Analyse expérimentale et numérique de l'amorçage de fissures de corrosion sous contrainte dans les aciers inoxydables pré-écrouis

Qi Huang

▶ **To cite this version:**

Qi Huang. Analyse expérimentale et numérique de l'amorçage de fissures de corrosion sous contrainte dans les aciers inoxydables pré-écrouis. Matériaux. Université Paris sciences et lettres, 2020. Français. NNT : 2020UPSLM081 . tel-03813572

HAL Id: tel-03813572
https://pastel.hal.science/tel-03813572

Submitted on 13 Oct 2022

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

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

PSL UNIVERSITÉ PARIS

THÈSE DE DOCTORAT
DE L'UNIVERSITÉ PSL

Préparée à MINES ParisTech

Analyse expérimentale et numérique de l'amorçage de fissures de corrosion sous contrainte dans les aciers inoxydables pré-écrouis

Soutenue par
Qi HUANG
Le 22 Janvier 2020

École doctorale n° 621
Ingénierie des Systèmes, Matériaux, Mécanique, Énergétique

Spécialité
Science et Génie des Matériaux

Composition du jury :

Marion RISBET Professeur, UTC	*Président*
Isabelle AUBERT MdC, Université de Bordeaux	*Rapporteur*
Benoît TANGUY Ingénieur, CEA Saclay	*Rapporteur*
Véronique FAVIER Professeur, ENSAM	*Examinateur*
Thierry COUVANT Ingénieur, EDF	*Examinateur*
Jérôme CREPIN Directeur de recherche, MINES ParisTech	*Examinateur*
Monique GASPERINI Professeur, Université Paris 13	*Examinateur*
Yann CHARLES MdC, Université Paris 13	*Examinateur*
Cécilie DUHAMEL Professeur, MINES ParisTech	*Invitée*

MINES ParisTech | PSL

Remerciements

Ce travail de thèse a été réalisé au Centre des Matériaux de l'École des Mines de Paris ainsi qu'à l'Université Paris 13 au sein du Laboratoire des Sciences des Procédés et des Matériaux (LSPM). A l'issue de ces trois années de thèse, je tiens à remercier toutes les personnes qui ont contribué directement ou indirectement à la réalisation de ce travail.

Tout d'abord, je remercie Madame Marion Risbet, professeur à l'Université de Technologie de Compiègne, pour avoir accepté la présidence du jury de thèse. Je remercie également Madame Isabelle Aubert, maître de conférences à l'Université de Bordeaux, et Monsieur Benoît Tanguy, ingénieur au CEA pour avoir mobilisé leur temps et leurs compétences à l'évaluation de ce travail. Je tiens à remercier Madame Véronique Favier, professeur à l'École nationale supérieure d'arts et métiers, et Monsieur Thierry Couvant, ingénieur chez EDF pour avoir bien voulu participer au jury de thèse.

Je remercie plus particulièrement mes directeur(trice)s et mes encadrant(e)s de thèse.

Jérôme Crépin, mon directeur de thèse, a toujours su apporter un autre point de vue et des questionnements tout au long des réunions d'avancement, bénéfiques à l'avancée des travaux. Merci d'avoir corrigé mon manuscrit et discuté avec moi, malgré ses responsabilités au sein du Centre des Matériaux. Quant à Monique Gaspérini, ma co-directrice de thèse, elle est capable de corriger le fond et la forme de mes articles et de mon manuscrit avec une égale précision. Merci pour les multiples conseils et toutes les heures qu'elle a consacrées à diriger cette recherche. Merci pour m'avoir guidée, et pour les échanges qui ont permis de réaliser ce travail.

Je tiens à remercier vivement Yann Charles, mon co-encadrant de thèse. Comme une grande partie de la thèse a consisté à faire les calculs par éléments finis, Yann m'a beaucoup appris sur le logiciel Abaqus. Merci pour sa patience et ses conseils, face aux bugs de mes scripts Python. Merci pour sa générosité, sa simplicité et sa bonne humeur tout au long de ma thèse. Je remercie très chaleureusement Cécilie Duhamel, ma co-encadrante de thèse, qui a toujours été à mes côtés dans l'organisation et l'encadrement de mon travail et a également fait preuve d'encouragement et de disponibilité pour les questions relatives à ma vie personnelle. Merci pour toutes les discussions scientifiques et tous les commentaires et les corrections des transparents et des articles.

Je souhaite également adresser mes remerciements à Marc Maisonneuve, doctorant au CEA Saclay/Centre des Matériaux, pour tous les résultats expérimentaux partagés avec moi et toutes les discussions. Merci à Catherine Guerre du CEA Saclay et à Ian de Curières de IRSN, pour les discussions scientifiques pendant les réunions d'avancement.

Je remercie également toutes les personnes qui ont participé à ce travail. Je souhaiterais remercier Fabrice Gaslain pour sa formation au MEB et ses manipulations de dépôt d'or et de FIB-MEB, Jean Christophe Teissedre pour les essais de tractions, Gérard Brabant pour sa participation

pendant les TPs, Stéphanie Dang pour les formations aux corrélation d'images, Kelvin Barriere et Antoine Debray pour la préparation des échantillons.

Je pense notamment à mes collègues doctorants du Centre des Matériaux et du LSPM : Faisal Islam, Jan Rojek, Anass Assadiki, Laurane Finet, Alexiane Arnaud, Nicolas Cliche et Maxime Pelerin du Centre des Matériaux et Sofiane Benannoune, Francesco Amendola, Houssen Bousoura et Easeng Siv du LSPM.

J'ai également à cœur de remercier les collègues doctorants chinois : Sicong Ren, Fang Lv, Xiang Kong, Youbin Chen, Yang Zhang, Yi Zhang, Chao Ling au Centre des Matériaux, Chenhui Li, Xiang Wang, Huan Xu, Shuopeng Li, Zixian Jia au LSPM.

Je souhaite remercier à mes amis qui déjeunent ensemble pendant les weekends : Jianan Duan, Zheng Zhang, Botao Peng, Heng Li, Enze Xiang, Fangping Ye et Yang Xiao.

Je voudrais remercier ma famille pour leur soutien et leurs encouragements pendant mes études. J'adresse toute ma reconnaissance et mon affection à mon copain (maintenant c'est mon mari~), Zhenyu Liao.

总之谢谢大家一路走来的陪伴呀！

Enfin, à celles et ceux qui auraient été oubliés, je vous prie de bien vouloir pardonner cette amnésie passagère et ô combien involontaire.

Table des Matières

Table des Matières 1
Introduction générale 4
1 État de l'art sur la corrosion sous contrainte des aciers inoxydables austénitiques 8
1.1 Aciers inoxydables austénitiques 8
1.1.1 Composition chimique et effet des éléments d'alliage 8
1.1.2 Phases dans l'acier 9
1.1.3 Mécanismes de déformation dans les aciers inoxydables austénitiques 10
1.2 Fissuration par corrosion sous contrainte 11
1.2.1 Définition de la CSC 11
1.2.2 Oxydation des aciers inoxydables austénitiques en milieu primaire 12
1.2.3 Amorçage de fissure de la CSC en milieu REP 13
1.2.4 Amorçage de fissure par CSC à l'échelle du polycrystal : vers un critère local 26
1.3 Conclusion 35
2 Matériau et protocoles expérimentaux 37
2.1 Matériau de l'étude 37
2.1.1 Composition chimique et microstructure 37
2.1.2 Propriétés mécaniques 39
2.1.3 Essai de dureté 43
2.2 Protocole expérimental pour l'étude de la CSC de l'acier 316L pré-écroui 45
2.2.1 Principe général 45
2.2.2 Conditions expérimentales des essais de CSC 46
2.2.3 Mesure des champs expérimentaux : corrélation d'image 47
3 Essai de CSC sur l'éprouvette droite 48
3.1 Procédure expérimentale 48
3.2 Corrélation d'Image Numérique 49
3.2.1 Principe de la lithographie 50
3.2.2 Préparation des échantillons 52
3.2.3 Influence de la microgrille sur la corrosion 54
3.3 Détermination des champs de contrainte par simulation éléments finis 56

3.3.1 Géométrie et maillage 57
3.3.2 Loi de comportement 58
3.3.3 Conditions aux limites 64
3.4 Résultats 68
3.4.1 Comparaison entre champs expérimentaux et numériques 68
3.4.2 Résultats numériques à la fin de l'étape de CSC 75
3.4.3 Répartition des contraintes normales aux joints de grains après l'étape de CSC 76
3.5 Corrélation entre les champs microstructuraux, mécaniques et le réseau de fissuration 80
3.6 Analyse des profondeurs d'oxydation et de fissuration par FIB 87
3.6.1 Protocole expérimental 87
3.6.2 Résultats et profondeur d'oxydation 88
3.7 Conclusion 95
4 Essai de CSC sur l'éprouvette en croix 97
4.1 Contexte et objectif 97
4.2 Méthodes 97
4.2.1 Géométrie de l'éprouvette 98
4.2.2 Microstructure et microgrilles avant essai de CSC 99
4.2.3 Essais de traction numériques pour chargement complexe 101
4.2.4 Mise en œuvre expérimentale 108
4.2.5 Résultat expérimental de l'essai de CSC 110
4.2.6 Démarche expérimentale et numérique pour l'essai ex-situ de type CSC sur l'éprouvette EPC-V 111
4.3 Résultats expérimentaux et numériques 114
4.3.1 Pré-déformation 114
4.3.2 Essai ex-situ 116
4.3.3 Retour à l'essai de CSC 121
4.4 Conclusion 124
5 Conclusion générale et perspectives 126
5.1 Conclusion générale 126
5.2 Perspectives 127

5.2.1 Stratégie de prise en compte de l'oxydation dans la microstructure au moyen des éléments finis....127
5.2.2 Éprouvette en croix....130
6 Bibliographie....131
7 Annexes....139
7.1 Corrélation d'image....139
7.2 Microgrilles....140
7.2.1 Méthode de dépôt....140
7.2.2 Optimisation de la procédure de lithographie....141
7.3 Outils numériques : calculs par éléments finis....145
7.3.1 Présentation des outils....145
7.3.2 Mise en donnée des calculs....147
7.3.3 Procédures utilisateurs....147
7.4 Calcul de la contrainte normale aux joints de grains....148
7.5 Optimisation de la géométrie pour l'EPC pendant la pré-déformation....149

Introduction générale

Introduction générale

Les aciers inoxydables de type 316L ont été choisis comme matériaux au contact du milieu primaire dans les centrales nucléaires à réacteur à eau sous pression (REP) du fait de leur bonne résistance à la corrosion généralisée.

Les réacteurs à eau sous pression sont principalement utilisés en Europe, aux États-Unis et au Japon. Ils sont constitués de trois circuits d'eau (Figure 0-1). Dans le cœur des REPs, la chaleur est produite par la réaction de fission en chaîne. Le transport et l'échange de chaleur du cœur du réacteur vers le milieu secondaire sont réalisés par le milieu primaire, qui est un fluide caloporteur principalement composé d'eau pure à haute température (290°C – 340°C) sous pression (~155 bars) pour être maintenue sous forme liquide. Le milieu secondaire entraîne la turbine, qui entraîne l'alternateur, et crée ainsi du courant électrique. Le circuit d'eau tertiaire constitue le circuit de refroidissement.

Les composants en contact avec le milieu primaire sont la cuve, les générateurs de vapeur et le pressuriseur. La réaction de fission en chaîne, qui se produit dans le cœur du réacteur, génère la production de neutrons dans le milieu primaire. Du bore, bon absorbeur de neutrons, est ajouté au milieu primaire sous forme d'acide borique (H_3BO_3) avec une concentration entre 1800 ppm et 1 ppm pour réguler le flux neutronique.

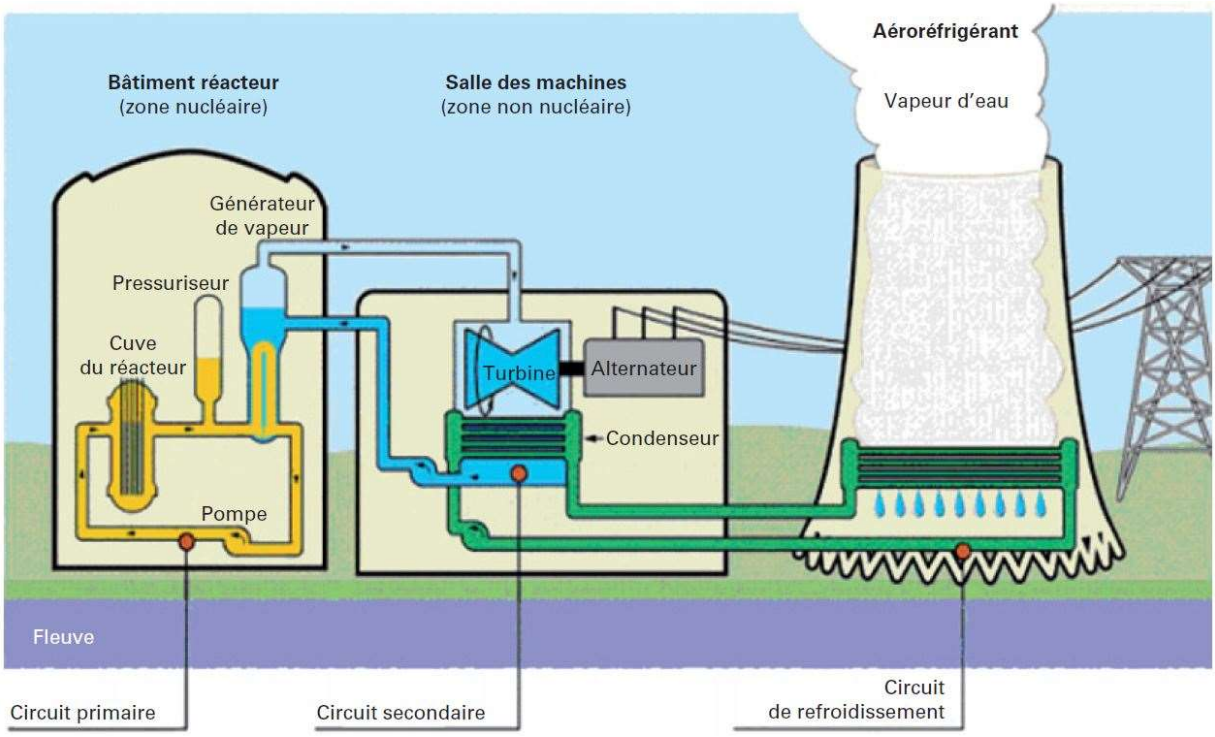

Figure 0-1: Schéma d'ensemble et de principe d'une centrale nucléaire REP [1].

L'ajout de H_3BO_3 conduit à une acidification du milieu, qui peut accélérer la corrosion des alliages métalliques utilisés en contact avec le milieu primaire. Pour tamponner le pH et neutraliser H_3BO_3, du lithium est ajouté sous forme de lithine (LiOH). Sa teneur varie entre 2,2 ppm and 0,5 ppm en fonction de la concentration en H_3BO_3. Le milieu primaire est un milieu désoxygéné ($[O_2]$<10 ppb) mais hydrogéné : l'hydrogène dissous est ajouté pour maintenir un milieu réducteur et ralentir la radiolyse de l'eau. Celle-ci se produit du fait de l'interaction de l'eau avec le flux neutronique et conduit à la formation d'espèces oxydantes (O_2, H_2O_2). En conditions nominales, la teneur en hydrogène dissous est comprise entre 20 mL/kg H_2O et 50 mL/kg H_2O.

La Figure 0-2 présente les matériaux de structure d'un REP. Les aciers inoxydables austénitiques sont utilisés dans le circuit primaire pour le revêtement de la cuve, le revêtement des bols des générateurs de vapeur, les cannes chauffantes des pressuriseurs, les épingles de thermocouples, les internes de cuve ainsi que les tuyauteries primaires et auxiliaires.

Dans cette étude, on s'intéressera uniquement aux aciers inoxydables austénitiques 316L.

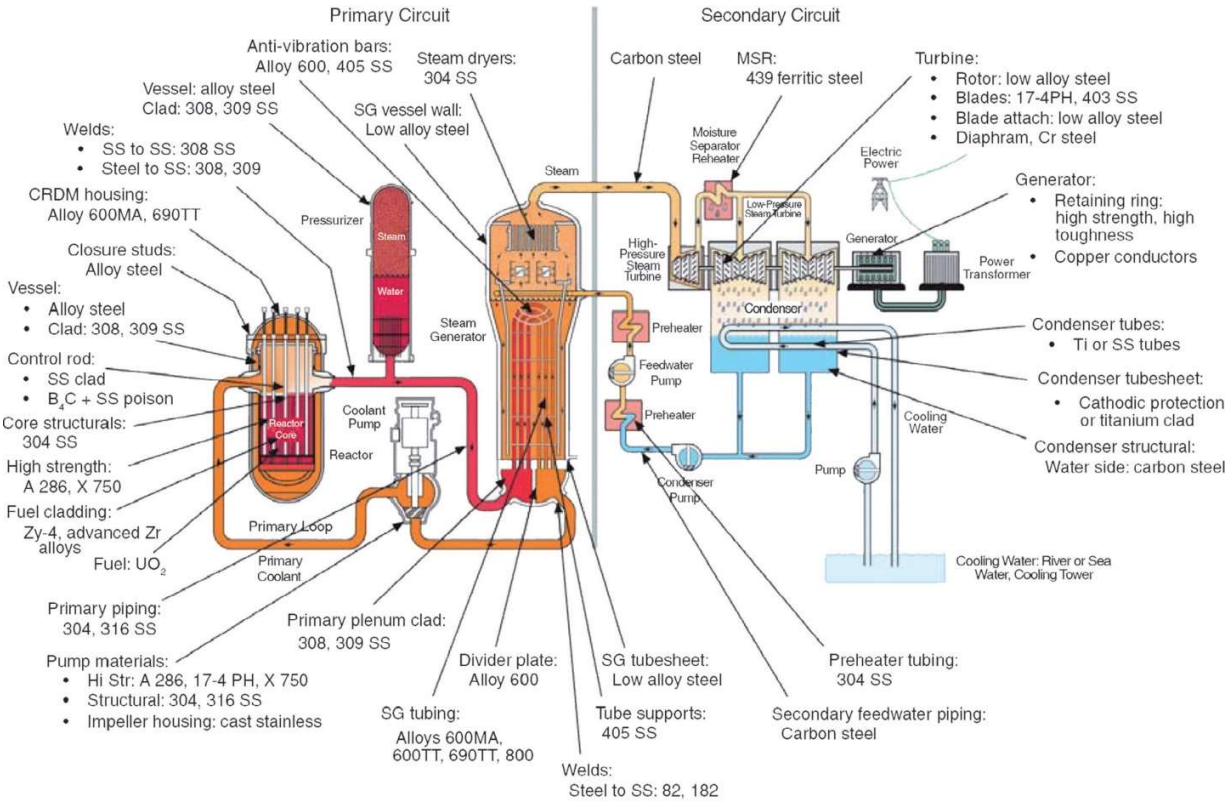

Figure 0-2: Schéma des composants clés et des matériaux de structure dans un réacteur à eau sous pression (REP) [2].

L'acier inoxydable est habituellement recouvert d'une très fine couche protectrice, la couche de passivation, qui s'est formée à la surface du métal par réaction entre l'alliage et l'environnement

et qui lui confère une bonne résistance à la corrosion. Cependant, l'analyse du retour d'expérience sur les composants en aciers inoxydables austénitiques du circuit primaire montre l'existence de fissuration intergranulaire par corrosion sous contrainte (CSC), en particulier lorsque le matériau est écroui [3-6]. La CSC, résultat d'un couplage entre un état de contrainte mécanique en tension (résiduelle ou appliquée), et un milieu corrosif en contact avec le matériau, induit un endommagement du matériau. Les trois paramètres (environnement, matériau et contrainte) doivent être réunis pour que la fissuration puisse se produire. La Figure 0-3 est classiquement utilisée pour représenter l'espace de sensibilité à la CSC.

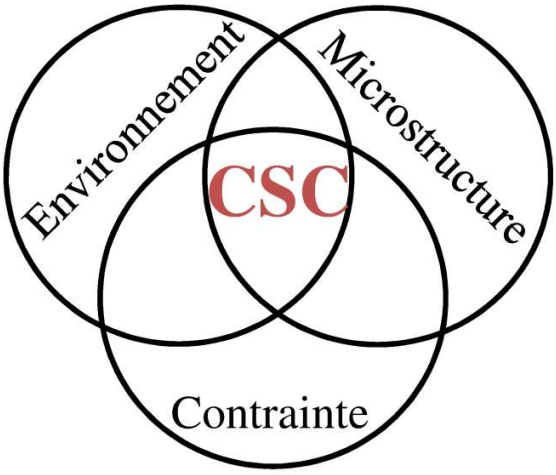

Figure 0-3: Diagramme représentant l'espace de sensibilité à la CSC et illustrant les trois facteurs de la corrosion sous contrainte [7].

Afin d'améliorer l'estimation de la durée de vie des composants présents dans les REP, il est nécessaire de mieux comprendre l'amorçage de fissures de CSC dans les aciers inoxydables austénitiques. Or, les mécanismes de fissuration par CSC de ces matériaux restent assez peu étudiés et, de fait, mal connus. Au contact du milieu primaire, le matériau s'oxyde en surface mais aussi au niveau des joints de grains. L'amorçage de fissures de CSC se produirait alors par rupture de joints de grains oxydés. Des travaux antérieurs suggèrent que l'angle de désorientation du joint de grains par rapport à la direction de sollicitation [8], le type de joint de grains [9], et, surtout, la localisation de la déformation [10,11] et l'état de contrainte local [12] jouent un rôle prépondérant dans l'amorçage de ces fissures.

L'objectif de cette thèse est de mieux comprendre l'influence de la combinaison entre champs microstructuraux, champs mécaniques et oxydation sur l'amorçage de fissures de corrosion sous contrainte des aciers inoxydables austénitiques.

A cette fin, une procédure couplée expérimentale / numérique a été développée, à l'échelle polycristalline. Ainsi, le réseau de fissuration obtenu après un essai de CSC en milieu primaire est corrélé aux champs microstructuraux obtenus par EBSD (*Electron BackScattered Diffraction*) et aux champs mécaniques. Les champs de déformation locaux sont évalués par corrélation

d'images numériques. Comme les champs de contrainte locaux ne peuvent pas être estimés expérimentalement, des simulations par éléments finis sont effectuées sur un agrégat numérique généré à partir des cartographies EBSD. Tous les paramètres nécessaires sont identifiés et l'analyse est effectuée en couplant les champs numériques et expérimentaux.

Ce manuscrit s'articule en quatre chapitres :

Une présentation succincte de l'acier 316L et des principales étapes de la fissuration par CSC sera faite dans le premier chapitre. Ce chapitre apportera également une vision d'ensemble de la compréhension actuelle des paramètres qui ont un effet sur l'amorçage de la fissuration par CSC des aciers inoxydables. L'accent sera plus particulièrement mis sur l'interaction entre la microstructure et l'hétérogénéité du champ mécanique.

Le deuxième chapitre détaillera le matériau de l'étude, les conditions et le dispositif utilisés pour l'essai de CSC. Les protocoles utilisés pour comprendre l'influence de la combinaison entre la microstructure, l'oxydation et les hétérogénéités des champs mécanique sur l'amorçage de fissure de CSC seront détaillés.

Le troisième chapitre développera la procédure expérimentale qui doit permettre d'établir, à l'échelle du polycristal, une corrélation entre les sites d'amorçage de fissures observés à l'issue d'un essai de CSC, la nature du joint de grains, son niveau d'oxydation ainsi que l'état mécanique local à son voisinage. Ceci sera effectué en comparant les champs de déformation mesurés expérimentalement et les champs de contrainte calculés par éléments finis.

Le quatrième chapitre est dédié à l'étude de l'effet du trajet de chargement sur la sensibilité à la CSC. A cette fin, la procédure du chapitre 3 sera utilisée sur une éprouvette de géométrie cruciforme.

Enfin, une synthèse sera faite, puis des pistes pour poursuivre ce travail seront proposées.

Chapitre 1 :

État de l’art sur la corrosion sous contrainte des aciers inoxydables austénitiques

1 État de l'art sur la corrosion sous contrainte des aciers inoxydables austénitiques

Cette thèse s'intéresse à l'amorçage de fissures de corrosion sous contrainte dans un acier inoxydable austénitique 316L écroui, dans un contexte nucléaire. Cet acier est non sensibilisé (au sens métallurgique), c'est-à-dire qu'il ne comporte pas de carbures de chrome aux joints de grains.

Dans un premier temps, les caractéristiques des aciers inoxydables austénitiques, en particulier l'acier 316L, seront présentées. Puis, la définition de la corrosion sous contrainte et de ses différentes étapes seront données. Une revue des paramètres identifiés comme ayant un effet sur l'amorçage de fissures de CSC dans les aciers inoxydables austénitiques constituera le cœur de ce chapitre. Enfin, les critères actuellement proposés pour rendre compte de l'amorçage de fissures intergranulaires par CSC dans les aciers inoxydables seront indiqués.

1.1 Aciers inoxydables austénitiques

1.1.1 Composition chimique et effet des éléments d'alliage

Les matériaux utilisés dans l'industrie nucléaire doivent répondre à des spécifications précises et codifiées par des règles de conception et de construction des matériels mécaniques des îlots nucléaires des REP (code RCC-M). Les spécifications en termes de composition chimique sont données dans le Tableau 1-1 pour ce qui concerne l'acier inoxydable 316L.

Fe	Cr (%)	Ni (%)	Mo (%)	Mn (%)	Si (%)	P (%)	N (%)	C (%)	S (%)
Bal.	16 - 19	10 - 14	2,25 – 2,75	< 2	< 1	< 0,040	< 0,06	< 0,03	< 0,03

Tableau 1-1: Composition chimique (% massique) pour l'acier 316L dans la spécification RCC-M [13].

Les aciers sont des alliages à base de fer et de carbone, présentant une transition allotropique entre une phase basse température dite alpha (ferrite de structure cristallographique cubique centrée) et une phase haute température dite gamma (austénite de structure cristallographique cubique à faces centrées). La température de transition dépend de la composition chimique de l'alliage.

Le chrome présente une teneur inférieure au fer mais supérieure aux autres éléments dans un acier inoxydable. L'ajout de Cr augmente la résistance à la corrosion. Il s'agit d'un élément alphagène, ce qui veut dire qu'il va augmenter le domaine de stabilité de la phase α. Le nickel, quant à lui, est un élément gammagène, ajouté pour stabiliser la phase γ.

