l'activation de plusieurs systèmes de glissement tend à supprimer le phénomène de localisation.

1.2.3 Propriétés mécaniques

L'évolution de la microstructure et des mécanismes de déformations conduit finalement à des évolutions majeures des propriétés mécaniques. La Fig. 1.8a montre les courbes de traction obtenues à 340°C pour différentes doses d'irradiation pour un acier inoxydable austénitique de type 304L. Une forte augmentation de la limite d'élasticité est observée qui peut s'expliquer par un mécanisme de type Orowan par les défauts d'irradiation, essentiellement les boucles de Frank. Une saturation de la limite d'élasticité est observée après 5 - 10dpa (Fig. 1.8b) du fait de la saturation de la densité des boucles de Frank. La capacité d'écroutissage est également fortement affectée par l'irradiation, en lien avec le mécanisme de déformation par canaux : l'écroutissage par interactions entre différents systèmes de glissement n'est plus actif dans ces canaux essentiellement en glissement simple, conduisant à un faible écroutissage macroscopique. Une augmentation de la limite d'élasticité concomitante d'une baisse de la capacité d'écroutissage conduit finalement, par le critère de Considère $\frac{d\sigma}{d\varepsilon} = \sigma$, à une striction précoce.

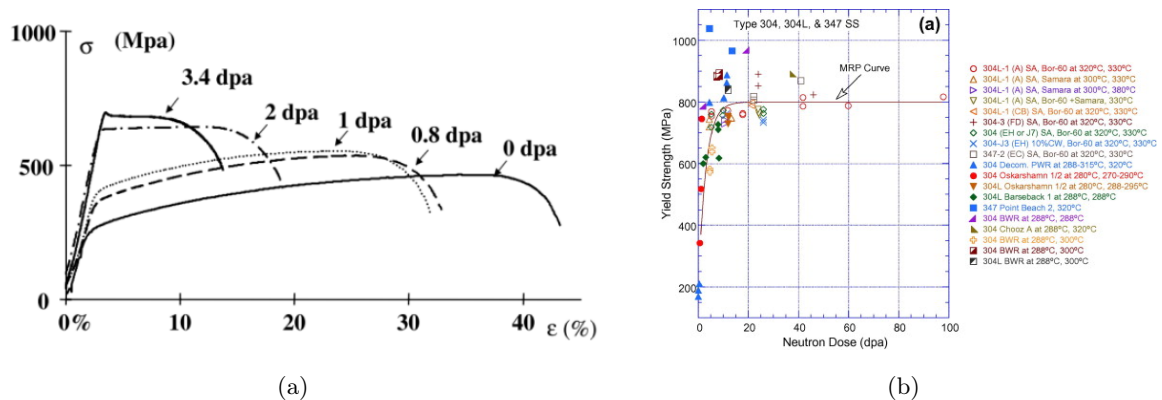


FIGURE 1.8 – (a) Courbes de traction d'un acier inoxydable austénitique de type 304L en fonction de la dose d'irradiation (Pokor *et al.*, 2004) (b) Évolution de la limite d'élasticité en fonction de la dose d'irradiation (Chopra & Rao, 2011b)

En ce qui concerne l'évolution des propriétés de rupture, la Fig. 1.9a montre l'évolution des courbes $J - da$ obtenues par des essais de ténacité sur éprouvettes fissurées en fonction de la dose d'irradiation, avec J l'énergie surfacique nécessaire à la propagation, et da l'avancée de la fissure. L'irradiation affecte fortement à la fois la ténacité ($K \sim \sqrt{EJ}$) à l'amorçage (Fig. 1.9b) et le module de déchirure dJ/da . Ces évolutions proviennent au premier ordre de la chute de la capacité d'écroûissage (Fig. 1.8) qui est un facteur prépondérant dans la résistance à la propagation de fissures ductiles (Pardoën & Hutchinson, 2003).

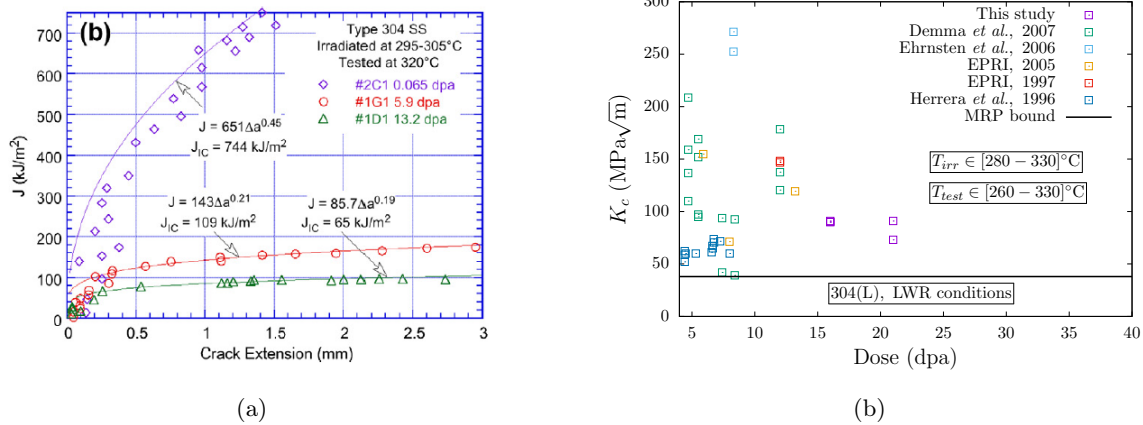


FIGURE 1.9 – (a) Courbes $J - da$ (Chopra & Rao, 2011b) et (b) ténacité en fonction de la dose d'irradiation (Hure *et al.*, 2018) pour des nuances d'acier de type 304 irradiées et testées en conditions REP

L'évolution de la sensibilité à la fissuration intergranulaire en milieu REP sera détaillée dans le chapitre 2.

Corrosion sous contraintes intergranulaire

2.1	Introduction	22
2.1.1	Position du problème	22
2.1.2	Revue de la littérature	24
2.1.2.a	Caractérisation expérimentale	24
2.1.2.b	Modélisation et Simulation	27
2.1.3	Axes d'étude	29
2.2	Caractérisation expérimentale des conditions de fissuration	30
2.2.1	Effet des conditions d'irradiation et de milieu	30
2.2.1.a	Protocole expérimental	30
2.2.1.b	Principaux résultats et interprétation	32
2.2.2	Effet des paramètres locaux	35
2.2.2.a	Protocole expérimental	35
2.2.2.b	Principaux résultats et interprétation	37
2.3	Évaluation numérique des contraintes intergranulaires	41
2.3.1	Outils et méthodes numériques	41
2.3.1.a	Loi de comportement	41
2.3.1.b	Agrégats polycristallins	43
2.3.2	Distributions de contraintes normales aux joints de grains	44
2.3.2.a	Effet du niveau d'irradiation	45
2.3.2.b	Vers des lois empiriques génériques	47
2.3.2.c	Comparaisons locales expériences - simulations	50
2.4	Conclusion : Un exemple d'application	53

2.1 Introduction

2.1.1 Position du problème

La démarche visant à prédire de manière quantitative la phénomène de corrosion sous contraintes intergranulaire des vis d'internes de cuve REP repose sur deux parties, d'une part la détermination des champs locaux : dose et température d'irradiation, contraintes mécaniques, chimie locale du milieu, et d'autre part sur la caractérisation et la prédiction de l'amorçage et de la propagation de fissures.

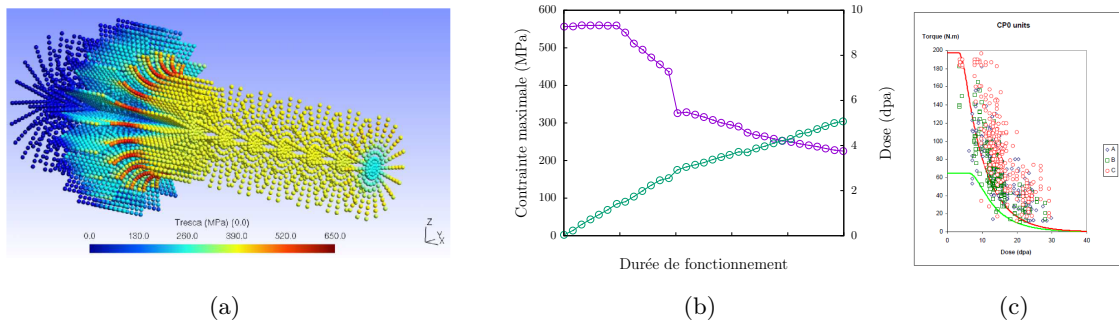


FIGURE 2.1 – (a) Visualisation du champ de contraintes au niveau d'une vis d'internes de cuve REP (b) Évolution typique de la contrainte maximale et de la dose d'irradiation (Pokor *et al.* , 2010) (c) Évolution du couple de déserrage des vis avec le niveau d'irradiation (Lemaire *et al.* , 2010)

La première partie est menée principalement par EDF et conduit aux résultats typiques présentés sur la Fig. 2.1 grâce à des calculs neutroniques, thermohydrauliques et thermomécaniques (Pokor *et al.* , 2010). Les contraintes sont maximales au niveau du congé de raccordement entre la tête et le fût de la vis (Fig. 2.1a) et proviennent initialement du couple de serrage. Au cours du fonctionnement du réacteur, cette contrainte diminue du fait d'un phénomène de relaxation induit par l'irradiation, de manière concomitante avec l'augmentation de la dose d'irradiation (Fig. 2.1b), cette dernière conduisant à des modifications microstructurales. À noter que si ces calculs couplant neutroniques, thermohydrauliques et thermomécaniques font toujours l'objet de travaux, les prédictions sont qualitativement en accord avec les mesures expérimentales (Lemaire *et al.* , 2010) de couple de déserrage de vis (Fig. 2.1c) qui décroît avec la durée de fonctionnement.

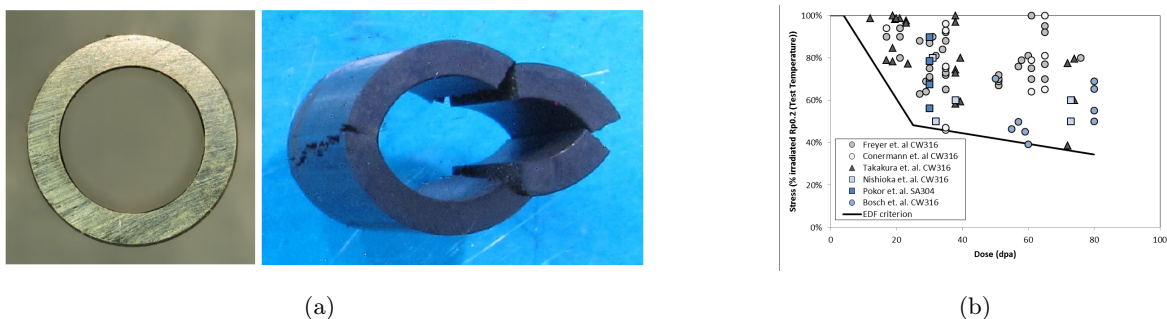


FIGURE 2.2 – (a) Éprouvette de géométrie O-Ring avant et après essai (Bosch *et al.* , 2018) (b) Contrainte (évaluée à l'endroit le plus sollicité) ayant conduit à une rupture en fonction du niveau d'irradiation

De nombreuses études ont été réalisées afin d'évaluer l'effet du chargement mécanique en sollicitant en milieu REP (340°C, 25-35 cc/kg H₂ STP, 1200ppm B, 2ppm Li) de petites structures, essentiel-

lement des éprouvettes tubulaires dites O-Ring (Fig. 2.2a) obtenues à partir de composants déposés de réacteurs, sous chargement constant. Ces études ont conduit à la détermination du domaine dans lequel des ruptures sont observées (Fig. 2.2b) et à un critère empirique de rupture à comparer à l'historique de chargement des vis (Pokor *et al.*, 2010). Cependant, ces essais ne permettent pas de distinguer les phases d'amorçage et de propagation de la fissuration, et présentent une dispersion expérimentale très importante qu'il est possible d'attribuer au moins partiellement à l'historique des matériaux utilisés et à l'état de surface des échantillons.

La phase de propagation de fissures de corrosion sous contraintes en milieu REP a été étudiée de manière extensive au moyen d'essais sur éprouvettes préfissurées, permettant de déterminer des lois de vitesse de propagation en fonction du facteur d'intensité des contraintes (Chopra & Rao, 2011b). Les efforts se portent donc principalement sur la phase d'amorçage des fissures. La Fig. 2.3 montre les observations MEB d'une éprouvette testée en milieu REP sous un chargement de traction lente jusqu'à rupture. Ce type d'essai SSRT (Slow Strain Rate Test) permet de tester la sensibilité à la corrosion sous contraintes par application d'un chargement suffisamment lent (ici $\dot{\epsilon} = 5.10^{-8} \text{s}^{-1}$) pour avoir un effet du milieu.

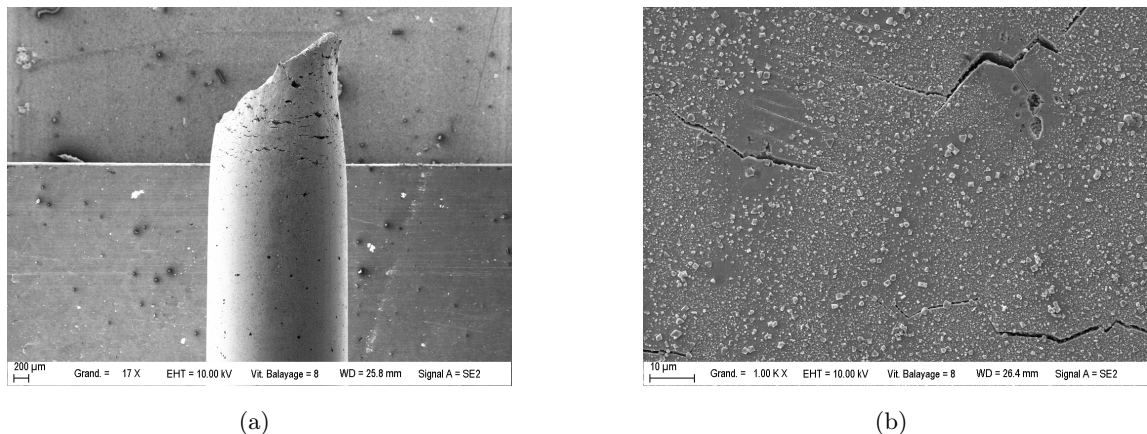


FIGURE 2.3 – Observations MEB typiques d'une éprouvette en acier inoxydable austénitique irradiée ayant subi un essai de traction lente jusqu'à rupture en milieu REP

Des fissures intergranulaires sont visibles le long du fût de l'éprouvette, les fissures étant d'autant plus ouvertes qu'elles se situent à proximité de la zone de rupture. La Fig. 2.3b montre plus particulièrement les fissures intergranulaires dans une zone peu déformée, et constitue précisément le problème d'étude. En particulier, les questions posées sont :

- Quelles sont les caractéristiques morphologiques des fissures (longueur, orientation) ?
- Quels sont les critères locaux d'amorçage de fissures (contrainte, déformation, localisation) ?
- Peut-on prédire numériquement l'amorçage de ces fissures ?

Ce chapitre vise donc à mettre en place les démarches expérimentales et numériques et à apporter des éléments visant à répondre à ces trois questions. Une revue succincte de la littérature est réalisée dans le paragraphe suivant avant de présenter les travaux réalisés.

2.1.2 Revue de la littérature

Cette brève revue de la littérature vise à mettre en avant les principaux résultats disponibles en termes de caractérisations expérimentales et de modélisations de l’amorçage de la corrosion sous contraintes intergranulaire des aciers inoxydables austénitiques à l’état irradié. Les résultats mentionnés s’inscrivent dans une bibliographie plus large et complémentaire qui comprend notamment la CSC des aciers inoxydables austénitiques et des alliages à base Nickel à l’état non irradié, qui ne sont pas repris ici par souci de concision. Pour plus de détails, (Raquet *et al.* , 2007; Huang *et al.* , 2019; Féron *et al.* , 2019; Liu *et al.* , 2018).

2.1.2.a Caractérisation expérimentale

La très grande majorité des caractérisations expérimentales concernant l’amorçage de fissures intergranulaires par corrosion sous contraintes d’aciers inoxydables austénitiques irradiés a été obtenue sur des échantillons irradiés aux protons testés en milieu REB (Réacteur à Eau Bouillante) par des essais de traction lente (Jiao & Was, 2011). Il a été montré que les irradiations aux protons permettent, sous réserves de compenser la différence de flux par une différence de température d’irradiation, de reproduire les défauts d’irradiation et la chimie des joints de grains observés après irradiation aux neutrons (Was *et al.* , 2002). Le milieu REB diffère du milieu REP par une teneur en oxygène élevée (celle-ci étant négligeable en milieu type REP), et permet d’exacerber les phénomènes de corrosion.

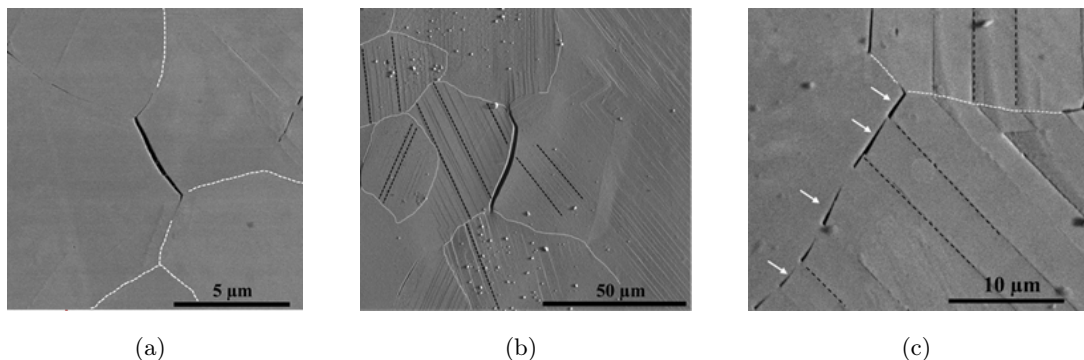


FIGURE 2.4 – Observations MEB de surface caractéristiques de fissures intergranulaires de corrosion sous contraintes sur acier inoxydable austénitique irradié aux protons

Les observations typiques de fissures intergranulaires sont présentées sur la Fig. 2.4. Différentes configurations sont observées, de la fissuration complète d’un joint de grains sans (Fig. 2.4a) ou avec (Fig. 2.4b) marques de plasticité dans les grains adjacents, à des fissures s’amorçant au niveau de l’intersection entre des bandes de localisation et le joint de grains (Fig. 2.4c). La Fig. 2.5 présente les évolutions des densités surfaciques de fissures pour différents niveaux d’irradiation, en fonction de la dureté du matériau, de la teneur en Chrome au niveau des joints de grains et du niveau d’hétérogénéité de déformation intragranulaire, cette dernière étant évaluée par la hauteur moyenne des marches de surface issues des canaux de déformation (Jiao & Was, 2011). Des corrélations sont observées avec la dureté et la localisation de la déformation (Fig. 2.5a,c), mais pas avec la chimie des joints de grains. Ces résultats sont en accord avec ceux obtenus sur des matériaux irradiés aux neutrons montrant un effet prépondérant du comportement mécanique (contraintes, mécanismes de déformation). Ce type d’expériences a été également analysé de manière plus locale, en s’intéressant

aux caractéristiques des joints de grains présentant des fissures (McMurtrey *et al.*, 2011).

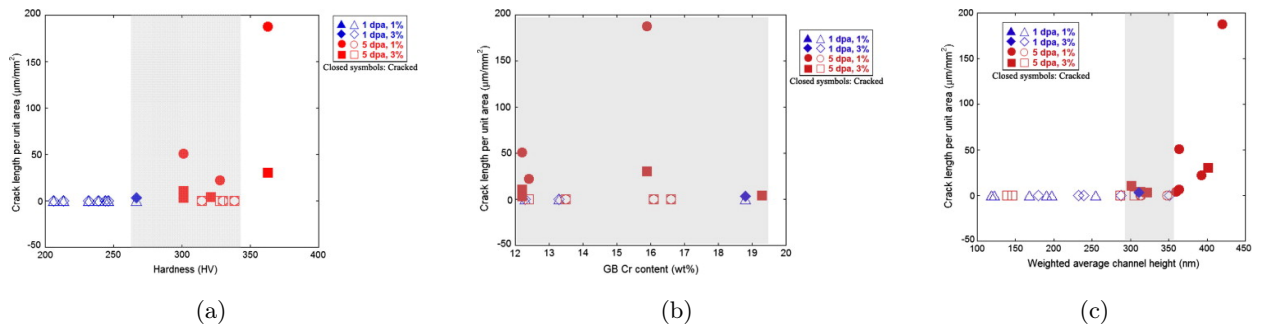


FIGURE 2.5 – Évolution de la densité surfacique de fissures intergranulaires en fonction de (a) la dureté du matériau (b) la teneur en Chrome au niveau des joints de grains, (c) du niveau d'hétérogénéité de la déformation (Jiao & Was, 2011)

La grande majorité des fissures sont localisées sur des joints de grains non spéciaux (de type Random High Angle Boundary - RHAB) (Fig. 2.6a), les joints de grains spéciaux de type Σ_3 , correspondant à des macles et très présents dans les aciers de type 304, sont peu affectés. La fissuration est également observée majoritairement sur des joints de grains orientés perpendiculairement par rapport à la direction de chargement (Fig. 2.6b).

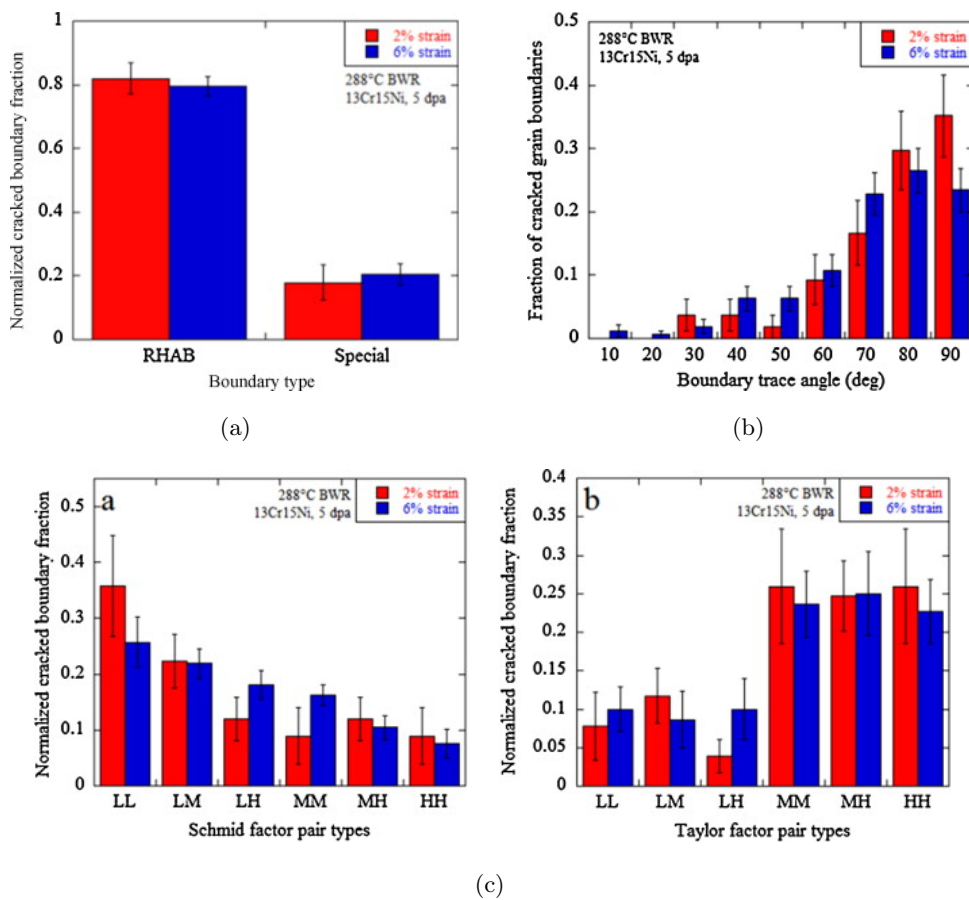


FIGURE 2.6 – Distributions des fissures intergranulaires en fonction (a) du type de joints de grains, (b) de l'orientation du joint de grains par rapport à la direction de chargement, (c) des facteurs de Schmid et de (d) Taylor de part et d'autre du joint de grains (McMurtrey *et al.*, 2011)

De manière moins marquée, des corrélations sont également observées entre fissuration et faible valeur de facteur de Schmid / forte valeur du facteur de Taylor sur l'un des grains adjacents à la fissuration (Fig. 2.6c,d). Le facteur de Schmid calculé sur la Fig. 2.6c correspond au facteur reliant la contrainte (supposée uniaxiale) dans le grain à la cission résolue la plus grande d'un système de glissement. Autrement dit, la cission résolue critique étant la même pour tous les grains, les contraintes seront plus fortes dans la phase de plasticité dans les grains ayant un faible facteur de Schmid. Le calcul du facteur de Taylor fait quant à lui appel à l'hypothèse de champ de déformation identique dans tous les grains, et permet de relier la contrainte équivalente (de Mises) à la valeur de cission résolue critique. Une forte valeur de facteur de Taylor conduit donc à de plus fortes contraintes locales. Dès lors, les résultats présentés sur les Figs. 2.6c font apparaître **une forte dépendance de la fissuration aux contraintes locales**, et plus particulièrement à **la contrainte normale aux joints de grains** (Fig. 2.5b), le niveau de déformation ne semble pas avoir quant à lui d'effet de premier ordre comme le montre la Fig. 2.6.

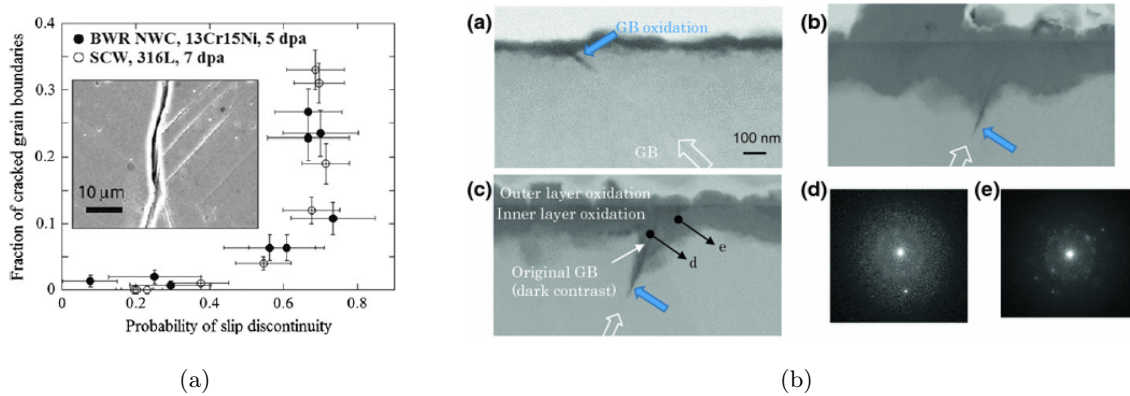


FIGURE 2.7 – (a) Corrélation entre la fissuration et la discontinuité des bandes de localisation de part et d'autre du joint de grains (West *et al.* , 2012) (b) Observations MET en coupe montrant les couches d'oxydes externe et interne de surface, ainsi que la pénétration intergranulaire, pour un acier de type 316 irradié aux neutrons en réacteur (Fukumura *et al.* , 2019)

L'hétérogénéité du mécanisme de déformation présente également une corrélation avec la fissuration (Fig. 2.5c) par un mécanisme visible sur la Fig. 2.4c. Les études expérimentales sur cet aspect ont montré en particulier une corrélation entre fissuration et discontinuité des bandes de localisation de part et d'autre du joint de grains (West *et al.* , 2012) (Fig. 2.7). Ces observations montrent **l'importance du mode de déformation intragranulaire** mais également l'influence de **la capacité d'un joint de grains à transmettre la plasticité** dans le mécanisme de fissuration. Ces différentes corrélations portent toutes directement ou indirectement sur le chargement mécanique des joints de grains. Les aspects oxydation et résistance mécanique de ces derniers ont beaucoup moins été étudiés. La Fig. 2.7 montre à la fois les couches d'oxydes externe, riche en Fer, et interne, riche en Chrome, typiques après oxydation en milieu REP, et également les pénétrations d'oxydes intergranulaires sur un matériau irradié issu de réacteur. À l'heure actuelle, si quelques observations qualitatives de ce type sont disponibles, il n'existe pas de base de données suffisantes (ni de modèle) pour prédire les profondeurs de pénétration d'oxydes en fonction du temps d'exposition, du niveau d'irradiation et du type de joints de grains, quand bien même ces informations seront essentielles à la prédiction de la rupture des joints de grains oxydés. Enfin, la détermination expérimentale de

la résistance mécanique des joints de grains, par exemple par des essais de type micropoutres en flexion (Stratulat *et al.*, 2016) n'a pas été réalisée sur ce type d'acier à l'état irradié et oxydé.

2.1.2.b Modélisation et Simulation

Les modélisations et simulations numériques à l'échelle locale de la fissuration intergranulaire se sont intéressées en premier lieu au mécanisme décrit sur la Fig. 2.4c d'interactions entre une bande de localisation et un joint de grains (Sauzay & Ould Moussa, 2013; Sauzay & Vor, 2013), avec en particulier la caractérisation de la singularité de contraintes sous l'hypothèse que le matériau en dehors de la bande se déforme uniquement de manière élastique (Fig. 2.8). Associée à un double critère de rupture en contrainte et taux de restitution de l'énergie (Weissgraeber *et al.*, 2016), cette modélisation permet d'estimer la contrainte macroscopique conduisant à l'amorçage d'une fissure, en fonction des caractéristiques de la bande de déformation (orientation, largeur, longueur) et des propriétés de rupture de l'interface. Pour compléter cette approche, des simulations de dynamique moléculaire sont conduites pour estimer les propriétés de rupture des oxydes intergranulaires (Van Brutzel *et al.*, 2019).

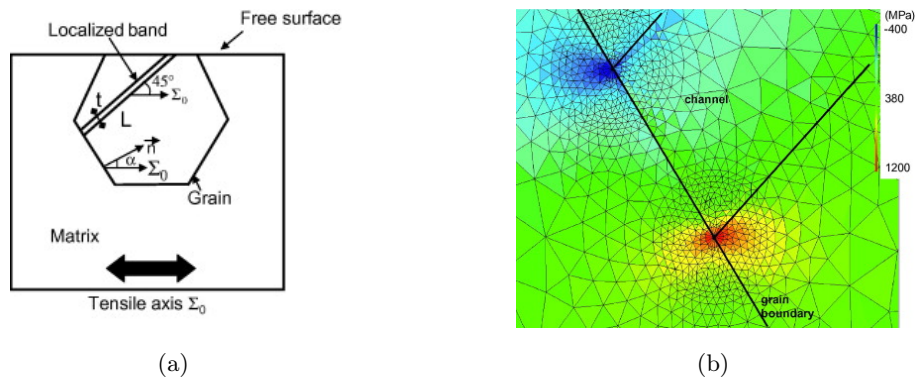


FIGURE 2.8 – Modélisation et simulation par éléments finis de l'interaction entre une bande de localisation de la déformation et un joint de grains (Sauzay & Ould Moussa, 2013; Sauzay & Vor, 2013)

Dans le même esprit mais à une échelle de modélisation différente, des simulations de dynamique moléculaire ont également été réalisées sur des agrégats polycristallins (McMurtrey *et al.*, 2011), conduisant d'une part à l'apparition de bandes de glissement localisées, et d'autre part à des ruptures intergranulaires corrélées à l'absence de continuité des bandes (Fig. 2.6c).

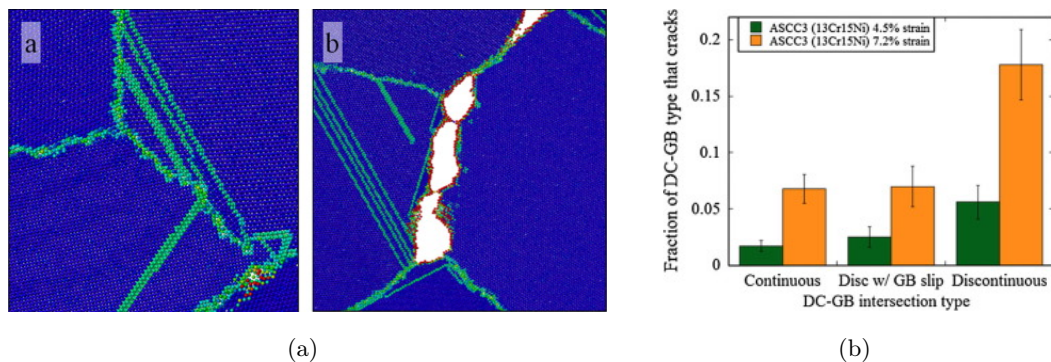


FIGURE 2.9 – (a) Simulations de dynamique moléculaire d'agrégat polycristallin (b) Corrélation entre discontinuité des bandes et fissuration (McMurtrey *et al.*, 2011)

Ces deux types de modélisation, s'ils apportent des éléments importants de compréhension des mécanismes potentiels de fissuration, n'en restent pas moins incomplets quant à la prédiction de l'apparition de fissures intergranulaires à l'échelle locale dans un agrégat polycristallin. Les simulations de dynamique moléculaire (Fig. 2.9) présentent de fortes limitations en l'état quant à la prise en compte des défauts d'irradiations (ou de manière plus générique de la microstructure intragranulaire). L'inclusion explicite de manière prédéfinie de bandes de localisation (Fig. 2.8) pose à la fois des difficultés d'ordre numérique de taille de calculs (Marano & Gélébart, 2020), qui peuvent néanmoins être réalisés depuis peu (Fig. 2.10), et surtout de connaître à l'avance la largeur, le nombre, l'orientation des bandes (et leurs continuités éventuelles) à inclure dans chaque grain.

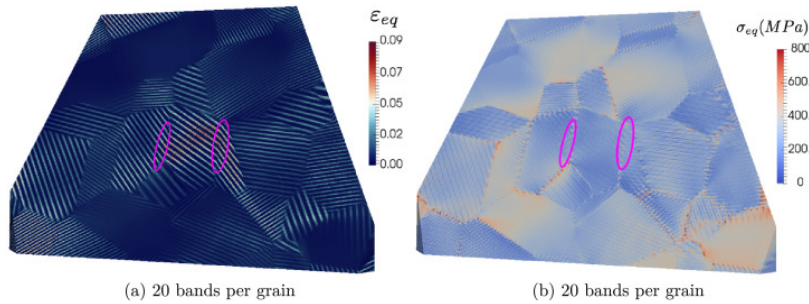


FIGURE 2.10 – Champs de déformation et de contraintes dans un agrégat polycristallin d'alliage de Zirconium dans lequel des bandes de localisation ont été définies explicitement (Marano & Gélébart, 2020)

La Fig. 2.10b met particulièrement en lumière que le fait d'imposer la continuité des bandes à un joint de grains est de nature à ne pas conduire à des contraintes élevées. Dans l'idéal, la loi de comportement de plasticité cristalline utilisée à l'échelle intragranulaire devrait suffire à faire apparaître ces bandes ainsi que leurs caractéristiques : largeur, nombre, distance inter-bandes, indépendance au maillage, ce qui reste à l'heure actuelle un défi. À titre d'exemple, l'étude de (Marano *et al.*, 2019) montre la nécessité d'utiliser un formalisme à gradient de plasticité cristalline ne serait-ce que pour avoir le bon type de localisation intragranulaire, et ce sans pour autant être indépendant de la discrétisation spatiale, et sans même parler de modélisation des joints de grains pour la continuité ou non des bandes.

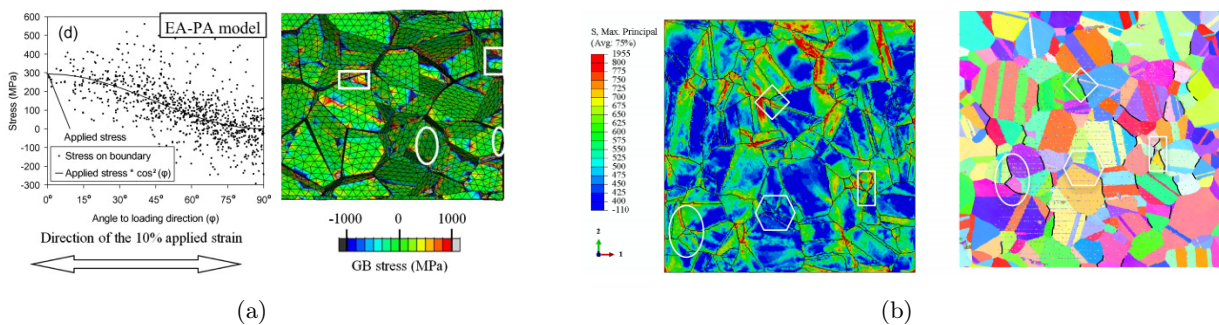


FIGURE 2.11 – (a) Détermination des contraintes aux joints de grains dans un agrégat polycristallin (Gonzalez *et al.*, 2014) (b) Simulation d'un agrégat polycristallin réel et comparaison des champs de contraintes aux fissures observées expérimentalement (Huang *et al.*, 2019)

La prise en compte réaliste des bandes de localisation dans des simulations d'agrégats polycristallins n'est pas possible à ce jour, et il faut donc s'en remettre à des simulations plus conventionnelles, quitte à introduire l'effet d'amplification des contraintes locales sur certains joints de grains d'une

autre manière. Dans ce cadre, la détermination des contraintes aux joints de grains dans les agrégats polycristallins a fait l'objet d'un certain nombre de travaux (Barbe *et al.*, 2001a; Barbe *et al.*, 2001b; Diard *et al.*, 2002; Kanjarla *et al.*, 2010; Gonzalez *et al.*, 2014), conduisant à décrire l'influence des interactions entre grains sur les contraintes locales (Fig. 2.11a), mais restreint à certaines lois de comportement particulières et pour des agrégats synthétiques. Il est à noter également que, dans ces simulations, aucun modèle n'est appliqué aux joints de grains, les contraintes résultants dès lors uniquement des anisotropies de déformations élastiques et plastiques, même si des modèles simples de prise en compte des joints de grains ont été proposés récemment (Haouala *et al.*, 2020). D'autre part, des comparaisons directes entre champs mécaniques obtenus par simulation à partir d'un agrégat réaliste déterminé grâce à des caractérisations expérimentales et fissuration (Huang *et al.*, 2019) commencent à voir le jour (Fig. 2.11b) pour la CSC des aciers inoxydables non irradiés, mais cette démarche n'a pas été réalisée à l'état irradié.

2.1.3 Axes d'étude

Cette revue de la littérature montre qu'une approche micromécanique visant à prédire la corrosion sous contraintes intergranulaire en milieu REP des aciers inoxydables irradiés nécessite, a minima, d'étudier les différents items détaillés sur la Fig. 2.12, incluant à la fois des caractérisations expérimentales et des simulations numériques à différentes échelles.

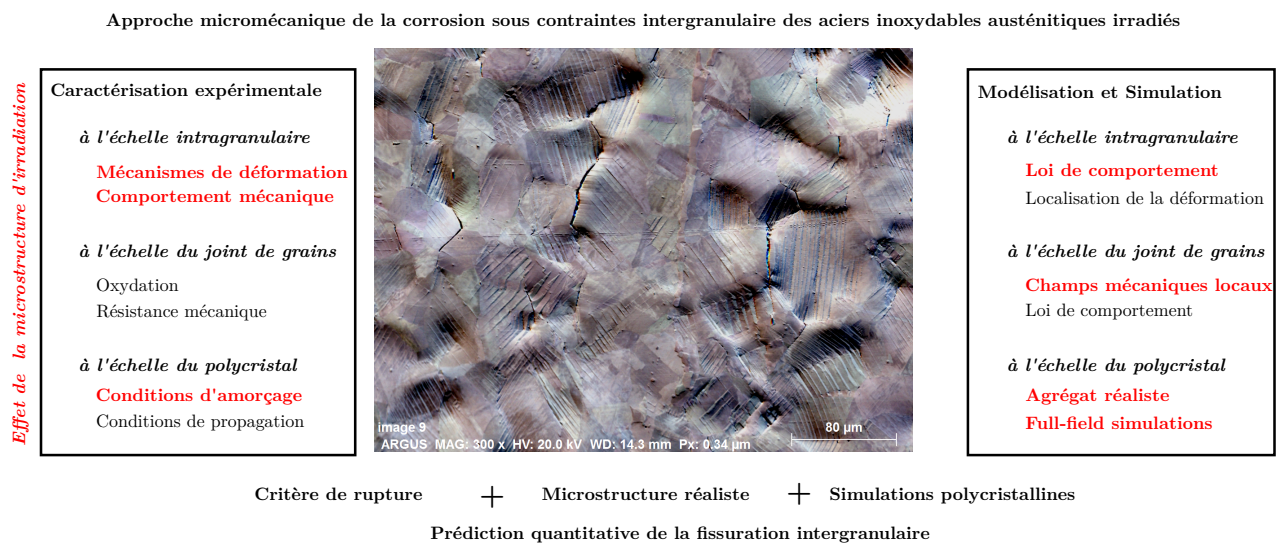


FIGURE 2.12 – Approche micromécanique visant à prédire la corrosion sous contraintes intergranulaire en milieu REP des aciers inoxydables irradiés

Les thématiques qui ont fait l'objet de recherches dans nos travaux sont indiquées en rouge sur la Fig. 2.12. D'un point de vue expérimental, les résultats présentés dans le paragraphe 2.1.2.a constituent une base de données solide en ce qui concerne l'amorçage de la corrosion sous contraintes des aciers inoxydables austénitiques irradiés. Néanmoins, plusieurs points d'intérêt restent à traiter :

- **Effets des conditions d'irradiation et de milieu**

La grande majorité des résultats expérimentaux consacrés à l'amorçage a été obtenue avec des essais conduits en milieu oxygéné (caractéristique des réacteurs de type REB pour lesquels le phénomène d'IASCC est également observé), différent du milieu d'intérêt pour la fissuration des vis d'internes

de REP. En effet, la présence d'oxygène dans le milieu est de nature à modifier les mécanismes de corrosion et de fissuration. Il est donc nécessaire de poursuivre la caractérisation en milieu REP, en complétant les quelques études disponibles. D'autre part, la corrélation observée entre fissuration et localisation de la déformation ne permet pas d'isoler l'effet de l'augmentation de la dureté du matériau, ce qui est important d'un point de vue des mécanismes et de la modélisation, d'où l'intérêt de choisir des conditions d'irradiation (aux ions) permettant d'évaluer ces deux contributions.

- **Effets des paramètres locaux**

Les corrélations entre fissuration et caractéristiques du joint de grains - orientation, structure cristallographique - ont été en grande majorité obtenues sur la base d'observations en surface. Ces mesures ne permettent que de caractériser partiellement le joint de grains, en particulier en ce qui concerne l'orientation de la normale. De même, la caractérisation de la continuité (ou non) des bandes de localisation, si elle permet d'observer une corrélation avec la fissuration, ne permet pas d'en déduire un modèle prédictif basé uniquement sur les caractéristiques des joints de grains. L'analyse des paramètres locaux de fissuration nécessitent donc la caractérisation tridimensionnelle des fissures, et la détermination de critères de transmission de dislocations / bandes de localisation aux joints de grains.

- **Simulations numériques**

Les résultats expérimentaux montrent un effet prépondérant des contraintes locales sur le phénomène de fissuration. Pourtant, l'évaluation numérique des contraintes intergranulaire au moyen de simulations d'agrégats polycristallins dans le cadre des matériaux irradiés est très peu documentée, alors même que ce type de démarche est utilisé pour des matériaux non irradiés. De plus, la détermination de lois simples pour estimer des contraintes intergranulaires afin de construire des critères de fissuration reste à faire. Enfin, l'évaluation quantitative de cette approche micromécanique qui consiste à comparer les résultats de simulations numériques sur des agrégats polycristallins réalistes aux fissures observées expérimentalement doit être réalisée sur matériaux irradiés.

Les sections suivantes présentent les résultats obtenus sur ces trois axe d'étude.

2.2 Caractérisation expérimentale des conditions de fissuration

2.2.1 Effet des conditions d'irradiation et de milieu

Pour plus de détails, (Gupta et al. , 2016; Gupta et al. , 2018)

Cette étude a été réalisée dans le cadre de la thèse de Jyoti GUPTA.

2.2.1.a Protocole expérimental

Afin de caractériser expérimentalement les conditions de fissuration, un protocole expérimental a été mis en place (Fig. 2.13) comprenant la préparation et l'irradiation de matériaux dans des accélérateurs de particules, la caractérisation mécanique et microstructurale après irradiation (Dureté, MET), la réalisation d'essais de corrosion sous contraintes en milieu REP, et la caractérisation après

essais (MEB). Les irradiations sont réalisées soit au Michigan Ion Beam Laboratory (MIBL) (Toader *et al.* , 2017) pour les irradiations aux protons, soit à JANNuS Saclay (CEA) (Pellegrino *et al.* , 2012) pour les irradiations aux ions lourds.

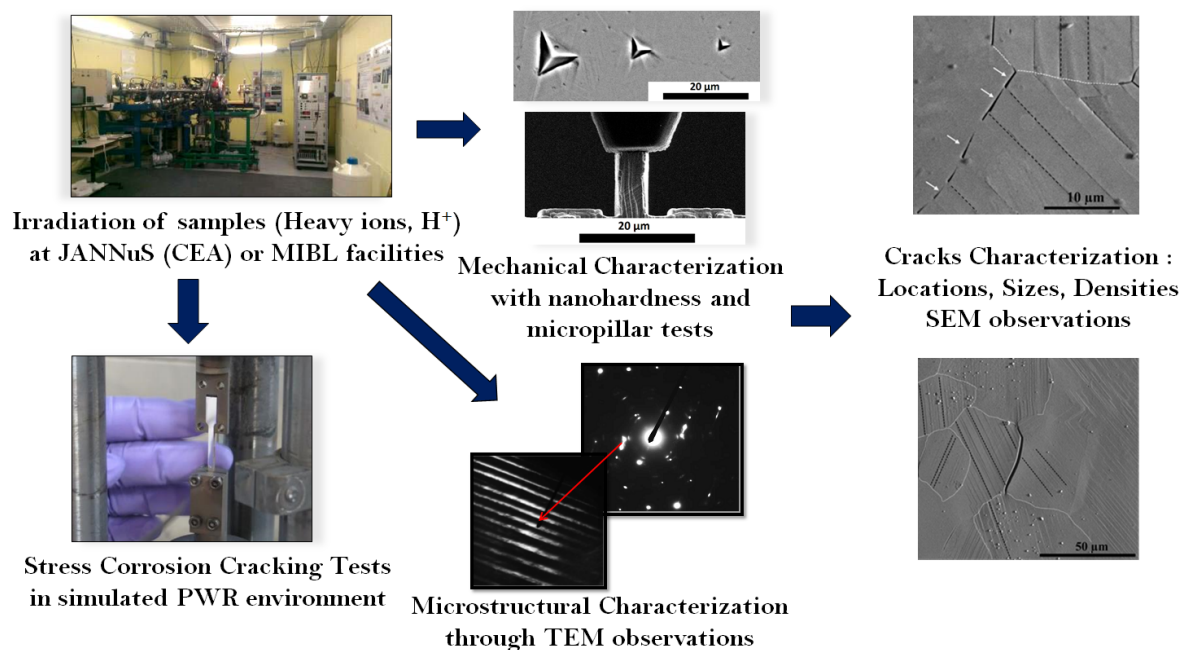


FIGURE 2.13 – Méthodologie de caractérisation expérimentale de la corrosion sous contraintes intergranulaires des aciers inoxydables austénitiques irradiés aux ions

Le matériau utilisé est l’acier inoxydable austénitique de type 304L (Fig. 1.4). Afin de s’affranchir des effets de surface (écrouissage, rugosité) et sauf mention contraire dans la suite, tous les échantillons sont polis miroir avec une finition à la silice colloïdale par vibropolissage. Deux types d’irradiations sont utilisés afin d’évaluer l’effet de la microstructure d’irradiation et plus particulièrement les conséquences des mécanismes de déformation et du comportement mécanique sur la fissuration intergranulaire.

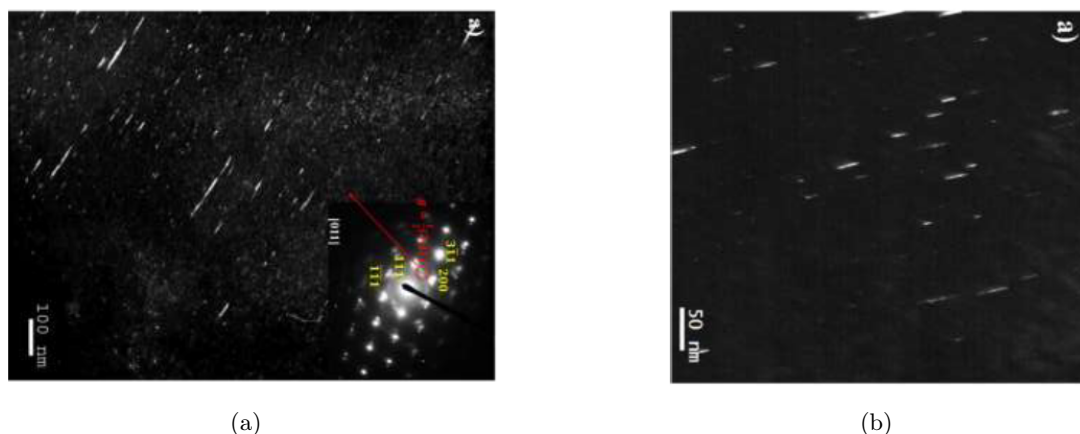


FIGURE 2.14 – Observations MET en surface des échantillons après irradiation (a) aux protons et (b) aux ions Fer, permettant de visualiser les boucles de Frank (lignes blanches)

D’une part, des irradiations aux protons avec une énergie de 2MeV à 340°C avec un flux de l’ordre de 5.10^{-6} dpa.s⁻¹ (en surface) sont utilisées de manière similaire aux études précédentes (Jiao &

Was, 2011), ces conditions d'irradiation permettant de reproduire une microstructure équivalente à celle obtenue après irradiation aux neutrons en réacteur à 290°C (Was *et al.*, 2002). D'autre part, des irradiations aux ions Fer sont réalisées avec une énergie de 10MeV à 450°C avec un flux de l'ordre de 5.10^{-4} dpa.s⁻¹ (en surface). La différence de température d'irradiation est choisie de sorte à compenser la différence de flux (Was, 2007) et permettre d'obtenir des défauts d'irradiation (boucles de Frank) similaires à ceux observés après irradiations aux protons (Fig. 2.14). La principale différence entre les deux types d'irradiations réside donc dans l'épaisseur de la couche irradiée, de l'ordre de 20μm pour les protons (soit de l'ordre de la taille de grains), et de l'ordre de 2μm pour les ions Fer (Fig. 2.15a,b). Une autre différence potentielle concerne la ségrégation aux joints de grains, ce qui sera discuté dans la suite. Les essais de corrosion sous contraintes sont réalisés en milieu REP (340°C, 25-35 cc/kg H₂ STP, 1200ppm B, 2ppm Li) en traction lente ($\dot{\epsilon} = 5.10^{-8}$ s⁻¹) jusqu'à une déformation cible de 4%.

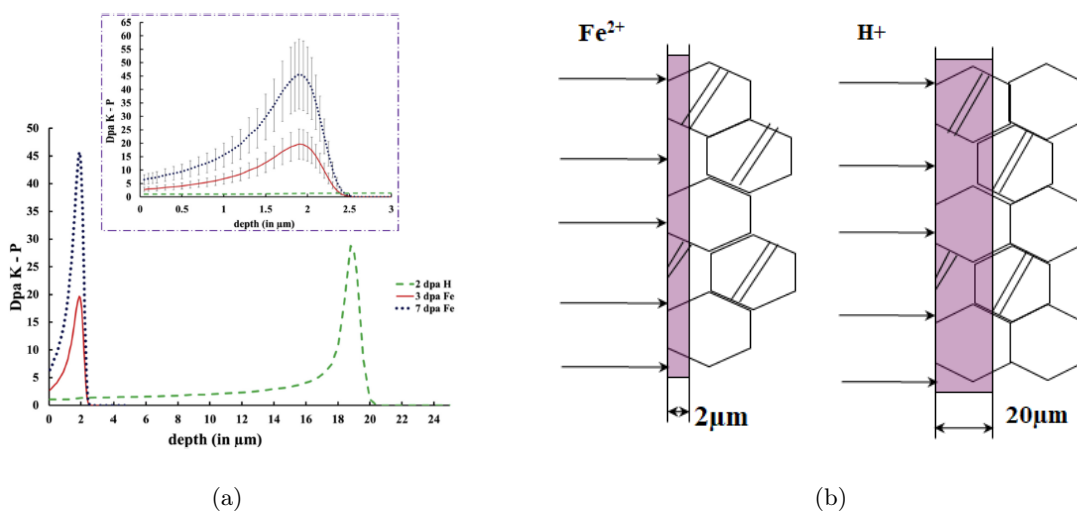


FIGURE 2.15 – (a) Profils typiques d'irradiation le long de l'épaisseur pour les irradiations aux protons et aux ions Fer (b) Comparaison de l'épaisseur de la couche irradiée à la taille de grains

Une autre condition a également été étudiée : certains échantillons n'ont pas été vibropolisés avant irradiation, ce qui conduit à la présence d'une zone composée de nanograins en surface (de l'ordre de 1μm d'épaisseur), et ce afin d'étudier l'effet de l'état de surface (ou comme nous le verrons dans la suite l'effet du durcissement d'irradiation).

2.2.1.b Principaux résultats et interprétation

Les quantifications des observations MET en surface après irradiation (Figs. 2.14, 2.16a) permettent d'estimer les densités de boucles de Frank de l'ordre de $2.5 \cdot 10^{22}$ m⁻³ et $3.6 \cdot 10^{22}$ m⁻³ pour les irradiations aux ions Fer et aux protons pour les échantillons vibropolisés. Le diamètre des boucles est quant à lui de l'ordre de 15nm. Ces valeurs sont proches des valeurs de saturation observées pour les aciers inoxydables austénitiques irradiés en REP (Tab. 1.1). Les échantillons non vibropolisés présentent quant à eux très peu de boucles de Frank, de l'ordre de $0.06 \cdot 10^{22}$ m⁻³, la présence d'un très grand nombre de joints de nanograins ayant conduit à absorber les défauts ponctuels d'irradiation, empêchant ainsi leurs recombinaisons en boucles. Les essais de CSC en milieu REP font apparaître dans tous les cas des fissures intergranulaires (Fig. 2.16b,c), dont la profondeur est de l'ordre de l'épaisseur de la couche irradiée (Fig. 2.16d).

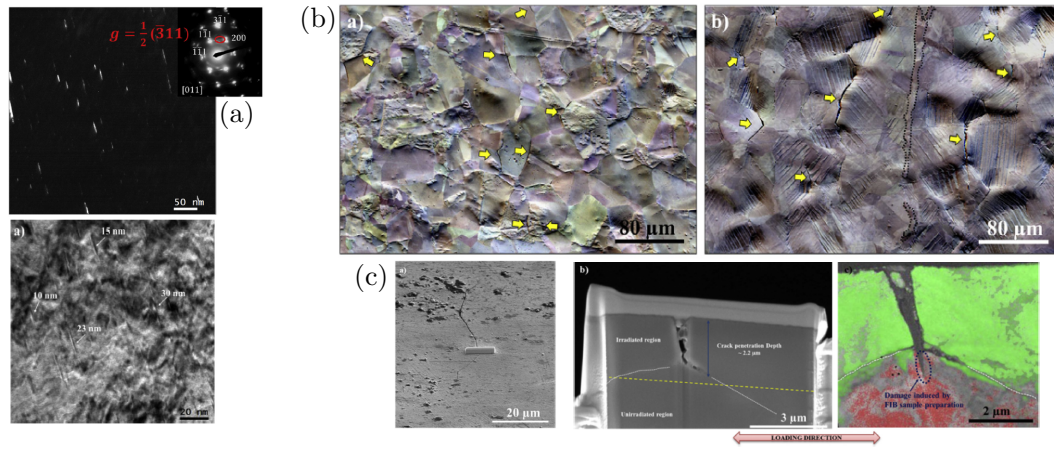


FIGURE 2.16 – (a) Observations MET mettant en évidence la présence de boucles de Frank après irradiation (b) Observations MEB des fissures intergranulaires (indiquées par des flèches jaunes) après essai de CSC en milieu REP (c) Observations MEB d’une fissure en coupe transverse

Les observations de la Fig. 2.16 confirment la maîtrise de la méthodologie et permettent de s’intéresser aux conditions de fissuration. Pour chaque condition, quatre grandeurs sont quantifiées, à savoir la longueur et la densité surfacique de fissures, la limite d’élasticité du matériau et le degré d’hétérogénéité de la déformation intragranulaire. Ce dernier est évalué en mesurant la distance moyenne entre les bandes de localisation. À noter que la zone d’irradiation ne recouvrant que partiellement la longueur utile de l’éprouvette, il est possible d’étudier l’état non irradié simultanément. La limite d’élasticité du matériau est évaluée en plusieurs étapes. Des essais de nanodureté sont réalisés dans la couche irradiée, en se limitant à des profondeurs de pénétration permettant de limiter la zone plastique à la couche irradiée. Les valeurs de dureté ainsi obtenues sont corrigées de leur effet de taille par la méthode de Nix-Gao (Nix & Gao, 1998) afin d’estimer la dureté équivalente d’un milieu infini. Finalement, une corrélation empirique permet de passer de la variation de dureté à la variation de limite d’élasticité (Busby *et al.*, 2005).

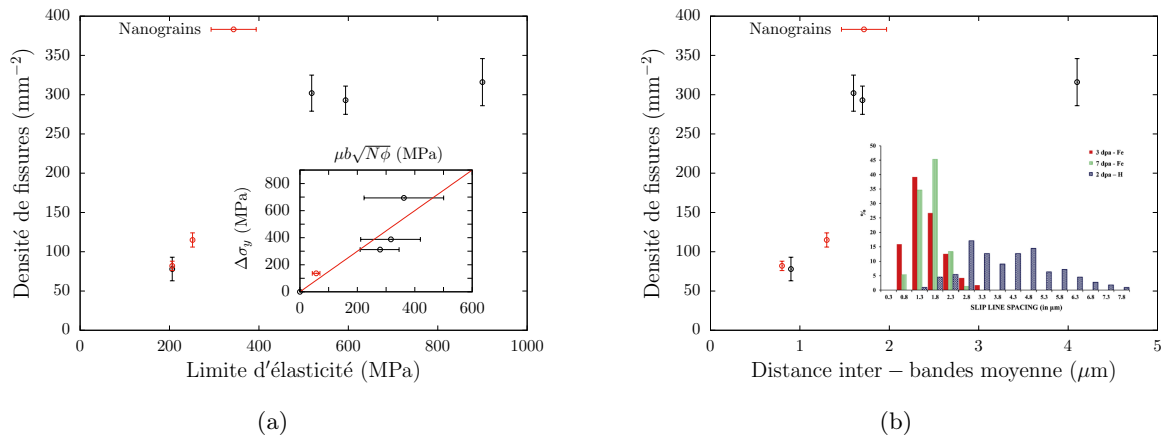


FIGURE 2.17 – (a) Évolution de la densité surfacique de fissures en fonction de la limite d’élasticité estimée de la couche irradiée (Insert : Variation de limite d’élasticité en fonction de la densité volumique N et du diamètre ϕ des défauts d’irradiation) (b) Évolution de la densité surfacique de fissures en fonction de l’hétérogénéité de la déformation intragranulaire mesurée par la distance inter-bandes moyenne (Insert : Distribution de distance inter-bandes en fonction de l’irradiation)

La variation de limite d'élasticité ainsi obtenue pour les différentes irradiations (Insert Fig. 2.17a) est de l'ordre de grandeur de $\mu b\sqrt{N\phi}$ avec μ le module de cisaillement, b la norme du vecteur de Burgers, N et ϕ respectivement la densité volumique et la taille des défauts d'irradiation, indiquant la validité du modèle de barrière dispersée (Tan & Busby, 2015) pour décrire le durcissement dû à l'irradiation. Hors effet des nanograins, la densité de fissures¹ augmente avec la dureté du matériau (Fig. 2.17a), de l'ordre de 100mm^{-2} à l'état non irradié à 300mm^{-2} pour les différents conditions d'irradiation utilisées. Un premier point remarquable est l'absence d'évolution de la densité de fissures pour les trois conditions d'irradiation correspondant pourtant à des propriétés mécaniques locales très différentes (limites d'élasticité estimées allant de 500MPa à plus de 900MPa). Un résultat similaire est observé également sur l'évolution de la densité de fissures avec le niveau de localisation de la déformation (Fig. 2.17b). Si des différences ont été rapportées entre les deux types d'irradiation utilisés en ce qui concerne la ségrégation aux joints de grains (Jiao *et al.*, 2018), la faible corrélation entre la fissuration et cette ségrégation ne semble pas de nature à intervenir pour interpréter ces résultats. Deux hypothèses peuvent dès lors être faites pour expliquer ces résultats : soit il existe une forte inhomogénéité des contraintes à rupture des joints de grains, schématiquement deux populations dont l'une aurait des contraintes à rupture très faibles et l'autre très fortes, ce qui expliquerait l'absence d'évolution de densités de fissures pour des contraintes appliquées intermédiaires. Une autre hypothèse est que les distributions de contraintes intergranulaires sont également très hétérogènes. Cette dernière hypothèse sera étudiée dans la partie numérique. Les données expérimentales relatives aux échantillons avec nanograins en surface (Fig. 2.17) montrent que l'effet de ceux-ci est de supprimer le durcissement d'irradiation, du fait de l'absence de défauts, et de conduire à une fissuration similaire à celle du matériau non irradié sans nanograins. Ce résultat est intéressant pour deux raisons, d'une part de montrer une façon de réduire l'augmentation de la sensibilité à la fissuration sous irradiation, et d'autre part de montrer l'effet prépondérant du comportement mécanique sur la fissuration.

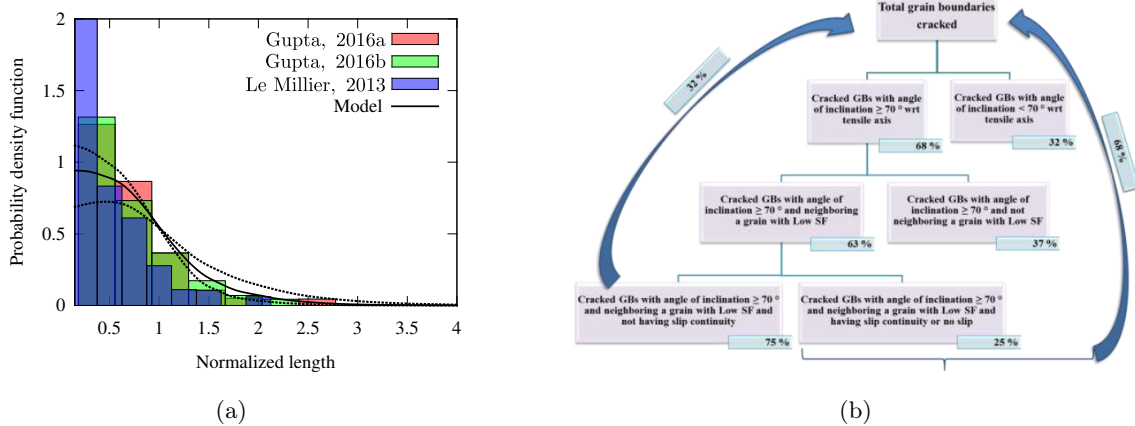


FIGURE 2.18 – (a) Distribution de longueurs de fissures (normalisées par la taille de grains) (b) Détermination des conditions locales de fissuration

Pour aller plus loin, les conditions locales de fissuration ont été étudiées (Fig. 2.18). Les distributions de longueurs de fissures, normalisées par la taille de grains pour pouvoir comparer des études

1. Les valeurs reportées dépendent du grandissement utilisé pour les observations MEB, et il convient donc de s'intéresser aux variations relatives.

utilisant différentes nuances d'aciers inoxydables austénitiques, sont tracées sur la Fig. 2.18a. La longueur moyenne est de l'ordre de la taille de grains, et la distribution peut en fait être prédite par un critère uniquement géométrique basé sur l'orientation des joints de grains d'un agrégat synthétique (type Voronoi) en considérant que les fissures ne peuvent se propager d'un joint de grains à un autre que si l'angle de désorientation est faible. Le bon accord entre ce modèle simple et les résultats expérimentaux montre d'une part la quasi-absence de propagation dans ce type d'essais, et d'autre part va également dans le sens d'un effet fort des contraintes aux joints de grains dans l'amorçage des fissures, un angle de désorientation trop important conduisant au fait que le joint de grains adjacent soit mal orienté par rapport au chargement mécanique.

Les trois facteurs influençant la fissuration à l'échelle locale, à savoir orientation favorable du joint de grains par rapport à la direction de traction, faible facteur de Schmid dans l'un des grains adjacents et (dis)continuité des bandes de localisation ont été évalués afin de déterminer un critère local de fissuration (Fig. 2.18b). Cette analyse conduit à deux résultats principaux : une majorité des fissures observées vérifie chaque critère pris séparément, mais ces trois critères ne sont pas des conditions nécessaires comme le montre le fait que seulement 32% des fissures vérifient les trois conditions simultanément. Ce pourcentage augmente cependant en considérant cette fois-ci ces critères comme des conditions non pas nécessaires mais suffisantes à la fissuration. L'absence de caractère nécessaire est un résultat important et peut s'expliquer par le fait que ces trois conditions conduisent indépendamment l'une de l'autre à des contraintes locales plus élevées.

Les résultats présentés sur les Figs. 2.17 et 2.18 obtenus après des essais de corrosion sous contraintes en milieu REP sont en accord qualitatif avec les données issues des essais en milieu REB, constitutifs de la majorité des essais sur la thématique ayant permis de mettre en évidence les facteurs prépondérants, ce qui permet d'étendre la validité des conclusions au milieu REP. Ce type d'analyses basé sur des observations de surface souffrent cependant de plusieurs limitations. La première porte sur l'effet de l'orientation des joints de grains par rapport à la direction de chargement : seule l'intersection entre le joint de grains et la surface de l'éprouvette est connue, ce qui ne renseigne en rien sur son orientation dans l'épaisseur. La deuxième limitation porte sur la corrélation observée avec la discontinuité des bandes de localisation : cette observation est en soi une information importante qui renseigne sur les mécanismes de fissuration, mais est une information obtenue a posteriori, ne pouvant pas être utilisée comme critère de fissuration a priori. L'étude de ces deux limitations passe par une détermination complète de la microstructure tridimensionnelle d'une éprouvette fissurée, et fait l'objet du paragraphe suivant.

2.2.2 Effet des paramètres locaux

Pour plus de détails, (Liang et al. , 2020) et Annexe 5.2.1

Cette étude a été réalisée dans le cadre du stage de Master de Disen LIANG.

2.2.2.a Protocole expérimental

À partir d'un échantillon irradié au protons, testé en traction lente en milieu REP et présentant des fissures intergranulaires, un protocole expérimental a été mis en place afin de caractériser complètement la microstructure tridimensionnelle, à savoir orientations cristallographiques, joints de grains

et fissures. Ce protocole repose d'une part sur la réalisation de cartographies EBSD (Electron BackScatter Diffraction) sur une surface étendue, de l'ordre de 1mm^2 , pour avoir une statistique suffisante en termes de fissures, et par l'application d'un polissage mécanique incrémental, permettant d'enlever de manière contrôlée des épaisseurs de l'ordre de $1\mu\text{m}$ à chaque étape. À cela s'ajoute des cartographies MEB pour détecter les fissures. L'étape clé de cette démarche est la correction de deux artefacts expérimentaux qui sont (1) la distorsion associée à la réalisation de cartographies EBSD (Fig. 2.19a) provenant de la configuration du MEB (tilt important, faible grandissement) et (2) l'incertitude de positionnement de cartographies successives du fait du montage / démontage de l'échantillon à chaque étape. Ces problèmes sont décrits dans la littérature (Pirgazi, 2019), et diverses solutions ont été proposées pour y remédier (Zhang *et al.*, 2014). Un algorithme a été développé afin d'effectuer ces corrections, basé sur le recalage par rapport à des points de références (indents de dureté visibles sur la Fig. 2.19a) et sur la maximisation de la corrélation des orientations cristallographiques entre deux cartographies successives. Cet algorithme permet de pouvoir reconstruire la microstructure tridimensionnelle (de volume $800\mu\text{m} \times 800\mu\text{m} \times 20\mu\text{m}$) en corrigeant les artefacts expérimentaux, comme le montre la forme des grains en coupe (Fig. 2.19f).

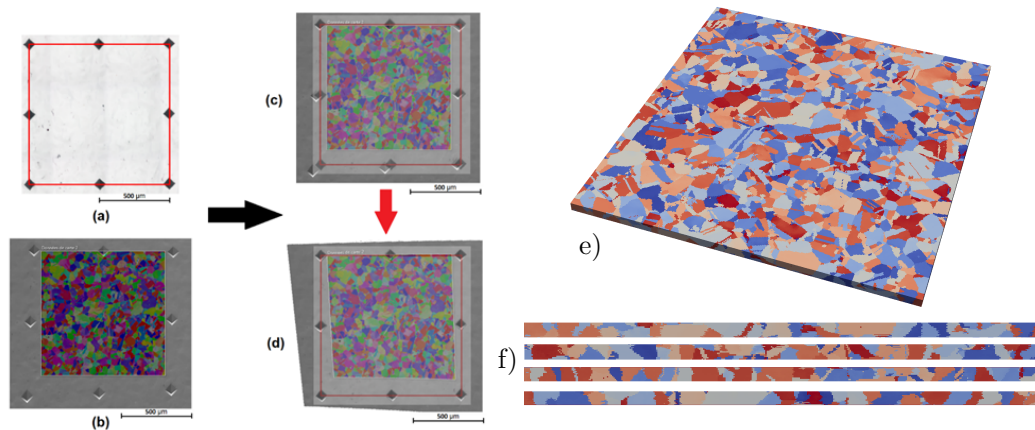


FIGURE 2.19 – Reconstruction de la microstructure tridimensionnelle par couplage polissage mécanique incrémental et cartographies EBSD. (a,b,c,d) Correction des distorsions géométriques des cartographies EBSD (e) Visualisation de la reconstruction (les couleurs correspondent aux angles d'Euler) (f) Coupes de la microstructure reconstruite

Afin de pouvoir analyser les conditions locales de fissuration, il est nécessaire d'une part de détecter les joints de grains et de positionner les fissures par rapport à ceux-ci, et d'autre part de déterminer les caractéristiques géométriques des joints de grains : vecteur normal et orientations cristallographiques de part et d'autre. La détection des joints de grains dans chaque couche constitutive de la microstructure tridimensionnelle est basée sur les gradients d'angles d'Euler. Du fait de la discrétisation spatiale, la forme des joints de grains est en marche d'escalier (Fig. 2.20). Le positionnement des fissures intergranulaires, observées en imagerie MEB en électrons secondaires, sur la microstructure, obtenue en cartographie EBSD, est plus problématique. Une méthode de projection est utilisée visant à déterminer les portions de joints de grains se situant à une distance d'une fissure inférieure ou égale à la résolution spatiale utilisée pour les cartographies EBSD. Cette projection conduit aux résultats présentés sur la Fig. 2.20. Dans l'ensemble, la projection permet de déterminer de manière satisfaisante les joints de grains non fissurés et fissurés, mais introduit néanmoins des artefacts dus à la différence de résolution spatiale entre les images ayant permis de

déterminer les fissures et les cartographies EBSD. Principalement, cela conduit à une surestimation du nombre de joints de grains fissurés.

