

## Table des matières

Introduction générale .....	vii
Chapitre I Synthèse bibliographique .....	10
I.A. Introduction .....	10
I.B. Vieillessement des aciers austénitiques inoxydables par l'irradiation .....	11
I.B.1 Microstructure induite par l'irradiation.....	11
I.B.2 Comportement mécanique des aciers austénitiques inoxydables irradiés.....	18
I.B.3 Résumé .....	21
I.C. Fissuration intergranulaire par corrosion sous contrainte assistée par l'irradiation – Paramètres influençant la fissuration.....	22
I.C.1 Effet de l'environnement.....	22
I.C.2 Effet du matériau .....	23
I.C.3 Influence de l'irradiation sur l'oxydation des aciers austénitiques inoxydables .....	24
I.C.4 Effet de l'irradiation sur la sensibilité à la fissuration.....	26
I.C.5 Résumé .....	34
I.D. Irradiations aux ions et production de cavités. ....	35
I.D.1 Différences entre les irradiations aux ions et aux neutrons.....	35
I.D.2 Production de cavités par irradiation aux ions .....	37
I.D.3 Résumé .....	39
I.E. Caractérisation micromécanique des matériaux irradiés.....	40
I.E.1 Nanoindentation.....	40
I.E.2 Microcompression .....	42
I.E.3 Résumé .....	47
I.F. Conclusions et plan de l'étude.....	47
Chapitre II Démarche expérimentale .....	50
II.A. Matériau à l'étude .....	50
II.A.1 Composition.....	50
II.A.2 Microstructure de l'acier à l'étude .....	52
II.A.3 Caractéristiques mécaniques.....	55
II.B. Irradiations aux ions .....	56
II.B.1 Conditions d'irradiation .....	56
II.B.2 Préparation des échantillons .....	58
II.B.3 Calcul des profils d'irradiation .....	61
II.B.4 Description des irradiations réalisées.....	64

II.C.	Méthodes de caractérisation post-irradiation.....	67
II.C.1	Microscopie électronique en transmission (MET) .....	67
II.C.2	Préparation des échantillons pour la MET.....	69
II.D.	Nanoindentation .....	71
II.E.	Micropiliers .....	75
II.E.1	Description du dispositif de compression.....	75
II.E.2	Préparation des micropiliers.....	79
II.F.	Essais de traction lente en milieu simulé REP et quantification de la fissuration .....	83
II.F.1	Description de l'essai .....	83
II.F.2	Quantification de la fissuration.....	83
II.G.	Essais de traction in-situ .....	85
Chapitre III	Evolutions induites par l'irradiation.....	89
III.A.	Caractérisations microstructurales après irradiation .....	89
III.A.1	Caractérisation des défauts d'irradiation .....	89
III.A.2	Discussion sur les microstructures obtenues.....	101
III.A.1	Caractérisation des ségrégations chimiques induites par irradiation .....	104
III.A.2	Discussion autour de la ségrégation élémentaire.....	107
III.A.3	Conclusions .....	109
III.B.	Caractérisation du durcissement induit par irradiation.....	110
III.B.1	Nanoindentation .....	110
III.B.2	Micropiliers .....	116
III.B.3	Conclusions .....	128
III.C.	Effets de la microstructure d'irradiation sur la fissuration.....	130
III.C.1	Quantification de la fissuration.....	130
III.C.2	Analyse de la fissuration .....	132
III.C.3	Discussion sur le lien entre microstructure et sensibilité à la fissuration .....	138
III.C.4	Conclusions .....	141
III.D.	Conclusions du chapitre.....	142
Chapitre IV	Evolution de la sensibilité à la fissuration avec la taille de grains .....	144
IV.A.	Préparation des échantillons et irradiations.....	144
IV.B.	Durcissement induit par irradiation.....	148
IV.C.	Etude de la déformation plastique à l'échelle du grain. ....	150
IV.D.	Sensibilité à la fissuration .....	164
IV.E.	Discussion.....	168
IV.F.	Conclusions .....	171
	Conclusions générales et perspectives .....	172

## Table des matières

---

Références .....	176
Annexes.....	198
Annexe 1 - Ségrégation autour de défauts d'irradiation analysée par SAT.....	198
Annexe 2 - Ségrégation autour de défauts d'irradiation analysée par MET-EDX.....	199

## Introduction générale

En 2018, la production d'électricité en France a été assurée à 72% par les 58 Réacteurs à Eau Pressurisée (REP) de seconde génération installés sur le territoire. Aujourd'hui, le parc nucléaire français est nécessaire pour répondre aux besoins en énergie croissants tout en produisant une énergie décarbonée et en accompagnant la transition énergétique. Pour rester compétitive et sûre, l'industrie nucléaire doit améliorer la fiabilité des solutions techniques mises en œuvre dans ses réacteurs tout en optimisant leurs coûts de fonctionnement et leur durée de vie. Ainsi, des efforts significatifs ont été entrepris afin de prolonger de 40 à 60 ans la durée de fonctionnement des réacteurs. Cela implique de contrôler les propriétés des éléments de structure et des matériaux qui les constituent.

L'acier inoxydable est employé comme constituants des éléments internes de cuves : cloisons, renforts et vis de liaisons. Ces éléments permettent de supporter les assemblages de combustible et d'assurer leur bon positionnement, supportent les grappes de commandes et permettent la circulation du circuit primaire. Leur intégrité est donc essentielle pour le bon fonctionnement et l'extension de la durée de fonctionnement du réacteur. Ils sont soumis au milieu primaire qui est oxydant et sous haute température (environ 300 à 340°C) et à l'irradiation du fait de leur proximité avec le combustible. Vers les années 1990, le contrôle de ces éléments a permis de constater la présence de fissures sur certaines vis de liaison. Bien que l'acier austénitique inoxydable dont sont constituées ces vis ne soit pas sensible à la corrosion sous contrainte, l'irradiation qu'elles subissent modifie cette sensibilité. On parle alors de corrosion sous contrainte assistée par irradiation (IASCC pour *irradiation assisted stress corrosion cracking*). Les vis fissurées sont remplacées systématiquement lors d'opération de maintenance, ce qui induit des durées de maintenance plus élevées équivalents à des temps d'arrêts de production plus longs, augmentant l'intérêt des exploitants vis-à-vis de ce phénomène.

L'IASCC est un phénomène qui prend place lorsqu'un matériau sensible est sous l'influence d'un milieu oxydant, d'un chargement mécanique et d'une modification de la microstructure par irradiation. Les contraintes subies par les éléments internes tels que les vis peuvent être le couple de serrage, les contraintes dues aux variations de température ou à la dilatation thermique des matériaux ou également des contraintes dues à la circulation du milieu primaire. La fissuration intergranulaire que provoque ce phénomène peut être séparée en deux étapes : l'initiation de la fissure et sa propagation pouvant mener à la rupture. Malgré les nombreuses études portant sur le phénomène d'IASCC et de CSC (Corrosion Sous Contraintes) ayant permis de mieux comprendre les mécanismes en jeu, notamment celui de la propagation de la fissure, il n'est pas possible actuellement de prévoir la fissuration. Dans le cas de l'IASCC, le facteur irradiation vient s'ajouter aux phénomènes déjà induits par la CSC.

Plusieurs facteurs ont cependant été identifiés comme aggravant la fissuration des aciers austénitiques irradiés. L'irradiation provoque la radiolyse de l'eau contenue dans le milieu primaire, la modification de la microstructure de l'acier, et la modification de ses propriétés mécaniques, notamment le durcissement. Les mécanismes de déformation sont également modifiés, conséquence de la présence de défauts d'irradiation, puisque la déformation devient hétérogène,

induisant de fortes contraintes locales rendant ainsi des zones sensibles à la fissuration. La sensibilité à la fissuration est affectée par la microstructure d'irradiation, cependant l'impact de chaque type de défauts d'irradiation n'est pas connu. Ainsi, le rôle des cavités d'irradiation, qui peuvent germer dans la matrice ou au niveau de joints de grains dans les aciers irradiés en milieu REP, n'est pas établi dans la littérature. De plus, bien que des études sur la prépondérance des différents contributeurs de l'IASCC a permis de constater que la ségrégation intergranulaire n'était le paramètre de premier ordre dans l'initiation de la fissuration en REP, le rôle de facteurs tels que la localisation de la déformation et le durcissement, souvent corrélés, reste à appréhender.

L'objectif de cette thèse est d'amener des éléments de réponses sur le rôle de l'irradiation sur la sensibilité des aciers austénitiques à la fissuration intergranulaire. Ainsi, deux axes ont été choisis pour compléter la connaissance du phénomène de sensibilisation. D'une part, la thèse doit permettre d'identifier si les cavités d'irradiation ont un rôle sur la sensibilisation à la fissuration et le cas échéant, de quel ordre. Pour cela, différentes microstructures d'irradiation doivent être créées. Des irradiations permettant la germination de cavités doivent être réalisées afin de comparer la sensibilité de plusieurs populations de défauts, et d'en tirer des éléments de compréhension sur le rôle des cavités sur la sensibilisation d'un acier à la fissuration intergranulaire. D'autre part, en séparant les contributions du durcissement et de la localisation de la déformation, la thèse doit permettre d'identifier lequel de ces deux facteurs est prépondérant. Pour cela, on évaluera l'influence de la taille de grain sur le durcissement et la fissuration intergranulaire.

Dans le premier chapitre de ce manuscrit, la bibliographie concernant les effets induits de l'irradiation et le phénomène d'IASCC dans les aciers austénitiques inoxydables est détaillé, ainsi que la description des effets induits par les irradiations aux ions. Une partie sur l'utilisation des essais de nanoindentation et de microcompression dans la littérature pour caractériser le durcissement induit par irradiation permet de connaître les éléments importants de ces techniques employées dans le cadre de cette thèse.

Un deuxième chapitre décrit le matériau à l'étude et les techniques expérimentales utilisées dans cette thèse. La préparation de l'acier inoxydable utilisé dans ces travaux est détaillée, ainsi que les irradiations menées sur cet acier. Les techniques de nanoindentation et de microcompression ainsi que les particularités liées à l'échelle à laquelle sont utilisés ces techniques sont présentées. Le dispositif de microcompression utilisé a été en partie développé et calibré durant la thèse. Nous avons aussi réalisé des essais de traction lente, permettant la déformation des matériaux irradiés en milieu REP nominal et enfin, des essais de traction in-situ en MEB, utilisés pour caractériser la localisation de la déformation induite par irradiation.

Dans le troisième chapitre, nous évaluerons l'effet de l'irradiation sur la fissuration intergranulaire est évalué. Pour cela, dans un premier temps, les observations par microscopie électronique à transmission des défauts d'irradiation obtenus sont détaillées et discutées en fonction des paramètres d'irradiation appliqués notamment. La caractérisation de la dureté après chaque irradiation, réalisée par nanoindentation, est ensuite décrite et est corrélée aux microstructures déterminées par MET. Nous présentons ensuite les résultats des essais de microcompression qui sont comparés aux résultats de nanoindentation, dans l'objectif de confirmer la cohérence des durcissements obtenus par ces deux techniques. Les résultats de traction lente en milieu simulé REP sont ensuite donnés et discutés en fonction des microstructures et des durcissements induits par les

différentes irradiations, dans l'objectif de déterminer notamment le rôle des cavités d'irradiation sur la sensibilité à la fissuration.

Dans le quatrième chapitre, l'effet de la taille de grains sur la localisation de la déformation, et également sur la sensibilité à la fissuration est évalué. Pour obtenir différentes tailles de grains, des traitements thermiques sont appliqués. Le détail de ces traitements, les microstructures obtenues ainsi que les irradiations réalisées sur ces échantillons sont détaillées. Après irradiations, on évalue la dureté des différents matériaux. Ces résultats sont discutés en fonction des différents traitements thermiques réalisés. L'effet de la taille de grain sur la localisation de la déformation est caractérisé à partir des essais de traction en MEB in-situ réalisés sur plusieurs échantillons. Enfin, les résultats obtenus pour les essais de traction en milieu REP sont décrits et discutés par rapport aux précédents résultats.

Les conclusions générales et les perspectives à cette étude terminent ce manuscrit.

# Chapitre I Synthèse bibliographique

## I.A. Introduction

Les aciers inoxydables austénitiques sont utilisés comme matériaux de structures dans plusieurs filières de réacteurs nucléaires (réacteurs à eau légère, réacteurs à neutrons rapides (RNR), ...) et sont envisagés pour certains composants d'ITER compte tenu notamment de leur bonne tenue mécanique et de leur bonne résistance à la corrosion généralisée. Dans le cas des réacteurs à eau pressurisée, ces propriétés en ont fait un matériau de choix pour les éléments de structure des internes de cuve tels que les renforts, les cloisons et les vis cloison/renfort entourant le combustible dans les Réacteurs à Eau Pressurisée (REP). Ils endurent un endommagement neutronique qui devient conséquent en fin de vie du réacteur. Ces éléments sont en contact avec l'environnement corrosif à haute température (280°C à 340°C) que constitue le milieu primaire REP, constitué d'eau pure avec ajout de bore, lithium et hydrogène. Les éléments internes sont également soumis à des charges mécaniques comme le support des assemblages de combustibles.

Certaines vis issues de REP, permettant la liaison entre cloisons et renforts, se sont avérées être fissurées au niveau des congés après service (voir Figure I-1). Cette fissuration est due à un phénomène appelé corrosion sous contrainte assistée par irradiation (IASCC pour Irradiated Assisted Stress Corrosion Cracking). Ce phénomène résulte d'une synergie entre le matériau, la corrosion, l'irradiation et des contraintes mécaniques subies par ces éléments (voir Figure I-1). La dégradation de ces éléments induit des durées de maintenance plus élevées nécessaires aux contrôles et au remplacement des vis endommagées, et donc des coûts d'exploitation plus importants pour l'exploitant. Pour ces raisons, la compréhension des mécanismes pouvant provoquer l'IASCC chez les aciers austénitiques inoxydables en REP est un enjeu important pour l'exploitant.

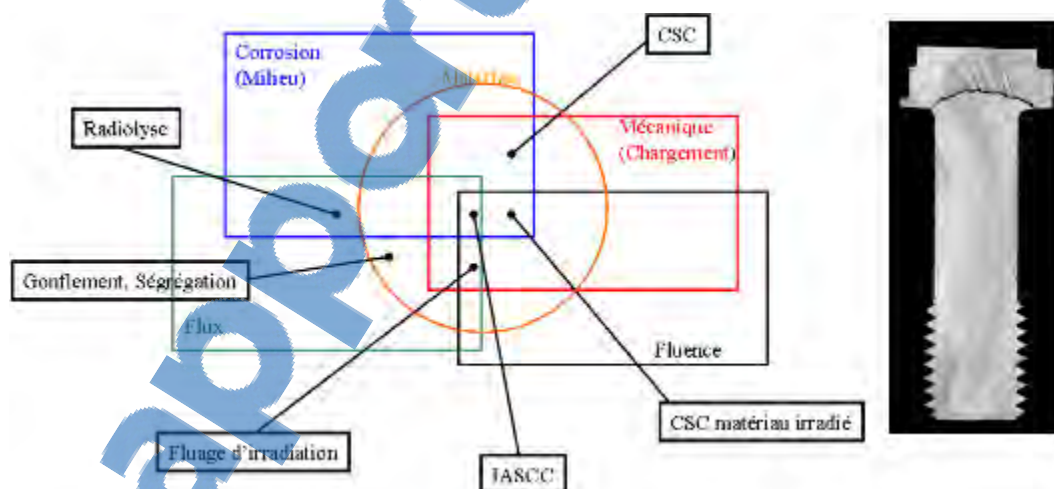


Figure I-1 : Schéma de la synergie entre la corrosion, du matériau, de l'irradiation et de la sollicitation mécanique sur le phénomène d'IASCC et image d'une coupe d'une vis de liaison fissurée provenant d'un REP (Tanguy 2011).

Le phénomène d'IASCC est également observé dans les réacteurs à eau bouillante (REB). Bien que cette sensibilité à la fissuration soit observée et étudiée depuis de nombreuses années, la

compréhension fine des mécanismes impliqués dans l'IASCC des éléments internes en REP reste cependant toujours à améliorer.

Le rôle de ce chapitre est de restituer les éléments de compréhension donnés par la littérature autour du phénomène d'IASCC. Pour cela, le phénomène d'irradiation et les microstructures induites par irradiation sont décrits dans un premier temps afin d'introduire les différents phénomènes de vieillissement par irradiation des aciers inoxydables austénitiques utilisés en tant qu'internes de REP. Une revue des paramètres connus comme influençant la fissuration intergranulaire des aciers inoxydables est ensuite proposée. Les troisième et quatrième parties s'intéressent aux moyens expérimentaux utilisés pour l'étude d'échantillons irradiés.

## *I.B. Vieillessement des aciers austénitiques inoxydables par l'irradiation*

L'irradiation par les neutrons a un impact sur les matériaux de structures tels que les aciers austénitiques composant les vis de liaison et les pièces de renforts. On décrit ici la modification de leur microstructure et de leurs propriétés mécaniques par l'irradiation.

### *I.B.1 Microstructure induite par l'irradiation*

#### *I.B.1.a) Bombardement neutronique*

Le bombardement de particules telles que des neutrons provoquent l'apparition de défauts d'irradiation dans la microstructure des aciers austénitiques inoxydables. Les neutrons, issus de la réaction de fission, sont caractérisés par leur énergie cinétique. Un réacteur se distingue par son spectre neutronique, c'est-à-dire le flux de neutrons émis en fonction de leur énergie. Ainsi, un réacteur à neutrons rapides (RNR) possède un spectre neutronique qui s'étend majoritairement dans les hautes énergies (voir Figure I-2), les réacteurs à eau pressurisée (REP) disposent quant à eux d'un spectre étendu entre les neutrons thermiques et les neutrons rapides.

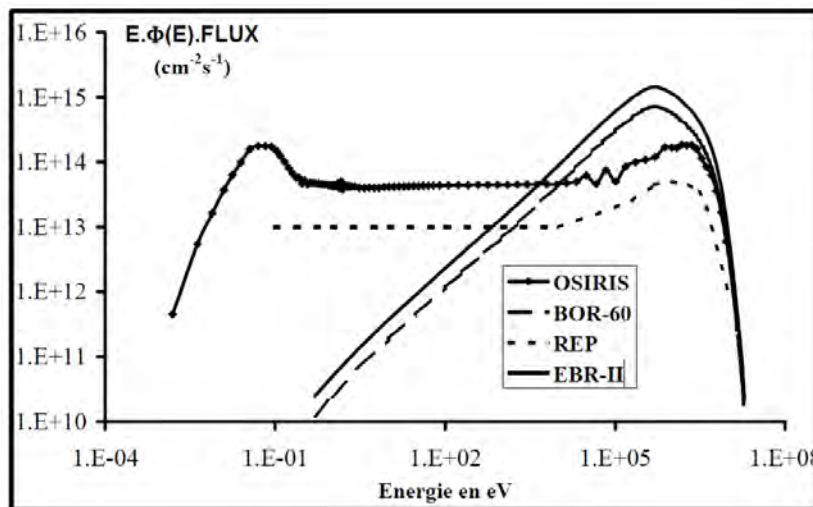


Figure I-2 : Flux neutroniques de différents réacteurs expérimentaux. (Pokor 2003).



Les neutrons dans un REP peuvent atteindre les éléments de structure entourant le cœur du réacteur. Des collisions peuvent avoir lieu et provoquent l'éjection d'atomes de leur site cristallin. Les atomes éjectés se retrouvent en positions interstitielles dans le matériau et des lacunes se créent au niveau des sites atomiques initialement occupés par les atomes éjectés. Les couples interstitiel-lacune forment des paires de Frenkel. L'interstitiel, s'il est issu d'une interaction directe avec un neutron, est appelé PKA (primary knocked atom) et peut à son tour rentrer en collision et éjecter d'autres atomes contenus dans le matériau si son énergie est suffisante. Cette succession de créations de paires de Frenkel est appelée une cascade de déplacements. L'unité de déplacement par atome (dpa) permet d'indiquer combien de fois chaque atome contenu dans le matériau irradié a été éjecté de son site. Elle évalue alors le nombre de paires de Frenkel créées durant l'irradiation. Cette unité a été créée pour permettre de comparer différentes irradiations entre elles, indépendamment du spectre énergétique et du type de particules utilisées. En fin de vie des REP, certains éléments internes peuvent atteindre localement la dose de 80 dpa. Lors d'une irradiation aux neutrons, la majorité des paires de Frenkel s'annihilent entre elles à la suite de ces cascades. La présence de défauts ponctuels résiduels est à la base des défauts d'irradiation. La diffusion des défauts ponctuels en sursaturation dans le matériau provoque la formation et à la croissance d'amas interstitiels ou lacunaires. Plusieurs types de défauts se distinguent (Maziasz and McHargue 1987) : les black-dots, les boucles de dislocations, les cavités et bulles. La diffusion de ces défauts ponctuels induit également l'apparition de ségrégation chimique et de précipitation. La densité et la taille des défauts microstructuraux dépendent des conditions d'irradiations, notamment de la température (Figure I-3), qui joue sur la diffusion des défauts ponctuels. Les défauts généralement rencontrés après irradiation sont décrits par la suite.

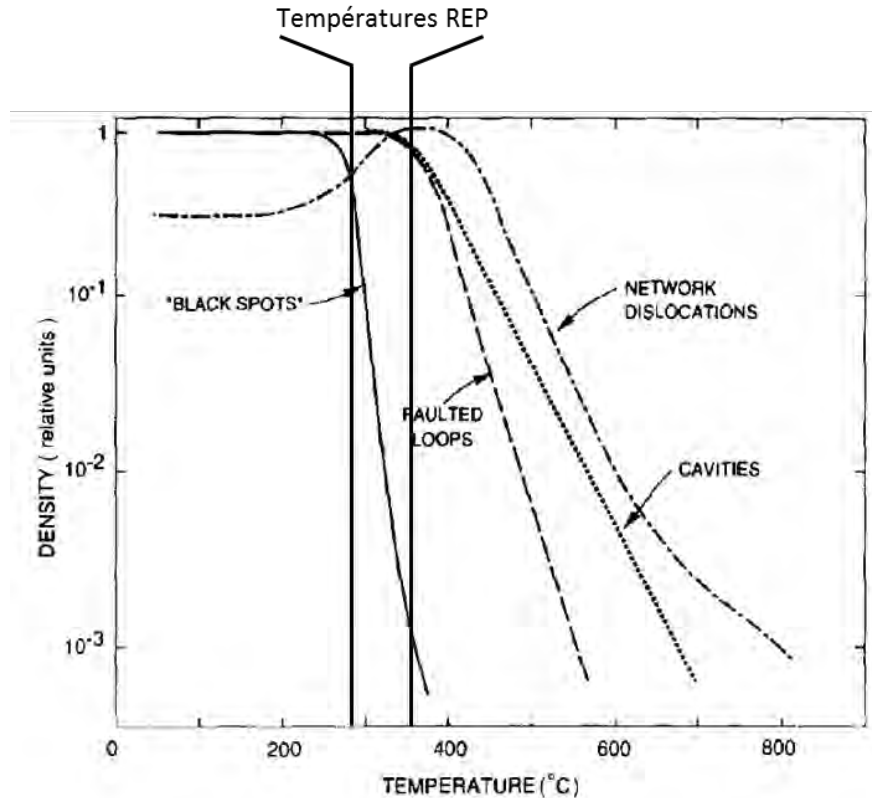


Figure I-3 Evolution des populations de défauts d'irradiation en fonction de la température d'irradiation. D'après (Zinkle et al. 1993)

**I.B.1.b) Black-dots**

Ces défauts sont les défauts principaux lors d'irradiations à basses températures (<300°C). Ces défauts sont nommés ainsi du fait du contraste sous forme de point noir qu'ils provoquent lors de leur observation en microscopie électronique en transmission (MET) en champ clair. Leur taille est de l'ordre du nanomètre, ce qui correspond généralement à la limite de résolution des MET, d'où la difficulté d'identifier leur nature. Certaines études décrivent les black-dots comme des amas d'interstitiels (Edwards et al. 2003; Fukuya et al. 2006) et d'autres comme des amas de lacunes (Bruemmer et al. 1999). La densité de ces défauts évolue peu en dessous de 300°C, mais leur densité diminue au-delà.

**I.B.1.c) Boucles de Frank**

Les boucles de Frank sont des amas interstitiels ou lacunaires formant des boucles de dislocations fautées. Yang (Yang et al. 2012) a cependant montré que les boucles d'un diamètre supérieure à 10 nm formées lors d'irradiations aux neutrons sont de nature interstitielle. Ces boucles se forment sur les plans {111} et leur vecteur de Burgers est  $a/3[111]$ ,  $a$  étant le paramètre de maille de la matrice. Ces boucles sont sessiles et donc ne se déplacent pas dans leur plan lors de la sollicitation mécanique du matériau, contrairement aux dislocations glissiles qui participent à la déformation. Ces défauts sont donc des obstacles au déplacement des dislocations glissiles. La présence de ces boucles dans le matériau provoque un durcissement dans les premiers stades de la plasticité. Pour des températures proches de 300°C, la densité de boucles de Frank sature à faible dose, entre 1 et 5 dpa (Was and Andresen 2012) et leur taille sature à plus forte dose, entre 5 et 10 dpa (Figure I-4). Leur population évolue significativement avec la température puisque leur taille augmente tandis que leur densité diminue.

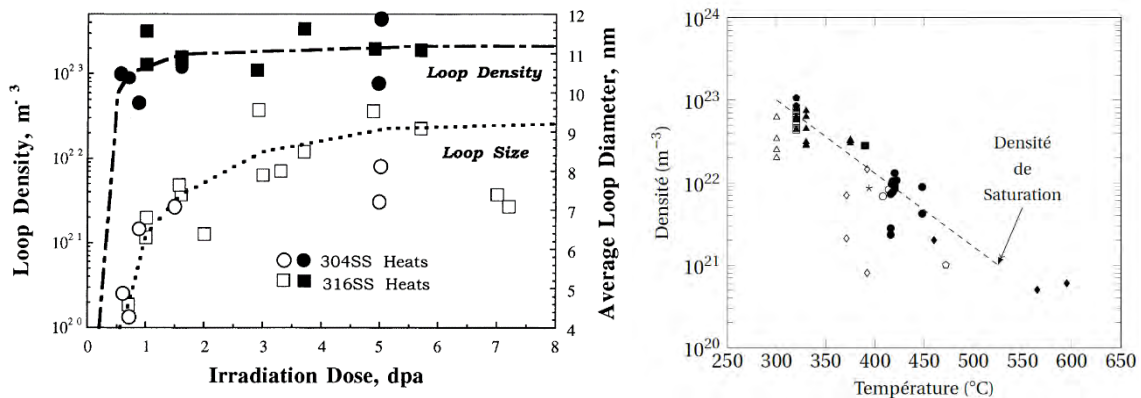


Figure I-4 : a) Evolution de la densité et la taille des boucles de Frank en fonction de la dose d'irradiation (Bruemmer et al. 1999). b) Evolution de la densité des boucles de Frank en fonction de la température d'irradiation pour des irradiations aux ions (Michaut 2017).

**I.B.1.d) Cavités et bulles**

Il a été montré il y a plus de 50 ans que des cavités d'irradiation pouvaient être formées par irradiation aux neutrons en réacteurs à neutrons rapides dans les aciers austénitiques inoxydables (Cawthorne and Fulton 1967), comme le montre la Figure I-5a. En présence d'hélium, il avait déjà été constaté quelques années auparavant que des bulles pouvaient se former dans du cuivre et

grossir après traitement thermique (Barnes et al. 1958). La Figure I-5b montre également des cavités qui peuvent se former après irradiation aux ions carbone de l'acier austénitique 316 (Nelson et al. 1970).

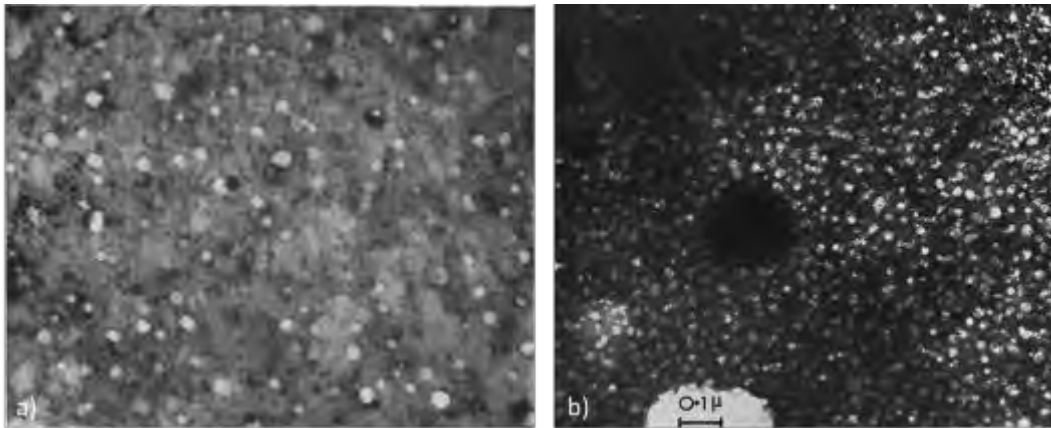
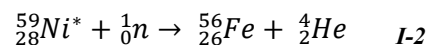
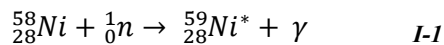


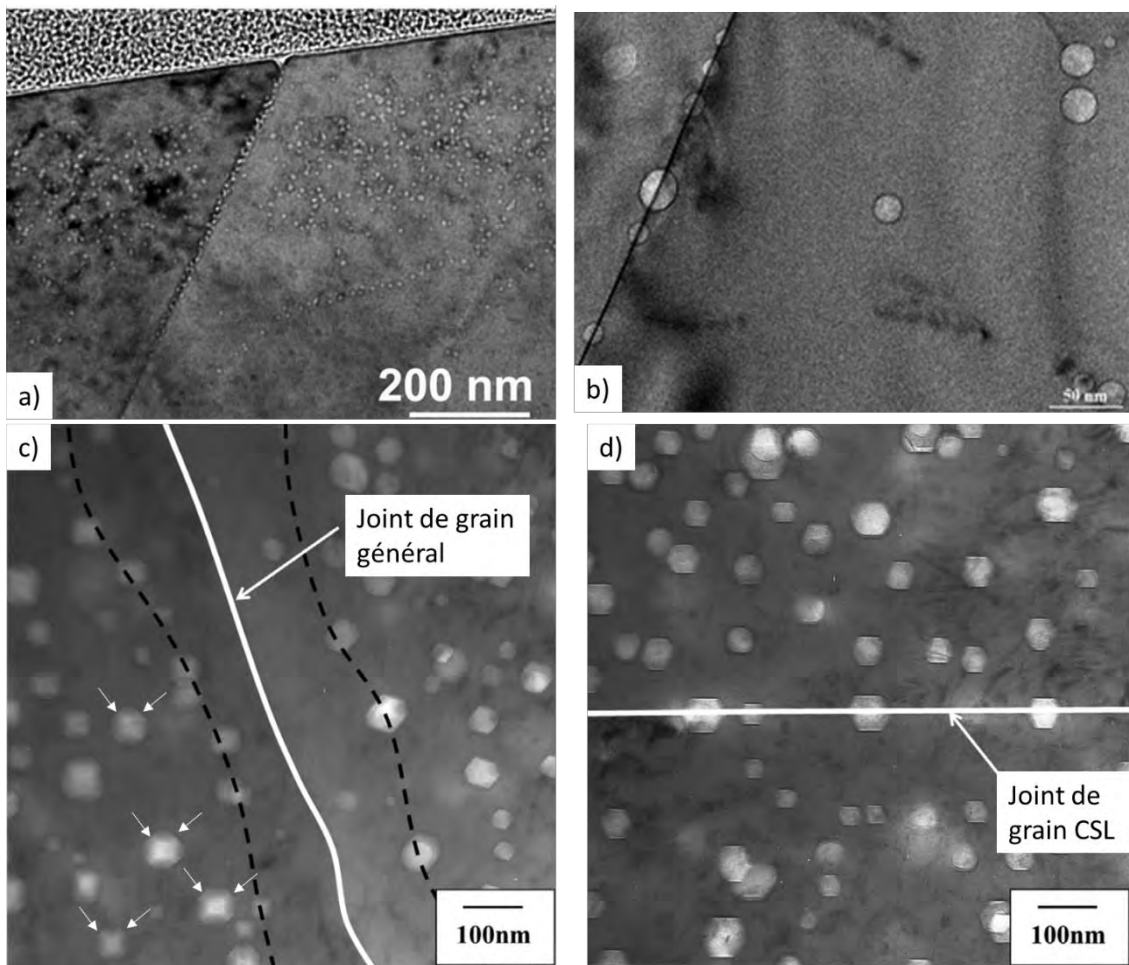
Figure I-5: a) Cavités dans l'acier 316 irradié aux neutrons rapides à  $4,5 \cdot 10^{22} \text{ n/cm}^2$  à  $510^\circ\text{C}$  (Cawthorne and Fulton 1967). b) Cavités dans l'acier 316 contenant de l'hélium et irradié aux ions carbone à  $500^\circ\text{C}$  (Nelson et al. 1970).

Les cavités sont des amas lacunaires qui grossissent par absorption de lacunes ou par coalescence entre elles et décroissent en absorbant des interstitiels ou en émettant des lacunes. On distingue les « cavités » des « bulles » du fait de la présence de gaz, généralement d'hélium, dans les bulles. La présence d'hélium dans les aciers est liée à l'énergie des neutrons irradiant l'acier. Les interactions des neutrons avec les noyaux des éléments bore et nickel engendrent la modification de leur structure nucléaire en faisant appel à l'éjection d'une particule  $\alpha$  (ion hélium) selon les réactions suivantes décrite par I-1 et I-2 dans le cas du nickel et I-3 dans le cas du bore.



La quantité moyenne d'hélium produite dans les aciers austénitiques inoxydables irradiés en REP est couramment évaluée à 10 à 20 appm/dpa. Récemment, Griffiths (Griffiths et al. 2017) a rapporté des quantités plus faibles (1 à 3 appm/dpa) pour les aciers inoxydables irradiés en REP. La concentration d'hélium évolue avec la dose d'irradiation, c'est pourquoi cette unité (appm/dpa) est utilisée. L'hélium est principalement issu de la transmutation du nickel, du fait de la faible quantité de bore dans les aciers austénitiques, qui disparaît rapidement par transmutation. L'hélium est insoluble dans les aciers austénitiques et ce gaz s'agglomère sous forme de bulles nanométriques pressurisées. La pression exercée par le gaz s'oppose à la tension de surface de l'amas, formant alors une sphère. Les cavités non pressurisées sont quant à elles facettées pour diminuer cette tension de surface (voir Figure I-6c). La pressurisation permet également aux bulles d'être plus stables que les cavités. La présence d'hélium sous forme de petites bulles favorise la germination des cavités par irradiation (Stoller 1990; Brimbal et al. 2016). Les cavités sont majoritairement présentes dans la matrice du matériau, mais peuvent également être trouvées au niveau des joints de grains. La

présence de cavités au niveau des joints de grains dépend généralement du type d'irradiation et de la nature du joint de grains. En présence d'hélium, tous les joints de grains peuvent être décorés de cavités comme le montre les Figure I-6a) et 4b), tandis que sans hélium seuls les joints de grains CSL (Coincident Site Lattice, voir I.C.2.a)) présentent des cavités, comme le montre les Figure I-6c et Figure I-6d (Sekio et al. 2015). Des zones dénudées de cavités peuvent également apparaître autour des joints de grains (Figure I-6c). En effet, les joints de grains agissent comme des puits de défauts, leur voisinage présente alors peu de défauts. Les environs des joints de grains peuvent également être exempts de boucles de dislocations, mais cette particularité semble disparaître au-delà d'une dose de quelques dpa pour ces défauts (Edwards et al. 2003; Fukuya et al. 2006). La présence de cette zone dénudée de cavités dans les travaux de Sekio (Sekio et al. 2015) sur un acier irradié à 18 dpa à 476°C est peut-être due à la plus haute température d'irradiation utilisée dans ces travaux et également à la composition de l'acier qui diffère des aciers commerciaux.



**Figure I-6 :** a) Cavités observées dans un acier 316L irradié aux ions hélium à 0,3 dpa à 550°C (Jublôt-Leclerc et al. 2015), b) bulles observées après implantation d'hélium dans un acier 316L suivie d'un recuit à haute température (Villacampa et al. 2018), c) et d) cavités observées autour d'un joint de grains général et d'un joint de grains CSL dans un acier Fe-15Cr-15Ni irradié aux neutrons jusque 18 dpa à 476°C : les cavités sont facettées et une zone dénudée de cavités est présente autour du joint de grains général (Sekio et al. 2015).

#### **I.B.1.e) Ségrégation élémentaire**

La diffusion de défauts ponctuels sous irradiation engendre également de la ségrégation élémentaire. La ségrégation se manifeste par l'augmentation de la composition en certains éléments

(réciproquement la diminution des autres) autour de puits de défauts ponctuels. Ces puits de défauts ponctuels sont généralement des défauts de microstructure (dislocations, joints de grains) desquels les défauts ponctuels ne peuvent pas s'échapper. Les cavités et les boucles de Frank créés par irradiation sont eux aussi des puits de défauts et peuvent manifester une ségrégation élémentaire autour d'eux (Chen et al. 2014; Michaut 2017; Boisson 2018). Dans les aciers austénitiques, la ségrégation se caractérise par une diminution de la composition en fer et en chrome et par l'augmentation de la composition en nickel et silicium autour de ces puits (Bruemmer et al. 1999; Marquis 2015) comme le montre la Figure I-7. Cette ségrégation est très locale car elle s'étend de 5 à 10 nm autour des défauts. Le chrome joue un rôle déterminant dans la protection des aciers contre la corrosion, c'est pourquoi le rôle de la ségrégation intergranulaire sur la sensibilisation des aciers inoxydables à la fissuration est étudié.

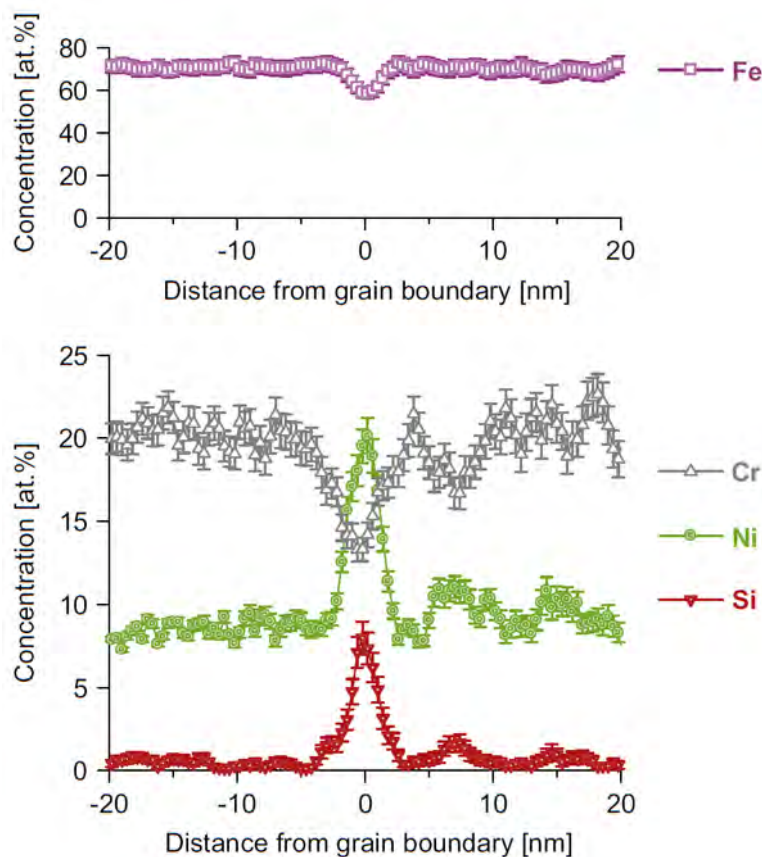


Figure I-7: Profil de concentration en chrome, nickel, silicium et phosphore autour d'un joint de grains d'un acier austénitique inoxydable irradié aux neutrons évalué par sonde atomique tomographique (Toyama et al. 2012).

La ségrégation est expliquée par deux phénomènes issus soit de la diffusion des interstitiels soit de la diffusion des lacunes. L'effet Kirkendall inverse est basé sur la diffusion de lacunes vers les puits de défauts. Cette diffusion lacunaire dépend de l'énergie nécessaire au déplacement d'un atome de son site cristallin initial vers un site lacunaire et cette énergie dépend de l'élément d'alliage considéré. Dans les aciers austénitiques, cette énergie est plus faible pour les atomes de chrome et de fer, ce qui implique une diffusion plus rapide de ces atomes par processus lacunaires que les atomes de nickel et de silicium. La diffusion plus rapide du fer et du chrome se traduit ensuite par une diminution de la composition de ces éléments autour des puits de défauts. Le phénomène issu de la diffusion des interstitiels se résume quant à lui à l'interaction qu'a un atome en position

interstitielle avec les éléments d'alliages positionnés sur les sites cristallins. Cette interaction est plus aisée avec les atomes de petites tailles. Lors du déplacement des interstitiels, les atomes de petites tailles se retrouvent alors entraînés par les interstitiels vers les puits de défauts. Ces deux phénomènes sont schématisés par la Figure I-8.

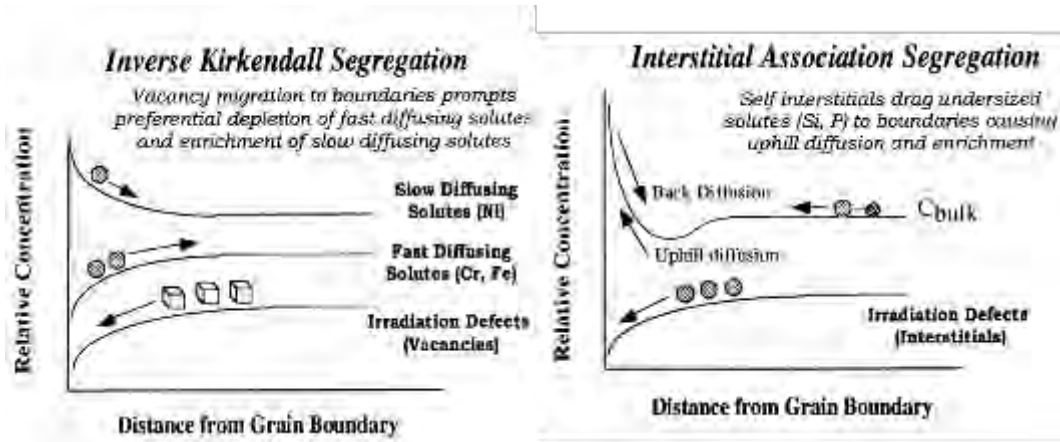
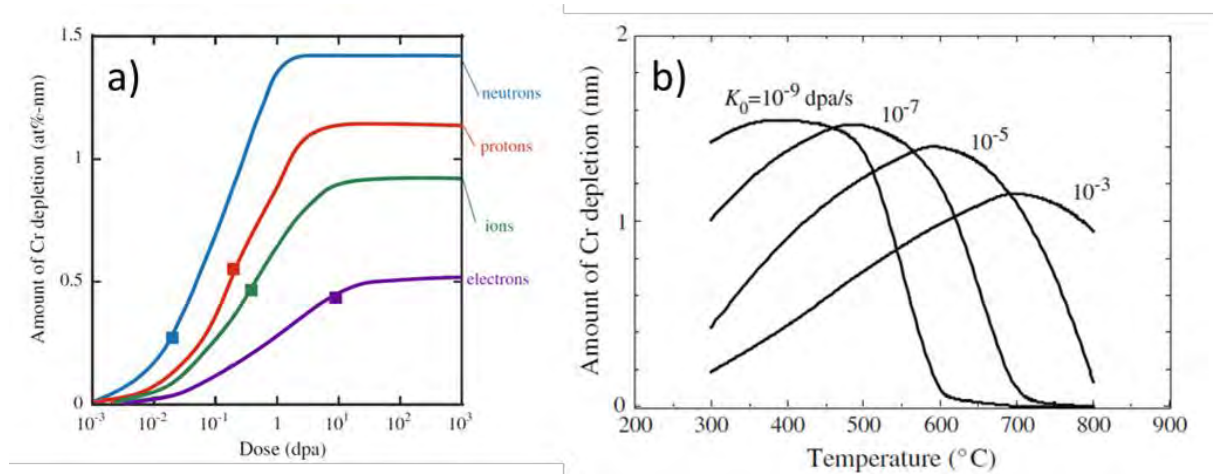


Figure I-8 : Schématisation des effets Kirkendall inverse (Bruemmer et al. 1999) et d'association d'interstitiels. La ségrégation élémentaire est induite par la diffusion préférentielle des éléments d'alliages vers ou en dehors des puits.

Le fait que la ségrégation élémentaire dépende de la diffusion des éléments dans le matériau implique une dépendance en température de ce phénomène. A basse température, ce phénomène est empêché par l'immobilité des lacunes. A très haute température, la diffusion est facilitée, et le taux de recombinaison des défauts ponctuels entre eux est plus important, d'où une diffusion vers les puits qui diminue en même temps que la ségrégation. La ségrégation est donc plus importante à des températures intermédiaires, bien qu'elle dépende d'autres facteurs tels que la dose d'irradiation ou le taux de dommage (Was 2017). La ségrégation élémentaire est un phénomène qui sature après quelques dpa pour les irradiations aux neutrons. L'augmentation du flux de dose provoque l'augmentation de cette dose à saturation (voir Figure I-9a). Le taux de dommage a aussi un impact sur le niveau de ségrégation atteint à une température donnée. En effet, les irradiations aux ions produisant un taux de l'ordre de  $10^{-4}$  dpa/s provoquent une ségrégation moindre que des irradiations aux neutrons dont le taux de dommage est 3 à 4 ordres de grandeur plus faible (voir Figure I-9b).



**Figure I-9 :** Modélisation a) des effets de la dose et b) de la température sur le niveau de ségrégation intergranulaire en prenant en compte différents flux de doses ( $K_0$ ) exprimés par rapport à l'évolution de la diminution du taux de chrome. Les irradiations aux ions lourds correspondent à des flux de dose compris entre  $10^{-5}$  dpa/s et  $10^{-3}$  dpa/s. Schémas tirés de (Was 2017).

### I.B.1.f) Précipitation

La diffusion des éléments au sein de la microstructure peut amener des compositions chimiques favorables à la précipitation de phases qui ne précipitent pas ordinairement, même lors de long traitements thermiques. On parle alors de précipitation induite par irradiation. Les phases en jeu sont les phases  $M_6Ni_{16}Si_7$  (G) et  $Ni_3Si$  ( $\gamma'$ ) principalement. La diffusion d'éléments peut également accélérer ou au contraire retarder la précipitation de certaines phases ( $M_{23}C_6$ ( $\tau$ ),  $M_6X$ ( $\eta$ ), MC, Laves,  $\sigma$ ,  $\chi$ ) ou encore modifier la composition d'autres phases qui gardent cependant leur structure cristallographique ( $M_6C$  ( $\eta$ ), laves,  $M_2P$ ).

### I.B.2 Comportement mécanique des aciers austénitiques inoxydables irradiés

A l'état non irradié, les aciers austénitiques inoxydables utilisés pour les composants internes des cuves possèdent une limite d'élasticité de l'ordre de 300 MPa à température ambiante. Ils se caractérisent par une bonne ductilité puisque leur allongement uniforme dépasse les 50% à cette température. L'irradiation neutronique induit la modification des propriétés mécaniques des aciers austénitiques inoxydables.

Les défauts microstructuraux induits par l'irradiation agissent comme des obstacles pour les dislocations lors de la sollicitation mécanique du matériau. La contrainte permettant aux dislocations de se déplacer est d'autant plus élevée que l'est l'énergie nécessaire pour se soustraire à ces défauts. Comme le montre une expérience de traction in-situ en MET (Tougou et al. 2015) sur du molybdène (maille cubique centrée) irradié aux ions hélium, les défauts tels que les cavités limitent le déplacement des dislocations. Afin de poursuivre son déplacement, le défaut doit être cisailé ou contourné. Pour cela, la contrainte appliquée doit être plus élevée.

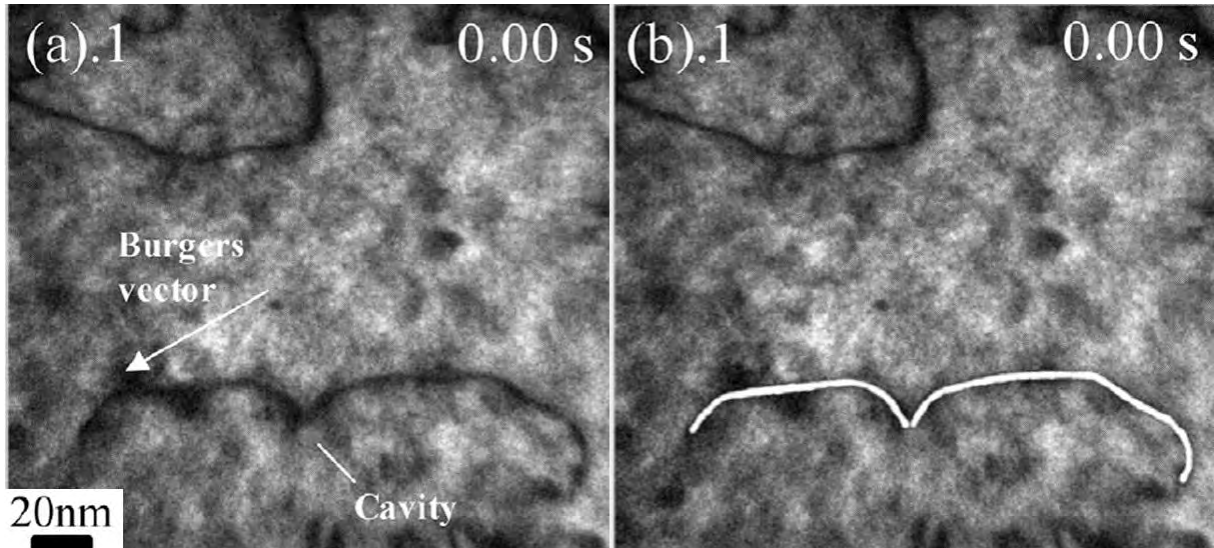


Figure I-10 : Essai de traction en MET in-situ. La dislocation est épinglée par une cavité. La cavité empêche le déplacement libre de la dislocation qui a besoin d'une contrainte plus importante pour s'en libérer.

La limite d'élasticité  $\sigma_{YS}$  augmente en présence de défauts d'irradiation comme le montre la Figure I-11, ce qui constitue un durcissement du matériau. Sous l'hypothèse d'un mécanisme de barrière dispersée, le durcissement élémentaire peut être calculé par l'équation I-4.

$$\Delta\sigma_k = \alpha_k M \mu b \sqrt{N_k d_k} \quad I-4$$

Le durcissement, noté  $\Delta\sigma_k$ , est l'augmentation liée à la présence d'un type de défauts  $k$  (en Pa). Le facteur durcissant  $\alpha$ , compris entre 0 et 1, représente la capacité d'un défaut à empêcher le déplacement d'une dislocation. Un défaut impénétrable a un facteur durcissant de 1, alors qu'un défaut peu durcissant a un facteur proche de 0.  $M$  est le facteur de Taylor (3,06 pour les aciers austénitiques inoxydables),  $\mu$  est le module de cisaillement du matériau étudié (en Pa, environ 72 GPa pour les aciers 304/316) et  $b$  le module du vecteur de Burgers des dislocations mobiles (en m,  $2,5 \cdot 10^{-10}$  m pour les aciers 304/316).  $N_k$  et  $d_k$  sont respectivement la densité (en  $m^{-3}$ ) et la taille moyenne (en m) du défaut considéré.

Moyennant le choix d'une loi de superposition de la contribution de chaque type de défauts, on peut calculer  $\Delta\sigma_{YS}$  qui représente l'augmentation de la valeur de la limite d'élasticité (en Pa). Dans le cas des aciers étudiés, on considère souvent une loi de superposition quadratique qui est utilisée pour des obstacles de résistances similaires (Equation I-5).

$$\Delta\sigma_{YS} = \sqrt{\sum (\Delta\sigma_k)^2} \quad I-5$$



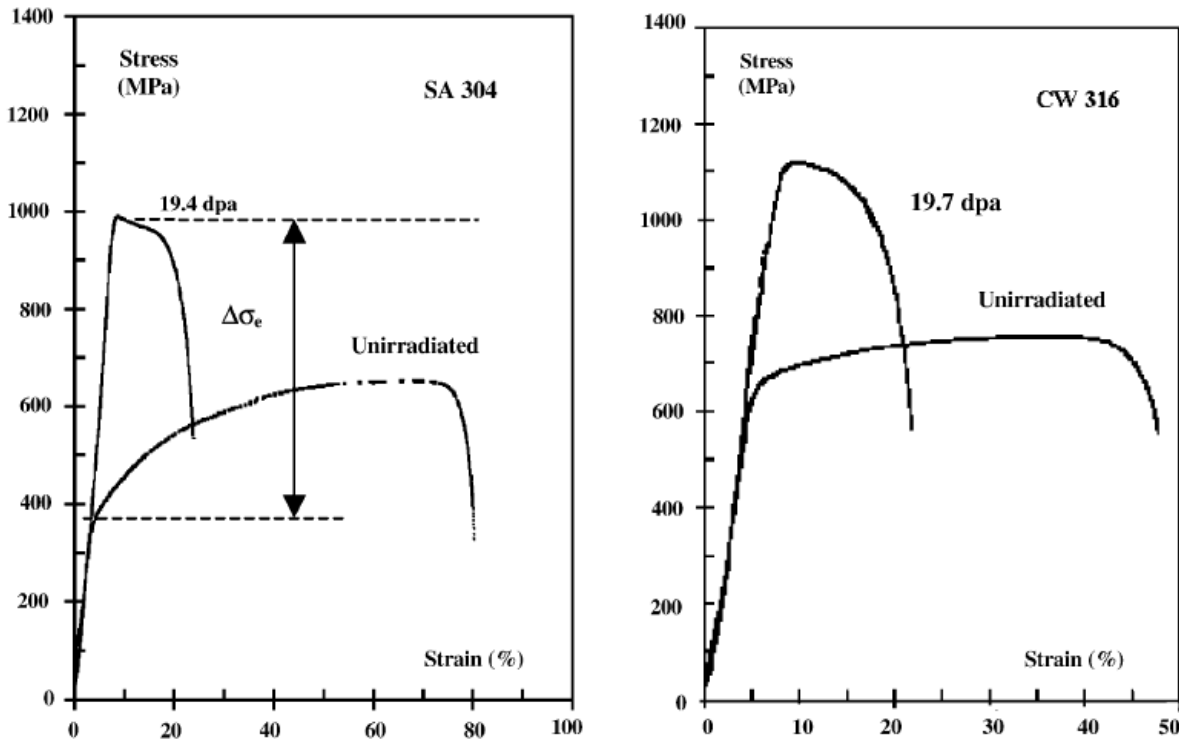


Figure I-11 : Evolution de la courbe contrainte-déformation pour des aciers austénitiques inoxydables irradiés (Pokor et al. 2004a). La limite d'élasticité augmente et la ductilité diminue après irradiation.

Ce durcissement évolue en fonction de la dose d'irradiation jusqu'à saturation (voir Figure I-12). Cette valeur seuil  $\sigma_{y,seuil}$  dépend de plusieurs paramètres matériau tels que la limite d'élasticité du matériau dans l'état non irradié et la température d'irradiation notamment. La température d'irradiation influence en effet sur la microstructure induite par l'irradiation, c'est-à-dire sur les types de défauts créés, leur quantité et leur taille. Ces multiples microstructures possibles induisent des interactions de différentes magnitudes avec les dislocations lors d'une sollicitation mécanique. Cependant, comme le montre la Figure I-13, la limite d'élasticité évolue peu dans la plage de températures correspondant aux températures de fonctionnement de REP. La dose permettant d'atteindre la saturation du durcissement dépend également de la température d'irradiation et est comprise entre 5 et 10 dpa dans la gamme de température de fonctionnement des REP. Cette augmentation de la limite d'élasticité s'accompagne d'une diminution de la capacité d'écroutissage. L'augmentation de la limite d'élasticité pourrait s'avérer bénéfique, cependant elle se fait aux dépens de la ductilité du matériau. La perte de ductilité est bien évidemment néfaste pour l'intégrité du matériau car l'allongement à rupture s'en trouve réduit et la résistance à la propagation des fissures (ténacité) également.

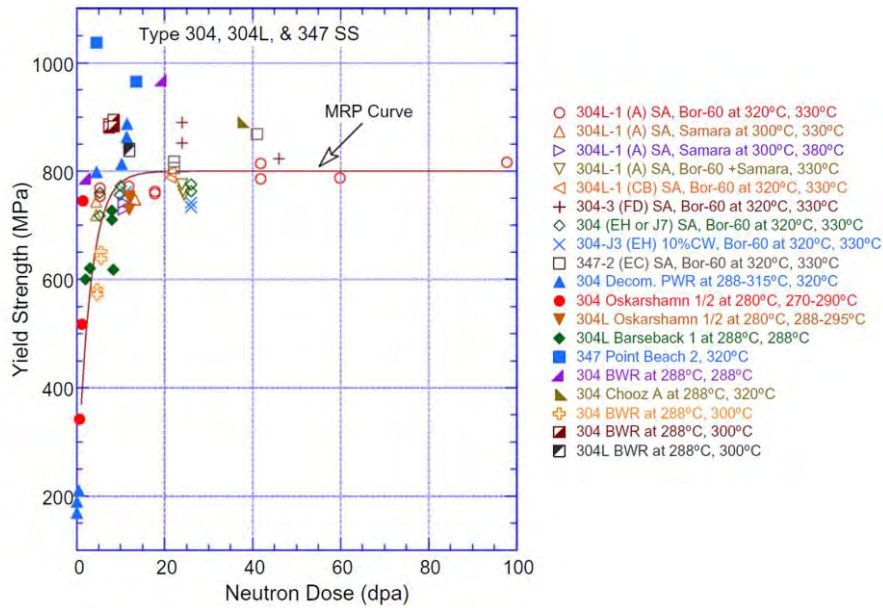


Figure I-12 : Evolution de la limite d'élasticité d'aciers austénitiques inoxydables en fonction de la dose pour des irradiations réalisées à des températures REL. Le durcissement sature avec la dose. La courbe « MRP Curve » (Material Reliability Program) estime la limite d'élasticité avec la dose. (Chopra and Rao 2011)

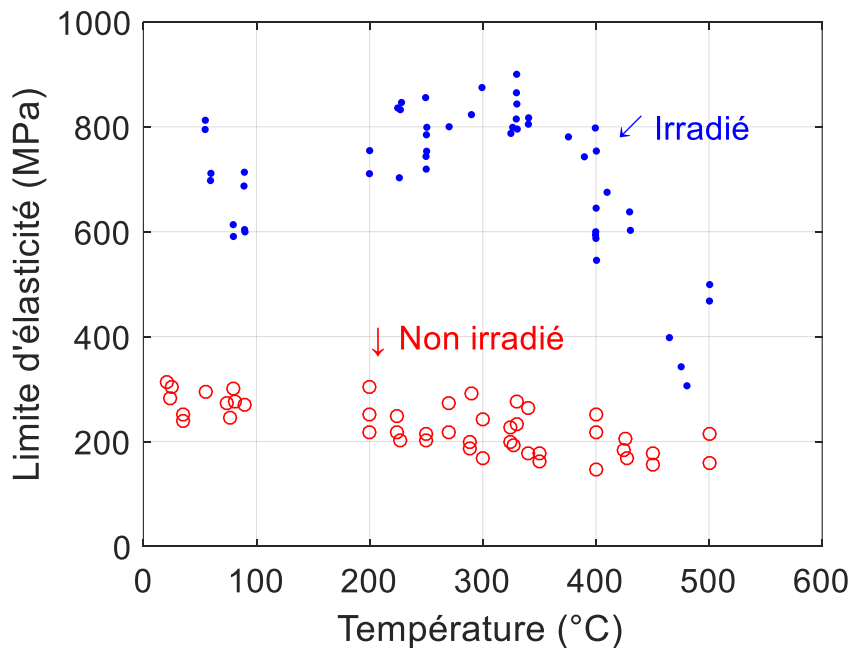


Figure I-13 : Limite d'élasticité en fonction de la température d'irradiation pour un acier 316 hypertempéré et PCA (« Prime Candidate Alloy ») dans différents réacteurs, d'après (Pawel et al. 1996). La limite d'élasticité évolue peu pour des températures rencontrées en REP.

### I.B.3 Résumé

Les aciers austénitiques voient leurs microstructures et leurs propriétés mécaniques modifiées lorsqu'ils sont soumis à un flux neutronique en conditions REP. Des populations de boucles de Frank et de cavités peuvent être induites par l'agglomération de défauts ponctuels. La diffusion de ces défauts ponctuels provoque également des phénomènes de ségrégation chimique pouvant

induire de la précipitation ou encore la diminution du taux de chrome autour des joints de grains. Les défauts d'irradiations sont des obstacles pour les dislocations lors de la déformation de l'acier sous sollicitation mécanique. La présence de ces obstacles est ainsi corrélée à un durcissement de l'acier après irradiation. Les populations de défauts sont dépendantes des conditions d'irradiations, notamment la température et la dose. Ces changements de microstructures induisent également des changements de propriétés mécaniques. Cependant, les boucles de Frank, principales responsables du durcissement par irradiation, saturent avec la dose, ce qui induit également une saturation du durcissement.

### *I.C. Fissuration intergranulaire par corrosion sous contrainte assistée par l'irradiation – Paramètres influençant la fissuration*

L'IASCC est un phénomène issu de la synergie du matériau, de l'irradiation, des sollicitations mécaniques et également de l'environnement. Ce phénomène se manifeste en milieu primaire des réacteurs à eaux légères par une fissuration de type intergranulaire (IGSCC). Les éléments concernés en REP sont les cloisons et les renforts en 304L hypereffort liés par des vis en 316 écroui, également concernés. La structure subit un endommagement neutronique pouvant atteindre 80 dpa après 40 ans de service, ce qui les expose aux modifications microstructurales décrites précédemment. L'IASCC regroupe les effets d'irradiation sur le milieu et sur le matériau considéré. Cependant, on parle également d'IASCC dans le cas d'une fragilisation d'un matériau faiblement irradié dans un milieu soumis à un flux d'irradiation ou dans le cas où le matériau est préalablement irradié (plus fortement) sans que le milieu ne subisse de modifications par irradiation. Les mécanismes liés à ce phénomène sont très complexes et de nombreuses études se sont attachées à déterminer les paramètres influençant la sensibilisation d'un matériau à l'IASCC. La suite de ce paragraphe décrit les différents contributeurs influant sur la fissuration intergranulaire, qu'ils soient issus du milieu primaire, du matériau ou de l'irradiation.

#### *I.C.1 Effet de l'environnement*

Le milieu corrosif a une grande importance dans la sensibilisation du matériau à ce phénomène. Gupta (Gupta 2016) et Jiao (Jiao and Was 2011a) ont en effet montré qu'un acier inoxydable austénitique testé à environ 300°C, jusque 3 à 4% de déformation plastique, fissure en milieu aqueux mais pas sous argon. La dégradation par corrosion est donc un aspect essentiel de la fissuration des aciers.

Pour un milieu aqueux, la composition est également importante. De l'hydrogène est dissous dans le circuit primaire des REP pour prévenir de la radiolyse de l'eau par irradiation. Le niveau d'oxygène en REP est ainsi nettement inférieur à celui en REB. Le potentiel de corrosion de l'acier est alors réduit (<500 mV<sub>ENH</sub>) ce qui a une conséquence directe sur la propagation des fissures comme le montre la Figure I-14 où la diminution du taux d'O<sub>2</sub> dissous induit une forte diminution de la vitesse

de propagation. Bien que l'effet du potentiel de corrosion soit avéré, l'IASCC apparaît sur des éléments irradiés et testés en milieu REP.

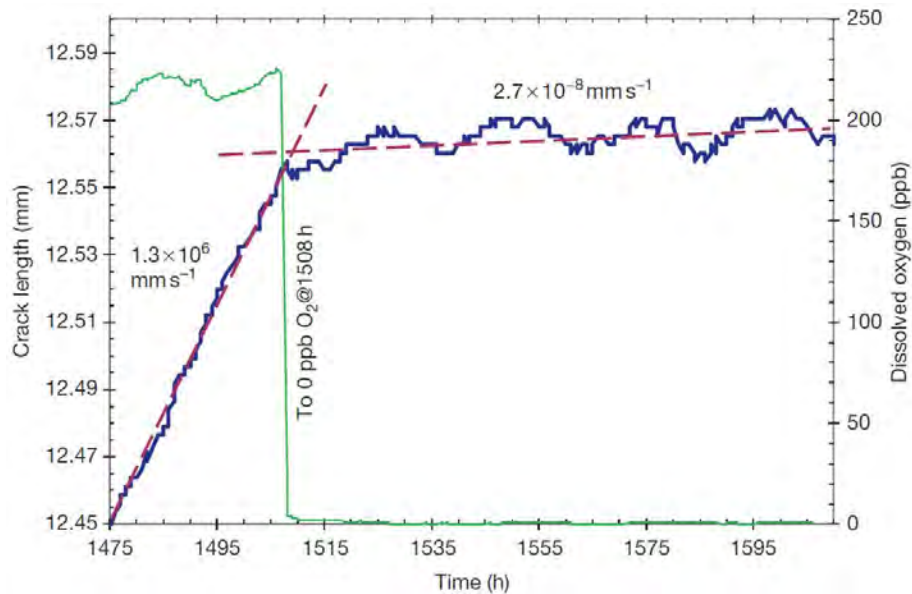


Figure I-14. Evolution de la vitesse de propagation d'une fissure sur un acier 304 en fonction de la teneur du milieu en oxygène. Lorsque la quantité d'oxygène devient nulle ( $t=1508\text{h}$ ), la fissure se propage encore mais sa vitesse de propagation diminue considérablement (Andresen and Was 2012).

## I.C.2 Effet du matériau

### I.C.2.a) Influence du type de joints de grains sur la fissuration

Plusieurs études ont montré que la nature d'un joint de grains avait une influence sur la propagation d'une fissure. Un joint de grains est un défaut planaire. Il est défini en fonction de l'orientation des deux grains qu'il sépare et de l'orientation de son plan vis-à-vis de ces deux grains. Cependant, les joints de grains sont généralement décrits uniquement par la désorientation des grains qu'ils séparent, c'est-à-dire la rotation la plus directe qu'il est possible de réaliser pour que les sites cristallins d'un grain coïncident avec le grain voisin. On reporte que les joints de macles  $\Sigma 3$ , sont plus résistants à la fissuration (Gertsman and Bruemmer 2001; Rahimi et al. 2009; Liu et al. 2018). Ces joints constituent une grande proportion (plusieurs dizaines de pourcents) des joints de grains dans les aciers austénitiques. Les joints  $\Sigma 3$  séparent deux réseaux d'atomes dont chacun possède une coïncidence d'un tiers avec l'autre (voir Figure I-15a). Ils font partie de la catégorie des joints CSL (Coincident Site Lattice). Parmi les joints  $\Sigma 3$ , deux catégories existent : les joints cohérents et les joints incohérents. Les joints cohérents sont beaucoup moins sensibles à la ségrégation intergranulaire contrairement aux joints  $\Sigma 3$  incohérents (Sakaguchi et al. 2013). La sensibilité des  $\Sigma 3$  cohérents à la corrosion intergranulaire est moindre du fait de la faible énergie de ces joints de grains. Les joints de grains de faible énergie, par exemple les joints de macle et les joints de faibles désorientations ( $<10^\circ$ ) sont plus résistants que les joints de fortes énergies, appelés joints de grains généraux (Priester 1980). Le type de joints de grains a également une influence sur le comportement mécanique du matériau. Ainsi, on observe un effet bénéfique de l'augmentation des joints de grains de faible énergie sur la ductilité et la résistance des alliages métalliques à base nickel (Randle and

Ralph 1988). L'ingénierie des joints de grains tend à augmenter la proportion de ces joints de grains de faible énergie afin d'améliorer la tenue des matériaux (Watanabe and Tsurekawa 1999).

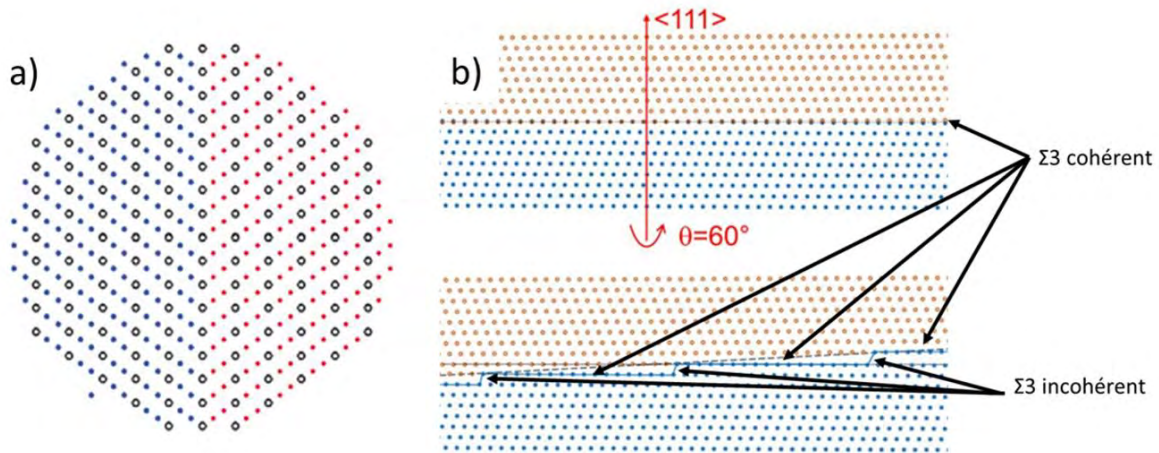


Figure I-15: Schémas explicatifs des joints de grains CSL. Les cercles représentent les sites en commun. a) le joint  $\Sigma 3$  sépare deux grains ayant 1/3 de leurs sites en commun. b) la différence entre un joint  $\Sigma 3$  cohérent et un joint  $\Sigma 3$  incohérent consiste en l'orientation du plan du joint (Bettayeb et al. 2018).

### I.C.2.b) Influence de l'état métallurgique et du niveau d'érouissage

Les travaux de Raquet et al (Raquet et al. 2004) ont montré l'influence de l'état d'érouissage d'un acier 304L non irradié sur la corrosion sous contrainte (CSC) en milieu REP. La nature de cet érouissage est essentielle sur l'impact sur la sensibilité de l'acier éroui à la CSC. En effet, différents états d'érouissage ont été testés, notamment ceux provoqués par le fraisage de surface, le grenailage ou le pressage à froid. Ces travaux indiquent que la présence de contraintes en compression après érouissage (grenailage par exemple) est importante dans l'apparition de la sensibilité à la CSC. Aussi, le durcissement amené par le grenailage influe beaucoup sur la CSC. En effet, en retirant progressivement la couche impactée par le grenailage, le durcissement à la surface du matériau diminue fortement, ainsi que la vitesse de propagation des fissures.

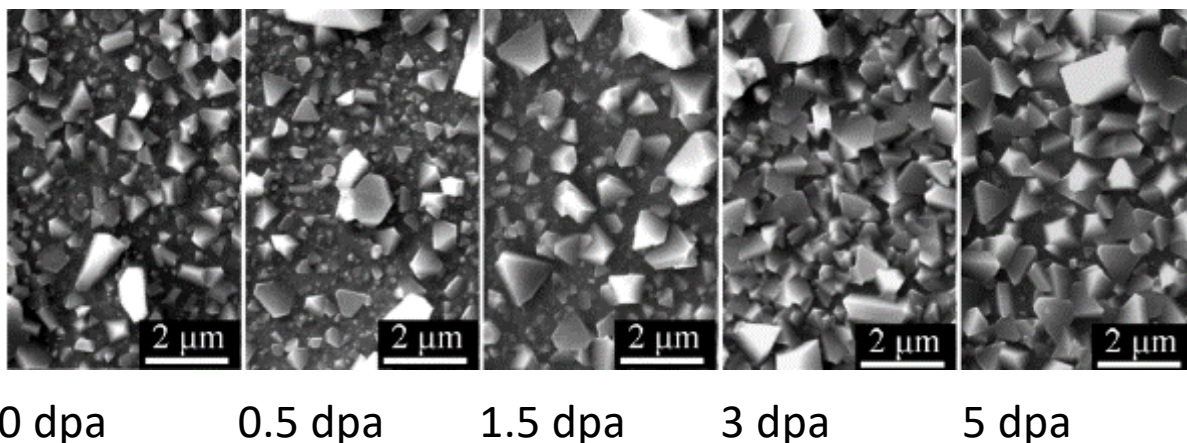
Gupta (Gupta 2016) a montré dans ses travaux de thèse l'effet de l'érouissage de surface sur la sensibilité à la CSC de l'acier 304L irradié aux ions fer 10 MeV. Cet érouissage de surface peut être induit comme dans ses travaux par un polissage mécanique lorsqu'il n'est pas suivi par un polissage OPS (Oxide Polishing Solutions, pour solution d'oxydes pour le polissage), ou par un polissage électrochimique. Cet érouissage induit la présence de grains de taille nanométrique sur une couche de faible épaisseur au niveau de la surface. Bien que l'effet de l'irradiation après essai de corrosion sous contraintes soit présent en présence d'érouissage de surface, la sensibilité à la fissuration est réduite lorsque la surface est érouie. La raison à cela est que la surface érouie a induit une diminution de la quantité de défauts d'irradiation, réduisant alors la sensibilité à la fissuration.

### I.C.3 Influence de l'irradiation sur l'oxydation des aciers austénitiques inoxydables

L'environnement agressif est un aspect essentiel de la CSC. Une corrosion accentuée va avoir un effet néfaste sur la tenue du matériau en accélérant sa fragilisation. Les effets de l'irradiation sur

l'oxydation en surface des aciers austénitiques inoxydables sont assez contradictoires en fonction des études (voir thèse de Bach (Bach 2018)). En effet, Jiao et Was (Jiao and Was 2016) ont comparé l'épaisseur des couches d'oxydes formées sur un échantillon en acier 316 partiellement irradié aux protons (2 MeV, 300°C 5 dpa). Après essai CERT (Constant Extension Rate Test pour essai à vitesse d'élongation constante) en milieu REB d'une durée de 70h, les analyses n'ont montré aucune différence significative d'épaisseur ni de composition des oxydes entre la partie irradiée et la partie non irradiée de l'échantillon. Deng et al (Deng et al. 2017) quant à eux ont travaillé sur un acier 304 irradié aux protons (2 MeV, 360°C) jusqu'à différentes doses allant de 0,5 à 5 dpa. Après irradiations, les échantillons ont été polis afin de retirer 1 à 2 µm de la surface à l'aide d'un polissage à l'OPS, puis placés dans un autoclave pendant 500h pour subir une exposition sans contrainte mécanique dans un milieu REP circulant dans une boucle. Les analyses après oxydation ont montré une augmentation de la couche d'oxyde interne avec la dose d'irradiation. L'augmentation de l'épaisseur de la couche d'oxyde interne a également été constatée par Gupta (Gupta 2016) sur un acier 304L irradié aux ions fer (10 MeV, 450°C, 3 dpa). Perrin et al (Perrin et al. 2013) en travaillant sur un acier 316L irradié aux protons (3 MeV, température inconnue <0,1 dpa) a quant à lui montré une diminution de l'épaisseur de la couche d'oxyde interne après irradiation. Dans sa thèse, Bach (Bach 2018) montre cependant une forte influence du temps d'oxydation sur l'épaisseur de la couche d'oxyde, montrant ainsi que ces contradictions peuvent être liées aux temps d'oxydation utilisés.

Comme le montre la Figure I-16, la couche externe est modifiée également, puisque la taille des cristallites formées est plus importante.



*Figure I-16. Images MEB montrant l'effet de la dose d'irradiation sur la couche d'oxyde formée en surface d'un acier 304 irradié (protons 2 MeV, à 360°C de 0,5 à 5 dpa) et oxydé en milieu REP pendant 500h (Deng et al. 2017).*

D'autres études ont porté sur des aciers 304 de pureté commerciale (CP304). Des échantillons ont été irradiés aux neutrons à 50°C (Kodama et al. 1994) et 300°C (Fukuya et al. 1992) puis ont été plongés durant plusieurs heures dans une solution  $\text{HNO}_3 + \text{Cr}^{6+}$ . Bien que ce milieu soit très différent des milieux aqueux rencontrés dans les REL, les pertes de matière sur les échantillons en CP304 irradiés étaient plus importantes que celles constatées sur les échantillons CP304 non irradiés, montrant une oxydation plus importante.

L'irradiation accentue également l'oxydation intergranulaire en milieu REP. Cette conclusion est appuyée par Deng (Deng et al. 2017) sur l'acier 304 irradié aux protons et Boisson (Boisson 2018) qui a également étudié la corrosion intergranulaire d'aciers austénitiques inoxydables. Lors d'un

essai de corrosion sur un acier 316L en l'absence de sollicitation mécanique, il est montré que la pénétration de l'oxyde au niveau du joint de grains est plus importante après irradiation aux protons (2 à 3 fois supérieure). Aussi, lorsque le matériau est irradié, l'oxyde intergranulaire est plus pauvre en chrome et contient de nombreuses porosités. La présence de ces porosités affecte la tenue du joint de grain, et pourrait jouer un rôle important lors de la sollicitation mécanique du joint de grains.

#### I.C.4 Effet de l'irradiation sur la sensibilité à la fissuration

Le phénomène d'IASCC dépend de la dose d'irradiation appliquée au matériau comme le montre la Figure I-17 (Andresen and Was 2012). Cette dépendance diffère entre les différents milieux primaires, puisque la dose seuil à atteindre pour l'amorçage de l'IASCC est plus élevée en milieu REP (>3 dpa) qu'en milieu REB (0,3-0,7 dpa) (Andresen and Was 2012). Cependant, cette dose-seuil d'apparition du phénomène d'IASCC n'est pas à prendre au pied de la lettre, puisque cette dose dépend d'autres paramètres, tels que les contraintes appliquées et le potentiel de corrosion. Bien que cette notion de seuil soit pratique, il est important de rester critique sur cette notion. La fissuration d'un matériau est issue de deux phénomènes : l'initiation de la fissure et sa propagation. Le mécanisme de propagation admis est celui induit par la rupture progressive de la couche d'oxyde (Thomas and Bruemmer 2002). Sous l'effet de la contrainte, la couche d'oxyde intergranulaire peut se rompre et permettre le contact direct entre le métal et le milieu. En s'oxydant de nouveau et sous l'effet de la contrainte toujours, ce processus peut se répéter et faire se propager une fissure.

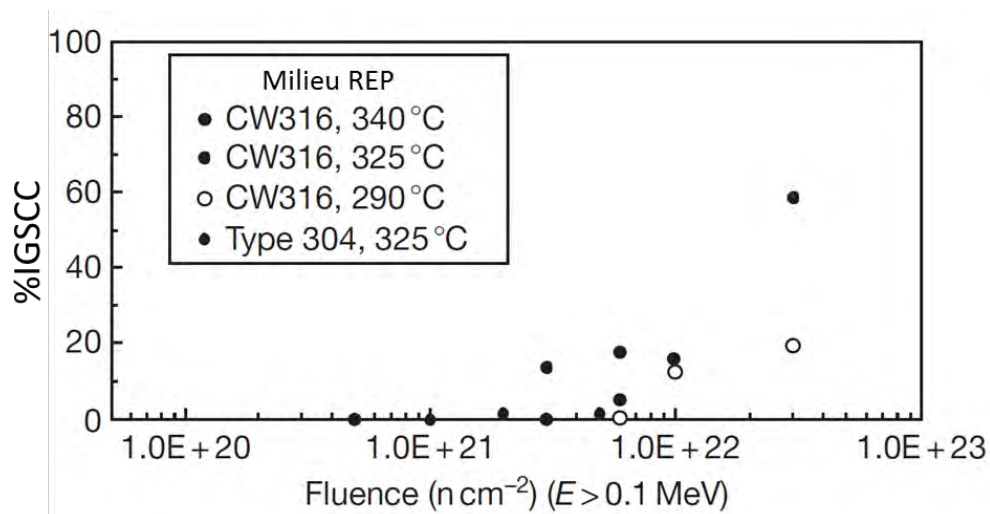


Figure I-17. Influence de la fluence d'irradiation sur le pourcentage de fissuration intergranulaire sur des aciers austénitiques en milieu REP. D'après (Andresen and Was 2012).

Plusieurs contributeurs liés à l'irradiation interviennent dans le processus de fissuration intergranulaire. La Figure I-18 résume l'impact de l'irradiation sur la microstructure, la microchimie du matériau et sur l'avancée d'une fissure. Les principaux contributeurs évoqués dans ce paragraphe sont la ségrégation élémentaire, le durcissement induit par irradiation et la localisation de la déformation. La suite de ce paragraphe décrit le rôle établi de plusieurs contributeurs induits par l'irradiation sur la fissuration intergranulaire.

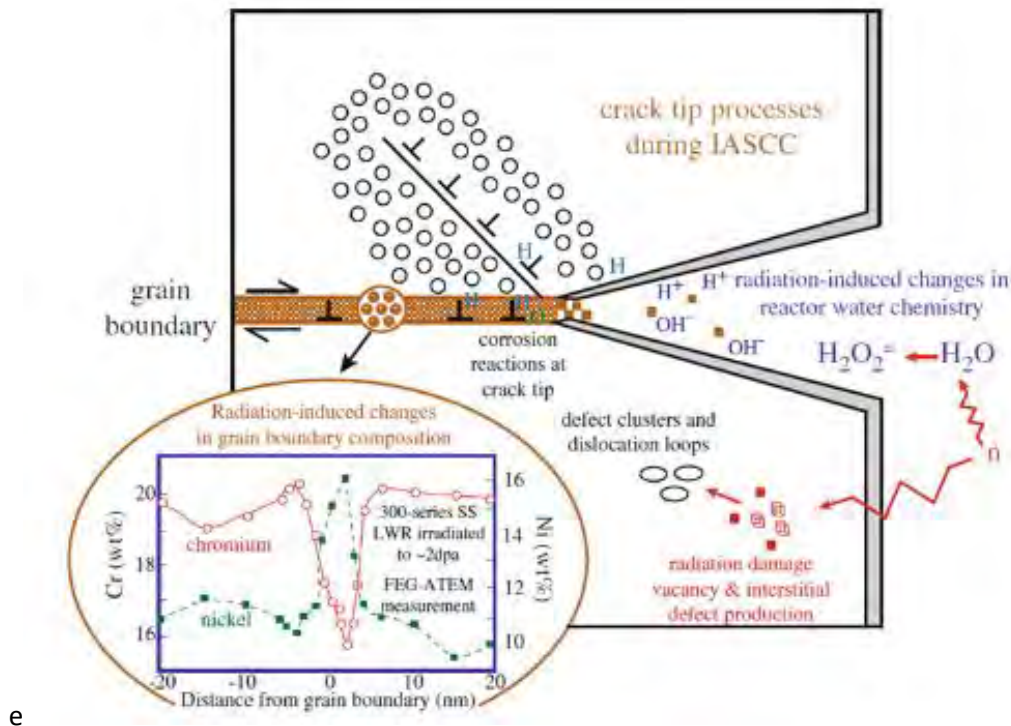


Figure I-18: Schéma des différentes contributions microstructurales et mécaniques à la fissuration intergranulaire. D'après (Bruemmer et al. 1999).

#### I.C.4.a) Ségrégation

Comme évoqué dans le paragraphe I.B.1.e), l'irradiation peut amener à la ségrégation des éléments d'alliage au niveau des puits de défauts, notamment à la diminution du taux de chrome au niveau des joints de grains. Le chrome participe à la composition de la couche d'oxyde interne de l'acier lorsqu'il est exposé à un milieu aqueux et permet alors de le protéger par le film passif qu'il constitue. La diminution du taux de chrome de manière locale comme au niveau des joints de grains affecte alors la qualité inoxydable des aciers. La ségrégation a longtemps été considérée comme le facteur contrôlant la sensibilité des aciers irradiés à l'IASCC (Was and Bruemmer 1994)

Le rôle déterminant de la ségrégation intergranulaire a été réexaminé à partir d'essais de recuits appliqués sur des microstructures irradiées aux neutrons et aux protons (Was 2017). Les résultats de cette étude (Figure I-19) montrent que la diminution du taux de chrome, n'est pas un contributeur essentiel à la sensibilisation des aciers inoxydables à l'IASCC puisque la sensibilité à l'IASCC diminue fortement alors que la ségrégation n'est pas modifiée. Sur cette figure, la distance de diffusion du fer est représentative du niveau de recuit de l'acier (dont le fer est le principal constituant) et est fonction notamment de la température et de la durée du recuit appliqué à l'acier.



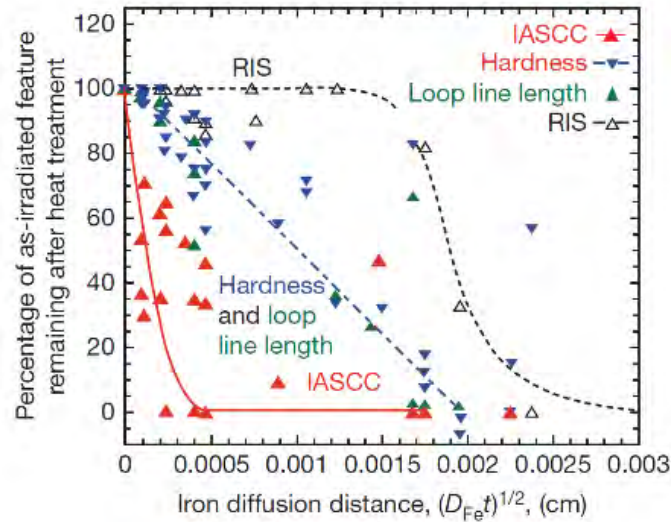


Figure I-19: Influence de la distance de diffusion de fer, représentative du niveau de recuit, sur la réduction des effets d'irradiation dont la ségrégation, le durcissement et l'IASCC (Was 2017).

**I.C.4.b) Durcissement**

L'augmentation du durcissement induit par irradiation augmente la proportion de fissuration intergranulaire comme le montre la Figure I-20a) (Andresen and Was 2012). La Figure I-19 montre qu'il existerait une valeur de durcissement seuil induisant une sensibilité à la fissuration intergranulaire. Cependant, des essais ont été réalisés en comparant des aciers irradiés aux protons, pour lesquels aucune ségrégation significative n'a été constaté, et des aciers non irradiés, avec un écrouissage plus ou moins important mais une limite d'élasticité des matériaux similaires (Hash et al. 2004). Les résultats de ces essais montrent que pour des niveaux de dureté équivalents, la sensibilité des aciers à la fissuration est plus importante lorsque le matériau est irradié (voir Figure I-20b)). Cela montre que la dureté seule n'explique pas la sensibilité de l'acier à la fissuration, mais que des effets propres à une microstructure irradiée, autre que la ségrégation élémentaire également, sont responsables de la sensibilisation à la fissuration.

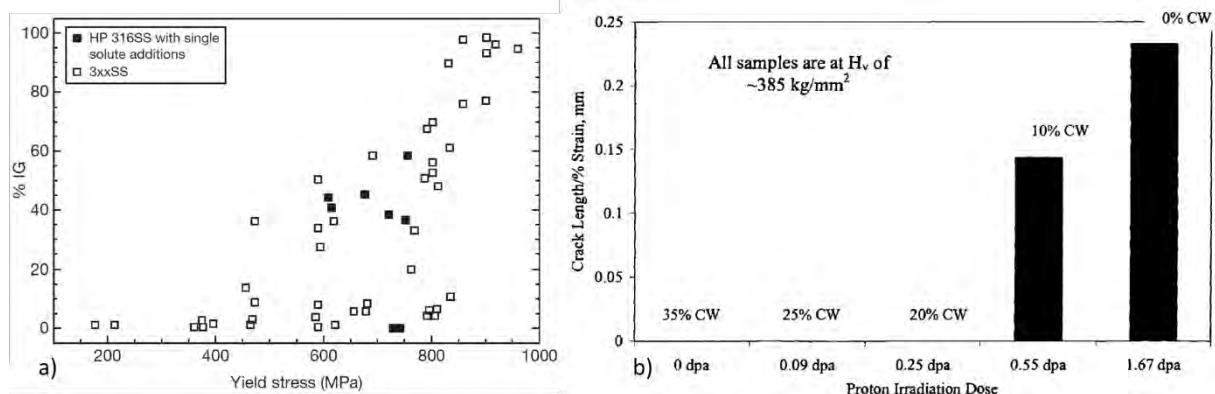


Figure I-20 : Evolution de la sensibilité à la fissuration intergranulaire en fonction a) de la limite d'élasticité de différents aciers irradiés (Andresen and Was 2012) et b) de la dose d'irradiation pour un même niveau de dureté (Hash et al. 2004).

**I.C.4.c) Mode de déformation**

L'irradiation d'un acier peut induire un changement de mode de déformation. Lors d'une sollicitation mécanique, les défauts d'irradiation peuvent être en interactions avec les dislocations jusqu'à ce qu'elles franchissent ces défauts. Au passage de plusieurs dislocations, ces défauts sont annihilés (Gelles 1993), laissant alors un plan de glissement dépourvu de défauts d'irradiation, appelé bande claire. Ce plan de glissement sera alors propice à la propagation des dislocations, qui dépenseront moins d'énergie qu'en interagissant avec des défauts ailleurs dans le matériau irradié. Dans un matériau non irradié, les dislocations se propagent également dans des plans de glissement spécifiques, mais en l'absence de défauts fortement durcissant, le nombre de ces plans est plus important (Was et al. 2004)

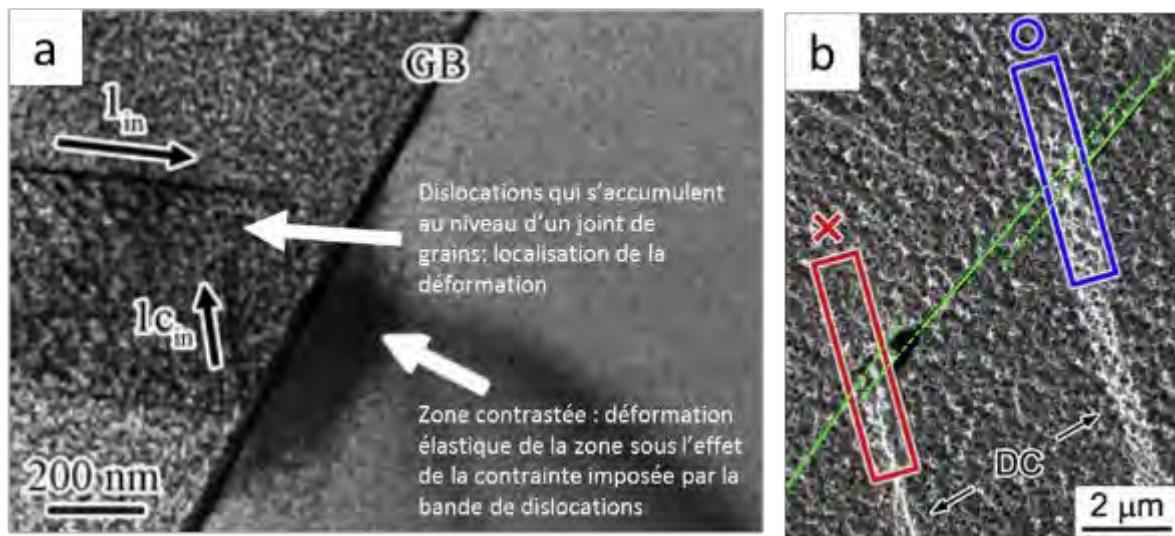
Dans les métaux de maille cubique à faces centrées (CFC), les dislocations parfaites  $a/2 \langle 110 \rangle$  se dissocient en deux partielles de Shockley de type  $a/6 \langle 112 \rangle$  séparées par une faute d'empilement. Comme les deux partielles se repoussent par interaction élastique, la largeur de ce ruban de faute dépend de l'énergie de faute d'empilement (EFE). Plus l'EFE est faible, plus la largeur du ruban est grande, et plus la distance entre ces deux partielles est importante. Cette séparation rend difficile le glissement dévié des dislocations car ce processus nécessite la constriction des partielles. Elles sont donc contraintes à se déplacer par glissement planaire et cette limitation participe au durcissement de l'acier. Une faible énergie d'empilement rend propice la localisation de la déformation dans des bandes de glissement. L'énergie de faute d'empilement augmente avec la température. Les valeurs d'EFE mesurées à température ambiante pour les aciers 304 sont comprises entre 8 et 40  $\text{mJ/m}^2$  (Meric de Bellefon and van Duysen 2016).

Dans un matériau irradié, les dislocations se déplaçant dans les bandes claires, dépourvues de défauts, peuvent se concentrer au niveau de joints de grains comme le montre le cliché MET sur la Figure I-21a). L'agglomération de dislocations à ce niveau engendre de fortes contraintes. Lorsque le joint de grains ne peut pas accommoder ces contraintes, comme le montre la Figure I-21a) avec une forte zone contrainte élastiquement dans le grain adjacent, une décohésion peut apparaître à ce niveau. La contrainte peut être relaxée par glissement dévié dans le même grain comme le montre la Figure I-21. La contrainte peut également être relaxée dans le grain adjacent par un transfert du glissement au niveau du joint de grain, qui se traduit par une émission de dislocations. Une autre manière d'accorder la contrainte au niveau du joint de grains est le glissement de joints de grains (Jiao and Was 2008). Ces fortes contraintes peuvent alors amener une sensibilisation à la fissuration, d'où l'importance de la localisation de la déformation dans les aciers irradiés.

La localisation de la déformation peut notamment se manifester par un écartement des émergences de bandes de glissement entre elles. Les plans de glissement dans lesquels se déplacent les dislocations se raréfient et deviennent de plus en plus espacés avec la présence de défauts. Aussi, la localisation peut se manifester par une plus forte déformation entre certains grains, en comparaison au matériau non irradié. En effet, Le Millier (Le Millier 2014) a montré que les hétérogénéités de déformation étaient plus forte après irradiation, à savoir qu'il existe plus de zones faiblement déformées et plus de zones fortement déformées que dans le cas de l'acier non irradié. Malgré ces deux aspects que peuvent avoir la localisation de la déformation, on la décrit souvent par l'espacement entre les émergences des bandes de glissement en surface.

Les émergences de plans de glissement, en plus de leur écartement qui montre l'amplitude de la localisation, permettent de rendre compte des transferts de contraintes effectives ou non au niveau des joints de grains. En effet, lorsque la contrainte est transmise d'un grain à l'autre, les bandes de

glissement émergeant de part et d'autre du joint de grains sont liées. On parle alors de glissement continu. Dans le cas inverse, on parle de glissement discontinu, et les émergences ne sont pas liées, voire il n'existe d'émergences que d'un côté du joint de grains. Ce glissement discontinu peut amener à la décohésion des joints de grains par la formation de microcavités au niveau de l'intersection joint de grain/émergence de glissement comme le montre la Figure I-21b). Ces interfaces de glissements discontinus constituent des sites préférentiels d'amorçages de fissures.