Les nuances L (par exemple, 316L) contiennent une faible teneur en carbone (<0,03%[1]) afin d'éviter la formation de carbures aux joints de grains et d'éviter la corrosion intergranulaire.

1.1.2 Phases dans l'acier

Un acier inoxydable austénitique est dans un état d'équilibre thermodynamique métastable à température ambiante. Selon la composition chimique de l'acier, des îlots de ferrite résiduelle peuvent subsister dans le matériau. Le diagramme de Schaeffler présenté sur la Figure 1-1, permet d'estimer les phases en présence. Les teneurs en Ni-équivalent et en Cr-équivalent sont calculées à partir des relations (1-1) et (1-2).

$$\text{Ni-équivalent} = (\%Ni) + 30(\%C) + 30(\%N) + 0{,}5(\%Mn) \quad (1\text{-}1)$$

$$\text{Cr-équivalent} = (\%Cr) + (\%Mo) + 1{,}5(\%Si) + (\%Nb) + 10(\%Ti) \quad (1\text{-}2)$$

L'acier inoxydable de cette étude (noté 316L sur la Figure 1-1) est donc susceptible de contenir de la ferrite résiduelle.

La ferrite ayant une dureté plus élevée que l'austénite, la localisation de la déformation ou des contraintes dans les grains austénitiques qui lui sont adjacents est alors possible.

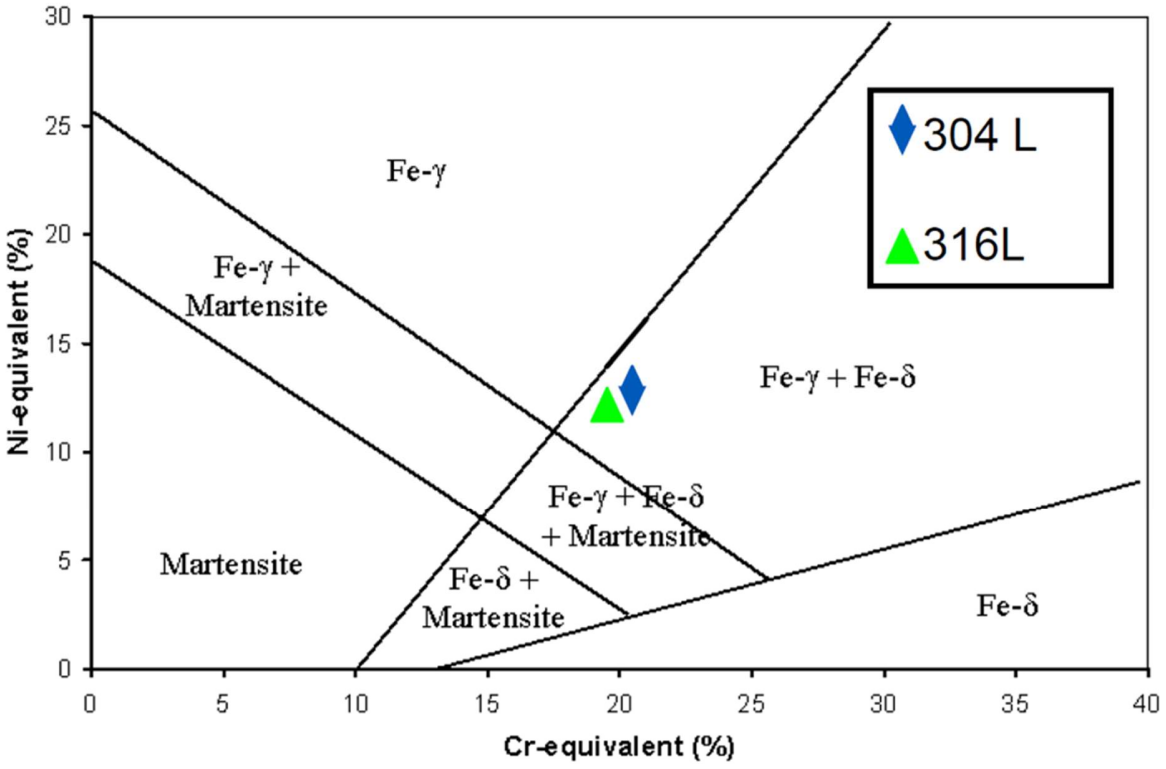

Figure 1-1: Positionnement de différents aciers 304L et 316L dans un diagramme de Schaeffler [14].

[1] Sauf mention contraire, toutes les compositions chimiques sont en % massique dans le manuscrit.

Une phase métastable, la martensite, peut être formée à partir de l'austénite formée à haute température. La transformation de l'austénite en martensite peut se produire lors d'une trempe à basse température (Figure 1-2). Dans ce cas, la transformation commence à une température M_s (pour *martensite start*) et finit à une température appelée M_f (pour *martensite finish*). Pour une température inférieure à M_f, la transformation martensitique est complète. Entre M_s et M_f, les deux phases, austénite et martensite, coexistent et la proportion de martensite ne dépend que de la température. La température M_s pour les aciers inoxydables austénitiques est bien inférieure à 0°C ($M_s < -250°C$).

La martensite peut aussi être générée par déformation plastique de l'austénite. Des formules empiriques ont été proposées afin d'estimer la température M_{d30} (pour *martensite deformation*) à partir de laquelle une déformation vraie de 30% conduit à la formation de 50% de martensite d'écrouissage à partir de l'austénite. Pour les aciers inoxydables austénitiques 304L et 316L, cette température est souvent négative mais peut, selon les nuances et la formule empirique choisie pour l'estimer, approcher la température ambiante [3].

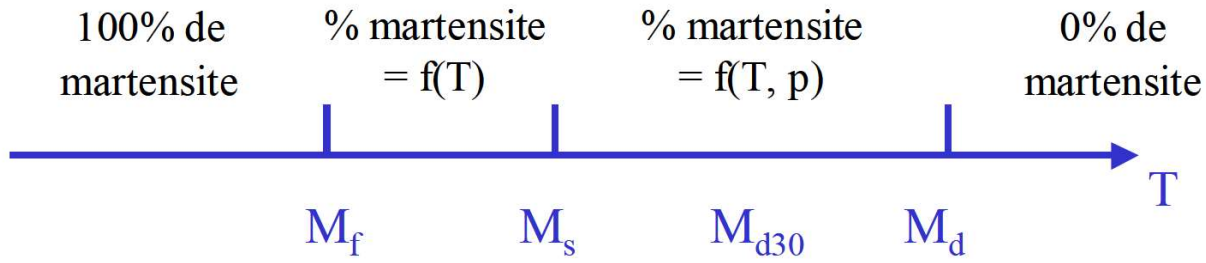

Figure 1-2: Les différentes températures de la transformation martensitique [3].

Enfin, des carbures de chrome peuvent également être présents dans la microstructure. Pour les éviter et obtenir un acier non sensibilisé, un traitement thermique dit d'hypertrempe permet de les remettre en solution. Ce traitement thermique consiste en un maintien à haute température (900°C – 1100°C) suivi d'une trempe.

1.1.3 Mécanismes de déformation dans les aciers inoxydables austénitiques

L'énergie de défaut d'empilement (EDE) est un paramètre important pour expliquer les mécanismes opérants. La valeur de l'EDE de l'austénite, à température ambiante, est d'environ 30 $mJ \cdot m^{-2}$, et peut être estimée, de manière empirique, à partir de la composition chimique en utilisant la formule de Pickering [15] :

$$EDE(mJ \cdot m^{-2})=25,7+2(\%Ni)+410(\%C)-0,9(\%Cr)-77(\%N)-13(\%Si)-1,2(\%Mn) \quad (1\text{-}3)$$

Dans les aciers inoxydables austénitiques entre la température ambiante et 340°C (l'intervalle de température intéressant pour cette thèse), plusieurs mécanismes de déformation plastique sont possibles: glissement des dislocations, maclage, transformation martensitique.

Le glissement des dislocations s'effectue dans les plans denses cristallographiques {111}, selon les directions ⟨110⟩. Une faible valeur de l'EDE (< 30 $mJ.m^{-2}$) favorisera le glissement planaire, conduisant ainsi à une plus forte localisation de la déformation que le glissement dévié. Elle favorisera également le maclage, généré soit par un mécanisme de cisaillement provenant de réorganisations atomiques, soit par une superposition de fautes d'empilement. Le maclage se produit généralement pour de fortes contraintes et/ou vitesses de déformation et des basses températures. Le taux de déformation plastique est contrôlé par le volume maclé. Enfin, la déformation plastique peut également se produire par transformation martensitique tel que décrit au paragraphe 1.1.2. Cependant, ce mécanisme reste peu probable pour les conditions d'essais qui vont nous intéresser dans le cadre de cette thèse.

Dans cette étude, nous supposerons que le mécanisme de déformation principal est le glissement des dislocations.

1.2 Fissuration par corrosion sous contrainte

1.2.1 Définition de la CSC

Le retour d'expérience indique que la fissuration par corrosion sous contrainte des aciers inoxydables austénitiques en milieu primaire nominal est intergranulaire, c'est-à-dire que la fissure suit les joints de grains du matériau. Les étapes de fissuration par CSC intergranulaire des alliages base nickel et des aciers austénitiques en milieu primaire sont décrites sur la Figure 1-3 [16].

Lors de l'étape d'incubation, le matériau, en contact avec le milieu primaire nominal et sous chargement mécanique, s'oxyde en surface, le long des joints de grains, et éventuellement des bandes de glissement. L'amorçage à proprement parler correspond à la rupture d'un joint de grains oxydé. La fissure ainsi créée se propage ensuite à une vitesse lente et la coalescence de fissures courtes peut être observée. C'est l'étape de propagation lente. Enfin, la vitesse de propagation augmente (étape de propagation rapide).

La définition de l'amorçage peut varier d'une étude à l'autre. L'amorçage « vrai » correspond à la rupture d'un joint oxydé tel que décrit précédemment. Cette étape étant toutefois difficile à observer expérimentalement car ponctuelle dans le temps, l'amorçage recouvre plus généralement les étapes de rupture d'un joint oxydé et de propagation lente. A l'échelle industrielle, l'amorçage correspond à l'observation d'un défaut dont la taille est suffisamment grande pour être observée par les outils de détection disponibles. Il peut très bien s'agir d'une fissure déjà dans le régime de propagation rapide.

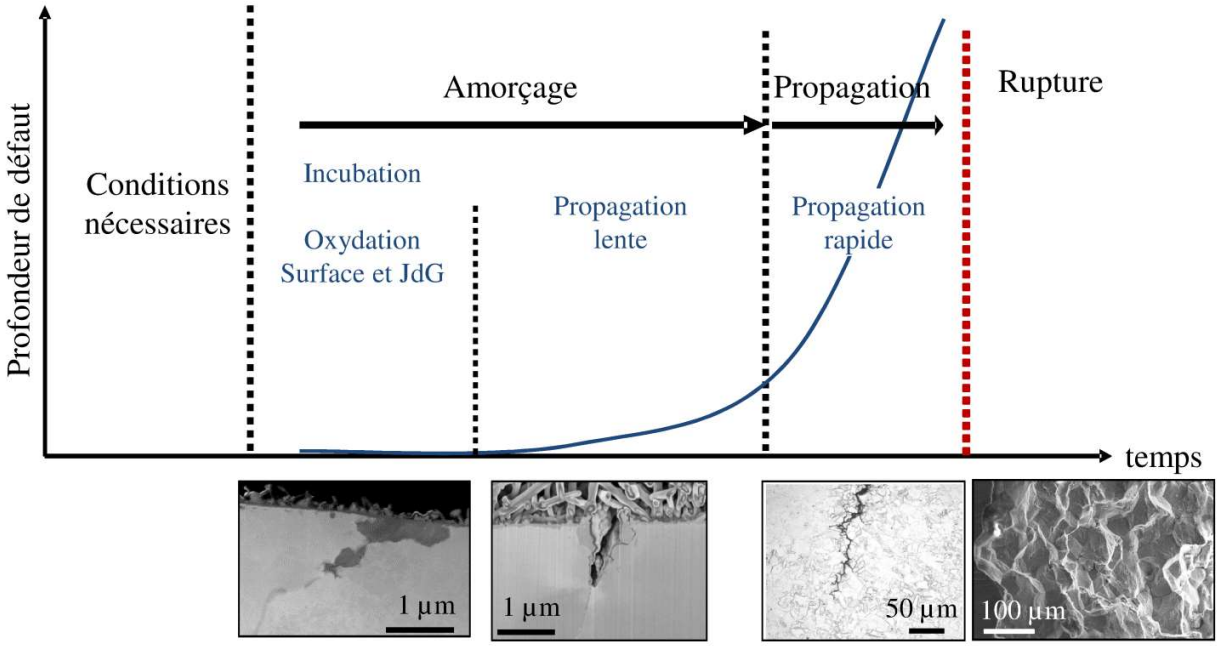

Figure 1-3: Les différentes étapes de la CSC [16].

1.2.2 Oxydation des aciers inoxydables austénitiques en milieu primaire

D'après les résultats de plusieurs études [17-20], le film d'oxyde formé en surface d'un acier inoxydable austénitique en milieu primaire a une structure duplexe. Dans le cas d'un milieu REP simulé (B: 500 ppm, Li: 2 ppm, concentration en hydrogène dissous : 2.75 ppm, 320°C), la structure duplexe formée en surface d'une éprouvette pré-déformée peut être observée sur la Figure 1-4. La couche externe est constituée principalement de cristallites monocristallines de Fe_3O_4 ayant une taille de 1–2 µm. La couche interne (de quelques dizaines à quelques centaines de nanomètres d'épaisseur) est constituée de fins grains d'oxyde riches en chrome. Un enrichissement en nickel de l'acier peut être observé à l'interface métal / oxyde (mais pas systématiquement) [21].

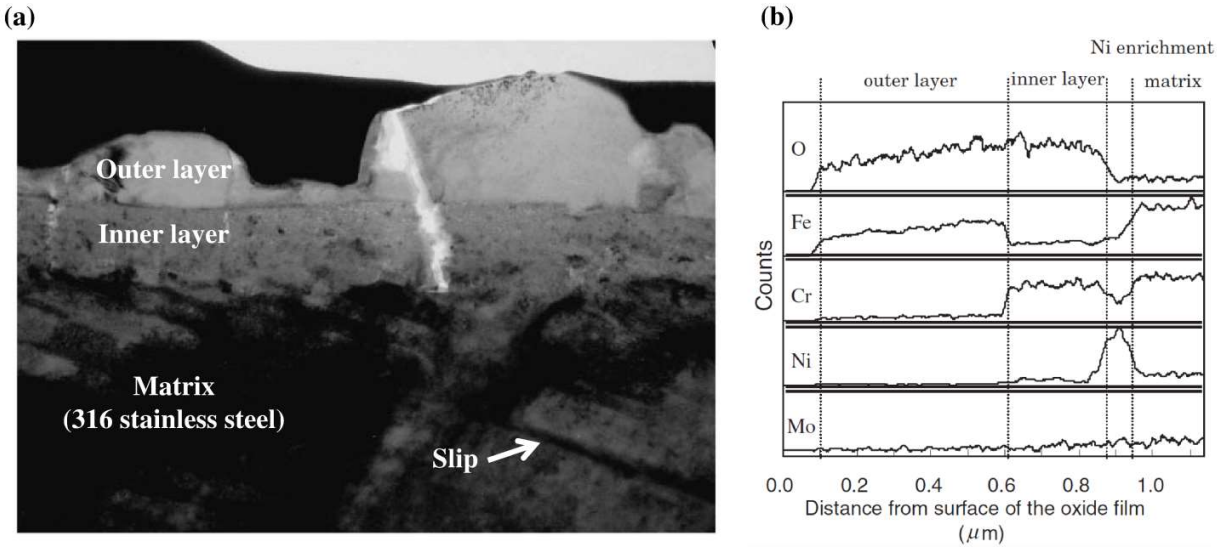

Figure 1-4: (a) Image MET en coupe transverse du film d'oxyde formé en surface d'un acier inoxydable austénitique dans de l'eau hydrogénée (2,75 ppm) à 320°C. (b) Profils EDS de la couche de surface [22].

1.2.3 Amorçage de fissure de la CSC en milieu REP

L'effet de différents paramètres microstructuraux, mécaniques et environnementaux sur la sensibilité à l'amorçage et la propagation de fissures de CSC dans les aciers inoxydables austénitiques est présenté ci-après.

1.2.3.1 Effet de paramètres liés à l'environnement

Herms et *al.* [23] montrent qu'entre 290°C et 340°C, la température ne semble pas avoir d'effet sur le temps à l'amorçage d'un acier inoxydable 316L laminé à 40% soumis à un chargement trapèze (R = 0,85, f = 3.10^{-4} Hz).

L'effet de la teneur en hydrogène dissous ($5 \leq [H_2] \leq 50$ mL/ kg H_2O) du milieu primaire sur la sensibilité à la CSC d'un acier 316 écroui en surface a été étudié par Zhong et *al.* Les essais de CSC consistent en des essais de traction lente réalisés à 325°C avec une vitesse de déformation de $2 \times 10^{-7} s^{-1}$. Ils sont arrêtés lorsque la charge maximale est atteinte ou à rupture de l'éprouvette. Les résultats obtenus montrent que la concentration en hydrogène dissous influe de manière significative sur l'amorçage de fissures de CSC. Ainsi, une diminution de la teneur en hydrogène conduit à une augmentation du nombre total de fissures de CSC observées sur la longueur utile de l'éprouvette à la fin de l'essai (Figure 1-5). Cette tendance pourrait s'expliquer par le fait qu'une augmentation de la teneur en hydrogène conduit à une diminution du potentiel électrochimique et donc à un milieu plus réducteur.

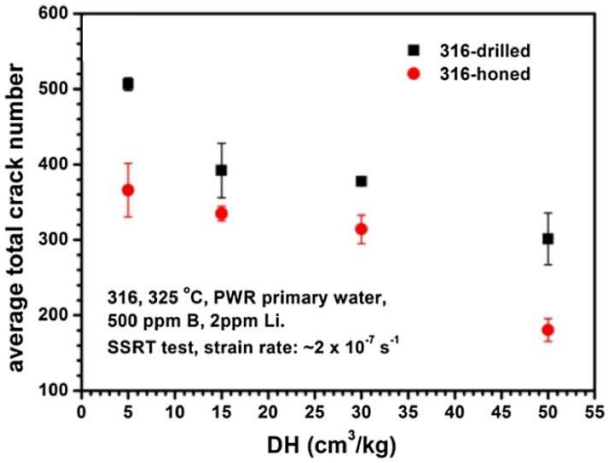

Figure 1-5: Nombre moyen de fissures mesuré en surface d'un acier inoxydable 316 après essai de traction lente en milieu primaire à 325 °C pour différentes teneurs en hydrogène dissous [24].

Huang et *al.* [25] ont également étudié la sensibilité à la fissuration par CSC de l'acier inoxydable 316L, par des essais de traction lente ($5 \times 10^{-7} s^{-1}$) pour des teneurs en hydrogène dissous variant entre 0 et 1,4 ppm. Dans leurs travaux, les températures étudiées sont inférieures à 288°C et la surface des éprouvettes est polie miroir (Figure 1-6). À 288 °C, de la fissuration par CSC s'est produite quelle que soit la teneur en hydrogène, alors qu'à 220 °C, elle se déclenche uniquement pour les teneurs en hydrogène dissous les plus élevées (1,4 ppm). La sensibilité à la CSC dépend donc du couple température de l'essai - teneur en hydrogène.

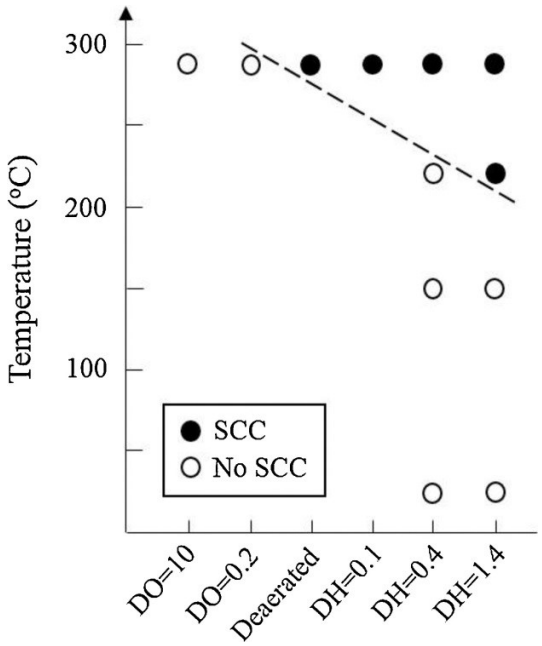

Figure 1-6: Effet couplé de la température et de la chimie de l'eau sur la sensibilité à la CSC de l'acier 316L [25]. DO et DH indiquent respectivement la teneur en oxygène et en hydrogène dissous.

1.2.3.2 Effet de paramètres mécaniques

1.2.3.2.1 Effet du niveau de contrainte imposé

L'effet du niveau de chargement sur la sensibilité à l'amorçage d'aciers inoxydables pré-écrouis a été étudié par P. Huguenin [3] et E. Herms [26]. Pour cela, des essais sous charge pseudo-cyclique ont été réalisés en milieu primaire à 360°C sur des éprouvettes entaillées. L'essai de CSC est effectué selon une direction orthogonale à la direction de pré-déformation de l'acier par traction ou par laminage.

La Figure 1-7 représente la sensibilité à l'amorçage des matériaux étudiés en fonction du rapport $\sigma_{max}/R_{p0,2}$ où σ_{max} est la contrainte maximale calculée en fond d'entaille et $R_{p0,2}$ la limite d'élasticité du matériau écroui à la température de l'essai. Les résultats de la Figure 1-7 montrent que, pour une durée d'essai donnée, un niveau de chargement plus élevé augmente la sensibilité à l'amorçage de fissures de CSC. Par exemple, pour l'acier 304L pré-déformé à 36%, aucune amorce de fissure n'est observée pour $\sigma_{max}/R_{p0,2}$ égal à 2,1. Au contraire, quand le ratio $\sigma_{max}/R_{p0,2}$ est égal 2,35, des amorces de fissure sont observées. De la même manière, pour l'acier 316L pré-déformé à 11%, l'amorçage devient possible au bout de 3000h d'essai pour un niveau de chargement égal à 2,25 alors qu'aucune amorce n'est détectée pour des chargements inférieurs.

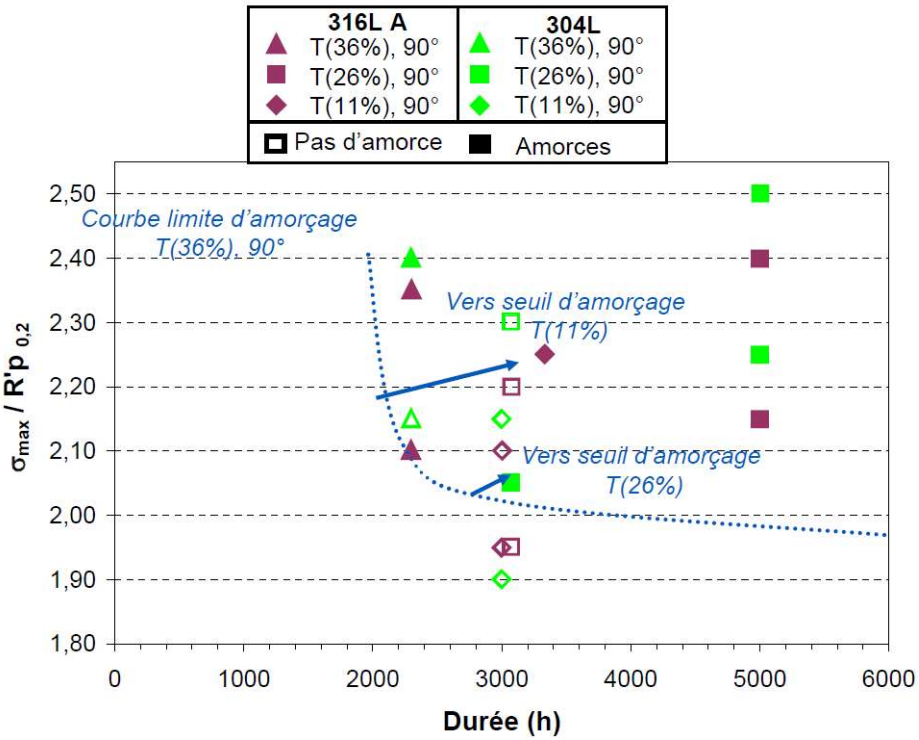

Figure 1-7: Domaine d'amorçage à 360°C dans l'espace chargement relatif / durée en fonction de la pré-déformation [3].

De la même manière, une augmentation de la contrainte maximale en fond d'entaille conduit, pour une même durée d'essai, à des profondeurs de fissures maximales plus élevées (Figure 1-8).