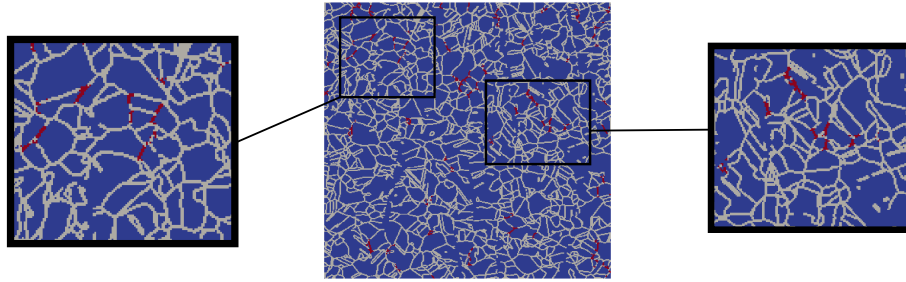


FIGURE 2.20 – Détermination des joints de grains (en gris) à la surface de la microstructure reconstruite et projection des fissures (en rouge)

Afin de déterminer les caractéristiques géométriques des joints de grains, un algorithme de lissage est tout d'abord utilisé au niveau des joints de grains dans chaque couche de la microstructure (Fig. 2.21a,b). Dans un deuxième temps, des coupes sont réalisées afin de déterminer l'orientation des joints de grains dans l'épaisseur (Fig. 2.21c,d,e). La combinaison de l'orientation des joints de grains dans le plan et dans l'épaisseur permet finalement de déterminer leurs vecteurs normal. Les orientations cristallographiques de part et d'autre des joints de grains sont finalement déterminées, conduisant à la détermination complète des 5 degrés de liberté macroscopiques : 3 pour la désorientation et 2 pour le vecteur normal.

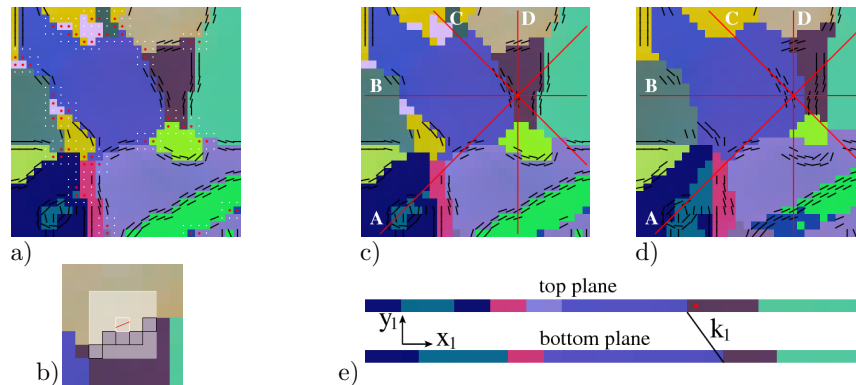


FIGURE 2.21 – Détermination des joints de grains et de leurs orientations (a,b) dans le plan et (c,d,e) dans l'épaisseur

2.2.2.b Principaux résultats et interprétation

Il est dès lors possible d'analyser et de comparer les différents champs locaux au niveau des joints de grains non fissurés et fissurés. La Fig. 2.22a montre la fonction de répartition de la composante de la normale aux joints de grains n_x selon l'axe de traction de l'échantillon au cours de l'essai. Pour les joints de grains non fissurés, la fonction identité est obtenue en accord avec les prédictions théoriques pour un agrégat polycristallin ne présentant pas de texture morphologique. Les joints de grains fissurés présentent quant à eux des valeurs de cette composante n_x statistiquement plus élevées, ce qui correspond à des joints de grains orientés préférentiellement selon l'axe de traction. Ce résultat est en accord qualitatif avec les informations partielles obtenues grâce aux observations

de surface (Fig. 2.18b). Les fonctions de répartition du facteur de Schmid minimal sur l'un des grains adjacents au joint sont tracées sur la Fig. 2.22b pour les joints de grains non fissurés et fissurés. Des valeurs plus faibles sont obtenues pour ces derniers, en accord avec les observations des études précédentes. La différence apparaît cependant assez faible.

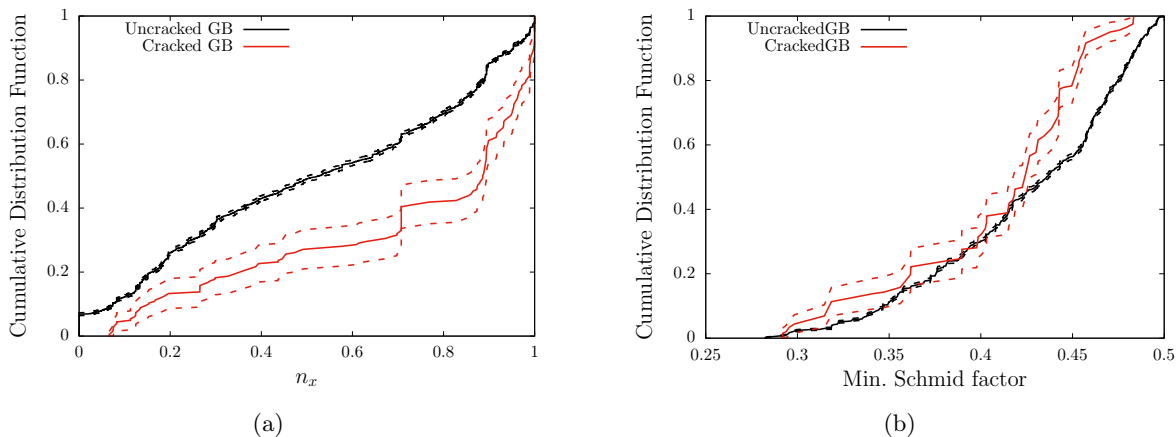


FIGURE 2.22 – (a) Fonctions de répartition de la composante de la normale selon l’axe de traction, pour les joints de grains non fissurés (en noir) et fissurés (en rouge) (b) Fonctions de répartition du facteur de Schmid minimal. Les courbes en traits pointillés correspondent à l’intervalle de confiance à 95%.

Différents critères de transmission de dislocations aux joints de grains ont été proposés dans la littérature (Bayerschen *et al.*, 2016), et sont utilisés afin d’évaluer les corrélations avec la fissuration, pour aller plus loin que les observations de (dis)continuité de bandes de localisation aux joints de grains. Les critères de Luster-Morris et Shen-Wagoner-Clark s’écrivent :

$$\begin{aligned}
 \text{Luster – Morris} & \quad N_{ij}^{A,B} = (\mathbf{n}_i^A \cdot \mathbf{n}_j^B)(\mathbf{d}_i^A \cdot \mathbf{d}_j^B) \\
 \text{Shen – Wagoner – Clark} & \quad N_{ij}^{A,B} = (\mathbf{l}_i^A \cdot \mathbf{l}_j^B)(\mathbf{d}_i^A \cdot \mathbf{d}_j^B) \quad (2.1) \\
 & \quad \text{avec } l_i^{A,B} = (n_i^{A,B} \times n_\Gamma) / |n_i^{A,B} \times n_\Gamma|
 \end{aligned}$$

où $\mathbf{n}_i^{A,B}$ et $\mathbf{d}_i^{A,B}$ correspondent respectivement au plan et à la direction du système de glissement i des grains adjacents au joint de grains, et \mathbf{n}_Γ la normale. La valeur maximale de $N_{ij}^{A,B}$ est utilisée comme indicateur de la possibilité de la transmission de dislocations : si cette valeur est faible, il est alors peu probable, d’après ces modèles, qu’il y ait transmission de dislocations et donc continuité des bandes de localisation. La Fig. 2.23 montre les fonctions de répartition de cet indicateur pour les joints de grains non fissurés et fissurés. Ces derniers présentent des valeurs significativement plus faibles pour les deux indicateurs, montrant une corrélation statistique entre fissuration et impossibilité de transfert de dislocations au niveau du joint de grains, dans l’hypothèse où ces modèles sont effectivement pertinents pour les aciers inoxydables austénitiques irradiés.

Ce résultat est intéressant à plusieurs titres. L’utilisation de ces critères permet de renseigner sur la susceptibilité a priori de certains joints de grains à la fissuration, ce qui permet d’aller plus loin que la simple observation a posteriori de la continuité (ou non) des bandes de localisation. Une question intéressante est de savoir si ces critères permettent effectivement de prédire cette continuité des bandes de localisation, ce qu’il n’a pas été possible d’évaluer dans cette étude du fait du polissage des échantillons. Une indication se trouve néanmoins dans l’étude de (Haouala *et al.*, 2020) mettant

en avant le critère de Luster-Morris pour la prédiction de la transmission de dislocations pour un matériau CFC. La corrélation du critère de Shen-Wagoner-Clark, qui prend en compte l'orientation de la normale au joint de grains, avec la fissuration n'est pas significativement plus importante que celle avec le critère de Luster-Morris, ce qui va dans le sens d'un effet limité de l'orientation du joint de grains.

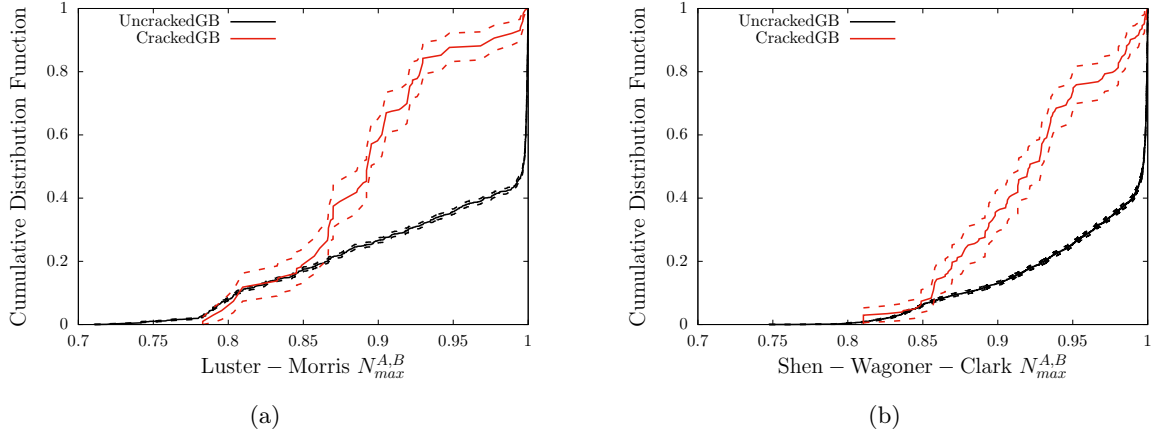


FIGURE 2.23 – Fonctions de répartition des critères de transmission de dislocations (a) Luster-Morris et (b) Shen-Wagoner-Clark, pour les joints de grains non fissurés (en noir) et fissurés (en rouge). Les courbes en traits pointillés correspondent à l'intervalle de confiance à 95%.

L'observation des corrélations entre orientation du joint et paramètre de Luster-Morris avec la fissuration pose la question de leur couplage. La Fig. 2.24 montre les pourcentages de joints de grains non fissurés (Fig. 2.24a) et fissurés (Fig. 2.24b) satisfaisant le critère suivant :

$$\begin{cases} |n_x| \geq \alpha_n \\ N_{max}^{Luster-Morris} \leq \alpha_N \end{cases} \quad (2.2)$$

Afin de différencier les joints de grains fissurés et non fissurés, les différences de pourcentage sont reportées sur la Fig. 2.24c.

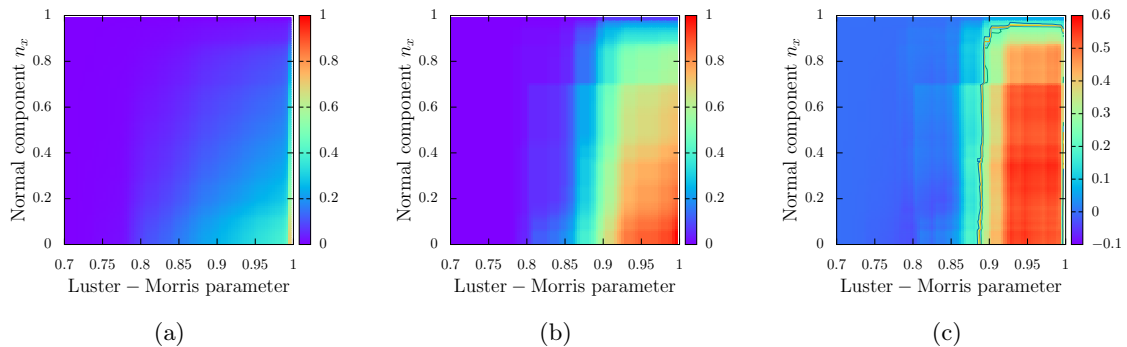


FIGURE 2.24 – Fraction de joints de grains satisfaisant l'Eq. 2.2 en fonction des paramètres $\{\alpha_n; \alpha_N\}$ pour les joints de grains (a) non fissurés et (b) fissurés (c) Différence entre (a) and (b)

Pour un choix des paramètres $\{\alpha_n; \alpha_N\} = \{0.6; 0.95\}$, 65% des joints de grains fissurés satisfont l'Eq. 2.2 contre seulement 15% des joints de grains non fissurés. Cette quantification nous indique deux choses : d'une part la confirmation quantitative de l'influence de l'orientation du joints de grains et du paramètre de Luster-Morris sur la fissuration intergranulaire des aciers inoxydables

austénitiques irradiés testés en milieu REP, et d'autre part que l'Eq. 2.2 n'est ni nécessaire ni suffisante pour prédire la fissuration.

L'analyse des données aux joints de grains a été réalisée jusqu'à présent sans tenir compte de la nature de ceux-ci. Il existe cependant une différence notable entre les joints de grains non fissurés et fissurés : environ 50% des premiers ont un angle de désorientation proche de 60° (correspondant à des joints de type Σ_3) contre environ 20% pour les derniers. Cette différence de nature est en accord avec les études précédentes montrant que les joints de grains spéciaux sont moins sensibles à la fissuration, mais elle est de nature à biaiser l'analyse des Figs. 2.22, 2.23. Les fonctions de répartition sont donc déterminées en excluant les joints de type Σ_3 (Fig. 2.25). En ce qui concerne les joints de grains fissurés, les fonctions de répartition sont proches de celles déterminées précédemment. Pour les joints de grains non fissurés, la fonction de répartition de l'indicateur de Luster-Morris est très différente (Fig. 2.25b) car les joints de type Σ_3 correspondaient à de fortes valeurs. Cependant, une différence est toujours observée entre les joints de grains non fissurés et fissurés, ne remettant donc pas en cause les résultats discutés précédemment.

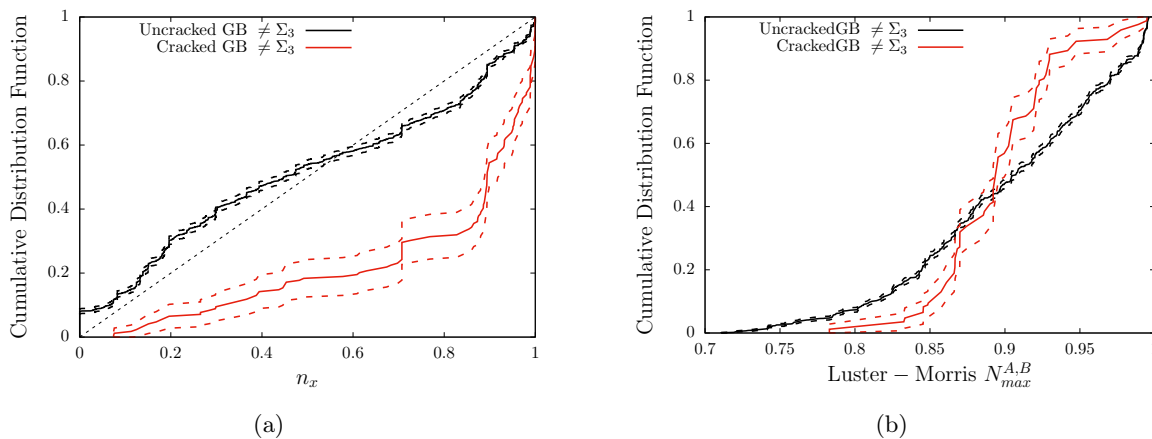


FIGURE 2.25 – (a) Fonctions de répartition de (a) la composante de la normale selon l'axe de traction, (b) du critère de transmission de dislocations Luster-Morris, pour les joints de grains non fissurés (en noir) et fissurés (en rouge), en excluant les joints de type Σ_3 . Les courbes en traits pointillés correspondent à l'intervalle de confiance à 95%.

Les apports de l'analyse de cette microstructure fissurée tridimensionnelle sont multiples. D'une part, les corrélations déterminées par les observations de surface sont confirmées en ce qui concerne l'effet de l'orientation du joint de grains et le comportement mécanique des grains adjacents (via le facteur de Schmid) cependant dans des proportions moins importantes. Cela confirme néanmoins l'effet des conditions mécaniques locales sur la fissuration, et conduit à s'interroger sur la prédiction des champs locaux au niveau des joints de grains, ce qui fait l'objet des paragraphes suivants, avec notamment l'effet de la prise en compte du comportement des joints de grains via le paramètre de Luster-Morris. D'autre part, il apparaît également clairement que les conditions mécaniques ne sont pas suffisantes pour prédire la fissuration, ce qui sera discuté dans la présentation des travaux en cours et des perspectives.

2.3 Évaluation numérique des contraintes intergranulaires

Les résultats expérimentaux mettant en avant l'importance des contraintes normales intergranulaires, celles-ci sont évaluées dans cette partie sur la base de simulations d'agrégats polycristallins avec une loi de comportement adaptée aux matériaux CFC irradiés.

2.3.1 Outils et méthodes numériques

2.3.1.a Loi de comportement

La détermination des contraintes intergranulaires à partir de simulations numériques dans des agrégats polycristallins nécessite l'utilisation de loi de comportement à l'échelle du monocristal (Asaro, 1983; Roters *et al.*, 2010). Ces lois prennent en compte l'anisotropie de la déformation plastique du fait de la présence de systèmes de glissement déterminés par la microstructure, couplés à des modèles à bases physiques pour la prise en compte de l'écroissage. La prise en compte des grandes transformations permet de plus de modéliser les rotations de réseau cristallin. L'augmentation de la puissance de calcul en parallèle d'implémentation numérique efficace de ces lois permet de réaliser des calculs massifs sur structures (Méric & Cailletaud, 1991). De nombreuses lois de plasticité cristalline ont été développées et calibrées pour un grand nombre de matériaux, mais peu de lois sont disponibles à ce jour adaptées aux matériaux irradiés (Patra & McDowell, 2012; Barton *et al.*, 2013), et encore moins pour les matériaux CFC irradiés. Pour ces derniers, il existe essentiellement deux lois disponibles dans la littérature (Han, 2012; Monnet & Mai, 2019) qui ne diffèrent essentiellement que par la description de l'écroissage et la prise en compte des défauts d'irradiation. La loi proposée et calibrée dans (Han, 2012) est utilisée dans la suite. Les principales équations sont les suivantes. La loi d'écoulement plastique décrivant l'évolution du glissement γ^α dans le système de glissement α (défini par son plan de normale n^α et sa direction m^α) s'écrit :

$$\dot{\gamma}^\alpha = \left\langle \frac{|\tau^\alpha| - \tau_c^\alpha}{K_0} \right\rangle^n \text{sign}(\tau^\alpha), \quad \text{with} \quad \langle x \rangle = \begin{cases} x & ; x > 0 \\ 0 & ; x \leq 0 \end{cases} \quad (2.3)$$

où $\tau^\alpha = \boldsymbol{\sigma} : \mathbf{M}^\alpha$ et τ_c^α sont respectivement la cission résolue et la cission résolue critique, avec $\boldsymbol{\sigma}$ le tenseur des contraintes de Cauchy et \mathbf{M}^α le tenseur de Schmid. Pour un matériau CFC, 12 systèmes de glissement de type $\{111\} \langle 110 \rangle$ sont considérés. Une régularisation viscoplastique est utilisée afin de lever l'indétermination des systèmes activés de la plasticité cristalline indépendante du temps, avec cependant des paramètres $\{K_0, n\}$ choisis de tel sorte à avoir un comportement quasi-indépendant de la vitesse de sollicitation. La cission résolue critique de chaque système est donné par l'équation :

$$\tau_c^\alpha = \tau_0 + \tau_a \exp\left(-\frac{|\gamma^\alpha|}{\gamma_0}\right) + \mu \sqrt{\sum_{\beta=1}^{12} a^{\alpha\beta} r_D^\beta} + \mu \alpha_L \sqrt{\sum_{p=1}^4 r_L^p} \quad (2.4)$$

Le premier terme τ_0 correspond à la friction de réseau (et de manière phénoménologique à l'effet Hall-Petch). Le deuxième terme modélise un effet d'avalanche dû à l'ancrage des dislocations sur les défauts. Le troisième terme décrit l'écroissage de type forêt par interactions des dislocations de différents systèmes, avec r_D^α la densité de dislocations adimensionnée (par la norme du vecteur de Burgers b_D^2 , avec $b_D = 2.54 \cdot 10^{-10} \text{m}$), $a^{\alpha\beta}$ une matrice d'interactions, et μ le module de cisaillement.

Enfin, le dernier terme correspond à l'effet de la densité de boucles de Frank dans chacun des 4 plans d'habitat de ces défauts r_L^α adimensionnée (par $b_L^2 \phi_L$, avec $b_L = 2.08.10^{-10}$ m et ϕ_L le diamètre des boucles de Frank). Le paramètre α_L fixe les contributions relatives des dislocations et des boucles de Frank au durcissement. Enfin, la troisième série d'équations porte sur les évolutions des densités de dislocations et de boucles de Frank sous chargement mécanique :

$$\begin{aligned} \dot{r}_D^\alpha &= \left(\frac{1}{\kappa} \sqrt{\sum_{\beta=1}^{12} b^{\alpha\beta} r_D^\beta} + \frac{1}{\kappa} \sqrt{K_{dl} \sum_{p=1}^4 r_L^p - G_c r_D^\alpha} \right) |\dot{\gamma}^\alpha| \\ \dot{r}_L^p &= -A_L (r_L^p - r_L^{sat}) \left(\sum_{\alpha \in \text{plane } p} r_D^\alpha \right) \left(\sum_{\alpha \in \text{plane } p} |\dot{\gamma}^\alpha| \right) \end{aligned} \quad (2.5)$$

L'évolution de la densité de dislocations est de type Kocks-Mecking (Roters *et al.*, 2010), avec deux termes de multiplications liés à la fois aux dislocations et aux boucles, et un terme d'annihilation. L'évolution de la densité de boucles de Frank vise à reproduire leur balayage par les dislocations avec une intensité A_L , avec présence d'une densité résiduelle r_L^{sat} . Les équations 2.3, 2.4 et 2.5 visent à reproduire de manière qualitative les phénomènes physiques observés, mais font apparaître des paramètres à calibrer. À noter également que la forme même de ces équations reste sujette à des débats.

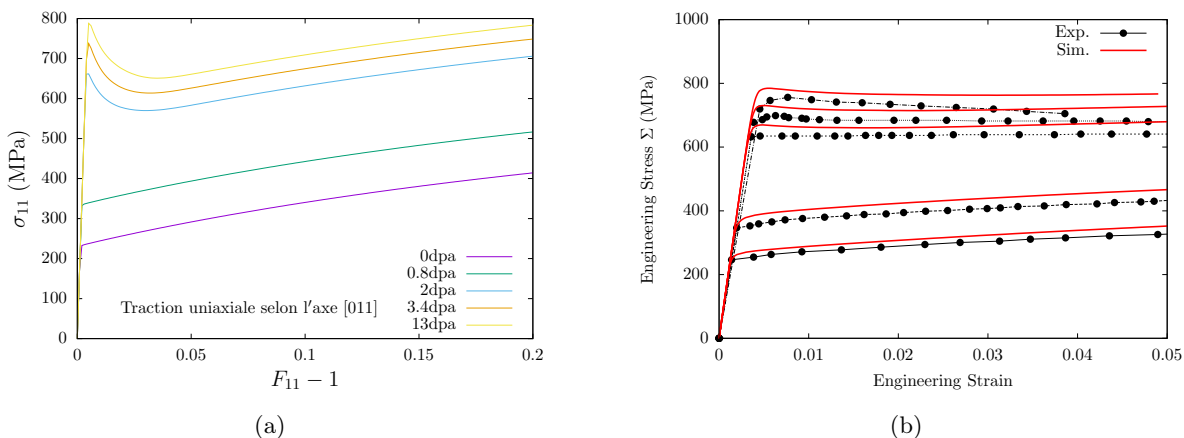


FIGURE 2.26 – (a) Courbes de traction simple sur un monocristal orienté selon l'axe [011] (b) Courbes de traction simple sur un agrégat polycristallin pour différents niveaux d'irradiation

L'intégration numérique de cette loi de comportement a été implémentée (Hure *et al.*, 2016) en grandes transformations avec le formalisme multiplicatif du gradient de la transformation $\mathbf{F} = \mathbf{F}_e \mathbf{F}_p$ à l'aide du générateur de code **MFront** (Helfer *et al.*, 2015), permettant ainsi son utilisation avec différents codes de calcul (**Cast3M**, **Abaqus**, **AMITEX_FFTP**). Certains des paramètres de la loi non identifiables à partir d'études aux échelles inférieures ont été ajustés dans (Han, 2012) par simulations d'agrégats polycristallins et comparaisons aux courbes de traction expérimentales pour différents niveaux d'irradiation. Les courbes monocristallines et polycristallines sont données sur la Fig. 2.26 où un bon accord est obtenu à l'échelle de l'agrégat. À l'échelle du monocristal, l'adoucissement attendu et lié au balayage des boucles de Frank par les dislocations est également observé. Compte-tenu de la corrélation entre fissuration et paramètre de Luster-Morris observée expérimentalement, l'influence de la distance aux joints de grains et de la possibilité (ou non) de transmission de dislocations a été prise en compte selon la méthode proposée dans (Haouala *et al.*

, 2020). L'équation 2.5 est modifiée de la manière suivante :

$$\dot{r}_D^\alpha = \left(\max \left[\frac{1}{\kappa} \sqrt{\sum_{\beta=1}^{12} b^{\alpha\beta} r_D^\beta}, \frac{K_s^\alpha}{d_b} \right] + \frac{1}{\kappa} \sqrt{K_{dl} \sum_{p=1}^4 r_L^p - G_c r_D^\alpha} \right) |\dot{\gamma}^\alpha| \quad (2.6)$$

où K_s^α est un paramètre additionnel et d_b est la distance normalisée (par b_D) minimale au joint de grains selon le système α . Le paramètre K_s^α dépend de la valeur du paramètre de Luster-Morris selon :

$$K_s^\alpha = \begin{cases} K_s^0 & \text{si } \forall \beta N_{\alpha,\beta} < \alpha_N \\ 0 & \text{sinon} \end{cases} \quad (2.7)$$

Loin d'un joint de grains, l'équation 2.6 se réduit à l'équation initiale. À proximité d'un joint de grains et en cas d'impossibilité de transmission de dislocations, une augmentation supplémentaire de la densité de dislocations se produit, résultant en un durcissement local. Cette modélisation est intéressante car elle permet de reproduire, de manière phénoménologique facile à implémenter mais avec une base physique, l'augmentation potentielle des contraintes intergranulaires résultant de la discontinuité de bandes de glissement au niveau d'un joint de grains, sans avoir à introduire explicitement un modèle pour le joint de grains ni à simuler les bandes de localisation. Bien sûr, le modèle repose sur la validité de l'Eq. 2.7 et de la corrélation du paramètre de Luster-Morris avec la fissuration.

2.3.1.b Agrégats polycristallins

Trois types d'agrégats polycristallins sont utilisés avec la loi de comportement décrites précédemment afin d'évaluer les champs mécaniques locaux au niveau des joints de grains (Fig. 2.27). Le premier type (Fig. 2.27a) correspond à des agrégats synthétiques basés sur des partitions de Voronoi de cellules cubiques. Les orientations cristallographiques des grains sont tirées aléatoirement, conduisant à des agrégats ne présentant pas de texture morphologique ou cristallographique.

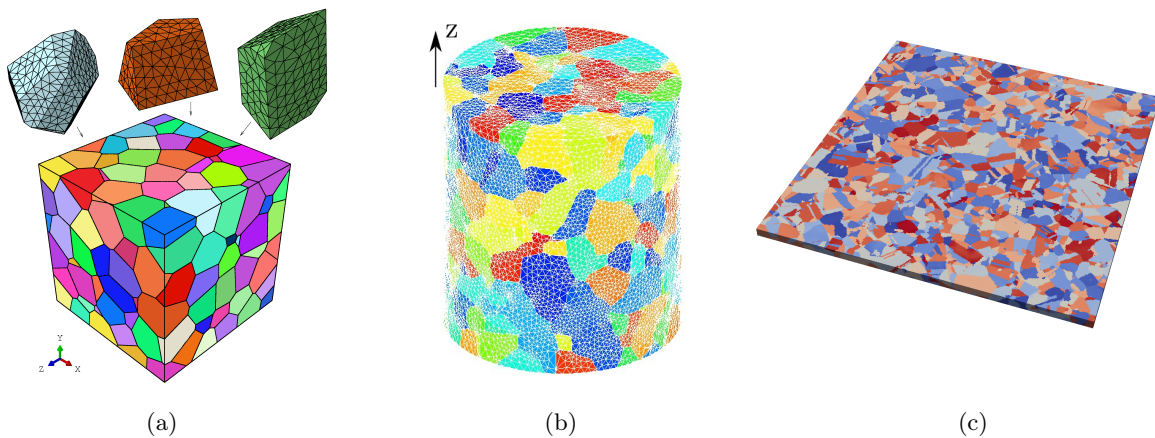


FIGURE 2.27 – Agrégats polycristallins utilisés pour déterminer les champs mécaniques locaux au voisinage des joints de grains (a) Maillage par éléments finis d'une partition de Voronoi d'une cellule cubique (b) Maillage par éléments finis d'une microstructure réaliste obtenue par DCT (King *et al.*, 2008; Simonovski & Cizelj, 2011) (c) Discrétisation régulière d'une microstructure réaliste obtenue par polissage incrémental et cartographies EBSD

Le deuxième type d'agrégat (Fig. 2.27b) provient de l'analyse d'un fil en acier inoxydable austénitique par tomographie (aux rayons X) par contraste de diffraction (DCT) (King *et al.*, 2008) et plus particulièrement de son maillage conforme par éléments finis (Simonovski & Cizelj, 2011). Les orientations cristallographiques des grains ont également été déterminées par DCT, et l'agrégat présente une légère texture morphologique et cristallographique. Enfin, le troisième agrégat (Fig. 2.27c) correspond à celui déterminé expérimentalement par polissage incrémental et cartographies EBSD. Contrairement aux deux premiers, la discrétisation de cet agrégat est une grille régulière qui ne se conforme pas aux joints de grains.

2.3.2 Distributions de contraintes normales aux joints de grains

Pour plus de détails, (Hure et al., 2016; El Shawish & Hure, 2018)

La loi de comportement décrite dans le paragraphe 2.3.1.a est utilisée avec les différents agrégats polycristallins afin d'évaluer les contraintes intergranulaires. Pour les deux agrégats représentés sur les Figs. 2.27a,b, les simulations ont été réalisées avec les codes éléments finis **Cast3M** (CEA, 2018b) et **Abaqus**. Les conditions aux limites correspondent à l'application de déplacements imposés axiaux sur les faces inférieures et supérieures, les autres faces étant libres. Pour chaque facette triangulaire appartenant à un joint de grains, le vecteur normal est déterminé, et les contraintes normales sont calculées aux points de Gauss les plus proches des éléments finis adjacents, et finalement moyennées pour attribuer une seule valeur de contrainte normale par facette. Pour l'agrégat de la Fig. 2.27c, les simulations sont réalisées avec le code par transformées de Fourier rapide **AMITEX_FFTP** (CEA, 2018a). L'utilisation de la méthode FFT ne permet a priori que de simuler des microstructures périodiques, avec des conditions de chargement homogénéisées. En pratique, un état de traction simple moyen est imposé, avec un chargement en gradient de la transformation moyen imposé dans la direction de traction x . Une couche d'élément à contraintes nulles est ajoutée dans le plan de normale z afin de briser la périodicité et de représenter la surface libre. À noter que la périodicité imposée par la méthode selon l'axe y peut introduire un biais à proximité de ces bords. Les contraintes intergranulaires sont calculées à partir du tenseur des contraintes dans les voxels traversés par un joint de grains, et en utilisant la normale de ceux-ci.

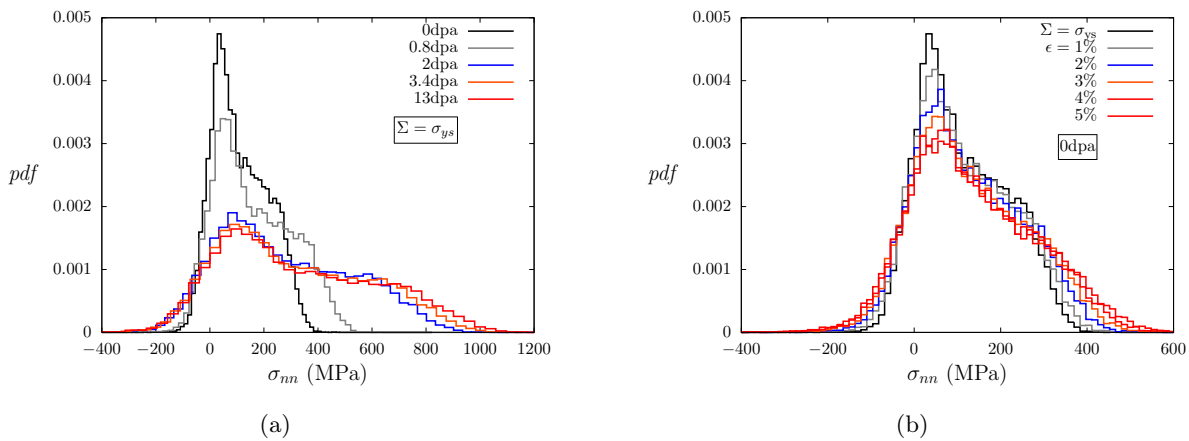


FIGURE 2.28 – Densités de probabilité de contraintes normales intergranulaires en fonction (a) du niveau d'irradiation et (b) du niveau de déformation, en traction simple

2.3.2.a Effet du niveau d'irradiation

L'effet du niveau d'irradiation sur les densités de probabilités de contraintes normales intergranulaires est étudié à partir de l'agrégat de la Fig. 2.27b, sans prise en compte du comportement des joints de grains (Eq. 2.6). La Fig. 2.28a montre les distributions de contraintes pour un niveau de contrainte appliquée correspondant à la limite d'élasticité, pour les différents niveaux d'irradiation. Plus le niveau d'irradiation est élevée, plus la limite d'élasticité est haute, et plus la distribution de contrainte est étalée, avec des valeurs locales supérieures à la contrainte de traction macroscopique. Pour un niveau d'irradiation donné, l'effet de la déformation conduit également à un étalement de la distribution de contraintes, comme le montre la Fig. 2.28b. À noter que la forme générale de ces distributions est indépendante de la discrétisation en éléments finis, mais qu'il n'a pas été possible d'augmenter significativement le nombre d'éléments pour évaluer l'impact sur les queues de distributions. Ce point, potentiellement important dans le cadre de la fissuration et d'autant plus que pour les forts niveaux d'irradiation la loi de comportement fait apparaître un adoucissement, reste à étudier.

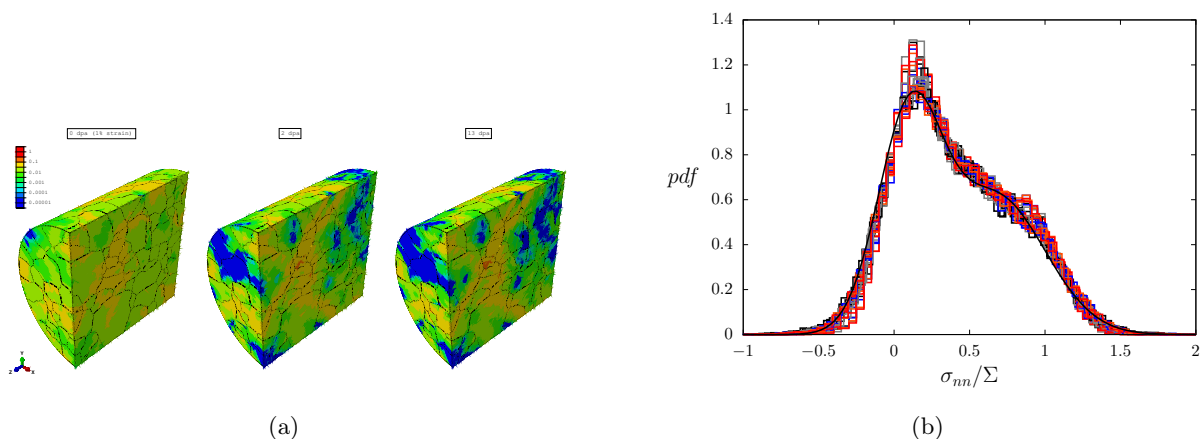


FIGURE 2.29 – (a) Champs de glissement plastique cumulé en fonction du niveau d'irradiation (b) Densités de probabilités de contraintes normales intergranulaires normalisées par la contrainte macroscopique Σ

En ce qui concerne les hétérogénéités de déformations plastiques, la Fig. 2.29a montre les champs de glissement cumulé en fonction du niveau d'irradiation, pour une même valeur de déformation imposée. Les hétérogénéités de plasticité sont plus marquées à l'état irradié, ce qui peut s'expliquer par la capacité d'écroutissage réduite, les zones plastifiant en premier restent plus molles que les autres zones, et donc se déformant plus. Il est possible de normaliser les distributions obtenues sur la Fig. 2.28 par la contrainte macroscopique appliquée à l'agrégat, ce qui conduit à la Fig. 2.29b. Au premier ordre, cette renormalisation permet de faire apparaître une courbe maîtresse indépendante à la fois du niveau d'irradiation et du niveau de déformation. Ce résultat important et utile en pratique peut se comprendre simplement : pour les faibles niveaux de déformations, les hétérogénéités de déformation locales (et encore plus les évolutions morphologiques de l'agrégat) restent faibles, et il est possible de considérer en première approximation que l'effet de la déformation est d'augmenter, de manière homogène, la cission résolue critique. Les contraintes locales étant proportionnelles à cette cission critique, et également la contrainte macroscopique (via le facteur de Taylor moyen), les contraintes locales sont proportionnelles à la contrainte macroscopique, d'où le résultat de la Fig. 2.29b. Cet argument simplifié permet en outre de mettre en évidence les causes éventuelles de

déviations de cette courbe maîtresse, notamment l'aspect hétérogénéités aux fortes de déformations. Cette cause est intrinsèquement présente pour la loi de comportement à l'état irradié - le mécanisme de balayage des boucles de Frank conduisant à un comportement adoucissant - mais ne se manifeste pas de manière marquée pour deux raisons : la première est la discrétisation en maillage limitée par le temps de calculs qui joue un effet de moyenne, la deuxième est que les paramètres de la loi de comportement conduisent à un ré-écrouissage après la phase d'adoucissement comme le montre la Fig. 2.26a.

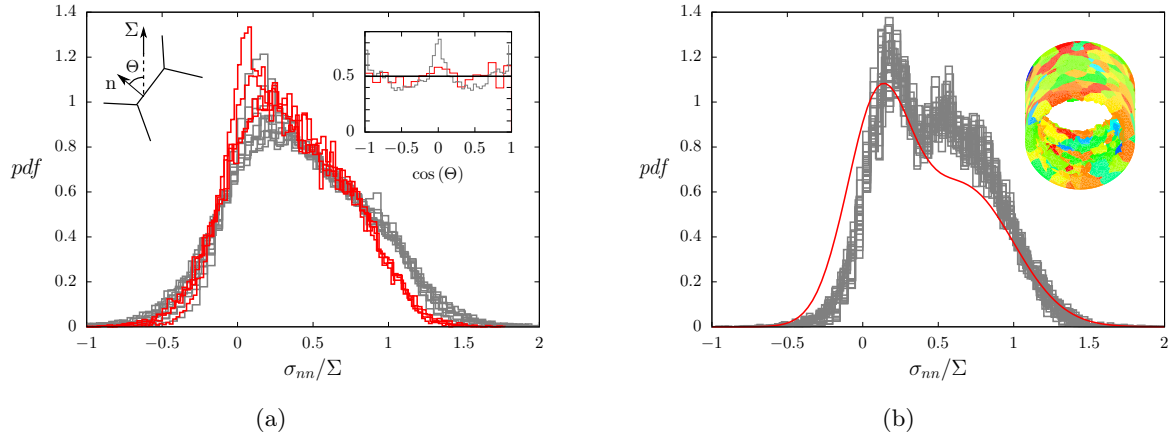


FIGURE 2.30 – Effet de (a) la distribution de l'orientation des joints de grains par rapport à l'axe de traction et (b) de la surface libre sur les distributions de contraintes normales intergranulaires. (a) Résultats avec l'agrégat réaliste (en gris) et l'agrégat de Voronoi (en rouge). Insert : Distribution de l'angle du joint de grains par rapport à la direction de chargement (b) Comparaisons des distributions normalisées obtenues en ne considérant que les éléments à proximité de la surface libre (en gris) par rapport à la courbe maîtresse

La courbe maîtresse de la Fig. 2.29b dépend cependant des caractéristiques morphologiques de l'agrégat et du chargement mécanique. L'effet de l'orientation des joints de grains par rapport à l'axe de traction est important, comme le montre la Fig. 2.30a. L'agrégat réaliste présente une texture morphologique (a priori du fait du processus de fabrication) qui conduit à une sur-représentation statistique des joints de grains dont la normale est parallèle à l'axe de traction (Insert Fig. 2.29b). En conséquence, la distribution des contraintes normales intergranulaires est décalée vers les hautes valeurs par rapport à celle obtenue avec un agrégat de Voronoi sans texture. La Fig. 2.30b montre finalement l'effet de la surface libre en comparant les distributions obtenues sur l'ensemble de l'agrégat à celles obtenues en utilisant uniquement les éléments à proximité de la surface libre. La forme générale de la distribution est affectée, du fait de conditions mécaniques locales statistiquement plus proches de l'état de contrainte uniaxiale de part la présence de la surface libre. Cependant, l'effet apparaît assez limitée en ce qui concerne les valeurs hautes de contraintes.

Cette étude a permis de quantifier les distributions de contraintes normales intergranulaires dans un agrégat polycristallin et de mettre en avant l'existence d'une courbe maîtresse indépendante du niveau d'irradiation pour les faibles niveaux de déformations. Avant de pouvoir utiliser ces distributions pour prédire l'amorçage de fissures intergranulaires, l'obtention de formules empiriques analytiques et l'étude de l'effet des forts niveaux de déformations sont étudiées dans le paragraphe suivant.

2.3.2.b Vers des lois empiriques génériques

Des simulations sur agrégats de type Voronoi (Fig. 2.27a) sont utilisées afin de déterminer des formules analytiques simples décrivant les distributions de contraintes normales intergranulaires, et plus particulièrement l'écart type, la valeur moyenne étant toujours proche de $1/3$ pour un chargement en traction simple. Afin d'obtenir des lois génériques, différents types de loi de comportement de plasticité cristalline sont utilisés : élasticité de symétrie cubique ou hexagonale, systèmes de glissement cubique centré, cubique face centré et hexagonal compact, lois et modules d'érouissage.

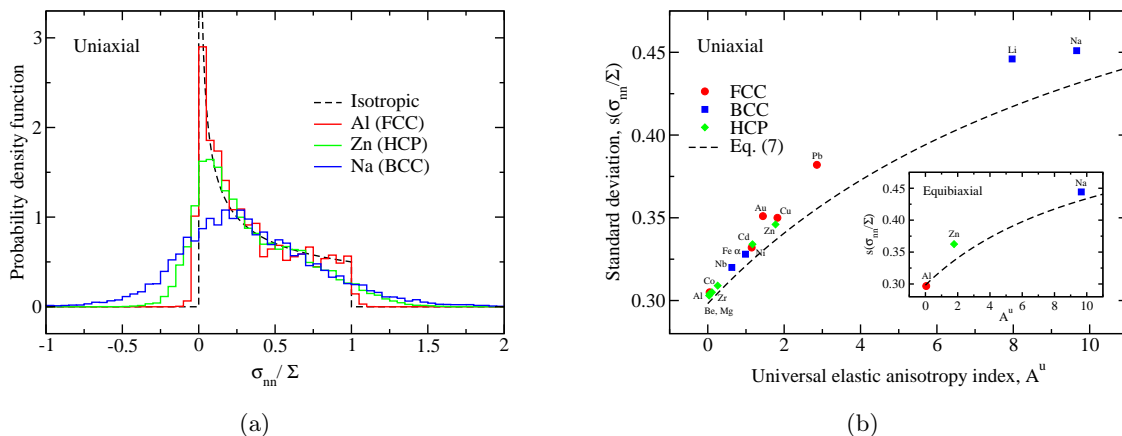


FIGURE 2.31 – (a) Densités de probabilités de contraintes normales intergranulaires normalisées en ne considérant que l'élasticité (b) Évolution de l'écart type des distributions de contraintes en fonction de l'index d'anisotropie A^u proposé par (Ranganathan & Ostaja-Starzewski, 2008)

Pour les faibles niveaux de déformations, il a été montré que les distributions normalisées suivent une courbe maîtresse. Dès lors, l'étude ne considérant que l'élasticité est suffisante pour caractériser ces distributions. La Fig. 2.31a montre les distributions de contraintes pour différents paramètres d'élasticité correspondant à l'Aluminium, au Zinc et au Sodium. L'élasticité cristalline de l'Aluminium est proche de l'élasticité isotrope, et la distribution de contraintes associée est proche de la courbe théorique pour un matériau isotrope. Les deux autres matériaux présentent une anisotropie élastique plus marquée ce qui conduit à des écarts plus importants avec cette distribution théorique. L'écart type de ces distributions est bien corrélé (Fig. 2.31b) avec l'index d'anisotropie A^u proposé par (Ranganathan & Ostaja-Starzewski, 2008). Ce résultat intéressant peut s'expliquer simplement : d'une part, la contrainte macroscopique dans un agrégat polycristallin en traction simple peut s'écrire $\Sigma = ([E_V + E_R]/2)\varepsilon$, avec E_V et E_R respectivement les bornes de Voigt et de Reuss du module d'Young. En faisant l'hypothèse de déformation homogène dans l'agrégat, les contraintes normales intergranulaires sont bornées $\sigma \in [0; E_V\varepsilon]$, et l'écart type s peut s'écrire :

$$s\left(\frac{\sigma}{\Sigma}\right) \sim \frac{\sigma^{max.} - \sigma^{min.}}{\Sigma} \sim \frac{1}{1 + E_{Reuss}/E_{Voigt}} \sim \frac{A^u + 6}{A^u + 12} \quad (2.8)$$

Le préfacteur de l'Eq. 2.8 peut être déterminé en considérant que dans le cas isotrope ($A^u = 0$), la valeur théorique de l'écart type est égale à $2/3\sqrt{5}$, ce qui correspond à la courbe donnée sur la Fig. 2.31b. À noter que cette corrélation avec l'index d'anisotropie A^u est également vérifiée pour d'autres conditions de chargement mécanique comme la traction équiaxiale (Insert Fig. 2.31b).

L'effet du niveau de déformation est évalué en s'intéressant à l'évolution de cet écart type comme le montre la Fig. 2.32. En l'absence d'écroutissage (Fig. 2.32a), avec les mêmes systèmes de glissement et pour des paramètres d'élasticité différents, après une évolution transitoire pour des niveaux de déformations proche de la limite d'élasticité, croissante ou décroissante en fonction des paramètres d'élasticité, une évolution similaire est observée pour l'ensemble des agrégats.

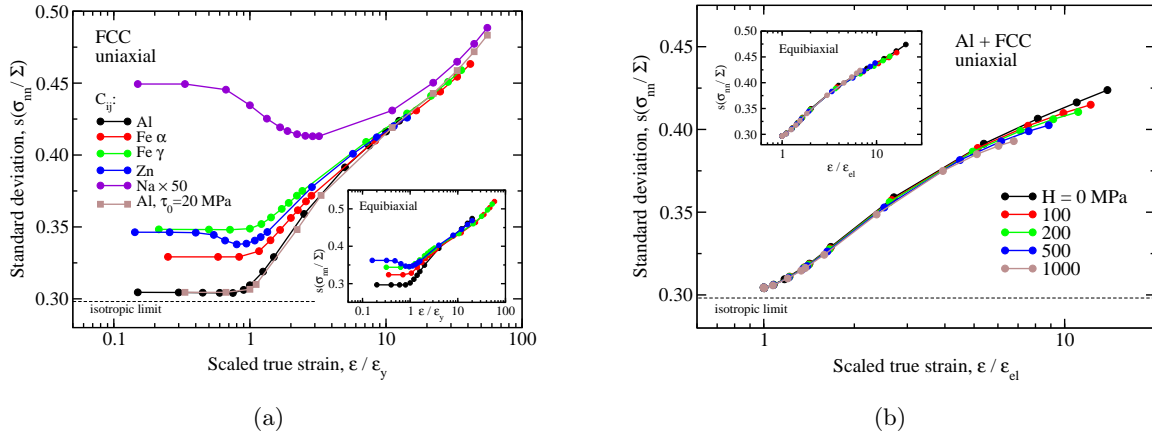


FIGURE 2.32 – Évolution de l'écart type de la distribution des contraintes normales intergranulaires pour (a) différents paramètres d'élasticité et plasticité CFC sans écroutissage (b) paramètres d'élasticité de l'aluminium, plasticité CFC et différents modules d'écroutissage de Taylor

La Fig. 2.32a montre en fait la transition entre les régimes où les contraintes intergranulaires sont dictées par les anisotropies élastique et plastique. Dans le régime plastique, une courbe maîtresse d'évolution de l'écart type en fonction du niveau de déformation normalisée par la déformation d'entrée en plasticité est obtenue, et il est en fait possible d'étendre l'application de cette courbe maîtresse aux cas avec écroutissage en normalisant la déformation totale par la déformation élastique (Fig. 2.32b).

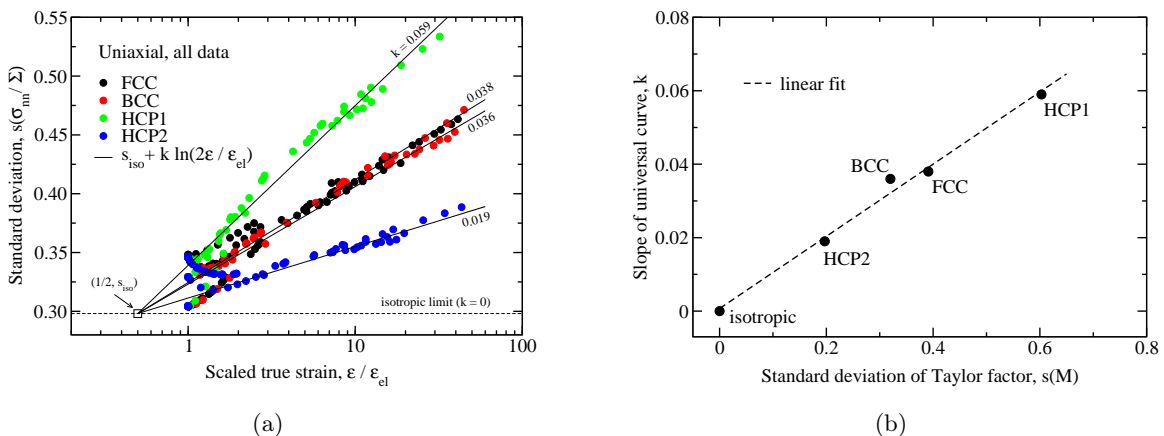


FIGURE 2.33 – (a) Évolution de l'écart type des contraintes normales intergranulaires normalisées en fonction du niveau de déformation pour différents systèmes de glissement et lois d'écroutissage (b) Relation entre la pente k observée et l'écart type du facteur de Taylor

Ce régime plastique est dès lors caractérisé uniquement par les systèmes de glissement décrivant la plasticité cristalline, comme le montre la Fig. 2.33, et l'augmentation de l'écart type avec le niveau de déformation est d'autant plus marquée que l'anisotropie liée aux systèmes de glissement

est importante. Il est possible d'aller plus loin et de remarquer que le préfacteur des évolutions de la Fig. 2.33a est en fait proportionnel à l'écart type du facteur de Taylor (Fig. 2.33b), ce dernier étant calculé en considérant des orientations cristallographiques aléatoires. Ce résultat peut s'expliquer également simplement : par définition, le facteur de Taylor M relie la contrainte équivalente de von Mises à la cission résolue critique $\sigma_{eq}^vM = M\tau_c$, les contraintes locales normalisées par la contrainte macroscopique sont donc proportionnelles à $\sigma/\Sigma \sim M/\langle M \rangle$, ce qui justifie l'observation de la Fig. 2.33b. Les résultats des Figs. 2.31 et 2.33 permettent d'aboutir à des formules simples pour décrire les distributions de contraintes normales intergranulaires dans les agrégats non texturés en traction simple :

$$s(\sigma_{nn}/\Sigma) \approx \begin{cases} \frac{4}{3\sqrt{5}} \frac{A^u + 6}{A^u + 12} & ; \epsilon \leq \epsilon_y \\ \frac{2}{3\sqrt{5}} + 0.10s(M) \ln\left(\frac{2\epsilon}{\epsilon_{el}}\right) & ; \text{sinon} \end{cases} \quad (2.9)$$

L'Eq. 2.9 présente bien entendu des limitations, les principales étant le fait que les distributions de contraintes sont significativement différentes de fonctions gaussiennes pour les fortes valeurs de A^u , d'où une description approximative en ne connaissant que la valeur moyenne et l'écart type, et également le domaine d'applicabilité pour des lois d'écrouissage cristallines complexes. Malgré cela, cette équation conduit à un accord quantitatif pour un ensemble de paramètres (élasticité, plasticité, écrouissage) étendu, et peut dès lors être utilisée pour évaluer la propension d'agrégats polycristallins non texturés à développer des contraintes normales intergranulaires élevées, et ainsi de classifier par exemple différents états d'un matériau vis-à-vis de leur susceptibilité relative à la fissuration intergranulaire. La démarche est la suivante (Fig. 2.34a) : pour un matériau dont la courbe de traction macroscopique, les paramètres d'élasticité à l'échelle du monocristal et les systèmes de glissements sont connus, il est possible de calculer les paramètres de l'Eq. 2.9 et de déterminer l'écart type de la distribution de contraintes intergranulaires. En faisant l'hypothèse (forte!) d'existence d'une contrainte critique unique, il est dès lors possible de déterminer la fraction surfacique de joints de grains fissurés.

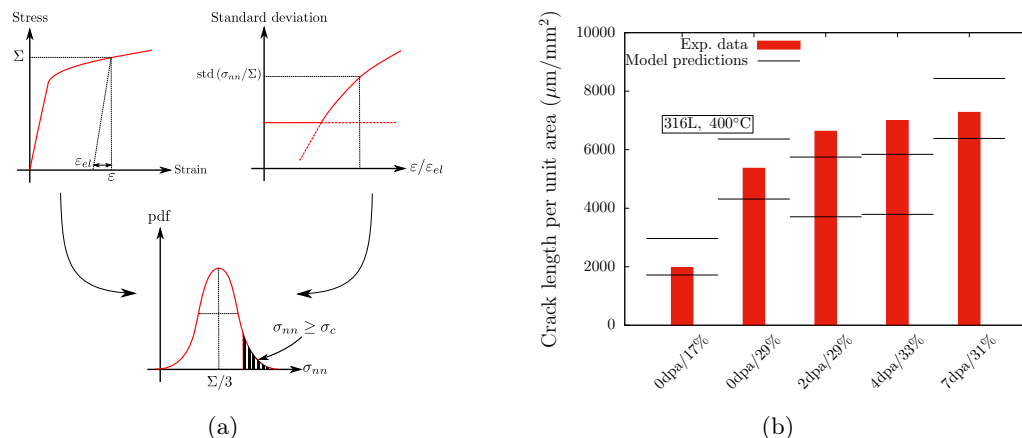


FIGURE 2.34 – (a) Méthodologie pour déterminer la fraction surfacique de joints de grains soumis à une contrainte normale intergranulaire σ_{nn} supérieure à une valeur critique σ_c (b) Application de la méthode pour prédire des densités surfaciques de fissures intergranulaires

La Fig. 2.34b montre un exemple d'application de cette méthode pour déterminer des fractions surfaciques de fissures pour différents états d'un même matériau testé en corrosion sous contraintes. La calibration d'une contrainte critique unique permet d'avoir un accord raisonnable entre les données

expérimentales et les prédictions du modèle, ce qui valide l'utilisation de cette démarche pour obtenir, d'un point de vue statistique, des densités de fissures. La contrainte critique calibrée, supposée identique pour tous les joints de grains, doit à ce stade être considérée comme un paramètre effectif et non comme une valeur réaliste du fait de (1) l'hypothèse d'homogénéité des joints de grains en termes de résistance à la fissuration et (2) des lois de comportements utilisées pour calculer les distributions de contraintes intergranulaires qui ne prennent que partiellement en compte les observations expérimentales. Néanmoins, cette démarche semble intéressante d'un point de vue pratique, et un autre exemple d'application sera donné dans le paragraphe 2.4.

Pour aller plus loin que ce premier niveau consistant à prédire des densités de fissures, un deuxième niveau consiste à essayer de prédire la localisation des fissures, ce qui fait l'objet du paragraphe suivant.

2.3.2.c Comparaisons locales expériences - simulations

Pour plus de détails, (Liang et al. , 2020) et Annexe 5.2.1

La microstructure réaliste de la Fig. 2.27c pour laquelle l'ensemble des données est disponible, orientations cristallographiques, localisation des joints de grains et des fissures, est utilisée afin de déterminer les champs mécaniques locaux. La loi de comportement est utilisée avec les paramètres correspondant à un niveau d'irradiation de 2dpa, ce qui correspond à la valeur moyenne de la couche irradiée, avec trois valeurs du paramètre K_s^0 (Eq. 2.7) afin d'évaluer l'influence de la prise en compte de l'accumulation de dislocations aux joints de grains où la transmission est peu probable d'après le critère de Luster-Morris. L'épaisseur de cet agrégat est seulement de $20\mu\text{m}$, soit de l'ordre de la taille de grains, mais il a cependant été vérifié que cela était suffisant pour assurer la convergence des champs locaux en surface. La démarche est ici différente de celle décrite dans les paragraphes 2.3.2.a et 2.3.2.b puisqu'il s'agit d'évaluer localement, et non de manière statistique, la corrélation entre fissuration et contraintes locales. Le chargement appliqué est similaire à celui de l'essai de CSC en milieu REP, à savoir traction simple jusqu'à un niveau de déformation de 4%, et les champs locaux sont déterminés à la fin de la simulation.

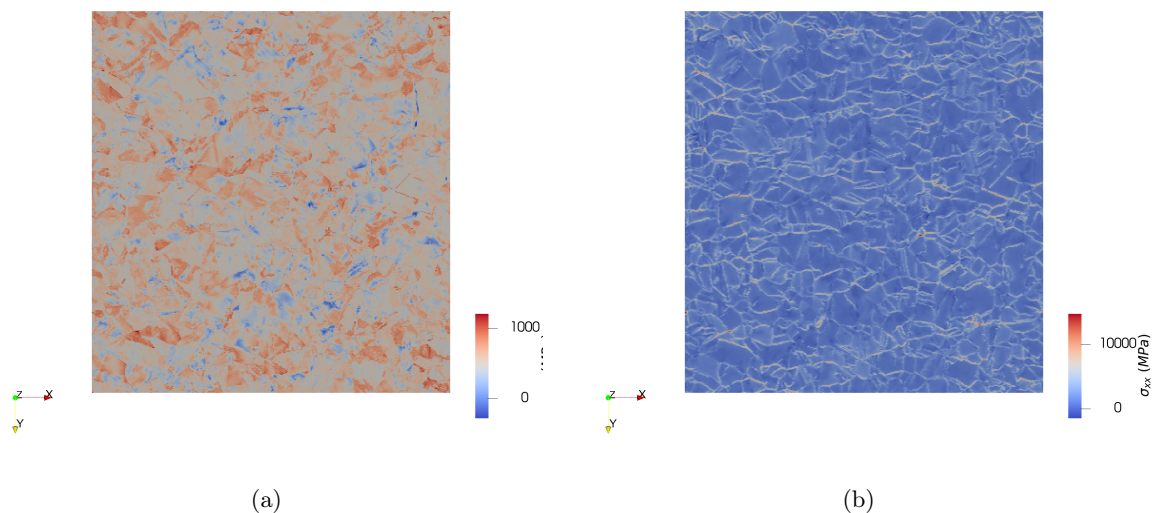


FIGURE 2.35 – Champs de contrainte σ_{xx} en surface de l'agrégat, pour (a) $K_s^0 = 0$ et (b) $K_s^0 = 50$. La sollicitation mécanique est réalisée selon l'axe x .

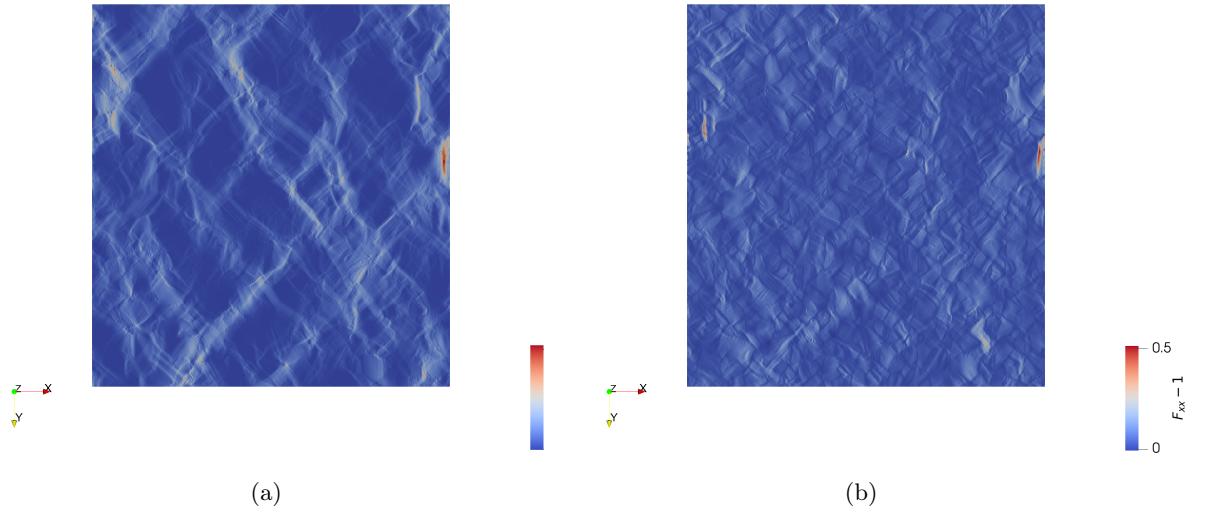


FIGURE 2.36 – Champs de gradient de la transformation F_{xx} dans la direction de traction en surface de l'agrégat, pour (a) $K_s^0 = 0$ et (b) $K_s^0 = 50$. La sollicitation mécanique est réalisée selon l'axe x .

Les champs mécaniques locaux typiques en surface de l'agrégat sont présentés sur les Figs. 2.35, 2.36. Pour $K_s^0 = 0$ correspondant à l'utilisation d'une loi de plasticité cristalline standard, les hétérogénéités de contraintes locales (Fig. 2.35a) classiquement rapportées dans la littérature proviennent des différences d'orientations cristallographiques entre les grains. L'utilisation de la méthode FFT permet cependant d'atteindre un niveau de discrétisation suffisamment élevé pour observer les hétérogénéités locales de déformations (Fig. 2.36) à la fois à l'échelle de l'agrégat et intragranulaire. Les champs locaux sont significativement différents pour $K_s^0 = 50$ (Figs. 2.35b, 2.36b) conduisant à des contraintes plus fortes aux joints de grains et à l'absence de localisation de la déformation à l'échelle de l'agrégat du fait de l'accumulation de dislocations aux joints de grains. Les courbes de traction pour les différentes valeurs du paramètre K_s^0 sont données sur la Fig. 2.37a confirmant l'effet durcissant de cette modélisation du comportement au niveau des joints de grains.

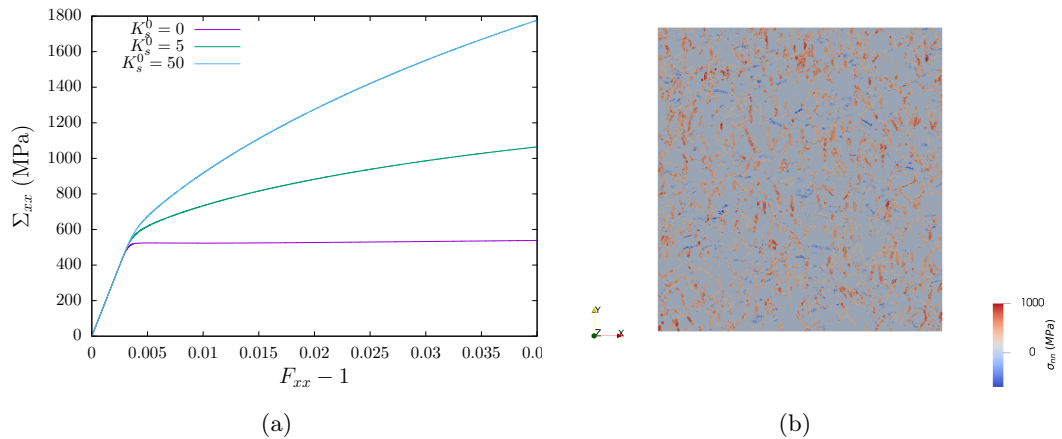


FIGURE 2.37 – (a) Courbes de traction macroscopiques de l'agrégat en fonction du paramètre K_s^0 (b) Détermination des contraintes normales intergranulaires pour $K_s^0 = 0$

Les contraintes normales intergranulaires sont calculées (Fig. 2.37b) et les fonctions de répartition de celles-ci sont déterminées sur les joints de grains non fissurés et fissurés (Fig. 2.38a). Les joints de grains observés fissurés expérimentalement présentent des contraintes statistiquement plus élevées que ceux non fissurés, ce qui est cohérent avec les corrélations déterminées entre fissuration et orientations des joints de grains d'une part, et critère de transmission de dislocations d'autre part. Cependant, la différence entre les deux populations de joints de grains est relativement faible dans le sens où il n'est pas possible, à ce stade, de fixer un critère de rupture en termes de contrainte normale intergranulaire critique qui permettrait de séparer les deux populations. Le calcul des contraintes intergranulaires ne permet donc pas d'améliorer les corrélations obtenues expérimentalement. La prise en compte du critère de Luster-Morris via le paramètre K_s^0 a clairement l'effet d'augmenter les contraintes intergranulaires au niveau des joints de grains pour lesquels la transmission de dislocations n'est pas probable (Insert Fig. 2.38a) mais affecte de manière similaire les joints de grains non fissurés et fissurés.

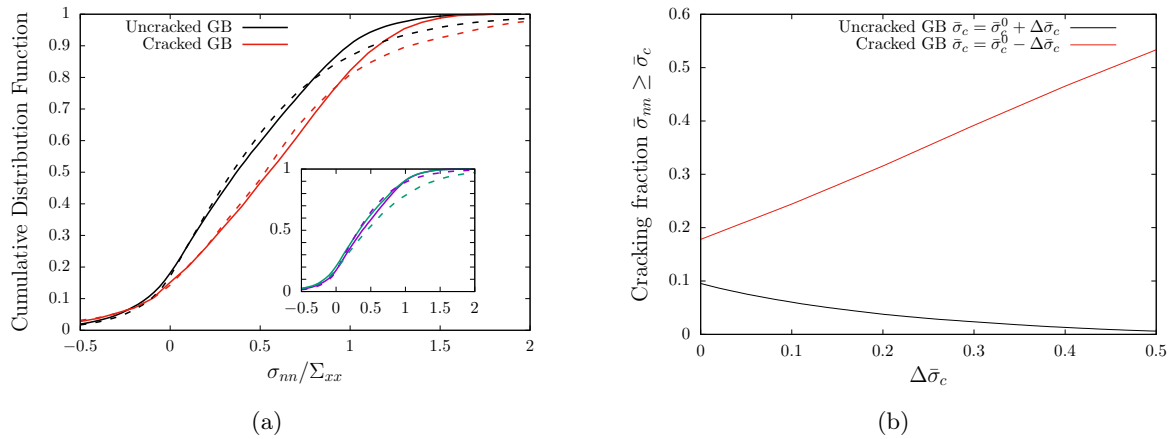


FIGURE 2.38 – (a) Fonctions de répartition des contraintes normales intergranulaires normalisées pour $K_s^0 = 0$ (en traits pleins) et $K_s^0 = 50$ (en traits pointillés). Insert : Fonctions de répartition pour des valeurs du paramètre de Luster-Morris supérieure (violet) ou inférieure (bleu) à 0.95, pour $K_s^0 = 0$ (en traits pleins) et $K_s^0 = 50$ (en traits pointillés) (b) Pourcentage de joints de grains vérifiant un critère de rupture local en considérant une résistance différentielle

Le calcul des champs mécaniques locaux par simulations sur une microstructure réelle permet en l'état de passer de plusieurs corrélations montrant la dépendance de la fissuration à la contrainte normale intergranulaire à l'étude de ce seul paramètre, même si cela n'améliore pas la corrélation avec la fissuration. Le point important est que la modélisation de l'effet des joints de grains via l'Eq. 2.6 s'avère effective, et qu'une calibration du critère utilisé pour évaluer la transmission des dislocations est de nature à améliorer les prédictions numériques. De plus, pour l'instant, l'analyse des résultats expérimentaux et numériques a été réalisée en faisant l'hypothèse que tous les joints de grains ont la même résistance mécanique, celle-ci étant une grandeur effective dépendant a priori de l'oxydation, du joint de grains ... Cette hypothèse n'est clairement pas réaliste car les données expérimentales obtenues et la littérature montrent que les joints de grains spéciaux (de type Σ_n) sont peu affectés par la fissuration d'une part (Huang *et al.*, 2019), et que d'autre part l'oxydation des joints de grains n'est pas homogène (Matthews *et al.*, 2017). Il est alors intéressant de tester l'effet de l'inhomogénéité de la résistance mécanique des joints de grains à partir des résultats des simulations, en faisant donc l'hypothèse que les joints de grains observés

fissurés expérimentalement avait une résistance plus faible que les autres. La Fig. 2.38b montre le pourcentage de joints de grains satisfaisant la relation $\sigma_{nn} \geq \sigma_c$, avec σ_c différent entre les joints de grains observés fissurés ou non expérimentalement. L'effet de cette inhomogénéité est significatif, montrant que le couplage forte contrainte normale intergranulaire - faible résistance mécanique est une piste sérieuse pour la prédiction quantitative de la corrosion sous contraintes des aciers inoxydables austénitiques irradiés. En conclusion, la calibration de modèles permettant de prédire quantitativement la (dis)continuité des bandes de localisation et la détermination des résistances des joints de grains en fonction de leur nature sont les deux prochaines étapes qui apparaissent nécessaires pour tendre vers des modélisations et prédictions quantitatives, ce qui sera discuté dans les perspectives.