*Figure I-21 : a) Cliché par MET d'un joint de grains (noté GB) avec un glissement discontinu des dislocations qui provoquent la déformation élastique, et donc un contraste au MET, de l'autre côté du joint de grains. b) Image MEB à la surface d'un échantillon au niveau d'un joint de grains où le glissement est discontinu. Ce glissement discontinu peut mener à la fissuration (en rouge) ou non (en bleu). Les lignes vertes permettent de se rendre compte que les segments du joint de grain ne sont pas alignés entre eux (He et al. 2017).*

Plusieurs aciers austénitiques, de compositions différentes, notamment en chrome et en nickel ont été irradiés aux protons puis testés par CERT en milieu REB (Jiao and Was 2011a). Les facteurs de corrélation entre IASCC et les facteurs tels que la localisation de la déformation ont été calculés à la suite de ces essais. La localisation de la déformation s'est alors montrée être le contributeur le plus important parmi ceux étudiés, avec un facteur de 0,88, alors que la ségrégation, le durcissement et la EFE ne sont corrélés qu'avec un facteur de 0 (pas de corrélation), 0,54 et 0,5 respectivement. La discontinuité d'un canaux de dislocation de part et d'autre d'un joint de grains semble promouvoir la rupture du joint de grains d'après West et Was (West and Was 2013). L'incapacité de ces canaux à accommoder les contraintes dans le joint adjacent ou dans le joint de grains induit de fortes contraintes locales et pourrait être responsable d'une hausse de la sensibilité à la fissuration intergranulaire (McMurtrey et al. 2015). La localisation de la déformation est un phénomène qui s'atténue lors d'un recuit du matériau (Hesterberg et al. 2017). Cette atténuation lors du recuit est accompagnée par la perte de durcissement et de la diminution de la fissuration intergranulaire, indiquant que ces trois phénomènes sont corrélés. Bien que la localisation de la déformation ait une certaine importance dans la fissuration intergranulaire, l'étude de Gupta sur un acier 304L irradié a montré une sensibilité à la fissuration intergranulaire similaire entre l'acier irradié aux ions lourds et celui irradié aux protons, montrant pourtant une faible et une forte localisation de la déformation

respectivement. Ces travaux indiquent alors que la localisation de la déformation n'est pas le seul paramètre conduisant à la sensibilisation.

**I.C.4.d) Hélium, cavités et fissuration**

En 2003, des travaux de caractérisations sur une vis issue du réacteur Tihange (Edwards et al. 2003) ont permis d'identifier les différentes populations de défauts pouvant exister au sein d'un même élément de structure de REP (voir Figure I-22). Ainsi, des cavités ont été observées sur cette vis, dont les tailles et les densités dépendent de la zone analysée. En effet, la vis n'est pas irradiée de manière homogène et ne subit pas la même température d'irradiation non plus. Les cavités sont alors de petites tailles (autour de 8 nm) mais relativement denses (jusqu'à  $1.10^{22}$  cavités. $m^{-3}$ ) dans le cas de la vis présentée sur la Figure I-22. Dans des études portant sur la caractérisation d'un échantillon issu d'un doigt de gant en acier 316 irradié aux neutrons en REP, Edwards (Edwards et al. 2009) et Fujimoto (Fujimoto et al. 2005) ont mis en évidence la présence de nanocavités dans la matrice de l'échantillon mais également au niveau des joints de grains.



*Figure I-22 : Caractérisation par microscopie électronique en transmission de plusieurs zones d'une vis irradiée en REP. Différentes populations de cavités sont présentes en fonction de la dose et de la température d'irradiation (Edwards et al. 2003).*

Les bulles et cavités induites par l'irradiation sont des défauts faisant obstacles aux dislocations lors de la déformation du matériau, et induisent alors un durcissement. Ce durcissement dépend, tout comme pour les boucles de Frank de la taille et de la densité des défauts. Aussi, la différence est faite entre les bulles et les cavités. Les bulles remplies d'hélium, pressurisées, sont des défauts moins durs que les cavités qui sont vides. Cet aspect a été étudié par Tan et Busby (Tan and Busby 2015) dans leur travaux sur le pouvoir durcissant des défauts induits par irradiation. Renault-Laborne et al (Renault-Laborne et al. 2018) ont en effet observé que les cavités présentes dans un acier 316 irradié aux neutrons et déformé lors d'un essai SSRT étaient fortement déformées au niveau des bandes

claires, mais non déformées et donc quasi-sphériques en dehors (Figure I-23a). Jiao et Was ont quant à eux observé sur leurs échantillons irradiés aux protons que les cavités au niveau des bandes de glissement n'étaient pas déformées (Figure I-23b) et que l'augmentation de la densité et l'augmentation de la taille des cavités étaient même corrélées à une diminution de la hauteur de ces bandes plus marquée pour les faibles niveaux de déformation, comme le montre la Figure I-24. Jiao et Was montrent cependant que les bandes observées ne sont pas totalement claires, ce qui pourrait induire un niveau de déformation dans les bandes plus faible dans leur étude. Les cavités observées sont alors peut-être faiblement déformées dans les bandes claires. Malgré tout, le rôle des cavités dans la localisation de la déformation dans les aciers irradiés reste à établir.

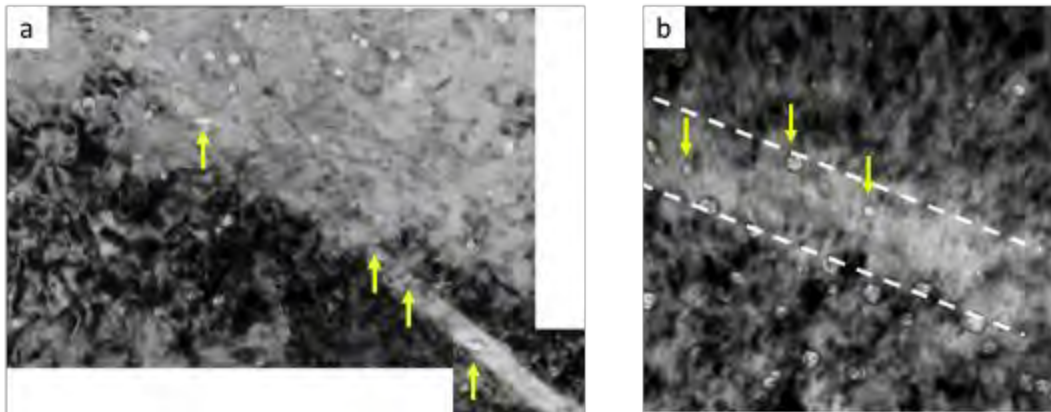


Figure I-23 : Observations par MET des bandes claires après déformation (a) dans un acier 316 irradié aux neutrons (Renault-Laborne et al. 2018) et (b) dans un acier 304 irradié aux protons (Jiao and Was 2010). Les cavités sont déformées dans l'échantillon irradié aux neutrons contrairement à celles dans l'échantillon irradié aux protons.

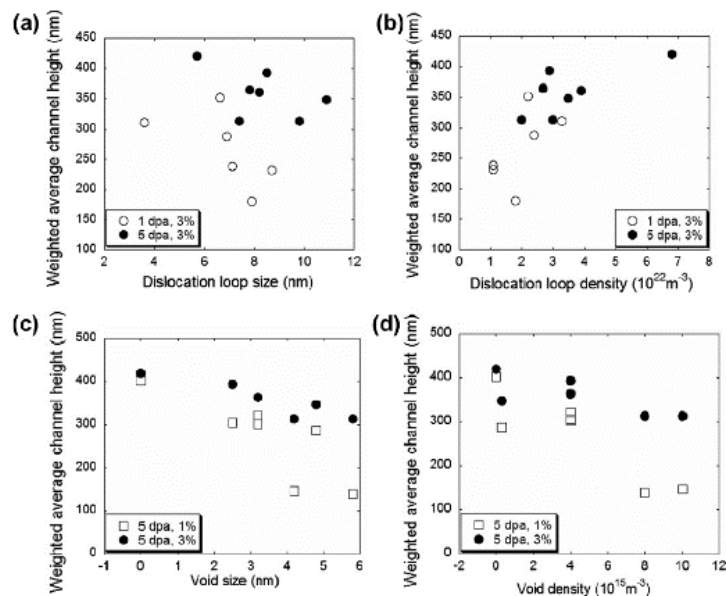
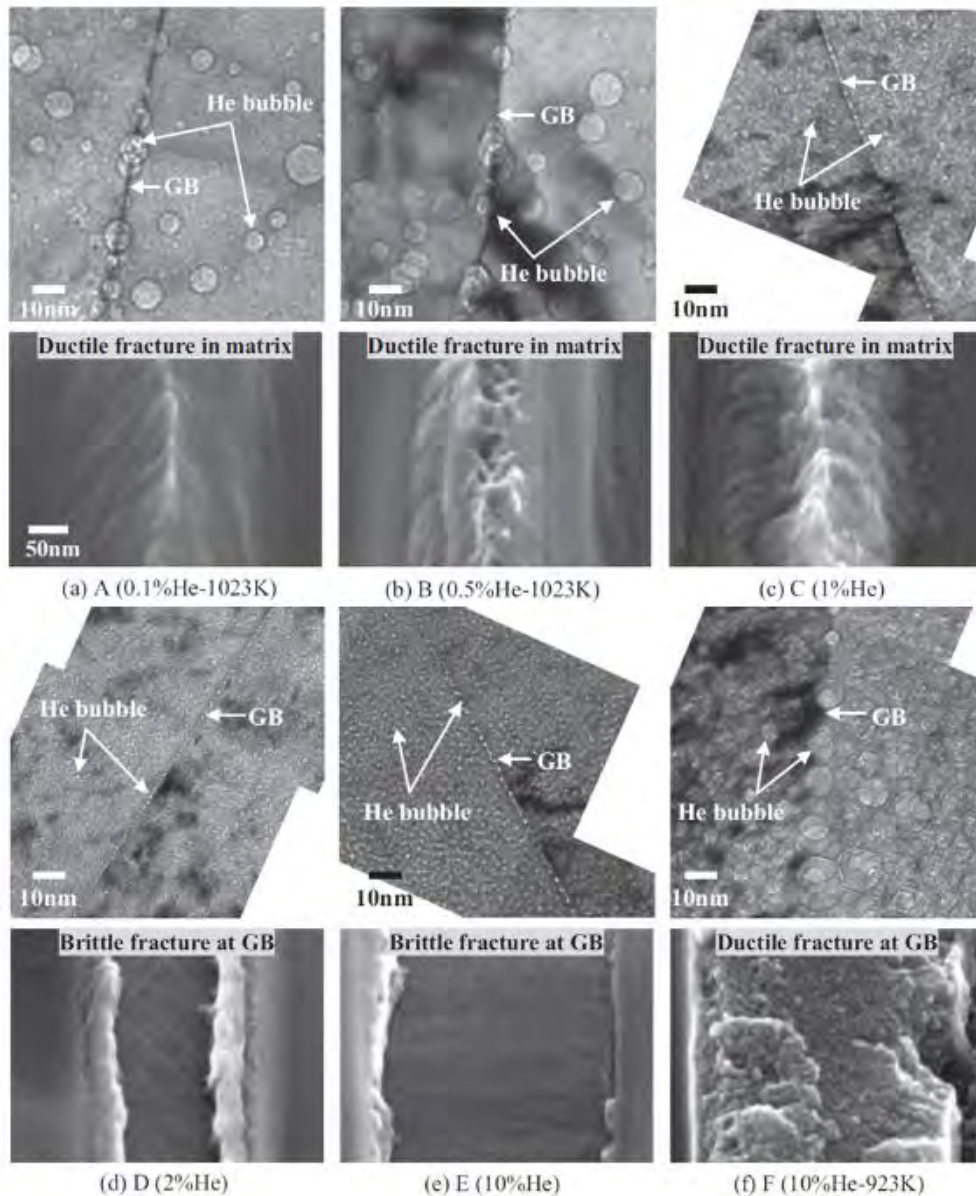


Figure I-24 : Corrélation de la microstructure avec la localisation de la déformation pour des aciers austénitiques irradiés aux protons à 1 et 5 dpa et déformés par CERT à 1% et 3%. Le niveau de localisation de la déformation est estimé par le rapport entre espacement et hauteur des bandes claires. Alors que la densité des boucles de Frank ne semble pas avoir d'influence, leurs tailles semblent augmenter la localisation de la déformation, contrairement à la densité et à la taille des cavités, qui semblent induire une réduction de la localisation.

Les bulles, issues de processus d'agglomération des atomes d'hélium formé par transmutation, peuvent se former à la fois dans la matrice et au niveau des joints de grains (Edwards et al. 2009). Ces bulles constituent des sites stabilisant pour la germination de cavités par irradiation et peuvent également croître considérablement sous l'effet de la température, posant ainsi la question de leur rôle sur la tenue du matériau. A partir d'implantation aux ions hélium sur un bi-cristal d'acier 316, Miura (Miura et al. 2015) a montré à partir d'essais micromécaniques in-situ, qu'une forte densité de bulles présentes au joint de grains est capable de le fragiliser. En deçà d'une concentration de 2% atomique, le mode de rupture intergranulaire reste ductile, cependant au-delà de cette teneur, associée à une densité linéique importante (distance intercavité inférieure à 5 nm) et à un durcissement de la matrice élevée, le mode de rupture devient fragile. Il est notamment montré que, pour une population de bulles similaire, la contrainte à rupture décroît avec l'augmentation de la teneur en hélium. Cela signifie que la concentration d'hélium diminue la résistance du joint de grains. Il faut cependant noter que les concentrations d'hélium évoquées par cette étude sont bien supérieures à celles rencontrées chez les aciers austénitiques en REP (environ 3 appm/dpa (Griffiths et al. 2017)). De plus, les essais réalisés par Miura ne permettent pas de d'obtenir un durcissement et une localisation de la déformation, comme constatée dans les aciers irradiés aux neutrons. Tout comme Edwards (Edwards et al. 2009), on pose ici la question du rôle de ces cavités intergranulaires dans la fissuration intergranulaire lorsqu'un durcissement et une localisation de la déformation sont concomitants.



*Figure I-25: Images MET de la population de bulles d'hélium dans l'acier et fractographie par MEB après un essai micromécanique au niveau d'un joint de grains pour chaque condition d'irradiation. A faible concentration d'hélium même après recuit, la fissure est ductile et transgranulaire. La fissuration devient intergranulaire et fragile à partir de 2% d'hélium. Le recuit à 650°C du matériau implanté avec 10% d'hélium induit un nouveau changement du mode de fissuration, qui devient intergranulaire et ductile.*

### I.C.5 Résumé

Les éléments de structure en REP subissent de fortes fluences neutroniques après 40 ans de service pouvant atteindre 80 dpa, induisant des modifications microstructurales. La corrosion intergranulaire des aciers austénitiques inoxydables est accentuée par irradiation, ce qui fragilise les joints de grains. Les effets induits par irradiation sont jugés comme des contributeurs importants de l'IASCC. La ségrégation intergranulaire, réduisant la proportion de chrome au niveau des joints de grains et donc la résistance à la corrosion est un facteur important jouant sur la sensibilité à la fissuration intergranulaire, mais n'est pas considéré comme suffisante. Le durcissement induit par irradiation, qui peut s'accompagner d'une localisation de la déformation

semble contribuer également fortement à la sensibilisation. Cependant, la corrélation entre localisation et durcissement ne permet pas de statuer sur le rôle de chacun de ces paramètres. Enfin, les irradiations aux neutrons produisent des cavités intra- et intergranulaires. L'impact des cavités sur la localisation de la déformation n'est pas clairement établi dans la littérature. Une forte concentration d'hélium dans l'acier peut conduire à une fragilisation au niveau des joints de grains. Cependant, en présence d'un durcissement, l'influence des cavités sur la sensibilité à la fissuration, notamment les cavités intergranulaires, n'est pas connu et reste à étudier.

## *I.D. Irradiations aux ions et production de cavités.*

Afin d'étudier les questions posées dans la partie précédente, il est nécessaire de pouvoir produire des microstructures d'irradiation dans des temps raisonnables, sans rendre l'échantillon radioactif, une solution est l'utilisation d'irradiations aux ions. Ce paragraphe évalue ainsi les différents aspects des irradiations aux ions lorsqu'ils sont utilisés pour simuler l'irradiation aux neutrons.

### *I.D.1 Différences entre les irradiations aux ions et aux neutrons.*

Une liste non exhaustive des particules utilisées dans la littérature et des phénomènes étudiés est donnée dans le Tableau I-1. Les irradiations aux ions permettent d'atteindre rapidement des doses importantes car on peut utiliser des flux jusqu'à  $10^{-3}$  dpa/s. De plus, la matière irradiée n'est pas ou très peu activée, ce qui permet de manipuler plus rapidement les échantillons. Le contrôle de paramètres tels que la température d'irradiation et l'énergie des particules incidentes est plus simple que pour une irradiation aux neutrons, rendant l'étude des processus de bases de l'irradiation plus aisée. Les ions lourds, en particulier ceux correspondants aux éléments déjà contenus dans le matériau, ont l'avantage de pouvoir être assimilés aux PKA des irradiations aux neutrons. Les protons ne peuvent pas être assimilés aux PKA et il a été montré que leur capacité à générer des défauts libres (freely migrating defects), qui sont à la base des clusters de défauts et de la ségrégation, est bien supérieure à celle des ions lourds (Was and Allen 1993). Cela a pour conséquence d'obtenir des défauts d'irradiation plus nombreux pour un même dommage d'irradiation. La profondeur d'implantation des protons peut atteindre plusieurs dizaines de microns. Les ions lourds permettent d'atteindre des doses importantes plus rapidement et sans activation mais la microstructure des échantillons n'est irradiée que sur une faible épaisseur (quelques microns) avec un profil d'irradiation non homogène. L'implantation d'ions hélium est utilisée afin de simuler la production d'hélium résultant du phénomène de transmutation (voir paragraphe I.B.1.d). La combinaison de l'irradiation par des ions lourds de hautes énergies (typiquement plusieurs MeV) et de l'implantation d'ions hélium permet alors de simuler dans un même matériau le dommage d'irradiation et la formation d'hélium.



Auteurs	Ions utilisés	Profondeur d'irradiation	Mécanisme(s) étudié(s)
<b>(Nelson et al. 1970)</b>	Carbone 100 keV	7 µm	Germination de cavités
<b>(Jublot-Leclerc et al. 2017)</b>	Au 4 MeV, He 10 keV	500 nm	Germination de cavités
<b>(Michaut 2017)</b>	Fer 10 MeV	2,5 MeV	Germination de cavités
<b>(Pokor 2003)</b>	Nickel 1,5 MeV	600 nm	Durcissement
<b>(Jiao and Was 2011b)</b>	Protons 3 MeV	45 µm	Ségrégation
<b>(Etienne et al. 2010b)</b>	Fer 10 MeV	2,5 µm	Ségrégation
<b>(Wang et al. 2015)</b>	Xénon 5 MeV	1,2 µm	IASCC
<b>(Gupta 2016)</b>	Fer 10 MeV	2,5 µm	Durcissement, IASCC
	Protons 2 MeV	20 µm	Durcissement, IASCC
<b>(Stephenson and Was 2015)</b>	Protons 3,2 MeV	45 µm	IASCC
<b>(Jiao and Was 2014)</b>	Fer 5 MeV	1,5 µm	Précipitation

Tableau I-1 : Exemples d'études ayant utilisé des irradiations aux ions pour simuler un phénomène induit par une irradiation aux neutrons.

La transposition des conditions d'irradiation (flux, température) n'est pas directe entre des irradiations aux ions et aux neutrons. Les flux de dose sont de plusieurs ordres de grandeurs plus importants avec des ions, ce qui a des conséquences sur les cascades de déplacements et la recombinaison des paires de Frenkel entre elles. Cet effet de flux peut cependant être en partie corrigé par un ajustement de la température d'irradiation. Une température plus élevée que celle utilisée dans les réacteurs est alors généralement employée lors des irradiations aux ions pour palier à cette différence. Cependant, l'effet de flux est plus prononcé sur la ségrégation chimique que sur la microstructure d'irradiation. Ainsi, deux formules d'ajustement de la température d'irradiation permettent de palier à l'effet de flux pour une même dose, selon que l'on traite de la ségrégation chimique ou de la microstructure. Pour une invariance de la microstructure d'irradiation, (croissance de défauts tels que les boucles de dislocation et de cavités), le décalage en température à réaliser à dose constante doit permettre d'obtenir une invariance de la recombinaison de défauts ponctuels. Le décalage en température  $\Delta T$  est exprimé par l'équation I-6 (Mansur 1978).

$$\Delta T = \frac{\frac{kT_1^2}{E_{vm} + 2E_{vf}} \ln\left(\frac{K_2}{K_1}\right)}{1 - \frac{kT_1}{E_{vm} + 2E_{vf}} \ln\left(\frac{K_2}{K_1}\right)} \quad I-6$$

Avec  $k$  la constante de Boltzmann (en eV/K),  $T_1$  et  $K_1$ , la température et le flux de dose pour la particule 1,  $T_2$  et  $K_2$  la température et le flux de dose pour la particule 2 (en K et dpa/s, respectivement).  $E_{vm}$  et  $E_{vf}$  sont l'énergie de migration et de formation des lacunes dans l'acier (1,3 eV et 1,9 eV respectivement). Pour une invariance de la chimie d'irradiation, c'est-à-dire une invariance de la perte de défauts ponctuels par les puits de défauts, le décalage en température sera exprimé par l'équation I-7.

$$\Delta T = \frac{\frac{kT_1^2}{E_{vm}} \ln\left(\frac{K_2}{K_1}\right)}{1 - \frac{kT_1}{E_{vm}} \ln\left(\frac{K_2}{K_1}\right)} \quad I-7$$

La Figure I-26 présente les décalages en températures pour simuler une irradiation neutronique à 300°C par une irradiation aux ions en fonction de l'ordre de grandeur entre les deux flux de dose. Pour une invariance de la chimie induite par irradiation, le décalage en température sera d'environ 250°C, tandis qu'une invariance de la microstructure donne lieu à un décalage d'environ 50°C.

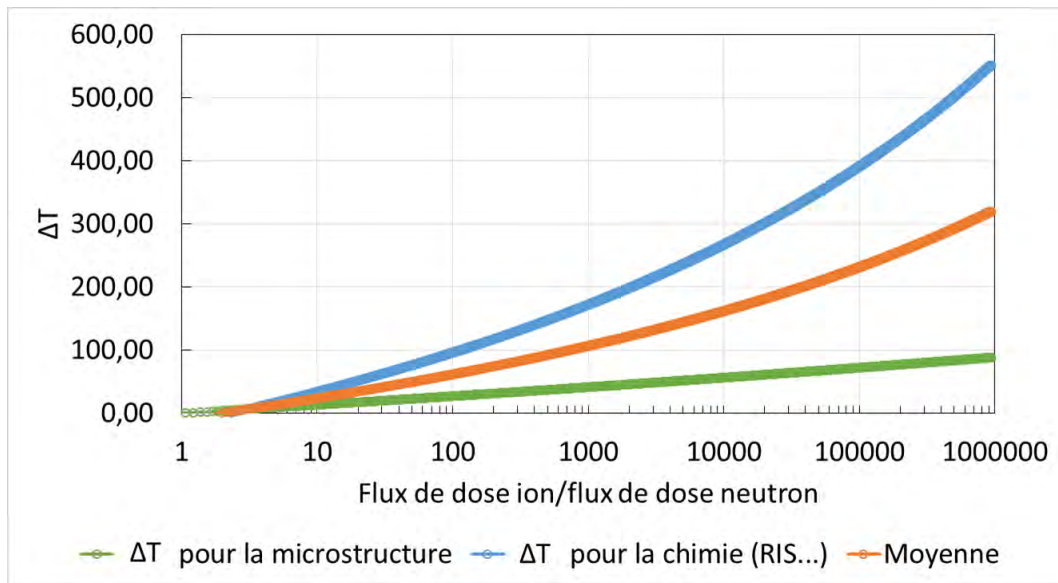


Figure I-26 : Décalage en température à appliquer pour simuler l'irradiation aux neutrons par les ions.

### I.D.2 Production de cavités par irradiation aux ions.

Une des questions posées est l'effet des cavités sur la sensibilité à la fissuration. Il est donc nécessaire de comprendre les différents paramètres qui vont permettre de contrôler la création de ces défauts lors d'irradiations aux ions. La production de cavités est basée sur la diffusion et la coalescence de lacunes. Parmi les paramètres matériau, la composition, l'état thermomécanique (Michaut 2017) ou encore la taille de grains (Singh 1973a) peuvent influencer sur la population de cavités. L'influence des paramètres d'irradiation tels que la température, la présence d'hélium, la dose d'irradiation ou le flux de dommage est résumée ci-dessous.

- La température d'irradiation : La température, en augmentant, a pour effet de diminuer la densité des cavités mais d'augmenter leurs tailles, comme le montre la Figure I-27 et la Figure I-28 pour une irradiation aux ions Ni avec ou sans hélium.

- Présence d'hélium : l'hélium est produit par transmutation dans les aciers austénitiques irradiés en REP. Ce gaz est insoluble dans l'acier, et peut s'agglomérer pour former des bulles de gaz. La présence d'hélium dans un matériau facilite la germination des cavités (Nelson et al. 1970). L'hélium forme en effet des sites préférentiels de germination de cavités car les bulles d'hélium constituent des puits de défauts pour les lacunes. Sans dommage d'irradiation, l'hélium gazeux peut malgré tout s'agglomérer et former des bulles lorsque le matériau est recuit à haute température (Miura et al. 2015). L'hélium peut induire des populations de cavités au niveau de défauts de microstructure tels que les dislocations et les joints de grains (Kesternich 1983). La présence d'hélium a tendance à augmenter la densité des cavités et diminuer leur taille moyenne (Figure I-27). Le mode d'implantation des ions hélium lors d'irradiation aux ions a également un effet sur la population de cavités. Ainsi, comme le montre la Figure I-28, une pré-implantation d'ion hélium induit différentes populations de cavités selon qu'elle est réalisée à haute température ou à basse température. Pour une température d'irradiation donnée, l'implantation à haute température des ions hélium induit des cavités plus grosses mais moins denses que les deux autres modes d'implantation. Une implantation simultanée donnera une population intermédiaire aux deux autres modes (Choyke et al. 1979). D'après cette étude, pour une irradiation avec des ions Si d'un acier 304, une implantation à froid ne permet pas d'observer les cavités en dessous de 600°C, tandis qu'une implantation à chaud donnerait des cavités de ~12 nm contre ~6 nm pour une implantation simultanée.

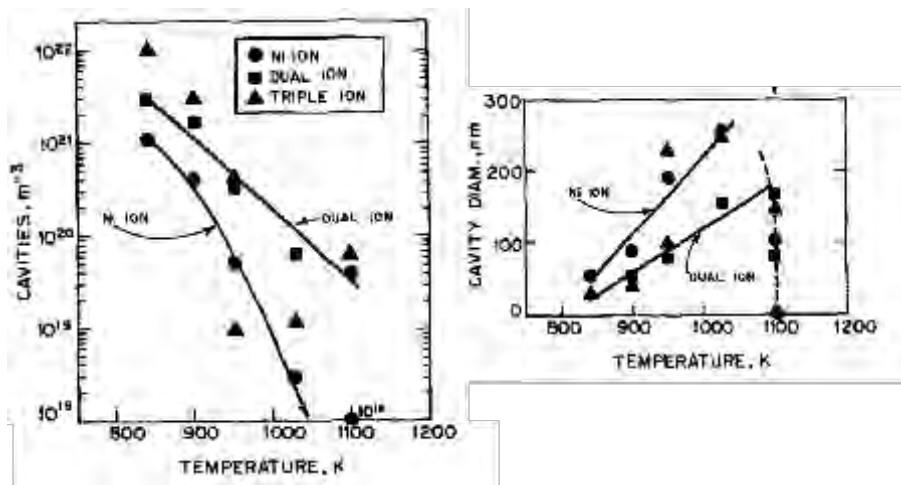


Figure I-27 : Irradiation aux ions nickel et hélium d'un acier 316. L'implantation d'hélium (correspondant aux points « dual ion ») a pour effet d'augmenter la densité de cavités et de diminuer leur diamètre (Farrell and Packan 1979).

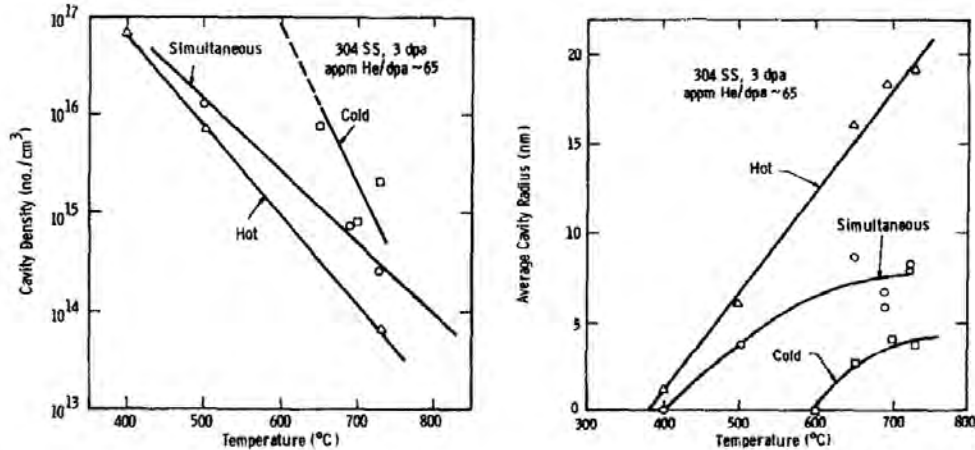


Figure I-28 : Densités et tailles des cavités d'un acier 304 irradié aux ions Si en présence d'hélium en fonction de la température, pour trois modes d'implantation différents : la coimplantation (« simultaneous »), la pré-implantation à température ambiante (cold) et à la température d'irradiation (« hot ») (Choyke et al. 1979). Parmi les 3 modes, la pré-implantation à température ambiante est le mode donnant les cavités les plus petites et les plus nombreuses.

- Le débit de dose : Pour une même dose mais avec un débit de dose plus important, la densité de cavités dans un acier sera plus faible. Okita (Okita et al. 2002) explique cet effet par un rythme d'annihilation des défauts ponctuels plus important, empêchant la formation d'amas conduisant alors à une diminution de la densité de cavités lorsque le flux augmente. Cet effet peut être corrigé à l'aide d'une montée en température, d'après les équations données au paragraphe I.D.1.
- Dose d'irradiation : La taille des cavités augmente légèrement avec la dose d'irradiation. La densité quant à elle augmente avec la dose d'irradiation jusqu'à atteindre une densité maximale. L'augmentation de la taille des cavités par coalescence peut induire la diminution de leur densité à forte dose.

### I.D.3 Résumé

Les irradiations aux ions sont régulièrement utilisées dans le but de simuler les phénomènes observés dans les irradiations aux neutrons. Ces irradiations permettent d'atteindre des doses importantes rapidement et sans activer la matière, tout en contrôlant aisément des paramètres d'irradiation tels que la température, ce qui est très pratique pour la réalisation d'études paramétriques. Cependant, les particules utilisées et leur énergie associée, ainsi que les différences de flux de doses impliquent des différences majeures entre ces deux types d'irradiations. La différence de flux de dose implique des changements sur les microstructures d'irradiation induites. Un décalage en température est possible pour palier à ce phénomène, mais un compromis entre l'invariance de la microstructure d'irradiation et l'invariance de la ségrégation chimique est à faire pour les flux utilisés. Les irradiations aux ions lourds permettent d'obtenir des populations de cavités diverses, tout en atteignant des doses d'irradiation importantes et permettent de sensibiliser l'acier à la fissuration intergranulaire, c'est pourquoi elles ont été choisies dans cette étude.

## I.E. Caractérisation micromécanique des matériaux irradiés

Comme indiqué au paragraphe précédent, l'irradiation aux ions lourds est une méthode permettant de reproduire les différents types de défauts d'irradiation observés dans les irradiations aux neutrons. Cependant, dans le cas des irradiations aux ions, la couche irradiée est relativement peu profonde et atteint des profondeurs généralement comprises entre quelques centaines de nanomètres et 30  $\mu\text{m}$ . A cette échelle, il est nécessaire de mettre en œuvre des essais qui permettent de solliciter des volumes très faibles. Deux techniques sont utilisées : la nanoindentation qui permet de solliciter différentes épaisseurs mais qui conduit à des états de chargement complexe, et les essais de microtraction et microcompression dont l'interprétation est plus aisée mais dont la mise en œuvre est plus complexe. Ces aspects sont illustrés sur la Figure I-29. On discutera ci-dessous des difficultés rapportées dans la littérature, pour la nanoindentation et la microcompression, techniques utilisées dans la suite notre étude.

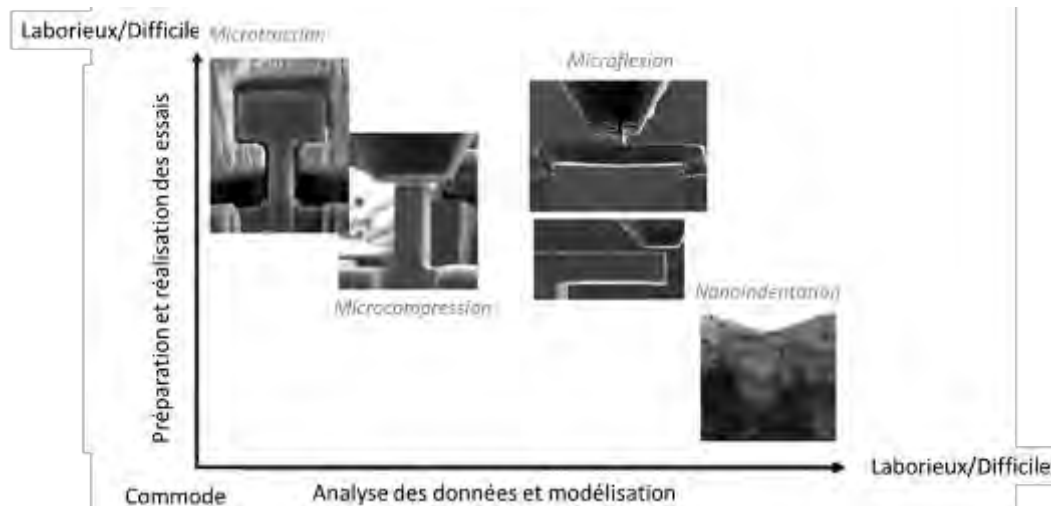


Figure I-29 : Représentation des niveaux de difficultés de différents types d'essais micromécaniques (Hosemann 2018).

### I.E.1 Nanoindentation

La nanoindentation est une technique utilisée depuis le milieu des années 1970 pour caractériser les propriétés mécaniques d'un matériau. La technique a connu un grand essor du fait de l'intérêt grandissant autour des films minces et des revêtements liés aux avancées technologiques à cette époque. Cette technique consiste à mesurer la résistance d'un matériau à la pénétration d'un indenteur. Un indenteur, généralement en diamant, est enfoncé dans un matériau jusqu'à une charge donnée. Une fois retiré, l'indent laisse à la surface du matériau une empreinte dont la mesure de la profondeur (déduite de la mesure au microscope de l'aire de l'empreinte d'indentation) permet d'évaluer la résistance du matériau. Pour la dureté Vickers (HV) par exemple, dont l'indent est de forme pyramidale à base carrée, la dureté est directement calculée en fonction des longueurs des diagonales  $d$  de l'indent et de la charge  $F$  utilisée, par  $HV=0,189 F/d^2$ . Le module d'élasticité peut être estimé (Oliver and Pharr 1992) à partir d'essais de nanoindentation, cependant, la limite d'élasticité ne peut pas être obtenue par cette technique. Certains travaux ont montré que l'obtention de la courbe contrainte-déformation pouvait être obtenue pour un matériau homogène, en connaissant ses propriétés élastiques (Kermouche et al. 2005). La technique d'indentation de

manière générale est confrontée à l'effet de taille, à savoir que pour des indents de petite taille, la dureté mesurée est plus importante (Pharr et al. 2010). Cet effet de taille est rencontré lorsque les dimensions de la zone testée sont proches de l'espacement moyen entre deux sources de dislocations dans le matériau. Cet espacement est identifié comme une longueur interne spécifique du matériau. La nanoindentation est également confrontée à un problème lié à l'échelle à laquelle elle est utilisée : la mesure de la profondeur des indents n'est pas commode. De plus, la technique de nanoindentation (ou indentation instrumentée), permet de connaître l'évolution de la charge et de la profondeur avec le temps. La profondeur d'indentation est alors établie en se servant des courbes de charge-décharge pour chaque indent (Oliver and Pharr 1992, voir Figure I-30), qui permettent d'obtenir la profondeur plastique (ou profondeur résiduelle, voir Chapitre II). Cette technique reste cependant efficace malgré des effets de surface pouvant être importants, et une certaine dispersion des mesures, car elle demande une préparation simple et est facile d'utilisation. Le développement de ces essais a également permis leur automatisation et sont donc facilement réalisables en grand nombre.

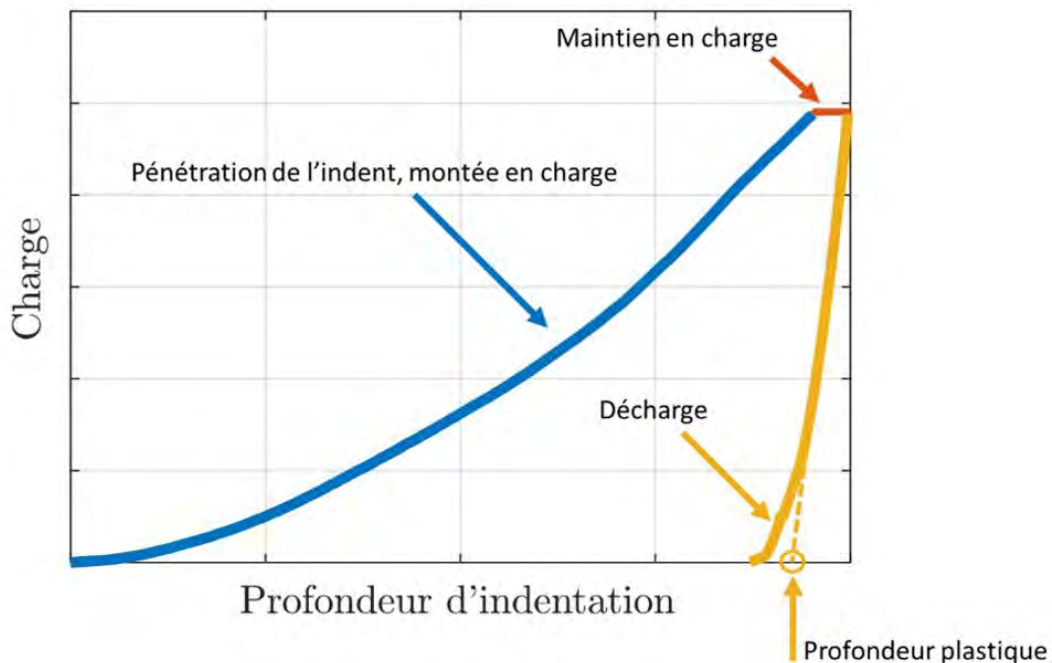
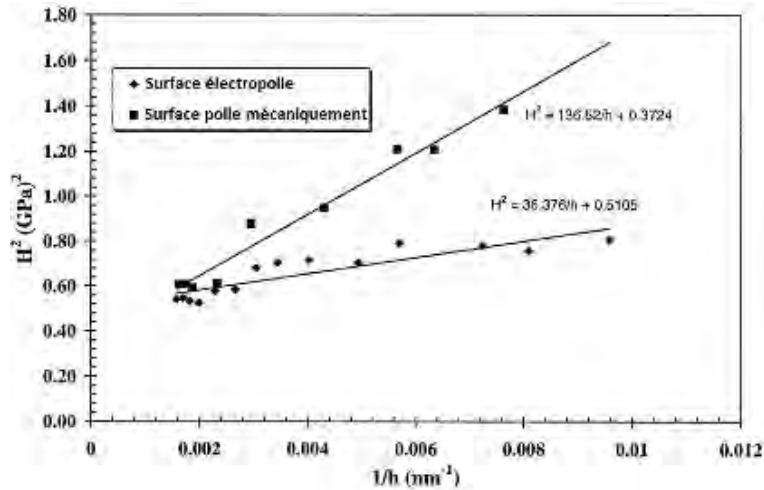


Figure I-30 Courbe de charge-décharge pour un essai de nanoindentation.

Nix et Gao (Nix and Gao 1998) ont proposé une méthode pour traiter l'effet de taille en traitant les valeurs de dureté en fonction de la profondeur d'indentation. Le traitement est développé dans le Chapitre II.

La préparation de la surface des échantillons pour cette technique d'analyse est un point important qui a un impact sur les résultats obtenus. Liu et Ngan (Liu and Ngan 2001) montrent qu'un échantillon poli mécaniquement (pâte diamantée 1  $\mu\text{m}$ ) donne des valeurs de dureté plus élevées que le même échantillon poli par électroérosion à faible profondeur d'indentation. En évaluant l'effet de taille, la valeur de dureté obtenue pour le matériau est identique pour les deux techniques de polissage à partir d'une profondeur suffisante (Figure I-31). Il est donc recommandé de préparer la surface des échantillons avec un soin particulier et d'utiliser la même préparation pour pouvoir comparer les résultats



*Figure I-31 : Nanoindentation sur du cuivre monocristallin. Caractérisation de l'effet de taille par la méthode de Nix et Gao d'après (Liu and Ngan 2001). La surface polie mécaniquement est plus dure que la surface polie par électroérosion. Cependant, en évaluant l'effet de taille, la dureté du matériau (à profondeur infinie) est équivalente.*

De nombreuses études ont utilisé la technique de nanoindentation pour caractériser le durcissement induit par irradiation (Busby et al. 2005; Hosemann et al. 2008; Halliday et al. 2009; Kiener et al. 2012; Gupta et al. 2018) et ont permis d'établir des méthodes pour l'interprétation des données obtenues par ces essais. La plupart de ces études porte sur les irradiations aux protons et aux ions lourds. Les faibles profondeurs atteintes par ces irradiations impliquent un durcissement sur la partie superficielle de l'échantillon irradié, d'autant plus pour les irradiations aux ions lourds, laissant le reste du matériau inchangé. Cette particularité des irradiations aux ions a son importance pour deux raisons. D'une part, le volume impliqué lors d'une indentation, c'est à dire la taille de la zone déformée, est bien plus important que le volume indenté, ce qui induit qu'à partir d'une certaine profondeur d'indentation contenue dans la zone irradiée, la microstructure non irradiée est également sollicitée par la déformation. On considère alors le matériau comme étant une couche mince irradiée sur un substrat non irradié. Il est alors important de déterminer le volume du matériau impliqué lors d'une indentation et en particulier la profondeur plastique atteinte. Dans la littérature, des ratios profondeurs plastiques/profondeur d'indentation sont donnés. Un rapport de 4 à 5 est régulièrement indiqué (Kiener et al. 2012; Dolph et al. 2016; Gupta et al. 2018) tandis que d'autres valeurs comme 2,5 (Xu et al. 2016) ou 6 (Huang et al. 2014) sont également trouvées. D'autre part, cette faible profondeur nécessite deux techniques de caractérisation différentes, en surface ou de manière transverse. La faible profondeur d'irradiations lors d'utilisation d'ions lourds rend difficile les indentations le long du profil d'irradiation, alors que cette technique est régulièrement utilisée pour évaluer la différence de dureté induite par les irradiations aux protons, à profondeur d'indentation constante, entre la zone irradiée et la zone non irradiée d'un échantillon (Kiener et al. 2012; Lupinacci et al. 2015). Pour les faibles profondeurs d'irradiation, l'indentation de surface est généralement utilisée.

### *I.E.2 Microcompression*

La compression de piliers de tailles micrométriques permet également de caractériser mécaniquement de faibles volumes, en s'affranchissant de plusieurs contraintes géométriques liées

à la nanoindentation. La préparation des micropiliers, généralement par FIB (Focused Ion Beam) est cependant plus complexe. Cette technique a généré une littérature importante (pour des revues, consulter par exemple: Uchic et al. 2009; Kraft et al. 2010; Greer and De Hosson 2011). Son utilisation pour étudier le changement de comportement mécanique de matériaux irradiés aux ions comme l'augmentation de la limite d'élasticité ou la modification du taux d'écroutissage semble très adaptée. Cette technique permet d'évaluer ces propriétés au niveau d'un seul grain (monocristal), ce qui peut faciliter l'analyse. Les essais de microcompression peuvent se faire ex-situ (Uchic et al. 2004; Monnet 2007) ou in-situ (Moser et al. 2007; Zhao et al. 2015; Tumbajoy-Spinel et al. 2016). Dans le premier cas, la difficulté principale lors de l'essai sera alors de placer correctement l'indenteur pour ne comprimer que le pilier. Les essais de microcompression peuvent aussi être réalisés in-situ dans un microscope électronique à balayage ou à transmission (Kiener et al. 2011). Les essais in-situ permettent de caractériser directement le comportement du pilier lors de la déformation. In-situ ou ex-situ, des essais à froid et en température sont possibles, mais peu d'équipements de compression permettent pour l'instant de réaliser ces essais, du fait de la difficulté d'assurer une température équivalente entre échantillon et indenteur (Wheeler and Michler 2013; Wheeler et al. 2015).

La microcompression est développée depuis 15 ans (Uchic et al. 2004; Hosemann et al. 2015) ce qui permet d'avoir un retour d'expériences relativement solide et de connaître les paramètres influant sur ce type d'essais. Un des premiers effets révélés par ce type d'essai est l'effet de taille, également présent en nanoindentation, mais pour lequel les explications ont tardé: plus le pilier était petit et plus la contrainte de limite élastique était importante. Cet effet est depuis largement expliqué par un échantillonnage de la microstructure. Quand les volumes testés sont faibles, la probabilité d'avoir des dislocations mobiles l'est également, ce qui implique de mobiliser ou de générer ces dislocations mobiles avec une contrainte accrue (Pharr et al. 2010; Momiou et al. 2012; Kiener et al. 2012).

La préparation des piliers se fait principalement par FIB, le plus souvent à l'aide d'ions gallium. L'utilisation de ces ions provoque des dommages d'irradiation à la surface des échantillons fabriqués, formant alors une couche irradiée sur les bords du pilier. Le calcul par SRIM (voir Chapitre II) de l'irradiation d'un acier par des ions gallium de 30 kV avec une incidence de 80° (pour simuler l'irradiation sur les bords d'un pilier dont les bords formeraient un angle de 80° par rapport au faisceau d'ions) donne une épaisseur d'une dizaine de nanomètres. La littérature a montré que cette fabrication par FIB n'a pas d'influence sur la déformation élastique du pilier, mais qu'elle peut avoir un effet lors de la plasticité, en particulier la localisation de la déformation (Lee et al. 2016). Lorsqu'un pilier est de petite taille, typiquement d'un diamètre sub-micronique, l'influence de la préparation par FIB est à considérer mais est négligeable pour des diamètres plus importants. Cette préparation est par contre très dommageable lorsque le matériau ne contient aucun défaut comme dans le cas de whiskers (Bei et al. 2007).

Ajouté à l'endommagement de la surface du pilier lors de la préparation, les irradiations aux ions, bien qu'effectuées dans une chambre sous vide, peuvent amener une pollution de surface qui se traduit par une déposition de carbone (Kiener et al. 2011). Lorsque l'étape d'irradiation vient à la suite de la fabrication, cela provoque la déposition du carbone sur les bords du pilier. Il est possible de s'en prémunir en réalisant la fabrication du pilier après l'irradiation.

Les dimensions optimales pour la fabrication d'un pilier ont également fait l'objet d'études dans la littérature. Ainsi, les travaux effectués par Zhang et al (Zhang et al. 2006) ont permis d'identifier le facteur de forme optimal pour un essai de microcompression. Ce facteur de forme, qui représente



le rapport entre la hauteur et la largeur du pilier, doit être compris entre 2 et 5 pour éviter au pilier de se tordre (flambage) au lieu de se déformer linéairement. Deux formes de piliers sont principalement utilisées : la forme de cylindre et la forme de parallélépipède. Les deux ont l'avantage d'être relativement faciles à usiner et d'avoir une section constante. La forme parallélépipédique est moins fréquemment utilisée, mais présente l'avantage de former des faces planes sur les piliers, ce qui facilite l'identification des plans de glissement impliqués lors de la compression. Aucune différence significative sur le comportement mécanique n'est à noter entre les deux types de piliers (Kiener et al. 2009; Shin et al. 2014). La forme cylindrique d'un pilier a l'avantage d'être plus facile à produire, notamment par abrasion annulaire par FIB. L'abrasion annulaire consiste à balayer de manière circulaire un faisceau d'ions à la surface d'un matériau tout en laissant intacte un disque central pour former un pilier (voir Figure I-32a). Cette méthode comporte cependant un inconvénient, qui est de produire un pilier de forme légèrement conique. En effet, à cause de la forme gaussienne du faisceau d'ions, la base du pilier est plus large que le sommet. Les angles sont généralement de l'ordre de  $2^\circ$ , ce qui induit une différence de contrainte lors de l'essai entre le sommet et la base du pilier. Par exemple, dans le cas d'un pilier avec un facteur de forme de 3 et un angle de  $2^\circ$ , la contrainte à la base du pilier correspond à 68% de la contrainte au sommet du pilier. Cette différence de contraintes a favorisé la recherche de piliers les plus cylindriques possibles. Ceux-ci peuvent être préparés par une autre méthode, appelée « lathe milling » (traduit ici par le terme « détournage »), développée par Uchic et Dimiduk (Uchic and Dimiduk 2005) mais est plus compliquée à réaliser. Le détournage consiste à former un prisme droit contenant suffisamment de faces pour être assimilé à un cylindre (voir Figure I-32b). Le faisceau d'ions est balayé sur le côté du pilier en procédant à des étapes successives de rotation et de reconnaissance automatique de l'échantillon permettant son bon positionnement. Entre la base et le sommet du pilier, l'angle est généralement inférieur à  $1^\circ$  et les contraintes sont donc similaires sur l'ensemble du pilier. Dans ce cas, à cause de l'effet de taille, le pilier (plus dur), aura tendance à s'enfoncer dans la base (plus molle). L'avantage d'un pilier partiellement conique est de confiner la déformation dans le pilier et d'éviter sa propagation dans la base, ce qui peut rendre l'interprétation de l'essai caduque.

La technique de microcompression a été utilisée dans la littérature pour étudier le comportement des matériaux irradiés. A la connaissance de l'auteur, seuls Hosemann et al (Hosemann et al. 2011b) ont publié des résultats au sujet d'essais de microcompression sur des échantillons irradiés aux neutrons. Leur travail a montré une bonne correspondance des limites d'élasticité mesurées par microcompression et par essais de traction uniaxiale conventionnelle. Les essais de microcompression peuvent être réalisés avec un volume de matière relativement faible, ce qui est un avantage non négligeable dans le cas d'échantillons irradiés aux neutrons, qui sont actifs et difficile à manipuler. Il est également possible de réaliser une quantité très importante de piliers et donc d'essais sur un faible volume irradié. De plus, comme le montrent Hosemann et al, des échantillons peuvent être préparés à partir d'éprouvettes de tractions irradiées et déjà testées, à partir de prélèvements dans des parties non déformées.

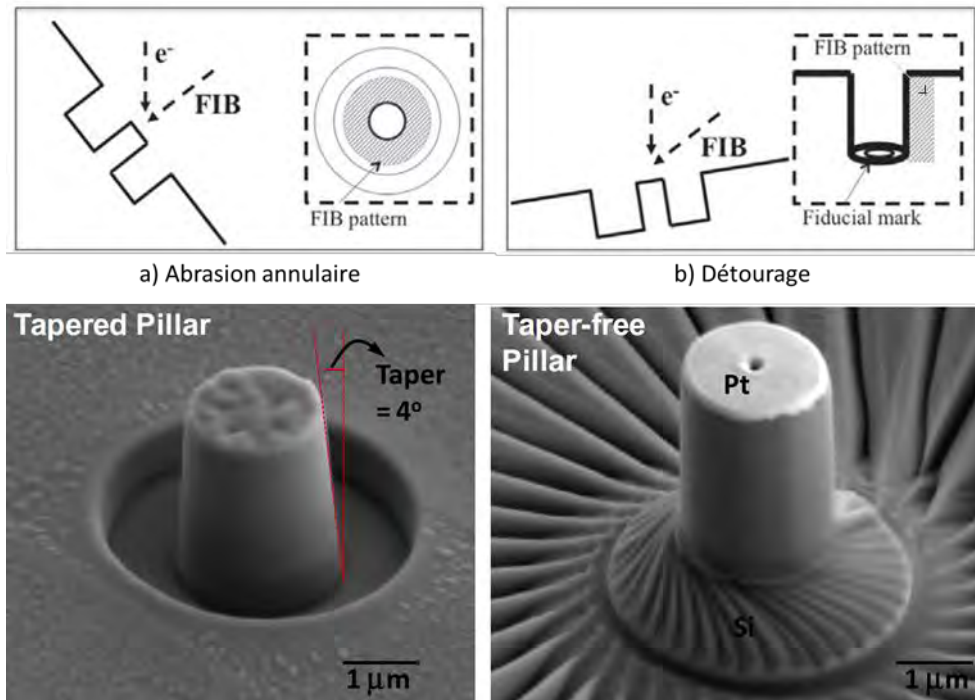


Figure I-32 : Exemple de préparation de piliers cylindriques par deux méthodes (Hütsch and Lilleodden 2014) et (Singh et al. 2010). En haut, les parties grisées représentent les zones abrasées. a) La préparation par abrasion annulaire provoque un angle relativement important entre la base et le sommet du pilier ( $4^\circ$  dans ce cas). b) la préparation par la préparation par détourage (à droite) efface ce défaut.

Relativement peu d'études ont utilisé cette technique de caractérisation sur des matériaux irradiés. Le Tableau I-2 liste les références identifiées faisant part d'essais de microcompression sur des matériaux irradiés aux neutrons et aux ions (protons et ions lourds). Les matériaux utilisés, les formes et dimensions des piliers ainsi que les paramètres d'irradiation utilisés dans ces études sont diverses. Sur les 20 études référencées, 11 concernent des matériaux à base fer ou du fer pur, parmi lesquels 6 ont été irradiés par des ions lourds. La fabrication des piliers est moins délicate après les irradiations aux protons, du fait que la couche irradiée est plus profonde et les piliers peuvent alors être plus gros. Les études sur les aciers austénitiques inoxydables irradiés aux protons (Jin et al. 2016; Vo et al. 2017; Reichardt et al. 2017) ont montré un comportement cohérent avec celui attendu par une microstructure irradiée, c'est-à-dire un durcissement et une localisation de la déformation plus importante. Parmi la vingtaine d'études citées dans le Tableau I-2, 9 proposent de comparer ces résultats à des essais de nanoindentation. Hormis l'étude de Wang et al sur du Zr-2,5Nb qui est un matériau très texturé, les durcissements évalués par microcompression sont cohérents avec les résultats obtenus par nanoindentation.

Pour résumer, les essais de microcompression sur des matériaux irradiés aux ions lourds donnent la possibilité d'obtenir une courbe contrainte-déformation sur de très petits volumes. Le comportement sous compression peut donc être étudié, et des valeurs de limite d'écoulement et de taux d'écrouissage peuvent être obtenues. Les difficultés principales sont d'ordre expérimental. La préparation des piliers peut être en partie automatisée, mais requiert plus de temps que la préparation de surface pour la nanoindentation. La réalisation de l'essai de compression requiert par ailleurs une certaine minutie. Cependant, la microcompression permet d'obtenir les propriétés mécaniques du matériau étudié sans besoin d'extrapoler les résultats comme c'est le cas pour la

nanos-indentation. Dans la littérature, la compression sur matériau irradié aux ions lourds est utilisée de manière superficielle ou transverse et les principales recommandations concernent la géométrie des piliers en termes de taille (rapport de forme entre 2 et 3) et d'angle de cône (le plus faible possible).

Auteurs, année	Matériau	Particule incidente	Energie particule	Profondeur d'irradiation	Dose (dpa)	Géométrie du pilier (largeur, facteur de forme)	Evaluation de l'effet de taille	Comparaison avec nano-indentation	Piliers en surface ou transverses
(Reichardt et al. 2017)	304SS	H	2 MeV	20 µm	5	Carré (2 µm, 2,5)	Non	Oui	Transverses
(Vo et al. 2017)	304SS	H	2 MeV	20 µm	10	Carré (3 µm, 3,33)	Non	Oui	Transverses
(Jin et al. 2016)	316L	H	2 MeV	20 µm	1 et 5	Cylindrique (de ~1 à ~12 µm, ~2)	Oui	Non	Transverses
(Pouchon et al. 2010)	Acier ODS	He	1.5 MeV	2.5 µm	1	Cylindrique (1 µm, NM <sup>1</sup> )	Oui/non (Taille de grain)	Oui	NM
(Hosemann et al. 2011b)	Acier ODS	Neutron et He	NM <sup>1</sup>	NM <sup>1</sup>	7,7 à 13	Carré (8 µm, 2)	Non	Oui	-
(Prasitthipayong et al. 2018)	Acier ODS	Fe	70 MeV	7 µm	1	Carré (3 µm, 2)	Non	Oui	Transverses
(Yano et al. 2017)	Acier ODS	Fe	5 MeV	2 µm	3 et 100	Carré (100 à 600 nm, 6)	Oui	Non	Surface
(Hosemann et al. 2011a)	HT9	H	NM <sup>1</sup>	NM <sup>1</sup>	25	NM <sup>1</sup>	Non	Oui	-
(Hosemann et al. 2008)	HT9	H + He	2 MeV et 2.5 MeV	20 µm et 4 µm	3 et 7 100 appm	Carré (5 µm, 2)	Non	Oui	Transverses
(Grieverson et al. 2012)	Fer pur	Fe	0.5 MeV et 2 MeV	1 µm	6	Cylindrique (<1 µm, ~8)	Non	Non	Transverses
(Landau et al. 2014)	Fer pur électro-plaqué	He	50 to 400 keV	1 µm	0,4 % He	Cylindrique (100 nm, NM <sup>1</sup> )	Non	Non	Surface
(Özerinç et al. 2014)	Cuivre amorphe	Néon	2,1 MeV	400 nm	NM <sup>1</sup>	Cylindrique (1 µm, 2)	Non	Non	Transverses
(Guo et al. 2013)	Cuivre	He	50 to 400 keV	1 µm	0,7	Cylindrique (120 nm, 4-5)	Non	Non	Surface
(Kiener et al. 2011)	Cuivre	H	1,1 MeV	8 µm	0,8	Cylindrique (de 80 à 1500 nm, >5)	Non	Non	Transverses
(Kiener et al. 2012)	Cuivre	H	1.1 MeV	8 µm	1	Cylindrique (de 80 à 2000 nm, NM <sup>1</sup> )	Non	Oui	Surface et transverse
(Sharon et al. 2014)	Cuivre	Cu	30 MeV	5 µm	23	Cylindrique (2 et 5 µm, 2)	Oui	Non	Surface
(Li et al. 2011)	Cuivre	He	De 25 à 400 keV	1 µm	7 % He	Cylindrique (500 nm, 2)	Non	Non	Surface
(Zhao et al. 2015)	Nickel	Ni	35 MeV	5 µm	40 25 2,5 et 0,25	Cylindrique (1 µm, 3)	Non	Non	Surface
(Shin 2014)	SiC	Si	5.4 MeV	2,5 µm	1	Cylindrique (830±230 nm, ~2)	Oui	Non	Surface
(Wang et al. 2018)	Zr-2.5Nb	Zr	40 MeV	7 µm	0,06 0,2 et 0,6 dpa	Cylindrique (~1,8 µm, ~2)	Oui	Oui	Surface

Tableau I-2 : Tableau récapitulatif des études menées avec l'utilisation de microcompression sur des matériaux irradiés

<sup>1</sup> NM = Non mentionné dans l'article

### *I.E.3 Résumé*

Les essais micromécaniques sont utilisés pour la caractérisation mécanique des effets d'irradiation aux ions. Parmi les différentes techniques existantes, la nanoindentation et la microcompression peuvent être utilisées pour évaluer le durcissement induit par irradiation. La nanoindentation permet d'obtenir la dureté du matériau à une profondeur donnée tandis que la microcompression donne accès à l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation. La technique de préparation est cependant plus aisée pour la nanoindentation, qui nécessite uniquement une bonne préparation de surface, alors que les micropiliers nécessitent l'utilisation d'un FIB. La réalisation des piliers est importante car elle peut induire des biais sur l'essai mécanique, tels qu'un rapport hauteur/diamètre ou un angle de cône trop importants. Ces deux techniques faisant appel à des volumes très faibles, un effet de la taille peut alors apparaître. Le traitement de cet effet de taille en nanoindentation se fait en évaluant la dureté à plusieurs profondeurs. La loi de Nix et Gao permet ensuite d'extrapoler les valeurs de dureté pour un matériau infiniment épais. Pour la microcompression, il est important de s'assurer que le volume est suffisamment important pour éviter cet effet. L'utilisation de la technique de microcompression pour évaluer le durcissement d'aciers austénitiques irradiés aux ions lourds n'est pas rapportée dans la littérature. Cette étude utilisera cette technique pour la première fois dans ce cadre.

### *I.F. Conclusions et plan de l'étude*

Les aciers austénitiques inoxydables constituent les éléments internes des REP. En service, le dommage neutronique subi par ce matériau induit des défauts microstructuraux qui modifient les propriétés mécaniques du matériau. Les défauts produits tels que des boucles de Frank et des cavités entravent l'avancée des dislocations lors d'une sollicitation mécanique, ce qui implique un durcissement du matériau, accompagné d'une réduction de l'allongement à rupture. Ajouté à cela, la présence d'un milieu agressif met en jeu la résistance à la corrosion de l'acier austénitique. Alors que les aciers austénitiques inoxydables non irradiés offrent une bonne résistance à la corrosion sous contraintes, l'irradiation les sensibilise à la fissuration intergranulaire. Les aciers austénitiques subissent alors le phénomène de corrosion assistée par irradiation.

Bien que les processus impliqués dans le phénomène d'IASCC ne soient pas clairement établis, les études paramétriques réalisées après irradiations aux neutrons ou aux ions ont permis d'éliminer certains facteurs. Les facteurs significatifs sont le milieu corrosif, la ségrégation élémentaire, le durcissement, la localisation de la déformation. Le milieu corrosif est essentiel à la formation de fissures intergranulaires. Bien qu'un acier irradié demeure plus sensible qu'un acier non irradié pour une même dureté, le durcissement est un contributeur important, notamment car il est corrélé au changement de mode de déformation, c'est-à-dire à la localisation de la déformation. La ségrégation élémentaire, bien que restant un paramètre de premier ordre en milieu REB, est moins marqué en milieu hydrogéné comme le milieu REP. Finalement, la localisation de la déformation est corrélée à la fissuration intergranulaire. En effet, ce mode de déformation peut induire de fortes contraintes locales, notamment au niveau des joints de grains. Lorsque la déformation s'accumule aussi

localement et que le joint de grains ne permet pas d'adapter la déformation par l'émission de dislocations dans le grain adjacent (glissement discontinu), celui-ci amorce une fissure.

Pour étudier ce phénomène d'IASCC et comprendre quel paramètre est néfaste ou bénéfique à la tenue du matériau, des études paramétriques sont réalisées. Bien que les études sur des matériaux irradiés aux neutrons soient possibles, celles-ci sont difficiles à mettre en place et plus limitées du fait de l'activation des matériaux sous irradiations aux neutrons. Les irradiations sont alors réalisées par d'autres particules, telles que les ions (protons et ions lourds), qui simulent le dommage neutronique. La non-activation du matériau et les forts flux de dose atteints permettent de manipuler les échantillons en laboratoire et d'atteindre des doses importantes dans des temps raisonnables. L'utilisation des irradiations aux ions lourds pour l'étude de l'IASCC s'est déjà montrée viable, c'est pourquoi cette thèse s'appuiera sur cette méthode pour la création de microstructures irradiées. Cette technique permet d'atteindre de fortes doses d'irradiation rapidement. Sa versatilité permet d'évaluer différentes microstructures et leur influence sur la fissuration intergranulaire.

Dans les travaux présentés dans ce manuscrit, les irradiations aux ions lourds ont été utilisées afin d'obtenir de fortes doses d'irradiation et des populations de cavités et de boucles de Frank, rapidement. Pour les irradiations aux ions, il est intéressant d'appliquer un décalage en température pour palier à un décalage en débit de dose par rapport aux irradiations aux neutrons, puisque ces deux paramètres jouent sur la densité et la taille des défauts d'irradiation. Ainsi, pour contrer l'augmentation du débit de dose dans les irradiations aux ions, la température d'irradiation est augmentée. Dans le cadre de notre étude, une température de 450°C sera choisie afin d'avoir une microstructure d'irradiation contenant des boucles de Frank permettant un durcissement et une sensibilité à la fissuration, comme l'a montré Gupta (Gupta 2016). Pour produire des cavités d'irradiation, la dose devra être suffisamment élevée pour produire des cavités d'irradiation visibles durant les examens en MET. Pour cela, une dose supérieure à celle utilisée par Gupta sera utilisée, puisque peu de cavités d'irradiation étaient visibles après les irradiations réalisées dans son étude. Une augmentation de la température à 600°C devrait permettre de diminuer fortement la population de boucles de Frank, et donc diminuer le durcissement. En irradiant le matériau à une même dose, des cavités de plus grosses tailles et moins nombreuses devraient être créées. L'implantation d'hélium en plus de la création du dommage d'irradiation devrait conduire à des populations de cavités moins denses et plus petites, à température donnée, et également à la présence de cavités intergranulaires.

Le rôle des cavités d'irradiation, en particulier les cavités intergranulaires, sur la sensibilité des aciers inoxydables à la fissuration intergranulaire n'est pas connu. D'après le modèle de barrières dispersées, les cavités participent au durcissement par irradiation mais leur participation à la localisation de la déformation est quant à elle sujette à discussion. Cette étude propose d'étudier le rôle de la présence de ces cavités sur la fissuration intergranulaire.

La faible pénétration des ions dans l'acier induit des microstructures d'irradiation hétérogènes et un besoin d'adapter les essais mécaniques aux faibles profondeurs atteintes, d'où le recours à des méthodes telles que la nanoindentation ou la microcompression. Les besoins expérimentaux des irradiations aux ions ont participé au développement de ces méthodes expérimentales. La nanoindentation a comme avantage d'être facilement appliquée, mais le traitement des résultats est peu commode, alors que les essais de microcompression permettent d'obtenir une courbe contrainte-déformation, bien que la préparation et la réalisation des essais soit compliquée par la

petite taille des échantillons. Les irradiations aux ions lourds seront utilisées dans cette étude, impliquant le recours à ces méthodes pour caractériser l'évolution des propriétés en fonction de la microstructure d'irradiation. Peu d'études concernent la microcompression de matériaux irradiés, moins encore sur les aciers austénitiques irradiés. Spécifiquement, les aciers austénitiques inoxydables irradiés aux ions lourds n'ont pas fait l'objet d'essais de microcompression dans la littérature, il est alors intéressant de se pencher sur ce type d'expérience pour estimer s'il s'agit d'une méthode viable pour l'estimation du durcissement. Cette thèse mettra en œuvre la microcompression sur ce type de matériau.

Par la suite, le chapitre II s'attachera à décrire le matériau à l'étude et les techniques expérimentales employées durant la thèse. Les irradiations aux ions réalisées ainsi que les choix pris y sont décrits. Les techniques de caractérisations microstructurales et mécaniques sont également détaillées. L'effet de la microstructure d'irradiation sur le durcissement et la sensibilité à la fissuration fera l'objet du chapitre III. Les microstructures d'irradiations y sont détaillées. Les durcissements obtenus par nanoindentation et microcompression sont donnés et discutés en fonction des microstructures d'irradiation. La sensibilité à la fissuration intergranulaire en milieu REP sera évaluée en milieu REP et fait l'objet de la fin du chapitre III, avec une discussion sur le rôle de la microstructure d'irradiation sur cette sensibilité. Enfin, une étude de l'influence de la localisation de la déformation fera l'objet du chapitre IV. En utilisant un même acier en faisant varier la taille des grains, l'objectif est de varier l'importance de la localisation de la déformation et d'évaluer l'impact sur la sensibilité à la fissuration intergranulaire.

## Chapitre II Démarche expérimentale

### II.A. Matériau à l'étude

#### II.A.1 Composition

Les matériaux utilisés dans cette étude sont les mêmes que ceux des éléments internes de cuve: des aciers austénitiques inoxydables, 304L hyperefforté ou 316L écroui. Leur faible taux de carbone permet d'éviter la formation de carbures de chrome aux joints de grains, qui provoquerait un appauvrissement local en chrome, et donc favoriserait la corrosion intergranulaire de l'acier. La composition de l'acier de type 304L utilisé dans cette étude est donnée dans le Tableau II-1. Il s'agit d'une nuance d'acier 304L qui a déjà été utilisée dans les travaux de thèse de Gupta et Cissé (Cissé 2012; Gupta 2016). Cela permettra également de comparer directement les résultats en supprimant un potentiel effet de composition sur la sensibilité à la fissuration. L'acier 304 peut être par ailleurs plus sensible que l'acier 316 à l'état irradié à la fissuration intergranulaire par corrosion sous contraintes, que ce soit en milieu REP (voir Figure II-1) ou en milieu REB (Jenssen et al. 1998).

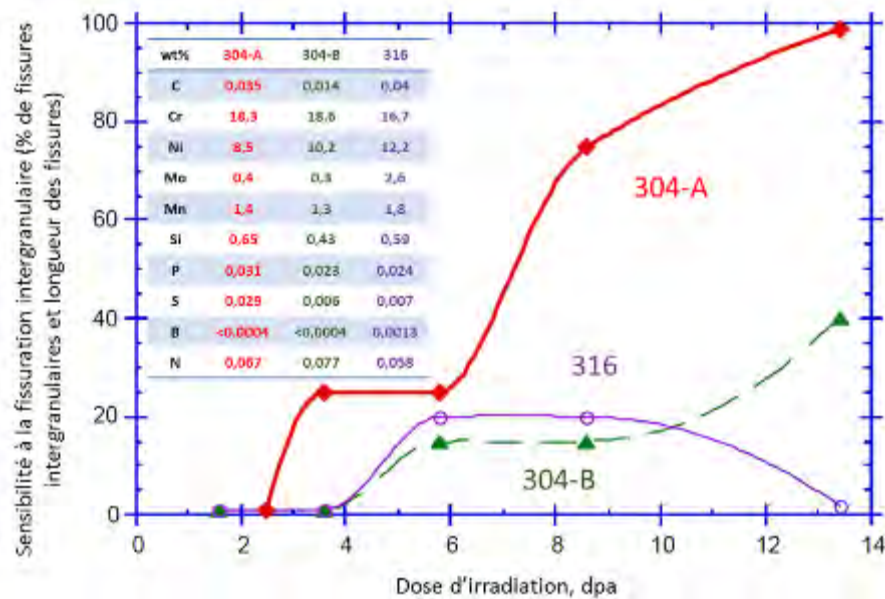


Figure II-1 : Evolution de la sensibilité des aciers 304 et 316 irradiés à la fissuration sous milieu désoxygéné en fonction de la dose. D'après (Bruemmer et al. 2000).

Fe	Cr	Ni	Mn	Si	Mo	Cu	C	P	Co
70,201	18,75	8,55	1,65	0,45	0,02	0,24	0,012	0,01	<0,05
Ti	S	N	Pb	W	Zr	B	Mg	V	Nb
<0,05	0,002	0,062	8ppm	0,035	12ppm	0	0,003	0,015	0

Tableau II-1 : Composition de l'acier à l'étude (nuance GV20).

La composition de cet acier a été déterminée par Cissé (Cissé 2012) par spectroscopie à couplage inductif (ICPS) et par spectroscopie à décharge lumineuse (GDMS). La première technique permet d'obtenir la composition des éléments majeurs (Fe, Cr, Ni, Ti, Mn, Mo, V, Cu, Si) et la seconde permet d'obtenir la composition en éléments mineurs tels que C, Si et Pb. La composition de cet acier est en accord avec les spécifications pour les aciers 304L (Pokor et al. 2008). Les principaux éléments d'alliages sont le chrome et le nickel. Le chrome est un élément alpha-gène qui confère à l'acier sa résistance à la corrosion. Le nickel permet quant à lui de stabiliser la phase austénitique, tout comme le manganèse. Le matériau est majoritairement constitué d'une phase austénitique de maille cubique face centrée (CFC) avec une phase ferritique résiduelle, de maille cubique centrée.

Théoriquement, la quantité de ferrite résiduelle peut être évaluée à partir de la composition chimique. Les aciers sont principalement des alliages Fe-Ni-Cr en quantité, mais le pouvoir alpha-gène et gamma-gène des éléments minoritaires peut être très important et il n'est donc pas possible de se baser pratiquement sur le chrome et le nickel pour estimer la proportion de ferrite dans l'acier. Les notions de pourcentage-chrome-équivalent ( $\%Cr_{\text{eq}}$ ) et pourcentage-nickel-équivalent ( $\%Ni_{\text{eq}}$ ) ont été établis pour faciliter la détermination de ce taux de ferrite résiduelle. Schaeffler a ainsi proposé deux formules (équations permettant de retrouver les valeurs  $\%Cr_{\text{eq}}$  et  $\%Ni_{\text{eq}}$  et un diagramme associé (Schaeffler 1949). Delong a par la suite proposé une nouvelle formule pour le calcul de  $\%Ni_{\text{eq}}$  en prenant en compte un effet important de l'azote ainsi qu'un nouveau diagramme (Guiraldenq and Duparc 2017). D'après ce diagramme (Figure II-2), le taux de ferrite théorique peut être estimé entre 8 et 9%.

$$\%Cr_{\text{eq}} = \%Cr + \%Mo + 1,5 * \%Si + 0,5 * \%Nb = 19,445\% \quad \text{II-1}$$

$$\%Ni_{\text{eq}} = \%Ni + 30 * \%C + 30 * \%N + 0,5 * \%Mn = 11,595\% \quad \text{II-2}$$

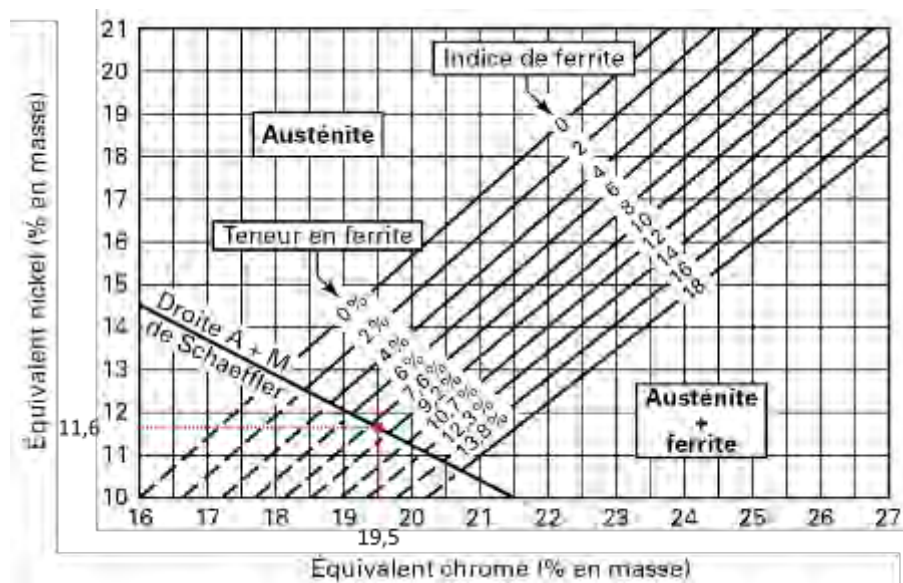


Figure II-2: Diagramme de Schaeffler (Schaeffler 1949). Estimation du taux de ferrite en fonction de la composition de l'acier. Le point rouge représente le taux de ferrite estimé d'après la composition du matériau de cette étude.



Egalement sensible à la composition chimique, l'énergie de faute d'empilement (EFE) permet de définir notamment le mode de déformation de l'acier. Deux méthodes permettent d'obtenir la valeur de cette EFE : d'une part, des corrélations ont été proposées à partir de la composition chimique de l'acier et d'autre part, les mesures par MET de la distance entre deux partielles<sup>2</sup> ou de la dissociation de jonctions triples (Edington et al. 1976). Il est cependant important de noter que plusieurs formules empiriques (Tableau II-2) ont été proposées pour obtenir cette valeur sur des alliages à base de fer, chrome et nickel, et que la variation des valeurs est importante d'une formule à l'autre (Meric de Bellefon and van Duysen 2016). Pour la nuance étudiée les valeurs de l'EFE varient entre 15,5 et 33,4 MJ/m<sup>2</sup>. En continuité avec les précédentes études de Gupta (Gupta 2016) et Le Millier (Le Millier 2014), on retiendra la valeur donnée par la formule de Pickering, soit 18,1 MJ/m<sup>2</sup> pour la nuance de cette étude.

Auteurs	Formules (MJ/m <sup>2</sup> )	EFE GV20
- Schramm et al. :	-53 + 6,2%Ni + 0,7%Cr + 3,2%Mn + 9,3%Mo	20,0
- Rhodes et al. :	1,2 + 1,4%Ni + 0,6%Cr + 17,7%Mn - 44,7%Si	33,4
- Pickering:	25,7 + 2%Ni + 410%C - 0,9%Cr - 77%N - 13%Si - 1,2%Mn	18,1
- Brofman et al. :	16,7 + 2,1%Ni - 0,9%Cr + 26%C	18,0
- Ojima et al.	5,53 + 1,40%Ni - 0,16%Cr + 17,10%N	15,5
- Yonezawa et al.	-7,1 + 2,8%Ni + 0,49%Cr + 2%Mo - 2%Si + 0,75%Mn - 5,7%C - 24%N	25,1

Tableau II-2 : Formules pour le calcul de l'énergie de faute d'empilement des aciers (Meric de Bellefon and van Duysen 2016)

## II.A.2 Microstructure de l'acier à l'étude

Les échantillons utilisés dans cette étude sont issus d'une plaque laminée en acier de référence GV20. Un bloc issu de cette plaque de dimensions 90\*90\*30 mm a été traité à 1050°C pendant 30 minutes avec un refroidissement dynamique à l'hélium, permettant d'obtenir une microstructure homogène et de relâcher les contraintes. Les directions du bloc sont repérées en fonction de la direction de laminage, notée L. Ainsi, la direction T correspond à la direction transverse au laminage et la direction S correspond à l'épaisseur de la plaque. Le laminage induit un arrangement de la phase ferritique contenue dans le matériau. La ferrite prend alors la forme de lamelles orientées dans la direction du laminage. Afin de caractériser la taille des grains et le taux de ferrite présents dans l'acier GV20 dans son état hypereffé, une attaque chimique a été pratiquée sur les trois faces métallographiques. Avec cet objectif, trois échantillons cubiques d'environ 1 cm<sup>3</sup> sont enrobés et polis mécaniquement avec des papiers abrasifs SiC jusqu'à la gamme 2400 puis à la pâte diamantée jusqu'à un grade de 1 µm. L'attaque chimique consiste à plonger un échantillon enrobé dans une solution d'acide nitrique (60% HNO<sub>3</sub>, 40% H<sub>2</sub>O) et à le soumettre à un potentiel électrique de 1,5V pendant 2 à 3 minutes. La solution d'acide nitrique attaque préférentiellement les précipités et les joints de grains. Sur la Figure II-3, on voit les grains austénitiques et les grains de ferrite observés

<sup>2</sup> L'énergie de faute d'empilement  $\gamma$  peut être calculée d'après l'espacement  $d$  de deux dislocations partielles de vecteur de Burgers  $b$ , du module de cisaillement du matériau  $G$  :  $d \approx \frac{Gb^2}{4\pi\gamma}$  (Lu et al. 2016)

avec un microscope optique. La forme de la ferrite est clairement dépendante de la face observée. Les images obtenues après les attaques chimiques ont été assemblées sur un cube pour un meilleur rendu visuel (Figure 4) ou le prélèvement des éprouvettes utilisées par la suite est représenté. La proportion de ferrite a été évaluée entre les différentes faces : 7,1% sur la face LS, 4,5% sur la face TL et 4.7 % sur la face ST. Le taux moyen de ferrite est de 5,4% dans la nuance étudiée. Cette valeur mesurée est plus faible que celle de 8-9% estimée par la méthode théorique de Schaeffler.

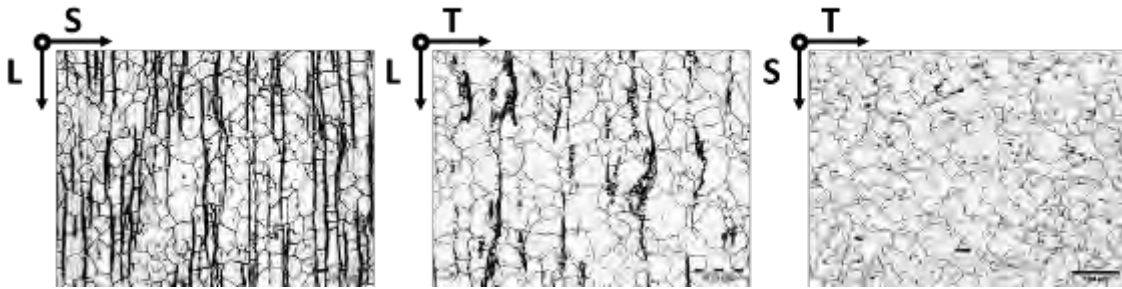


Figure II-3: Clichés pris au microscope optique des faces LS, LT et ST après attaque chimique. La ferrite correspond aux zones sombres sur les micrographies.

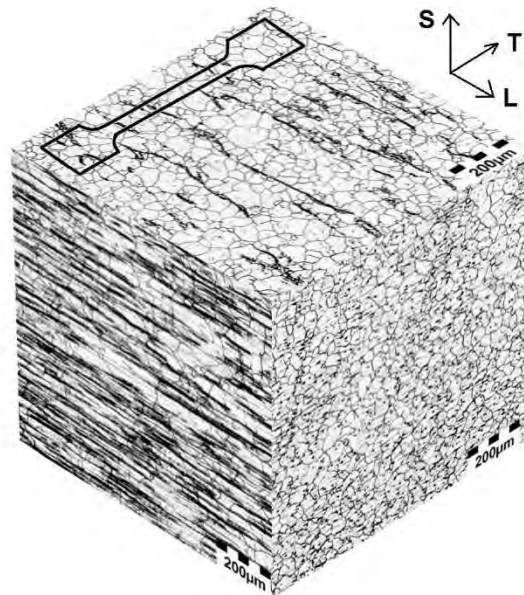


Figure II-4 : Microstructure en fonction de l'orientation métallographique. Reconstruction d'images prises par microscopie optique après attaque d'un échantillon issu de l'acier de la nuance GV20 étudiée. Une éprouvette de type dog-bone est schématisée sur ce cube, pour situer la direction métallurgique des éprouvettes prélevées.

La Figure II-5 représente la microstructure de l'acier GV20 analysée par EBSD. La technique EBSD (Electron Back Scatter Diffraction) permet d'obtenir des informations sur la microstructure granulaire d'un échantillon en surface, leurs orientations, tailles et la proportion des différentes phases en présence. Pour évaluer si le matériau est texturé, la distribution de désorientations aléatoires est comparée à un profil de désorientations aléatoires théorique d'un matériau non texturé dite de MacKenzie (Mackenzie 1958). Une désorientation aléatoire est obtenue en comparant l'orientation d'un point de la cartographie EBSD avec celle d'un point choisi aléatoirement dans la même cartographie. En traçant le profil de distribution d'un nombre suffisant de désorientations aléatoires, on obtient un profil représentatif du matériau analysé. La Figure II-6 montre le profil de désorientations obtenu sur une cartographie EBSD réalisé sur l'acier GV20, ainsi

que le profil de MacKenzie. Les deux distributions sont quasi-identiques, ce qui indique que l'acier GV20 n'est pas texturé. En fixant un seuil de désorientation de  $10^\circ$  entre grain, la taille moyenne des grains mesurée par cette technique est de  $21\ \mu\text{m}$ . Ce seuil de  $10^\circ$  n'est pas appliqué pour étudier la texture du matériau par distribution des désorientations, d'où le fait que des désorientations inférieures à  $10^\circ$  apparaissent sur la Figure II-6. La cartographie EBSD a également permis d'identifier que 41% des joints de grains sont des joints de macle. L'analyse des phases montre que la proportion de ferrite est de l'ordre de 2% sur la face LT ce qui est inférieur à celle déterminée en micrographie optique.

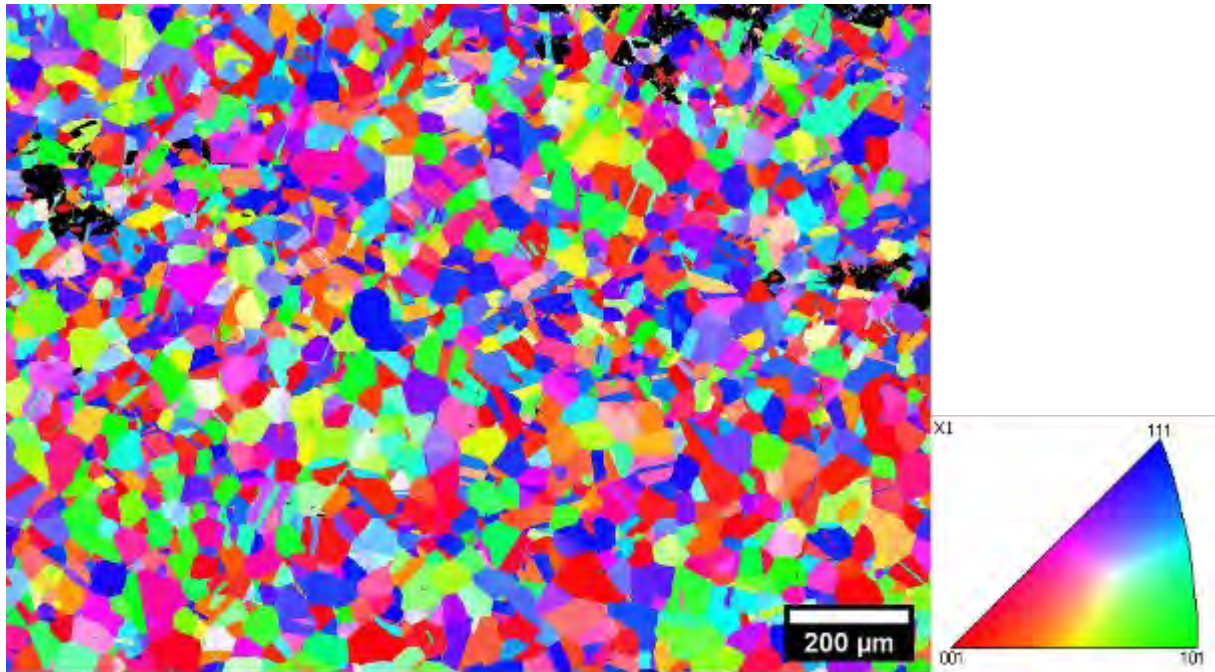


Figure II-5 : Figure de pôle inverse de la face LT de l'acier 304L à l'étude. Les points noirs correspondent à la ferrite.

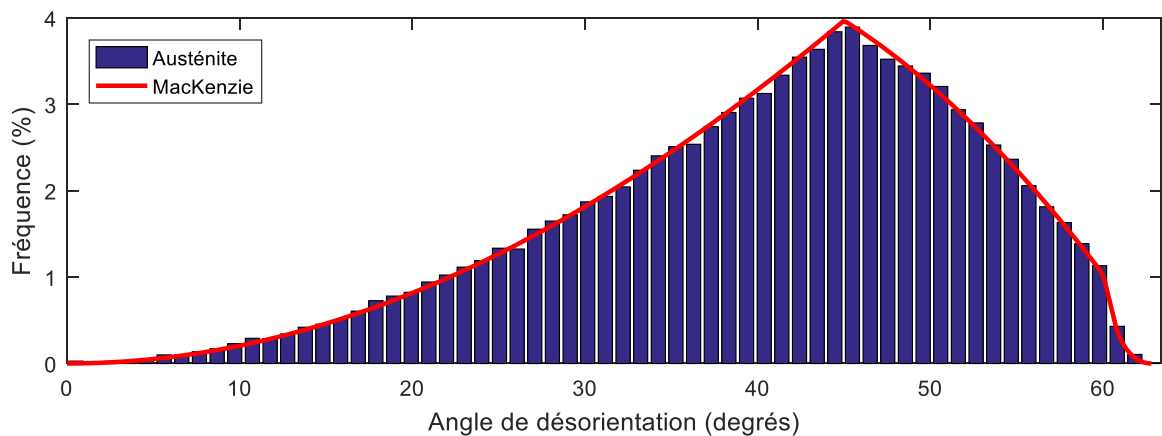
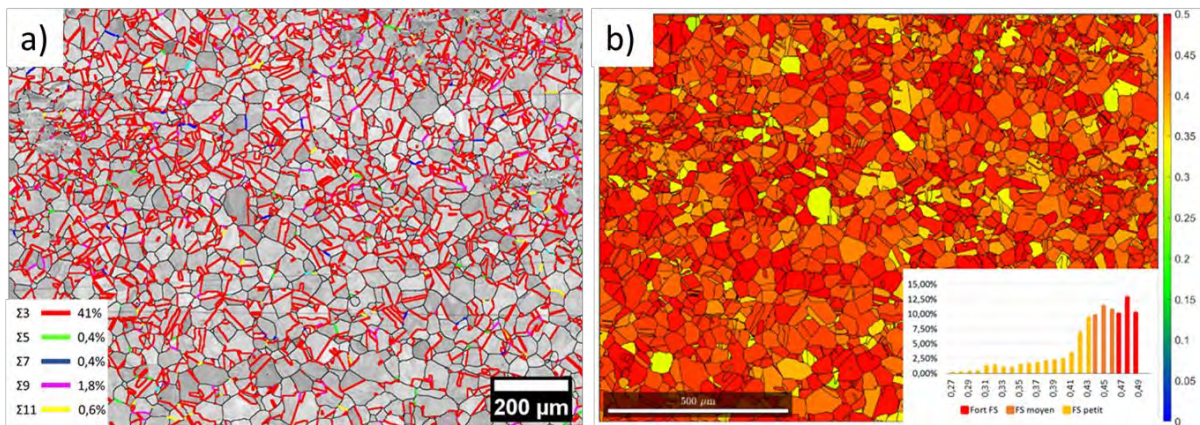


Figure II-6 Distribution des désorientations dans l'austénite et distribution aléatoire de MacKenzie. Le matériau à l'étude n'a pas de texture cristallographique.

L'analyse des joints de grains présents dans l'échantillon cartographié montre une forte proportion de joint de macle (41%), représentés en rouge dans sur la Figure II-7a. La majorité des joints de grains

sont cependant des joints de grains généraux (56%). Le reste (3%) étant des joints de grains CSL différents des joints de macle. La Figure II-7b représente la cartographie des facteurs de Schmid dans l'échantillon analysé. Trois groupes de facteurs de Schmid peuvent être créés (West and Was 2013), à savoir les facteurs forts (entre 0,47 et 0,5), les facteurs moyens (entre 0,44 et 0,47) et les facteurs faibles (en dessous de 0,44), représentés en rouge, orange et jaune, respectivement, dans l'encadré de la Figure II-7b. Pour ces trois groupes, on obtient des pourcentages de 33%, 32% et 35% respectivement, qui sont similaires entre eux. Cette observation ne concorde pas exactement avec les observations de Gupta (Gupta 2016) sur une surface de 0,1 mm<sup>2</sup>, où les valeurs étaient de 30%, 31% et 39% pour les facteurs faibles, moyens et forts respectivement. Cependant, la surface analysée ici est de 1 mm<sup>2</sup> environ, ce qui peut expliquer l'écart obtenu entre les deux analyses.



**Figure II-7 : Cartographies EBSD (même zone que la Figure II-5) représentant a) les joints de grains fortement désorientés en noir et les CSL en couleur (voir encadré sur l'image) et b) Les facteurs de Schmid maximum des grains sollicités en traction. L'encadré représente la distribution des facteurs de Schmid.**

### II.A.3 Caractéristiques mécaniques

Les caractéristiques mécaniques de la nuance GV20 ont été mesurées par essais de traction à vitesse de déformation constante ( $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ). Les essais ont été réalisés sur une machine de traction INSTRON à température ambiante (20°C) et à 340°C (représentative de la température moyenne des structures internes en REP), dont les courbes contrainte-déformation sont données par la Figure II-8. Les essais à 340°C ont été réalisés à l'aide d'un four dans lequel circule un flux d'argon. Les caractéristiques mécaniques sont rassemblées dans le Tableau II-3. La résistance mécanique de l'acier diminue avec la température.

Température d'essai	Rp (MPa)	0.2% Rm (MPa)	Allongement à rupture (%)	Allongement uniforme (%)
20°C	261±3	631±10	97,8±3	83,73±1
340°C	200±5	451±5	44±2	35±2

**Tableau II-3: Caractéristiques mécaniques de l'acier 304L**

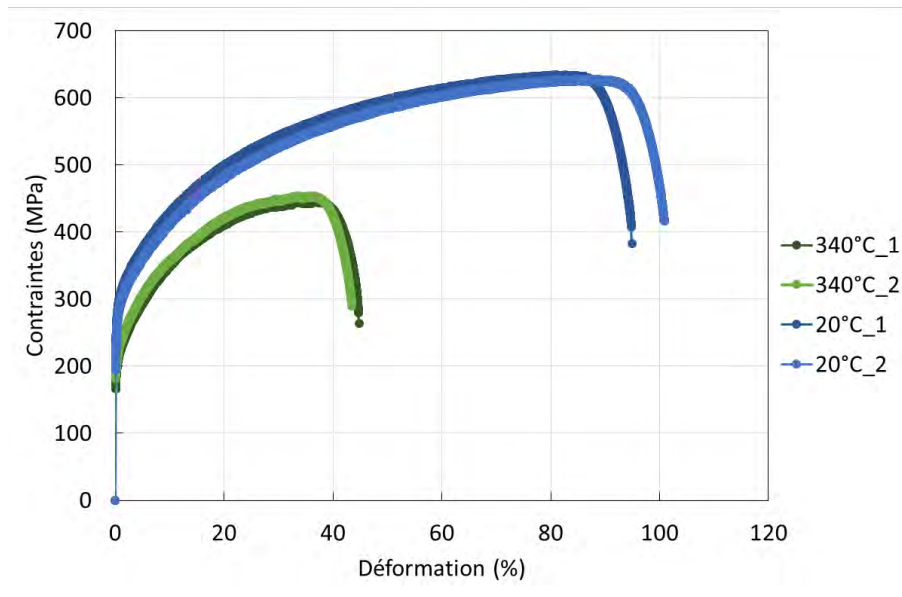


Figure II-8: Courbes contrainte-déformation de l'acier GV20 à l'étude, à température ambiante et à 340°C.