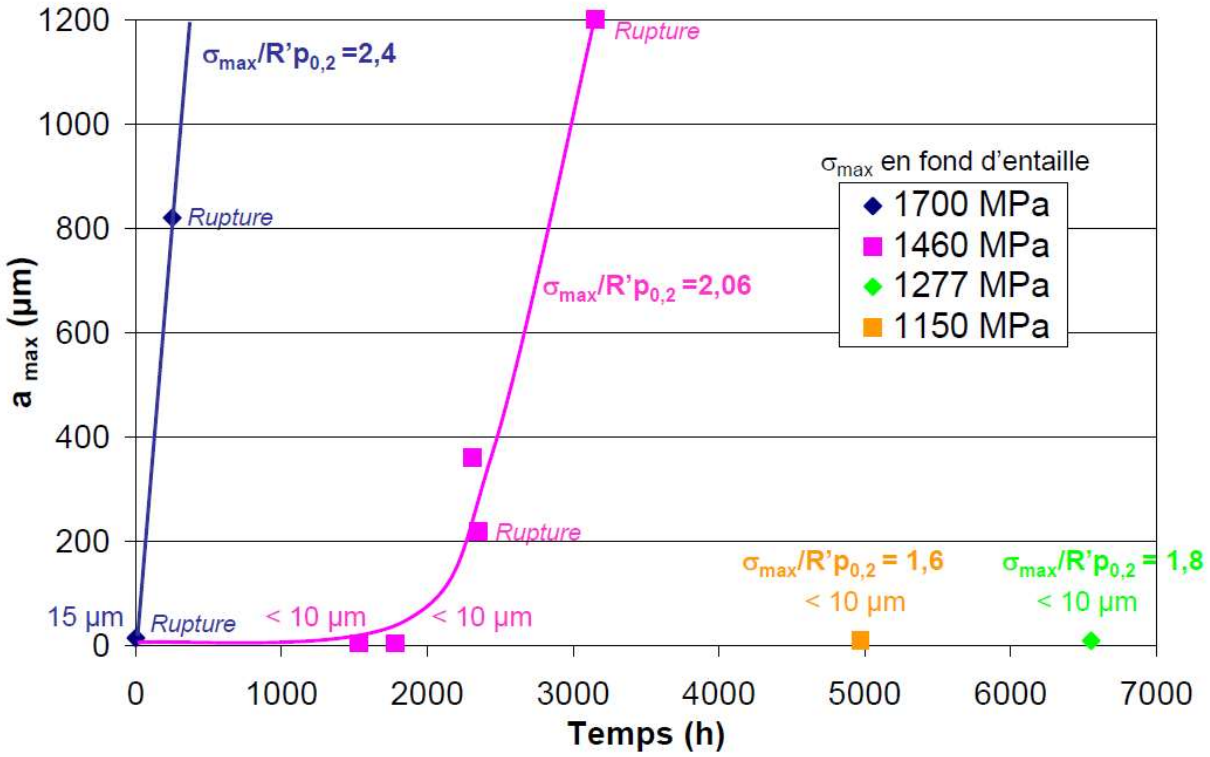

Figure 1-8: Profondeur maximale de fissuration a_{max} obtenue après essais d'amorçage de CSC sur éprouvettes entaillées. Acier 316L laminé à 40%, chargement trapèze. R = 0,85, f= 3×10^{-4}Hz, 340°C [26].

1.2.3.2.2 Effet de la déformation

Couvant et *al.* [4] ont regardé le lien entre la profondeur maximale des fissures de corrosion sous contrainte et la déformation du matériau au cours d'un essai de traction lente ($\dot{\varepsilon} = 5 \times 10^{-8}\ s^{-1}$) en milieu REP pour un acier 304L non pré-écroui (Figure 1-9). La fissuration se produit pour une déformation de 10%. Jusqu'à 50 µm, la profondeur maximale de fissure dépend linéairement de la déformation. Cette phase correspond à l'étape d'amorçage, qui inclut dans ce cas, la phase de propagation lente (Figure 1-9). Une augmentation brutale de la profondeur maximale est ensuite observée, signe que la phase de propagation rapide est atteinte.

Les seuils de microdureté déterminés à partir de la Figure 1-9 pour l'amorçage et la propagation (rapide) des fissures sont respectivement égaux à 240 $HV_{0,1}$ et 310 $HV_{0,1}$. Cependant, ces seuils constituent une condition nécessaire mais pas suffisante pour l'amorçage ou la propagation de fissure de CSC.

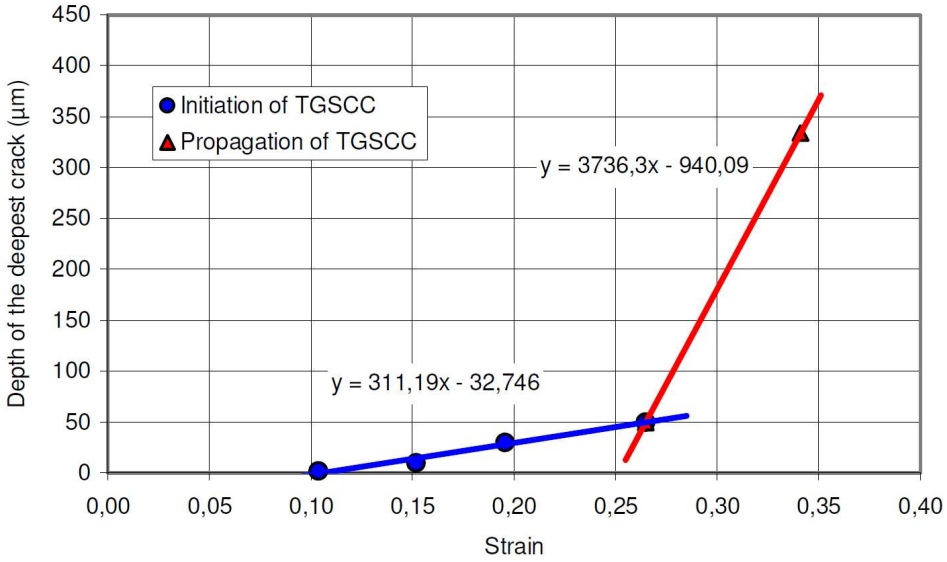

Figure 1-9: Évolution de la profondeur maximale de fissures en fonction de la déformation moyenne imposée au cours d'un essai de traction lente interrompu ($\dot{\varepsilon}=5\times10^{-8}$ s^{-1}) réalisé sur un acier 304L en milieu primaire REP à 360°C [4].

Des essais similaires réalisés sur des aciers pré-déformés ont également montré que la sensibilité à la fissuration est étroitement liée au niveau de déformation plastique introduite lors de l'essai de CSC. Ainsi, la densité de fissures, leur longueur en surface et leur profondeur varient avec le niveau de déformation imposée au cours de l'essai [10]. Il convient toutefois de noter qu'à vitesse de déformation constante, un essai de traction lente mené jusqu'à un taux de déformation plastique plus élevé s'accompagne d'une durée d'exposition plus longue au milieu primaire ce qui peut aussi avoir un effet sur le réseau de fissuration formé en surface.

1.2.3.2.3 Effet du mode de chargement

Le mode de chargement a aussi un effet sur le temps d'amorçage. Deux modes de chargement ont été utilisés par Herms et *al.* [26] sur une éprouvette entaillée en acier 316L pré-déformé par laminage jusqu'à 40% : un chargement statique et un chargement pseudo-cyclique. Les conditions du chargement pseudo-cyclique sont choisies en veillant à toujours réaliser un essai de CSC et non un essai de fatigue-corrosion (R=0,8, fréquence faible). Pour les deux modes de chargement, la même valeur de contrainte maximale en fond d'entaille est imposée (1460 MPa) : le temps d'amorçage pour le chargement statique est 3 fois plus long que celui du chargement pseudo-cyclique (Figure 1-10). La sensibilité à la CSC augmente donc lorsque l'essai est réalisé sous une sollicitation dynamique plutôt que statique.

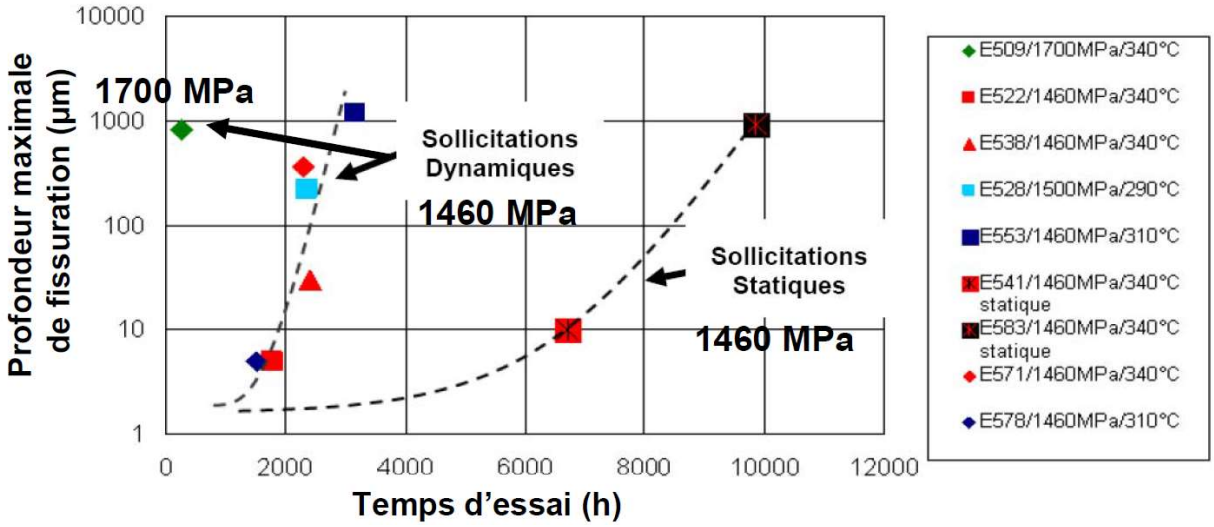

Figure 1-10: Profondeur maximale de fissuration par CSC sous sollicitations statique et dynamique dans un acier 316L pré-écroui par laminage (40%), en fonction du temps d'essai en milieu primaire et de la température. Essais sur éprouvettes entaillées [26].

1.2.3.2.4 Effet de la vitesse de déformation

Une des grandeurs utilisées pour évaluer la sensibilité des alliages à la CSC est l'écart relatif entre la déformation à rupture mesurée à l'issue d'un essai de traction hors milieu et celle mesurée dans le milieu d'intérêt [27] :

$$\text{Sensibilité à la CSC} = \frac{\varepsilon_0 - \varepsilon_{CSC}}{\varepsilon_0} \quad (1\text{-}4)$$

où ε_0 et ε_{CSC} sont les déformations à rupture obtenues pour un essai de traction sous air et pour un essai de CSC en milieu primaire, respectivement.

Ce critère a été utilisé par Zhong et *al.* [28] pour évaluer l'effet de la vitesse de déformation sur la sensibilité à la CSC. Ainsi, un essai de traction lente réalisé à une vitesse de déformation plus lente, en milieu primaire, conduit à une sensibilité à la CSC plus élevée (Figure 1-11). Le nombre de fissures courtes (profondeur < 10 µm) est également plus élevé.

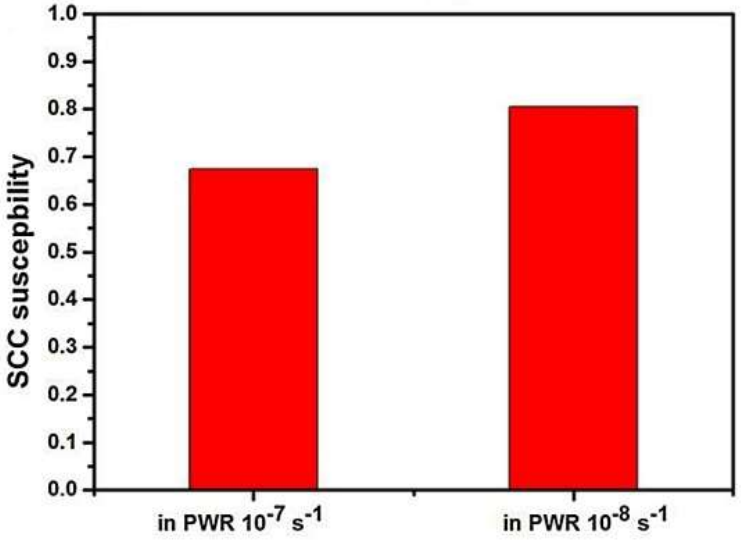

Figure 1-11: Effet de la vitesse de déformation imposée lors d'un essai de traction lente sur le facteur de sensibilité à la CSC d'un acier inoxydable 316 en milieu primaire simulé [28].

L'effet de la vitesse de déformation sur la profondeur des fissures est confirmé par les travaux de Touzet et *al.* [29]. Ces auteurs ont montré, pour des éprouvettes en acier 304L, que le nombre de fissures longues (profondeur > 400 µm) diminue avec l'augmentation de la vitesse de déformation, tandis que le nombre de fissures courtes (profondeur < 100 µm) diminue avec l'augmentation de la vitesse de déformation.

1.2.3.2.5 Effet de la pré-déformation et du trajet de chargement

Des résultats de la littérature montrent que l'amorçage de la CSC en milieu primaire se produit pour des matériaux suffisamment pré-écrouis [30,31]. Couvant et *al.* [4], par exemple, montrent qu'un pré-écrouissage est nécessaire pour l'amorçage de la CSC dans un acier inoxydable austénitique.

Huguenin [3] montre que plus l'éprouvette est pré-déformée, moins le temps nécessaire pour l'amorçage est grand (Figure 1-7). Ainsi, pour l'acier 316L, à chargement équivalent, l'amorçage de fissures est observé après 2300 h pour des éprouvettes pré-déformés de 36% alors qu'après 3000h, aucun amorçage n'est observé pour une pré-déformation plus faible (11% et 26%).

Couvant et *al.* [4] ont également étudié l'effet du trajet de chargement sur la fissuration par CSC des aciers inoxydables austénitiques. Un pré-cisaillement est appliqué sur des échantillons, dans lesquels sont ensuite prélevées, selon trois orientations différentes, des petites éprouvettes pour des essais de traction lente en milieu primaire (Figure 1-12). Trois chemins de déformation sont donc étudiés au cours de ces essais.

Schmitt [32] a proposé un paramètre scalaire β pour caractériser les trajets de chargement effectués en deux étapes. β est défini par le cisaillement plastique $\widetilde{\varepsilon_1}$ subi pendant la pré-

déformation (à l'air, 25 °C) et par la déformation plastique $\widetilde{\varepsilon_2}$ subie pendant l'essai de traction lente (milieu REP, 360 °C) :

$$\beta = \frac{\widetilde{\varepsilon_1} : \widetilde{\varepsilon_2}}{|\widetilde{\varepsilon_1}| \cdot |\widetilde{\varepsilon_2}|} \tag{1-5}$$

La valeur de β est égale à +1 quand l'angle ϕ est de 45°, à 0 pour ϕ=90°, à -1 pour ϕ=135°.

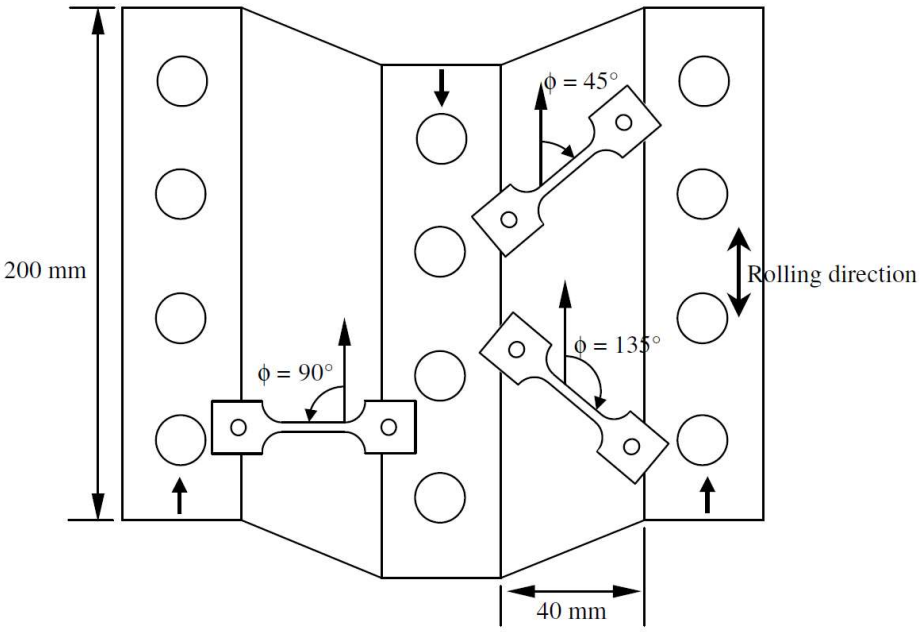

Figure 1-12: Usinage d'éprouvettes de traction dans des matériaux pré-cisaillés dans l'air à 25 °C [4].

La Figure 1-13 présente l'évolution de la profondeur maximale des fissures intergranulaires et intragranulaires avec le taux de pré-cisaillement γ pour les 3 essais. La profondeur maximale de fissure intergranulaire (Figure 1-13 (a)) croît avec la valeur du pré-cisaillement. Pour un pré-cisaillement γ = 0,2, il apparait que la profondeur maximale de fissure ne dépend pas du trajet de déformation (β = 0 ou -1). Au contraire, pour γ = 0,4, la fissuration intergranulaire est plus profonde pour le trajet de déformation le plus sévère mécaniquement (angle de 90° / β = 0). En conclusion, un chemin de déformation pseudo-monotone (β = 1, angle de 45°) n'influence pas de manière significative l'amorçage de la fissuration intergranulaire par CSC, quel que soit le niveau de pré-cisaillement. Par contre, l'amorçage est favorisé par des chemins de déformation sévères (β = 0).

Quels que soient le trajet de chargement et le niveau de pré-cisaillement, des fissures intragranulaires sont toujours observées (Figure 1-13 (b)). Leur profondeur maximale est obtenue pour un pré-cisaillement γ = 0,2 et pour β = -1. Cependant, un trajet de chargement complexe (β ≠ -1) associé à un pré-cisaillement important (γ = 0,4) semble réduire leur propagation.

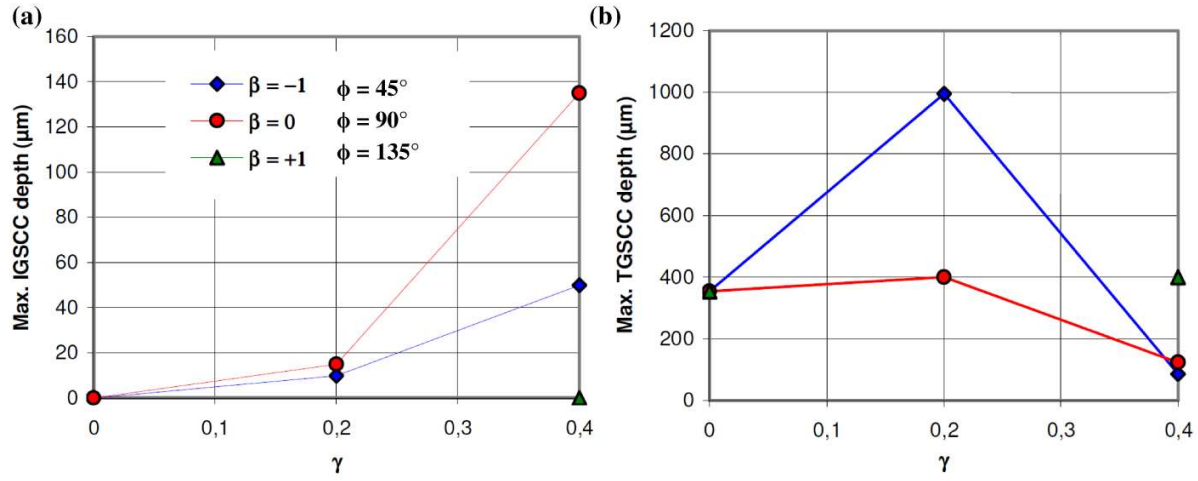

Figure 1-13: Profondeur maximale de fissure (a) intergranulaire et (b) intragranulaire en fonction d'un pré-cisaillement appliqué et du trajet de chargement. Les essais de CSC sont effectués en milieu primaire à 360°C sur un acier 304L ($\dot{\varepsilon}=5\times10^{-8}$ s^{-1}). γ est le pré-cisaillement et β décrit le trajet de chargement (β = 1 pour 45°, β = 0 pour 90° et β = -1 pour 135°) [4].

L'effet du trajet de chargement sur la sensibilité à l'amorçage des aciers inoxydables a également été étudié en utilisant des éprouvettes cruciforme [11], qui permettent une traction séquencée dans deux directions orthogonales. La pré-déformation est effectuée à température ambiante. Un essai de traction lente est ensuite réalisé en milieu primaire à 360°C selon la direction perpendiculaire. Le Tableau 1-2 présente les résultats obtenus après l'essai de CSC.

Material	Specimen	Mean Prior-E_{xx}	Duration (h)	Mean E_{yy}	Mean $\dot{E}_{yy}$ (s^{-1})	Remarks
304L	1594-T112-02	0.120	1400	≈ 0.500	≈ 9.9 10^{-8}	No initiation after 270 h. Initiation of IGSCC then TGSCC propagation up to failure.
	1594-T112-06	0.070	519	0.040	2.1 10^{-8}	Significant IGSCC initiation + shallow TGSCC initiation
	1594-T112-07	0.100	313	0.110	9.8 10^{-8}	Significant IGSCC initiation + shallow TGSCC initiation
	1594-T112-08	0.170	430	0.006	3.9 10^{-9}	Significant IGSCC initiation + shallow TGSCC initiation
	1594-T112-03	0.111	1864	0.010	0	Few sites of IGSCC
316L	1594-T217-01	0.066	720	0.020	7.7 10^{-9}	Shallow IGSCC initiation
	1594-T217-02	0.040	1606	0.270	4.7 10^{-8}	Significant IGSCC initiation + TGSCC
	1594-T217-10	0.060	577	0.003	1.4 10^{-9}	No initiation

Tableau 1-2: Résultats des essais de traction lente réalisés en milieu primaire à 360°C. E_{xx} représente le taux de pré-déformation à température ambiante et E_{yy} correspond à la déformation moyenne obtenue à l'issue de l'essai de CSC [11].

Ces résultats montrent qu'une pré-déformation en traction (entre 4% et 17%) suivie d'une déformation plastique pendant l'essai de CSC (entre 0,6% et 27%) conduit à l'amorçage de fissures intergranulaires dans les aciers inoxydables austénitiques (304L et 316L), y compris pour des taux de déformation plastique faibles (quelques pourcents) lors de l'étape de CSC.

1.2.3.3 Effet de paramètres matériaux

1.2.3.3.1 Effet de la ferrite

Comme indiqué à la partie 1.1.2, les aciers inoxydables austénitiques peuvent contenir quelques pourcents de ferrite résiduelle. La Figure 1-14 illustre que l'interface ferrite/austénite peut être très sensible à l'amorçage de la CSC en milieu primaire simulé à 300°C [33]. Ceci a été vérifié sur une surface de 600 grains, sur laquelle on trouve principalement des fissures aux interfaces entre la ferrite/austénite. Abe et *al.* [34] et Tice et *al.* [10] ont trouvé des résultats similaires que ce soit sur des aciers 304L ou 316L.

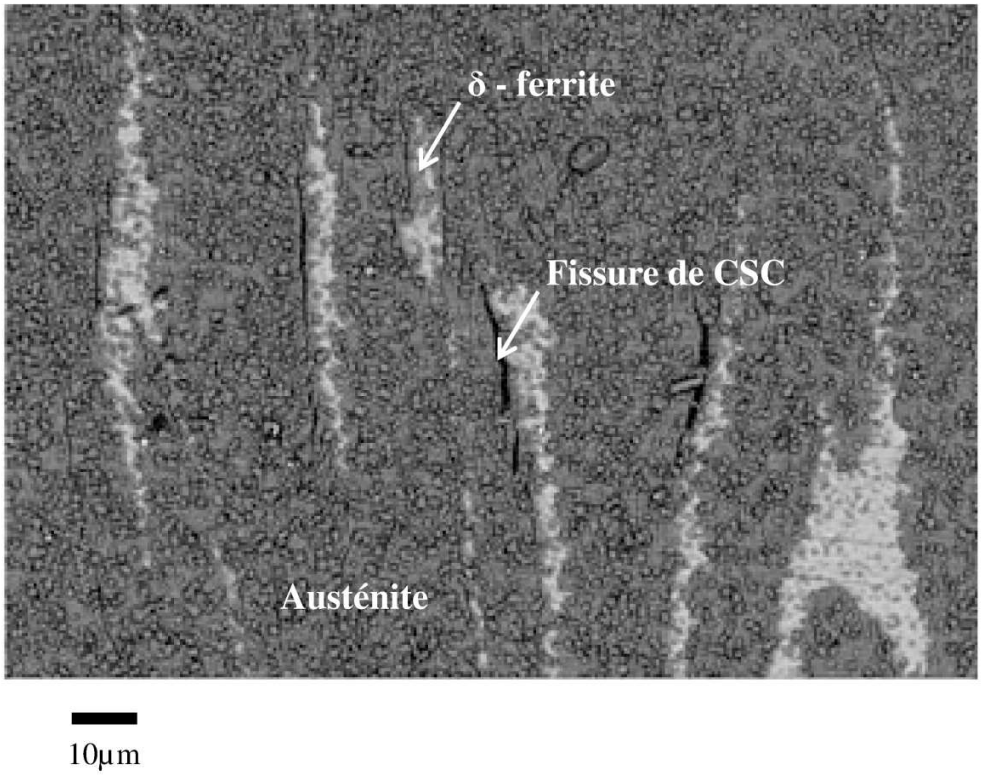

Figure 1-14: Images en électrons rétrodiffusés de la surface d'une éprouvette en acier 304L après un essai de traction lente ($\dot{\varepsilon}=10^{-7}$ s^{-1}) à 300°C en milieu primaire simulé [33].

1.2.3.3.2 Effet de la nature des joints de grains

Fujii et *al.* [35] ont étudié la sensibilité à la corrosion intergranulaire en milieu acide oxalique des joints de grains spéciaux (joints CSL) et de faible désorientation, estimée à partir de la largeur de la zone corrodée au niveau du joint de grains (largeur de sillon). Une synthèse est donnée sur la Figure 1-15 où la largeur du sillon est normalisée par la largeur moyenne mesurée autour des joints de grains généraux. Certains joints de grains présentent une résistance élevée à la corrosion intergranulaire, en particulier les joints faiblement désorientés et les joints spéciaux Σ3, Σ5, Σ13a,

Σ15, Σ17a, Σ17b, Σ19a, Σ19b et Σ25a qui présentent, en moyenne, une zone corrodée plus minces que celle autour des joints généraux.

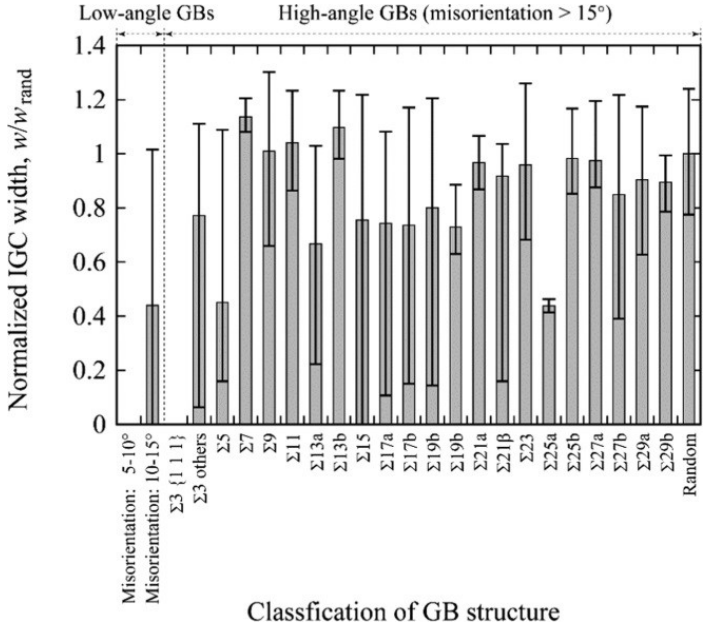

Figure 1-15: Effet de la nature des joints de grains sur la corrosion intergranulaire d'un acier 304 en milieu acide oxalique à température ambiante [35].