2.4 Conclusion : Un exemple d'application

Les recherches conduites portant sur l'amorçage de la fissuration intergranulaire des aciers inoxydables austénitiques irradiés ont permis d'une part de mettre en place une démarche expérimentale complète, de l'irradiation des matériaux à la caractérisation après essais de CSC, et d'autre part de développer et utiliser les outils numériques correspondants basés sur des lois de comportement de plasticité cristalline et des agrégats polycristallins. La caractérisation expérimentale a permis notamment d'obtenir des données de référence tridimensionnelles complètes permettant de tester les modèles, de confirmer l'hypothèse de dépendance de la fissuration aux contraintes intergranulaires, et de mettre en avant l'utilisation des critères de transmission de dislocations. En particulier, le critère de Luster-Morris présente une corrélation avec la fissuration qui permet d'aller plus loin que les corrélations basées sur les observations a posteriori de (dis)continuité de bandes de localisation. L'intérêt de cette corrélation réside dans le fait de permettre d'appréhender l'effet des bandes de localisation sans avoir à recourir à une modélisation explicite de celles-ci. Les corrélations basées uniquement sur le chargement mécanique ne permettent pas de prédire la fissuration de manière quantitative, et l'analyse des simulations numériques indique que l'étude de la résistance mécanique des joints de grains de ce type de matériaux doit être le prochain axe d'étude. Les travaux en cours sur cette thématique sont présentés dans le paragraphe 4.1.

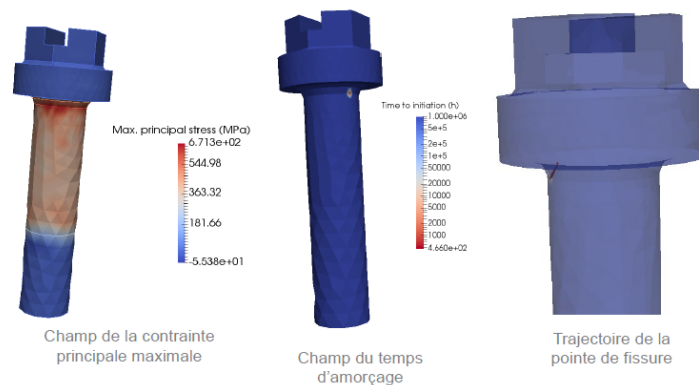


FIGURE 2.39 – Résultats préliminaires de la méthodologie mise en place par EDF pour la prédiction de l'amorçage (et de la propagation) de fissures de corrosion sous contraintes, basée sur la réalisation de calculs éléments finis pour les champs mécaniques mésoscopiques, et des tirages aléatoires de distributions de contraintes microscopiques (Code_Coriolis, T. Couvant)

Les simulations sur agrégats polycristallins ont permis de déterminer les distributions de contraintes intergranulaires pour une grande variété de lois de comportement. Des lois empiriques simples ont été proposées afin de caractériser les premiers moments de ces distributions, associées à une démarche visant à prédire les densités surfaciques de fissures. Une démarche similaire est utilisée par EDF (Couvant *et al.* , 2018; Couvant, 2018) pour estimer l’amorçage des fissures de corrosion sous contraintes (Fig. 2.39). Les résultats de cette étude pourront donc servir à enrichir cette méthodologie qui est basée pour le moment uniquement sur les distributions de contraintes intragranulaires comme indicateur de dispersion des contraintes locales. En se restreignant au domaine élastique, il est possible d’aller plus loin que les corrélations empiriques et de proposer des modèles semi-analytiques pour les distributions de contraintes intergranulaires, ce qui fait l’objet de travaux en cours (§ 4.1). Dans le domaine élastoplastique, le calcul des contraintes intergranulaires dépend fortement de la qualité de la loi de comportement de plasticité cristalline utilisée. La loi utilisée actuellement a été calibrée à partir d’essais sur polycristaux en traction simple, ce qui ne permet pas de garantir des prédictions valides à l’échelle du monocristal. Des travaux sont en cours afin d’améliorer la calibration, et si besoin la formulation, de cette loi par comparaison à des essais sur monocristaux d’acier inoxydable austénitique.

Rupture ductile par croissance et coalescence de cavités

3.1	Introduction	56
3.1.1	Position du problème	56
3.1.2	Revue de la littérature	58
3.1.2.a	Caractérisation expérimentale	58
3.1.2.b	Modélisation et Simulation	59
3.1.3	Axes d'étude	62
3.2	Caractérisation expérimentale de cavités sous chargement mécanique	63
3.2.1	Effet de taille	63
3.2.1.a	Protocole expérimental	64
3.2.1.b	Principaux résultats et interprétation	65
3.2.2	Effet de la localisation	67
3.2.2.a	Protocole expérimental	67
3.2.2.b	Principaux résultats et interprétation	69
3.3	Développement et validation de modèles homogénéisés	72
3.3.1	Outils théoriques et numériques	72
3.3.1.a	Analyse limite	72
3.3.1.b	Homogénéisation numérique	74
3.3.2	Critères de coalescence	75
3.3.2.a	Avec effet de formes de cavités	76
3.3.2.b	Avec effet de taille	79
3.3.2.c	Avec effet de la cristallographie locale	81
3.4	Conclusion : Un exemple d'application	83

3.1 Introduction

3.1.1 Position du problème

Le mode de rupture principal des aciers inoxydables austénitiques des internes de cuve REP en conditions de service est ductile transgranulaire à cupules (Mills, 1988), hors effet de l'environnement. Les mécanismes physiques sont connus depuis longtemps (Tipper, 1949; Puttick, 1959) : germination de cavités par rupture ou décohésion d'inclusions (Argon *et al.*, 1975), croissance par écoulement plastique (McClintock, 1968) et coalescence par interactions entre cavités (Brown & Embury, 1973). Les modèles associés sont également développés de manière intensive depuis les années 1960, dont une grande partie portant sur le comportement homogénéisé sous chargement mécanique de matériaux poreux.

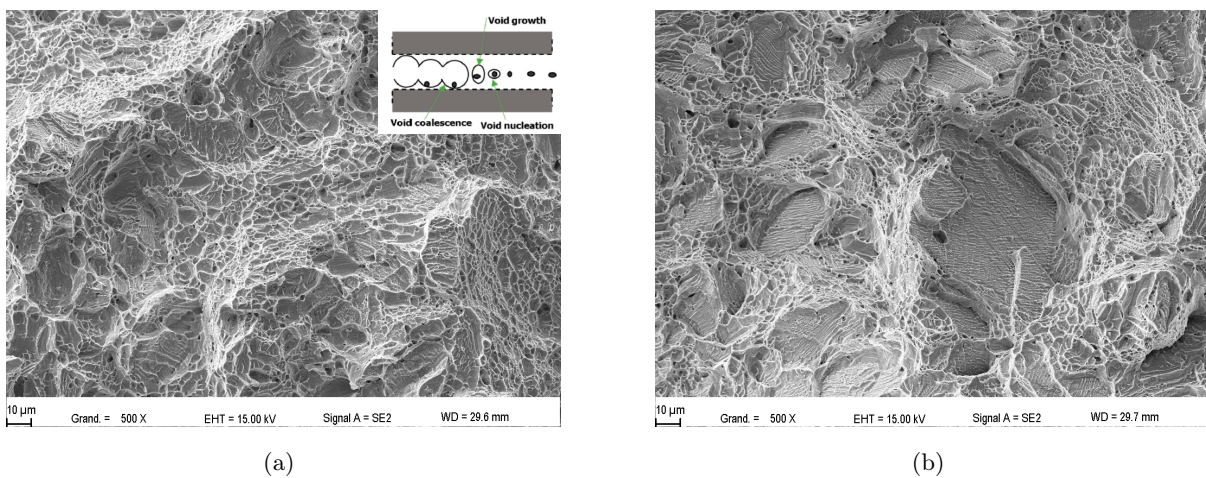


FIGURE 3.1 – Observations MEB du faciès de rupture d'une éprouvette de traction en acier 304 fortement irradié et testée à 330°C

La Fig. 3.1 montre des observations MEB du faciès de rupture d'un acier de type 304 irradié et testé à 330°C. La Fig. 3.1a en particulier présente les caractéristiques classiques du mode de rupture ductile par croissance et coalescence de cavités, à savoir la présence de cupules transgranulaires avec dans un certain nombre d'entre elles la présence d'inclusions rompues ou non. Pourtant deux particularités apparaissent sur ces images, et plus particulièrement sur la Fig. 3.1b. La première concerne la taille de la majorité des cupules, de l'ordre de 5 µm. Cette taille caractéristique est très inférieure à la taille de grains de ce matériau, de l'ordre de 20 µm, ce qui fait que le mécanisme physique de germination, croissance et coalescence de cavités se produit essentiellement à l'échelle intragranulaire, c'est-à-dire dans un monocristal. Cette observation n'est pas en soi caractéristique des aciers irradiés, étant rapportée pour de nombreux alliages métalliques (Daly *et al.*, 2017). Son intérêt provient d'une part du fait que la modélisation de matériaux monocristallins poreux a été jusqu'à récemment peu documentée, et d'autre part qu'il est probable que cela soit plus accentué dans ces aciers fortement irradiés pour lesquels l'irradiation conduit à l'apparition d'une forte densité de précipités nanométriques, sites potentiels de germinations de cavités. La deuxième particularité est la présence de zones constituées d'arêtes vives parallèles (Fig. 3.1b). Ce type de motif, qui n'est pas caractéristique de la rupture transgranulaire à cupules, est à rapprocher du mode de déformation intragranulaire très hétérogène des aciers fortement irradiés (Fig. 1.7), mode de déformation dont l'effet potentiel n'est pas considéré dans les modèles classiques de rupture ductile.

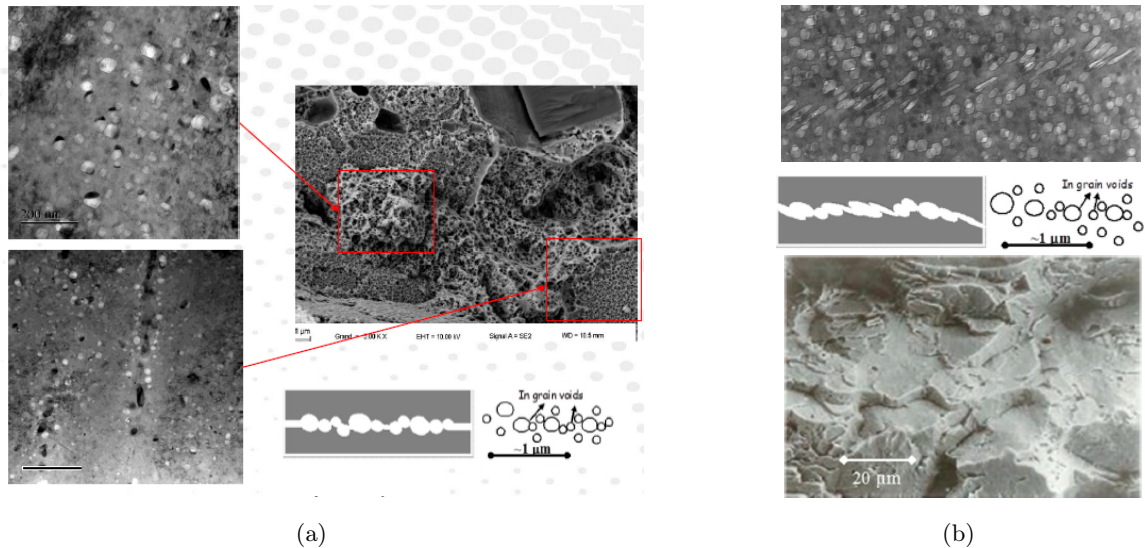


FIGURE 3.2 – Observations MET et MEB d’un acier austénitique fortement irradié (a) à haute température présentant une forte densité de nanocavités et nanoprecipités formés sous irradiation, et un faciès de rupture présentant des nanocupules (Courcelle *et al.* , 2019), (b) à température intermédiaire présentant un mode de rupture appelé *Channel fracture* (Fish *et al.* , 1973; Hojna, 2017)

Les aciers inoxydables austénitiques sont aussi utilisés et/ou envisagés dans les Réacteurs à Neutrons Rapides (RNR) pour le gainage du combustible. Dans cette application, le mode de rupture est toujours ductile transgranulaire à cupules à la température de service, mais les conditions d’irradiations sont plus sévères que celles du milieu REP, avec typiquement des températures autour de 500°C, et des doses d’irradiation dépassant 100dpa. Ces conditions font apparaître de nouvelles particularités par rapport au cadre actuel de la rupture ductile. Les observations MET de la Fig. 3.2a montre la présence d’une forte densité de nanocavités formées sous irradiation, conduisant à des valeurs de porosités du matériau pouvant aller jusqu’à de l’ordre de 10%, et un faciès de rupture constitué de nanocupules. Pour ces valeurs de porosités, la plupart des modèles disponible dans la littérature, développés dans la limite des faibles porosités, ne sont pas pertinents. De plus, les tailles de ces nanocavités sont de l’ordre de la dizaine de nanomètres, ce qui pose la question d’un potentiel effet de taille. Enfin, aux températures intermédiaires, autour de 400°C, un autre mode de rupture est observé (Fig. 3.2b) dont le mécanisme supposé est la coalescence de nanocavités en cisaillement, mettant en avant l’importance de l’effet de forme des cavités dans le régime de fortes porosités / coalescence.

Les particularités observées dans les aciers irradiés et présentées sur les Fig. 3.1 et 3.2 forment le problème d’étude, et les questions soulevées par ces observations sont notamment :

- Quel est l’effet de mode de déformation intragranulaire hétérogène par bandes de localisation sur la croissance et la coalescence de cavités ?
- Quel est l’effet de la taille des cavités sur leurs comportements sous chargement mécanique ?
- Quels modèles homogénéisés pour décrire le comportement des matériaux fortement poreux en prenant en compte les effets de forme et de taille et le comportement monocristallin ?

Répondre à ces questions est nécessaire pour développer des modèles pertinents de rupture de ces aciers et ainsi être en mesure d'utiliser ces modèles pour prédire par exemple l'évolution de la ténacité avec l'irradiation (Fig. 1.9). Un bilan de la littérature concernant ces questions est tout d'abord réalisé afin de mettre en avant les axes d'études.

3.1.2 Revue de la littérature

3.1.2.a Caractérisation expérimentale

Il existe relativement peu d'études expérimentales du comportement sous chargement mécanique de cavités dédiées à évaluer les effets associés aux petites tailles sur les mécanismes de déformation, à savoir mode de déformation hétérogène, taille, orientation cristallographique de la matrice entourant les cavités. Lorsque les cavités sont plus petites que la taille de grains, et se trouvent donc dans une matrice monocristalline, les effets d'orientations peuvent être importants comme le montre la Fig. 3.3a. La déformation des cavités témoignent d'un mécanisme de croissance particulier dû aux systèmes de glissement plastique disponibles, ainsi que la présence de zones associées à l'activation des différents systèmes de glissements (Crépin *et al.*, 1996; Gan *et al.*, 2006; Biswas *et al.*, 2013). Cet exemple permet aussi de visualiser la présence des lignes de glissements qui témoignent de la nature intrinsèquement discrète de la plasticité cristalline. La distance entre deux lignes de glissement est dans ce cas particulier très petite devant la taille de la cavité. Le cas dans lequel la distance entre deux lignes de glissement, ou entre deux bandes de localisation pour les aciers irradiés, est du même ordre de grandeur que la taille de la cavité n'est pas documenté dans la littérature.

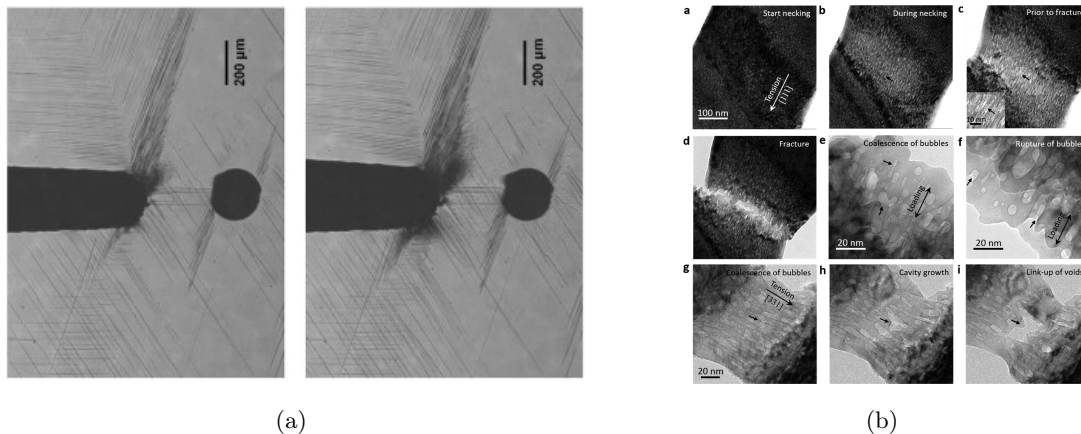


FIGURE 3.3 – (a) Interaction entre une cavité et une entaille dans l'Aluminium (Biswas *et al.*, 2013) (b) Observations in-situ MET de la déformation d'une éprouvette de Cuivre contenant une forte densité de bulles d'Helium (Ding *et al.*, 2016)

Des observations expérimentales récentes sur des matériaux nanoporeux (Ding *et al.*, 2016) ont mis en évidence des mécanismes de déformation et de rupture similaires aux matériaux contenant des cavités micrométriques (Fig. 3.3b). Cependant, ces expériences ne permettent pas de mettre en évidence un effet de taille des cavités sur la vitesse de croissance ou la résistance mécanique, et à ce jour il n'existe pas de résultats expérimentaux infirmant ou confirmant les effets de taille prédits par les simulations numériques, même si quelques données existent sur des systèmes proches comme

l'or nanoporeux¹.

3.1.2.b Modélisation et Simulation

Sur les domaines en question, les résultats théoriques et numériques sont beaucoup plus nombreux que les résultats expérimentaux. En ce qui concerne l'effet de taille des cavités, de nombreuses simulations de dynamique moléculaire ont été réalisées considérant une cavité dans un monocristal initialement exempt de défauts. Dans ces conditions, sous chargement mécanique, la nucléation de dislocations à partir de la zone où les contraintes mécaniques sont les plus fortes, le bord de la cavité, est observée à partir de niveaux de contraintes élevés (Chang *et al.*, 2013). Des effets de taille sur les contraintes de nucléation sont observés du fait notamment de la tension de surface associée à l'interface matrice - vide. Ces résultats intéressants ne sont pas pertinents pour les cas d'intérêts, qui correspondent à la présence de défauts / sources de dislocations initialement autour des cavités, ce qui a été notamment traité à l'échelle de la dynamique des dislocations ou de la plasticité cristalline. La Fig. 3.4a présente l'évolution du volume de cavités de différentes tailles sous chargement hydrostatique par dynamique des dislocations. Un effet de type **“larger is faster”** est observé relié à la densité de sources de dislocations autour de la cavité : plus celle-ci est grande, plus le nombre d'interactions entre la cavité et les dislocations est important. À l'inverse, une cavité dont la taille est très petite devant la taille caractéristique fixée par la densité de dislocations ne verra pas de plasticité à son échelle, et ne sera donc pas déformée sous chargement mécanique. Ce premier type d'effet de taille concerne donc l'évolution géométrique des cavités, et résulte de la densité de dislocations qui fixe la taille caractéristique à laquelle la plasticité intervient.

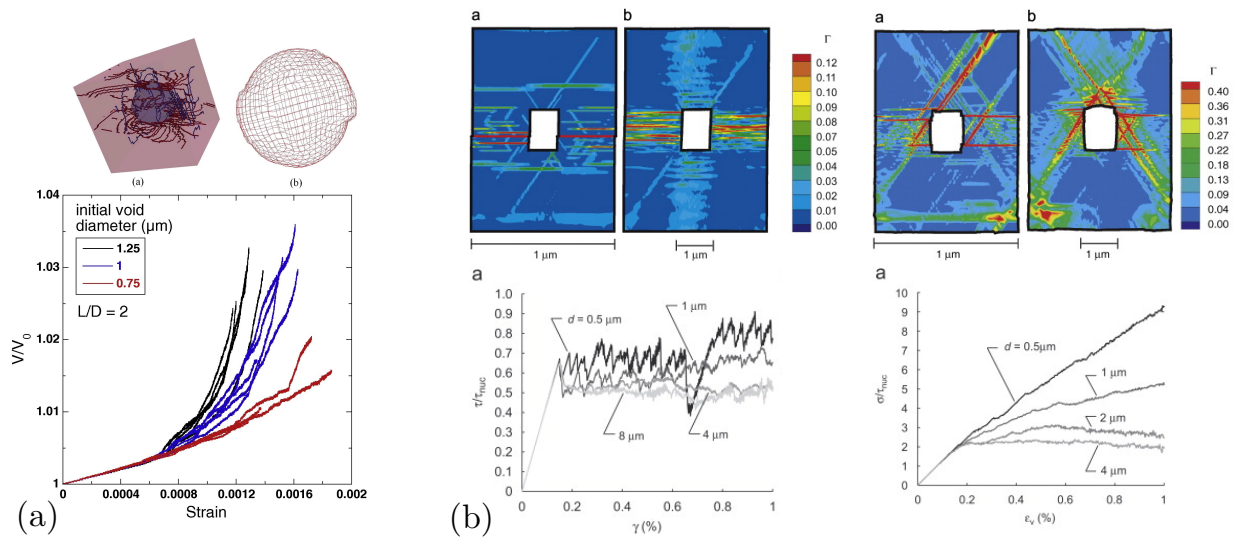


FIGURE 3.4 – (a) Évolution du volume de cavités sous chargement hydrostatique par dynamique des dislocations (Chang *et al.*, 2013) (b) Cellules poreuses sous chargement mécanique : (1) en cisaillement simple (2) en traction équi-biaxiale : Comparaison dynamique des dislocations / plasticité cristalline à gradient (Hussein *et al.*, 2008)

Un deuxième type d'effet de taille, **“smaller is stronger”**, est observé sur la Fig. 3.4b où des cellules poreuses sont soumises à deux types de chargement mécanique en dynamique des dislocations. Un fort effet de taille sur la courbe contrainte-déformation est observé en traction équi-biaxiale

1. Dans ce cas particulier, les pores sont interconnectés, et l'effet de taille est lié non pas à la taille des pores mais à la taille des ligaments.

contrairement au cas du cisaillement simple. Ces résultats s'expliquent par le concept de Dislocations Géométriquement Nécessaires (GND) (Ashby, 1970) : les gradients de déformation requièrent des dislocations qui influent sur le durcissement local, d'où l'effet dans les configurations où des gradients de déformation sont présents. Des modèles de plasticité (cristallines) à gradient ont été développés basés sur le concept de GND et permettent notamment de reproduire les résultats de la Fig. 3.4b en calibrant une longueur caractéristique. Ces modèles à gradient (Fleck & Hutchinson, 1994; Niordson, 2008) ont été utilisés pour simuler des cellules poreuses et montrer, dans le cas où le taille de la cavité est petite par rapport à la longueur caractéristique, les deux effets de type “smaller is stronger” et “larger is faster”. Si ces effets sont basés sur des modèles physiques solides, il faut néanmoins noter qu'il n'y a pas de validation expérimentale de ces effets d'une part, et d'autre part que ces effets sont présents lorsque la longueur caractéristique est grande ou du même ordre de grandeur que la taille de la cavités. Sous chargement mécanique, la taille de la cavités augmente, et a priori la longueur caractéristique devrait décroître du fait de l'augmentation de la densité de dislocations. À noter également que l'évolution de la longueur caractéristique de ces modèles à gradient n'est pas en général prise en compte.

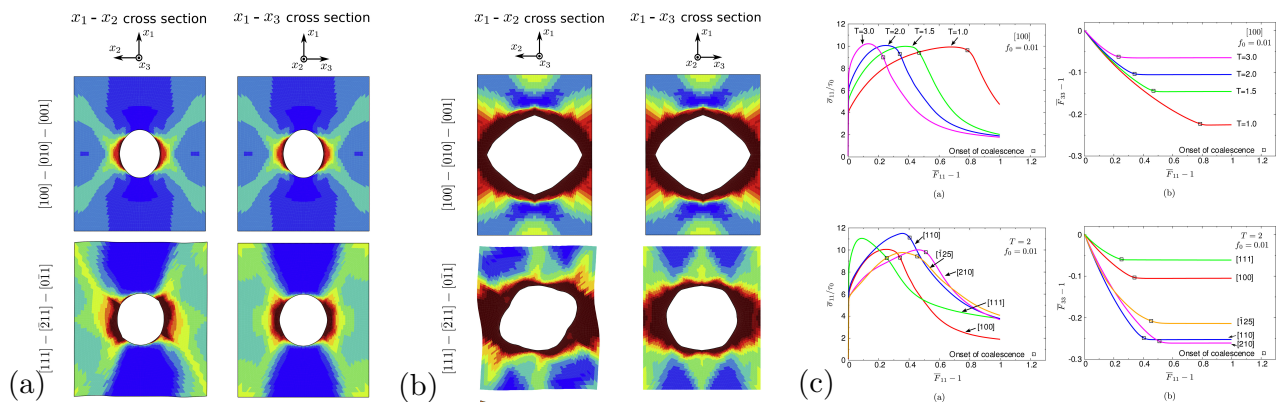


FIGURE 3.5 – (a,b) Champs de glissement plastique cumulé sur des coupes de cellules poreuses monocristallines pour différentes orientations cristallographiques, dans la phase de (a) croissance et de (b) coalescence (c) Évolution des contraintes et gradients de la transformation macroscopiques en fonction de l’orientation et de la triaxialité des contraintes (Ling *et al.* , 2016)

De nombreuses simulations de cellules poreuses (de porosité f correspondant au ratio entre le volume de la cavité et celui de la cellule élémentaire) avec plasticité cristalline ont été réalisées, mettant en évidence l’effet de l’orientation cristallographique à la fois sur le comportement macroscopique (homogénéisé) et sur les évolutions du volume et de la forme des cavités (Potirniche *et al.* , 2006; Yerra *et al.* , 2010; Ling *et al.* , 2016). Ces effets sont particulièrement marqués lorsqu’il y a peu de systèmes de glissement disponibles et/ou pour des conditions de chargement à faible triaxialité des contraintes. La Fig. 3.5 montre des résultats typiques de ce type de calculs pour des cellules poreuses cubiques contenant initialement une cavité sphérique dans une matrice CFC. Les champs de glissement plastique cumulé dans la phase de croissance (Fig. 3.5a) et dans la phase de coalescence (Fig. 3.5b) font apparaître l’effet de l’orientation cristallographique sur la forme de la cavités et sur les zones les plus déformées. Les courbes de chargement macroscopique (Fig. 3.5c) montre d’une part un effet de la triaxialité des contraintes, et d’autre part un effet de l’orientation sur les contraintes. La phénoménologie est similaire à ce qui est observé dans les simulations de cellules

poreuses avec matrice isotrope, de type von Mises, à savoir une phase de croissance qui correspond à un mode de déformation relativement homogène à l'échelle de la cellule, suivi par une phase de coalescence qui correspond à un mode de déformation hétérogène. Les calculs de cellules poreuses sont bien documentés dans la littérature et permettent de décrire la phénoménologie du comportement de matériaux poreux sous chargement mécanique dans un grand nombre de cas, notamment en ce qui concerne le comportement de la matrice entourant les cavités : isotrope ou anisotrope, sans ou avec effet de taille via l'utilisation de modèles à gradients. Ces calculs ne sont qu'une étape vis-à-vis de l'objectif de disposer de modèles homogénéisés pour matériaux poreux (Fig. 3.6). Les observations expérimentales de rupture ductile des aciers inoxydables austénitiques irradiés ayant permis de mettre en évidence la nécessité de disposer de modèles homogénéisés incluant le comportement monocristallin et les effets de taille, le tout potentiellement pour de fortes porosités, les modèles disponibles dans la littérature sont donc passés en revue succinctement (pour plus de détails, (Benzerga *et al.* , 2016; Pineau *et al.* , 2016)).

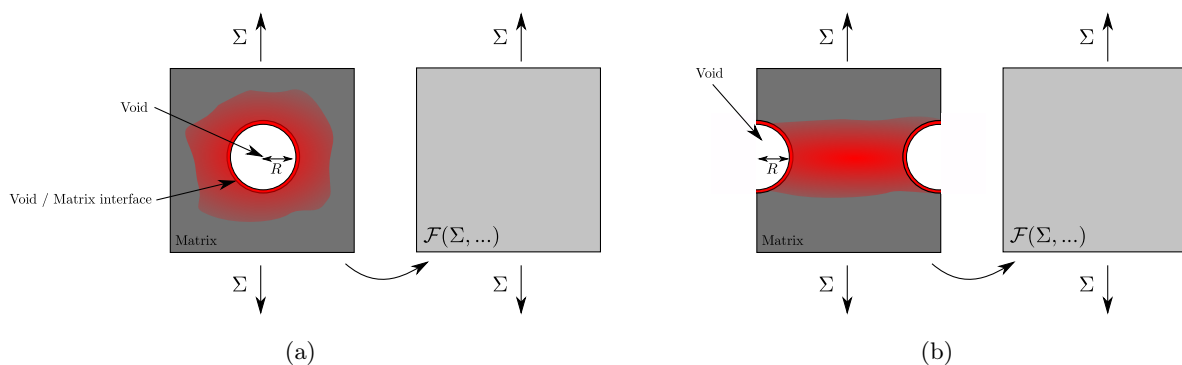


FIGURE 3.6 – Homogénéisation de matériaux poreux dans la phase de (a) croissance et de (b) coalescence

Pour la phase de croissance, des critères de plasticité homogénéisés ont été développés incluant l'effet de taille des cavités en étendant le modèle de Gurson (Gurson, 1977) dans le cas où la matrice entourant la cavité a un comportement à gradient, ou en considérant la présence de contraintes interfaciales entre la cavité et la matrice. Dans le premier cas, les modèles de (Wen *et al.* , 2005) et de (Monchiet & Bonnet, 2013) sont similaires à celui de Gurson (Gurson, 1977), mais avec des paramètres dépendants du rapport entre la taille de la cavité et la longueur interne du modèle à gradient (Fig. 3.7a). Là où le critère original de Gurson étend le critère de von Mises en prenant en compte la porosité (qui introduit une dépendance à la contrainte hydrostatique), ces extensions font intervenir la taille de la cavité. Le cas de prise en compte des contraintes interfaciales conduit à des formulations similaires, si ce n'est que la longueur interne est cette fois-ci fixée par le rapport entre la tension de surface de l'interface et la limite d'élasticité de la matrice (Dormieux & Kondo, 2010; Monchiet & Kondo, 2013). Des critères de plasticité homogénéisés ont également été proposés pour traiter le cas des matériaux poreux monocristallins (Han *et al.* , 2013; Paux *et al.* , 2015; Mbiakop *et al.* , 2015; Song & Ponte-Castañeda, 2017) permettant de décrire les effets de l'orientation cristallographique et de la porosité sur le comportement des monocristaux poreux (Fig. 3.7b). À ce jour, il n'existe pas de modèles homogénéisés en phase de croissance incluant à la fois comportement monocristallin et effet de taille.

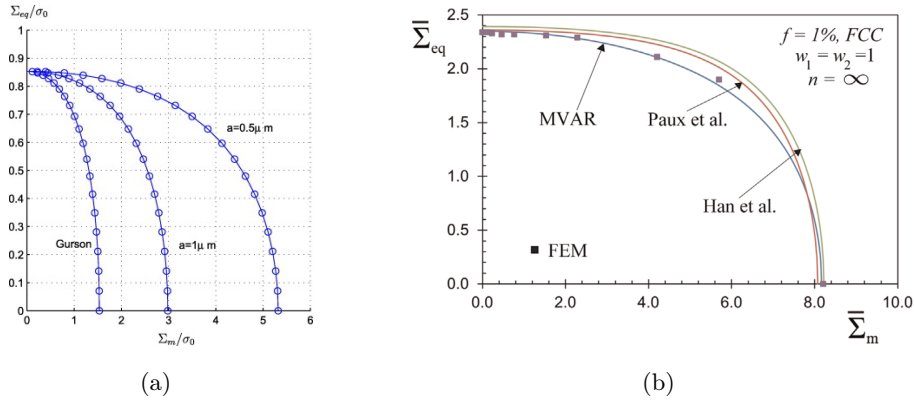


FIGURE 3.7 – (a) Critère de plasticité de (Monchiet & Bonnet, 2013) pour différentes tailles de cavités (b) Critères de plasticité de (Han *et al.*, 2013; Paux *et al.*, 2015; Mbiakop *et al.*, 2015) pour monocristal poreux FCC d’orientation $\langle 100 \rangle$

Pour la phase de coalescence, les critères de plasticité homogénéisés sont moins avancés. Le premier modèle a été proposé par Thomason (Thomason, 1985) pour des matériaux isotropes. Ce modèle a été revu de manière théorique plus récemment (Benzerga & Leblond, 2014; Morin *et al.*, 2015), puis étendu pour prendre en compte des chargements mécaniques arbitraires (Torki *et al.*, 2015) et l’anisotropie de type Hill (Keralavarma & Chockalingam, 2016). Les critères de coalescence prenant en compte l’effet de taille des cavités, ainsi que l’effet d’une matrice monocristalline restent cependant à développer. À noter qu’une reformulation du modèle de Thomason a été proposée par (Yerra *et al.*, 2010) permettant son utilisation pour les monocristaux.

3.1.3 Axes d’étude

Les observations expérimentales de rupture des aciers austénitiques inoxydables irradiés et la revue de la littérature associée permettent de mettre en évidence les thématiques de recherche (Fig. 3.8) qui doivent être développées pour aboutir à des lois de comportement homogénéisées utilisables dans des calculs de structures.

Approche micromécanique de la rupture ductile à cupules des aciers inoxydables austénitiques irradiés

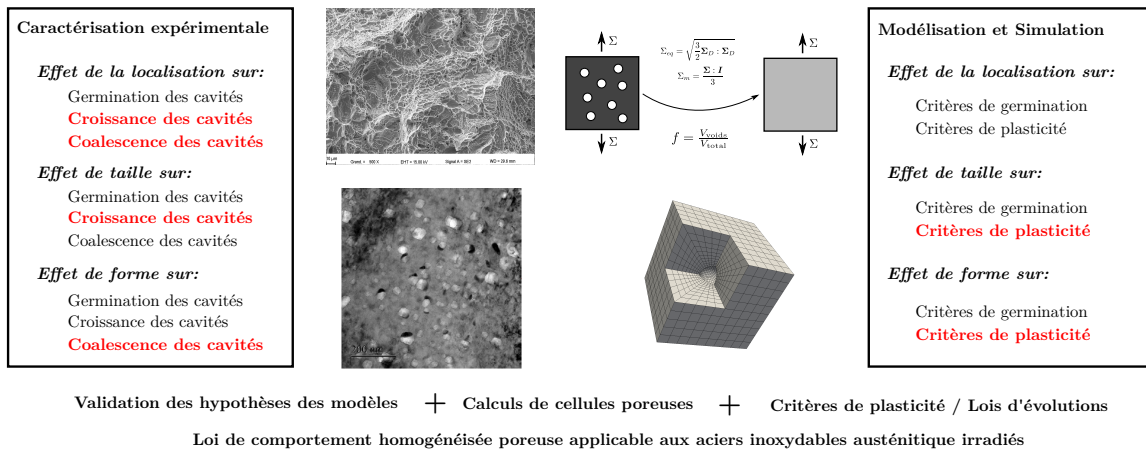


FIGURE 3.8 – Thématiques de recherche à traiter en vue d’obtenir des lois de comportement homogénéisées pour les aciers austénitiques inoxydables irradiés. Les sujets traités dans la suite sont indiqués en rouge.

D’un point de vue expérimental, les données disponibles dans la littérature ne permettent pas de

statuer sur la nécessité de prendre en compte l'effet du mode de déformation hétérogène rencontré dans les matériaux irradiés sur le mécanisme de croissance et de coalescence de cavités. De même, la pertinence de la prise en compte des effets de taille de cavités, particulièrement pour la contribution des nanocavités d'irradiation à la rupture, reste à évaluer expérimentalement. Ceci constitue donc les deux premiers axes d'étude :

- **Effet de la localisation de la déformation**

L'objectif est d'évaluer expérimentalement comment est affecté le mécanisme de croissance et de coalescence de cavités dans le cas où celles-ci se situent dans un monocristal se déformant de manière hétérogène. Ceci doit permettre de valider (ou non) la pertinence d'utiliser des modèles homogénéisés développés dans l'hypothèse où les modes de déformations sont homogènes à l'échelle de la cavité.

- **Effet de taille**

Différents types d'effets de taille mis en avant par des simulations numériques sont susceptibles d'influer sur la rupture ductile par croissance et coalescence de cavités, ce qui est d'intérêt dans le cas des aciers inoxydables austénitiques irradiés pour lesquels la taille des cavités est submicrométrique voire nanométrique. Peu de résultats expérimentaux sont disponibles afin de statuer sur l'importance de prendre en compte ces effets (et si oui lesquels), ce qui fait donc l'objet de cette partie.

D'un point de vue de la modélisation, l'analyse de la littérature montre que le développement de critères de coalescence prenant en compte les effets de taille et le comportement monocristallin de la matrice entourant les cavités est nécessaire afin de disposer de modèles homogénéisés complets pertinents dans le cadre de la modélisation des aciers inoxydables irradiés.

- **Développement et validation de critères de coalescence**

L'objectif de cette partie est d'une part de développer et de valider de nouveaux critères de coalescence avec effets de taille et d'orientation cristallographiques, et d'autre part de coupler ces modèles aux critères de plasticité existants dans la phase de croissance afin d'aboutir à des modèles complets pour matériaux poreux. Par souci de concision, seule la partie développement et validation de modèles sera décrite dans la suite, la présentation de modèles complets sera illustrée en conclusion.

3.2 Caractérisation expérimentale de cavités sous chargement mécanique

3.2.1 Effet de taille

Pour plus de détails, (Hure et al. , 2020)

Cette étude a été réalisée dans le cadre de la thèse de Pierre-Olivier BARRIOZ.

3.2.1.a Protocole expérimental

Afin d'étudier le comportement sous chargement mécanique de cavités nanométriques et d'évaluer les effets de tailles, un protocole expérimental a été développé. Celui-ci repose sur l'irradiation aux ions lourds d'éprouvettes en acier de type 304L à hautes températures et à forte dose sur la plateforme d'accélérateurs JANNuS (Pellegrino *et al.*, 2012) du CEA Saclay. Ces conditions conduisent à la formation de nanocavités dont la taille et la densité dépendent des paramètres de l'irradiation (Borodin *et al.*, 2005). De plus, une pré-irradiation avec des ions Helium permet d'obtenir de plus petites cavités par augmentation des sites de germination. Les observations MET après irradiation permettent de quantifier les microstructures associées, comme le montre la Fig. 3.9. Des matériaux nanoporeux modèles sont ainsi obtenus avec des nanocavités de diamètres moyens de 50nm et 5nm respectivement pour les deux conditions d'irradiations. Dans les deux cas, la densité de dislocations est de l'ordre de $5.10^{14}m^{-2}$.

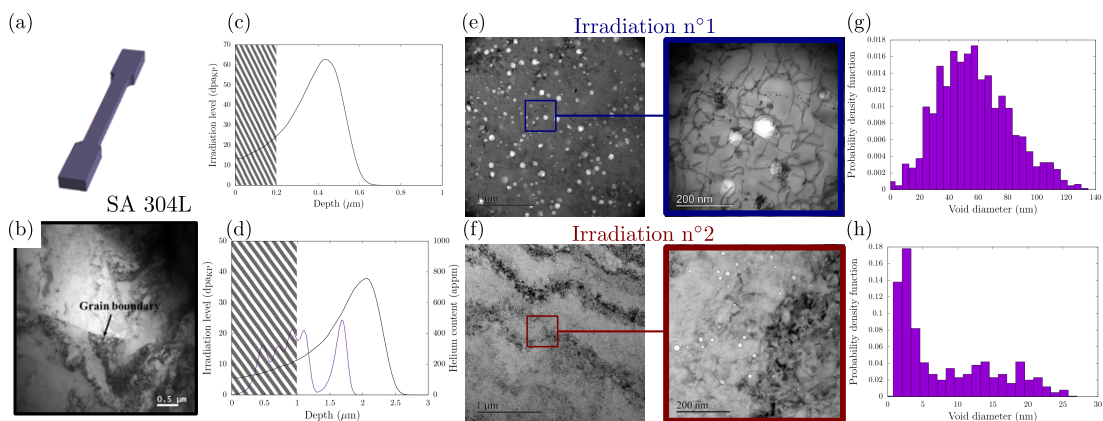


FIGURE 3.9 – Éprouvettes (a) en acier 304L (b) irradiées sans (c) ou après une pré-implantation d'Helium (d) afin d'obtenir des nanocavités (e,f) de différentes tailles (g,h)

Les éprouvettes sont ensuite sollicitées mécaniquement à 300°C jusqu'à un niveau de déformation homogène de 30%. Après essai, des lames sont extraites en surface des éprouvettes et observées au MET afin de caractériser la forme des nanocavités (Fig. 3.10). Compte-tenu du fait que les observations MET après irradiation et après essais sont réalisées sur des échantillons différents, et potentiellement à des profondeurs différentes par rapport à la surface du fait du prélèvement des lames, il n'est pas possible d'utiliser le rayon moyen des cavités comme indicateur de l'effet du chargement mécanique. La forme des cavités est donc caractérisée par le rapport d'aspect dans le plan correspondant à la surface des éprouvettes.

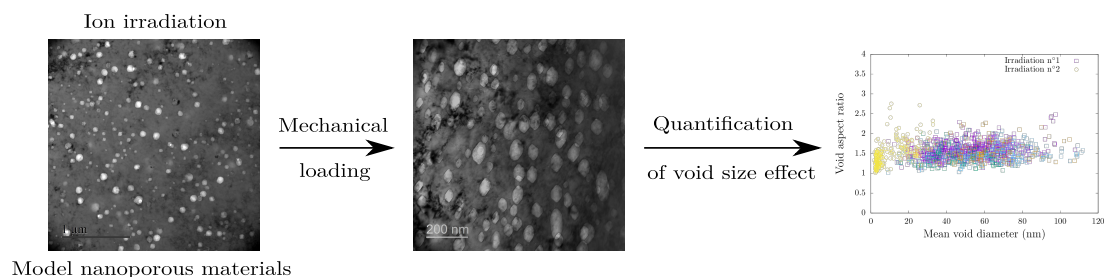


FIGURE 3.10 – Méthodologie de quantification du comportement sous chargement mécanique de nanocavités soumises à un chargement en traction simple

En parallèle, des simulations éléments finis de cellules poreuses sont réalisées avec le code éléments

finis Cast3M (CEA, 2018b) avec la loi de plasticité cristalline décrite dans le paragraphe §2.3.1.a avec un chargement en traction simple pour différentes orientations cristallographiques (Fig. 3.11). Ces simulations sont similaires à celles décrites par exemple dans (Yerra *et al.*, 2010), mais avec l'originalité de prendre en compte l'effet de la tension de surface présente à l'interface matrice - cavité selon une méthode proposée par (Leblond *et al.*, 2013). En pratique, cette méthode consiste à ajouter des éléments coques pré-contraints à la surface de la cavité, dont le niveau de pré-contrainte correspond à la tension de surface de l'interface.

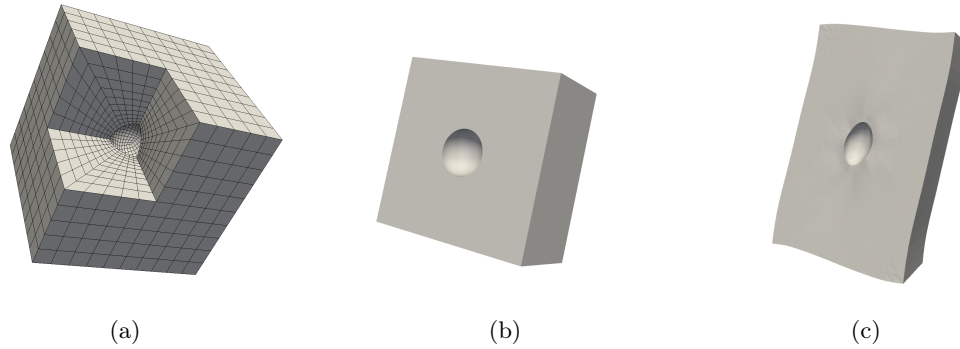


FIGURE 3.11 – (a) Maillage utilisé pour les simulations numériques (b,c) Déformées typiques sous chargement en traction simple

3.2.1.b Principaux résultats et interprétation

Les observations MET typiques après essais sont présentées sur la Fig. 3.12 pour les deux types de microstructures correspondant aux deux tailles moyennes de cavités. Plusieurs faits notables : jusqu'à de petites tailles de cavités, en tout cas jusqu'aux limites de résolution du MET, les nanocavités sont déformées de manière homogène sans traces du caractère discret de la plasticité. Le deuxième point remarquable est la forte hétérogénéité locale de déformation à ces échelles : les Figs. 3.12a,c montrent en particulier des cas de cavités non déformées (entourées en bleu) à proximité de cavités très déformées (entourées en rouge). Ces observations étant faites dans un même grain, ce qui permet d'exclure des effets d'orientations cristallographiques, indiquent des hétérogénéités de déformations à des échelles supérieures à celles des cavités.

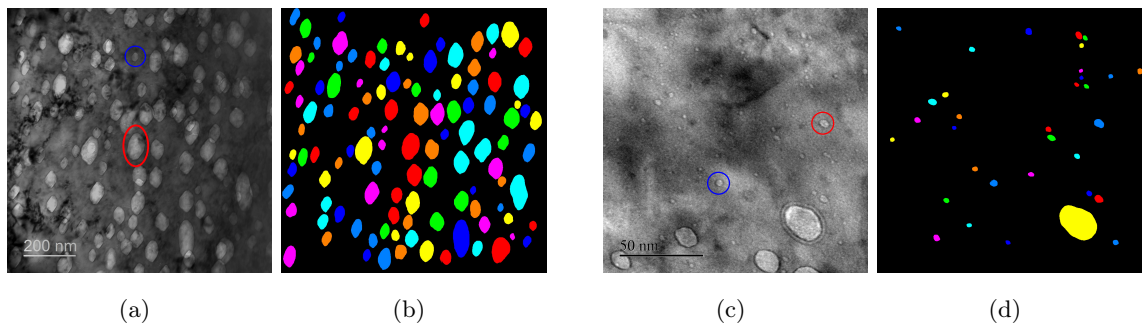


FIGURE 3.12 – Observations MET et quantification de la forme des cavités après essais mécaniques

La quantification du rapport d'aspect des cavités permet de s'intéresser à plusieurs effets. La Fig. 3.13a présente les distributions de ce rapport d'aspect dans différents grains, qui montre d'une part la forte hétérogénéité de déformation avec des rapports d'aspect entre 1 et 2 sur des surfaces

observées de l'ordre de $1\mu\text{m}^2$. Les valeurs moyennes diffèrent sensiblement entre les grains, ce qui peut s'expliquer par le fait que si un état de traction simple est imposé à l'ensemble de l'éprouvette, l'état de contraintes est différent dans chaque grain. Les rapports d'aspect sont évalués en fonction de la taille moyenne de la cavité sur les Figs. 3.13b,c. La dispersion n'apparaît pas dépendre de la taille de la cavités dans la gamme étudiée, ce qui indique que les hétérogénéités de déformation locales apparaissent à des échelles supérieures à la taille des plus grandes cavités observées, soit l'ordre de 100nm.

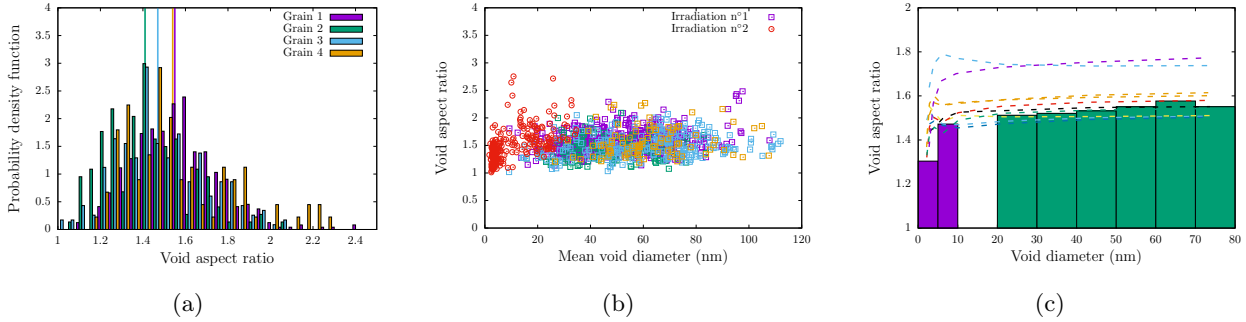


FIGURE 3.13 – (a) Distributions de rapport d'aspect des cavités déformées dans des grains correspondant à différentes orientations cristallographiques (b,c) Rapport d'aspect en fonction de la taille moyenne des cavités et comparaisons aux résultats des simulations (lignes en pointillées dont les couleurs correspondent à différentes orientations cristallographiques choisies aléatoirement)

La valeur moyenne de rapport d'aspect est plus faible pour les cavités les plus petites, ce qui est quantifié sur la Fig. 3.13c en s'intéressant à cette valeur moyenne par classes de tailles. Les cavités dont le diamètre est inférieur à 10nm se déforme moins que les autres, et tendent donc à rester plus sphériques. Les résultats de simulations présentés sur la même figure montre d'une part un effet de l'orientation cristallographique, et d'autre part une tendance des cavités les plus petites à rester plus sphériques du fait de l'influence de la tension de surface qui pénalise les déformations de l'interface matrice - cavité.

Que nous apprennent et comment interpréter ces résultats ? Les conditions initiales - cavités de diamètre de l'ordre de $2R = 5\text{nm}$ et $2R = 50\text{nm}$ et densité de dislocations de l'ordre de $\phi = 5 \cdot 10^{14}\text{m}^{-2}$ - correspondent peu ou prou aux situations observables respectivement en conditions REP ou RNR. Il est possible de déterminer une longueur caractéristique associée à la densité de dislocations $l_\phi \sim \sqrt{\phi}^{-1} \sim 50\text{nm}$. Le sens physique de cette grandeur est la distance typique entre dislocations et s'interprète comme la taille caractéristique au-delà de laquelle la plasticité va pouvoir être considérée comme continue du fait de la présence d'un grand nombre de plan de glissement. Au cours de la déformation, la densité de dislocations augmente, et cette longueur caractéristique diminue, ce qui conduit à $R/l_\phi \gg 1$. Dans ce régime, d'une part la mécanique des milieux continus est applicable, et d'autre part l'un des effets de taille décrit dans les simulations de dynamique des dislocations et relié au manque de dislocations disparaît. Les résultats de cette étude expérimentale viennent confirmer cette analyse montrant l'homogénéité de la déformation des nanocavités jusqu'à des tailles de l'ordre de 10nm. L'effet de taille observé pour les cavités inférieures à 10nm, à ranger dans la catégorie "larger is faster", peut s'expliquer par un effet de la tension de surface comme le montre les résultats de simulations. Il n'est cependant pas possible d'écarter l'effet du nombre limité de dislocations à ces échelles pour lesquelles $R/l_\phi \sim 1$, sachant que la résolution des observations

MET n'était pas suffisante pour conclure de manière définitive. Enfin, qu'en est-il de l'effet de taille associé aux gradients de déformation et relié aux dislocations géométriquement nécessaires ? Les conditions de chargement de type traction simple ne génèrent pas de forts gradients de déformation au niveau des cavités, et donc ces résultats expérimentaux ne nous apprennent rien sur cet effet de taille particulier. Ceci est une limite de la méthodologie basée sur l'obtention de matériaux nanoporeux modèles par des irradiations aux ions : la profondeur de pénétration des ions étant faible, l'effet de la surface libre conduit à des triaxialités des contraintes faibles.

En conclusion, ces résultats montrent d'une part l'applicabilité de la mécanique des milieux continus pour l'évaluation de la déformation de nanocavités dans le cas d'intérêt de fortes densités de dislocations. D'autre part, un effet de taille a été observé pour les cavités inférieures à 10nm justifiant la nécessité de considérer des modèles prenant en compte ces effets. Enfin, les hétérogénéités de déformations des cavités indiquent a priori un effet fort des conditions microstructurales locales comme cela a été proposé récemment (Noell *et al.*, 2020). À noter que ce point est d'importance car il conditionne la fraction de la porosité qui va contribuer effectivement à la rupture, et des recherches apparaissent nécessaires sur cette thématique.

3.2.2 Effet de la localisation

Pour plus de détails, (Barrioz et al., 2018b; Barrioz et al., 2019)

Cette étude a été réalisée dans le cadre de la thèse de Pierre-Olivier BARRIOZ.

3.2.2.a Protocole expérimental

Pour évaluer l'effet d'un mode de déformation intragranulaire hétérogène comme observé dans les matériaux irradiés sur le mécanisme de croissance et de coalescence de cavités, des expériences modèles ont été réalisées. Le matériau de l'étude est toujours l'acier de type 304L auquel il a été fait subir un traitement thermique visant à augmenter la taille de grains, celle-ci étant initialement de l'ordre de $20\mu\text{m}$. Après traitement, les plus gros grains ont un diamètre supérieur à $100\mu\text{m}$. Des éprouvettes prélevées dans le matériau traité sont irradiées avec des protons de 2MeV (Toader *et al.*, 2017) à 340°C pour une fluence de l'ordre de $5.10^{19}\text{H}^+.\text{cm}^{-2}$ (Fig. 3.14a).

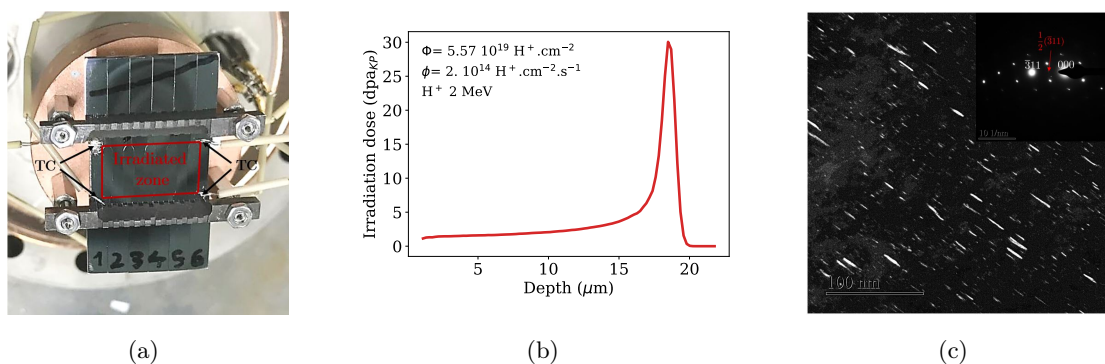


FIGURE 3.14 – (a) Dispositif d'irradiation des échantillons (b) Profil de dose dans l'épaisseur calculé à l'aide du logiciel SRIM (c) Observations MET en champ sombre des boucles de Frank

Ces conditions sont représentatives d'irradiations aux neutrons à une température de l'ordre de 290°C (Was *et al.*, 2002), la différence de température permettant de compenser la différence

de flux de particules sur la production des défauts d'irradiation. La profondeur d'irradiation est de $20\mu\text{m}$ avec un profil de dose approximativement constant sur $15\mu\text{m}$ avec une valeur de 2dpa (Fig. 3.14b). Les observations MET après irradiation sur les lames prélevées en surface permettent de mettre en évidence la présence de boucles de Frank (Fig. 3.14c). Les éprouvettes sont ensuite polies mécaniquement du côté de la partie non irradiée jusqu'à des épaisseurs inférieures à $20\mu\text{m}$ pour deux raisons. Cela permet d'une part d'obtenir des échantillons complètement irradiés avec un profil de dose approximativement constant (Fig. 3.14b). D'autre part, la taille des plus gros grains étant de l'ordre de $100\mu\text{m}$, cela permet d'avoir pour ces derniers un seul grain dans l'épaisseur. Essentiellement, les échantillons constituent des polycristaux plans.

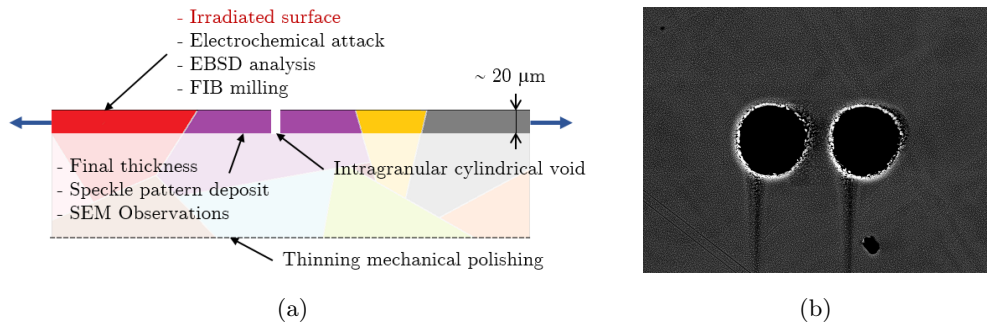


FIGURE 3.15 – (a) Méthodologie développée pour solliciter mécaniquement des cavités cylindriques modèles dans un monocristal d'acier austénitique irradié (b) Perçage des cavités cylindriques par FIB

Des paires de cavités modèles cylindriques sont percées par usinage ionique à l'aide d'un FIB au centre des gros grains. Cette méthodologie, inspirée des travaux de (Weck & Wilkinson, 2008) qui utilisent des cavités percées par laser dans des polycristaux, permet au final d'obtenir des cavités cylindriques modèles à l'échelle d'un monocristal dans un matériau irradié (Fig. 3.15). La même méthodologie est également utilisée sur des échantillons non irradiés pour référence. Les échantillons sont ensuite testés en traction simple in-situ MEB à 300°C , et l'évolution de la forme des cavités est mesurée en fonction de la déformation appliquée. Avant d'être utilisé à l'échelle du monocristal, l'ensemble de la méthodologie a été validée sur des éprouvettes de cuivre pour lesquelles les cavités sont à l'échelle polycristalline.

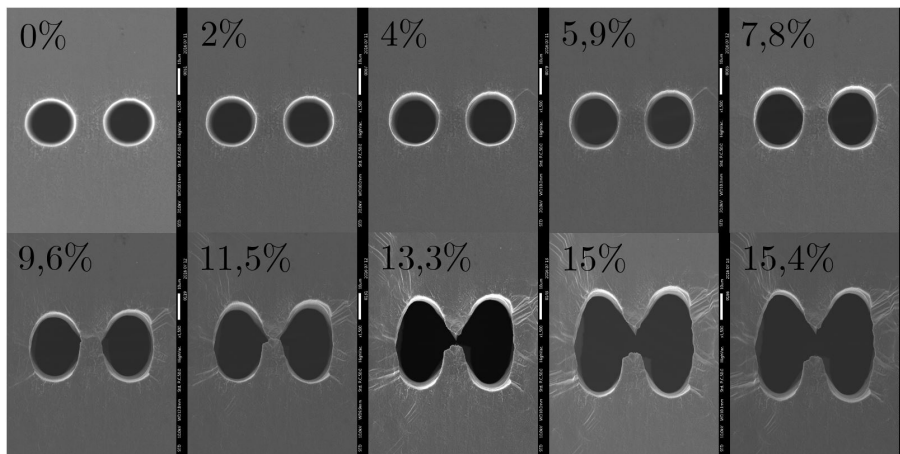


FIGURE 3.16 – Évolution en fonction de la déformation macroscopique appliquée de cavités cylindriques percées dans une plaque en cuivre polycristallin en traction simple

Les observations typiques sont présentées sur la Fig. 3.16 montrant la déformation puis la coalescence des cavités. L'étude sur le cuivre a été réalisée à l'état non irradié et faiblement irradié (0.1dpa), conduisant à des mécanismes identiques et une coalescence accélérée à l'état irradié du fait de la capacité d'érouissage plus faible. Les observations de la Fig. 3.16 sont par ailleurs très bien reproduites par les simulations numériques en utilisant une loi de plasticité de type von Mises, justifiée par le fait que les cavités sont à l'échelle du polycristal.

3.2.2.b Principaux résultats et interprétation

Avant de s'intéresser aux évolutions des cavités, il est possible de regarder dans un premier temps l'effet de l'irradiation sur la déformation de l'éprouvette. La Fig. 3.17 montre les faciès de rupture à l'état non irradié (Fig. 3.17a) et irradié (Fig. 3.17b). Dans les deux cas, du fait de l'épaisseur faible et de la faible teneur en inclusions du matériau d'origine, le nombre d'inclusions total est très faible, et la rupture se produit par striction complète. Les mécanismes de déformation locaux sont cependant très différents. À l'état non irradié, la déformation est assez homogène à l'échelle de l'épaisseur de l'échantillon, et il n'est pas possible de distinguer les systèmes de glissement actifs. À l'état irradié, le mode de déformation est très hétérogène et se caractérise par la présence de blocs rigides séparés par des régions où la plasticité est localisée. La taille caractéristique de ces blocs à proximité du faciès est de l'ordre de quelques microns, ce qui conduit à s'interroger sur l'effet de ce phénomène sur l'évolution des cavités.

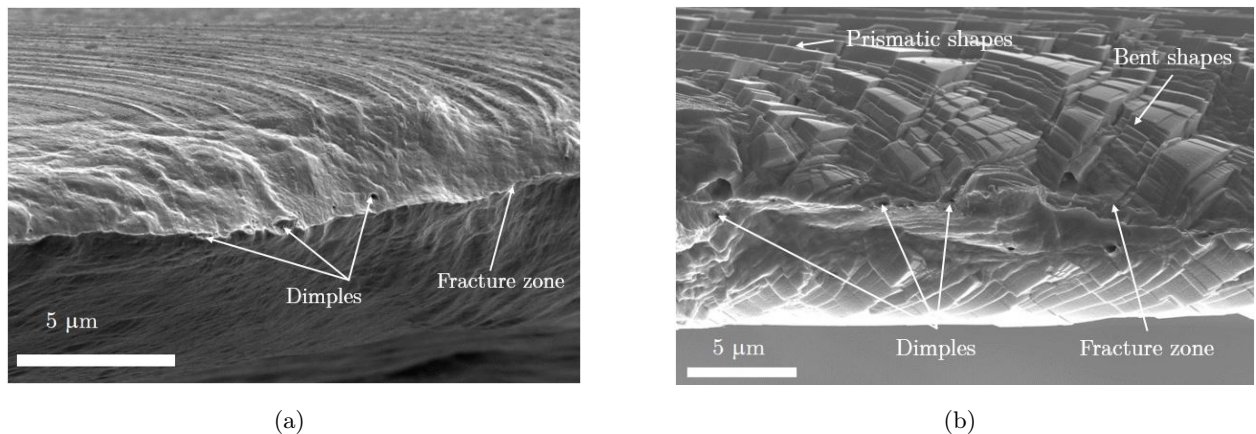


FIGURE 3.17 – Faciès de rupture des éprouvettes minces en acier de type 304L (a) à l'état non irradié et (b) à l'état irradié

Une évolution typique des cavités à l'état non irradié est présentée sur la Fig. 3.18. Les cavités se déforment de manière homogène sous l'effet d'un glissement plastique homogène à cette échelle. La plasticité cristalline se traduit par l'apparition de lignes de glissement très rapprochées et orientées selon une seule direction. Le fait d'avoir un seul système de glissement actif s'explique par le chargement en traction simple et une orientation cristallographique aléatoire, deux facteurs contribuant à l'activation d'un seul système.

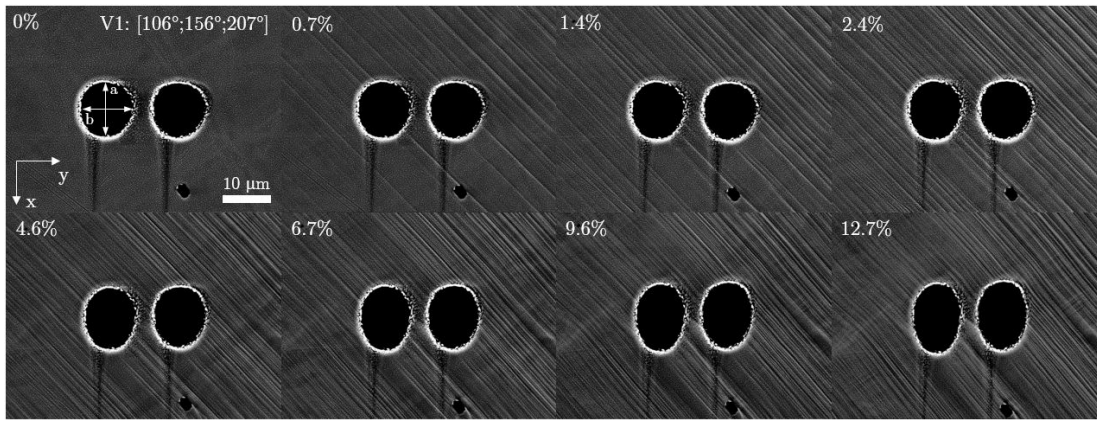


FIGURE 3.18 – Évolution en fonction de la déformation macroscopique appliquée de cavités cylindriques percées à l'échelle monocristalline en traction simple à l'état non irradié

Les observations sont radicalement différentes à l'état irradié (Fig. 3.19a). Pour de faibles niveaux de déformation macroscopique appliquée, des bandes de localisation apparaissent à l'échelle intragranulaire. L'orientation de ces bandes loin des cavités correspond au système de glissement avec le facteur de Schmid le plus élevé. À l'échelle microscopique, les observations MET confirment que ces bandes sont le résultat de la localisation de la déformation dans des zones dans lesquelles les défauts d'irradiation ont été partiellement nettoyés (Fig. 3.19b). À proximité des cavités, d'autres systèmes sont activés qui relient les bandes principales aux cavités. La Fig. 3.19a montre que ce mode de déformation peut conduire à des déformations des cavités très importantes pour des niveaux de déformation macroscopique faible.

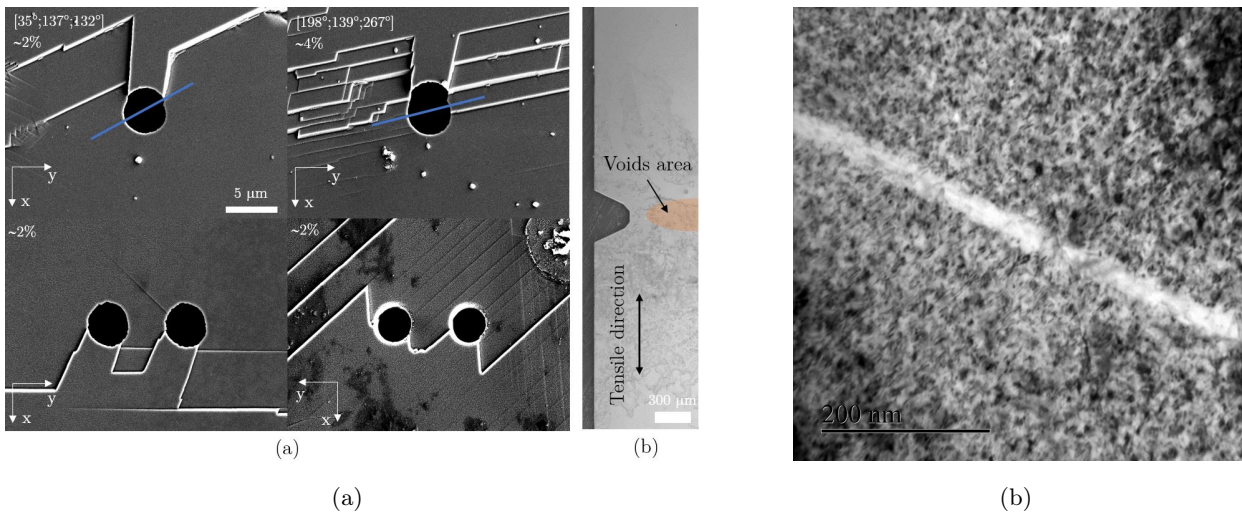


FIGURE 3.19 – (a) Évolution en fonction de la déformation macroscopique appliquée de cavités cylindriques percées à l'échelle monocristalline en traction simple à l'état irradié (b) Observations MET sur une lame prélevée au niveau d'une bande de localisation

La Fig. 3.20 montre l'évolution d'une paire de cavités en fonction du niveau de déformation imposée. Pour les faibles niveaux de déformation, les observations sont similaires à celles de la Fig. 3.19 avec une interaction forte entre les hétérogénéités de déformations locales et l'évolution des cavités. Le point important à noter est cependant que le nombre de bandes de localisation augmente avec la déformation, et les dernières observations tendent à ressembler à ce qui est observé à l'état non irradié (Figs. 3.16, 3.18). En fonction des orientations cristallographiques et des configurations, le

niveau de déformation pour lequel le mode de déformation tend à s'homogénéiser est différent, très précocément sur la Fig. 3.20c entre les deux cavités ou plus tardivement sur la Fig. 3.20a. Les formes finales après coalescence sont similaires à celle observées à l'état non irradié (Figs. 3.16).

La multiplication des bandes de localisation avec la déformation dans les matériaux irradiés est un phénomène évoqué depuis longtemps, et désormais caractérisé par des simulations de dynamique des dislocations (Cui *et al.*, 2018a; Cui *et al.*, 2018b), par un balayage graduel de l'ensemble des défauts d'irradiation. Ces simulations mettent notamment en évidence l'effet de la multiaxialité des contraintes comme un facteur conduisant à une réduction de l'hétérogénéité du mode de déformation par activation et interaction entre multiples systèmes de glissement. Les images de la Fig. 3.20 sont une confirmation expérimentale de ce mécanisme : pour de faibles niveaux de déformations, l'état de contrainte est proche de la traction simple à l'échelle du monocristal, ce qui conduit essentiellement à l'activation d'un seul système de glissement du fait de l'orientation cristallographique aléatoire (sauf à proximité des cavités). Les interactions entre les premières bandes et les joints de grains d'une part, et d'autre part les interactions entre les deux cavités conduisent à un chargement mécanique local plus multiaxial, d'où l'augmentation du nombre de bandes de glissement et le caractère plus homogène du mode de déformation.