## II.B. Irradiations aux ions

L'objectif de cette étude est d'étudier l'impact de différentes microstructures d'irradiation sur la fissuration intergranulaire, notamment avec la présence de cavités d'irradiation intragranulaires mais aussi intergranulaires. Par ces irradiations aux ions, on tente donc d'obtenir des populations de défauts proches de celles obtenues en REP, et d'autres considérées comme microstructures modèles.

### II.B.1 Conditions d'irradiation

Dans cette étude, les irradiations aux ions lourds sont utilisées. En effet, elles permettent d'atteindre des flux de doses importants de l'ordre de  $10^{-3}$  dpa/s et d'atteindre ainsi un dommage important en quelques heures seulement sans activer la matière. Par ailleurs, J. Gupta (Gupta 2016) a montré dans ses travaux la possibilité de sensibiliser un acier austénitique inoxydable à la fissuration par corrosion sous contrainte en environnement REP après irradiations aux ions lourds. Le dommage d'irradiation n'est pas le seul endommagement que permet de simuler les irradiations aux ions. Lors d'irradiations aux neutrons des aciers austénitiques, de l'hélium se forme par transmutation du nickel et du bore<sup>3</sup>. La concentration en hélium augmente avec la dose d'irradiation. Elle a été évaluée à environ 15 appm/dpa en conditions REP (Garner 2012). La formation d'hélium peut être simulée par l'implantation d'ions hélium. Cet ion léger provoque peu de dommage d'irradiation lorsqu'il est implanté et perturbe peu le profil de dommage lors d'une irradiation aux ions lourds.

Les irradiations aux ions lourds ont été conduites sur la plateforme JANNuS-Saclay. La plateforme possède plusieurs accélérateurs permettant notamment de coupler 3 faisceaux simultanément dans

<sup>3</sup> Dans les aciers austénitiques inoxydables, de l'hélium peut être produit par transmutation à partir des éléments Ni et B. On retrouve principalement ces réactions :

- ${}^{58}_{28}\text{Ni} + {}^1_0\text{n} \rightarrow {}^{59}_{28}\text{Ni}^* + \gamma$  puis  ${}^{59}_{28}\text{Ni}^* + {}^1_0\text{n} \rightarrow {}^{56}_{26}\text{Fe} + {}^4_2\text{He}$
- ${}^{10}_5\text{B} + {}^1_0\text{n} \rightarrow {}^7_3\text{Li} + {}^4_2\text{He}$

une même chambre d'irradiation. L'accélérateur Epiméthée a permis d'obtenir le faisceau d'ions fer utilisé pour induire le dommage d'irradiation. L'accélérateur Pandore a servi pour obtenir le faisceau d'ions hélium pour simuler le phénomène de transmutation. Epiméthée a également permis l'implantation d'ions hélium lors d'une pré-implantation. Les chambres d'irradiations « 3F » et « E3 » ont été utilisées pour réaliser les irradiations. La chambre « 3F » est la chambre permettant de réaliser des expériences à triple faisceaux. Dans chacune des deux chambres, le contrôle thermique des échantillons lors de l'irradiation se fait à l'aide de quatre thermocouples placés sur le porte-objet chauffant et sur le bord des échantillons à irradier comme indiqué sur la Figure II-10b). Un dernier thermocouple permet d'assurer la régulation de la chauffe. Celui-ci n'est pas placé sur les échantillons pour ne pas être impacté par la montée en température des échantillons sous faisceau.

Une expérience d'irradiation se déroule en différentes étapes. Dans un premier temps, le porte échantillon est placé en contact avec le four de la chambre et les thermocouples en contact avec les échantillons sont connectés depuis l'intérieur de la chambre. La chambre d'irradiation est mise sous vide par pompage durant un minimum d'une nuit avant le démarrage de l'irradiation. Avant le début de l'expérience, le piège froid est mis en fonction. Il s'agit d'un anneau thermiquement conducteur qui est relié à un flux d'azote liquide. Cet outil permet de piéger les impuretés contenues dans le volume de la chambre et ainsi d'améliorer le vide. Une fois le vide suffisant (pression de la chambre  $<10^{-4}$  Pa), les échantillons sont mis en chauffe. La température visée avant irradiation est inférieure d'environ 25 degrés (cette valeur dépend de l'élément et du flux) à la température cible, du fait de l'effet thermique du flux d'ions. Une fois la température atteinte, les échantillons sont mis sous faisceau. La température des échantillons est ajustée en fonction de l'échauffement des échantillons lors de la mise sous flux. Au fil de l'irradiation, des mesures périodiques du flux sont réalisées à l'aide de cages de Faraday. Ces cages sont présentes au sein des chambres E3 (5 cages) et 3F (7 cages) et permettent de mesurer le courant induit par le faisceau d'ions. En connaissant notamment la charge des ions utilisés et les dimensions des cages, ces mesures de courant permettent d'obtenir une mesure du flux d'ions en  $\text{ions.cm}^{-2}.\text{s}^{-1}$ . Le suivi régulier du flux d'ions permet de s'assurer de la stabilité du faisceau et également de calculer la quantité d'ions implantés en  $\text{ions.cm}^{-2}$ . Si les mesures entre les différentes cages sont hétérogènes entre elles, cela peut indiquer que le faisceau est mal aligné. Si tel est le cas, un réalignement du faisceau est effectué jusqu'à obtenir des mesures homogènes entre les différentes cages.

Les ions fer ont été choisis comme particules incidentes lors des irradiations, car cet élément permet de ne pas affecter significativement la composition chimique du matériau après irradiation. Le matériau utilisé étant un alliage à base fer, cet ion peut être considéré comme un PKA (Primary Knock-on Atom : atome déplacé de son site cristallin par une interaction directe avec un neutron) car il produit une cascade de déplacements comparable à celle que l'on retrouve lors d'irradiations aux neutrons. Quatre campagnes d'irradiations ont été conduites à Jannus-Saclay avec pour objectif d'obtenir différentes microstructures d'irradiation, c'est-à-dire des populations de défauts différentes. Les irradiations diffèrent entre-elles par deux paramètres : la température et l'implantation d'hélium. La dose visée est de 20 dpa pour toutes les irradiations, ce qui permet d'évaluer l'impact des deux paramètres uniquement. Cette dose a été choisie pour assurer la production de cavités d'irradiations, puisque l'irradiation à 10 dpa (avant correction à 7 dpa) du même acier GV20 dans les travaux de Gupta (Gupta 2016) n'avait permis de produire que très peu de cavités. Par ailleurs cette dose permet également d'atteindre la saturation du durcissement (au-dessus de 5 dpa) et est complémentaire des doses étudiées par Gupta (Gupta 2016). Deux

températures ont été choisies. La première température de 600°C, permet d’obtenir une microstructure modèle. Cette température permet de supprimer (ou de diminuer très fortement) les boucles de Frank et d’avoir une population de cavités importante. La deuxième température choisie, 450°C, permet de conserver une population de boucles de Frank et d’obtenir une population de cavités de taille différente. Cette température doit permettre de se rapprocher qualitativement des populations de défauts observés après irradiations aux neutrons à ~340°C. La différence de température (450°C vs 340°C) vise à compenser la différence de flux de dose entre les irradiations aux neutrons et aux ions lourds (Mansur 1978; Was and Averbach 2012). Pour chacune de ces températures, deux irradiations ont été réalisées : l’une avec implantation d’ions hélium et l’autre sans implantation. La quantité d’ions hélium visée pour ces implantations est établie en fonction de la quantité d’ions hélium créée lors des irradiations aux neutrons des composants REP (~15 appm/dpa). Les quatre campagnes d’irradiation sont désignées par la suite Fe-He-450, Fe-450, Fe-He-600 et Fe-600 pour les irradiations aux ions fer à 450°C avec et sans hélium et pour les irradiations à 600°C avec et sans hélium, respectivement.

### II.B.2 Préparation des échantillons

L’irradiation aux ions lourds est choisie pour obtenir un dommage d’irradiation conséquent en peu de temps. Deux types d’échantillons ont été irradiés (Figure II-9) : des éprouvettes de traction de type dog-bone pour réaliser des essais de traction en autoclave ainsi que les essais de traction in-situ, et des barres pour réaliser les caractérisations microstructurales post irradiation. Lors de l’irradiation, les barres et les éprouvettes dog-bone sont placées sur un porte-échantillon comme le montre la Figure II-10a. Les échantillons ont été prélevés dans la direction TL sauf dans le cas de l’irradiation aux ions fer à 600°C – qui fût la première irradiation réalisée dans le cadre de cette thèse – où les éprouvettes ont été prélevées dans le sens LT en raison d’un mauvais repérage des directions métallurgiques sur le bloc utilisé. Les attaques chimiques, réalisées après cette première irradiation, ont permis d’identifier les directions correctes du bloc à partir de l’orientation de la ferrite. Les éprouvettes et les barres ont été prélevées à plus de 3 mm des surfaces inférieures et supérieures du bloc afin d’éviter les effets de bords. Des plaques de dimensions 20x40x1 mm<sup>3</sup> ont également été irradiées (Fe-450 et Fe-He-600) à partir desquelles les éprouvettes et barres ont été usinées après les irradiations.

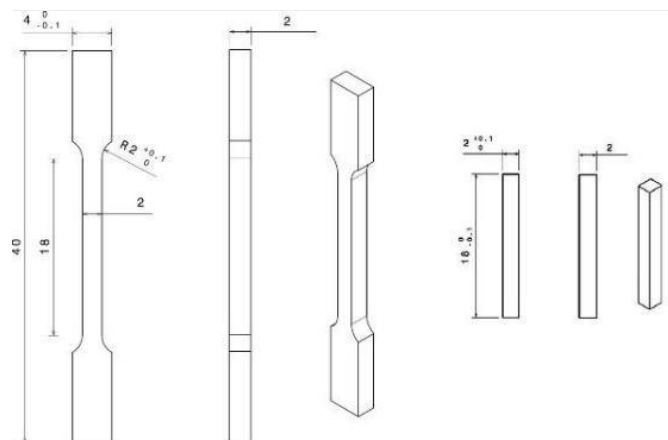
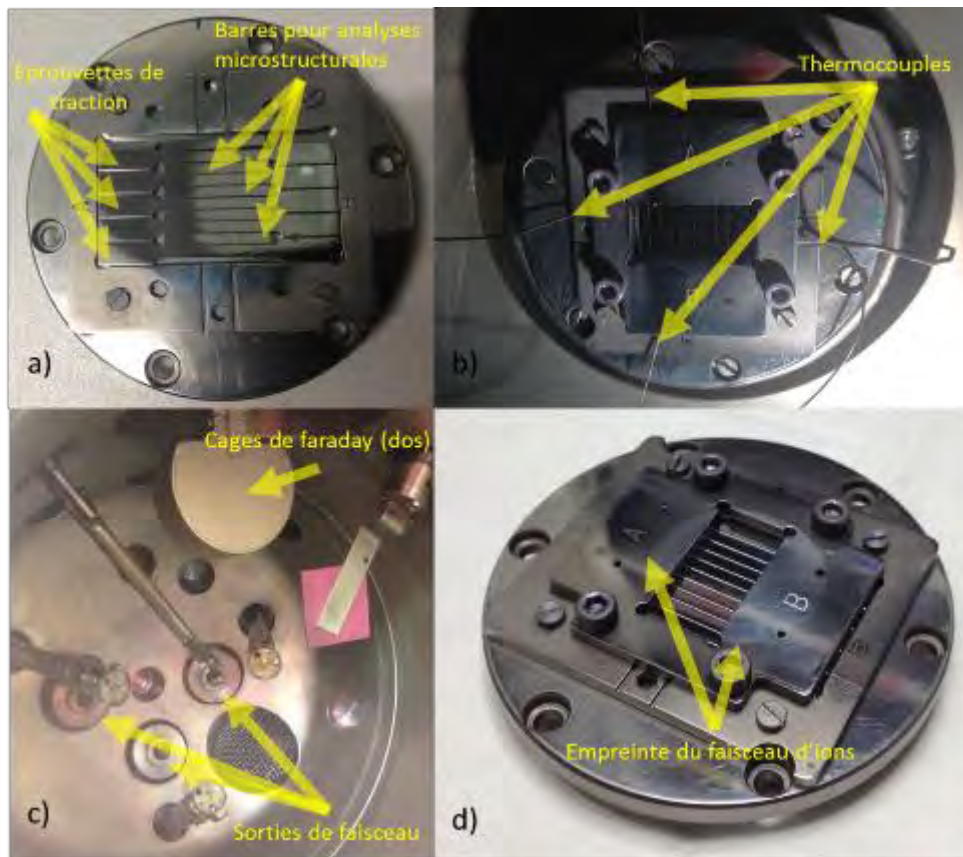


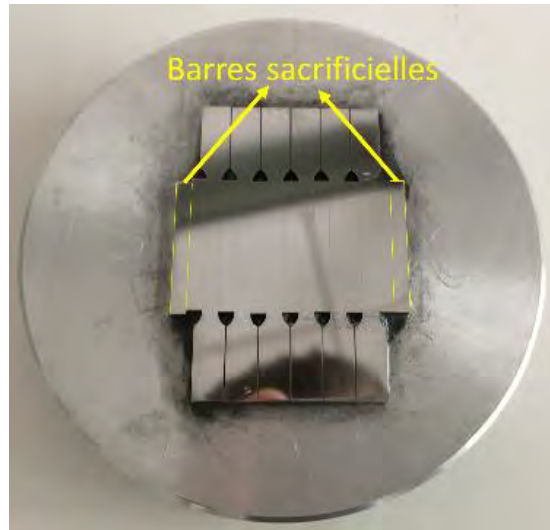
Figure II-9 : Géométries des éprouvettes de traction et des barres utilisées



**Figure II-10:** Porte échantillon utilisé pour les irradiations aux ions lourds. a) Eprouvettes et barres placées dans le porte-échantillons. b) Porte-échantillons placé dans la chambre d'irradiation avec les thermocouples connectés. c) En regard des échantillons, les sorties de faisceau et cages de Faraday. d) Après irradiation, visualisation de l'empreinte laissée par le faisceau d'ions.

Les éprouvettes et les barres sont polies après usinage. Un bon état de surface est requis pour permettre une pénétration homogène des ions et éviter des points chauds lors de l'irradiation. L'ensemble des échantillons dédiés à une irradiation a été poli en même temps sur un même support (voir Figure II-11), afin d'éviter les différences d'épaisseur qui pourraient survenir lors d'un polissage individuel de chaque échantillon. On obtient ainsi une différence d'épaisseur maximale de 50  $\mu\text{m}$  entre les échantillons. Le polissage groupé permet également d'assurer un même état de surface entre les échantillons. Les artefacts de polissage sur les bords sont évités en disposant une barre sacrificielle de chaque côté (Figure II-11). Ces barres ne sont pas utilisées par la suite. Les échantillons sur leur support sont mécaniquement polis à l'aide de papiers abrasifs SiC de grades 320, 600, 1200 puis 2400. Entre chaque étape, le montage est nettoyé au jet d'eau. L'épaisseur est contrôlée systématiquement avant le passage à un grain plus fin pour vérifier que la perte en épaisseur n'est pas trop conséquente. La pâte diamantée est ensuite utilisée sur un drap ALS. Des granulométries de 6  $\mu\text{m}$ , 3  $\mu\text{m}$ , 1  $\mu\text{m}$  puis 1/4  $\mu\text{m}$  sont successivement utilisées. Les mêmes processus de nettoyage et de vérification sont appliqués aux échantillons entre chaque granulométrie.





**Figure II-11: Support de polissage. 6 éprouvettes et 8 barres sont disposées sur ce support. Deux barres sacrificielles sont utilisées sur les côtés pour éviter d'avoir des bords arrondis sur les barres irradiées. Une barre et une éprouvette excédentaires permettent d'assurer un couple d'échantillons de remplacement en cas de problème entre la phase de polissage et d'irradiation.**

Le polissage mécanique par papier SiC et pâte diamantée laisse en surface une couche écrouie d'épaisseur variant entre 0,5 et 1  $\mu\text{m}$  contenant des grains de taille nanométrique et qui peut affecter la microstructure d'irradiation (Gupta 2016). Pour supprimer cette couche nanostructurée, on utilise le vibropolissage sur silice colloïdale dont la taille des grains est de 25 nm. Pour s'assurer que la couche écrouie est bien supprimée, 2  $\mu\text{m}$  sont retirés par vibropolissage. La technique est sensible à plusieurs paramètres, et la vitesse d'abrasion en surface varie selon le poids du support sur lesquels sont posés les échantillons, la puissance du vibreur, le drap de polissage utilisé, le type de silice utilisée, et bien sûr le temps de polissage. Les échantillons ont généralement été vibropolisés durant une nuit avec un support de 250 g, sur un drap ALS avec de la silice « POM8 » (solution à pH neutre) fournie par la société ESCIL. La perte d'épaisseur a cependant systématiquement été contrôlée à la suite du vibropolissage. Ce contrôle de perte d'épaisseur est réalisé à l'aide d'un poinçon d'environ 2  $\mu\text{m}$  de profondeur réalisé par un indenteur micro-duromètre à la suite du polissage des échantillons sur pâte diamantée. La mesure de la profondeur du poinçon après vibropolissage, calculée d'après la taille des diagonales du poinçon en surface, permet de contrôler la perte d'épaisseur (voir Figure II-12)

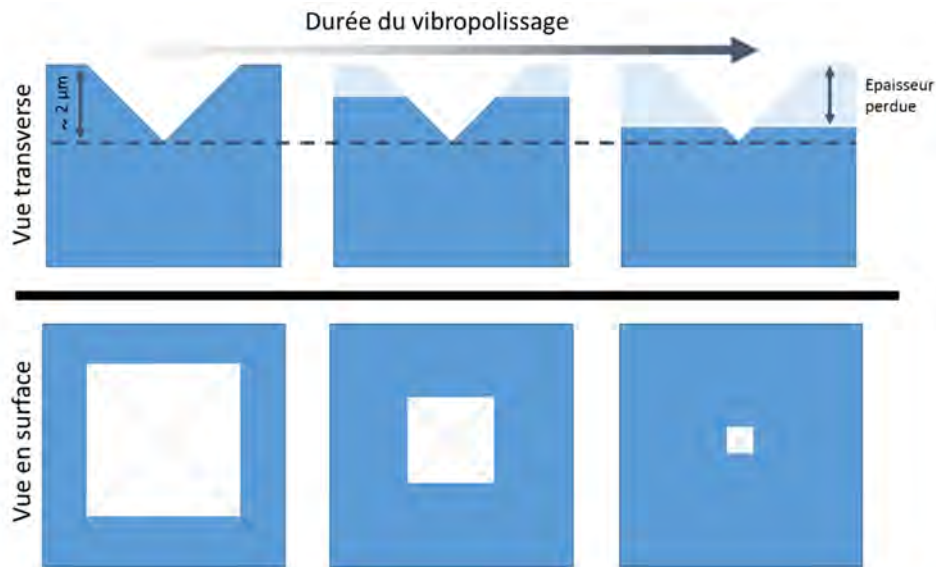


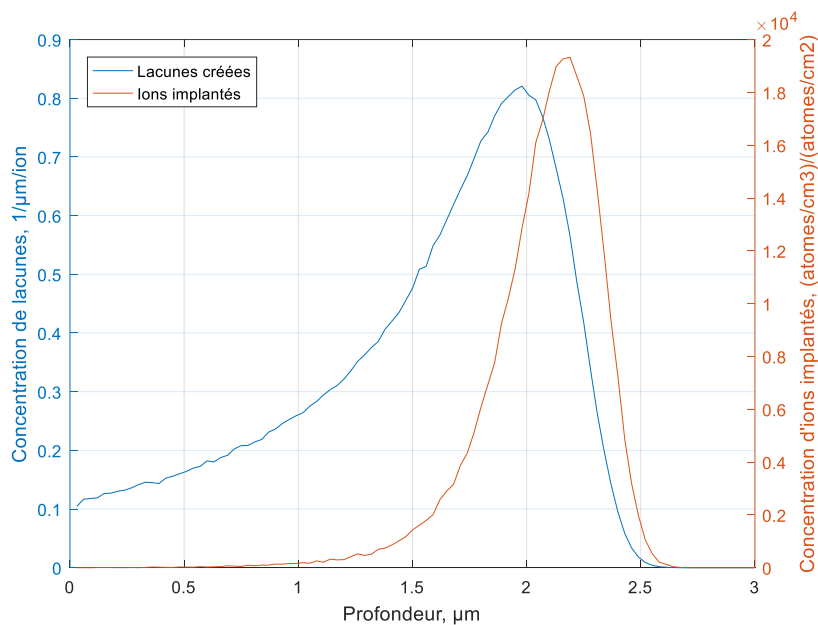
Figure II-12 Diminution d'épaisseur par polissage. Les poinçons en surface permettent de suivre la perte d'épaisseur.

### II.B.3 Calcul des profils d'irradiation

Pour connaître la profondeur atteinte par les ions dans le matériau et calculer la fluence nécessaire pour obtenir la dose d'irradiation voulue en dpa, une simulation du profil d'irradiation est nécessaire. Cette simulation est réalisée à l'aide du logiciel SRIM (Stopping and Range of Ions in Materials) (Ziegler et al. 2008). Ce logiciel permet de simuler l'irradiation et l'implantation d'ions dans les matériaux. Les principaux paramètres sont le type d'ions incidents, leur énergie et le matériau considéré. Il est basé sur une approche Monte Carlo des interactions entre les particules accélérées avec les noyaux et les électrons des atomes contenus dans un matériau. Le logiciel simule un trajet rectiligne de l'ion incident jusqu'à ce qu'il soit suffisamment proche d'un atome du matériau pour provoquer une collision. SRIM ne prend pas en compte certains aspects, notamment les potentiels effets de température sur ces interactions. En cela, les résultats donnés par SRIM constituent une approximation du dommage et non pas à une solution exacte. Dans les calculs effectués ici, la composition du matériau (fer, chrome, nickel, manganèse et silicium) est renseignée pour plus de précision dans le calcul. L'angle des faisceaux incidents sur l'échantillon peut également être pris en compte. L'énergie de migration des atomes contenus dans le matériau cible utilisée est de 40 eV pour les calculs de profils de dommage comme conseillé par Stoller (Stoller et al. 2013) pour les alliages à base fer. Dans le cas d'une irradiation aux ions fer 10 MeV avec une incidence normale, le profil de dommage d'irradiation obtenu est représenté sur la Figure II-13. Cela correspond au nombre d'atomes déplacés ( $V$ ) dans le matériau par unité d'ion implanté et par unité de longueur suivant la profondeur. Le profil s'étend de la surface jusque 2,5  $\mu\text{m}$  environ, avec un pic autour de 1,9  $\mu\text{m}$ . A partir de ce calcul, le flux de dose ( $v$ ) en dpa/s peut être calculé. Il est obtenu à l'aide d'un flux d'ions ( $\phi$ ) en  $\text{ions}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{s}^{-1}$ , de la quantité d'atomes déplacés ( $V$ ) calculé par SRIM et de la densité ( $N$ ) en  $\text{atomes}\cdot\text{m}^{-3}$  du matériau irradié selon  $v = \phi V/N$ . La fluence est alors déterminée pour atteindre la dose désirée en surface. En plus du profil de dommage, le profil d'implantation des ions est donné, pour rendre compte de la localisation des ions injectés par l'irradiation. La Figure II-13 montre que le pic d'implantation des ions est décalé par rapport au pic d'endommagement. De plus, les ions se concentrent au niveau d'une zone d'environ 1,5  $\mu\text{m}$  en profondeur. Les ions fer

utilisés pour l'irradiation constituent en fin de parcours des éléments interstitiels qui viennent perturber la combinaison des défauts ponctuels entre eux. Cette perturbation a alors un impact sur la germination d'amas de défauts tels que les cavités (Garner 1983).

Des calculs SRIM ont également servi à évaluer le profil d'implantation des ions hélium d'énergie 1 MeV dans la matière. Le profil d'implantation correspondant à un faisceau d'ions hélium accélérés à 1 MeV est donné en Figure II-15a). Cette figure montre que le profil obtenu est concentré sur une plage limitée de profondeur, du fait de l'utilisation d'une seule énergie d'accélération. Pour élargir le profil d'implantation des ions hélium<sup>4</sup>, il faudrait utiliser plusieurs énergies de faisceaux incidents. Une alternative à la réalisation de plusieurs irradiations, est de « dégrader » un seul et même faisceau d'ions hélium d'énergie incidente de 1 MeV pour obtenir plusieurs énergies.



**Figure II-13 : Profil de création de lacunes généré par la simulation d'une irradiation aux ions fer 10 MeV à incidence normale sur l'acier austénitique.**

La mise en œuvre pratique de ce concept à Jannus est basée sur un « dégradeur » composé d'un ensemble de feuilles d'aluminium de différentes épaisseurs pour que l'énergie des ions soit plus faible. Plus l'épaisseur d'aluminium à traverser est importante, plus la perte en énergie est grande. L'interaction des ions hélium avec les atomes d'aluminium induit également une déviation de leur trajectoire initiale. Ainsi, tous les ions hélium sortant d'une feuille d'aluminium n'atteignent pas la cible. De plus, si la déviation est suffisamment importante, l'ion hélium ne sort pas de l'aluminium puisque l'épaisseur d'aluminium à traverser devient plus importante. Pour le calcul du profil d'implantation d'ions hélium en prenant en compte le dégradeur, plusieurs aspects sont donc à prendre en compte :

- Perte d'énergie cinétique des ions hélium en sortie

<sup>4</sup> La dégradation du faisceau d'ions fer pour homogénéiser le profil d'endommagement n'aurait pas d'intérêt puisque qu'il amènerait également le profil d'implantation à se décaler, ce qui perturberait la création de défauts d'irradiation.

- Déviation des ions hélium en sortie
- Quantité d'ions absorbés par l'aluminium
- Position de l'ion hélium en entrée de la feuille d'aluminium.

Le dispositif dégradeur utilisé ne peut accueillir que 5 feuilles d'aluminium en plus d'un espace vide obligatoire pour laisser passer le faisceau non dégradé et effectuer la mesure du flux d'ions hélium en sortie d'accélérateur (voir Figure II-14). Les feuilles d'épaisseurs 2,4 ; 2 ; 1,6 ; 1,2 et 0,8  $\mu\text{m}$  ont été utilisées. Le passage d'un faisceau d'ions hélium de 1 MeV au travers de chacune de ces feuilles est simulé sur un grand nombre d'ions (typiquement un million pour obtenir une bonne statistique sur les ions perdus et la position des ions en sortie de feuille). Cette simulation avec SRIM donne pour chaque ion transmis au-delà de l'aluminium son énergie, sa position et sa direction. Le trajet des ions dans le vide entre la feuille d'aluminium et la cible est ensuite rectiligne. En connaissant les dimensions de la chambre d'irradiation et leur trajectoire en sortie de chaque feuille d'aluminium, on évalue le ratio d'ions (R) atteignant la cible en fonction de l'épaisseur d'aluminium traversé. Chaque profil d'implantation a été pondéré par les ratios (R) correspondants, ainsi que la surface occupée par ces feuilles sur le dégradeur (la structure du dégradeur qui permet de soutenir les feuilles d'aluminium est opaque aux faisceaux d'ions). Ces profils sont ensuite superposés. Ensuite, de la même manière que pour l'irradiation aux ions fer, la fluence d'irradiation est ajustée afin d'obtenir la concentration désirée (voir Figure II-15b). Ce type de profil a été obtenu pour les deux irradiations Fe-He-450 et Fe-He-600.



Figure II-14: Chambre 3F de Jannus avec le dégradeur installé en regard de la sortie du faisceau He.

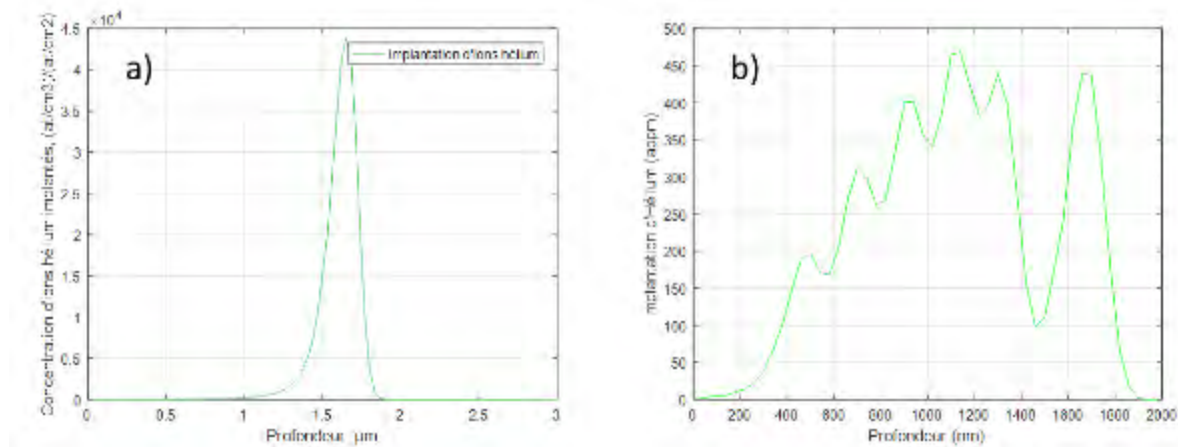


Figure II-15 : a) Profil d'implantation des ions hélium accélérés à 1 MeV. b) Profil d'implantation des ions hélium dans l'acier 304 en utilisant un dégazeur à 5 épaisseurs d'Al.

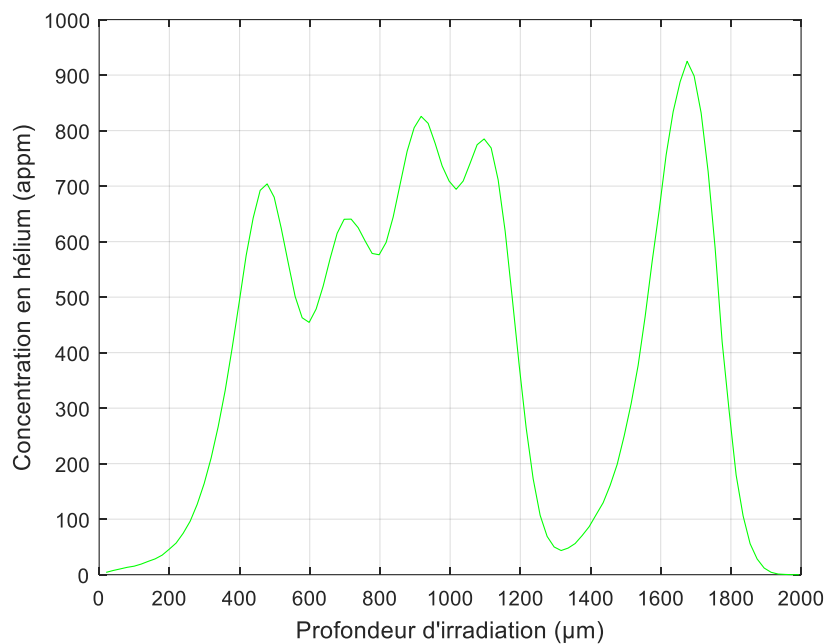
### II.B.4 Description des irradiations réalisées

L'irradiation aux ions fer à 450°C (Fe-450) a été réalisée dans la chambre d'irradiation E3 de la plateforme Jannus. L'objectif de cette irradiation était d'atteindre une dose de 20 dpa en surface des échantillons en implantant  $1,6 \cdot 10^{17}$  ions(Fe).cm<sup>-2</sup>. La durée d'irradiation est de 19h40min. Le flux d'ions visé était de  $25 \cdot 10^{11}$  ions.cm<sup>-2</sup>.s<sup>-1</sup>. Le courant mesuré par les cages a été stable et homogène durant l'irradiation, mais plus faible que prévu avec un flux calculé de  $22,6 \pm 3 \cdot 10^{11}$  ions.cm<sup>-2</sup>.s<sup>-1</sup>. La température d'irradiation, contrôlée par thermocouples, a été stable durant l'expérience avec une température moyenne de  $450 \pm 10$ °C.

L'irradiation aux ions fer à 600°C (Fe-600) s'est déroulée en 2 étapes de 6h puis 7h40 dans la chambre 3F avec un faisceau incident incliné à 15° par rapport à la surface des échantillons. La caméra thermique a été utilisée, mais la régulation en température s'est faite à partir des mesures par thermocouples. La dose visée était de 20 dpa en surface, soit  $1,4 \cdot 10^{17}$  ions(Fe).cm<sup>-2</sup>. La température d'irradiation a été stable avec une moyenne de  $600 \pm 10$ °C. Le courant des cages de Faraday a été mesuré tout au long de l'irradiation et a été très stable avec un flux mesuré de  $28,4 \pm 3 \cdot 10^{11}$  ions.cm<sup>-2</sup>.s<sup>-1</sup>.

L'irradiation aux ions fer et hélium à 600°C (Fe-He-600) s'est déroulée en 2 étapes. Une coimplantation d'ions fer et hélium n'était pas possible, du fait de l'indisponibilité d'un accélérateur au moment de l'irradiation, empêchant l'irradiation des échantillons avec deux faisceaux simultanés. La pré-implantation à froid provoque la diminution de taille la plus importante parmi les trois modes d'implantation des ions hélium (voir figure chapitre I), la pré-implantation à chaud a été choisie pour ne pas obtenir une population de cavités trop petites. La première étape a alors consisté en l'implantation des ions hélium à 600°C et la seconde en l'implantation des ions fer et donc à l'implantation du dommage d'irradiation. Cette double irradiation avec pré-implantation a nécessité l'utilisation de l'accélérateur Epiméthée dans le cas des ions fer et des ions hélium. Un accélérateur ne peut pas fournir plusieurs ions simultanément. De plus, au moment de l'irradiation, aucun autre accélérateur ne pouvait fournir d'ions hélium, ou d'ions fer à un flux suffisamment important. En ce sens, une irradiation avec des ions nickel et hélium a été tentée en utilisant l'accélérateur Japet pour les ions nickel. Cependant, le flux d'ions nickel était insuffisant pour atteindre les 20 dpa en une

durée d'irradiation raisonnable. C'est en partie pourquoi une pré-implantation d'ions hélium suivie d'une irradiation aux ions fer a été choisie. La pré-implantation et l'irradiation se sont déroulées successivement sans refroidissement des échantillons. La transition entre implantation en ions hélium et fer a duré 30 minutes. La fluence visée en ions hélium était de  $3,2 \cdot 10^{16}$  ions(He).cm<sup>-2</sup>. Le flux moyen pour cette implantation est de  $20,5 \pm 4 \cdot 10^{11}$  ions(He).cm<sup>-2</sup>.s<sup>-1</sup> et a duré 4h20. L'irradiation aux ions fer a quant à elle duré 17h avec un flux moyen de  $26 \pm 8 \cdot 10^{11}$  ions(He).cm<sup>-2</sup>.s<sup>-1</sup>. La fluence visée en ions fer était de  $1,4 \cdot 10^{17}$  ions(Fe).cm<sup>-2</sup>. La température a été contrôlée par thermocouples durant l'expérience et a été de  $600^\circ\text{C} \pm 20^\circ\text{C}$ . Une erreur lors du calcul du profil d'implantation en ion hélium a induit une sous-estimation de la quantité d'ions hélium implantés. Ainsi, 30 appm/dpa ont été implantés au lieu des 15-20 appm/dpa visés. De plus, l'erreur de calcul a influé sur le choix des épaisseurs de feuilles d'aluminium du dégradeur. Ainsi, 4 épaisseurs différentes ont été utilisées, à savoir 2,4 µm ; 2,4 µm ; 2 µm ; 1,6 µm ; 1,2 µm. Le profil est donné en Figure II-16.



**Figure II-16: Profil d'implantation des ions hélium lors de l'irradiation Fe-He-600.**

Suite à ces trois irradiations, une erreur sur les mesures des cages de Faraday a été annoncée par la plateforme Jannus-Saclay. Les mesures de flux ont alors dû être réévaluées ainsi que les valeurs de fluences d'irradiation. Pour l'irradiation Fe-450, un échantillon test de carbone vitreux avait cependant été placé sous faisceau. Cet échantillon a alors reçu la même quantité d'ions fer que les éprouvettes et les barres placées dans le porte échantillon. Une analyse RBS<sup>5</sup> a été effectuée sur cet échantillon de carbone vitreux et a évalué la fluence de l'irradiation à  $65 \pm 12 \cdot 10^{15}$  ions.cm<sup>-2</sup> soit un facteur correctif de 0,33 à 0,48 et un dommage d'irradiation de  $8 \pm 1$  dpa. Cette correction n'étant valable que sur les irradiations menées dans la chambre E3 et non sur celle réalisées dans la chambre 3F. Les doses d'irradiation données à la fin des autres irradiations doivent être ajustées par un

<sup>5</sup> L'analyse RBS réalisée au CENBG consiste à envoyer des protons à 2,5 MeV sur l'échantillon de carbone vitreux placé dans un vide de  $3 \cdot 10^{-4}$  Pa et à détecter l'énergie des particules incidentes rétrodiffusées à  $160^\circ$  de la direction initiale. Par simulation théorique des spectres expérimentaux, la composition du matériau étudié est estimée.

## Démarche expérimentale

facteur compris entre 0,4 et 0,8 indiqué par la plateforme, soit des doses de  $12 \pm 4$  dpa. A la suite de la constatation de cette erreur de mesure de flux, une correction a été apportée au dispositif de mesure de flux sur la plateforme d'irradiation. La plateforme assure désormais une valeur de la fluence après irradiation avec une erreur de  $\pm 25\%$ .

L'irradiation aux ions fer et hélium à  $450^\circ\text{C}$  (Fe-He-450) s'est déroulée en 4 étapes pour une durée totale de 15h et 10 minutes. Pour cette irradiation, les ions hélium n'ont pas été préimplantés à chaud comme pour l'irradiation Fe-He-600 mais implantés simultanément avec les ions fer. La co-implantation des ions hélium a été rendue possible par l'utilisation de l'accélérateur Pandore, indisponible pour les irradiations précédentes. Les ions fer ont été implantés à l'aide de l'accélérateur Epiméthée, comme pour toutes les autres irradiations. L'erreur sur l'implantation des ions hélium ayant été détectée, l'implantation s'est faite cette fois-ci en utilisant 5 épaisseurs de feuilles d'aluminium :  $2,4 \mu\text{m}$  ;  $2 \mu\text{m}$  ;  $1,6 \mu\text{m}$  ;  $1,2 \mu\text{m}$  ;  $0,8 \mu\text{m}$  en visant une moyenne de 15 appm/dpa. La température d'irradiation est de  $450 \pm 15^\circ\text{C}$ . L'erreur sur la mesure de flux ayant été qualifiée, il a été choisi de réaliser une irradiation jusque 10 dpa en surface. Le flux d'ions hélium est de  $2,7 \pm 1.10^{11}$  ions(He). $\text{cm}^{-2}.\text{s}^{-1}$  et le flux d'ions fer est de  $1,5.10^{12}$  ions(Fe). $\text{cm}^{-2}.\text{s}^{-1}$ . Le profil d'implantation est donné en Figure II-15.

Le Tableau II-4 rassemble les informations concernant les conditions expérimentales des irradiations réalisées, avec les ions utilisés, les températures d'irradiation, les doses visées et atteintes, les durées d'irradiation et les chambres utilisées.

Ions utilisés (Energie)	Température	Domage visé en surface	Domage atteint en surface	Fluence atteinte (ions. $\text{cm}^{-2}$ )	Flux moyen (ions. $\text{cm}^{-2}.\text{s}^{-1}$ )	Durée de l'irradiation	Chambre d'irradiation utilisée
Fe <sup>5+</sup> (10MeV)	600±10 °C	20 dpa	12±4 dpa	84±28.10 <sup>15</sup>	17±6.10 <sup>11</sup>	13h30	3F
Fe <sup>5+</sup> (10MeV)	450±10 °C	20 dpa	8±1 dpa	65±12.10 <sup>15</sup>	9,2±1,7.10 <sup>11</sup>	18h (nuit)	E3
Fe <sup>5+</sup> (10MeV) He <sup>+</sup> (1 MeV)	600±20 °C	20 dpa	12±4 dpa	84±28.10 <sup>15</sup> 19±6.10 <sup>15</sup>	16±5.10 <sup>11</sup> 12±4.10 <sup>11</sup>	5h + 18h (nuit)	3F
Fe <sup>5+</sup> (10MeV) He <sup>+</sup> (1 MeV)	450±15 °C	8 dpa	8±2 dpa	82±20.10 <sup>15</sup> 15±4.10 <sup>15</sup>	15±0,4.10 <sup>11</sup> 2,7±0,7.10 <sup>11</sup>	16h	3F

*Tableau II-4 Récapitulatif des irradiations menées.*

Après irradiation, les supports d'irradiation contenant les échantillons sont retirés de la chambre d'irradiation. Les échantillons sont photographiés afin de garder une trace de leur état en sortie de la chambre. La marque d'irradiation présente sur le support autour des échantillons permet de rendre compte après irradiation du bon positionnement du faisceau lors de l'expérience. Ainsi, les photographies présentées sur la Figure II-17 montrent que les irradiations n'ont pas toutes été correctement centrées. La conséquence directe est la nécessité d'écarter les échantillons qui d'après ces marques ne sont que partiellement irradiés ou non irradiés.

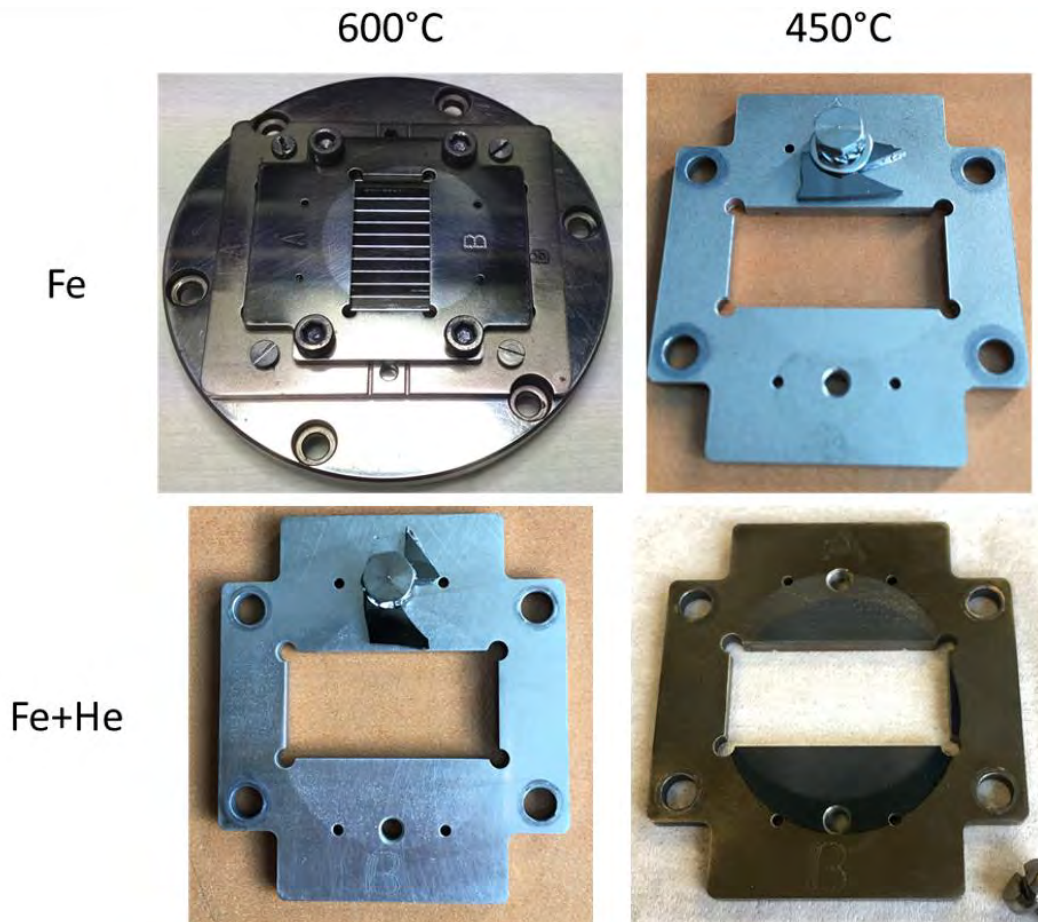


Figure II-17 : Clichés après irradiations des supports d'irradiations pour toutes les irradiations Fe-600, Fe-450, Fe-He-600 et Fe-He-450. Les marques d'irradiations ne sont pas parfaitement centrées.

## II.C. Méthodes de caractérisation post-irradiation

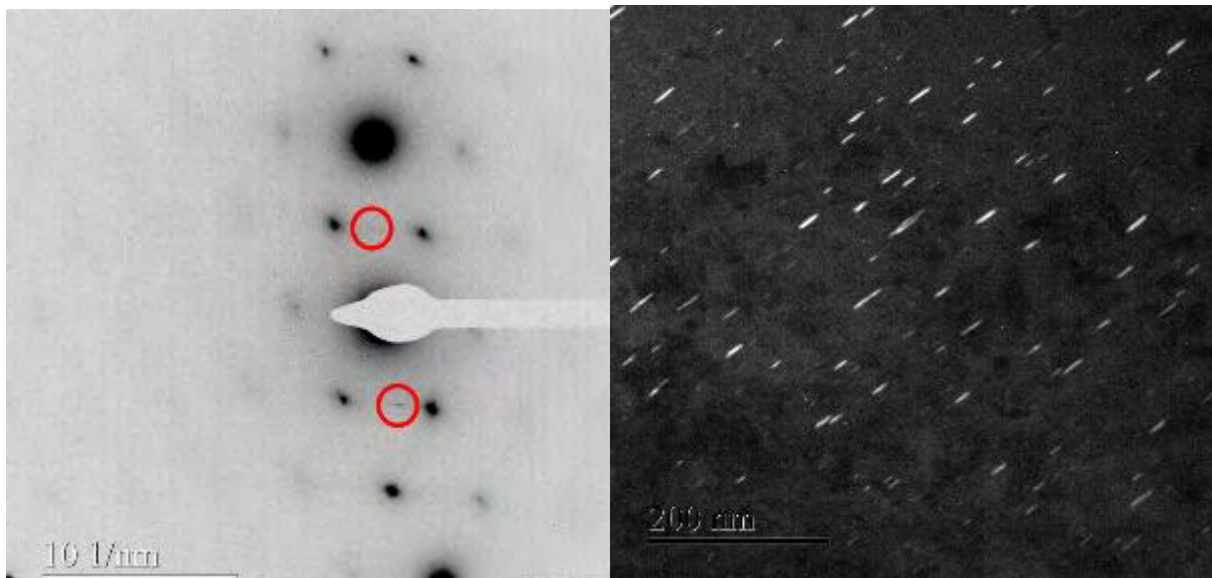
### II.C.1 Microscopie électronique en transmission (MET)

Après irradiation, la microstructure est caractérisée par microscopie électronique en transmission (MET) afin de déterminer la population de défauts induits par l'irradiation. Cette technique permet de caractériser des défauts de taille nanométrique au sein d'un matériau. La MET utilise des électrons accélérés avec des tensions de plusieurs centaines de kV, typiquement 200 kV ou 300 kV, ce qui donne à cet instrument un très bon pouvoir séparateur (de l'ordre de l'Angström). La résolution en MET est cependant limitée par les aberrations induites par ses lentilles notamment, diminuant la résolution à l'ordre du nanomètre généralement, lorsque ces aberrations ne sont pas corrigées. La MET permet d'observer les défauts cristallins au sein d'échantillons suffisamment minces pour permettre le passage des électrons, de l'ordre de 100 nm d'épaisseur. Typiquement, ces échantillons sont préparés soit par polissage électrolytique ou mécanique, soit par usinage à l'aide d'ions, focalisés (FIB) ou non (amincisseur ionique) (techniques décrites dans le §II.C.2). L'observation d'un échantillon par MET, permet d'obtenir des informations en diffraction et en image. Les électrons sont diffractés par le réseau cristallin et génèrent un cliché de diffraction qui contient de nombreuses informations comme l'orientation du cristal observé, la présence de plusieurs phases (précipités) et leur distorsion (par exemple par la présence de dislocations). La



microstructure est généralement observée en mode image, en sélectionnant un (imagerie conventionnelle) ou plusieurs faisceaux de diffraction (haute résolution ou faisceau convergent).

En effet, la présence de boucles de dislocations perturbe le réseau et provoque une trainée de diffusion sur le cliché de diffraction selon le plan d'habitat de ces boucles (Sencer et al. 2003). Dans le cas des boucles de dislocations induites par irradiation dans un matériau de structure cristallographique CFC, ces boucles sont situées dans des plans de type  $\langle 111 \rangle$ . Les matériaux CFC possèdent 4 familles de plans  $\langle 111 \rangle$ , il existe alors 4 familles de boucles de dislocations. Lors des observations d'échantillons irradiés, la technique de la trainée de diffusion (ReIrod) a été utilisée pour imager ces boucles (Sencer et al. 2003). Cette technique consiste à faire apparaître la trainée de diffusion des boucles en plaçant le grain en cours d'observation proche de l'axe de zone  $[110]$ . Dans cette configuration, deux des quatre plans  $\langle 111 \rangle$  sont parallèles au faisceau d'électrons. Ces plans, ainsi que les boucles présentes dans ces plans, sont visualisés sur leur tranche. En orientant l'échantillon de telle sorte à exciter le spot 311 du grain observé, il est possible d'exciter également ces trainées de diffusion. Il suffit ensuite de réaliser un champ sombre sur cette trainée de diffusion – c'est-à-dire de dévier le faisceau d'électrons pour placer la trainée au centre et de placer le diaphragme objectif autour de cette tâche afin de « filtrer » ces électrons des autres – pour observer les boucles de dislocations. Dans cette configuration, une seule famille de boucle est observée sur la tranche, sur fond noir, ce qui permet de bien les discerner et de mesurer facilement leur taille et leur nombre (voir Figure II-18).



**Figure II-18** Analyse MET d'un échantillon après l'irradiation Fe-He-450. a) Cliché de diffraction proche de l'axe de zone  $[110]$  montrant des trainées de diffusion correspondant aux boucles de Frank. b) Champ sombre correspondant aux faisceaux cerclés de rouge, montrant les boucles de Frank d'une seule famille.

L'observation des cavités s'est faite en sous-focalisant et sur-focalisant le faisceau d'électron. En effet, lorsque la mise au point est faite, elles sont peu visibles puisque le contraste lié à la déformation du réseau cristallin est faible. En sous-focalisant ou sur-focalisant, des franges de Fresnel apparaissent blanches ou noires autour des cavités, respectivement, les rendant beaucoup plus visibles (Villacampa et al. 2018).

La mesure de l'épaisseur des lames MET s'est faite en utilisant la spectroscopie par perte d'énergie des électrons (EELS pour Electron Energy Loss Spectroscopy). Cette analyse a été réalisée sur chaque

lame caractérisée. Le spectre donné par une analyse EELS renseigne sur la quantité d'électrons traversant l'échantillon en perdant de l'énergie ou non. L'épaisseur  $e$  d'un échantillon est donnée par l'équation II-3.

$$e = \lambda \ln\left(\frac{I_t}{I_0}\right) \quad \text{II-3}$$

$I_t$  est l'intensité totale reçue lors de l'acquisition du spectre et  $I_0$  l'intensité correspondante aux électrons n'ayant pas perdu d'énergie en traversant l'échantillon. Le libre parcours moyen  $\lambda$  représente la distance parcourue en moyenne par un électron avant une interaction inélastique avec la matière. Ce libre parcours moyen dépend principalement de la composition chimique et des paramètres du microscope lors de l'acquisition du spectre. La valeur du libre parcours moyen est généralement fixée pour un matériau donné afin de mesurer l'épaisseur  $e$  de l'échantillon analysé. Cependant dans notre cas, la mesure d'épaisseur ne s'est pas faite en se basant sur ce libre parcours moyen, mais en évaluant la différence d'épaisseur traversée par les électrons au niveau d'une cavité ou de la matrice. On suppose ici qu'une cavité est sphérique. La différence d'épaisseur traversée par un électron au centre d'une cavité par rapport à l'épaisseur de la matrice qui l'entoure est égale au diamètre  $d$  de cette cavité. On obtient alors les équations II-4, II-5 et II-6. La densité des objets observés lors des analyses par MET est calculée d'après l'épaisseur  $e_{tot}$ , et l'erreur sur cette densité est évaluée par l'erreur faite sur cette mesure d'épaisseur.

$$\frac{1}{\lambda} = \frac{1}{e_c} * \ln\left(\frac{I_{t,c}}{I_{0,c}}\right) \text{ et } \frac{1}{\lambda} = \frac{1}{e_{tot}} * \ln\left(\frac{I_{t,tot}}{I_{0,tot}}\right) \quad \text{II-4}$$

$$e_c = e_{tot} - d \quad \text{II-5}$$

$$e_{tot} = \frac{d}{1 - \left(\frac{\ln\left(\frac{I_{t,c}}{I_{0,c}}\right)}{\ln\left(\frac{I_{t,tot}}{I_{0,tot}}\right)}\right)} \quad \text{II-6}$$

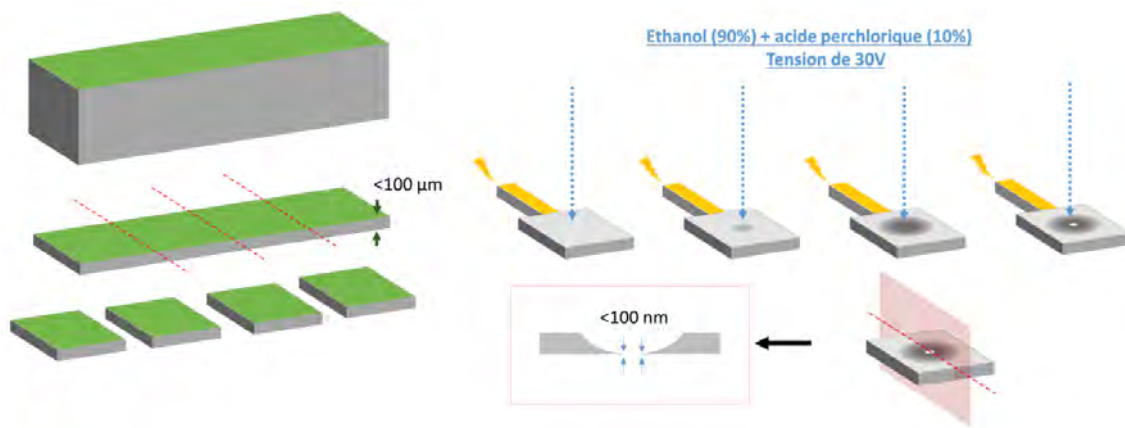
Les observations de défauts d'irradiation ont été réalisées principalement au DMN/SEMI sur le MET FEI Tecnai G2 fonctionnant à 300kV avec une pointe LaB6. Les MET Jeol 2010 HC, Philips CM20 FEG, fonctionnant à 200 kV, et HC-3300C (300kV) du CEMES-CNRS ont également été utilisés.

### II.C.2 Préparation des échantillons pour la MET

L'obtention des échantillons pour la MET s'est faite avec deux techniques de préparation : le polissage électrolytique et la préparation par FIB. L'avantage de la première technique est l'obtention d'un échantillon ayant une surface d'observation relativement importante et non implantée. La seconde permet quant à elle de sélectionner la zone de prélèvement d'un échantillon (joint de grain, fissure) et de garder l'intégrité de l'échantillon, mis à part dans la zone de prélèvement. Elle implique que les surfaces produites sont légèrement affectées par les ions Ga (implantation et irradiation).

### II.C.2.a) Polissage électrolytique

Cette technique consiste à polir la face non irradiée jusqu'à obtenir une épaisseur suffisamment fine pour rendre l'échantillon transparent aux électrons. Dans un premier temps, la barre de dimensions  $18 \times 2 \times 2 \text{ mm}^3$  est polie mécaniquement sur disques SiC, jusqu'à ce que l'épaisseur soit inférieure à  $100 \mu\text{m}$ . Une lame de dimensions  $18 \times 2 \times 0,1 \text{ mm}^3$  est alors obtenue. Cette réduction d'épaisseur se fait en utilisant successivement des draps de grades 320, 600 et 1200. La lame est ensuite sectionnée en lame circulaire de 3 mm de diamètre à l'aide d'un poinçon. Les lames ainsi prélevées sont ensuite polies électrolytiquement à l'aide d'un appareil Tenupol (Struers). La face irradiée est au préalable protégée à l'aide d'une résine (Lacomit Vanish) afin de conserver l'intégrité de la couche irradiée lors du polissage. Le polissage électrolytique consiste ensuite à mettre la lame sous tension et sous un jet d'électrolyte. L'électrolyte est composé d'éthanol (90%) et d'acide perchlorique à 10%. Cette solution est refroidie jusqu'à une température d'environ  $-10^\circ\text{C}$  avant d'être utilisée pour le polissage. La tension appliquée à la lame lors du polissage est de 30V. Une fois la lame percée d'un trou en son centre, le polissage est arrêté. L'échantillon est ensuite plongé dans une solution pour retirer la couche de vernis (Lacomit Remover) et enfin rincé à l'éthanol. Les différentes étapes sont illustrées sur la figure II-18. Le temps pour la fabrication d'une lame, une fois le matériau découpé et placé dans l'équipement est de l'ordre de quelques minutes. Cette méthode permet d'obtenir des lames dont la zone d'observation est proche de la surface d'irradiation.

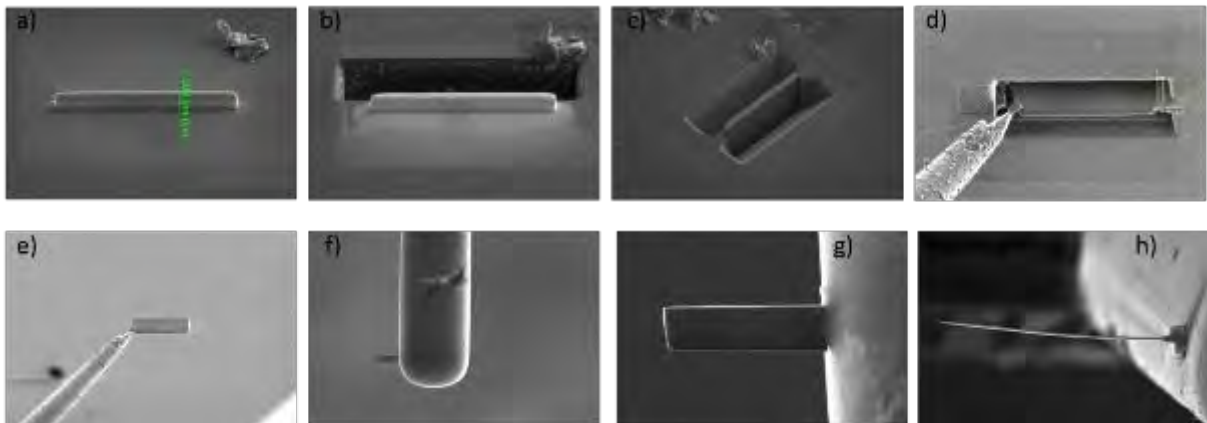


*Figure II-19* Etapes de polissage électrolytique. La face irradiée est représentée en vert, la face non irradiée en gris. L'échantillon est aminci mécaniquement jusqu'à  $100 \mu\text{m}$  puis sectionné en plusieurs morceaux par poinçonnage. L'échantillon ainsi obtenu est ensuite mis sous tension sous un jet d'électrolyte pour l'amincir en son centre. L'échantillon se retrouve percé d'un trou idéalement circulaire. Les bords de ce trou sont transparents aux électrons ( $< 100 \text{ nm}$ ).

### II.C.2.b) Préparation par FIB

Le FIB est un équipement généralement couplé à un microscope électronique à balayage (MEB). Il permet l'usinage de petits volumes à l'aide d'ions Ga. Le MEB permet d'avoir un visuel sur l'usinage des échantillons. Deux FIB ont été utilisés : un FIB Helios Nanolab 650 (CEA/DMN) et un FIB Helios Nanolab 600i (CEMES-CNRS). Les prélèvements consistent à isoler de la zone irradiée un volume d'environ  $10 \times 5 \times 0,1 \mu\text{m}^3$ , qui sera utilisé pour le MET en réalisant les étapes données sur la Figure II-20. Pour réaliser une lame MET par FIB, une zone de l'échantillon repérée par MEB est protégée de l'endommagement ionique par un dépôt (ici en platine). L'échantillon est alors tilté pour que la surface soit face au faisceau d'ions. Le faisceau ionique est ensuite utilisé pour isoler une lame de dimensions typiques  $10 \times 5 \times 1 \mu\text{m}^3$  de l'échantillon irradié massif, en réalisant des tranchées autour.

Cette opération se fait généralement à forte tension et fort courant, typiquement 30 kV et 9,3 nA puis 2,1 nA. L'échantillon est tilté de nouveau pour venir cette fois face au faisceau d'électrons. L'extrémité du micromanipulateur est soudée à la lame par dépôt de Pt, permettant de dégager cette dernière de l'échantillon. La lame est ensuite extraite de l'échantillon par micromanipulation et collée à un support spécifique (support demi-lune en cuivre fourni par Omniprobe). Une fois collée (toujours par dépôt de Pt), la lame est amincie jusqu'à transparence électronique. Pour ce faire, le faisceau ionique est de nouveau utilisé. Les tensions et les courants sont soigneusement choisis pour éviter d'endommager la lame. Le courant est diminué jusqu'à 83 pA pour atteindre une épaisseur d'environ 100 nm. Une fois l'épaisseur finale atteinte, la lame est « nettoyée » à l'aide du faisceau ionique en l'utilisant à faible courant (quelques pA) et à faible tension (2 à 5 kV). Cela permet de retirer la plupart des dommages d'irradiation causés par le FIB. Pour des ions gallium irradiant la surface d'un acier, l'endommagement peut atteindre quelques dizaines de nanomètres dans l'acier. Le temps de préparation d'une lame par FIB varie de 2 à 4 heures. Cette méthode permet d'observer la microstructure de l'échantillon irradié de manière transverse.



*Figure II-20 : Étapes de fabrication d'une lame MET par FIB depuis un échantillon massif. a) Dépôt de platine sur la zone d'intérêt, b) première tranchée creusée, c) deuxième tranchée creusée, d) collage de l'extrémité de l'Omniprobe sur la lame et e) séparation de la lame de l'échantillon massif. f) Collage de la lame sur un support dédié en cuivre et h) amincissement de la lame jusqu'à une épaisseur inférieure à 100 nm.*

## II.D. Nanoindentation

L'endommagement par irradiations aux ions fer d'énergie de 10 MeV est localisé sur une profondeur de 2,5  $\mu\text{m}$  environ. Ainsi, les moyens de caractérisation usuels tels que la traction uni-axiale ou la micro-dureté sont inadaptés pour caractériser le durcissement de cette couche. La technique de nanoindentation permet de mesurer la dureté d'une couche de faible profondeur. En comparaison avec les autres techniques de caractérisation mécanique à petite échelle (Chapitre I), la mise en place de cette technique est relativement aisée. En effet, la préparation des échantillons est simple et les essais sont rapides à réaliser car en grande partie automatisés. L'interprétation des essais de nanoindentation est quant à elle plus complexe.

Les essais ont été réalisés sur un dispositif de nanoindentation Nanotest platform III fourni par Micro Materials Limited disponible au DMN/SRMP. Cette plateforme est équipée d'une pointe diamant de type Berkovich. Ces pointes sont pyramidales à trois faces orientées à 65,3° par rapport à l'axe vertical. Ce profil relativement plat permet d'avoir une surface de contact importante, d'obtenir des charges plus importantes et un meilleur rapport signal/bruit pour une même profondeur

d'indentation qu'une pointe qui aurait un profil moins plat. Une indentation se décompose en trois parties :

- Pénétration à vitesse constante de la pointe dans le matériau jusqu'à une profondeur ou une charge donnée
- Maintien de la charge pendant une période prédéfinie : à charge constante, l'indent continue son avancée.
- Décharge : sortie de l'indenteur à vitesse donnée.

Une même profondeur est testée une dizaine de fois pour obtenir une bonne statistique de mesure. Pour cela, des grilles d'indents sont effectuées. Un espacement de 40  $\mu\text{m}$  entre indents permet d'éviter des interactions avec une microstructure déformée qui perturberait les essais. La dureté est ensuite calculée à partir de la charge maximale et de la surface de contact mise en jeu durant l'essai ( $A$ ). La surface de contact d'un indent est déduite de la géométrie de l'indenteur et de la profondeur plastique ( $P_p$ ) correspondante.

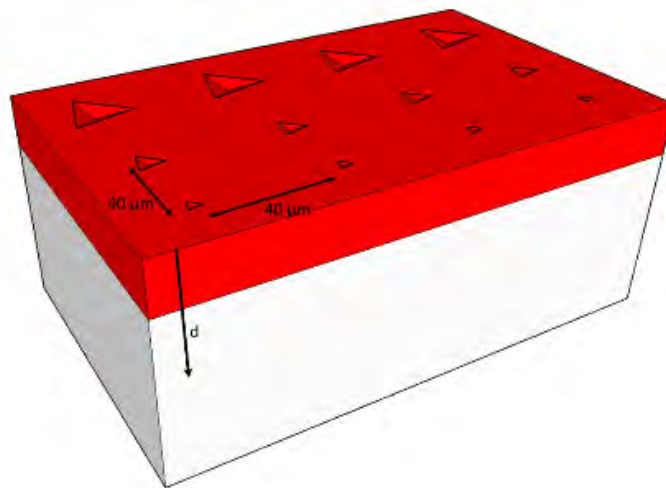


Figure II-21 : Schéma d'une grille d'indentation à la surface d'un échantillon. La zone rouge représente la couche irradiée de 2,5  $\mu\text{m}$  de profondeur.

$$H = \frac{\text{Charge}}{\text{Surface}}$$

$$\text{Surface} = a * P_p^2 + b * P_p$$

La géométrie de l'indenteur n'étant pas parfaite, elle est calibrée lors un essai de nanoindentation sur de la silice permettant d'ajuster les coefficients a et b. La profondeur plastique est déterminée par l'extrapolation de la partie linéaire de la pente à la décharge (voir Figure II-22).

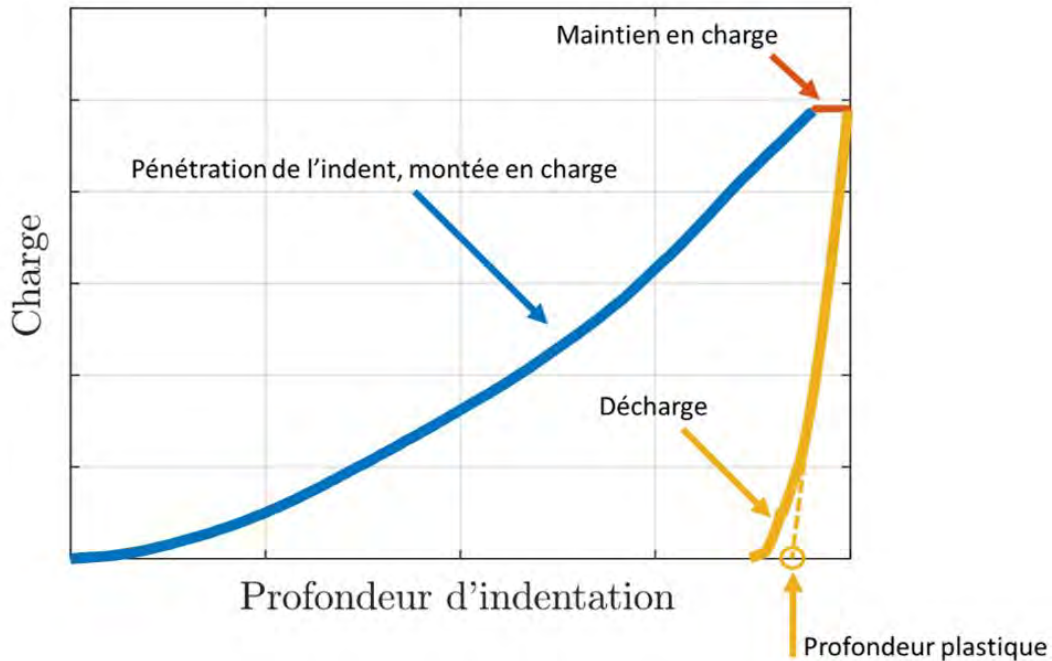


Figure II-22 : Evolution typique de la charge en fonction de la profondeur lors d'un essai de nanoindentation. La profondeur plastique est déterminée par le prolongement linéaire de la décharge.

Les faibles volumes impliqués induisent un effet de taille, connu sous l'acronyme ISE pour « Indentation Size Effect ». Cet effet concerne l'augmentation de la contrainte nécessaire à la déformation des plus petits volumes. L'interprétation des résultats repose alors principalement sur le traitement de l'effet de taille. Le modèle décrit par Nix et Gao (Nix and Gao 1998) permet de traiter cet effet. Il se base sur la description d'un essai de nanoindentation par l'accommodation de la déformation par des dislocations géométriquement nécessaires (GND pour Geometrically Necessary Dislocations). Ce modèle mène à cette expression :

$$\frac{H}{H_0} = \sqrt{1 + \frac{d^*}{d}}$$

Où  $H$  est la dureté mesurée pour une profondeur  $d$ ,  $H_0$  est la dureté du matériau infiniment épais,  $d^*$  est une longueur caractéristique qui est fonction du matériau et du dispositif d'indentation. En traçant alors la courbe  $H^2 = f(1/d)$ , l'évolution de la courbe est linéaire dans le cas d'une microstructure homogène. Cette évolution linéaire facilite l'extrapolation de la dureté du matériau en fonction de la profondeur, et permet d'obtenir aisément la dureté du matériau à une profondeur infinie.

L'interprétation des essais de nanoindentation est également compliquée par le fait que le volume sondé lors d'une nanoindentation peut atteindre une profondeur 5 à 10 fois plus importante que la profondeur atteinte par la pointe de l'indenteur. Dans le cas d'un échantillon irradié aux ions fer 10 MeV, la couche irradiée a une profondeur de 2,5  $\mu\text{m}$  et se situe sur un substrat non irradié. Comme le montre la Figure II-23 et la Figure II-24 :

- Lorsque le volume sondé est suffisamment faible pour n'interagir qu'avec la microstructure irradiée, le profil est linéaire. La dureté de la couche irradiée est alors déterminée par la valeur

à l'ordonnée de ce profil. Les essais à très faibles profondeurs permettent donc d'analyser la couche irradiée.

- Lorsque la profondeur d'indentation augmente et que la déformation s'étend au substrat non irradié, une rupture de pente apparaît sur ce profil. La dureté du matériau à cette profondeur ne peut pas être prise en compte pour déterminer la dureté de la couche irradiée.
- Lorsque cette profondeur augmente encore, le substrat non irradié devient prédominant et les profils irradié et non irradié se rejoignent.

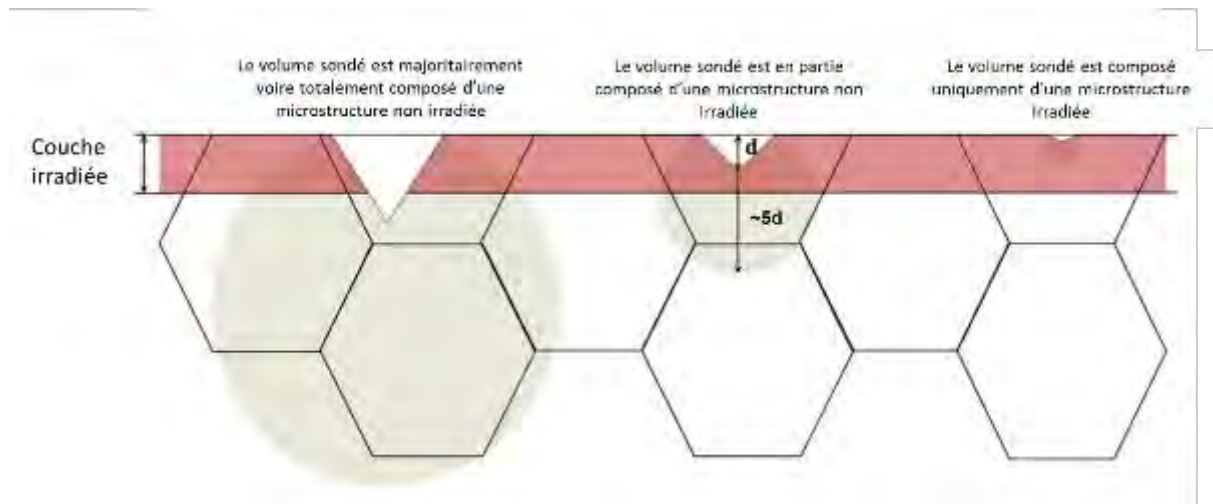


Figure II-23 : Schéma d'essai de nanoindentation à différentes profondeurs. A partir d'une certaine profondeur, le volume sondé ne contient plus uniquement une microstructure irradiée. Figure tirée de (Gupta et al. 2018)

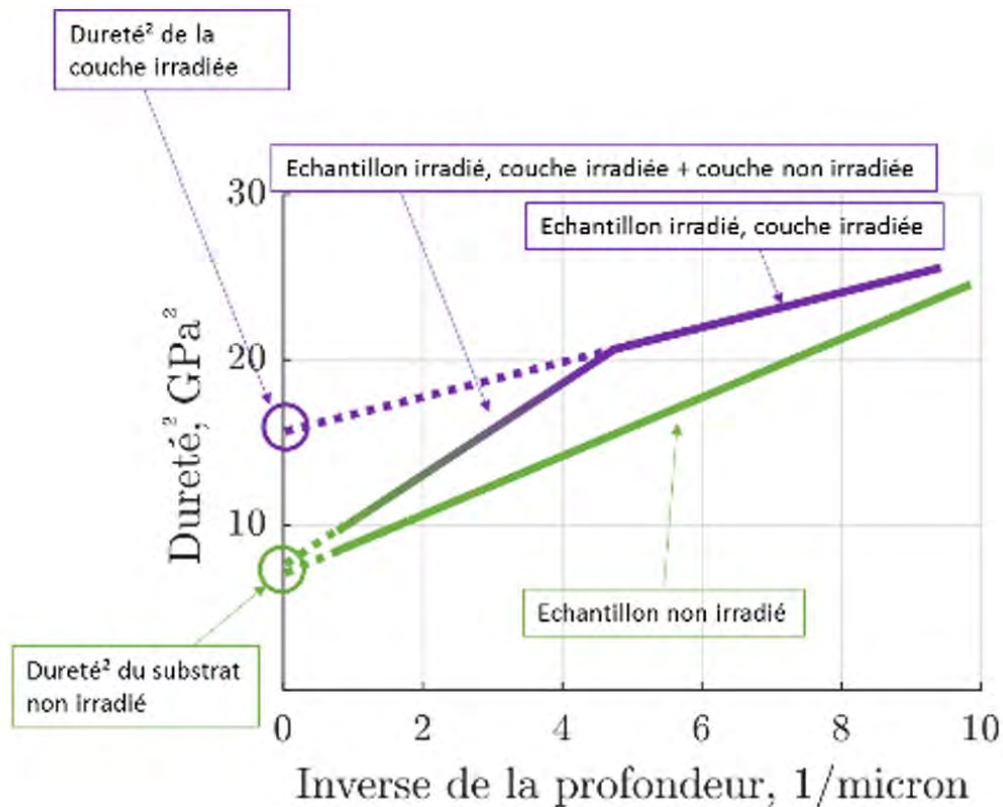


Figure II-24 : Décomposition des résultats tirés d'un essai de nanoindentation par la méthode de Nix-Gao.

## *II.E. Micropiliers*

A l'instar des essais de nanoindentation, la compression de piliers de tailles micrométriques permet de tester mécaniquement de faibles volumes (quelques  $\mu\text{m}^3$ ). La technique de microcompression, plus difficile à mettre en œuvre, comporte l'avantage d'être plus facile à interpréter. En effet, le volume testé par un essai de microcompression se limite au volume du pilier, facilement mesurable par MEB. Ce volume peut aussi être choisi pour être monocristallin (en sélectionnant l'intérieur d'un grain), ce qui facilite l'interprétation des résultats. En comparaison, lors d'essai de nanoindentation le volume sondé s'étend au-delà de la profondeur d'indentation et n'est pas connu précisément. Malgré cela, l'effet de taille est également présent pour des micro-piliers et donne des valeurs de limite d'élasticité plus importantes lorsque la taille du pilier diminue (Uchic et al. 2004). Cet effet de taille dépend de la microstructure du matériau (Kiener and Minor 2011; Momprou et al. 2012). Les essais de microcompression permettent de caractériser le comportement du matériau testé à l'aide d'une courbe contrainte-déformation comme un essai de déformation classique. Ces essais donnent ainsi accès à plus d'informations sur le matériau qu'un essai de nanoindentation. Cependant, à la différence d'un essai de traction classique, les essais de microcompression ne permettent pas d'obtenir la rupture du matériau. En contrepartie, la préparation des échantillons (i.e. des micro-piliers) est plus complexe car elle nécessite la réalisation d'un usinage par FIB. L'essai de microcompression est aussi plus complexe que la nanoindentation car il nécessite un positionnement précis de l'indenteur sur le pilier à comprimer.

### *II.E.1 Description du dispositif de compression*

Le dispositif utilisé pour la réalisation des essais in-situ en MEB est développé au CEMES d'après celui de D. Gianola de l'Université de Californie – Santa Barbara (UCSB) [(Zhao et al. 2015)]. Il permet de réaliser des essais de microcompression sous vide à température ambiante. L'avantage de réaliser les essais in-situ est de pouvoir suivre directement le déroulement de l'essai et de voir le développement de la plasticité et les modes de déformation liés.

Le dispositif de microcompression in-situ est composé de :

- Une cellule de mesure de force Femtotools FT-S10000 (Femtotools). Cette cellule peut mesurer la charge issue d'un effort de traction ou de compression jusque 10 mN avec une résolution de 0,5  $\mu\text{N}$  à 10 Hz (des cellules avec des sensibilités différentes sont disponibles).
- Une platine "SmarPod" à 6 degrés de liberté (3 translations, 3 rotations) fournie par SmarAct, modèle 70.42.
- Un système piézoélectrique linéaire fourni par Piezosystem, d'une amplitude de 60  $\mu\text{m}$ .

Mon travail a consisté à établir une procédure complète pour réaliser un essai à partir du matériel existant. Cela inclut:

- La fabrication de la pointe diamant et son micro-soudage en tête des cellules de force
- L'écriture des pilotes manquants en utilisant la programmation LabView.
- L'écriture des routines informatiques d'analyse des essais.

Le but est de produire, pour chaque pilier une courbe contrainte/déformation à partir des données de force (cellule de force) et de déplacements (lus et mesurés sur les images MEB).

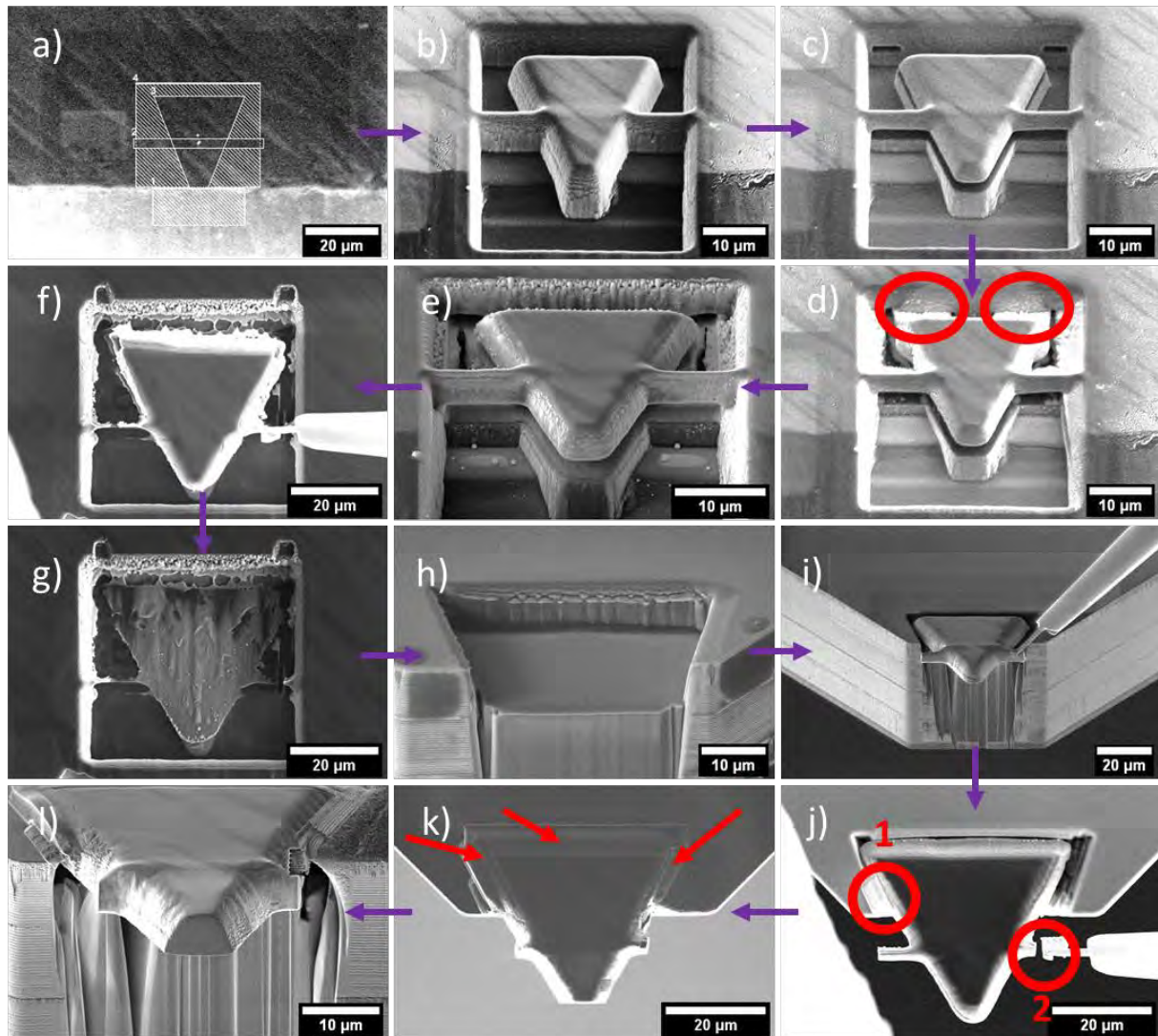


La cellule Femtotools (Figure II-25) est équipée d'une pointe à l'extrémité d'une capacitance, qui traduit la charge mécanique en signal électrique. A l'extrémité de cette cellule, j'ai installé une pointe diamant dont les dimensions doivent permettre d'atteindre des zones plus exigües. Elle est en diamant pour permettre d'obtenir une pointe de grande dureté. La pointe diamant est fabriquée par FIB à partir d'un substrat en diamant CVD (Tallaire et al. 2013) puis déposée et collée à l'extrémité de la cellule de force (voir Figure II-26). La pointe possède une forme triangulaire à bout plat d'environ  $5 \times 5 \mu\text{m}^2$  avec une base rectangulaire de  $40 \times 5 \mu\text{m}^2$ .

- La première étape de cette fabrication consiste à usiner la forme triangulaire à très fort courant – 65 nA- (Figure II-26a). A proximité du bout de la pointe, deux ponts maintiennent la pointe au reste du diamant (Figure II-26b). La première étape se termine lorsque la profondeur d'abrasion est suffisante ( $>5 \mu\text{m}$ ).
- La deuxième étape consiste à abraser le dessous de la pointe afin de l'extraire complètement du diamant « massif » (Figure II-26c). Un simple motif rectangulaire permet de réaliser cette abrasion. Il est difficile de connaître directement l'avancement de cette étape. En effet, même si les bords de la pointe sont abrasés, le cœur est souvent plein. Il est cependant possible de savoir quand toute la base est abrasée en s'aidant de la redéposition qu'induit l'abrasion (Figure II-26d). Lorsque les deux zones de redéposition se rejoignent, la base de la pointe est complètement abrasée (Figure II-26e).
- La troisième étape consiste à couper l'un des deux ponts reliant la pointe au diamant et de souder ensuite l'extrémité d'un micromanipulateur à la pointe au niveau de ce pont (Figure II-26f).
- Le second pont peut être coupé pour libérer totalement la pointe du diamant (Figure II-26f). La pointe est alors totalement solidaire du micromanipulateur. (Figure II-26g).
- La forme de la pointe est gravée à l'extrémité en silicium de la cellule Femtotools pour permettre de la caler convenablement. L'encoche ainsi gravée est profonde de quelques microns (Figure II-26h).
- Le micromanipulateur au bout duquel se trouve la pointe diamant permet de la déposer dans l'encoche (Figure II-26i). La pointe est, dans un premier temps, collée localement à la cellule Femtotools (Figure II-26j) pour permettre de la libérer du micromanipulateur. Le pont reliant la pointe au micromanipulateur est ensuite coupé (Figure II-26j).
- Les côtés de la pointe sont collés à la cellule de charge par un cordon de Pt pour assurer un bon maintien (Figure II-26k).
- L'extrémité de la pointe est repolie à faible courant ionique (83 pA) afin d'assurer une surface parfaitement plane (Figure II-26l).



Figure II-25 Dispositif Femtotools pour la mesure de charge lors des essais de microcompression



*Figure II-26: Etapes de fabrication de la pointe diamant du nanoindenteur du CEMES. a-b) Gravure de la forme de la pointe, c-e) gravure de la base de la pointe (sont entourés en rouge les redépôts lors de la gravure), f-g) séparation de la pointe et du diamant à l'aide de l'omniprobe, h) gravure de la forme de la pointe à l'extrémité de la cellule Femtotools, i) dépôt de la pointe à l'extrémité de la cellule Femtotools, j) collage (1) de la pointe à la cellule Femtotools et séparation (2) du micromanipulateur, k) collage de l'ensemble de la pointe, l) nettoyage du bout de la pointe pour la rendre parfaitement plate.*

La cellule de force est installée sur la platine SmarAct (Figure II-27) dont les 6 axes de libertés permettent de placer la pointe précisément en face du pilier à comprimer. L'échantillon contenant les piliers est placé à l'extrémité du composant piézo-électrique linéaire. Au cours d'un essai de microcompression, une fois la pointe diamant placée en face du pilier à comprimer, le système piézo-électrique est activé. Le déplacement du pilier est alors linéaire et dirigé vers la pointe diamant. L'ensemble est piloté par le logiciel LabView. Les données de la cellule Femtotools sont lues par un programme LabView fourni par le constructeur. Le déplacement de la platine SmarAct est contrôlé par un programme LabView également fourni par le constructeur. J'ai conçu le programme qui pilote le déplacement du système piézo-électrique depuis le PC à travers un boîtier de commande fourni par Piezosystem. L'essentiel du programme consiste à faire évoluer la tension appliquée au piezo de manière linéaire pour obtenir un déplacement à vitesse constante. La vitesse

à imposer en  $\mu\text{m/s}$  est simplement retranscrite en V/s. La durée entre deux incréments permet alors de calculer la tension à appliquer. Le dispositif est présenté dans la Figure II-27.

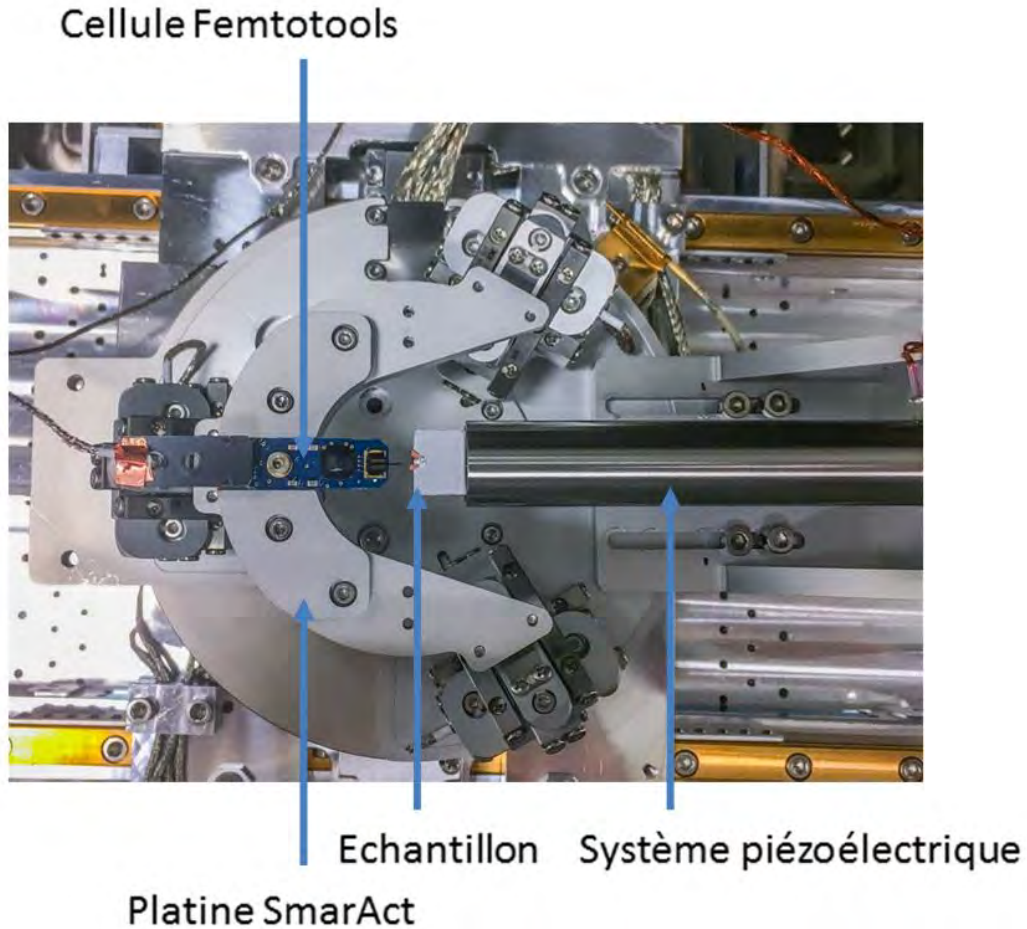


Figure II-27 : Photographie, vue de dessus du dispositif de microcompression utilisé dans cette étude

La calibration de la cellule de charge est donnée par le constructeur. Chaque cellule est cependant recalibrée par un essai de flexion sur un MEMS<sup>6</sup> en silicium provenant d'essais précédents (Hosseinian et al. 2018) et qui comporte des structures à géométrie parfaitement connue. Nous avons utilisé une poutre de  $\sim 500 \mu\text{m}$  de long ( $L$ ),  $\sim 11 \mu\text{m}$  de large ( $b$ ) et  $41 \mu\text{m}$  d'épaisseur ( $h$ ) que l'on fléchit d'environ  $20 \mu\text{m}$  (voir Figure II-28). L'évolution de la charge mesurée par la cellule Femtotools est enregistrée puis comparée aux valeurs théoriques attendues pour un essai de flexion. Cette comparaison permet d'obtenir un facteur correctif qui sera appliqué aux valeurs mesurées par la cellule de charge lors des essais de compression. Pour ce type de flexion, le déplacement ( $y$ ) théorique de la poutre est donné par l'équation II-7.

$$y(x) = \frac{Px^2}{6EI} (3L - x) \text{ avec } I = \frac{hb^3}{12} \quad \text{II-7}$$

$P$  la charge appliquée,  $x$  la position de la pointe diamant sur la poutre lors de la flexion,  $E$  est le module de Young du matériau considéré (170 GPa pour le Silicium) et  $I$  le moment quadratique selon

<sup>6</sup> Micro-ElectroMechanical System

l'axe de sollicitation. Deux cellules ont été utilisées lors de ces travaux. Toutes deux ont été calibrées. Les résultats de ces calibrations sont donnés dans le Tableau II-5.

	Charge mesurée lors de la flexion ( $\mu\text{N}$ )	Déplacement mesuré lors de la flexion ( $\mu\text{m}$ )	Charge théorique	Déplacement théorique	Facteur correctif sur la charge mesurée
Cellule n°1	354	28,4	502	20	1,41 $\pm$ 0,02
	362	28,6	506	20,4	
Cellule n°2	175	23,2	393	10,3	2,23 $\pm$ 0,05
	199	26,1	442	15,4	

Tableau II-5: Calibration de la cellule de charge; calculs du facteur correctif après la flexion de la poutre en silicium.

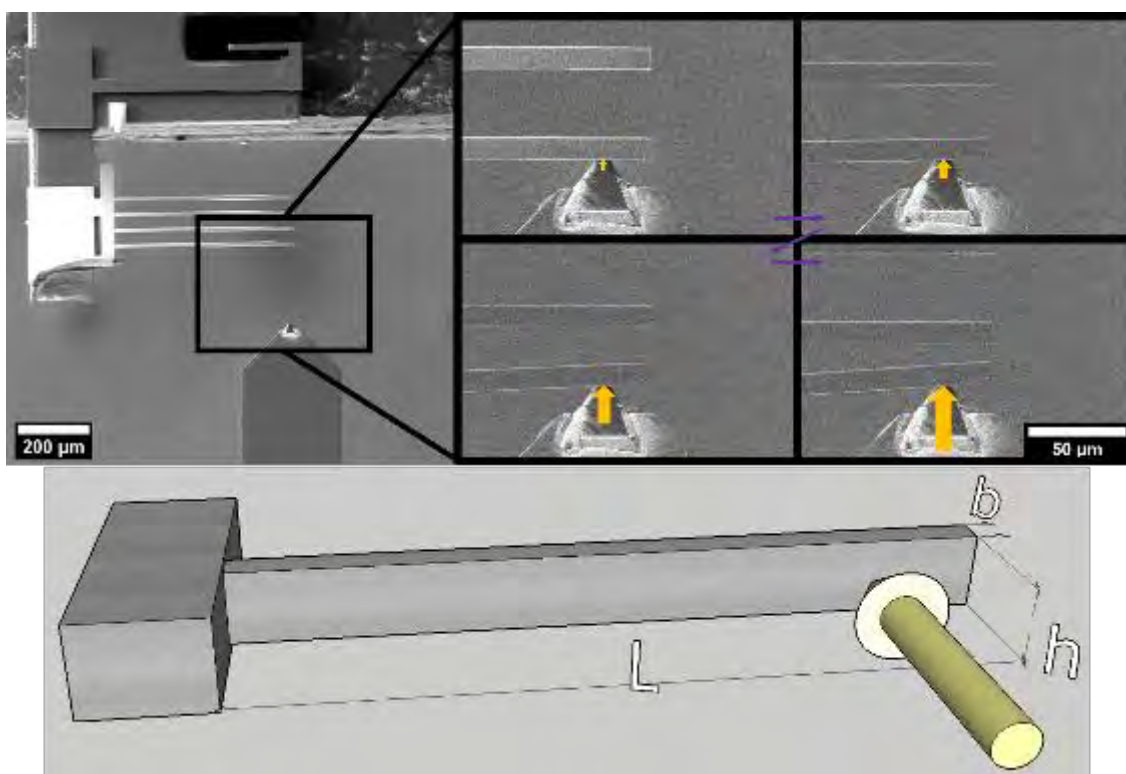
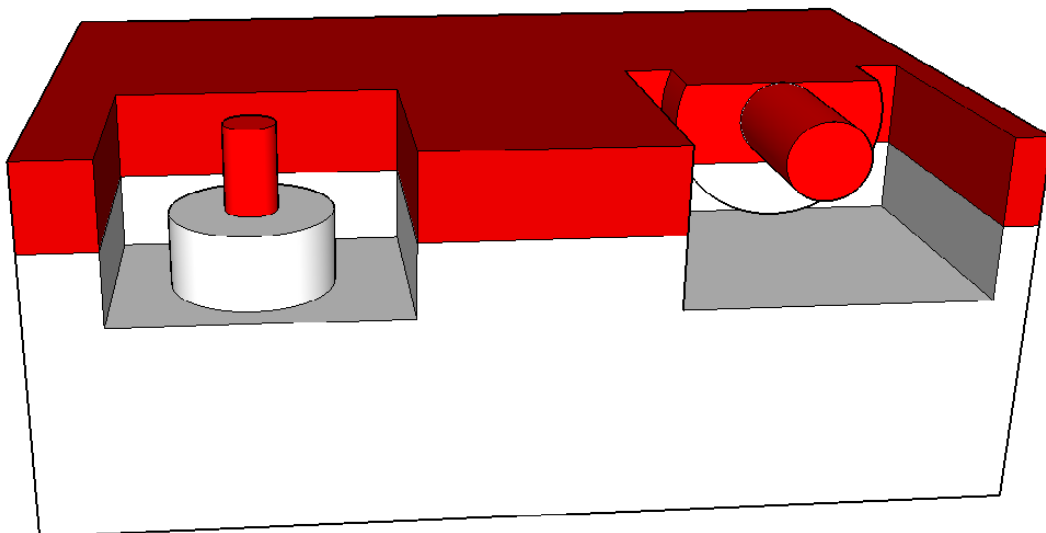


Figure II-28: Calibration de la cellule de charge; flexion d'une poutre en silicium et schématisation de l'expérience.