La sensibilité des joints de grain à la CSC en milieu primaire suit la même tendance. La CSC se localise aux joints de grains ayant une faible résistance à l'oxydation intergranulaire et non pas aux joints de grains ayant une résistance élevée [12].

Liu et *al.* [36] ont souligné que les parois de macles (Σ3) ou les joints dérivés de paroi de macles présentent une résistance élevée à l'amorçage et la propagation de fissures de CSC dans l'acier inoxydable 316. King et *al.* [37] montrent que les joints de grains qui présentent une résistance plus élevée aux fissures intergranulaires de CSC ne sont pas nécessairement des joints avec un Σ faible, mais sont des joints dont le plan est proche d'un plan de bas indices de Miller {hkl}, tels que des joints de macle cohérents.

Enfin, les joints avec une longueur plus importante ont une sensibilité plus élevée à la CSC [12]. Sur la Figure 1-16, le rapport n_c/n_{all} est tracé en fonction de la longueur de joints de grains, où n_c est la densité surfacique de joints de grains fissurés et n_{all} est la densité surfacique totale de joints de grains. On constate que le rapport n_c/n_{all} augmente avec la longueur de joint de grains ; un joint de grains plus long présente une plus grande sensibilité à la CSC. La même tendance est obtenue sur l'acier 316 dans l'eau avec 8 ppm d'oxygène dissous à 288°C [38].

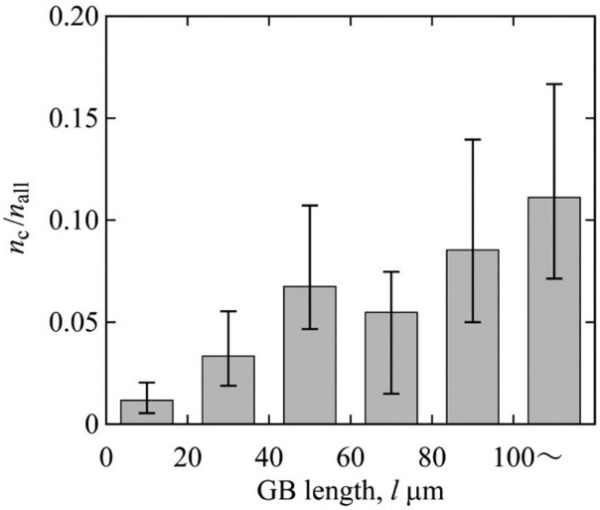

Figure 1-16: Histogramme de la fraction de joints de grains fissurés en fonction de leur longueur [12].

1.2.3.3.3 Effet de l'état de surface

Sur les composants industriels, un usinage est généralement effectué au cours de la dernière étape de la fabrication. L'usinage peut conduire à de la rugosité de surface, à l'existence d'une couche écrouie et/ou recristallisée, ainsi qu'à des contraintes résiduelles [39]. La préparation de la surface et l'usinage jouent un rôle très important dans l'amorçage de fissures de CSC dans les aciers inoxydables [40,41]. Cependant, il est difficile de déterminer, parmi les facteurs précédemment cités, celui qui est prépondérant sur les autres en termes de sensibilité à la CSC.

Scenini et *al.* [33] ont comparé la sensibilité à la CSC d'éprouvettes en acier 304L soumis à de la traction lente en milieu primaire avec un état de surface brut d'usinage, poli OPS ou poli au papier SiC 600. Les sensibilités à la CSC minimale et maximale sont obtenues respectivement pour l'état de surface brut d'usinage et après polissage OPS.

Chang et *al.* [42] ont aussi comparé la sensibilité à la CSC d'éprouvettes en acier 304L soumis à de la traction lente en milieu primaire avec un état de surface brut d'usinage et poli OPS. Les surfaces usinées sont toujours plus résistantes à l'amorçage de la CSC que celles polies par l'OPS, quelle que soit la vitesse de déformation.

Le polissage au papier 600 conduit à 50% de fissures en moins que le polissage OPS. L'effet de l'état de surface semble plus important sur l'amorçage que sur la propagation des fissures. En effet, une fois que la fissure se propage au-delà de la couche écrouie due au polissage, le comportement en propagation est similaire pour les deux états de surface [43].

Pour l'échantillon poli à l'OPS, les fissures de CSC s'amorcent et se propagent généralement de manière intergranulaire. La profondeur moyenne observée est de l'ordre de 100 μm, ce qui correspond à environ 3 joints de grains. Un certain nombre de fissures intragranulaires sont

également observées. Elles sont cependant moins profondes et ne semblent pas se propager (Figure 1-17 (a)).

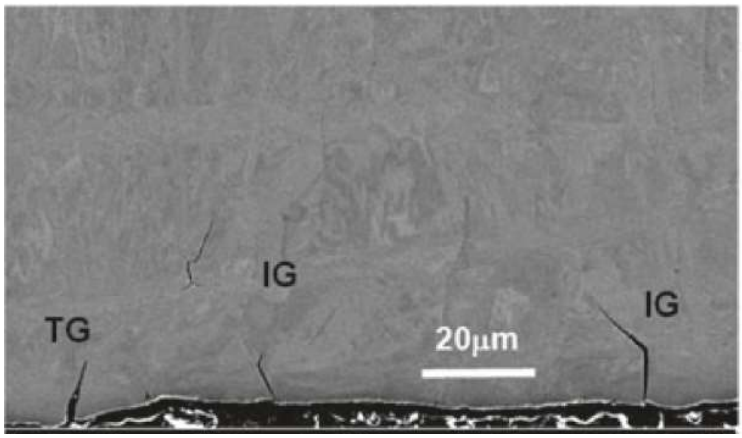

Figure 1-17: Coupe transverse d'un échantillon après essai de traction lente jusqu'à 5% de déformation. La surface initiale est polie OPS [10].

Pour la surface brute d'usinage, les fissures sont toujours intragranulaires et associées aux marques d'usinage. Cependant, des essais ont révélé que ces fissures intragranulaires peuvent éventuellement se propager de manière intergranulaire [24,33].

Des travaux sur les aciers inoxydables indiquent qu'une couche de déformation (épaisseur 50 – 90 μm), constituée d'une couche externe à grains ultrafins et d'une couche interne avec une structure fortement déformée, est présente sous les surfaces usinées [41,44,45]. La couche externe à grains ultrafins peut favoriser une oxydation plus «uniforme» en surface, évitant ainsi l'oxydation localisée le long de joints de grains du substrat, oxydation intergranulaire qui peut être un précurseur de la CSC [46]. Ceci pourrait expliquer la plus faible sensibilité à la CSC de la surface brute d'usinage décrite précédemment.

Un effet de l'orientation des stries d'usinage par rapport à la direction de sollicitation mécanique lors de l'essai de CSC a également été mis en évidence [45]. Quelle que soit l'orientation des stries d'usinage, les fissures s'amorcent et se propagent perpendiculairement à l'axe de traction. Cependant, dans le cas où les stries d'usinage sont elles aussi perpendiculaires à l'axe de traction, des fissures plus nombreuses sont observées (Figure 1-18). Elles s'amorcent toutes et se propagent selon les stries d'usinage. Lorsqu'elles sont orientées différemment, les stries d'usinage ne constituent pas un site d'amorçage privilégié des fissures de CSC.

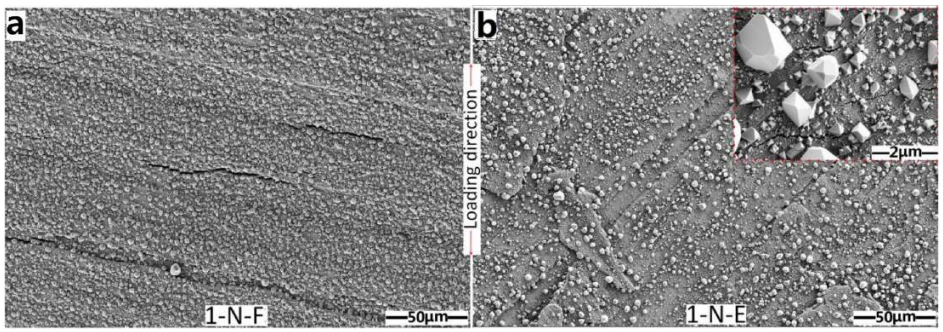

Figure 1-18: Images MEB en électrons secondaires des surfaces avec (a) stries d'usinage perpendiculaires à l'axe de traction, (b) stries d'usinage non perpendiculaires à l'axe de traction. Les images sont prises après l'essai de CSC [45].

Enfin, Shoji [47] a montré que la rugosité de la surface avait un effet significatif sur l'amorçage de la CSC : plus elle est grande, plus les stries sont profondes et, dans le cas de la CSC en milieu chloruré, plus les ions chlorures peuvent s'y concentrer. En milieu primaire, Chang a conclu de la même manière : la surface la plus rugueuse présente les fissures de CSC les plus profondes [45].

1.2.4 Amorçage de fissure par CSC à l'échelle du polycrystal : vers un critère local

Dans la partie précédente, l'influence du matériau, du chargement mécanique et du milieu sur la fissuration par CSC a été décrite. Dans cette partie, l'effet des champs mécaniques et de la cinétique d'oxydation à l'échelle du polycristal sera présenté. L'analyse sera étendue à d'autres matériaux que les aciers inoxydables écrouis, également sensibles à la CSC en milieu primaire ainsi qu'à d'autres environnements. Enfin, une brève description des critères d'amorçage de fissures de CSC proposés dans la littérature sera faite.

1.2.4.1 Champs de déformation locaux

Sur la Figure 1-19 sont tracés les profils de déformations normale ε_θ et de cisaillement γ_θ le long d'un joint de grains fissuré d'un acier 304 testé dans une solution de tétrathionate à 1% [48]. Les déformations sont calculées en utilisant les données issues de mesures par corrélation d'images :

$$\varepsilon_\theta = \frac{\varepsilon_{xx} + \varepsilon_{yy}}{2} + \frac{\varepsilon_{xx} - \varepsilon_{yy}}{2} cos2\theta - \frac{\gamma_{xy}}{2} sin2\theta \quad (1\text{-}6)$$

et

$$\frac{\gamma_\theta}{2} = \frac{\varepsilon_{xx} - \varepsilon_{yy}}{2} sin2\theta + \frac{\gamma_{xy}}{2} cos2\theta \quad (1\text{-}7)$$

θ représente l'angle entre le joint de grains et le plan normal (xy) à la direction de traction. Le long du joint fissuré, ε_θ est maximale au voisinage du point triple (C), où la fissure s'est amorcée, alors que γ_θ est la plus élevée au milieu du joint.

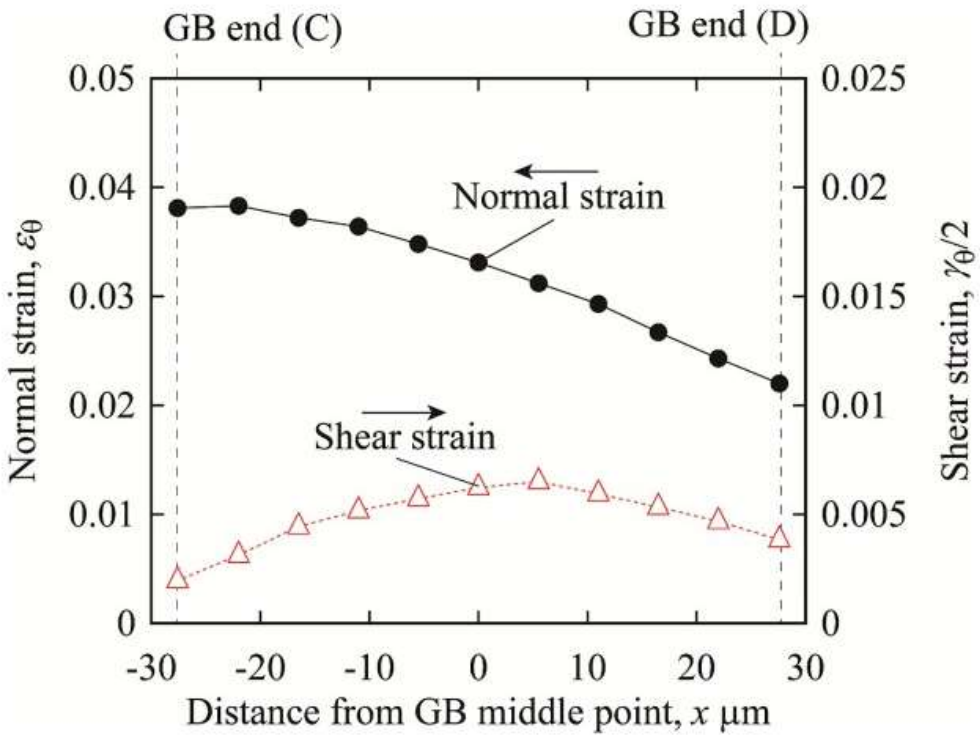

Figure 1-19: Profils des déformations normale ε_θ et de cisaillement γ_θ le long d'un joint de grains fissuré sur un acier inoxydable 304 (pH=3, Solution de tétrathionate à 1%) [48].

De la même manière, les profils des déformations ε_θ et γ_θ obtenus le long d'un joint de grains non fissuré sont aussi étudiés. Dans ce cas, ε_θ est faible comparée à celle du joint fissuré, tandis que γ_θ est comparable.

Les auteurs concluent de l'ensemble de ces résultats que la déformation de cisaillement γ_θ n'a pas d'influence sur l'amorçage de fissures intergranulaires en CSC. Au contraire, ε_θ serait la grandeur mécanique critique pour l'amorçage de fissures de CSC.

1.2.4.2 Localisation et incompatibilité de la déformation

Des essais de traction lente menés en milieu primaire sur un acier inoxydable 304 pré-écroui montrent que les fissures tendent à s'amorcer sur des joints de grains perpendiculaires à l'axe de traction et se situant entre deux grains ayant subi des déformations très différentes lors de l'étape de pré-écrouissage (Figure 1-20) [10]. L'incompatibilité de la déformation semble donc jouer un rôle important dans l'amorçage de fissures de CSC [49].

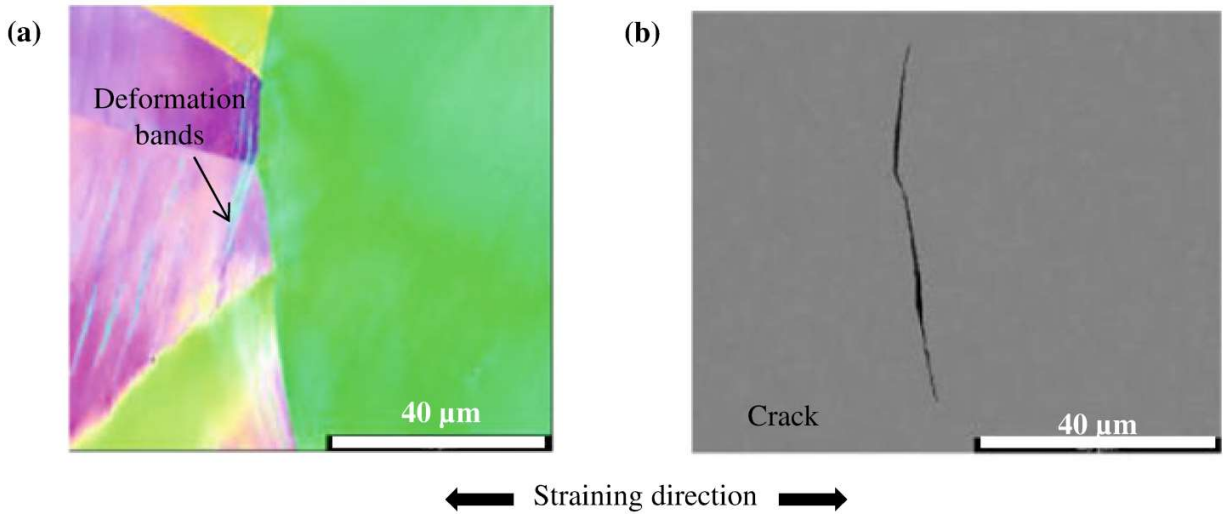

Figure 1-20: CSC d'un acier 304 pré-écroui en milieu primaire (a) Microstructure déterminée par EBSD après le pré-écrouissage, (b) fissure intergranulaire observée dans la même zone après l'essai de CSC [10].

Cela est confirmé par Couvant et *al.* [11], qui ont montré que les fissures s'amorcent généralement là où une hétérogénéité de déformation est observée : cela peut être observé sur la Figure 1-21, où l'on peut voir une fissure entre deux grains présentant des densités de dislocations différentes aux voisinages du joint de grain.

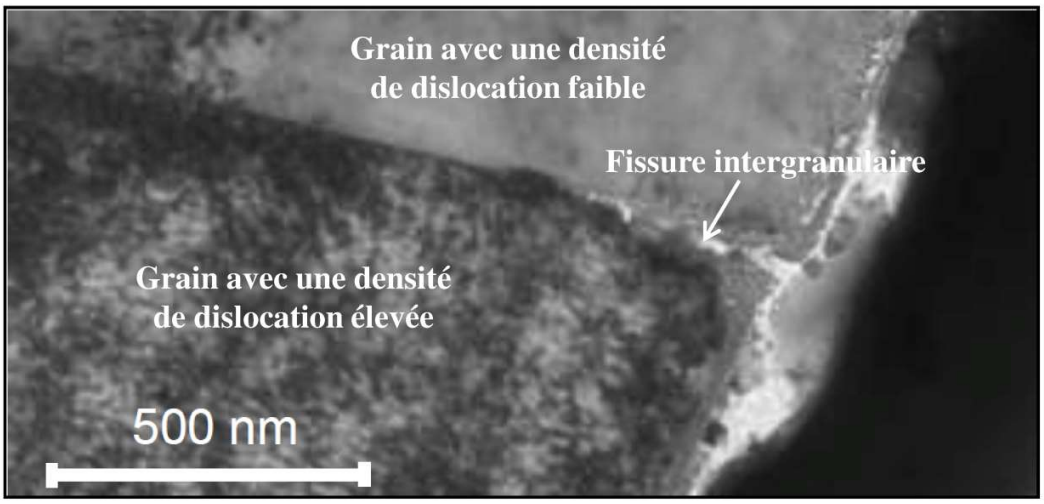

Figure 1-21: Amorçage de fissures intergranulaires entre des grains avec différents niveaux de déformation sur l'acier 316L pré-écroui après essai de traction lente ($\dot{\varepsilon}=7{,}7 \times 10^{-9} s^{-1}$) dans un milieu primaire à 360°C. La pré-déformation est de 10% et la déformation pendant l'essai de CSC est de 3%. Les axes de traction pour les deux étapes sont perpendiculaires [11].

Le rôle de la localisation et des incompatibilités de déformation sur l'amorçage de la CSC a été largement étudié dans les aciers inoxydables irradiés. L'irradiation est un facteur aggravant de la sensibilité à la CSC de ces matériaux. Elle induit de nouveaux défauts microstructuraux, tels que

des boucles de dislocation ou des cavités. La composition chimique locale est modifiée, en particulier aux joints de grains. Ces défauts sont à l'origine d'une forte localisation de la déformation plastique dans un nombre limité de plans de glissement, ce qui conduit à la formation de canaux de dislocations. La localisation de la déformation peut également se manifester par la formation de nano- et micro-macles.

Différentes études [8,50] portant sur la sensibilité à l'amorçage de fissures de CSC dans les aciers inoxydables irradiés ont permis d'identifier des conditions nécessaires pour l'amorçage (Figure 1-22) :

1. les joints de grains qui fissurent sont principalement des joints de grains généraux perpendiculaires à l'axe de sollicitation mécanique;
2. dans leur majorité, au moins l'un des deux grains adjacents présente un facteur de Schmid faible.

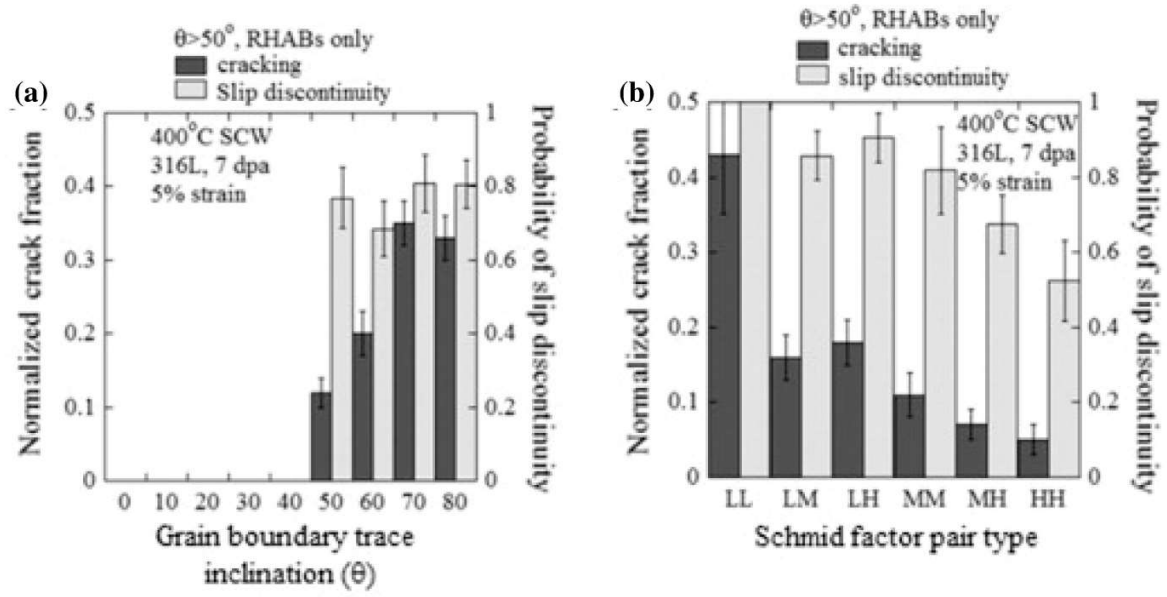

Figure 1-22: Co-dépendance de la fissuration intergranulaire et de la discontinuité du glissement sur (a) l'inclinaison et (b) les couples de facteurs de Schmid pour les deux grains adjacents à un joint de grains. Acier 316L irradié testé dans de l'eau supercritique à 400°C [51].

West et *al.* [51] ont mis en évidence que la forte localisation de la déformation et l'existence d'une contrainte normale aux joints de grains élevée favorisent l'amorçage de fissures intergranulaires par CSC assistée par l'irradiation dans les aciers austénitiques dans divers environnements à haute température. Ces conclusions ont été obtenues en estimant le degré de localisation de la déformation par la mesure, à l'issue d'un essai de traction lente, de la hauteur des marches observées en surface, et résultant de l'émergence des canaux de dislocation. Les auteurs montrent également que la fissuration intergranulaire par CSC n'est observée que quand la hauteur moyenne des canaux dans l'un des grains adjacents à la fissures dépasse une valeur seuil d'environ 300 nm (Figure 1-23) [52,53].

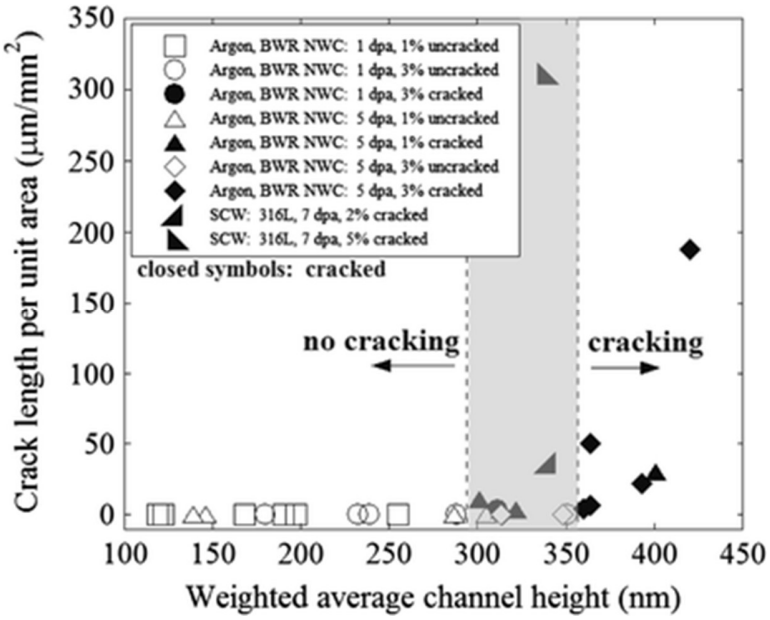

Figure 1-23: Longueur de fissure par unité de surface en fonction de la hauteur moyenne pondérée des canaux de dislocations pour les aciers austénitiques déformés dans des environnements à haute température [50].

De plus, il a été observé que la plupart des fissures intergranulaires amorcées dans les aciers inoxydables irradiés sont observées au niveau des joints de grains pour lesquels la probabilité d'avoir une discontinuité de glissement à travers le joint est supérieure ou égale à 0,60 (Figure 1-24) [50]. Ces résultats ont été obtenus aussi bien dans l'eau supercritique qu'en milieu réacteur à eau bouillante (REB) ou REP simulé [8].