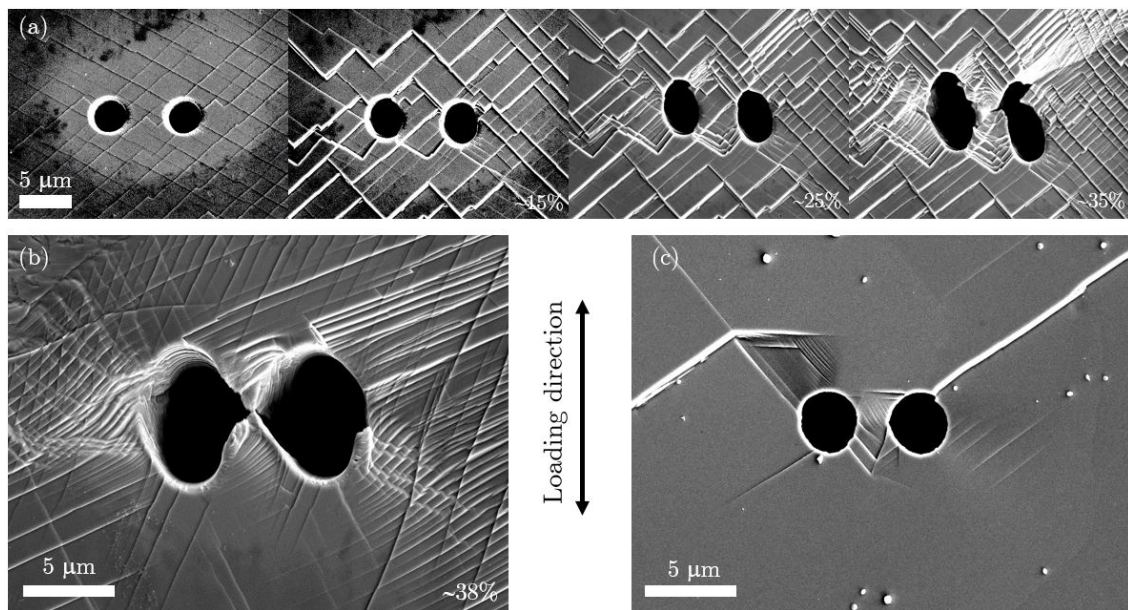


FIGURE 3.20 – Évolution en fonction de la déformation macroscopique appliquée de cavités cylindriques percées à l'échelle monocristalline en traction simple à l'état irradié pour différentes orientations cristallographiques

Comment extrapoler ces observations au cas de la rupture ductile par croissance et coalescence de cavités dans les matériaux irradiés ? Il faut considérer les expériences réalisées comme un cas limite dans le sens où à la fois le chargement mécanique, en traction simple, et la configuration, plaque mince, favorisent la localisation de la déformation, comme le montre les expériences de compression sur micropiliers. Ce cas limite montre que l'effet du mode de déformation hétérogène sur l'évolution de cavités est réel, mais limité aux faibles niveaux de déformation. Dès lors, ces expériences indiquent qu'en première approximation, il est possible de faire l'hypothèse que la matrice irradiée entourant les cavités se déforment de manière homogène pour les cas de fortes triaxialités des contraintes et forts niveaux de déformation. Cela justifie de pouvoir utiliser les modèles classiques homogénéisés

pour matériaux poreux aux matériaux poreux fortement irradiés, et de développer de nouveaux modèles avec les mêmes hypothèses. Ceci étant dit, le corollaire est qu'il est attendu un effet de la localisation dans les cas de rupture en cisaillement de ces matériaux irradiés, ce qui reste à étudier.

3.3 Développement et validation de modèles homogénéisés

L'analyse des observations expérimentales de la rupture des aciers austénitiques irradiés et des modèles pour matériaux poreux homogénéisés a mis en avant la nécessité de développer des critères de plasticité valables dans la phase de coalescence prenant en compte les effets des formes des cavités, des effets de tailles et d'orientation cristallographique, ce qui fait l'objet de cette section.

3.3.1 Outils théoriques et numériques

3.3.1.a Analyse limite

Plusieurs techniques ont été utilisées pour obtenir le comportement homogénéisé de matériaux poreux, comme l'analyse limite (Gurson, 1977), la thermodynamique des processus irréversibles (Rousselier, 1981) ou encore l'approche variationnelle (Ponte Castañeda, 1991), et plus particulièrement pour obtenir des critères de plasticité homogénéisés. Dans la suite, la technique de l'analyse limite est utilisée. Les principales équations sont rappelées brièvement dans le cas particulier de la coalescence par striction interne, qui correspond à un mode de déformation uniaxiale (Figs. 3.5, 3.6). Une présentation complète de l'analyse limite et de ses subtilités est disponible dans (Leblond *et al.*, 2018). Considérant un élément de volume représentatif du matériau poreux de volume V soumis à des conditions aux limites appropriées, le point de départ de l'homogénéisation utilisée est le lemme de Hill-Mandel :

$$\Sigma : \mathbf{D} = \frac{1}{V} \int_V \boldsymbol{\sigma} : \mathbf{d} dV \quad \text{avec} \quad \begin{cases} \Sigma = \frac{1}{V} \int_V \boldsymbol{\sigma} dV \\ \mathbf{D} = \frac{1}{V} \int_V \mathbf{d} dV \end{cases} \quad (3.1)$$

avec $\boldsymbol{\sigma}$ et \mathbf{d} respectivement des tenseurs des contraintes et taux de déformations indépendants. La phase de coalescence par striction interne correspond à l'interactions de cavités se caractérisant par la localisation de la déformation dans le ligament inter-cavités, les autres zones étant rigides, ce qui conduit à :

$$\Sigma : \mathbf{D} = \Sigma_{33} D_{33} \quad (3.2)$$

en définissant de manière arbitraire le plan de coalescence comme étant orienté perpendiculairement à l'axe 3. L'analyse limite permet d'estimer le membre de droite de l'Eq. 3.1 dans l'hypothèse d'un matériau rigide parfaitement plastique suivant le critère de von Mises ou de Hill :

$$\frac{1}{V} \int_V \boldsymbol{\sigma} : \mathbf{d} dV \leq \frac{1}{V} \int_V \sigma_0 d_{eq} dV = \Pi(D_{33}) \quad (3.3)$$

en utilisant l'inégalité de Cauchy-Schwartz et en notant σ_0 la limite d'élasticité. La fonction Π , appelée potentiel de dissipation, ne dépend que du paramètre D_{33} . Les Eqs. 3.1, 3.2, 3.3 conduisent finalement à :

$$\Sigma_{33} D_{33} \leq \Pi(D_{33}) \quad \Sigma_{33}^{max} \leq \frac{\Pi(D_{33})}{D_{33}} \quad (3.4)$$

qui permet d'obtenir une borne supérieure de la contrainte maximale admissible notée Σ_{33}^{max} . L'Eq. 3.4 s'interprète comme un critère de plasticité dans le cadre de la phase de coalescence,

et Σ_{33}^{max} est la contrainte de coalescence.

D'un point de vue pratique, l'utilisation de l'analyse limite est simple : il suffit de choisir une expression d'un champ de vitesse compatible avec les conditions aux limites, c'est-à-dire avec \mathbf{D} , de calculer le taux de déformation équivalent d_{eq} puis le potentiel de dissipation Π . L'Eq. 3.4 fournit alors une borne supérieure de la contrainte de coalescence. Cela étant dit, les Eqs. 3.1, 3.2, 3.3 amènent à plusieurs remarques. Le fait de considérer un matériau rigide, c'est-à-dire sans élasticité, est sans effet sur la quantité recherchée qui est la charge limite de la structure. En effet, à cette limite, les déformations élastiques restent constantes $\mathbf{d}_{el} = \mathbf{0}$ et ne contribuent donc pas à l'Eq. 3.1 (Leblond *et al.*, 2018). L'Eq. 3.2 modélise la phase de coalescence comme un état d'extension uniaxiale ce qui est observé dans les simulations de cellules poreuses. Dans certains cas, il peut également y avoir du cisaillement associé, ce qui nécessite d'ajouter les termes correspondants dans l'Eq. 3.2 (Torki *et al.*, 2015). Enfin, l'Eq. 3.3 repose sur le fait de pouvoir évaluer la dissipation plastique locale $\sigma : \mathbf{d}$ uniquement à partir du taux de déformation \mathbf{d} . Cela est possible pour la plasticité de von Mises ou de Hill, mais pas pour la plasticité cristalline par exemple qui fera donc l'objet d'un traitement particulier.

La première évaluation de la contrainte de coalescence par cette technique est due à Thomason (Thomason, 1985) conduisant à :

$$\frac{\Sigma_{33}}{\sigma_0} = (1 - \chi^2) \left[0.1 \left[\frac{\chi^{-1} - 1}{W} \right]^2 + 1.2 \sqrt{\chi^{-1}} \right] \quad (3.5)$$

où W et χ décrivent respectivement le facteur de forme des cavités et la taille du ligament inter-cavités (Fig. 3.24). L'objectif de cette partie est donc d'étendre cette formule aux cas d'intérêts pour les aciers austénitiques irradiés qui n'ont pas encore été traités dans la littérature (Benzerga *et al.*, 2016).

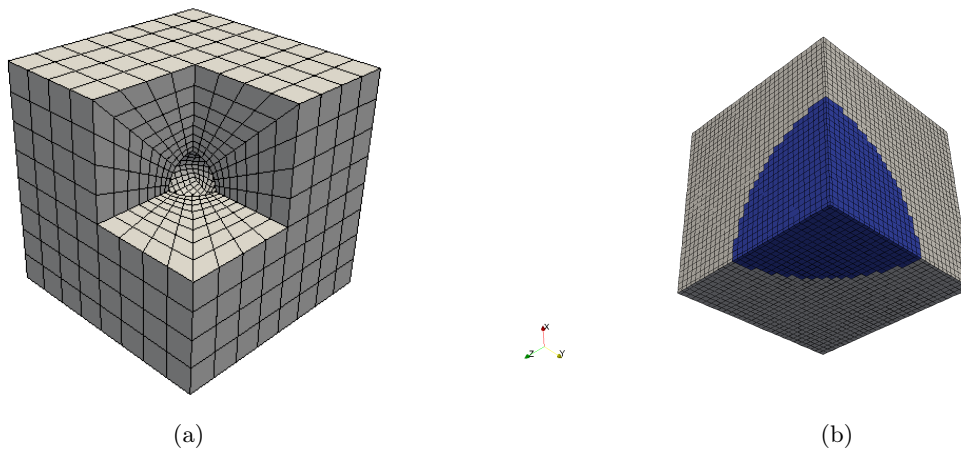


FIGURE 3.21 – (a) Maillage éléments finis d'une cellule poreuse cubique contenant une cavité sphérique (b) Grille régulière composée de voxels correspondant au matériau (en gris) et au vide (en bleu)

3.3.1.b Homogénéisation numérique

Pour évaluer le comportement homogénéisé de matériaux poreux, l'homogénéisation numérique consiste à réaliser un calcul sur un élément de volume représentatif avec les conditions aux limites appropriées (Koplik & Needleman, 1988). La Fig. 3.21a montre par exemple un des maillages éléments finis utilisés dans la suite, ainsi que son équivalent (Fig. 3.21b) pour la réalisation de calculs par méthode FFT pour laquelle une grille régulière est utilisée y compris dans la cavité. Les calculs éléments finis sont réalisés avec le code `Cast3M` (CEA, 2018b) et les calculs FFT avec le code `AMITEX_FFTP` (CEA, 2018a). Deux types de calculs peuvent être réalisés. Le premier consiste, de manière équivalente à l'analyse limite, à rechercher la charge limite d'une cellule poreuse en absence d'écroutissage et dans l'Hypothèse de Petites Perturbations (HPP). Cela permet de valider numériquement les expressions obtenues par l'analyse limite, d'où la terminologie d'analyse limite numérique. La Fig. 3.22 montre un exemple de ce type de calcul : une cellule poreuse monocristalline est soumise à un chargement de type extension uniaxiale jusqu'à saturation des champs mécaniques locaux et globaux. La contrainte de saturation est la contrainte de coalescence.

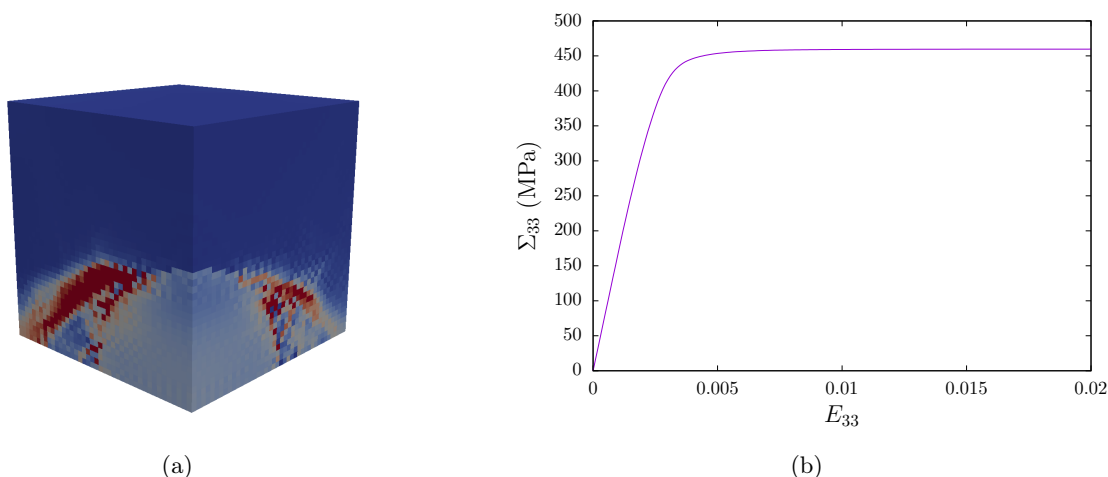


FIGURE 3.22 – Simulation FFT d'une cellule poreuse monocristalline sous chargement d'extension uniaxiale en HPP (a) Champ de déformation équivalente (b) Évolution de la contrainte homogénéisée en fonction de la déformation

Le deuxième type de calcul consiste à rechercher le comportement homogénéisé du matériau poreux en prenant en compte l'effet de l'écroutissage et des grandes transformations. Pour cela, des conditions aux limites périodiques sont utilisées sur les cellules poreuses, et les calculs réalisés dans la suite correspondent au cas particulier de chargement axisymétrique où le tenseur des contraintes homogénéisé est de la forme :

$$\boldsymbol{\Sigma} = \Sigma_{33} \begin{pmatrix} \alpha & 0 & 0 \\ 0 & \alpha & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \quad (3.6)$$

Le paramètre α est relié à la triaxialité des contraintes T via la relation :

$$T = \frac{\Sigma_m}{\Sigma_{eq}} = \frac{1 + 2\alpha}{3(1 - \alpha)} \quad (3.7)$$

Le code `AMITEX_FFTP` permet d'imposer l'Eq. 3.6 en grandes transformations en ajustant les composantes du tenseur des déformations au cours des itérations de point fixe. Pour les simulations

éléments finis, l'Eq. 3.6 est satisfaite en ajustant le chargement mécanique au cours des itérations de résolution globale. Un exemple de ce type de calcul en grandes transformations est donné sur la Fig. 3.23 avec l'évolution de la cellule poreuse et le comportement macroscopique. Pour les faibles niveaux de déformation, l'augmentation de la porosité est compensée par l'écroutissement local du matériau autour de la cavité, conduisant à un écroutissement macroscopique. Lorsque l'écroutissement local n'est plus en mesure de contre-balancer l'évolution de la porosité, un adoucissement est observé tout en restant dans une déformation macroscopique triaxiale. Ces deux phases correspondent à la phase de croissance qui se termine quand la déformation macroscopique devient uniaxiale avec localisation de la déformation locale dans une bande. Le début de cette phase de coalescence correspond à la chute brutale de contrainte.

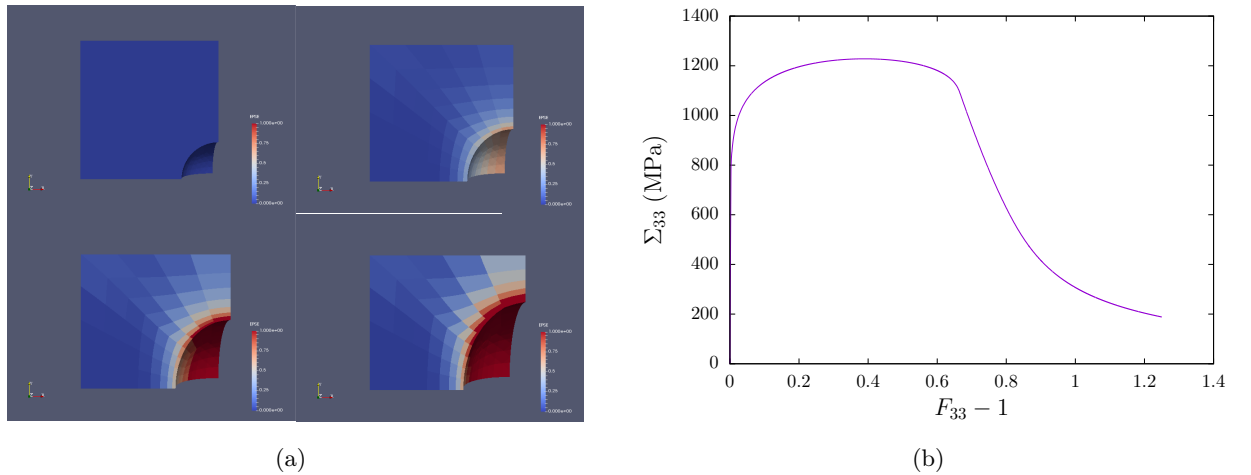


FIGURE 3.23 – Simulation par éléments finis en grandes transformations d'une cellule poreuse avec un matériau de von Mises écroutissable avec un chargement axisymétrique de triaxialité $T = 1$ (a) Champ de déformation équivalente (b) Évolution de la contrainte homogénéisée en fonction du gradient de la transformation

L'objectif est d'obtenir un modèle homogénéisé permettant de reproduire le type de courbe présenté sur la Fig. 3.23 pour les conditions d'intérêt, ce qui passe par l'obtention de critères de plasticité pour chacune des phases.

3.3.2 Critères de coalescence

Dans cette partie, les critères de coalescence développés au cours de ces travaux sont détaillés. En l'absence de cisaillement, la contrainte de coalescence est de la forme :

$$\frac{\Sigma_{33}}{\sigma_0} = \mathcal{F}(W, \chi) \quad (3.8)$$

avec Σ_{33} la contrainte macroscopique perpendiculaire au plan de coalescence, σ_0 la limite d'élasticité du matériau sain, et W et χ respectivement le facteur de forme et le rayon de la cavité normalisé par la taille du ligament (Fig. 3.24). L'étude initiale de (Thomason, 1985) a permis de déterminer la fonction \mathcal{F} pour des cavités tétraogonales dans des cellules cubiques (Eq. 3.5). Plus récemment, d'autres fonctions ont été proposées pour des cavités cylindriques à base circulaire (Benzerga & Leblond, 2014; Morin *et al.*, 2015) pour la plasticité de von Mises, puis étendue à la plasticité de Hill (Keralavarma & Chockalingam, 2016).

3.3.2.a Avec effet de formes de cavités

Pour plus de détails, (Hure & Barrioz, 2016; Barrioz et al. , 2018a)

Cette étude a été réalisée dans le cadre de la thèse de Pierre-Olivier BARRIOZ.

Les critères de coalescence développés théoriquement par analyse limite dans (Thomason, 1985; Benzerga & Leblond, 2014; Morin *et al.* , 2015; Keralavarma & Chockalingam, 2016) présentent tous la particularité de conduire à des contraintes infinies lorsque le facteur de forme de la cavité tend vers zéro. En d'autres mots, ces modèles prédisent l'impossibilité d'un mécanisme de coalescence pour un matériau constitué de micro-fissures. Ceci va à l'encontre des résultats d'analyse limite numérique et des observations expérimentales (Fig. 3.2b), et des corrections *ad-hoc* ont été proposées (Benzerga, 2002; Torki *et al.* , 2015; Keralavarma & Chockalingam, 2016). La cause de la déficience des modèles est assez simple à comprendre et provient du fait de considérer que tout se passe dans le ligament inter-cavités sur une hauteur égale à celle de la cavité. Lorsque celle-ci tend vers zéro, le taux de déformation dans le ligament tend vers l'infini ainsi que la contrainte de coalescence via l'Eq. 3.5.

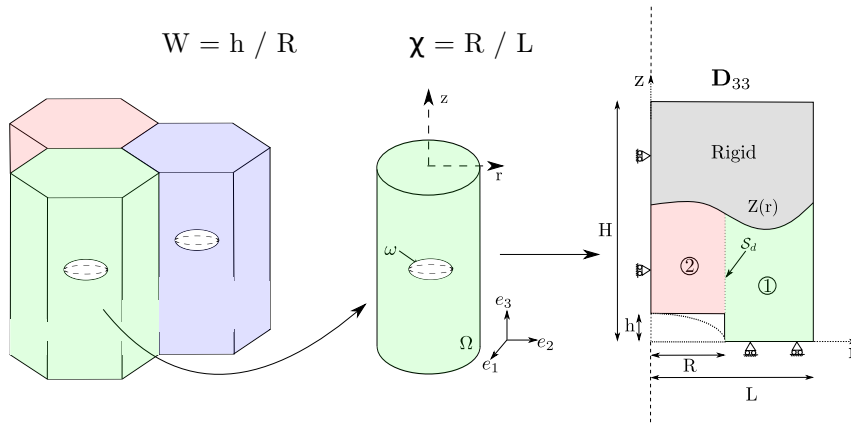


FIGURE 3.24 – Utilisation de cellules cylindriques comme approximation de cellules hexagonales et définition des zones pour l'analyse limite en coalescence

Il est alors possible d'enrichir l'analyse de (Benzerga & Leblond, 2014) pour des cavités cylindriques dans des cellules cylindriques pour remédier à ce problème. La zone qui se déforme autour de la cavité pendant la coalescence est autorisée à s'étendre au dessus de la cavité comme le montre la Fig. 3.24. Les champs de vitesses suivants sont définis :

$$\begin{cases} v_r^{①}(r, z) = \frac{HD_{33}}{X^2}(X - z) \left(\frac{L^2}{r} - r \right) \\ v_z^{①}(r, z) = \frac{HD_{33}}{X^2}(2Xz - z^2) \end{cases} \quad \begin{cases} v_r^{②}(r, z) = \frac{HD_{33}}{X^2}(X - z)\alpha r \\ v_z^{②}(r, z) = \frac{HD_{33}}{X^2}[-\alpha(2Xz - z^2) + (1 + \alpha)X^2] \end{cases} \quad (3.9)$$

Ces champs de vitesse sont cinématiquement admissibles et incompressibles, et peuvent donc être utilisés pour estimer la contrainte de coalescence par les Eqs. 3.3, 3.4, ce qui conduit à :

$$\frac{\Sigma_{33}}{\sigma_0} \leq \frac{I_1(n, \chi)}{\sqrt{3n^2\chi^2}} + \frac{(1 - \chi^2)}{\sqrt{3n^2\chi^4}} I_2(n, W, \chi) + \frac{2}{3\sqrt{3n^2}}(n - W)^3 \quad (3.10)$$

où le paramètre n correspond à la hauteur de la zone plastique normalisée par le rayon de la cavité, et I_1 et I_2 sont des fonctions intégrales. Minimiser numériquement le membre de droite de l'Eq. 3.10 par rapport à n permet d'obtenir une estimation de la contrainte de coalescence. En pratique, une

bonne approximation est $n \approx \max((3\chi)^{-1}, W)$. Pour savoir si l'Eq. 3.10 est une bonne estimation de la contrainte de coalescence, les prédictions sont comparées aux résultats de l'analyse limite numérique.

La Fig. 3.25 montre un très bon accord entre les prédictions théoriques et les résultats de l'analyse limite numérique pour des cavités prolates, et y compris pour le cas des fissures $W = 0$, et permet donc de remplacer les modifications *ad-hoc* proposées et calibrées dans (Benzerga, 2002; Torki *et al.*, 2015; Keralavarma & Chockalingam, 2016) par un critère théorique qui reste relativement simple et sans paramètre ajustable. À noter que l'Eq. 3.10 est valide pour un matrice entourant les cavités obéissant au critère de von Mises, mais qu'il serait possible d'étendre le calcul à une matrice anisotrope de type Hill.

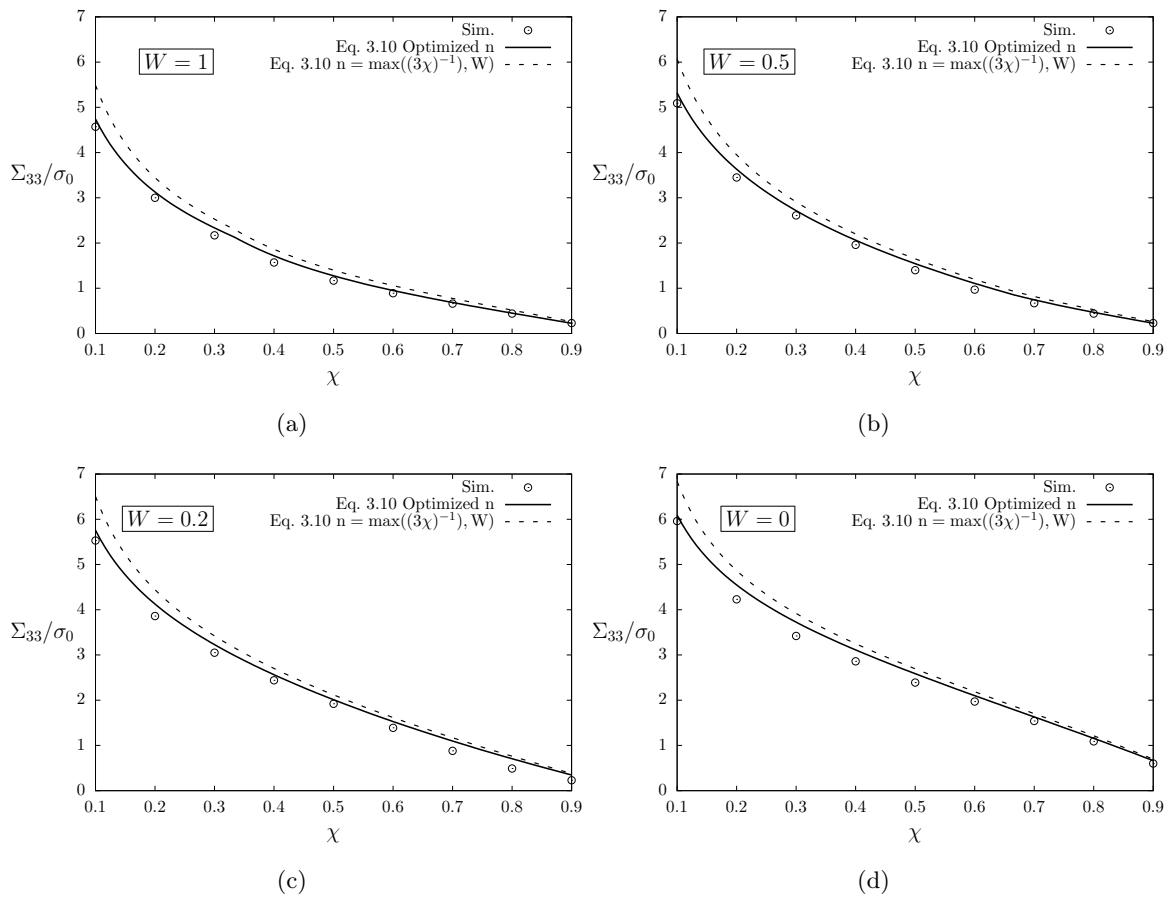


FIGURE 3.25 – Comparaisons de la contrainte de coalescence théorique (traits pleins et en pointillés) aux résultats de l'analyse limite numérique (points), pour différents rapports d'aspect de la cavité

Il est possible d'enrichir d'une autre manière les critères de coalescence développés dans (Thomason, 1985; Benzerga & Leblond, 2014; Morin *et al.*, 2015) en s'attaquant à une autre de leur déficience, à savoir le fait de ne considérer que les cavités sphéroïdales sur des motifs hexagonaux alors que les calculs de cellules poreuses (Cao *et al.*, 2015) et les observations expérimentales (Fig. 3.24) mettent clairement en avant des formes et des distributions de cavités potentiellement complexe à la coalescence. Des cellules cylindriques à base ellipsoïdale sont donc considérées dans lesquelles se trouvent des cavités ellipsoïdales (Fig. 3.26) de rayon R_1 , R_2 et R_3 , ce qui conduit à la définition de quatre paramètres sans dimension. $W_1 = R_3/R_1$ et $W_2 = R_3/R_2$ correspondent aux rapports

d'aspect de la cavité, $\chi_1 = R_1/L_1$ et $\chi_2 = R_2/L_2$ aux ligaments intercavités. Le paramètre $\alpha = L_1/L_2$ décrit l'anisotropie de la distribution de cavités dans le plan de coalescence. La difficulté, technique, réside dans le fait de trouver un champ de vitesse à la fois cinématiquement admissible et incompressible mais il se trouve que cela est possible en considérant une homothétie du champ de l'Eq. 3.9 dans la zone 1, ce qui conduit à l'Eq. 3.12. Ce champ de vitesse peut être utilisé pour estimer la contrainte de coalescence par les Eqs. 3.3, 3.4, ce qui conduit à :

$$|\Sigma_{33}| \leq \frac{\sigma_0}{\pi} \int_{R(t)/L_1}^1 \int_0^{2\pi} \sqrt{1 + \frac{1}{3r^4} \left[1 + \left(\frac{\alpha^2 - 1}{2\alpha} \sin 2\theta \right)^2 \right]} r dr d\theta \quad (3.11)$$

$$+ \frac{\sigma_0}{2\sqrt{3}\pi W_1 \chi_1 \alpha} \int_{R(\theta)/L_1}^1 \int_0^{2\pi} (1 - r^2) dr \sqrt{1 + (\alpha^2 - 1) \cos^2 \theta} d\theta$$

L'Eq. 3.11 fait intervenir des intégrales qu'il est facile d'évaluer numériquement. De plus, il est également possible pour certains cas particuliers d'obtenir des expressions analytiques comme par exemple pour des cellules et cavités homothétiques. La comparaison de ce critère avec les résultats numériques montre un bon accord (Fig. 3.27a,c,e), en particulier lorsque le paramètre α est proche de 1 ce qui correspond à de faibles déviations par rapport à une cellule cylindrique à base circulaire. Ce résultat était attendu car le champ de vitesse décrit par l'Eq. 3.12 est trop simple pour prétendre décrire l'ensemble de situations possibles. En particulier, il ne dépend pas de la forme de la cavité, ce qui conduit à des écarts significatifs entre les zones plastiques théoriques et celles observées dans les simulations (Fig. 3.27b,d,f).

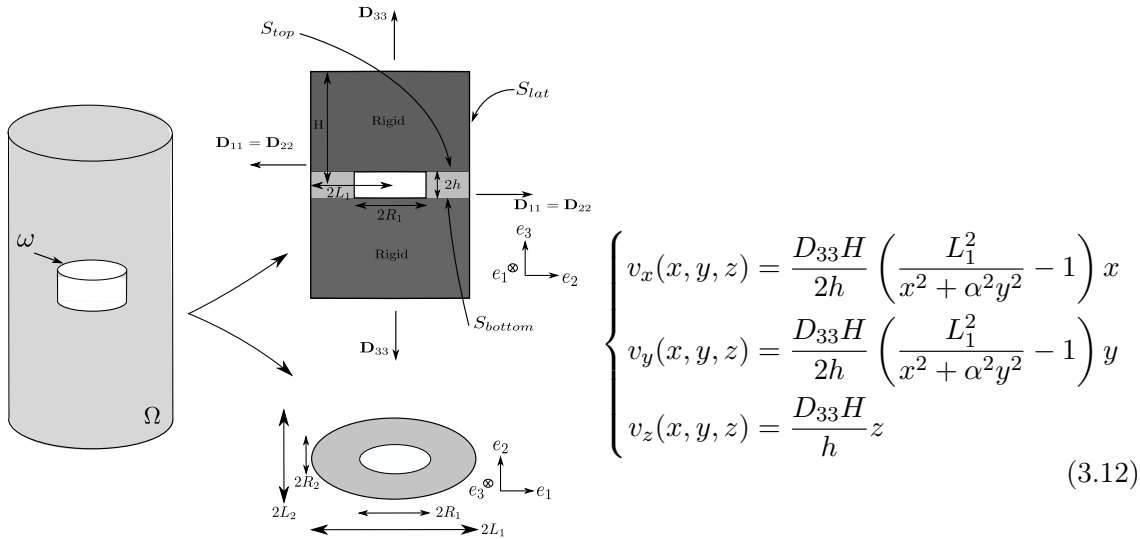


FIGURE 3.26 – Cellule cylindrique à base ellipsoïdale contenant une cavité cylindrique utilisée pour le calcul de la contrainte de coalescence

Les expressions développées (Eqs. 3.10, 3.11) de contraintes de coalescence pour un matériau de von Mises permettent d'étendre les résultats disponibles dans la littérature pour des formes et distributions spatiales de cavités plus complexes que celles considérées habituellement, à savoir réseau hexagonal ou cubique de cavités sphéroïdales. La deuxième extension nécessaire porte sur la prise en compte de l'effet de la taille des cavités, ce qui fait l'objet du paragraphe suivant.

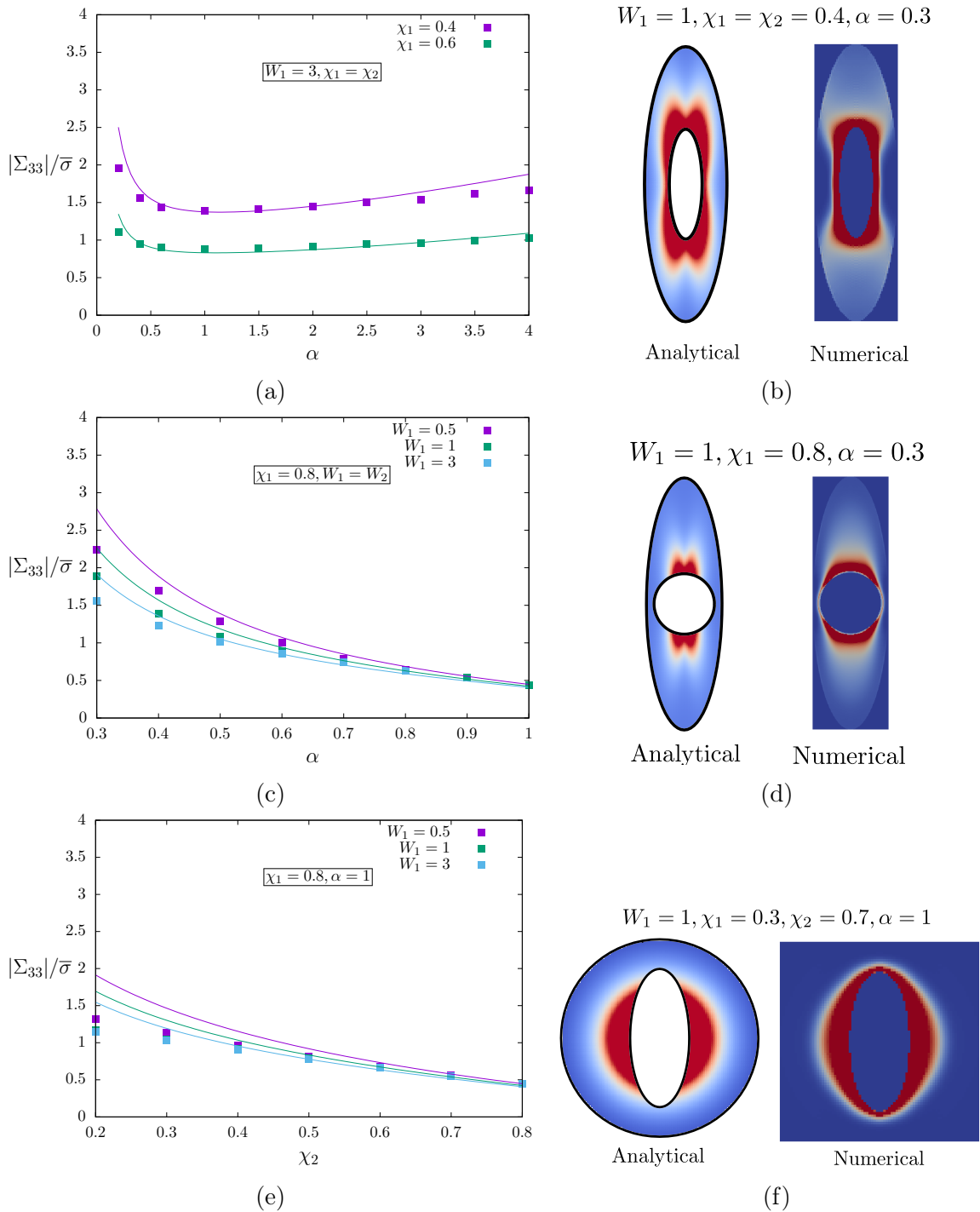


FIGURE 3.27 – (a,c,e) Contraintes de coalescence et (b,d,f) champs de taux de déformation plastique cumulée théoriques et numériques pour différentes configurations. Les points correspondent aux résultats numériques, les courbes à la prédiction théorique.

3.3.2.b Avec effet de taille

Pour plus de détails, (Gallican & Hure, 2017)

Cette étude a été réalisée dans le cadre du stage de Master de Valentin GALLICAN.

Comme détaillé dans le paragraphe 3.1.2, les effets de taille sur le comportement de matériaux poreux peut provenir d'une part du comportement mécanique de la matrice entourant les cavités, et d'autre part de la présence d'une interface matrice - cavité et d'une énergie de surface associée.

Ce deuxième effet peut être modélisé simplement dans le cadre de l'analyse limite en considérant la présence d'une zone entourant la cavité ayant un comportement mécanique différent de la matrice (Dormieux & Kondo, 2010). Cette zone d'épaisseur h a une limite d'élasticité $h\gamma$, où γ est la tension de surface de l'interface, ce qui conduit à la définition d'un nombre sans dimension $\Gamma = \gamma/[R\sigma_0]$ qui traduit l'effet de la taille R de la cavité. Le rapport γ/σ_0 est une longueur caractéristique du système provenant de la comparaison du comportement mécanique de la matrice et de l'interface : pour une taille de cavité grande devant cette longueur, l'effet de la présence de l'interface sera négligeable. L'utilisation de ce modèle en considérant une cellule cylindrique avec une cavité cylindrique permet de déterminer la contrainte de coalescence qui prend la forme :

$$\left(\frac{\Sigma_{33}}{\sigma_0}\right)_c = \left(\frac{\Sigma_{33}}{\sigma_0}\right)_c^{\Gamma=0} + \frac{2\Gamma}{\sqrt{3}}\sqrt{1+3\chi^4} \quad (3.13)$$

La contrainte de coalescence est la somme de deux termes, le premier provenant du comportement de la matrice, le second de l'interface matrice - cavité. Plus le paramètre Γ est grand, c'est-à-dire plus la contribution de l'interface à la dissipation plastique est importante, plus la contrainte de coalescence est élevée. L'Eq. 3.13 conduit aux résultats présentés sur la Fig. 3.28a quant à la dépendance de la contrainte normalisée de coalescence en fonction de la taille des cavités, pour différentes valeurs de la longueur caractéristique γ/σ_0 . Dès que $R \lesssim \gamma/\sigma_0 \Leftrightarrow \Gamma \gtrsim 1$, l'effet de taille sur la contrainte de coalescence est très significatif, ce qui correspond bien au fait que la modélisation de l'interface pénalise la déformation de celle-ci, et requiert des contraintes plus importantes. L'Eq. 3.13 a également été validée numériquement par comparaison à des simulations d'analyse limite numérique pour lesquelles l'interface est modélisée par la présence d'éléments coques suivant un critère de von Mises avec une limite d'élasticité 2D γ . Cette modélisation est la même que celle utilisée dans le paragraphe 3.2.1. La Fig. 3.28b montre le bon accord entre les prédictions et les résultats numériques pour des cavités allongées ($W = 3$).

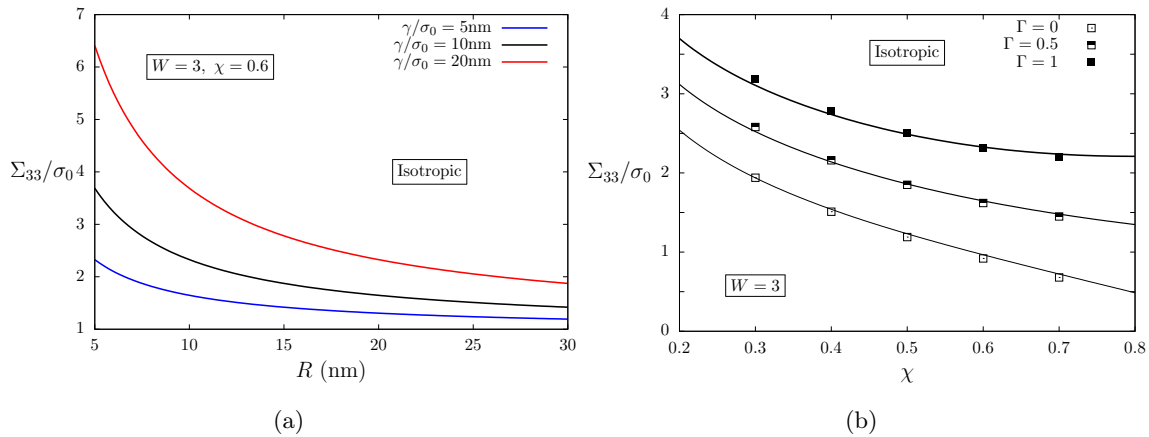


FIGURE 3.28 – (a) Évolution de la contrainte de coalescence prédite par l'Eq. 3.13 en fonction du rayon de la cavité, pour différentes valeurs de la longueur caractéristique γ/σ_0 (b) Comparaison des prédictions de l'Eq. 3.13 (traits pleins) aux résultats numériques (points)

L'Eq. 3.13 n'inclut qu'une des causes physiques possibles des effets de taille sur le comportement de matériau poreux, à savoir la présence d'une interface. Le deuxième effet mis en évidence par les simulations utilisant la plasticité à gradient est l'effet du comportement de la matrice qui introduit une autre longueur interne à comparer à la taille des cavités. Il est en fait possible d'obtenir une

expression analytique de la contrainte de coalescence par analyse limite en considérant que la matrice obéit non plus au critère de von Mises, mais par exemple au critère de Fleck-Willis de longueur interne L_{FW} . Plus simplement, un argument énergétique permet de ramener ce modèle à l'Eq. 3.13. En considérant une cellule poreuse soumise à un niveau de déformation d'ordre ε , la dissipation plastique dans la matrice est d'ordre $\sigma_0 \varepsilon R^3$. La contribution de l'interface est d'ordre $\gamma \varepsilon R^2$, alors que celle due aux effets de gradient dans le modèle de Fleck-Willis est d'ordre $\sigma_0 \varepsilon L_{FW} R^2$, ce qui conduit à une équivalence entre les deux modèles pour $L_{FW}/R = \sqrt{\Gamma}$. Cette équivalence énergétique permet de transformer l'Eq. 3.13 pour prendre en compte les effets de gradients de déformation sur la contrainte de coalescence.

Au-delà de l'obtention d'expressions de contraintes de coalescence prenant en compte l'effet de taille des cavités, la difficulté réside dans la détermination de la longueur interne associée, ainsi que son évolution. Pour le modèle associé à la tension de surface de l'interface γ , sa valeur étant connue au moins approximativement, le calcul de cette longueur interne ne pose pas de difficulté. En revanche, les modèles de plasticité à gradient, comme celui de Fleck-Willis, introduisent des longueurs internes dans les valeurs sont mal connues. De plus, ces longueurs internes sont liées à la densité de dislocations, et doivent donc a priori évoluer avec le niveau de déformation local, ce qui est encore moins bien connu.

Après les effets de forme et de distributions de cavités et l'effet de taille, la prise en compte de l'effet de l'orientation cristallographique sur la contrainte de coalescence a été mis en avant comme nécessaire pour des applications aux matériaux irradiés présentant des cavités intragranulaires, ce qui fait l'objet du paragraphe suivant.

3.3.2.c Avec effet de la cristallographie locale

Pour plus de détails, (Hure, 2019) et Annexe 5.2.2

La présence de cavités intragranulaires nécessite de développer des modèles homogénéisés pour matériaux poreux monocristallins. En ce qui concerne la coalescence, un premier critère a été proposé dans (Yerra *et al.*, 2010) basé sur le modèle de Thomason, valide pour les matériaux isotropes, et une estimation de la contrainte d'écoulement locale. Une autre approche est développée ici. Le cadre théorique de la plasticité cristalline (Asaro, 1983; Méric & Cailletaud, 1991) permet de prendre en compte l'anisotropie due à l'activation des systèmes de glissement, mais présente une difficulté quant à son utilisation dans l'analyse limite. Plus spécifiquement, l'Eq. 3.3 n'est plus utilisable car il n'existe pas de formule permettant de calculer la dissipation plastique locale uniquement à partir du champ de déformation local. Cela est dû à l'indétermination des systèmes de glissement intrinsèque à cette formulation. D'autres voies ont donc été utilisées pour le développement de modèles homogénéisés dans la phase de croissance (Paux *et al.*, 2015; Mbiakop *et al.*, 2015). En restant dans le cadre de l'analyse limite, une approximation simple permet cependant d'avancer. Le facteur de Taylor M est défini tel que :

$$M(\mathbf{d}) = \frac{\sum_{\alpha} \dot{\gamma}_{\alpha}}{d_{eq}} \quad (3.14)$$

et relie localement le glissement plastique cumulé à la déformation équivalente de von Mises. Dès

lors, il est possible d'approximer le calcul de la dissipation plastique macroscopique :

$$\begin{aligned}
\Pi(D_{33}) &= \frac{1}{V} \int_V \tau_0 \sum_{\alpha} \dot{\gamma}_{\alpha} dV \\
&= \frac{1}{V} \int_V M(\mathbf{d}) \tau_0 d_{eq} dV \\
&\approx \left(\frac{1}{V} \int_V M(\mathbf{d}) dV \right) \left(\frac{1}{V} \int_V \tau_0 d_{eq} dV \right)
\end{aligned} \tag{3.15}$$

Cette approximation conduit à une estimation de la dissipation plastique macroscopique équivalente à celle obtenue en considérant un matériau de von Mises de limite d'écoulement σ_0 , avec :

$$\sigma_0 = \tau_0 \left(\frac{1}{V} \int_V M(\mathbf{d}) dV \right) \tag{3.16}$$

Il suffit dès lors de remplacer σ_0 par la formule donnée par l'Eq. 3.16 dans un critère de coalescence obtenu pour un matériau de Mises, par exemple celui décrit dans (Benzerga & Leblond, 2014), pour obtenir la contrainte de coalescence pour un monocristal poreux :

$$\frac{\Sigma_{33}}{\tau_0} = M_1 t(W, \chi) \left[\frac{\chi^3 - 3\chi + 2}{3\sqrt{3}W\chi} \right] + M_2 \frac{b}{\sqrt{3}} \left[2 - \sqrt{1 + 3\chi^4} + \ln \frac{1 + \sqrt{1 + 3\chi^4}}{3\chi^2} \right] \tag{3.17}$$

où M_1 et M_2 sont calculés comme des moyennes volumiques des facteurs de Taylor locaux en utilisant les champs de déformations théoriques utilisés dans (Benzerga & Leblond, 2014). L'évaluation numérique de ces facteurs de Taylor moyens ne posent pas de difficultés particulières, et les facteurs de Taylor locaux sont calculés par optimisation linéaire sous la contrainte de glissement plastique minimal. Des simulations d'analyse limite numériques sont réalisées pour évaluer le caractère prédictif de l'Eq. 3.17, et évaluer l'approximation faite dans l'Eq. 3.15, pour différents systèmes de glissement (CFC, HCP) et orientations cristallographiques. La Fig. 3.29a montre un très bon accord entre les prédictions et les résultats numériques dans tous les cas pour les cavités allongées ($W = 3$). L'accord est d'autant plus surprenant que le champ de déformation de l'analyse limite est celui utilisé pour le cas d'un matériau isotrope qui est significativement différent de ce qui est observé dans les simulations monocristallines (Fig. 3.29b).

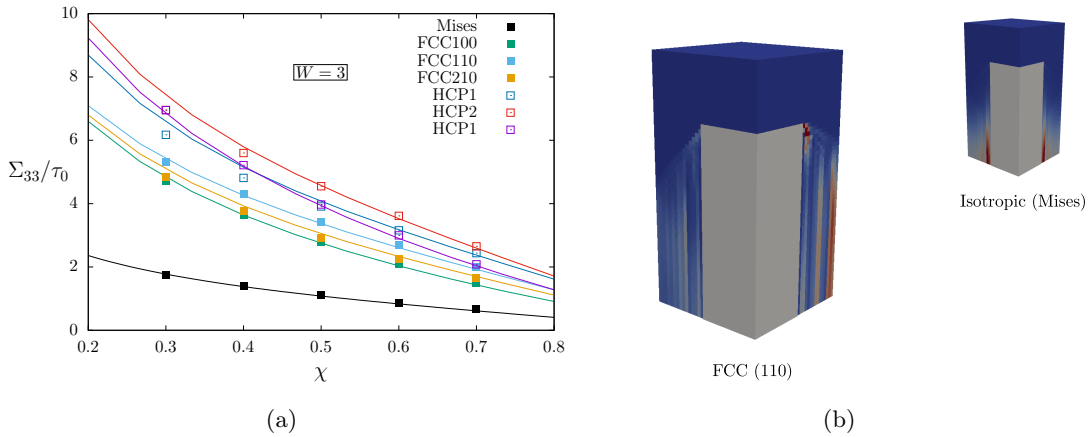


FIGURE 3.29 – (a) Comparaison des prédictions de l'Eq. 3.17 (traits pleins) aux résultats numériques (points) pour différents systèmes de glissement (CFC, HCP) et orientations cristallographiques (b) Champs de déformation plastique équivalente obtenus numériquement

Afin de tester la dépendance à l'orientation cristallographique, des simulations d'analyse numérique sont réalisées pour un grand nombre d'orientations cristallographiques pour un matériau CFC, et les contraintes de coalescence sont comparées aux prédictions de l'Eq. 3.17. Les résultats présentés sur la Fig. 3.30 montre un très bon accord pour l'ensemble des orientations cristallographiques, avec des erreurs maximales de l'ordre de 10%.

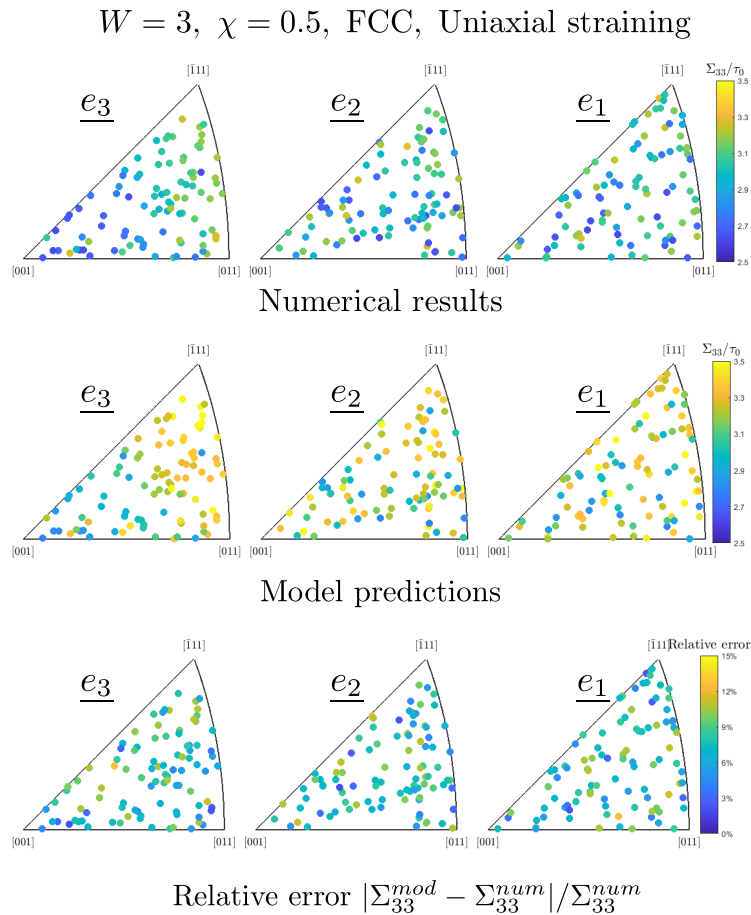


FIGURE 3.30 – Comparaison des prédictions de l'Eq. 3.17 aux résultats numériques pour différentes orientations cristallographiques

3.4 Conclusion : Un exemple d'application

Pour plus de détails, (Scherer & Hure, 2019)

Cette étude a été réalisée dans le cadre du stage de Master de Jean-Michel SCHERER.

Les protocoles expérimentaux développés ont permis de mettre en évidence d'une part que l'effet de la localisation de la déformation observé dans les matériaux irradiés n'est a priori pas un effet du premier ordre dans le cadre de la rupture ductile, et que d'autre part les nanocavités doivent être prises en compte. Ces résultats permettent d'appliquer les modèles homogénéisés pour matériaux poreux obtenus en faisant l'hypothèse de comportement homogène de la matrice entourant les cavités. Les nouveaux critères de coalescence développés peuvent être couplés aux critères de plasticité disponibles dans la phase de croissance pour obtenir des lois de comportements utilisables pour simuler ces matériaux poreux. À titre d'exemple, un modèle pour matériaux nanoporeux est décrit dans ce paragraphe.

Un critère de plasticité a été proposé par (Monchiet & Kondo, 2013) pour décrire la phase de croissance de matériaux nanoporeux, avec prise en compte de l'effet de l'interface. Afin de prendre en compte l'érouissage du matériau, et suivant le démarche décrite dans (Besson, 2010), ce critère est interprété comme une définition de la limite d'écoulement σ^* du matériau afin de prendre en compte l'érouissage, soit :

$$\phi_{\text{Growth}}(\boldsymbol{\sigma}, f, \Gamma, \sigma^*) = 0 \quad (3.18)$$

De manière similaire, le critère de coalescence pour matériaux nanoporeux (Eq. 3.13) peut se mettre sous la forme :

$$\phi_{\text{Coalescence}}(\boldsymbol{\sigma}, f, \Gamma, \sigma^*) = 0 \quad (3.19)$$

Finalement, le critère de plasticité incluant les phases de croissance et de coalescence s'écrit :

$$\phi = \max(\sigma_{\text{Growth}}^*, \sigma_{\text{Coalescence}}^*) - R \leq 0 \quad (3.20)$$

avec R l'érouissage isotrope de la matrice. Ce critère hybride (Eq. 3.20) est complété d'une part par la loi de normalité pour définir la direction de l'écoulement plastique, et d'autre part par les lois qui permettent de décrire les évolutions des nouvelles variables internes du modèle, à savoir la porosité et la forme de la cavité. L'implémentation numérique est finalement réalisée avec le générateur de codes **MFront**. La principale difficulté de ce type de modèle est le choix de la loi d'évolution de la forme de la cavité dans la phase de croissance : l'analyse limite n'apporte pas d'informations sur celle-ci, et une loi empirique est utilisée et calibrée par comparaisons aux calculs de cellules poreuses. Ce problème ne se pose pas dans la phase de coalescence pour laquelle la cinématique et la conservation du volume permettent d'obtenir cette loi d'évolution.

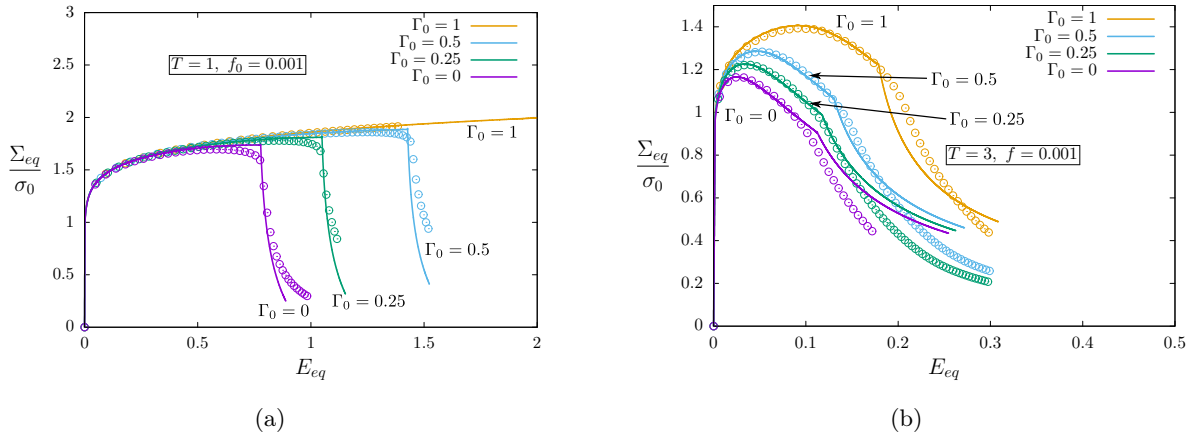


FIGURE 3.31 – Évolution de la contrainte de von Mises en fonction de la déformation équivalente de von Mises pour différents matériaux nanoporeux (définis par leurs valeurs initiales de Γ_0) de porosité initiale 0.1% sous chargement axisymétrique de triaxialité (a) $T = 1$ and (b) $T = 3$. Comparaisons des calculs de cellules poreuses (points) au modèle homogénéisé (traits pleins)

La Fig. 3.31 montre la comparaison des prédictions du modèle homogénéisé aux calculs de cellules poreuses. Un bon accord est obtenu, ce qui permet de valider ce modèle homogénéisé pour matériaux nanoporeux et de pouvoir l'utiliser pour réaliser des calculs de structures. Une démarche similaire peut être réalisée en utilisant les autres critères de coalescence, en couplant par exemple le critère de croissance pour cavités ellipsoïdales dans une matrice de von Mises (Madou & Leblond, 2012)

avec les critères de coalescence prenant en compte les effets de formes de cavités (Eqs. 3.10, 3.11). Le développement d'un modèle homogénéisé pour matériaux poreux monocristallins couplant par exemple le critère de (Paux *et al.* , 2015) à l'Eq. 3.17 fait l'objet de travaux en cours décrits dans le paragraphe suivant.

Projet de recherche

4.1	Travaux en cours	88
4.1.1	Corrosion sous contraintes	88
4.1.1.a	Modèle simplifié pour les contraintes intergranulaires	88
4.1.1.b	Calibration de la loi de comportement	89
4.1.2	Rupture ductile	89
4.1.2.a	Vers des modèles régularisés	89
4.1.2.b	Déchirure de monocristaux	90
4.2	Perspectives de recherche	91

4.1 Travaux en cours

Deux exemples parmi d'autres de travaux en cours sur chaque thématique qui prolongent les résultats décrits précédemment sont présentés dans cette partie.

4.1.1 Corrosion sous contraintes

4.1.1.a Modèle simplifié pour les contraintes intergranulaires

Les calculs éléments finis d'agrégats polycristallins permettent d'estimer efficacement les contraintes intergranulaires. Des lois phénoménologiques simples peuvent ainsi être obtenues et utilisées dans le cadre d'une approche mésoscopique de prédiction de la fissuration. Les lois présentées ne sont valides que pour un chargement macroscopique de type traction simple, et le type de loi de comportement de plasticité cristalline peut influencer significativement sur les paramètres des lois empiriques obtenues. En se restreignant au cas de l'élasticité, il est possible d'aller plus loin dans l'obtention de modèles simples de distributions de contraintes intergranulaires suivant une variante du modèle décrit dans (Kanjarla *et al.*, 2010). Un bicristal est considéré avec un joint de grains de normale \mathbf{n} soumis à une déformation homogène \mathbf{E}_b (Fig. 4.1a). Chaque grain obéit à la loi de Hooke anisotrope. L'équilibre mécanique impose des contraintes et des déformations uniformes dans chaque cristal, et les composantes peuvent être obtenues en utilisant (1) les conditions aux limites en contraintes à l'interface (2) la compatibilité des champs de déformations à l'interface et (3) la déformation moyenne imposée. La dernière étape est l'évaluation de la déformation homogène à l'échelle d'un bicristal plongé dans un agrégat polycristallin supposé non texturé. Les constantes élastiques macroscopiques, module d'Young et coefficient de Poisson, sont évaluées de manière autocohérente. Pour un état de contrainte macroscopique, la déformation moyenne de l'agrégat \mathbf{E}_a peut ainsi être obtenue, et il est fait l'hypothèse que $\mathbf{E}_b = \mathbf{E}_a$.

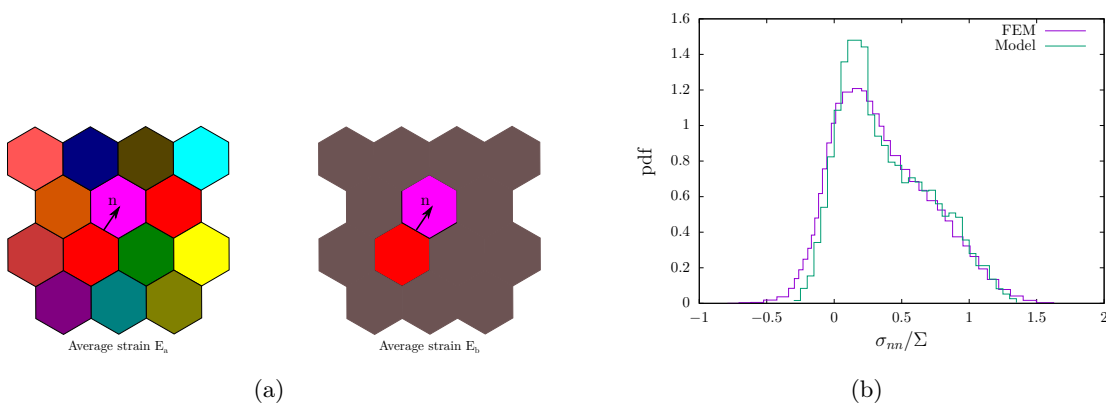


FIGURE 4.1 – (a) Bicristal soumis à une déformation moyenne \mathbf{E}_b (b) Distributions de contraintes normales intergranulaires pour un agrégat polycristallin de Fer γ en traction simple

En réalisant des tirages aléatoires d'orientation du joint de grains et des orientations cristallographiques, il est alors possible d'estimer les distributions de contraintes normales intergranulaires. La Fig. 4.1b montre un très bon accord entre les prédictions de ce modèle simplifié et les calculs éléments finis pour un agrégat en Fer γ en traction simple. Les calculs en cours montrent également que ce modèle simplifié donne des résultats tout aussi satisfaisant pour différents matériaux, conditions de chargement et même en considérant uniquement certains types de joints de grains dans l'agrégat.

Cet algorithme de type Monte-Carlo est beaucoup plus rapide que les calculs éléments finis et plus physiques que les lois phénoménologiques, et pourra donc s'intégrer dans la démarche décrite.

4.1.1.b Calibration de la loi de comportement

Cette étude est réalisée dans le cadre de la thèse de Jean-Michel SCHERER.

La loi de comportement de plasticité cristalline utilisée pour la détermination des champs mécaniques locaux dans les aciers austénitiques fait intervenir des paramètres qu'il est nécessaire de calibrer. Dans la version actuelle, cette calibration a été effectuée par comparaison des résultats de calculs d'agrégats polycristallins à des courbes de traction expérimentales (Han, 2012), mais aucune vérification n'a été effectuée à l'échelle du monocristal que ce soit à l'état non irradié ou irradié. Des essais sont donc réalisés sur un monocristal d'acier de type 316L à l'état non irradié avec des éprouvettes de dimensions typiques 20mm x 2mm, suivant deux orientations cristallographiques (Fig. 4.2a). Un mouchetis est déposé sur les éprouvettes afin de déterminer les champs de déformations locaux, et en particulier les conditions aux limites. Les essais sont réalisés à 300°C.

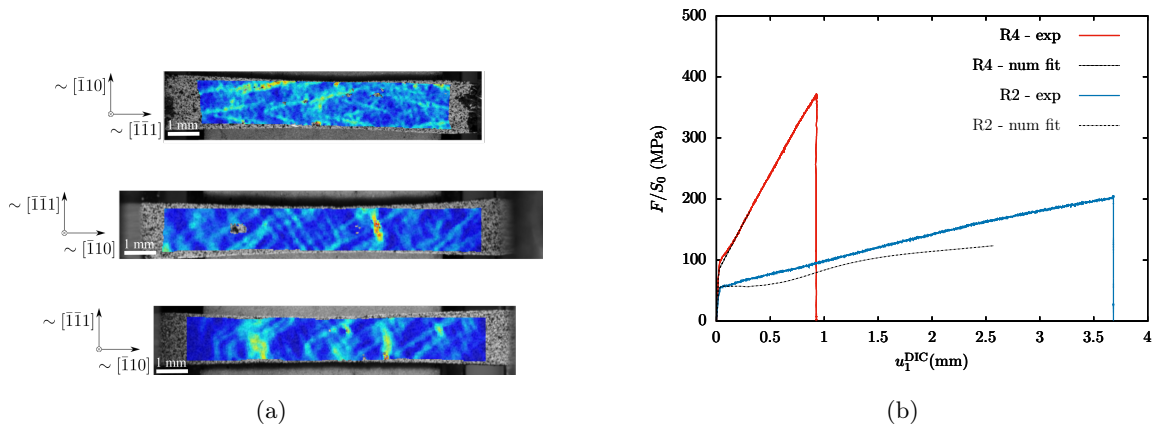


FIGURE 4.2 – (a) Champs de déformation obtenus par corrélation d'images sur des éprouvettes monocristallines en acier 316L (b) Comparaisons des courbes force-déplacement expérimentales et numériques

Les essais sont simulés avec la loi de plasticité cristalline, et les paramètres sont ajustés par comparaison des courbes expérimentales et numériques (Fig. 4.2b). La détermination des champs de déformation par corrélation d'images permet également de vérifier les prédictions numériques, et sera particulièrement utile à l'état irradié pour lequel le comportement adoucissant conduira à des hétérogénéités de déformations. En parallèle de cette caractérisation à l'état non irradié, un monocristal d'acier 316L a été irradié avec des protons jusqu'à une dose de 1dpa, ce qui permettra de reprendre cette démarche à l'état irradié.

4.1.2 Rupture ductile

4.1.2.a Vers des modèles régularisés

Pour plus de détails, (Scherer et al. , 2019)

Cette étude est réalisée dans le cadre de la thèse de Jean-Michel SCHERER.

Les lois de plasticité cristalline prenant en compte l'évolution des défauts d'irradiation ou les lois de comportement pour matériaux poreux présentent toutes deux la particularité d'être adoucissantes. Ceci conduit à une dépendance pathologique à la taille de mailles dans les simulations éléments finis. Diverses stratégies de régularisation ont été développées dans la littérature pour s'affranchir de ce problème et introduire au moins une longueur caractéristique. Un modèle de plasticité cristalline micromorphe a été utilisé pour étudier la régularisation de bande de cisaillement dans des matériaux sans ou avec cavités (Fig. 4.3a). L'un des points clés de cette étude est de mettre en évidence la nécessité de prendre en compte des paramètres du modèle micromorphe variables afin d'obtenir une longueur de régularisation constante.

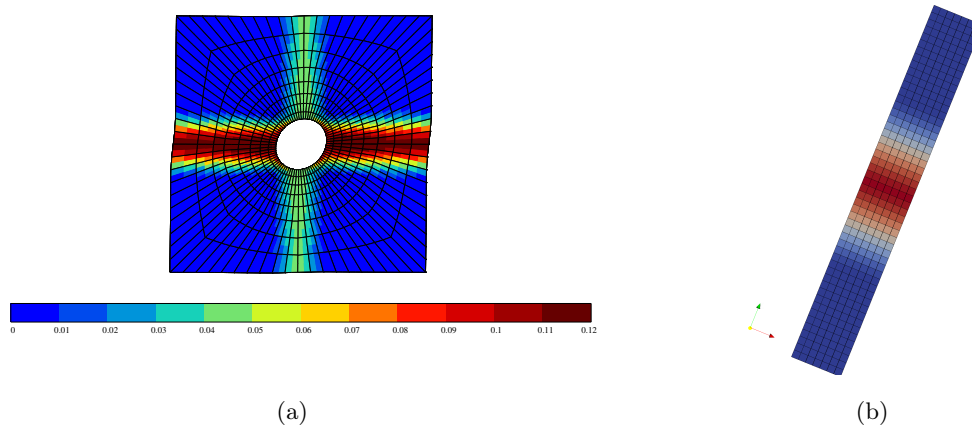


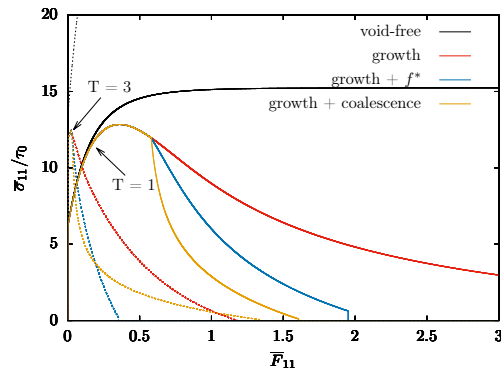
FIGURE 4.3 – Application du modèle de plasticité cristalline micromorphe pour la régularisation de bande de cisaillement (a) dans des simulations éléments finis (b) dans des simulations par transformées de Fourier

L'efficacité numérique de ce modèle de plasticité cristalline à gradient dépend fortement de l'implémentation, et les travaux portent sur différentes stratégies numériques, par pénalisation ou introductions de multiplicateurs de Lagrange. Une autre stratégie est en cours d'étude afin d'utiliser ce modèle pour la réalisation de calculs avec le logiciel AMITEX_FFPT (Fig. 4.3b).

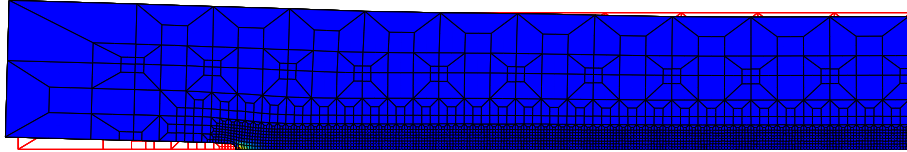
4.1.2.b Déchirure de monocristaux

Cette étude est réalisée dans le cadre de la thèse de Jean-Michel SCHERER.