### II.E.2 Préparation des micropiliers

Deux configurations sont possibles pour réaliser les essais de microcompression comme le montre le schéma présenté sur la Figure II-29. Le pilier peut en effet être orienté parallèlement ou perpendiculairement à la profondeur d'irradiation. Dans le premier cas, le pilier sonde une microstructure qui varie dans le sens de la sollicitation dans le cas des irradiations aux ions lourds de notre étude. Dans le second cas cette microstructure varie perpendiculairement à l'axe de sollicitation. Dans les travaux présentés ici, seule la première configuration a été testée. En effet, cette configuration est plus facile à mettre en place. De plus, le durcissement est un phénomène qui sature autour de  $\sim 5$  dpa. Dans le cas de nos irradiations, pour lesquelles la dose est systématiquement supérieure à 5 dpa, la dureté de l'échantillon (résultant du durcissement induit

par les boucles de Frank) est donc supposée relativement constante sur l'ensemble de la couche irradiée. Les piliers sont préparés par FIB. Leur état de surface est le même que pour les essais de nanoindentation. Avant l'usinage au FIB, la surface de l'échantillon est cartographiée par EBSD. Cette analyse permet de connaître l'orientation des grains dans lesquels vont être usinés des piliers. Elle permet aussi de distinguer les grains de grandes tailles qui permettent de réaliser plusieurs piliers dans un même grain et ainsi d'avoir une statistique sur les essais. En effet, les essais de microcompression donnent généralement des résultats dispersés. Il est donc important de réaliser plusieurs essais dont les paramètres sont identiques, à savoir pour une même orientation cristalline. Le matériau irradié aux ions présente une couche irradiée de  $2,5\ \mu\text{m}$  de profondeur. Si le pilier est orienté dans le sens de la profondeur d'irradiation, pour ne solliciter que la partie irradiée la hauteur des piliers doit rester inférieure à l'épaisseur de la couche irradiée. Dans le cas contraire, le pilier serait constitué d'une couche supérieure irradiée et durcie et d'une couche inférieure non irradiée et moins dure. La couche non irradiée serait alors indentée par la partie irradiée du pilier, comme l'ont montré les travaux de Sharon et al (Sharon et al. 2014). Dans notre cas, les piliers auront alors une taille maximale de  $2,5\ \mu\text{m}$ . Le facteur de forme optimal, i.e. le rapport hauteur/diamètre, est compris entre 2 et 3 (Zhang et al. 2006). Le diamètre des piliers visé lors de leur usinage est alors au maximum de  $1\ \mu\text{m}$  si on veut respecter ce facteur de forme.



*Figure II-29 : Configurations possibles pour la fabrication des piliers. La zone rouge représente la couche irradiée de  $2,5\ \mu\text{m}$  et la zone blanche le substrat non irradié. A gauche, le pilier est perpendiculaire à la surface irradiée. A droite, le pilier est parallèle à la surface irradiée. La configuration de gauche est utilisée dans cette étude.*

Une fois le grain choisi, les piliers sont usinés par abrasion annulaire au FIB. Différentes étapes se succèdent, de la plus grossière à la plus fine. Pratiquement, il s'agit de faire un compromis entre vitesse d'abrasion et précision. Ainsi, des courants élevés sont utilisés pour abraser beaucoup de matière mais ne permettent pas une précision suffisante pour obtenir les dimensions visées, qui sont atteintes avec des courants plus faibles. La première étape, réalisée avec des courants élevés (Tableau II-6), consiste à réaliser un cratère et une ébauche de piliers. Ces étapes dégagent de l'espace autour du pilier pour permettre à la pointe diamant d'être en contact uniquement avec la surface du pilier lors de l'essai. Ce cratère est légèrement plus profond que la couche irradiée. Pour obtenir une ébauche de pilier de  $2\ \mu\text{m}$  de diamètre, le logiciel Nanobuilder de FEI est utilisé. Lorsque l'ébauche du pilier atteint  $2\ \mu\text{m}$  de diamètre, des polissages annulaires de  $200\ \text{nm}$  de large sont

effectués jusqu'à atteindre un diamètre de 1  $\mu\text{m}$  et une taille de pilier d'environ 2,5  $\mu\text{m}$ . la Figure II-30 montre un exemple type de pilier fabriqué par FIB. Le cratère fait ici 20  $\mu\text{m}$  de large. Le pilier est au centre du cratère sur un socle d'environ 2  $\mu\text{m}$  de diamètre. Il n'est pas parfaitement cylindrique et ses bords forment un angle compris entre 2 et 3 degrés, ce qui est un défaut intrinsèque dû à la nature gaussienne du faisceau d'ions. Lors du dépouillement des essais, on considère le diamètre au sommet du pilier pour le calcul des contraintes. Les étapes suivies pour obtenir des piliers sont détaillées dans le Tableau II-6.

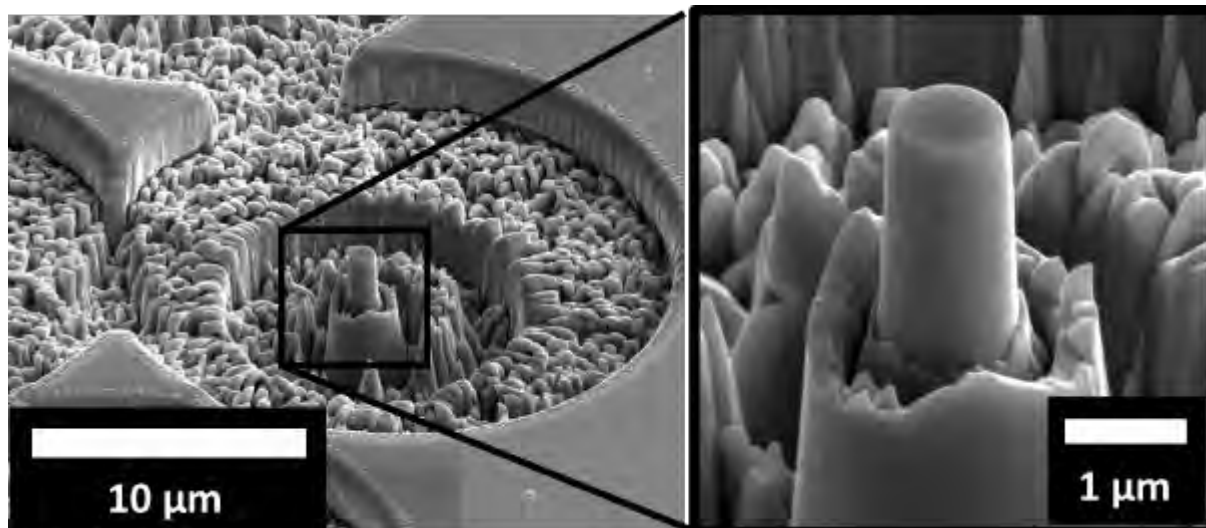


Figure II-30 : Micro-pilier avant compression. Son diamètre est d'environ 1  $\mu\text{m}$ .

Courants	Objectif	Taille du pilier ( $\mu\text{m}$ )	Nanobuilder
9,3 nA	Fabrication du cratère	25 $\rightarrow$ 8	Oui
2,5 nA	Fabrication du cratère	8 $\rightarrow$ 4	Oui
0,77 nA	Ebauche du pilier	4 $\rightarrow$ 2	Oui
83 pA	Etape finale de fabrication du pilier	2 $\rightarrow$ 1	Non

Tableau II-6 : Etape de fabrication des piliers par FIB.

Classiquement, les piliers usinés par FIB sont localisés au cœur de la zone irradiée. L'observation des piliers lors des essais se fait dans ce cas en inclinant le dispositif de microcompression à 20° comme schématisé sur la Figure II-31a. Cette configuration n'est pas optimale car le dispositif est volumineux et donc difficile à incliner et la visibilité des piliers n'est pas idéale. Une autre disposition a été testée durant la thèse. Dans cette seconde disposition, les piliers sont proches du bord de l'échantillon, pour permettre leur observation sans incliner le dispositif de microcompression, comme représenté en Figure II-32a). Pour usiner ces piliers, la tranche de l'échantillon irradié a été repolie (voir Figure II-32c et Figure II-32d) afin d'éliminer la zone pouvant être affectée par la découpe par électro-érosion lors de l'usinage des échantillons à irradier. Afin de s'assurer que le polissage n'ait pas affecté le matériau et également se débarrasser des effets de beurrage induit par ce polissage, une zone d'environ 10  $\mu\text{m}$  est retirée au bord. Le pilier ne se situe donc pas tout à fait au bord de

l'échantillon, ce qui implique que cet emplacement ne devrait impliquer aucune différence avec la première disposition. La même procédure de fabrication est utilisée pour ces piliers.

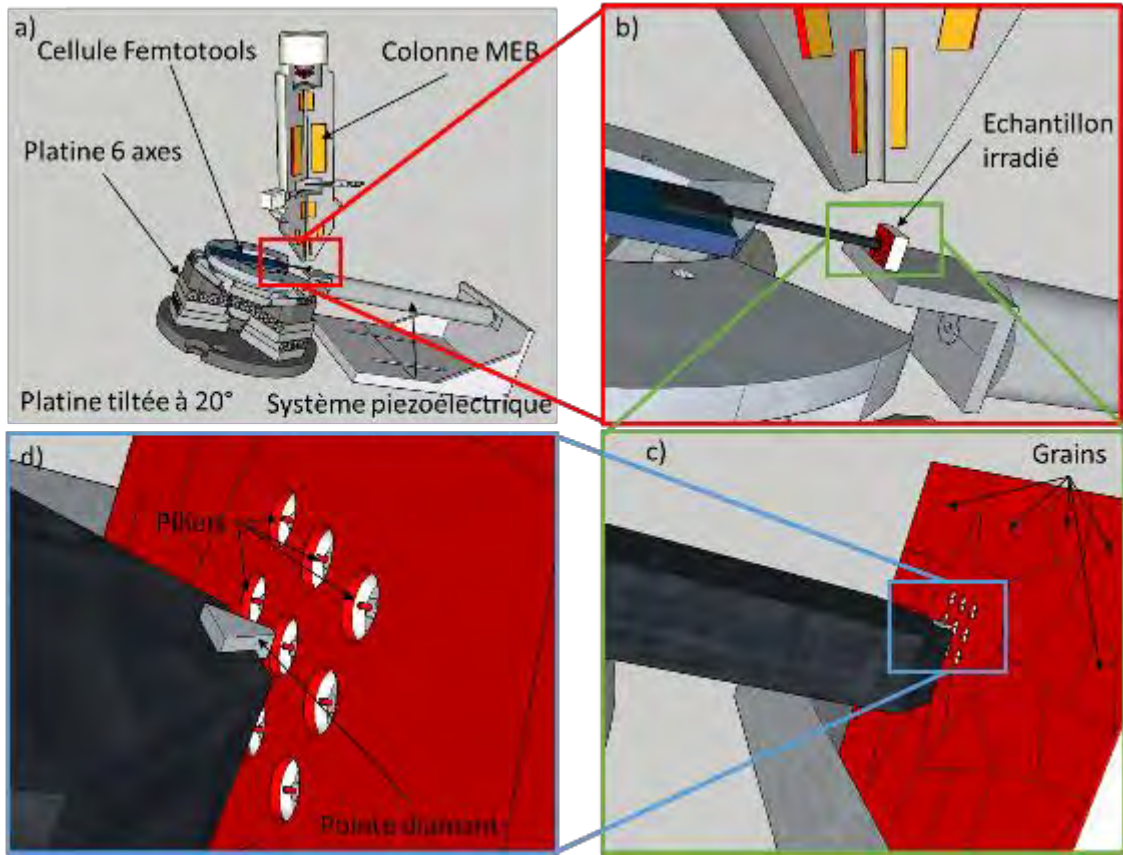


Figure II-31: Essai de microcompression. Les piliers se trouvent au cœur de l'échantillon, nécessitant un tilt du dispositif pour observer les piliers lors de l'essai. Les zones en rouge correspondent à la microstructure irradiée.

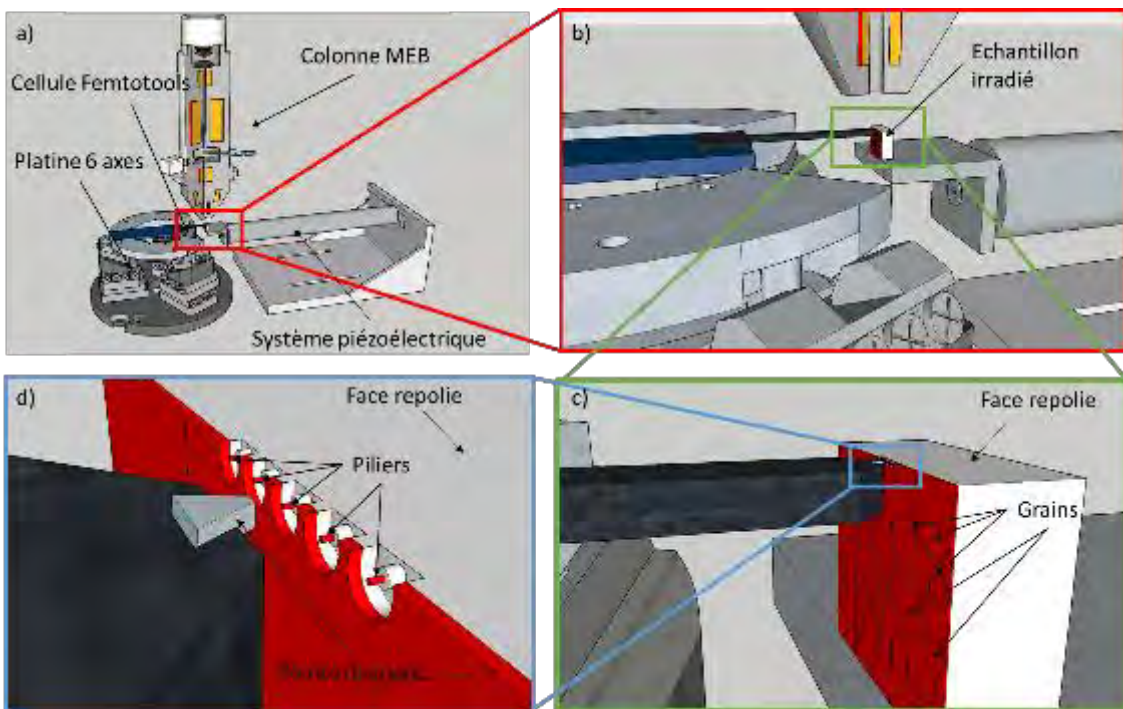


Figure II-32: Essai de microcompression. Les piliers se trouvent au bord de l'échantillon, ne nécessitant aucun tilt du dispositif pour observer les piliers lors de l'essai. Les zones en rouge correspondent à la microstructure irradiée.

## *II.F. Essais de traction lente en milieu simulé REP et quantification de la fissuration*

### *II.F.1 Description de l'essai*

Pour évaluer la sensibilité des échantillons à la fissuration intergranulaire, des essais SSRT (Slow Strain Rate Testing pour essai à vitesse de déformation lente) de corrosion sous contraintes sont réalisés. Les essais SSRT sont des essais couramment utilisés dans le domaine d'étude de la corrosion sous contraintes pour évaluer la sensibilité d'un matériau à ce type de phénomène.

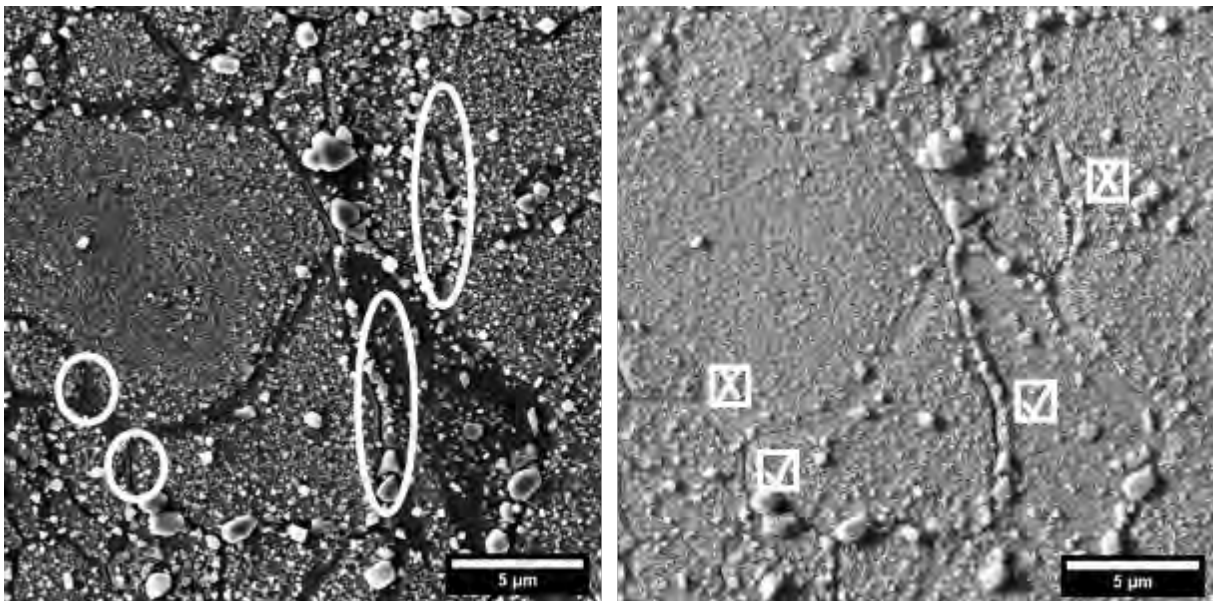
Pratiquement, il s'agit d'essais de traction en autoclave qui sont effectués à vitesse de déformation lente. La vitesse de déformation moyenne visée est de  $5 \cdot 10^{-8} \text{ s}^{-1}$ . Les essais sont réalisés en environnement REP simulé. Le milieu REP simulé est contenu dans un autoclave de capacité de 5 litres et est composé de 25-35cc/kg  $\text{H}_2$ , 1000 ppm B et 2 ppm Li. Les essais se déroulent à  $340^\circ\text{C}$  sous environ 150 bars. Les essais sont réalisés dans un autoclave de traction CORMET C137, équipement commun au LCMI et au Laboratoire d'Etudes de la Corrosion Aqueuse (LECA). L'autoclave utilisé est en acier inoxydable 316. Le déplacement est mesuré par une cellule LVDT (Linear Variable Differential Transformer pour transformateur différentiel à variable linéaire). La charge est mesurée par une cellule de charge de 30 kN. Les valeurs de déplacement, de charge, de pression et de température sont enregistrées durant l'essai toutes les 10 secondes. Le pilotage de l'essai se fait en déplacement en imposant une vitesse de 0,9 nm/s. Une fois que l'essai atteint 4% de déformation plastique, l'éprouvette est déchargée et maintenue à 30 N. La chauffe est coupée et l'autoclave est laissé en refroidissement durant une nuit minimum. Une fois la température ambiante atteinte, le milieu primaire est vidé de l'autoclave. L'autoclave est ouvert, l'éprouvette est ensuite totalement déchargée, extraite des mors et rincée à l'éthanol.

### *II.F.2 Quantification de la fissuration*

A la suite d'un essai, chaque éprouvette est conservée dans un papier de type KimTech permettant d'éviter le dépôt de poussière sur l'éprouvette. Elle est ensuite observée au MEB pour y détecter des fissures. Pratiquement, ces observations ont été réalisées sur deux MEB, un FIB Helios Nanolab 650 (CEA/DMN) et un FIB Helios Nanolab 600i (CEMES-CNRS) utilisés dans leur configuration MEB, en utilisant le détecteur ICE (InChamberElectron) en mode électrons rétrodiffusés. Ce mode permet d'avoir un meilleur contraste entre grains et fissures comme le montre la Figure II-32. Une fissure est considérée comme une zone fortement contrastée (généralement noire) au niveau d'un joint de grain comme le montre la Figure II-33 et la Figure II-34. Des acquisitions automatiques ont été réalisées avec le logiciel Esprit fourni par Bruker au CEA/DMN (clichés d'une résolution de  $1536 \times 1152$  pixels pour imager des zones de  $50 \times 37,2 \mu\text{m}^2$  avec un recouvrement de 10 à 15%), et par le logiciel Maps fourni par FEI au CEMES-CNRS (clichés d'une résolution de  $1536 \times 1024$  pixels ont été utilisés pour imager des zones de  $25 \times 16,6 \mu\text{m}^2$  avec un recouvrement de 10%). Le comptage des fissures est réalisé à partir d'une image globale reconstituée. Dans le cas des acquisitions réalisées par le logiciel Bruker au CEA/DMN, l'assemblage des clichés a été réalisé à l'aide du logiciel libre ImageJ. Dans le second cas, le logiciel d'acquisition Maps (FEI-Thermo Fischer) offre la possibilité d'assembler lui-même les images après leur acquisition. Afin d'avoir une meilleure statistique,



quatre zones, situées au centre de la section de l'éprouvette, espacées d'environ 2 mm le long de l'éprouvette, sont étudiées (voir Figure II-35). L'ensemble de ces zones forment une surface minimale de 1 mm<sup>2</sup>. Quatre autres zones sont également cartographiées dans les parties non irradiées de l'éprouvette. Les surfaces observées dans la partie irradiée sont équivalentes aux surfaces observées dans les parties non irradiées. Les fissures sont ensuite détectées manuellement et leur taille, orientation et ouverture (rapport entre la surface occupée par la fissure et la longueur de la fissure) sont déterminées à l'aide du logiciel ImageJ. La longueur d'une fissure est mesurée par la distance entre les deux extrémités de la fissure comme montré sur la Figure II-34. La sensibilité à la fissuration entre zone irradiée et zone non irradiée est ensuite comparée en fonction de la différence de densité de fissures observées dans les deux zones.



*Figure II-33: Images MEB de la surface d'un échantillon testé par SSRT. Image prise en électrons secondaires (gauche) et image prise en électrons rétrodiffusés (droite). Les fissures sont plus discernables sur le cliché pris avec des électrons rétrodiffusés.*

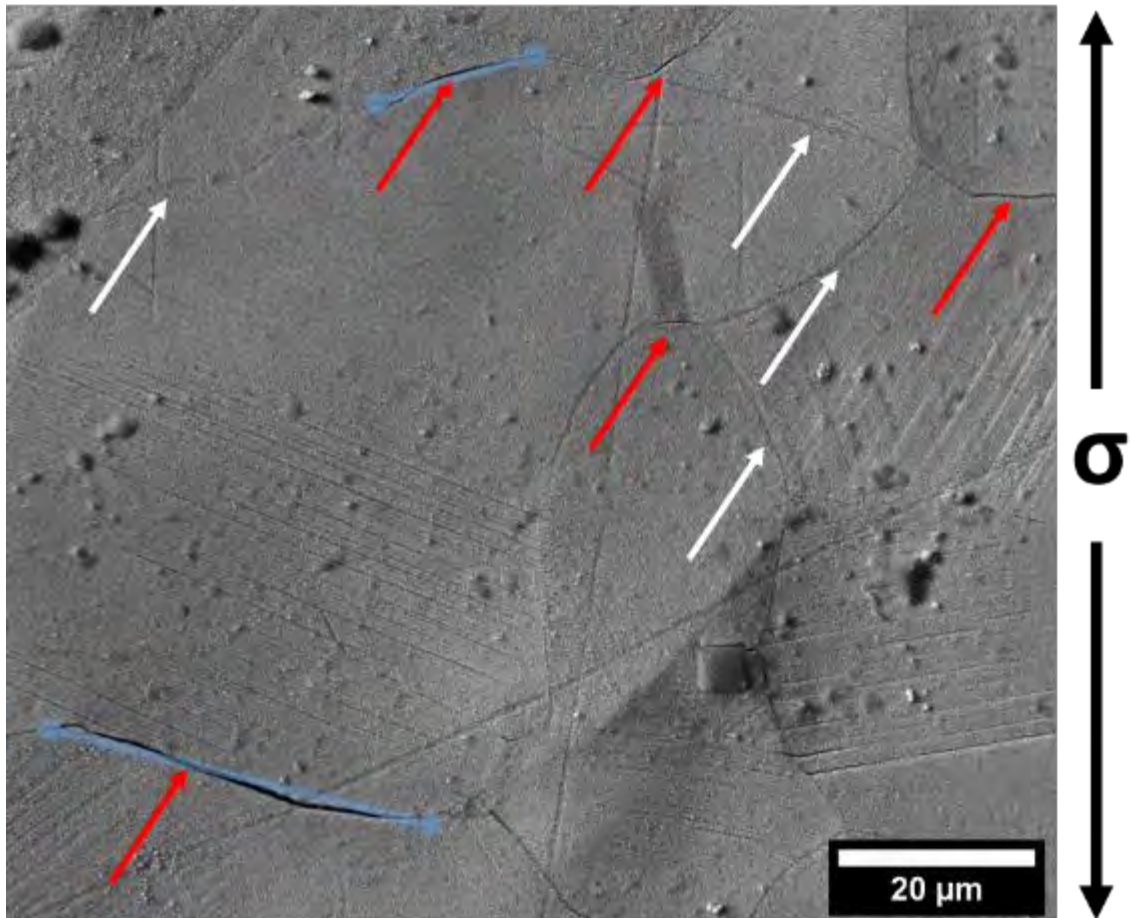


Figure II-34 : Image MEB de la surface d'un échantillon testé par SSRT. Les fissures sont indiquées par une flèche rouge. Les flèches blanches indiquent un joint de grain non fissuré. Les segments bleus représentent la manière avec laquelle sont mesurées les longueurs de fissures

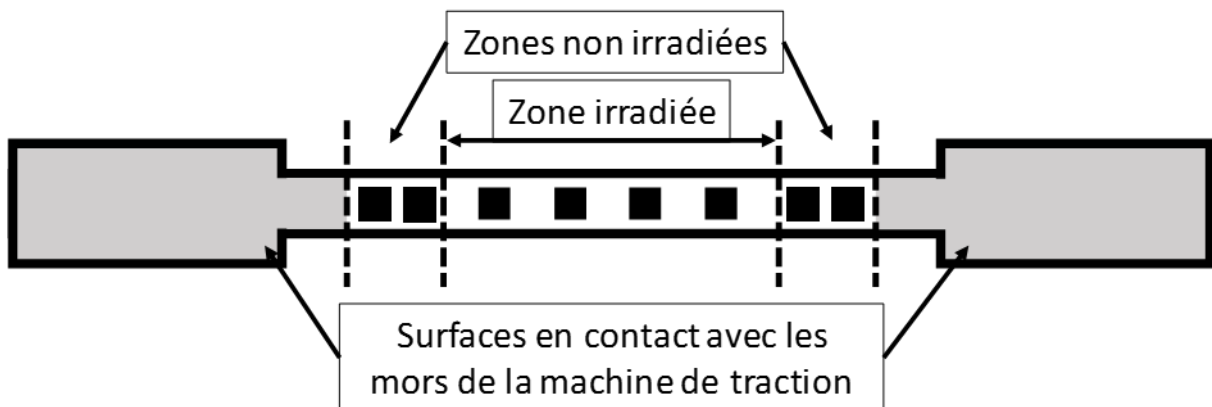


Figure II-35 : Schéma de l'éprouvette de traction utilisée. Les carrés noirs au sein des zones irradiées et non irradiées sont les zones cartographiées après les essais de traction lente en autoclave.

## II.G. Essais de traction in-situ

Des essais de traction in-situ en MEB ont été réalisés afin de comparer le développement de la plasticité entre les éprouvettes irradiées et non irradiées. L'objectif est de déformer une éprouvette

irradiée et de visualiser les traces des plans de glissement émergeant en surface en fonction de la propension de chaque grain au glissement plastique, ici quantifiée par le facteur de Schmid. Ces essais ont été réalisés au sein d'un MEB ZEISS Sigma HD (CEA DMN) équipé d'une colonne électronique à émission de champ (MEB-FEG) et d'un détecteur EBSD de chez Bruker de 1600x1200 pixels<sup>2</sup> disposant de 5 diodes FSD. La platine de traction est fournie par Micromecha. Elle est équipée d'une cellule de charge de 2 kN dont l'erreur de mesure est inférieure à 0,25% sur toute la plage de mesure. Elle dispose également d'un support inclinable à 70° ainsi que de deux modules chauffant dont un incliné à 70° permettant des observations par EBSD. La zone chauffante en céramique placée sous l'échantillon a une largeur d'environ 10 mm. Les essais sont réalisés à température ambiante et à la température cible de 340°C. Le contrôle de la température se fait à l'aide d'un thermocouple placé en contact avec la surface de l'échantillon. Le module chauffant et le module de déplacement sont pilotés par les logiciels fournis par le constructeur. Pour chauffer l'éprouvette, des rampes de 50°C sont effectuées avant d'atteindre la température d'essai. Les essais sont conduits jusqu'à une déformation plastique de 4%, comparable à celle utilisée pour les essais SSRT en autoclave.

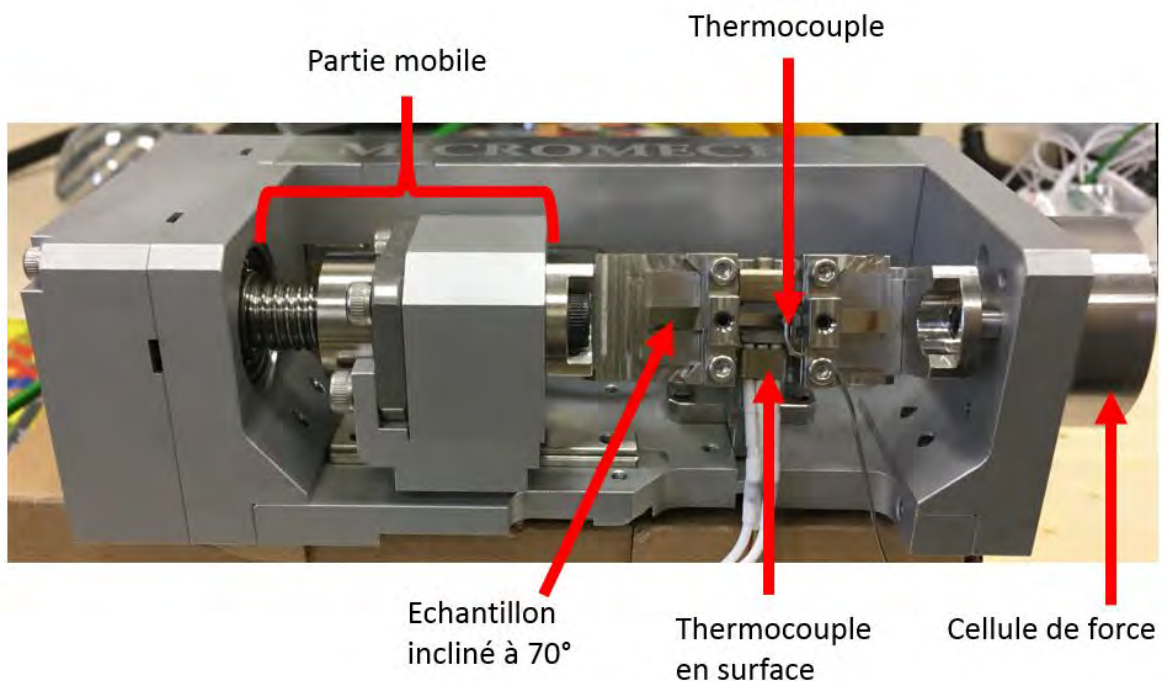
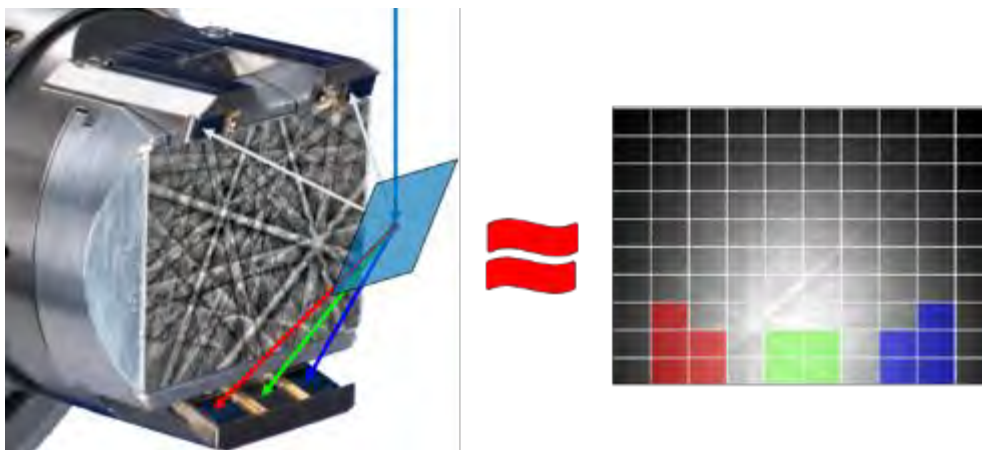


Figure II-36 : Dispositif de traction in-situ développé par Micromecha.

Pour observer les traces des plans de glissement émergeant en surface, un premier essai à l'ambiante a été réalisé pour définir les conditions optimales d'observation. Le premier essai a été réalisé sans tilter l'échantillon en observant la surface à l'aide de la détection d'électrons secondaires et rétrodiffusés. Lors de cet essai, alors que la limite d'élasticité était dépassée, les bandes de glissement étaient peu visibles à un grandissement raisonnable (permettant d'observer plus d'un grain sur la même image). On a donc procédé à un changement de configuration, afin d'utiliser les diodes FSD (Forward Scattered Detector) présentes sur le détecteur EBSD. Ces diodes permettent d'obtenir un contraste cristallographique et topographique. Le contraste d'orientation cristallographique s'explique par le fait qu'un échantillon dont la surface diffracte pourra émettre des bandes de Kikuchi de différentes intensités. Le signal reçu par les diodes FSD est similaire à

l'intensité de différentes zones au bas de l'écran phosphorescent sur lequel sont projetées les bandes de Kikuchi, comme le montre la Figure II-37. La différence d'orientation de deux grains engendre des bandes différentes au niveau du détecteur. L'intensité des signaux reçus par les diodes étant différente en fonction des grains, on peut simuler à partir de trois diodes une image RGB. Les grains imagés par cette technique auront alors des couleurs différentes (voir Figure II-39), cependant, des grains de couleurs similaires n'auront pas forcément la même orientation cristallographique. Ce mode de détection est très sensible à la topographie de l'échantillon du fait de l'inclinaison de l'échantillon et des effets d'ombres qui sont possibles d'avoir du fait de la position du détecteur et est donc très sensible pour visualiser la déformation des grains et l'émergence de traces de plans de glissement à la surface des grains. Cette sensibilité est démontrée par la Figure II-38 montrant la même zone d'un échantillon déformé plastiquement à 0,8%.

Des essais interrompus sont réalisés afin de quantifier le développement de la déformation plastique dans certains grains choisis au préalable en fonction du niveau de déformation. Pour cela l'essai est arrêté à plusieurs reprises à des niveaux de déformation successifs. Ces arrêts sont compris tant dans la zone de déformation élastique de l'échantillon que dans la zone de déformation plastique. Une dizaine d'arrêts sont effectués dans la zone élastique pour évaluer l'apparition des bandes de glissement à la surface de l'échantillon. Lorsque la limite d'élasticité est dépassée, environ 4 clichés sont pris jusqu'à 4% de déformation plastique. La densité de bandes étant importante dans la zone de déformation plastique, l'évolution des bandes est difficile à observer. Les clichés par FSD sont réalisés durant ces arrêts aux niveaux de zones choisies au préalable. Ces zones sont choisies pour contenir plusieurs grains choisis en fonction de l'analyse EBSD préalable. La cartographie EBSD permet de connaître théoriquement les systèmes de glissement activés en analysant l'orientation du grain vis-à-vis de la direction de la sollicitation. Les grains dont les systèmes de glissement donnent des facteurs de Schmid élevés ( $>0,45$ ) sont choisis car ils devraient être plus sensibles à la déformation et donc à l'apparition de bande de glissement à leur surface. Quatre zones par éprouvettes sont choisies pour avoir une statistique. Après les expériences de traction in-situ, les clichés sont traités par le logiciel ImageJ pour déterminer l'espacement entre bandes ainsi que la densité des bandes par grain en fonction du niveau de déformation. Les essais sont réalisés sur un échantillon irradié et un échantillon non irradié. Ces analyses permettent alors d'évaluer l'évolution de la localisation de la déformation en fonction de l'irradiation.



*Figure II-37 : Les diodes FSD situées sous le détecteur EBSD permettent d'obtenir un contraste d'orientation et topographique.*

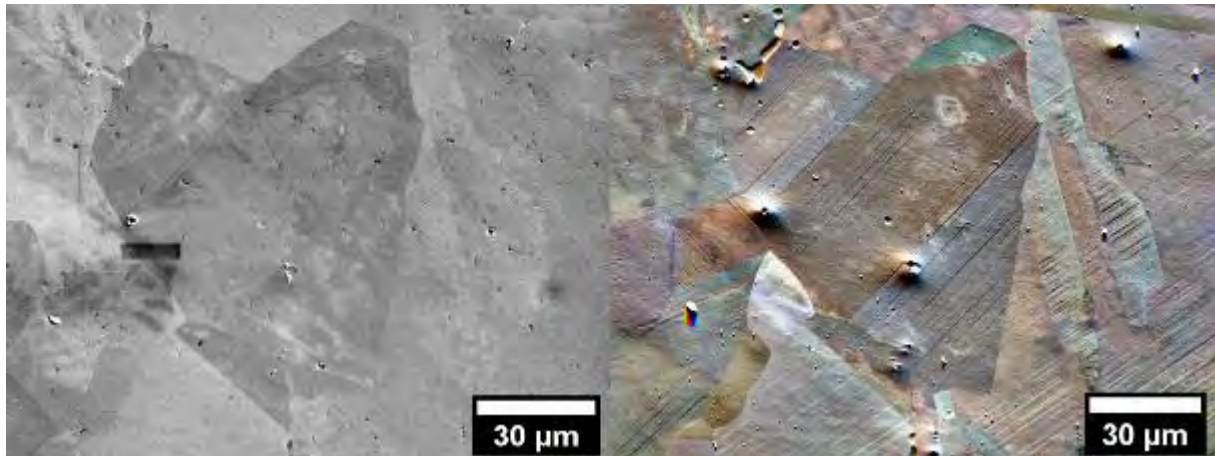


Figure II-38 : Images MEB lors d'un essai de traction à température ambiante. A 0,8% de déformation, les bandes de glissement sont clairement visibles sur le cliché FSD (à droite) contrairement au cliché pris en mode électrons rétrodiffusés (à gauche).



Figure II-39 : Exemple d'images FSD prises avant et après déformation d'un échantillon lors d'un essai de traction en MEB in-situ.

## *Chapitre III Evolutions induites par l'irradiation*

Ce chapitre présente les résultats obtenus sur l'influence de l'irradiation sur la sensibilité à la fissuration intergranulaire. Après la préparation des échantillons et leurs irradiations, décrites dans le chapitre précédent, les microstructures et propriétés mécaniques des différents échantillons ont été caractérisées. Pour rappel, les irradiations réalisées à 450°C ont pour but d'obtenir une population de boucles de Frank et un durcissement conduisant à une sensibilisation à la fissuration comme l'a montré Gupta (Gupta 2016), avec une dose plus importante afin d'obtenir des cavités. Les irradiations à 600°C visent à obtenir une microstructure avec peu de boucles de Frank et une population de cavités plus grosses. L'implantation d'hélium doit permettre d'obtenir des populations de cavités différentes, notamment des cavités intergranulaires.

Les irradiations aux ions Fe, avec ou sans hélium et à différentes températures induisent des microstructures différentes que nous avons caractérisées dans un premier temps. Un échantillon irradié à 450°C (nuance de référence de notre étude), ainsi qu'un échantillon irradié Fe-600 ont fait l'objet d'analyses de la ségrégation induite par irradiation, notamment au niveau intergranulaire.

Dans un deuxième temps, nous nous intéresserons au durcissement induit par irradiation. Ce durcissement est caractérisé par nanoindentation et microcompression, en comparant les résultats obtenus sur matériaux irradiés ou non. Les deux techniques sont comparées entre elles et discutées vis-à-vis de leur utilisation pour caractériser le durcissement dans le cas d'irradiations aux ions lourds pour les aciers inoxydables. Le lien entre microstructure et durcissement est également étudié, par la comparaison du durcissement mesuré et du durcissement théorique induit par la présence des défauts microstructuraux.

La dernière partie de ce chapitre est dédiée à l'étude de la sensibilité à la fissuration intergranulaire. Pour cela les échantillons sont testés par SSRT en milieu nominal REP et la fissuration est observée par MEB. La densité de fissures observées permet ensuite d'évaluer la sensibilité pour chaque condition d'irradiation. Le lien entre sensibilité à la fissuration, durcissement et microstructure est ensuite discuté.

### *III.A. Caractérisations microstructurales après irradiation*

#### *III.A.1 Caractérisation des défauts d'irradiation*

Des analyses par MET nous ont servi à caractériser les populations de défauts créés. Ces analyses, présentées par la suite, sont réalisées à partir de lames FIB prélevées sur les échantillons irradiés. Les objets observés par MET sont principalement les cavités et les boucles de Frank produites par irradiations. Il est à noter qu'il existe une dispersion de la fluence sur la zone irradiée pouvant aller jusque 15%, d'après les mesures de flux d'ions lors de l'irradiation. Cette dispersion de fluence pourra contribuer à la dispersion sur la quantification des défauts observés (densité et taille moyenne). Cette dispersion ne peut malheureusement pas être quantifiée avec précision. Son impact est estimé moindre sur les boucles de Frank car les doses étudiées correspondent au régime de saturation de ces défauts. L'effet de cette dispersion sur les cavités est certainement limité (Malaplate et al. 2019).

Ici, nous avons analysé des échantillons prélevés dans le sens transverse de l'irradiation, ce qui permet d'accéder à la microstructure complète de la couche irradiée. Le profil de dose évoluant dans la profondeur de la zone irradiée, cela permet également de quantifier l'évolution des défauts avec la dose. Lors d'un essai à déformation imposée, toute la couche irradiée est sollicitée mécaniquement, il est donc intéressant de connaître la population de défauts dans toute la couche irradiée.

### **III.A.1.a) Cavités**

Pour toutes les conditions d'irradiations étudiées, les analyses MET des échantillons irradiés ont montré la présence de cavités. La Figure III-1 montre les différentes populations de cavités observées après les quatre irradiations. Pour chacune des images MET, la surface irradiée se trouve sur la gauche de l'image. Parmi les échantillons étudiés, aucune cavité n'était présente à plus de 2,5  $\mu\text{m}$  de la surface irradiée, c'est-à-dire après la fin du profil d'irradiation. On observe que les populations de cavités sont très différentes selon la condition d'irradiation réalisée. L'irradiation Fe-450 induit des cavités d'une densité de  $4,2 \pm 0,8 \times 10^{20} \text{ m}^{-3}$ , avec une taille moyenne de  $21,7 \pm 1 \text{ nm}$ . L'irradiation Fe-He-450, avec ajout d'hélium simultané durant d'irradiation, a réduit la taille moyenne des cavités à  $8 \pm 1 \text{ nm}$ . L'ajout d'hélium modifie aussi la distribution de taille des cavités avec un pic de la distribution pour des petites cavités. La densité des cavités après l'irradiation Fe-He-450 est de  $2,7 \pm 0,8 \times 10^{22} \text{ m}^{-3}$ , soit 50 fois plus que l'irradiation Fe-450. L'irradiation Fe-600 a quant à elle induit une population de cavités de taille nettement plus grande de  $110,7 \pm 1 \text{ nm}$  en moyenne, mais avec une diminution importante de la densité :  $2,4 \pm 0,5 \times 10^{19} \text{ m}^{-3}$ , soit 17 fois moins qu'à  $450^\circ\text{C}$ . Pour l'irradiation Fe-He-600, une population bimodale des cavités est nettement discernable. Ainsi, on distingue une population de petites cavités et de grosses cavités, dont les tailles moyennes sont de  $8,7 \pm 1$  et  $77 \pm 1 \text{ nm}$  et les densités de  $1,3 \pm 0,1 \times 10^{20} \text{ m}^{-3}$  et  $4 \pm 0,4 \times 10^{18} \text{ m}^{-3}$ , respectivement. Pour chacune des conditions d'irradiations, la fraction volumique  $\Delta V$  a été calculée en prenant en compte l'épaisseur des lames MET (déterminée par EELS) analysées d'après l'équation  $\Delta V = \frac{V_c}{V_{\text{tot}} - V_c}$ , ou  $V_c$  est le volume des cavités et  $V_{\text{tot}}$  est le volume de la zone analysée. La fraction volumique de cavités pour l'irradiation Fe-450 est de 0,2%. Cette fraction augmente légèrement avec l'implantation de l'hélium pour atteindre 0,3% en moyenne sur la couche irradiée. L'irradiation Fe-600 présente une fraction volumique de cavités de 2,7%. La préimplantation d'hélium à cette température provoque une forte augmentation de volume occupé par les cavités, puisque la fraction volumique atteint 8,7% en moyenne. Les densités, tailles et fractions volumiques des cavités après les différentes irradiations sont résumées dans le Tableau III-1.

La Figure III-3 montre des cavités prises à plus fort grandissement et les distributions de tailles des cavités sont données par la Figure III-4. On voit que l'irradiation Fe-450 a produit des cavités faiblement facettées de tailles comprises entre  $2 \pm 1$  et  $35 \pm 1 \text{ nm}$ . Cette plage de valeur est proche de celle de l'irradiation Fe-He-450 (entre  $2 \pm 1$  et  $32 \pm 1 \text{ nm}$ ), cependant la distribution en taille des cavités produites par l'irradiation Fe-450 suit une loi quasi normale. Après irradiation Fe-He-450, la population de cavités est bimodale, mais sans une séparation nette des deux populations de cavités (Figure III-4). Les cavités les plus grosses sont faiblement facettées, tandis que les cavités les plus petites sont sphériques. La distribution de cavités dans l'irradiation Fe-600 suit, comme pour l'irradiation Fe-450, une loi quasi normale avec une plage de tailles allant de  $48 \pm 1$  à  $198 \pm 1 \text{ nm}$ . Les cavités sont fortement facettées après cette irradiation. Quant à l'irradiation Fe-He-600, les cavités observées ont des tailles comprises entre  $2,8 \pm 1$  et  $184 \pm 1 \text{ nm}$ . Les cavités de petites tailles sont

sphériques (voir Figure III 2) et, on peut donc supposer qu'elles sont trop petites pour être facettées ou remplies d'hélium. En effet, la présence d'hélium provoque la pressurisation des cavités, qui prennent alors une forme sphérique (Farrell et al. 1986). Les cavités de grosses tailles sont quant à elles clairement facettées potentiellement à cause de leur contenu trop faible en hélium (Zinkle 2012) ou de leur taille.

Irradiations	Dose à la surface (dpa)	Densité (m <sup>-3</sup> )		Taille moyenne (nm)		Fraction volumique (%)
		(Petites)	(Grosses)	(Petites)	(Grosses)	
Fe-450	8±1	4,2±0,8x10 <sup>20</sup>		21,7±1		0,3
Fe-He-450	10±2,5	2,7±0,8x10 <sup>22</sup>		8±1		0,2
Fe-600	12±4	2,4±0,5x10 <sup>19</sup>		110±1		2,7
Fe-He-600	12±4	1,3±0,1x10 <sup>20</sup> (Petites)	9±1x10 <sup>19</sup> (Grosses)	8,7±1 (Petites)	77±1 (Grosses)	8,7
		2,2±0,4x10 <sup>20</sup> (totalité)		35,5±1 (totalité)		

Tableau III-1 : Densité et tailles des cavités dans l'acier austénitique après les irradiations Fe-600, Fe-He-600, Fe-450 et Fe-He-450.



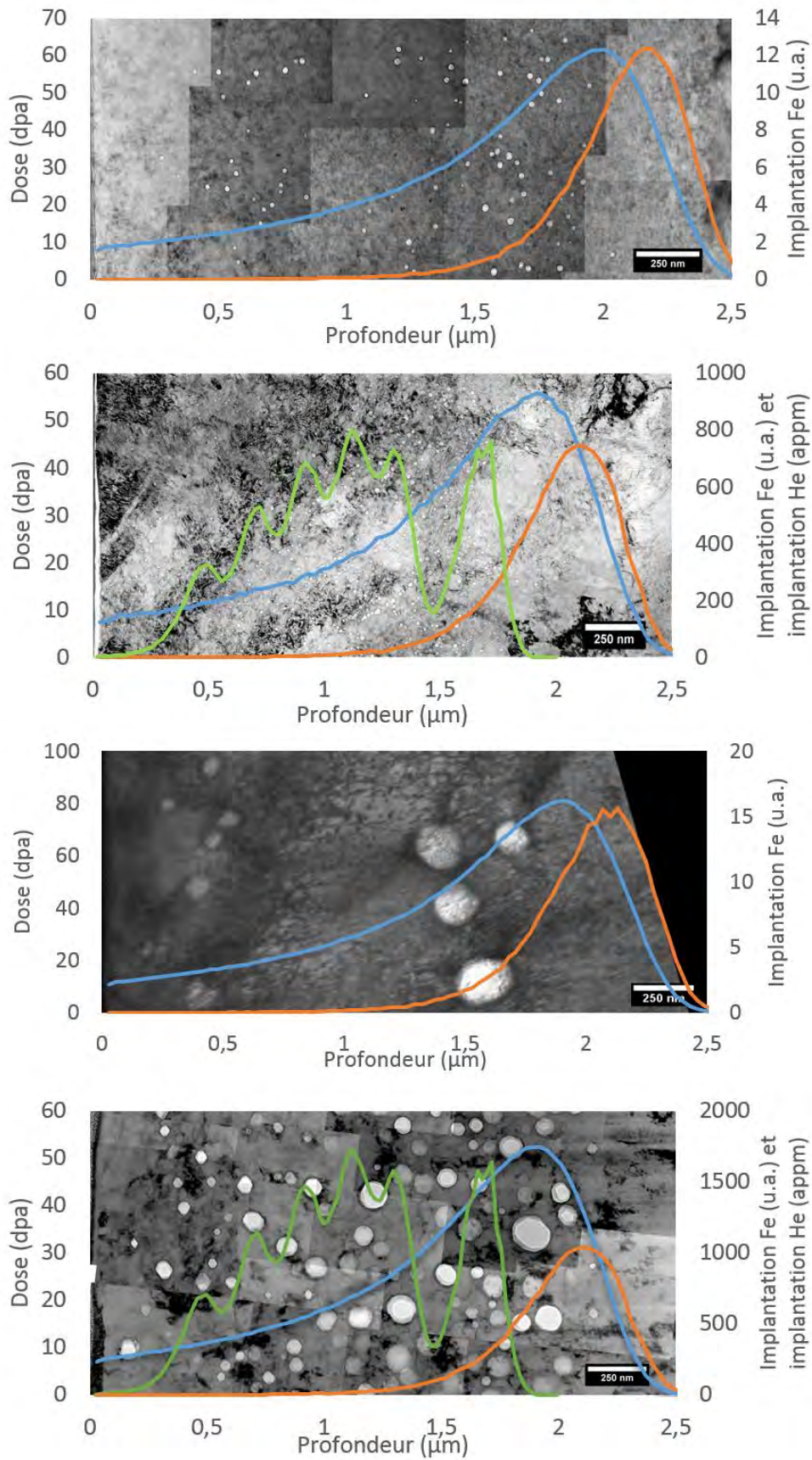
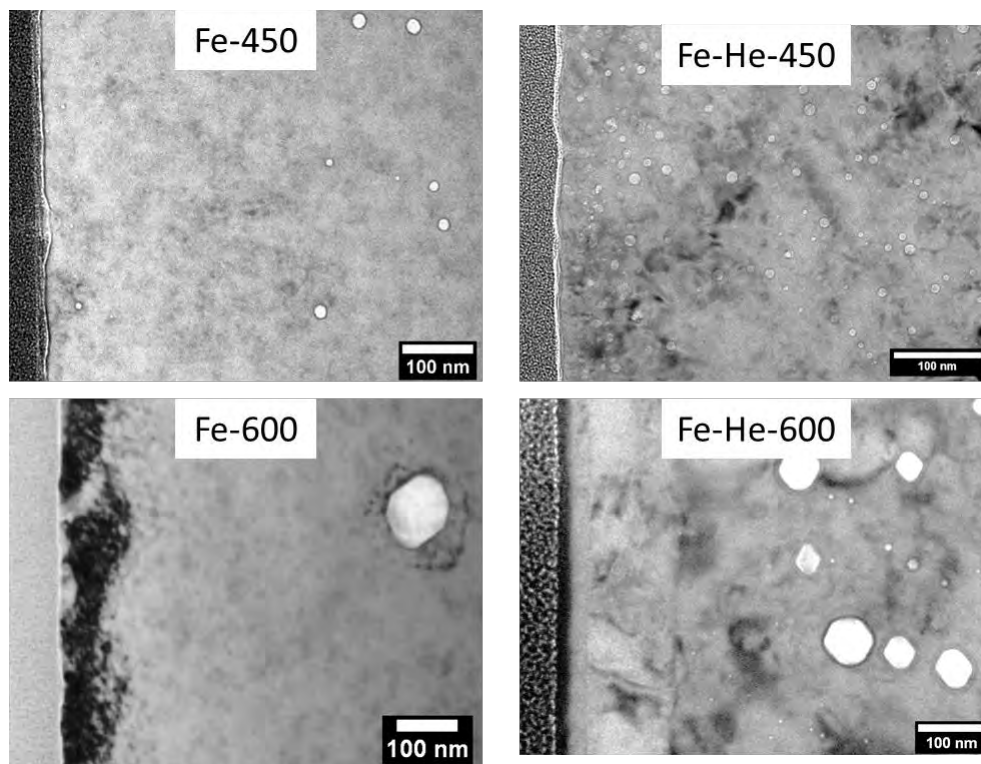
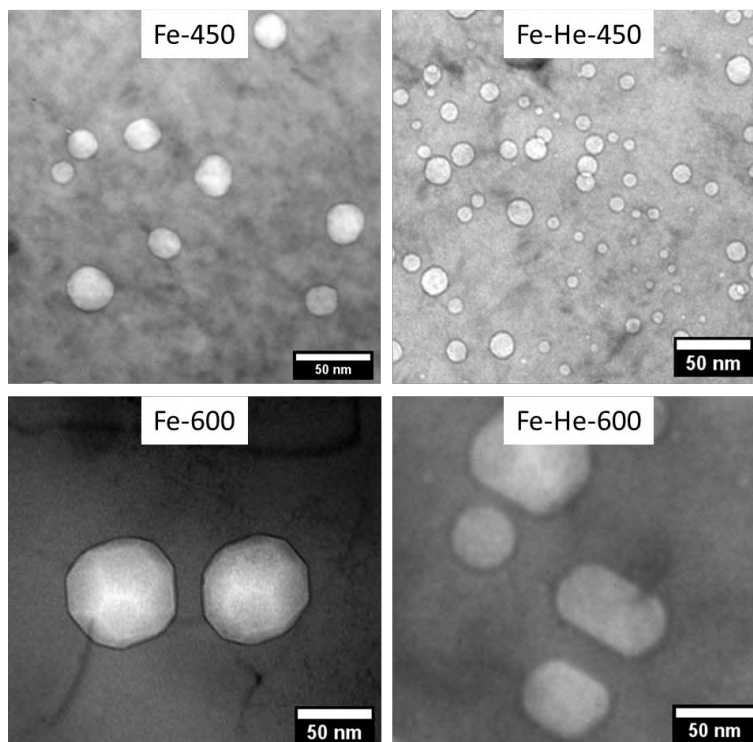


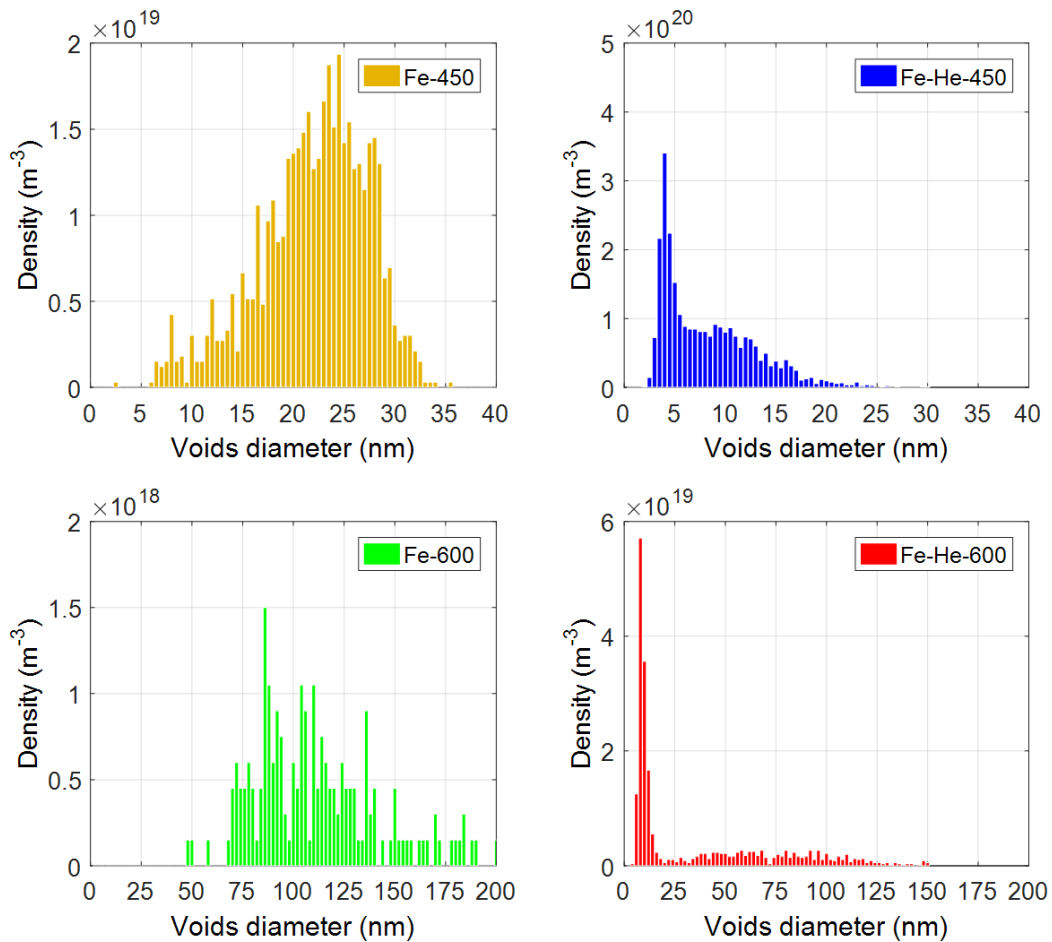
Figure III-1 : Images MET montrant les cavités présentes après irradiations (de haut en bas) Fe-450, Fe-He-450, Fe-600 et Fe-He-600. Les profils d'irradiation (en bleu) et d'implantation des ions fer (orange) et hélium (vert) sont superposés sur ces images. La surface libre se trouve à gauche.



*Figure III-2 : Observation par MET des cavités après les 4 irradiations réalisées. La surface d'irradiation est à gauche des images. Dans l'acier irradié Fe-He-450 ou Fe-450, un faible facettage apparaît sur les plus grosses cavités. Les cavités apparaissent clairement facettées après irradiation Fe-600. Deux types de cavités coexistent dans l'acier irradié Fe-He-600 : des petites cavités sphériques supposées pressurisées par l'hélium et des grosses cavités facettées supposées vides ou contenant très peu d'hélium.*



*Figure III-3 : Observation par MET des cavités après les 4 irradiations réalisées. Images des cavités à plus fort grandissement.*



**Figure III-4 : Distributions de la taille (diamètre) des cavités en fonction des conditions d'irradiations.**

Les distributions en tailles, densités et fractions volumiques des cavités en fonction de la profondeur sont données dans la Figure III-5. Le code couleur utilisé est le même que pour la Figure III-4. Des segments de 100 nm en profondeur ont été utilisés pour évaluer l'évolution des différents paramètres avec la profondeur d'irradiation. Les évolutions relatives à l'irradiation Fe-600 apparaissent en dents de scie. En effet, la faible densité des cavités implique qu'une quantité relativement faible de cavités a été observée d'où des distributions (Figure III-5h et III-5i) moins régulières que pour les autres irradiations.

Pour l'acier irradié Fe-450, la taille des cavités augmente de la surface jusqu'à 1500-1600nm de profondeur pour atteindre une taille moyenne de ~24nm. Au-delà, la taille des cavités diminue. L'évolution de la densité est similaire : hormis au niveau de la surface d'irradiation où il existe un pic de densité, les cavités sont de plus en plus denses avec la profondeur jusqu'à ~1600nm. La présence de ce pic à la surface est également observée par Gigax et Sun (Gigax et al. 2015; Sun et al. 2017), qui supposent un effet de déséquilibre entre les interstitiels et les lacunes à proximité de la surface, également évoqué par Shao (Shao et al. 2014), qui montre la présence d'une zone riche en lacunes à proximité de la surface lors d'irradiation aux ions lourds. La fraction volumique augmente graduellement depuis la surface jusque 1600 nm de profondeur pour diminuer ensuite.

Pour l'irradiation Fe-He-450, la taille demeure constante (~8nm) jusqu'à ~800 nm de profondeur puis on observe deux pics de la distribution en taille, le premier entre 1000 nm et 1400 nm et le second entre 1700 nm et 2000 nm. Un pic de densité à  $5.10^{21}$  cavités.m<sup>-3</sup> est observé proche de la surface, un second de même amplitude autour de 700 nm, puis un dernier autour de 1700 nm atteignant  $12.10^{21}$  cavités.m<sup>-3</sup>. La densité diminue rapidement au-delà. Hormis un pic en surface, la fraction volumique de cavités augmente progressivement jusque 1400 nm, après quoi elle diminue.

Les résultats de l'irradiation Fe-600 montrent une augmentation progressive du diamètre moyen des cavités qui passent de 70 nm en surface à 150 nm à ~1800nm de profondeur. La taille moyenne diminue au-delà. Pour cette irradiation, la densité des cavités est environ 10 fois plus faible en proche surface que dans le reste de la couche irradiée. La densité observée est maximale autour de ~400-500 nm puis diminue au-delà. L'évolution en dents de scie de la densité de cavités dans cet échantillon (à cause de la statistique trop faible), rend difficile une vision claire de l'évolution de la fraction volumique. Cependant, on peut observer un maximum vers 1800 nm et une diminution de la fraction volumique de cavités à plus grande profondeur.

Pour l'irradiation Fe-He-600, la taille moyenne des cavités augmente de la surface jusque 1200 nm pour diminuer légèrement et augmenter de nouveau en atteignant un maximum à 1900 nm environ. Il est à noter que la taille moyenne prend en compte les petites et les grosses cavités. La densité des cavités pour cette irradiation augmente rapidement avec la profondeur et atteint une sorte de plateau entre 300 nm et 700 nm. Au-delà, la densité est plus faible, avec tout de même un pic vers 1500 nm de profondeur. La fraction volumique augmente graduellement de la surface jusqu'à atteindre un plateau entre 1000 et 1900 nm. Les évolutions respectives de la taille moyenne et de la densité des cavités dans cette tranche vont à l'encontre l'une de l'autre, ce qui produit ce plateau dans l'évolution de la fraction volumique. Au-delà de 1900 nm, la fraction volumique de cavités dans le matériau diminue.

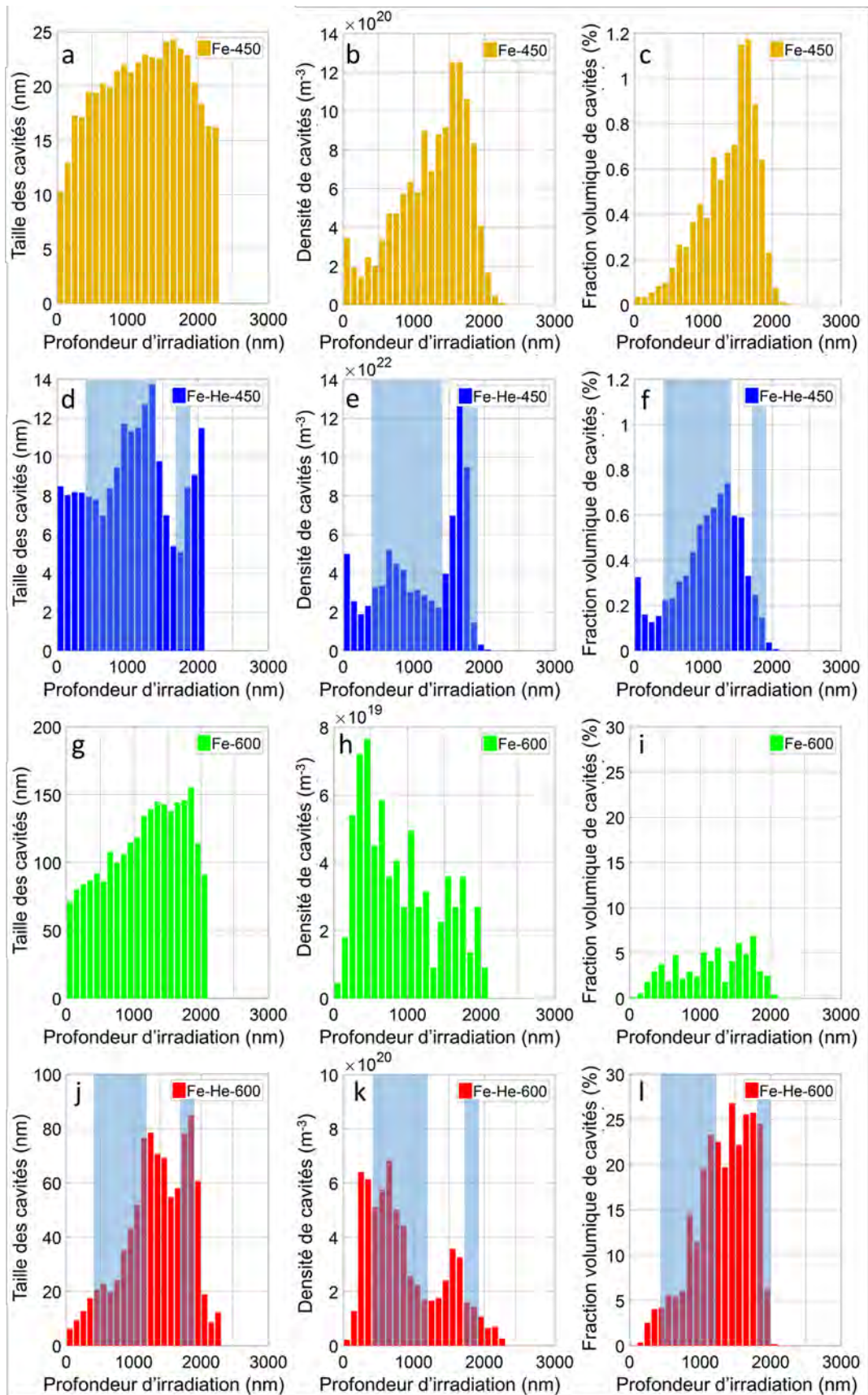


Figure III-5 : Distribution de tailles, densités et fractions volumiques des cavités en fonction de la profondeur d'irradiation dans les matériaux irradiés (de haut en bas) Fe-450, Fe-He-450, Fe-600 et Fe-He-600. Les zones bleutées représentent les zones d'implantation des ions hélium calculées par SRIM.

Les évolutions de taille et de densité des cavités en fonction de la dose d'irradiation sont présentées sur la Figure III-6. Dans le cas d'irradiations aux ions lourds, la dose d'irradiation n'évolue pas linéairement avec la profondeur, la présence d'un gradient de dose permet de suivre l'évolution des populations en fonction de la dose. Pour l'irradiation Fe-450, la taille augmente avec la dose jusqu'à atteindre un plateau à partir de 15 dpa environ. La densité quant à elle augmente constamment avec la dose. Pour l'irradiation Fe-He-450, l'évolution de la taille est plus difficile à évaluer, probablement du fait du profil d'implantation des ions hélium qui ne recouvre pas la totalité de l'épaisseur de l'irradiation. La densité est constante aux doses les plus faibles et augmente ensuite à partir de 35 dpa. Comme pour l'irradiation Fe-450, la taille des cavités induites par l'irradiation Fe-600 montre une augmentation puis une saturation autour de 30 dpa. Leur densité ne montre pas d'évolution claire avec la dose. Pour l'irradiation Fe-He-600, la taille des cavités augmente avec la dose pour atteindre un plateau vers 25 dpa. Par contre, la densité des cavités ne montre pas de tendance claire.

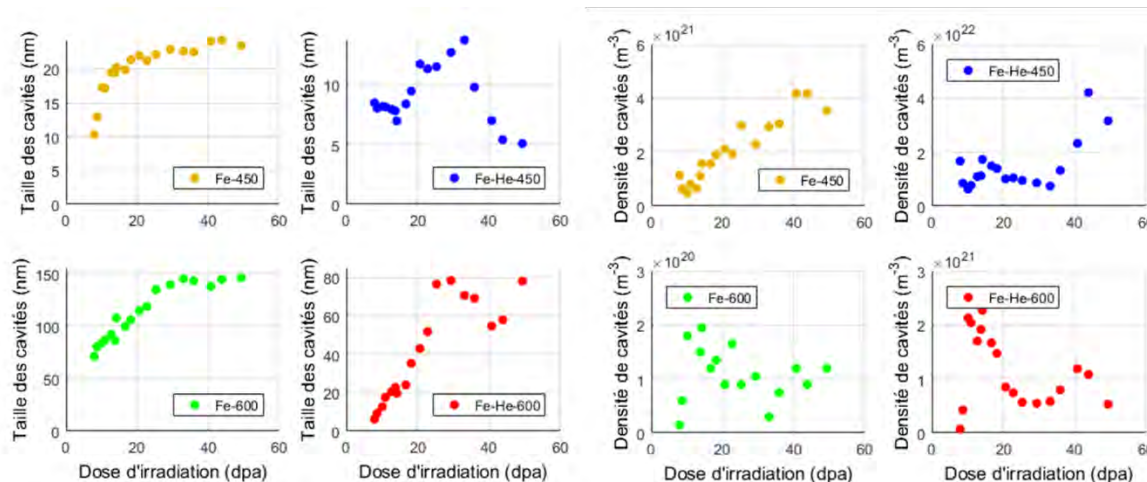


Figure III-6 : Evolution des tailles et densités de cavités après irradiation, en fonction de la dose.

Pour évaluer le rôle de la température d'irradiation, les deux irradiations Fe-450 et Fe-600 sont comparées entre elles, puis Fe-He-450 et Fe-He-600 entre elles. En l'absence d'hélium, la taille moyenne des cavités augmente avec la profondeur d'irradiation, jusqu'à 1,5-1,8  $\mu\text{m}$  de profondeur (Figure III-5). Au-delà de 1,8  $\mu\text{m}$ , l'implantation d'ions devient non négligeable vis-à-vis du profil de dommage et provoque une diminution de la germination de cavités, d'où une densité qui diminue à partir de cette profondeur. L'effet de ces ions interstitiels est le même pour les deux températures d'irradiations, vis-à-vis de la taille moyenne. Les évolutions de densités de cavités sont très différentes entre ces deux irradiations, avec une évolution quasi linéaire en fonction de la dose après l'irradiation Fe-450 (Figure III-6), mais pas d'évolution claire après l'irradiation Fe-600 (Figure III-6). L'évolution de la densité des cavités en fonction de la profondeur (Figure III-5h) pour Fe-600 semble malgré cela marquée par un maximum à faible profondeur et par une diminution progressive ensuite.

A 450°C, l'hélium augmente la densité globale des cavités d'un facteur 15 et augmente considérablement la densité de cavités observées en proche surface puisqu'elle est 150 fois plus importante pour l'irradiation Fe-He-450. La taille des cavités augmente progressivement de 200 nm jusqu'à 1600 nm de profondeur pour Fe-450 mais de façon moins régulière pour Fe-He-450. Le profil d'implantation non homogène des ions hélium peut expliquer cette évolution irrégulière. Pour Fe-450 et Fe-He-450, la densité maximale se situe à une profondeur similaire autour de 1600 nm.

A 600°C, l'hélium augmente également la densité globale des cavités alors que leur taille moyenne diminue. En comparaison aux irradiations à 450°C, la densité maximale pour les deux irradiations à 600°C se situe à faible profondeur (autour de 500 nm). A cette température de 600°C, avec ou sans implantation, les cavités pourraient coalescer. Ce phénomène expliquerait la diminution de la densité avec la profondeur Figure III-5h et k.

A 600°C comme à 450°C, l'implantation d'hélium, non homogène, induit sans surprise une certaine hétérogénéité de taille et de densité des cavités en fonction de la profondeur. Les diminutions de densités de Fe-He-450 et Fe-He-600 entre 700 et 1400 nm pourraient correspondre à la quasi-absence d'ions hélium implantés avec la technique de dégradation du faisceau d'ions hélium employée. Cependant, sur les profils d'implantation en hélium, la baisse du taux d'implantation intervient entre 1200 et 1600 nm. Cette plage est plus faible que pour le profil de densité de cavités. Une explication possible à cette différence serait que les énergies des ions hélium à la sortie des feuilles d'aluminium du dégradeur aient été surestimées. Avec des énergies plus faibles, cette plage deviendrait plus importante.

En plus de la température d'irradiation, le mode d'implantation diffère entre les irradiations Fe-He-450 (coimplantation) et Fe-He-600 (pré-implantation à chaud). En comparaison à une coimplantation, une implantation d'ions hélium à haute température est connue pour induire une augmentation de la taille des cavités et une diminution de la densité (voir Figure I-28). Ces différences sont observées entre ces deux irradiations (Figure III-5), cependant elles peuvent aussi s'expliquer par la différence de températures d'irradiation. On remarque aussi que pour Fe-He-450 et Fe-He-600, plusieurs pics de densité de cavités existent. Un premier pic se situe dans la première zone d'implantation d'ions hélium, et le second pic, au niveau de la seconde zone d'implantation. On peut remarquer cependant que le pic de densité de cavités le plus important dans Fe-He-450 est le second tandis qu'il s'agit du premier pic dans Fe-He-600. Cet effet est semblable à l'effet de la température entre les irradiations à 450°C et 600°C. En effet, la densité de cavités est maximale à forte profondeur pour Fe-450 (vers 1500 nm) et à faible profondeur pour Fe-600 (vers 500 nm). D'autre part, la largeur du premier pic de densité, plus importante dans le cas de Fe-He-600, pourrait être due au fait qu'une quantité beaucoup plus importante d'ions hélium ait été implantée à faible profondeur dans cette irradiation (700 appm estimés contre 200 appm pour Fe-He-450). Aussi, une forte densité de cavités est présente proche de la surface uniquement pour Fe-He-450. Ce pic étant présent pour Fe-450 et absent pour Fe-600, on peut aussi attribuer cette différence à un effet de la température plutôt qu'à un effet du mode d'implantation. Au vu de ces éléments, aucun effet notable sur la distribution en taille et en densité en fonction de la profondeur ne semble pouvoir être attribué spécifiquement au mode d'implantation des ions hélium.

Un des objectifs des irradiations avec He était également d'obtenir des cavités intergranulaires. Des observations MET ont été réalisées pour toutes les irradiations au niveau de joint de grains fortement désorientés, qui ne sont pas susceptibles de contenir des cavités en l'absence d'hélium d'après la littérature. La Figure III-6 montre la présence de petites cavités qui sont apparues au niveau des joints de grains après les irradiations avec implantation d'ions hélium. Aucune cavité intergranulaire n'a été observée dans les échantillons non implantés avec de l'hélium. La taille moyenne de ces cavités est de l'ordre de  $11 \pm 1$  nm dans le cas de l'irradiation Fe-He-600 (Figure III-7a) et de  $5 \pm 1$  nm pour Fe-He-450 (Figure III-7b). Leur espacement moyen est estimé à 55 nm pour l'irradiation Fe-He-450 et à 77 nm pour l'irradiation Fe-He-600. Aussi, autour des joints de grains

analysés, seule l'irradiation Fe-He-450 montre une zone autour du joint de grain dénuée de cavité. Cette zone a une largeur d'une dizaine de nanomètres.

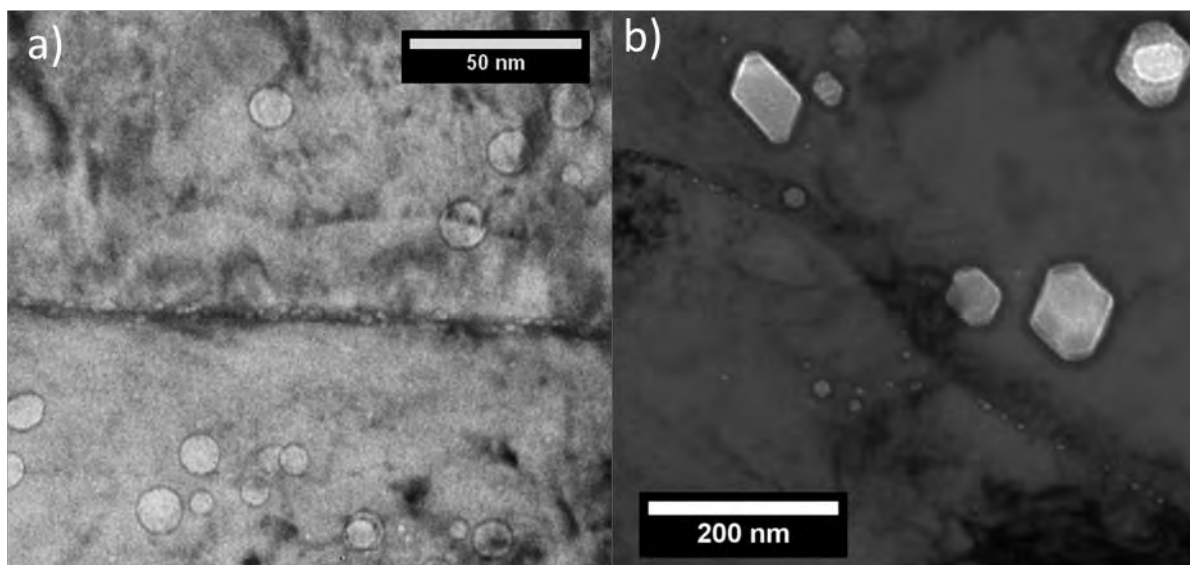


Figure III-7 : Observations MET de cavités intergranulaires dans le cas des irradiations Fe-He-450 (a) et Fe-He-600 (b).

### III.A.1.b) Boucles de Frank

Les boucles de Frank ont été imagées par la technique Rel-Rod (Sencer et al. 2003) permettant d'identifier les boucles de dislocations sur leur tranche en champ sombre. Cette technique a pour avantages de limiter le recouvrement des boucles entre elles et de permettre une mesure facile du diamètre de ces boucles du fait qu'elles soient sur la tranche, comme le montre la Figure III-8 dans le cas des irradiations à 450°C. Les densités ont été calculées en supposant que les 4 familles de boucles étaient homogènes entre elles. Dans les échantillons irradiés à 600°C, leur nombre est trop faible pour déterminer une densité de façon fiable. Nous avons considéré que leur densité était inférieure à  $10^{19} \text{ m}^{-3}$ .

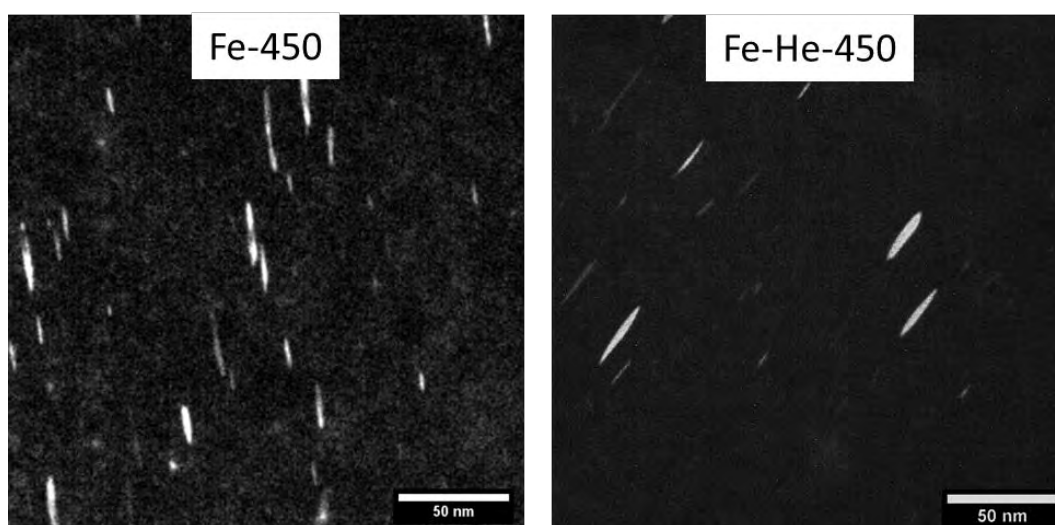
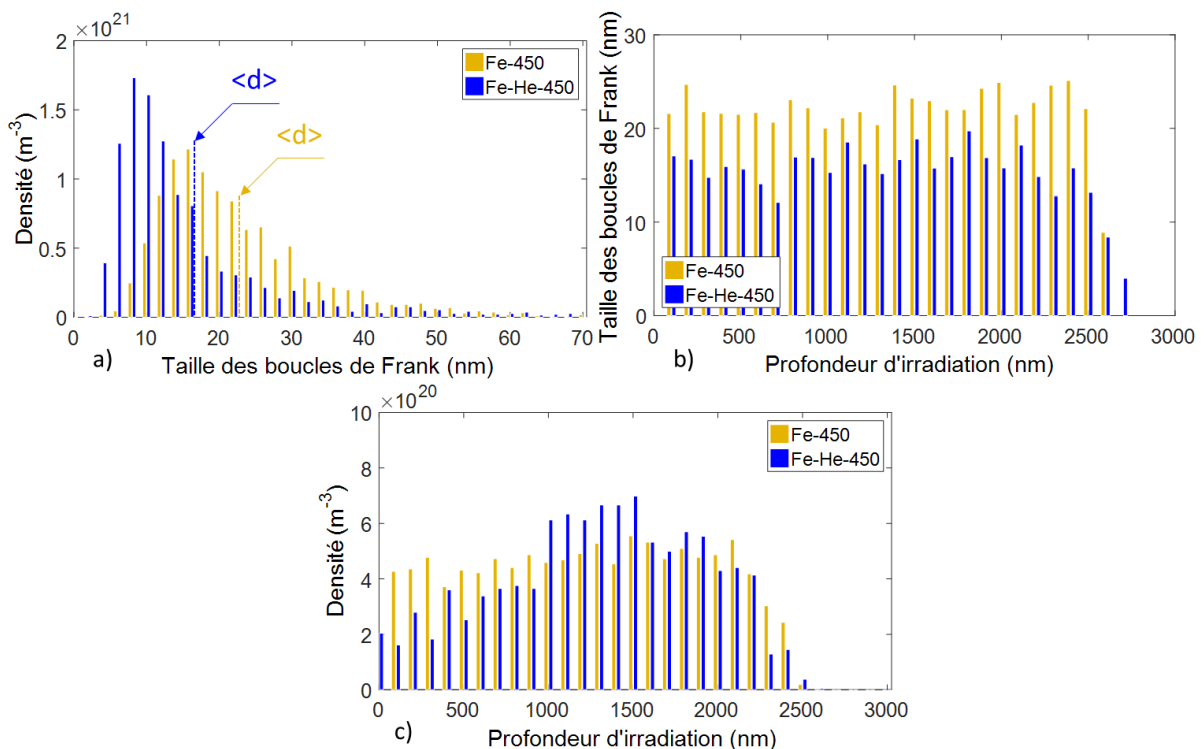


Figure III-8: Boucles de Frank imagées par la technique Rel-Rod dans les échantillons irradiés Fe-450 et Fe-He-450.



Les distributions en taille des boucles de Frank pour les irradiations à 450°C sont données sur la Figure III-9a). Elles montrent que pour l'irradiation Fe-450, les boucles sont de plus grandes tailles, avec une taille moyenne de  $22,4 \pm 1$  nm contre  $16,2 \pm 1$  nm pour l'irradiation Fe-He-450. Les densités de boucles sont quant à elles très proches pour l'ensemble de la couche irradiée, avec  $1,1 \pm 0,2 \cdot 10^{22} \text{ m}^{-3}$  pour les deux irradiations. L'évolution de la taille moyenne des boucles en fonction de la profondeur est donnée par la Figure III-9b). On peut voir alors que la taille moyenne est relativement constante sur l'ensemble de la couche irradiée jusqu'à 2,5  $\mu\text{m}$ . Au-delà de cette profondeur, le dommage d'irradiation devient très faible et la taille des boucles nettement plus faible. L'évolution de la densité des boucles avec la profondeur donnée en Figure III-9c) montre une évolution plus marquée avec l'implantation d'hélium que sans implantation. Ainsi, la densité est quasi constante depuis la surface jusque 2,1  $\mu\text{m}$  pour Fe-450 puis diminue au-delà, tandis que pour Fe-He-450, la densité atteint un maximum entre 1 et 1,5  $\mu\text{m}$  et diminue au-delà. Les densités et tailles moyennes des boucles de Frank pour les deux irradiations sont données dans le Tableau III-2.

La Figure III-10 présente l'évolution des populations de boucles de Frank en fonction de la dose d'irradiation. La saturation de la taille des boucles est évidente pour les deux irradiations à 450°C. L'évolution de la densité des boucles est saturée pour Fe-450 mais cette saturation est moins claire pour l'irradiation Fe-He-450. En effet, bien que la densité globale soit identique, une dispersion est observée au sein de la couche irradiée. L'augmentation de la densité des boucles semble correspondre à la zone en profondeur où l'implantation des ions hélium est quasi-nulle. L'implantation d'ions hélium induit donc une diminution de la densité des boucles. Cette diminution n'a cependant pas eu de répercussion sur la densité globale.



**Figure III-9 :** a) Distribution des tailles de boucles de Frank et b) Evolution de la taille et c) de la densité des boucles de Frank en fonction de la profondeur pour les irradiations Fe-450 et Fe-He-450.

Irradiation	Dose en surface (dpa)	Densité (m <sup>-3</sup> )	Taille moyenne (nm)
Fe-600	12±4	< 10 <sup>19</sup>	-
Fe-He-600	12±4	< 10 <sup>19</sup>	-
Fe-450	8±1	1,1±0,2x10 <sup>22</sup>	22,4
Fe-He-450	10±2,5	1,1 ±0,3x10 <sup>22</sup>	16,4

Tableau III-2 : Densité et taille des boucles de Frank dans l'acier austénitique après les irradiations Fe-450 et Fe-He-450.

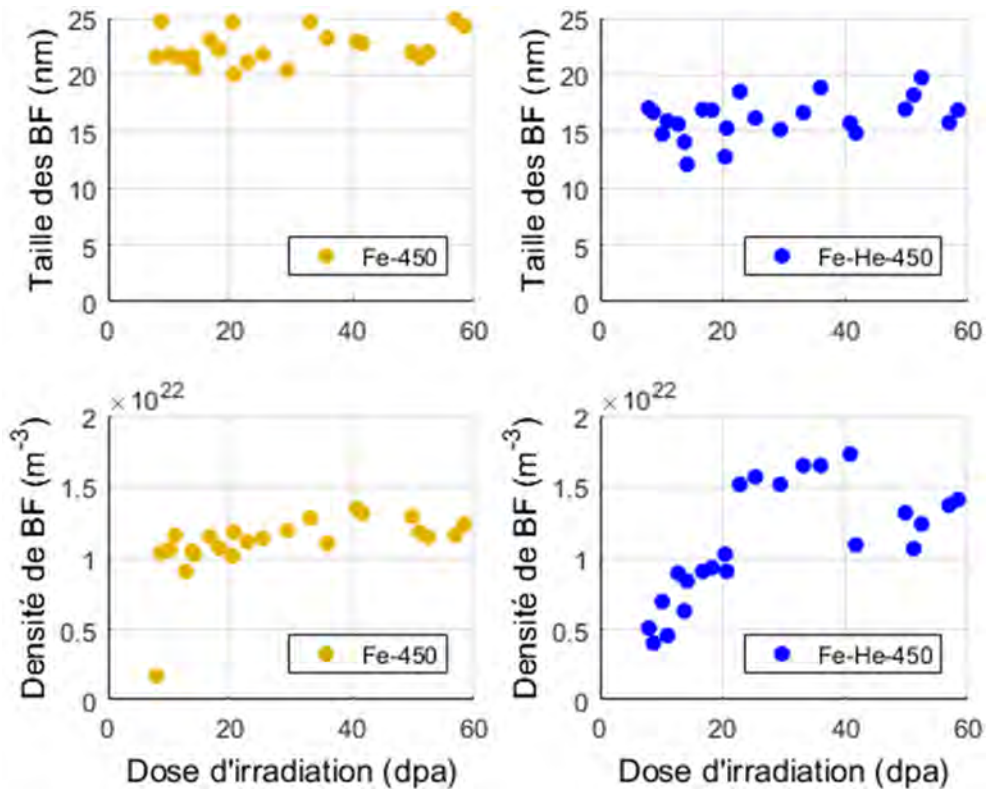


Figure III-10 : Evolution de la densité et de la taille des boucles de Frank en fonction de la dose.

### III.A.2 Discussion sur les microstructures obtenues

Les températures d'irradiations 450°C et 600°C ont été utilisées dans cette étude dans l'objectif de créer des microstructures d'irradiations différentes, que ce soit avec ou sans implantation d'hélium. Les irradiations Fe-450 et Fe-He-450 avaient pour objectif de produire des boucles de Frank, qui sont à l'origine du durcissement et de la localisation de la déformation dans ces aciers avec une plus forte dose pour obtenir des cavités d'irradiation. Les irradiations à 600°C avaient pour objectifs de réduire fortement la présence de boucles de Frank pour limiter le durcissement et la localisation de la plasticité et de faire grossir les cavités. Enfin, l'utilisation des ions hélium devait permettre d'obtenir des cavités de plus petites tailles que pour les irradiations sans hélium aux mêmes températures et des cavités intergranulaires.

Pour toutes les irradiations, des cavités ont été obtenues. Les cavités observées sont facettées dans les irradiations Fe-450, Fe-600 et aussi pour les grosses cavités de Fe-He-600. Ce facettage est

similaire à celui observé après d'autres irradiations aux protons (Kiener et al. 2012) ou aux ions lourds (Gigax et al. 2015). L'augmentation de la température a provoqué l'augmentation de la taille moyenne des cavités et la diminution de leur densité, ainsi que qu'une très forte diminution de la densité des boucles de Frank ( $<10^{19} \text{ m}^{-3}$ ). L'implantation d'ions hélium (pré-implantation ou co-implantation) a eu pour effet de diminuer la taille moyenne des cavités et d'augmenter leur densité, ce qui était attendu (Kato et al. 1993). La taille moyenne des boucles de Frank a également diminué par l'implantation d'ions hélium. La densité de boucles n'a quant à elle pas été modifiée dans sa globalité mais localement en fonction de la profondeur de la couche irradiée. La réduction de la taille des boucles avec l'injection d'ions hélium a déjà été observée (Kenik 1979).

Deux effets principaux peuvent être remarqués d'après les résultats obtenus lorsque la température d'irradiation augmente de 450°C à 600°C, à savoir la quasi-suppression de la population de boucles de Frank, l'augmentation de la taille des cavités et la diminution de leur densité.

La Figure III-11 rassemble les tailles et densités de cavités obtenues après irradiations aux ions lourds avec ou sans implantation d'hélium dans cette étude ainsi que dans la littérature pour des aciers austénitiques hypereutectés de nuances 304 ou 316. Dans ces études, la population de défauts caractérisés correspond à une seule dose d'irradiation, le plus souvent en surface, c'est pourquoi les tailles et densités en surface de notre étude ont été considérées ici pour permettre la comparaison. Aussi, les études rassemblées dans la Figure III-9 correspondent à des irradiations à des doses et des concentrations d'hélium diverses, néanmoins, les tendances en fonction de la température sont clairement identifiables.

Les tailles de cavités obtenues pour les irradiations Fe-450 et Fe-600, bien que situées dans la partie haute de la tendance, s'intègrent bien parmi les résultats des autres études, ce qui montre que ces tailles sont cohérentes avec d'autres irradiations réalisées dans la littérature. Les différences peuvent s'expliquer par les paramètres d'irradiation utilisés comme le flux, l'homogénéité dans la profondeur de l'implantation des ions hélium dans les irradiations réalisées. Le même constat peut être fait pour la taille des cavités de l'irradiation Fe-He-450. La taille des cavités de l'irradiation Fe-He-600, en moyenne de 35 nm lorsque les deux populations de cavités sont regroupées, est également cohérente avec les irradiations avec hélium menées à cette température. Pour ce qui est des densités des cavités, les 4 irradiations sont également cohérentes avec les résultats donnés dans la littérature.