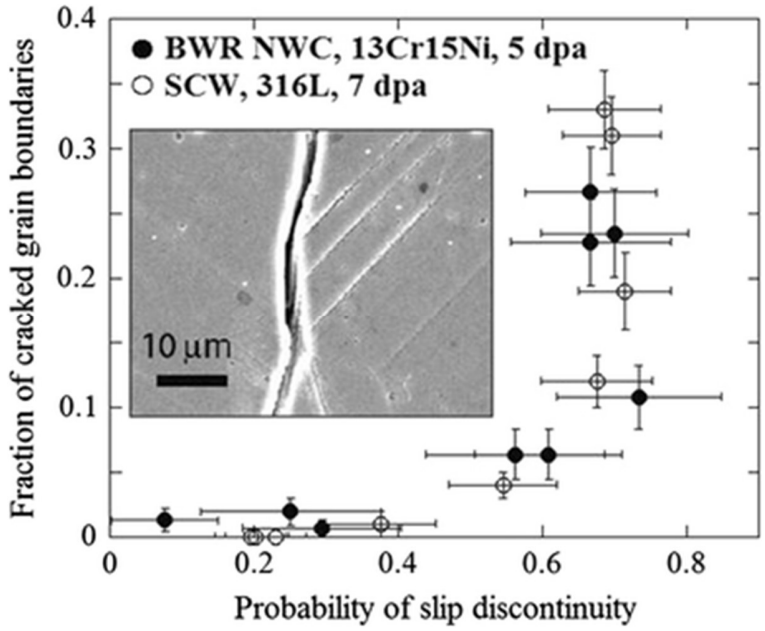

Figure 1-24: Corrélation entre fissuration et discontinuité de glissement au joint de grains pour les aciers inoxydables irradiés aux protons déformés dans l'eau supercritique et en milieu réacteur à eau bouillante (REB) simulé [50].

La discontinuité du glissement est par ailleurs plus fréquemment observée pour les joints de grains dont l'inclinaison de la trace sur la surface par rapport à l'axe de traction est supérieure à 50°, ainsi que pour les joints de grains dont l'un des grains adjacents a un facteur de Schmid faible. Elle atteint 100% lorsque les deux grains adjacents ont des facteurs Schmid faibles (Figure 1-22).

1.2.4.3 Champs de contrainte

La localisation de déformation aux joints de grains, de même que l'hétérogénéité de déformation sont susceptibles de générer des fortes contraintes sur les joints de grains. Leur influence sur l'amorçage de fissures de CSC a été étudié par West et Was [9] pour l'acier inoxydable sensibilisé de type 304 irradié. Ils ont développé un modèle analytique pour estimer la contrainte normale s'appliquant sur un plan de joint, basé sur l'inclinaison du plan de joint par rapport à l'axe de traction et sur la contrainte d'écoulement du grain adjacent le plus propice à la déformation plastique. Cette contrainte est supposée, en première approximation, égale à la limite d'élasticité et dépend du facteur de Schmid du système de glissement activé. Les résultats obtenus mettent en évidence qu'il existe une corrélation entre la sensibilité à la fissuration d'un joint de grains et la contrainte normale s'appliquant sur ce même joint. Stratulat et *al.* [54] ont également conclu que les sites d'amorçage coïncidaient avec les joints de grains les plus fortement chargés pour le même type de matériaux.

Fujii et *al.* [12] ont étudié l'influence des contraintes normale et de cisaillement au joint de grains sur la CSC, en se basant sur le modèle de West [50]. Le ratio n_c/n_{all} est tracé en fonction des

contraintes effectives normalisées $\sigma_N/\sigma_{0.2}$ et de $\tau_N/\tau_{0.2}$ (Figure 1-25). n_c est le nombre de joints de grain fissurés et n_{all} est le nombre total de joints quantifiés sur la même surface. La valeur de ce ratio augmente avec l'augmentation de la contrainte normale effective, alors qu'elle reste globalement constante quelle que soit la valeur de la contrainte de cisaillement effective. Par conséquent, la CSC se produit préférentiellement au niveau des joints de grains soumis à une contrainte normale élevée et la contrainte de cisaillement n'affecte pas la survenue d'une fissure intergranulaire de CSC.

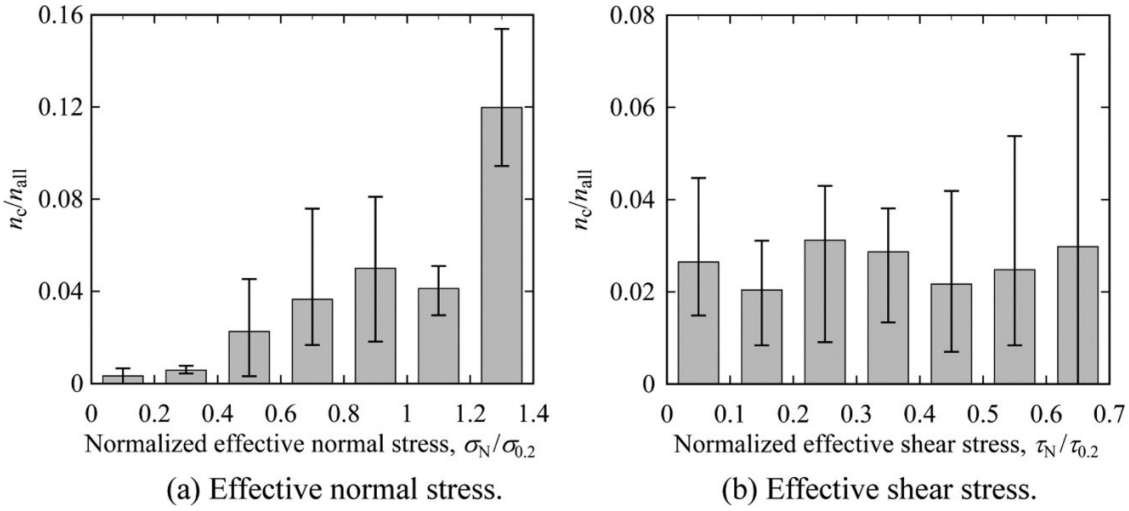

Figure 1-25: Fraction de joints de grains fissurés en fonction (a) de la contrainte normale effective et (b) de la contrainte de cisaillement effective aux joints de grains [12].

1.2.4.4 Rupture des joints de grains oxydés

Dans la partie 1.2.1, nous avons vu que le processus de CSC débute par une étape d'incubation au cours de laquelle le matériau, au contact du milieu primaire, s'oxyde en surface et aux joints de grains. L'amorçage se produit lorsqu'il y a rupture d'un joint de grains oxydé, l'oxyde venant affaiblir mécaniquement le joint.

L'oxydation intergranulaire des alliages base nickel en milieu primaire a été largement étudiée. Les études portant sur les aciers inoxydables austénitiques sont moins nombreuses. Toutefois, l'oxydation intergranulaire dans ces matériaux en milieu primaire a bien été mise en évidence et la cinétique d'oxydation des joints de grains étudiée à 320°C et 360°C [55].

Afin d'identifier un critère de rupture de joints de grains oxydés, Caballero Hinostroza [16] et Wehbi [56] ont réalisé des essais de traction sur des éprouvettes en alliage base nickel préalablement oxydées en milieu primaire simulé. Ils ont pu mettre en évidence une profondeur d'oxydation critique à partir de laquelle la fissuration devient possible. La Figure 1-26 présente les distributions des profondeurs d'oxydation intergranulaire observées sur des joints des grains fissurés et non fissurés dans un alliage 600 après oxydation en milieu primaire simulé à 360°C

pendant 1000 heures [16]. L'essai de traction est interrompu dès que les premières fissures apparaissent ce qui correspond, dans ce cas, à une contrainte moyenne imposée égale à 531 MPa.

Aucun joint de grains fissurés n'est observé pour une profondeur d'oxydation interganulaire inférieure à 300 nm. Au-delà de cette valeur, la fissuration devient possible. La profondeur d'oxydation intergranulaire critique pour qu'il y ait rupture du joint de grains est donc estimée à 300 nm.

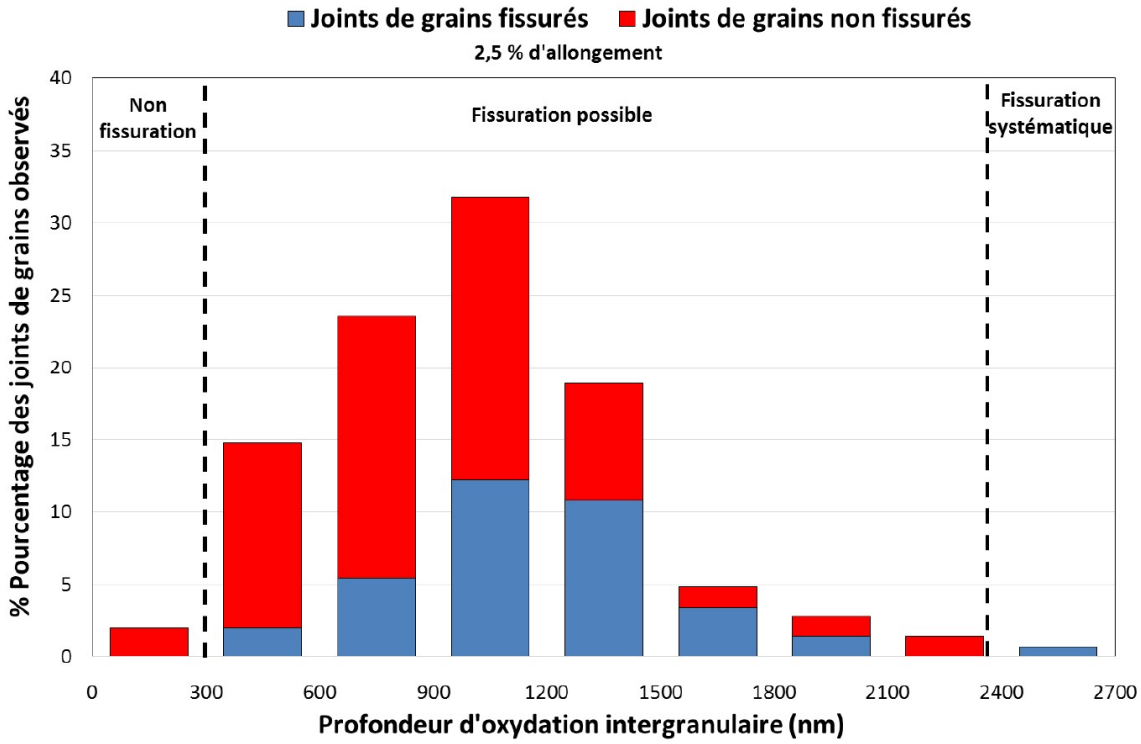

Figure 1-26: Distribution de la profondeur d'oxydation intergranulaire observée sur des joints de grains fissurés et non fissurés, d'un alliage base nickel 600 préalablement oxydé en milieu primaire simulé à 360°C pendant 1000 h, pour une contrainte moyenne de 531 MPa [16].

De la même manière, des essais d'oxydation d'un acier inoxydable 310S réalisés sous pression dans l'eau supercritique à 500°C conduisent à la formation de fissures.

1.2.4.5 Critères d'amorçage de fissures par CSC

Les résultats précédents ont mis en évidence que la localisation de la déformation, les incompatibilités de déformation, la contrainte normale et l'oxydation s'appliquant sur les joints de grains sont des facteurs importants pour l'amorçage de fissure de CSC. Sur la base de ces résultats, plusieurs auteurs ont proposé des critères qui permettent de rendre compte de l'apparition de fissures de CSC en milieu primaire.

Ainsi, Couvant et *al.* [57,58] ont proposé un modèle « local » pour mieux prévoir la fissuration par CSC d'alliages base nickel et d'aciers inoxydables austénitiques. Ce modèle permet d'estimer

le temps nécessaire pour qu'une fissure atteigne une profondeur donnée et repose sur trois briques élémentaires qui décrivent chacune une étape du scénario de fissuration par CSC : un modèle de cinétique d'oxydation intergranulaire, un critère de rupture de joint de grains oxydé, un modèle de propagation.

Dans ce modèle, l'amorçage est décrit comme la rupture d'un joint de grains oxydé. Cette rupture est décrite par deux grandeurs considérées successivement et indépendamment l'une de l'autre :

- une profondeur d'oxydation critique qui correspond à la profondeur minimale à partir de laquelle les joints de grains peuvent fissurer ;
- une valeur de contrainte, tirée aléatoirement au sein d'une distribution gaussienne centrée sur la contrainte moyenne imposée pendant l'essai de CSC et affectée de manière aléatoire à chaque joint de grains testé dans le modèle.

La fissuration est possible lorsque, pour un joint de grain donné, la profondeur d'oxydation atteint la profondeur critique et si la contrainte affectée à ce joint est supérieure à une valeur critique, estimée à 493 MPa pour les aciers inoxydables austénitiques [55].

Pour décrire l'amorçage de fissures de CSC des aciers inoxydables austénitiques dans une solution de tétrathionate à température ambiante, Fujii et *al.* [12] propose un modèle analytique qui couple corrosion intergranulaire et contrainte locale. Leur critère d'amorçage dépend de plusieurs facteurs : la nature du joint de grains, sa longueur et les contraintes normales s'appliquant sur le plan du joint. Il est basé sur l'équation (1-8) [59-62]:

$$\omega' \cdot l \cdot ({\sigma_N}^2 + {\tau_N}^2) = \beta K_{CB}^2 = (const.) \quad (1\text{-}8)$$

où l, σ_N, τ_N, β et K_{CB} sont respectivement la longueur du joint de grains, la contrainte normale au joint, la contrainte de cisaillement du joint, une constante matériau et la résistance à la rupture d'un joint de grains.

ω'est un facteur géométrique utilisé pour rendre compte de l'effet de la nature du joint de grains sur la sensibilité à la CSC. Cette grandeur est définie comme le rapport entre la largeur d'un sillon d'attaque mesurée en surface normalisée par la largeur moyenne mesurée sur une population de joints de grains généraux (*cf.* paragraphe 1.2.3.3). Elle vaut donc 1 pour un joint général et est inférieure à 1 dans les autres cas.

La Figure 1-27 montre la probabilité de fissuration intergranulaire par CSC (n_c/n_{all}) en fonction de la valeur de $\omega' \cdot l \cdot (\sigma_N^2 + \tau_N^2)$. Cette valeur augmente lorsque la valeur de $\omega' \cdot l \cdot (\sigma_N^2 + \tau_N^2)$ augmente. Lorsqu'elle devient supérieure à 4 $MPa^2 \cdot m$, la probabilité de fissuration est supérieure à 25%. Pour cette valeur du critère, les joints de grains sont fissurés de manière préférentielle.

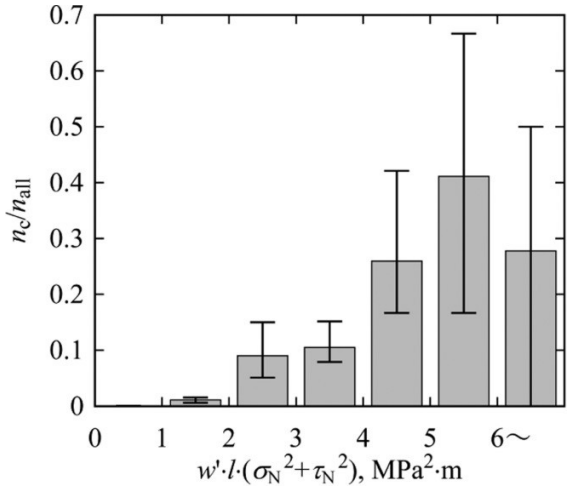

Figure 1-27: Critère d'amorçage de fissuration intergranulaire de CSC [12].

Cependant certains aspects de ce critère sont à préciser :

- les contraintes sont calculées par un modèle analytique [9], mais ce dernier est trop simple pour calculer des contraintes précises sur les joints de grains dans un polycristal ;
- la redistribution des contraintes dues à l'amorçage, à la propagation et à la coalescence des fissures est ignorée. Lorsqu'une fissure amorce près d'un joint de grain, les contraintes en son voisinage vont changer.

1.3 Conclusion

L'objectif principal de ce chapitre est d'introduire le matériau utilisé dans cette thèse : l'acier inoxydable austénitique 316L et de présenter la compréhension actuelle des mécanismes de la fissuration par corrosion sous contrainte de ce matériau en milieu primaire. Dans ces conditions, la CSC des aciers inoxydables est caractérisée par une durée longue d'amorçage. Si les résultats actuellement disponibles dans la littérature mettent en évidence un fort effet de l'histoire thermo-mécanique du matériau sur la sensibilité à la CSC, les mécanismes à l'origine de la fissuration ne sont pas encore bien connus.

Le processus de CSC débute par l'oxydation de l'acier en surface et aux joints de grains. Ainsi, une couche d'oxyde duplexe est observée à la surface de l'éprouvette. La couche interne continue de structure spinelle est riche en Cr et en Fe tandis que la couche externe, également de structure spinelle mais discontinue, est riche en Fe. Des pénétrations localisées d'oxyde sont par ailleurs observées aux joints de grains.

L'amorçage des fissures de CSC se produit ensuite. L'état de surface joue un rôle important sur l'amorçage de fissures des aciers inoxydables austénitiques. L'amorçage de fissure est différent pour une surface polie par OPS, surface polie par grain 600 et surface après l'usinage.

En milieu primaire de REP, l'écrouissage semble être une condition nécessaire à la CSC des aciers inoxydables austénitiques. En traction lente, un seuil de dureté de 240 $HV_{0,1}$ semble nécessaire pour l'amorçage et un seuil de 310 $HV_{0,1}$ pour la propagation rapide. La sensibilité à l'amorçage de fissure augmente quand un changement de trajet de chargement est appliqué.

A l'échelle du polycristal, l'amorçage des fissures dépend de la nature des joints de grains (joints généraux les plus sensibles), de l'inclinaison (perpendiculaire) de joint par rapport à l'axe de traction, des champs de déformation et de contrainte locaux, de l'hétérogénéité de la déformation au voisinage d'un joint et de son oxydation. Deux critères d'amorçage de fissures de CSC sont présentés à la fin de ce chapitre. Le critère proposé par Couvant n'a pas de couplage entre l'oxydation intergranulaire et la contrainte locale. À l'inverse, le critère proposé par Fujii prend en compte ce couplage.

Dans le critère présenté par Fujii, la contrainte au joint n'est pas calculée précisément : la contrainte est calculée sur la base des facteurs de Schmid des grains voisins. Cette thèse a pour objectif de calculer les champs mécaniques plus précisément sur un agrégat polycristallin représentatif de l'acier inoxydable 316L étudié. Pour cela, un modèle numérique par éléments finis sera développé sur un agrégat généré à partir d'analyses EBSD en utilisant les champs de déplacement et de déformation mesurés expérimentalement par corrélation d'images. Ce modèle, validé par comparaison entre les champs expérimentaux et numériques, permettra ensuite de calculer les champs de contrainte locaux. La distribution statistique des champs de contrainte sur tous les joints et sur les joints fissurés sera tracée pour étudier l'interaction entre la contrainte locale et la fissuration. En même temps, l'effet de la microstructure (par exemple, la nature du joint de grains et l'inclinaison du joint par rapport à l'axe de traction) sera aussi étudié.

La profondeur d'oxydation intergranulaire sera aussi mesurée pour les joints non fissurés et l'interaction entre la contrainte locale et la profondeur d'oxydation sera déterminée. Ces résultats seront enfin analysés afin de mieux comprendre la contribution du couplage entre microstructure, champs mécaniques et oxydation intergranulaire à l'amorçage de fissuration de CSC de l'acier inoxydable en milieu primaire.

Chapitre 2 :
Matériau et protocoles expérimentaux

2 Matériau et protocoles expérimentaux

Dans ce chapitre, le matériau étudié (acier inoxydable 316L) et les méthodologies expérimentales et numériques utilisées dans cette étude seront présentés.

Dans un premier temps, la caractérisation du matériau sera effectuée d'un point de vue chimique, microstructurale et mécanique (section 2.1). Puis, dans la section 2.2, les différents outils d'analyse utilisés pour mener à bien notre étude seront présentés : la corrélation d'images sur microgrilles d'or-palladium, le dispositif et les conditions d'essai utilisés pour les essais de CSC et les outils numériques pour les calculs éléments finis. Les démarches numériques sont de plus précisées dans l'annexe 7.3.

2.1 Matériau de l'étude

2.1.1 Composition chimique et microstructure

La composition chimique de l'acier 316L étudié est donnée dans le Tableau 2-1. Elle est conforme aux exigences françaises (voir « Règles de conception et de construction des matériels mécaniques des ilots nucléaires REP ») [13] et elle est donc représentative, en termes de composition, des aciers inoxydables 316L utilisés dans les réacteurs nucléaires. L'acier 316L étudié a déjà été utilisé dans des études précédents [3,26].

	Fe	Cr (%)	Ni (%)	Mo (%)	Mn (%)	Si (%)	P (%)	N (%)	C (%)	S (%)
Spécifications RCC-M 316L [13]		16,00-19,00	10,00-12,00	2,00-2,50	<2,00	<1,00	<0,030	-	<0,030	<0,015
Composition	Bal.	16,54	10	2,03	1,86	0,62	0,026	0,022	0,016	0,0009

Tableau 2-1: Composition chimique (% massique) de l'acier 316L de l'étude.

Un traitement thermique d'hypertrempe, consistant à porter le matériau à 1050°C pendant une durée de 1 heure dans une atmosphère d'argon, suivi d'une trempe à l'huile, est appliqué pour obtenir un état microstructural contrôlé et restaurer la microstructure après laminage de la tôle. Cela permet également de remettre en solution les éventuels précipités, en particulier, les carbures de chrome.

Les températures de transformation martensitique M_s et M_{d30}, calculées à partir de relations empiriques de la littérature [15,63,64] pour l'acier 316L étudié, sont présentées dans le Tableau 2-2.

	M_{d30} Angel (°C)	M_{d30} Pickering (°C)	M_s Eichelman (°C)	M_s Pickering (°C)
316L étudié	16	-5	-142	-72

Tableau 2-2: Températures de transformation martensitique pour l'acier 316L étudié [3].

L'essai de CSC est effectué à 340°C et la pré-déformation est effectuée à température ambiante. Ces deux températures sont supérieures aux températures M_s et M_{d30}, ce qui suggère qu'il n'y aura pas de martensite formée pendant les essais.

La taille de grains de l'austénite après le traitement thermique est de 36 µm±27 µm, sans texture cristallographique marquée. Les mesures de la taille de grains sont effectuées par caractérisation EBSD, en utilisant la surface circulaire équivalente à la surface de grain. Quelques pourcents de ferrite résiduelle, présente sous forme de bandes parallèles à la direction de laminage (Figure 2-1), sont observées. La direction de laminage est l'axe 1 dans cette figure.

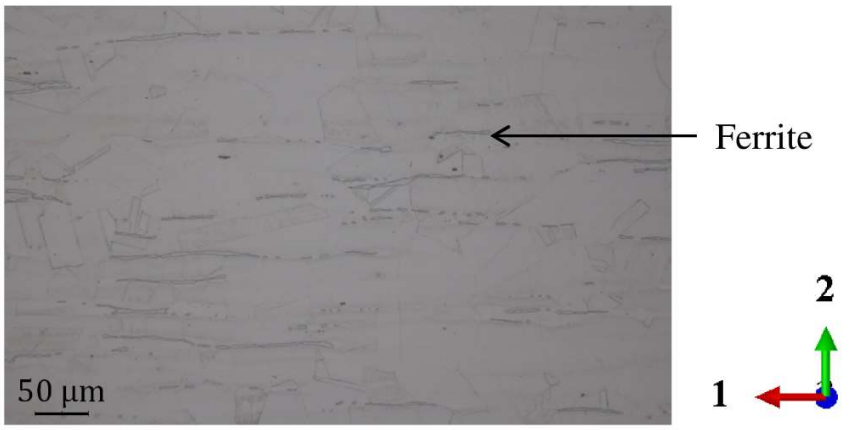

Figure 2-1: Surface de l'échantillon d'acier 316L après le traitement thermique, image de microscope optique..

La Figure 2-2 présente la proportion de longueur cumulée de joints de grains en fonction de leur nature, sur une zone de 500×500 µm^2 jugée comme étant une surface représentative du matériau étudié. Les joints de grains correspondant à des macles de l'austénite (Σ3), c'est-à-dire présentant une désorientation de θ = 60° le long d'une direction <111>, représentent environ 32% du total des joints de grains. Les joints de grains en réseau de sites de coïncidence (Σ5 - Σ29) représentent quant à eux environ 6% du total.

Parmi les 64% de joints de grain généraux, 98% sont fortement désorienté (avec θ ≥ 15°) et 2% faiblement désorienté (avec 5° < θ < 15°). Les angles de plus faible désorientation (θ < 5°) ne sont pas considérés comme étant représentatifs d'une désorientation entre grains, et apparaissent souvent au sein même d'un grain. Par conséquent, ils ne seront pas pris en compte dans l'analyse de la nature des joints de grains.

Les pourcentages précédents sont cohérents avec les valeurs issues de la littérature [65], mesurées sur une zone plus grande. Ces résultats peuvent donc être considérés comme statistiquement représentatifs du matériau étudié.

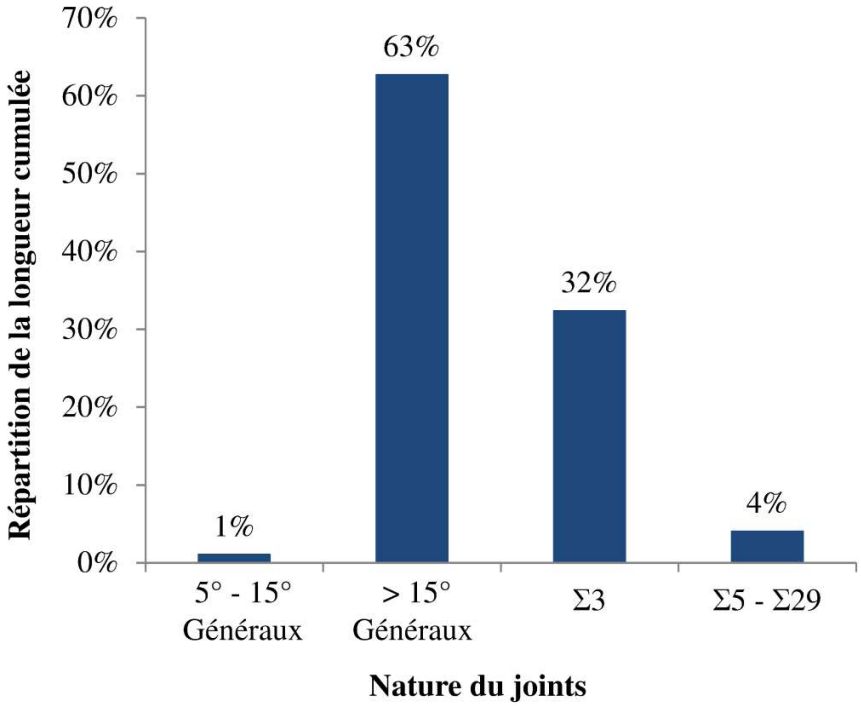

Figure 2-2: Répartition des types de joint de grains en longueur cumulée (austénite uniquement).