Les critères de plasticité pour matériaux monocristallins poreux disponibles dans les phases de croissance et de coalescence permettent désormais de construire un modèle pour monocristaux poreux utilisable pour simuler la déchirure ductile. Pour chacune des phases, différents critères sont disponibles, pouvant donc conduire à des variantes. Sur la base du modèle de (Ling *et al.*, 2016), deux manières de prendre en compte la phase de coalescence ont été considérées, soit en utilisant une porosité effective de manière similaire au modèle GTN, soit en utilisant le critère de coalescence de Thomason (Thomason, 1985) avec une démarche similaire sur le principe à celle présentée dans (Yerra *et al.*, 2010). La Fig. 4.4 montre les prédictions du modèle homogénéisé et l'utilisation de ce dernier pour simuler la déchirure ductile de monocristaux. Le modèle a également été implémenté avec le formalisme micromorphe afin de s'affranchir de la dépendance à la taille de mailles. En parallèle, une autre variante est en cours d'étude basée sur le critère de (Paux *et al.*, 2015) et le critère de coalescence présenté dans le paragraphe 3.3.2.c.



(a)



(b)

FIGURE 4.4 – (a) Prédications du modèle homogénéisé pour monocristaux poreux sous chargement axisymétrique en fonction des différentes variantes (b) Utilisation du modèle pour réaliser une simulation de déchirure ductile

4.2 Perspectives de recherche

Le projet de recherche pour les 4 prochaines années est constitué de la poursuite des deux thématiques étudiées au cours de la période 2013 - 2019, à savoir rupture ductile et corrosion sous contraintes des matériaux irradiés, ainsi que le développement d'une activité concernant la rupture fragile.

THÉMATIQUE N°1 : RUPTURE DUCTILE PAR CROISSANCE ET COALESCENCE DE CAVITÉS

L'objectif principal de cette thématique est de pouvoir simuler de manière robuste et quantitative la rupture ductile des alliages métalliques fortement irradiés sur la base de modèles à bases physiques, en prenant le cas des aciers austénitiques inoxydables comme archétype de matériau ductile présentant une forte évolution des propriétés mécaniques avec l'irradiation. Les recherches antérieures ont permis de progresser vers cet objectif avec notamment la détermination de critères de plasticité applicables pour les fortes porosités et cavités intragranulaires / monocristaux poreux ainsi que de proposer un formalisme numérique à gradient.

Le premier axe de recherche de cette thématique vise maintenant d'une part à capitaliser ces résultats sous la forme d'implémentation numérique de référence des modèles homogénéisés complets (croissance et coalescence). Les implémentations seront réalisées dans le générateur de codes **MFront** permettant ainsi l'utilisation dans différents codes de calculs. D'autre part, ces lois de comportement seront utilisées pour simuler la rupture ductile des aciers austénitiques fortement irradiés, ajuster les paramètres des modèles et prédire de manière quantitative l'évolution des propriétés de rupture avec l'irradiation (Fig. 4.5).

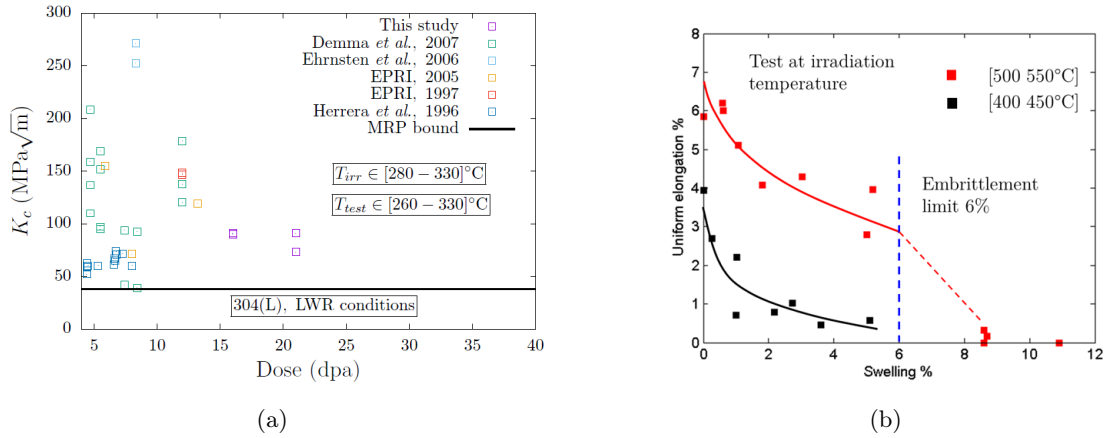


FIGURE 4.5 – (a) Évolution de la ténacité avec le niveau d’irradiation en conditions REP (Hure *et al.*, 2018) (b) Évolution de la déformation uniforme avec le niveau de gonflement (porosité) d’éprouvettes de traction irradiées en conditions RNR (Courcelle *et al.*, 2019)

Le deuxième axe de recherche porte sur le mode de rupture ductile intergranulaire (Fig. 4.6a), observé du fait de la présence d’inclusions et /ou de cavités au niveau des joints de grains (Courcelle *et al.*, 2019). Ce mode de rupture se retrouve également pour d’autres matériaux en dehors du contexte nucléaire. Il existe peu d’études à ce jour traitant de la description du comportement mécanique de cavités intergranulaires (Liu *et al.*, 2009), et pas de modèle homogénéisé permettant de reproduire ce comportement. L’objectif est donc de décrire le comportement de cavités intergranulaires sous chargement mécanique, d’étudier la compétition entre rupture ductile inter- et trans- granulaire, et d’introduire l’ensemble des modèles sous la forme d’une loi de comportement homogénéisée.

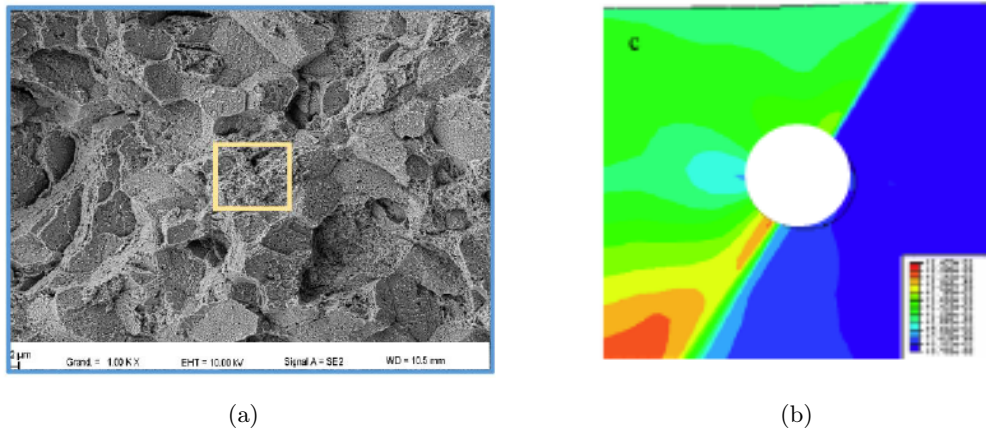


FIGURE 4.6 – (a) Observation MEB de rupture ductile intergranulaire sur un acier austénitique fortement irradié (Courcelle *et al.*, 2019) (b) Simulation par éléments finis du comportement d’un matériau poreux avec cavités localisées aux joints de grains (Liu *et al.*, 2009)

Cet axe de recherche fait l’objet de la thèse de Cédric SENAC (2020-2023).

Le troisième axe de recherche, de nature plus prospectif, porte enfin sur la détermination et la modélisation de la nucléation de cavités pour des inclusions submicrométriques (Noell *et al.*, 2017). Les observations MET de matériaux fortement irradiés montrent dans certaines conditions la présence d’une très grande densité de précipités nanométriques. Peu de données existent quant

à la nucléation de cavités à partir de ces précipités. Il est donc envisagé de réaliser des expériences modèles sur des matériaux irradiés aux ions afin d'évaluer des lois de germination.

THÉMATIQUE N°2 : CORROSION SOUS CONTRAINTES ASSISTÉE PAR L'IRRADIATION

L'objectif principal de cette thématique est de pouvoir prédire de manière quantitative l'amorçage de la fissuration intergranulaire sur les aciers inoxydables austénitiques irradiés par un phénomène de corrosion sous contraintes, à la fois en ce qui concerne la localisation des fissures à l'échelle des grains, les seuils en termes de chargements mécaniques et la prise en compte de l'oxydation. Les recherches antérieures et celles menées par les diverses équipes de recherche à l'international ont permis de mettre en place les méthodologies de caractérisation expérimentale et de mettre en évidence les conditions nécessaires de fissuration. Cependant, la prédiction quantitative reste un challenge, au moins du fait de deux aspects qui constituent les axes de recherche.

Le premier axe de recherche porte sur la caractérisation de la résistance mécanique des joints de grains en fonction du niveau d'oxydation et du niveau d'irradiation (Fig. 4.7). Une caractérisation expérimentale approfondie sera conduite à partir de matériaux irradiés aux ions et basée sur des essais micromécaniques (Stratulat *et al.*, 2016), conduisant à une base de données décrivant la résistance en fonction de l'orientation des joints de grains, du temps d'oxydation et du niveau d'irradiation.

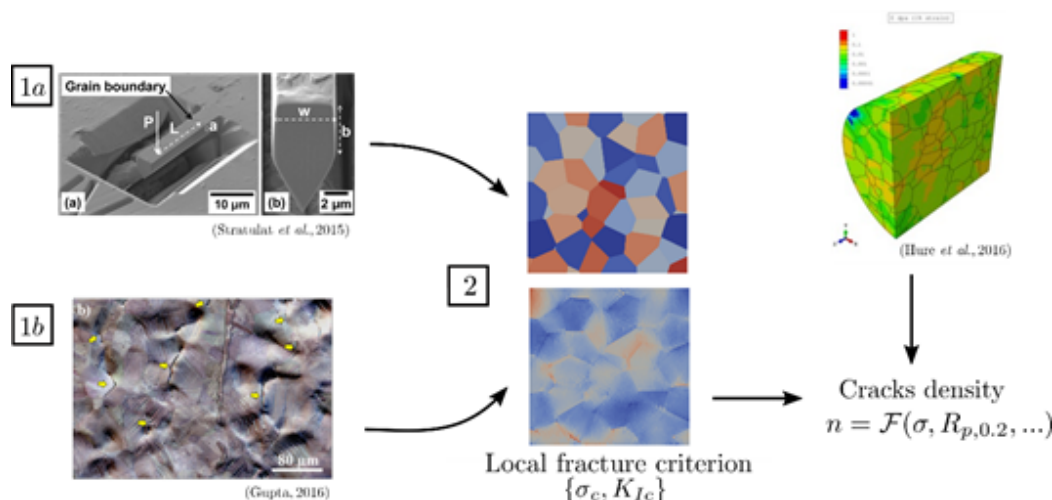


FIGURE 4.7 – Démarche de caractérisation de la résistance mécanique des joints de grains en fonction du niveau d'oxydation et du niveau d'irradiation

Cet axe de recherche fait l'objet de la thèse de Rachma AZIHARI (2019-2022).

Le deuxième axe de recherche porte sur la modélisation du comportement mécanique des joints de grains. Si les observations expérimentales mettent en avant la nécessité de modéliser et de simuler les bandes de localisation et leurs interactions avec les joints de grains, ceci reste à l'heure actuelle un travail de longue haleine. Une alternative à plus court terme vise à déterminer des critères de transmission de dislocations / bandes de localisation au niveau des joints de grains, et d'appliquer des modèles phénoménologiques pour amplifier les contraintes locales. Une étude expérimentale approfondie est donc nécessaire pour calibrer des critères de transmission de

dislocations, et ce en fonction du niveau d'irradiation.

THÉMATIQUE N°3 : RUPTURE FRAGILE DES MATÉRIAUX IRRADIÉS

L'acier constitutif des cuves des réacteurs nucléaires présente une transition fragile-ductile dont la température caractéristique de transition évolue avec l'irradiation, ce qui en fait un sujet d'étude particulièrement important dans le cadre de la sûreté des réacteurs. Plus généralement, cette problématique porte sur la prédiction de la rupture fragile des aciers ferritiques. Les modèles actuels entrants dans le cadre de l'approche locale de la rupture permettent de décrire les probabilités de rupture (Pineau *et al.* , 2016), au prix de simplifications qui limitent l'application des modèles à l'amorçage et non à la propagation, ni à l'arrêt de fissure ou à la prédiction des chemins de fissuration. L'approche variationnelle de la rupture, développée plus récemment et basée sur une généralisation du critère de rupture de Griffith (Francfort & Marigo, 1998), permet à la fois de prédire l'amorçage et la propagation de la rupture fragile, mais n'a cependant pas été confrontée de manière extensive à des données expérimentales.

Un axe de recherche prospectif est d'utiliser et d'étendre l'approche variationnelle de la rupture pour prédire la rupture fragile des aciers présentant une transition fragile-ductile, avec application au cas des aciers de cuve de centrales nucléaires, afin d'être en mesure d'étendre la capacité des modèles existants vers la description de la propagation et de l'arrêt de fissures. Cet objectif nécessite de traiter deux aspects, à savoir la prise en compte des aspects statistiques - caractéristiques de la transition fragile-ductile - et du couplage entre endommagement et plasticité dans l'approche variationnelle. La démarche de recherche reposera sur l'utilisation des bases de données existantes sur aciers ferritiques et le développement d'expériences ciblées. L'approche variationnelle de la rupture pourra également être utilisée dans le cadre de la thématique de recherche n°2.

Quelques mots pour conclure

Quelques mots sur les perspectives de recherche détaillées précédemment : celles-ci s'inscrivent dans la continuité des actions précédentes puisque le chemin reste encore long et sinueux avant de pouvoir aboutir à la prédiction quantitative, fiable et robuste de la rupture des matériaux utilisés dans les réacteurs nucléaires. Dans une période de demandes grandissantes d'innovations et d'actions *en rupture*, sans qu'on sache toujours très bien ce que cela peut bien vouloir dire, je crois que c'est l'un des rôles des grands instituts de recherche de soutenir des actions de recherche au long cours sur des sujets complexes, de mettre en place les outils, de récolter les données, et de construire dans la durée, et j'ai la faiblesse de penser que les innovations seront simplement le fruit des bons outils et des bonnes données. En cela, je dois dire que le programme dit de Recherche Scientifique et Technique de Base (RSTB) de la Direction des Énergies (DES) du CEA m'a permis de travailler sur ces sujets tout au long de ces 8 dernières années dans de bonnes conditions et de ne pas avoir, comme nombre de collègues universitaires, à courir après des appels à projets pour obtenir de quoi acheter du matériel ou financer des étudiants. Ce système permet aussi de pouvoir conduire une activité d'enseignement jusqu'à des volumes horaires qui permettent d'être en lien avec les collègues universitaires, activité d'enseignement que je souhaite poursuivre dans les années à venir. Mon espoir est que ce système subsiste. L'avenir le dira.

Quelques mots sur le fait de travailler dans le domaine du nucléaire : à un moment où les débats sur son avenir semblent s'embourber dans des arguments où la relativité (chère au physicien) disparaît pour laisser place à des critiques absolues, et où l'absence de décision constitue une nouvelle façon de décider, je dois dire que je me suis plusieurs fois questionné sur le fait de poursuivre mes recherches dans le domaine des matériaux pour le nucléaire. Ce doute récurrent tend néanmoins à s'atténuer, et le fait de réaliser cette synthèse y contribue, dans le sens où les recherches réalisées sont en fait applicables dans un contexte bien plus large, que ce soit pour la corrosion sous contraintes ou la rupture ductile. Quant à l'avenir du nucléaire, je crois (ou espère) qu'il apparaîtra comme ce que certain nomme notre *parachute ventral* dans les crises à venir liées au réchauffement climatique, dans le sens de quelque chose qui est susceptible d'amortir la chute. Je continuerai donc d'accumuler de l'expérience et de contribuer à la formation d'une nouvelle génération de mécaniciens dans ce domaine pour que nous soyons collectivement prêts, le moment venu, à contribuer au maximum de nos possibilités si cela s'avérait nécessaire.

Fessenheim 1 & 2, Indian Point 2 : ces réacteurs qui ont fait parlé d'eux, en tout cas de leur visserie d'internes, ont été arrêtés définitivement en 2020. Et pas à cause des vis ...

Chapitre **5**

Annexes

5.1 Curriculum Vitae

Jérémy HURE

50 rue des prés-hauts
92290 Châtenay-Malabry, France
(+33)6-22-34-41-19
jeremy.hure@cea.fr
<http://jeremy.hure.free.fr>

Nationality: French
Date of birth: July 15th, 1984
Married, 1 child

WORK EXPERIENCE

2012- **Research-Engineer**, French Atomic Energy and Alternative Energies Commission (CEA Saclay)
 CEA Expert in Fracture Mechanics
 Department of Materials for Nuclear Applications

EDUCATION

2009-2012 **PhD** in Physics (Paris-Diderot University)

2007-2009 **Engineer's degree** (École Nationale des Ponts et Chaussées)
 Mechanical Engineering, Materials Science

2004-2007 **Engineer's degree** (École Polytechnique)
 Solid Mechanics

PUBLICATIONS

1. D. Liang, J. Hure, A. Courcelle, S. El Shawish, and B. Tanguy. A micromechanical analysis of intergranular stress corrosion cracking of an irradiated stainless steel. *submitted*
2. J. Hure. Yield criterion and finite strain behavior of random porous isotropic materials. *submitted*
3. J.M. Scherer, V. Phalke, J. Besson, S. Forest, J. Hure, and B. Tanguy. Lagrange multiplier based vs micromorphic gradient-enhanced rate-(in)dependent crystal plasticity modelling and simulation. *Comput. Methods Appl. Mech. Eng.*, 372:113426, 2020
4. J. Hure, P.O. Barrioz, and B. Tanguy. Assessing size effects on the deformation of nanovoids in metallic materials. *Scripta Materialia*, 177:54–57, mar 2020
5. J.M. Scherer, J. Besson, S. Forest, J. Hure, and B. Tanguy. Strain gradient crystal plasticity with evolving length scale: Application to voided irradiated materials. *European Journal of Mechanics - A/Solids*, 77:103768, sep 2019
6. J.M. Scherer and J. Hure. A size-dependent ductile fracture model: Constitutive equations, numerical implementation and validation. *European Journal of Mechanics - A/Solids*, 76:135–145, jul 2019
7. P.O. Barrioz, J. Hure, and B. Tanguy. Effect of dislocation channeling on void growth to coalescence in FCC crystals. *Materials Science and Engineering: A*, 749:255–270, mar 2019
8. J. Hure. A coalescence criterion for porous single crystals. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 124:505–525, mar 2019
9. P.O. Barrioz, J. Hure, and B. Tanguy. On void shape and distribution effects on coalescence criterion. *Journal of Applied Mechanics*, 86:011006, sep 2018
10. A. Renault-Laborne, J. Hure, J. Malaplate, P. Gavaille, F. Sefta, and B. Tanguy. Tensile properties and deformation microstructure of highly neutron-irradiated 316 stainless steels at low and fast strain rate. *Journal of Nuclear Materials*, 508:488–504, sep 2018

11. S. El Shawish and J. Hure. Intergranular normal stress distributions in untextured polycrystalline aggregates. *European Journal of Mechanics - A/Solids*, 72:354–373, nov 2018
12. P.O. Barrioz, J. Hure, and B. Tanguy. Void growth and coalescence in irradiated copper under deformation. *Journal of Nuclear Materials*, 502:123–131, apr 2018
13. J. Gupta, J. Hure, B. Tanguy, L. Laffont, M.-C. Lafont, and E. Andrieu. Characterization of ion irradiation effects on the microstructure, hardness, deformation and crack initiation behavior of austenitic stainless steel: Heavy ions vs protons. *Journal of Nuclear Materials*, 501:45–58, apr 2018
14. V. Gallican and J. Hure. Anisotropic coalescence criterion for nanoporous materials. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 108:30–48, nov 2017
15. J. Hure and P.O. Barrioz. Theoretical estimates for flat voids coalescence by internal necking. *European Journal of Mechanics - A/Solids*, 60:217–226, nov 2016
16. J. Hure, S. El Shawish, L. Cizelj, and B. Tanguy. Intergranular stress distributions in polycrystalline aggregates of irradiated stainless steel. *Journal of Nuclear Materials*, 476:231–242, aug 2016
17. J. Gupta, J. Hure, B. Tanguy, L. Laffont, M.-C. Lafont, and E. Andrieu. Evaluation of stress corrosion cracking of irradiated 304L stainless steel in PWR environment using heavy ion irradiation. *Journal of Nuclear Materials*, 476:82–92, aug 2016
18. J. Hure, B. Tanguy, C. Vaille, P. Wident, D. Moinereau, C. Landron, C. Benhamou, and S. Chapuliot. Effet de préchargement à chaud sur la ténacité de l'acier de cuve de réacteur à eau pressurisée 16MND5 fortement irradié. *Revue Générale Nucléaire*, (1):28–33, jan 2015
19. J. Hure, C. Vaille, P. Wident, D. Moinereau, C. Landron, S. Chapuliot, C. Benhamou, and B. Tanguy. Warm PreStress effect on highly irradiated reactor pressure vessel steel. *Journal of Nuclear Materials*, 464:281–293, sep 2015
20. T. Cambau, J. Hure, and J. Marthelot. Local stresses in the janssen granular column. *Physical Review E*, 88(2), aug 2013
21. J. Hure and B. Audoly. Capillary buckling of a thin film adhering to a sphere. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 61(2):450–471, feb 2013
22. J. Hure, B. Roman, and J. Bico. Stamping and wrinkling of elastic plates. *Physical Review Letters*, 109(5), aug 2012
23. J. Hure, B. Roman, and J. Bico. Wrapping an adhesive sphere with an elastic sheet. *Physical Review Letters*, 106(17), apr 2011
24. P.M. Reis, J. Hure, S. Jung, J.W.M. Bush, and C. Clanet. Grabbing water. *Soft Matter*, 6(22):5705, 2010
25. Y. Aoyanagi, J. Hure, J. Bico, and B. Roman. Random blisters on stickers: metrology through defects. *Soft Matter*, 6(22):5720, 2010

CONFERENCE PROCEEDINGS

1. J. Hure, B. Tanguy, C. Ritter, S. Bourganel, and F. Sefta. Extensive investigation of the mechanical properties of a CHOOZ A internal component. In *Proceedings of Fontevraud 9 Contribution of Materials Investigations and Operating Experience to LWRs' Safety, Performance and Reliability*, 2018
2. S. El Shawish, L. Cizelj, B. Tanguy, and J. Hure. Macroscopic validation of the micromechanical model for neutron-irradiated stainless steel. In *Proceedings of the 25th International Conference Nuclear Energy for New Europe*, 2016
3. J. Gupta, J. Hure, L. Laffont, M.C. Laffont, E. Andrieu, and B. Tanguy. Stress corrosion cracking of irradiated austenitic stainless steel in PWR environment: Corrosion behaviour and influence of loading conditions on crack initiation. In *Proceedings of the 17th Environmental Degradation of Materials in Nuclear Environment*, 2015

4. S. El Shawish, L. Cizelj, B. Tanguy, C. Ling, and J. Hure. Polycrystalline simulations of local stress distributions in neutron irradiated austenitic stainless steels. In *Proceedings of the 23rd International Conference on Nuclear Engineering: Nuclear Power - Reliable Global Energy*, 2015
5. S. El Shawish, L. Cizelj, B. Tanguy, and J. Hure. Calculation of intergranular stress and strain distributions in neutron-irradiated stainless steel aggregate model. In *Proceedings of the 24th International Conference Nuclear Energy for New Europe*, 2015
6. J. Hure, C. Vaille, P. Wident, D. Moinereau, C. Landron, C. Benhamou, S. Chapuliot, and B. Tanguy. Warm prestress effect on highly irradiated A508 Cl3 RPV steel. In *Proceedings of Fontevraud 8 Contribution of Materials Investigations and Operating Experience to LWRs' Safety, Performance and Reliability*, 2014
7. S. El Shawish, L. Cizelj, B. Tanguy, and J. Hure. Extended crystal plasticity finite element approach for neutron irradiated austenitic stainless steels. In *Proceedings of the 23rd International Conference Nuclear Energy for New Europe*, 2014
8. J. Hure and B. Tanguy. Load history effects on fracture toughness of RPV steel. In *Proceedings of the 13th International Conference on Fracture*, 2013
9. J. Hure, B. Roman, and J. Bico. Compaction de plaques minces: Instabilités et motifs. In *Actes du 21^{ème} Congrès Français de Mécanique*, 2013
10. J. Hure, B. Roman, and J. Bico. Adhésion capillaire d'une plaque mince sur un substrat courbé: contact, instabilité et motifs. In *Actes du 20^{ème} Congrès Français de Mécanique*, 2011
11. J. Hure and B. Tanguy. Etude de l'effet de préchargement à chaud pour l'acier de type 16MND5. In *Actes du 20^{ème} congrès français de mécanique*, 2011

ORAL PRESENTATIONS

1. J. Hure and J.M. Scherer. Size-dependent homogenized model for isotropic porous materials. 15th International Conference on Computational Plasticity, Barcelona, Spain, 2019. Oral Presentation
2. J. Hure. Towards void coalescence criteria for porous single crystals. 6th International Conference on Material Modelling, Lund, Sweden, 2019. Oral Presentation
3. J. Hure. Ductile fracture of irradiated materials: Experiments and modeling. ENSTA ParisTech, 2019. Invited seminar
4. J. Hure, B. Tanguy, C. Ritter, A. Courcelle, S. Bourganel, A. Galia, and F. Sefta. Extensive investigation of the mechanical properties of a CHOOZ A internal component. Fontevraud 9 Contribution of Materials Investigations and Operating Experience to LWRs' Safety, Performance and Reliability, Avignon, France, 2018. Oral Presentation
5. J. Hure, P.O. Barrioz, and B. Tanguy. Nanoporous metallic materials: Experiments and modelling. IUTAM Symposium on Size-Effects in Microstructure and Damage Evolution, Copenhagen, Denmark, 2018. Invited Presentation
6. J. Hure, V. Gallican, and K. Nielsen. Coalescence criteria for porous materials with small-scale voids. 16th European Mechanics of Materials Conference, Nantes, France, 2018. Oral Presentation
7. J. Hure. Homogenized models for nanoporous metallic materials. Danish Center for Applied Mathematics and Mechanics, Copenhagen, Denmark, 2017. Invited Presentation
8. J. Hure and V. Gallican. Nanovoids coalescence by internal necking. 14th International Conference on Fracture, Rhodes, Greece, 2017. Oral Presentation
9. J. Hure, P.O. Barrioz, and B. Tanguy. Void growth and coalescence in irradiated materials. 24th International Conference of Theoretical and Applied Mechanics, Montreal, Canada, 2016. Poster
10. J. Hure and P.O. Barrioz. Theoretical estimates for flat voids coalescence by internal necking. 15th European Mechanics of Materials Conference, Brussels, Belgium, 2016. Oral Presentation

11. J. Hure, P. O. Barrioz, Y. Serruys, T. Vandenberghe, J. Malaplate, and B. Tanguy. Void growth in irradiated materials. 9th European Solid Mechanics Conference, Madrid, Spain, 2015. Oral Presentation
12. J. Hure, C. Vaille, P. Wident, D. Moinereau, C. Landron, C. Benhamou, S. Chapuliot, and B. Tanguy. Warm prestress effect on highly irradiated A508 Cl3 RPV steel. Fontevraud 8 Contribution of Materials Investigations and Operating Experience to LWRs' Safety, Performance and Reliability, Avignon, France, 2014. Oral Presentation
13. J. Hure, B. Roman, and J. Bico. Compaction de plaques minces : Instabilités et motifs. 21^{ème} Congrès Français de Mécanique, Bordeaux, France, 2013. Oral Presentation
14. J. Hure and B. Tanguy. Load history effects of fracture toughness of RPV steel. 13th International Conference on Fracture, Beijing, China, 2013. Oral Presentation
15. J. Hure, B. Roman, and J. Bico. Stamping and wrinkling of elastic plates. American Physical Society March Meeting, Boston, USA, 2012. Oral Presentation
16. J. Hure, B. Roman, and J. Bico. Stamping and wrinkling of elastic plates. 23rd International Conference of Theoretical and Applied Mechanics, Beijing, China, 2012. Oral Presentation
17. J. Hure and B. Tanguy. Etude de l'effet de préchargement à chaud pour l'acier de type 16MND5. 20^{ème} Congrès Français de Mécanique, Besançon, France, 2011. Oral Presentation
18. J. Hure, B. Roman, and J. Bico. Adhésion capillaire d'une plaque mince sur un substrat courbé : contact, instabilité et motifs. 20^{ème} Congrès Français de Mécanique, Besançon, France, 2011. Oral Presentation
19. J. Hure, B. Roman, and J. Bico. Adhesion of an elastic plate to a curved substrate. New Trends on Growth and Form Conference, Agay, France, 2010. Oral Presentation

TEACHING

- 2014-2015 Tutorials (Plasticity), Université Pierre et Marie Curie (UPMC), Master 1 MSGC, 16h
- 2015-2016 Tutorials (Plasticity), Université Pierre et Marie Curie (UPMC), Master 1 MSGC, 16h
- 2015-2016 Lectures / Practical works (Plasticity), UPMC, Master 2 MSGC, 4h/16h
- 2016-2017 Lectures / Practical works (Plasticity), UPMC, Master 2 MSGC, 4h/16h
- 2016-2017 Tutorials (Mechanics), Ecole Supérieure de Physique et de Chimie Industrielles (ESPCI), 8h
- 2017-2018 Lectures / Practical works (Plasticity), UPMC, Master 2 MSGC, 4h/8h
- 2017-2018 Tutorials (Mechanics), Ecole Supérieure de Physique et de Chimie Industrielles (ESPCI), 8h
- 2018-2019 Lectures / Practical works (Plasticity), UPMC, Master 2 MSGC, 4h/16h
- 2018-2019 Tutorials (Mechanics), Ecole Supérieure de Physique et de Chimie Industrielles (ESPCI), 8h
- 2019-2020 Lectures / Practical works (Plasticity) / Projects, UPMC, Licence 3 & Master 2 MSGC, 4h/16h/20h
- 2019-2020 Tutorials (Mechanics), Ecole Supérieure de Physique et de Chimie Industrielles (ESPCI), 4h

STUDENT SUPERVISIONS

Internships

- 2014: Michael Callahan, Rupture ductile des matériaux irradiés: Expériences et modélisations, Master 2 MAGIS
- 2015: Pierre-Olivier Barrioz, Croissance et coalescence de cavités dans les matériaux irradiés, Master 2 MAGIS

- 2015: Raphaël Cusset, Caractérisation et modélisation de la rupture fragile de l'acier de cuve en mode mixte I+II, ENSAM Metz
- 2015: Yin QiWei, Experimental and numerical round-robin on CT and PCCV specimens, Nuclear Power Institute of China (NPIC)
- 2016: Valentin Gallican, Etude de la coalescence de nanocavités: Prédications analytiques et vérifications numériques, Master 2 MSGC, Université Pierre et Marie Curie
- 2017: Jean-Michel Scherer, Croissance et coalescence de nanocavités: Implémentation numérique et validation de modèles homogénéisés, Master 2 MAGIS
- 2017: XiaoDan Cao, Développement et utilisation d'un outil de post-traitement de modèles d'approche locale, Master 2 MSGC, Université Pierre et Marie Curie
- 2017: Axel Fauvage, Conception et dimensionnement d'un dispositif d'essais mécaniques sur matériaux irradiés, Polytech Aix-Marseille
- 2019: Disen Liang, Intergranular stress corrosion cracking of irradiated stainless steels: Towards a stress-based criterion for cracks initiation, ENSTA & INSTN
- 2020: Flavien Loiseau, Application of the variational approach to fracture to describe brittle fracture of nuclear Reactor Pressure Vessel steel, Master 2 MAGIS
- 2020: Shareef Omar, Atomistic simulation study of nano-void growth under mechanical loading in stainless steel, Master 2 MAGIS
- 2020: Cédric Sénac, Définition, validation et implémentation numérique d'un modèle homogénéisé pour monocristaux poreux, Mines ParisTech

PhD thesis

- 2012-2016: Jyoti Gupta, Intergranular stress corrosion cracking of ion irradiated 304L stainless steel in PWR environment, CEA - Institut Carnot CIRIMAT (ENSIACET) (PhD Advisors: E. Andrieu, B. Tanguy, L. Laffont)
- 2015-2018: Pierre-Olivier Barrioz, Rupture ductile des matériaux CFC irradiés, CEA (PhD Advisor: B. Tanguy)
- 2017-2020: Jean-Michel Scherer, Interaction plasticité / Rupture ductile dans les aciers austénitiques inoxydables irradiés, CEA - Centre des Matériaux (Mines ParisTech) (PhD Advisors: S. Forest, B. Tanguy, J. Besson)
- 2019-2022: Rachma Azihari, Mécanismes et modélisation de la rupture intergranulaire - Application à la corrosion sous contraintes assistée par l'irradiation, CEA - CEMES (PhD Advisors: M. Legros, B. Tanguy)

LANGUAGES

French	Mother tongue
English	Fluent
Chinese	Basic

SKILLS

Numerical simulations: Finite-Element Methods, FFT Methods, Numerical implementation of constitutive equations; Fracture Mechanics: Experiments: Mechanical tests, Scanning Electron Microscopy, Ion Irradiation; Modelling: Homogeneization, Limit Analysis

MISCELLANEOUS

2018 Jacques Gaussens prize from the French Nuclear Energy Society

Referee for Physical Review Letters, Physical Review E, Engineering Fracture Mechanics, International Journal of Solids and Structures, European Journal of Mechanics A/Solids, Journal of the Mechanics and Physics of Solids, International Journal of Mechanical Sciences, Corrosion Science, Soft Matter, Journal of Nuclear Materials, Philosophical Magazine, International Journal of Fracture

5.2 Sélection d'articles

5.2.1 A micromechanical analysis of intergranular stress corrosion cracking

A micromechanical analysis of intergranular stress corrosion cracking of an irradiated austenitic stainless steel

D. Liang^a, J. Hure^{a,1}, A. Courcelle^a, S. El Shawish^b, B. Tanguy^a

^aUniversité Paris-Saclay, CEA, Service d'Étude des Matériaux Irradiés, 91191, Gif-sur-Yvette, France

^bJožef Stefan Institute, SI-1000, Ljubljana, Slovenia

Abstract

Irradiation Assisted Stress Corrosion Cracking (IASCC) is a material degradation phenomenon affecting austenitic stainless steels used in nuclear Pressurized Water Reactors (PWR), leading to the initiation and propagation of intergranular cracks. Such phenomenon belongs to the broader class of InterGranular Stress Corrosion Cracking (IGSCC). A micromechanical analysis of IGSCC of an irradiated austenitic stainless steel is performed in this study to assess local cracking conditions. A 304L proton irradiated sample tested in PWR environment and showing intergranular cracking is investigated. Serial sectioning, Electron BackScatter Diffraction (EBSD) and a two-step misalignment procedure are performed to reconstruct the 3D microstructure over an extended volume, to assess statistically cracking criteria. A methodology is also developed to compute Grain Boundary (GB) normal orientations based on the EBSD measurements. The statistical analysis shows that cracking occurs preferentially for GB normals aligned with the mechanical loading axis, but also for low values of the Luster-Morris slip transmission parameter. Micromechanical simulations based on the reconstructed 3D microstructure, FFT-based solver and crystal plasticity constitutive equations modified to account for slip transmission at grain boundaries are finally performed. These simulations rationalize the correlation obtained experimentally into a single stress-based criterion. The actual strengths and weaknesses of such micromechanical approach are discussed.

Keywords: Stress corrosion cracking, Intergranular, Austenitic stainless steel, EBSD, FFT

1. Introduction

Failures of austenitic stainless steels Baffle-to-Former Bolts (BFB) in the core of nuclear Pressurized Water Reactors (PWR) have been reported since the 80's as a result of an InterGranular Stress Corrosion Cracking (IGSCC) degradation phenomenon [1]. As these materials are mainly immune to SCC in aqueous environment, the phenomenon is referred to as Irradiation Assisted Stress Corrosion Cracking (IASCC) as core materials in PWR are heavily irradiated with neutrons [2]. Neutron irradiation leads to the formation of irradiation defects as a result of the recombination of point defects generated by ballistic interactions between neutrons and the atoms of the material [3]. The main irradiation defect observed in austenitic steels in PWR conditions ($\sim 300^\circ\text{C}$) is Frank dislocation loop, but other irradiation defects are also observed such as Helium bubbles and precipitates [4]. In addition, irradiation induces depletion of Cr and enrichment of Ni at grain boundaries. Understanding and predicting IGSCC of irradiated austenitic stainless steels, but also of unirradiated alloys such as Nickel-based materials, still remains a challenge [5, 6]. The use of ion-irradiated materials (*e.g.*, protons [7]) in the last decades, relieving the burden of dealing with neutron irradiated radioactive samples, allows a deeper understanding of the physical mechanisms involved in IGSCC

*Corresponding author: jeremy.hure@cea.fr

of irradiated austenitic stainless steels [8, 9]. Both radiation-induced hardening and radiation-induced segregation at Grain Boundaries (GB) are observed and act synergistically to favor IGSCC [10, 11]. Moreover, irradiation induces changes in intragranular deformation mechanisms and dislocation channelling is often reported for irradiated materials. For low applied strain, which is relevant for IGSCC cracking initiation, deformation occurs only in narrow bands of about tens of nanometers width as a result of the presence of irradiation defects [12, 13]. The impingement of these dislocation channels on GB has been proposed to lead to high local stresses responsible for GB cracking [14]. More precisely, cracking has been shown to correlate with the discontinuity of traces of dislocation channels across GB on specimen surfaces (see, *e.g.*, [15]). The presence of high local stresses at the impingement of an interrupted dislocation channel on a GB has been experimentally demonstrated through residual stress measurements [16], and in more details through the use of Molecular Dynamics (MD) [14, 16] or Finite Element (FE) simulations [17]. Experiments using heavy-ion irradiated samples, leading to less localization than proton irradiation, have however questioned this mechanism as cracking initiation is also observed [18]. In addition, GB well oriented with respect to the mechanical loading direction have been found to be more prone to cracking [19], emphasizing the role of intergranular normal stresses. Similar results have been obtained on irradiated austenitic steels in Super Critical Water (400°C) [20] as well as a correlation between cracking and high Schmid factor mismatches. These observations have been rationalized through a Schmid-Modified Grain Boundary Stress (SMGBS) model. The experimental determinations of local cracking conditions have been mostly made using 2D measurements (except for example in [21]) such as traces of GB and dislocation channels on specimen surfaces. However 3D information about the microstructure are required to accurately compute GB normals, SMGBS model or slip transmission criteria. This may be done for selected cracks through ionic milling, as performed in [22] to assess SMGBS model on the IGSCC of a thermally sensitized austenitic steel. Experimental techniques are available to obtain full 3D microstructures, either destructive such as serial sectioning coupled with 2D Electron BackScatter Diffraction (EBSD) [23] or non destructive such as Diffraction Contrast Tomography (DCT) [24]. Both techniques require dedicated procedures to avoid reconstruction artefacts, but provide valuable informations regarding grain shapes / crack patterns. Up to now, to the authors' knowledge, no such analysis has been performed in the context of IGSCC of irradiated austenitic stainless steels to assess in more details local cracking conditions.

Theoretical and numerical modelling of IGSCC have been proposed in the literature. Using synthetic or realistic polycrystalline aggregates along with crystal plasticity constitutive equations, distributions of intergranular stresses have been determined for unirradiated and irradiated austenitic stainless steels [25, 26]. This approach requires estimations of GB strength to predict IGSCC which can now be assessed through the development of microtestings [27]. However, experimental data remains scarce, especially for irradiated materials. From a numerical perspective, cohesive zones modelling can be used to predict both initiation and propagation of intergranular cracks [28, 29]. The results of these simulations are heavily dependent on the accuracy of the crystal plasticity constitutive equations, which is still an ongoing work for irradiated stainless steels. In particular, reproduction of dislocation channelling phenomenon is still a challenge within the crystal plasticity framework, although significant advances have been made recently regarding modelling of strain localization at the intragranular scale [30, 31]. All the aforementioned numerical studies account only for the anisotropic mechanical behavior of grains through the use of phenomenological crystal plasticity constitutive equations [32]. Intergranular stresses arise mainly as a result of deformation mismatches, as no additional constraint is imposed at GB. As an example, plastic slips can take arbitrary values close to a GB, which is not in agreement with experimental observations such as GB pile-up. A model has been proposed recently [33] to handle that issue by combining standard crystal plasticity equations with slip transmission criteria. This model is simple to implement, and has been shown to be able to reproduce phenomenon associated with dislocation pile-up at GB such as Hall-Petch effect. Despite the current limita-

tions of polycrystalline aggregates simulations to predict IGSCC, such simulations are nevertheless required to identify gaps where modelling efforts should be put. To the authors' knowledge, no crystal plasticity simulations have been reported on realistic microstructure for the IGSCC of irradiated austenitic steels with direct comparisons to cracking initiation experimental data.

Based on this literature review, the objectives of this study are twofold. The first one is to assess local cracking conditions based on a 3D microstructure obtained on an irradiated austenitic stainless steel tested in PWR environment and exhibiting intergranular cracks. The second objective is to perform crystal plasticity simulations based on the 3D microstructure to assess the strengths and weaknesses of such micromechanical approach, as well as directions for future researches. The paper is organized as follows: in Section 2, the experimental characterization is detailed, including the description of the material, the reconstruction of the 3D microstructure, as well as the analysis of local cracking conditions. Numerical simulations are detailed in Section 3. The experimental and numerical results are finally discussed in Section 4.

2. Experimental characterization

2.1. Material

The material is a Solution Annealed (1050°C / 30min followed by water quench) 304L austenitic stainless steel (18.75% Cr, 8.55% Ni, 0.02% Mo, 0.45% Si, 1.65% Mn, 0.012% C, wt), with a mean grain size of 27 μm . Solution annealing allows to bring back (intergranular) carbides elements into solid solution - hence reducing the susceptibility to IGSCC - and is the heat treatment performed on the materials used for PWRs internals. Flat tensile specimens (2mm x 2mm x 18mm gauge length) have been sampled using electrical discharge machining, and mirror polished on one side. The last polishing step is a vibratory polishing with colloidal silica solution (0.05 μm , pH=7) to remove any surface hardening from previous polishing steps.

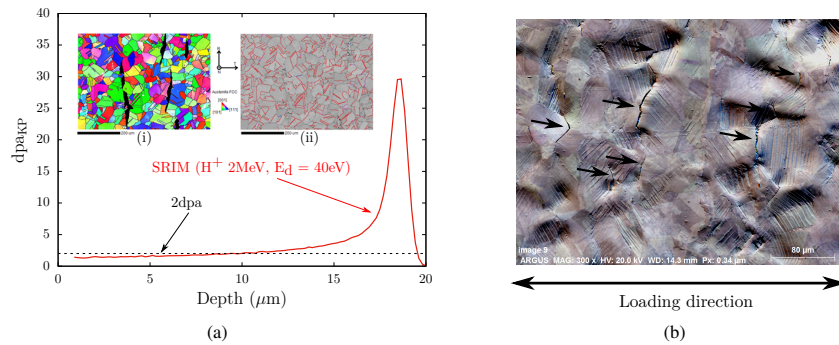


Figure 1. (a) Dose profile along the thickness of the samples computed using SRIM-2013 software (2MeV H^+ , $4.75 \cdot 10^{19} \text{H}^+ \cdot \text{cm}^{-2}$, displacement energy of $E_d = 40\text{eV}$, Kinchin-Pease approximation [34]). Inset: EBSD maps showing (i) the FCC crystallographic orientations and (ii) the presence of ferrite (in black), as well as the Σ_3 GB. (b) Forward Scatter Detector (FSD) SEM image of the sample surface after the SSRT showing intergranular cracking after 4% plastic strain in PWR environment

The samples have been irradiated with 2MeV protons at the Michigan Ion Beam Laboratory (MIBL) at a temperature of $350 \pm 10^\circ\text{C}$. The mean flux was $1.39 \cdot 10^{14} \text{H}^+ \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$, and the irradiation time 95h. The irradiation dose profile - quantified with displacements per atoms (dpa) [34] to compare with irradiations with different particles - is shown in Fig. 1a: only the first 20 μm of the samples are irradiated, with an

approximately constant irradiation dose of about 2dpa over the first $10\mu\text{m}$. A tensile sample was subjected to a Slow Strain Rate Test (SSRT) at a strain rate of 5.10^{-8}s^{-1} up to 4% plastic strain in PWR environment (340°C , deoxygenated water with 1000ppm B, 2ppm Li, 25-35cc H_2). After the SSRT, Scanning Electron Microscope (SEM) observations have confirmed the presence of intergranular cracking, as shown on Fig. 1b. Details about the material, the irradiation conditions and the SCC test can be found in [18]. This tensile sample was used to assess local conditions for intergranular cracking of irradiated austenitic steels, which first requires the reconstruction of the 3D microstructure.

2.2. Microstructure

The typical surface cracks density of the sample has been determined in [18] to be about 300mm^{-2} . In order to get statistically relevant results for the local cracking conditions, the 3D microstructure has to be reconstructed on an area containing few tens of cracks at least, *e.g.*, a typical surface of about 1mm^2 . Different techniques have been proposed in the literature for this purpose. Serial-sectioning FIB tomography is rather limited to small volumes - typically $(10\mu\text{m})^3$ - due to milling rate limitations [35]. DCT has the advantages to be non destructive and to allow large scan volumes, but the detection of intergranular cracks might be difficult [24]. Therefore, the technique used in the following combined serial-sectioning polishing and 2D EBSD measurement, as for example done in [23]. Note that an alternative technique has been proposed recently where serial-sectioning polishing is replaced by Broad-Ion-Beam (BIB) milling [36], that also allows to assess large volumes.

2.2.1. 3D EBSD

A portion of the sample has been mounted into a conductive resin. Vickers indents identify an area of $1\text{mm} \times 1\text{mm}$, as shown Fig. 2a. These indents are also used to measure the thickness removal after each polishing step and help to align the SEM observations, as detailed below.

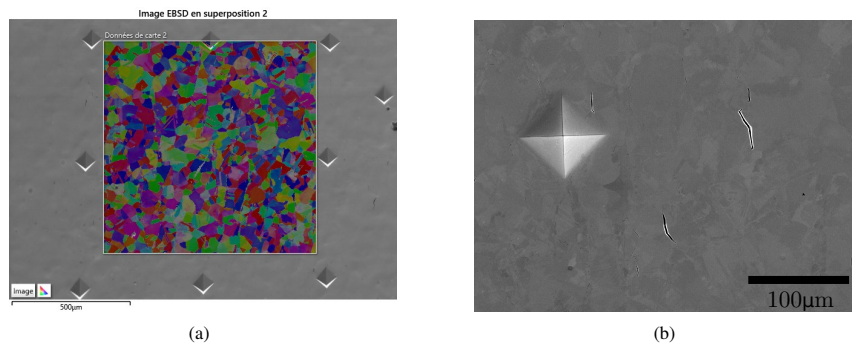


Figure 2. (a) SEM observation (Secondary Electron (SE) mode, 20kV, 70° tilt) of the Vickers indents at the surface of the sample and location of the EBSD map (b) SEM observation of intergranular cracks (SE mode, 20kV, 0° tilt)

The experimental methodology is as follows. Polishing is performed on an automatic polishing machine using colloidal silica solution ($0.03\mu\text{m}$) to remove about $1\mu\text{m}$ after each step. The sample is then cleaned up to remove the polishing solution, and the sizes of all indents are measured to estimate the thickness removed

locally¹. The use of an automatic polishing machine on a sample placed into a mounting resin allowed to keep the parallelism of the consecutive surfaces, with a typical angle lower than 0.1° (Appendix A, Fig. 20a). SEM observations of the area identified by the Vickers indents are then performed under Secondary Electron (SE) mode to locate intergranular cracks: 20 low magnification images are taken, as shown on Fig. 2b, to ensure a sufficient resolution for crack detection, and image stitching is finally used to obtain a high-resolution image over the complete surface. EBSD maps have been performed on a JEOL IT300 SEM with a tungsten filament equipped with an OXFORD EBSD detector. All EBSD maps are acquired under the same conditions at 20kV with high current. The sample is tilted at 70° with respect to the beam axis. Diffraction patterns are indexed with the AZTEC software, leading to the crystallographic phases (FCC or BCC) and orientations (through the three Euler angles ϕ_1, Φ, ϕ_2) using a measurement step of $2\mu\text{m}$. These steps are finally repeated down to a thickness of $20\mu\text{m}$, which corresponds to the typical grain size of the material and to the thickness of the irradiated layer. The surface preparation leads to rather good indexation ratio, still the software can not find the crystallographic phases and orientations for about 2% of the measurement points. Moreover, as shown on Fig. 1a, ferrite is present in the material (about 3% of the EBSD measurements correspond to Body Centered Cubic (BCC) phase). As numerical simulations presented in Section 3 and based on the experimental results require only FCC phase with full crystallographic orientations fields, the software MTEX [37] is used to remove the BCC phase and fill the unindexed points with FCC crystallographic orientations of the neighbouring points. As IGSCC of irradiated austenitic stainless steels occurs on FCC-FCC GB, these corrections are not expected to influence the results presented hereafter.

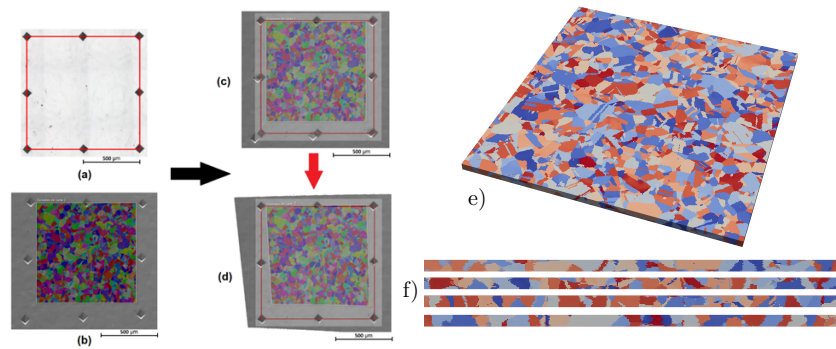


Figure 3. (a) Identification of the area with Vickers indents (b) EBSD map (c,d) Correction of geometrical artefacts due to the SEM configuration used for EBSD measurements (e) 3D reconstructed microstructure: each color corresponds to a crystallographic orientation (f) Cross-sections of the 3D microstructure showing grain shapes consistent with an untextured material (see Appendix A for cross-sections without corrections of the geometrical distortions)

As detailed in previous studies (see [38] and references therein), the main challenge of 3D EBSD through serial sectioning lies in the reconstruction procedure. First, each 2D EBSD map is potentially affected by at least two effects that may lead to geometrical distortions. Depending on the detector used, EBSD measurements over large scale areas can be quite long (typically few hours for the parameters used in this study),

¹As the depth of the initial Vickers indents is smaller than the total thickness removed, new indents are regularly performed at the same locations than the previous ones.

which can result in a beam drift over time due to thermal / mechanical changes of the SEM configuration. This effect has been assessed to be negligible in this study by comparing systematically SEM images taken before and after the EBSD map. However, the configuration used for EBSD measurements - which corresponds to a 70° tilted specimen with respect to the beam axis - leads to image distortion as can be seen on Fig. 3b where the Vickers indents are no longer forming a square. Such distortion appears for large scale EBSD maps performed using low magnification, and should be corrected to obtain correct grain shapes.

Several algorithms have been proposed in the literature to deal with 3D EBSD reconstruction [39, 40, 41]. An in-house procedure is used in this study. In order to correct the geometrical distortion, the displacements of the four corners Vickers indents required to match a square of 1mm size are determined (Fig. 3c), and the image is then corrected using a bilinear interpolation correction scheme based on these displacements. A typical result is shown on Fig. 3d where the actual EBSD zone scanned has in fact a trapezoidal shape. All 2D EBSD maps have been corrected according to this procedure. However, this does not ensure that the superposition of the 2D EBSD maps will lead to a 3D EBSD microstructure free of geometrical distortions [38]. The main reason is that slight differences of alignment and / or SEM acquisition parameters between each step are unavoidable since the sample is removed from the SEM for polishing. Therefore, an additional correction procedure is applied to EBSD maps, following the first correction procedure described above. The displacements of the Vickers indents are defined as the ones allowing maximizing the cross-correlation of Euler angles between the current EBSD map and the previous one. In practice, only one Euler angle is used for the cross-correlation, and a Nelder-Mead algorithm is used to perform the maximization. This method is valid as long as two successive EBSD maps are not too different, *i.e.*, when the distance between the two planes is small compared to the grain size, and for untextured materials (as for example the method is expected to introduce bias for materials with tilted columnar grains). In addition, Euler angles should be mostly constant in each grain, *i.e.*, without jumps from one voxel to another that can happen due to the FCC symmetry, which has been checked. In that case, an alternative strategy is to minimize the misorientation between consecutive maps [38]. The details about the EBSD corrections are given in Appendix A. Finally, the three Euler angles values are projected on a regular grid - required for the numerical simulations - using nearest value interpolation, allowing subsampling if necessary.

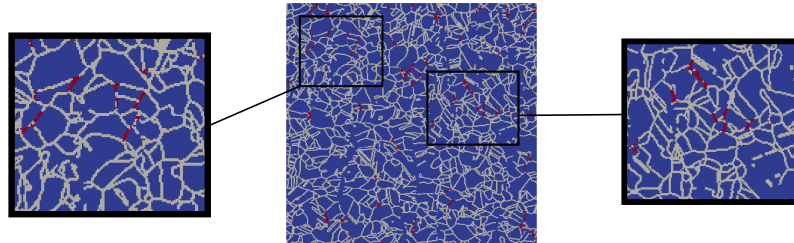


Figure 4. Visualization of the GB (in gray) detected by the MTEX software on the first EBSD map, and projection of the intergranular cracks (in red)

The 3D EBSD reconstruction is shown on Fig. 3e, and corresponds to a volume of about $800\mu\text{m} \times 800\mu\text{m} \times 20\mu\text{m}$. The correction procedure is assessed on Fig. 3f by looking at cross sections of the 3D microstructure, showing a strong reduction of geometrical artefacts for grain shapes compared to the case without corrections (Appendix A). Another artefact reported in the literature [41] is differences of crystallographic orientations

in a given grain on two consecutive 2D EBSD maps due to slight misalignment of the sample inside the SEM. This has been checked in the 3D reconstructed microstructure by looking at in-plane and through thickness Euler angles profiles in several grains. The variations along the thickness - thus between consecutive 2D EBSD maps - are found to be of the same order (few degrees) as the in-plane variations (Appendix A, Fig. 20b), indicating that the problem reported in [41] is not significant in our study.

2.2.2. Intergranular cracks

The SEM cartography performed at the surface of the sample (Fig. 2a) allows detection, after automatic binarization and manual corrections, of intergranular cracks in the frame defined by the Vickers indents. The next step consists of locating these cracks at the surface of the 3D microstructure (Fig. 3e). First, the GB of the EBSD map are detected using the MTEX software (Fig. 4) using a misorientation threshold of 10° . As both the 3D microstructure and the intergranular cracks have been obtained in the same frame, it is possible to project intergranular cracks on the GB, which is shown on Fig. 4. The spatial resolution of EBSD maps is $\Delta = 2\mu\text{m}$, and the maps have been corrected for distortions. Spatial resolution of SEM observations is much higher and distortion free because the sample is perpendicular to the beam axis. Hence, the projection of cracks on GB is not straightforward. For each position corresponding to a crack in the SEM images, the neighbouring pixels are also considered to correspond to a crack up to a distance of $\mathcal{P}\Delta$, to be consistent with the resolution of the EBSD maps. As detailed in Appendix B, $\mathcal{P} = 1$ is chosen so as to minimize the number of false cracked GB. The projection is then performed, leading to the results presented in Fig. 4.

2.2.3. Grain boundaries 3D characterization

The MTEX software [37] used in the previous section allows only detection of GBs from a 2D EBSD map, whereas the characterization of the 3D GB is required to compute GB normals. For the analysis of the cracking initiation conditions, at least the computation of GB normals for the free surface GB is needed, which is done with an in-house procedure. The 3D reconstruction of the free-surface GB is briefly described (more details can be found in Appendix B).

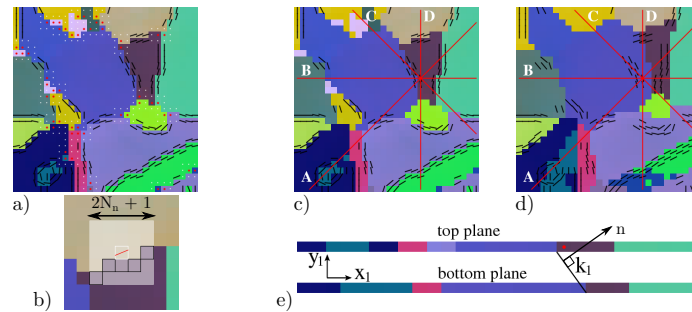


Figure 5. (a, b) Detection of GB on the free-surface plane. Black lines denote calculated in-plane GB slopes, red points the identified triple points and white points a 3×3 neighborhood of each triple point where GB detection is avoided (b) Enlarged section of the top plane sketching the calculation of the in-plane GB slope (c,d) GB on top and bottom planes: red lines denote vertical planes to detect the out-of-plane GB slope k_1 (e).

The employed method reconstructs GB from two 2D images stacked atop each other to form a section of a 3D aggregate model of a sample. Each colored voxel forming a regular grid of a 2D image represents a local crystallographic orientation (using the correspondence between the Euler angles and RGB color

scheme). On the top horizontal EBSD plane, the method identifies first GB locations by analyzing local image contrasts, see Fig. 5a,b, and GB slopes in a selected GB voxel is computed by accounting for nearest-neighbor voxels region of size $(2N_n+1)\times(2N_n+1)$ (thin white square in Fig. 5b). For each GB voxel identified on a top plane four vertical cross-section planes are then formed and same-colored voxels identified within each plane in order to calculate the (average) out-of-plane GB slope, see Fig. 5c,d,e. Once the in-plane and out-of-plane GB slopes are known a 3D GB normal \mathbf{n} is finally calculated and assigned to the corresponding free-surface GB voxel. It has been tested, using 2D images from Voronoi aggregate model with exactly known GB normals, that the accuracy of the above method improves with the increasing distance between the two considered 2D image planes. A sensibility analysis detailed in Appendix B leads to consider $N_n = 2$ and a distance between the top and bottom planes of $d = 4\mu\text{m}$ in all computations. It should also be noted that triple points GB (and their close vicinities) are not considered (Fig. 5) as GB normal computation is not possible. Therefore, intergranular cracks (Fig. 4) are projected onto the GB locations where GB normals are available.

The statistical analysis presented hereafter is based on the computation of probability density functions (hereafter noted *pdf*) and cumulative distribution functions (*cdf*). For the latter, 95% confidence bounds are also computed². *pdf* and *cdf* of the GB \mathbf{n} normal components are plotted in Fig. 6a,b. For materials with no morphological texture (grain shapes), the theoretical *pdf* of the absolute values of the normal components n_i should be equal to 1, and the corresponding *cdf* linear with a slope equal to 1. In-plane components n_x and n_y distributions are found to be close to these values, showing that the material has no morphological texture. Out-of-plane component n_z exhibits an overrepresentation of values close to 0 and 0.5, which is probably due to the absence of smoothing for the out-of-plane component as compared to the in-plane components.

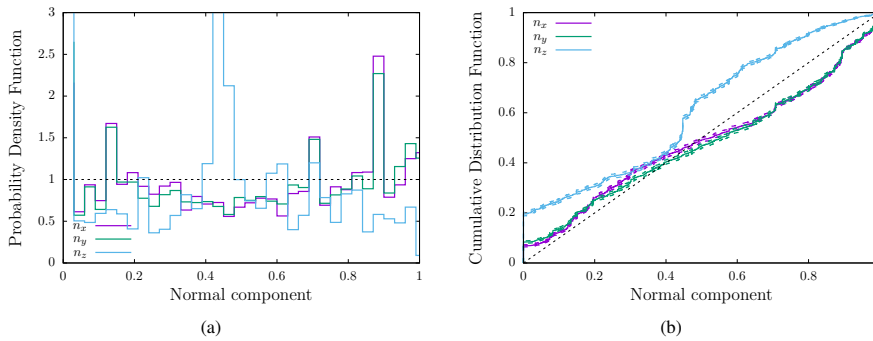


Figure 6. Probability density functions (a) and Cumulative distribution functions (b) of the GB normal \mathbf{n} components

The experimental characterization has allowed reconstruction of the 3D microstructure - crystallographic orientations and grain shapes - over an extended area, to detect (un-)cracked GB as well as to evaluate GB slopes on the free-surface. The data are then examined to assess local cracking conditions in the next section, keeping in mind some unavoidable imperfections of the experimental characterization for the interpretation of the results. First, the characterization has been performed after the SSRT, on a deformed material, which could have affected both grain shapes and crystallographic orientations. However, the low level of applied strain ($\sim 4\%$) and the mechanical loading condition (uniaxial stress) is expected to lead to minor effects. For

²as implemented in the `Matlab` built-in function `ecdf`

crystallographic orientations, the misorientation angle distribution computed by selecting random positions on the free-surface of the reconstructed microstructure does not show deviations from the theoretical McKenzie distribution for untextured materials (Fig. 7a). An outcome of having performed the EBSD measurements on the deformed material is that local crystallographic orientations are affected by residual stresses. MTEX software has been used to compute Geometrically Necessary Dislocations (GND) densities associated with orientations gradients at the free surface (Inset Fig. 7b). As GNDs can be seen as an indicator of local deformation incompatibilities, average values close to GB³ have been computed, and cumulative distribution functions for uncracked and cracked GB are shown on Fig. 7b. No significant difference is observed, thus cracking can not be associated with GNDs in this study. However, as GNDs computations depend strongly on the accuracy of crystallographic orientations and GND may arise at a distance of GB smaller than the spatial resolution of the EBSD maps, additional measurements are required.

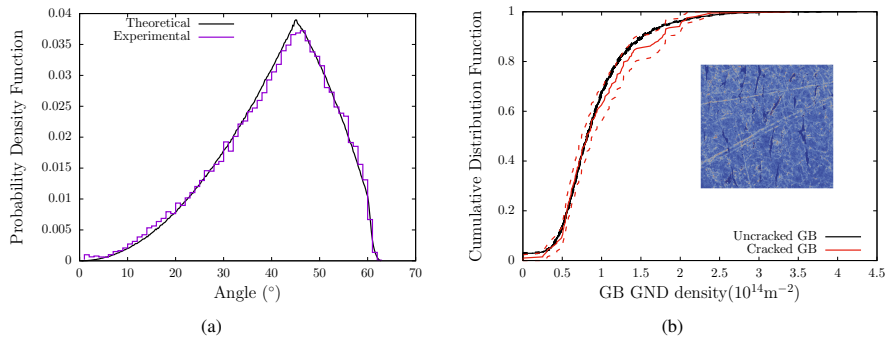


Figure 7. (a) Probability density function of the misorientation angle between random positions on the free-surface. Comparison between the experimental measurements and the theoretical McKenzie distribution for untextured materials (b) Cumulative distribution function of Geometrically Necessary Dislocations (GND) close to uncracked (in black) and cracked (in red) GB. Dotted lines correspond to 95% confidence bounds. Inset: GND field at the free surface

2.3. Analysis of experimental data

2.3.1. GB normals

The *cdf* of GB normals are first assessed in this section. Fig. 8 shows the *cdf* of the normal component n_x , the x -axis corresponding to the loading axis during the SSRT. As already shown in Fig. 6b, the *cdf* of uncracked GB (which correspond to the majority of the GB) almost follows a linear relationship of slope 1 with the absolute value of the normal component, as predicted for materials with no morphological texture. Cracked GB exhibit a significant deviation from uncracked GB, where cracked GB have statistically higher values of n_x . Accordingly, the *cdf* of the two other normal components - n_y (Fig. 8b) and n_z - of cracked GB are significantly shifted towards the lower values as compared to uncracked GB.

³The averaging is performed using the first neighbors, thus on a disk of 2 μm radius.

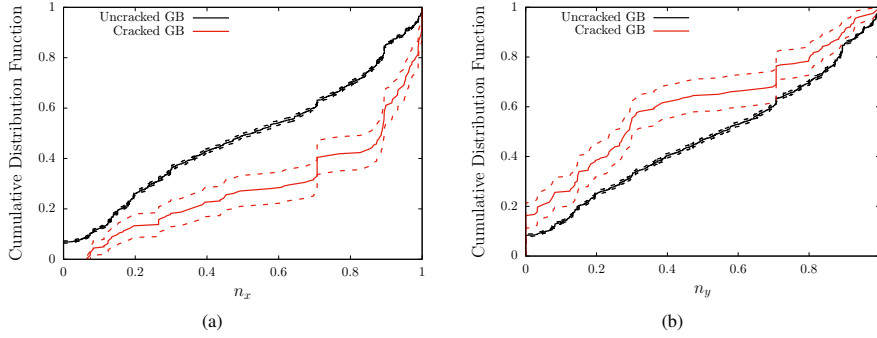


Figure 8. Cumulative distribution functions of the GB normal \mathbf{n} components for uncracked (in black) and cracked (in red) GB (a) n_x and (b) n_y . Dotted lines correspond to 95% confidence bounds.

These results, consistent with previous studies based only on 2D observations (see, *e.g.*, [19]), support the dependence of IGSCC of irradiated stainless steels to the local stress conditions, as the normal stress acting on a GB is $\sigma_{nn} = \sigma|n_x|^2$ (assuming an uniaxial stress state of magnitude σ). Of course, the local stress conditions may deviate from uniaxial stress conditions due to grain-grain interactions, but higher intergranular normal stresses are in majority related to well-oriented boundaries, thus with high values of $|n_x|$ for uniaxial loading conditions [42]. Interestingly, Fig. 8 shows that a significant number of cracked GB are not well-oriented with respect to the mechanical loading axis, and thus that the GB orientation is not a sufficient condition for cracking.

2.3.2. Slip transmission criteria

Experimental observations based on slip traces at the surface of irradiated austenitic stainless steels samples tested in PWR environment have been reported to show a correlation between slip discontinuity and cracking [14]. The experimental data obtained in this study allows to study in more details such correlation as GB have been fully characterized with crystallographic orientations on each side and GB normal orientation. Different slip transmission criteria have been proposed in the literature that depend on slip systems orientations on each side of the GB and on GB normal [43]. Considering a GB of normal \mathbf{n}_Γ between two grains A and B , each of them having a set of slip systems of slip direction $\mathbf{d}_i^{A,B}$ and slip plane normal $\mathbf{n}_i^{A,B}$, slip transmission parameters $N_{ij}^{A,B}$ can be written as:

$$N_{ij}^{A,B} = \mathcal{F}(\mathbf{n}_\Gamma, \mathbf{d}_{i,j}^{A,B}, \mathbf{n}_{i,j}^{A,B}) \quad (1)$$

The slip transmission criteria used in this study are summarized in Tab. 1. More complicated slip transmission criteria exist [43], but depend on additional material parameters that need to be calibrated and are thus not used. Slip transmission is evaluated based on the 12×12 matrix $N_{ij}^{A,B}$ coefficients defined for each GB. In the following, the maximal value $N_{max}^{A,B} = \max_{i,j} |N_{ij}^{A,B}|$ is used as an indicator for slip transmission. In addition, Schmid factors are also computed as low values have been correlated with intergranular cracking [44].

	Parameter $N_{ij}^{A,B}$
Livingston-Chalmers	$(\mathbf{n}_i^A \cdot \mathbf{n}_j^B)(\mathbf{d}_i^A \cdot \mathbf{d}_j^B) + (\mathbf{n}_i^A \cdot \mathbf{d}_j^B)(\mathbf{n}_j^B \cdot \mathbf{d}_i^A)$
Luster-Morris	$(\mathbf{n}_i^A \cdot \mathbf{n}_j^B)(\mathbf{d}_i^A \cdot \mathbf{d}_j^B)$
Shen-Wagoner-Clark	$(\mathbf{l}_i^A \cdot \mathbf{l}_j^B)(\mathbf{d}_i^A \cdot \mathbf{d}_j^B)$ with $\mathbf{l}_i^{A,B} = (\mathbf{n}_i^{A,B} \times \mathbf{n}_\Gamma) / \mathbf{n}_i^{A,B} \times \mathbf{n}_\Gamma $
Lee-Robertson-Birnbaum	$(\mathbf{l}_i^A \cdot \mathbf{l}_j^B)$ with $\mathbf{l}_i^{A,B} = (\mathbf{n}_i^{A,B} \times \mathbf{n}_\Gamma) / \mathbf{n}_i^{A,B} \times \mathbf{n}_\Gamma $

Table 1. Summary of the slip transmission parameters used in this study [43]

The cumulative distribution functions of $N_{max}^{A,B}$ are computed for both uncracked and cracked GB, and the results are shown on Fig. 9. For Livingston-Chalmers model (Fig. 9a), no significant difference between cracked and uncracked GB is observed, whereas a slight difference appears for Lee-Robertson-Birnbaum model (Fig. 9d). More significant differences are found for the Luster-Morris and Shen-Wagoner-Clark models (Fig. 9b,c), with lower values of $N_{max}^{A,B}$ for cracked GB. As lower values of $N_{max}^{A,B}$ are associated with less slip transmission, this result is consistent with observations of surface slip trace discontinuities, and supports the fact that slip transmission at GB is a key ingredient for IGSCC of irradiated austenitic stainless steels.

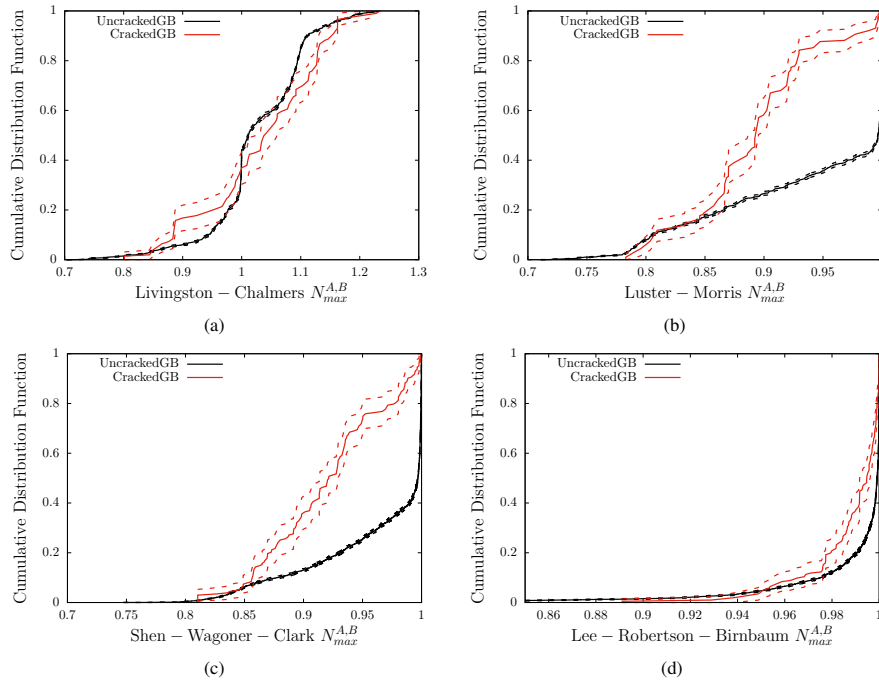


Figure 9. Cumulative distribution functions of slip transmission parameter $N_{max}^{A,B}$ for uncracked (in black) and cracked (in red) GB, using (a) Livingston-Chalmers (b) Luster-Morris (c) Shen-Wagoner-Clark and (d) Lee-Robertson-Birnbaum models. Dotted lines correspond to 95% confidence bounds.