Les densités et tailles des boucles de Frank obtenues dans cette étude sont comparées aux résultats donnés dans la littérature dans la Figure III-12. Les données obtenues pour les irradiations à 450°C s'intègrent bien dans ce graphe comparatif, indiquant que les résultats obtenus sont cohérents avec les irradiations rapportées dans la littérature. Les résultats des irradiations à 600°C sont quant à eux nettement inférieurs à ceux relatés dans la littérature. Cependant, les données de la littérature donnent des densités entre  $3 \cdot 10^{20}$  et  $1 \cdot 10^{21}$ . Sur les lames FIB observées, une telle densité impliquerait la présence d'au moins une dizaine de boucles de Frank, ce qui n'était pas le cas lors des observations réalisées. Notre confiance dans les observations rapportées est donc bonne malgré la différence par rapport aux données de la littérature.

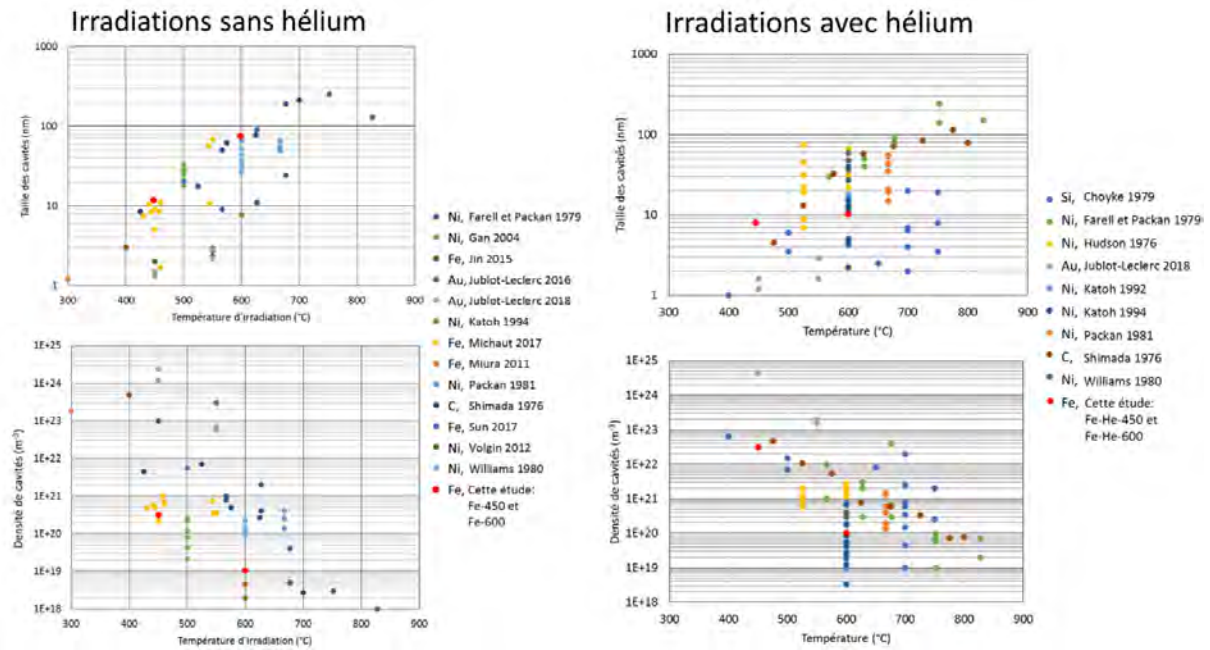


Figure III-11 : Comparaison des tailles et densité de cavités obtenues dans cette étude (points rouges) avec les résultats d'irradiations d'aciers austénitiques aux ions lourds, en fonction de la température d'irradiation. Les irradiations avec implantation d'hélium ont été séparées des irradiations sans implantation.

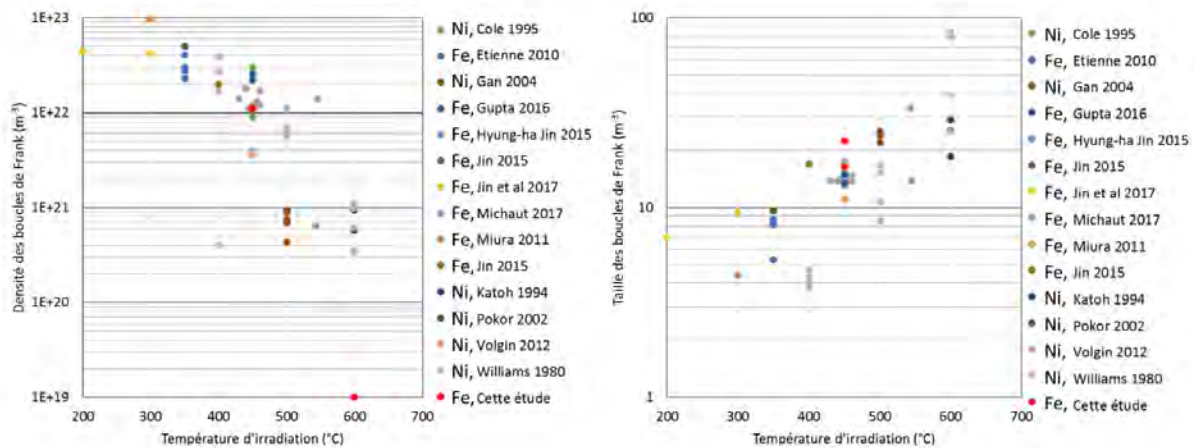


Figure III-12 : Comparaison des tailles et densité de boucles de Frank obtenues dans cette étude (points rouges) avec les résultats d'irradiations d'aciers austénitiques aux ions lourds, en fonction de la température d'irradiation.

Les irradiations aux ions de cette étude conduisent à des densités de boucles un peu moins importantes et à des tailles de boucles un peu plus grandes que celles reportées dans la littérature pour des irradiations aux neutrons (par exemple entre  $3 \cdot 10^{22}$  et  $8 \cdot 10^{22}$  boucles. $m^{-3}$  et de 6 à 13 nm dans (Pokor et al. 2004b) et (Renault-Laborne et al. 2016). Ces différences sont cohérentes avec notre choix de la température d'irradiation (450°C). D'après l'équation I-6, compte tenu des écarts de flux entre irradiations aux ions lourds et aux neutrons en conditions REP, une invariance de la microstructure aurait conduit à un écart de 50°C (soit une irradiation à 350°C). L'écart de 150°C appliqué, guidé par un compromis entre invariance de la microstructure et invariance de la ségrégation chimique, a donc conduit aux écarts de densité (plus faible) et de taille (plus grande) observés.

### *III.A.1 Caractérisation des ségrégations chimiques induites par irradiation*

L'irradiation induit des changements de microstructure mais également de composition chimique du matériau (Was 2017). La diffusion des défauts ponctuels se fait préférentiellement vers les puits de défauts, notamment les joints de grains. L'augmentation de la température d'irradiation devrait avoir pour effet d'augmenter le niveau de ségrégation au niveau des joints de grain (Was 2017). Une différence de la ségrégation, notamment la diminution du taux de chrome, entre les irradiations à 450°C et 600°C pourrait influencer la sensibilité de ces deux conditions face à la fissuration intergranulaire en milieu REP. Afin de vérifier cet effet potentiel, la chimie au joint de grain et les magnitudes des changements de compositions sont évaluées ici.

La caractérisation de la chimie au joint de grain a fait appel à deux techniques expérimentales. Dans un premier temps, des échantillons ont été analysés par MET-EDX. Cette technique permet d'analyser les rayons X émis par l'interaction électron-matière, dont le spectre en énergie dépend de la composition de la zone analysée. Ainsi, en utilisant le faisceau d'électrons en mode sonde, il est possible d'obtenir une cartographie chimique d'un échantillon. Cette sonde a une résolution d'environ 2nm dans notre cas. Cette technique a été utilisée sur le MET CM20-FEG au CEMES-CNRS. Les échantillons utilisés pour ces analyses sont des lames préparées par FIB contenant un joint de grains. Après caractérisation par MET-EDX, les données ont été analysées à l'aide du logiciel Esprit développé par Bruker permettant de quantifier la composition dans le matériau analysé.

La seconde technique d'analyse chimique est la sonde atomique tomographique (SAT). Cette technique permet d'analyser un échantillon en trois dimensions avec une résolution proche de l'atome. L'échantillon est placé dans une chambre sous ultravide ( $10^{-9}$  mbar) et refroidi à une température comprise entre 30 K et 80 K. Pour être analysé, l'échantillon doit être sous forme de pointe et soumis à un potentiel électrique important. La combinaison de ces deux paramètres permet d'atteindre un champ électrique suffisant pour évaporer et polariser les atomes qu'il contient à son extrémité. Une électrode est placée en face de la pointe afin de concentrer ce champ. Le rayon de courbure des pointes doit être de quelques dizaines de nanomètres pour permettre l'évaporation des atomes et ne permet donc que l'analyse de très faibles volumes ( $\sim 10^{-3} \mu\text{m}^3$ ). Des impulsions par faisceau laser focalisé sur la pointe sont utilisées dans notre cas pour initier l'évaporation des ions. Une fois évaporé, l'ion suit les lignes de champs et atteint un détecteur 2D avec une position caractéristique de l'emplacement (x et y) de l'atome dans la pointe. Le temps de vol depuis l'impulsion caractérise l'élément chimique en question. La position en profondeur est quant à elle connue par le temps passé depuis le départ de l'analyse. L'utilisateur définit une tension au-delà de laquelle l'analyse s'arrête. L'analyse s'arrête également lorsque la pointe subit une désintégration (« flash »). Pour cette technique, par manque de temps, seule l'irradiation Fe-450 a fait l'objet d'une analyse. Cette condition étant celle de référence dans notre étude. Durant la préparation des pointes, un joint de grain était systématiquement présent dans la pointe (voir figure), cependant la présence d'un joint de grain rend la pointe fragile durant l'analyse SAT. De plus, le volume analysé étant faible, il est difficile de placer correctement le joint de grain de manière à ce qu'il se retrouve au sommet de la pointe. Parmi les 15 pointes analysées, une seule a permis d'analyser un joint de grain.

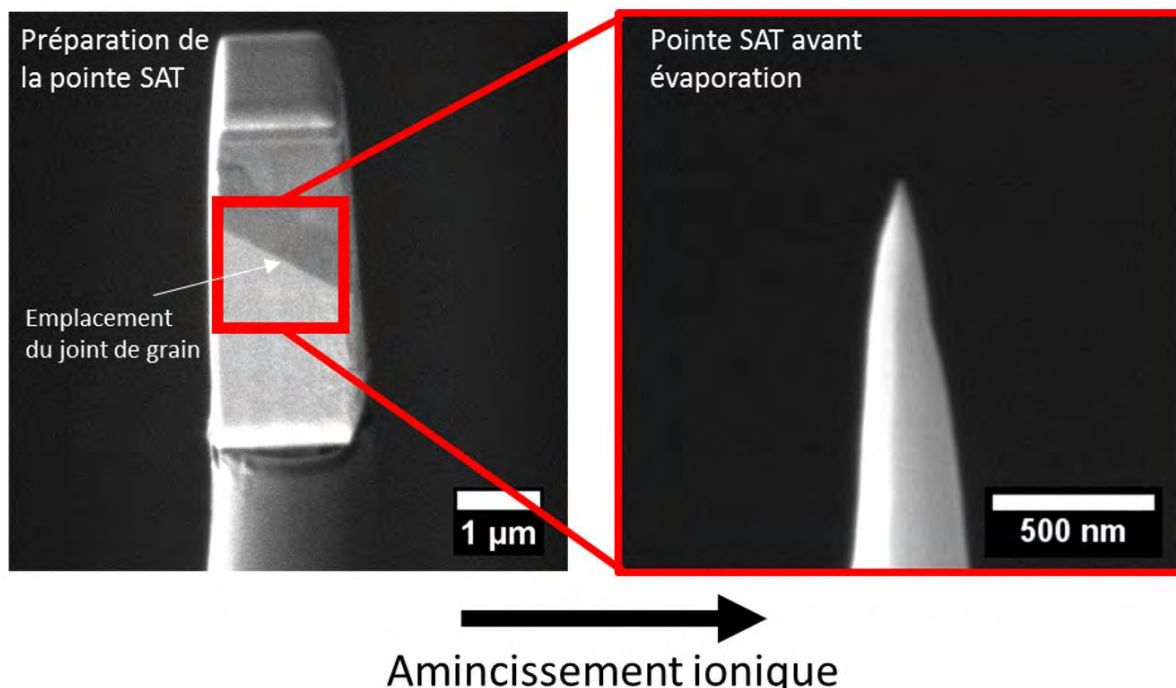


Figure III-13 : Préparation d'une pointe SAT contenant un joint de grain.

Les images de reconstruction de la pointe contenant ce joint de grain, pour les éléments Si, Fe, Ni et Cr, sont présentées sur la Figure III-14a). La composition le long de ce joint de grain a été évaluée en isolant un parallélépipède rectangle autour de ce joint. La composition est détaillée dans le graphe de la Figure III-14b). Les éléments Si et Ni montrent une ségrégation positive au niveau du joint de grain tandis que les éléments Fe et Cr y sont moins concentrés. La zone ségrégée est évaluée entre les plateaux de part et d'autre du joint et s'étend sur une largeur d'environ 15 nm (+/- 8 nm de part et d'autre du joint de grain). La résolution des analyses MET-EDX, de 2 nm, devrait donc être suffisante pour évaluer cette ségrégation. La ségrégation est symétrique de part et d'autre du joint de grains. Le niveau de ségrégation indique une diminution du taux de chrome de 17% à 11%, soit une diminution de 36% du taux de chrome. Les taux de fer, de nickel et de silicium passent de 70% à 60%, de 7% à 23% et de 1 à 5%, soit des variations de -15%, +330% et +500% respectivement. Les autres analyses SAT effectuées après l'irradiation Fe-450 ne contiennent pas de joints de grains. Cependant, ces analyses ont pu mettre en évidence la présence de zones ségrégées autour de boucles de Frank (Voir en annexe 1).

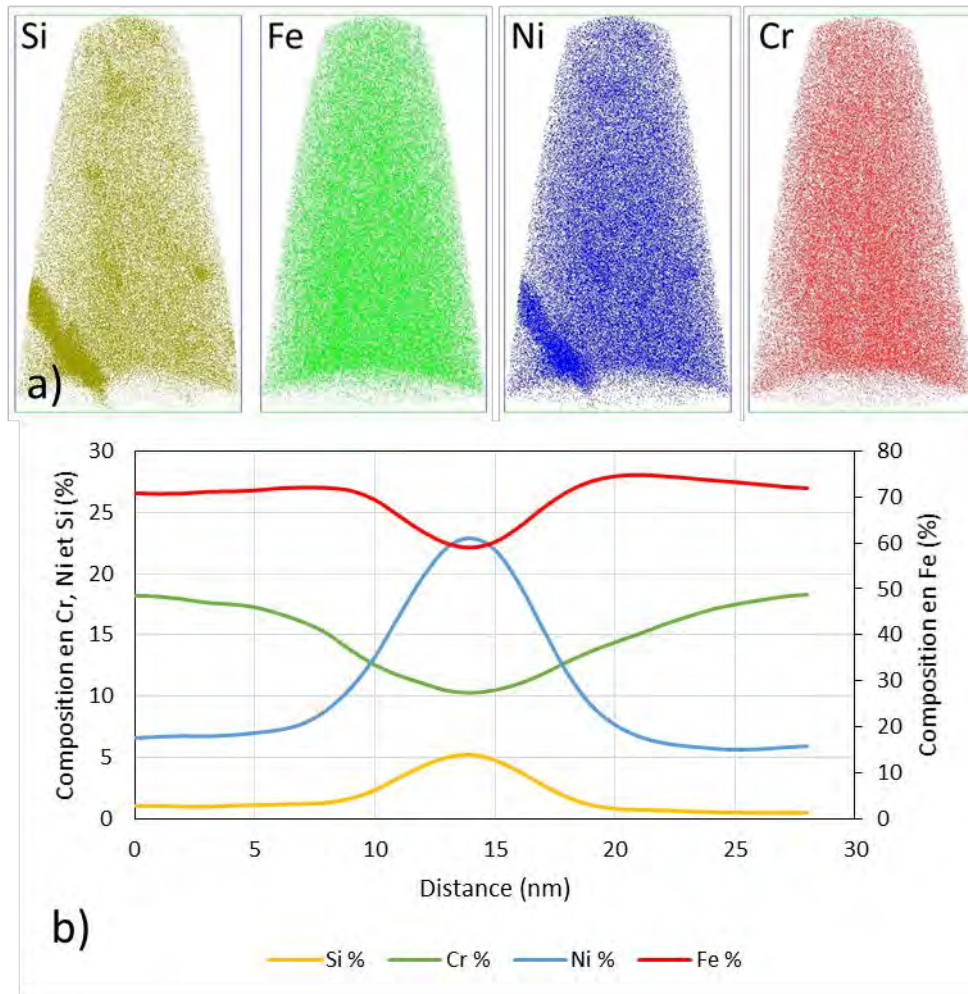


Figure III-14 : a) Reconstruction de la pointe SAT après analyse et b) composition au niveau du joint de grain. Une augmentation de la composition en Ni et Si est accompagnée d'une diminution en Cr et Fe.

Les analyses MET-EDX ont été réalisées sur des échantillons irradiés Fe-450 et Fe-600. Les analyses sont données par la Figure III-15 (Fe-450) et la Figure III-16 (Fe-600). Afin de bien mettre en évidence un effet de ségrégation, un joint de grain-situé à la transition entre les zones irradiée et non-irradiée a été choisi. Les profils de composition chimiques reportés sur la Figure III-15 montrent clairement une ségrégation dans la partie irradiée de l'échantillon, contrairement à la partie non irradiée, avec une évolution du taux de Cr de 17% à 15% soit une diminution de 13% et une évolution du taux de Ni de 7 à 9%, soit une augmentation de 29%. Les variations en Si et Fe sont peu marquées sur ces profils. La zone ségrégée s'étend d'environ 15 nm de part et d'autre du joint de grain soit 30 nm au total. L'étendue de cette ségrégation est plus importante que celle obtenue par les analyses SAT. Cela peut s'expliquer par un mauvais alignement du joint de grain lors de l'analyse, qui aurait alors été penché vis-à-vis du faisceau d'électrons. Dans ce cas, le volume analysé serait à la fois l'environnement du joint de grain et la matrice plus éloignée, ce qui aurait pour effet de diminuer l'amplitude des variations chimiques tout en augmentant la largeur de la zone montrant une ségrégation.

L'analyse MET-EDX pour l'acier irradié Fe-600 (voir Figure III-16) montre une ségrégation autour du joint de grain moins importante. Le taux de chrome montre une évolution de 18% à 16% environ autour du joint de grain, soit une diminution de ~12% et le taux de nickel montre une évolution de

9% à 13% environ, soit une diminution de  $\sim 44\%$ . Le taux de fer et de silicium, tout comme pour l'analyse sur Fe-450, ne montre pas d'évolution marquée. La largeur de la zone ségréguée est beaucoup plus importante que dans le cas de l'irradiation Fe-450. Ces éléments tendent à indiquer que le joint était également incliné lors de l'analyse. Cette inclinaison impliquerait alors des variations de concentrations sous estimées et une zone ségréguée plus importante qu'en réalité.

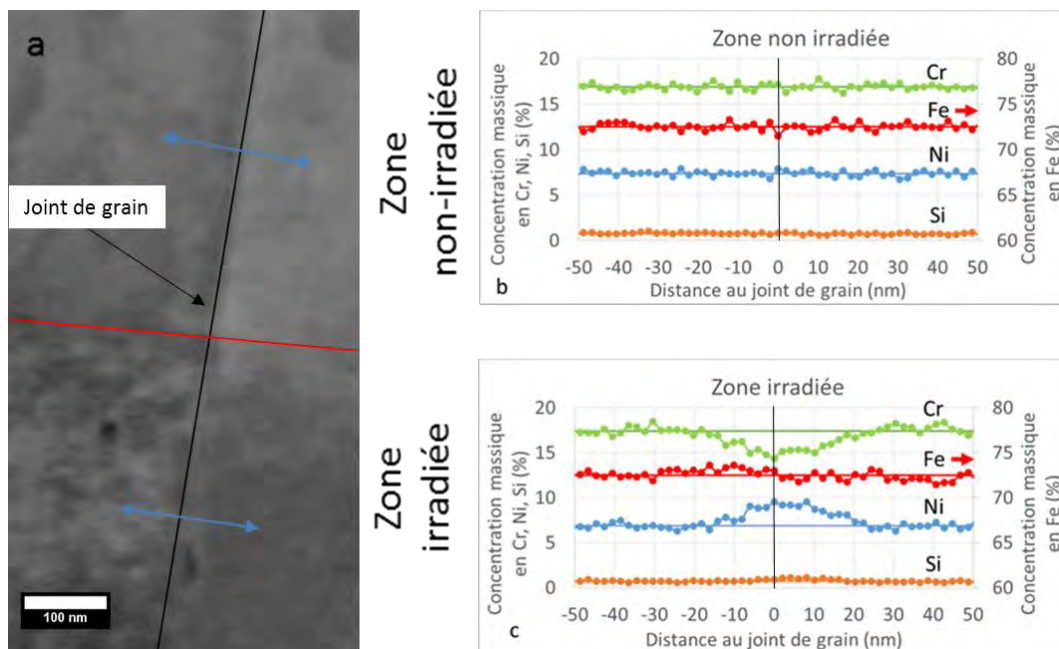


Figure III-15 : Caractérisation par MET-EDX de la ségrégation chimique autour d'un joint de grain dans l'acier irradié Fe-450. La ligne rouge représente la limite entre la couche irradiée et le substrat non irradié.

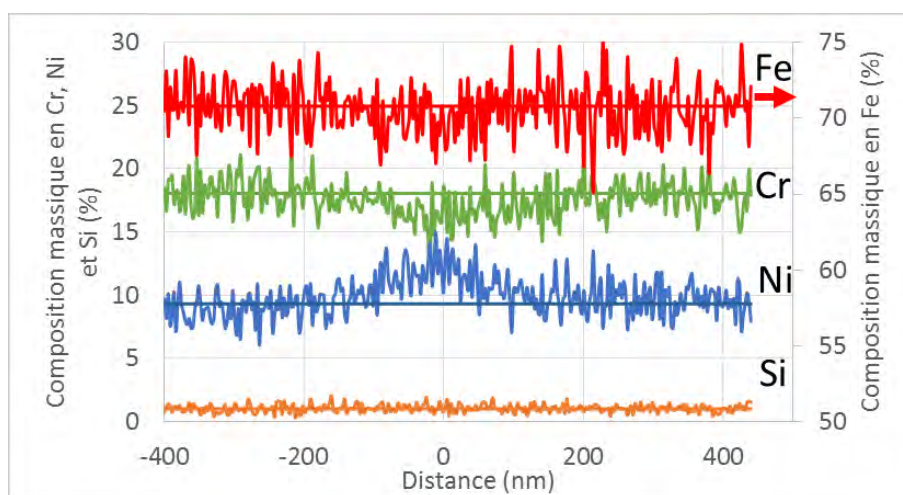


Figure III-16 : Caractérisation par MET-EDX de la ségrégation chimique autour d'un joint de grain irradié dans l'acier irradié Fe-600.

### III.A.2 Discussion autour de la ségrégation élémentaire

Les analyses de joints de grains par MET-EDX et par SAT ont mis en évidence l'existence d'une zone ségréguée chimiquement après les irradiations Fe-450 et Fe-600. Les analyses donnent des résultats sensiblement différents, selon la technique d'analyse et selon l'irradiation considérée. Pour



l'irradiation à 450°C, les deux techniques montrent que la ségrégation consiste en une réduction du taux de chrome accompagnée par l'augmentation du taux de nickel. L'analyse SAT montre également une diminution du taux de fer et une augmentation du taux de silicium, qui n'est pas constatée après les analyses par MET-EDX, probablement du fait de l'inclinaison du joint lors de l'analyse.

L'analyse de la ségrégation par SAT peut être comparée avec les résultats reportés dans la littérature en prenant en compte les niveaux relatifs de chrome. Une diminution de 36% a été constatée. Cette donnée est comparée à plusieurs études dans le Tableau III-3 (Etienne et al. 2010b; Toyama et al. 2012; Fujii and Fukuya 2016; Tan et al. 2016; Jin et al. 2017a; Boisson 2018; Jiao et al. 2018).

<b>Auteur</b>	<b>Matériau</b>	<b>Dpa</b>	<b>Particule</b>	<b>T°</b>	<b>ΔCr</b>	<b>Distance</b>
<i>Etienne</i>	316 CW	10	Ions fer 10 MeV	350°C	55%	9 nm
<i>Boisson</i>	316 CW	7	Neutrons REP	325°C	46%	7 nm
<i>Toyama</i>	304	74	Neutrons REP	300°C	30%	8 nm
<i>Fujii</i>	316 CW	25	Neutrons REP	305°C	47%	6 nm
<i>Jiao</i>	304L	15	Ions fer 5 MeV	600°C	24%	25 nm
<i>Jiao</i>	304L	46	Neutrons RNR	320°C	53%	-
<i>Jin</i>	316	6	Ions fer 8 MeV	400°C	15%	10 nm
<i>Tan</i>	304	47,1	Neutrons RNR	320°C	18%	12 nm
<i>Cette étude</i>	304L	8	Ions fer 10 MeV	450°C	36%	15 nm

**Tableau III-3 : Ségrégation chimique autour de joint de grains dans des aciers austénitiques irradiés aux neutrons ou aux ions.**

Les irradiations aux neutrons montrent des ségrégations comprises entre 18% et 53%. Les résultats obtenus ici pour Fe-450 en SAT sont compris dans cet intervalle. Le changement de composition relative à la composition initiale du matériau mesurée par SAT est similaire avec les résultats obtenus dans le cas d'irradiations aux neutrons entre 300°C et 325°C. La ségrégation est moindre que pour l'étude d'Etienne (Etienne et al. 2010b) sur une irradiation aux ions fer 10 MeV également, à une dose similaire mais à 350°C. La ségrégation obtenue est alors de 55% dans son cas, cependant on peut supposer, au vu de la dispersion existant sur les résultats des irradiations neutrons, qu'une forte dispersion peut exister également sur les résultats après irradiations aux ions.

Les analyses MET montrent une taille de zones ségréguées plus importante que pour l'analyse SAT. En SAT, à 450°C, la ségrégation s'étend sur environ 15 nm autour du joint de grain. La résolution de mesure sur la SAT étant de l'ordre du nanomètre, la confiance sur la largeur du profil obtenu est plutôt bonne. Le profil obtenu par MET EDX est environ deux fois plus large. L'augmentation de la largeur du profil de ségrégation peut s'expliquer en partie par l'orientation du plan du joint de grain par rapport à la mesure. La résolution, plus faible, en MET EDX, devrait néanmoins permettre une bonne description spatiale du profil obtenue à la SAT. La largeur de profil obtenu par SAT est comparable à celle reportée par Tan et al (Tan et al. 2016).

A 600°C, ou des mesures ont été uniquement réalisées par MET-EDX, un profil de ségrégation beaucoup moins marqué et beaucoup plus large a été obtenu. L'augmentation de largeur du profil avec la température est cohérente avec les résultats reportés par (Jiao et al. 2018). Néanmoins la largeur du profil obtenue dans notre étude (~200nm) est très supérieure à ce qui est reporté dans

la littérature (Jiao et al. 2018). Par ailleurs, pour des irradiations aux ions Fe entre 200 et 400°C, Jin et al rapportent une augmentation du niveau de ségrégation. Une augmentation de la ségrégation est également rapportée entre 500°C et 600°C par (Jiao et al. 2018) pour des irradiations aux ions, au Ni à 500°C et au Fe à 600°C. L'augmentation de la ségrégation avec la température est également rapportée par Shigenaka (Shigenaka et al. 1996) pour des irradiations aux ions de 400°C à 600°C jusque 10 dpa à  $10^{-4}$  dpa/s environ sur un acier 304L. Les résultats obtenus dans notre étude, c'est-à-dire une diminution de la ségrégation et une largeur du profil de 200 nm pourrait être due à l'orientation du joint de grain vis-à-vis du faisceau électronique lors de l'analyse ayant pour effet de diminuer les variations de compositions et d'élargir la zone qui semble affectée. D'après les résultats reportés dans la littérature, on peut s'attendre à une augmentation de la ségrégation dans le cas de Fe-600 par rapport à Fe-450. Compte tenu de ce résultat à 600°C, les premières analyses obtenues dans cette étude devront être refaites. L'utilisation de la SAT qui offre une résolution meilleure, sera à privilégier afin de pouvoir directement comparer aux résultats obtenus à 450°C.

### III.A.3 Conclusions

Cette partie s'est concentrée sur l'analyse de la microstructure de l'acier 304L irradié à 450°C et 600°C avec ou sans hélium. Les irradiations ont été réalisées avec des ions fer d'une énergie de 10 MeV, provoquant un dommage d'irradiation depuis la surface des échantillons jusqu'à environ 2,5  $\mu\text{m}$ , avec un dommage évoluant d'environ 10 dpa en surface jusqu'à environ 60 dpa au pic de dommage situé à environ 1,9  $\mu\text{m}$ .

Des cavités ont été observées après toutes les irradiations. Les cavités sont observées jusqu'à une profondeur proche de 2  $\mu\text{m}$ . Au-delà de cette profondeur, les ions fer utilisés pour l'irradiation forment un pic d'interstitiels, qui limitent la germination des cavités. Les boucles de Frank, présentes sur toute la profondeur d'irradiation, ont été observées principalement à 450°C, avec une densité de l'ordre de  $10^{22} \cdot \text{m}^{-3}$ , alors qu'une densité très faible, inférieure à  $10^{19} \text{m}^{-3}$ , a été obtenue à 600°C.

Les populations de cavités évoluent en fonction de la profondeur. A 450°C et 600°C, sans implantation d'hélium, on observe que la taille des cavités évolue progressivement avec la dose d'irradiation. La densité de cavités évolue proportionnellement au dommage d'irradiation pour l'irradiation Fe-450. Cette évolution est moins nette à 600°C, potentiellement à cause de la densité faible de cavités qui conduit à une dispersion importante des résultats. L'implantation d'hélium a un rôle significatif sur les cavités : elle introduit une population de petites cavités (<5nm) et modifie leur distribution spatiale. A 450°C, l'hélium conduit également à une diminution de la taille moyenne des boucles de Frank. Des cavités intergranulaires ont été observées après implantation d'ions hélium, à 450°C et à 600°C. Ces observations devront néanmoins être confirmées sur un nombre plus important de joints de grain. Pour l'irradiation Fe-He-600, on observe par ailleurs une fraction volumique des cavités importante (8,7%). L'augmentation de la température a induit une diminution de la densité des cavités accompagnée d'une augmentation de leur taille. La microstructure de référence, Fe-450, montre une densité de boucles un peu moins importante et une taille de boucles un peu plus grande que celles reportées à saturation pour les irradiations neutrons en conditions REP dans la littérature. Ce résultat est cohérent avec le décalage de température choisi (+150°C), plus élevé que celui qui aurait théoriquement conduit à une invariance de la microstructure (+50°C). La coimplantation d'hélium ne modifie pas ce résultat.

Une ségrégation élémentaire a été quantifiée par SAT et par MET-EDX au niveau de plusieurs joints de grains irradiés à 450°C. On observe un appauvrissement des taux de chrome et fer et un

enrichissement du taux de nickel et silicium en cohérence avec les résultats de la littérature. Le désaccord sur la largeur et l'intensité des profils de ségrégation entre les deux techniques d'analyses, est probablement la conséquence du joint de grains sous-jacent, non perpendiculaire à la ligne de mesures lors des analyses MET. Les résultats obtenus à 600°C, qui montrent une diminution marquée de la ségrégation, semblent incohérents avec ceux rapportés dans la littérature qui indiquent une augmentation de la ségrégation avec l'augmentation de la température d'irradiation. Ces analyses devront donc être refaites, si possible par SAT.

### *III.B. Caractérisation du durcissement induit par irradiation*

On cherche dans cette partie à quantifier le durcissement induit en fonction des conditions d'irradiations et donc des populations de défauts décrites dans la partie précédente. La technique la plus utilisée de par sa simplicité de mise en œuvre est la nanoindentation. Elle permet d'évaluer un durcissement relatif, et via une corrélation empirique (Busby et al. 2005), une augmentation de la limite d'écoulement. Cette technique sera appliquée aux 4 conditions d'irradiations de notre étude. L'accès direct à la limite d'écoulement et à l'écrouissage du matériau est possible via l'utilisation de la compression de micropilliers. Cette technique est plus complexe à mettre en œuvre, notamment dans notre cas où la profondeur d'irradiation est limitée à 2,5 µm. Compte tenu du temps nécessaire aux développements de cette technique dans notre étude, seuls l'état non irradié et l'irradiation Fe-450, irradiation de référence pour notre étude, ont été caractérisés.

#### *III.B.1 Nanoindentation*

##### *III.B.1.a) Résultats*

Les échantillons irradiés ont été testés par nanoindentation sur leur partie irradiée et leur partie non irradiée. Des indents sont réalisés à différentes profondeurs afin d'estimer l'effet de taille rencontré lors de ces essais. Pour une même profondeur, une vingtaine d'indents sont réalisés pour obtenir une bonne statistique. Une dizaine de profondeurs différentes sont évaluées, de 200 nm à 2 µm environ. Pour les indents à plus faible profondeur, les effets de surface étaient trop importants (large dispersion) et ne permettaient pas d'utiliser les valeurs obtenues.

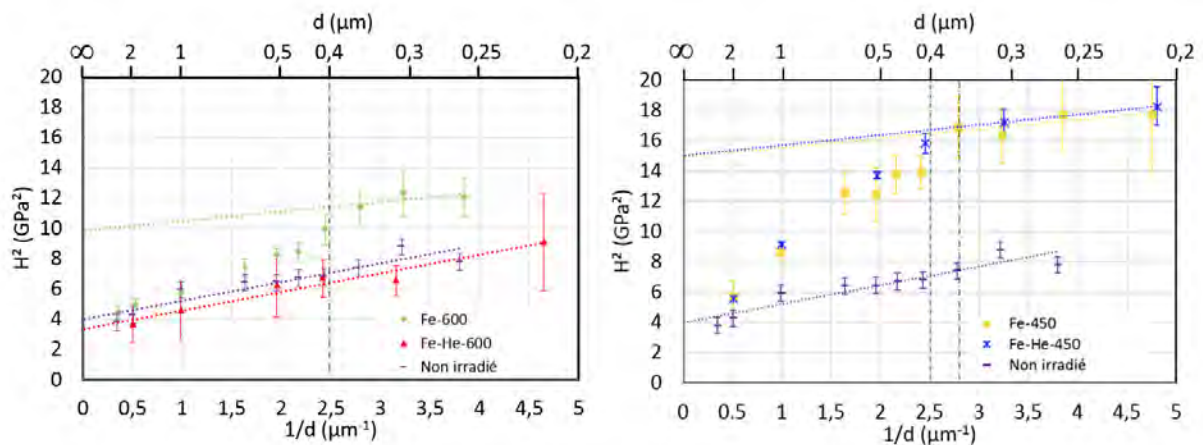
Pour chaque indent, on calcule une valeur de dureté. Puisqu'une vingtaine d'indents sont réalisés pour une même profondeur une valeur de dureté moyenne est calculée et associée à un écart type. Les données sont ensuite interprétées à partir de la méthode proposée par Nix-Gao (Nix and Gao 1998). Cette méthode permet d'évaluer la dépendance de la dureté à la profondeur d'indentation par la loi donnée par l'équation III-1.

$$H = H_0 \left( \sqrt{1 + \frac{d^*}{d}} \right) \quad \text{III-1}$$

Pour une microstructure homogène, on obtient à l'aide de cette méthode une évolution linéaire du carré de la dureté. En évaluant la dureté sur une plage de profondeurs donnée, il est alors possible d'extrapoler cette évolution. L'extrapolation à profondeur infinie ( $1/d=0$ ) correspond alors à la dureté du matériau étudié  $H_0$ . Dans le cas d'un matériau irradié aux ions avec une profondeur d'irradiation de quelques microns, le volume sollicité est composé de deux couches (irradiée/non irradiée). A partir d'une certaine profondeur d'indentation, notée  $d_h$ , la couche non irradiée va

affecter la mesure de la couche irradiée (Miura et al. 2009). Concrètement, cela se traduit par un changement de pente sur l'évolution de  $H^2$  en fonction de  $1/d$ . On utilise donc l'extrapolation de la partie linéaire avant ce changement de pente pour déterminer la dureté de la couche irradiée. On utilise ensuite la relation empirique  $\Delta\sigma_Y = 0,31 \Delta H_0$  (Kiener et al. 2012) pour calculer l'augmentation de la contrainte d'écoulement (en MPa) à partir de l'augmentation de la dureté (en GPa).

Les interprétations des mesures de nanoindentation par la loi de Nix-Gao sont reportées sur la Figure III-17 pour les différentes conditions d'irradiation. Pour la partie non irradiée, on observe une évolution linéaire comme prédit par la loi de Nix-Gao. Pour les zones irradiées, les mesures mettent en évidence une évolution avec un changement de pente pour toutes les conditions d'irradiation, sauf pour l'irradiation Fe-He-600.



**Figure III-17** Evolution de la dureté en fonction de la profondeur d'indentation pour chaque irradiation. Le premier graphe donne l'évolution de la dureté pour les irradiations à 600°C, tandis que le second pour les irradiations à 450°C. L'inflexion des courbes est représentée par un trait vertical.

La Figure III-17 montre que la dureté à faible profondeur suit une évolution approximativement linéaire jusqu'à environ 400 nm de profondeur pour l'irradiation Fe-He-450, jusque l'inflexion de la courbe, tandis que pour les irradiations Fe-600 et Fe-450, la dureté à faible profondeur évolue linéairement jusque 350 nm environ. Cette profondeur de 350-400 nm indique la profondeur d'indentation à laquelle le volume sollicité mécaniquement atteint le substrat non irradié. La profondeur de la couche d'irradiation ne change pas puisqu'il s'agit d'irradiations aux ions fer 10 MeV. Cependant, une différence de dureté peut agir sur la profondeur à laquelle apparait cette inflexion. En effet, pour un matériau moins dur, la zone plastique peut s'étendre à des distances plus importantes pour une même profondeur d'indentation, induisant alors une inflexion à plus faible profondeur (Hosemann et al. 2012).

Le Tableau III-4 rassemble les duretés mesurées sur tous les échantillons, zones non irradiée et irradiée afin d'évaluer le durcissement induit par les irradiations. Pour chaque échantillon, la dureté de la partie non irradiée des différents échantillons a été évaluée à  $2,1 \pm 0,1$  GPa ce qui correspond à une dureté Vickers de  $198 \pm 10$  HV<sup>7</sup>, ce qui est cohérent avec les mesures de dureté d'un échantillon non irradié. Les valeurs de dureté étant cependant légèrement différentes d'un échantillon à un

<sup>7</sup> On considère la relation pour passer de la dureté Berkovich à la dureté Vickers  $HV = 0,0945 H$  (Lupinacci et al. 2015)

autre, la valeur de la dureté de la zone non irradiée de chaque échantillon a été utilisée pour calculer le durcissement induit par irradiation. Les zones irradiées ont quant à elles été testées dans deux zones distinctes de l'échantillon irradié. Les valeurs moyennes du durcissement des deux zones et l'écart type sont données dans le Tableau III-4. Les valeurs de dureté obtenues sont dispersées, notamment à faible profondeur d'indentation à partir desquelles sont déduites les mesures de dureté des zones irradiées, ce qui participe à l'incertitude des valeurs de dureté extrapolées.

Le durcissement induit par l'irradiation Fe-450 est de  $1,71 \pm 0,3$  GPa, l'équivalent d'une augmentation de la limite d'élasticité de 530 MPa. La nanoindentation effectuée sur l'échantillon irradié Fe-He-450 donne un durcissement quasi égal avec  $1,7 \pm 0,2$  GPa, soit 527 MPa. L'irradiation Fe-600 a quant à elle provoqué un durcissement plus faible, de  $0,52 \pm 0,3$  GPa, soit 161 MPa. L'origine de la différence de durcissement entre les irradiations à 450°C et Fe-600 sera étudiée par le calcul théorique du durcissement à partir des défauts d'irradiation dans la section III.B.1.b). Pour l'irradiation Fe-He-600, l'évolution ne montre pas de changement de pente comme pour la partie non-irradiée. Les valeurs de dureté sont très proches, voire inférieures à celles de la partie non irradiée pour toutes les profondeurs, ce qui conduit à une valeur de durcissement négative, -0,2 GPa (soit -62 MPa). Cet adoucissement pourrait avoir pour origine la présence d'une forte fraction volumique de cavités (8,7% et localement jusqu'à 20%) pour cette irradiation.

	H (GPa)	$\Delta H$ (GPa)	$\Delta \sigma_Y$ (MPa)	$\%(\Delta H/H_{Ni})$	$\% \Delta \sigma_Y / \sigma_Y$
Fe-450	$3,9 \pm 0,3$	1,71	530	78%	203%
Fe-He-450	$3,9 \pm 0,2$	1,70	527	77%	202%
Fe-600	$2,62 \pm 0,3$	0,52	161	25%	62%
Fe-He-600	$1,86 \pm 0,3$	-0,2	-62	-10%	-24%

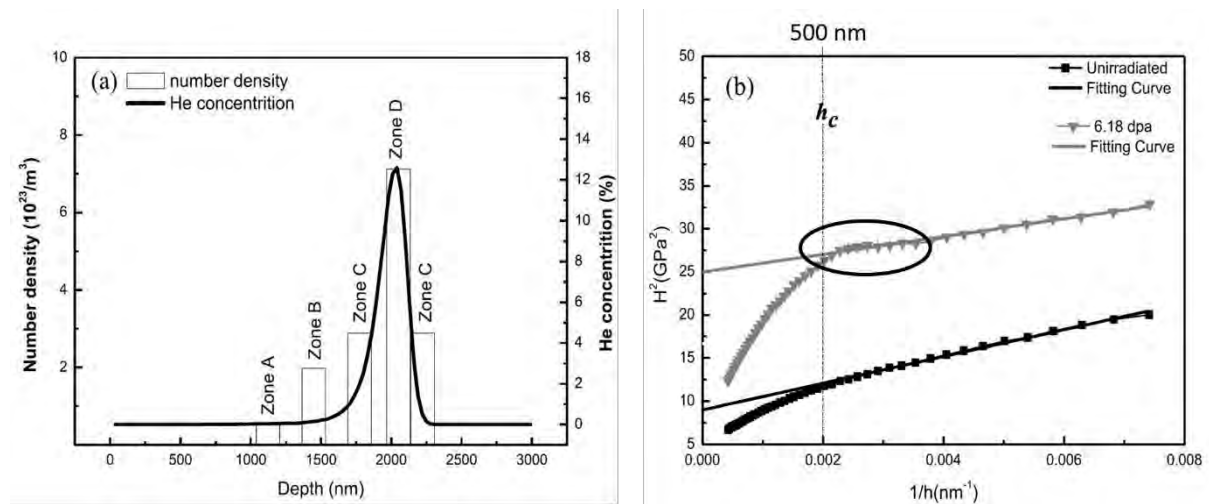
**Tableau III-4:** Valeurs de dureté et de durcissement après irradiations obtenues par nanoindentation (la dureté moyenne à l'état non irradié est de  $2,1 \pm 0,1$  GPa et la limite d'élasticité de 261 MPa).

### **III.B.1.b) Discussion**

Nous avons évalué le durcissement induit par les différentes irradiations réalisées dans des aciers austénitiques inoxydables, à l'aide d'essais de nanoindentation. Les résultats obtenus sont comparés en fonction des microstructures observées par MET dans la partie III.A.1, ainsi qu'avec les données disponibles dans la littérature.

Les irradiations Fe-450 et Fe-He-450 ont induit le durcissement le plus important. Fe-600, a induit un durcissement moindre, tandis que l'irradiation Fe-He-600 a induit un adoucissement du matériau. Il est à noter que dans le cas d'irradiations aux ions lourds, le profil de dommage montre un gradient continu de la surface jusqu'au pic d'implantation. En fonction de la dose, ce gradient pourrait conduire à des gradients de densité et de taille des boucles de Frank. Les résultats de la littérature indiquent une saturation de la population des boucles de Frank entre 5 et 10 dpa (Pokor et al. 2004a). Les résultats reportés sur la Figure III-10 confirment que ces gradients sont peu marqués pour Fe-450 et un peu plus marqués pour Fe-He-450. La composante du durcissement induite par les boucles de Frank à 450°C devrait donc être relativement constante dans la profondeur de la zone irradiée.

Les cavités constituent également un obstacle aux dislocations et donc un durcissement. Cependant, les densités et tailles ne sont pas constantes en fonction de la dose (Figure III-10). De plus, la population s'étend moins loin que les boucles de Frank, du fait de l'implantation d'interstitiels durant l'irradiation qui réduit la germination des cavités. La présence de gradients de population de cavités sur les 2,5  $\mu\text{m}$  provoque donc probablement un gradient de durcissement. Cependant, ce gradient est difficile à observer lors des essais de nanoindentations. En effet, les résultats obtenus sont souvent dispersés entre les différents indents réalisés, et le traitement par la méthode de Nix et Gao se fait sur les valeurs moyennées. Des travaux ayant traités du durcissement après implantation d'hélium 1,2 MeV sur un alliage à base nickel (Lei et al. 2018), ayant induit un gradient de cavités important en profondeur tant en densité (Figure III-18a) qu'en taille, ont montré lors d'essais de nanoindentation réalisés en mode continu un effet relativement faible du gradient de cavités sur l'évolution de la dureté. Comme le montre la Figure III-18b), lorsque la zone contenant beaucoup de cavité est sollicitée, une faible augmentation de la dureté apparaît, et n'a qu'une faible influence sur la dureté extrapolée. Dans notre étude, il y a un faible nombre de profondeurs testées et les valeurs moyennes de dureté ne suivent pas rigoureusement une évolution linéaire, il est donc difficile d'évaluer le niveau de contribution des cavités au durcissement. Cependant, l'étude de Lei permet de supposer que l'effet est peu marqué. Des essais de nanoindentation en mode continu permettraient d'évaluer plus finement l'influence du gradient de population de cavité sur la dureté.



**Figure III-18 :** a) Analyse de la population de cavités dans un acier irradié aux ions hélium 1,2 MeV. La densité de cavités créée n'est pas homogène dans la profondeur. B) Analyse du durcissement induit par cette irradiation. L'hétérogénéité de la population de cavités n'influe que très peu sur le profil de dureté.  $h_c$  représente la profondeur d'indentation limite n'évaluant que la couche irradiée. La zone entourée représente la profondeur d'indentation dont la zone plastique s'étend au niveau de la zone dense en cavités (Lei et al. 2018).

Les valeurs de durcissement peuvent être comparées aux valeurs théoriques calculées en considérant les microstructures d'irradiations en prenant compte de la taille  $d_k$  et de la densité  $N_k$  des défauts  $k$  observés. Pour cela, la relation décrite par l'équation III-2 est utilisée.

$$\Delta\sigma_{Y,k} = M\mu b\alpha_k(N_k d_k)^{1/2} \quad \text{III-2}$$

$\alpha_k$  est le facteur durcissant du défaut  $k$  considéré,  $M$  le facteur de Taylor du matériau (3,06 pour les aciers CFC),  $\mu$  est le module de cisaillement (72 GPa) et  $b$  le module du vecteur de Burgers des dislocations parfaites ( $2,5 \cdot 10^{-10}$  m). Les valeurs de densité et de taille considérées sont des valeurs

moyennes. Même si le sens physique de cette addition de contributions à la valeur de la limite élastique est très discutable, nous faisons l'hypothèse dans ce paragraphe, que chaque type de défaut contribue au durcissement. C'est une approche empirique, parfois donnée dans la littérature pour évaluer un durcissement provenant de plusieurs types de défauts tels que des boucles de Frank et des cavités. Jiao et Was (Jiao and Was 2010) utilisent par exemple l'équation III-3 . Entre défauts de même type, comme des dislocations par exemple, une somme linéaire, décrite par l'équation III-3 est appliquée (Pokor et al. 2004a). La somme linéaire (équation III-3) pourra également être appliquée dans le cas de l'ensemble des défauts (boucles de Frank et cavités) afin de comparer les modes de calculs théoriques entre eux.

Dans ce paragraphe, on fait l'hypothèse que les défauts contribuent au durcissement par une augmentation systématique de sa valeur, c'est pourquoi les durcissements par les différents types de défauts sont sommés entre eux. Pour prendre en compte les contributions de plusieurs types de défauts tels que des boucles de Frank et des cavités, l'équation III-3 est généralement utilisée (Jiao and Was 2010). Entre défauts de même type cependant, comme des dislocations par exemple, une somme linéaire, décrite par l'équation III-4 est appliquée (Pokor et al. 2004a). Compte tenu des facteurs durcissants des défauts présents, le durcissement sera évalué par les deux types de somme afin de comparer les modes de calculs théoriques entre eux.

$$\Delta\sigma_{th} = \left[ \sum (\Delta\sigma_{Y,k})^2 \right]^{1/2} \quad \text{III-3}$$

$$\Delta\sigma_{th} = \sum \Delta\sigma_{Y,k} \quad \text{III-4}$$

Les défauts considérés sont les boucles de Frank et les cavités observés par MET, dont les tailles et les densités sont regroupées dans les Tableau III-1 et Tableau III-2. Pour des boucles de Frank de plus de 10 nm, Tan et Busby (Tan and Busby 2015) évaluent le facteur durcissant d'une boucle de Frank à 0,5, tandis que le facteur durcissant d'une cavité est supérieur à 1 au-delà de 10 nm, toujours d'après leurs travaux. Cependant, toutes les cavités obtenues par irradiation Fe-He-450 (8 nm en moyenne, 25 nm maximum) et les petites cavités de l'irradiation Fe-He-600 (diamètre inférieure à 10 nm) sont supposées remplies d'hélium, et leur facteur durcissant est alors de 0,2 (Villacampa et al. 2018). Le facteur durcissant des dislocations est estimé à 0,2 (Pokor et al. 2004b).

Le Tableau III-5 résume les valeurs de durcissement « théorique » obtenues pour les irradiations Fe-450, Fe-He-450, Fe-600 et Fe-He-600. Les résultats obtenus par nanoindentation et par calcul sont rassemblés sur la Figure III-19. Les valeurs calculées par la somme quadratique d'après les populations de défauts des irradiations Fe-450 et Fe-He-450 sont très proches des valeurs de durcissement obtenues par nanoindentation, bien qu'inférieures aux résultats obtenus expérimentalement. La somme linéaire donne également des valeurs proches. Pour Fe-600, les valeurs de durcissements estimées par calcul avec uniquement une population de cavités sont plus faibles (90 MPa) que la valeur obtenue par indentation (150 MPa). Pour expliquer le durcissement mesuré plus important, on considère ici une population de dislocations, qui n'a pas été quantifiée dans notre étude mais dans les travaux de Barrioz (Barrioz 2019) pour une irradiation similaire. Cette population de dislocations permet de mieux comprendre le durcissement induit par l'irradiation Fe-600. Dans ses travaux, la densité de dislocations est estimée à  $5.10^{14} \text{ m}^{-2}$ . Une population initiale de dislocations dans le matériau non irradiée doit être considérée pour ce calcul. Une densité de  $5.10^{13}$

(voir paragraphe III.B.2.a) est considérée. Le durcissement calculé pour l'irradiation Fe-He-600 (on suppose une même population de dislocations que pour Fe-600) induit une valeur de durcissement positive et est donc plus important que la valeur obtenue par nanoindentation (-62 MPa). Le calcul ne prenant pas en compte le gonflement, qui a pour effet de réduire la limite d'élasticité (Neustroev and Garner 2008) une surestimation de la valeur de durcissement était attendue.

Irradiations	Fe-450		Fe He 450		Fe-600		Fe-He-600		
	Boucles	Cavités	Boucles	Cavités	Dislocations	Cavités	Dislocations	Cavités	Cavités
Contributions	436	170	356	172	170	90	170	33 (grosses)	12 (petites)
Somme quadratique	467		394		Sans dislocations	Avec dislocations	175		
					90	192			
Somme linéaire	606		527		90	260	370		
Valeurs mesurées par nanoindentation	530		527		161		-62		

Tableau III-5 : Durcissements calculés d'après les tailles et densités des défauts induits par irradiation.

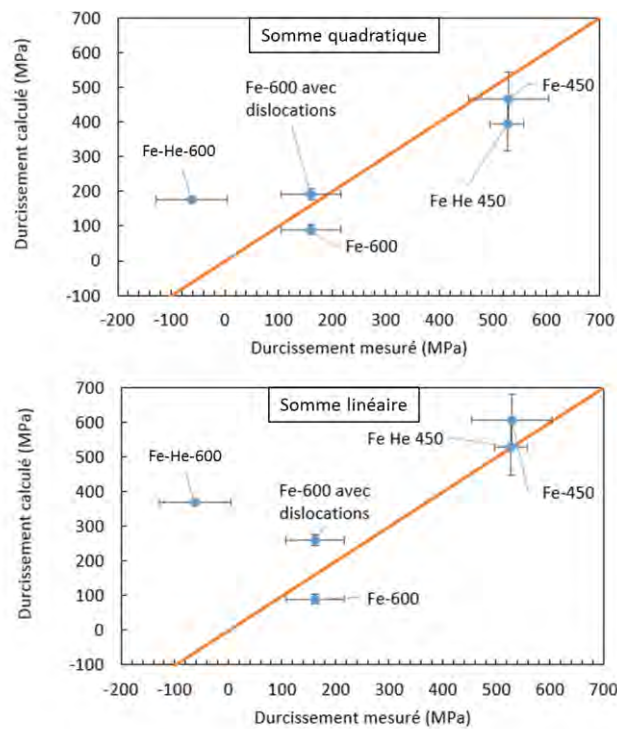


Figure III-19 : Durcissement calculé d'après les tailles et densités de défauts déterminées par les analyses MET en fonction des durcissements mesurés par nanoindentation en utilisant la somme quadratique ou linéaire des contributions des défauts d'irradiation au durcissement.

Les résultats de durcissements obtenus pour les irradiations Fe-450 et Fe-He-450 sont finalement comparés aux durcissements induits par des irradiations neutrons (Pokor et al. 2004a). Les valeurs de durcissements pour les irradiations aux neutrons correspondent au rapport entre la limite d'élasticité dans le matériau irradié, et celle dans un matériau non irradié. Les durcissements obtenus par  $(\Delta H/H_{N1})$  dans cette étude des échantillons (Tableau III-4) sont inférieurs à ceux obtenus



pour des irradiations aux neutrons à des doses équivalentes. En comparant les durcissements  $\% \Delta \sigma_Y / \sigma_Y$  cependant, les valeurs de durcissements sont proches. L'estimation du durcissement par  $\% \Delta \sigma_Y / \sigma_Y$  est plus cohérente car les essais réalisés par Pokor sont issus de la comparaison de limites d'élasticité avant et après irradiation.

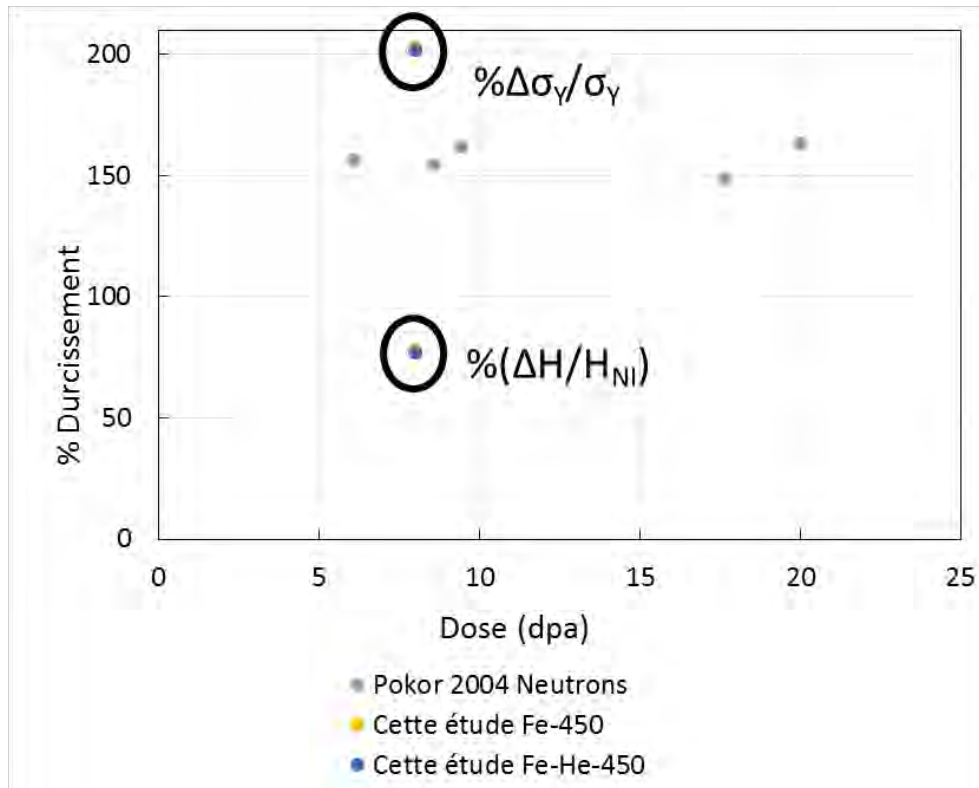


Figure III-20: Comparaison des durcissements obtenus par rapport aux données de la littérature pour des irradiations aux neutrons (Pokor et al. 2004b).

### III.B.2 Micropiliers

#### III.B.2.a) Résultats

Des piliers non irradiés et irradiés Fe-450 ont été testés. Le choix de la zone de fabrication est fait à partir de cartographies EBSD réalisées sur la partie irradiée et non irradiée. Dans chaque cas, on sélectionne un grain assez grand pour pouvoir y réaliser plusieurs piliers avec la même orientation cristallographique. Par ailleurs, les grains sont sélectionnés pour avoir un facteur de Schmid maximal sur un seul système de glissement afin de permettre une comparaison des valeurs de cission résolue. Des piliers d'environ 1  $\mu\text{m}$  de diamètre et 2,5  $\mu\text{m}$  de profondeur ont été usinés par FIB, d'après la méthode décrite dans le paragraphe II.E Ces piliers de 1  $\mu\text{m}$  sont formés dans des grains dont les facteurs de Schmid maximaux sont de 0,44 et 0,46 dans le cas de la partie irradiée et de la partie non irradiée, respectivement. Les piliers ont été testés selon la configuration présentée sur la Figure II-29. Les essais ont été réalisés en contrôle de déplacement avec une vitesse d'environ 10 nm/s. Les essais ayant été réalisés in-situ dans un MEB, la séquence de déformation de chaque pilier a été enregistrée en imagerie électronique. La déformation de chaque pilier a ensuite été déterminée à partir de ces vidéos en définissant le déplacement appliqué au pilier comme l'évolution de la distance entre le sommet de la pointe qui applique le déplacement et la base du pilier. Les essais

ont été réalisés jusqu'à des niveaux de déformation de plus de 30 % dans un premier temps pour obtenir une évolution significative des contraintes une fois la limite d'élasticité dépassée.

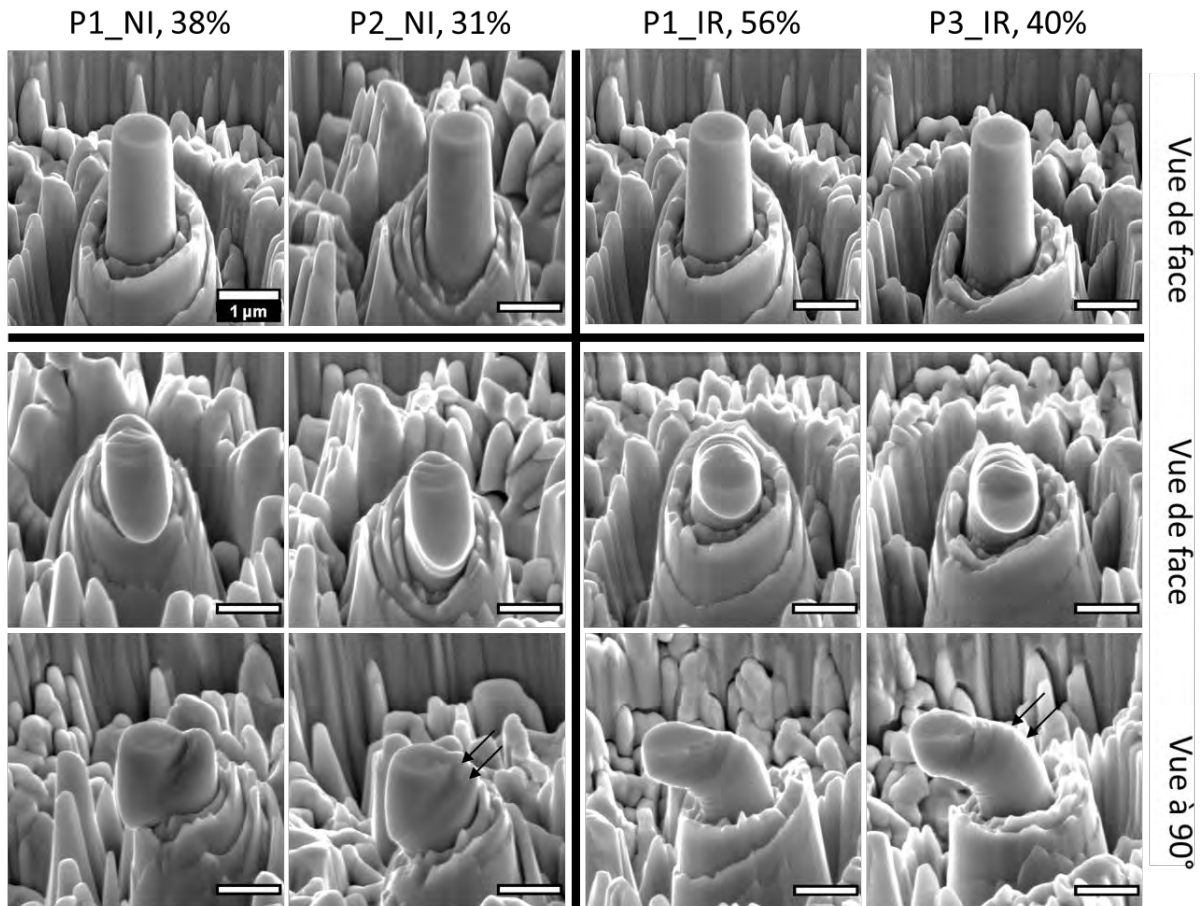
La Figure III-21 montre les clichés MEB de deux piliers non irradiés et de deux piliers irradiés parmi les piliers testés, avant et après déformation. Les piliers sont numérotés pour permettre de les identifier. Ainsi, les piliers irradiés sont dénommés P#\_IR, et les piliers non irradiés sont dénommés P#\_NI. La Figure III-21 montre que pour chaque lot de pilier, le système de glissement activé est le même. Comme prévu, un seul système de glissement a été activé lors de la déformation des piliers irradiés et non irradiés. Sur les piliers déformés, des traces de plan de glissement peuvent être observés. Ces traces sont observées sur les piliers irradiés et les piliers non irradiés, mais leur répartition est très différente : de fines traces très nombreuses et réparties de manière homogène dans le cas des piliers irradiés et de larges bandes, moins nombreuses et moins homogènes pour les piliers non-irradiés. Le Tableau III-6 regroupe les données correspondant aux micropiliers testés. Leurs dimensions ainsi que les caractéristiques mécaniques obtenues  $\gamma$  sont données.

Les contraintes ont été calculées en prenant en compte le diamètre du pilier à son sommet, ce qui maximise donc la contrainte calculée. Pour estimer la déformation, la hauteur de chaque pilier est mesurée par MEB. L'effet d'indentation du pilier sur le volume constituant sa base a été évalué. Pour cela, une correction de Sneddon (Sneddon 1965) a été appliquée pour considérer le déplacement effectif  $\Delta x_{eff}$ , en prenant en compte l'effet d'indentation du pilier irradié sur le substrat non irradié. Cette correction a été utilisée notamment par Volkert, Kiener et Hosemann (Volkert and Lilleodden 2006; Hosemann et al. 2008, 2015) dans leurs travaux. La correction tient compte des propriétés mécaniques du substrat sous le pilier pour obtenir le déplacement effectif  $\Delta x_{eff}$  d'après l'équation III-5, où  $\Delta x_{mes}$  est le déplacement mesuré de la pointe vis-à-vis de la base du pilier,  $\nu$  le coefficient de Poisson de l'acier (0,3), E le module de Young du substrat (200 GPa), F la force lors de l'essai mesurée en N et d le diamètre du pilier. Ainsi, pour un pilier de 1  $\mu\text{m}$  de diamètre et une force maximale de 1,5 mN cette erreur de mesure est de 6,8 nm (inférieure à 1%), soit une erreur relativement faible.

$$\Delta x_{eff} = \Delta x_{mes} - \left( \frac{1 - \nu^2}{E} \right) \frac{F}{d} \quad \text{III-5}$$

Nom pilier	Facteur Schmid	Diamètre (nm)	Hauteur (nm)	Rapport Hauteur/diamètre	Angle de cône (°)	Fmax (mN)	Rp (MPa)	Déformation totale
P1_UN	0,46	935	3172	3,39	2,3	1,09	1069	0,38
P2_UN	0,46	960	2640	2,75	2,4	1,3	1053	0,31
P3_UN	0,46	965	2747	2,84	2,3	1,17	1074	0,36
P4_UN	0,46	977	2595	2,65	2,2	1,36	1161	0,39
P1_IR	0,44	947	2420	2,55	2,4	1,28	1737	0,56
P2_IR	0,44	925	2656	2,87	3,1	1,32	1672	0,61
P3_IR	0,44	924	2728	2,95	3,1	1,35	1931	0,4
P4_IR	0,44	953	2580	2,70	2,3	1,35	1645	0,65

Tableau III-6: Caractéristiques associées aux piliers de 1  $\mu\text{m}$ .



**Figure III-21 : Image MEB avant et après déformation de piliers non irradiés (P1\_NI et P2\_NI) et de piliers irradiés Fe-450 (P1\_IR et P3\_IR). Les piliers déformés sont imagés à 90° de côté par rapport au premier angle de vue pour observer la déformation sous un autre angle. La barre d'échelle représente 1 μm. Les flèches noires indiquent les traces de glissement sur les côtés des piliers déformés.**

Les courbes brutes contraintes déformation sont données par la Figure III-22. Les piliers non-irradiés montrent un comportement standard avec un écrouissage positif dans le domaine plastique. Pour les 4 piliers de  $\varnothing 1 \mu\text{m}$  testés, ce comportement est assez reproductible et les contraintes obtenues sont similaires entre elles. La limite d'élasticité mesurée varie entre 1050 et 1160 MPa (voir Tableau III-6) et est nettement supérieure à celle déterminée à partir d'une éprouvette polycristalline (voir Tableau II-3). Cette différence est due à un effet de taille bien connu pour les essais de microcompression (Uchic et al. 2004). Les essais sur piliers irradiés montrent un comportement différent avec un durcissement important suivi d'une absence d'écrouissage voire d'un adoucissement. A l'état irradié, les limites d'élasticité mesurées sont comprises entre 1645 MPa et 1931 MPa. La dispersion des valeurs en contraintes n'est pas anormale à cette échelle de caractérisation.

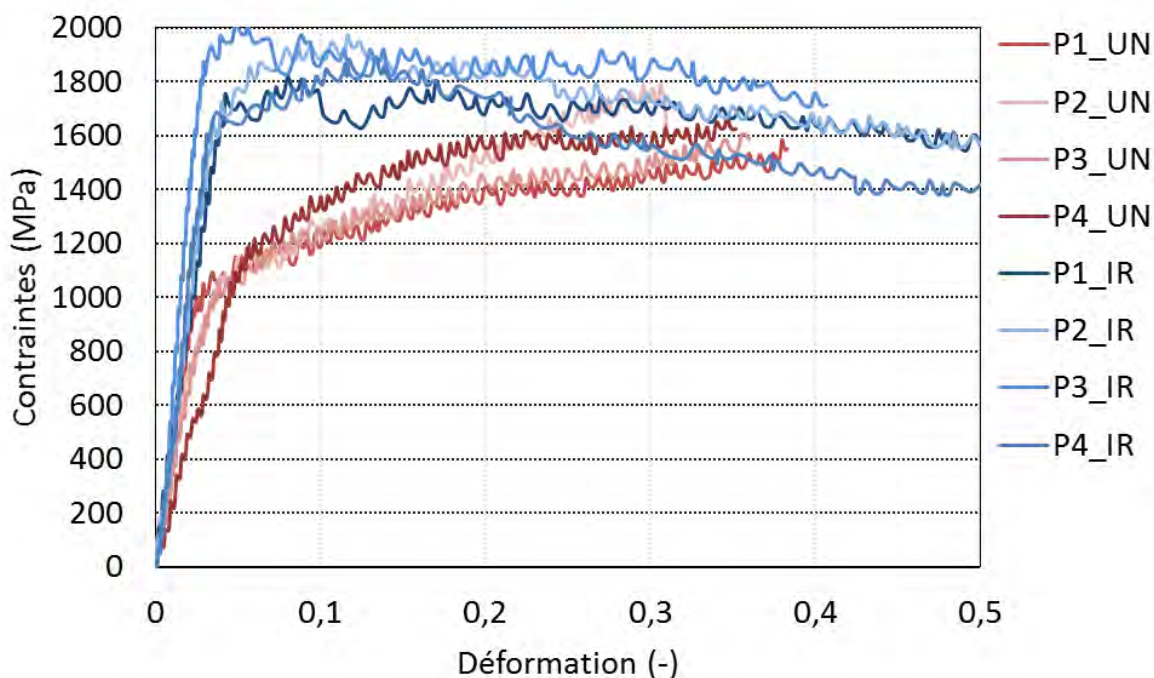
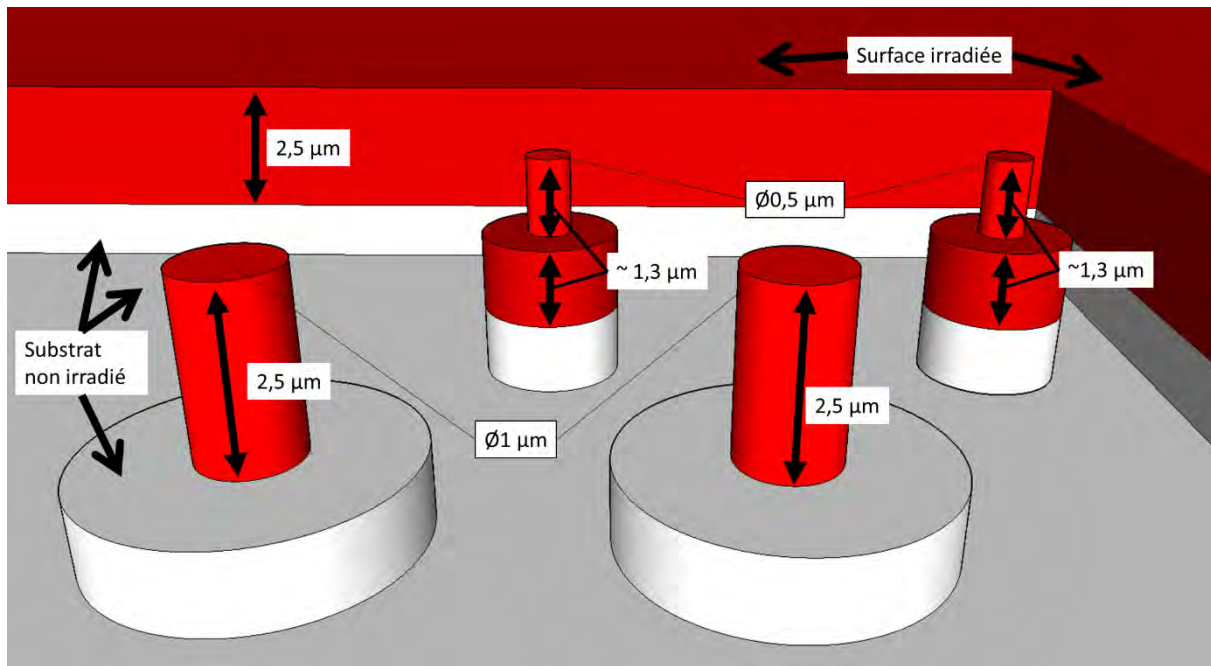


Figure III-22 : Courbes contrainte conventionnelle-déformation pour les piliers irradiés et non irradiés de 1  $\mu\text{m}$  de diamètre.

Le durcissement induit par irradiation et évalué par microcompression de piliers de 1  $\mu\text{m}$  de diamètre serait donc compris entre 515 et 819 MPa. Cependant, les contraintes obtenues peuvent résulter de deux contributions: la microstructure et l'effet de taille si cette microstructure a des dimensions semblables aux dimensions du pilier (Bei et al. 2008; Dunstan and Bushby 2013; Sudharshan Phani et al. 2013). On s'attend donc à avoir un effet de taille plus faible dans les piliers irradiés que dans les piliers non irradiés, du fait que l'irradiation a induit une microstructure de défauts plus dense et homogène dans le matériau, avec une longueur critique (distance entre défauts par exemple) beaucoup plus petite que la dimension des piliers. Afin d'évaluer cet effet, nous avons réalisé des essais complémentaires sur des piliers de tailles différentes, à savoir d'environ 500 nm, 1500 nm, 2000 nm et 3000 nm pour les piliers non irradiés, et de 500 nm sur les piliers irradiés. Les essais de microcompression sur piliers avec un diamètre supérieur à 1  $\mu\text{m}$  n'ont été réalisés que sur des piliers non irradiés. En effet, le rapport de forme devant être supérieur à 2,5, les piliers ne peuvent excéder un diamètre de 1  $\mu\text{m}$  dans le cas d'un échantillon irradié sous peine de tester à la fois une microstructure irradiée et non-irradiée. Dans le cas des piliers de 500 nm de diamètre, la hauteur des piliers réalisés est comprise entre 1300 et 1400 nm, afin de conserver un rapport hauteur/diamètre proche de 2,5 (voir Figure III-23). Le sommet de ces piliers correspond à la surface d'irradiation, ainsi la base de ces piliers ne correspond pas à la fin du profil d'endommagement de l'acier irradié. Des essais à plus forte profondeur d'irradiation n'ont pas été tentés. Ces essais ont été réalisés sur d'autres grains, ayant des systèmes de glissement à facteurs de Schmidt supérieurs à 0,45 en compression pour pouvoir être comparés aux essais réalisés sur piliers de 1  $\mu\text{m}$  de diamètre précédemment décrits. Comme attendu, la déformation de ces piliers a provoqué l'activation d'un seul système de glissement. Les données relatives à ces piliers sont données dans le Tableau III-7.



*Figure III-23: Schématisation des piliers irradiés de 1 µm et de 0,5 µm de diamètre.*

Sur la Figure III-24, les contraintes résolues  $\tau$  (dans le plan de glissement activé lors de la compression), ont été calculées pour pouvoir comparer les courbes à celle d'un essai de traction conventionnel. En prenant en compte le facteur de Schmidt  $m$  du pilier, la contrainte résolue est calculée par  $\tau = \sigma * m$ , où  $\sigma$  est la contrainte calculée à partir de la charge mesurée lors de la compression. Sur cette figure, les essais ont été séparés entre eux en fonction de la taille des piliers pour plus de clarté. Cette figure montre que les contraintes diminuent depuis les piliers de 500 nm jusqu'aux piliers de 2000 nm. Les essais réalisés sur les piliers de 3000 nm donnent des contraintes résolues similaires à celles obtenues avec un pilier de 2000 nm. Les courbes obtenues pour les piliers de 3000 nm de diamètre sont similaires aux courbes obtenues pour un essai de traction sur le même matériau non irradié. Pour cette microstructure non-irradiée, la saturation de l'effet de taille intervient donc entre 1,5 et 2 µm.

Les courbes contraintes-déformation des essais sur les piliers irradiés de 500 nm et de 1 µm sont données sur la Figure III-25. Les piliers de 500 nm montrent des contraintes similaires à celles des piliers de 1 µm. Bien que les niveaux de déformation soient moins importants pour les piliers de 500 nm (13% et 22%), l'écrouissage ne semble pas non plus affecté par la réduction de la taille. Contrairement aux piliers non irradiés, les piliers irradiés ne montrent pas d'effet de taille entre 500 nm et 1 µm. Cependant, cet effet de taille est présent pour les piliers de 1 µm non irradié. Le durcissement induit par irradiation ne peut donc pas être déterminé directement par des piliers de même taille dans notre cas.

Nom pilier	Facteur Schmidt	Diamètre (nm)	Hauteur (nm)	Rapport Hauteur/diamètre	Angle de cône (°)	Fmax (mN)	Rp (MPa)	Déformation totale
P1_500nm_UN	0,48	549	1237	2,25	1,66	0,31	1750	0,05
P1_1000nm_UN	0,48	1120	2607	2,32	1,97	1,54	942	0,38
P2_1000nm_UN	0,48	1020	2448	2,6	1,17	1,31	1008	0,36
P1_1500nm_UN	0,48	1650	8495	5,1	2,31	2,01	848	0,04
P2_1500nm_UN	0,48	1670	8010	4,8	2,13	2,16	740	0,07
P1_2000nm_UN	0,48	2160	6654	3,07	2,53	2,62	610	0,07
P1_3000nm_UN	0,48	3012	8604	2,86	1,45	3,11	473	0,07
P2_3000nm_UN	0,48	3305	8947	2,71	0,75	5,69	415	0,05
P1_500nm_IR	0,48	540	1396	2,59	1,7	0,28	1667	0,1
P2_500nm_IR	0,48	539	1320	2,45	1,58	0,29	1698	0,13

Tableau III-7 : Caractéristiques associées aux piliers de diamètre différents de 1 µm.

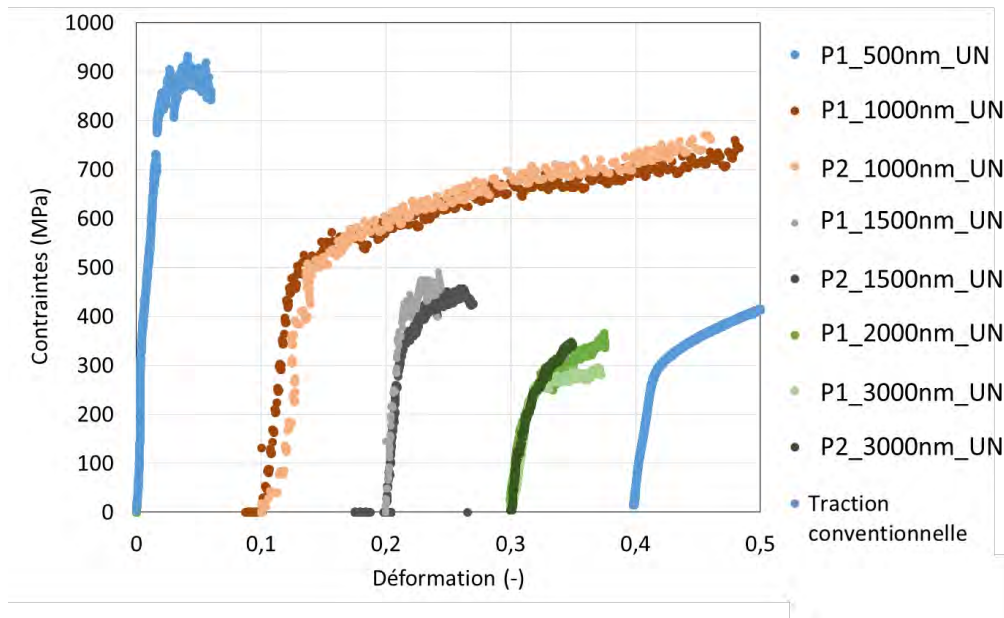
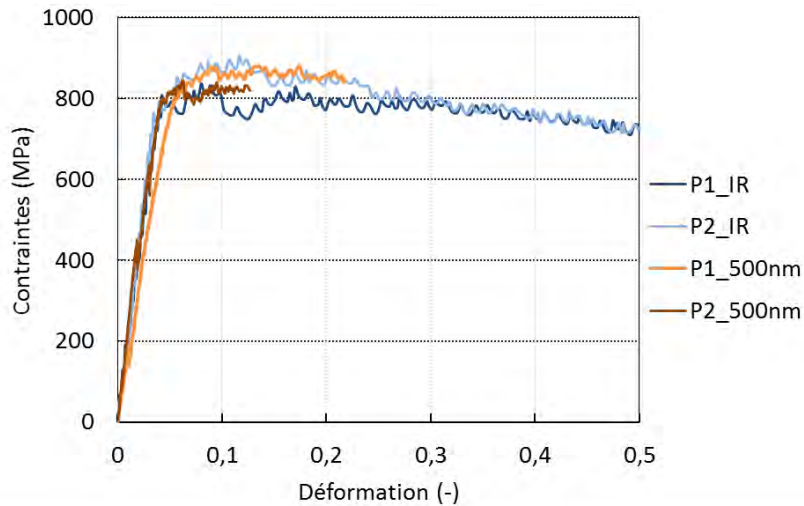


Figure III-24 : Courbes contraintes résolues-déformation pour les essais en compression des piliers non irradiés de différents diamètres. Les essais ont été décalés en abscisses pour permettre de mieux les distinguer entre eux. La courbe intitulée « Traction conventionnelle » correspond à un essai de traction standard réalisé sur une éprouvette standard à température ambiante.



**Figure III-25 : Courbes contrainte conventionnelle-déformation pour les piliers irradiés de 500 nm et de 1 µm de diamètre.**

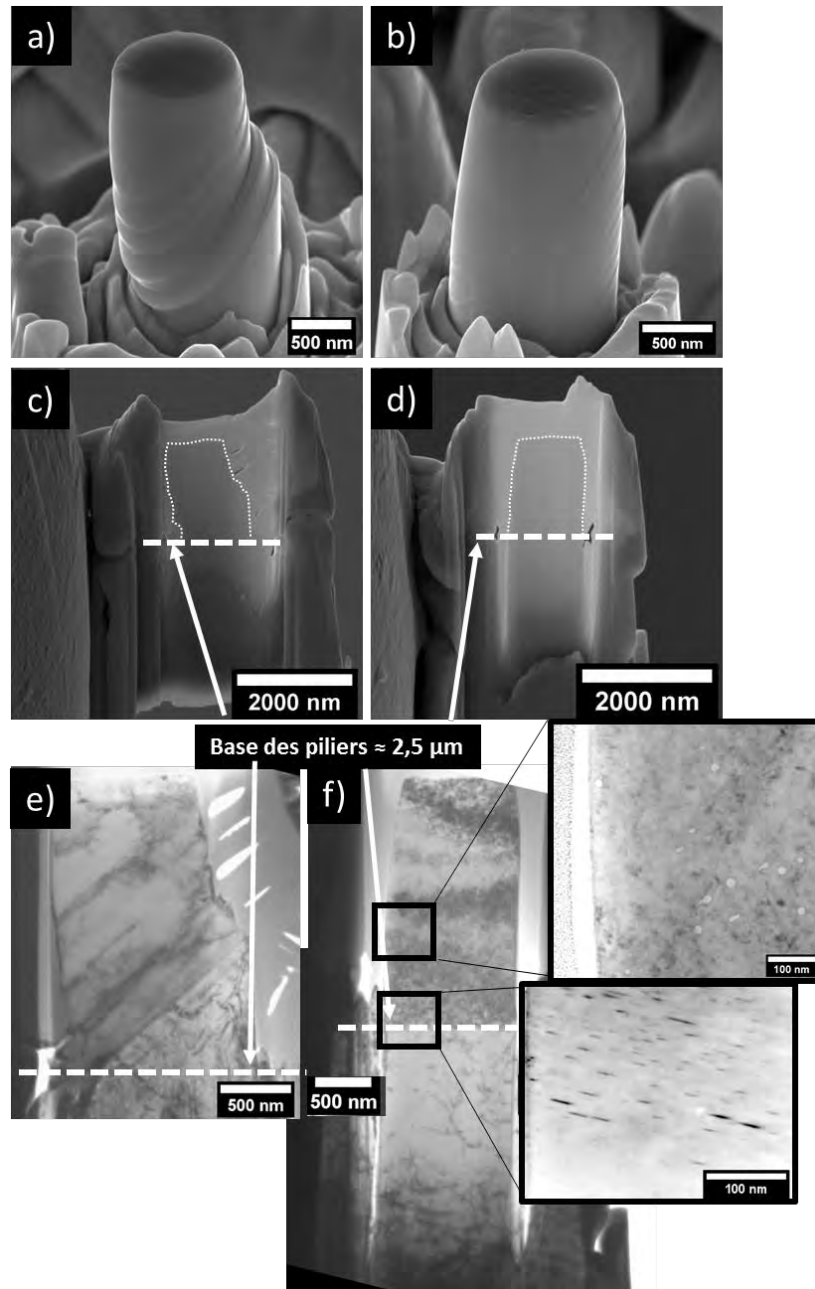
La microstructure a ensuite été observée par MET après déformation. Le premier objectif de ces observations était d'abord de s'assurer que le substrat en dessous des piliers n'avait pas été déformé pendant l'essai. Ainsi, deux lames MET ont été préparées par FIB au niveau d'un pilier irradié et d'un pilier non irradié de 1 µm de diamètre comme le montre la Figure III-26. Le niveau de déformation du pilier non irradié (7%) est plus important que celui du pilier irradié (4,2%). Ces essais de microcompression, réalisés à plus faibles niveaux de déformation, permettent de mieux étudier l'activation des systèmes de glissement en se basant sur les traces en surface.

Dans le cas du pilier non irradié, la microstructure à la base du pilier contient un réseau de dislocations semblable à celui observé loin du pilier, soit  $5.10^{13} \text{ m}^{-2}$ , impliquant que ce volume n'a pas été déformé lors de l'essai de microcompression. Un réseau de dislocations similaire apparaît à la base du pilier irradié, indiquant que la déformation plastique s'est également concentrée dans le pilier sans affecter le substrat non irradié. Aussi, les boucles de Frank à la base du pilier irradié sont toujours présentes et non cisailées, ce qui constitue également une preuve que la déformation plastique ne s'est pas étendue au-delà de la base du pilier. Les boucles de Frank situées au cœur du pilier n'ont pas pu être imagées. On peut supposer que les conditions d'observation sont fortement perturbées par la déformation plastique, ou que celle-ci a induit leur disparition.

Le deuxième objectif était de comparer les mécanismes de déformation entre les deux états avec une plus grande précision comparée aux observations MEB des traces de glissement (Figures III-18 et III-22a,b) Le pilier irradié montre des traces de glissement dont l'espacement, d'environ 150 nm en moyenne, est relativement homogène (Figure III-26b). D'après la projection stéréographique faite du pilier, le glissement s'est fait dans le plan (1-1-1) dans la direction (110). Le pilier non irradié montre des traces de glissement qui sont plus espacées, d'environ 300 nm en moyenne. Ces observations confirment celles réalisées en MEB. On peut donc supposer que la déformation des piliers irradiés se fait par le départ de dislocations à travers la structure de défauts d'irradiation. Comme il n'y a pas d'espace libre entre les défauts d'irradiation, il est difficile d'activer une source pérenne, mais l'activation de dislocations individuelles, possiblement des boucles d'irradiation initialement sessiles, requiert une contrainte plus grande. Pour le pilier non irradié, ces zones exemptes de dislocations existent et ont été observées dans la base des piliers (zone non-irradiée, bas des Fig. III-22e,f). Des sources de dislocations peuvent ainsi être activées dans ces piliers non-

irradiés, ce qui concentre la déformation dans quelques plans de glissement, avec une contrainte plus faible. Cette contrainte est dictée par la zone libre vue par la source, qui peut être in fine comparable au diamètre du pilier lorsque la densité de dislocations est suffisamment faible (Mompiau et al. 2012).

Nous avons aussi montré que les cavités présentes dans le matériau irradié pouvaient être cisillées par le passage successif de dislocations lors de la déformation du pilier. Environ 10% des cavités observées dans cet échantillon sont visiblement déformées (voir Figure III-26f). Par contre, nous n'avons pas mis en évidence que ce cisaillement de cavités induisait de canaux préférentiels pour la déformation.



**Figure III-26 : Prélèvement des piliers par FIB pour observation au MET. a) et b) Images MEB d'un pilier non irradié (7%) et d'un pilier irradié (4%) après déformation. Les traces de glissement (émergences de plans de glissement à la surface) sont clairement visibles. c) et d) images MEB prises à 52° d'inclinaison, après amincissement des piliers. Les bases des piliers, correspondant à une profondeur avant déformation de 2,5 µm, sont indiquées. e) et f) clichés MET des piliers.**



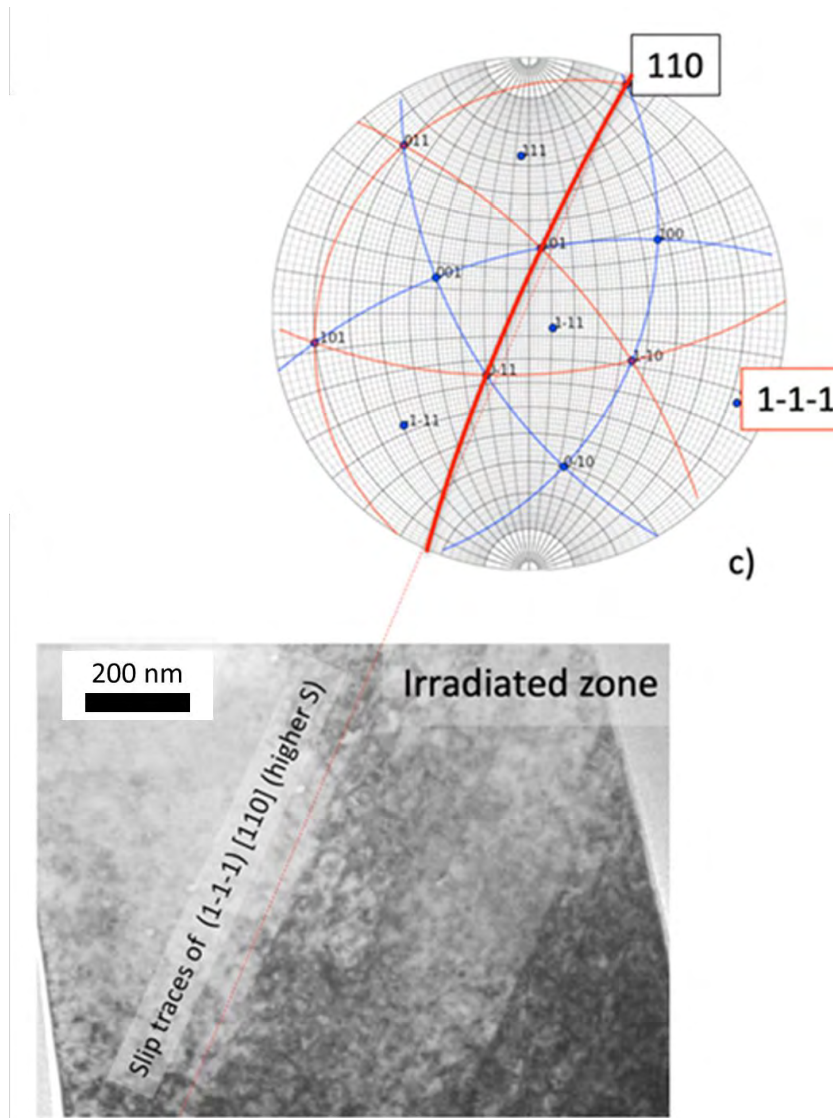


Figure III-27 : Projection stéréographique associée à l'image MET du pilier irradié. Les traces correspondent au glissement dans le plan  $(1-1-1)$  dans la direction  $[110]$ .

### III.B.2.b) Discussion sur les essais de microcompression

Des essais de microcompression ont été réalisés sur des échantillons non irradiés et irradié Fe-450. La discussion portera autour de l'effet de taille et la localisation de la déformation sur les essais réalisés sur l'acier irradié Fe-450 et sur la comparaison entre microcompression et nanoindentation.

Le dispositif de microcompression développé pendant cette étude au CEMES a permis d'évaluer le durcissement induit par l'irradiation Fe-450. La compression de piliers irradiés et non irradiés de  $1 \mu\text{m}$  a montré des contraintes d'écoulement plus importantes pour les piliers irradiés, et une modification de l'érouissage. Les contraintes pour les piliers non irradiés de  $1 \mu\text{m}$  sont bien plus importantes que pour un essai de traction conventionnelle (environ 60 % supérieures). Afin d'évaluer l'effet de taille à l'état non irradié, des essais sur des piliers de 500 nm à 3000 nm de diamètre ont été réalisés. Des essais de 500 nm ont été réalisés par ailleurs sur l'acier irradié avec le même objectif. Un effet de taille apparaît pour les piliers non irradiés dont le diamètre est inférieur

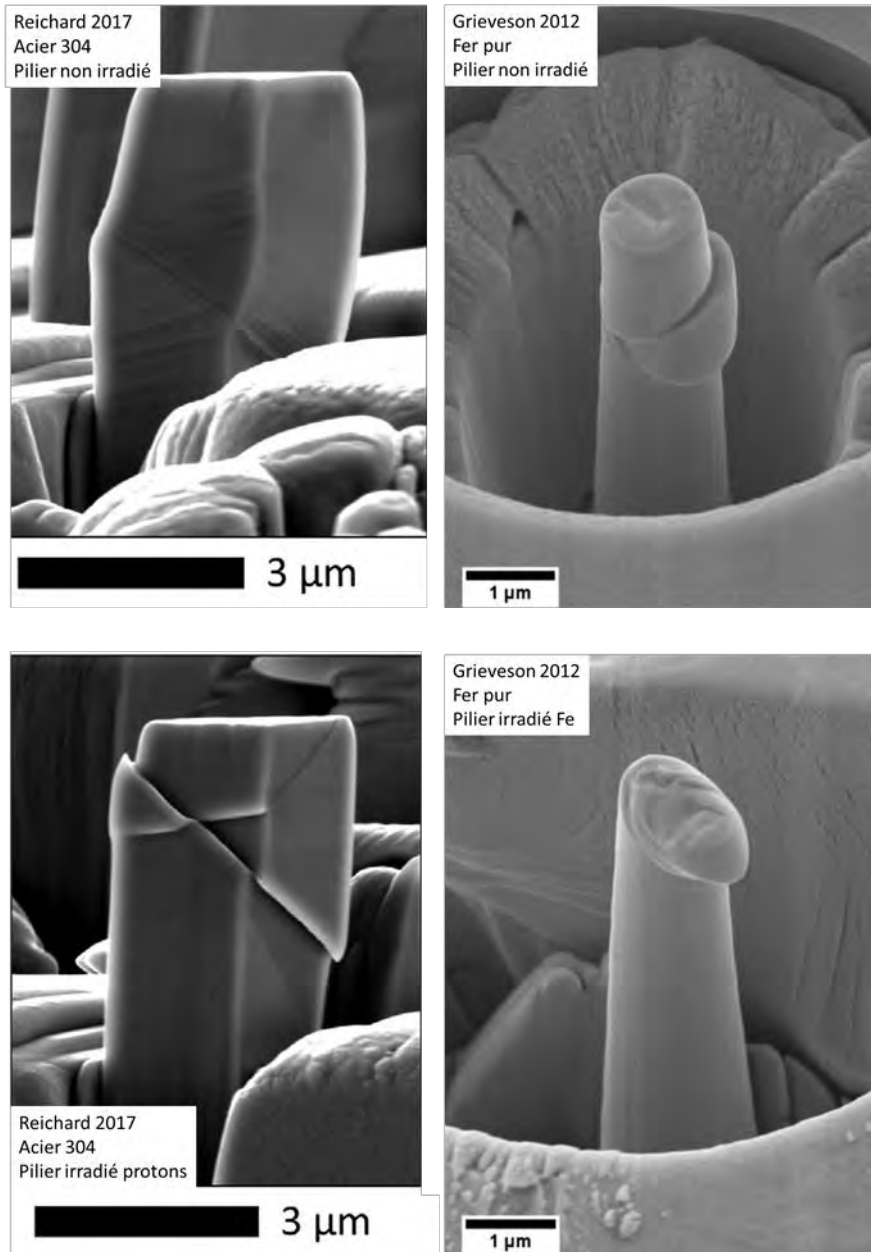
à 2000 nm. Dans le cas de l'acier irradié, les contraintes sont similaires pour les piliers de 500 nm et de 1  $\mu\text{m}$ . Les piliers non irradiés sont donc plus sensibles à l'effet de taille que les piliers irradiés.