2.1.2 Propriétés mécaniques

2.1.2.1 Usinages des éprouvettes

Une tôle de 30 mm d'épaisseur d'acier inoxydable austénitique de type 316L a été utilisée pour l'usinage des éprouvettes. Les éprouvettes utilisées sont des éprouvettes plates et ont une épaisseur comprise entre 2 et 3 mm. La Figure 2-3 montre le schéma de prélèvement des éprouvettes (une ou plusieurs éprouvettes sont découpées sur chaque couche selon leurs dimensions).

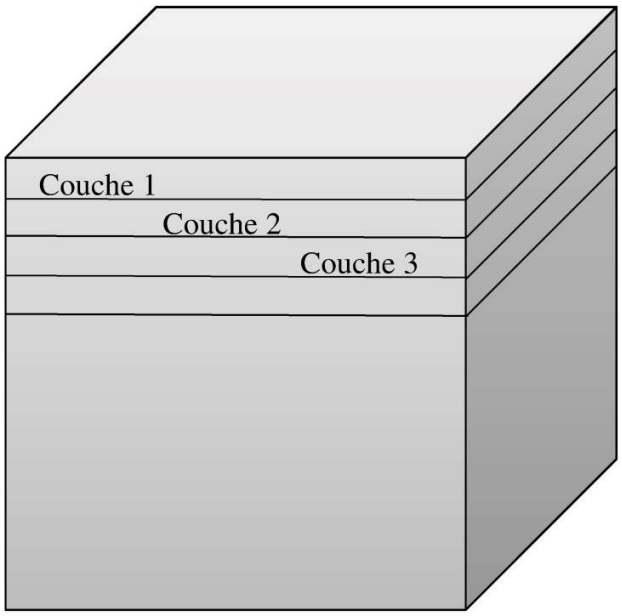

Figure 2-3: Usinage des éprouvettes.

La direction de laminage des éprouvettes est l'axe 1 dans la Figure 2-4 (aussi l'axe 1 dans la Figure 2-1).

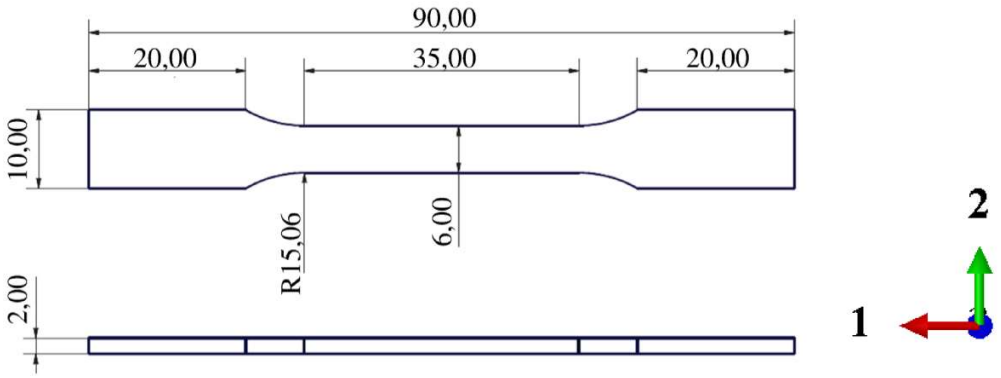

Figure 2-4: Plan des éprouvettes utilisées pour identifier les propriétés mécaniques à température ambiante et à 340°C. Les dimensions sont données en mm.

2.1.2.2 Essai de traction

Les propriétés mécaniques de l'acier 316L de cette étude sont mesurées à l'aide d'essais de traction effectués à température ambiante et à 340°C, et pour des vitesses de déformation $\dot{\varepsilon}$ égales à $10^{-1}s^{-1}$, $10^{-3}s^{-1}$et $10^{-5}s^{-1}$.

Les essais de traction pour $\dot{\varepsilon} = 10^{-3}\ s^{-1}$ et $10^{-5}\ s^{-1}$ sont doublés afin de quantifier les incertitudes. Les essais sont effectués avec une machine de traction INSTRON (Figure 2-5(a) ; pour ceux effectués 340°C, une étuve est montée sur la machine de traction.

Aux vitesses les plus basses, la corrélation d'images bidimensionnelles est utilisée pour mesurer la déformation au cours de l'essai (Figure 2-5(b)). Un mouchetis noir, sur une couche de peinture blanche uniformément déposée préalablement sur une face de l'échantillon, est utilisé. Un extensomètre virtuel de longueur 25 mm est utilisé pour contrôler la déformation et la vitesse de déformation. Il est défini à l'aide de deux groupes de pixels caractéristiques de deux motifs identifiés sur les images numériques de la surface de l'éprouvette et permettant de suivre l'évolution de leurs positions respectives dans la série d'images prise au cours de l'essai.

L'utilisation de l'AVE (*Advanced Video Extensometer*, pour extensomètre vidéo sans contact) est retenue pour mesurer la déformation et la vitesse de déformation pendant l'essai pour le cas des essais rapides. Les images numériques ont une résolution de 1280×165 pixel^2 et une fréquence d'acquisition de 200 Hertz pour suivre le déplacement relatif de deux marqueurs contrastés observable sur la surface de l'éprouvette (les points blancs de la Figure 2-5(c)).

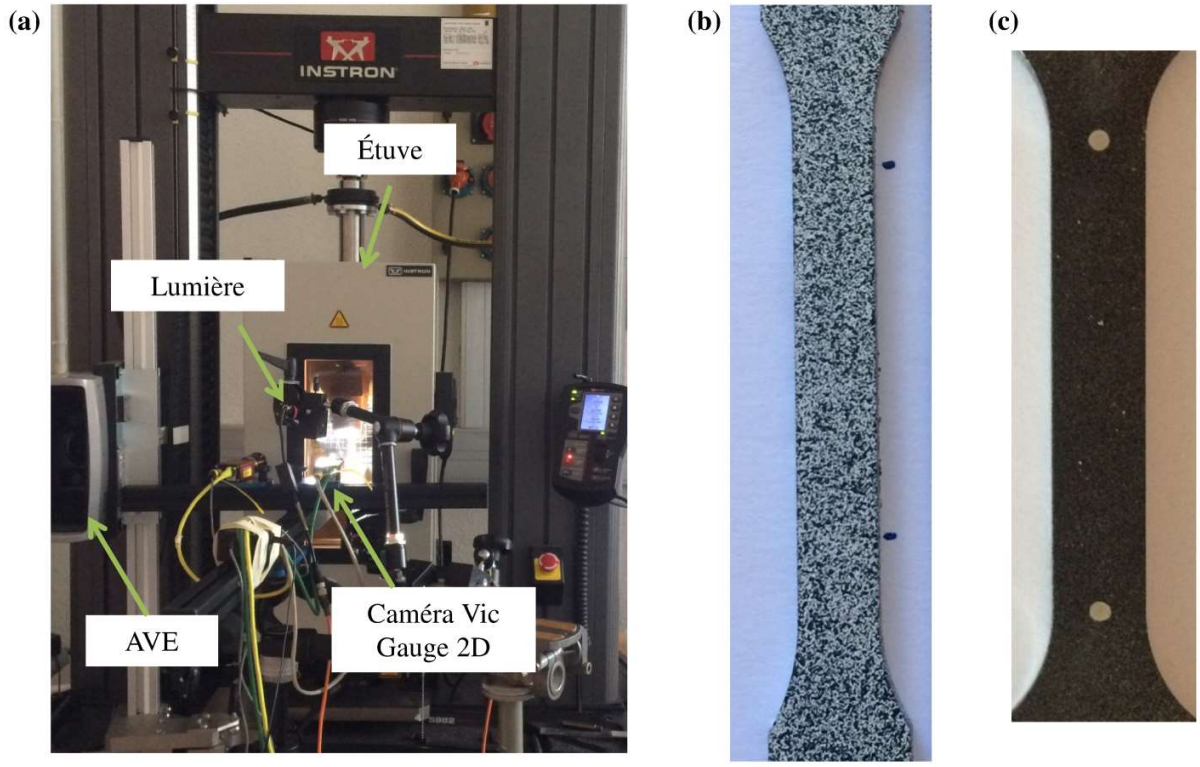

Figure 2-5: (a) Machine de traction, (b) mouchetis sur l'éprouvette pour des vitesses de traction $10^{-3}\ s^{-1}$ *,* $10^{-5}\ s^{-1}$ *et (c)* $10^{-1}\ s^{-1}$.

2.1.2.3 Résultats

Les résultats des essais de traction sont présentés sur la Figure 2-6.

Les courbes contrainte/déformation obtenues pour les essais réalisés à température ambiante mettent en évidence un effet de la vitesse de sollicitation sur la réponse mécanique, avec, pour une déformation donnée, une valeur de contrainte d'autant plus élevée que la vitesse est rapide

(Figure 2-6(a)). Si l'augmentation de la température se traduit par une diminution de la valeur de la limite d'élasticité, la dépendance de cette dernière vis à vis de la vitesse de sollicitation semble avoir disparue. On note même une inversion de tendance sur l'évolution de l'écrouissage (Figure 2-6(b)). Cette tendance est aussi observée dans la littérature [28] sur l'acier 316 à 325°C. La littérature [66] présente des résultats similaires à température ambiante sur l'acier 304.

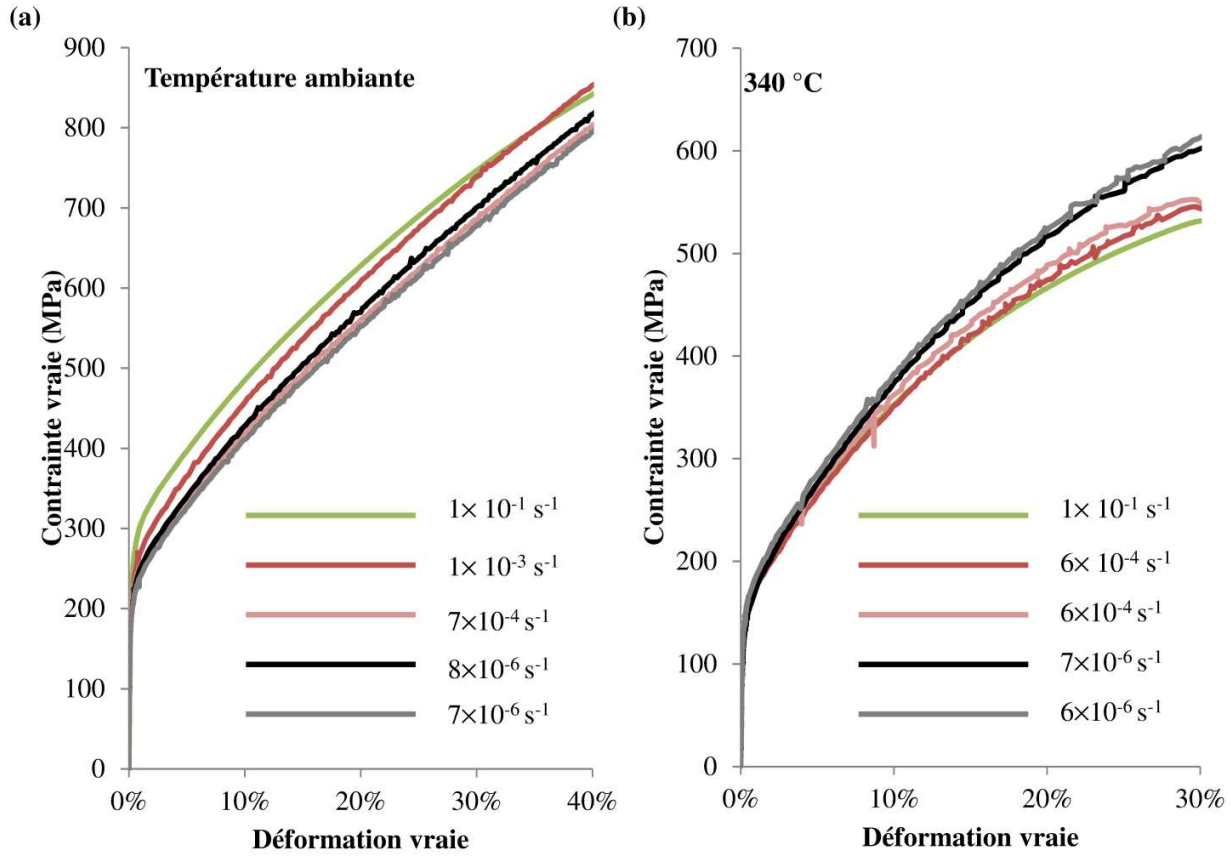

Figure 2-6: Propriétés mécaniques de l'acier 316L de l'étude (a) à température ambiante et (b) à 340 °C.

Les valeurs des modules de Young et des limites d'élasticité mesurées à partir des essais sont données dans le Tableau 2-3. Les incertitudes de mesure liées au procédé retenu (corrélation d'images, gamme de mesure utilisée) ne permettent pas de retrouver les valeurs de module de Young de la littérature. Ceci est particulièrement vrai à la vitesse de 10^{-1} s^{-1}, du fait du très faible nombre de données enregistrées dans le domaine élastique au cours de l'essai.

Par la suite, nous retiendrons les modules de Young issus de la littérature, soit 200 et 170 GPa [67], à l'ambiante et à 340°C respectivement, avec un coefficient de Poisson égal à 0,3.

Température ambiante					
$\dot{\varepsilon}$ (s^{-1})	10^{-1}	10^{-3}	7×10^{-4}	8×10^{-6}	7×10^{-6}
Module de Young (GPa)	131	165	177	179	171
Module de Young de référence (GPa)	200 [67]				
Limite d'élasticité (MPa)	260	222	218	205	210
Spécifications RCCM	$R_{p0,2}$ moyenne ~ 235MPa, $R_{p0,2}$ minimum ~ 190 MPa [67]				
340°C					
$\dot{\varepsilon}$ (s^{-1})	10^{-1}	10^{-4}	6×10^{-4}	7×10^{-6}	6×10^{-6}
Module de Young (GPa)	127	144	142	115	117
Module de Young de référence (GPa)	172 [67], 189 [68]				
Limite d'élasticité (MPa)	147	142	143	134	150
Spécifications RCCM	$R_{p0,2}$ moyenne ~ 126 MPa, $R_{p0,2}$ minimum ~ 113 MPa [67]				

Tableau 2-3: Valeur des modules de Young et des limites d'élasticité pour l'acier 316L de l'étude pour différentes vitesses et températures.

2.1.3 Essai de dureté

Pendant l'usinage, des petites plaques sont découpées à différents emplacements dans l'épaisseur de la tôle pour la réalisation de tests de micro et de macrodureté. L'essai de dureté consiste à appliquer une force sur un indenteur, qui pénètre le matériau, et de le maintenir pendant une durée normalisée avant son retrait. La dureté peut être mesurée par l'empreinte laissée par l'essai, et caractérise la résistance à la déformation ou à la pénétration locale.

Un indenteur Vickers a été utilisé. Il est constitué d'une pointe pyramidale normalisée en diamant de base carrée et d'angle au sommet entre faces égal à 136°. A partir des diagonales de l'empreinte formée à la surface du matériau, la dureté Vickers HV est calculée par la formule ci-contre :

$$\mathrm{HV} = \frac{2\mathrm{F} \cdot \sin\left(\frac{136°}{2}\right)}{\mathrm{g} \cdot \mathrm{d}^2} \tag{2-1}$$

où F la charge appliquée en N, d la longueur moyenne des diagonales de l'empreinte en mm et g l'accélération terrestre (9,80665 $\mathrm{m.s^{-2}}$).

L'essai de microdureté est effectué sur une face polie miroir. Une charge de 200 g est appliquée pour tous les essais, ce qui donne des valeurs de diagonales de l'empreinte comprises entre 30 et 40 µm. Pour intégrer aux résultats les variations inhérentes au matériau, on effectue 30 essais par plaque. Le Tableau 2-4 présente les résultats des essais de microdureté effectués sur les trois couches de prélèvement (Figure 2-3).

	Micro dureté (HV)
Couche 1	264±26
Couche 2	257±15
Couche 3	185±11
Microdureté de référence	150 – 220 [66,69-71]

Tableau 2-4: Résultats de micro dureté Vickers

Les valeurs de dureté pour l'acier 316L que l'on peut trouver dans la littérature sont comprises entre 150 et 220 HV [66,69-71], ce qui correspond aux ordres de grandeurs trouvés ici. La dureté décroit à mesure que l'on pénètre dans le matériau, du fait, peut-être, d'effet de surface (effet d'usinage, polissage) entre tranches et/ou des contraintes résiduelles induites par la trempe.

Afin de statuer sur l'origine de ces variations, la macro-dureté a été également caractérisée par une série de trois essais d'indentation sur les faces polies et non polies des différentes couches, en utilisant une charge de 294,1 N (30 kg) (Tableau 2-5).

	Macro dureté (HV_{30})		
	Face polie	Face non polie	moyenne
Couche 1	138±3	136±1	137±2
Couche 2	138±2	143±4	140±4
Couche 3	133±2	145±2	139±7

Tableau 2-5: Résultats de macro dureté.

Les empreintes créées sont des diagonales dont la longueur est comprise entre 0,60 et 0,65 mm, sans différence entre les 3 plaques ou entre les faces. Le polissage n'a donc pas d'influence sur la macrodureté, certainement du fait que les défauts associés à la rugosité sont beaucoup plus petits que la taille des empreintes. Les résultats de macrodureté montrent également l'absence d'un effet cœur/peau provenant du traitement thermique. La différence entre les valeurs de microdureté provient donc d'un état de surface ou d'usinage différent entre les échantillons.

2.2 Protocole expérimental pour l'étude de la CSC de l'acier 316L pré-écroui

2.2.1 Principe général

L'objectif de la thèse étant de mieux comprendre l'amorçage de fissures de CSC dans les aciers inoxydables écrouis, le protocole expérimental présenté sur la Figure 2-7 a été défini. L'éprouvette subit en premier lieu une pré-déformation à l'air libre, suivie d'un essai de CSC. Les états ⟨1⟩ et ⟨2⟩ correspondent respectivement à l'état initial et l'état après la pré-déformation ; les états ⟨3⟩ et ⟨4⟩ désignent l'état initial et final pour l'essai de CSC. Il faut noter que les états ⟨2⟩ et ⟨3⟩ ne sont pas strictement identiques, car l'éprouvette subit une étape de préoxydation, sans chargement mécanique, entre les deux, qui sera détaillée ultérieurement.

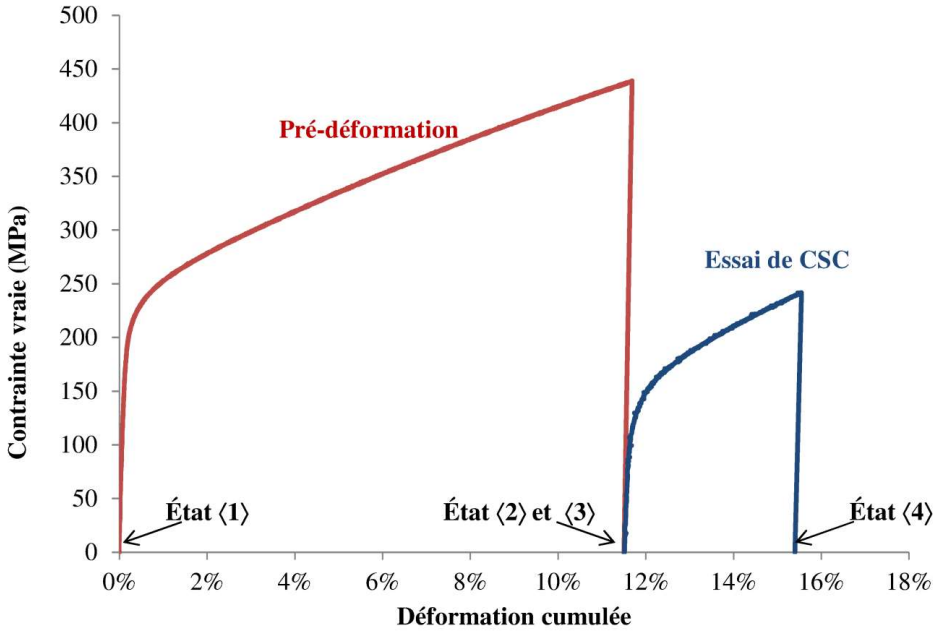

Figure 2-7: Chargement séquentiel défini pour étudier la CSC de l'acier 316L pré-écroui.

Afin de caractériser les effets couplés du chargement, de la microstructure, et de l'environnement, sur la CSC, plusieurs outils ont été utilisés :

- La fissuration induite par l'essai de CSC est caractérisée par imagerie MEB, et superposée à la microstructure obtenue par EBSD (en particulier, pour l'identification de la nature des joints de grains fissurés).

- Les champs de déformation sont mesurés par la corrélation d'images numériques, effectuée grâce à des microgrilles d'or-palladium déposées à la surface de l'éprouvette. Le principe de la corrélation d'images est présenté dans le paragraphe suivant, tandis que le motif de la microgrille est présenté dans le chapitre 3.
- Les champs de contrainte locaux ne peuvent pas être mesurés expérimentalement : des simulations par éléments finis sont donc effectuées sur un agrégat représentatif de la microstructure révélée par l'analyse EBSD, ce qui permet de calculer les champs de contrainte et de déformation connaissant les conditions initiales et aux limites de l'essai et la loi de comportement du matériau. Les calculs sont effectués avec le logiciel Abaqus.
- Les champs expérimentaux et numériques sont comparés, et corrélés au réseau de fissuration de CSC.
- L'oxydation de joints de grain préalablement choisis à partir des résultats de l'analyse précédente est évaluée par analyse FIB (*focused ion beam*). Les joints de grains analysés sont identifiés en comparant les données expérimentales et numériques.

La procédure décrite ci-dessus permet d'établir une corrélation entre les sites d'amorçage de fissures observés à l'issue d'un essai de CSC, la nature du joint de grains, son degré d'oxydation ainsi que l'état mécanique local à son voisinage (chapitre 3).

2.2.2 Conditions expérimentales des essais de CSC

Les essais de CSC de cette thèse ont été réalisés dans le laboratoire d'étude de la corrosion aqueuse (LECA) du CEA à Saclay par Marc Maisonneuve. Une description détaillée des conditions d'essais est disponible dans sa thèse [72].

Les essais de CSC de cette thèse ont été réalisés en milieu primaire simulé dans une boucle à recirculation avec un autoclave en alliage base nickel (Hastelloy C276), des réservoirs et une tuyauterie en acier inoxydable. La boucle est équipée de résines échangeuses d'ions qui permettent de maintenir la chimie du milieu constante au cours de l'essai. Le milieu est constitué d'eau pure désaérée et hydrogénée, avec une teneur en hydrogène dissous comprise entre 25 et 40 mL/kg H_2O. Les teneurs en bore et en lithium sont comprises entre 1200 et 1400 ppm, d'une part, 2,1 et 2,9 ppm, d'autre part.

Les essais de CSC choisis sont des essais de traction lente, c'est-à-dire effectués à faible vitesse de déformation ($\dot{\varepsilon} < 1 \times 10^{-7}$ s^{-1}), réalisés à 340°C et sous 165 à 170 bars de pression totale.

Lors des tests de CSC, la température, la pression, la charge appliquée et le déplacement imposé à l'extrémité de l'éprouvette sont relevés. Cependant, en raison des limitations de l'équipement expérimental, aucun extensomètre ne peut être utilisé, et la mesure de la déformation de l'échantillon « stricto sensu » ne peut donc être effectuée en cours d'essai. L'utilisation de la corrélation d'images permet de palier en partie ce problème puisqu'elle permet d'obtenir les champs de déplacement et de déformation à l'issue de l'essai de CSC.

2.2.3 Mesure des champs expérimentaux : corrélation d'image

Les principes de la mesure des champs de déplacement et de déformation par corrélation d'images ont été développés dans les années 80 [73-75]. C'est une technique sans contact, non destructive et qui peut être utilisée dans des environnements extrêmes (par exemple, haute température, milieux corrosifs).

Le principe de la corrélation d'images est donné sur la Figure 2-8. Il repose sur la mesure de la position de points homologues issus de deux images obtenues à deux états mécaniques différents. La détermination de ces positions permet ensuite de mesurer un champ de déplacement relatif puis suivant divers schémas de dérivation, d'estimer un champ de déformation. Des petites zones de pixels (imagettes) sont associées aux points matériels définissant la position des points de mesure et identifiés par leurs valeurs de niveaux de gris. La méthode consiste à rechercher dans l'image déformée les imagettes les plus semblables aux imagettes de l'état de référence en termes de niveaux de gris. Le déplacement de la zone détermine le déplacement du point matériel associé dans l'image initiale. Le champ de déformation est ensuite déduit du champ de déplacement.

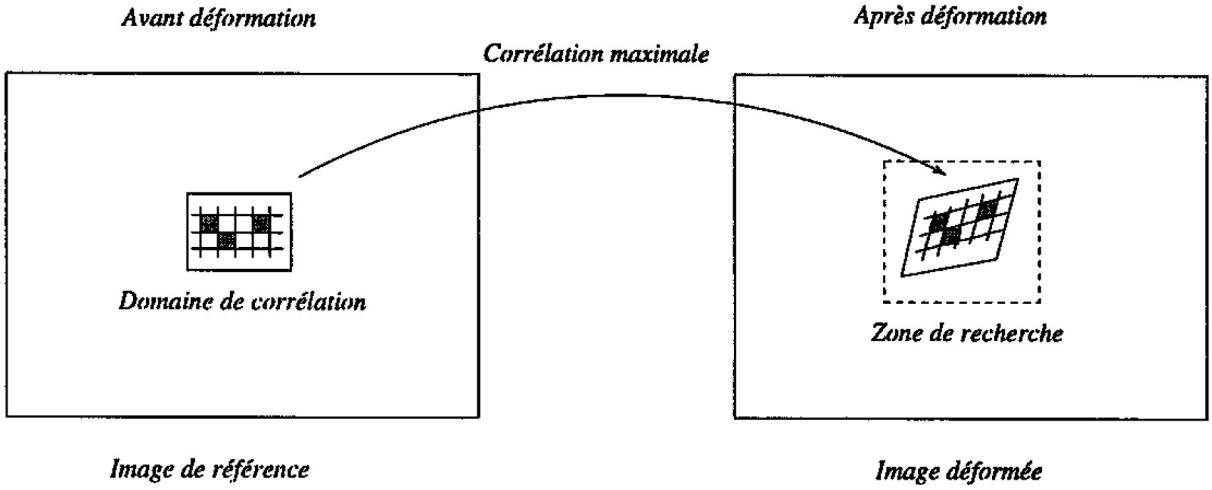

Figure 2-8: Principe de la mesure de champ par corrélation d'images [76].