As previous studies have found correlations between intergranular cracking and low values of Schmid factor on one side of the GB [20], the *cdf* of minimal Schmid factor (over the two grains forming the GB) has been computed and shown in the inset of Fig. 10a. The minimal Schmid factor for cracked GB appears to be also lower for these experimental data. Misorientation angle between grains defining GBs is computed and distributions are shown on Fig. 10b. For uncracked GBs, about 60% have a misorientation angle close to 60°, which corresponds to Σ_3 twin boundary. For cracked GBs, this proportion is considerably lower, about 20%. This result is consistent with previous studies showing that special GB are less susceptible to IGSCC in irradiated austenitic stainless steels [44].

Luster-Morris and Shen-Wagoner-Clark models differ only by the fact that the first one used the slip plane normals, while in the second the cross-product of the slip plane normal by the GB normal. The differences between cracked and uncracked GB for both models are rather similar, supporting the fact that GB normals may not be a key ingredient for slip transmission. Interestingly, the Luster-Morris model has led to good predictions of slip transmission on another FCC material (Aluminum) [33]. Validating slip transmission models definitely requires dedicated studies for austenitic stainless steels at the unirradiated and irradiated states, especially as slip transmission may be a key ingredient for IGSCC of these materials, but these results show that Luster-Morris model may be used as a first estimate.

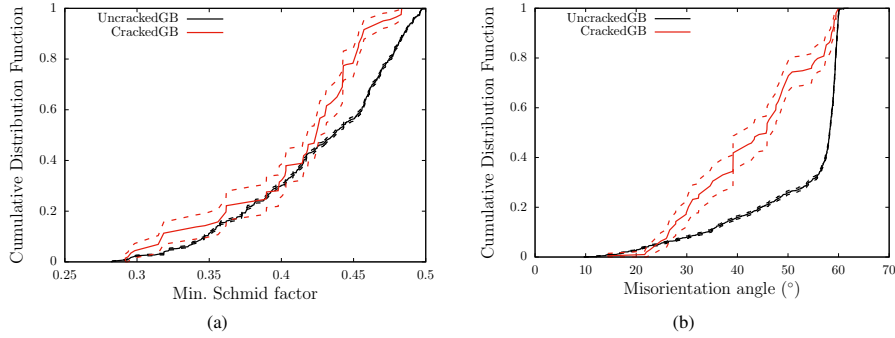


Figure 10. Cumulative distribution functions of (a) minimal Schmid factor (b) misorientation angle for uncracked (in black) and cracked (in red) GB. Dotted lines correspond to 95% confidence bounds.

2.3.3. Intergranular cracking correlations

The previous sections have shown correlations between intergranular cracking and both GB normal well-oriented with respect to the loading axis and low values of Luster-Morris parameters, associated with lower slip transmission. These two criteria may be related to higher local intergranular normal stresses, which thus appear to play a major role for IGSCC of irradiated austenitic stainless steels in PWR environment. A correlation using both GB normal and Luster-Morris parameter is assessed in the following, defined as:

$$\begin{cases} |n_x| \geq \alpha_n \\ N_{max}^{Luster-Morris} \leq \alpha_N \end{cases} \quad (2)$$

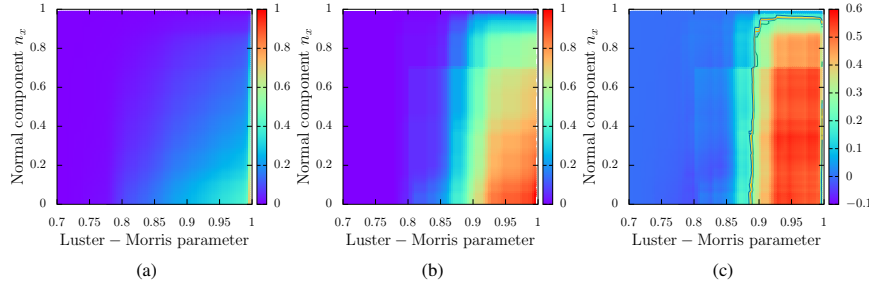


Figure 11. Percentage of GB fulfilling Eq. 2 as a function of the parameters $\{\alpha_n; \alpha_N\}$ for (a) uncracked and (b) cracked GB. (c) Differences between (a) and (b)

The percentage of GB that fulfil Eq. 2 as a function of the parameters $\{\alpha_n; \alpha_N\}$ are plotted on Fig. 11a for uncracked GB for reference to be compared to the case of cracked GB in Fig. 11b. A significant difference is observed between the two distributions, which can be highlighted by looking at the difference between them, which is done on Fig. 9c. It is found that, for $\{\alpha_n; \alpha_N\} = \{0.6; 0.95\}$, Eq. 2 is fulfilled by about 65% of the cracked GB, while only by 15% of the uncracked GB. Interestingly, the threshold value for the Luster-Morris parameter is similar to the one used in [33] and based on experimental observations of slip transmission. These results make clear that local mechanical state at GB is a factor influencing IGSCC of irradiated austenitic stainless in PWR environment, but is definitely not a sufficient condition for cracking as 35% of the cracked GBs do not fulfil Eq. 2. This has already been pointed out in previous studies, and will be discussed in Section 4.

3. Numerical assessment

The micromechanical analysis performed in the previous section has shown that intergranular cracking of irradiated austenitic stainless in PWR environment is related to the local intergranular (normal) stresses as a clear effect of both GB orientation and slip transmission was found, although neither sufficient nor necessary for cracking. In this section, numerical simulations based on the 3D microstructure obtained in the experimental part are performed to assess the strengths and weaknesses of such micromechanical modelling approach, as well as to provide directions for further studies.

3.1. Constitutive equations

Physically based Crystal Plasticity (CP) constitutive equations are widely used to describe plasticity of single crystals, accounting for the anisotropy induced by the slip systems and hardening mechanisms [32]. Simulations on polycrystalline aggregates using CP equations allow to estimate the homogenized behavior, or to evaluate intra- and inter-granular stresses, as for example done in [25, 26]. Dedicated physically-based crystal plasticity constitutive equations have been developed for irradiated materials, accounting for the presence of irradiation defects [45, 46, 47]. The key ingredients of such models are the influence of irradiation defects on hardening as well as the removal of irradiation defects by dislocations. Few constitutive equations have been proposed for irradiated austenitic stainless steels irradiated in PWR conditions [26, 48]. After calibration, these models reproduce the evolution of the polycrystalline behavior with irradiation. In the following, the model described in [26] is used. The three main sets of equations of the model are

described below. For each slip system α corresponding to a slip direction \mathbf{m}^α and a slip plane of normal \mathbf{n}^α (defining a Schmid tensor $\mathbf{M}^\alpha = \mathbf{m}^\alpha \otimes \mathbf{n}^\alpha$), the evolution of shear strain $\dot{\gamma}^\alpha$ is given by:

$$\dot{\gamma}^\alpha = \left\langle \frac{|\tau^\alpha| - \tau_c^\alpha}{K_0} \right\rangle^n \text{sign}(\tau^\alpha), \quad \text{with} \quad \langle x \rangle = \begin{cases} x & ; x > 0 \\ 0 & ; x \leq 0 \end{cases} \quad (3)$$

where $\tau^\alpha = \boldsymbol{\sigma} : \mathbf{M}^\alpha$ and τ_c^α are the resolved shear stress and the Critical Resolved Shear Stress (CRSS), respectively, and $\boldsymbol{\sigma}$ the Cauchy stress tensor. For FCC materials, 12 slip systems $\langle 111 \rangle \langle 110 \rangle$ are considered. The viscoplastic regularization through the parameters K_0 and n is used for numerical reasons, and chosen such as to have a nearly time-independent response. The evolution of the CRSS is given by:

$$\tau_c^\alpha = \tau_0 + \tau_a \exp\left(-\frac{|\dot{\gamma}^\alpha|}{\gamma_0}\right) + \mu \sqrt{\sum_{\beta=1}^{12} a^{\alpha\beta} r_D^\beta} + \mu \alpha_L \sqrt{\sum_{p=1}^4 r_L^p} \quad (4)$$

where τ_0 is an effective lattice friction stress that may account for Hall-Petch effects when calibrated with respect to polycrystalline aggregates simulations. A so-called avalanche term introducing a softening after yielding is set by the parameters τ_a and γ_0 . r_D^α is a normalized dislocation density in slip system α (normalization factor b_D^2 , with Burgers vector $b_D = 2.54 \cdot 10^{-10}$ m), μ and $a^{\alpha\beta}$ are respectively the macroscopic shear modulus and 12×12 matrix (with 6 independent parameters) of long-range interactions between dislocations. r_L^p is a normalized Frank loop density in slip plane p (normalization factor $b_L^2 \phi_L$, with Burgers vector $b_L = 2.08 \cdot 10^{-10}$ m), ϕ_L the mean size of Frank loops that depends on irradiation level and α_L sets the relative contribution of Frank loops to hardening. The evolutions of dislocation density and Frank loops density are:

$$\begin{aligned} \dot{r}_D^\alpha &= \left(\frac{1}{\kappa} \sqrt{\sum_{\beta=1}^{12} b^{\alpha\beta} r_D^\beta} + \frac{1}{\kappa} \sqrt{K_{dl} \sum_{p=1}^4 r_L^p - G_c r_D^\alpha} \right) |\dot{\gamma}^\alpha| \\ \dot{r}_L^p &= -A_L (r_L^p - r_L^{sat}) \left(\sum_{\alpha \in \text{plane } p} r_D^\alpha \right) \left(\sum_{\alpha \in \text{plane } p} |\dot{\gamma}^\alpha| \right) \end{aligned} \quad (5)$$

where $b^{\alpha\beta}$ is a matrix of interactions between dislocations, being of the same shape as $a^{\alpha\beta}$. Parameters κ and G_c set the multiplication and annihilation mechanisms, respectively. The irradiation effects are modelled by adding a term to the multiplication part, with K_{dl} being a coefficient of effective interaction between dislocations and Frank loops. The evolution of Frank loops depends on the parameter A_L which is the annihilation dimensionless area (rescaling factor b_L^3 / ϕ_L) of Frank loops and r_L^{sat} is a stabilized value of normalized defect density which depends on the irradiation dose. Since removal of Frank loops by mobile dislocations occurs only within the plane of the loop, only slipping in this plane can contribute to the evolution of defect density ($\alpha \in \text{plane } p$). Anisotropic elasticity is finally considered, with non-zero parameters of the elastic fourth order tensor $C_{11} = C_{22} = C_{33}$, $C_{12} = C_{13} = C_{23}$ and $C_{44} = C_{55} = C_{66}$ in Voigt notations.

Slip transmission at GB has been shown to be a key ingredient in IGSCC of irradiated austenitic stainless steels, which has been confirmed in this study. Using the constitutive equations detailed above in polycrystalline aggregates simulations without any additional modelling corresponds to the hypothesis of fully-transparent GB. Intergranular stresses will result only from grain-grain interactions, which is clearly a limitation. The model proposed recently in [33] considers a simple modification of the evolution law for dislocation density as:

$$\dot{r}_D^\alpha = \left(\max \left[\frac{1}{\kappa} \sqrt{\sum_{\beta=1}^{12} b^{\alpha\beta} r_D^\beta}, \frac{K_s^\alpha}{d_b} \right] + \frac{1}{\kappa} \sqrt{K_{dl} \sum_{p=1}^4 r_L^p - G_c r_D^\alpha} \right) |\dot{\gamma}^\alpha| \quad (6)$$

where K_s^α is an additional parameter and d_b is the normalized (with b_D) minimal distance to a GB along slip system α . The parameter K_s^α depends on the value of the Luster-Morris parameter such as:

$$K_s^\alpha = \begin{cases} K_s^0 & \text{if } \forall \beta N_{\alpha,\beta} < \alpha_N \\ 0 & \text{otherwise} \end{cases} \quad (7)$$

where β corresponds to the slip systems of the closest grain (at a distance d_b). Far from the GB, Eq. 6 and 7 tend to Eq. 5, *i.e.* no effect of GB on the local mechanical behavior. Close to the GB, a strong increase of the density of dislocations is obtained in slip systems where slip transmission is unlikely, leading to a strong hardening through Eq. 4. The parameters of the constitutive equations are taken from [26] for a dose of 2dpa, consistent with the average dose of the irradiated layer of the sample (Fig. 1a). The parameter K_s^0 was taken to $K_s^0 = 5$ in [33]. Two additional values are considered to evaluate the effect: $K_s^0 = 0$ and $K_s^0 = 50$. From Eq. 6, it can be noticed that the modelling of GB has an effect for:

$$d_b \leq K_s^0 \kappa \left(\sqrt{\sum_{\beta=1}^{12} b^{\alpha\beta} r_D^\beta} \right)^{-1} \quad (8)$$

thus the discretization used in simulations should be finer to have any effects. All the parameters are summarized in Tab. 2.

C_{11} (GPa)	C_{12} (GPa)	C_{44} (GPa)	n	K_0 (MPa)	τ_0 (MPa)	μ (GPa)	κ	G_c	r_D^0
199	136	105	15	10	88	65.6	42.8	10.4	$3.66 \cdot 10^{-11}$
α_L	K_{dl}	A_L	r_L^{sat}	r_L^0	τ_a	γ_0	K_s^0		
0.44	$0.25 \cdot 10^{-6}$	$4.48 \cdot 10^8$	$3.78 \cdot 10^{-6}$	$4.72 \cdot 10^{-6}$	50	$5 \cdot 10^{-3}$	[0, 5, 50]		

Table 2. Parameters of the crystal plasticity constitutive equations

The constitutive equations have been implemented in the MFront code generator [49] under finite strain settings using a fully implicit integration scheme solved by a Newton-Raphson algorithm. Details about the numerical implementation can be found in [26].

3.2. FFT simulations

The numerical simulations have been performed using the 3D reconstructed microstructure obtained experimentally (Fig. 12a), using the Fast Fourier Transform (FFT) solver AMITEX_FFTP [50]. The FFT method relies on regular grids to compute the mechanical equilibrium based on Lippmann-Schwinger equations [51].

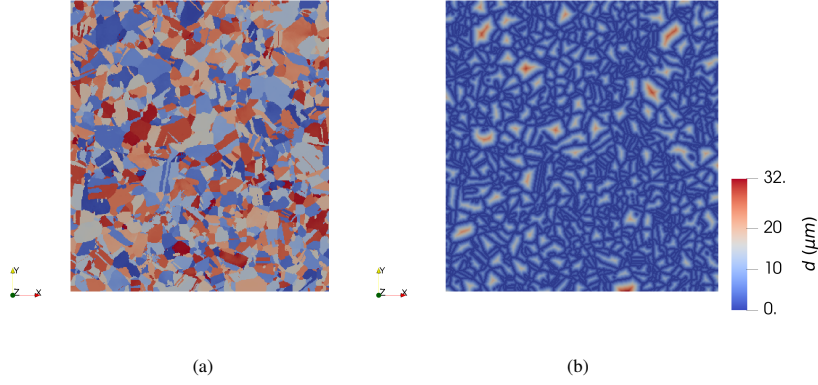


Figure 12. (a) 3D microstructure used for the FFT simulations: colors correspond to the different crystallographic orientations (b) Distance d_b to the closest GB.

The mechanical behavior of all voxels corresponds to the constitutive equations described in the previous section. The parameters of these equations are summarized in Tab. 2, and the crystallographic orientation of each voxel is given by the experimental values. Only the irradiated layer is considered, with constant materials parameters, thus neglecting the effect of the dose profile along the thickness. The distance d_b in Eq. 6 is shown in Fig. 12b, using the simplification that the distance to the nearest GB is computed and not the minimal distance to the closest boundary along slip system α . As the effect of the additional term in Eq. 6 is only significant close to the GB, this simplification is not expected to change the results. For each voxel and slip system α , the Luster-Morris parameters $N_{\alpha\beta}$ are computed, where β corresponds to the slip system of the adjacent grain, and Eq. 7 is used to define K_s^0 . FFT methods only allow to apply macroscopic (volume-average) strain / stress (or mixed) loading conditions on periodic structures. Uniaxial stress loading conditions are applied:

$$\frac{1}{V} \int_V \sigma dV = \Sigma_{xx} \mathbf{e}_x \otimes \mathbf{e}_x \quad (9)$$

where the axis x corresponds to the loading axis during the SSRT. Due to the fact that the microstructure is not periodic along the in-plane directions, such condition might create some artefacts close to the boundary. In addition, to simulate the free-surface effect, a stress-free layer of one voxel is added at the surface. Macroscopic deformation gradient F_{xx} is applied along the x axis up to 4% strain, as in the SSRT. All simulations have been performed using the full 3D microstructure ($800\mu\text{m} \times 800\mu\text{m} \times 20\mu\text{m}$) with an in-plane discretization of $2\mu\text{m}$ and through thickness discretization of $0.5\mu\text{m}$, corresponding to 6M voxels. Preliminary simulations (not reported here) have shown that coarser discretizations or considering a larger thickness does not affect the results presented hereafter. Simulations have been performed using $K_s^0 \in [0; 5; 50]$ to evaluate the effect of slip transmission modelling on GB local stresses. The two first cases correspond to fully transparent and to the value used in [33], while the later is used to exacerbate the effect.

3.3. Numerical results

Simulations have been performed on the Cobalt supercomputer (CCRT/CEA) corresponding to a typical runtime of about 48h on 1624 processors for each simulation. Typical results at the free surface of the

aggregate are shown on Figs. 13 and 14 for stress and strain fields, respectively. For $K_s^0 = 0$, *i.e.*, fully transparent GB, grain to grain variations of local stress (Fig. 13a) can be observed due to the different crystallographic orientations. Grain boundaries do not appear to have higher stresses than the interior of adjacent grains, consistent with the absence of any GB modelling. Interesting features appear on strain field as shown on Fig. 14a. At the scale of the aggregate, localization bands spanning multiple grains emerge, while at the grain scale, additional localization bands are present. The root cause of these localizations is crystal scale (through the removal of irradiation defects) and aggregate scale (as shown on Fig. 15a and discussed hereafter) softening mechanical behavior. Intragranular localization bands are expected to be mesh dependent, as no regularization is used in the model. Results are drastically different using GB modelling, as shown on Figs. 13b and 14b for the highest value of $K_s^0 = 50$ used in the simulations. Stresses are higher at GB than in the interior of the grains due to the absence of slip transmission and thus multiplication of dislocations close to these GB, as modelled by Eq. 6. Concurrently, strains are higher in grains' interior than close to the boundary, as shown on Fig. 14b. Still some intragranular localization bands can be observed, but no localization at the aggregate scale. The case $K_s^0 = 5$ is similar to $K_s^0 = 50$ with higher stresses at GB, and no macroscopic localization bands.

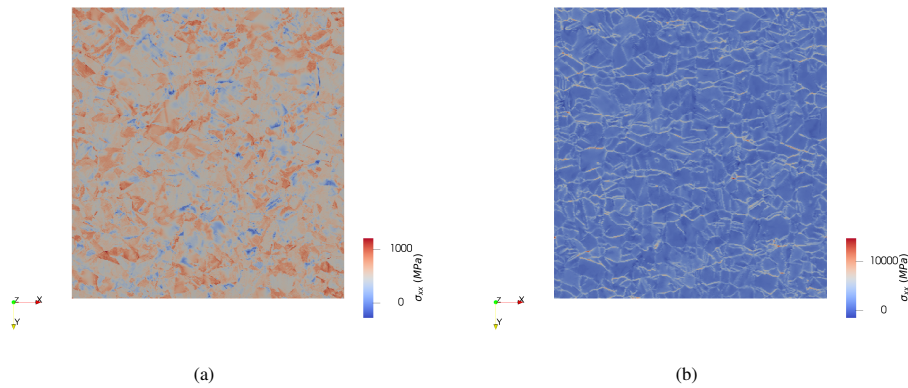


Figure 13. Stress σ_{xx} field at the free surface of the aggregate for an applied strain of 4%, for (a) $K_s^0 = 0$ and (b) $K_s^0 = 50$

The aggregate stress-strain curves are shown on Fig. 15a. For $K_s^0 = 0$, an almost perfectly plastic behavior is obtained, which is consistent with a 2dpa 304L mechanical behavior [26]. A slight softening is observed just after yielding, followed by a hardening behavior with a small hardening modulus. The overall stress magnitude is lower than the one reported in [26] using the same constitutive equations on a 3D aggregate due to the small thickness of the aggregate used in this study and hence where plane stress conditions prevail. As discussed before, it has been verified that increasing the thickness does indeed change the macroscopic stress-strain curves, but not the values of the stresses at the free surface, which is the main interest for cracking initiation.

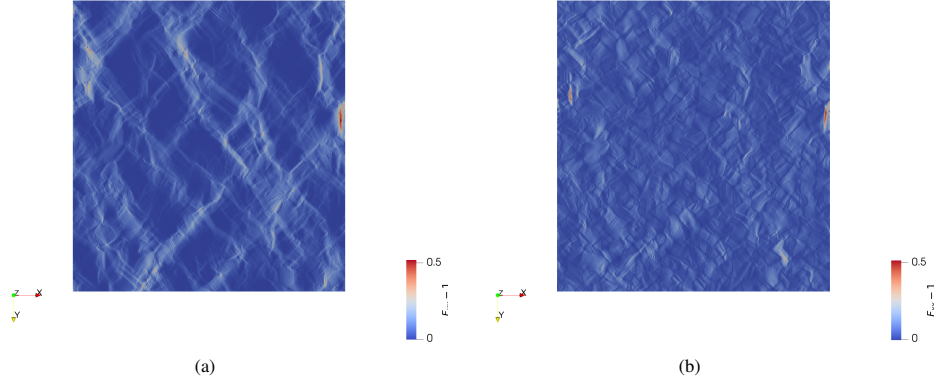


Figure 14. Deformation gradient F_{xx} field at the free surface of the aggregate for an applied strain of 4%, for (a) $K_s^0 = 0$ and (b) $K_s^0 = 50$

For $K_s^0 > 0$, a strong hardening behavior is observed due to the accumulation of dislocations at grain boundaries where slip transmission is unlikely [33]. As expected, the stress-strain curves for $K_s^0 = [5; 50]$ are not consistent with a 2dpa austenitic stainless steels, as the other hardening parameters of the constitutive equations have been calibrated assuming $K_s^0 = 0$. In order to get the desired almost perfectly plastic macroscopic behavior, a stronger softening due to the removal of irradiation defects should be considered, that will lead to more heterogeneous intragranular deformation behavior. Such calibration will be considered in future studies.

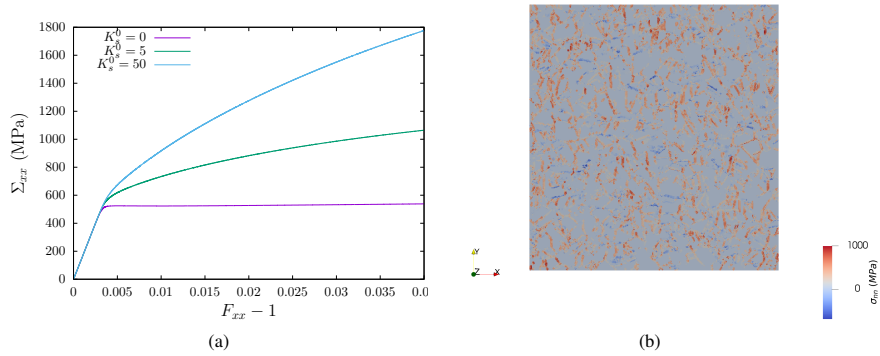


Figure 15. (a) Aggregate stress-strain curves (b) Intergranular normal stresses σ_{nn} at the free surface of the 3D microstructure for $K_s^0 = 0$

Local stresses at the free surface along with GB locations and normals are used to compute intergranular normal stresses for a macroscopic applied strain value of 4% that corresponds to the maximal value at the

end of the SSRT⁴ in PWR environment:

$$\sigma_{nn} = \mathbf{n} \cdot \boldsymbol{\sigma} \cdot \mathbf{n} \quad (10)$$

A typical result of the computation of intergranular normal stresses is shown on Fig. 15b, where the magnitude of σ_{nn} can be seen to strongly depend on GB positions. These results are used to compute cumulative distribution functions of σ_{nn} for both uncracked and cracked GB as well as to evaluate the effect of the GB modelling through the parameter K_s^0 .

For $K_s^0 = 0$, *i.e.*, fully transparent GB, normalized intergranular normal stress at cracked GB are found to be slightly higher than for uncracked GB (Fig. 16a). This observation is consistent with the analysis of the experimental data shown in Fig. 8 where larger values of the normal component along the loading axis was found, which has been related to higher intergranular normal stresses. However, the difference between uncracked and cracked GB in Fig. 8 was rather weak, and accounting for grain-grain interactions in the simulation does not alone lead to higher intergranular stresses as shown on Fig. 16a. For $K_s^0 > 0$, a shift towards the higher σ_{nn} values is observed for both uncracked and cracked GB. The effectiveness of such GB modelling is demonstrated in the inset of Fig. 16a where increasing the value of K_s^0 is shown to affect only GB having a Luster-Morris slip transmission parameter lower than the threshold used in the simulations. However, for the current model, it is observed to affect similarly uncracked and cracked GB, showing the difference pointed out in Fig. 9 is not sufficient to increase local stresses at cracked GB. Nevertheless, these results show that polycrystalline simulations accounting for the real microstructure and using constitutive equations incorporating a slip transmission criterion is able to rationalize the local cracking conditions determined experimentally towards a stress-based criterion. However, the differences between uncracked and cracked GB shown on Fig. 16a are for all cases too small to define a cracking stress. This was somehow expected as the underlying assumption of this analysis is that all GB have the same strength, which is clearly a strong assumption. It is therefore interesting to assess the effect of considering different GB strengths on cracking predictions, based on these numerical results. Fig. 16b shows the percentage of cracking for GB defined as cracked and uncracked based on experimental observations, considering a differential GB strength $\Delta\bar{\sigma}_c$ between uncracked GB and cracked GB. A fully predictive model corresponds to a cracking fraction of 1 for cracked GB and 0 for uncracked GB. Considering a similar strength for all GB ($\Delta\bar{\sigma}_c = 0$ and σ_c sets arbitrarily to the macroscopic stress), the difference between cracking fraction is small. Increasing $\Delta\bar{\sigma}_c$ leads to drastic evolutions for the cracking fractions, showing that such micromechanical approach coupled with some models able to predict accurately GB strength may be a promising approach.

⁴Analysis of the numerical data at other timesteps does not change the results reported hereafter.

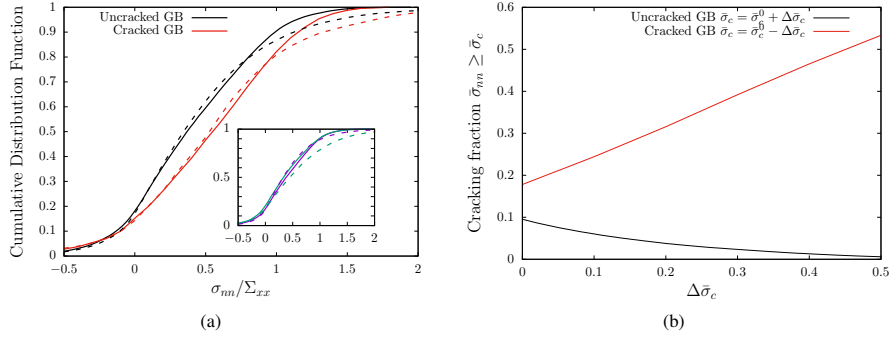


Figure 16. (a) Cumulative distribution functions of normalized intergranular normal stress σ_{nm}/Σ_{xx} for uncracked (in black) and cracked (in red) GB. Inset: cumulative distribution functions for GB with Luster-Morris parameter higher (violet lines) or lower (blue lines) than 0.95. Solid and dotted lines correspond to $K_s^0 = 0$ and $K_s^0 = 50$ (b) Cracking fraction for uncracked and cracked GB as a function of differential GB strength $\Delta\bar{\sigma}_c$, for $\sigma_c^0 = \Sigma_{xx}$

4. Discussion

The key experimental result of this study is the correlation observed between cracking initiation and the Luster-Morris slip transmission criterion. This result allows to go beyond correlations based on slip discontinuity observed after the tests, and opens the way for a micromechanical approach for IGSCC that may not need to account explicitly for dislocation channelling phenomenon. The strengths and weaknesses of the current micromechanical approach are now detailed.

4.1. Towards a micromechanical approach for IGSCC

Crystal plasticity simulations on realistic polycrystalline aggregates allow evaluating local stresses / strains fields accounting for the geometry - due grain shapes - and anisotropy - due to the crystallographic orientations in a way which is both physical and efficient, using the ability of massively parallel FFT-based solvers to deal with large-scale simulations. This allows to account naturally for both the effects of GB normals and grain-grain interactions on intergranular stresses, which is clearly the main strength of such approach as demonstrated by the previous results. The main weakness lies in the crystal scale constitutive equations and GB modelling. First, even if the equations used to describe hardening and evolutions of dislocations and defects are physically based, the calibration and validation of the parameters remains incomplete due to the lack of experimental results on single crystals. This is particularly true for irradiated austenitic stainless steels where only few data are available in the literature [52, 53, 54], most of them showing size effects due to the small-scale samples used. While some parameters of the models described in [26] are taken from lower-scale simulations (*e.g.*, Discrete Dislocation Dynamics for the coefficients of the interaction matrix), others (especially those related to hardening) are calibrated against polycrystalline aggregates results, which does not ensure that the constitutive equations would lead to satisfactory results for single crystals. Secondly, although the modelling of GB effect proposed in [33] and used in this study is both physically-based and numerically efficient, it remains to be supported by dedicated experimental observations of slip transmission in irradiated stainless steels, as well as by experimental local stresses measurements. Although requiring a lot of experimental observations, these two weaknesses could be overcome in the near future. The modelling of intragranular strain localization in polycrystalline aggregates is a bigger challenge. It has been shown how the impingement of a well-defined slip band on a given GB could lead to fracture [17],

but applying the same criterion requires to simulate all slip bands appearing at the crystal scale. Gradient enhanced crystal plasticity constitutive equations are needed to regularize strain localization and to ensure mesh independence in numerical simulations. Moreover, as the softening behavior is a necessary condition for strain localization, improving the calibration of constitutive equations is also necessary. Besides, although numerical tools are available in the literature to perform large-scale simulations exhibiting regularized intragranular strain localization [30, 31], as observed experimentally for irradiated austenitic stainless steels, how to control the distance between slip bands remains unknown (although theoretical models are developed to predict such distance [55]). In the meantime, accounting for slip transmission through the model proposed in [33] is a promising mesoscopic approach to detect GB where slip continuity is unlikely and thus more prone to cracking, without having to explicitly account for dislocation channelling.

All the aforementioned strengths and weaknesses of the micromechanical approach deal with accurate predictions of local stresses. Intergranular cracking will of course depends also on GB strength that may depend on irradiation, oxidation time, GB type. The analysis of the experimental and numerical results presented in the previous sections make it clear that a high local intergranular stress is not a sufficient condition for cracking, and that differential GB strength may have an important effect on cracking prediction (Fig. 16b). GB strength and intergranular oxidation are discussed in the next section.

4.2. Grain boundary oxidation

The strength of a grain boundary, defined in the previous section as the critical normal stress above which a GB will fracture, is not an intrinsic property. It should be considered as an effective property that depends on GB type - as shown for example by the fact that Σ_3 GB are considered to be resistant to cracking - and on the environmental embrittlement. As such, grain boundary oxidation is expected to play a key role in IGSCC. For some Nickel-based alloys, dedicated experiments allowed to quantify intergranular oxidation in high temperature aqueous environment [56] as well as the dramatic degradation of GB strength with oxidation [57]. However, even for unirradiated austenitic stainless steels, experimental quantification of intergranular oxidation in PWR environment is scarce. In [58], TEM observations performed on several GB showed that oxidation strongly depend on the GB considered, which could explain the fact that for two GB having the same estimated local stresses, only one of them (or none) will fail due to different oxidation states. For irradiated austenitic stainless steels, quantification of intergranular oxidation in PWR environment is an identified research gap. Dedicated experimental programs are definitely required to quantify, as a function of oxidation time, irradiation level and GB type, intergranular oxidation and correlations between cracking and microchemistry. Although experimental techniques - such as TEM on FIB samples - are available, it will require a huge amount of time, but appears unavoidable to improve the micromechanical approach of IGSCC. Regarding the effect of GB type on intergranular oxidation in austenitic stainless steel, it has been proposed recently a model based on the definition of an Atomic Packing Density (APD) that showed a promising correlation with intergranular corrosion in highly corroding environment [59]. For the experimental data obtained in this study, APD was computed for each grains, and the minimal value of the two grains adjacent to a GB was used as the GB APD. However, no difference is observed between uncracked and cracked GB, indicating that GB APD, as described in [59], may not be able to predict GB oxidation / strength of austenitic stainless steels in PWR environment. The analysis of experimental results in Section 2.3 considered all GB irrespective of their types (special or RHAB). Considering that Σ_3 GB are less susceptible to cracking (Fig. 10b), the data are re-analysed in Fig. 17 using only non Σ_3 GB. The distribution of Luster-Morris parameter for uncracked GB (Fig. 17b) is completely different to the one shown in Fig. 9b. This is due to the fact that Luster-Morris parameter $N_{max}^{A,B} = 1$ for Σ_3 GB. However, cracked GB still exhibit lower values, indicating that the difference discussed on Fig. 9b was not only due to difference of GB types between uncracked and cracked GBs.

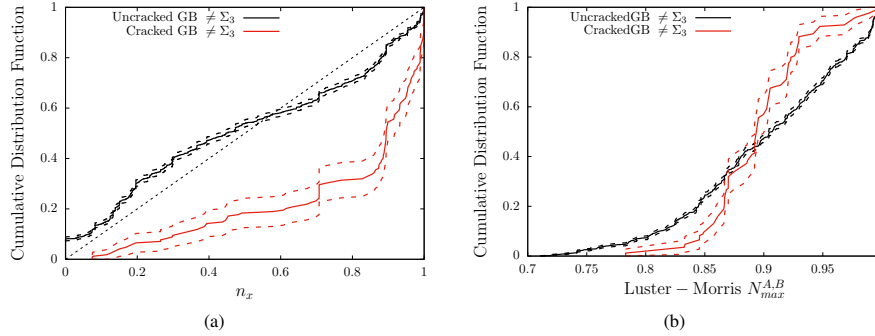


Figure 17. Cumulative distribution functions of (a) normal component n_x and (b) slip transmission parameter $N_{max}^{A,B}$ using Luster-Morris model, for uncracked (in black) and cracked (in red) non Σ_3 . Dotted lines correspond to 95% confidence bounds.

5. Conclusion and Perspectives

A micromechanical analysis of IGSCC of an irradiated austenitic stainless steel has been proposed, based on the reconstruction (through sequential polishing and 2D EBSD) of the 3D microstructure of a 304L proton-irradiated sample tested in PWR environment. This analysis allows to go beyond the analysis often reported in the literature based only on 2D observations, in particular with respect to the effect of GB normal and slip transmission criteria. Moreover, the large volume considered (and thus large number of cracks) has made possible a statistical analysis of the data. A correlation is observed between intergranular cracking and GB well-oriented with respect to the mechanical loading applied during the IGSCC test. In addition, evaluation of several slip transmission criteria has shown a correlation between the Luster-Morris parameter - involving only the crystallographic orientations on both sides of the GB - and cracking. Interestingly, this slip transmission criterion has been put forward for other FCC material in recent studies showing its ability to predict slip (dis-)continuity. Micromechanical simulations based on the reconstructed 3D microstructure and crystal plasticity constitutive equations modified to account for slip transmission at GB have been performed. The two main outcomes of these simulations are first higher - although only slightly - local stresses for cracked GB, and secondly evidence that considering differential GB strength has a strong effect on cracking predictions. In addition, GB modelling described in [33] appears numerically efficient and effective to increase local stresses where slip transmission is unlikely, and a promising mesoscopic way of accounting for the observed dependence of cracking on slip discontinuity without having to describe explicitly dislocation channels. These simulations allow to point out the main research gap that lies into the dependence of GB strength on GB type and oxidation, setting the path for future studies.

Acknowledgements

The authors gratefully acknowledge financial support provided by Slovenian Research Agency (grant P2-0026) and French Atomic Energy Commission.

CRedit Author statement

Disen Liang: Investigation, Software, Formal analysis, Writing - Review & Editing **Jérémy Hure:** Investigation, Software, Formal analysis, Writing - Original draft, Supervision, Conceptualization **Arnaud**

Courcelle: Investigation, Writing - Review & Editing **Samir El Shawish:** Investigation, Software, Writing - Review & Editing **Benoît Tanguy:** Conceptualization, Writing - Review & Editing

Appendix A: 3D EBSD reconstruction

This section provides the technical details regarding the EBSD data corrections and 3D EBSD reconstruction. For each EBSD map, the crystallographic phases and orientations are obtained in the frame $\{e_1, e_2\}$ shown in Fig. 18a. The Euler angles Ψ_i are defined at locations:

$$\Psi_i(x, y) = \Psi_i(\mathbf{X}) \quad (11)$$

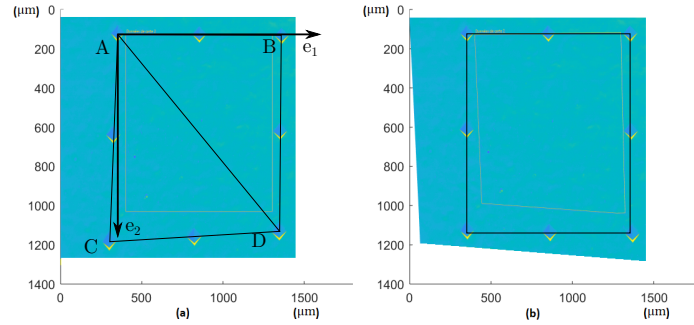


Figure 18. (a) SEM image of the area identified by the indents in the EBSD configuration (70° tilt angle) (b) Correction of the SEM image

Corrections of the coordinates are necessary to remove image distortions such as the positions of the indents:

$$\mathbf{X}^A = \begin{pmatrix} 0 \\ 0 \end{pmatrix} \quad \mathbf{X}^B = \begin{pmatrix} \alpha_1 \\ 0 \end{pmatrix} \quad \mathbf{X}^C = \begin{pmatrix} \alpha_2 \\ \alpha_3 \end{pmatrix} \quad \mathbf{X}^D = \begin{pmatrix} \alpha_4 \\ \alpha_5 \end{pmatrix} \quad (12)$$

go back to their initial positions and forming a square of size 1 (Fig. 18b):

$$\mathbf{X}_0^A = \begin{pmatrix} 0 \\ 0 \end{pmatrix} \quad \mathbf{X}_0^B = \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \end{pmatrix} \quad \mathbf{X}_0^C = \begin{pmatrix} 0 \\ 1 \end{pmatrix} \quad \mathbf{X}_0^D = \begin{pmatrix} 1 \\ 1 \end{pmatrix} \quad (13)$$

which allows to define piecewise linear transformations in the triangles (ACD) and (ABD) and to determine the real position of the Euler angles measurements:

$$\mathbf{X}_0 = \mathbf{M} \cdot \mathbf{X} \quad \Psi_i(\mathbf{X}_0) = \Psi_i(\mathbf{M} \cdot \mathbf{X}) \quad (14)$$

The coefficients α_i corresponding to the positions of the Vickers indents are measured on SEM images. However, as shown on Fig. 19a, applying separately corrections to each 2D EBSD map does not prevent for 3D reconstruction artefacts. Corrections of the positions of each Vickers indents $\Delta\alpha_i$ are thus allowed, and determined through maximizing the cross-correlation of the first Euler angles ϕ_1 between the current EBSD map and the previous one:

$$\Delta\alpha_i^n = \operatorname{argmax}(\phi_1^n \star \phi_1^{n-1}) \quad (15)$$

where \star denotes the convolution product. Derivative-free Nelder-Mead algorithm is used to compute Eq. 15, allowing to successfully align successive EBSD maps, as shown in Fig. 19b. All computations have been performed using Matlab software.



Figure 19. Stacking of successive 2D EBSD maps to reconstruct the 3D microstructure, (a) without and (b) with the use of Eq. 15

The reconstruction algorithm allows to correct in-plane misalignments of successive EBSD scans, but no correction is done regarding potential out-of-plane misalignments. Fig. 20a shows the evolutions of the thickness removed measured at the four Vickers indents located at the corners of a $l = 1\text{mm}$ square. The maximum absolute difference is about $\Delta h = 2\mu\text{m}$, which corresponds to an angle of $\theta \approx \Delta h/l \approx 0.1^\circ$ with respect to the initial plane. Thus, out-of-plane misalignment induced by the polishing procedure is negligible.

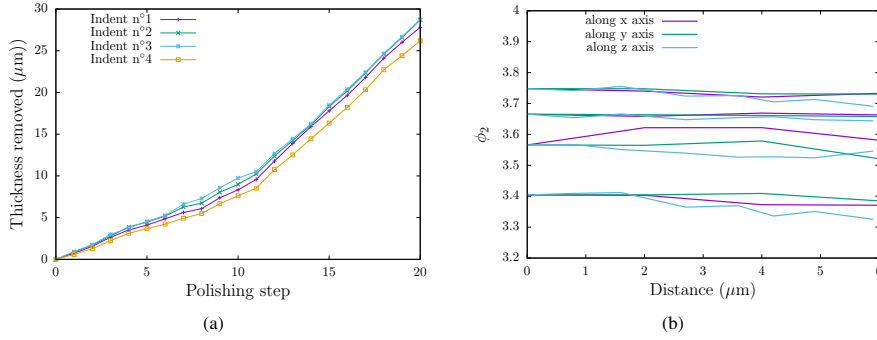


Figure 20. (a) Evolutions of the thickness removed measured at the four Vickers indents locations as a function of the polishing step (b) Evolutions of the Euler angle ϕ_2 along the three axis, starting from points located at the surface of the reconstructed microstructure in the middle of large grains

Still, misalignment coming from the incorrect mounting of the sample in the SEM sample holder needs to be quantify. Points are selected at the surface of the reconstructed microstructure (Fig. 19b) in the middle of large grains, and the evolutions of the Euler angles along the three axis are shown on Fig. 20b. The variations along the thickness (z-axis) are on the same order than the in-plane variations, indicating that the out-of-plane misalignment is negligible.

Appendix B: Detection of grain boundaries

This section provides a more detailed technical description of the approach employed in this study to reconstruct free-surface GB of a polycrystalline sample. A focus is set to the calculation of in-plane and out-

of-plane GB slopes given the two EBSD images obtained on two parallel surfaces initially stacked atop each other in a specimen. The first step consists of identifying all GB voxels on a top plane grid. A voxel is defined to be a GB voxel if there is exactly one additional color recognized (within some prescribed tolerance) in its immediate neighborhood composed of four voxels (up, down, left, right neighbors). In this way, each identified GB voxel is characterized by the corresponding color pair. However, if two or more additional colors are found in the neighborhood, a voxel is defined to be a triple point voxel.

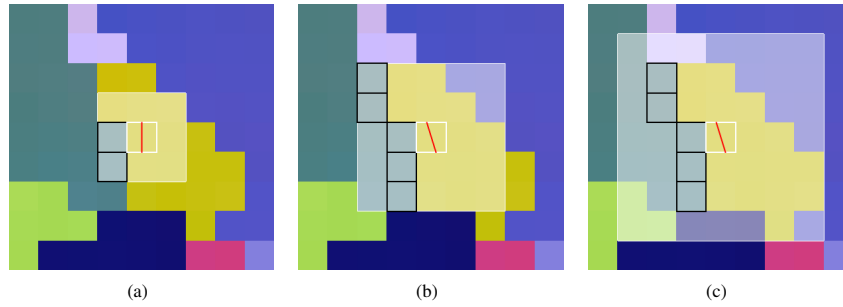


Figure 21. Enlarged section of the top plane sketching the calculation of the in-plane GB slope (red line) in a selected GB voxel (thick white square) using same-like GB voxels (thick black squares) within the prescribed nearest-neighbor voxel region of size $(2N_n + 1) \times (2N_n + 1)$ (thin white square) for (a) $N_n = 1$, (b) $N_n = 2$ and (c) $N_n = 3$. The slope is calculated from the moment of inertia of the 2D discrete object composed of black square centers: the slope corresponds to the eigenaxis with the smallest eigenvalue.

In the second step, each GB voxel is assigned an in-plane GB slope by accounting for its neighborhood of same-like GB voxels (having the same color pair). The centers of these neighboring same-like voxels compose a 2D discrete object which is further used to calculate the (in-plane) axis with the smallest moment of inertia. Such an axis is taken to be the principal direction of the (complex) object surrounding the corresponding GB voxel and is therefore used here to represent also the in-plane GB slope (denoted by k_0). The above step is demonstrated in Figure 21 for three different ranges of the neighborhood. Here, the range is characterized by parameter $N_n = 1, 2, 3$ which counts the number of voxel layers surrounding a GB voxel.

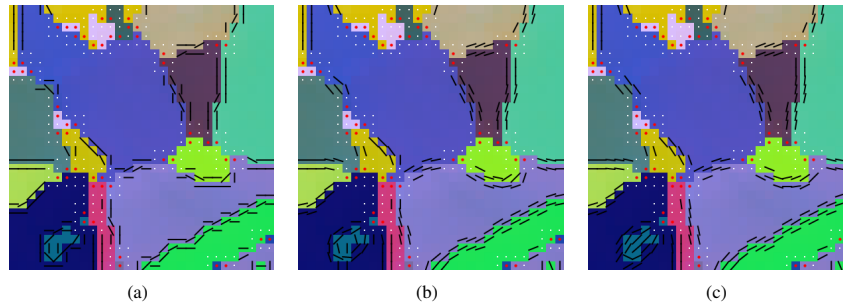


Figure 22. Detection of GB on the top plane. Black lines denote the calculated in-plane GB slopes of GB voxels using (a) $N_n = 1$, (b) $N_n = 2$ or (c) $N_n = 3$ surrounding voxel layers. Red points denote triple points and white points a 3×3 neighborhood of each triple point where GB detection is avoided.

In Fig. 22 the in-plane GB slopes are shown for all GB voxels using again three different ranges of the considered neighborhoods ($N_n = 1, 2, 3$). Depending on the grain size, the performance of the method varies locally for a given N_n . Generally, smoother slopes are produced for larger N_n , while better recognition of smaller grains is found for smaller N_n . Here, $N_n = 2$ or 3 seems to be the optimum choice.

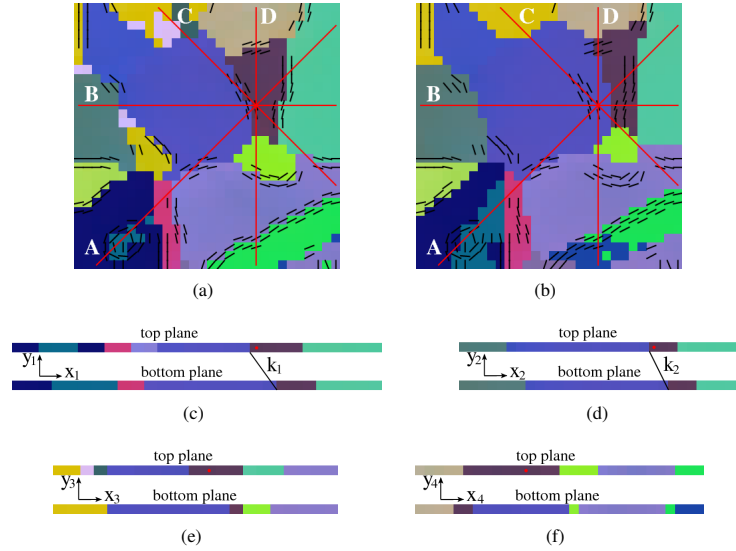


Figure 23. (a) Top plane and (b) bottom plane with black lines denoting in-plane GB slopes of the top plane (for $N_n = 2$) and red lines denoting four vertical planes A, B, C, D used to make four vertical cross sections shown in (c)-(f). Same GB type (color pair) is detected on the bottom plane in cross sections (c) A and (d) B, which allows to define the out-of-plane GB slopes k_1 and k_2 , respectively.

In the third step of the method, four vertical cross sections are produced for each GB voxel on the top plane, see Fig. 23. By identifying same GB types (color pairs) on the bottom plane, the out-of-plane GB slopes k_i ($i = 1, 2, 3, 4$) can be calculated in each cross section. It is clear, moreover, that the accuracy of k_i improves with increasing distance between the two planes.

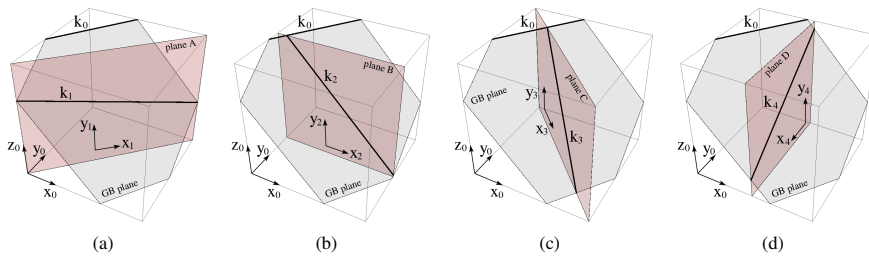


Figure 24. Four 3D sketches showing different vertical cross sections (red planes) crossing the assumed GB plane (gray plane). These plots are used to derive the expressions for GB normal \mathbf{n} as a function of the in-plane slope k_0 at the top plane and one of the out-of-plane slopes k_i ($i = 1, 2, 3, 4$), see Eq. (16).

In the last step, GB normals are finally calculated given the in-plane and out-of-plane slopes of all the GB voxels. A GB normal \mathbf{n} , assigned to one particular GB voxel, is calculated from the in-plane slope k_0 and out-of-plane slope k_i , following the definitions in Fig. 24, as (omitting the normalization)

$$\mathbf{n} \sim (-k_0, 1, \frac{k_0 - 1}{\sqrt{2}k_1}) \sim (-k_0, 1, \frac{k_0}{k_2}) \sim (-k_0, 1, \frac{k_0 + 1}{\sqrt{2}k_3}) \sim (-k_0, 1, \frac{1}{k_4}). \quad (16)$$

In principle, one k_i and k_0 are enough to determine a GB normal \mathbf{n} unambiguously. However, if more than one k_i is available, an average out-of-plane slope $\langle k_4 \rangle$ is calculated first to reduce the error employed in the estimation of k_i . In this respect, all available k_i are first transformed to one common cross section (labeled D) to obtain

$$k_{4,1} = \frac{\sqrt{2}k_1}{k_0 - 1}, \quad k_{4,2} = \frac{k_2}{k_0}, \quad k_{4,3} = \frac{\sqrt{2}k_3}{k_0 + 1}, \quad k_{4,4} = k_4, \quad (17)$$

using Eq. (16). The average slope $\langle k_4 \rangle$ is then calculated as

$$\langle k_4 \rangle = \tan \left(\frac{1}{2} \arctan \left(\frac{\sum_j \sin(2 \arctan(k_{4,j}))}{\sum_j \cos(2 \arctan(k_{4,j}))} \right) \right), \quad (18)$$

using the rule for calculating the mean of angles with periodicity π instead of 2π (as angle α and $\alpha + \pi$ denote the same slope, thus 2's in Eq. (18)). Finally, a GB normal is calculated as

$$\mathbf{n} \sim (-k_0, 1, \frac{1}{\langle k_4 \rangle}) \quad (19)$$

followed by a proper normalization.

The effects of the choices of the distance between the top and bottom planes h and the smoothing parameter N_n on the GB normal components are shown on Figs. 25, 26. The parameter h affects mostly the n_z component (Fig. 25c), while the effect on the other components is weaker (Fig. 25a,b). Due to the discrete nature of the EBSD data, the accuracy of the determination of GB out-of-plane component increases with higher values of h , while lower values are needed to assess GB normals closest as possible to the surface. In the following, $h = 4\mu\text{m}$ is chosen as a compromise, keeping in mind that the GB normal computed corresponds to an average value over a thickness h .

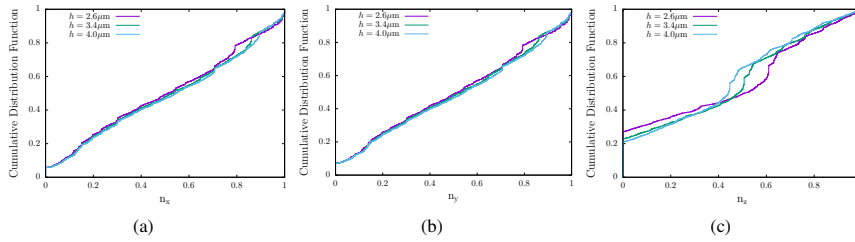


Figure 25. Cumulative distribution functions of GB normal components as a function of the distance between the top and bottom planes h

The effect of the smoothing parameter N_n is more limited, as shown on Fig. 26. As a compromise between the detection of small grains and smoothing of the 2D GB, $N_n = 2$ is chosen for the distributions reported in the paper.

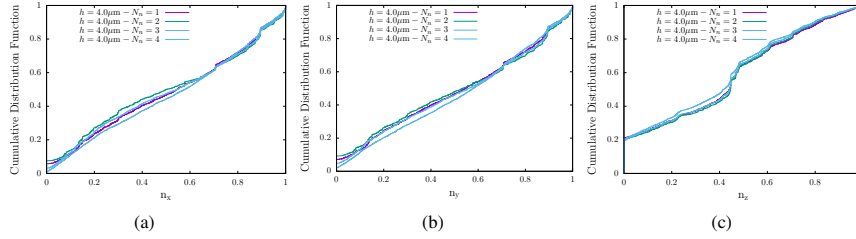


Figure 26. Cumulative distribution functions of GB normal components as a function of the value of the smoothing parameter N_s

Finally, the effect of the projection of cracks on GB is assessed in Fig. 27. As discussed in Section 2.2.2, a voxel at a position $\{x, y\}$ of the EBSD map is considered to correspond to a crack if $\sqrt{(x - x_c)^2 + (y - y_c)^2} \leq \mathcal{P}\Delta$, where $\{x_c, y_c\}$ is the location of a crack determined from SEM observations, Δ the step used for EBSD analysis. \mathcal{P} is a parameter controlling the projection process. The effect of \mathcal{P} on the cumulative distribution functions is shown on Fig. 27. Due to the relatively small number of cracks, the distributions for uncracked GB are not affected by the choice of the parameter \mathcal{P} . For cracked GB, higher values of \mathcal{P} lead to distributions closer to the ones for uncracked GB, which is consistent with the fact that higher number of false cracked GB will be considered. The fraction of cracked GB depends on the choice of the parameter \mathcal{P} and is equal to 1.6%, 3.2%, 4.9% for $\mathcal{P} = 1, 2, 3$, respectively. In order to minimize the number of false cracked GB, the smallest value of the parameter $\mathcal{P} = 1$ is considered for all *cdf* presented in the main part of the manuscript. This leads to rather small fraction of cracked GB and thus to uncertainties that are evaluated by computed *cdf* 95% confidence bounds.

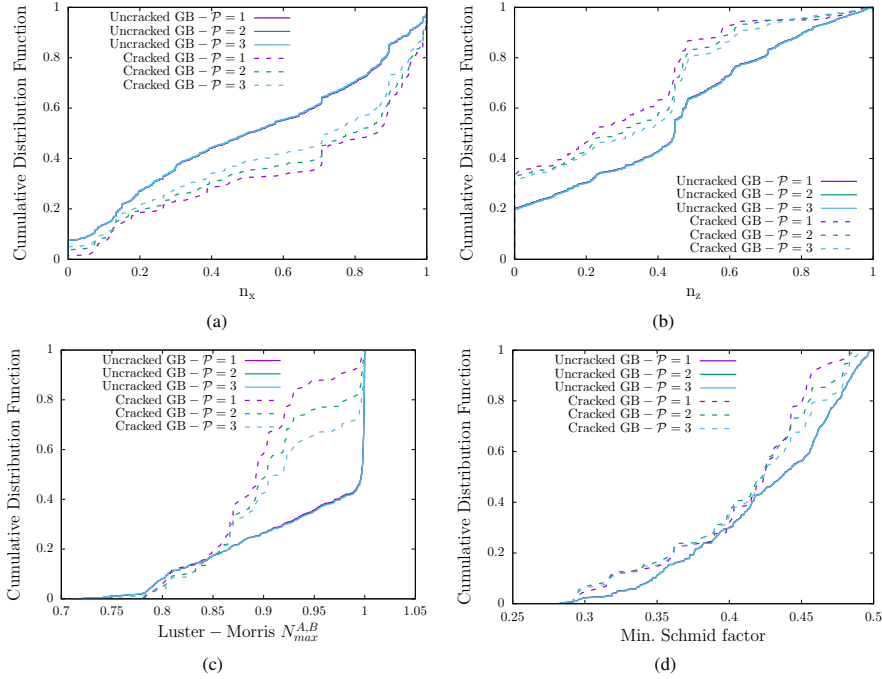


Figure 27. Cumulative distribution functions of (a) n_x (b) n_z (c) Luster-Morris parameter and (d) minimal Schmid factor for uncracked and cracked GB as a function of the parameter \mathcal{P} used to project cracks on GB

6. References

References

- [1] P. L. Andresen, G. S. Was, A historical perspective on understanding IASCC, *Journal of Nuclear Materials* 517 (2019) 380 – 392. doi:https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2019.01.057. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0022311518317525>
- [2] O. Chopra, A. Rao, A review of irradiation effects on LWR core internal materials: IASCC susceptibility and crack growth rates of austenitic stainless steels, *Journal of Nuclear Materials* 409 (3) (2011) 235 – 256. doi:https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2010.12.001. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0022311510008147>
- [3] K. Nordlund, S. J. Zinkle, A. E. Sand, F. Granberg, R. S. Averbach, R. E. Stoller, T. Suzudo, L. Malerba, F. Banhart, W. J. Weber, F. Willaime, S. L. Dudarev, D. Simeone, Primary radiation damage: A review of current understanding and models, *Journal of Nuclear Materials* 512 (2018) 450 – 479. doi:https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2018.10.027. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S002231151831016X>

- [4] L. Tan, R. Stoller, K. Field, Y. Yang, H. Nam, D. Morgan, B. Wirth, M. Gussev, J. Busby, Microstructural evolution of type 304 and 316 stainless steels under neutron irradiation at LWR relevant conditions, *JOM* 68 (20161975) 517–529.
- [5] D. Féron, C. Guerre, F. Martin, Historical review of alloy 600 stress corrosion cracking: From the Coriou effect to the Quantitative Micro-Nano Approach, *Corrosion* 75 (3) (2019) 267–273. arXiv:<https://doi.org/10.5006/2942>, doi:10.5006/2942. URL <https://doi.org/10.5006/2942>
- [6] X. Liu, W. Hwang, J. Park, D. Van, Y. Chang, S. H. Lee, S.-Y. Kim, S. Han, B. Lee, Toward the multiscale nature of stress corrosion cracking, *Nuclear Engineering and Technology* 50 (1) (2018) 1 – 17. doi:<https://doi.org/10.1016/j.net.2017.10.014>. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1738573317304552>
- [7] G. Was, J. Busby, T. Allen, E. Kenik, A. Jensson, S. Bruemmer, J. Gan, A. Edwards, P. Scott, P. Andreson, Emulation of neutron irradiation effects with protons: validation of principle, *Journal of Nuclear Materials* 300 (2) (2002) 198 – 216. doi:[https://doi.org/10.1016/S0022-3115\(01\)00751-6](https://doi.org/10.1016/S0022-3115(01)00751-6). URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0022311501007516>
- [8] Z. Jiao, G. Was, Localized deformation and IASCC initiation in austenitic stainless steels, *Journal of Nuclear Materials* 382 (2) (2008) 203 – 209, *microstructural Processes in Irradiated Materials*. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2008.08.032>. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0022311508004649>
- [9] J. Gupta, J. Hure, B. Tanguy, L. Laffont, M.-C. Lafont, E. Andrieu, Evaluation of stress corrosion cracking of irradiated 304L stainless steel in PWR environment using heavy ion irradiation, *Journal of Nuclear Materials* 476 (2016) 82 – 92. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2016.04.003>. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0022311516301179>
- [10] J. Busby, G. Was, E. Kenik, Isolating the effect of radiation-induced segregation in irradiation-assisted stress corrosion cracking of austenitic stainless steels, *Journal of Nuclear Materials* 302 (1) (2002) 20 – 40. doi:[https://doi.org/10.1016/S0022-3115\(02\)00719-5](https://doi.org/10.1016/S0022-3115(02)00719-5). URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0022311502007195>
- [11] K. Fukuya, M. Nakano, K. Fujiti, T. Torimaru, Y. Kitsunai, Separation of microstructural and microchemical effects in irradiation assisted stress corrosion cracking using post-irradiation annealing, *Journal of Nuclear Science and Technology* 41 (12) (2004) 1218–1227. arXiv:<https://www.tandfonline.com/doi/pdf/10.1080/18811248.2004.9726351>, doi:10.1080/18811248.2004.9726351. URL <https://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/18811248.2004.9726351>
- [12] E. Lee, T. Byun, J. Hunn, M. Yoo, K. Farrell, L. Mansur, On the origin of deformation microstructures in austenitic stainless steel: Part I: Microstructures, *Acta Materialia* 49 (16) (2001) 3269 – 3276. doi:[https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(01\)00193-8](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(01)00193-8). URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359645401001938>
- [13] E. Lee, M. Yoo, T. Byun, J. Hunn, K. Farrell, L. Mansur, On the origin of deformation microstructures in austenitic stainless steel: Part II: Mechanisms, *Acta Materialia* 49 (16) (2001) 3277 – 3287. doi:[https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(01\)00194-X](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(01)00194-X). URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S135964540100194X>

- [14] M. McMurtrey, B. Cui, I. Robertson, D. Farkas, G. Was, Mechanism of dislocation channel-induced irradiation assisted stress corrosion crack initiation in austenitic stainless steel, *Current Opinion in Solid State and Materials Science* 19 (5) (2015) 305 – 314. doi:<https://doi.org/10.1016/j.cossms.2015.04.001>. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359028615000261>
- [15] K. J. Stephenson, G. S. Was, The role of dislocation channeling in IASCC initiation of neutron irradiated stainless steel, *Journal of Nuclear Materials* 481 (2016) 214 – 225. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2016.09.001>. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0022311516306912>
- [16] D. Johnson, B. Kuhr, D. Farkas, G. Was, Quantitative analysis of localized stresses in irradiated stainless steels using high resolution electron backscatter diffraction and molecular dynamics modeling, *Scripta Materialia* 116 (2016) 87 – 90. doi:<https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2016.01.017>. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359646216300173>
- [17] M. Sauzay, M. Moussa, Prediction of grain boundary stress fields and microcrack initiation induced by slip band impingement, *Int J. Fract* 184 (2013) 215240.
- [18] J. Gupta, J. Hure, B. Tanguy, L. Laffont, M.-C. Lafont, E. Andrieu, Characterization of ion irradiation effects on the microstructure, hardness, deformation and crack initiation behavior of austenitic stainless steel: heavy ions vs protons, *Journal of Nuclear Materials* 501 (2018) 45 – 58. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2018.01.013>. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0022311517311200>
- [19] E. West, M. McMurtrey, Z. e. a. Jiao, Role of localized deformation in irradiation-assisted stress corrosion cracking initiation, *Metall and Mat Trans A* 43 (2012) 136146.
- [20] E. West, G. Was, A model for the normal stress dependence of intergranular cracking of irradiated 316L stainless steel in supercritical water, *Journal of Nuclear Materials* 408 (2) (2011) 142 – 152. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2010.11.012>. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0022311510006896>
- [21] D. Johnson, B. Kuhr, D. Farkas, G. Was, Quantitative linkage between the stress at dislocation channel grain boundary interaction sites and irradiation assisted stress corrosion crack initiation, *Acta Materialia* 170 (2019) 166 – 175. doi:<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2019.02.032>. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359645419301181>
- [22] A. Stratulat, J. A. Duff, T. J. Marrow, Grain boundary structure and intergranular stress corrosion crack initiation in high temperature water of a thermally sensitised austenitic stainless steel, observed in situ, *Corrosion Science* 85 (2014) 428 – 435. doi:<https://doi.org/10.1016/j.corsci.2014.04.050>. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0010938X14002212>
- [23] T. Liu, S. Xia, Q. Bai, B. Zhou, L. Zhang, Y. Lu, T. Shoji, Three-dimensional study of grain boundary engineering effects on intergranular stress corrosion cracking of 316 stainless steel in high temperature water, *Journal of Nuclear Materials* 498 (2018) 290 – 299. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2017.10.004>. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0022311517306190>
- [24] A. King, G. Johnson, D. Engelberg, W. Ludwig, J. Marrow, Observations of intergranular stress corrosion cracking in a grain-mapped polycrystal, *Science* 321 (5887) (2008) 382–385.

arXiv:<https://science.sciencemag.org/content/321/5887/382.full.pdf>, doi:10.1126/science.1156211.
URL <https://science.sciencemag.org/content/321/5887/382>

- [25] D. Gonzalez, I. Simonovski, P. Withers, J. Q. da Fonseca], Modelling the effect of elastic and plastic anisotropies on stresses at grain boundaries, *International Journal of Plasticity* 61 (2014) 49 – 63. doi:<https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2014.03.012>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0749641914000552>
- [26] J. Hure, S. E. Shawish], L. Cizelj, B. Tanguy, Intergranular stress distributions in polycrystalline aggregates of irradiated stainless steel, *Journal of Nuclear Materials* 476 (2016) 231 – 242. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2016.04.017>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0022311516301313>
- [27] A. Stratulat, D. E. Armstrong, S. G. Roberts, Micro-mechanical measurement of fracture behaviour of individual grain boundaries in Ni alloy 600 exposed to a pressurized water reactor environment, *Corrosion Science* 104 (2016) 9 – 16. doi:<https://doi.org/10.1016/j.corsci.2015.10.019>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0010938X15301189>
- [28] A. Musienko, G. Cailletaud, Simulation of inter- and transgranular crack propagation in polycrystalline aggregates due to stress corrosion cracking, *Acta Materialia* 57 (13) (2009) 3840 – 3855. doi:<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2009.04.035>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359645409002596>
- [29] I. Simonovski, L. Cizelj, Cohesive zone modeling of intergranular cracking in polycrystalline aggregates, *Nuclear Engineering and Design* 283 (2015) 139 – 147, sI:NENE 2013. doi:<https://doi.org/10.1016/j.nucengdes.2014.09.041>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0029549314005548>
- [30] J. Scherer, J. Besson, S. Forest, J. Hure, B. Tanguy, Strain gradient crystal plasticity with evolving length scale: Application to voided irradiated materials, *European Journal of Mechanics - A/Solids* 77 (2019) 103768. doi:<https://doi.org/10.1016/j.euromechsol.2019.04.003>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0997753818309458>
- [31] A. Marano, L. Gélébart, S. Forest, Intragranular localization induced by softening crystal plasticity: Analysis of slip and kink bands localization modes from high resolution FFT-simulations results, *Acta Materialia* 175 (2019) 262 – 275. doi:<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2019.06.010>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359645419303696>
- [32] F. Roters, P. Eisenlohr, L. Hantcherli, D. Tjahjanto, T. Bieler, D. Raabe, Overview of constitutive laws, kinematics, homogenization and multiscale methods in crystal plasticity finite-element modeling: Theory, experiments, applications, *Acta Materialia* 58 (4) (2010) 1152 – 1211. doi:<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2009.10.058>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359645409007617>
- [33] S. Haouala, R. Alizadeh, T. Bieler, J. Segurado, J. LLorca, Effect of slip transmission at grain boundaries in Al bicrystals, *International Journal of Plasticity* 126 (2020) 102600. doi:<https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2019.09.006>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0749641919303456>

- [34] R. Stoller, M. Toloczko, G. Was, A. Certain, S. Dwaraknath, F. Garner, On the use of SRIM for computing radiation damage exposure, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* 310 (2013) 75 – 80. doi:<https://doi.org/10.1016/j.nimb.2013.05.008>. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0168583X13005053>
- [35] S. Lozano-Perez, K. Kruska, I. Iyengar, T. Terachi, T. Yamada, The role of cold work and applied stress on surface oxidation of 304 stainless steel, *Corrosion Science* 56 (2012) 78 – 85. doi:<https://doi.org/10.1016/j.corsci.2011.11.021>. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0010938X11006391>
- [36] B. Winiarski, A. Gholinia, K. Mingard, M. Gee, G. Thompson, P. Withers, Broad ion beam serial section tomography, *Ultramicroscopy* 172 (2017) 52 – 64. doi:<https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2016.10.014>. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0304399116302819>
- [37] F. Bachmann, R. Hielscher, H. Schaeben, Texture analysis with MTEX: Free and open source software toolbox, in: *Texture and Anisotropy of Polycrystals III*, Vol. 160 of Solid State Phenomena, Trans Tech Publications Ltd, 2010, pp. 63–68. doi:10.4028/www.scientific.net/SSP.160.63.
- [38] H. Pirgazi, On the alignment of 3d ebsd data collected by serial sectioning technique, *Materials Characterization* 152 (2019) 223 – 229. doi:<https://doi.org/10.1016/j.matchar.2019.04.026>. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1044580319306394>
- [39] Y. Zhang, A. Elbrnd, F. Lin, A method to correct coordinate distortion in EBSD maps, *Materials Characterization* 96 (2014) 158 – 165. doi:<https://doi.org/10.1016/j.matchar.2014.08.003>. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1044580314002447>
- [40] M.-A. Charpagne, F. Strub, T. M. Pollock, Accurate reconstruction of EBSD datasets by a multi-modal data approach using an evolutionary algorithm, *Materials Characterization* 150 (2019) 184 – 198. doi:<https://doi.org/10.1016/j.matchar.2019.01.033>. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1044580318329073>
- [41] H. Pirgazi, K. Glowinski, A. Morawiec, L. A. I. Kestens, Three-dimensional characterization of grain boundaries in pure nickel by serial sectioning *via* mechanical polishing, *Journal of Applied Crystallography* 48 (6) (2015) 1672–1678. doi:10.1107/S1600576715017616. URL <https://doi.org/10.1107/S1600576715017616>
- [42] O. Diard, S. Leclercq, G. Rousselier, G. Cailletaud, Distribution of normal stress at grain boundaries in multicrystals: application to an intergranular damage modeling, *Computational Materials Science* 25 (1) (2002) 73 – 84. doi:[https://doi.org/10.1016/S0927-0256\(02\)00251-3](https://doi.org/10.1016/S0927-0256(02)00251-3). URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0927025602002513>
- [43] E. Bayerschen, A. T. McBride, B. D. Reddy, T. Bhlke, Review on slip transmission criteria in experiments and crystal plasticity models, *Journal of Materials Science* 51 (2016) 2243 – 2258.
- [44] M. McMurtrey, G. Was, L. Patrick, D. Farkas, Relationship between localized strain and irradiation assisted stress corrosion cracking in an austenitic alloy, *Materials Science and Engineering: A* 528 (10) (2011) 3730 – 3740. doi:<https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.01.073>. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921509311000955>

- [45] A. Patra, D. L. McDowell, Crystal plasticity-based constitutive modelling of irradiated bcc structures, *Philosophical Magazine* 92 (7) (2012) 861–887. arXiv:<https://doi.org/10.1080/14786435.2011.634855>, doi:10.1080/14786435.2011.634855.
URL <https://doi.org/10.1080/14786435.2011.634855>
- [46] N. R. Barton, A. Arsenlis, J. Marian, A polycrystal plasticity model of strain localization in irradiated iron, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 61 (2) (2013) 341 – 351. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jmps.2012.10.009>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S002250961200230X>
- [47] T. Erinosho, F. Dunne, Strain localization and failure in irradiated zircaloy with crystal plasticity, *International Journal of Plasticity* 71 (2015) 170 – 194. doi:<https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2015.05.008>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0749641915000789>
- [48] G. Monnet, C. Mai, Prediction of irradiation hardening in austenitic stainless steels: Analytical and crystal plasticity studies, *Journal of Nuclear Materials* 518 (2019) 316 – 325. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2019.03.001>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S002231151930056X>
- [49] T. Helfer, B. Michel, J.-M. Proix, M. Salvo, J. Sercombe, M. Casella, Introducing the open-source mfront code generator: Application to mechanical behaviours and material knowledge management within the pleiades fuel element modelling platform, *Computers & Mathematics with Applications* 70 (2015) 994–1023.
- [50] CEA, Amitex .ftp, www.maisondelasimulation.fr/projects/amitex/html/.
- [51] H. Moulinec, P. Suquet, A numerical method for computing the overall response of nonlinear composites with complex microstructure, *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering* 157 (1998) 69–94.
- [52] H.-H. Jin, E. Ko, J. Kwon, S. S. Hwang, C. Shin, Evaluation of critical resolved shear strength and deformation mode in proton-irradiated austenitic stainless steel using micro-compression tests, *Journal of Nuclear Materials* 470 (2016) 155 – 163. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2015.12.029>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0022311515303986>
- [53] H. Vo, A. Reichardt, D. Frazer, N. Bailey, P. Chou, P. Hosemann, In situ micro-tensile testing on proton beam-irradiated stainless steel, *Journal of Nuclear Materials* 493 (2017) 336 – 342. doi:<https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2017.06.026>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0022311517300818>
- [54] E. Paccou, B. Tanguy, M. Legros, Micropillar compression study of Fe-irradiated 304L steel, *Scripta Materialia* 172 (2019) 56 – 60. doi:<https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2019.07.007>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359646219304051>
- [55] K. Gururaj, C. Robertson, M. Fivel, Channel formation and multiplication in irradiated FCC metals : a 3D dislocation dynamics investigation, *Phil. Mag.* 95 (2015) 1368–1389.
- [56] C. Duhamel, J. Caballero, T. Couvant, J. Crpin, F. Gaslain, C. Guerre, H. Le, M. Wehbi, Intergranular oxidation of nickel-base alloys: Potentialities of focused ion beam tomography, *Oxidation of Metals* 88 447 – 457.