En effet, un effet de taille apparaît lorsque les sources de dislocations, tels que les défauts de microstructure (dislocations résiduelles après hypertrempe, défauts d'irradiation), se font rares (El-Awady 2015). Ainsi, lorsque le volume testé est réduit, la quantité de ces défauts est moindre et la contrainte nécessaire à l'activation du déplacement des dislocations devient plus importante. La quantité de ces sources de dislocations est inconnue, mais on suppose généralement qu'elle est liée à l'espacement moyen entre défauts microstructuraux, s'exprimant par  $E_{disloc} = (Nd)^{-\frac{1}{2}}$  dans le cas de défauts linéaires tels que les boucles de Frank, où N est la densité de défauts dans le matériau, et d leur taille. Pour des cavités, l'espacement moyen est calculé en prenant en compte un réseau de cavités de densité N en empilement compact. La distance minimale considérée entre deux cavités est alors  $E_{cavités} = \sqrt{\frac{1}{2}(O/N)^{\frac{2}{3}}} - d$  où O est le nombre de cavités dans une maille CFC. La moyenne des deux espacements moyens est estimée égale à  $E_{moy} = \frac{E_c}{\sqrt{1+(E_{cavités}/E_{disloc})^2}}$ . En prenant en compte les boucles de Frank et les cavités présentes dans l'acier irradié Fe-450 (voir Tableau III-2), cet espacement est en moyenne de 57 nm sur l'ensemble de la couche irradiée. Un pilier irradié de 500 nm ou 1  $\mu\text{m}$  de diamètre contient donc un nombre conséquent de défauts, et donc de sources de dislocations, d'où l'absence d'effet de taille à cette échelle. Dans le cas des piliers non irradiés, les défauts microstructuraux considérés sont les dislocations résiduelles. Dans notre cas, la densité de dislocations a été calculée à partir des observations faites sur le substrat non irradié du pilier irradié analysé par MET. Une densité d'environ  $5.10^{13} \text{ m}^{-2}$  a été mesurée. Cette valeur de densité, apparaît élevée par rapport aux valeurs reportées pour un état hypertrempe (entre  $10^{10} \text{ m}^{-2}$  et  $10^{12} \text{ m}^{-2}$  (Pokor et al. 2004b; Michaut 2017)), soit un espacement moyen entre dislocations compris entre 1 et 10  $\mu\text{m}$ ) mais est cohérente avec les valeurs de  $2,3.10^{13}$  et  $5,7 10^{13}$  reportées par Michaut sur des aciers 304 et 304L hypertrempe respectivement (Michaut 2017). L'espacement moyen des dislocations est de 140 nm en considérant cette densité par  $1/\sqrt{N_d}$ . Cet espacement est significativement plus faible que la taille de pilier à partir de laquelle l'effet de taille disparaît sur le matériau irradié  $<2 \mu\text{m}$ . Cependant, la densité de sources est certainement plus faible que la densité de défauts, on sous-estime donc la dimension intrinsèque du matériau. La population de dislocations est très hétérogène, ce qui veut dire qu'une distance moyenne entre défaut est aussi peu représentative de ces dimensions intrinsèques. Il n'est donc pas très étonnant d'avoir une différence d'un ordre de grandeur entre cette distance moyenne (140 nm) et la limite basse de l'effet de taille ( $<2 \mu\text{m}$ ).

Pour un diamètre de 500 nm, les contraintes obtenues sur piliers non irradiés sont semblables à celles obtenues sur les piliers irradiés, avec une limite d'élasticité comprise entre 1667 et 1750 MPa. De plus, l'érouissage qui était présent sur les piliers de 1  $\mu\text{m}$  de diamètre disparaît pour les piliers non irradiés de 500 nm. Les essais sur piliers irradiés et non irradiés de 500 nm sont donc similaires entre eux, malgré les microstructures différentes. L'effet durcissant de l'irradiation, montré par les piliers de 1  $\mu\text{m}$  notamment, et la différence de comportement d'un pilier irradié (les piliers non irradiés de 1  $\mu\text{m}$  s'érouissent) sont masqués dans ce cas. Pour quantifier correctement l'effet durcissant induit par les défauts d'irradiation par un essai de microcompression, les valeurs de contraintes résolues obtenues doivent être comparées lorsque l'effet de taille a disparu, c'est-à-dire

au-delà de 2  $\mu\text{m}$  dans notre étude. Le durcissement est alors évalué entre 450 et 600 MPa, soit 150 à 200% de la limite d'élasticité.

Une importante différence de comportement plastique a été observée entre les piliers irradiés et les piliers non irradiés. Les clichés MEB sur la Figure III-26a) et b) montrant la surface de piliers avec une déformation plus faible (~4-7%) confirment une localisation plus importante dans le cas de l'acier non irradié. Ce résultat expérimental est inattendu compte tenu de ce qui est rapporté pour la littérature pour ces aciers, pour lesquels l'irradiation conduit à une localisation plus marquée de la déformation plastique. Ces observations ont été majoritairement rapportées chez des échantillons polycristallins irradiés aux neutrons (Onchi et al. 2005) et aux protons (Jiao and Was 2010) mais également pour des irradiations aux ions lourds (Gupta 2016). Pour ces études, un indicateur de la localisation de la déformation plastique est notamment l'espacement entre les traces des plans de glissement émergeant à la surface des grains. Cet espacement augmente avec la localisation de la déformation plastique. Pour les ions lourds, bien que cet espace augmente après irradiation, son augmentation est beaucoup moindre que celui rapporté après irradiation aux neutrons ou aux protons. L'observation de la localisation de la déformation plastique à partir d'essais de compression sur micropiliers en acier austénitique inoxydable a été rapportée après irradiations aux protons (Jin et al. 2016; Reichardt et al. 2017) mais aucune étude n'a rapporté des essais sur acier austénitique inoxydable irradié aux ions lourds à notre connaissance, c'est pourquoi la comparaison sera faite avec les résultats obtenus pour des micropiliers irradiés aux protons. Reichardt et al (Reichardt et al. 2017) sur un acier 304 irradié à 5 dpa montrent sur des piliers carrés de 2  $\mu\text{m}$  de côté sur 5  $\mu\text{m}$  de haut (soit un volume de 20  $\mu\text{m}^3$ ) une localisation plus marquée à l'état irradié en comparaison de l'état non irradié, qui se traduit par un faible nombre de plans de glissement et des déplacements importants pour chaque émergence de glissement. Jin (Jin et al. 2016) sur un acier 316 irradié de 1 à 5 dpa montre également une localisation de la déformation sur des piliers cylindriques de 1  $\mu\text{m}$  à 17  $\mu\text{m}$  de diamètre avec un rapport hauteur/diamètre proche de 2. La seule différence notable avec notre étude est la taille des micropiliers. Dans le fer pur irradié aux ions fer à 6 dpa (Grieverson et al. 2012), la microcompression de piliers de 1  $\mu\text{m}$  de diamètre montre une déformation plus localisée dans les piliers non irradiés que dans les piliers irradiés, ce qui est cohérent avec nos observations. Grieverson suggère qu'à cette échelle, les difficultés de germination de dislocations peuvent induire des comportements sous déformation différents entre des piliers micrométriques et des éprouvettes polycristallines. Aussi, à l'état non irradié, la réduction de la taille peut induire une concentration de la déformation dans un nombre réduit de plans de glissement (Dimiduk et al. 2005), ce qui est similaire aux observations de cette étude. Dans notre étude, l'effet de taille se montre donc triple : augmentation de la limite d'élasticité, diminution de l'écroutissage et localisation de la déformation.



**Figure III-28 : Essais de microcompression issus de la littérature (Grieverson et al. 2012; Reichardt et al. 2017). Les essais de Reichardt sur acier 304 montrent une déformation localisée dans le cas du pilier irradié, tandis que les essais de Grieverson sur le fer pur montrent une déformation plus localisée dans le cas du pilier non irradié.**

En s'affranchissant des effets d'échelle, le durcissement mesuré par microcompression est compris entre 450 et 600 MPa pour l'irradiation Fe-450. Ce durcissement a été évalué à environ  $530 \pm 93$  MPa par nanoindentation. Les deux techniques d'essais conduisent donc à des mesures de durcissement cohérentes entre elles avec des augmentations proches de 150-200%. Le durcissement rapporté par Weaver (Weaver et al. 2017) après irradiation aux protons jusque 5 dpa (KP) d'un acier 304 et microcompression est similaire (augmentation de 200%). Les essais de microcompression sont les mêmes que ceux de Reichardt, évoqués précédemment. Dans cette étude, aucun effet de taille n'est constaté lors de la compression des piliers non irradiés. Weaver compare dans son étude les essais réalisés par microcompression avec des essais de nanoindentation Berkovich, nanoindentation sphérique et également des essais de microtraction. Les durcissements obtenus par ces autres techniques sont différents (durcissement de 100% environ) de celui obtenu par microcompression.

Cependant, l'effet de taille sur la microstructure non irradiée n'est pas pris en compte dans ces autres calculs de durcissement. En effet, l'essai de microtraction sur une micro-éprouvette de  $1,3*1,3*4,5 \mu\text{m}^3$  provoque une augmentation de la limite d'élasticité ( $\sigma=495 \text{ MPa}$ ) par rapport à l'essai de microcompression réalisé sur un pilier de  $2*2*5 \mu\text{m}^3$  (272 MPa). Les essais de nanoindentation Berkovich quant à eux se font à une seule profondeur (200 nm), ce qui ne permet pas non plus de s'affranchir de l'effet de taille. Kiener (Kiener et al. 2012) a quant à lui évalué l'effet de taille lors de la microcompression de piliers en cuivre irradiés aux protons. Une bonne cohérence est obtenue dans ses travaux entre la technique de nanoindentation et de microcompression. Kiener a obtenu ses résultats en utilisant des piliers dont la hauteur est plus faible que la profondeur d'irradiation, afin d'éviter le pic d'endommagement induit par l'irradiation aux ions. Dans notre étude, les piliers ont une hauteur proche de la profondeur d'irradiation. Cependant, la similitude des essais sur les piliers de  $1 \mu\text{m}$  de diamètre contenant ce pic d'endommagement avec ceux de 500 nm de diamètre ne contenant pas ce pic montre qu'il n'y a pas d'effet notable du gradient de dose dans notre cas. La saturation du durcissement dans notre étude permet de s'affranchir de cette limite de taille. En faisant attention à l'effet de taille pouvant être présent, Pour résumer, les techniques de microcompression et de nanoindentation donnent des résultats de durcissements cohérents entre eux, cependant il est important de s'affranchir des effets de taille pour chaque type d'essais pour obtenir cette cohérence.

### *III.B.3 Conclusions*

Le durcissement induit par l'irradiation est un facteur potentiel contribuant à la sensibilité à la fissuration. Dans cette partie de l'étude, nous nous sommes attachés à caractériser le durcissement induit en fonction des conditions d'irradiations et à le relier à la microstructure d'irradiation via des modèles de durcissement. Les irradiations aux ions fer 10 MeV conduisant à un dommage d'irradiation sur une profondeur limitée ( $<2,5\mu\text{m}$ ), deux techniques permettant de caractériser des volumes microniques ont été utilisées :

- la nanoindentation, facile d'utilisation et classiquement utilisée,
- la microcompression sur piliers qui permet une mesure directe de la contrainte et de la courbe contrainte déformation dans un état uniaxial. La conduite de ces essais a nécessité le développement du dispositif de microcompression in-situ au CEMES-CNRS. Seul le durcissement lié à la microstructure de référence de notre étude (Fe-450) a été caractérisé par cette technique.

Les valeurs de dureté dans les parties irradiée et non irradiée des échantillons ont été estimées par nanoindentation à l'aide de la méthode de Nix et Gao. Les irradiations Fe-450, Fe-He-450 et Fe-600 ont induit des durcissements de l'ordre de 203%, 202% et 62% respectivement. L'irradiation Fe-He-600 fait exception puisqu'elle a induit un adoucissement de l'acier. Cet adoucissement est probablement dû à la forte fraction volumique de cavités induites par cette irradiation

Les niveaux de durcissements mesurés ont été comparés aux valeurs théoriques du durcissement calculées en prenant en compte les populations de défauts caractérisées par MET. En prenant en compte une somme quadratique des contributions, les valeurs calculées se montrent cohérentes avec celles mesurées par nanoindentation. Le durcissement calculé pour l'irradiation Fe-600 est

quant à lui inférieur à celui mesuré. La raison de la différence entre les deux valeurs peut provenir de la population de dislocations induite par l'irradiation à cette température. En prenant en compte la contribution d'une population de dislocation au durcissement, le calcul permet d'obtenir une valeur de durcissement théorique proche de celle obtenue expérimentalement.

Les essais de microcompression sur des piliers de  $\varnothing 1 \mu\text{m}$  ont mis en évidence une augmentation de la limite d'élasticité après irradiation. L'irradiation a également induit une disparition de l'écrouissage. Des essais réalisés sur des piliers de diamètres allant de 500 nm à 3  $\mu\text{m}$  ont permis de constater qu'un effet de taille était présent sur les piliers non irradiés uniquement. La comparaison des résultats des essais de microcompression de piliers de  $\varnothing 1 \mu\text{m}$  sous-estime donc le durcissement induit par irradiation. L'utilisation de piliers non irradiés plus volumineux a permis d'obtenir des valeurs de contraintes similaires à celles pour les échantillons testés en traction conventionnelle. La valeur du durcissement induit par Fe-450 a donc été obtenue en comparant les limites d'élasticité des piliers irradiés de  $\varnothing 1 \mu\text{m}$  et des piliers non irradiés de  $\varnothing 3 \mu\text{m}$ .

Les essais de microcompression donnent des valeurs de durcissement similaires à la nanoindentation dans le cas de l'irradiation Fe-450, soit une augmentation d'environ 200% par rapport à l'état non irradié. L'observation des piliers déformés a révélé une localisation de la déformation marquée chez les piliers non irradiés. Cette localisation résulte également, potentiellement, d'un effet de taille d'échantillon, induisant un comportement sous déformation différent de celui observé macroscopiquement pour la même microstructure. Cette localisation est cependant absente des piliers irradiés.

### *III.C. Effets de la microstructure d'irradiation sur la fissuration*

Cette partie décrit les résultats obtenus après essais de traction lente en milieu nominal REP. Ils sont ensuite discutés en prenant en compte les microstructures et le durcissement caractérisés dans les parties précédentes.

#### *III.C.1 Quantification de la fissuration*

Nous avons réalisé des essais de traction lente en milieu simulé REP avec une vitesse de  $5.10^{-8} \text{ s}^{-1}$  sur tous les échantillons irradiés : trois éprouvettes Fe-450, une éprouvette Fe-He-450, deux éprouvettes Fe-600 et trois éprouvettes Fe-He-600. La plupart de ces essais ont été interrompus pour un niveau de déformation plastique de 4% sauf une des éprouvettes Fe-600 testée jusque 2% et une éprouvette Fe-He-600 à 7%. Le milieu utilisé, composé d'eau ultra pure et de 25-35cc/kg  $\text{H}_2$ , 1000 ppm B et 2 ppm Li, simule le milieu REP. Après essai, la surface irradiée ainsi que la surface non irradiée de l'éprouvette sont analysées par MEB à la recherche des fissures créées lors de la déformation en milieu REP. La sensibilité à la fissuration intergranulaire est liée à la densité de fissures. Une densité plus importante implique une sensibilité accrue de l'acier à la fissuration intergranulaire. La longueur des fissures est également considérée, pour comparer les irradiations entre elles. A densité de fissures donnée, une longueur moyenne de fissures plus importante peut signifier que la propagation des fissures est plus accentuée. Pour l'ensemble des échantillons testés, la couche d'oxyde obtenue après essais SSRT n'a pas été retirée pour la caractérisation des fissures. La présence de la couche d'oxyde peut parfois rendre plus difficile l'identification des fissures mais son enlèvement (soit par polissage, soit par attaque chimique) est particulièrement délicat et pourrait, par exemple, supprimer les petites fissures. La Figure III-29 montre des exemples d'images MEB obtenues après les essais SSRT réalisés dans la zone irradiée des éprouvettes pour les quatre conditions d'irradiation. Cette figure montre que les éprouvettes présentent différentes densités de fissures sur leur surface.

Le Tableau III-8 résume les résultats obtenus pour les 4 irradiations après les essais SSRT jusque 4% de déformation plastique. Les échantillons irradiés Fe-450 testés en SSRT montrent une densité moyenne de fissures de  $347 \pm 62$  fissures/ $\text{mm}^2$ . L'irradiation Fe-He-450 a provoqué une densité de fissures moindre de  $107 \pm 21$  fissures/ $\text{mm}^2$ . L'irradiation Fe-600 a induit une densité de fissures intermédiaire de  $146 \pm 20$  fissures/ $\text{mm}^2$ . Un autre essai réalisé jusqu'à 2% de déformation plastique a induit une densité de fissures de  $125 \pm 15$  fissures/ $\text{mm}^2$  d'une taille moyenne de  $6,7 \mu\text{m}$ . L'augmentation de la déformation de 2% à 4% a donc induit une densité de fissures légèrement plus importante, montrant que la majorité d'entre elles sont présentes à 2%. L'augmentation de la taille moyenne de ces fissures indique que la déformation augmente l'ouverture des fissures existantes. Aucune fissure n'a été observée après les essais SSRT sur les éprouvettes irradiées Fe-He-600 et testée à 4% de déformation. Une expérience menée sur une éprouvette irradiée Fe-He-600 et déformée jusque 7% a cependant permis d'amorcer la fissuration sur la surface irradiée avec une densité de fissures de 35 fissures/ $\text{mm}^2$  (voir Figure III-30), ce qui confirme la très faible sensibilité de cette nuance. L'irradiation Fe-450 a provoqué la plus forte sensibilisation de l'acier devant Fe-600 et Fe-He-450.

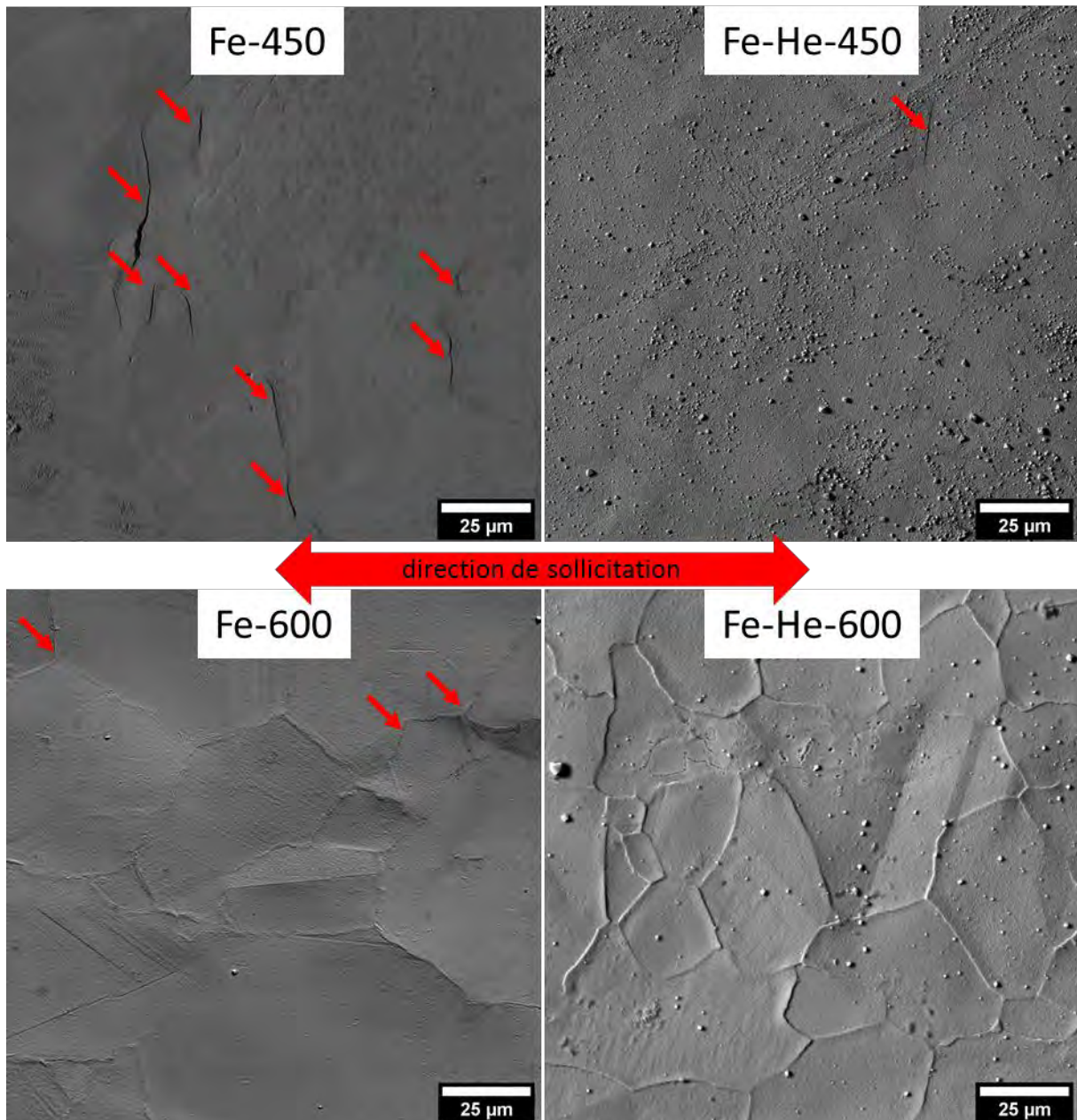


Figure III-29 : Images MEB en électrons rétrodiffusés de la surface des éprouvettes irradiées et testées en SSRT jusqu'à 4% de déformation plastique en fonction des conditions d'irradiation. La sensibilité à la fissuration est différente selon l'irradiation menée. Les flèches indiquent les fissures quantifiées.

	Densité (fissures/mm <sup>2</sup> )	Longueur moyenne (μm)
Fe-450	347±62	9,7±2
Fe-He-450	107±21	12±2
Fe-600	146±20	8,2±2
Fe-600 (2%)	125	6,5±2
Fe-He-600	0	0

Tableau III-8: Densités et tailles moyennes des fissures obtenues après essais SSRT jusque 4% de déformation plastique, réalisés sur les échantillons irradiés.



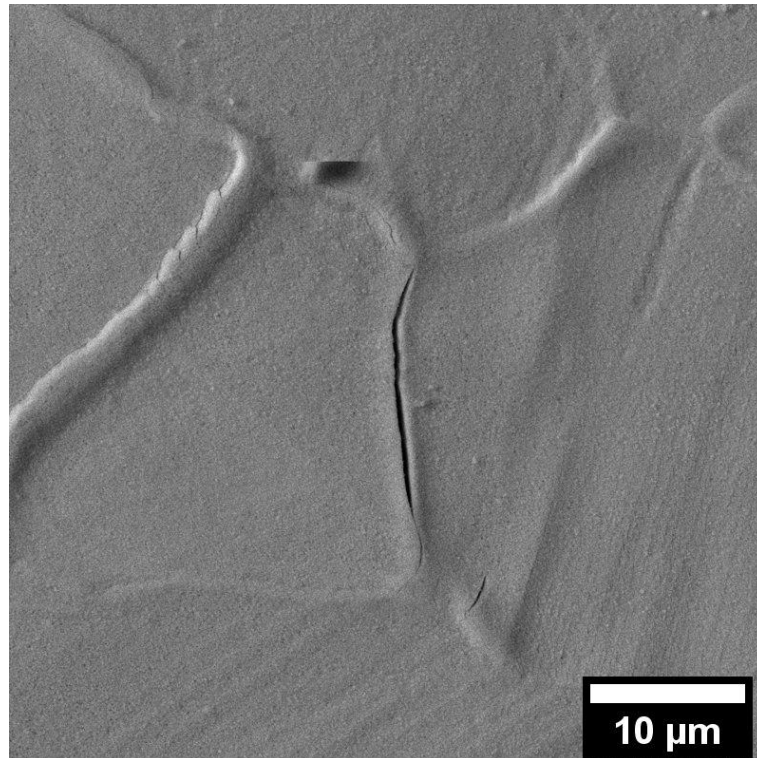


Figure III-30: Fissure observée sur une éprouvette irradiée Fe-He-600 déformée en milieu REP jusque 7%.

La Figure III-31 montre les différentes distributions de longueurs de fissures pour les éprouvettes irradiées Fe-450, Fe-He-450 et Fe-600. Les distributions des irradiations Fe-600 et Fe-450 sont similaires entre elles, mais la distribution Fe-He-450 montre clairement une population de fissures plus longues que pour les deux autres irradiations.

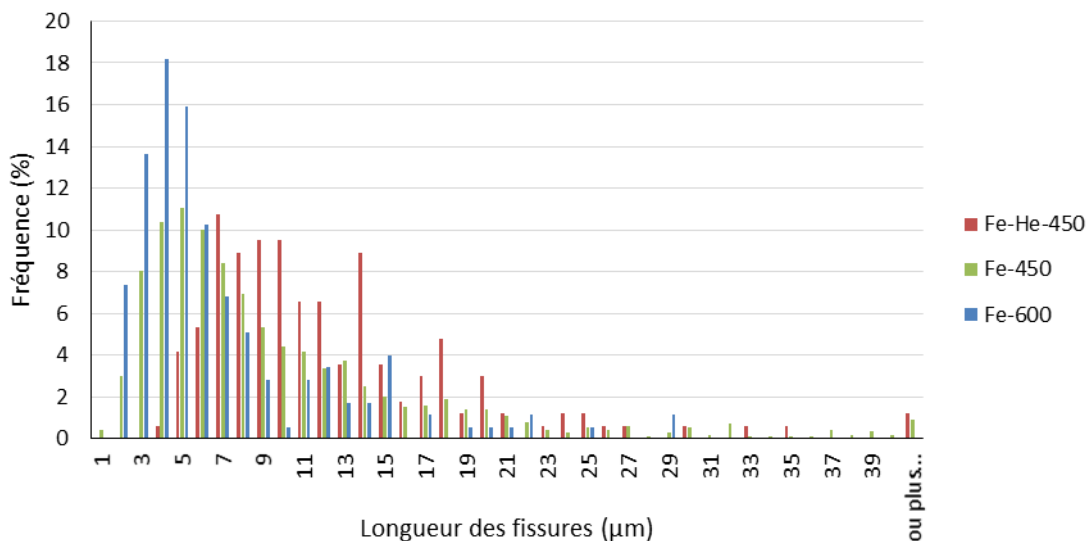
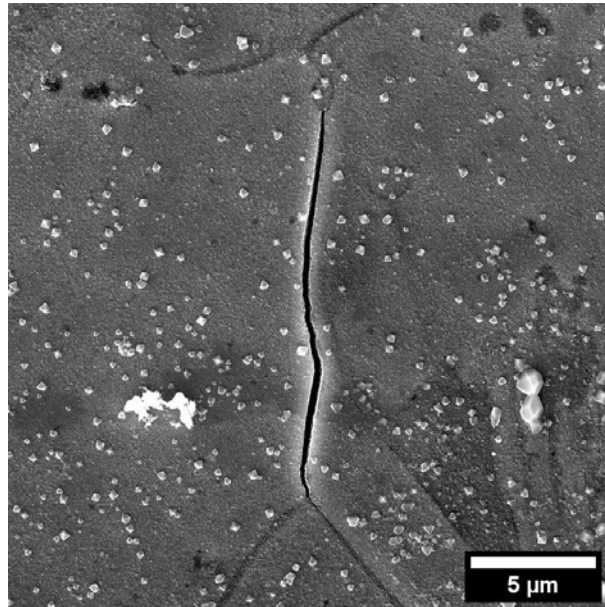


Figure III-31 : Distribution des longueurs de fissures en fonction des conditions d'irradiations.

### III.C.2 Analyse de la fissuration

#### III.C.2.a) Etude de la propagation 3D d'une fissure

Une analyse 3D d'une fissure issue d'une éprouvette irradiée Fe-450 et testée en SSRT jusque 4% de déformation plastique a été réalisée par coupes FIB successives. Cette analyse a pour objectif de caractériser la profondeur maximale et le parcours d'une fissure dans le matériau. Une seule fissure a été étudiée en 3D par manque de temps. Une fissure relativement longue et ouverte a été sélectionnée, dans le but de faciliter les observations. La fissure sélectionnée, montrée sur la Figure III-32, mesure environ 15  $\mu\text{m}$  de long et 250 nm de large.



*Figure III-32 : Fissure examinée en 3D par découpes FIB (Fe-450 déformée à 4%).*

Pour mener cette observation, une abrasion séquentielle par FIB d'un volume donné couplée à une observation MEB a été mise en œuvre. Le FIB permet de découper la matière pour donner une vue transverse de l'échantillon analysé. La répétition d'une séquence d'abrasion par FIB et d'observation par MEB, permet de reconstituer un volume. La résolution en profondeur, c'est-à-dire la largeur de chaque tranche est cependant limitée par le pas de l'abrasion par FIB. Un pas élevé réduit la durée de l'analyse mais donne une mauvaise résolution en profondeur. Un compromis a donc été fait entre vitesse et résolution. Le pas choisi ici est de 25 nm, soit près de 600 tranches, ce qui correspond à une analyse d'environ 7h pour le volume considéré ici. Un dépôt de platine est réalisé sur une surface d'environ  $15 \times 5 \mu\text{m}^2$  autour de la fissure sélectionnée afin de la protéger efficacement de l'abrasion par FIB, et également éviter l'effet rideau observé lorsque la surface n'est pas parfaitement plane. Par ailleurs, il faut éviter les redépôts sur le devant du volume à analyser qui empêcherait l'observation par MEB de la surface découpée. Pour cela, des tranchées sont réalisées sur les côtés et sur le devant du volume. Par ce biais, la matière gravée s'évacue de la zone d'intérêt et se redépote moins dans cette zone.

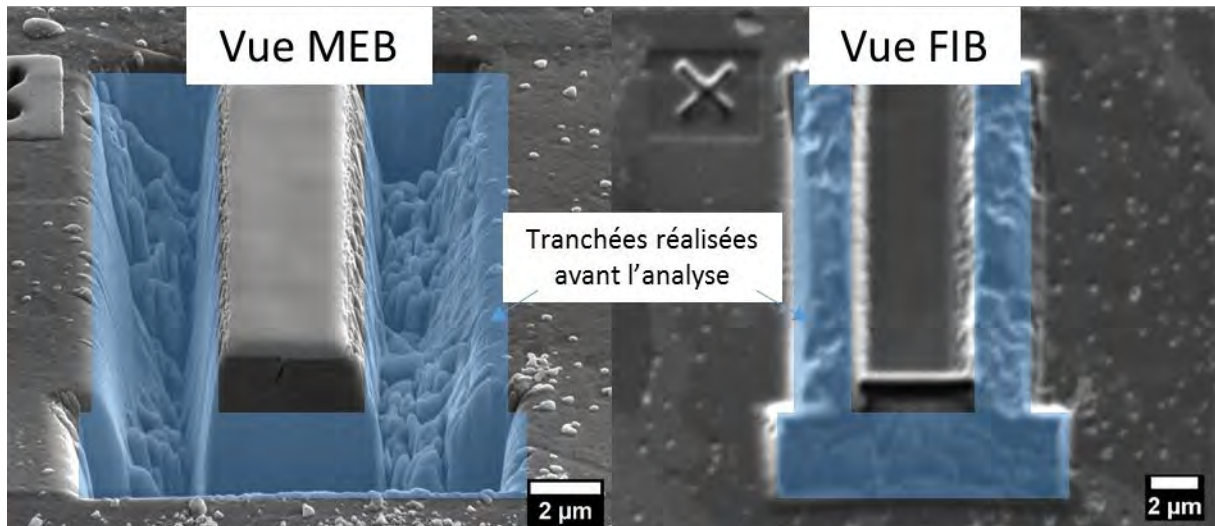


Figure III-33 : Images MEB et FIB de la préparation de l'échantillon avant l'analyse 3D (Fissure montrée sur la figure III-28). Des tranchées (zones bleutées) sont réalisées sur les côtés et sur le devant afin d'évacuer la matière abrasée par le FIB pour éviter au mieux les redépositions.

La Figure III-34a montre les images MEB issues de cette analyse correspondant à 4 profondeurs d'abrasion. Les Figure III-34b-e montrent des reconstructions du volume de la fissure, selon plusieurs points de vue : la Figure III-34b représente la fissure vue de  $\frac{3}{4}$  face d'après la Figure III-34a, la Figure III-34c représente plusieurs tranches de la fissure selon le plan XY et les Figure III-34d et e représentent la vue de gauche et droite respectivement, d'après la Figure III-34a. L'analyse a confirmé la nature intergranulaire de la fissure et montré que cette fissure s'est propagée jusqu'à 2,5  $\mu\text{m}$  de profondeur, ce qui correspond à la profondeur maximale d'irradiation, bien que la profondeur de fissuration ne soit pas constante sur toute la longueur de la fissure. Trois zones peuvent être définies selon l'axe Y : la zone 1 où  $Y < 4 \mu\text{m}$ , la zone 2 où  $4 \mu\text{m} < Y < 8 \mu\text{m}$  et la zone 3 où  $Y > 12 \mu\text{m}$ . Dans la zone 1, la fissure se propage le long de trois joints de grains différents : le joint de grain principal correspondant à celui visualisé en surface (Figure III-34), la branche 1 et la branche 2. Ces joints de grains se rejoignent à un point triple. Le joint de grain principal est quasi perpendiculaire à la direction de chargement principal et les plans des branches 1 et 2 montrent une déviation importante par rapport à cette direction. La propagation de la fissure sur les branches 1 et 2 est inférieure à 500 nm depuis ce point triple. Cependant, il semble que ces joints de grains ne soient pas propices à la propagation de la fissure, notamment du fait de l'orientation de leur plan. Dans la zone 1 ( $Y < 4$ ), en plus de ces deux branches, la fissure suit le joint de grain principal jusqu'à atteindre 2,5  $\mu\text{m}$  de profondeur. Dans la zone 2, la profondeur de la fissure est quasi-constante, à savoir 2,5  $\mu\text{m}$ , soit la profondeur de la couche irradiée. Dans la zone 3, la profondeur de la fissure diminue et varie entre 2,5 et 0,5  $\mu\text{m}$ . Bien qu'il n'y ait pas de joint triple et que le plan du joint de grain principal ne semble pas changer d'orientation, la propagation semble limitée à cet endroit. Les images prises par MEB durant cette analyse ne permettent pas de discerner une différence au niveau du joint de grain dans cette zone. Cette analyse montre que la profondeur de propagation de la fissure n'est pas constante. Celle-ci peut être limitée par des éléments microstructuraux comme des joints triples, qui modifient le trajet de la fissure et rendent sa propagation moins aisée. Dans l'analyse effectuée, la seule différence identifiable est l'orientation du plan des joints de grains dans la zone 1. Pour permettre de comprendre ce qui limite la propagation d'une fissure sur l'ensemble du joint de grain irradié, cette analyse pourrait être couplée à une analyse EBSD pour évaluer si des

changements microstructuraux tels qu'une désorientation ou la présence d'une autre phase apparaissant aux abords de la fissure entre la zone 2 et la zone 3. Bien que particulièrement lourde, il serait aussi intéressant de reproduire ce type d'analyse plusieurs fois pour avoir une évaluation statistique intéressante de la propagation des fissures.

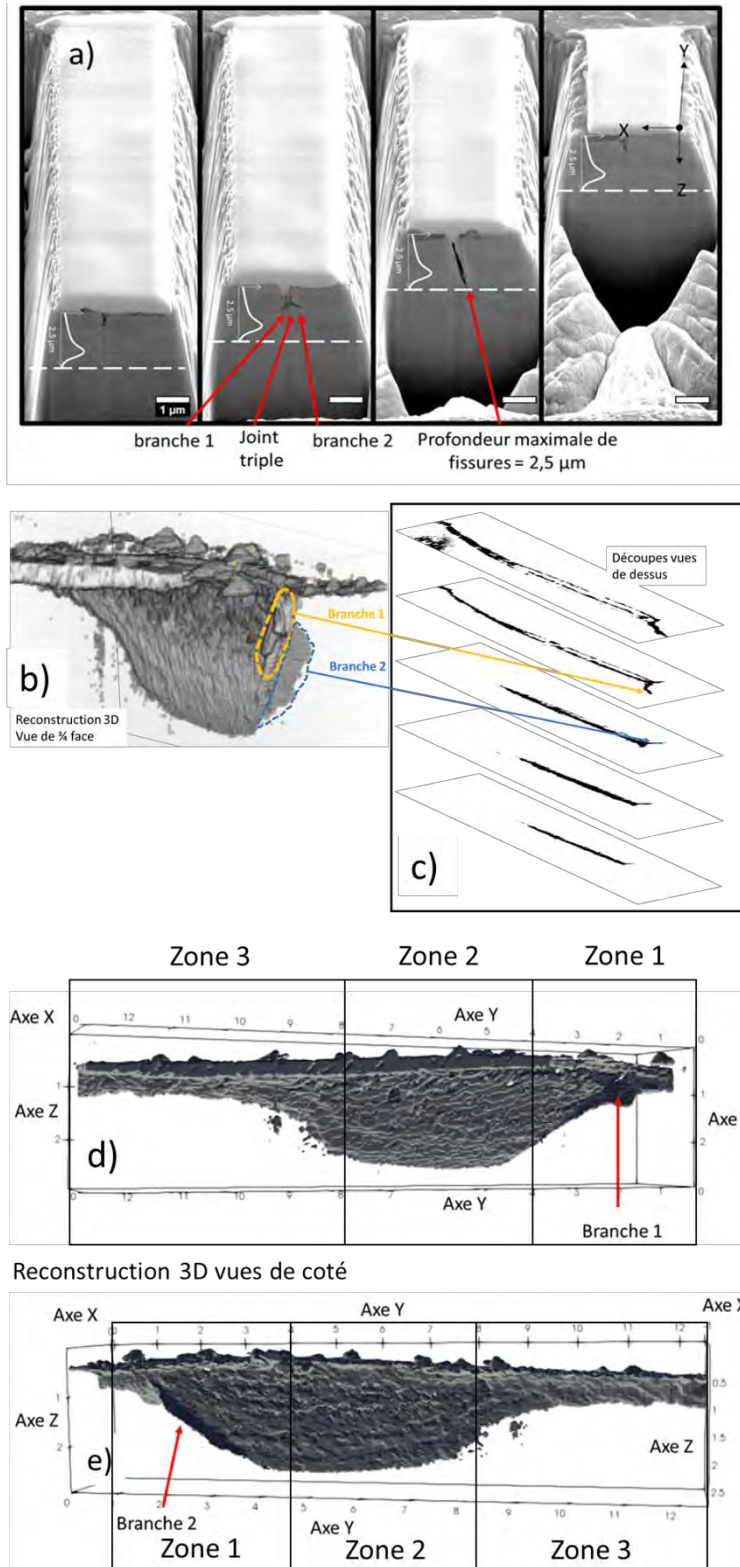


Figure III-34 : Analyse en trois dimensions d'une fissure après irradiation Fe-450 et essais SSRT en milieu REP. a) images successives obtenues lors de l'analyse, montrant le parcours de la fissure dans le matériau. b-c-d-e) reconstruction 3D de la fissure, permettant de l'imager dans son ensemble.

**III.C.2.b) Analyses d'une fissure par MET**

La contribution des défauts d'irradiation, notamment des cavités d'irradiation, dans la fissuration intergranulaire reste à établir. Afin d'évaluer l'influence de la microstructure d'irradiation sur la fissuration, une fissure issue de l'acier irradié Fe-450 et testé en SSRT jusque 4% de déformation plastique a été prélevée. Ce prélèvement a été fait par FIB. L'analyse MET des défauts présents dans la lame est réalisée.

La Figure III-35a et b montre l'image MEB de la fissure avant et après son prélèvement par FIB. Au niveau de la zone de prélèvement, la fissure s'étend jusqu'à une profondeur de 2,5  $\mu\text{m}$  environ. Cette profondeur correspond à la profondeur d'irradiation. La Figure III-35c correspond aux clichés MET pris autour du joint de grain fissuré et assemblés pour avoir une vue d'ensemble. La fissure ayant été protégée par un dépôt de platine avant le prélèvement, une partie de ce dépôt se retrouve dans la fissure après prélèvement. Comme pour les lames FIB prélevées après irradiation, des cavités et des boucles de Frank sont présentes dans l'échantillon. L'observation de cavités présentes à moins de 500 nm de la fissure, à environ 1  $\mu\text{m}$  sous la surface, a montré une forte déformation de celles-ci, comme le montre la Figure III-36, avec des cavités atteignant des rapports longueur/hauteur supérieurs entre 1,7 et 2,2. Seules les cavités à proximité de la fissure sont fortement déformées, les autres restant sphériques lorsqu'on s'éloigne de la fissure. La forte déformation qui peut être observée au niveau des joints de grains, comme détaillé dans la thèse de M. Le Millier (Le Millier 2014) pourrait expliquer la forte déformation de ces cavités par rapports aux autres présentes dans la matrice. D'autres analyses au niveau de joints de grains fissurés seraient nécessaire pour confirmer cette observation.

En plus des défauts d'irradiation, une bande claire a été observée à proximité de la fissure. Cette bande apparaît entre 2000 et 2200 nm de profondeur, c'est-à-dire au-delà de la zone où les cavités sont observées. Cette bande pourrait témoigner de la localisation de la déformation dans cet échantillon. Aucune autre observation sur cette lame n'a permis d'observer de bandes claires. Seule la zone autour de la fissure a été analysée, il est possible qu'il s'agisse de la seule bande claire ayant été en contact avec le joint de grain. La présence d'une bande claire au-delà de 2  $\mu\text{m}$  de profondeur, là où aucune cavité n'est présente, indiquerait que les cavités limiteraient la localisation de la déformation. D'autres observations sont évidemment nécessaires pour valider cette hypothèse, puisqu'il s'agit d'une observation isolée. Il serait donc intéressant de voir si des bandes de glissement apparaissent plus fréquemment dans la zone exempte de cavités, entre 2  $\mu\text{m}$  et 2,5  $\mu\text{m}$ .

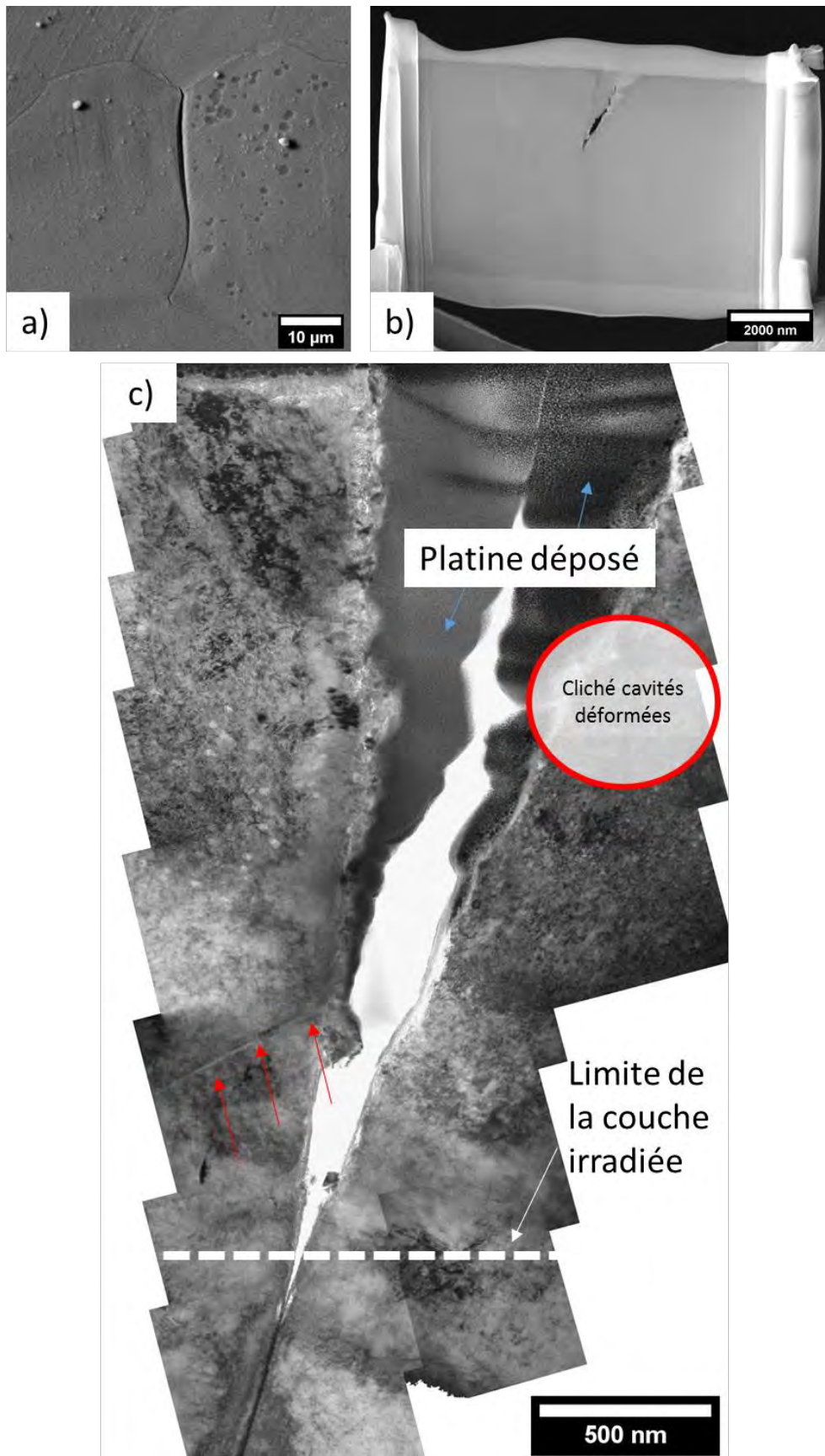
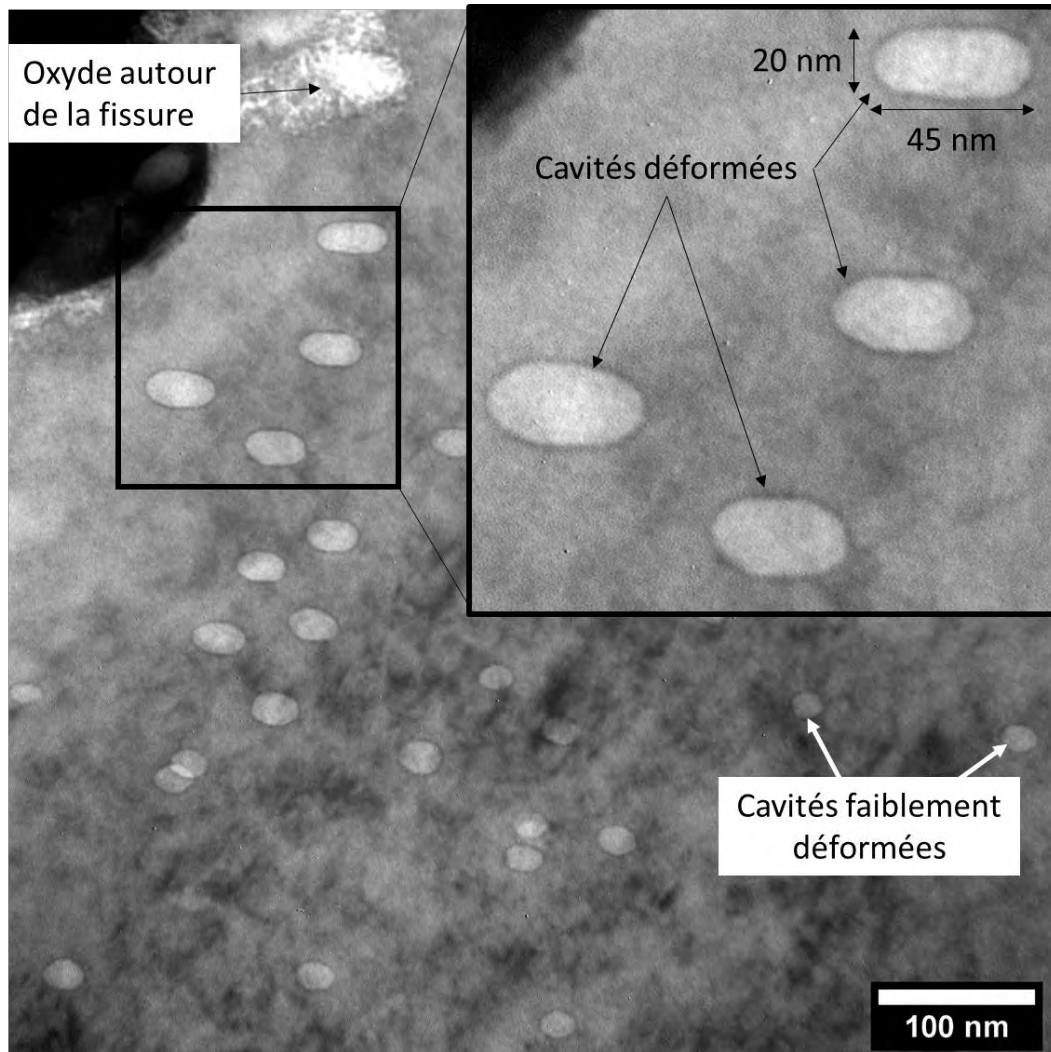


Figure III-35 : a) Fissure sur une éprouvette irradiée Fe-450 et testée par SSRT jusqu'à 4% de déformation plastique. b) image MEB de la fissure après prélèvement FIB. L'image montre la lame inclinée à 52°. c) analyse MET de la fissure. Les flèches rouges indiquent la présence d'une bande claire. Cette bande est la seule ayant pu être observée dans la lame MET.



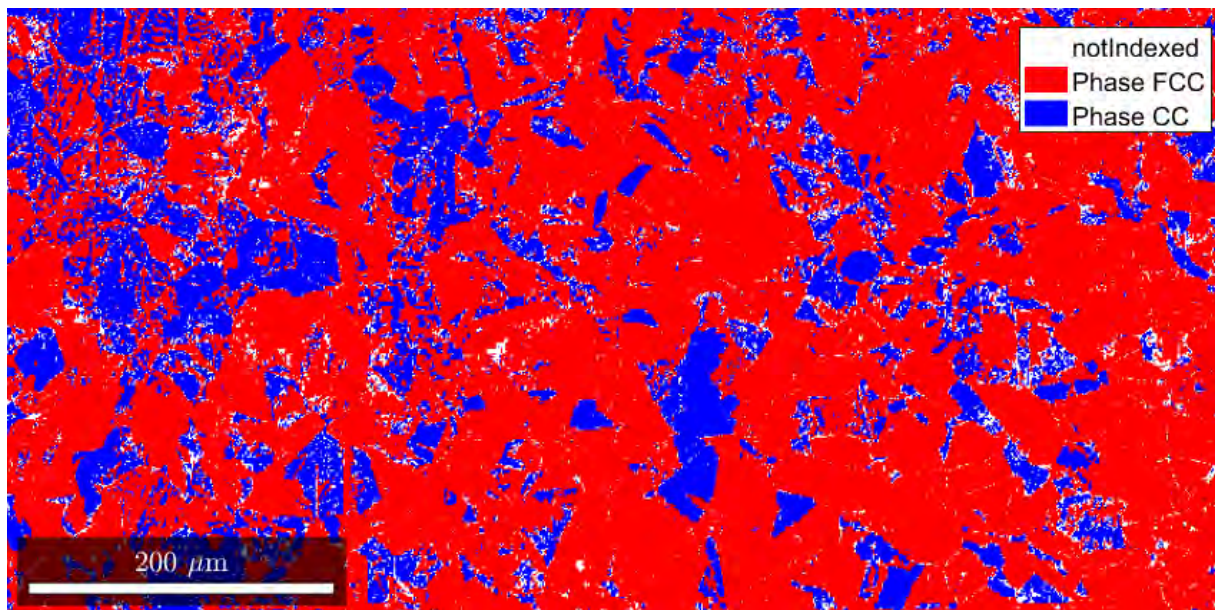
*Figure III-36 : Cavités observées par MET autour d'une fissure issue d'un échantillon irradié Fe-450 et déformé en milieu REP.*

### *III.C.3 Discussion sur le lien entre microstructure et sensibilité à la fissuration*

L'impact de la microstructure d'irradiation sur la fissuration intergranulaire a été évalué en réalisant des essais de traction lente en milieu REP sur des échantillons irradiés sous différentes conditions. Les résultats ont montré une forte différence en densité de fissures après ces essais, c'est-à-dire des sensibilités différentes à la fissuration en fonction des conditions d'irradiation. La susceptibilité à la fissuration intergranulaire suite à l'irradiation Fe-450 s'est montrée plus importante que la susceptibilité de l'acier irradié Fe-He-450 tandis que la susceptibilité de l'acier irradié Fe-600 se situe entre les deux. Les essais réalisés dans les mêmes conditions après irradiation Fe-He-600 n'ont pas provoqué de fissuration.

Avant de réaliser l'essai SSRT concernant l'irradiation Fe-He-450, une cartographie EBSD a été réalisée, dans le but de corréliser la fissuration aux caractéristiques des grains et des joints de grains. Cette analyse a montré qu'une phase CC était présente en surface de cet échantillon avec une proportion plus importante que celle attendue pour la ferrite. Afin de comprendre la nature de cette phase, une analyse EDX a été réalisée afin de déterminer si une différence de composition existait

entre cette phase cubique centrée (CC) et la phase cubique faces centrées (CFC) de l'austénite (voir paragraphe IV.D). En effet, la ferrite a une composition différente de l'austénite, notamment une concentration plus forte en nickel, contrairement à la martensite. Cette analyse n'a pas montré de différence de composition entre les phases, on en déduit donc qu'il s'agit de martensite. Le choix a malgré tout été fait de réaliser l'essai SSRT, en considérant par la suite cette martensite dans le cas de l'irradiation Fe-He-450. Suite à l'essai, aucune trace évidente d'une différence d'oxydation ou de déformation entre la martensite et l'austénite n'a été constatée Figure III-29. Bien que l'effet de la martensite sur la sensibilité à la fissuration ne soit pas établi, la discussion se poursuivra en ne tenant pas compte de la présence de cette martensite. Il reste cependant important de garder en mémoire cet élément.

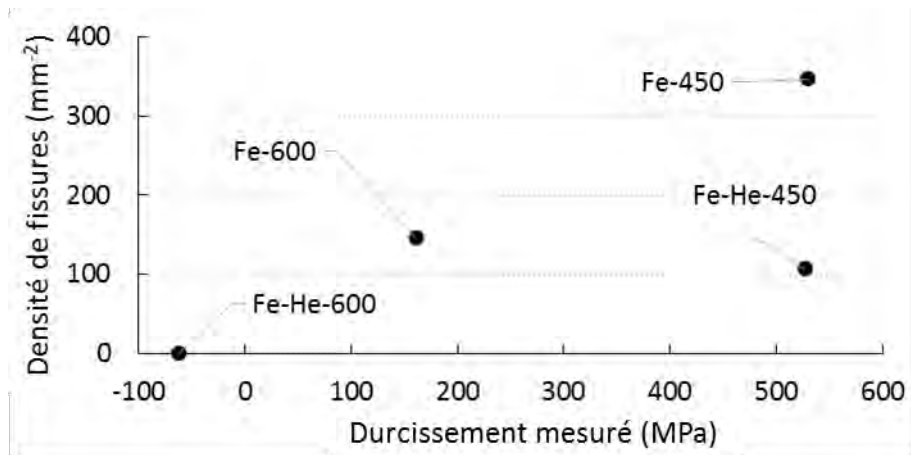


*Figure III-37 : Cartographie EBSD d'une éprouvette irradiée Fe-He-450. Une grande proportion (36%) de la surface est de phase CC. Cette phase correspond à de la martensite.*

En prenant en compte les irradiations Fe-450, Fe-600 et Fe-He-600, une bonne corrélation est obtenue entre le niveau de durcissement et le niveau de sensibilité, comme le montre la Figure III-38. Ainsi, un fort durcissement, comme celui obtenu pour Fe-450 induit une forte sensibilité. Cependant, pour Fe-He-450 la corrélation explicite durcissement – fissuration n'est pas vérifiée. Dans un premier temps, il est possible d'en conclure que l'implantation d'hélium n'a pas provoqué une plus forte sensibilité à la fissuration. La présence de cavités intergranulaires a été mise en évidence dans l'acier irradié Fe-He-450 et cependant la sensibilité à la fissuration est moindre à durcissement équivalent. La distance moyenne entre cavités intergranulaire, d'environ 55 nm en moyenne, et le niveau d'implantation relativement faible de 0,5%at apparaissent donc insuffisantes pour augmenter la sensibilité à la fissuration intergranulaire. Ces valeurs sont respectivement plus élevée et plus faible que les valeurs permettant une fragilisation intrinsèque du joint de grain d'après Miura (Miura et al. 2015). La plus faible sensibilité de l'acier Fe-600 peut être interprétée en considérant deux contributeurs à la fissuration : le durcissement et la localisation de la déformation. Du fait de la présence d'une faible densité de défauts, notamment de boucles de Frank dans l'irradiation Fe-600, on suppose alors une faible localisation de la déformation, le durcissement obtenu permettant une sensibilité à la fissuration mais relativement faible. La ségrégation chimique induite par Fe-600 est supposée plus importante que pour Fe-450. La sensibilité plus faible nous montre que dans ce cas,



le durcissement est un contributeur plus important à la sensibilité à la fissuration. Les sensibilités similaires de Fe-He-450 et Fe-600 montre que la présence d'un durcissement peut induire une sensibilité modérée. La sensibilité différente entre Fe-450 et Fe-He-450, malgré un durcissement quasi égal peut également être interprété en considérant une localisation différente de la déformation. La densité de boucles de Frank, dont l'augmentation induit une localisation plus importante de cette localisation, est identique entre ces deux irradiations, bien que localement différente (voir III.A.1.b). Jiao (Jiao and Was 2010), montre que l'augmentation de la densité de boucles de Frank est corrélée à l'augmentation de la localisation. Malgré la différence locale de densités, les boucles de Frank présentent dans Fe-450 et Fe-He-450 devraient participer à la même échelle à la localisation de la déformation. Dans cette étude, Jiao observe également une localisation moins marquée lorsque la taille et la densité des cavités augmentent. La densité de cavités pour Fe-He-450 est supérieure de deux ordres de grandeurs à celui de Fe-450. On peut alors supposer que cette différence induit une localisation limitée dans le cas de Fe-He-450, qui provoque une sensibilité moindre. Pour valider cette hypothèse, il serait intéressant d'évaluer la localisation de la déformation en combinant une analyse par MEB de l'espacement des émergences de glissement et une analyse par AFM (Atomic Force Microscope) de la hauteur de ces émergences.



*Figure III-38 : Evolution de la sensibilité à la fissuration avec le durcissement.*

Des études réalisées sur de l'inconel, matériau CFC, irradié aux neutrons à 55 dpa et contenant 18000 appm (1,8%at) d'hélium (Judge et al. 2015) ont montré que les bulles d'hélium présentes au niveau des joints de grains jouent un rôle dans la fissuration intergranulaire de ce matériau, d'après des fractographies montrant la présence de bulles au niveau de joint de grain. Han (Han et al. 2018) a également étudié l'effet des bulles intergranulaires sur du cuivre contenant entre 3 et 8 %at d'hélium. Cette implantation d'hélium a induit la germination de bulles dans la matrice et au niveau de joint de grains. Des essais in-situ en MET d'ouvertures de fissures intergranulaires ont montré une tendance de la présence de ces bulles à faciliter la fissuration. Dans notre étude, bien que le matériau soit différent, il n'est pas exclu que les bulles d'hélium jouent un rôle dans la fissuration, cependant il est supposé que la forte densité de cavités dans la matrice et son rôle sur la localisation prévalent sur la sensibilisation.

Une autre étude publiée par Villacampa (Villacampa et al. 2017), étudiant l'impact de l'hélium sur l'IASCC, a montré que l'implantation d'hélium seule, à un taux de 1000 appm ne suffisait pas à induire une fragilisation de l'acier en milieu REP. Il suggère dans son étude que le dommage

d'irradiation était insuffisant pour induire une modification du mode de déformation, et donc une sensibilisation du matériau à la fissuration intergranulaire. Cette suggestion semble validée par notre étude, où la présence d'un dommage d'irradiation non négligeable, en plus de l'implantation des ions hélium a permis la sensibilisation de l'acier à la fissuration intergranulaire.

### *III.C.4 Conclusions*

L'acier irradié à 450°C et 600°C avec ou sans implantation d'hélium a été déformé en traction lente en milieu REP afin d'évaluer l'impact des différentes microstructures d'irradiation sur la fissuration. La fissuration dans l'acier Fe-450 a été analysée par FIB et par MET. D'après ces analyses, la profondeur de fissuration n'excède pas la couche irradiée. Cependant, nous avons montré que la profondeur d'une fissure n'est pas homogène le long d'un même joint de grain. La présence de joint triple peut ainsi limiter la propagation d'une fissure, cependant la propagation d'une fissure n'est pas systématiquement arrêtée du fait de la présence de ce type de défaut microstructural. Une analyse par MET a permis d'observer des cavités déformées aux abords de la fissure ainsi qu'une bande claire située entre 2  $\mu\text{m}$  et 2,5  $\mu\text{m}$  de profondeur, correspondant à une zone où les cavités ne sont pas présentes. Cette analyse semble cohérente avec les observations rapportées par Jiao (Jiao and Was 2010) indiquant que les cavités limitent la localisation de la déformation. Cette observation est toutefois la seule dans notre étude. D'autres analyses permettraient d'évaluer si la zone contenant des cavités entre la surface et 2  $\mu\text{m}$  de profondeur est moins sujette à la localisation de la déformation.

Les microstructures d'irradiations ont induit des sensibilités à la fissuration intergranulaire différentes. Hormis l'irradiation Fe-He-450, le durcissement et la sensibilité à la fissuration semblent être corrélés. La sensibilité augmente alors avec le durcissement. Ainsi, le fort durcissement de Fe-450 a induit la plus forte sensibilité, tandis que Fe-600, ayant induit un durcissement moindre, rend l'acier moins sensible. Fe-He-600, dont les essais de nanoindentation n'ont pas montré de durcissement, n'a pas montré de sensibilité. Malgré un durcissement similaire à Fe-450, l'irradiation Fe-He-450 a induit une sensibilité nettement plus faible. L'implantation d'hélium n'induit donc pas de sensibilité accrue à la fissuration intergranulaire. La présence d'un dommage d'irradiation important le rend cependant sensible, alors qu'un acier uniquement implanté avec des ions hélium ne l'est pas d'après la littérature. Pour expliquer cette différence, nous avançons l'hypothèse que la localisation de la déformation est rendue plus faible du fait de la forte densité de cavités présentes après cette irradiation.

### *III.D. Conclusions du chapitre*

Ce chapitre a eu pour objectif d'identifier l'influence de la microstructure d'irradiation sur la sensibilité d'un acier austénitique inoxydable à la fissuration intergranulaire. Pour ce faire, un acier a été irradié aux ions fer 10 MeV. Les conditions utilisées, notamment la dose et les températures utilisées ont permis la création de microstructures d'irradiation variées, en particulier la création de cavités d'irradiation. Des boucles de Frank ont également été observées, avec la même densité dans les irradiations à 450°C, tandis que très peu d'entre elles ont été observées dans les irradiations à 600°C. L'implantation d'ions hélium a eu peu d'effets sur la population de boucles de Frank mais a eu plusieurs effets sur les populations de cavités. La présence d'hélium a induit des cavités au niveau des joints de grains et a fortement diminué la taille moyenne et augmenté la densité des cavités intragranulaires, pour une température d'irradiation donnée. Les irradiations ont également induit une modification de la chimie au niveau des joints de grain. La composition en chrome et en fer est réduite, celle en Ni et Si est enrichie.

La fissuration intergranulaire est connue pour être sensible au durcissement induit par l'irradiation, c'est pourquoi des essais de nanoindentation et de microcompression ont été entrepris pour évaluer l'amplitude du durcissement induit par les différentes microstructures d'irradiation. La présence d'une forte densité de boucles de dislocation a été corrélée à un fort durcissement. En l'absence de ces boucles, le durcissement est bien moindre et même négatif dans le cas de l'irradiation à haute température avec implantation d'hélium qui a induit une forte porosité. Les essais de microcompression ont été réalisés sur un équipement développé au CEMES au cours de cette thèse. La technique n'ayant jamais été employée sur des aciers austénitiques irradiés aux ions lourds, les résultats ont été comparés à ceux concernant des irradiations aux protons. La technique s'est concentrée notamment sur l'évaluation du durcissement induit par l'irradiation Fe-450 et les résultats se sont montrés cohérents avec le durcissement obtenu par nanoindentation. Par contre, les essais ont montré une localisation de la déformation plus marquée dans le cas des piliers non irradiés.

La sensibilité à la fissuration de ces différentes microstructures a ensuite été testée par des essais de traction lente en milieu REP. Ces essais ont montré des sensibilités différentes en fonction de l'irradiation :

- En prenant en compte Fe-450, Fe-600 et Fe-He-600, une bonne corrélation est obtenue entre le durcissement et la sensibilité à la fissuration intergranulaire. Le fort durcissement de Fe-450 a induit une forte sensibilité alors que le durcissement modéré de Fe-600 a induit une plus faible sensibilité. Pour Fe-He-600, un adoucissement a été constaté, ce qui n'a pas induit de sensibilité à la fissuration.
- La fissuration de l'acier irradié Fe-450 a été analysée par FIB-3D et par MET. La profondeur de fissures peut atteindre 2,5  $\mu\text{m}$ , ce qui correspond à la profondeur d'irradiation des ions fer 10 MeV. La présence de joints triples limite la propagation de ces fissures mais d'autres paramètres limitant restent à identifier.
- L'irradiation Fe-He-450 a induit une sensibilité faible malgré le fort durcissement constaté, indiquant que l'implantation d'hélium n'induit pas d'augmentation de la sensibilité à la fissuration intergranulaire.
- La différence de sensibilité entre Fe-450 et Fe-He-450, malgré le durcissement similaire, est expliquée par l'hypothèse de la diminution de la localisation de la déformation normalement

induite par l'irradiation, du fait d'une forte densité de cavités. Des observations complémentaires permettant d'évaluer quantitativement cette localisation afin de confirmer que la localisation est moindre dans le cas de Fe-He-450.

- L'échantillon Fe-He-450 analysé a montré la présence d'une phase martensitique. Son rôle sur la sensibilité à la fissuration devra être évalué pour confirmer le comportement observé.

## *Chapitre IV Evolution de la sensibilité à la fissuration avec la taille de grains*

Dans le chapitre précédent, la sensibilité de l'acier GV20 à la fissuration intergranulaire a été testée en fonction de la microstructure d'irradiation induite par l'implantation d'ions fer 10 MeV, sur une épaisseur de 2,5  $\mu\text{m}$  environ. Les résultats obtenus ont montré qu'il était possible d'obtenir de la sensibilité à la fissuration en l'absence de boucles de Frank et donc sans une localisation importante de la plasticité (irradiation à 600°C) mais il a également été montré que la sensibilité à la fissuration était plus importante en présence de boucles de Frank qui induisent à la fois un durcissement plus important mais également une localisation de la déformation plus marquée (irradiation à 450°C).

Ici, nous étudierons la sensibilité à la fissuration en fonction de la taille de grain. Ce paramètre permet de faire varier la limite d'écoulement du matériau mais également, a priori, l'intensité de la localisation de la plasticité. Pour cela, deux matériaux supplémentaires ont été élaborés par traitements thermomécaniques à partir de la nuance 304L de notre étude afin d'obtenir une diminution et un grossissement des grains. Après irradiation aux ions Fe 10 MeV à 450°C, le développement de la plasticité a été étudié dans ces deux nuances ainsi que dans la nuance de référence par des essais de traction in-situ MEB. Nous avons ici comparé les trois matériaux dans leur état non irradié et irradié. La sensibilité à la fissuration en fonction de la taille de grain a ensuite été étudiée à partir d'essais SSRT en milieu REP nominal. La première partie de ce chapitre est dédiée à la présentation des matériaux et à la description des irradiations réalisées. On présente ensuite dans la deuxième partie les caractérisations du durcissement et de la plasticité réalisées. La troisième partie décrit les résultats des essais en milieu REP. Une discussion des résultats obtenus est proposée dans la dernière partie du chapitre. Les caractérisations conduites dans ce chapitre ont été réalisées en partie dans le stage d'Adrien Milani que j'ai co-encadré.

### *IV.A. Préparation des échantillons et irradiations*

Les traitements thermomécaniques utilisés ont eu pour objectif de faire varier la taille de grain afin d'obtenir des petits grains (PG) et des gros grains (GG). Ces traitements sont réalisés à partir de la nuance 304L de cette étude (référéncée par la suite GN pour Grains Normaux). Le matériau 304L à petit grains a été obtenu après le laminage à froid de deux blocs, conduisant à une réduction d'épaisseur d'environ 50% à partir d'une épaisseur de  $\sim 10,5$  mm pour le premier, et une réduction de 46% puis jusqu'à 50% pour le second bloc à partir d'une épaisseur de  $\sim 14$  mm. Le laminage à froid a été effectué au SRMA/LTMEX. Après laminage, le matériau a subi un traitement thermique de 30 secondes à 850°C. Pour ce traitement, l'acier laminé est placé dans le four chaud jusqu'à atteindre 850°C. L'échantillon d'acier est maintenu à cette température pendant 10 secondes puis refroidi sous flux de gaz hélium. Le 304L à gros grains n'a pas subi de traitement mécanique, mais simplement un maintien à 1100°C pendant 1h30. L'échantillon est placé dans un four chaud jusqu'à atteindre 1100°C. La température de l'échantillon est maintenue pendant 1h30 pour permettre aux grains de croître, et est suivi d'un refroidissement sous gaz hélium. Les traitements thermiques ont été réalisés dans un four Pyrox sous vide secondaire. Le contrôle en température est effectué par un

thermocouple en contact, permettant de suivre l'évolution de la température des plaques dans le temps, comme le montre la Figure IV-1.

Suite à ces traitements thermiques, les microstructures obtenues sont caractérisées par EBSD pour évaluer notamment la taille moyenne des grains et l'homogénéité de la taille de grain. La Figure IV-2 montre les cartographies EBSD sur les 3 microstructures de l'étude. Les tailles de grains sont différentes pour chaque échantillon, indiquant que les traitements appliqués ont répondu aux objectifs attendus. Une analyse plus détaillée de la cartographie de l'échantillon PG montre que la taille de grain est cependant un peu hétérogène : on peut observer des zones contenant de nombreux petits grains, et quelques zones où les grains sont plus gros. La distribution de taille de grain est donnée sur la Figure IV-3. On observe par ailleurs la présence de macles dans les différentes microstructures. Les tailles de grains sont calculées en utilisant un seuil de désorientation de 10°. Les tailles moyennes de grains sont alors de 5 µm, 21 µm et 62 µm pour les matériaux PG, GN et GG respectivement (voir Tableau IV-1).

	Taille de grains (µm)	Ecart type (µm)	% de macles	Taille effective des grains avec macles	% phase CC
304 PG	5	2,9	32	4,2	0,77
304 GN	21	11,6	41	14,1	4,1
304 GG	62	42,1	36	42,4	8,8

Tableau IV-1 : Caractéristiques des trois microstructures à partir de l'EBSD.

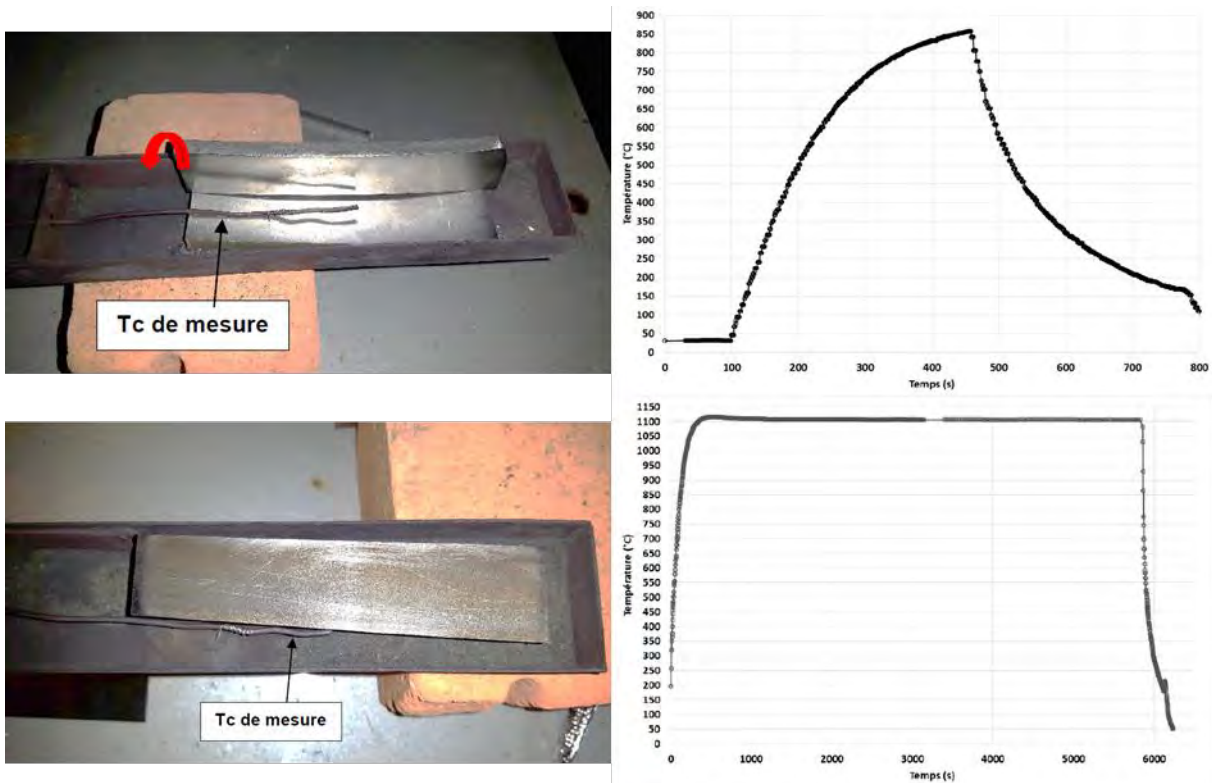


Figure IV-1 : Traitement thermique appliqués pour l'obtention du 304-PG et 304-GG. a) Photographie des plaques d'acier laminées à ~50% (environ 100\*30\*5 mm<sup>3</sup>) avant le traitement thermique b) évolution de la température des plaques en fonction du temps lors du traitement à 850°C pendant 10s c) photographie de la plaque d'acier non laminée (environ 100\*30\*5 mm<sup>3</sup>) avant son enfournement d) évolution de la température de la plaque non laminée lors du traitement à 1100°C pendant 1h30 (Remerciements T.Guilbert, SRMA,CEA).

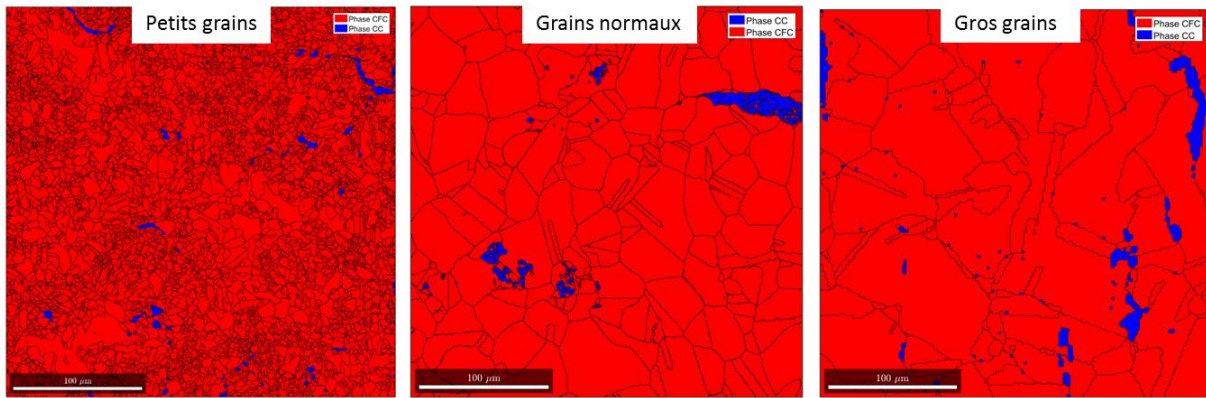


Figure IV-2 : Cartographies EBSD de l'acier GV20 après les différents traitements thermomécaniques effectués.

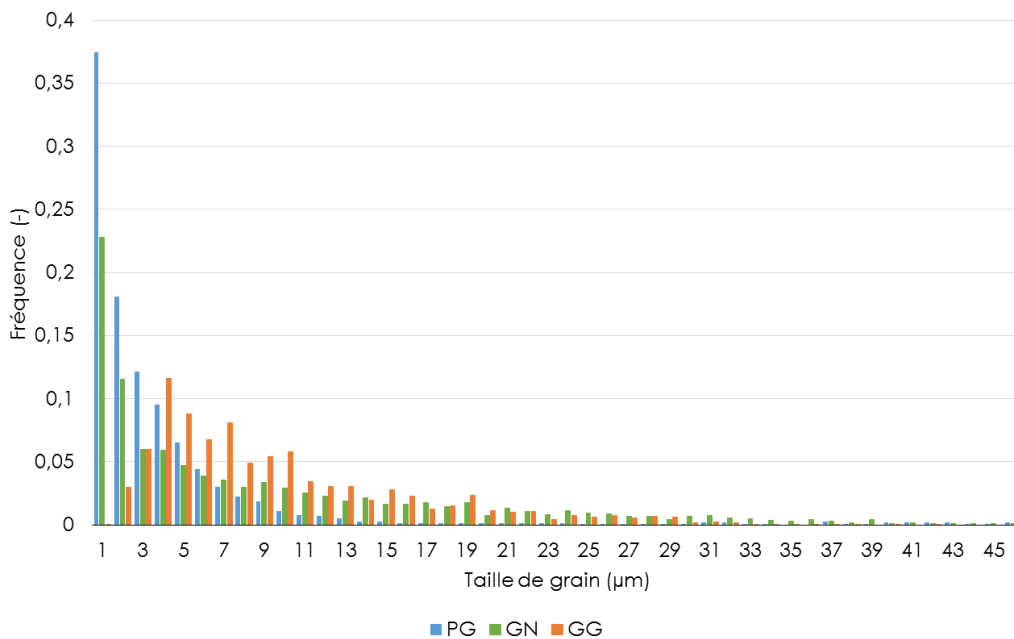


Figure IV-3 : Distributions de la taille de grains pour les 3 aciers à l'étude.

Les caractéristiques mécaniques en traction uniaxiale ont été déterminées à 340°C à partir d'essais standard (voir partie II.A.3). Les courbes contrainte-déformation sont reportées sur la Figure IV-4 et les grandeurs caractéristiques données dans le Tableau IV-2. Les échantillons traités thermiquement ont des propriétés mécaniques différentes de l'acier non traité. La diminution de la taille de grain a conduit à une augmentation de la limite d'élasticité de 25% pour la nuance PG alors qu'elle a diminué de 42% pour la nuance GG. Les allongements n'évoluent pas proportionnellement avec la taille de grain. En effet, la nuance GN a un allongement à rupture plus élevé que PG et GG.

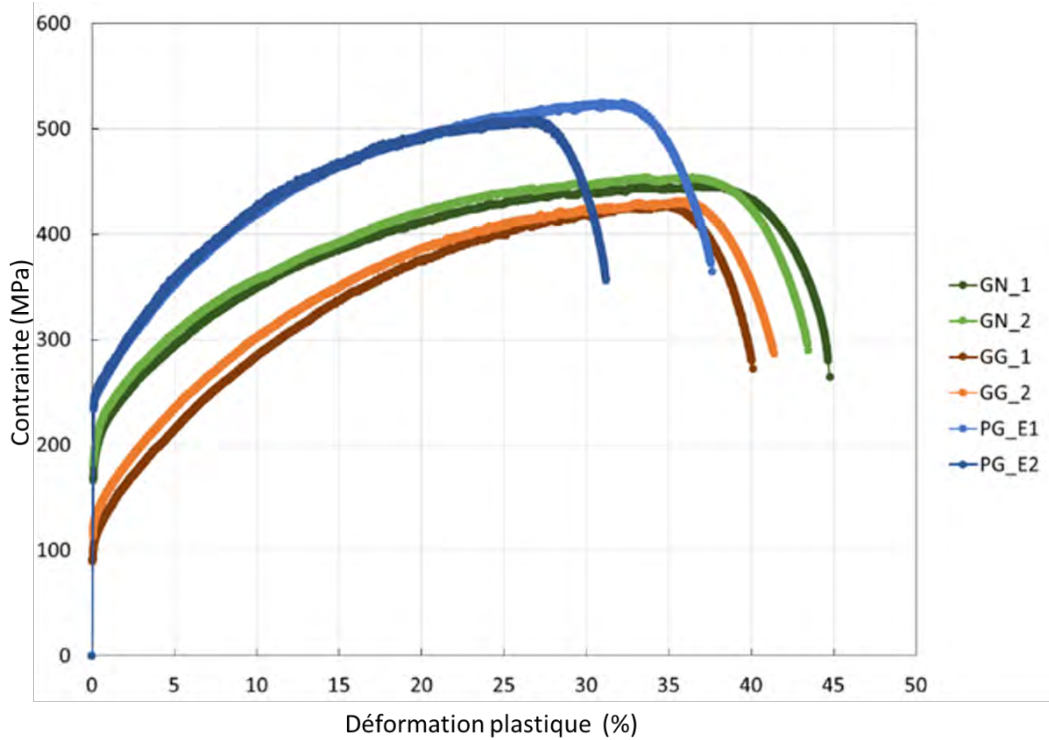


Figure IV-4 : Courbes conventionnelles contrainte déformation plastique pour des matériaux GG, GN et PG testés en traction simple à 340°C.

Echantillon	Taille de grain ( $\mu\text{m}$ )	$R_p$ 0.2% (MPa)	$R_m$ (MPa)	Allongement à rupture (%)	Allongement uniforme (%)
GG	62	117 $\pm$ 10	430 $\pm$ 10	40 $\pm$ 1	35 $\pm$ 1
GN	21	200 $\pm$ 5	451 $\pm$ 5	44 $\pm$ 2	35 $\pm$ 2
PG	5	251 $\pm$ 2	517 $\pm$ 11	34 $\pm$ 3	29 $\pm$ 3

Tableau IV-2 Caractéristiques mécaniques en traction à 340°C.

Les irradiations ont été menées sur des éprouvettes et des barres de même format que pour les précédentes irradiations et avec la même procédure de polissage (voir le paragraphe II.B.2). Deux irradiations ont été conduites : la première en visant une dose en surface de 5 dpa et la deuxième avec une dose de 10 dpa, cette dernière dose étant directement comparable à celle des irradiations conduites dans le chapitre précédent. Deux doses ont été visées afin de pouvoir étudier l'effet de la dose sur le durcissement et sur le développement de la plasticité. Pour chaque irradiation, deux éprouvettes et deux barres GG ont été utilisées, de même pour l'acier PG, tandis qu'une éprouvette et une barre ont été utilisées pour l'acier GN. Des ions fer d'une énergie de 10 MeV ont été utilisés avec une température d'échantillon de 450°C. Les données concernant les irradiations menées sur ces échantillons sont données dans le Tableau IV-3. L'irradiation fer 10 MeV jusque 10 dpa s'est bien passée avec un flux d'ions et une température stable dans le temps. L'irradiation jusque 5 dpa a quant à elle connu une chute du flux d'ions progressive durant la nuit pendant laquelle a été réalisée l'irradiation, le flux perdant jusque 60% de sa valeur. Une remontée du vide d'environ une décade dans la chambre a également été constatée. Après les irradiations, la marque de faisceau d'ions sur le porte échantillon a montré que le faisceau était légèrement décentré, induisant l'irradiation



partielle d'un échantillon pour chaque irradiation (éprouvette dans le cas de l'irradiation 10 dpa et barre pour l'irradiation à 5 dpa).

Ions utilisés (Energie)	Température	Domage atteint en surface	Fluence atteinte (ions.cm <sup>-2</sup> )	Flux moyen (ions.cm <sup>-2</sup> .s <sup>-1</sup> )	Durée de l'irradiation	Chambre d'irradiation utilisée
Fe <sup>5+</sup> (10MeV)	450±10 °C	10±2,5 dpa	72±18.10 <sup>15</sup>	7,5±2.10 <sup>11</sup>	26h40	E3
Fe <sup>5+</sup> (10MeV)	450±10 °C	5±1,2 dpa	36±9.10 <sup>15</sup>	5,3±1,3.10 <sup>11</sup>	18h45	E3

Tableau IV-3:Récapitulatif des conditions d'irradiations des matériaux GG, GN et PG.

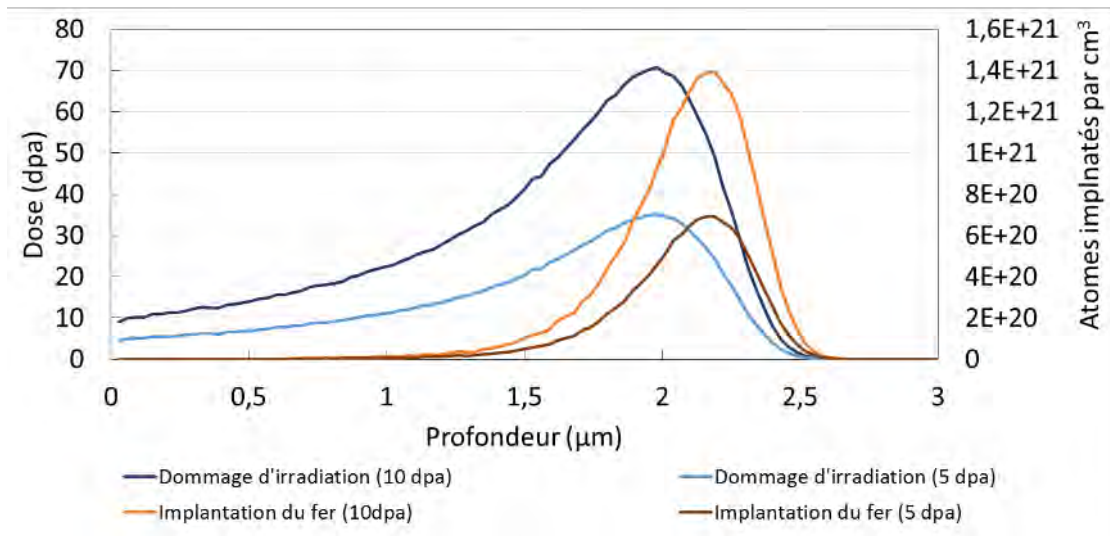


Figure IV-5 : Profil d'endommagement et d'implantation des ions fer lors des irradiations à 5 et 10 dpa.

#### IV.B. Durcissement induit par irradiation

Comme au chapitre précédent, le durcissement induit par l'irradiation a été caractérisé. Pour cela, des essais de nanodureté ont été réalisés sur les 3 matériaux sur le même équipement à température ambiante au service SRMP au CEA. Comme détaillé au chapitre 3 (paragraphe III.B.1) afin de s'affranchir de l'effet de taille, la détermination de la dureté a été obtenue à partir du traitement de Nix et Gao (Nix and Gao 1998). Par ailleurs, compte tenu de la nature bi-couche du matériau testé dans le cas irradié (voir II.D), les valeurs de la dureté ont été obtenue par extrapolation des données de dureté mesurées entre ~200 et 400 nm, hormis pour la nuance GG irradiée à 10 dpa, montrant un point incohérent à 200 nm, pour laquelle l'extrapolation s'est donc faite pour les données entre 250 et 400 nm. La Figure IV-6 montre l'évolution de ces courbes pour les aciers PG et GG, irradiés et non irradiés en comparaison de la nuance GN. Les valeurs de dureté obtenues dans les zones non irradiées sont comprises entre 2,1 et 2,5 GPa pour les aciers PG et GG et sont similaires à celles pour l'acier GN. Bien que ces valeurs soient un peu dispersées, l'acier PG ne semble pas avoir une dureté nettement plus élevée de l'acier GG, alors que les essais de traction montrent clairement une plus grande résistance de l'acier PG.

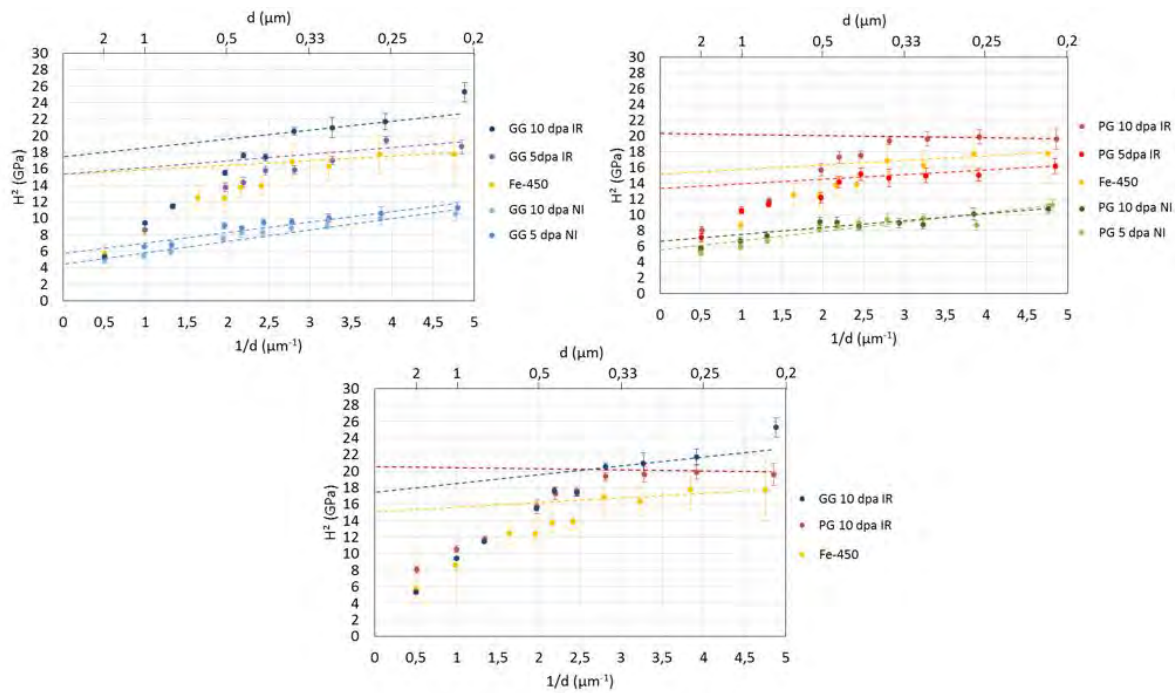


Figure IV-6 : Evolution de la dureté<sup>2</sup> en fonction de l'inverse de la profondeur d'indentation

Une augmentation de la dureté est observée sur les 3 matériaux après l'irradiation. Pour tous les matériaux caractérisés, le point d'inflexion sur les courbes  $H^2=f(1/d)$ , qui correspond à la profondeur où le substrat non irradié interagit sur la dureté, est observé à une profondeur entre 350 et 400 nm ce qui est cohérent avec les résultats obtenus sur les précédentes irradiations. Le ratio profondeur de la zone plastique/profondeur d'indentation est alors d'environ 6. A profondeur donnée, la dureté à faible profondeur dans les zones irradiées est plus importante sur le matériau GG par rapport au matériau PG. Par ailleurs, pour les nuances PG et GG, la dureté augmente avec l'augmentation de la dose de 5 à 10 dpa. Ce résultat montre que la saturation du durcissement ne serait pas atteinte pour l'irradiation à 5 dpa en surface. Un gradient de dose existe dans les irradiations aux ions fer 10 MeV, ce qui impliquerait une évolution de la dureté en profondeur. L'indent le moins profond étant proche de 200 nm, en considérant une zone plastique 6 fois plus étendue que la profondeur d'indentation, celle-ci atteint alors 1,2  $\mu\text{m}$ , soit une dose de 30 dpa. Une telle dose est atteinte à environ 1,7  $\mu\text{m}$  pour l'irradiation de 5 dpa en surface, soit une profondeur d'indentation équivalente à  $\sim 300$  nm en considérant une nouvelle fois ce facteur 6. Pour l'irradiation à 10 dpa de GG (PG respectivement), l'indentation à  $\sim 200$  nm donne une dureté de  $\sim 4,8$  GPa<sup>8</sup> ( $\sim 4,4$  GPa), tandis que l'irradiation de 5 dpa donne une dureté de  $\sim 4,1$  GPa ( $\sim 3,9$  GPa) à  $\sim 300$  nm. Ces valeurs sont plus faibles pour l'irradiation 5 dpa dans les deux nuances GG et PG, cependant, l'effet de taille est plus faible à la profondeur d'indentation de 300 nm. Il n'est donc pas possible de comparer directement les valeurs de dureté obtenues à ces profondeurs. Une manière de comparer ces valeurs serait de comparer les écarts aux valeurs obtenues aux mêmes profondeurs d'indentation, pour l'état non irradié, pour soustraire l'effet de taille. En faisant ainsi, on obtient des durcissements de  $\sim 3,5$ <sup>8</sup> GPa ( $\sim 2,8$  GPa) à 200 nm pour l'irradiation 10 dpa et de  $\sim 2,7$  GPa ( $\sim 2,2$  GPa) à 300 nm pour l'irradiation à 5 dpa. Ces comparaisons confirment que le durcissement est plus faible lorsque la dose en surface est de 5 dpa,

<sup>8</sup> Cette valeur est une valeur extrapolée, d'après les valeurs obtenues entre 250 nm et 400 nm pour l'échantillon GG irradié à 10 dpa.

alors que la zone plastique interagit avec une microstructure correspondant à 30 dpa, d'après le profil calculé par SRIM (Figure IV-5). Bien que la zone plastique atteigne des profondeurs correspondant à des doses supérieures à 10 dpa (même pour l'indent le plus faible de 200 nm qui atteindrait près de 15 dpa) au-delà de laquelle une saturation du durcissement devrait apparaître, le volume déformé sollicite également les microstructures proches de la surface. La dose à ces profondeurs est moindre que la dose à saturation, ce qui induit donc une dureté moins importante. Ainsi, le durcissement ne peut pas être considéré homogène dans les échantillons irradiés à 5 dpa, et la caractérisation de l'effet de taille par la méthode de Nix-Gao faite ici est à considérer en prenant en compte que le durcissement n'est pas saturé. Les résultats obtenus montrent malgré tout que l'irradiation à 5 dpa dans les matériaux GG et PG induit un durcissement plus faible à 5 dpa qu'à 10 dpa.