Les deux images peuvent être prises par caméra CCD, ou issues de la microscopie électronique à balayage (MEB). Les points homologues sont définis à partir de motifs aléatoires ou à l'aide de réseaux de microgrilles (tout dépend de la résolution spatiale recherchée).

Chapitre 3 :
Essai de CSC sur l'éprouvette droite

3 Essai de CSC sur l'éprouvette droite

Comme évoqué dans le chapitre bibliographique, le retour d'expérience montre que la localisation de la déformation et les incompatibilités de déformation ont des effets sur l'amorçage, de même que la contrainte normale et l'oxydation s'appliquant sur les joints de grains.

L'objectif de ce chapitre est de mettre en œuvre une stratégie qui doit permettre, in fine, d'établir, à l'échelle du polycristal, une corrélation entre les sites d'amorçage de fissures observés à l'issue d'un essai de CSC, la nature du joint de grains, son degré d'oxydation ainsi que l'état mécanique local à son voisinage. Pour ce faire, nous allons corréler à la microstructure, obtenue par analyse EBSD, les champs de déformation mesurés expérimentalement par corrélation d'images et les champs de contrainte calculés par la méthode des éléments finis.

La distribution des fissures de CSC obtenue à la fin d'un essai de CSC sera caractérisée par microscopie électronique à balayage (MEB). En parallèle, les champs de déformation et de contrainte seront calculés à l'aide d'un modèle numérique par éléments finis, construit afin de reproduire les caractéristiques de la surface élémentaire expérimentale. Les champs expérimentaux et les champs mécaniques simulés seront ensuite comparés et corrélés au réseau de fissuration CSC. Enfin, pour compléter ces investigations, la profondeur de l'oxydation intergranulaire sera estimée sur certains joints de grains d'intérêt du polycristal.

3.1 Procédure expérimentale

La géométrie de l'éprouvette utilisée pour l'essai de CSC est donnée sur la Figure 3-1.

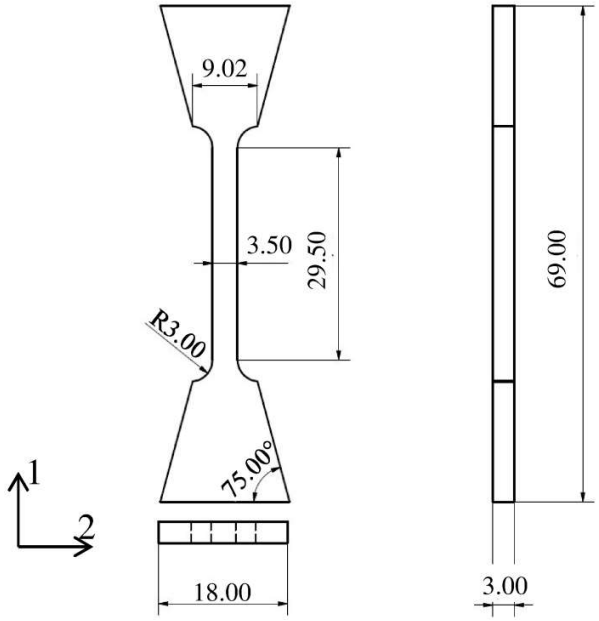

Figure 3-1: Plan de l'éprouvette de CSC. Les dimensions sont données en mm.

L'éprouvette est dans un premier temps pré-déformée à la température ambiante, puis, un essai de traction lente est effectué à 340°C en milieu primaire simulé, selon le protocole décrit dans le chapitre précédent (Figure 2-7).

L'étape de pré-déformation est effectuée à l'air, à température ambiante, jusqu'à une déformation $\varepsilon_{prédéf}$ de 11%. La vitesse de déformation, mesurée entre deux points distants de 23,4 mm (base de mesure retenue ici), est de 5×10^{-4} s^{-1}. La courbe résultante est donnée sur la Figure 3-2(a).

L'étape de CSC correspond à un essai de traction, réalisé en milieu primaire nominal à 340°C, et dit lent car la vitesse de déformation imposée est de l'ordre de 10^{-8} s^{-1}, et ce jusqu'à atteindre une déformation ε_{CSC} de l'ordre de 4%. La courbe résultante mesurée est donnée sur la Figure 3-2(b). Sur cette courbe, la déformation est calculée à partir du déplacement de la traverse. La valeur de la déformation n'y est donc pas précise. Une valeur de déformation plus exacte sera mesurée par corrélation d'images.

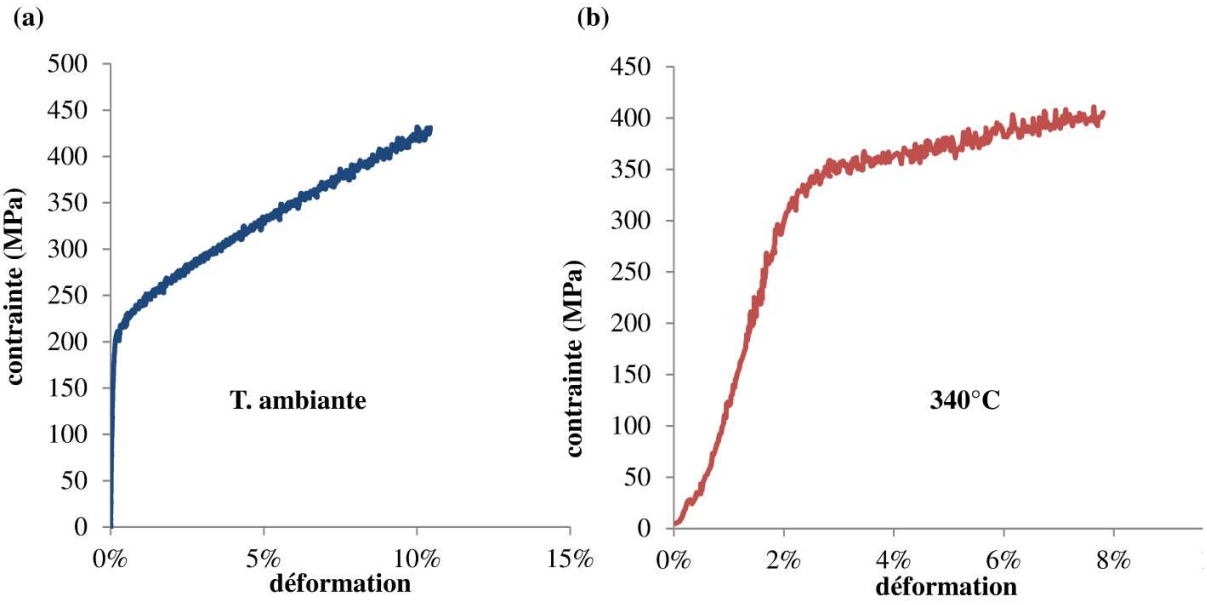

Figure 3-2: Courbes contrainte en fonction de la déformation pour (a) l'étape de pré-déformation et (b) l'étape de CSC.

La valeur de $\varepsilon_{prédéf}$ est supposée être suffisamment élevée pour permettre l'amorçage de fissures du CSC, tout en étant suffisamment faible pour être représentative du pré-écrouissage appliqué au matériau en conditions de service. La valeur de ε_{CSC} est supposée suffisamment élevée pour observer des fissures de CSC, sans que celles-ci ne génèrent de rupture complète de l'éprouvette [3].

3.2 Corrélation d'Image Numérique

Du fait de la résolution spatiale recherchée à l'échelle du polycristal (base de mesure intragranulaire de l'ordre de la dizaine de microns), les images sont obtenues à l'aide d'un

microscope électronique à balayage. Elles correspondent à des surfaces couvertes de microgrilles d'or-palladium déposées par lithographie électronique afin de garantir la résolution spatiale recherchée. La corrélation est effectuée à partir d'images obtenues à l'aide d'un détecteur d'électrons rétrodiffusés, mode d'imagerie qui amplifie les contrastes chimiques et donc la palette de niveaux de gris. La distribution de ces niveaux de gris doit toutefois éviter la saturation, signifiant de la perte d'informations, mais doit être répartie sur l'ensemble des 256 niveaux de gris (image 8 bits). Le contrôle de cette distribution intervient dans la partie réglage du microscope et de ses conditions d'acquisition.

Le choix de la dimension de la grille à analyser est déterminé par la microstructure et sa surface élémentaire représentative, la taille de grains étant ici d'environ 36 µm et le matériau faiblement texturé. Les travaux de Le Millier sur un acier 304L irradié, dont la taille de grains était semblable (40 µm), font état d'une surface représentative de 1 mm² vis-à-vis de l'étude de la fissuration [8]. En juxtaposant plusieurs grilles carrées de 500 µm de côté, nous pourrons aisément atteindre une telle surface (4 grilles), tout en conservant une résolution suffisante pour la mesure, par corrélation, des champs de déformation. De plus, l'étude de cette surface permettra de faire une analyse exhaustive des mécanismes mis en jeu, et d'obtenir des distributions statistiquement représentatives des champs observés.

Dans la présente étude, les essais de traction étant réalisés en dehors du MEB, il ne peut y avoir que deux états à caractériser pour chacune des étapes : l'état de référence (avant l'essai) et l'état final.

3.2.1 Principe de la lithographie

Le dépôt de micro-grille se décompose en six étapes (Figure 3-3) :

1. dépôt de résine électrosensible sous forme monomère liquide ;
2. polymérisation de la résine ;
3. gravure par la détérioration des chaînes polymériques par lithographie à l'aide du faisceau électronique d'un MEB ;
4. dissolution de la résine irradiée afin de révéler le métal à nu ;
5. dépôt d'Au-Pd ;
6. nettoyage de la résine recouverte par le dépôt d'Au-Pd.

Ces étapes sont détaillées dans l'annexe 7.2, en particulier pour tout ce qui a trait à l'optimisation des microgrilles et aux paramètres utilisés lors du dépôt.

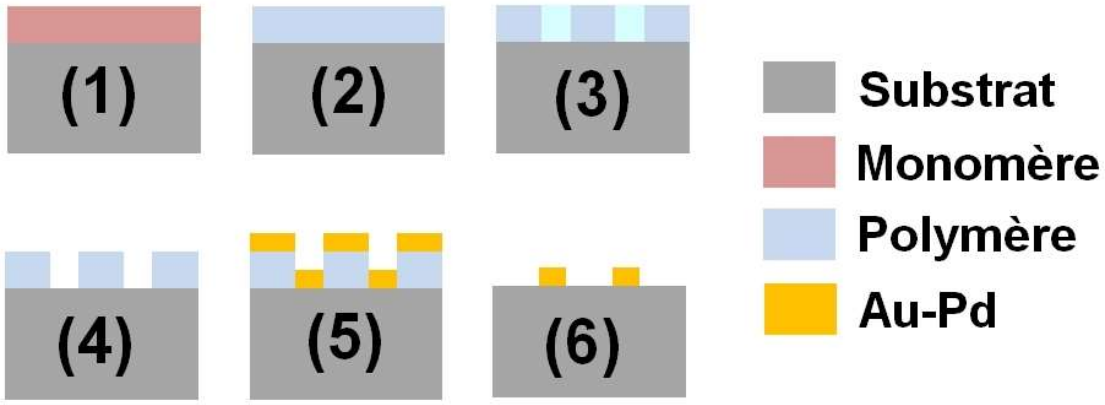

Figure 3-3: Principe de la méthode de microlithographie [77].

Le motif retenu pour les microgrilles consiste en une grille carrée de 480 µm de côté, avec un pas de 9,5 µm, sur laquelle est superposé un troisième réseau de franges espacées de 12 µm et incliné à 38° (Figure 3-4) [77]. L'ajout de ce troisième réseau permet d'obtenir un motif plus aléatoire ce qui permet un dépouillement automatique des grilles. En effet, un motif trop périodique rend les nœuds de la grille, et leurs contrastes, trop semblables, ce qui conduit à des erreurs de calcul du champ de déplacement, et donc du champ de déformation.

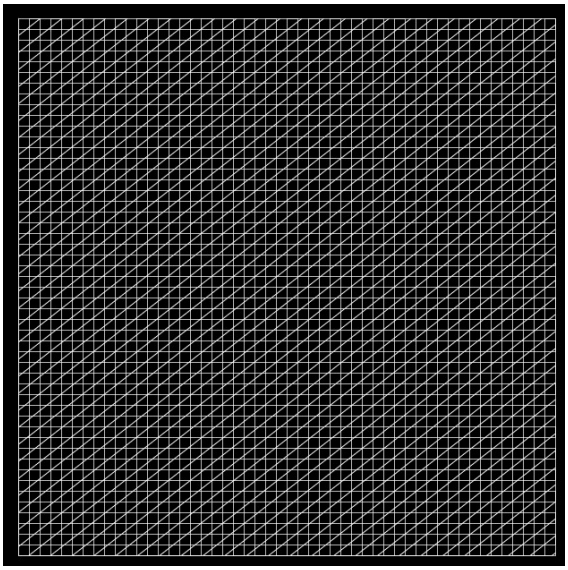

Figure 3-4: Motif retenu pour les microgrilles déposées.

Les microgrilles d'Au-Pd sont déposées sur une surface plane après un polissage miroir de l'éprouvette. Cet alliage Au-Pd offre le double avantage d'être ductile, ce qui lui permet d'épouser la déformation du substrat, et de présenter un bon contraste chimique en électrons rétrodiffusés au MEB, ce qui garantit des images exploitables par le logiciel de corrélation d'images.

3.2.2 Préparation des échantillons

Avant le dépôt des microgrilles, un polissage de l'éprouvette est effectué jusqu'à un papier abrasif SiC de grade 1200 (taille de particules d'environ 15-20 µm), suivi par une série de polissage à la pâte diamantée de 7 µm à 1 µm. Le polissage final est effectué avec une solution de silice colloïdale (OPS).

Conséquence des moyens utilisés, les grilles élémentaires ne peuvent couvrir qu'une surface de 500×500 μm^2 chacune. Une dizaine de grilles est donc déposée en surface de l'éprouvette pour avoir une vision statistique des phénomènes. Une cartographie EBSD (pas : 1 µm) est acquise sur chacune de ces zones afin d'obtenir une cartographie des orientations cristallines qu'il sera ensuite possible de coupler aux champs mécaniques. Dans ce chapitre, on se focalisera sur une seule grille, qui est plus petite qu'une zone élémentaire représentative pour ce matériau.

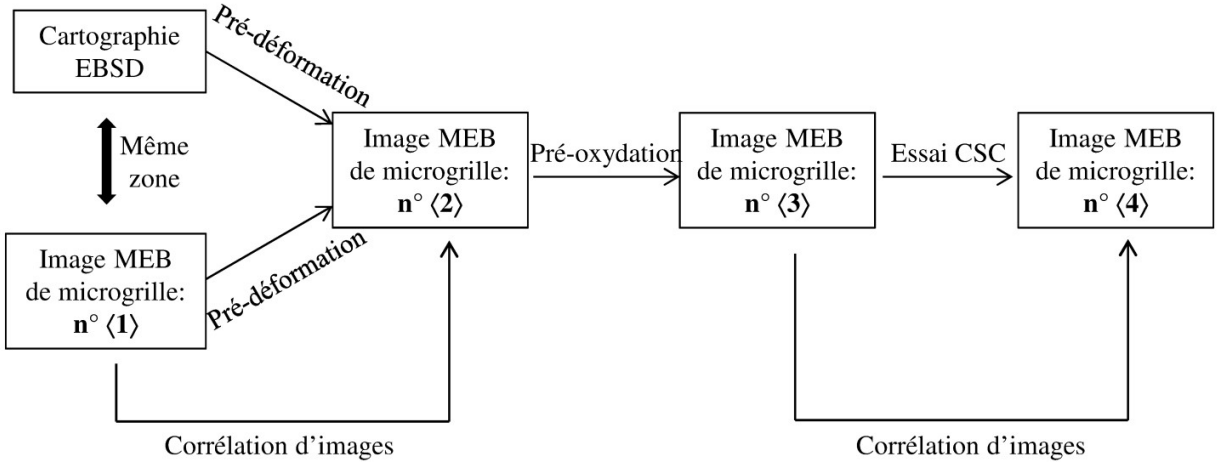

Figure 3-5: Procédure expérimentale.

Afin de pouvoir mesurer les champs de déplacement résultant de chacune des étapes de chargement, des images dites de référence sont réalisées avant chaque étape comme indiqué sur la Figure 3-5 (notés n° ⟨1⟩ et ⟨3⟩).

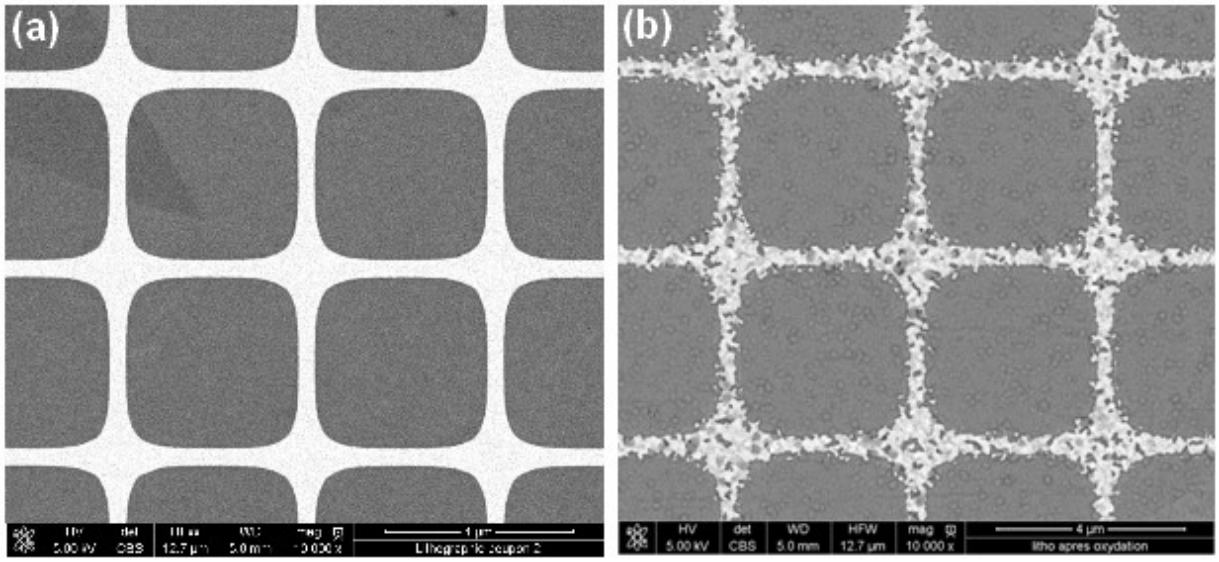

Figure 3-6: Un exemple de microgrille d'or: (a) sans oxydation, (b) après une semaine en autoclaveà 340°C en milieu REP.

En effet, au cours de l'essai de CSC, le contraste chimique associé aux microgrilles évolue à la fois en raison de la déformation plastique mais surtout de l'oxydation (Figure 3-6). La formation d'une couche d'oxyde de surface modifie en effet fortement le contraste des images des microgrilles, entravant ainsi la corrélation entre images de référence prises avant oxydation du matériau (n° ⟨1⟩), et les états oxydés. Ce changement de contraste rend donc impossible la corrélation directe entre les images issues de la séquence « pré-déformation » et celles associées à l'essai de CSC. Afin de pouvoir correctement mener l'inter-corrélation d'image lors de l'essai de CSC, il faut donc pour la seconde partie de l'essai, et au préalable à tout chargement mécanique, générer une couche d'oxyde, permettant la définition de l'image de référence n°⟨3⟩. Ceci est réalisé en plongeant l'éprouvette en milieu primaire nominal, sans traction, pendant 150 heures à 340°C. L'impact de cette étape sur les niveaux de gris pour l'image MEB est illustré sur la Figure 3-7. Cette étape est appelée pré-oxydation.

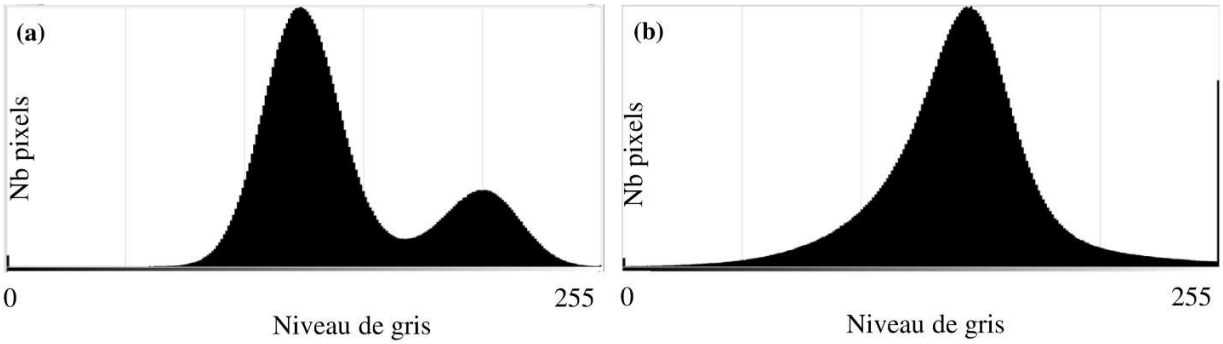

Figure 3-7: Histogramme des niveaux de gris pour l'image MEB (a) après pré-déformation (n° ⟨2⟩ dans la Figure 3-5) et (b) après pré-oxydation (n° ⟨3⟩ dans la Figure 3-5).

En guise de synthèse, la mise en œuvre de la mesure expérimentale des champs de déplacement se fait comme suit :

1. prise d'une image MEB n°⟨1⟩;
2. étape de pré-déformation sous air, à température ambiante ;
3. prise d'une image MEB n°⟨2⟩ sur l'échantillon déformé, et calcul des champs de déplacement (base de mesure : 2,6 µm);
4. pré-oxydation de l'échantillon par immersion dans l'eau primaire nominale à 340°C pendant 150 h ;
5. prise d'une image MEB n°⟨3⟩ sur l'échantillon déformé pré-oxydé;
6. étape de CSC ;
7. prise d'une image MEB n°⟨4⟩ sur l'échantillon pré-oxydé et ayant subi la CSC, et calcul des champs de déplacement (base de mesure : 1,0 µm). Le changement de base de mesure est dû à l'étape de pré-oxydation qui change le niveau de gris de l'image MEB n°⟨3⟩ par rapport à l'image MEB n°⟨2⟩.

Sur la Figure 3-8 est représentée la composante suivant 1 du champ de déplacement expérimental mesuré par corrélation d'images après l'étape de pré-déformation (comparaison entre n°⟨1⟩ et n°⟨2⟩).

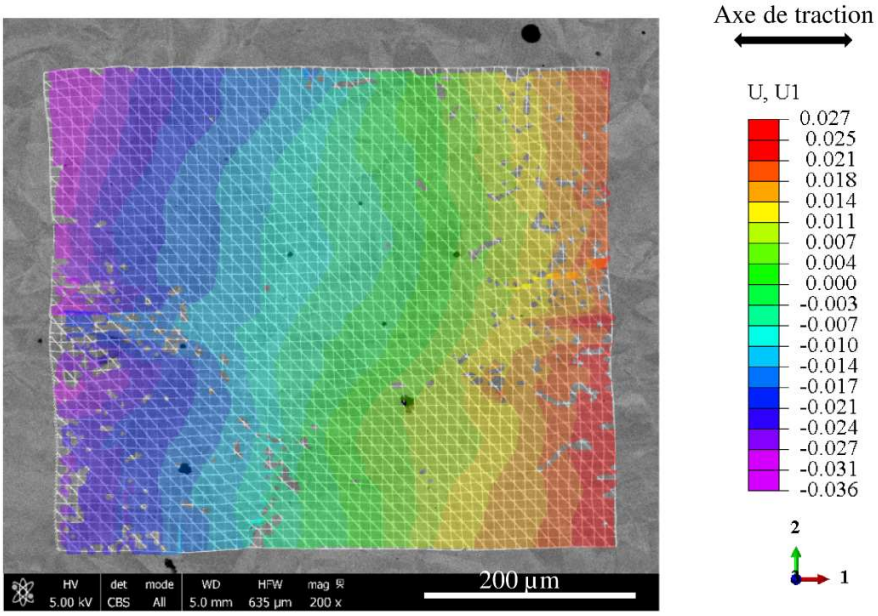

Figure 3-8: Composante du champ de déplacement expérimental après l'étape de pré-déformation suivant la direction 1. Les déplacements sont donnés en mm.

3.2.3 Influence de la microgrille sur la corrosion

La Figure 3-9 présente une coupe perpendiculaire à la surface d'un échantillon en acier 304L après essai de CSC. L'or est le matériau constitutif de la microgrille et l'épaisseur de la couche

d'oxyde interne présent sous la grille ne semble pas être différente de celle des zones hors grille [11].

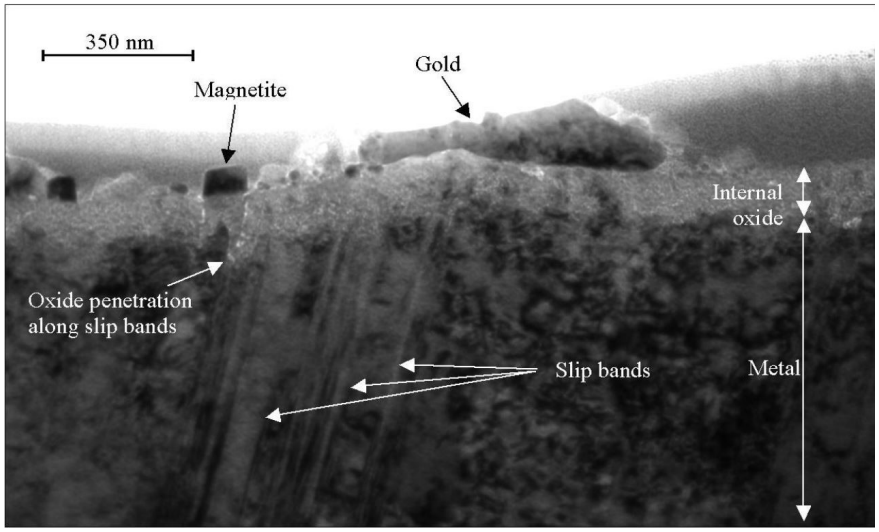

Figure 3-9: Observation d'oxydes (MET, champ clair) sous la surface d'un échantillon recouvert d'une microgrille d'or (acier 304L) [11].