- [57] K. Fujii, T. Miura, H. Nishioka, K. Fukuya, Degradation of grain boundary strength by oxidation in alloy 600, Proceedings of the 15th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System, Water Reactors (2011) 1447–1461.
- [58] R. Matthews, R. Knusten, J. Westraadt, T. Couvant, Intergranular oxidation of 316L stainless steel in the PWR primary water environment, Corrosion Science 125 (2017) 175 – 183. doi:<https://doi.org/10.1016/j.corsci.2017.06.023>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0010938X16311362>
- [59] D. An, T. Griffiths, P. Konijnenberg, S. Mandal, Z. Wang, S. Zaefferer, Correlating the five parameter grain boundary character distribution and the intergranular corrosion behaviour of a stainless steel using 3D orientation microscopy based on mechanical polishing serial sectioning, Acta Materialia 156 (2018) 297 – 309. doi:<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2018.06.044>.
URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359645418305123>

5.2.2 A coalescence criterion for porous single crystals

A coalescence criterion for porous single crystals

J. Hure^{a,*}

^a*DEN-Service d'Etudes des Matériaux Irradiés, CEA, Université Paris-Saclay, F-91191, Gif-sur-Yvette, France*

Abstract

Voids can be observed at various scales in ductile materials, frequently of sizes lower than the grain size, leading to porous single crystals materials. Two local deformation modes of porous ductile (single crystals) materials have been identified and referred to as void growth and void coalescence, the latter being characterized by strong interactions between neighboring voids. A simple semi-analytical coalescence criterion for porous single crystals with periodic arrangement of voids is proposed using effective isotropic yield stresses associated with a criterion derived for isotropic materials. An extension of the coalescence criterion is also proposed to account for shear with respect to the coalescence plane. Effective yield stresses are defined using Taylor theory of single crystal deformation, and rely ultimately on the computation of average Taylor factors. Arbitrary sets of slip systems can be considered. The coalescence criterion is assessed through comparisons to numerical limit-analysis results performed using a Fast-Fourier-Transform based solver. A good agreement is observed between the proposed criterion and numerical results for various configurations including different sets of slip systems (Face-Centered-Cubic, Hexagonal-Close-Packed), crystal orientations, void shapes and loading conditions. The competition between void growth and void coalescence is described for specific conditions, emphasizing the strong influence of both crystal orientation and void lattice, as well as their interactions.

Keywords: Crystal plasticity, Porous materials, Ductile fracture, Void Coalescence

1. Introduction

Ductile fracture through void growth to coalescence is one of the failure mode of metal alloys. Early observations of the effect of porosity on fracture [1, 2] have motivated researches on voids evolution under mechanical loading [3, 4], emphasizing the major roles of hydrostatic stress and porosity on the mechanical behavior of porous materials. Homogenized models for isotropic porous materials have subsequently been proposed by Gurson [5] and extended by Tvergaard and Needleman [6] into the so-called GTN model which is still widely used. Seminal porous unit-cells computations [7] have put forward two deformation modes for porous materials with periodic arrangement of voids, known as void growth (implicitly considered in the Gurson model), and void coalescence (corresponding to localized plastic flow). A coalescence criterion was then proposed by Thomason [8] based on a similar approach as the one followed by Gurson. Several homogenized models have since then been proposed to incorporate the effects of void shape, anisotropy, strain-hardening, and used to simulate ductile tearing. Detailed reviews about the underlying physical mechanisms of ductile fracture through void growth to coalescence, homogenized models and their numerical implementation can be found in [9, 10, 11, 12].

Based on unit-cells simulations (see, *e.g.*, [13, 14] for recent studies and references therein), plastic anisotropy has been incorporated into homogenized models for porous materials, mainly through Hill's orthotropic yield criterion, for growth [15, 16, 17, 18, 19] and more recently for coalescence [20, 21, 22].

*Corresponding author

However, void growth and coalescence have been much less studied in single crystals, where strong plastic anisotropy arises from well-defined sets of slip systems, while associated homogenized models will be ultimately required to model macroscopic mechanical behavior up to ductile tearing. Typical examples of potential applications are single crystals used as structural components such as Nickel-based superalloys in aerospace applications [23], or polycrystalline aggregates with voids lower than the grain size arising from submicrometric particles [24], vacancies condensation prior [25] or under deformation [26]. Void growth in single crystals has been described experimentally, *e.g.* by Crépin *et al.* [27] and Gan *et al.* [28], emphasizing the strong interactions between crystallographic orientations and void growth shapes as well as lattice rotations around voids. Crystal-plasticity constitutive equations [29] have been used in finite-element simulations of porous unit-cells [7] to assess voids evolution in single crystals under mechanical loading. O'Regan *et al.* [30], Orsini & Zikry [31] and Potirniche *et al.* [32] performed 2D simulations which showed a strong influence of crystal orientation and void arrangement on void growth and coalescence, especially for low stress triaxialities. Additional crystal-plasticity three-dimensional simulations [33, 34, 35] confirmed the first observations and detailed the influence of crystal orientation on void coalescence. Previous studies used (almost)-rate-independent crystal plasticity, but rate-dependent constitutive equations have also been used to assess creep behavior of porous single crystals [36, 37], where either void coalescence or void collapse can be observed. In addition, Discrete-Dislocations-Dynamics (DDD) simulations [38, 39, 40] provided valuable details about anisotropic dislocations motion around voids for low values of applied strain. Some mechanistic studies about void growth in single crystals have also addressed size effects in addition to crystallographic orientation effects, mainly through Molecular Dynamics (*e.g.* [41]) or strain-gradient crystal plasticity finite-element simulations (*e.g.* [42, 43]), which are outside the scope of this paper.

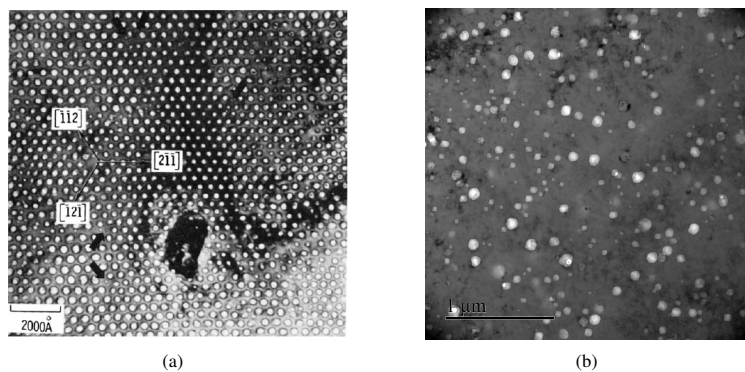


Figure 1. Transmission Electron Microscope (TEM) images showing (a) regular nanovoids lattice in Niobium irradiated with 7.5 MeV Ta^+ ions at 800°C [44] and (b) random distribution of nanovoids in an austenitic stainless steel irradiated with 2MeV Fe^{3+} at 600°C (Courtesy of P.O. Barrioz).

Three-dimensional homogenized models for porous single crystals were proposed only recently. Han *et al.* [45] developed a yield criterion for porous single crystals assuming spherical voids and rate-independent crystal plasticity, leading to a crystal plasticity model where the critical resolved shear stress depends on porosity and stress triaxiality. Following similar hypotheses, another yield criterion was proposed in [46], furthermore validated through comparisons to unit-cells simulations and extended to account for hardening [47]. Based on the variational approach, a more general yield criterion for porous single crystals was derived in [48] considering distributions of ellipsoidal voids and rate-dependent crystal plasticity. For spherical

voids, the three yield criteria [45, 46, 48] lead to rather similar results, for rate-independent FCC materials. For the sake of completeness, it should be noticed that a homogenized model for rate-dependent porous single crystals was proposed by [49], while dynamic effects have been studied in [50]. Based on the criterion proposed in [45], a complete set of constitutive equations has been proposed by Ling *et al.* [51] to model porous crystals at finite strains, including void growth and hardening, and validated against unit-cells simulations of initially spherical voids of simple cubic lattice in a FCC material. Song & Ponte-Castañeda [52, 53] proposed a set of constitutive equations for viscoplastic porous single crystals based on the variational approach, validated against comparisons to unit-cells simulations performed in [37].

Porous unit-cells simulations with crystal plasticity have shown that a coalescence deformation mode occurs at large porosities [35, 51], associated with localized plastic flow and elastic unloading. Interestingly, coalescence has been observed to occur easily where the intervoid ligament is parallel to the maximal growth direction [33], demonstrating the strong coupling between crystallographic orientation and void arrangement at coalescence. None of the homogenized models for porous single crystals are able to describe coalescence, as clearly shown by the comparisons to unit-cells simulations in [51, 53]. Significant progresses on the theoretical derivation and numerical validation of coalescence criteria for porous materials (with periodic voids arrangement) have been made recently, based on the seminal work of Thomason [8] and phenomenological extensions based on it [54, 55, 56]. Rigorous coalescence criteria have been proposed for isotropic matrix materials [57, 58, 59], incorporating the presence of shear loading with respect to the coalescence plane [60, 61], and extended to account for plastic anisotropy through Hill's criterion [20, 21, 22]. Yerra *et al.* [35] proposed heuristic extensions to Thomason original criterion - derived for isotropic materials - to describe coalescence of porous single crystals, but to date no coalescence criterion has been proposed dedicated to porous single crystals.

The aim of this study is thus to propose a coalescence criterion for porous single crystals, accounting for slip systems and crystallographic orientation of the matrix material surrounding voids, void shapes and lattices, restricting to periodic arrangement of voids. A detailed statement of the problem as well as the main assumptions are described in Section 2. In Section 3, a coalescence criterion is proposed based on limit-analysis, homogenization and crystal plasticity. The proposed criterion is validated against comparisons to numerical limit-analysis simulations in Section 4. The competition between void growth and void coalescence is described for specific conditions in Section 5, emphasizing the interplay between both crystal orientation and void lattice.

2. Problem statement

Typical results of finite-strain single crystals porous unit-cells simulations under periodic boundary conditions are recalled on Figs. 2 and 3 (see captions for details), for both simple cubic and (pseudo-)random arrangement of voids, that correspond to the experimental situations shown on Fig. 1. In both cases, the evolution of the axial stress shows first hardening (due to the hardening of the matrix material around the voids) and then softening due to the increase of porosity. In the softening regime, a coalescence mode defined as localized plastic flow in a layer of typical width sets by void size occurs for both periodic and non-periodic void microstructure, as shown by the vanishing deformation gradient rates in transverse directions. Moreover, shear stresses with respect to the coalescence plane may play an important role, as out-of-plane deformation gradients do not vanish at coalescence. Finally, these simulations indicate that the coalescence plane may depend on both void microstructure and crystallographic orientation, as clearly shown in Fig. 3 for (pseudo-)random arrangement of voids.

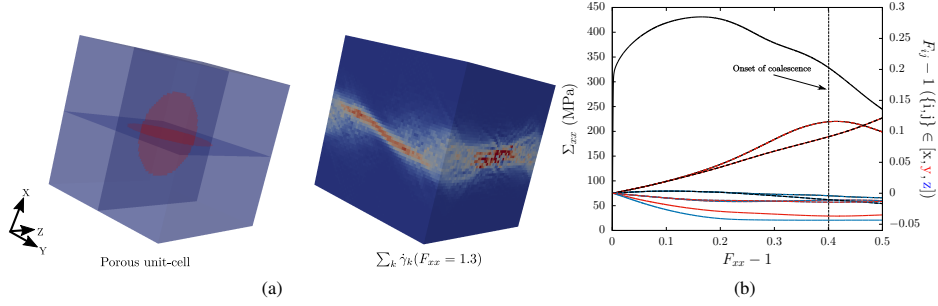


Figure 2. Finite-strain unit-cell simulation (performed with AMITEX_FFTP FFT-based solver [62]) of a porous FCC single crystal (with crystallographic orientation $x = [\bar{1}25]$ $y = [1\bar{2}1]$ $z = [210]$) under axisymmetric loading conditions (with stress triaxiality $T = 2$) with periodic boundary conditions. Constitutive equations can be found in [51]. (a)₁ **Simple cubic array of voids** (of porosity $f = 0.1$) (b) Evolution of macroscopic (through volume averaging) axial stress Σ_{xx} and deformation gradients F_{ij} as a function of axial deformation gradient F_{xx} . (a)₂ Snapshot of the cumulative plastic slips in the coalescence regime (arbitrary units).

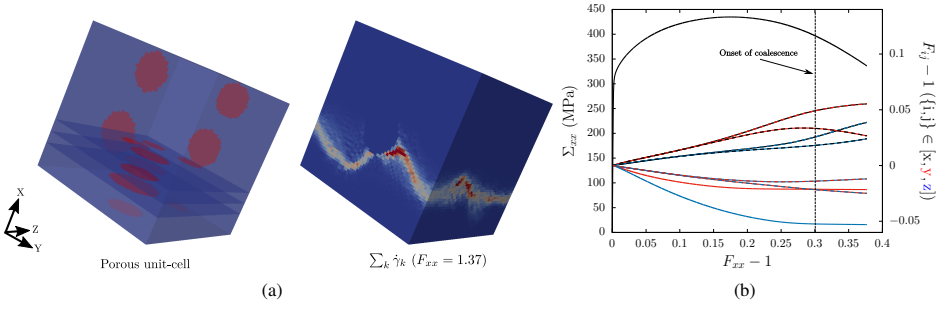


Figure 3. Finite-strain unit-cell simulation (performed with AMITEX_FFTP FFT-based solver [62]) of a porous FCC single crystal (with crystallographic orientation $x = [\bar{1}25]$ $y = [1\bar{2}1]$ $z = [210]$) under axisymmetric loading conditions (with stress triaxiality $T = 2$) with periodic boundary conditions. Constitutive equations can be found in [51]. (a)₁ **(Pseudo-)random distributions of (5) voids** (of porosity $f = 0.1$) (b) Evolution of macroscopic (through volume averaging) axial stress Σ_{xx} and deformation gradients F_{ij} as a function of axial deformation gradient F_{xx} . (a)₂ Snapshot of the cumulative plastic slips in the coalescence regime (arbitrary units).

The comparison of results presented in Figs. 2 and 3 shows that, although a coalescence deformation regime occurs in both cases, voids distribution (random vs. periodic) may have a non-negligible effect on both coalescence stress and localization of plastic flow. This study is restricted to developing and validating a coalescence criterion for periodic arrangement of voids in single crystals. This corresponds on one hand to some experimental observations (Fig. 1a), and on the other hand to a simplifying assumption allowing to derive analytical coalescence criteria [57] but requiring assessment for the coalescence criterion to be used for random distributions of voids.

3. Derivation of the coalescence criterion

Underline \underline{A} , bold \mathbf{A} and double-struck \mathbb{A} symbols refer to vectors, second-order and fourth-order tensors, respectively. A cartesian orthonormal basis $\{\underline{e}_1, \underline{e}_2, \underline{e}_3\}$ and a cylindrical orthonormal basis $\{\underline{e}_r, \underline{e}_\theta, \underline{e}_z\}$ =

\underline{e}_3 along with coordinates $\{x, y, z\}$ and $\{r, \theta, z\}$, respectively, are used. Volume averaging is denoted as $\langle \cdot \rangle_\Omega = [\int_\Omega \cdot d\Omega] / \text{vol}\Omega$.

3.1. Theoretical background

3.1.1. Crystal plasticity

A rate-independent small strain crystal plasticity framework is used to model single crystals for the derivation of the coalescence criterion, without elasticity¹ nor hardening [63]. Plastic flow is assumed to be only the consequence of dislocation glide in well-defined slip systems. A slip system k is fully described with the gliding direction \underline{m}^k and plane of normal \underline{n}^k . Symmetric Schmid tensor reads:

$$\underline{\mu}^k = \frac{1}{2} (\underline{m}^k \otimes \underline{n}^k + \underline{n}^k \otimes \underline{m}^k) \quad (1)$$

Shear stress acting on each slip system can be computed using Cauchy stress tensor $\underline{\sigma}$ and Schmid tensor as:

$$\tau^k = \underline{\sigma} : \underline{\mu}^k \quad (2)$$

where τ^k is the resolved shear stress in the slip system k . Schmid criterion is used for glide to occur in a given slip system:

$$\tau^k - \tau_0 \leq 0 \quad \dot{\gamma}_k \geq 0 \quad (\tau^k - \tau_0)\dot{\gamma}_k = 0 \quad (3)$$

where τ_0 is the critical resolved shear stress (assumed to be the same for all slip systems) and $\dot{\gamma}_k$ the plastic slip in the system k . Finally, the (plastic) strain rate tensor can be written as:

$$\dot{\underline{\epsilon}} = \sum_k \dot{\gamma}_k \underline{\mu}^k \quad (4)$$

Regularized versions are usually used for numerical purposes, either considering a viscoplastic version of Schmid's law [64] or a single yield criterion [65, 66], to remove the indeterminacy in the case of multi-slip configurations for an applied strain rate tensor. For unregularized crystal plasticity, Taylor's minimum shear principle [67] or equivalent Bishop-Hill maximal plastic work principle [63] can be used to select the active slip systems. Taylor factor is usually defined to quantify the total amount of plastic slips:

$$M = \frac{\sum_k \dot{\gamma}_k}{d_{eq}} \quad (5)$$

where $d_{eq} = \sqrt{(2/3)\dot{\underline{\epsilon}} : \dot{\underline{\epsilon}}}$ is the von Mises equivalent (plastic) strain rate. Taylor factor is widely used to estimate the yield stress of polycrystalline aggregates by averaging over the different crystallographic orientations.

3.1.2. Homogenization and Limit-Analysis

Most of the coalescence criteria for porous materials proposed in previous studies were derived through limit-analysis framework along with homogenization. A detailed description of limit-analysis can be found in [10]. Key ingredients that will be used in the following are described hereafter. A unit-cell Ω under homogeneous strain-rate or periodic boundary conditions is considered, with an incompressible plastic matrix

¹The framework of limit-analysis used in the following to estimate the coalescence criterion states that limit-loads do not depend on elasticity, thus rigid-plastic material can be considered.

material. Macroscopic stress Σ and strain rate \mathbf{D} tensors are related to their microscopic counterparts by volume averaging:

$$\Sigma = \langle \sigma \rangle_{\Omega} \quad \mathbf{D} = \langle \mathbf{d} \rangle_{\Omega} \quad (6)$$

with σ the Cauchy stress and \mathbf{d} the microscopic strain rate tensor. Hill-Mandel lemma reads:

$$\langle \sigma : \mathbf{d} \rangle_{\Omega} = \Sigma : \mathbf{D} \quad (7)$$

which allows making the transition from microscale to the macroscale. The so-called upper-bound theorem of limit-analysis, based on the principle of maximal plastic dissipation, is [10]:

$$\Sigma : \mathbf{D} = \Pi(\mathbf{D}) = \inf_{\mathbf{v} \in K(\mathbf{D})} \langle \sup_{\sigma^* \in C} \sigma^* : \mathbf{d} \rangle_{\Omega} \quad (8)$$

where $K(\mathbf{D})$ is the subset of velocity field kinematically admissible, *i.e.*, compatible with boundary conditions $\langle \mathbf{d}(\mathbf{v}) \rangle_{\Omega} = \mathbf{D}$ and verifying the property of incompressibility $\text{tr}(\mathbf{d}) = 0$, and C the microscopic plastic strength domain. $\Pi(\mathbf{D})$ will be referred to as the macroscopic plastic dissipation. The macroscopic plastic strength domain is obtained from Eq. 8 by the equation:

$$\Sigma = \frac{\partial \Pi(\mathbf{D})}{\partial \mathbf{D}} \quad (9)$$

Evaluating the macroscopic plastic strength domain - referred to as the coalescence criterion when boundary conditions compatible with coalescence are used - through Eqs. 8 and 9 requires: (1) an expression for the microscopic plastic dissipation $\pi(\mathbf{d})$:

$$\pi(\mathbf{d}) = \sup_{\sigma^* \in C} \sigma^* : \mathbf{d} \quad (10)$$

and (2) a trial velocity field kinematically admissible with boundary conditions and verifying the property of incompressibility. Regarding the latter point, several trial velocity fields have been provided in previous studies [8, 57, 58, 59, 21] for cylindrical porous unit-cell with cylindrical void, which have been shown to lead to good estimates of coalescence stress for both isotropic and (Hill)-anisotropic materials. For crystal plasticity as defined in Section 3.1.1, an analytical expression for the microscopic dissipation (Eq. 10) is not available. An alternative is to use a regularized version of the crystal plasticity constitutive equations with the definition of a single yield criterion \mathcal{F} through Arminjon-Gambin's equivalent stress:

$$\mathcal{F} = \left[\sum_k (\sigma : \mu^k)^n \right]^{1/n} - \tau_0 \quad (11)$$

An analytical expression for the microscopic plastic dissipation $\pi(\mathbf{d})$ with the regularized model (Eq. 11) is only known for $n = 2$, which corresponds to a quadratic (Hill-type) approximation of the yield criterion [46]. However, it is known from previous studies that, in general, such approximation leads to poor results for the macroscopic plastic strength domain for single (porous) crystals. For the specific case considered here of evaluating the coalescence stress of porous single crystals, it has been checked in Appendix A that such quadratic approximation does not lead to quantitative estimates of the coalescence stress, albeit capturing qualitatively the influence of crystallographic orientation. Therefore, a semi-analytical approach is followed in this study to estimate the microscopic dissipation:

$$\pi(\mathbf{d}) = \sum_k \tau_0 \dot{\gamma}_k(\mathbf{d}) = M(\mathbf{d}) \tau_0 d_{eq} \quad (12)$$

where $M(\mathbf{d})$ is the Taylor factor defined by Eq. 5. Note that a similar approach has been used in [50]. Taylor factor can be easily calculated for arbitrary strain rate tensor and sets of slip systems using Taylor's microscopic minimum shear principle using a Simplex algorithm [68].

3.1.3. Connection to void growth models

As a case study, Eqs. 8, 9 and 12 are used for the homogenization of porous single crystals for diffuse plastic flow [45, 46], to be compared to previous models. Considering a porous spherical unit-cell Ω (of radius b) with a spherical void ω (of radius a) under macroscopic hydrostatic loading (in spherical coordinates):

$$\mathbf{D} = D_{rr} \underline{e}_r \otimes \underline{e}_r \quad (13)$$

the classical trial velocity field (corresponding to the exact solution for an isotropic material) is:

$$\mathbf{d} = \frac{b^3}{3r^3} D_{kk} \left(-2\mathbf{e}_r \otimes \mathbf{e}_r + \mathbf{e}_\theta \otimes \mathbf{e}_\theta + \mathbf{e}_\phi \otimes \mathbf{e}_\phi \right) \quad (14)$$

The macroscopic dissipation can be approximated as:

$$\begin{aligned} \Pi(\mathbf{D}) &\leq \langle M(\underline{r}, \mathbf{d}) \tau_0 d_{eq} \rangle_{\Omega} = (1-f) \langle M(\underline{r}, \mathbf{d}) \tau_0 d_{eq} \rangle_{\Omega \setminus \omega} \\ &\approx \langle M(\underline{r}, \mathbf{d}) \rangle_{\Omega \setminus \omega} \tau_0 (1-f) \langle d_{eq} \rangle_{\Omega \setminus \omega} \end{aligned} \quad (15)$$

where $\Omega \setminus \omega$ is the material around the void, and $f = (a/b)^3$ the porosity. Eq. 15 is formally identical to the one used in Gurson model [5] when the yield stress σ_0 is replaced by $\langle M(\underline{r}, \mathbf{d}) \rangle_{\Omega \setminus \omega} \tau_0$, leading to the hydrostatic point:

$$2f \cosh \left(\frac{3\Sigma_m}{2 \langle M(\underline{r}, \mathbf{d}) \rangle_{\Omega \setminus \omega} \tau_0} \right) - 1 - f^2 = 0 \quad \Leftrightarrow \quad \frac{\Sigma_m}{\tau_0} = -\frac{2}{3} \langle M(\underline{r}, \mathbf{d}) \rangle_{\Omega \setminus \omega} \ln f \quad (16)$$

with $\Sigma_m = \Sigma_{kk}/3$ the macroscopic mean stress. Eq. 16 relies on the computation on the average Taylor factor:

$$\langle M(\underline{r}, \mathbf{d}) \rangle_{\Omega \setminus \omega} = \frac{1}{\text{vol}(\Omega \setminus \omega)} \int_{\Omega \setminus \omega} M(\underline{r}, \mathbf{d}) d\Omega \quad (17)$$

which can be interpreted as the average over random crystallographic orientations (through \underline{r}) of the Taylor factor for the strain-rate given by Eq. 14. This is exactly what is computed for the average Taylor factor of a polycrystalline aggregate without texture under uniaxial tension assuming Taylor iso-strain model [67]. For a FCC material:

$$\langle M(\underline{r}, \mathbf{d}) \rangle_{\Omega \setminus \omega} = 3.066 \quad (18)$$

This leads to a prefactor κ before the normalized mean stress Σ_m/τ_0 in Eq. 16 equals to $\kappa = 0.489$, in close agreement with the prefactors obtained in previous studies: $\kappa = 0.513$ in [45], $\kappa = 0.536$ in [69] and $\kappa = 0.506$ in [46], respectively through comparisons to numerical unit-cells results, based on infinite-rank laminates theory and computing directly the microscopic dissipation on Bishop-Hill vertices in the latter, thus leading to an exact value (for the microscopic strain-rate considered in Eq. 14). For this specific case of spherical porous unit-cell under hydrostatic loading conditions, the close agreement between the value found in [46] and the one obtained here (Eqs. 16 and 18) shows that the approximation made in Eq. 15 is relatively minor. A similar methodology can thus be applied to derive a coalescence criterion for porous crystals.

3.2. Coalescence criterion for porous crystals

A cylindrical unit-cell Ω of half-height H , radius L with a coaxial cylindrical void ω of half-height h and radius R is considered for the derivation of the coalescence criterion for porous crystals. This geometry corresponds to an approximation of a periodic hexagonal lattice of voids, and has been used previously in

several studies [57, 58]. As described in Section. 2, coalescence corresponds to a localized plastic flow in intervoid ligaments associated with elastic unloading above and below the voids, assuming rigid in the modeling.

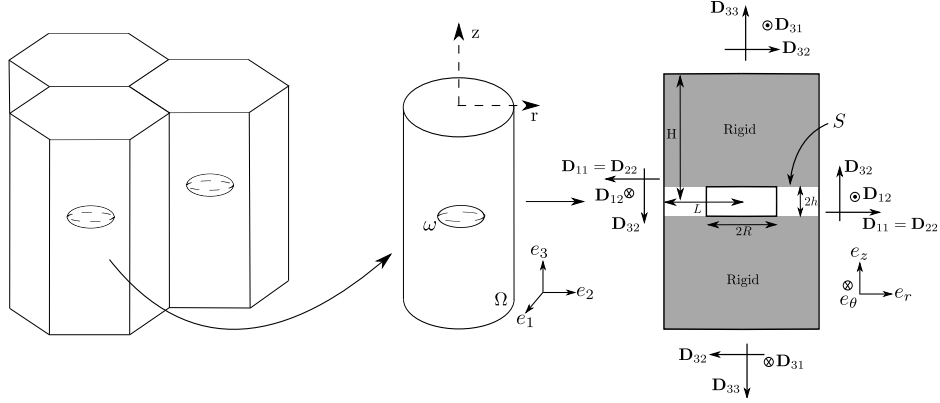


Figure 4. Cylindrical unit-cell considered as an approximation of a unit-cell of a periodic array of voids of hexagonal lattice under periodic boundary conditions

Two dimensionless ratios are used in the following, corresponding to the void aspect ratio and the intervoid ligament, respectively:

$$W = \frac{h}{R} \quad \chi = \frac{R}{L} \quad (19)$$

Two approximations are made:

- The velocity field associated with plastic flow in the intervoid ligament for single crystals can be approximated by the trial velocity field used for isotropic and (Hill-type) anisotropic matrix materials in previous studies;

Such assumption is consistent with the results of Yerra *et al.* [35], where the use of Thomason criterion (derived for isotropic materials) with an effective yield stress leads to a satisfactory agreement with numerical results, thus implying somehow that plastic flow at coalescence for isotropic materials and single crystals might be rather close.

- Macroscopic plastic dissipation can be approximated through the multiplicative decomposition of average Taylor factor and average equivalent strain rate, as done in Eq. 15.

The second approximation leads to a macroscopic plastic dissipation that takes formally the form $\Pi(\mathbf{D}) = (1-f)\sigma_0 \langle d_{eq} \rangle_{\Omega \setminus \omega}$ with $\sigma_0 = \langle M(\underline{r}, \mathbf{d}) \rangle_{\Omega \setminus \omega} \tau_0$. Thus, analytical coalescence criterion derived in previous studies for isotropic matrix materials can be used to describe porous single crystals by replacing the isotropic yield stress by $\langle M(\underline{r}, \mathbf{d}) \rangle_{\Omega \setminus \omega} \tau_0$. Such approximation appears to be similar in nature to the one proposed by Yerra *et al.* [35] (to compute an effective yield stress close to the void surface assuming equibiaxial strain state), but leads to a better description of the coupling between the crystallographic orientation and the non-uniform strain state in the intervoid ligament through the average Taylor factor. Using the trial velocity

field proposed in [57], the coalescence criterion for porous single crystals under uniaxial straining conditions ($\mathbf{D} = D_{33}\mathbf{e}_3 \otimes \mathbf{e}_3$) with respect to the coalescence plane takes the simple expression:

$$\frac{\Sigma_{33}}{\tau_0} = M_1 t(W, \chi) \left[\frac{\chi^3 - 3\chi + 2}{3\sqrt{3}W\chi} \right] + M_2 \frac{b}{\sqrt{3}} \left[2 - \sqrt{1 + 3\chi^4} + \ln \frac{1 + \sqrt{1 + 3\chi^4}}{3\chi^2} \right] \quad (20)$$

where M_1 and M_2 are averages of Taylor factors, $b = 0.9$ and $t(W, \chi) = [W(-0.84 + 12.9\chi)]/[1 + W(-0.84 + 12.9\chi)]$ two fitting parameters that have been adjusted in [60] based on numerical data for von Mises isotropic material. The two terms in Eq. 20 have different origins: the first one corresponds to the tangential discontinuity of the velocity field at $|z| = h$, corresponding to a constant strain rate in an interphase of thickness e :

$$\mathbf{d}_1 = d_{eq}^1(r) \frac{(\mathbf{e}_r \otimes \mathbf{e}_z + \mathbf{e}_z \otimes \mathbf{e}_r)}{2/\sqrt{3}} = d_{eq}^1(r) \bar{\mathbf{d}}_1 \quad (21)$$

The average Taylor factor M_1 is computed in the interface where the tangential discontinuity lies²:

$$\begin{aligned} M_1 = \langle M(\underline{r}, \mathbf{d}_1) \rangle_S &= \langle M(\underline{r}, \bar{\mathbf{d}}_1) \rangle_S = \frac{1}{\pi(L^2 - R^2)} \int_{r=R}^L \int_{\theta=0}^{2\pi} M(r, \theta, \bar{\mathbf{d}}_1) r dr d\theta \\ &= \frac{1}{\pi(1 - \chi^2)} \int_{r=\chi}^1 \int_{\theta=0}^{2\pi} M(\bar{r}, \theta, \bar{\mathbf{d}}_1) \bar{r} d\bar{r} d\theta \end{aligned} \quad (22)$$

The second term in Eq. 20 comes from the plastic dissipation in the intervoid ligament where the strain rate is:

$$\mathbf{d}_2 = d_{eq}^2(\bar{r}) \left(\frac{-1 - \bar{r}^{-2}}{2\sqrt{(3 + \bar{r}^{-4})/3}} \mathbf{e}_r \otimes \mathbf{e}_r + \frac{-1 + \bar{r}^{-2}}{2\sqrt{(3 + \bar{r}^{-4})/3}} \mathbf{e}_\theta \otimes \mathbf{e}_\theta + \frac{1}{\sqrt{(3 + \bar{r}^{-4})/3}} \mathbf{e}_z \otimes \mathbf{e}_z \right) = d_{eq}^2(\bar{r}) \bar{\mathbf{d}}_2 \quad (23)$$

with ($\bar{r} = r/L$). The average Taylor factor M_2 is computed over the intervoid ligament:

$$\begin{aligned} M_2 = \langle M(\underline{r}, \mathbf{d}_2) \rangle_{\Omega \setminus \omega} &= \langle M(\underline{r}, \bar{\mathbf{d}}_2) \rangle_{\Omega \setminus \omega} = \frac{1}{\pi h(1 - \chi^2)} \int_{r=\chi}^1 \int_{\theta=0}^{2\pi} \int_{z=0}^h M(r, \theta, \bar{\mathbf{d}}_2) \bar{r} d\bar{r} d\theta dz \\ &= \frac{1}{\pi(1 - \chi^2)} \int_{r=\chi}^1 \int_{\theta=0}^{2\pi} M(\bar{r}, \theta, \bar{\mathbf{d}}_2) \bar{r} d\bar{r} d\theta \end{aligned} \quad (24)$$

The coalescence criterion (Eq. 20) is valid in absence of shear with respect to the coalescence plane. Similarly, in presence of shear Σ_{sh} associated with a macroscopic strain:

$$\mathbf{D} = D_{33}\mathbf{e}_3 \otimes \mathbf{e}_3 + D_{sh} (\mathbf{e}_s \otimes \mathbf{e}_h + \mathbf{e}_h \otimes \mathbf{e}_s) \quad \text{with} \quad \{\mathbf{e}_s, \mathbf{e}_h\} \in \{\mathbf{e}_1, \mathbf{e}_2\} \quad (25)$$

the coalescence criterion proposed in [60] can be extended for porous single crystals as:

$$\begin{cases} \frac{(\Sigma_{33} - t(W, \chi)\Sigma^{surf})^2}{b^2 \Sigma^{vol^2}} + 4 \frac{\Sigma_{sh}^2}{T^2} - 1 = 0 & \text{for } |\Sigma_{33}| \geq \Sigma^{surf} \\ 4 \frac{\Sigma_{sh}^2}{T^2} - 1 = 0 & \text{for } |\Sigma_{33}| \leq \Sigma^{surf} \end{cases} \quad (26)$$

²or equivalently in the interphase of thickness e , as the strain rate is constant.

where T is the coalescence stress under pure shear:

$$\frac{T}{\tau_0} = \frac{2M_3}{\sqrt{3}} (1 - \chi^2) \quad (27)$$

The average Taylor factor M_3 is computed over the intervoid ligament in which the trial velocity field chosen in [60] leads to a constant microscopic strain-rate tensor $\mathbf{d}_3 = D_{sh}(\underline{e}_s \otimes \underline{e}_h + \underline{e}_h \otimes \underline{e}_s)$:

$$\begin{aligned} M_3 = \langle M(\underline{l}, \mathbf{d}_3) \rangle_{\Omega \setminus \omega} &= \frac{1}{\pi h(L^2 - R^2)} \int_{r=R}^L \int_{\theta=0}^{2\pi} \int_{z=0}^h M(r, \theta, \mathbf{d}_3) r dr d\theta dz \\ &= M(\mathbf{d}_3) \end{aligned} \quad (28)$$

The set of equations 20, 22, 24, 26, 27, 28 gives a coalescence criterion for porous single crystals under arbitrary loading conditions. This criterion is validated against numerical data in the next section. Average Taylor factors (Eqs. 22, 24, 28) are computed by adaptative quadrature scheme where the integrand function (local Taylor factor) relies on Taylor's minimum shear principle solved through linear programming [70].

4. Validation of the coalescence criterion

4.1. Numerical limit-analysis

The coalescence criterion derived in Section 3 is assessed by comparisons to numerical limit-analysis simulations carried out to get the plastic strength domain of porous single crystals subjected to boundary conditions relevant for coalescence, consistently with the hypothesis used in the theoretical derivation. AMITEX_FFTP Fast-Fourier-Transform (FFT) based solver has been used. This numerical method, introduced in [71], allows to solve the mechanical equilibrium equations of periodic unit cells with an iterative algorithm based on the Lippman-Schwinger equation and discrete Green operator. AMITEX_FFTP solver [62] uses fixed point scheme proposed in [71], but with filtered discrete Green operator [72] and convergence acceleration [73] that both contribute to improving the convergence and to reduce the sensibility to material contrast (differences in local stiffness) encountered in the original implementation. Small strain assumption is used, with crystal plasticity constitutive equations for the matrix material. A regularized version of the model described in Section 3 is used where the plastic flow rule reads:

$$\dot{\gamma}_k = \left\langle \frac{|\tau_k| - \tau_0}{K} \right\rangle^n \text{sgn}(\tau_k) \quad (29)$$

Isotropic elasticity has been used (through Hooke's law and additive decomposition of the total strain into elastic strain and plastic strain), but does not affect the plastic strength domain. Constitutive equations have been implemented in the MFront code generator [74], using a implicit discretization solved with a Newton-Raphson algorithm. Details of the numerical implementation can be found in [75]. Young's modulus and Poisson ratio have been set arbitrarily to $Y = 200\text{GPa}$ and $\nu = 0.3$. Parameters τ_0 , K and n have been set to 100MPa , 10MPa and 15 , respectively. These parameter values, already used in [45], ensure a negligible strain rate dependency for all simulations performed. In addition, simulations have also been performed assuming isotropic von Mises plasticity for the matrix material (with yield stress τ_0) as a reference case.

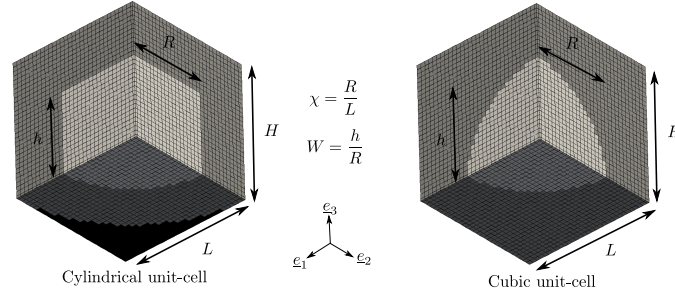


Figure 5. Unit-cells used for FFT simulations. Constitutive equations are assigned to each voxel: dark gray corresponds to crystal (or von Mises) plasticity, light gray to an elastic material with zero stiffness and black to an elastic material with Young's modulus Y_{33} and shear moduli G_{31} , G_{32} equal to zero, and (almost)-infinite Young's moduli Y_{11} , Y_{22} and shear modulus G_{12} .

Two different unit-cells are used (Fig. 5). The first one aims at simulating a cylindrical unit-cell with a cylindrical void, consistently with the geometry considered in Section 3. As FFT simulations rely on periodic grids where each voxel is assigned a given set of constitutive equations, a fictive material is used around the cylindrical unit-cell to ensure that under uniaxial straining conditions prevail. This can be done through an elastic material with Young's modulus Y_{33} and shear moduli G_{31} , G_{32} equal to zero, and (almost)-infinite Young's moduli Y_{11} , Y_{22} and shear modulus G_{12} . Details can be found in [76]. Crystal plasticity (or von Mises plasticity) is assigned to the voxels inside the cylindrical unit-cell, and elastic material with zero stiffness is set to the voxels for the cylindrical void. This unit-cell is used only to study loading in absence of shear. A second kind of unit-cell is used corresponding to a simple cubic arrangement of spheroidal voids.

Constant macroscopic strain-rate corresponding to coalescence are applied:

$$\mathbf{D} = D_{33}\underline{e}_3 \otimes \underline{e}_3 + \alpha D_{33} (\underline{e}_1 \otimes \underline{e}_3 + \underline{e}_3 \otimes \underline{e}_1) \quad (30)$$

with $D_{33} = 10^{-5}\text{s}^{-1}$, and α a parameter allowing to assess the effect of shear stress on coalescence criterion. Simulations are run until saturation of the macroscopic stresses which are then compared to the coalescence criterion proposed in Section 3. A convergence study with respect to the number of voxels has been performed, and the error associated with each result presented hereafter is estimated to be less than 1%. Simulations are performed for different void aspect ratio $W = [0.5; 1; 3]$ and intervoid ligament $\chi \in [0.3 : 0.7]$. Two sets of slip systems are considered: Face-Centered Cubic (FCC) and Hexagonal Close Packed (HCP) with only second order Pyramidal slip system (Tab. 1). The latter is not intended to be realistic, but is rather used as a test of strong plastic anisotropy compared to FCC.

Crystal system	Slip plane \underline{n} / direction \underline{m}	Number of slip systems
FCC	{111} <110>	12
HCP	{11 $\bar{2}$ 2} <11 $\bar{2}$ 3>	6

Table 1. Crystal systems and associated slip systems considered in this study

Several crystallographic orientations have been considered (similar to the ones used in [45, 51] for FCC), which are defined in Tab. 2 and visualized in Fig. 6.

Crystal system	Reference	Orientation		
		e_3	e_2	e_1
FCC	FCC100	[100]	[001]	[010]
FCC	FCC110	[110]	[001]	[-110]
FCC	FCC111	[111]	[0-11]	[-211]
FCC	FCC210	[210]	[001]	[-120]
FCC	FCC-125	[-125]	[210]	[1-21]
HCP	HCP1	[10-10]	[0001]	[-12-10]
HCP	HCP2	[-12-10]	[0001]	[10-10]
HCP	HCP3	[0001]	[10-10]	[-12-10]

Table 2. Definition of the crystallographic orientations

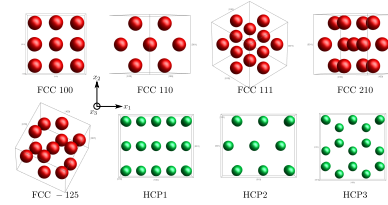


Figure 6. Visualization of the atom lattices for the different crystallographic orientations

Equivalent strain rate $\dot{\epsilon}_{eq} = \sqrt{(2/3)\dot{\epsilon} : \dot{\epsilon}}$ fields are computed after each simulation to be compared to plastic strain-rate field d_{eq} used in Section 3.

4.2. Uniaxial straining conditions

4.2.1. Cylindrical voids / Cylindrical unit-cells

Coalescence criterion predictions are compared to numerical results in the case of uniaxial straining conditions. Cylindrical voids in cylindrical unit-cells are firstly considered in the simulations, consistently with the geometry used in the derivation of the coalescence criterion. Results are presented on Fig. 8a, b, c for various values of the void aspect ratio and intervoid ligament. As a reference case, von Mises perfect plasticity has been used for the matrix material. A very good agreement is observed between predictions (Eq. 20 with $M_1 = M_2 = 1$) and numerical results for the range of parameters considered, in agreement with the results shown in [60]. This validates using periodic unit-cells and FFT-based solver to study cylindrical unit-cells under coalescence conditions. Reference numerical equivalent strain rate fields are also shown in the insets of Fig. 8b, d, f, to be compared to numerical equivalent strain rate fields for single crystals matrix materials. In addition, the equivalent strain rate field corresponding to the trial velocity field (Eq. 23) is shown in the inset of Fig. 8d for $W = 1, \chi = 0.5$.

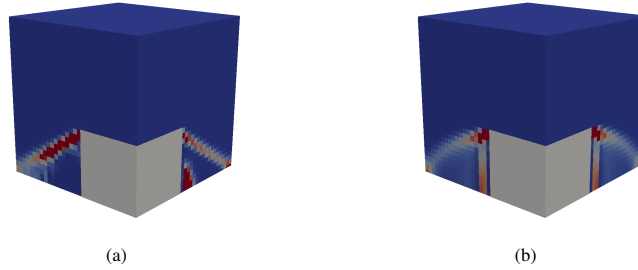


Figure 7. Numerical equivalent strain rate field (in arbitrary units) for cylindrical voids ($W = 1, \chi = 0.4$) in cylindrical unit-cells, for (a) HCP3 matrix material and (b) isotropic von Mises material

Normalized coalescence stresses for FCC single crystals as a function of intervoid ligament size for three different orientations ([100], [110] and [210]) are shown on Fig. 8a, b, c, as well as predictions using Eq. 20. Additional simulations with orientations [111] and [-125], not shown here, have also been performed, and results lie in between the results for the other orientations. Numerical results indicate a weak effect of FCC crystal plastic anisotropy on the coalescence stress in uniaxial straining conditions. Such observation is consistent with results presented in [35] (for BCC material) based on finite-strain porous unit-cells simulations, and is inferred to be related to the large number of slip systems for FCC/BCC materials. The equivalent strain rate fields shown on Fig. 8b, d, f clearly exhibit the traces of the slip systems marked by high values of strain rate along well-defined regions. However, it should be noted that the overall field is in qualitative agreement with the one observed for isotropic (Mises) material.

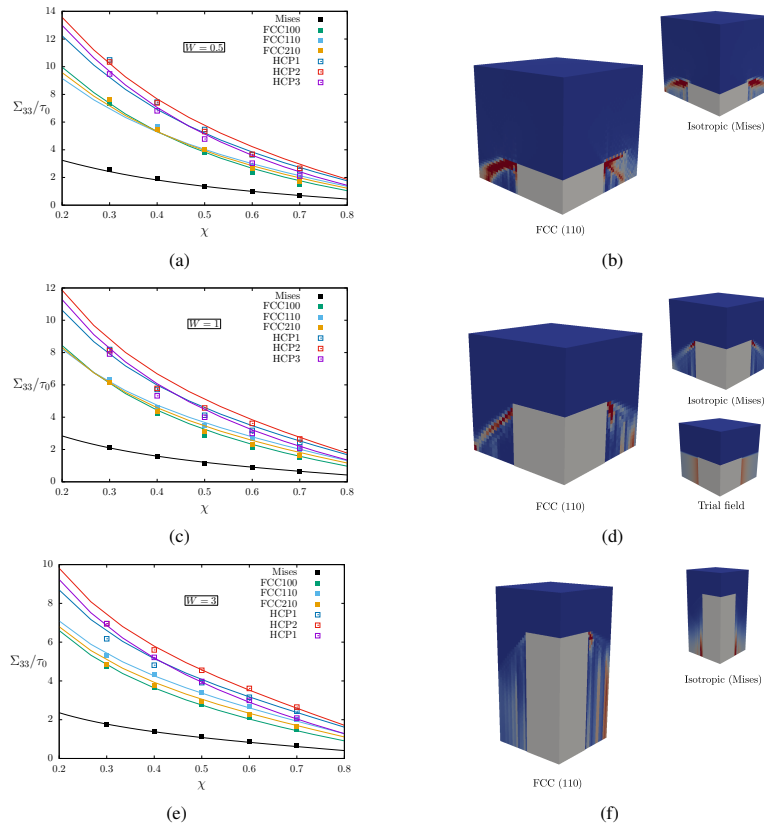


Figure 8. Normalised coalescence stress as a function of the dimensionless intervoid ligament size, for different constitutive equations (von Mises, crystal plasticity (FCC, HCP) with different crystallographic orientations). Comparisons between predictions (Eq. 20, solid lines) and numerical results (squares), for cylindrical voids in cylindrical unit-cells, for $W = 0.5$ (a), $W = 1$ (c) and $W = 3$ (e). Associated numerical equivalent strain rate fields (in arbitrary units) for FCC material oriented along [110] (b, d, f). Insets: Numerical equivalent strain rate fields for an isotropic von Mises material. (d) Inset: Equivalent strain rate field corresponding to the trial velocity field (Eq. 23)

As shown on Fig. 8d, the trial velocity field is rather a crude approximation of the numerical results, even for the isotropic material. The tangential discontinuity of the trial field (leading also to a strain rate field at the interface with the rigid regions, not represented in Fig. 8d) is somehow able to capture what happens in that region, as far as coalescence stress is concerned. As a whole, the predictions of the proposed coalescence criterion are in very good agreement with numerical results for FCC crystal, capturing quantitatively the weak effect of crystallographic orientation on coalescence stress, for both orientations with high and low symmetries ([100] vs. [210]).

Normalized coalescence stresses for HCP single crystals with three different orientations are also shown on Fig. 8a, b, c. Numerical results are clearly higher, for similar geometrical parameters, than those obtained for FCC single crystals. This is attributed to the lower number of available slip systems for the HCP material considered in this study than for FCC³. The increase of coalescence stress of HCP materials is also quantitatively captured by the coalescence criterion for the different conditions studied. The effect of crystallographic orientation on coalescence stress for HCP material considered is well described by the coalescence criterion for large values of the intervoid ligament χ . For lower values, discrepancies are observed, which are mainly attributed to the poor description of the numerical strain rate fields by their isotropic counterparts (Fig. 7). In this particular case, a single slip system appear to be activated in a large part of the material (compared to somehow more diffuse fields for FCC110 as shown on Fig. 8d), which can not be captured by an isotropic strain rate field.

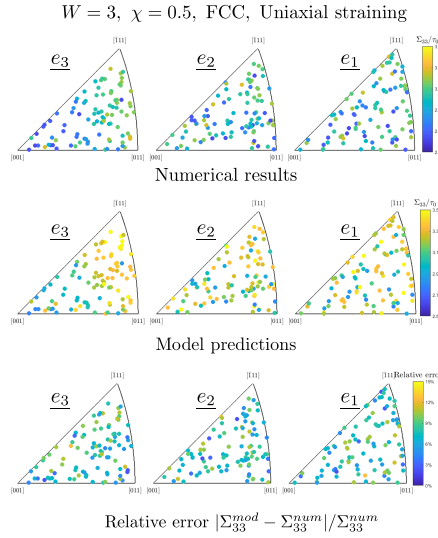


Figure 9. Normalised coalescence stress for $W = 3, \chi = 0.5$ for FCC material under uniaxial straining conditions, as a function of crystallographic orientations (represented in inverse pole figures). Comparisons between numerical results, model predictions and associated relative errors

³It is reminded that the HCP material considered in this study, accounting only for second order pyramidal set of slip systems with identical critical resolved shear stresses (and no other slip systems nor twinning), is not intended to be realistic, but is used to assess the model for higher plastic anisotropy (compared to FCC).

The accuracy of the proposed criterion is found to be rather good for all orientations tested in Fig. 8, for cylindrical void in cylindrical unit-cell. In order to assess more in details the accuracy of the model with respect to the crystallographic orientation, additional simulations are performed for a specific void configuration ($W = 3, \chi = 0.5$) for FCC material. One hundred random crystallographic orientations are used, and coalescence stresses are computed using numerical limit analysis and using Eqs. 20, 22, 24. Results are presented in Fig. 9 in inverse pole figures, as well as relative errors. For both numerical results and model predictions, a strong dependence of the coalescence stress under uniaxial straining conditions to the crystal orientation along the loading axis is found. Coalescence stress is higher when the crystal is oriented along the [111] axis, as such orientation corresponds to slip systems (of normal [111]) not well-oriented. Relative errors between numerical results and model predictions are found to be below 13%, with an average relative error of 7%. These results confirm the good accuracy of the proposed criterion to describe the effect of crystallographic orientation. A complete assessment of coalescence stress (and comparisons to model predictions) would however be required (as a function of the set of slip systems considered, void aspect ratio, intervoid distance), which is left for a future study

4.2.2. Spheroidal voids / Cubic unit-cells

Eqs. 20, 22, 24 have been found to be in good agreement with numerical results using the same geometry as the one considered in the theoretical derivation, corresponding to a cylindrical void in a cylindrical unit-cell. This validates both the use of an isotropic velocity field to describe plastic flow in porous single crystals under uniaxial straining conditions, and also the approximation made to compute the plastic dissipation. Predictions from Eqs. 20, 22, 24 are now compared to numerical results obtained for spheroidal voids in cubic unit-cells.

As already discussed in [60], an heuristic modification of the coalescence criterion is required to go from one configuration to the other. Based on the concept of equivalent porosity in the coalescence layer, Toriki *et al.* [60] proposed to consider an effective intervoid ligament:

$$\chi_{eff} = \alpha\chi \quad (31)$$

to be used in the coalescence criterion derived for cylindrical void / cylindrical unit-cell to describe the case of spheroidal void in cubic unit-cell, where $\alpha = \sqrt{\pi}/6$. In this study, the parameter α has been adjusted based on comparisons between numerical results and analytical predictions to recover a good agreement for a von Mises matrix material for $W = 3$, leading to $\alpha = 0.85$. This parameter has then been used for all the other cases. For prolate voids ($W = 3$) (Fig. 10e), a good agreement is observed for FCC material between numerical results and the coalescence criterion. The criterion is able to capture quantitatively the dependence of the coalescence stress on the crystallographic orientation. The agreement is less quantitative for the case of the HCP material, where only two of the three crystallographic orientations shown are well described by the coalescence criterion. As numerical results and predictions were found to be very close for the case of cylindrical void / cylindrical unit-cell (Fig. 8e), such discrepancy is related to the effect of the unit-cell which can not be fully captured through Eq. 31, especially in the case of strong anisotropy. Equivalent strain rate fields obtained in the numerical simulations are shown in Fig. 10f for a von Mises matrix material and FCC material (with orientations [110]). A clear effect of the anisotropy of the FCC material can be observed, but the overall field is rather close to the one obtained using von Mises plasticity, explaining the ability of the proposed criterion to describe the unit-cells results.

For spherical ($W = 1$) and oblate ($W = 0.5$) voids, the coalescence criterion is found to slightly underestimate the numerical results for all situations shown on Fig. 10a, c. The discrepancies are mainly due to the use of the effective intervoid ligament $\chi_{eff} = 0.85\chi$, which has been calibrated to provide an overall agreement for isotropic von Mises material for prolate voids, but leads to underestimation for spherical and oblate

voids. For the most anisotropic material (HCP), some deviations are also observed, especially regarding the influence of the crystallographic orientations on the coalescence stress, indicating a non-negligible coupling between the shape of the unit-cell and the anisotropy of the material, that can not be fully captured quantitatively through Eq. 31. As for prolate voids, good agreement between numerical results and predictions are observed when the overall strain rate fields for single crystals are rather close to their isotropic counterparts (as shown on Figs. 10b, d), justifying the assumption made in the derivation of the criterion.

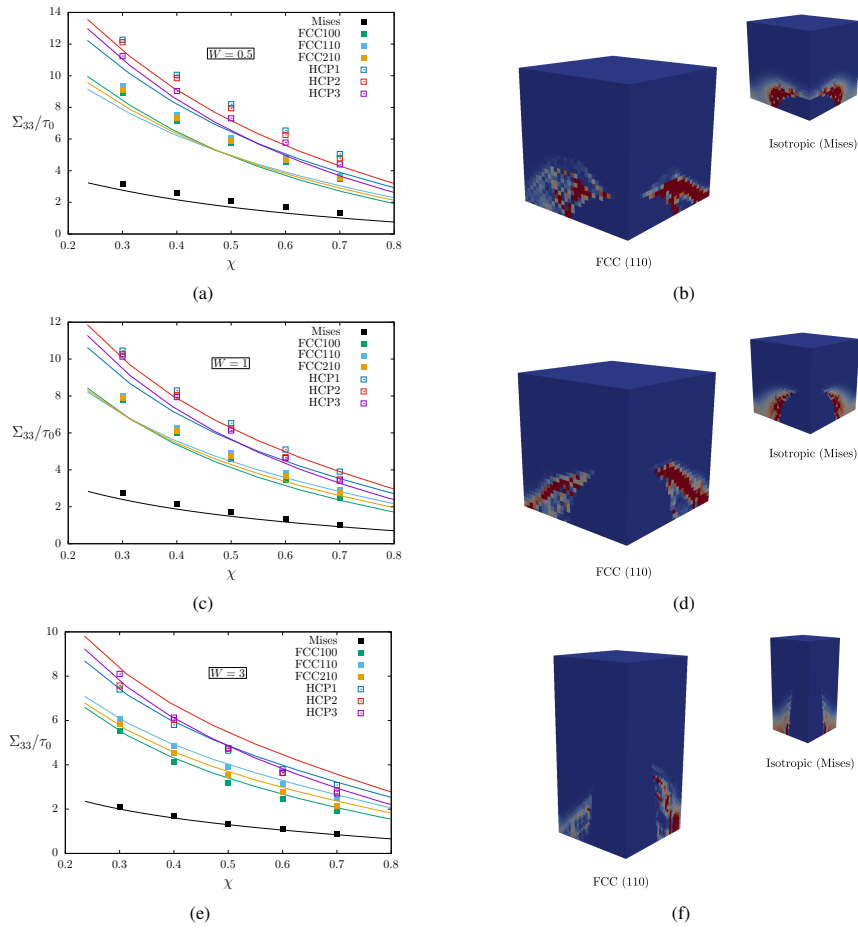


Figure 10. Normalised coalescence stress as a function of the dimensionless intervoid ligament size, for different constitutive equations (von Mises, crystal plasticity (FCC, HCP) with different crystallographic orientations). Comparisons between predictions (Eq. 20, 31, solid lines) and numerical results (squares), for spheroidal voids in cubic unit-cells, for $W = 0.5$ (a), $W = 1$ (c) and $W = 3$ (e). Associated numerical equivalent strain rate fields (in arbitrary units) for FCC material oriented along [110] (b, d, f). Insets: Numerical equivalent strain rate field for an isotropic von Mises material.

4.3. Combined tension and shear loading conditions

The coalescence criterion accounting for the presence of shear with respect to the coalescence layer (Eq. 26) is compared in this section to the numerical results corresponding to $\alpha \neq 0$ in Eq. 30. Comparisons are shown on Fig. 11 for a von Mises matrix material and FCC100, FCC111, HCP3 single crystals, for different values of the spheroidal void aspect ratio W and intervoid ligament χ for a cubic lattice of voids.

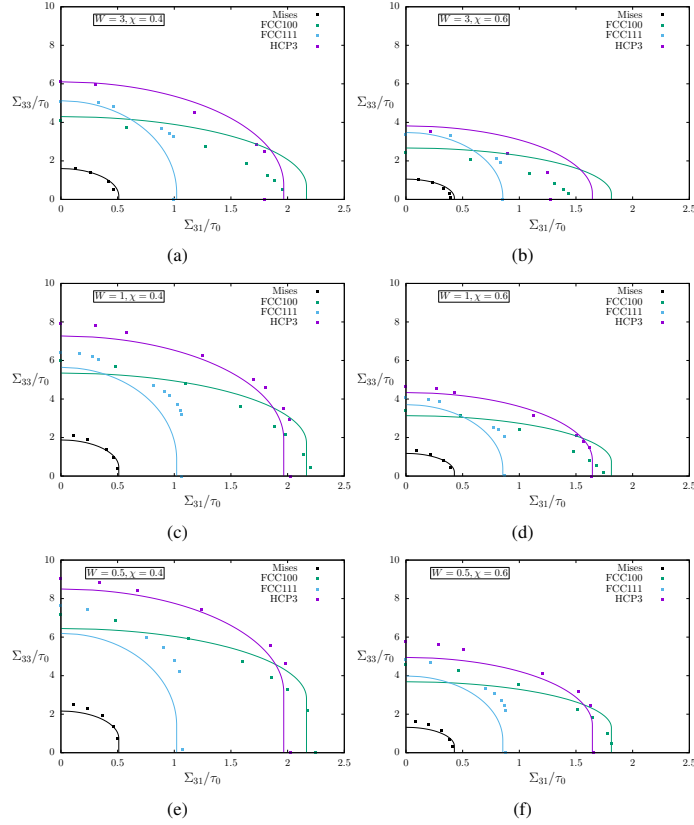


Figure 11. Coalescence yield loci in the plane $\{\Sigma_{31}, \Sigma_{33}\}$ as a function of the void aspect ratio $W \in [0.5 : 3]$, intervoid ligament $\chi \in [0.4; 0.6]$, matrix material (von Mises, FCC, HCP) and crystallographic orientation. Solid lines correspond to Eq. 26 and 31, squares to numerical results

For the reference case of von Mises matrix material, the agreement between Eq. 26 and numerical results is found to be good, similarly to what have been already shown in [60]. Some discrepancies appear for oblate voids for low applied shear stress, as already discussed in the previous section and attributed to the effect of the unit-cell [61]. Restricting to pure shear loading conditions, a strong effect of the crystallographic orientation is observed on the coalescence stress, up to a factor two for the FCC material with orientation [100] and [111], respectively. Such effect can be easily understood: if the coalescence layer corresponds to

a slip plane of the crystal (as for the direction [111]), the associated shear stress is low as corresponding to a soft direction. Equivalent strain rate fields for von Mises material and FCC material with crystallographic orientations [111] and [100] (Figs. 12a, b, c, respectively) confirm this observation, showing especially the appearance of a slip band for the orientation [111].

On the whole, a satisfactory agreement is observed between numerical simulations and the predictions of the coalescence criterion (Eq. 26). The dependences on the set of slip systems (FCC, HCP) and crystallographic orientations of coalescence yield locus are well captured. Eq. 26 is shown to be able to reproduce quite accurately the coalescence stress under combined tension and shear loading conditions for all cases investigated, with the notable exception of prolate voids ($W = 3$) and large values of the intervoid ligament ($\chi = 0.6$). Thus the discrepancies between the coalescence locus given by Eq. 26 and numerical results result mainly on the differences described in the previous section, that comes from the effect of the void lattice (cubic vs. hexagonal) through the choice of the unit-cell.

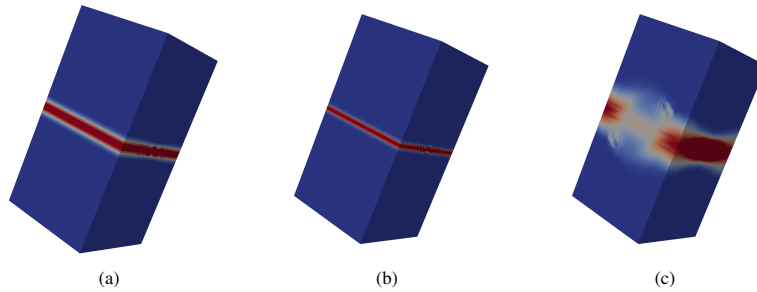


Figure 12. Numerical equivalent strain rate fields (in arbitrary units) under pure shear loading conditions ($W = 1, \chi = 0.4, \Sigma_{33} \rightarrow 0$), for isotropic von Mises material (a), FCC material with orientations (b) [111] and (c) [100]

Fig. 11 corresponds mainly to crystal orientations exhibiting high symmetry with respect to the loading directions. In order to assess further the coalescence criterion (Eq. 26), numerical results for a crystal orientation with low symmetry (FCC [-125]) are compared to the predictions in Fig. 13 where results from the highly symmetric orientation (FCC [100]) are also reported for comparisons. In both cases, the numerical data are well described by the proposed criterion, indicating that Eq. 26 is also well adapted for non-symmetric crystallographic orientations. Interestingly, the numerical coalescence locus for some crystallographic orientations shown in Figs. 11 or 13 seems to cross the x-axis with an angle, contrary to what is observed for isotropic (Mises) material [60]. Such observation is not explained yet, and requires further assessment in a future study.

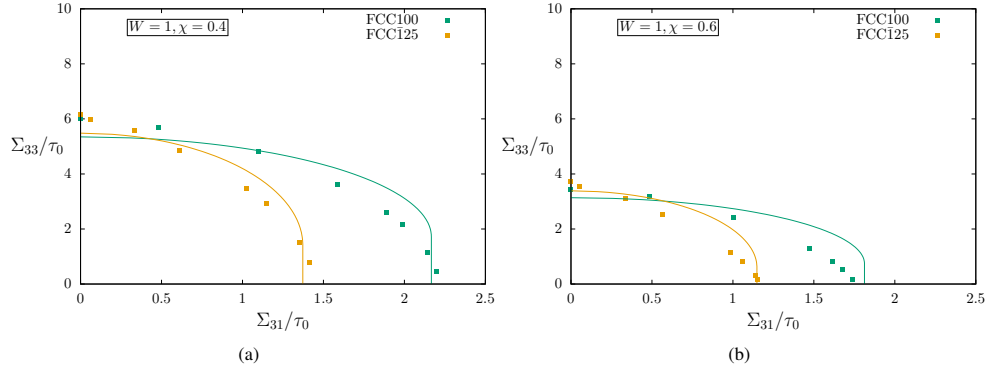


Figure 13. Coalescence yield loci in the plane $\{\Sigma_{31}, \Sigma_{33}\}$ as a function of the intervoid ligament $\chi \in [0.4; 0.6]$ for $W = 1$, FCC matrix material with symmetric and non-symmetric crystallographic orientations. Solid lines correspond to Eq. 26 and 31, squares to numerical results

The comparisons presented in Figs. 8, 10, 11 and 13 show that the coalescence criterion defined by Eqs. 20 and 26 is able to capture almost quantitatively the effect of the strong crystal anisotropy on the coalescence stresses. Both dependence on the set of slip systems considered and crystallographic orientations are captured. Some discrepancies are observed for the case of a cubic lattice of spheroidal voids, that have been attributed to the difference between the geometry used for the derivation of the criterion and the cases tested, that can not be captured by the simple relation (Eq. 31) used for isotropic (von Mises) material. The aim of the next section is to assess the implications of the proposed coalescence criterion for the deformation mode of porous single crystals, regarding the competition between void growth and void coalescence, as well as the coupling between void lattices and available slip systems.

5. Discussion

5.1. Competition between void growth and coalescence

As shown in Section 2, porous single crystals under mechanical loading deform rather homogeneously or heterogeneously, which corresponds to the so-called void growth and void coalescence regime [10]. A competition between these two deformation modes arises, that depends on porosity (and voids lattice), available slip systems, crystallographic orientations and loading conditions. In order to bring new insights into this two competing deformations modes, a simple cubic lattice (with axis aligned with the principal stress axis) of spherical voids under axisymmetric loading conditions is considered in the following. The macroscopic stress can be written as:

$$\Sigma = \begin{pmatrix} \Sigma_{11} & 0 & 0 \\ 0 & \eta \Sigma_{11} & 0 \\ 0 & 0 & \eta \Sigma_{11} \end{pmatrix} \quad (32)$$

where the parameter η characterizes the stress triaxiality T - defined as the ratio of the mean stress Σ_m to the von Mises equivalent stress Σ_{eq} - through the relations:

$$\Sigma_{eq} = \Sigma_{11}(1 - \eta) \quad \Sigma_m = \Sigma_{11} \frac{1 + 2\eta}{3} \quad T = \frac{\Sigma_m}{\Sigma_{eq}} = \frac{1 + 2\eta}{3(1 - \eta)} \quad (33)$$

Different yield criteria for porous single crystals in the growth regime have been derived theoretically and assessed numerically recently [45, 46, 48, 52]. For the case considered here of spherical voids, all these models lead to predictions in close agreement, and the yield criterion proposed by Paux *et al.* is used⁴:

$$\left(\frac{(\sum_k |\mu_k : \Sigma|^n)^{1/n}}{\tau_0} \right) + 2q_1 f \cosh\left(q_2 \frac{\Sigma_m}{\tau_0} \right) - 1 - q_1^2 f^2 = 0 \quad (34)$$

where f is the porosity, and $q_1 = 1.59$, $q_2 = 0.506$ are parameters that have been obtained numerically. For these specific conditions of simple cubic lattice of voids with axis aligned with the axis of the principal stresses, coalescence is expected to occur in the plane of normal e_1 corresponding to the minimal intervoid distance (highest value of χ) and maximal normal stress. This corresponds to a coalescence in absence of shear stresses, and the coalescence criterion is defined through:

$$\frac{\Sigma_{11}}{\tau_0} = M_1 t(W, \chi) \left[\frac{\chi^3 - 3\chi + 2}{3\sqrt{3}W\chi} \right] + M_2 \frac{b}{\sqrt{3}} \left[2 - \sqrt{1 + 3\chi^4} + \ln \frac{1 + \sqrt{1 + 3\chi^4}}{3\chi^2} \right] \quad (35)$$

where $W = 1$ for spherical voids, and where the intervoid ligament can be related to the porosity $\chi_{eff} = 0.85\chi = 0.85[(6/\pi)f]^{1/3}$. For a given set of parameters - set of slip systems, crystallographic orientations, stress triaxiality - the minimum value of Σ_{11} obtained through Eqs. 34, 35 defines the macroscopic yield stress and the active deformation mode. Yield loci are shown on Fig. 14 for FCC single crystals with different crystallographic orientations, for two different porosities $f = 0.01$ (Fig. 14a) and $f = 0.1$ (Fig. 14b).