Les résultats des duretés mesurées et des durcissements calculés pour chaque matériau en fonction de la dose sont reportés dans le Tableau IV-4. On obtient, pour une dose donnée, un durcissement plus important pour le matériau GG que pour le PG. La différence sur le durcissement absolu de GG et PG est de 0,24 GPa à 5 dpa. Cette différence est de 0,03 GPa à 10 dpa, soit un écart négligeable vis-à-vis des incertitudes de mesures. L'écart sur la limite d'élasticité est évaluée d'après la relation empirique  $\Delta\sigma_y = 0,31 \Delta H$  (Kiener et al. 2012), soit 75 MPa pour 5 dpa et 9 MPa (négligeable) pour 10 dpa. La diminution de cet écart est probablement due à la saturation du durcissement dans les deux nuances. A 10 dpa, la dureté des matériaux GG et PG est légèrement supérieure à celle de l'irradiation Fe-450, qui était de  $3,9 \pm 0,3$  GPa, soit un durcissement de 1,71 GPa.

	H (GPa)	$\Delta H$	$H_{Ni}$	$\Delta\sigma_y$ (MPa)	$\%(\Delta H/H_{Ni})$	$\%(\Delta H_{10dpa}/\Delta H_{5dpa})$
PG 5 dpa	$3,63 \pm 0,15$	1,26	2,37	390	53%	-
GG 5 dpa	$3,91 \pm 0,15$	1,50	2,41	465	62%	-
PG 10 dpa	$4,5 \pm 0,3$	1,95	2,55	604	76%	54%
GG 10 dpa	$4,16 \pm 0,1$	1,98	2,18	613	90%	32%
Fe-450	$3,9 \pm 0,3$	1,71	2,19	530	78%	-

Tableau IV-4: Valeurs de durcissement en fonction de l'acier considéré et de la dose.

#### IV.C. Etude de la déformation plastique à l'échelle du grain.

L'étude du développement de la déformation plastique à l'échelle des grains a été réalisée par des essais MEB in-situ. La déformation du matériau est étudiée par l'observation de la surface de l'échantillon à différents niveaux de déformation en fonction de la dose d'irradiation. Le but est de déceler l'apparition et le développement des bandes de glissement en fonction de la contrainte appliquée. Par bande de glissement, on entend ici la trace des bandes de glissement émergeant en surface. Pour un même niveau de déformation appliquée, l'espacement moyen entre les traces de plan de glissement à la surface est relié à la localisation de la déformation plastique : plus la distance entre les traces de plan de glissement (pour un système activé) est grande plus la localisation est importante (Jiao and Was 2010). Rigoureusement, la comparaison doit être faite entre des grains de même orientation vis-à-vis de la direction de sollicitation. Une étude plus quantitative de la localisation passerait par l'utilisation de l'AFM (Atomic Force Microscope) pour mesurer la hauteur

des émergences des plans de glissement, cependant cette technique n'a pas été utilisée dans notre étude par manque de temps. Les essais sont réalisés sur des échantillons non irradiés et irradiés pour chacune des nuances d'acier. Un essai à température ambiante sur une éprouvette de nuance GN non irradiée a permis de valider la procédure de l'essai, notamment l'utilisation des diodes FSD pour la détection des bandes de glissement (voir paragraphe II.G). Le Tableau IV-5 regroupe les échantillons testés. Les essais qui ont échoué pour les raisons décrites dans ce tableau n'ont pas pu être reproduits dans cette étude car seules deux éprouvettes étaient disponibles par condition d'irradiation, la deuxième éprouvette étant destinée à l'essai SSRT en environnement REP (voir paragraphe IV.D.).

Référence échantillon	Dose d'irradiation	Température d'essai	Limite d'élasticité mesurée	Commentaire
GN_NI	0	320±15°C	182 MPa	-
GN_IR	5 dpa	320±15°C	191 MPa	-
GN_IR	10 dpa	Echec	Echec	Incident de chauffe
GG_NI	0	315±10°C	122 MPa	-
GG_IR	5 dpa	310±20°C	115 MPa	-
GG_IR	10 dpa	Echec	Echec	Présence de déformation en surface avant essai
PG_NI	0 dpa	315±10°C	265 MPa	-
PG_IR	5 dpa	Echec	Echec	Déformation de l'éprouvette lors de la préparation de l'essai
PG_IR	10 dpa	320±10°C	287 MPa	-

*Tableau IV-5 : Matrice des essais de traction in-situ pour caractériser la plasticité.*

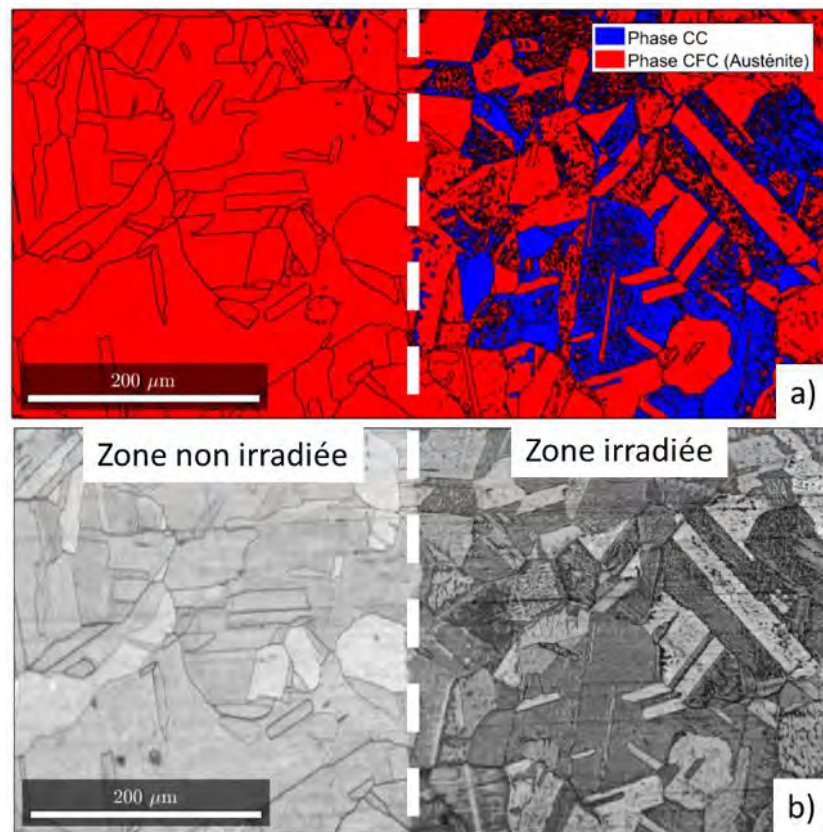
Avant chaque essai in-situ, une cartographie EBSD a été réalisée. A partir des orientations cristallographiques, une cartographie des facteurs de Schmid maximum des systèmes de glissement de chaque grain a été obtenue. Pour chaque éprouvette caractérisée, quatre zones contenant des systèmes de glissement à fort facteur de Schmid (>0,45) et à faible facteur de Schmid (<0,4) ont été sélectionnées pour être observées lors de l'expérience. Les essais se sont ensuite déroulés suivant la méthodologie décrite au paragraphe II.G.

Lors de la réalisation des cartographies EBSD, il a été mis en évidence une proportion importante de phase cubique centrée dans la zone irradiée d'une éprouvette à gros grains comme illustré sur la Figure IV-7 qui montre la frontière entre les zones irradiée et non-irradiée dans le cas du GG à 10 dpa. Il apparaît clairement que la proportion de phase CC est beaucoup plus marquée dans la zone irradiée. Bien que cubique centrée, la phase identifiée a une morphologie assez différente de celle observée pour la ferrite. Les clichés MEB rapportés sur la Figure IV-7, semblent montrer un aspect rugueux en surface, pouvant laisser penser à une phase de type martensite.

Des analyses chimiques réalisées par MEB/EDX ont montré que la composition chimique de la phase CC ne montrait pas de différence par rapport à la phase CFC (voir Figure IV-8). Ce résultat indique que la phase CC observée serait de la martensite. La transformation martensitique dans un matériau austénitique peut être induite par plusieurs facteurs. Le premier est une transformation induite par la contrainte ou la déformation plastique (Nanga-Nyongha 2008). Les éprouvettes observées n'ayant pas été sollicitées, ce mécanisme ne peut avoir été mis en jeu. Une transformation martensitique

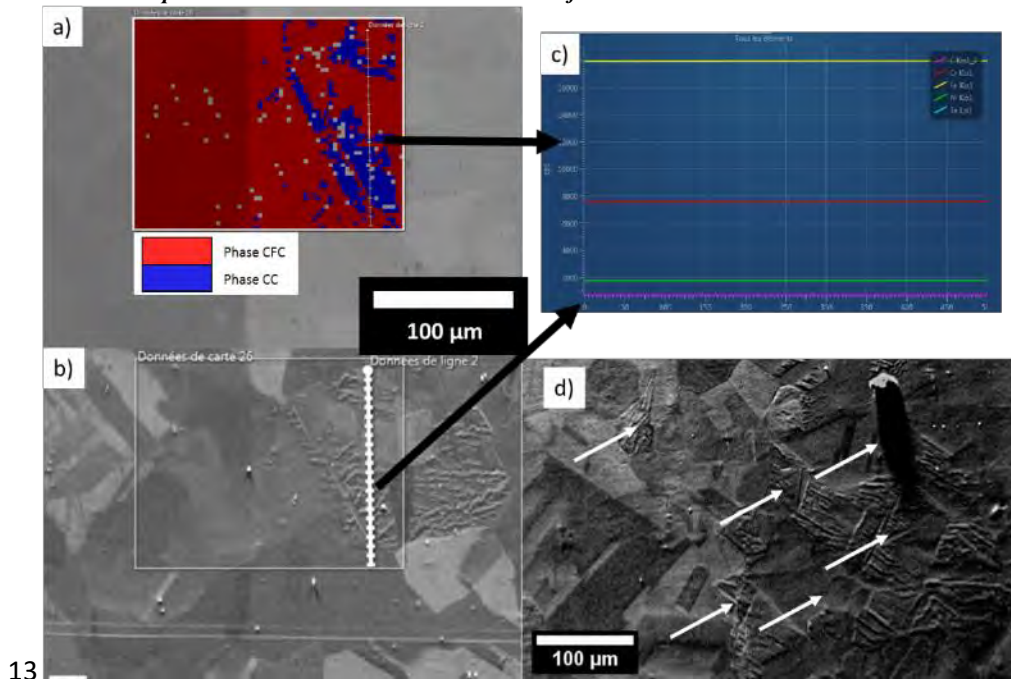
par écrouissage (lors de la préparation par exemple) est un autre mécanisme possible, cependant la martensite n'étant pas présente dans la zone non irradiée qui a vu la même préparation par polissage, cette hypothèse est également écartée. La transformation martensitique a également été constatée dans un acier 304 irradiés par des ions hélium, où la martensite serait induite par la pression engendrée par la présence de bulles d'hélium fortement pressurisées (Johnson et al. 1989). Une autre hypothèse serait que les ions implantés induirait une contrainte interne initiant la transformation martensitique (Kinoshita et al. 2007). Cependant, aucune transformation martensitique n'a été induite dans les précédentes irradiations, notamment Fe-600 et Fe-450, alors que les mêmes contraintes pourraient avoir été induites par l'irradiation. Un autre mécanisme possible est une déstabilisation de l'austénite par une variation de la composition chimique (Jin et al. 2017b). La formation de martensite, observée à proximité d'un joint de grains dans le cas de l'étude de Jin, serait alors liée à une ségrégation chimique asymétrique au niveau de joints de grains. Cependant, la martensite n'apparaît pas uniquement autour des joints de grains dans notre étude, ce qui ne permet de conclure qu'il s'agisse du même mécanisme.

Afin de valider que la présence de cette phase CC était liée à la zone irradiée, un polissage incrémental a été appliqué sur un échantillon irradié contenant cette phase. Il a ainsi été montré qu'au-delà de 2,6  $\mu\text{m}$  profondeur irradiée, une forte proportion de la martensite disparaît. La Figure IV-9 montre que la martensite est bien superficielle car la martensite n'apparaît pas à d'autres endroits de la cartographie à plus forte profondeur. Nous pouvons donc conclure que cette transformation a été induite par l'irradiation. La proportion de cette phase dans l'acier GG irradié à 10 dpa est la plus importante qui a été constaté parmi tous les échantillons irradiés (environ 40%), les autres ayant une proportion de phase CC inférieure ou égale à 10%.



**Figure IV-7 : Mise en évidence de la phase CC dans la zone irradiée (éprouvette GG à 10 dpa). a) Cartographie de phase au niveau de la frontière entre les zones irradiée et non irradiée, montrant une forte proportion de phase CC dans la zone**

irradiée. b) Cartographie de contraste de bande, permettant d'évaluer la qualité de résolution de la cartographie, permettant de déterminer où se trouve la frontière entre les deux zones.



13

Figure IV-8 : a-c) Analyse MEB-EDS au niveau de la frontière entre la zone irradiée et la zone non irradiée. La composition de la phase CC, au niveau de la surface rugueuse, ne montre pas de différence avec la matrice austénitique. d) cliché FSD sur la partie irradiée à 10 dpa de la nuance 304\_GG, la phase CC se distingue par son apparence rugueuse.

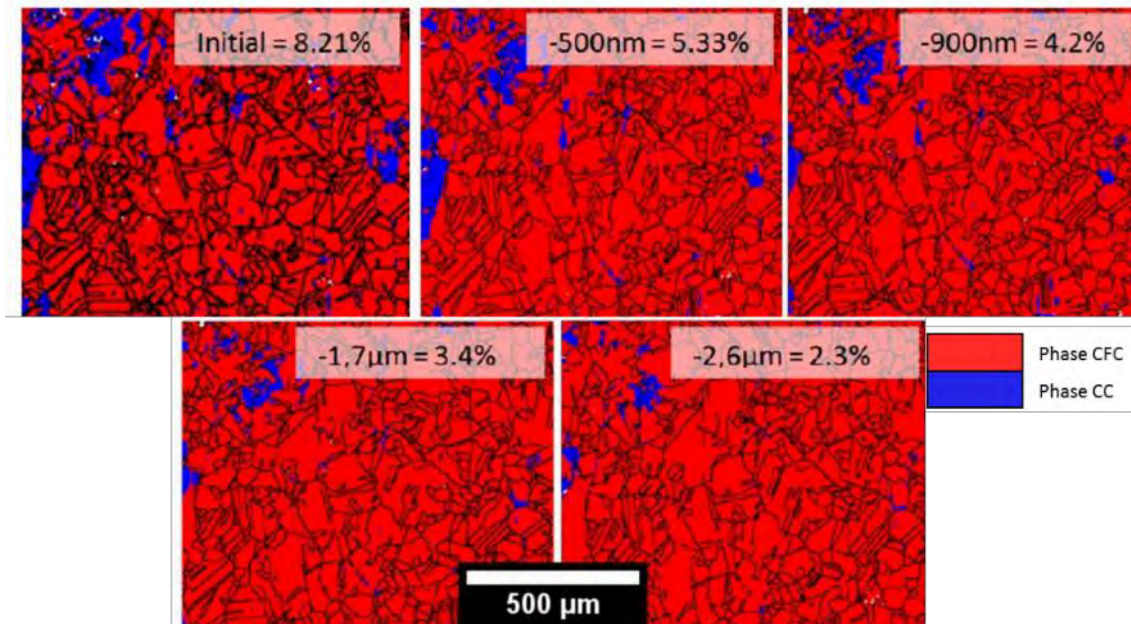


Figure IV-9 : Polissage incrémental d'un échantillon irradié contenant de la martensite. A 2,6 µm de profondeur sous la surface irradiée, la phase CC a quasiment été supprimée.

La Figure IV-10 regroupe les courbes contraintes déformation des essais de traction réalisés in-situ. Les sauts de contraintes correspondent aux arrêts et reprises des essais, entre lesquels les clichés FSD sont réalisés. Comme cela a été observé lors des essais ex-situ avant irradiation, la limite d'élasticité augmente lorsque la taille de grain diminue. On remarque par ailleurs une certaine dispersion pour les nuances GN et PG à l'état non irradié et irradié. Bien que la couche irradiée soit plus dure que la couche non irradiée, la différence ne peut pas être expliquée par la présence de la couche irradiée, qui a une épaisseur négligeable vis-à-vis du substrat non irradié. Les courbes pour

le GG sont quant à elles assez proches. Comme il a été vu dans le paragraphe IV.A, des zones non homogènes sont contenues dans les échantillons PG. Une différence de microstructures pourrait induire une différence de limite d'écoulement entre les deux échantillons, cependant, sur deux essais de traction conventionnels à 340°C, les limites d'élasticité déterminées sont très proches. Pour l'acier GN, l'analyse par EBSD de différents échantillons n'a pas montré d'hétérogénéité, la même hypothèse ne peut donc pas être avancée. La cause de la dispersion pourrait également être la température d'essai qui peut ne pas être identique entre les différents essais, et au sein d'une même éprouvette. La zone chauffante de la platine de traction in-situ mesure 10 mm de longueur (la longueur utile de l'éprouvette est de 18 mm). La partie chauffante est placée sous l'éprouvette et la température est mesurée par un thermocouple positionnée sur la surface à observer lors de l'essai. L'élément chauffant est porté à une température plus importante que l'éprouvette, car le transfert thermique le long de l'éprouvette induit une perte de température. La mesure de ce thermocouple est très locale et pourrait ne pas correspondre à la température de toute la zone chauffée. Cependant, la température de consigne est plus faible pour l'échantillon PG non irradié, ce qui aurait dû induire une contrainte plus élevée que pour l'échantillon PG irradié, cette hypothèse ne semble pas la bonne. L'origine de l'écart de contraintes entre ces essais pour une même nuance n'est donc pas clairement établi.

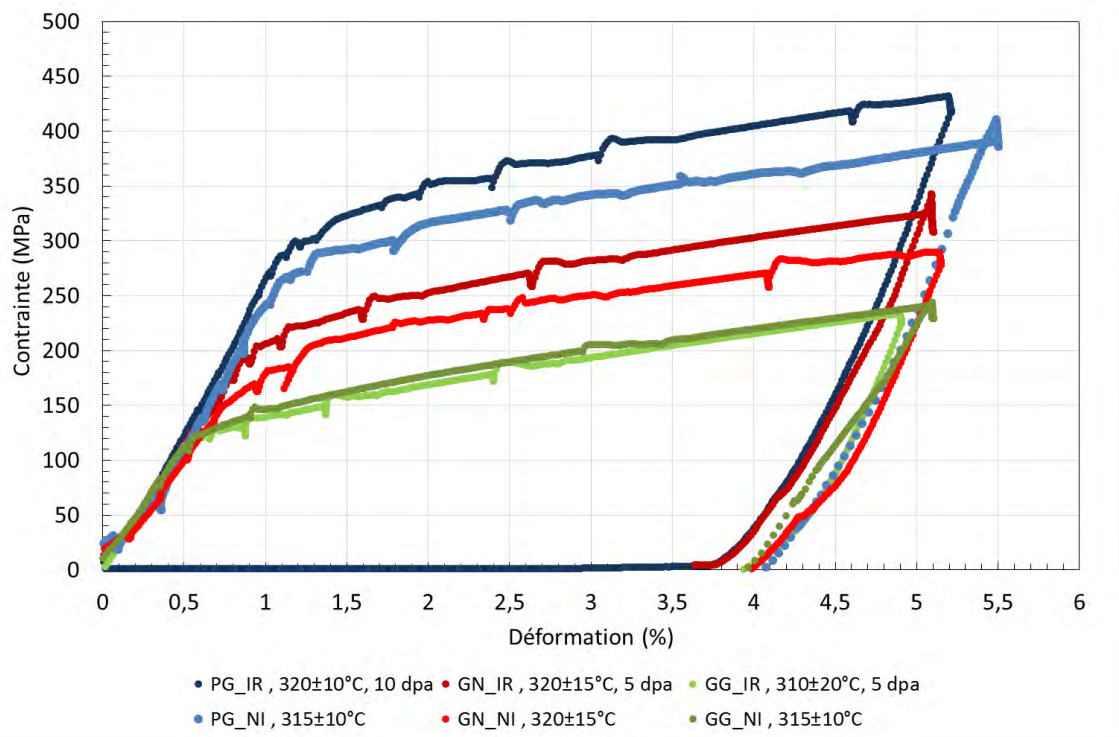


Figure IV-10 : Courbes contraintes-déformation pour les essais in-situ réalisés sur les 3 nuances.

Afin de comparer les courbes obtenues lors de ces essais à celles obtenues lors des essais en traction réalisées préalablement (ex-situ) (voir paragraphe IV.A), la pente de la partie correspondant au domaine élastique des courbes des essais in-situ a été recalée en prenant en compte un module de Young de 200 GPa. La Figure IV-11 montre les courbes obtenues lors des essais en traction ex-situ pour chaque nuance, avec les courbes recalées correspondant aux essais in-situ sur les éprouvettes non irradiées. Pour GG et GN, les courbes obtenues sont très proches. Pour la nuance PG, les

contraintes sont plus élevées d'environ 50 MPa dans le cas des essais in-situ mais la forme des courbes est cohérente pour les deux essais.

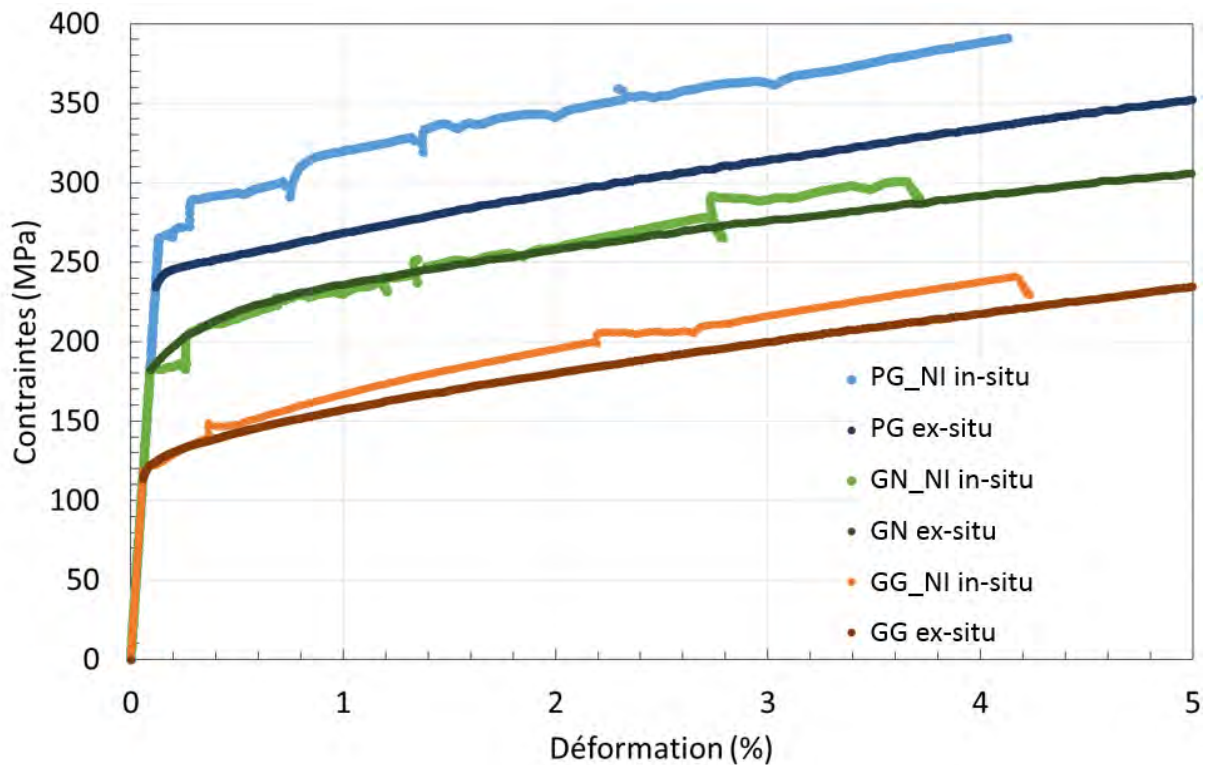


Figure IV-11 : Comparaison des essais de traction réalisés in-situ et des essais réalisés ex-situ (paragraphe IV.A).

Pour les éprouvettes irradiées testées in-situ, la contrainte mesurée expérimentalement correspond à la contrainte induite sur le substrat non irradié. Pour obtenir le comportement dans la partie irradiée, il faut faire des hypothèses et réévaluer les courbes obtenues. La contrainte est différente entre le substrat et la couche irradiée, cependant la déformation est imposée pour les deux. En considérant les courbes recalées avec un module de Young de 200 GPa et l'augmentation de la limite d'élasticité évaluée par nanoindentation (on surestime ici cette augmentation en supposant qu'elle est identique à température ambiante et à haute température), le niveau de déformation à atteindre pour passer à un comportement plastique est calculé. En supposant que le comportement plastique du matériau irradié correspond à un comportement plastique parfait (Pokor 2003), la contrainte de la partie plastique de la courbe est considérée constante (voir Figure IV-12). Les courbes irradiées obtenues sont données par la Figure IV-13 avec les courbes correspondant aux essais non irradiés, aussi visibles en Figure IV-11.



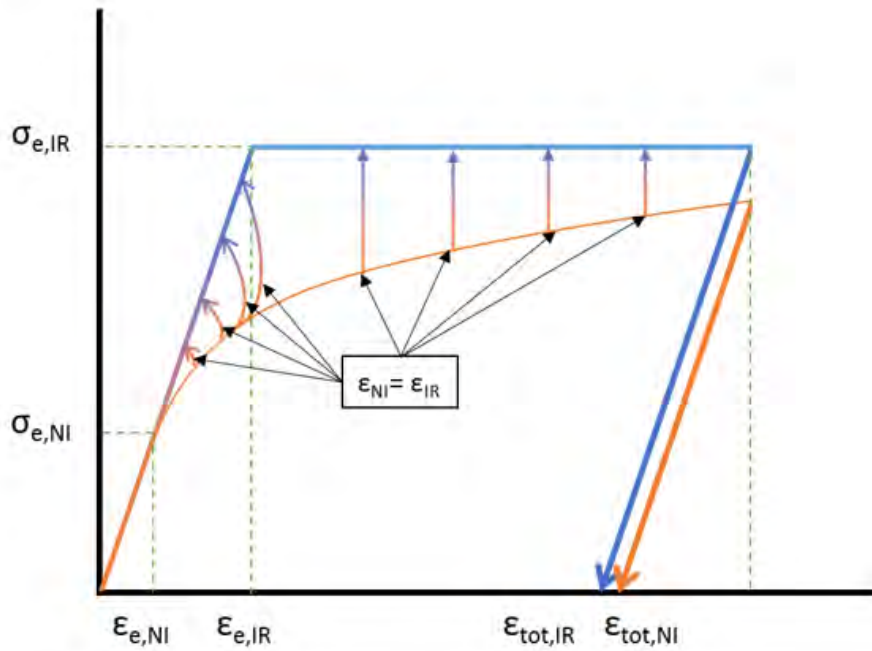


Figure IV-12 : Schéma pour obtenir les courbes contrainte-déformation de la couche irradiée. La courbe orange correspond à la courbe pour l'échantillon testé bi-couche (principalement non irradié) et la courbe bleue à la courbe pour la couche irradiée uniquement.

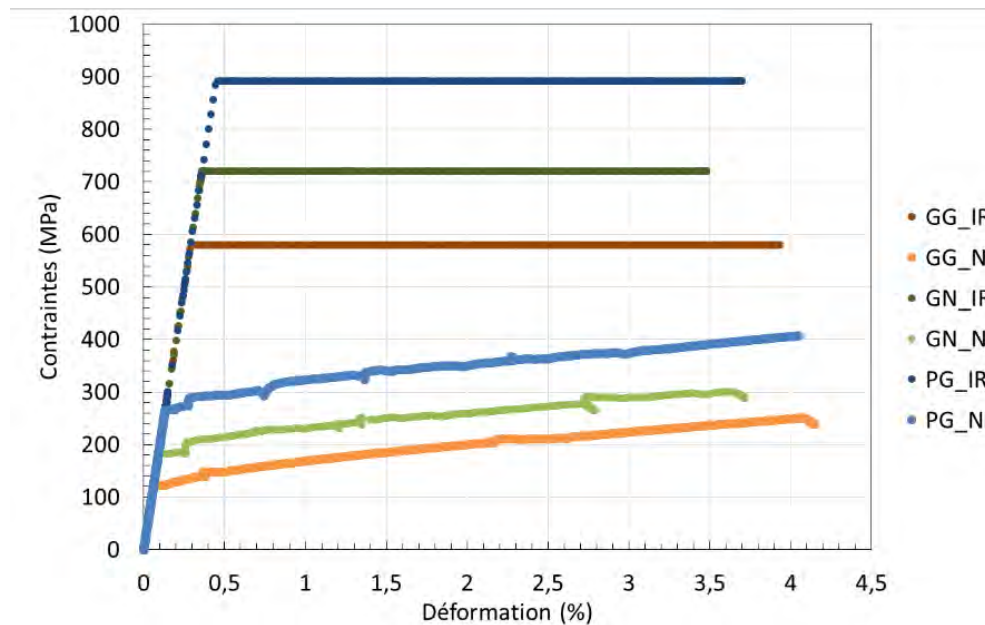
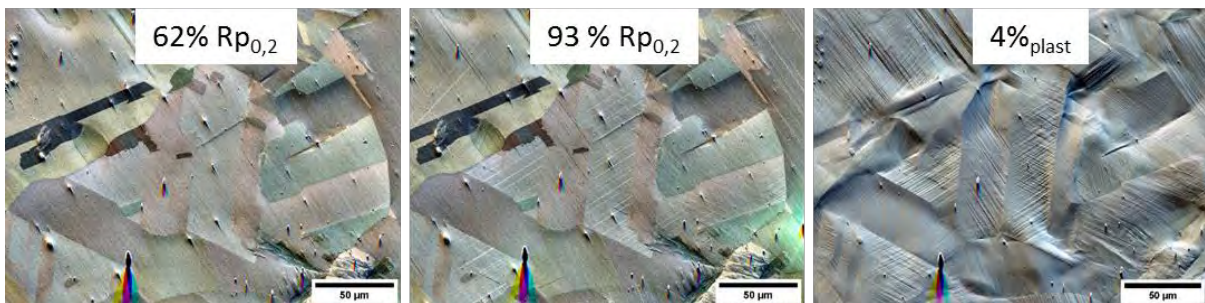


Figure IV-13 : Courbes contraintes déformation pour les essais in-situ après réévaluation de la pente élastique et de la limite d'élasticité pour les nuances irradiées.

L'apparition des bandes est corrélée au facteur de Schmid des plans de glissement du grain. Des clichés par FSD ont été réalisés sur les différentes zones ciblées et à différents niveaux de déformation pour évaluer l'évolution de ces bandes de glissement avec la déformation et la contrainte. La distance interbande est alors mesurée sur plusieurs grains en prenant en compte le niveau de déformation et le facteur de Schmid le plus élevé pour ce grain. Pour chaque éprouvette testée, environ 4 grains de même facteur de Schmid sont analysés. La densité de bande est ensuite moyennée entre ces grains. Ces mesures ont permis d'obtenir les graphes présentés dans la Figure

IV-18. Ces graphes représentent l'évolution de la densité de bandes de glissement pour des grains avec différents facteurs de Schmid du système activé en fonction de la contrainte imposée.

Pour chaque essai, les bandes de glissement apparaissent à une contrainte inférieure à la limite d'élasticité de la nuance testée. Les bandes de glissement n'apparaissent pas simultanément sur tous les grains comme le montre la Figure IV-14. L'orientation de ces grains vis-à-vis de la sollicitation, et donc la valeur du facteur de Schmid correspondant, influe sur l'apparition des bandes de glissement en surface. A 4% de déformation plastique la quasi-totalité des grains montre des traces de glissement à leur surface. Une fois la limite d'élasticité dépassée, les clichés ont été réalisés tous les 1% de déformation environ. En effet, lorsque le domaine plastique est atteint, les bandes deviennent trop peu espacées pour les discerner clairement.



**Figure IV-14 : Clichés FSD de l'éprouvette GG\_NIR déformée à trois niveaux différents. Aucune bande n'est présente à 67% de la limite d'élasticité, mais elles sont nombreuses à 93%. A 4% de déformation plastique, la quantité de bande de glissement émergeant est très importante.**

La Figure IV-15 montre l'évolution de l'apparition des bandes de glissement sur la nuance GN pour les états irradié et non irradié. La Figure IV-16 et la Figure IV-17 concernent les nuances PG et GG. Les flèches apparaissant sur ces figures permettent de situer pour chaque niveau de déformation un même grain dans lequel apparaît les premières bandes de glissement. Les niveaux de contraintes sont normalisés à l'aide du rapport contrainte/ $Rp_{0,2}$ . A l'état non irradié, pour la nuance GN, l'apparition des bandes de glissement se fait sur le cliché pris à 133 MPa, soit 73% de  $Rp_{0,2}$  pour l'échantillon considéré. Cependant, on ne peut pas considérer que ces bandes soient apparues à 133 MPa, mais plutôt entre 101 MPa et 133 MPa (entre 55% et 73% de  $Rp_{0,2}$ ). Pour la nuance PG non irradiée, cette apparition se fait à entre 140 MPa et 170 MPa (entre 52% et 64% de  $Rp_{0,2}$ ). La contrainte est plus importante dans le cas de cette nuance, ce qui s'explique par une limite d'écoulement plus importante que pour la nuance GN. Si l'on compare les niveaux de contraintes par rapport à cette limite d'écoulement, on constate que les bandes apparaissent à des niveaux proches. Pour la nuance GG, l'apparition des bandes se fait entre 61 MPa et 82 MPa (entre 50% et 67% de  $Rp_{0,2}$ ) ce qui correspond à des contraintes plus faibles que pour GN et PG, ce qui est normal au vu de la faible limite d'écoulement de cette nuance. Les ratios par rapport à  $Rp_{0,2}$  sont cependant équivalents à ceux de la nuance PG, et proche de ceux pour la nuance GN.

A l'état irradié, pour la nuance GN, l'apparition des bandes se fait entre 177 MPa et 194 MPa (entre 24% et 26% de  $Rp_{0,2}$ ). Ces contraintes sont de 240 MPa et 270 MPa (entre 28% et 30% de  $Rp_{0,2}$ ) pour la nuance PG. L'augmentation des contraintes est également cohérente avec l'augmentation de la limite d'élasticité. Les ratios sont proches de la nuance GN, cependant les intervalles obtenus ne se croisent pas. Pour la nuance GG, l'apparition des bandes se fait entre 100 MPa et 273 MPa (entre 17% et 47% de  $Rp_{0,2}$ ). L'intervalle de contraintes est important, du fait d'un arrêt de la déformation

réalisé trop tardivement lors de l'expérience, ayant induit un fort déplacement. L'apparition de bande de glissement s'est alors faite sur de nombreux grains entre ces deux niveaux de déformation. L'intervalle reste cependant cohérent avec ceux pour GN et PG.

En comparaison avec l'état non irradié, les contraintes auxquelles apparaissent les bandes de glissement sont plus importantes, respectivement dans chacune des nuances. Cependant, si l'on compare les ratios par rapport aux valeurs de  $R_{p_{0,2}}$  obtenues, ceux-ci sont plus faibles pour les nuances irradiées que pour les nuances non irradiées. On remarque aussi que pour des niveaux de déformation élastique équivalents entre les nuances irradiées et non irradiées, c'est-à-dire  $92\%R_{p_{0,2}}$  pour les échantillons GN (Figure IV-15c IV-15g),  $52\%$  et  $53\%$  de  $R_{p_{0,2}}$  pour les échantillons PG (Figure IV-16a et IV-16f) et  $50$  et  $47\%$  de  $R_{p_{0,2}}$  pour les échantillons GG (Figure IV-17a et IV-17e), les échantillons irradiés montrent une quantité de bandes de glissement plus importante qu'à l'état non irradié.

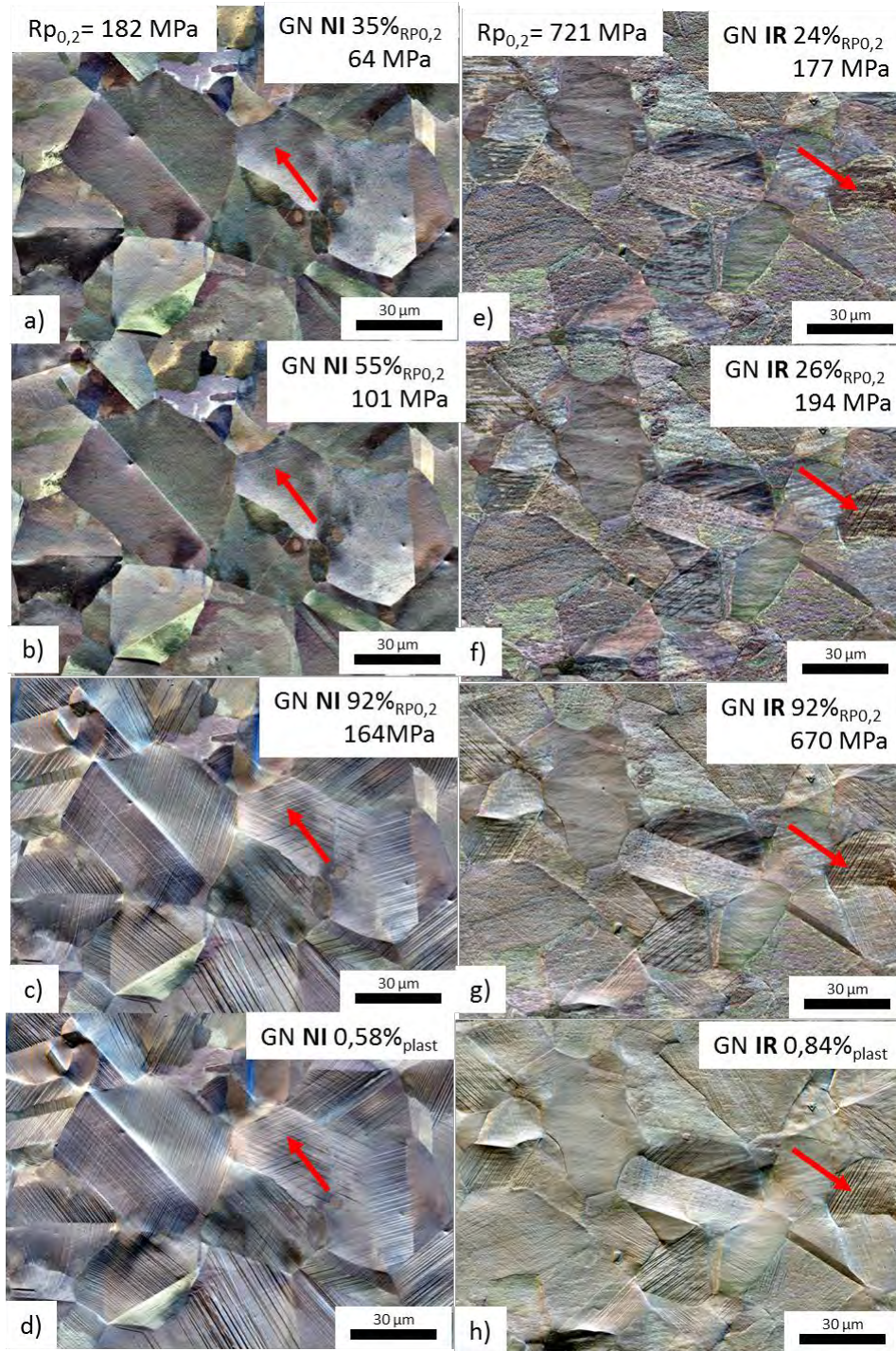


Figure IV-15 : Clichés FSD pris à différents niveaux de contraintes sur l'acier GN irradié et non irradié. Pour l'acier non irradié, à 133 MPa soit 73% de  $R_{p0,2}$ , une bande de glissement apparaît à la surface, tandis qu'il faut atteindre 294 MPa soit 26% de  $R_{p0,2}$  sur l'acier irradié. A un niveau de déformation élastique de 92%  $R_{p0,2}$ , les bandes de glissement sont plus nombreuses sur l'acier irradié. A des niveaux de déformation plastique proches, (0,6% et 0,69%), de très nombreuses bandes sont présentes. Les flèches indiquent le même grain pour chaque échantillon et permettent de constater l'apparition des bandes de glissement en surface.

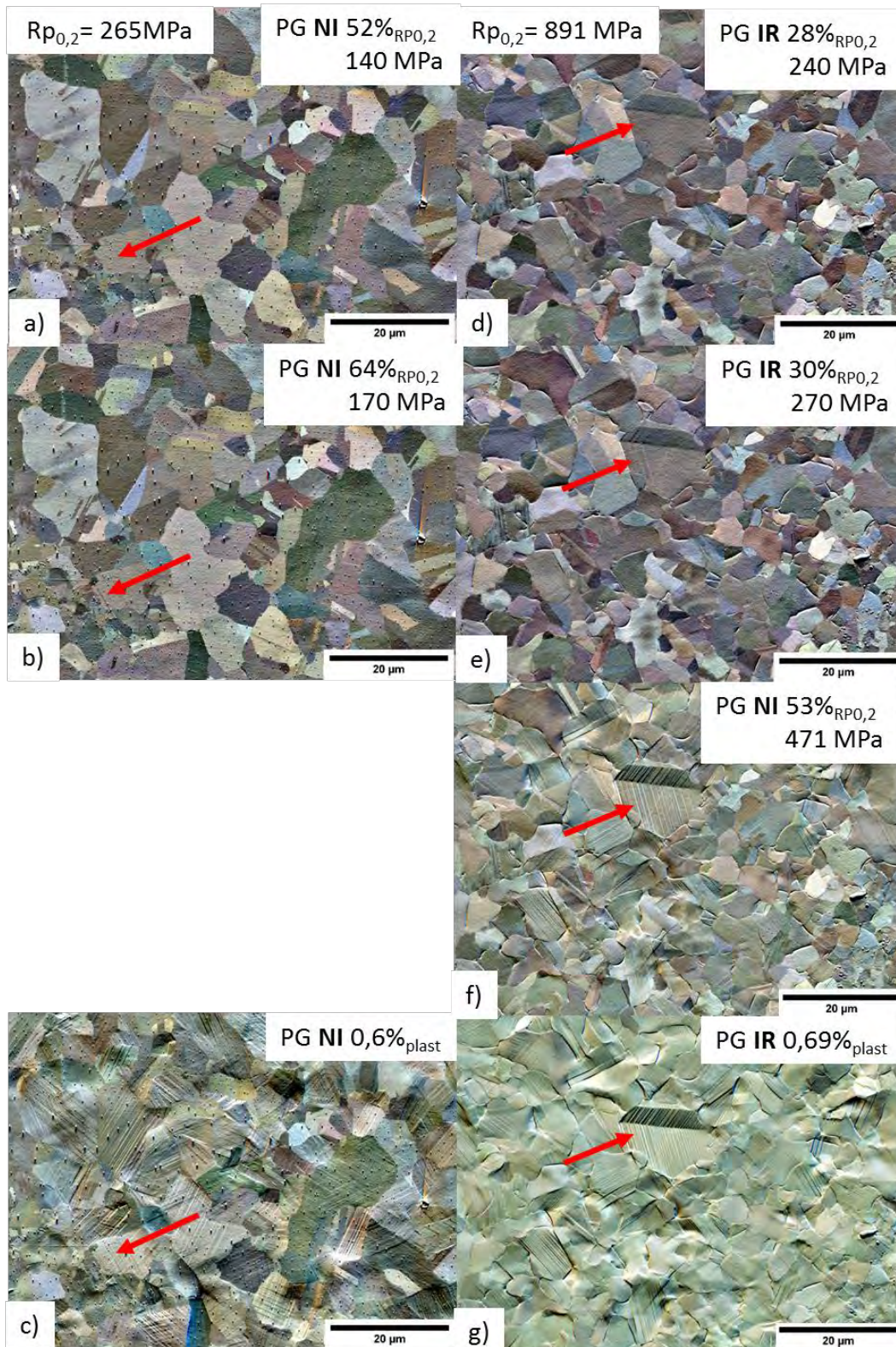


Figure IV-16 : Clichés FSD pris à différents niveaux de contraintes sur l'acier PG irradié et non irradié. Pour l'acier non irradié, à 170 MPa soit 63% de  $R_{p0,2}$ , une bande de glissement apparaît à la surface, tandis qu'il faut atteindre 270 MPa soit 30% de  $R_{p0,2}$  sur l'acier irradié. A un niveau de déformation élastique similaire (53% $R_{p0,2}$  et 52% $R_{p0,2}$ ), les bandes de glissement sont plus nombreuses sur l'acier irradié. A un même niveau de déformation plastique, (0,6% et 0,69%), de très nombreuses bandes sont présentes. Les flèches indiquent le même grain pour chaque échantillon et permettent de constater l'apparition des bandes de glissement en surface.

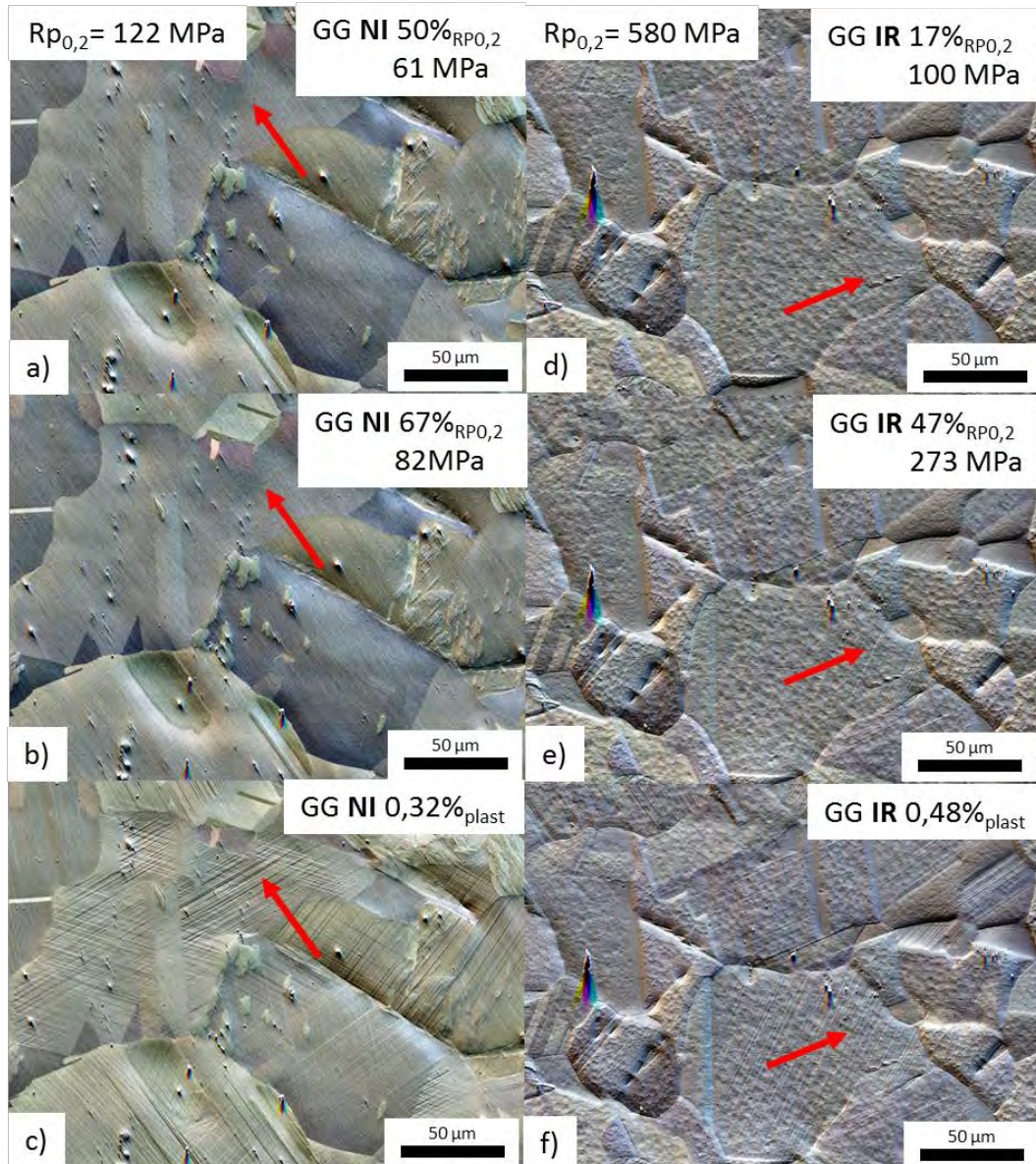


Figure IV-17 : Clichés FSD pris à différents niveaux de contraintes sur l'acier GG irradié et non irradié. Pour l'acier non irradié, à 82 MPa soit 67% de  $Rp_{0,2}$ , une bande de glissement apparaît à la surface, tandis qu'il faut atteindre 273 MPa soit 47% de  $Rp_{0,2}$  sur l'acier irradié. A un niveau de déformation élastique similaire (47% $Rp_{0,2}$  et 50% $Rp_{0,2}$ ), les bandes de glissement sont plus nombreuses sur l'acier irradié. A des niveaux de déformation plastique proches, (0,6% et 0,69%), de très nombreuses bandes sont présentes. Les flèches indiquent le même grain pour chaque échantillon et permettent de constater l'apparition des bandes de glissement en surface.

Les Figure IV-18a, b et c montrent les évolutions des densités de bandes de glissement en fonction du ratio contrainte/ $Rp_{0,2}$ . Tout comme pour les figures 15 à 17, l'apparition plus précoce des bandes de glissement peut être constatée pour les nuances irradiées, en fonction du rapport contraintes/ $Rp_{0,2}$ . En ce qui concerne l'état non irradié, les densités de bandes de la nuance GN augmentent fortement à partir de 73% $Rp_{0,2}$ . Dans le cas de la nuance PG, les densités évoluent jusqu'à atteindre des valeurs similaires à GN, autour de  $0,5 \mu\text{m}^{-1}$ . Pour la nuance GG, l'évolution semble se faire progressivement, pour atteindre également des valeurs autour de  $0,5 \mu\text{m}^{-1}$ . Pour GN et PG, les densités de bandes de glissement augmentent bien plus rapidement dans l'état irradié, en comparaison à l'état non irradié de ces deux nuances. Pour GG cependant, malgré une apparition plus précoce, comme pour les autres nuances irradiées, le développement de ces bandes est moins

rapide en fonction du rapport contrainte/ $Rp_{0,2}$ . De plus, les densités atteintes pour les nuances GN et PG sont supérieures à celles à l'état non irradié, tandis que les densités sont similaires dans le cas de la nuance GG.

Les Figure IV-18d, e et f montrent l'évolution de la densité de bandes de glissement fonction de la déformation du matériau. Lorsque le niveau de déformation augmente, la densité de bandes de glissement est généralement plus élevée pour les grains dont le facteur de Schmid est proche de 0,5, qu'il s'agisse d'un matériau irradié ou non irradié. Pour le matériau GN, l'irradiation a induit une diminution faible mais globale de la densité des bandes. Pour ce matériau, il y a peu d'hétérogénéité entre les différents grains, il y a donc peu de localisation de la déformation entre grains. Bien que la tendance ne soit pas nette, le nombre de bandes par grain a diminué en moyenne à l'état irradié, ce qui est cohérent avec l'augmentation de la distance interbande rapportée par Gupta (Gupta et al. 2018). Pour ce matériau, ces observations suggèrent une localisation de la plasticité à l'échelle des bandes de glissement, par la diminution de la densité de bandes pour accommoder la même déformation. Pour le matériau PG, la densité de bandes n'est pas globalement plus faible pour l'état irradié. Cependant, la dispersion entre les grains est plus importante. Les grains dont le facteur de Schmid est grand ont des densités de bandes de glissement beaucoup plus importantes que les grains à faibles facteurs de Schmid. De plus, les densités constatées pour la nuance PG sont beaucoup plus importantes que pour le matériau GN et GG. Ces résultats montrent pour le matériau PG, une localisation de la déformation plus marquée à l'état irradié, cette localisation étant caractérisée par une hétérogénéité de la déformation entre les grains selon leurs orientations qui s'accroît lorsque la déformation plastique augmente. Pour le matériau GG, l'évolution de la densité de bandes en fonction de la déformation est similaire entre l'état irradié et l'état non irradié, ce qui montre que pour ce matériau, l'irradiation ne modifie pas sensiblement la localisation de la déformation et ne semble pas avoir affecté le développement de la plasticité.

La Figure IV-19 montre différents clichés FSD pris lors des essais réalisés sur les échantillons PG irradié et non irradié. Sur certains grains, plusieurs systèmes de glissement apparaissent sur un même grain. La quantité de grains manifestant deux systèmes de glissement activés est similaire pour les deux échantillons. Par ailleurs, les traces des bandes de glissement semblent plus marquées dans les grains déformés à l'état irradié que dans l'ensemble de l'acier non irradié. Cette hétérogénéité pourrait avoir une influence sur la sensibilité à la fissuration. Pour confirmer cette observation qualitative, des mesures par AFM pourraient être utilisées pour déterminer la hauteur des marches sur les éprouvettes et leur évolution en fonction de la déformation plastique.

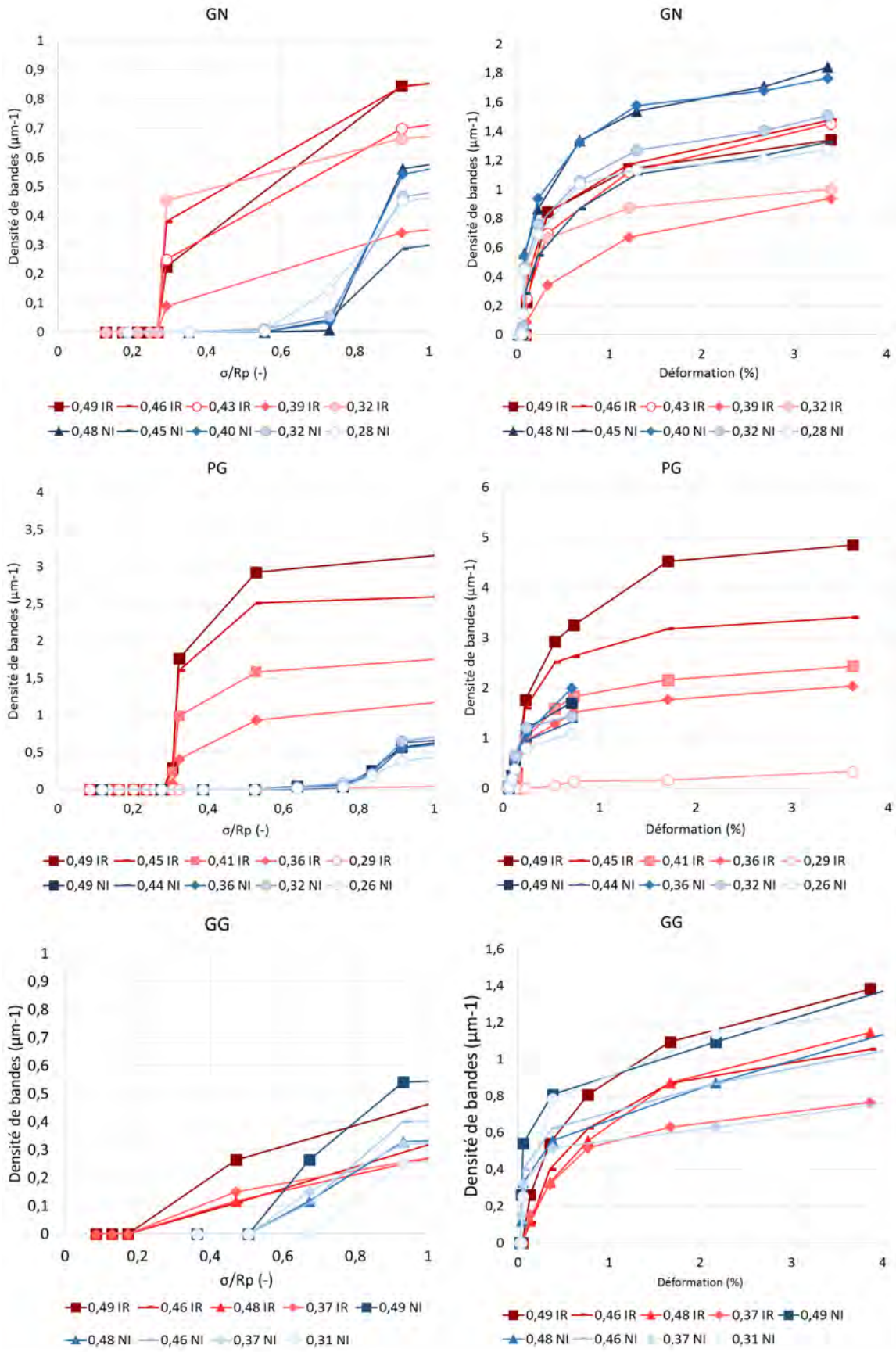


Figure IV-18 : Evolution des densités de bande de glissement pour les 3 nuances irradiées (en rouge) et non irradiées (en bleu), en fonction (de a à c) du rapport contraintes/ $R_{p0,2}$ , ou en fonction (de d à f) du niveau de déformation de l'éprouvette, d'après la Figure IV-13.



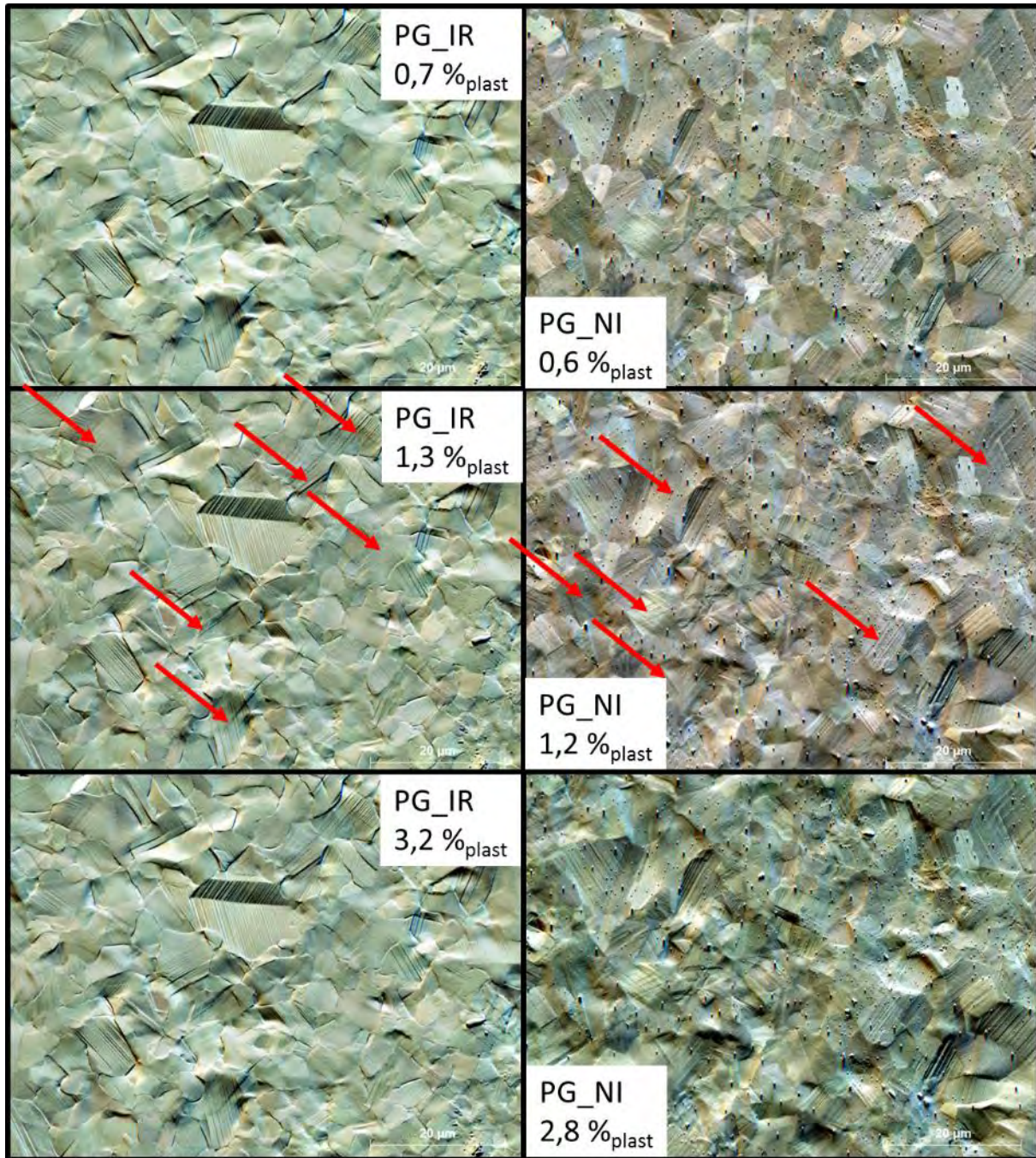


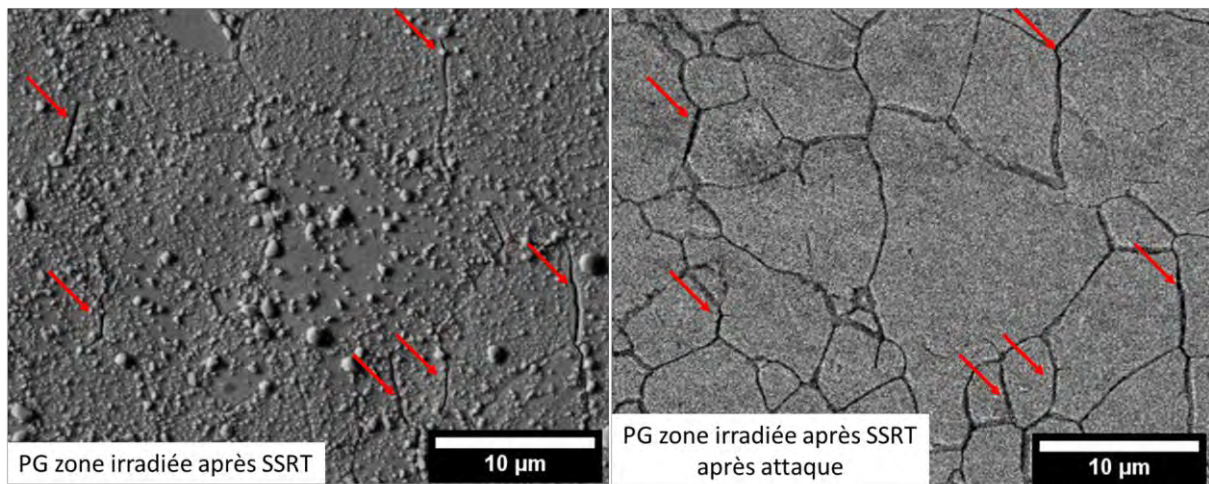
Figure IV-19 : Clichés FSD pris à différents niveaux de déformation pour l'acier PG irradié et non irradié. Les flèches indiquent les grains ayant activé plusieurs systèmes de glissement

Dans cette partie, la déformation des différentes nuances irradiées ou non a été étudiée. Les essais en MEB in-situ ont permis de d'étudier l'apparition et le développement des bandes de glissement en surface. L'effet de l'irradiation sur la localisation de la déformation est plus marqué pour les nuances GN et PG. . Comme attendu, les grains les plus déformés sont ceux avec les plus forts facteurs de Schmid, cet effet étant plus accentué dans l'acier PG, ce qui montre une localisation de la déformation plus accentuée lorsque la taille de grain diminue.

#### IV.D. Sensibilité à la fissuration

Des essais de traction lente (SSRT) ont été réalisés en milieu REP sur les éprouvettes PG et GG irradiées à 5 dpa<sup>9</sup>, avec un seul essai réalisé par nuance, jusque 4% de déformation comme pour les essais décrits au Chapitre III. Après essai, les éprouvettes sont observées par MEB afin de caractériser la surface et de détecter des fissures selon la méthode de cartographie de surface expliquée dans le Chapitre II.

Après l'essai SSRT réalisé sur l'éprouvette PG irradiée à 5 dpa, un essai d'attaque chimique a été réalisé afin de retirer la couche d'oxyde. Cette manipulation permet de mieux observer les joints de grains fissurés et de mieux distinguer les traces de glissement ayant émergées en surface après l'essai. La nature de cette attaque est issue des travaux réalisés par He et al (He et al. 2017) et utilise une solution de soude et de permanganate de potassium. En plongeant l'éprouvette dans la solution bouillante pendant une vingtaine de minutes, la couche d'oxyde en surface de l'échantillon et également au niveau des joints de grain se dissout. La Figure IV-20 présente le résultat de cette attaque. La couche d'oxyde est retirée, mais contrairement aux travaux de He et al, aucune émergence de plan de glissement n'a été révélée en surface. L'attaque de l'oxyde au niveau des joints de grains rend plus difficile la détection de fissure. En effet, les essais SSRT ayant oxydé les joints de grains, ces derniers se retrouvent mis à nu par l'attaque chimique, ne permettant pas de distinguer les joints de grains fissurés. Au vu de ce résultat mitigé, l'attaque n'a pas été testée sur l'échantillon GG ni sur les échantillons GN.



*Figure IV-20 : Images MEB de la même zone de l'éprouvette en acier PG testée en SSRT avant (les flèches rouges indiquent les fissures) et après attaque chimique. L'attaque chimique a permis de retirer la couche d'oxyde en surface de l'échantillon mais ne permet plus de distinguer les joints de grains fissurés de ceux non fissurés.*

Après essais, des fissures sont observées dans les 3 matériaux irradiés. Les densités sont données dans le Tableau IV-5. Les valeurs sont très différentes entre les différents matériaux. Compte tenu de la quantité de joint de grain par mm<sup>2</sup> très différente d'un acier à un autre, afin de pouvoir comparer les sensibilités à la fissuration, ces valeurs ont été normalisées par la densité de joint de grains présent dans chaque acier. Les densités de joints de grains sont obtenues en additionnant les longueurs de joint de grain déterminées par EBSD. Les rapports longueur de joints fissurés/longueur de joints totale sont indiqués dans la Tableau IV-6. Ces rapports permettent de comparer les

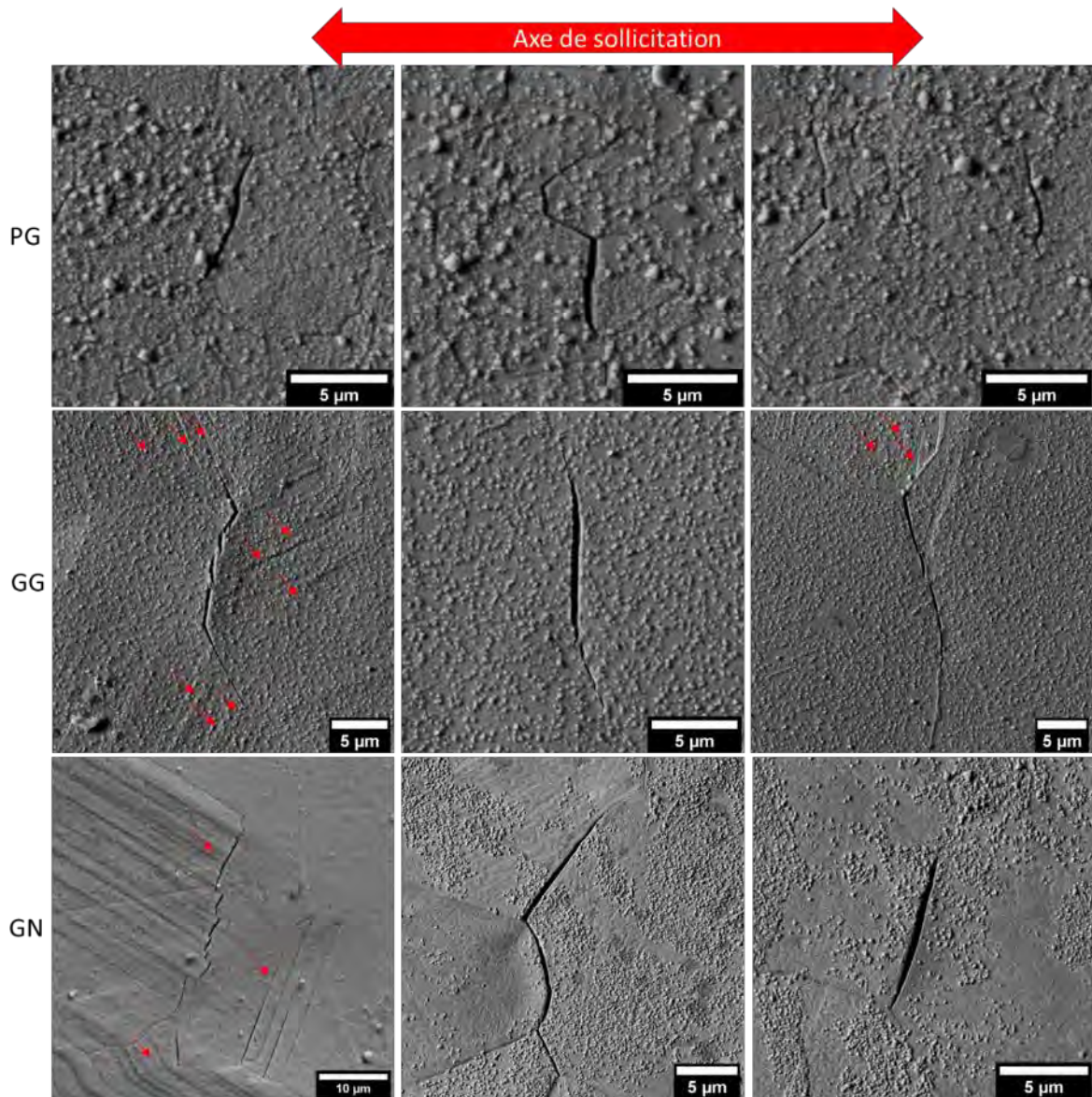
<sup>9</sup> Pour la nuance GN à 5dpa, les deux éprouvettes disponibles ayant été utilisées lors des essais in-situ, les résultats des essais conduits au chapitre 3 seront utilisés ici. La dose étant de 10 dpa, la sensibilité à la fissuration devrait être accentuée pour ces essais par rapport à un essai à 5 dpa.

résultats entre eux. En prenant en compte la proportion de joint de grains fissurés par rapport au nombre total de joint de grain, les aciers PG et GN ont la même sensibilité à la fissuration puisque ce rapport s'élève à 2,1% tandis que l'acier GG fissure moins avec 1,6% la longueur totale des joints de grains fissurée. La diminution de la taille de grain ne semble donc pas induire pas de sensibilité accrue à la fissuration, bien que le rapport entre profondeur d'irradiation et taille de grain change de 0,1 à 0,5. L'augmentation de la taille de grain (nuance GG) réduit quant à elle cette sensibilité en comparaison aux deux autres microstructures.

	Densité de fissures (#.mm <sup>-2</sup> )	Longueur de fissures cumulées (mm/mm <sup>2</sup> )	Longueur de joints de grains (mm/mm <sup>2</sup> )	Rapport
<i>Petits Grains</i>	3300	19,2	915	2,1%
<i>Grains Normaux</i>	347	3,41	163	2,1%
<i>Gros Grains</i>	137	1,06	65	1,6%

*Tableau IV-6:Densité de fissures pour les aciers PG, GN et GG testés en SSRT*

La Figure IV-21 montre différentes fissures ayant pu être observées à la surface des échantillons testés. Malgré la couche d'oxyde, des traces de glissement peuvent être observées. Les fissures ne sont pas systématiquement liées à la présence de ces traces de glissement. Des traces ont été observées dans les échantillons GG et GN, tandis qu'aucune de ces traces n'est observable sur l'acier PG. Comme observé dans la partie IV.C, il s'agit de la nuance donnant la plus forte densité de bandes de glissement. Cette forte densité pourrait induire une hauteur de marche plus faible pour être observé dans ces conditions d'observation. La morphologie des fissures est similaire entre les différentes nuances. Parmi les fissures observées, certaines parcourent plusieurs joints de grains, tandis que certains joints de grains sont partiellement fissurés. Tout comme pour les essais SSRT réalisés sur Fe-He-450, dont l'éprouvette testée en SSRT avait montré l'apparition d'une phase CC en surface, les essais réalisés sur les nuances 304\_PG et 304\_GG n'ont pas montré de différence notable en termes de densité de fissures entre les zones contenant la phase CC et l'austénite. La Figure IV-22, montre un effet marqué de l'irradiation sur l'oxydation en surface de l'échantillon PG testé en SSRT. Sur cette figure, la zone de transition entre la zone irradiée et la zone non irradiée pour le matériau PG est indiquée. On voit sur cette figure la différence d'oxydation et de fissuration entre les deux zones. Sur cette figure, on voit des fissures intergranulaires de différentes tailles, indiquées par des flèches rouges, dans la zone irradiée alors qu'aucune fissure n'est observée dans la zone non irradiée.



*Figure IV-21 : Clichés MEB des fissures observées sur les nuances 304\_PG, 304\_GG irradiées à 5 dpa et 304\_GN irradiée à 8 dpa, après essais SSRT jusqu'à 4% de déformation plastique en milieu REP. Des traces de glissement (flèches rouges) en surface sont visibles sur les échantillons des nuances 304\_GG et 304\_GN, mais ne sont pas systématiquement présentes autour d'une fissure.*

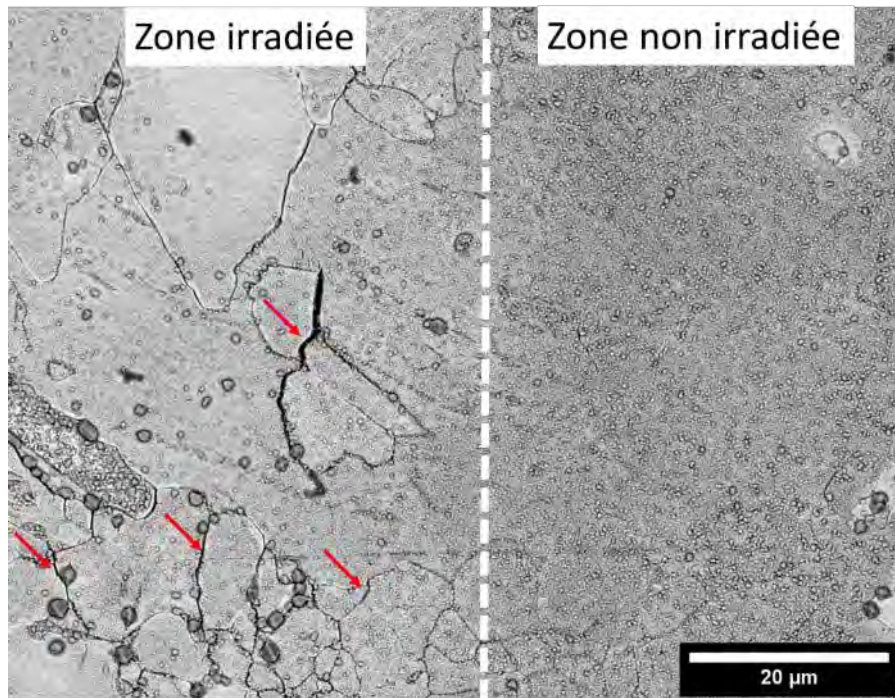


Figure IV-22: Images MEB prises en électrons rétrodiffusés montrant la différence entre la surface irradiée et la surface non irradiée après essai SSRT jusque 4% de déformation, sur l'éprouvette PG. Les flèches rouges indiquent les fissures dans la partie irradiée.

#### IV.E. Discussion

Afin d'évaluer l'influence de la taille de grain d'un acier austénitique sur la fissuration intergranulaire en milieu REP, l'acier 304L de notre étude a été traité thermo-mécaniquement dans le but d'obtenir des aciers de même composition mais avec des tailles de grain différentes. Ce paramètre permet de faire varier la limite d'écoulement du matériau mais également l'intensité de la localisation de la plasticité, et donc l'objectif était d'étudier plus en avant comment ces deux paramètres peuvent jouer sur la sensibilité à la fissuration intergranulaire en milieu REP.

Les observations réalisées par cartographies EBSD ont confirmé l'obtention de matériau de différentes tailles de grains différentes (5 µm et 60 µm). Contrairement aux deux autres nuances, le matériau ayant la plus petite taille de grains montre une certaine hétérogénéité de la taille de grain, puisque des zones contenant de nombreux petits grains sont observées aux côtés de zones dont la taille moyenne est plus élevée. Le comportement des 3 matériaux de l'étude (PG, GN et GG) a été caractérisé. Conformément à ce qui pouvait être attendu, ces matériaux montrent une limite d'élasticité croissante avec la diminution de la taille de grain. Malgré cette augmentation de la limite d'élasticité, les essais de nanoindentation réalisés sur ces aciers montrent une dureté équivalente entre les différents aciers. Il semble que les volumes sollicités lors d'un essai de nanoindentation sont trop faibles par rapport à la taille de grain moyenne des échantillons testés (de l'ordre de plusieurs microns) pour pouvoir déceler par cette technique une différence de dureté entre les échantillons à gros grains et à petits grains.

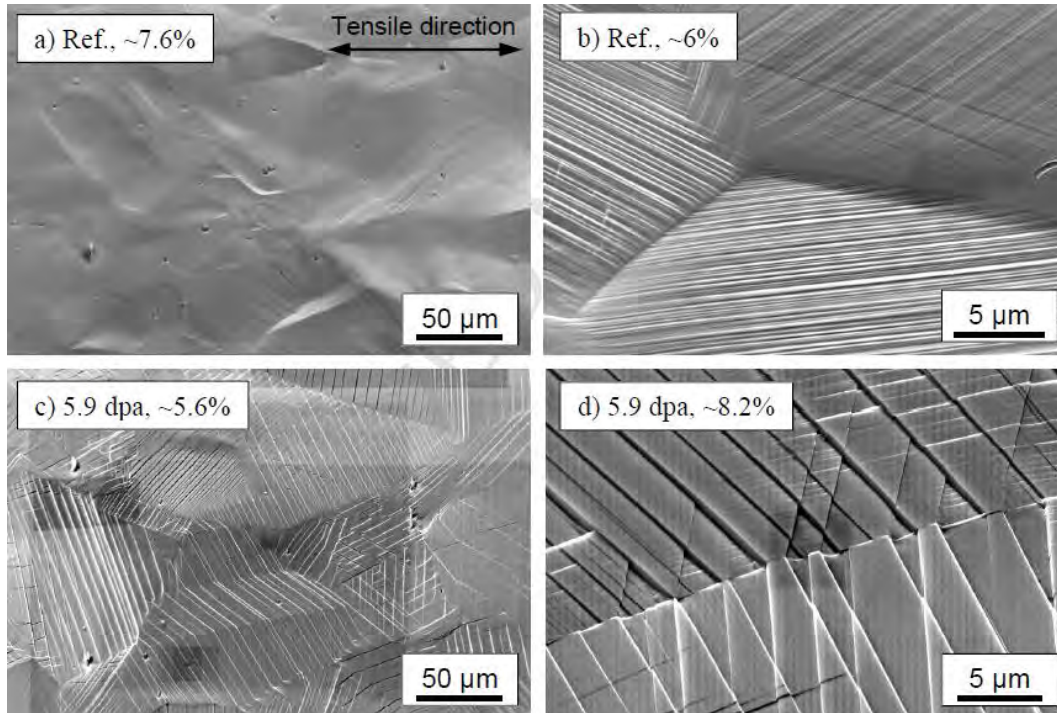
Le durcissement induit par irradiation à 5 dpa et 10 dpa réalisées à 450°C avec des ions fer 10 MeV sur les différents aciers ont été caractérisés. Après l'irradiation à 5 dpa, l'acier PG a durci de 53% et GG de 62%. La réduction de la taille des grains induit une proportion plus importante de joint de grain, qui constitue des puits de défauts. Des études ont montré que lorsque la taille de grain

diminue fortement, la densité de défauts d'irradiation diminue également (Sun and Zheng 2015; Cheng et al. 2016). Cette diminution de défauts induit alors un durcissement moins important. Ce phénomène a été constaté au niveau des boucles de dislocations dans le Mo notamment (Cheng et al. 2016), et au niveau des cavités dans l'acier austénitique inoxydable (Singh 1973b; Sun and Zheng 2015) Cependant, l'effet de la taille de grain sur les défauts d'irradiation semble être significatif pour des tailles de grains inférieures au micron, du fait de la portée des puits de défauts qui est plus importante relativement à la taille de grain. Cependant, cet effet semble être malgré tout présent ici. Une observation par MET des microstructures induites par cette irradiation à 5 dpa permettrait de valider ou d'infirmer l'hypothèse avancée ici.

Pour les irradiations à 10 dpa, GN a durci de 78%, GG de 90% et PG de 76%. Le durcissement des aciers irradiés à 10 dpa est plus important que celui des aciers irradiés à 5 dpa, tant pour l'acier à petits grains que pour l'acier à gros grains. Ceci montre que le durcissement n'a pas saturé à 5 dpa, bien que l'augmentation de la dureté soit bien moins marquée qu'entre les matériaux non irradié et irradié à 5 dpa. Ce résultat est cohérent avec les résultats de la littérature montrant que la dureté peut saturer entre 5 et 10 dpa (Pokor et al. 2004a).

Les essais de traction in-situ en MEB ont permis de rendre compte de l'évolution de la plasticité en fonction de la contrainte macroscopique et de la déformation imposée aux échantillons à l'état irradié et non irradié. Sur l'acier GN, une diminution de la densité des bandes a été observée après irradiation, ce qui traduit une localisation de la déformation dans ces bandes. Cette localisation a déjà été observée par différents auteurs (Miura et al. 2009; Jiao et al. 2014; Gupta et al. 2018; Gussev and Leonard 2019). Cette localisation est clairement présente dans les travaux de Gussev et Leonard (Gussev and Leonard 2019) sur un acier 304L irradié aux neutrons et déformé en MEB in-situ à température ambiante (Figure IV-23), et la différence entre le matériau irradié et non irradié est beaucoup plus marquée. Cette différence de localisation pourrait être expliquée par l'importance du substrat non irradié, qui est accentuée lorsque le ratio entre profondeur d'irradiation et taille de grain diminue. En effet, les travaux de Jiao (Jiao and Was 2014) et de Gupta (Gupta et al. 2018) lors d'irradiations aux protons et aux ions fer sur des aciers austénitiques montrent une localisation de la déformation plus marquée pour les irradiations aux protons, du fait qu'une plus grande proportion du grain est irradiée dans ce cas. Jiao a observé qu'un ratio profondeur d'irradiation/taille de grain supérieur à 0,3 permettait d'avoir une sensibilité à la localisation constante. En dessous de 0,3, la localisation, bien qu'existante, diminue. Dans notre cas, les rapports sont de 0,5 pour PG, 0,12 pour GN et 0,03 pour GG. D'après Jiao, une plus grande localisation de la déformation lorsque ce rapport est élevé serait dû au fait que les canaux de dislocations s'initient au niveau des joints de grains. La trop faible proportion de joints de grain irradiés dans le cas des irradiations aux ions lourds sur l'acier GN ne permettrait pas d'obtenir une quantité importante de bandes créées au niveau des joints de grains, d'où une faible localisation. L'acier GG irradié n'a pas montré de différence de déformation par rapport au matériau GG non irradié, ce qui conforte cette hypothèse. Pour la nuance PG, bien que le ratio soit plus important que pour GN (0,5 contre 0,12), la densité de bandes émergentes en surface augmente par rapport à l'acier GN, ce qui implique une diminution de la localisation de la déformation à l'échelle du grain. L'acier PG a cependant montré une forte disparité après irradiation, où les grains dont le système de glissement activé avait un fort facteur de Schmid montraient une forte concentration de bandes de glissement, tandis que les grains à faibles facteurs de Schmid montraient de très faibles densités de bandes. Ces hétérogénéités de déformation entre grains peuvent également induire des chargements mécaniques plus importants entre certains grains,

pouvant alors conduire à une sensibilité plus grande à la fissuration. Une perspective intéressante à notre étude sera de conduire des irradiations aux protons sur les 3 matériaux de notre étude, afin de rendre les trois microstructures plus propices à la localisation (les ratios profondeur d'irradiation/taille de grain seraient de 5, 1, et 0,5 pour PG, GN et GG respectivement) et de comparer si la localisation est différente en fonction de la taille de grain.



**Figure IV-23 :** Clichés MEB d'un échantillon non irradié (a-b) et irradié aux neutrons à 5,9 dpa (c-d) déformés plastiquement en traction in-situ à température ambiante. La déformation est clairement localisée dans le cas de l'échantillon irradié, avec des bandes de glissement très espacées (Gussev and Leonard 2019) .

Pour finir, l'impact de la taille de grain sur sensibilité à la fissuration intergranulaire a été évalué à l'aide d'essais SSRT réalisés en milieu REP jusqu'à un taux de déformation de 4%. Les échantillons PG et GG utilisés pour ces essais ont été irradiés à  $5 \pm 1$  dpa, tandis que l'échantillon GN a subi une irradiation Fe-450, à  $8 \pm 1$  dpa. Les essais réalisés sur l'acier GN, PG et GG ont provoqué une densité de fissures de  $347 \text{ mm}^{-2}$ ,  $3300 \text{ mm}^{-2}$  et  $137 \text{ mm}^{-2}$ , respectivement. La quantité de joint étant plus grande pour une surface donnée lorsque la taille de grain diminue, le nombre de grains sensibilisés augmente en conséquence. Pour comparer les résultats entre eux, la densité de fissures a été normalisée en prenant en compte la proportion de joint de grains fissurés. Ces résultats normalisés montrent une sensibilité identique entre les aciers GN et PG (2,1% des joints fissurés), tandis que l'acier GG s'est révélé moins sensible (1,6%). Le durcissement induit par irradiation pour chacune de ces nuances est de 78%, 53% et 62% pour GN, PG et GG respectivement. L'évolution du durcissement et son impact sur la sensibilité à la fissuration est cependant à mettre en regard du ratio profondeur d'irradiation/taille de grain. Malgré le plus faible durcissement de la nuance PG, cette nuance est aussi sensible que GN. La localisation de la déformation entre les grains de la nuance PG semble être plus efficace en termes de sensibilisation à la fissuration. Cet aspect n'a pas pu être vérifié par une corrélation des joints fissurés avec les facteurs de Schmid des systèmes activés. Comme expliqué précédemment, le comportement en plasticité de l'acier GG irradié est identique à celui de l'acier GG non irradié ce qui a induit une sensibilité plus faible par rapport aux deux autres nuances. De

plus, la faible dureté de cette nuance a pu induire une faible sensibilité à la fissuration. La localisation de la déformation, qui dépend du rapport entre profondeur d'irradiation et taille de grain, montre un effet dans la sensibilité à la fissuration intergranulaire d'après ces essais. Cette conclusion pourrait être vérifiée par l'utilisation d'irradiation aux protons sur l'acier GG, qui permette a priori d'accentuer la localisation de la déformation.

#### *IV.F. Conclusions*

Dans ce chapitre, des irradiations aux ions fer ont été menées sur les aciers ayant des tailles de grain différentes mais ayant la même composition, dans le but d'évaluer l'effet de la taille de grain sur la sensibilité de l'acier irradié à la corrosion sous contraintes. Les irradiations mono-faisceaux réalisées à deux doses différentes (5 et 10 dpa) ont induit des durcissements plus importants lorsque la dose était plus élevée. Un plus faible durcissement sur l'échantillon à petits grains peut s'expliquer par un effet de puits des joints de grains, diminuant la quantité de défauts et donc le durcissement, tandis que la dureté des deux aciers irradiés à 10 dpa est similaire.

La localisation de la déformation a été évaluée à l'aide d'essais de traction in-situ couplés à une imagerie de la surface par FSD. Une légère diminution de la densité des bandes de glissement dans le cas de l'acier GN est cohérente avec la littérature, et induit alors une concentration des contraintes dans des canaux de déformation, pouvant induire par la suite une plus forte sensibilité à la fissuration. Dans le cas de l'acier PG cependant, on constate une plus grande densité de bande, en comparaison avec l'acier GN. Une autre forme de localisation se présente cependant, avec une déformation plus hétérogène entre les grains, selon le facteur de Schmid du système de glissement activé. Ce phénomène peut également induire une forte localisation entre les grains, ce qui entrainerait une incompatibilité de chargement mécanique entre les grains et conduire à la fissuration. L'acier GG a quant à lui induit le même comportement à l'état irradié et à l'état non irradié. L'importance du rapport entre la profondeur d'irradiation et la taille de grain dans ce comportement est avancée dans l'apparition de ces phénomènes. Des irradiations aux protons permettraient d'augmenter ce rapport pour les aciers étudiés, notamment pour l'acier GG, ce qui permettrait de voir si une localisation de la déformation se manifeste dans cet acier.

La sensibilité à la fissuration intergranulaire est identique entre les aciers irradiés à petits grains et à grains normaux, tandis qu'elle est plus faible pour l'acier à gros grains. Le durcissement et la dureté ne permettent pas d'expliquer directement l'évolution de la sensibilité. Cependant, en mettant en parallèle le durcissement et le ratio profondeur d'irradiation taille de grain (et donc l'apparition ou non de localisation de la déformation), il est possible de mieux interpréter les résultats. La localisation de la déformation apporte ainsi un élément de réponse sur la sensibilité plus faible de l'acier GG à la fissuration. Des irradiations aux protons, notamment sur l'acier GG permettraient de confirmer que la localisation de la déformation apporterait une sensibilité plus importante à la fissuration pour cette nuance.



## *Conclusions générales et perspectives*

Afin de mieux comprendre le phénomène d'IASCC, les effets d'irradiation sur la tenue d'un acier austénitique inoxydable a été évalué. Les aciers austénitiques inoxydables sont utilisés comme matériaux de structure dans les internes de cuve de REP. L'irradiation neutronique qu'ils subissent en réacteur les rend sensibles au phénomène d'IASCC, source de fissuration intergranulaire en milieu nominal REP. Plusieurs contributeurs à ce phénomène sont connus tels que le durcissement, la ségrégation ou encore la localisation de la déformation. Ces contributeurs sont liés à la microstructure d'irradiation, c'est-à-dire aux défauts cristallins qu'induit le dommage neutronique dans le matériau. Parmi ces défauts, les cavités et les boucles de Frank, présentes dans la matrice de l'acier austénitique, font obstacle aux dislocations qui se déplacent dans l'acier lors d'une déformation plastique et durcissent le matériau. Le durcissement par irradiation contribue à la localisation de la déformation dans des bandes de glissement. Des irradiations aux neutrons ont également permis d'observer des cavités intergranulaires, dont le rôle sur la fissuration intergranulaire n'est pas connu. L'objectif de cette thèse est de mieux comprendre le rôle des défauts d'irradiations dans ce phénomène d'IASCC. Nous avons ainsi évalué l'influence de différentes irradiations sur les populations de défauts induites, le durcissement, la localisation de la déformation et la ségrégation chimique aux joints de grains. L'objectif est de corréliser ces effets avec la sensibilité à la fissuration intergranulaire. Le rôle des cavités d'irradiation, notamment des cavités intergranulaires, est également étudié. Le rôle de la taille de grains sur la localisation de la déformation est également évalué pour tenter de corréliser la sensibilité à la fissuration en milieu nominal REP avec la localisation de la déformation seule.

- Les irradiations menées dans cette étude ont permis d'obtenir des microstructures variées et de conclure sur plusieurs effets des irradiations aux ions :

Un acier austénitique a été irradié à 450°C et 600°C aux ions fer 10 MeV. Ces irradiations ont pu être accompagnées d'une implantation d'ions hélium pour simuler le phénomène de transmutation observé sur les aciers irradiés en REP, menant alors à quatre irradiations Fe-450, Fe-600, Fe-He-450 et Fe-He-600. Ces irradiations permettent de créer des boucles de Frank et des cavités de différentes tailles et densités. La température diminue la densité des cavités et augmente leur taille moyenne. Les boucles de Frank sont quasi-absentes pour les irradiations à 600°C. L'implantation d'ions hélium diminue la taille des boucles de Frank sans modifier la densité globale, mais augmente nettement la densité des cavités, et diminue leur taille moyenne. Pour l'irradiation à 600°C, l'hélium induit une forte porosité dans l'acier. L'implantation d'hélium permet aussi la germination de cavités au niveau des joints de grain. Une irradiation aux ions fer avec une implantation d'ions hélium à basse température doit induire une population de cavités plus denses et de taille plus faible que pour Fe-600, mais avec une porosité moindre que celle de Fe-He-600. Les populations de cavités évoluent en fonction de la profondeur d'irradiation, du fait du profil d'irradiation aux ions lourds qui n'est pas homogène. L'implantation des ions fer en position interstitielle lors de l'irradiation induit une forte diminution de la densité de cavités. Les irradiations ont induit une ségrégation élémentaire au niveau des joints de grains. La ségrégation observée après l'irradiation Fe-450 est cohérente avec la

littérature. Une ségrégation plus importante est attendue sur Fe-600. D'autres analyses de la chimie du joint de grains, réalisée par SAT sur des joints de grains irradiés à 600°C permettraient de confirmer cet effet de température.

- Le durcissement peut différer selon la microstructure d'irradiation :

Mesuré par nanoindentation, le durcissement le plus important a été obtenu pour les irradiations à 450°C. Il est similaire pour les irradiations avec ou sans implantation d'hélium. Un durcissement moindre a été constaté pour l'irradiation Fe-600 tandis qu'un adoucissement apparaît pour l'irradiation Fe-He-600. En interprétant ces durcissements par une contribution des défauts d'irradiation, une bonne corrélation est obtenue entre les calculs et les durcissements induits par les irradiations à 450°C. Pour l'irradiation Fe-600, une bonne corrélation est obtenue en prenant en compte une population de dislocations induite par irradiation. Pour l'irradiation ayant produit un adoucissement, la forte porosité obtenue est mise en avant. Une autre séquence d'implantation telle qu'une implantation à température ambiante des ions hélium, suivie par l'irradiation aux ions fer, conduirait probablement à une porosité plus faible, et donc limiter voir supprimer l'effet adoucissant observé.

- Les essais de microcompression peuvent être utilisés pour évaluer le durcissement induit par les irradiations aux ions :

Un dispositif de microcompression a été développé au CEMES pour évaluer ce durcissement sur l'irradiation Fe-450. Le durcissement obtenu par cette technique est cohérent avec celui obtenu par nanoindentation. La forte densité de défauts présents dans l'acier irradié supprime l'effet de taille observé sur les piliers non irradiés de taille inférieure à 2 µm. La faible taille des piliers induits également une localisation de la déformation plus marquée dans le cas des piliers non irradiés. Cette localisation est supprimée dans les piliers irradiés, ce qui est sans doute un reflet d'une microstructure plus homogène. Pour compléter l'étude, les essais pourraient être réalisés sur les autres irradiations pour valider les résultats obtenus par nanoindentation. Aussi, des essais sur des piliers de plus grandes tailles permettraient d'obtenir une localisation de la déformation plus marquée, mais cela reste à confirmer expérimentalement.