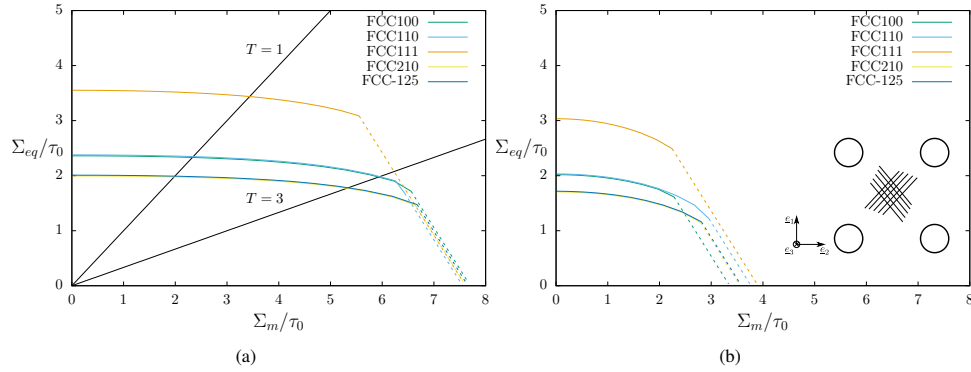


Figure 14. Yield loci of porous FCC single crystals with different crystallographic orientations, under axisymmetric stress states (Eq. 32), for porosities equal to $f = 0.01$ (a) and $f = 0.1$ (b). Solid lines correspond to void growth regime (Eq. 34), dashed lines to void coalescence regime (Eq. 35). Inset (b): simple cubic lattice with axes aligned with principal stresses.

Each of the yield loci shown on Fig. 14 is composed of two parts: the solid lines correspond to cases where yield stress is set by the growth yield criterion (Eq. 34), and dashed lines to yield stress set by the coalescence criterion (Eq. 20). For low values of stress triaxiality, void growth deformation mode is

⁴A large value of the parameter n should be used to recover Schmid's law for purely deviatoric loadings. A typical value of $n = 100$ is taken for numerical applications.

activated, and a strong dependence of the yield stress on the crystallographic orientations is observed, as already discussed in [45, 46]. For high stress triaxiality, void coalescence can be activated, with a weaker dependence on the crystallographic orientation as discussed in Section 4, due to the high number of slip systems for FCC single crystals. However, for a given porosity, the transition between void growth to void coalescence appear to strongly depend on crystallographic orientations, as shown on Fig. 14 comparing [210] and [111] orientations. For a given stress triaxiality, the porosity for which deformation mode will switch from growth to coalescence is much lower for the orientation [111] compared to [210]. These observations are in qualitative agreement with finite-strain unit-cells simulations performed in [51] showing a porosity at coalescence of about few percents for stress triaxialities of $T = 1$ and $T = 3$, but not in agreement regarding the dependence of the porosity at coalescence on the crystal orientations. However, direct quantitative comparisons with data provided in [51] are not possible, as depending on several other factors such as hardening, evolution of void aspect ratio, that are outside the scope of this study.

5.2. Coupling between crystal orientation and void lattice

The potential coupling between void lattice and crystal orientation is investigated in this section. A simple cubic void lattice is still considered, but with a rotation of angle θ with respect to the axis e_3 (Inset Fig.15b). As in the previous section, macroscopic yield stress is computed using Eq. 34 for void growth and Eq. 26 for void coalescence, keeping the assumption that the coalescence layer will appear along the direction where the intervoid distance is the smaller. For axisymmetric stress conditions as defined by Eq. 32, normal and shear stresses on the coalescence layer, needed to use Eq. 26, are computed as:

$$\Sigma_{nn} = \underline{n} \cdot \underline{\Sigma} \cdot \underline{n} \quad \Sigma_{sh} = \sqrt{\underline{n} \cdot (\underline{\Sigma} \cdot \underline{\Sigma}) \cdot \underline{n} - (\underline{n} \cdot \underline{\Sigma} \cdot \underline{n})^2} \quad (36)$$

with $\underline{n} = \{\cos \theta \quad \sin \theta \quad 0\}$. FCC set of slips systems are used with the five different crystallographic orientations defined in Tab. 2, for two stress triaxialities $T \in \{1, 3\}$.

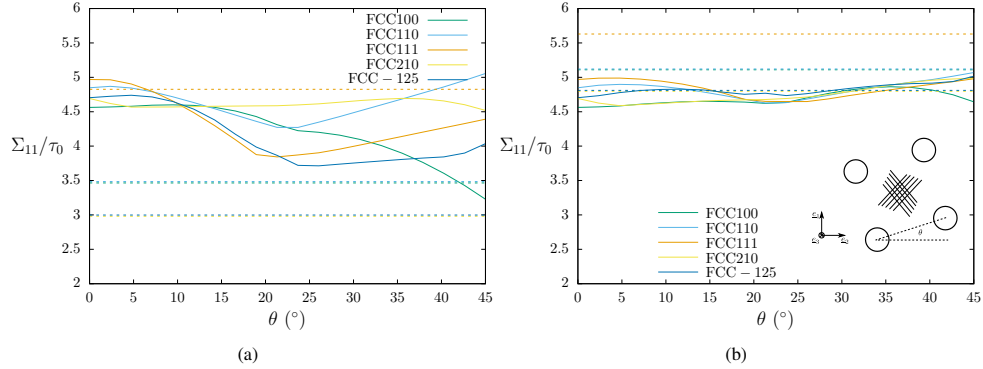


Figure 15. Yield stresses as a function of the simple cubic void lattice angle (Inset (b)) for porous FCC single crystals with different crystallographic orientations, under axisymmetric stress states (Eq. 32), for porosity $f = 0.05$ and stress triaxialities $T = 1$ (a) and $T = 3$ (b). Dashed lines correspond to void growth regime (Eq. 34), solid lines to void coalescence regime (Eq. 35).

Macroscopic yield stresses computed using Eq. 34 and Eq. 20 as a function of the rotation of the void lattice are shown on Fig. 15, for a porosity $f = 0.05$ and for two different stress triaxialities $T = 1$ (Fig. 15a) and $T = 3$ (Fig. 15b). In both cases, the macroscopic stress for void growth (horizontal lines in Fig. 15) is

independent of the void lattice rotation, as depending only of the porosity. On the contrary, the macroscopic stress for void coalescence depends on voids lattice, as shown especially on Fig. 15a. Depending on the rotation angle θ , either void growth or void coalescence can be activated first, as for the [111] orientation where void growth is expected to be the deformation mode for $\theta \leq 10^\circ$, while void coalescence is expected for $\theta \geq 10^\circ$. Such strong coupling between crystal orientation and voids lattice is more important for low stress triaxialities as shear stresses acting on the coalescence layer can reach higher values. For relatively large stress triaxiality, as in Fig. 15b where $T = 3$, the effect of void lattice angle on coalescence stress is more limited.

6. Conclusions and Perspectives

Significant progress has been obtained in the last few years concerning the homogenization of porous single crystals, motivated by experimental observations of voids lower than the grain size in many materials or by the use of single crystals structural components. Macroscopic yield criteria have been proposed for porous single crystals with spherical voids [45, 46] and subsequently for spheroidal voids [48, 52], leading to the proposition of a finite-strain homogenized elastoviscoplastic model for porous single crystals, incorporating hardening and porosity evolution [51]. Unit-cells simulations on periodic arrays of voids in single crystals have clearly shown that void coalescence deformation mode - characterized by localized / heterogeneous plastic flow in the intervoid ligament - appears for large value of the porosity, which is not described by the available homogenized models.

A coalescence criterion is proposed in this study for porous single crystals (where plastic flow is governed by slip only) with periodic arrays of voids. A first approach based on the quadratic approximation of the crystal plasticity yield criterion - leading to a Hill-type plastic criterion - and the use of a coalescence criterion derived for orthotropic (Hill-type) material fails to provide predictions in quantitative agreement with numerical results, although capturing qualitatively the effect of crystallographic orientations (Appendix A). A second approach has been developed within the framework of limit-analysis and homogenization, based on the extension of a coalescence criterion derived for isotropic materials through the use of average Taylor factors parameters. Such approach leads to coalescence stress predictions in very good agreement with numerical results - obtained through numerical limit-analysis - for cylindrical voids in cylindrical unit-cells (approximating a hexagonal lattice of voids), capturing the effects of the set of slip systems considered, crystallographic orientations and void shape and size. The coalescence criterion has been further validated through comparisons to numerical results for spheroidal voids in cubic unit-cells (approximating a simple cubic lattice of voids) with or without the presence of additional shear with respect to the coalescence plane. The proposed criterion has been used to address the effect of crystallographic orientation on the transition between void growth to coalescence, as well as the strong coupling between crystal and void lattice orientations on coalescence stress, for low applied macroscopic stress triaxiality.

In order to provide a complete homogenized model for porous single crystals, several aspects of the present work should be studied in the future. First, the coalescence criterion depends on average Taylor factors which need to be computed numerically. Such computation, albeit straightforward, may be numerically inefficient when calling each time a simplex algorithm for the integrand function. However, such procedure can be made efficient numerically by pre-computing Taylor factors and using fitting functions, as already proposed and discussed in studies dealing with the macroscopic response of polycrystalline aggregates [77]. Secondly, a complete homogenized model for (periodic-)porous single crystals including void coalescence requires adding a flow rule (through normality to the criterion), evolution laws for the geometrical parameters (from volume conservation) as well as incorporating hardening (through Gurson's original proposal or in a more refined way [47]), ultimately relying on comparisons to unit-cells simulations. In particular,

accounting for hardening is expected to be a crucial point as it was shown in [35] that coalescence criterion depends on local yield stress. Two more challenging numerical tasks are to find efficiently the coalescence plane for a given microstructure (void lattice and crystal orientation). Indeed, Eq. 26 corresponds to an infinity of yield criteria associated with each possible direction for the normal and direction of the shear stress, and also to incorporate the coalescence yield criterion into a finite-strain framework, which deserve careful attention. Finally, the coalescence criterion proposed in this study relies (as well as all the other coalescence criterion proposed in the literature) on the assumption of a periodic array of voids. The relevance of these coalescence criteria for porous materials with random distribution of voids still remains to be assessed.

Acknowledgements

The author would like to thank L. Gélébart for developing the AMITEX_FFTP software used in this study and for providing technical assistance, P.O. Barrioz for providing experimental data, J.M. Scherer and K. Danas for fruitful discussions, and B. Tanguy for the careful reading of the manuscript.

7. Appendix A: Coalescence criterion for FCC single crystals: Quadratic approximation

Regularized crystal plasticity constitutive equations rely on the definition of a single yield criterion [65]:

$$\mathcal{F} = \left[\sum_k (\boldsymbol{\sigma} : \boldsymbol{\mu}^k)^n \right]^{1/n} - \tau_0 \quad (37)$$

Quadratic approximation $n = 2$ reduces Eq. 37 to Hill-type plastic criterion:

$$\mathcal{F} = \sqrt{\frac{3}{2} \boldsymbol{\sigma} : \mathbb{P} : \boldsymbol{\sigma}} - \tau_0 \quad \text{with} \quad \mathbb{P} = \frac{2}{3} \sum_k \boldsymbol{\mu}^k \otimes \boldsymbol{\mu}^k \quad (38)$$

For cubic materials, any symmetric fourth-order tensor \mathbb{A} can be written as [78]:

$$\mathbb{A} = j\mathbb{J} + m\mathbb{M} + l\mathbb{L} \quad (39)$$

where the fourth-order tensors \mathbb{L} , \mathbb{M} and \mathbb{J} are orthogonal, idempotent, and defined such as:

$$\mathbb{J} = \frac{1}{3} \mathbf{I} \otimes \mathbf{I} \quad \mathbb{L} = \mathbf{U} \otimes \mathbf{U} + \mathbf{V} \otimes \mathbf{V} + \mathbf{W} \otimes \mathbf{W} \quad \mathbb{M} = \frac{2}{3} (\mathbf{X} \otimes \mathbf{X} + \mathbf{Y} \otimes \mathbf{Y} + \mathbf{Z} \otimes \mathbf{Z}) \quad (40)$$

$$\mathbf{U} = \frac{1}{\sqrt{2}} (\underline{a} \otimes \underline{c} + \underline{c} \otimes \underline{a}) \quad \mathbf{V} = \frac{1}{\sqrt{2}} (\underline{b} \otimes \underline{c} + \underline{c} \otimes \underline{b}) \quad \mathbf{W} = \frac{1}{\sqrt{2}} (\underline{a} \otimes \underline{b} + \underline{b} \otimes \underline{a}) \quad (41)$$

$$\mathbf{X} = \frac{1}{\sqrt{2}} (\underline{c} \otimes \underline{c} - \underline{a} \otimes \underline{a}) \quad \mathbf{Y} = \frac{1}{\sqrt{2}} (\underline{b} \otimes \underline{b} - \underline{c} \otimes \underline{c}) \quad \mathbf{Z} = \frac{1}{\sqrt{2}} (\underline{a} \otimes \underline{a} + \underline{b} \otimes \underline{b}) \quad (42)$$

$$\mathbb{L} + \mathbb{M} + \mathbb{J} = \mathbb{I} \quad \mathbb{K} = \mathbb{L} + \mathbb{M} \quad (43)$$

where \underline{a} , \underline{b} and \underline{c} are the orthogonal unit-vectors defining the cubic material. For FCC materials with twelve slips systems $\{111\} \langle 110 \rangle$, Eq. 38 reduces to [46]:

$$\mathbb{P} = \frac{4}{3} \mathbb{M} + \frac{4}{9} \mathbb{L} \quad (44)$$

Eq. 44 coincides with the unregularized crystal plasticity criterion only for specific orientations. A closer agreement, in an average sense, can be obtained with [46]:

$$\mathbb{P} = \frac{1}{6} \mathbb{M} + \frac{2}{27} \mathbb{L} \quad (45)$$

The associated equivalent strain rate can be written as:

$$d_{eq} = \sqrt{\frac{2}{3} \mathbf{d} : \hat{\mathbb{P}} : \mathbf{d}} \quad \text{with} \quad \hat{\mathbb{P}} = 6\mathbb{M} + \frac{27}{2} \mathbb{L} \quad (46)$$

where the identity $\mathbb{P} : \hat{\mathbb{P}} = \hat{\mathbb{P}} : \mathbb{P} = \mathbb{K}$ has been used [15]. Another definition of the equivalent strain rate is classically used:

$$d_{eq} = \sqrt{\frac{2}{3} \mathbf{d} : \hat{\mathbb{K}} : \mathbf{d}} \quad \text{with} \quad \hat{\mathbb{P}} = \hat{\mathbb{K}} : \hat{\mathbb{K}} : \hat{\mathbb{K}} \quad (47)$$

Crystal system	Orientation			Anisotropy		
	e_3	e_2	e_1	\hat{h}_q	\hat{h}_t	\hat{h}_a
FCC	[100]	[001]	[010]	6	9.75	13.5
FCC	[110]	[001]	[-110]	11.63	10.69	9.75
FCC	[111]	[0-11]	[-211]	13.5	11	8.5
FCC	[210]	[001]	[-120]	9.6	10.35	11.1
FCC	[-125]	[210]	[1-21]	9.23	10.29	11.35

Table 3. Scalar anisotropy factors for FCC material as a function of the crystallographic orientation.

The components of the Voigt-Mandel representation of the fourth-order tensor $\hat{\mathbf{h}}$ are used to compute scalar anisotropy factors [21]:

$$\begin{cases} \hat{h}_q = \frac{\hat{h}_{11} + \hat{h}_{22} + 4\hat{h}_{33} - 4\hat{h}_{23} - 4\hat{h}_{31} + 2\hat{h}_{12}}{6} \\ \hat{h}_t = \frac{\hat{h}_{11} + \hat{h}_{22} + 2\hat{h}_{66} - 2\hat{h}_{12}}{4} \\ \hat{h}_a = \frac{\hat{h}_{44} + \hat{h}_{55}}{2} \end{cases} \quad (48)$$

These scalar anisotropy factors are computed for the FCC crystallographic orientations used in this study in Tab. 3. A coalescence criterion has been proposed in [21] for materials obeying Hill plastic criterion under axisymmetric loading conditions:

$$\left(\frac{\Sigma_{33}}{\sigma_0} \right) \approx \sqrt{\frac{6}{5}} \hat{h}_q \left[b \ln \frac{1}{\chi^2} + \sqrt{b^2 + 1} - \sqrt{b^2 + \chi^4} + b \ln \left(\frac{b + \sqrt{b^2 + \chi^4}}{b + \sqrt{b^2 + 1}} \right) \right] \quad (49)$$

with $b^2 = \frac{\hat{h}_t}{3\hat{h}_q} + \alpha \frac{\hat{h}_a}{3\hat{h}_q} \frac{5}{8W^2\chi^2}$, $\alpha = [1 + \chi^2 - 5\chi^4 + 3\chi^6]/12$. An empirical modification has also been proposed in [21] to account for penny-shaped voids: $W\chi \leq 2W_0 \Rightarrow W\chi = W_0 + [W\chi]^2/[4W_0]$, with $W_0 = 0.12$.

Analytical predictions from Eq. 49 are compared in Fig. 16 to numerical results for cylindrical voids in cylindrical unit-cells (see Section 4). A good agreement is observed for von Mises material (for which $\hat{h}_a = \hat{h}_q = \hat{h}_t = 1$), as shown in [21], but Eq. 49 fails to predict quantitatively coalescence stresses for single crystals, although qualitatively capturing the effect of crystallographic orientation. As it was shown in [21] that Eq. 49 leads to rather accurate predictions for several (Hill) plastic anisotropies, discrepancies observed in Fig. 16 are suspected to come from the regularization of crystal plasticity.

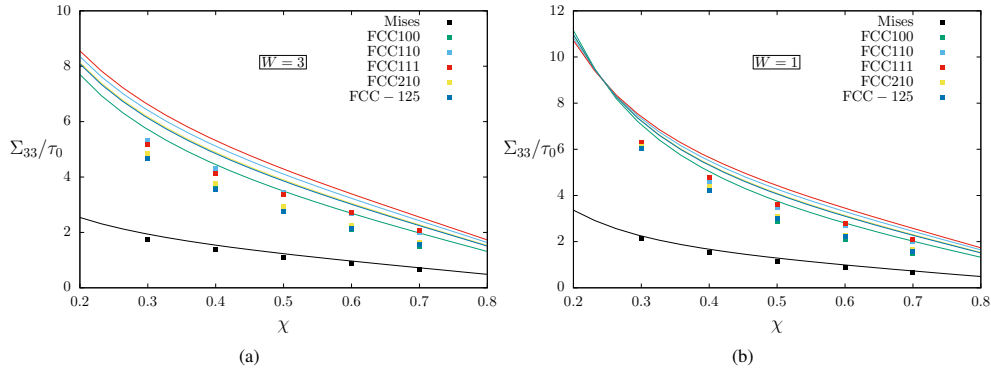


Figure 16. Normalized coalescence stress as a function of the dimensionless intervoid ligament, for different constitutive equations (von Mises, crystal plasticity (FCC with different crystallographic orientations)). Comparisons between predictions (Eq. 49, solid lines) and numerical results (squares), for cylindrical voids in cylindrical unit-cells, for (a) $W = 1$ and (b) $W = 3$.

References

- [1] C. F. Tipper, The fracture of metals, *Mettallurgia* 39 (1949) 133–137.
- [2] K. E. Puttick, Ductile fracture in metals, *Phil. Mag.* 4 (1959) 964–969.
- [3] F. A. McClintock, A criterion for ductile fracture by the growth of holes, *J. App. Mech.* 35 (1968) 363–371.
- [4] J. R. Rice, D. M. Tracey, On the ductile enlargement of voids in triaxial stress fields, *J. Mech. Phys. Solids* 17 (1969) 201–217.
- [5] A. Gurson, Continuum theory of ductile rupture by void nucleation and growth: Part I - Yield criteria and flow rules for porous ductile media, *J. Eng. Mat. and Tech.* 99 (1977) 2–15.
- [6] V. Tvergaard, A. Needleman, Analysis of the cup-cone fracture in a round tensile bar, *Acta. Metall.* 32 (1984) 157–169.
- [7] J. Koplik, A. Needleman, Void growth and coalescence in porous plastic solids, *Int. J. Solids and Structures* 24 (1988) 835–853.
- [8] P. F. Thomason, Three-dimensional models for the plastic limit-loads at incipient failure of the intervoid matrix in ductile porous solids, *Acta. Metall.* 33 (1985) 1079–1085.
- [9] J. Besson, Continuum models of ductile fracture: a review, *Int. J. Damage Mechanics* 19 (2010) 3–52.
- [10] A. A. Benzerga, J.-B. Leblond, Ductile fracture by void growth to coalescence, *Adv. Applied Mech.* 44 (2010) 169–305.
- [11] A. Benzerga, J. Leblond, A. Needleman, V. Tvergaard, Ductile failure modeling, *Int. J. Frac.* 201 (2016) 29–80.

- [12] A. Pineau, A. Benzerga, T. Pardoen, Failure of metals I: Brittle and ductile fracture, *Acta. Mat.* 107 (2016) 424–483.
- [13] L. Dæhli, J. Faleskog, T. Børvik, O. Hopperstad, Unit-cell simulations and porous plasticity modelling for strongly anisotropic FCC metals, *European J. of Mech. A/Solids* 65 (2017) 360–383.
- [14] B. Legarth, V. Tvergaard, Effects of plastic anisotropy and void shape on full three-dimensional void growth, *J. App. Mech.* 85 (2018) 051007.
- [15] A. A. Benzerga, J. Besson, Plastic potentials for anisotropic porous solids, *European Journal of Mechanics A/Solids* 20 (2001) 397–434.
- [16] V. Monchiet, O. Cazacu, E. Charkaluk, D. Kondo, Macroscopic yield criteria for plastic anisotropic materials containing spheroidal voids, *Int. J. Plasticity* 24 (2008) 1158–1189.
- [17] S. M. Keralavarma, A. A. Benzerga, A constitutive model for plastically anisotropic solids with non-spherical voids, *J. Mech. Phys. Solids* 58 (2010) 874–901.
- [18] L. Morin, J. Leblond, D. Kondo, A Gurson-type criterion for plastically anisotropic solids containing arbitrary ellipsoidal voids., *Int. J. Solids Struct.* 77 (2015) 86–101.
- [19] K. Danas, P. Ponte Castañeda, A finite strain model for anisotropic viscoplastic porous media: I - Theory, *European J. Mech A/Solids* 28 (2009) 387–401.
- [20] L. Morin, Influence des effets de forme et de taille des cavités, et de l’anisotropie plastique sur la rupture ductile, Ph.D. thesis, Université Pierre et Marie Curie (2015).
- [21] S. Keralavarma, S. Chockalingam, A criterion for void coalescence in anisotropic ductile materials, *Int. J. Plasticity* 82 (2016) 159–176.
- [22] V. Gallican, J. Hure, Anisotropic coalescence criterion for nanoporous materials, *J. Mech. Phys. Solids* 108 (2017) 30–48.
- [23] R. J. Dennis, Mechanistic modelling of deformation and void growth in super single crystals, Ph.D. thesis, Imperial College London (2000).
- [24] M. Daly, D. Burnett, E. Pickering, O. Tuck, F. Léonard, R. Kelley, P. Withers, A. Sherry, A multi-scale correlative investigation of ductile fracture, *Acta Mat.* 130 (2017) 56–68.
- [25] C. Cawthorne, E. Fulton, Voids in irradiated stainless steel, *Nature* 216 (1967) 575–576.
- [26] F. Rosi, M. Abrahams, Porosity in plastically deformed single crystals, *Acta Metall.* 8 (1960) 807–808.
- [27] J. Crépin, T. Bretheau, D. Caldemaison, Cavity growth and rupture of β -treated zirconium: A crystallographic model, *Acta Mat.* 12 (1996) 4927–4935.
- [28] Y. Gan, J. Kysar, T. Morse, Cylindrical void in a rigid-ideally plastic single crystal. II: Experiments and simulations, *Int. J. Plasticity* 22 (2006) 39–72.
- [29] R. Asaro, Crystal plasticity, *J. Appl. Mech.* 50 (1983) 921–934.
- [30] T. O’Regan, D. Quinn, M. Howe, P. McHugh, Void growth simulations in single crystals, *Comp. Mech.* 20 (1997) 115–121.

- [31] V. Orsini, M. Zikry, Void growth and interaction in crystalline materials, *Int. J. Plasticity* 17 (2001) 1393–1417.
- [32] G. Potirniche, J. Hearndon, M. Horstemeyer, X. Ling, Lattice orientation effects on void growth and coalescence in fcc single crystals, *Int. J. Plasticity* 22 (2006) 921–942.
- [33] W. Liu, X. Zhang, J. Tang, Y. Du, Simulation of void growth and coalescence behavior with 3D crystal plasticity theory, *Comp. Mat. Sci.* 40 (2007) 130–139.
- [34] S. Ha, K. Kim, Void growth and coalescence in f.c.c. single crystals, *Int. J. Mech. Sci.* 52 (2010) 863–873.
- [35] S. Yerra, C. Tekoglu, F. Scheyvaerts, L. Delannay, P. Van Houtte, T. Pardoen, Void growth and coalescence in single crystals, *Int. J. Solids and Structures* 47 (2010) 1016–1029.
- [36] A. Srivastava, A. Needleman, Void growth versus void collapse in a creeping single crystal, *J. Mech. Phys. Solids* 61 (2013) 1169–1184.
- [37] A. Srivastava, A. Needleman, Effect of crystal orientation on porosity evolution in a creeping single crystal, *Mechanics of Materials* 90 (2015) 10–29.
- [38] J. Segurado, J. Llorca, An analysis of the size effect on void growth in single crystals using discrete dislocation dynamics, *Acta Mat.* 57 (2009) 1427–1436.
- [39] J. Segurado, J. Llorca, Discrete dislocation dynamics analysis of the effect of lattice orientation on void growth in single crystals, *Int. J. Plast.* 26 (2010) 806–819.
- [40] H. Chang, J. Segurado, J. Lorca, Three-dimensional dislocation dynamics analysis of size effects on void growth, *Scripta Mat.* 95 (2015) 11–14.
- [41] S. Traiviratana, E. Bringa, D. Benson, M. Meyers, Void growth in metals: Atomistic calculations, *Acta Mat.* 56 (2008) 3874–3886.
- [42] J. Shu, Scale-dependent deformation of porous single crystals, *Int. J. Plasticity* 14 (1998) 1085–1107.
- [43] U. Borg, C. Niordson, J. Kysar, Size effects on void growth in single crystals with distributed voids, *Int. J. Plasticity* 24 (2008) 688–701.
- [44] N. Ghoniem, D. Walgraef, S. Zinkle, Theory and experiment of nanostructure self-organization in irradiated materials, *J. Computers-Aided Materials Design* 8 (2002) 1–38.
- [45] X. Han, J. Besson, S. Forest, B. Tanguy, S. Bugat, A yield function for single crystals containing voids, *Int. J. Solids and Struct.* 50 (2013) 2115–2131.
- [46] J. Paux, L. Morin, R. Brenner, D. Kondo, An approximate yield criterion for porous single crystals, *European J. of Mech. A/Solids* 51 (2015) 1–10.
- [47] J. Paux, R. Brenner, D. Kondo, Plastic yield criterion and hardening of porous single crystals, *Int. J. Solids and Structures* 132-133 (2018) 80–95.
- [48] A. Mbiakop, A. Constantinescu, K. Danas, An analytical model for porous single crystals with ellipsoidal voids, *J. Mech. Phys. Solids* 84 (2015) 436–467.

- [49] A. Srivastava, B. Revil-Baudard, O. Cazacu, A. Needleman, A model for creep of porous crystals with cubic symmetry, *Int. J. Solids and Structures* 110-111 (2017) 67–79.
- [50] T. Nguyen, D. Luscher, J. Wilkerson, A dislocation-based crystal plasticity framework for dynamic ductile failure of single crystals, *J. Mech. Phys. Solids* 108 (2017) 1–29.
- [51] C. Ling, J. Besson, S. Forest, B. Tanguy, F. Latourte, E. Bosso, An elastoviscoplastic model for porous single crystals at finite strains and its assessment based on unit cell simulations, *Int. J. Plasticity* 84 (2016) 58–87.
- [52] D. Song, P. Ponte-Castañeda, A finite-strain homogenization model for viscoplastic porous single crystals. I-Theory, *J. Mech. Phys. Solids* 107 (2017) 560–579.
- [53] D. Song, P. Ponte-Castañeda, A finite-strain homogenization model for viscoplastic porous single crystals. I-Applications, *J. Mech. Phys. Solids* 107 (2017) 580–602.
- [54] A. A. Benzerga, Micromechanics of coalescence in ductile fracture, *J. Mech. Phys. Solids* 50 (2002) 1331–1362.
- [55] T. Pardoen, J. W. Hutchinson, An extended model for void growth and coalescence, *J. Mech. Phys. Solids* 48 (2000) 2467–2512.
- [56] C. Tekoğlu, J. Leblond, T. Pardoen, A criterion for the onset of void coalescence under combined tension and shear, *J. Mech. Phys. Solids* 60 (2012) 1363–1381.
- [57] A. A. Benzerga, J.-B. Leblond, Effective yield-criterion accounting for microvoid coalescence, *J. App. Mech.* 81 (2014) 031009.
- [58] L. Morin, J.-B. Leblond, A. A. Benzerga, Coalescence of voids by internal necking: Theoretical estimates and numerical results, *J. Mech. Phys. Solids* 75 (2015) 140–158.
- [59] J. Hure, P. Barrioz, Theoretical estimates for flat voids coalescence by internal necking, *European J. of Mech. A/Solids* 60 (2016) 217–226.
- [60] M. E. Torki, A. A. Benzerga, J.-B. Leblond, On void coalescence under combined tension and shear, *J. App. Mech.* 82 (2015) 071005.
- [61] M. Torki, C. Tekoğlu, J.-B. Leblond, A. Benzerga, Theoretical and numerical analysis of void coalescence in porous ductile solids under arbitrary loadings, *Int. J. Plasticity* 91 (2017) 160–181.
- [62] <http://www.maisondelasimulation.fr/projects/amitex/html/>.
- [63] J. Bishop, R. Hill, A theory of the plastic distortion of a polycrystalline aggregate under combined stresses, *Phil. Mag.* 42 (1951) 414–427.
- [64] J. Hutchinson, Bounds and self-consistent estimates for creep of polycrystalline materials, *Proc. Roy. Soc. A* 348 (1976) 101–127.
- [65] M. Arminjon, A regular form of the schmid law. Application to the ambiguity problem, *Textures and Microstructures* 14-18 (1991) 1121–1128.
- [66] V. Gambin, Crystal plasticity based on yield surfaces with rounded-off corners, *Z. Angew. Math. Mech.* 71 (1991) 265–268.

- [67] G. Taylor, Plastic strain in metals, *J. Inst. Metals* 62 (1938) 307–324.
- [68] P. van Houtte, A comprehensive mathematical formulation of an extended Taylor - Bishop - Hill model featuring relaxed constraints, the renouard - winterberger theory and a strain rate sensitivity model, *Textures and Microstructures* 8-9 (1988) 313–350.
- [69] L. Joëssel, P. Vincent, M. Garajeu, M. Idiart, Modèle viscoplastique pour un monocristal poreux cubique sous chargement purement hydrostatique, in: *23^{eme} Congrès Français de Mécanique*, 2017.
- [70] F. Bachmann, R. Hielscher, H. Schaeben, Texture analysis with MTEX - free and open source software toolbox, *Solid State Phenomena* 160 (2010) 63–68.
- [71] H. Moulinec, P. Suquet, A numerical method for computing the overall response of nonlinear composites with complex microstructure, *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering* 157 (1998) 69–94.
- [72] L. Gélébart, F. Ouaki, Filtering material properties to improve FFT-based methods for numerical homogenization, *J. Comp. Phys.* 294 (2015) 90–95.
- [73] I. Ramière, T. Helfer, Iterative residual-based vector methods to accelerate fixed point iterations, *Computers & Mathematics with Applications* 70 (2015) 2210–2226.
- [74] T. Helfer, et.al., Introducing the open-source mfront code generator: Application to mechanical behaviors and materials knowledge management within the PLEIADES fuel element modelling platform, *Computers & Mathematics with Applications* 70 (2015) 994–1023.
- [75] J. Hure, S. El Shawish, L. Cizelj, B. Tanguy, Intergranular stress distributions in polycrystalline aggregates of irradiated stainless steel, *J. Nuc. Mat.* 476 (2016) 231–242.
- [76] P. Barrioz, J. Hure, B. Tanguy, On void shapes and lattices effects on coalescence criterion, submitted.
- [77] P. Van Houtte, Fast calculation of average Taylor factors and mandel spins for all possible strain modes, *Int. J. Plasticity* 17 (2001) 807–818.
- [78] M. Moakher, A. Norris, The closest elastic tensor of arbitrary symmetry to an elastic tensor of lower symmetry, *J. Elasticity* 85 (2006) 215–263.

Références Bibliographiques

- AL MAZOUZI, A., ALAMO, A., LIDBURY, D., MOINEREAU, D., & VAN DYCK, S. 2011. PERFORM 60 : Prediction of the effects of radiation for reactor pressure vessel and in-core materials using multi-scale modelling – 60 years foreseen plant lifetime. *Nuc. Eng. Des.*, **241**(9), 3403 – 3415. Seventh European Commission conference on Euratom research and training in reactor systems (Fission Safety 2009). (p. 13, 14).
- AMBERGE, K.J. 2019. *Updated Baffle-Former-Bolting (BFB) Inspections Results in the United States*. Tech. rept. MRP-227-A Inspections. Electrical Research Power Institute. (p. 7, 10).
- AMBERGE, K.J., DAVIDSAVER, S., & MCKINLEY, J. 2018 (September). An update on Aging Management of PWR Reactor internals in U.S. Plants. vol. Proceedings of the International Symposium Fontevraud IX. (p. 10).
- ARGON, A. S., IM, J., & SAFOGLU, R. 1975. Cavity formation from inclusions in ductile fracture. *Metall. Trans. A*, **6A**, 825–837. (p. 56).
- ASARO, R.J. 1983. Crystal plasticity. *J. Appl. Mech.*, **50**, 921–934. (p. 41, 81).
- ASHBY, A. 1970. The deformation of plastically non-homogeneous materials. *Phil. Mag.*, **21**, 399–424. (p. 60).
- BAPNA, M.S., MORI, T., & MESHII, M. 1967. The observation of slip channels in quenched gold. *Phil. Mag.*, **17**, 177–184. (p. 19).
- BARBE, F., FOREST, S., & CAILLETAUD, G. 2001a. Intergranular and intragranular behavior of polycrystalline aggregates. Part 1 : F.E. model. *Int. J. Plasticity*, **17**, 513–536. (p. 29).
- BARBE, F., FOREST, S., & CAILLETAUD, G. 2001b. Intergranular and intragranular behavior of polycrystalline aggregates. Part 2 : Results. *Int. J. Plasticity*, **17**, 537–563. (p. 29).
- BARRIOZ, P.O., HURE, J., & TANGUY, B. 2018a. On void shape and distribution effects on void coalescence. *J. App. Mech.*, **86**, 011006. (p. 76).
- BARRIOZ, P.O., HURE, J., & TANGUY, B. 2018b. Void growth and coalescence in irradiated copper under deformation. *J. Nuc. Mat.*, **502**, 123–131. (p. 67).
- BARRIOZ, P.O., HURE, J., & TANGUY, B. 2019. Effect of dislocation channelling on void growth to coalescence in FCC crystals. *Mater. Sci. Eng. A*, **749**, 255–270. (p. 67).
- BARTON, N.R., ARSENLIS, A., & MARIAN, J. 2013. A polycrystal plasticity model of strain localization in irradiated iron. *J. Mech. Phys. Sol.*, **61**(2), 341 – 351. (p. 41).
- BAYERSCHEN, E., MCBRIDE, A. T., REDDY, B. D., & BÖHLKE, T. 2016. Review on slip transmission criteria in experiments and crystal plasticity models. *J. Mat. Sci.*, **51**, 2243 – 2258. (p. 38).
- BENZERGA, A. A. 2002. Micromechanics of coalescence in ductile fracture. *J. Mech. Phys. Sol.*, **50**, 1331–1362. (p. 76, 77).
- BENZERGA, A. A., & LEBLOND, J.B. 2014. Effective Yield Criterion Accounting for Microvoid Coalescence. *J. Appl. Mech.*, **81**. (p. 62, 75, 76, 77, 82).

- BENZERGA, A.A., LEBLOND, J.B., NEEDLEMAN, A., & TVERGAARD, V. 2016. Ductile failure modeling. *Int. J. Frac.*, **201**, 29–80. (p. 61, 73).
- BESSON, J. 2010. Continuum models of ductile fracture : a review. *Int. J. Dam. Mech.*, **19**, 3–52. (p. 84).
- BISWAS, P., NARASIMHAN, R., & KUMAR, A.M. 2013. Interaction between a notch and cylindrical voids in aluminum single crystals : Experimental observations and numerical simulations. *J. Mech. Phys. Sol.*, **61**(4), 1027 – 1046. (p. 58).
- BORODIN, O. V., BRYK, V. V., KALCHENKO, A. S., PARKHOMENKO, A. A., VOYEVODIN, V. N., & GARNER, F. A. 2005. Irradiation-induced microstructure, swelling and post-irradiation deformation of stainless steel. *Proceedings of the 12th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System, Water Reactors*, 395–401. (p. 64).
- BOSCH, R.W., KONSTANTINOVIC, M., VANKEERBERGHEN, M., GÉRARD, R., & SOMVILLE, F. 2018 (September). Effect of cyclic loading on IASCC stress threshold of thimble tube material with a dose up to 80dpa under PWR conditions. vol. Proceedings of the International Symposium Fontevraud IX. (p. 22).
- BROWN, L. M., & EMBURY, J. D. 1973. The initiation and growth of voids at second phase particles. vol. 3rd International Conference on the strength of metals and alloys. (p. 56).
- BUSBY, J. T., HASH, M. C., & WAS, G. S. 2005. The relationship between hardness and yield stress in irradiated austenitic and ferritic steels. *J. Nuc. Mat.*, **336**, 267–278. (p. 33).
- CAO, T.S., MAZIÈRE, M., DANAS, K., & BESSON, J. 2015. A model for ductile damage prediction at low stress triaxialities incorporating void shape change and void rotation. *Int. J. Sol. Struct.*, **63**, 2400–263. (p. 77).
- CAUVIN, R., GOLTRANT, O., ROUILLON, Y., VERZAUX, E., CAZUS, A., DUBUISSON, P., POITRENAUD, P., & BELLET, S. 1994 (September). Endommagement des structures internes inférieures soumises à forte fluence : Apports de l’expertise. vol. Proceedings of the International Symposium Fontevraud III. (p. 7, 8).
- CEA. 2018a. AMITEX_FFTP. www.maisondelasimulation.fr/projects/amitex/html/. (p. 44, 74).
- CEA. 2018b. Cast3M. www-cast3M.cea.fr. (p. 44, 65, 74).
- CHANG, HJ, SEGURADO, J, DE LA FUENTE, O RODRÍGUEZ, PABÓN, BM, & LLORCA, J. 2013. Molecular dynamics modeling and simulation of void growth in two dimensions. *Mod. Sim. Mat. Sci. Eng.*, **21**, 075010. (p. 59).
- CHOPRA, O.K., & RAO, A.S. 2011a. A review of irradiation effects on LWR core internal materials : IASCC susceptibility and crack growth rates of austenitic stainless steels. *J. Nuc. Mat.*, **409**, 235–256. (p. 10).
- CHOPRA, O.K., & RAO, A.S. 2011b. A review of irradiation effects on LWR core internal materials : Neutron embrittlement. *J. Nuc. Mat.*, **412**, 195–208. (p. 10, 19, 20, 23).
- COURCELLE, A., HURE, J., & TURQUE, I. 2019. Embrittlement mechanisms of neutron irradiated austenitic steel at high dose. *In : SMINS5 Workshop*. (p. 57, 92).
- COUVANT, T. 2018. Prediction of IGSCC as a Finite Element Modeling Post-analysis. *In : Proceedings of the 18th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors*. (p. 54).

- COUVANT, T., CABALLERO, J., DUHAMEL, C., CRÉPIN, J., & MAEGUCHI, T. 2018. Calibration of the local IGSCC Engineering Model for Alloy 600. *In : Proceedings of the 18th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems - Water Reactors.* (p. 54).
- CRÉPIN, J., BRETHERAU, T., & CALDEMAISON, D. 1996. Cavity growth and rupture of β -treated zirconium : A crystallographic model. *Acta Mat.*, **12**, 4927–4935. (p. 58).
- CUI, Y., PO, G., & GHONIEM, N.M. 2018a. A coupled dislocation dynamics-continuum barrier field model with application to irradiated materials. *Int. J. Plasticity*, **104**, 54 – 67. (p. 19, 71).
- CUI, Y., PO, G., & GHONIEM, N.M. 2018b. Suppression of Localized Plastic Flow in Irradiated Materials. *Scripta Mat.*, **154**, 34 – 39. (p. 19, 71).
- DALY, M., BURNETT, D.L., PICKERING, E.J., TUCK, O.C.G., LÉONARD, F., KELLEY, R., WITHERS, P.J., & SHERRY, A.H. 2017. A multi-scale correlative investigation of ductile fracture. *Acta Mat.*, **130**, 56–68. (p. 56).
- DIARD, O., LECLERCQ, S., ROUSSELIER, G., & CAILLETAUD, G. 2002. Distribution of normal stress at grain boundaries in multicrystals : application to an intergranular damage modeling. *Comp. Mat. Sci.*, **25**(1), 73 – 84. (p. 29).
- DING, M.S., DU, J.P., WAN, L., OGATA, S., TIAN, L., MA, E., HAN, W.Z., LI, J., & SHAN, Z.W. 2016. Radiation-induced helium nanobubbles enhance ductility in submicron-sized single-crystalline copper. *Nano letters*, **16**, 4118–4124. (p. 58).
- DORMIEUX, L., & KONDO, D. 2010. An extension of Gurson model incorporating interface stresses effects. *Int. J. Eng. Sci.*, **48**, 575–581. (p. 61, 80).
- EDWARDS, D., GARNER, F., SIMONEN, E., & BRUEMMER, S. 2001. *Characterization of Neutron-Irradiated 300-Series Stainless Steels to Assess Mechanisms of Irradiated-Assisted Stress Corrosion Cracking. Volume 2 : Core Components.* Tech. rept. 1001497. Electrical Research Power Institute. (p. 17).
- EL SHAWISH, S., & HURE, J. 2018. Intergranular normal stress distributions in untextured polycrystalline aggregates. *Eur. J. Mech A/Solids*, **72**, 354–373. (p. 44).
- FÉRON, D., GUERRE, C., & MARTIN, F. 2019. Historical Review of Alloy 600 Stress Corrosion Cracking : From the Coriou Effect to the Quantitative Micro-Nano Approach. *Corrosion*, **75**(3), 267–273. (p. 24).
- FISH, R.L., STRAALSUND, J.L., HUNTER, C.W., & HOLMES, J.J. 1973. Swelling and tensile property evaluations of high-fluence EBR-II thimbles. *In : Effects of Radiation on Substructure and Mechanical Properties of Metals and Alloys.* ASTM International. (p. 57).
- FLECK, N.A., & HUTCHINSON, J.W. 1994. A phenomenological theory of strain gradient effects in plasticity. *J. Mech. Phys. Sol.*, **41**, 1825–1857. (p. 60).
- FRANCFORT, G.A., & MARIGO, J.J. 1998. Revisiting brittle fracture as an energy minimization problem. *J. Mech. Phys. Sol.*, **46**, 1319–1342. (p. 94).
- FUKUMURA, T., FUKUYA, K., FUJII, K., MIURA, T., & KITSUNAI, Y. 2019. Grain Boundary Oxidation of Neutron Irradiated Stainless Steels in Simulated PWR Water. *Pages 2153–2163 of : JACKSON, JOHN H., PARAVENTI, DENISE, & WRIGHT, MICHAEL (eds), Proceedings of the*

18th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems – Water Reactors. Cham : Springer International Publishing. (p. 26).

- GALLICAN, V., & HURE, J. 2017. Anisotropic coalescence criterion for nanoporous materials. *J. Mech. Phys. Sol.*, **108**, 30–48. (p. 79).
- GAN, Y.X., KYSAR, J.W., & MORSE, T.L. 2006. Cylindrical void in a rigid-ideally plastic single crystal. II : Experiments and simulations. *Int. J. Plasticity*, **22**, 39–72. (p. 58).
- GONZALEZ, D., SIMONOVSKI, I., WITHERS, P.J., & QUINTA DA FONSECA, J. 2014. Modelling the effect of elastic and plastic anisotropies on stresses at grain boundaries. *Int. J. Plasticity*, **61**, 49 – 63. (p. 28, 29).
- GUPTA, J., HURE, J., TANGUY, B., LAFFONT, L., LAFONT, M.-C., & ANDRIEU, E. 2016. Evaluation of stress corrosion cracking of irradiated 304L stainless steel in PWR environment using heavy ion irradiation. *J. Nuc. Mat.*, **476**, 82 – 92. (p. 30).
- GUPTA, J., HURE, J., TANGUY, B., LAFFONT, L., LAFONT, M.-C., & ANDRIEU, E. 2018. Characterization of ion irradiation effects on the microstructure, hardness, deformation and crack initiation behavior of austenitic stainless steel :Heavy ions vs protons. *J. Nuc. Mat.*, **501**, 45 – 58. (p. 30).
- GURSON, A.L. 1977. Continuum theory of ductile rupture by void nucleation and growth : Part I - Yield Criteria and flow rules for porous ductile media. *J. Eng. Mat. and Tech.*, **99**, 2–15. (p. 14, 15, 61, 72).
- HAN, X., BESSON, J., FOREST, S., TANGUY, B., & BUGAT, S. 2013. A yield function for single crystals containing voids. *Int. J. Sol. Struct.*, **50**, 2115–2131. (p. 61, 62).
- HAN, XU. 2012. *Modélisation de la fragilisation due au gonflement dans les aciers inoxydables austénitiques irradiés*. Ph.D. thesis, Thèse CEA, Ecole nationale supérieure des mines de Paris soutenue le 16/03/2017. (p. 41, 42, 89).
- HAOUALA, S., ALIZADEH, R., BIELER, T.R., SEGURADO, J., & LLORCA, J. 2020. Effect of slip transmission at grain boundaries in Al bicrystals. *Int. J. Plasticity*, **126**, 102600. (p. 29, 38, 43).
- HELPER, T., MICHEL, B., PROIX, J.M., SALVO, M., SERCOMBE, J., & CASELLA, M. 2015. Introducing the open-source mfront code generator : Application to mechanical behaviours and material knowledge management within the PLEIADES fuel element modelling platform. *Computers & Mathematics with Applications*, **70**, 994–1023. (p. 42).
- HOJNA, A. 2017. Overview of Intergranular Fracture of Neutron Irradiated Austenitic Stainless Steels. *Metals*, **7**, 392. (p. 57).
- HUANG, Q., CHARLES, Y., DUHAMEL, C., GASPÉRINI, G., & CRÉPIN, J. 2019 (May). Contribution des champs mécaniques à l'échelle du polycristal à l'amorçage de fissures de corrosion sous contraintes. vol. Journées Jeunes Chercheurs. (p. 24, 28, 29, 52).
- HURE, J. 2019. A coalescence criterion for porous single crystals. *J. Mech. Phys. Sol.*, **124**, 505–525. (p. 81).
- HURE, J., & BARRIOZ, P-O. 2016. Theoretical estimates for flat voids coalescence by internal necking. *Eur. J. Mech. A/Solids*, **60**, 217–226. (p. 76).

- HURE, J., VAILLE, C., WIDENT, P., MOINEREAU, D., LANDRON, C., CHAPULIOT, S., BENHAMOU, C., & TANGUY, B. 2015. Warm PreStress effect on highly irradiated reactor pressure vessel steel. *J. Nuc. Mat.*, **464**(sep), 281–293. (p. 13).
- HURE, J., EL SHAWISH, S., CIZELJ, L., & TANGUY, B. 2016. Intergranular stress distributions in polycrystalline aggregates of irradiated stainless steel. *J. Nuc. Mat.*, **476**, 231 – 242. (p. 42, 44).
- HURE, J., TANGUY, B., RITTER, C., BOURGANEL, S., & SEFTA, F. 2018. Extensive investigation of the mechanical properties of a CHOOZ A internal component. *In : Proceedings of Fontevraud 9 Contribution of Materials Investigations and Operating Experience to LWRs' Safety, Performance and Reliability*. (p. 20, 92).
- HURE, J., BARRIOZ, P.O., & TANGUY, B. 2020. Assessing size effects on the deformation of nanovoids in metallic materials. *Scripta Mat.*, **177**, 54–57. (p. 63).
- HUSSEIN, M.I., BORG, U., NIORDSON, C.F., & DESHPANDE, V.S. 2008. Plasticity size effects in voided crystals. *J. Mech. Phys. Sol.*, **56**(1), 114 – 131. (p. 59).
- IAEA. 2011. *Stress Corrosion Cracking in Light Water Reactors : Good Practices and Lessons Learned*. Tech. rept. NP-T-3.13. International Atomic Energy Agency. (p. 9).
- IKEDA, K., ISHIKAWA, T., MIYOSHI, T., & TAKAG, T. 2012. *Reactor core internals replacements of Ikata Units 1 and 2*. Tech. rept. IAEA-CN-194-1P51. International Atomic Energy Agency. (p. 9).
- JIAO, Z., & WAS, G.S. 2011. Impact of localized deformation on IASCC in austenitic stainless steels. *J. Nuc. Mat.*, **408**(3), 246 – 256. (p. 24, 25, 32).
- JIAO, Z., MICHALICKA, J., & WAS, G.S. 2018. Self-ion emulation of high dose neutron irradiated microstructure in stainless steels. *J. Nuc. Mat.*, **501**, 312 – 318. (p. 34).
- KANJARLA, A.K., VAN HOUTTE, P., & DELANNAY, L. 2010. Assessment of plastic heterogeneity in grain interaction models using crystal plasticity finite element method. *Int. J. Plasticity*, **26**, 1220–1233. (p. 29, 88).
- KERALAVARMA, S.M., & CHOCKALINGAM, S. 2016. A criterion for void coalescence in anisotropic ductile materials. *Int. J. Plasticity*, **82**, 159–176. (p. 62, 75, 76, 77).
- KING, A., JOHNSON, G., ENGELBERG, D., LUDWIG, W., & MARROW, J. 2008. Observations of intergranular stress corrosion cracking in a grain-mapped polycrystal. *Science*, **321**, 382–385. (p. 43, 44).
- KONINGS, R., & STOLLER, R. 2020. *Comprehensive Nuclear Materials*. Elsevier. Chap. Radiation-induced Damage in Austenitic Structural Steels Used in Nuclear Reactors, pages 57–168. (p. 18).
- KOPLIK, J., & NEEDLEMAN, A. 1988. Void growth and coalescence in porous plastic solids. *Int. J. Sol. Struct.*, **24**, 835–853. (p. 74).
- LEBLOND, J.B., EL SAYED, H.A., & BERGHEAU, J.M. 2013. On the incorporation of surface tension in finite-elements calculations. *Comptes Rendus Mécanique*, **341**, 770–775. (p. 65).
- LEBLOND, J.B., KONDO, D., MORIN, L., & REMMAL, A. 2018. Classical and sequential limit analysis revisited. *Comptes Rendus Mécanique*, **346**(4), 336 – 349. (p. 72, 73).

- LEMAIRE, E., MONTEIL, N., MASSOUD, J.P., POKOR, C., LIGNEAU, N., & COURTEMANCHE, G. 2010 (September). Lessons learned from baffle bolt replacements regarding irradiation-induced creep behaviour. vol. Proceedings of the International Symposium Fontevraud VII. (p. 22).
- LIANG, D., HURE, J., COURCELLE, A., EL SHAWISH, S., & TANGUY, B. 2020. A micromechanical analysis of intergranular stress corrosion cracking of an irradiated stainless steel. *submitted*. (p. 35, 50).
- LING, C., BESSON, J., FOREST, S., TANGUY, B., LATOURTE, F., & BOSSO, E. 2016. An elastoviscoplastic model for porous single crystals at finite strains and its assessment based on unit cell simulations. *Int. J. Plasticity*, **84**, 58–87. (p. 60, 90).
- LIU, W., ZHANG, X., & TANG, J. 2009. Study on the growth behavior of voids located at the grain boundary. *Mech. Mat.*, **41**(7), 799 – 809. (p. 92).
- LIU, X., HWANG, W., PARK, J., VAN, D., CHANG, Y., LEE, S.H., KIM, S.Y., HAN, S., & LEE, B. 2018. Toward the multiscale nature of stress corrosion cracking. *Nuc. Eng. Tech.*, **50**(1), 1 – 17. (p. 24).
- LUFT, A., RICHTER, J., SCHLAUBITZ, K., LOOSE, CH., & MÜHLHAUS, CH. 1975. Work softening and microstructural instability of predeformed molybdenum single crystals. *Mat. Sci. and Eng.*, **20**, 113 – 122. (p. 19).
- MADOU, K., & LEBLOND, J.-B. 2012. A Gurson-type criterion for porous ductile solids containing arbitrary ellipsoidal voids I : Limit-analysis of some representative cell. *J. Mech. Phys. Sol.*, **60**, 1020–1036. (p. 84).
- MARANO, A., & GÉLÉBART, L. 2020. Non-linear composite voxels for FFT-based explicit modeling of slip bands : Application to basal channeling in irradiated Zr alloys. *Int. J. Sol. Struct.*, **198**, 110 – 125. (p. 28).
- MARANO, A., GÉLÉBART, L., & FOREST, S. 2019. Intragranular localization induced by softening crystal plasticity : Analysis of slip and kink bands localization modes from high resolution FFT-simulations results. *Acta Mat.*, **175**, 262 – 275. (p. 28).
- MARSHALL STONEHAM, A., & HARDING, J.H. 2003. Not too big, not too small : The appropriate scale. *Nature Materials*, **2**, 77–83. (p. 13).
- MATTHEWS, R.P., KNUSTEN, R.D., WESTRAADT, J.E., & COUVANT, T. 2017. Intergranular oxidation of 316L stainless steel in the PWR primary water environment. *Corrosion Science*, **125**, 175 – 183. (p. 52).
- MBIAKOP, A., CONSTANTINESCU, A., & DANAS, K. 2015. An analytical model for porous single crystals with ellipsoidal voids. *J. Mech. Phys. Sol.*, **84**, 436–467. (p. 61, 62, 81).
- MCCCLINTOCK, F.A. 1968. A criterion for ductile fracture by the growth of holes. *J. App. Mech.*, **35**, 363–371. (p. 14, 15, 56).
- MCMURTREY, M.D., WAS, G.S., PATRICK, L., & FARKAS, D. 2011. Relationship between localized strain and irradiation assisted stress corrosion cracking in an austenitic alloy. *Mat. Sci. Eng. : A*, **528**(10), 3730 – 3740. (p. 25, 27).
- MÉRIC, L., & CAILLETAUD, G. 1991. Single crystal modeling for structural calculations ; Part 2 Finite element implementation. *J. Eng. Mater. Technol.*, **113**, 171–182. (p. 41, 81).
- MILLS, WJ. 1988. Fracture toughness of irradiated stainless steel alloys. *Nuclear technology*, **82**, 290–303. (p. 56).

- MONCHIET, V., & BONNET, G. 2013. A Gurson-type model accounting for void size effects. *Int. J. Sol. Struct.*, **50**, 320–327. (p. 61, 62).
- MONCHIET, V., & KONDO, D. 2013. Combined voids size and shape effects on the macroscopic criterion of ductile nanoporous materials. *Int. J. Plasticity*, **43**, 20–41. (p. 61, 84).
- MONNET, G., & MAI, C. 2019. Prediction of irradiation hardening in austenitic stainless steels : Analytical and crystal plasticity studies. *J. Nuc. Mat.*, **518**, 316 – 325. (p. 41).
- MORI, T., & MESHII, M. 1969. Plastic deformation of quench-hardened aluminum single crystals. *Acta Metall.*, **17**(2), 167 – 175. (p. 19).
- MORIN, L., LEBLOND, J.B., & BENZERGA, A. A. 2015. Coalescence of voids by internal necking : Theoretical estimates and numerical results. *J. Mech. Phys. Sol.*, **75**, 140–158. (p. 62, 75, 76, 77).
- NIORDSON, C.F. 2008. Void growth to coalescence in a non-local material. *Eur. J. Mech. A/Solids*, **27**(2), 222 – 233. (p. 60).
- NISHIOKA, H., FUKUYA, K., FUJII, K., & KITSUNAI, Y. 2008. Deformation structure in highly irradiated stainless steels. *J. Nuc. Sci. Tech.*, **45**, 274–287. (p. 18).
- NIX, W. D., & GAO, H. 1998. Indentation size effects in crystalline materials : A law for strain gradient plasticity. *J. Mech. Phys. Sol.*, **46**(3), 411 – 425. (p. 33).
- NOELL, P., CAROLL, J., HATTAR, K., CLARK, B., & BOYCE, B. 2017. Do voids nucleate at grain boundaries during ductile rupture? *Acta Mat.*, **137**, 103–114. (p. 92).
- NOELL, P.J., SABISCH, J.E.C., MEDLIN, D.L., & BOYCE, B.L. 2020. Nanoscale conditions for ductile void nucleation in copper : Vacancy condensation and the growth-limited microstructural state. *Acta Mat.*, **184**, 211 – 224. (p. 67).
- NRC. 2016. *Official Transcript of Proceedings*. Tech. rept. NRC-2737. Nuclear Regulatory Commission Advisory Committee on Reactor Safeguards Metallurgy and Fuel Subcommittee. (p. 7, 8, 9, 10).
- PANDIT, A.M., UITSLAG-DOOLAARD, H.J., & BLOM, F.J. 2018 (September). Thermo-mechanical analysis of PWR RPV internals for IASCC. vol. Proceedings of the International Symposium Fontevraud IX. (p. 14).
- PARDOEN, T., & HUTCHINSON, J.W. 2003. Micromechanics-based model for trends in toughness of ductile metals. *Acta Mat.*, **51**, 133–148. (p. 20).
- PATRA, A., & MCDOWELL, D.L. 2012. Crystal plasticity-based constitutive modelling of irradiated bcc structures. *Phil. Mag.*, **92**(7), 861–887. (p. 41).
- PAUX, J., MORIN, L., BRENNER, R., & KONDO, D. 2015. An approximate yield criterion for porous single crystals. *Eur. J. Mech. A/Solids*, **51**, 1–10. (p. 61, 62, 81, 85, 90).
- PELLEGRINO, S., TROCELLIER, P., MIRO, S., SERRUYS, Y., BORDAS, É., MARTIN, H., CHAËBANE, N., VAUBAILLON, S., GALLIEN, J., & BECK, L. 2012. The JANNuS saclay facility : A new platform for materials irradiation, implantation and ion beam analysis. *Nucl. Inst. Meth. Phys. Res. Sec. B*, **273**, 213–217. (p. 31, 64).
- PINEAU, A., BENZERGA, A.A., & PARDOEN, T. 2016. Failure of metals I : Brittle and ductile fracture. *Acta Mat.*, **107**, 424–483. (p. 61, 94).

- PIRGAZI, HADI. 2019. On the alignment of 3D EBSD data collected by serial sectioning technique. *Materials Characterization*, **152**, 223 – 229. (p. 36).
- POKOR, C., BRECHET, Y., DUBUISSON, P., MASSOUD, J.-P., & AVERTY, X. 2004. Irradiation damage in 304 and 316 stainless steels experimental investigation and modeling. Part II : Irradiation induced hardening. *J. Nuc. Mat.*, **326**, 30–37. (p. 19).
- POKOR, C., COURTEMANCHE, G., FLEJOU, J.L., TOMMY-MARTIN, M., RUPP, I., TANGUY, B., MASSOUD, J.P., & MONTEIL, N. 2010 (September). IASCC of Core Internals of PWRs : EDF R&D and Engineering program to assess internals lifetime management. vol. Proceedings of the International Symposium Fontevraud VII. (p. 22, 23).
- PONTE CASTAÑEDA, P. 1991. The effective mechanical properties of nonlinear isotropic composites. *J. Mech. Phys. Sol.*, **39**, 45–71. (p. 72).
- POTIRNICHE, G.P., HEARNDON, J.L., HORSTEMEYER, M.F., & LING, X.W. 2006. Lattice orientation effects on void growth and coalescence in FCC single crystals. *Int. J. Plasticity*, **22**, 921–942. (p. 60).
- PUTTICK, K. E. 1959. Ductile fracture in metals. *Phil. Mag.*, **4**, 964–969. (p. 56).
- RANGANATHAN, S.I., & OSTAJA-STARZEWSKI, M. 2008. Universal Elastic Anisotropy index. *Phys. Rev. Lett.*, **101**, 055504. (p. 47).
- RAQUET, O., HERMS, E., VAILLANT, F., & COUVANT, T. 2007. SCC of cold-worked austenitic stainless steels in PWR conditions. *Adv. Mat. Sci.*, **7**, 33–46. (p. 24).
- RENAULT-LABORNE, A., HURE, J., MALAPLATE, J., GAVOILLE, P., SEFTA, F., & TANGUY, B. 2018. Tensile properties and deformation microstructure of highly neutron-irradiated 316 stainless steels at low and fast strain rate. *J. Nuc. Mat.*, **508**(sep), 488–504. (p. 13).
- RODNEY, D. 2004. Molecular dynamics simulation of screw dislocations interacting with interstitial frank loops in a model FCC crystal. *Acta Mat.*, **52**(3), 607 – 614. (p. 19).
- ROTTERS, F., EISENLOHR, P., HANTCHERLI, L., TJAHJANTO, D.D., BIELER, T.R., & RAABE, D. 2010. Overview of constitutive laws, kinematics, homogenization and multiscale methods in crystal plasticity finite-element modeling : Theory, experiments, applications. *Acta Mat.*, **58**(4), 1152 – 1211. (p. 41, 42).
- ROUSSELIER, G. 1981. Three-dimensional Constitutive Equations of Damage and Fracture. Ch. Finite deformation constitutive relations including ductile fracture damage. *Pergamon Press*, 331–355. (p. 72).
- SAUZAY, M., & OULD MOUSSA, M. 2013. Prediction of grain boundary stress fields and microcrack initiation induced by slip band impingement. *Int. J. Frac.*, **184**, 215 – 240. (p. 27).
- SAUZAY, M., & VOR, K. 2013. Influence of plastic slip localization on grain boundary stress fields and microcrack nucleation. *Eng. Frac. Mech.*, **110**, 330 – 349. (p. 27).
- SCHERER, J.M., & HURE, J. 2019. A size-dependent ductile fracture model : Constitutive equations, Numerical implementation and validation. *Eur. J. Mech A/Solids*, **76**, 135–145. (p. 83).
- SCHERER, J.M., BESSON, J., FOREST, S., HURE, J., & TANGUY, B. 2019. Strain gradient crystal plasticity with evolving length scale : Application to voided irradiated materials. *Eur. J. Mech. A/Solids*, **77**, 103768. (p. 89).

- SIMONOVSKI, I., & CIZELJ, L. 2011. Automatic parallel generation of finite element meshes for complex spatial structures. *Comp. Mat. Science*, **50**, 1606–1618. (p. 43, 44).
- SMITH, J.M., ICKES, M.R., BURKE, M.A., RUMINSKI, A.M., & AMBERGE, K.J. 2018 (September). Hot cell testing of type 347 stainless steel baffle-to-former bolts removed from U.S. PWRs. vol. Proceedings of the International Symposium Fontevraud IX. (p. 9).
- SONG, D., & PONTE-CASTAÑEDA, P. 2017. A finite-strain homogenization model for viscoplastic porous single crystals. I-Theory. *J. Mech. Phys. Sol.*, **107**, 560–579. (p. 61).
- STOLLER, R.E., TOLOCZKO, M.B., WAS, G.S., CERTAIN, A.G., DWARAKNATH, S., & GARNER, F.A. 2013. On the use of SRIM for computing radiation damage exposure. *Nuc. Inst. Meth. Phys. Res. B*, **310**, 75–80. (p. 17).
- STRATULAT, A., ARMSTRONG, D.E.J., & ROBERTS, S.G. 2016. Micro-mechanical measurement of fracture behaviour of individual grain boundaries in Ni alloy 600 exposed to a pressurized water reactor environment. *Corrosion Science*, **104**, 9 – 16. (p. 27, 93).
- TAN, L., & BUSBY, J.T. 2015. Formulating the strength factor alpha for improved predictability of radiation hardening. *J. Nuc. Mat.*, **465**, 724–730. (p. 34).
- TAYLOR, G.I. 1938. Plastic strains in metals. *J. Inst. Metals*, **62**, 307–324. (p. 14, 15).
- THOMASON, P. F. 1985. A three-dimensional model for ductile fracture by the growth and coalescence of microvoids. *Acta. Metall.*, **33**, 1087–1095. (p. 62, 73, 75, 76, 77, 90).
- TIPPER, C. F. 1949. The fracture of metals. *Mettalurgia*, **39**, 133–137. (p. 56).
- TOADER, O., NAAB, F., UBERSEDER, E., KUBLEY, T., TALLER, S., & WAS, G. 2017. Technical Aspects of Delivering Simultaneous Dual and Triple Ion Beams to a Target at the Michigan Ion Beam Laboratory. *Physics Procedia*, **90**, 385 – 390. Conference on the Application of Accelerators in Research and Industry, CAARI 2016, 30 October – 4 November 2016, Ft. Worth, TX, USA. (p. 31, 67).
- TORKI, M.E, BENZERGA, A.A, & LEBLOND, J.B. 2015. On void coalescence under combined tension and shear. *J. Appl. Mech.*, **82**, 071005. (p. 62, 73, 76, 77).
- VAN BRUTZEL, L., CHARTIER, A., SICAUD, B., & SAUZAY, M. 2019. Mechanical behavior of (Ni, Fe)Cr₂O₄ spinel grain boundaries studied by molecular dynamics simulations. *J. Chem. Phys.*, **151**(1), 014701. (p. 27).
- VAN RENTERGHEM, W., BOSCH, R.W., R., GÉRARD, & SOMVILLE, F. 2018 (September). Transmission electron microscopy study of long-term irradiated baffle bolts. vol. Proceedings of the International Symposium Fontevraud IX. (p. 17, 18).
- WAS, G.S. 2007. *Fundamentals of Radiation Materials Science : Metals and Alloys*. Springer. (p. 16, 32).
- WAS, G.S., BUSBY, J.T., ALLEN, T., KENIK, E.A., JENSSON, A., BRUEMMER, S.M., GAN, J., EDWARDS, A.D., SCOTT, P.M., & ANDERSON, P.L. 2002. Emulation of neutron irradiation effects with protons : validation of principle. *J. Nuc. Mat.*, **300**, 198–216. (p. 24, 32, 67).
- WECK, A., & WILKINSON, D. 2008. Experimental investigation of void coalescence in metallic sheets containing laser drilled holes. *Acta Mat.*, **56**, 1774–1784. (p. 68).
- WEISSGRAEBER, P., LEGUILLON, D., & BECKER, W. 2016. A review on Finite Fracture Mechanics : crack initiation at singular and non-singular stress raisers. *Arch. Appl. Mech.*, **86**, 375–401. (p. 27).

- WEN, J., HUANG, Y., HWANG, K.C., KIU, C., & LI, M. 2005. The modified Gurson model accounting for the void size effect. *Int. J. Plasticity*, **21**, 381–395. (p. 61).
- WEST, E.A., MCMURTREY, M.D., & JIAO, Z. ET AL. 2012. Role of Localized Deformation in Irradiation-Assisted Stress Corrosion Cracking Initiation. *Metall and Mat Trans A*, **43**, 136–146. (p. 26).
- WILSON, I.L.W., SHOGAN, R.P., CONERMANN, J.M., FORSYTH, D.R., FYFITCH, S., TANG, H.T., & GILREATH, J.D. 2002 (September). Mechanical properties of bolts removed from operating US PWRs. vol. Proceedings of the International Symposium Fontevraud V. (p. 9).
- YERRA, S.K., TEKOGU, C., SCHEYVAERTS, F., DELANNAY, L., VAN HOUTTE, P., & PARDOEN, T. 2010. Void growth and coalescence in single crystals. *Int. J. Sol. Struct.*, **47**, 1016–1029. (p. 60, 62, 65, 81, 90).
- ZHANG, Y.B., ELBRØND, A., & LIN, F.X. 2014. A method to correct coordinate distortion in EBSD maps. *Materials Characterization*, **96**, 158 – 165. (p. 36).

RÉSUMÉ

Ce mémoire porte sur la mécanique de la rupture des aciers inoxydables austénitiques constitutifs des structures internes de cuve des Réacteurs à Eau Pressurisée (REP). L'irradiation neutronique conduit à des modifications microstructurales importantes impactant les mécanismes de déformation et les propriétés mécaniques. D'une part, le matériau devient sensible à un phénomène de corrosion sous contraintes intergranulaire responsable de la rupture de vis en réacteurs. D'autre part, le mode de rupture ductile transgranulaire par croissance et coalescence de cavités est affecté par l'irradiation, comme en témoigne la chute de ténacité. Afin de prédire les conditions d'amorçage de fissures intergranulaires, une approche micromécanique a été suivie, incluant caractérisation expérimentale de matériaux irradiés aux ions et simulations numériques d'agrégats polycristallins. Les conditions locales de fissuration en termes de caractéristiques des joints de grains ont été déterminées d'une part, et d'autre part les simulations ont conduit à l'évaluation des contraintes intergranulaires. Le couplage expériences - simulations a permis quant à lui d'identifier la forte dépendance aux hétérogénéités de résistance mécanique des joints de grains, qui restent à déterminer expérimentalement. En ce qui concerne la rupture ductile, le développement d'expériences modèles basées sur l'utilisation d'irradiations aux ions et la réalisation de cavités modèles a permis de quantifier les effets de la localisation de la déformation et de taille des nanocavités sur le comportement de cavités sous sollicitation mécanique. Des modèles théoriques originaux ont été développés en parallèle pour décrire le comportement de matériaux poreux dans le cas des fortes porosités, en incluant les effets de taille de cavités et la prise en compte des effets cristallographiques. Ces expériences et modèles permettent de construire des lois de comportements homogénéisées pour simuler la rupture ductile des aciers inoxydables austénitiques irradiés.

ABSTRACT

This thesis deals with the fracture behavior of austenitic stainless steels used for Pressurized Water Reactors (PWR) internals structures. Neutron irradiation leads to dramatic changes of microstructural and mechanical properties. On the one hand, the material becomes susceptible to intergranular stress corrosion cracking, leading to failures of bolts in reactors. On the other hand, transgranular ductile fracture mechanism through void growth to coalescence is affected by irradiation, and a strong decrease in toughness is observed. In order to predict the initiation of intergranular cracks, a micromechanical approach coupling experimental characterization of ion irradiated materials and numerical simulations of polycrystalline aggregates was followed. Grain boundaries cracking conditions have been determined experimentally, and intergranular normal stresses have been assessed numerically. A combined experimental and numerical analysis lead to emphasize the key role of grain boundary strength, that remains to be quantified experimentally. Regarding ductile fracture, model experiments based on ion irradiated samples and model cavities allowed assessing the effect of the heterogeneous deformation mode observed in irradiated materials, as well as the behavior of nanocavities under mechanical loading. Yield criteria have been derived theoretically and validated numerically for highly porous materials, including shape, size and crystallographic effects. These experiments and models allow to develop homogenized constitutive equations to simulate ductile fracture of irradiated austenitic stainless steels.