- Les cavités d'irradiations intragranulaires réduiraient la sensibilité à la fissuration intergranulaire en milieu REP :

La plus forte sensibilité à la fissuration a été constatée dans l'acier irradié Fe-450. La sensibilité plus faible de l'irradiation Fe-600 et l'absence de sensibilité pour Fe-He-600 semblent être corrélées au durcissement, plus faible et négatif, respectivement. Cependant, l'irradiation Fe-He-450 est moins sensible que Fe-600 et a fortiori Fe-450, malgré un durcissement important. La présence de martensite après l'irradiation Fe-He-450 ne semble pas affecter particulièrement la fissuration. Le rôle des cavités sur la localisation de la déformation est avancé. La plus forte densité de cavités intragranulaires dans Fe-He-450 réduirait la localisation de la déformation dans des canaux de déformation, réduisant alors fortement la sensibilité à la fissuration malgré un durcissement équivalent. Des analyses complémentaires par MEB et AFM permettraient d'évaluer si la

déformation est plus localisée dans le cas de Fe-450. Des analyses par MET pour quantifier les bandes de localisation pourraient également aider à confirmer cette hypothèse. En effet, les cavités étant absentes entre 2  $\mu\text{m}$  et 2,5  $\mu\text{m}$  de profondeur, on devrait y observer une localisation plus importante.

- La présence de cavités au niveau de joints de grains serait insuffisante pour compenser l'effet des cavités intragranulaires.

Les cavités intergranulaires sont induites par l'implantation d'ions hélium à des niveaux représentatifs de ceux rencontrés en REP. La littérature montre qu'elles influent sur la fissuration intergranulaire, cependant les cavités intergranulaires n'exacerbent pas la sensibilité à la fissuration intergranulaire. Cela montrerait que l'effet des cavités intragranulaires est plus important. La réalisation d'une irradiation à 450°C, produisant des boucles de Frank, avec une pré-implantation à chaud d'hélium, permettrait d'avoir des cavités intergranulaires avec une densité de cavités intragranulaires moindre. L'effet des cavités intragranulaires serait alors diminué, et permettrait de constater l'effet fragilisant des cavités intergranulaires.

- La taille de grains influe sur la localisation de la déformation

Nous avons caractérisés le comportement mécanique de différentes nuances, aux tailles de grains différentes et irradiées aux ions fer Fe-450. Des essais de traction en MEB in-situ ont permis d'évaluer les différences de comportement induites par l'irradiation, notamment la localisation de la déformation, en évaluant les densités de bandes émergentes en surface des échantillons sollicités mécaniquement. Après irradiation, les bandes de glissements paraissent plus marquées et avec des émergences plus importantes que sans irradiation. Une analyse par AFM permettrait de comparer la hauteur des bandes avant et après irradiation pour confirmer ce qui a été observé qualitativement par MEB.

La nuance à taille de grains normale, c'est-à-dire la nuance utilisée dans le reste des travaux, a montré une diminution de densité des bandes après irradiation, donc une tendance à l'augmentation de la localisation de la plasticité, ce qui est cohérent avec ce qui est observé dans la littérature. En diminuant la taille de grain, la densité des bandes n'est pas plus faible, ou autrement dit la localisation de la déformation intragranulaire n'est pas augmentée, après irradiation, mais la déformation est localisée dans les grains se déformant facilement (facteur de Schmid élevé). Une taille de grain plus grande n'induit pas de localisation de la déformation, effet qui n'est pas intrinsèque mais qui résulte probablement du ratio faible entre profondeur irradiée et taille de grain. Une irradiation à plus forte profondeur d'indentation, permettant d'obtenir une localisation de la déformation dans l'échantillon à grande taille de grain, permettrait de confirmer que le rapport profondeur d'irradiation/taille de grain est un facteur limitant la sensibilité à la fissuration.

- La taille de grain peut affecter la sensibilité à la fissuration

La nuance principale de cette étude montre une sensibilité similaire à la nuance à petits grains. La nuance à gros grains est quant à elle moins sensible. La sensibilité à la fissuration intergranulaire

diminue lorsque la taille de grain augmente. La réduction de la localisation de la déformation expliquerait la diminution de cette sensibilité. Une irradiation à plus faible profondeur permettrait de diminuer la sensibilité de la nuance principale et de valider ces observations.

D'autres perspectives à ce travail peuvent également être envisagées. En effet, certaines questions subsistent autour de l'étude de l'IASCC.

L'étude montre que la taille de grain, en diminuant, induit des modifications de la localisation de la déformation et de la sensibilité à la fissuration intergranulaire. La compréhension de ces changements pourrait être approfondie. Les modifications pourraient être exacerbées dans d'un matériau dont la taille moyenne des grains est plus faible que la nuance à petits grains utilisée dans cette étude. Cependant, la réduction de la taille de grain induit une plus forte tolérance du matériau à l'irradiation. Une autre transition pourrait être observée en fonction de la taille de grain, où la sensibilité à la fissuration diminuerait.

La présence des bulles au niveau de joint de grains dans nos échantillons n'a pas été suffisante pour induire une forte sensibilité à la fissuration en milieu REP. L'influence mécanique de ces bulles sur la fragilité a fait l'objet de plusieurs études, cependant, le processus de corrosion intergranulaire est également central dans le phénomène d'IASCC. L'oxydation intergranulaire est connue pour être favorisée par l'irradiation, mais on peut s'interroger sur l'impact qu'ont les bulles d'hélium sur l'oxydation intergranulaire.

L'étude présentée dans ce manuscrit se concentre principalement sur l'initiation de la fissuration. Cependant, la propagation a été examinée par l'observation en trois dimensions d'une fissure. La propagation n'était pas systématiquement complète sur l'ensemble de la couche irradiée et il serait intéressant d'en comprendre les raisons. Des observations microstructurales plus complètes permettrait de connaître la nature des obstacles qui peuvent diminuer la propagation d'une fissure initiée dans une microstructure irradiée.

L'effet durcissant des cavités dans un matériau CFC pourrait être étudié plus fondamentalement, en analysant l'interaction de cavités avec des dislocations. Pour cela, des expériences de déformation in-situ en MET (traction ou compression) pourraient être réalisées pour observer directement cette interaction. Un matériau irradié aux ions hélium, sans dommage d'irradiation conséquent permettrait d'obtenir des bulles dont l'observation de l'interaction avec des dislocations ne serait pas compliquée les boucles de dislocations induites par l'irradiation. Ces observations permettraient également de déterminer expérimentalement le facteur durcissant des cavités dans un matériau CFC.

## Références

- Andresen PL, Was GS (2012) Irradiation Assisted Stress Corrosion Cracking. In: Comprehensive Nuclear Materials. Elsevier, Oxford, pp 177–205
- Bach A-C (2018) Etude du piégeage de l'hydrogène dans un acier inoxydable austénitique dans le cadre de la corrosion sous contrainte assistée par l'irradiation. Université de recherche Paris Sciences et Lettres
- Barnes RS, Redding GB, Cottrell AH (1958) The observation of vacancy sources in metals. *Philos Mag J Theor Exp Appl Phys* 3:97–99. doi: 10.1080/14786435808243230
- Barrioz PO (2019) Rupture ductile des matériaux CFC irradiés. Université Paris-Saclay
- Bei H, Shim S, Miller MK, et al (2007) Effects of focused ion beam milling on the nanomechanical behavior of a molybdenum-alloy single crystal. *Appl Phys Lett* 91:111915. doi: 10.1063/1.2784948
- Bei H, Shim S, Pharr GM, George EP (2008) Effects of pre-strain on the compressive stress–strain response of Mo-alloy single-crystal micropillars. *Acta Mater* 56:4762–4770. doi: 10.1016/j.actamat.2008.05.030
- Bettayeb M, Maurice V, Klein LH, et al (2018) Nanoscale Intergranular Corrosion and Relation with Grain Boundary Character as Studied In Situ on Copper. *J Electrochem Soc* 165:C835–C841. doi: 10.1149/2.1341811jes
- Boisson M (2018) Irradiation effects on the oxidation first stages of a 316L austenitic stainless steel. Université Paul Sabatier
- Brimbal D, Fournier L, Barbu A (2016) Cluster dynamics modeling of the effect of high dose irradiation and helium on the microstructure of austenitic stainless steels. *J Nucl Mater*. doi: 10.1016/j.jnucmat.2015.11.007
- Bruemmer SM, Edwards DJ, Simonen EP (2000) Characterization of Neutron-Irradiated 300-Series Stainless Steels to Assess Mechanisms of Irradiation-Assisted Stress Corrosion Cracking. EPRI 160
- Bruemmer SM, Simonen EP, Scott PM, et al (1999) Radiation-induced material changes and susceptibility to intergranular failure of light-water-reactor core internals. *J Nucl Mater* 274:299–314. doi: 10.1016/S0022-3115(99)00075-6
- Busby JT, Hash MC, Was GS (2005) The relationship between hardness and yield stress in irradiated austenitic and ferritic steels. *J Nucl Mater* 336:267–278. doi: 10.1016/j.jnucmat.2004.09.024
- Cawthorne C, Fulton EJ (1967) Voids in Irradiated Stainless Steel. *Nature* 216:575–576. doi: 10.1038/216575a0
- Chen Y, Chou PH, Marquis EA (2014) Quantitative atom probe tomography characterization of microstructures in a proton irradiated 304 stainless steel. *J Nucl Mater* 451:130–136. doi: 10.1016/j.jnucmat.2014.03.034
- Cheng GM, Xu WZ, Wang YQ, et al (2016) Grain size effect on radiation tolerance of nanocrystalline Mo. *Scr Mater* 123:90–94. doi: 10.1016/j.scriptamat.2016.06.007
- Chopra OK, Rao AS (2011) A review of irradiation effects on LWR core internal materials – IASCC susceptibility and crack growth rates of austenitic stainless steels. *J Nucl Mater* 409:235–256. doi: 10.1016/j.jnucmat.2010.12.001

- Choyke WJ, Mcgruer JN, Townsend JR, et al (1979) Helium effects in ion-bombarded 304 stainless steel. *J Nucl Mater* 85:647–651. doi: 10.1016/0022-3115(79)90333-7
- Cissé S (2012) Influence de la localisation de la déformation plastique sur la Corrosion sous Contrainte des aciers inoxydables. Application à l'IASCC des internes de cuve. Thèse, Université Paul Sabatier
- Deng P, Peng Q, Han E-H, et al (2017) Effect of irradiation on corrosion of 304 nuclear grade stainless steel in simulated PWR primary water. *Corros Sci* 127:91–100. doi: 10.1016/j.corsci.2017.08.010
- Dimiduk DM, Uchic MD, Parthasarathy TA (2005) Size-affected single-slip behavior of pure nickel microcrystals. *Acta Mater* 53:4065–4077. doi: 10.1016/j.actamat.2005.05.023
- Dolph CK, da Silva DJ, Swenson MJ, Wharry JP (2016) Plastic zone size for nanoindentation of irradiated Fe–9%Cr ODS. *J Nucl Mater* 481:33–45. doi: 10.1016/j.jnucmat.2016.08.033
- Dong Y, Sencer BH, Garner FA, Marquis EA (2015) Microchemical and microstructural evolution of AISI 304 stainless steel irradiated in EBR-II at PWR-relevant dpa rates. *J Nucl Mater* 467, Part 2:692–702. doi: 10.1016/j.jnucmat.2015.10.041
- Dunstan DJ, Bushby AJ (2013) The scaling exponent in the size effect of small scale plastic deformation. *Int J Plast* 40:152–162. doi: 10.1016/j.ijplas.2012.08.002
- Edington JW, Melton KN, Cutler CP (1976) Superplasticity. *Prog Mater Sci* 21:61–170. doi: 10.1016/0079-6425(76)90005-0
- Edwards DJ, Garner FA, Bruemmer SM, Efsing P (2009) Nano-cavities observed in a 316SS PWR flux thimble tube irradiated to 33 and 70 dpa. *J Nucl Mater* 384:249–255. doi: 10.1016/j.jnucmat.2008.11.025
- Edwards DJ, Simonen EP, Garner FA, et al (2003) Influence of irradiation temperature and dose gradients on the microstructural evolution in neutron-irradiated 316SS. *J Nucl Mater* 317:32–45. doi: 10.1016/S0022-3115(03)00003-5
- El-Awady JA (2015) Unravelling the physics of size-dependent dislocation-mediated plasticity. *Nat Commun* 6:5926. doi: 10.1038/ncomms6926
- Etienne A, Pareige P, Radiguet B, et al (2010a) Study of irradiation effects in austenitic stainless steels. *Fontevraud* 7
- Etienne A, Radiguet B, Cunningham NJ, et al (2010b) Atomic scale investigation of radiation-induced segregation in austenitic stainless steels. *J Nucl Mater* 406:244–250. doi: 10.1016/j.jnucmat.2010.08.043
- Farrell K, Chickering RW, Mansur LK (1986) The role of helium in the development of damage structure and swelling in neutron-irradiated aluminium. *Philos Mag A* 53:1–26. doi: 10.1080/01418618608242804
- Farrell K, Packan NH (1979) A helium-induced shift in the temperature dependence of swelling. *J Nucl Mater* 85:683–687. doi: 10.1016/0022-3115(79)90339-8
- Femtotools Cellule de force Femtotools FT-S10000. [http://www.femtotools.com/fileadmin/datasheets/FT-S10000\\_Datasheet.pdf](http://www.femtotools.com/fileadmin/datasheets/FT-S10000_Datasheet.pdf)
- Fujii K, Fukuya K (2016) Irradiation-induced microchemical changes in highly irradiated 316 stainless steel. *J Nucl Mater*. doi: 10.1016/j.jnucmat.2015.11.035
- Fujimoto K, Yonezawa T, Wachi E, et al (2005) Effect of the accelerated irradiation and hydrogen/helium gas on IASCC characteristics for highly irradiated austenitic stainless steels. Salt Lake City, Utah, pp 299–310

- Fukuya K, Fujii K, Nishioka H, Kitsunai Y (2006) Evolution of Microstructure and Microchemistry in Cold-worked 316 Stainless Steels under PWR Irradiation. *J Nucl Sci Technol* 43:159–173. doi: 10.1080/18811248.2006.9711078
- Fukuya K, Shima S, Kayano H, Narui M (1992) Stress corrosion cracking and intergranular corrosion of neutron irradiated austenitic stainless steels. *J Nucl Mater* 191–194:1007–1011. doi: 10.1016/0022-3115(92)90626-V
- Garner FA (2012) Radiation damage in austenitic stainless steels. In: Konings RJM (ed) *Comprehensive Nuclear Materials*. Elsevier, Oxford, pp 33–95
- Garner FA (1983) Impact of the injected interstitial on the correlation of charged particle and neutron-induced radiation damage. *J Nucl Mater* 117:177–197. doi: 10.1016/0022-3115(83)90023-5
- Gelles DS (1993) Effects of stress on microstructural evolution during irradiation. *J Nucl Mater* 205:146–161. doi: 10.1016/0022-3115(93)90078-D
- Gertsman VY, Bruemmer SM (2001) Study of grain boundary character along intergranular stress corrosion crack paths in austenitic alloys. *Acta Mater* 49:1589–1598. doi: 10.1016/S1359-6454(01)00064-7
- Gigax JG, Aydogan E, Chen T, et al (2015) The influence of ion beam rastering on the swelling of self-ion irradiated pure iron at 450 °C. *J Nucl Mater* 465:343–348. doi: 10.1016/j.jnucmat.2015.05.025
- Greer JR, De Hosson JThM (2011) Plasticity in small-sized metallic systems: Intrinsic versus extrinsic size effect. *Prog Mater Sci* 56:654–724. doi: 10.1016/j.pmatsci.2011.01.005
- Grieveson EM, Armstrong DEJ, Xu S, Roberts SG (2012) Compression of self-ion implanted iron micropillars. *J Nucl Mater* 430:119–124. doi: 10.1016/j.jnucmat.2012.06.014
- Griffiths M, Walters L, Greenwood LR, Garner FA (2017) Accelerated materials evaluation for nuclear applications. *J Nucl Mater* 488:46–62. doi: 10.1016/j.jnucmat.2017.02.039
- Guiraldenq P, Duparc OH (2017) The genesis of the Schaeffler diagram in the history of stainless steel. *Metall Res Technol* 114:613. doi: 10.1051/metal/2017059
- Guo Q, Landau P, Hosemann P, et al (2013) Helium Implantation Effects on the Compressive Response of Cu Nanopillars. *Small* 9:691–696. doi: 10.1002/sml.201201614
- Gupta J (2016) Intergranular stress corrosion cracking of ion irradiated SA 304L austenitic stainless steel in PWR environment. Université Paul Sabatier
- Gupta J, Hure J, Tanguy B, et al (2018) Characterization of ion irradiation effects on the microstructure, hardness, deformation and crack initiation behavior of austenitic stainless steel: Heavy ions vs protons. *J Nucl Mater* 501:45–58. doi: 10.1016/j.jnucmat.2018.01.013
- Gusev MN, Leonard KJ (2019) In situ SEM-EBSD analysis of plastic deformation mechanisms in neutron-irradiated austenitic steel. *J Nucl Mater* 517:45–56. doi: 10.1016/j.jnucmat.2019.01.034
- Halliday FM, Armstrong DEJ, Murphy JD, Roberts SG (2009) Nanoindentation and Micromechanical Testing of Iron-Chromium Alloys Implanted with Iron Ions. *Adv Mater Res* 59:304–307. doi: 10.4028/www.scientific.net/AMR.59.304
- Han W-Z, Ding M-S, Shan Z-W (2018) Cracking behavior of helium-irradiated small-volume copper. *Scr Mater* 147:1–5. doi: 10.1016/j.scriptamat.2017.12.029
- Hash MC, Busby JT, Was GS, Was GS (2004) The Effect of Hardening Source in Proton Irradiation-Assisted Stress Corrosion Cracking of Cold Worked Type 304 Stainless Steel. *Eff Radiat Mater* 21st Int Symp. doi: 10.1520/STP11221S

- He M-R, Johnson DC, Was GS, Robertson IM (2017) The role of grain boundary microchemistry in irradiation-assisted stress corrosion cracking of a Fe-13Cr-15Ni alloy. *Acta Mater* 138:61–71. doi: 10.1016/j.actamat.2017.07.042
- Hesterberg JR, Jiao Z, Was GS (2017) IASCC Susceptibility of 304L Stainless Steel Irradiated in a BWR and Subjected to Post Irradiation Annealing. In: *Proceedings of the 18th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems – Water Reactors*. Springer, Cham, pp 1015–1026
- Hosemann P (2018) Small-scale mechanical testing on nuclear materials: bridging the experimental length-scale gap. *Scr Mater* 143:161–168. doi: 10.1016/j.scriptamat.2017.04.026
- Hosemann P, DAI Y, STERGAR E, et al (2011a) Small-Scale Testing of In-Core Fast Reactor Materials. *J Nucl Sci Technol* 48:575–579. doi: 10.1080/18811248.2011.9711735
- Hosemann P, Kiener D, Wang Y, Maloy SA (2012) Issues to consider using nano indentation on shallow ion beam irradiated materials. *J Nucl Mater* 425:136–139. doi: 10.1016/j.jnucmat.2011.11.070
- Hosemann P, Shin C, Kiener D (2015) Small scale mechanical testing of irradiated materials. *J Mater Res* 30:1231–1245. doi: 10.1557/jmr.2015.26
- Hosemann P, Stergar E, Peng L, et al (2011b) Macro and microscale mechanical testing and local electrode atom probe measurements of STIP irradiated F82H, Fe–8Cr ODS and Fe–8Cr–2W ODS. *J Nucl Mater* 417:274–278. doi: 10.1016/j.jnucmat.2010.12.200
- Hosemann P, Swadener JG, Kiener D, et al (2008) An exploratory study to determine applicability of nano-hardness and micro-compression measurements for yield stress estimation. *J Nucl Mater* 375:135–143. doi: 10.1016/j.jnucmat.2007.11.004
- Hosseinian E, Gupta S, Pierron ON, Legros M (2018) Size effects on intergranular crack growth mechanisms in ultrathin nanocrystalline gold free-standing films. *Acta Mater* 143:77–87. doi: 10.1016/j.actamat.2017.10.004
- Huang HF, Li DH, Li JJ, et al (2014) Nanostructure Variations and Their Effects on Mechanical Strength of Ni-17Mo-7Cr Alloy under Xenon Ion Irradiation. *Mater Trans* 55:1243–1247. doi: 10.2320/matertrans.M2014075
- Hütsch J, Lilleodden ET (2014) The influence of focused-ion beam preparation technique on microcompression investigations: Lathe vs. annular milling. *Scr Mater* 77:49–51. doi: 10.1016/j.scriptamat.2014.01.016
- Jenssen A, Ljungberg LG, Walmsley J, Fisher S (1998) Importance of Molybdenum on Irradiation-Assisted Stress Corrosion Cracking in Austenitic Stainless Steels. *CORROSION* 54:48–60. doi: 10.5006/1.3284828
- Jiao Z, Michalicka J, Was GS (2018) Self-ion emulation of high dose neutron irradiated microstructure in stainless steels. *J Nucl Mater* 501:312–318. doi: 10.1016/j.jnucmat.2018.01.054
- Jiao Z, Was G (2016) Oxidation of a Proton-Irradiated 316 Stainless Steel in Simulated BWR NWC Environment. In: Busby JT, Ilevbare G, Andresen PL (eds) *Proceedings of the 15th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems – Water Reactors*. Springer International Publishing, pp 1329–1338
- Jiao Z, Was G, Miura T, Fukuya K (2014) Aspects of ion irradiations to study localized deformation in austenitic stainless steels. *J Nucl Mater* 452:328–334. doi: 10.1016/j.jnucmat.2014.05.058
- Jiao Z, Was GS (2011a) Impact of localized deformation on IASCC in austenitic stainless steels. *J Nucl Mater* 408:246–256. doi: 10.1016/j.jnucmat.2010.10.087



- Jiao Z, Was GS (2008) Localized deformation and IASCC initiation in austenitic stainless steels. *J Nucl Mater* 382:203–209. doi: 10.1016/j.jnucmat.2008.08.032
- Jiao Z, Was GS (2010) The role of irradiated microstructure in the localized deformation of austenitic stainless steels. *J Nucl Mater* 407:34–43. doi: 10.1016/j.jnucmat.2010.07.006
- Jiao Z, Was GS (2011b) Novel features of radiation-induced segregation and radiation-induced precipitation in austenitic stainless steels. *Acta Mater* 59:1220–1238. doi: 10.1016/j.actamat.2010.10.055
- Jiao Z, Was GS (2014) Precipitate behavior in self-ion irradiated stainless steels at high doses. *J Nucl Mater* 449:200–206. doi: 10.1016/j.jnucmat.2014.02.026
- Jiao Z, Was GS (2011c) Segregation behavior in proton- and heavy-ion-irradiated ferritic–martensitic alloys. *Acta Mater* 59:4467–4481. doi: 10.1016/j.actamat.2011.03.070
- Jin H-H, Ko E, Kwon J, et al (2016) Evaluation of critical resolved shear strength and deformation mode in proton-irradiated austenitic stainless steel using micro-compression tests. *J Nucl Mater* 470:155–163. doi: 10.1016/j.jnucmat.2015.12.029
- Jin H-H, Ko E, Lim S, et al (2017a) Effect of irradiation temperature on microstructural changes in self-ion irradiated austenitic stainless steel. *J Nucl Mater* 493:239–245. doi: 10.1016/j.jnucmat.2017.06.019
- Jin H-H, Lim S, Kwon J (2017b) Characterization of the martensite phase formed during hydrogen ion irradiation in austenitic stainless steel. *Nucl Instrum Methods Phys Res Sect B Beam Interact Mater At* 409:318–322. doi: 10.1016/j.nimb.2017.03.072
- Johnson E, Gråbæk L, Johansen A, et al (1989) Martensitic transformations in 304 stainless steel after implantation with helium, hydrogen and deuterium. *Nucl Instrum Methods Phys Res Sect B Beam Interact Mater At* 39:567–572. doi: 10.1016/0168-583X(89)90849-5
- Jublot-Leclerc S, Lescoat M-L, Fortuna F, et al (2015) TEM study of the nucleation of bubbles induced by He implantation in 316L industrial austenitic stainless steel. *J Nucl Mater* 466:646–652. doi: 10.1016/j.jnucmat.2015.09.013
- Jublot-Leclerc S, Li X, Legras L, et al (2017) Cavity nucleation and growth in dual beam irradiated 316L industrial austenitic stainless steel. *J Nucl Mater* 494:240–251. doi: 10.1016/j.jnucmat.2017.07.038
- Judge CD, Gauquelin N, Walters L, et al (2015) Intergranular fracture in irradiated Inconel X-750 containing very high concentrations of helium and hydrogen. *J Nucl Mater* 457:165–172. doi: 10.1016/j.jnucmat.2014.10.008
- Katoh Y, Kohno Y, Kohyama A (1993) Dual-ion irradiation effects on microstructure of austenitic alloys. *J Nucl Mater* 205:354–360. doi: 10.1016/0022-3115(93)90100-D
- Kenik EA (1979) The influence of helium on microstructural evolution in an ion-irradiated low-swelling stainless steel. *J Nucl Mater* 85–86:659–663. doi: 10.1016/0022-3115(79)90335-0
- Kermouche G, Loubet J-L, Bergheau J-M (2005) An approximate solution to the problem of cone or wedge indentation of elastoplastic solids. *Comptes Rendus Mécanique* 333:389–395. doi: 10.1016/j.crme.2005.04.001
- Kesternich W (1983) Helium trapping at dislocations, precipitates and grain boundaries. *Radiat Eff* 78:261–273. doi: 10.1080/00337578308207376
- Kiener D, Hosemann P, Maloy SA, Minor AM (2011) In situ nanocompression testing of irradiated copper. *Nat Mater* 10:nmat3055. doi: 10.1038/nmat3055
- Kiener D, Minor AM (2011) Source Truncation and Exhaustion: Insights from Quantitative in situ TEM Tensile Testing. *Nano Lett* 11:3816–3820. doi: 10.1021/nl201890s

- Kiener D, Minor AM, Anderoglu O, et al (2012) Application of small-scale testing for investigation of ion-beam-irradiated materials. *J Mater Res* 27:2724–2736. doi: 10.1557/jmr.2012.303
- Kiener D, Motz C, Dehm G (2009) Micro-compression testing: A critical discussion of experimental constraints. *Mater Sci Eng A* 505:79–87. doi: 10.1016/j.msea.2009.01.005
- Kinoshita H, Takahashi H, Gustiono D, et al (2007) Ion Implantation Induced Martensite Nucleation in SUS301 Steel. *Mater Trans* 48:924–930. doi: 10.2320/matertrans.48.924
- Kodama M, Morisawa J, Nishimura S, et al (1994) Stress corrosion cracking and intergranular corrosion of austenitic stainless steels irradiated at 323 K. *J Nucl Mater* 212–215:1509–1514. doi: 10.1016/0022-3115(94)91080-4
- Kraft O, Gruber PA, Mönig R, Weygand D (2010) Plasticity in Confined Dimensions. *Annu Rev Mater Res* 40:293–317. doi: 10.1146/annurev-matsci-082908-145409
- Landau P, Guo Q, Hosemann P, et al (2014) Deformation of as-fabricated and helium implanted 100nm-diameter iron nano-pillars. *Mater Sci Eng A* 612:316–325. doi: 10.1016/j.msea.2014.06.052
- Le Millier M (2014) Fragilisation des aciers inoxydables austénitiques sous irradiation—évolution de la microstructure et amorçage de l'IASCC en milieu REP. PhD Thesis, Mines ParisTech
- Lee S, Jeong J, Kim Y, et al (2016) FIB-induced dislocations in Al submicron pillars: Annihilation by thermal annealing and effects on deformation behavior. *Acta Mater* 110:283–294. doi: 10.1016/j.actamat.2016.03.017
- Lei G, Xie R, Huang H, et al (2018) The effect of He bubbles on the swelling and hardening of UNS N10003 alloy. *J Alloys Compd* 746:153–158. doi: 10.1016/j.jallcom.2018.02.291
- Li N, Mara NA, Wang YQ, et al (2011) Compressive flow behavior of Cu thin films and Cu/Nb multilayers containing nanometer-scale helium bubbles. *Scr Mater* 64:974–977. doi: 10.1016/j.scriptamat.2011.02.001
- Liu T, Xia S, Bai Q, et al (2018) Three-dimensional study of grain boundary engineering effects on intergranular stress corrosion cracking of 316 stainless steel in high temperature water. *J Nucl Mater* 498:290–299. doi: 10.1016/j.jnucmat.2017.10.004
- Liu Y, Ngan AHW (2001) Depth dependence of hardness in copper single crystals measured by nanoindentation. *Scr Mater* 44:237–241. doi: 10.1016/S1359-6462(00)00598-4
- Lu J, Hultman L, Holmström E, et al (2016) Stacking fault energies in austenitic stainless steels. *Acta Mater* 111:39–46. doi: 10.1016/j.actamat.2016.03.042
- Lupinacci A, Chen K, Li Y, et al (2015) Characterization of ion beam irradiated 304 stainless steel utilizing nanoindentation and Laue microdiffraction. *J Nucl Mater* 458:70–76. doi: 10.1016/j.jnucmat.2014.11.050
- Mackenzie JK (1958) Second Paper on Statistics Associated with the Random Disorientation of Cubes. *Biometrika* 45:229–240. doi: 10.2307/2333059
- Malaplate J, Michaut B, Renault-Laborne A, et al (2019) Characterization of ion irradiated microstructure and cavity swelling evolution up to high doses in austenitic stainless steels representative of PWR internals. *J Nucl Mater*. doi: 10.1016/j.jnucmat.2019.02.006
- Mansur LK (1978) Correlation of neutron and heavy-ion damage: II. The predicted temperature shift if swelling with changes in radiation dose rate. *J Nucl Mater* 78:156–160. doi: 10.1016/0022-3115(78)90514-7
- Marquis EA (2015) Atom probe tomography applied to the analysis of irradiated microstructures. *J Mater Res* 30:1222–1230. doi: 10.1557/jmr.2014.398

- Maziasz PJ, McHargue CJ (1987) Microstructural evolution in annealed austenitic steels during neutron irradiation. *Int Mater Rev* 32:190–219. doi: 10.1179/095066087790150331
- McMurtrey MD, Cui B, Robertson I, et al (2015) Mechanism of dislocation channel-induced irradiation assisted stress corrosion crack initiation in austenitic stainless steel. *Curr Opin Solid State Mater Sci* 19:305–314. doi: 10.1016/j.cossms.2015.04.001
- Meric de Bellefon G, van Duysen JC (2016) Tailoring plasticity of austenitic stainless steels for nuclear applications: Review of mechanisms controlling plasticity of austenitic steels below 400 °C. *J Nucl Mater* 475:168–191. doi: 10.1016/j.jnucmat.2016.04.015
- Michaut B (2017) Caractérisation et modélisation de l'évolution de la microstructure et du gonflement d'aciers austénitiques représentatifs des internes inférieurs de réacteurs à eau pressurisée sous irradiations aux ions. PhD Thesis, Université Paris-Saclay
- Miura T, Fujii K, Fukuya K (2015) Micro-mechanical investigation for effects of helium on grain boundary fracture of austenitic stainless steel. *J Nucl Mater* 457:279–290. doi: 10.1016/j.jnucmat.2014.11.062
- Miura T, Fujii K, Fukuya K, Ito Y (2009) Characterization of deformation structure in ion-irradiated stainless steels. *J Nucl Mater* 386–388:210–213. doi: 10.1016/j.jnucmat.2008.12.093
- Mompiau F, Legros M, Sedlmayr A, et al (2012) Source-based strengthening of sub-micrometer Al fibers. *Acta Mater* 60:977–983. doi: 10.1016/j.actamat.2011.11.005
- Monnet G (2007) Mechanical and energetical analysis of molecular dynamics simulations of dislocation–defect interactions. *Acta Mater* 55:5081–5088. doi: 10.1016/j.actamat.2007.05.030
- Moser B, Wasmer K, Barbieri L, Michler J (2007) Strength and fracture of Si micropillars: A new scanning electron microscopy-based micro-compression test. *J Mater Res* 22:1004–1011. doi: 10.1557/jmr.2007.0140
- Nanga-Nyongha S (2008) Comportement et transformations martensitiques de deux aciers inoxydables austénitiques : effets de la température, de la vitesse et du chargement. Phdthesis, École Nationale Supérieure des Mines de Paris
- Nelson RS, Mazey DJ, Hudson JA (1970) The use of ion accelerators to simulate fast neutron-induced voidage in metals. *J Nucl Mater* 37:1–12. doi: 10.1016/0022-3115(70)90176-5
- Neustroev VS, Garner FA (2008) Very high swelling and embrittlement observed in a Fe–18Cr–10Ni–Ti hexagonal fuel wrapper irradiated in the BOR-60 fast reactor. *J Nucl Mater* 378:327–332. doi: 10.1016/j.jnucmat.2008.06.036
- Nix WD, Gao H (1998) Indentation size effects in crystalline materials: A law for strain gradient plasticity. *J Mech Phys Solids* 46:411–425. doi: 10.1016/S0022-5096(97)00086-0
- Okita T, Sato T, Sekimura N, et al (2002) The primary origin of dose rate effects on microstructural evolution of austenitic alloys during neutron irradiation. *J Nucl Mater* 307–311, Part 1:322–326. doi: 10.1016/S0022-3115(02)01202-3
- Oliver W c., Pharr G m. (1992) An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *J Mater Res* 7:1564–1583. doi: 10.1557/JMR.1992.1564
- Onchi T, Dohi K, Soneda N, et al (2005) Mechanism of irradiation assisted stress corrosion crack initiation in thermally sensitized 304 stainless steel. *J Nucl Mater* 340:219–236. doi: 10.1016/j.jnucmat.2004.11.012
- Özerinç S, Averbach RS, King WP (2014) In situ creep measurements on micropillar samples during heavy ion irradiation. *J Nucl Mater* 451:104–110. doi: 10.1016/j.jnucmat.2014.03.037

- Pareige P, Etienne A, Radiguet B (2009) Experimental atomic scale investigation of irradiation effects in CW 316SS and UFG-CW 316SS. *J Nucl Mater* 389:259–264. doi: 10.1016/j.jnucmat.2009.02.009
- Pawel JE, Rowcliffe AF, Lucas GE, Zinkle SJ (1996) Irradiation performance of stainless steels for ITER application. *J Nucl Mater* 239:126–131. doi: 10.1016/S0022-3115(96)00484-9
- Perrin S, Marchetti L, Duhamel C, et al (2013) Influence of Irradiation on the Oxide Film Formed on 316 L Stainless Steel in PWR Primary Water. *Oxid Met* 80:623–633. doi: 10.1007/s11085-013-9401-3
- Pharr GM, Herbert EG, Gao Y (2010) The Indentation Size Effect: A Critical Examination of Experimental Observations and Mechanistic Interpretations. *Annu Rev Mater Res* 40:271–292. doi: 10.1146/annurev-matsci-070909-104456
- Pokor C (2003) Caractérisation microstructurale et modélisation du durcissement des aciers austénitiques irradiés des structures internes des REP. Université de Grenoble
- Pokor C, Benhamou C, Courtemanche G, Dubuisson P (2008) Matériaux des structures internes de cuve REL. In: *Evolution du choix des matériaux : petites et grandes histoires*. SFEN
- Pokor C, Brechet Y, Dubuisson P, et al (2004a) Irradiation damage in 304 and 316 stainless steels: experimental investigation and modeling. Part II: Irradiation induced hardening. *J Nucl Mater* 326:30–37. doi: 10.1016/j.jnucmat.2003.12.008
- Pokor C, Brechet Y, Dubuisson P, et al (2004b) Irradiation damage in 304 and 316 stainless steels: experimental investigation and modeling. Part I: Evolution of the microstructure. *J Nucl Mater* 326:19–29. doi: 10.1016/j.jnucmat.2003.11.007
- Pouchon MA, Chen J, Ghisleni R, et al (2010) Characterization of Irradiation Damage of Ferritic ODS Alloys with Advanced Micro-Sample Methods. *Exp Mech* 50:79–84. doi: 10.1007/s11340-008-9214-5
- Prasitthipayong A, Frazer D, Kareer A, et al (2018) Micro mechanical testing of candidate structural alloys for Gen-IV nuclear reactors. *Nucl Mater Energy* 16:34–45. doi: 10.1016/j.nme.2018.05.018
- Priester L (1980) Approche géométrique des joints de grains. Intérêt et limite. *Rev Phys Appliquée* 15:789–830. doi: 10.1051/rphysap:01980001504078900
- Rahimi S, Engelberg DL, Duff JA, Marrow TJ (2009) In situ observation of intergranular crack nucleation in a grain boundary controlled austenitic stainless steel. *J Microsc* 233:423–431. doi: 10.1111/j.1365-2818.2009.03133.x
- Randle V, Ralph B (1988) Grain boundary structure and mechanical properties. *Rev Phys Appliquée* 23:501–512. doi: 10.1051/rphysap:01988002304050100
- Raquet O, Herms E, Vaillant F, et al (2004) Effect of cold work hardening on stress corrosion cracking of stainless steels in primary water of pressurized water reactors. Nice, p 12
- Reichardt A, Lupinacci A, Frazer D, et al (2017) Nanoindentation and in situ microcompression in different dose regimes of proton beam irradiated 304 SS. *J Nucl Mater* 486:323–331. doi: 10.1016/j.jnucmat.2017.01.036
- Renault-Laborne A, Garnier J, Malaplate J, et al (2016) Evolution of microstructure after irradiation creep in several austenitic steels irradiated up to 120 dpa at 320 °C. *J Nucl Mater* 475:209–226. doi: 10.1016/j.jnucmat.2016.04.020
- Renault-Laborne A, Hure J, Malaplate J, et al (2018) Tensile properties and deformation microstructure of highly neutron-irradiated 316 stainless steels at low and fast strain rate. *J Nucl Mater*. doi: 10.1016/j.jnucmat.2018.05.068

- Sakaguchi N, Endo M, Watanabe S, et al (2013) Radiation-induced segregation and corrosion behavior on  $\Sigma 3$  coincidence site lattice and random grain boundaries in proton-irradiated type-316L austenitic stainless steel. *J Nucl Mater* 434:65–71. doi: 10.1016/j.jnucmat.2012.11.036
- Schaeffler AL (1949) Constitution Diagram for Stainless Steel Weld Metal. *Met Prog* 56:680
- Sekio Y, Yamashita S, Sakaguchi N, Takahashi H (2015) Void denuded zone formation for Fe–15Cr–15Ni steel and PNC316 stainless steel under neutron and electron irradiations. *J Nucl Mater* 458:355–360. doi: 10.1016/j.jnucmat.2014.12.054
- Sencer BH, Was GS, Sagisaka M, et al (2003) Proton irradiation emulation of PWR neutron damage microstructures in solution annealed 304 and cold-worked 316 stainless steels. *J Nucl Mater* 323:18–28. doi: 10.1016/j.jnucmat.2003.07.007
- Shao L, Wei C-C, Gigax J, et al (2014) Effect of defect imbalance on void swelling distributions produced in pure iron irradiated with 3.5MeV self-ions. *J Nucl Mater* 453:176–181. doi: 10.1016/j.jnucmat.2014.06.002
- Sharon JA, Hattar K, Boyce BL, Brewer LN (2014) Compressive Properties of  $\langle 110 \rangle$  Cu Micro-Pillars after High-Dose Self-Ion Irradiation. *Mater Res Lett* 2:57–62. doi: 10.1080/21663831.2013.859179
- Shigenaka N, Ono S, Isobe Y, et al (1996) Radiation Induced Segregation at Grain Boundary in an Austenitic Stainless Steel under Ion Irradiation. *J Nucl Sci Technol* 33:474–478. doi: 10.1080/18811248.1996.9731939
- Shin C, Lim S, Jin H, et al (2014) Development and testing of microcompression for post irradiation characterization of ODS steels. *J Nucl Mater* 444:43–48. doi: 10.1016/j.jnucmat.2013.09.025
- Singh BN (1973a) Void Volume Swelling dependent on Grain Size in an Austenitic Stainless Steel. *Nature* 244:142–142. doi: 10.1038/10.1038/physci244142a0
- Singh BN (1973b) On the influence of grain boundaries on void growth. *Philos Mag* 28:1409–1413. doi: 10.1080/14786437308228009
- Singh DRP, Chawla N, Tang G, Shen Y-L (2010) Micropillar compression of Al/SiC nanolaminates. *Acta Mater* 58:6628–6636. doi: 10.1016/j.actamat.2010.08.025
- Sneddon IN (1965) The relation between load and penetration in the axisymmetric boussinesq problem for a punch of arbitrary profile. *Int J Eng Sci* 3:47–57. doi: 10.1016/0020-7225(65)90019-4
- Stephenson KJ, Was GS (2015) Comparison of the microstructure, deformation and crack initiation behavior of austenitic stainless steel irradiated in-reactor or with protons. *J Nucl Mater* 456:85–98. doi: 10.1016/j.jnucmat.2014.08.021
- Stoller RE (1990) The influence of helium on microstructural evolution: Implications for DT fusion reactors. *J Nucl Mater* 174:289–310. doi: 10.1016/0022-3115(90)90242-F
- Stoller RE, Toloczko MB, Was GS, et al (2013) On the use of SRIM for computing radiation damage exposure. *Nucl Instrum Methods Phys Res Sect B Beam Interact Mater At* 310:75–80. doi: 10.1016/j.nimb.2013.05.008
- Sudharshan Phani P, Johanns KE, George EP, Pharr GM (2013) A simple stochastic model for yielding in specimens with limited number of dislocations. *Acta Mater* 61:2489–2499. doi: 10.1016/j.actamat.2013.01.023
- Sun C, Garner FA, Shao L, et al (2017) Influence of injected interstitials on the void swelling in two structural variants of 304L stainless steel induced by self-ion irradiation at 500 °C. *Nucl Instrum Methods Phys Res Sect B Beam Interact Mater At* 409:323–327. doi: 10.1016/j.nimb.2017.03.070

- Sun C, Zheng (2015) Superior radiation-resistant nanoengineered austenitic 304L stainless steel for applications in extreme radiation environments: Scientific Reports. Sci Rep. doi:10.1038/srep07801
- Tallaire A, Achard J, Silva F, et al (2013) Growth of large size diamond single crystals by plasma assisted chemical vapour deposition: Recent achievements and remaining challenges. Comptes Rendus Phys 14:169–184. doi: 10.1016/j.crhy.2012.10.008
- Tan L, Busby JT (2015) Formulating the strength factor  $\alpha$  for improved predictability of radiation hardening. J Nucl Mater 465:724–730. doi: 10.1016/j.jnucmat.2015.07.009
- Tan L, Stoller RE, Field KG, et al (2016) Microstructural Evolution of Type 304 and 316 Stainless Steels Under Neutron Irradiation at LWR Relevant Conditions. JOM 68:517–529. doi: 10.1007/s11837-015-1753-5
- Tanguy B (2011) Corrosion sous contrainte assistée par l'irradiation des aciers inoxydables austénitiques (IASCC). Rev Métallurgie 108:39–46. doi: 10.1051/metal/2011022
- Thomas L, Bruemmer SM (2002) Analytical Transmission Electron Microscopy Characterization of Stress Corrosion Cracks in an Irradiated Type 316 Stainless Steel Core Component. Fontevraud, pp 347–359
- Tougou K, Shikata A, Kawase U, et al (2015) In-situ TEM observation of dynamic interaction between dislocation and cavity in BCC metals in tensile deformation. J Nucl Mater 465:843–848. doi: 10.1016/j.jnucmat.2015.05.046
- Toyama T, Nozawa Y, Van Renterghem W, et al (2012) Grain boundary segregation in neutron-irradiated 304 stainless steel studied by atom probe tomography. J Nucl Mater 425:71–75. doi: 10.1016/j.jnucmat.2011.11.072
- Tumbajoy-Spinel D, Joao SS, Maeder X, et al (2016) Microstructural and mechanical properties of hyper-deformed surfaces: In-situ micro-pillar compression and EBSD investigations in  $\alpha$ -iron. In: European Microscopy Congress 2016: Proceedings. American Cancer Society, pp 199–200
- Uchic MD, Dimiduk DM (2005) A methodology to investigate size scale effects in crystalline plasticity using uniaxial compression testing. Mater Sci Eng A 400–401:268–278. doi: 10.1016/j.msea.2005.03.082
- Uchic MD, Dimiduk DM, Florando JN, Nix WD (2004) Sample Dimensions Influence Strength and Crystal Plasticity. Science 305:986–989. doi: 10.1126/science.1098993
- Uchic MD, Shade PA, Dimiduk DM (2009) Plasticity of Micrometer-Scale Single Crystals in Compression. Annu Rev Mater Res 39:361–386. doi: 10.1146/annurev-matsci-082908-145422
- Villacampa I, Chen JC, Spätig P, et al (2018) Helium bubble evolution and hardening in 316L by post-implantation annealing. J Nucl Mater 500:389–402. doi: 10.1016/j.jnucmat.2018.01.017
- Villacampa I, Chen JC, Spätig P, et al (2017) Helium effects on IASCC susceptibility in as-implanted solution annealed, cold-worked and post-implantation annealed 316L steel. Corros Eng Sci Technol 52:567–577. doi: 10.1080/1478422X.2017.1323709
- Vo HT, Reichardt A, Frazer D, et al (2017) In situ micro-tensile testing on proton beam-irradiated stainless steel. J Nucl Mater. doi: 10.1016/j.jnucmat.2017.06.026
- Volkert CA, Lilleodden ET (2006) Size effects in the deformation of sub-micron Au columns. Philos Mag 86:5567–5579. doi: 10.1080/14786430600567739
- Wang Q, Cochrane C, Long F, et al (2018) Micropillar compression study on heavy ion irradiated Zr-2.5Nb pressure tube alloy. J Nucl Mater 511:487–495. doi: 10.1016/j.jnucmat.2018.09.021

- Wang R, Xu C, Liu X, et al (2015) The studies of irradiation assisted stress corrosion cracking on reactor internals stainless steel under Xe irradiation. *J Nucl Mater* 457:130–134. doi: 10.1016/j.jnucmat.2014.11.019
- Was GS (2017) *Fundamentals of Radiation Materials Science*. Springer
- Was GS, Allen T (1993) Intercomparison of microchemical evolution under various types of particle irradiation. *J Nucl Mater* 205:332–338. doi: 10.1016/0022-3115(93)90097-1
- Was GS, Andresen PL (2012) 6 - Irradiation assisted corrosion and stress corrosion cracking (IAC/IASCC) in nuclear reactor systems and components. In: Féron D (ed) *Nuclear Corrosion Science and Engineering*. Woodhead Publishing, pp 131–185
- Was GS, Averbach RS (2012) Radiation damage using ion beams. In: *Comprehensive Nuclear Materials*, Elsevier Science. Koning, Rudy J. M., pp 175–221
- Was GS, Bruemmer SM (1994) Effects of irradiation on intergranular stress corrosion cracking. *J Nucl Mater* 216:326–347. doi: 10.1016/0022-3115(94)90019-1
- Was GS, Jiao Z, Busby JT, Box PO (2004) Contribution of localized deformation to IGSCC and IASCC. 8
- Watanabe T, Tsurekawa S (1999) The control of brittleness and development of desirable mechanical properties in polycrystalline systems by grain boundary engineering. *Acta Mater* 47:4171–4185. doi: 10.1016/S1359-6454(99)00275-X
- Weaver JS, Pathak S, Reichardt A, et al (2017) Spherical nanoindentation of proton irradiated 304 stainless steel: A comparison of small scale mechanical test techniques for measuring irradiation hardening. *J Nucl Mater* 493:368–379. doi: 10.1016/j.jnucmat.2017.06.031
- West EA, Was GS (2013) Strain incompatibilities and their role in intergranular cracking of irradiated 316L stainless steel. *J Nucl Mater* 441:623–632. doi: 10.1016/j.jnucmat.2012.10.021
- Wheeler JM, Armstrong DEJ, Heinz W, Schwaiger R (2015) High temperature nanoindentation: The state of the art and future challenges. *Curr Opin Solid State Mater Sci* 19:354–366. doi: 10.1016/j.cossms.2015.02.002
- Wheeler JM, Michler J (2013) Elevated temperature, nano-mechanical testing in situ in the scanning electron microscope. *Rev Sci Instrum* 84:045103. doi: 10.1063/1.4795829
- Xu C, Zhang L, Qian W, et al (2016) The Studies of Irradiation Hardening of Stainless Steel Reactor Internals under Proton and Xenon Irradiation. *Nucl Eng Technol* 48:758–764. doi: 10.1016/j.net.2016.01.007
- Yang Y, Chen Y, Huang Y, et al (2012) Irradiation Microstructure of Austenitic Steels and Cast Steels Irradiated in the BOR-60 Reactor at 320°C. Jeremy T. Busby, Gabriel Ilevbare and Peter L. Andersen, Colorado Springs, p 2137
- Yano KH, Swenson MJ, Wu Y, Wharry JP (2017) TEM in situ micropillar compression tests of ion irradiated oxide dispersion strengthened alloy. *J Nucl Mater* 483:107–120. doi: 10.1016/j.jnucmat.2016.10.049
- Zhang H, Schuster BE, Wei Q, Ramesh KT (2006) The design of accurate micro-compression experiments. *Scr Mater* 54:181–186. doi: 10.1016/j.scriptamat.2005.06.043
- Zhao X, Strickland DJ, Derlet PM, et al (2015) In situ measurements of a homogeneous to heterogeneous transition in the plastic response of ion-irradiated  $\langle 111 \rangle$  Ni microspecimens. *Acta Mater* 88:121–135. doi: 10.1016/j.actamat.2015.01.007
- Ziegler JF, Biersack JP, Ziegler MD (2008) *SRIM - The Stopping and Range of Ions in Matter*

Zinkle SJ (2012) 1.03 - Radiation-Induced Effects on Microstructure\* A2 - Konings, Rudy J.M. In: Comprehensive Nuclear Materials. Elsevier, Oxford, pp 65–98

Zinkle SJ, Maziasz PJ, Stoller RE (1993) Dose dependence of the microstructural evolution in neutron-irradiated austenitic stainless steel. J Nucl Mater 206:266–286. doi: 10.1016/0022-3115(93)90128-L





## Liste des abréviations utilisées

AFM	<i>Atomic Force Microscope</i> : Microscope à force atomique
Appm	<i>Atomic Parts Per Million</i> : Parties par million d'atomes
CC	Maille Cubique Centrée
CFC	Maille Cubique à Face Centrée
CERT	<i>Constant Extension Rate Test</i> : Essai à vitesse d'élongation constante
CSC	Corrosion Sous Contrainte
CSL	<i>Coincident Site Lattice</i> : maille à site coïncident
dpa	Déplacement Par Atome
EBS	<i>Electron BackScatter Detection</i> : Détection d'électrons rétro-diffusés
EDX	<i>Energy-Dispersive X-ray</i> : dispersion en énergie par rayons X
EELS	<i>Electron Energy Loss spectroscopy</i> : Spectroscopie par perte d'énergie électronique
EFE	Energie de Faute d'Empilement
FEG	<i>Field Emission Gun</i> (Canon à émission de champ)
FIB	<i>Focused Ion beam</i> : Faisceau d'ions focalisés
FSD	<i>Forward Scattered Detector</i> : Détecteur à électrons pro-diffusés
GDMS	<i>Glow Discharge Mass Spectrometry</i> : Spectroscopie à décharge lumineuse
GG	Gros Grains (nuance d'acier)
GN	Grains Normaux (nuance d'acier)
GND	<i>Geometrically Necessary Dislocations</i> : Dislocations géométriquement nécessaires
IASCC	<i>Irradiation Assisted Stress Corrosion Cracking</i> : Corrosion sous contrainte assistée par irradiation
ICPS	<i>Induction Coupled Plasma Spectroscopy</i> : spectroscopie à plasma à couplage inductif
IGSCC	<i>InterGranular Stress Corrosion Cracking</i> : corrosion sous contrainte à fissuration intergranulaire
LVDT	<i>Linear Variable Differential Transformer</i>
MEB/SEM	Microscopie Electronique à Balayage/ <i>Scanning Electronic Microscopy</i>
MET/TEM	Microscopie Electronique par Transmission/ <i>Transmission Electronic Microscopy</i>
OPS	<i>Oxide Polishing Solution</i> : solution d'oxyde pour le polissage
PG	Petits grains (nuance d'acier)
PKA	<i>Primary Knock-on Atom</i> : Premier atome frappé
REB	Réacteurs à Eau Bouillante
REP	Réacteurs à Eau Pressurisée
RNR	Réacteur à Neutrons Rapides
SAT	Sonde Atomique Tomographique
SSRT	<i>Slow Strain Rate Test</i> : Essai à vitesse de déformation lente

## Liste des figures

Figure I-1 : Schéma de la synergie entre la corrosion, du matériau, de l'irradiation et de la sollicitation mécanique sur le phénomène d'IASCC et image d'une coupe d'une vis de liaison fissurée provenant d'un REP (Tanguy 2011). .....	10
Figure I-2 : Flux neutroniques de différents réacteurs expérimentaux. (Pokor 2003). .....	11
Figure I-3 Evolution des populations de défauts d'irradiation en fonction de la température d'irradiation. D'après (Zinkle et al. 1993) .....	12
Figure I-4 : a) Evolution de la densité et la taille des boucles de Frank en fonction de la dose d'irradiation (Bruemmer et al. 1999). b) Evolution de la densité des boucles de Frank en fonction de la température d'irradiation pour des irradiations aux ions (Michaut 2017). .....	13
Figure I-5: a) Cavités dans l'acier 316 irradié aux neutrons rapides à $4,5.10^{22}n/cm^2$ à 510°C (Cawthorne and Fulton 1967). b) Cavités dans l'acier 316 contenant de l'hélium et irradié aux ions carbone à 500°C (Nelson et al. 1970). .....	14
Figure I-6 : a) Cavités observées dans un acier 316L irradié aux ions hélium à 0,3 dpa à 550°C (Jublôt-Leclerc et al. 2015), b) bulles observées après implantation d'hélium dans un acier 316L suivie d'un recuit à haute température (Villacampa et al. 2018), c) et d) cavités observées autour d'un joint de grains général et d'un joint de grains CSL dans un acier Fe-15Cr-15Ni irradié aux neutrons jusque 18 dpa à 476°C : les cavités sont facettées et une zone dénudée de cavités est présente autour du joint de grains général (Sekio et al. 2015). 15	15
Figure I-7: Profil de concentration en chrome, nickel, silicium et phosphore autour d'un joint de grains d'un acier austénitique inoxydable irradié aux neutrons évaluée par sonde atomique tomographique (Toyama et al. 2012). .....	16
Figure I-8 : Schématisation des effets Kirkendall inverse (Bruemmer et al. 1999) et d'association d'interstitiels. La ségrégation élémentaire est induite par la diffusion préférentielle des éléments d'alliages vers ou en dehors des puits. ....	17
Figure I-9 : Modélisation a) des effets de la dose et b) de la température sur le niveau de ségrégation intergranulaire en prenant en compte différents flux de doses ( $K_0$ ) exprimés par rapport à l'évolution de la diminution du taux de chrome. Les irradiations aux ions lourds correspondent à des flux de dose compris entre $10^{-5}$ dpa/s et $10^{-3}$ dpa/s. Schémas tirés de (Was 2017). .....	18
Figure I-10 : Essai de traction en MET in-situ. La dislocation est épinglée par une cavité. La cavité empêche le déplacement libre de la dislocation qui a besoin d'une contrainte plus importante pour s'en libérer. ....	19
Figure I-11 : Evolution de la courbe contrainte-déformation pour des aciers austénitiques inoxydables irradiés (Pokor et al. 2004a). La limite d'élasticité augmente et la ductilité diminue après irradiation. ....	20
Figure I-12 : Evolution de la limite d'élasticité d'aciers austénitiques inoxydables en fonction de la dose pour des irradiations réalisées à des températures REL. Le durcissement sature avec la dose. La courbe « MRP Curve » (Material Reliability Program) estime la limite d'élasticité avec la dose. (Chopra and Rao 2011) .....	21
Figure I-13 : Limite d'élasticité en fonction de la température d'irradiation pour un acier 316 hyperefforté et PCA (« Prime Candidate Alloy ») dans différents réacteurs, d'après (Pawel et al. 1996). La limite d'élasticité évolue peu pour des températures rencontrées en REP. ....	21
Figure I-14. Evolution de la vitesse de propagation d'une fissure sur un acier 304 en fonction de la teneur du milieu en oxygène. Lorsque la quantité d'oxygène devient nulle ( $t=1508h$ ), la fissure se propage encore mais sa vitesse de propagation diminue considérablement (Andresen and Was 2012). .....	23
Figure I-15: Schémas explicatifs des joints de grains CSL. Les cercles représentent les sites en commun. a) le joint $\Sigma 3$ sépare deux grains ayant 1/3 de leurs sites en commun. b) la différence entre un joint $\Sigma 3$ cohérent et un joint $\Sigma 3$ incohérent consiste en l'orientation du plan du joint (Bettayeb et al. 2018). .....	24
Figure I-16. Images MEB montrant l'effet de la dose d'irradiation sur la couche d'oxyde formée en surface d'un acier 304 irradié (protons 2 MeV, à 360°C de 0,5 à 5 dpa) et oxydé en milieu REP pendant 500h (Deng et al. 2017). .....	25
Figure I-17. Influence de la fluence d'irradiation sur le pourcentage de fissuration intergranulaire sur des aciers austénitiques en milieu REP. D'après (Andresen and Was 2012). ....	26
Figure I-18: Schéma des différentes contributions microstructurales et mécaniques à la fissuration intergranulaires. D'après (Bruemmer et al. 1999). ....	27
Figure I-19: Influence de la distance de diffusion de fer, représentative du niveau de recuit, sur la réduction des effets d'irradiation dont la ségrégation, le durcissement et l'IASCC (Was 2017). ....	28

Figure I-20 : Evolution de la sensibilité à la fissuration intergranulaire en fonction a) de la limite d'élasticité de différents aciers irradiés (Andresen and Was 2012) et b) de la dose d'irradiation pour un même niveau de dureté (Hash et al. 2004). .....	28
Figure I-21 : a) Cliché par MET d'un joint de grains (noté GB) avec un glissement discontinu des dislocations qui provoquent la déformation élastique, et donc un contraste au MET, de l'autre côté du joint de grains. b) Image MEB à la surface d'un échantillon au niveau d'un joint de grains où le glissement est discontinu. Ce glissement discontinu peut mener à la fissuration (en rouge) ou non (en bleu). Les lignes vertes permettent de se rendre compte que les segments du joint de grain ne sont pas alignés entre eux (He et al. 2017). .....	30
Figure I-22 : Caractérisation par microscopie électronique en transmission de plusieurs zones d'une vis irradiée en REP. Différentes populations de cavités sont présentes en fonction de la dose et de la température d'irradiation (Edwards et al. 2003). .....	31
Figure I-23 : Observations par MET des bandes claires après déformation (a) dans un acier 316 irradié aux neutrons (Renault-Laborne et al. 2018) et (b) dans un acier 304 irradié aux protons (Jiao and Was 2010). Les cavités sont déformées dans l'échantillon irradié aux neutrons contrairement à celles dans l'échantillon irradié aux protons. ....	32
Figure I-24 : Corrélation de la microstructure avec la localisation de la déformation pour des aciers austénitiques irradiés aux protons à 1 et 5 dpa et déformés par CERT à 1% et 3%. Le niveau de localisation de la déformation est estimé par le rapport entre espacement et hauteur des bandes claires. Alors que la densité des boucles de Frank ne semble pas avoir d'influence, leurs tailles semblent augmenter la localisation de la déformation, contrairement à la densité et à la taille des cavités, qui semblent induire une réduction de la localisation. ....	32
Figure I-25: Images MET de la population de bulles d'hélium dans l'acier et fractographie par MEB après un essai micromécanique au niveau d'un joint de grains pour chaque condition d'irradiation. A faible concentration d'hélium même après recuit, la fissure est ductile et transgranulaire. La fissuration devient intergranulaire et fragile à partir de 2% d'hélium. Le recuit à 650°C du matériau implanté avec 10% d'hélium induit un nouveau changement du mode de fissuration, qui devient intergranulaire et ductile. ....	34
Figure I-26 : Décalage en température à appliquer pour simuler l'irradiation aux neutrons par les ions. ....	37
Figure I-27 : Irradiation aux ions nickel et hélium d'un acier 316. L'implantation d'hélium (correspondant aux points « dual ion ») a pour effet d'augmenter la densité de cavités et de diminuer leur diamètre (Farrell and Packan 1979). ....	38
Figure I-28 : Densités et tailles des cavités d'un acier 304 irradié aux ions Si en présence d'hélium en fonction de la température, pour trois modes d'implantation différents : la coimplantation (« simultaneous »), la pré-implantation à température ambiante (cold) et à la température d'irradiation (« hot ») (Choyke et al. 1979). Parmi les 3 modes, la pré-implantation à température ambiante est le mode donnant les cavités les plus petites et les plus nombreuses. ....	39
Figure I-29 : Représentation des niveaux de difficultés de différents types d'essais micromécaniques (Hosemann 2018). ....	40
Figure I-30 Courbe de charge-décharge pour un essai de nanoindentation. ....	41
Figure I-31 : Nanoindentation sur du cuivre monocristallin. Caractérisation de l'effet de taille par la méthode de Nix et Gao d'après (Liu and Ngan 2001). La surface polie mécaniquement est plus dure que la surface polie par électroérosion. Cependant, en évaluant l'effet de taille, la dureté du matériau (à profondeur infinie) est équivalente. ....	42
Figure I-32 : Exemple de préparation de piliers cylindriques par deux méthodes (Hütsch and Lilleodden 2014) et (Singh et al. 2010). En haut, les parties grisées représentent les zones abrasées. a) La préparation par abrasion annulaire provoque un angle relativement important entre la base et le sommet du pilier (4° dans ce cas). b) la préparation par la préparation par détournage (à droite) efface ce défaut. ....	45
Figure II-1 : Evolution de la sensibilité des aciers 304 et 316 irradiés à la fissuration sous milieu désoxygéné en fonction de la dose. D'après (Bruemmer et al. 2000). ....	50
Figure II-2: Diagramme de Schaeffler (Schaeffler 1949). Estimation du taux de ferrite en fonction de la composition de l'acier. Le point rouge représente le taux de ferrite estimé d'après la composition du matériau de cette étude. ....	51
Figure II-3: Clichés pris au microscope optique des faces LS, LT et ST après attaque chimique. La ferrite correspond aux zones sombres sur les micrographies. ....	53
Figure II-4 : Microstructure en fonction de l'orientation métallographique. Reconstruction d'images prises par microscopie optique après attaque d'un échantillon issu de l'acier de la nuance GV20 étudiée. Une éprouvette	

de type dog-bone est schématisée sur ce cube, pour situer la direction métallurgique des éprouvettes prélevées. ....	53
Figure II-5 : Figure de pôle inverse de la face LT de l'acier 304L à l'étude. Les points noirs correspondent à la ferrite. ....	54
Figure II-6 Distribution des désorientations dans l'austénite et distribution aléatoire de MacKenzie. Le matériau à l'étude n'a pas de texture cristallographique. ....	54
Figure II-7 : Cartographies EBSD (même zone que la Figure II-5) représentant a) les joints de grains fortement désorientés en noir et les CSL en couleur (voir encadré sur l'image) et b) Les facteurs de Schmid maximum des grains sollicités en traction. L'encadré représente la distribution des facteurs de Schmid. ....	55
Figure II-8: Courbes contrainte-déformation de l'acier GV20 à l'étude, à température ambiante et à 340°C. .56	
Figure II-9 : Géométries des éprouvettes de traction et des barres utilisées.....	58
Figure II-10: Porte échantillon utilisé pour les irradiations aux ions lourds. a) Eprouvettes et barres placées dans le porte-échantillon. b) Porte-échantillon placé dans la chambre d'irradiation avec les thermocouples connectés. c) En regard des échantillons, les sorties de faisceau et cages de Faraday. d) Après irradiation, visualisation de l'empreinte laissée par le faisceau d'ions. ....	59
Figure II-11: Support de polissage. 6 éprouvettes et 8 barres sont disposées sur ce support. Deux barres sacrificielles sont utilisées sur les côtés pour éviter d'avoir des bords arrondis sur les barres irradiées. Une barre et une éprouvette excédentaires permettent d'assurer un couple d'échantillons de remplacement en cas de problème entre la phase de polissage et d'irradiation. ....	60
Figure II-12 Diminution d'épaisseur par polissage. Les poinçons en surface permettent de suivre la perte d'épaisseur. ....	61
Figure II-13 : Profil de création de lacunes généré par la simulation d'une irradiation aux ions fer 10 MeV à incidence normale sur l'acier austénitique. ....	62
Figure II-14: Chambre 3F de Jannus avec le dégradeur installé en regard de la sortie du faisceau He. ....	63
Figure II-15 : a) Profil d'implantation des ions hélium accélérés à 1 MeV. b) Profil d'implantation des ions hélium dans l'acier 304 en utilisant un dégradeur à 5 épaisseurs d'Al. ....	64
Figure II-16: Profil d'implantation des ions hélium lors de l'irradiation Fe-He-600. ....	65
Figure II-17 : Clichés après irradiations des supports d'irradiations pour toutes les irradiations Fe-600, Fe-450, Fe-He-600 et Fe-He-450. Les marques d'irradiations ne sont pas parfaitement centrées. ....	67
Figure II-18 Analyse MET d'un échantillon après l'irradiation Fe-He-450. a) Cliché de diffraction proche de l'axe de zone [110] montrant des trainées de diffusion correspondant aux boucles de Frank. b) Champ sombre correspondant aux faisceaux cerclés de rouge, montrant les boucles de Frank d'une seule famille. ....	68
Figure II-19 Etapes de polissage électrolytique. La face irradiée est représentée en vert, la face non irradiée en gris. L'échantillon est aminci mécaniquement jusqu'à 100 µm puis sectionné en plusieurs morceaux par poinçonnage. L'échantillon ainsi obtenu est ensuite mis sous tension sous un jet d'électrolyte pour l'amincir en son centre. L'échantillon se retrouve percé d'un trou idéalement circulaire. Les bords de ce trou sont transparents aux électrons (<100 nm). ....	70
Figure II-20 : Etapes de fabrication d'une lame MET par FIB depuis un échantillon massif. a) Dépôt de platine sur la zone d'intérêt, b) première tranchée creusée, c) deuxième tranchée creusée, d) collage de l'extrémité de l'Omniprobe sur la lame et e) séparation de la lame de l'échantillon massif. f) Collage de la lame sur un support dédié en cuivre et h) amincissement de la lame jusqu'à une épaisseur inférieure à 100 nm. ....	71
Figure II-21 : Schéma d'une grille d'indentation à la surface d'un échantillon. La zone rouge représente la couche irradiée de 2,5 µm de profondeur. ....	72
Figure II-22 : Evolution typique de la charge en fonction de la profondeur lors d'un essai de nanoindentation. La profondeur plastique est déterminée par le prolongement linéaire de la décharge. ....	73
Figure II-23 : Schéma d'essai de nanoindentation à différentes profondeurs. A partir d'une certaine profondeur, le volume sondé ne contient plus uniquement une microstructure irradiée. Figure tirée de (Gupta et al. 2018) .....	74
Figure II-24 : Décomposition des résultats tirés d'un essai de nanoindentation par la méthode de Nix-Gao. ...	74
Figure II-25 Dispositif Femtotoools pour la mesure de charge lors des essais de microcompression .....	76
Figure II-26: Etapes de fabrication de la pointe diamant du nanoindenteur du CEMES. a-b) Gravure de la forme de la pointe, c-e) gravure de la base de la pointe (sont entourés en rouge les redépôts lors de la gravure), f-g) séparation de la pointe et du diamant à l'aide de l'omniprobe, h) gravure de la forme de la pointe à l'extrémité de la cellule Femtotoools, i) dépôt de la pointe à l'extrémité de la cellule Femtotoools, j) collage (1) de la pointe à la cellule Femtotoools et séparation (2) du micromanipulateur, k) collage de l'ensemble de la pointe, l) nettoyage du bout de la pointe pour la rendre parfaitement plate. ....	77
Figure II-27 : Photographie, vue de dessus du dispositif de microcompression utilisé dans cette étude .....	78

Figure II-28: Calibration de la cellule de charge; flexion d'une poutre en silicium et schématisation de l'expérience. ....	79
Figure II-29 : Configurations possibles pour la fabrication des piliers. La zone rouge représente la couche irradiée de 2,5 $\mu\text{m}$ et la zone blanche le substrat non irradié. A gauche, le pilier est perpendiculaire à la surface irradiée. A droite, le pilier est parallèle à la surface irradiée. La configuration de gauche est utilisée dans cette étude. ....	80
Figure II-30 : Micro-pilier avant compression. Son diamètre est d'environ 1 $\mu\text{m}$ . ....	81
Figure II-31: Essai de microcompression. Les piliers se trouvent au cœur de l'échantillon, nécessitant un tilt du dispositif pour observer les piliers lors de l'essai. Les zones en rouge correspondent à la microstructure irradiée. ....	82
Figure II-32: Essai de microcompression. Les piliers se trouvent au bord de l'échantillon, ne nécessitant aucun tilt du dispositif pour observer les piliers lors de l'essai. Les zones en rouge correspondent à la microstructure irradiée. ....	82
Figure II-33: Images MEB de la surface d'un échantillon testé par SSRT. Image prise en électrons secondaires (gauche) et image prise en électrons rétrodiffusés (droite). Les fissures sont plus discernables sur le cliché pris avec des électrons rétrodiffusés. ....	84
Figure II-34 : Image MEB de la surface d'un échantillon testé par SSRT. Les fissures sont indiquées par une flèche rouge. Les flèches blanches indiquent un joint de grain non fissuré. Les segments bleus représentent la manière avec laquelle sont mesurées les longueurs de fissures ....	85
Figure II-35 : Schéma de l'éprouvette de traction utilisée. Les carrés noirs au sein des zones irradiées et non irradiées sont les zones cartographiées après les essais de traction lente en autoclave. ....	85
Figure II-36 : Dispositif de traction in-situ développé par Micromecha.....	86
Figure II-37 : Les diodes FSD situées sous le détecteur EBSD permettent d'obtenir un contraste d'orientation et topographique. ....	87
Figure II-38 : Images MEB lors d'un essai de traction à température ambiante. A 0,8% de déformation, les bandes de glissement sont clairement visibles sur le cliché FSD (à droite) contrairement au cliché pris en mode électrons rétrodiffusés (à gauche). ....	88
Figure II-39 : Exemple d'images FSD prises avant et après déformation d'un échantillon lors d'un essai de traction en MEB in-situ. ....	88
Figure III-1 : Images MET montrant les cavités présentes après irradiations (de haut en bas) Fe-450, Fe-He-450, Fe-600 et Fe-He-600. Les profils d'irradiation (en bleu) et d'implantation des ions fer (orange) et hélium (vert) sont superposés sur ces images. La surface libre se trouve à gauche. ....	92
Figure III-2 : Observation par MET des cavités après les 4 irradiations réalisées. La surface d'irradiation est à gauche des images. Dans l'acier irradié Fe-He-450 ou Fe-450, un faible facettage apparaît sur les plus grosses cavités. Les cavités apparaissent clairement facettées après irradiation Fe-600. Deux types de cavités coexistent dans l'acier irradié Fe-He-600 : des petites cavités sphériques supposées pressurisées par l'hélium et des grosses cavités facettées supposées vides ou contenant très peu d'hélium. ....	93
Figure III-3 : Observation par MET des cavités après les 4 irradiations réalisées. Images des cavités à plus fort grossissement. ....	93
Figure III-4 : Distributions de la taille (diamètre) des cavités en fonction des conditions d'irradiations. ....	94
Figure III-5 : Distribution de tailles, densités et fractions volumiques des cavités en fonction de la profondeur d'irradiation dans les matériaux irradiés (de haut en bas) Fe-450, Fe-He-450, Fe-600 et Fe-He-600. Les zones bleutées représentent les zones d'implantation des ions hélium calculées par SRIM. ....	96
Figure III-6 : Evolution des tailles et densités de cavités après irradiation, en fonction de la dose. ....	97
Figure III-7 : Observations MET de cavités intergranulaires dans le cas des irradiations Fe-He-450 (a) et Fe-He-600 (b). ....	99
Figure III-8: Boucles de Frank imagées par la technique Rel-Rod dans les échantillons irradiés Fe-450 et Fe-He-450. ....	99
Figure III-9 : a) Distribution des tailles de boucles de Frank et b) Evolution de la taille et c) de la densité des boucles de Frank en fonction de la profondeur pour les irradiations Fe-450 et Fe-He-450. ....	100
Figure III-10 : Evolution de la densité et de la taille des boucles de Frank en fonction de la dose. ....	101
Figure III-11 : Comparaison des tailles et densité de cavités obtenues dans cette étude (points rouges) avec les résultats d'irradiations d'aciers austénitiques aux ions lourds, en fonction de la température d'irradiation. Les irradiations avec implantation d'hélium ont été séparées des irradiations sans implantation. ....	103
Figure III-12 : Comparaison des tailles et densité de boucles de Frank obtenues dans cette étude (points rouges) avec les résultats d'irradiations d'aciers austénitiques aux ions lourds, en fonction de la température d'irradiation. ....	103

Figure III-13 : Préparation d'une pointe SAT contenant un joint de grain. ....	105
Figure III-14 : a) Reconstruction de la pointe SAT après analyse et b) composition au niveau du joint de grain. Une augmentation de la composition en Ni et Si est accompagnée d'une diminution en Cr et Fe. ....	106
Figure III-15 : Caractérisation par MET-EDX de la ségrégation chimique autour d'un joint de grain dans l'acier irradié Fe-450. La ligne rouge représente la limite entre la couche irradiée et le substrat non irradié. ....	107
Figure III-16 : Caractérisation par MET-EDX de la ségrégation chimique autour d'un joint de grain irradié dans l'acier irradié Fe-600. ....	107
Figure III-17 Evolution de la dureté en fonction de la profondeur d'indentation pour chaque irradiation. Le premier graphe donne l'évolution de la dureté pour les irradiations à 600°C, tandis que le second pour les irradiations à 450°C. L'inflexion des courbes est représentée par un trait vertical. ....	111
Figure III-18 : a) Analyse de la population de cavités dans un acier irradié aux ions hélium 1,2 MeV. La densité de cavités crée n'est pas homogène dans la profondeur. B) Analyse du durcissement induit par cette irradiation. L'hétérogénéité de la population de cavités n'influe que très peu sur le profil de dureté. $h_c$ représente la profondeur d'indentation limite n'évaluant que la couche irradiée. La zone entourée représente la profondeur d'indentation dont la zone plastique s'étend au niveau de la zone dense en cavités (Lei et al. 2018). ....	113
Figure III-19 : Durcissement calculé d'après les tailles et densités de défauts déterminées par les analyses MET en fonction des durcissements mesurés par nanoindentation en utilisant la somme quadratique ou linéaire des contributions des défauts d'irradiation au durcissement. ....	115
Figure III-20: Comparaison des durcissements obtenus par rapport aux données de la littérature pour des irradiations aux neutrons (Pokor et al. 2004b). ....	116
Figure III-21 : Image MEB avant et après déformation de piliers non irradiés (P1_NI et P2_NI) et de piliers irradiés Fe-450 (P1_IR et P3_IR). Les piliers déformés sont imagés à 90° de côté par rapport au premier angle de vue pour observer la déformation sous un autre angle. La barre d'échelle représente 1 µm. Les flèches noires indiquent les traces de glissement sur les côtés des piliers déformés. ....	118
Figure III-22 : Courbes contrainte conventionnelle-déformation pour les piliers irradiés et non irradiés de 1 µm de diamètre. ....	119
Figure III-23: Schématisation des piliers irradiés de 1 µm et de 0,5 µm de diamètre. ....	120
Figure III-24 : Courbes contraintes résolues-déformation pour les essais en compression des piliers non irradiés de différents diamètres. Les essais ont été décalés en abscisses pour permettre de mieux les distinguer entre eux. La courbe intitulée « Traction conventionnelle » correspond à un essai de traction standard réalisé sur une éprouvette standard à température ambiante. ....	121
Figure III-25 : Courbes contrainte conventionnelle-déformation pour les piliers irradiés de 500 nm et de 1 µm de diamètre. ....	122
Figure III-26 : Prélèvement des piliers par FIB pour observation au MET. a) et b) Images MEB d'un pilier non irradié (7%) et d'un pilier irradié (4%) après déformation. Les traces de glissement (émergences de plans de glissement à la surface) sont clairement visibles. c) et d) images MEB prises à 52° d'inclinaison, après amincissement des piliers. Les bases des piliers, correspondant à une profondeur avant déformation de 2,5 µm, sont indiquées. e) et f) clichés MET des piliers. ....	123
Figure III-27 : Projection stéréographique associée à l'image MET du pilier irradié. Les traces correspondent au glissement dans le plan (1-1-1) dans la direction [110]. ....	124
Figure III-28 : Essais de microcompression issus de la littérature (Grieverson et al. 2012; Reichardt et al. 2017). Les essais de Reichardt sur acier 304 montrent une déformation localisée dans le cas du pilier irradié, tandis que les essais de Grieverson sur le fer pur montrent une déformation plus localisée dans le cas du pilier non irradié. ....	127
Figure III-29 : Images MEB en électrons rétrodiffusés de la surface des éprouvettes irradiées et testées en SSRT jusqu'à 4% de déformation plastique en fonction des conditions d'irradiation. La sensibilité à la fissuration est différente selon l'irradiation menée. Les flèches indiquent les fissures quantifiées. ....	131
Figure III-30: Fissure observée sur une éprouvette irradiée Fe-He-600 déformée en milieu REP jusque 7%. ..	132
Figure III-31 : Distribution des longueurs de fissures en fonction des conditions d'irradiations. ....	132
Figure III-32 : Fissure examinée en 3D par découpes FIB (Fe-450 déformée à 4%). ....	133
Figure III-33 : Images MEB et FIB de la préparation de l'échantillon avant l'analyse 3D (Fissure montrée sur la figure III-28). Des tranchées (zones bleutées) sont réalisées sur les côtés et sur le devant afin d'évacuer la matière abrasée par le FIB pour éviter au mieux les redépôts. ....	134
Figure III-34 : Analyse en trois dimensions d'une fissure après irradiation Fe-450 et essais SSRT en milieu REP. a) images successives obtenues lors de l'analyse, montrant le parcours de la fissure dans le matériau. b-c-d-e) reconstruction 3D de la fissure, permettant de l'imager dans son ensemble. ....	135

Figure III-35 : a) Fissure sur une éprouvette irradiée Fe-450 et testée par SSRT jusque 4% de déformation plastique. b) image MEB de la fissure après prélèvement FIB. L'image montre la lame inclinée à 52°. c) analyse MET de la fissure. Les flèches rouges indiquent la présence d'une bande claire. Cette bande est la seule ayant pu être observée dans la lame MET. ....	137
Figure III-36 : Cavités observées par MET autour d'une fissure issue d'un échantillon irradié Fe-450 et déformé en milieu REP. ....	138
Figure III-37 : Cartographie EBSD d'une éprouvette irradiée Fe-He-450. Une grande proportion (36%) de la surface est de phase CC. Cette phase correspond à de la martensite. ....	139
Figure III-38 : Evolution de la sensibilité à la fissuration avec le durcissement. ....	140
Figure IV-1 : Traitement thermiques appliqués pour l'obtention du 304-PG et 304-GG. a) Photographie des plaques d'acier laminées à ~50% (environ 100*30*5 mm <sup>3</sup> ) avant le traitement thermique b) évolution de la température des plaques en fonction du temps lors du traitement à 850°C pendant 10s c) photographie de la plaque d'acier non laminée (environ 100*30*5 mm <sup>3</sup> ) avant son enfournement d) évolution de la température de la plaque non laminée lors du traitement à 1100°C pendant 1h30 (Remerciements T.Guilbert, SRMA,CEA). ....	145
Figure IV-2 : Cartographies EBSD de l'acier GV20 après les différents traitements thermomécaniques effectués. ....	146
Figure IV-3 : Distributions de la taille de grains pour les 3 aciers à l'étude. ....	146
Figure IV-4 : Courbes conventionnelles contrainte déformation plastique pour des matériaux GG, GN et PG testés en traction simple à 340°C. ....	147
Figure IV-5 : Profil d'endommagement et d'implantation des ions fer lors des irradiations à 5 et 10 dpa. ....	148
Figure IV-6 : Evolution de la dureté <sup>2</sup> en fonction de l'inverse de la profondeur d'indentation ....	149
Figure IV-7 : Mise en évidence de la phase CC dans la zone irradiée (éprouvette GG à 10 dpa). a) Cartographie de phase au niveau de la frontière entre les zones irradiée et non irradiée, montrant une forte proportion de phase CC dans la zone irradiée. b) Cartographie de contraste de bande, permettant d'évaluer la qualité de résolution de la cartographie, permettant de déterminer où se trouve la frontière entre les deux zones. ....	152
Figure IV-8 : a-c) Analyse MEB-EDS au niveau de la frontière entre la zone irradiée et la zone non irradiée. La composition de la phase CC, au niveau de la surface rugueuse, ne montre pas de différence avec la matrice austénitique. d) cliché FSD sur la partie irradiée à 10 dpa de la nuance 304_GG, la phase CC se distingue par son apparence rugueuse. ....	153
Figure IV-9 : Polissage incrémental d'un échantillon irradié contenant de la martensite. A 2,6 µm de profondeur sous la surface irradiée, la phase CC a quasiment été supprimée. ....	153
Figure IV-10 : Courbes contraintes-déformation pour les essais in-situ réalisés sur les 3 nuances. ....	154
Figure IV-11 : Comparaison des essais de traction réalisés in-situ et des essais réalisés ex-situ (paragraphe IV.A). ....	155
Figure IV-12 : Schéma pour obtenir les courbes contrainte-déformation de la couche irradiée. La courbe orange correspond à la courbe pour l'échantillon testé bi-couche (principalement non irradié) et la courbe bleue à la courbe pour la couche irradiée uniquement. ....	156
Figure IV-13 : Courbes contraintes déformation pour les essais in-situ après réévaluation de la pente élastique et de la limite d'élasticité pour les nuances irradiées. ....	156
Figure IV-14 : Clichés FSD de l'éprouvette GG_NIR déformée à trois niveaux différents. Aucune bande n'est présente à 67% de la limite d'élasticité, mais elles sont nombreuses à 93%. A 4% de déformation plastique, la quantité de bande de glissement émergent est très importante. ....	157
Figure IV-15 : Clichés FSD pris à différents niveaux de contraintes sur l'acier GN irradié et non irradié. Pour l'acier non irradié, à 133 MPa soit 73% de Rp <sub>0,2</sub> , une bande de glissement apparaît à la surface, tandis qu'il faut atteindre 294 MPa soit 26% de Rp <sub>0,2</sub> sur l'acier irradié. A un niveau de déformation élastique de 92%Rp <sub>0,2</sub> , les bandes de glissement sont plus nombreuses sur l'acier irradié. A des niveaux de déformation plastique proches, (0,6% et 0,69%), de très nombreuses bandes sont présentes. Les flèches indiquent le même grain pour chaque échantillon et permettent de constater l'apparition des bandes de glissement en surface. ....	159
Figure IV-16 : Clichés FSD pris à différents niveaux de contraintes sur l'acier PG irradié et non irradié. Pour l'acier non irradié, à 170 MPa soit 63% de Rp <sub>0,2</sub> , une bande de glissement apparaît à la surface, tandis qu'il faut atteindre 270 MPa soit 30% de Rp <sub>0,2</sub> sur l'acier irradié. A un niveau de déformation élastique similaire (53%Rp <sub>0,2</sub> et 52%Rp <sub>0,2</sub> ), les bandes de glissement sont plus nombreuses sur l'acier irradié. A un même niveau de déformation plastique, (0,6% et 0,69%), de très nombreuses bandes sont présentes. Les flèches indiquent le même grain pour chaque échantillon et permettent de constater l'apparition des bandes de glissement en surface. ....	160



## Liste des figures

---

Figure IV-17 : Clichés FSD pris à différents niveaux de contraintes sur l'acier GG irradié et non irradié. Pour l'acier non irradié, à 82 MPa soit 67% de $R_{p0,2}$ , une bande de glissement apparaît à la surface, tandis qu'il faut atteindre 273 MPa soit 47% de $R_{p0,2}$ sur l'acier irradié. A un niveau de déformation élastique similaire ( $47\%R_{p0,2}$ et $50\%R_{p0,2}$ ), les bandes de glissement sont plus nombreuses sur l'acier irradié. A des niveaux de déformation plastique proches, (0,6% et 0,69%), de très nombreuses bandes sont présentes. Les flèches indiquent le même grain pour chaque échantillon et permettent de constater l'apparition des bandes de glissement en surface. ....	161
Figure IV-18 : Evolution des densités de bande de glissement pour les 3 nuances irradiées (en rouge) et non irradiées (en bleu), en fonction (de a à c) du rapport contraintes/ $R_{p0,2}$ , ou en fonction (de d à f) du niveau de déformation de l'éprouvette, d'après la Figure IV-13. ....	163
Figure IV-19 : Clichés FSD pris à différents niveaux de déformation pour l'acier PG irradié et non irradié. Les flèches indiquent les grains ayant activé plusieurs systèmes de glissement .....	164
Figure IV-20 : Images MEB de la même zone de l'éprouvette en acier PG testée en SSRT avant (les flèches rouges indiquent les fissures) et après attaque chimique. L'attaque chimique a permis de retirer la couche d'oxyde en surface de l'échantillon mais ne permet plus de distinguer les joints de grains fissurés de ceux non fissurés. ....	165
Figure IV-21 : Clichés MEB des fissures observées sur les nuances 304_PG, 304_GG irradiées à 5 dpa et 304_GN irradiée à 8 dpa, après essais SSRT jusque 4% de déformation plastique en milieu REP. Des traces de glissement (flèches rouges) en surface sont visibles sur les échantillons des nuances 304_GG et 304_GN, mais ne sont pas systématiquement présentes autour d'une fissure. ....	167
Figure IV-22: Images MEB prises en électrons rétrodiffusés montrant la différence entre la surface irradiée et la surface non irradiée après essai SSRT jusque 4% de déformation, sur l'éprouvette PG. Les flèches rouges indiquent les fissures dans la partie irradiée. ....	168
Figure IV-23 : Clichés MEB d'un échantillon non irradié (a-b) et irradié aux neutrons à 5,9 dpa (c-d) déformés plastiquement en traction in-situ à température ambiante. La déformation est clairement localisée dans le cas de l'échantillon irradié, avec des bandes de glissement très espacées (Gussev and Leonard 2019) .....	170
Figure 0-1 : Reconstitution d'une pointe SAT issue d'un échantillon irradié Fe-450. Les zones bleues constituent des isosurfaces au-delà desquelles la concentration en nickel est supérieure à 12 % d'après l'analyse faite de la pointe. ....	198
Figure 0-2 : Analyse MET-EDX d'un échantillon irradié Fe-600. La zone analysée contient des cavités d'irradiation, dont l'interface avec la matrice manifeste une ségrégation élémentaire. ....	199

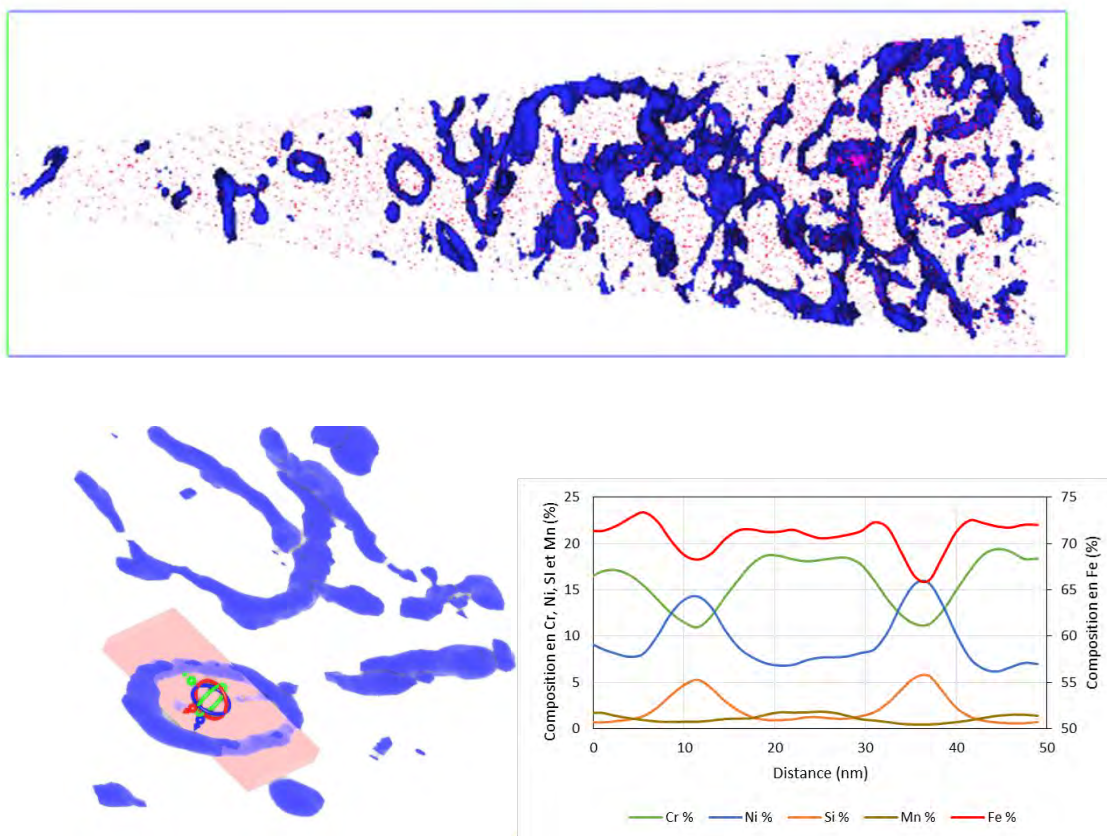
## Liste des tableaux

Tableau I-1 : Exemples d'études ayant utilisé des irradiations aux ions pour simuler un phénomène induit par une irradiation aux neutrons.....	36
Tableau I-2 : Tableau récapitulatif des études menées avec l'utilisation de microcompression sur des matériaux irradiés .....	46
Tableau II-1 : Composition de l'acier à l'étude (nuance GV20). .....	50
Tableau II-2 : Formules pour le calcul de l'énergie de faute d'empilement des aciers (Meric de Bellefon and van Duysen 2016) .....	52
Tableau II-3: Caractéristiques mécaniques de l'acier 304L .....	55
Tableau II-4 Récapitulatif des irradiations menées. ....	66
Tableau II-5: Calibration de la cellule de charge; calculs du facteur correctif après la flexion de la poutre en silicium. ....	79
Tableau II-6 : Etape de fabrication des piliers par FIB. ....	81
Tableau III-1 : Densité et tailles des cavités dans l'acier austénitique après les irradiations Fe-600, Fe-He-600, Fe-450 et Fe-He-450. ....	91
Tableau III-2 : Densité et taille des boucles de Frank dans l'acier austénitique après les irradiations Fe-450 et Fe-He-450. ....	101
Tableau III-3 : Ségrégation chimique autour de joint de grains dans des aciers austénitiques irradiés aux neutrons ou aux ions.....	108
Tableau III-4: Valeurs de dureté et de durcissement après irradiations obtenues par nanoindentation (la dureté moyenne à l'état non irradié est de $2,1 \pm 0,1$ GPa et la limite d'élasticité de 261 MPa). ....	112
Tableau III-5 : Durcissements calculés d'après les tailles et densités des défauts induits par irradiation. ....	115
Tableau III-6: Caractéristiques associées aux piliers de $1 \mu\text{m}$ . ....	117
Tableau III-7 : Caractéristiques associées aux piliers de diamètre différents de $1 \mu\text{m}$ . ....	121
Tableau III-8: Densités et tailles moyennes des fissures obtenues après essais SSRT jusque 4% de déformation plastique, réalisés sur les échantillons irradiés. ....	131
Tableau IV-1 : Caractéristiques des trois microstructures à partir de l'EBSD. ....	145
Tableau IV-2 Caractéristiques mécaniques en traction à $340^\circ\text{C}$ . ....	147
Tableau IV-3:Récapitulatif des conditions d'irradiations des matériaux GG, GN et PG. ....	148
Tableau IV-4: Valeurs de durcissement en fonction de l'acier considéré et de la dose. ....	150
Tableau IV-5 : Matrice des essais de traction in-situ pour caractériser la plasticité.....	151
Tableau IV-6:Densité de fissures pour les aciers PG, GN et GG testés en SSRT.....	166

## Annexes

### *Annexe 1 - Ségrégation autour de défauts d'irradiation analysée par SAT.*

Des pointes SAT ne contenant pas de joint de grain ont été analysées. Ces analyses ont mis en évidence l'existence de zones ségréguées. Une diminution du taux de chrome, de fer et de manganèse et une augmentation de la concentration en nickel et en silicium apparaissent dans ces zones. Ces zones ségréguées ont la forme géométrique de boucles dont la taille est d'environ 25 nm. La taille moyenne des boucles de Frank induites par l'irradiation Fe-450 étant de 22,4 nm, les objets observés sont vraisemblablement des boucles de Frank autour desquelles la composition chimique est modifiée. Ce résultat est en accord avec les observations faites dans le cas d'irradiations aux neutrons ou aux ions dans la littérature (Pareige et al. 2009; Etienne et al. 2010a, b; Jiao and Was 2011c; Dong et al. 2015; Fujii and Fukuya 2016). La ségrégation autour de ces boucles est induite par les mêmes phénomènes que pour la ségrégation autour des joints de grains, les boucles de dislocations étant également des puits de défauts ponctuels.



**Figure 0-1 : Reconstitution d'une pointe SAT issue d'un échantillon irradié Fe-450. Les zones bleues constituent des isosurfaces au-delà desquelles la concentration en nickel est supérieure à 12 % d'après l'analyse faite de la pointe.**

## Annexe 2 - Ségrégation autour de défauts d'irradiation analysée par MET-EDX.

Des analyses par MET-EDX ont permis d'analyser chimiquement les contours des cavités. Ces analyses ont été réalisées sur un échantillon irradié Fe-600 (voir Figure 0-2), dont les cavités sont relativement grosses. Les cavités dans cette cartographie présentent une ségrégation élémentaire autour d'elles. Cette ségrégation consiste en la diminution du taux de chrome et en l'augmentation de la composition en Ni et Si. Cependant ces analyses sont difficiles à analyser quantitativement. En effet, l'analyse par MET-EDX est faite sur l'épaisseur complète de la lame. Ainsi, la composition donnée par cette analyse comprend la périphérie de la cavité mais également le volume situé en dessous et au-dessus de la cavité.