De plus, il a été constaté dans les zones recouvertes de microgrilles que la croissance des cristallites sur la surface de l'éprouvette est d'autant plus importante que l'épaisseur des barreaux de la microgrille est large (quelques µm) [77].

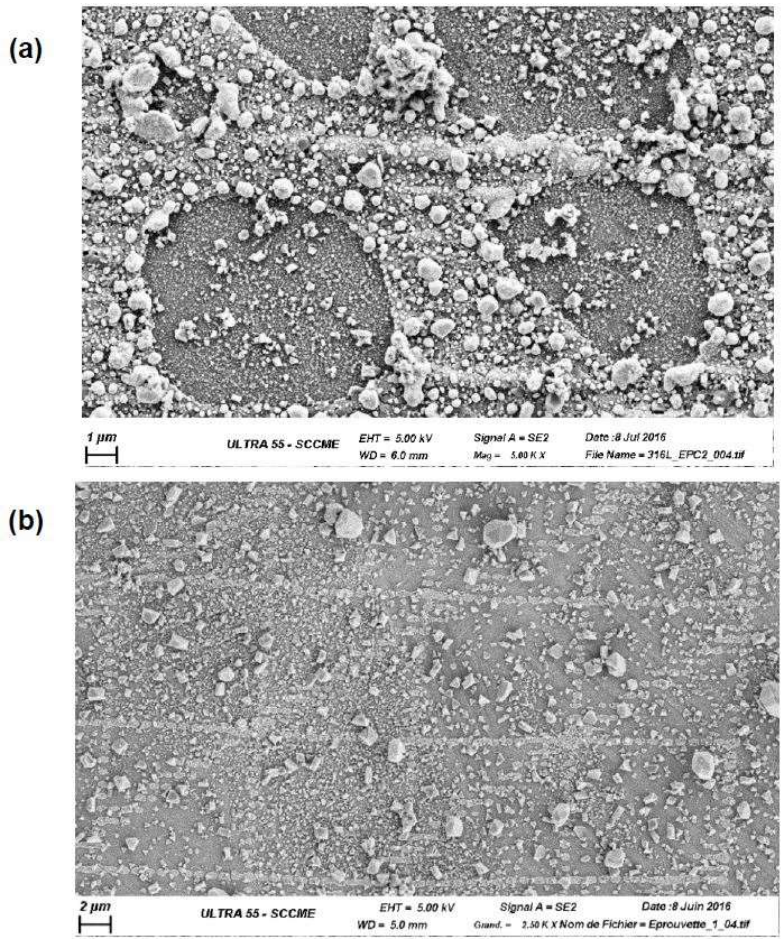

Figure 3-10: Surface d'une éprouvette pré-déformée avec (a) des barreaux épais (pré-déformation à l'air jusqu'à 11%, pré-oxydation à 340°C pendant 150h, puis traction lente à 340°C pendant 230h); (b) des barreaux fins (pré-déformation à l'air jusqu'à 11%, oxydation à 340°C pendant 500h) [77].

3.3 Détermination des champs de contrainte par simulation éléments finis

Afin de pouvoir mieux appréhender le processus de CSC, la mise en correspondance de la fissuration, de la corrosion, et des champs de déformation n'est pas suffisante. En effet, afin de tendre vers un critère, il est nécessaire de pouvoir accéder aux champs de contrainte locaux qui sont générés au cours de l'essai, et notamment au cours de l'étape de CSC (étape où apparaissent les fissures). Or, expérimentalement, il est impossible d'obtenir de tels champs et nous devons donc avoir recours à une approche de modélisation. Nous avons retenu les simulations numériques par éléments finis, basées sur une approche agrégat polycristallin.

Des simulations entre les états ⟨1⟩ et ⟨2⟩ et entre ⟨3⟩ et ⟨4⟩ vont donc être réalisées (Figure 3-11). Les résultats expérimentaux et numériques vont pouvoir être comparés pour valider les modèles numériques (lois de comportement). Puis, les champs de contrainte et de déformation à la fin de l'essai de CSC, intégrant toute l'histoire du trajet de chargement, pourront être estimés, puis

corrélés avec l'emplacement du réseau de fissuration expérimentalement observé afin de pouvoir proposer voir identifier un critère.

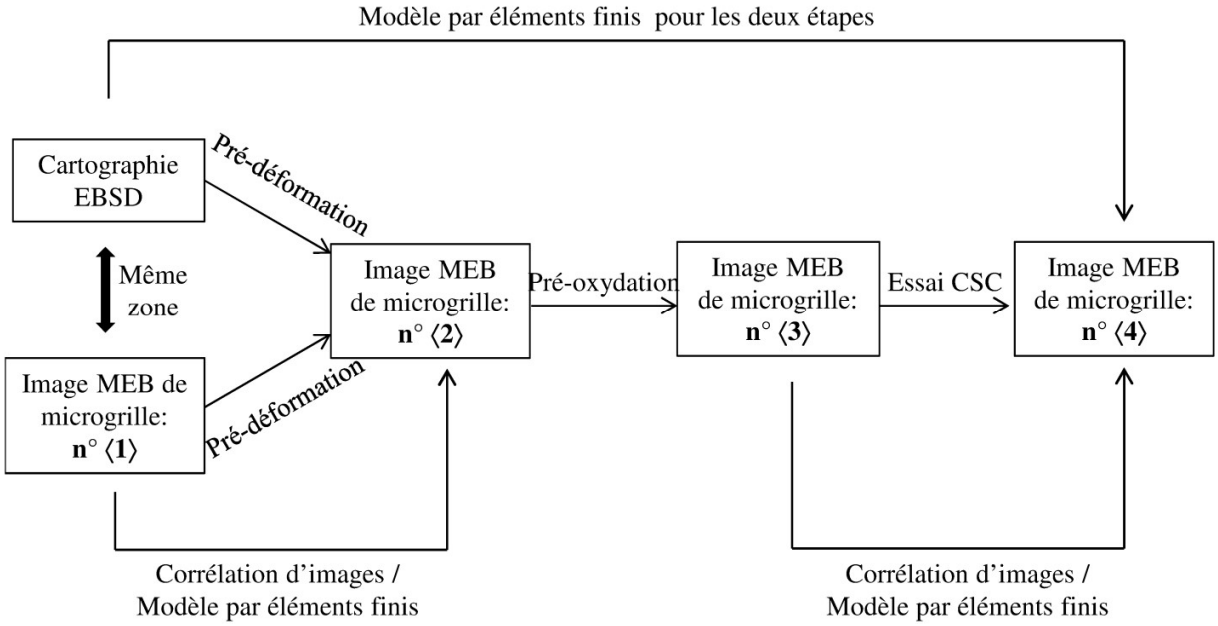

Figure 3-11: Procédure couplant l'expérience et le modèle numérique.

Le modèle numérique est développé à l'aide du logiciel Abaqus [78] et basé sur une analyse d'agrégat polycristallin.

3.3.1 Géométrie et maillage

Les diverses informations expérimentales (caractérisation EBSD, résultats des corrélations d'images, …) acquises sur la zone correspondant à la microgrille pour laquelle le réseau de fissuration est caractérisé après l'essai de CSC sont utilisées comme données d'entrée pour la simulation.

L'agrégat polycristallin est généré à partir de la cartographie expérimentale d'orientation cristalline EBSD (Figure 3-12(a)), obtenue sur une microgrille avant la pré-déformation. L'agrégat numérique 2D associé est généré à l'aide du logiciel OOF2® [79,80]. Il est importé dans Abaqus/CAE comme un maillage orphelin (« orphan mesh »), et transformé en géométrie à l'aide de programmes python [81]. Cette géométrie numérique est ensuite extrudée sur 12 µm pour obtenir un modèle 3D (Figure 3-12 (b)). Sur chaque partition de l'agrégat géométrique, qui correspond à un grain de l'image EBSD, l'orientation correspondante est imposée. Dans le volume de l'agrégat, les joints de grains sont plans et perpendiculaires à la surface d'observation.

Le maillage est réalisé avec des éléments hexaédriques linéaires à 8 nœuds et à intégration complète (C3D8 dans Abaqus). Un total de 216195 éléments, d'une taille caractéristique de 2 µm,

est utilisé dans ce modèle. Il a été vérifié que cette taille d'éléments permet d'obtenir des résultats peu dépendants de la discrétisation éléments finis.

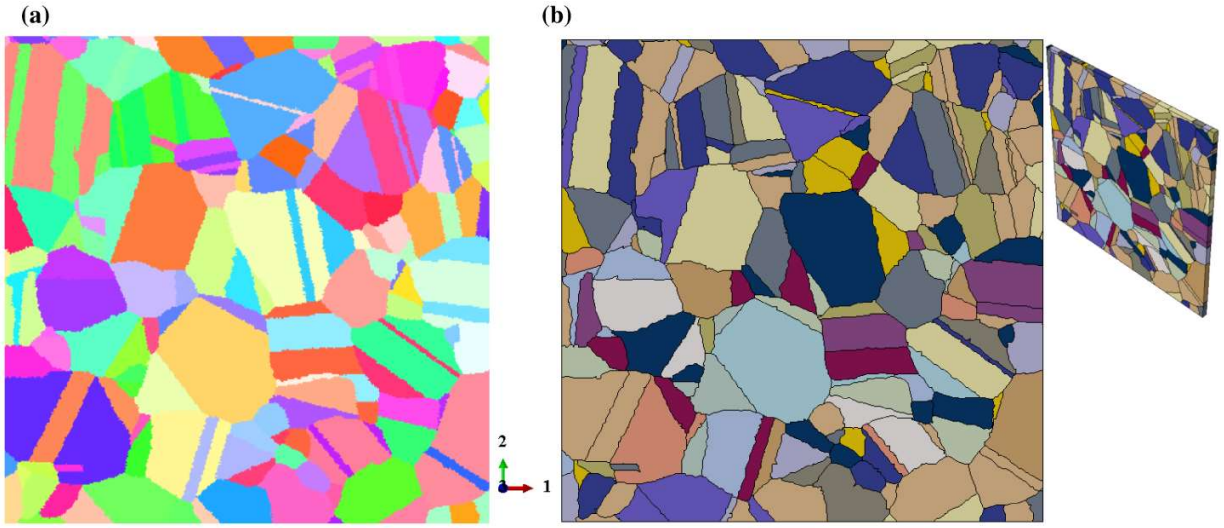

Figure 3-12: (a) Cartographie EBSD expérimentale, (b) agrégat polycristallin généré à partir de la cartographie EBSD avec l'extrusion sur 12 µm suivant l'axe 3. Les couleurs sur l'agrégat numérique ne sont pas reliées aux orientations cristallines.

3.3.2 Loi de comportement

Un comportement élasto(visco)plastique anisotrope de plasticité cristalline est utilisé pour chaque grain.

Du fait des hypothèses de symétries cristallines et d'isotropie, la partie élastique du comportement peut être décrite à l'aide de deux constantes indépendantes comme le module de Young et le coefficient Poisson, ou par les trois constantes élastiques C_{11}, C_{12} et C_{44}.

La base de la partie plastique de ce modèle a été proposé par Taylor [82], Asaro [83], Hill et Rice [84]. Il est basé sur le glissement plastique produit par l'activation de systèmes de glissement en suivant la loi de Schmid et Boas [85]: un système (α) peut glisser si la cission résolue $\tau^{(\alpha)}$ atteint une valeur critique $g^{(\alpha)}$. La vitesse de glissement $\dot{\gamma}^{(\alpha)}$ sur le système (α) est alors donnée par :

$$\dot{\gamma}^{(\alpha)} = \dot{a}\ \mathrm{sign}\left(\tau^{(\alpha)}\right)\left|\frac{\tau^{(\alpha)}}{g^{(\alpha)}}\right|^{n}. \qquad (3\text{-}1)$$

$\dot{a}$ est la vitesse de déformation de référence sur ce système de glissement (α), n le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation. L'écrouissage est caractérisé par :

$$\dot{g}^{(\alpha)} = \sum_{\beta} h_{\alpha\beta}\left|\dot{\gamma}^{(\beta)}\right|. \qquad (3\text{-}2)$$

$h_{\alpha\beta}$ représente les modules d'auto-écrouissage (β=α) et d'écrouissage latent (β≠α) tel que :

$$\begin{cases} h_{\alpha\alpha}=h_0\ \mathrm{sech}^2\left|\dfrac{h_0\gamma}{g_\infty - g_0}\right| . \\ h_{\alpha\beta}=q h_{\alpha\alpha} \text{ si } \beta\neq\alpha. \end{cases} \quad (3\text{-}3)$$

h_0, g_0 et g_∞ représentent respectivement le module d'écrouissage initial, les cissions résolues critiques initiale et maximale. γ est le glissement cumulé sur tous les systèmes :

$$\gamma=\sum_{\alpha}\int_0^t\left|\dot{\gamma}^{(\alpha)}\right|dt. \quad (3\text{-}4)$$

Cette loi de comportement polycristalline est définie dans Abaqus via une procédure UMAT (User- MATerial) de la littérature [78], qui a été optimisée pour nos besoins.

3.3.2.1 Paramètres mécaniques

3.3.2.1.1 Données bibliographiques

Les paramètres de la loi cristalline ont été identifiés dans la littérature, pour l'acier 316L ou 316 à température ambiante, par plusieurs groupes de recherche (Tableau 3-1), et présentent une forte variabilité.

Groupe	Auteurs	E (GPa)	ν	n	$\dot{a}$ (s^{-1})	g_0 (MPa)	g_∞ (MPa)	h_0 (MPa)	q	$\dot{\varepsilon}$ (s^{-1})
Mechanical Engineering, & Biomedical Engineering, National University of Ireland, Ireland	[86]. Harewood, McHugh (2006)			10, 20, 50, 100	0,0106	150	360	380		
	[87]. You et *al.*(2006)	193	0,3	50	0,002	50	200	385	1	0,00025
	[88,104]. McGarry et *al.* (2007)	209	0,28	20	0,001	50	330	225	1	0,001
	[89]. Harewood, McHugh (2007)			50	0,0106	150	360	270		
	[90,91]. McCarthy et *al.* (2011, 2013)	213	0,32	30	0,0023	82,68	207,84	10 500		
	[92]. Grogan et *al.* (2013)	190	0,28	50	0,0106	140	380	260		
	[93]. McCarthy et *al.* (2014)	209	0,28	20	0,001	70	250	60		
1. College of Automotive Engineering, Jilin University, PR China 2. Department of Mechanical Engineering, Imperial College, London, UK 3. School of Mechanical Engineering, University of Birmingham, UK	[94-99]. Zhuang, Lin, Cao, Wang, Balint (2009×2, 2010×2, 2011×2)	193	0,34	20	0,001	50	330	225	1	

Groupe	Auteurs	C_{11} (GPa)	C_{12} (GPa)	C_{44} (GPa)	n	$\dot{a}$ (s^{-1})	g_0 (MPa)	g_∞ (MPa)	h_0 (MPa)	q	$\dot{\varepsilon}$ (s^{-1})
1. School of Materials, Univ. of Manchester, UK 2. ISIS Pulsed Neutron & Muon Source, RAL, UK	[100]. Gonzaleza et *al.* (2012)	204,6	137,7	126,2	55	0,001	90	175	675		2 10^-6
1. Jozef Stefan Institute, Reactor Engineering Division, Slovenia 2. Institute for Energy, European Commission, The Netherlands	[101,102]. Simonovski et *al.* (2006)										
1. Dynamic and Smart Systems Laboratory, University of Toledo, USA 2. Mechanics of Materials Laboratory, University of Kentucky, USA 3. Multiscale Mechanics of Advanced Materials Laboratory, Virginia Tech, USA	[103]. Ahmadi et *al.* (2016)	163,68	110,16	100,96	55	0,001	90	270	330	1	

Tableau 3-1: Paramètres de la loi de comportement de l'acier 316 référencés dans la littérature [86-104].

Afin d'évaluer ces ensembles de paramètres, des simulations ont été effectuées en les utilisant comme données d'entrées du code. Ces simulations sont effectuées sur un agrégat polycristallin numérique constitué de 200 grains ayant des orientations cristallographiques aléatoires, représentant une texture cristallographique isotrope en moyenne (Figure 3-13). Les calculs sont faits avec un formalisme de grande déformation.

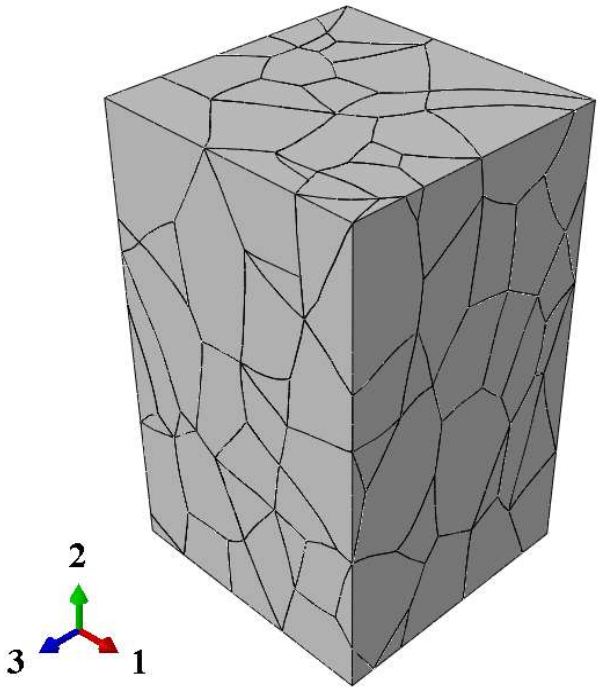

Figure 3-13: Exemple de la géométrie d'agrégat utilisé pour valider la loi de comportement.

Le maillage est réalisé avec des éléments tétraédriques linéaires à 10 nœuds et une intégration complète (C3D10). Un total de 31070 éléments est utilisé dans ce modèle. Le déplacement est imposé selon l'axe 2 sur la face supérieure, tandis qu'il est bloqué sur la face inférieure. Sur les faces latérales, des conditions mixtes orthogonales uniformes [105,106] sont imposées pour représenter des conditions aux limites périodiques.

Sur la Figure 3-14 sont tracées la courbe de traction expérimentale et celles issues des simulations numériques. Les données expérimentales proviennent d'un essai de traction effectué à 20°C sur l'acier 316L de l'étude, avec une vitesse de déformation de 10^{-3} s^{-1} (Figure 4-4). Les courbes numériques sont tracées à partir des données moyennes de déformation et de contrainte dans la direction de sollicitation.

On peut observer une très forte dispersion dans les résultats numériques, que ce soit vis-à-vis de la prédiction de la limite d'élasticité ou de l'écrouissage ; aucune courbe numérique ne présente un écrouissage comparable à celui de la courbe expérimentale, sauf peut-être celle obtenue avec les données de You et *al* ([88]). Ces différences dans le comportement peuvent s'expliquer par l'infinité de microstructures issues des processus d'élaboration et ce, pour une même composition

chimique. Il est donc nécessaire d'identifier par nous-mêmes un jeu de paramètres pour l'acier 316L à température ambiante et à 340°C.

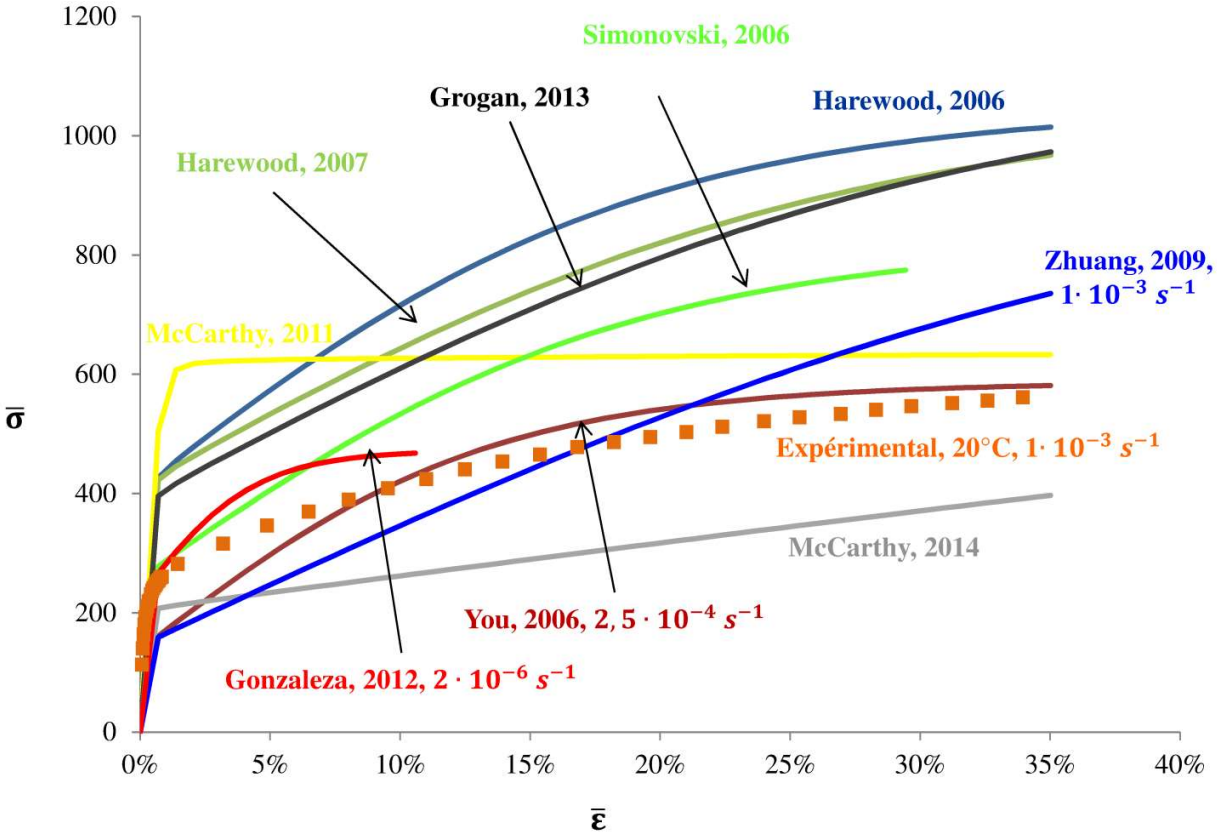

Figure 3-14: Courbes de traction numériques obtenues avec les paramètres de la littérature. La courbe en pointillés est la courbe expérimentale obtenue sur l'acier 316L dans le cadre de cette étude.

3.3.2.1.2 Identification des paramètres de la loi cristalline

L'identification des paramètres pour la plasticité cristalline est effectuée en minimisant l'écart entre les réponses moyennes en traction de l'agrégat polycristal et les courbes expérimentales correspondantes, obtenues sur l'acier inoxydable 316L à 20°C et à 340°C, pour des vitesses de déformation de 10^{-3} s^{-1} et de l'ordre de 10^{-5} s^{-1}, respectivement [107]. Les résultats de cette identification sont donnés sur la Figure 3-15, en fixant les valeurs de $(E, \nu, n, \dot{a}, q)$, à partir de données de la littérature. Seuls (g_0, g_∞, h_0) sont variables (Tableau 3-2).

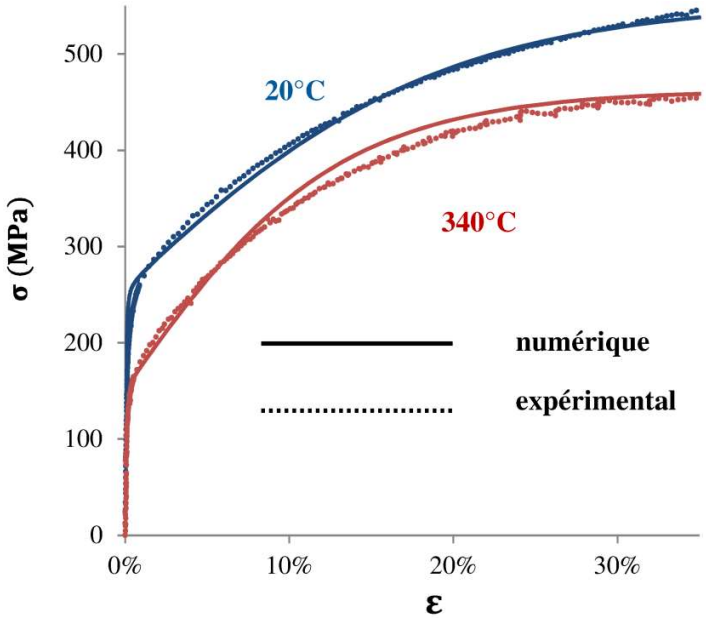

Figure 3-15: Identification des paramètres des lois de plasticité cristalline à température ambiante pour $\dot{\varepsilon} = 10^{-3}\ s^{-1}$ et à 340 ℃ pour $\dot{\varepsilon} = 6\times10^{-6}\ s^{-1}$.

		Valeurs postulées					Valeurs identifiées		
T (°C)	$\dot{\varepsilon}$ (s^{-1})	E (GPa)	ν	n	$\dot{a}$ (s^{-1})	q	g_0 (MPa)	g_∞ (MPa)	h_0 (MPa)
20	1×10^{-3}	193 [67]	0,3	50 [88]	0,002 [88]	1,1	98	203	200
340	6×10^{-6}	170 [67]	0,3	50 [88]	0,002 [88]	1,1	65	184	350

Tableau 3-2: Paramètres cristallins identifiés pour les étapes de pré-déformation et de CSC.

À 340°C, la vitesse de déformation utilisée pour l'identification des paramètres n'est pas strictement identique à celle utilisée expérimentalement. Cela est dû au fait que nous avons considéré comme négligeable l'effet de la viscosité sur le comportement mécanique global à 340 °C.

La Figure 3-16 présente, en bleu, la courbe de traction obtenue pour le matériau 316L de l'étude à 340°C avec une vitesse de déformation de $6\times10^{-6}s^{-1}$ [107]. Cette figure présente aussi, en rouge, une courbe de traction obtenue pour un acier 304L à la même température (340°C), mais pour une vitesse de déformation plus faible mais représentative des essais CSC ($5\times10^{-8}s^{-1}$) [108]. Il faut souligner que les caractéristiques mécaniques des aciers 304L et 316L sont très proches [109], notamment pour ε <10%. Par contre, l'acier 304L semble présenter un écrouissage plus important au-delà.

Considérant nos conditions d'essais qui ne dépasseront pas les 11% de déformation, nous pouvons estimer que les matériaux présentent le même comportement et de plus nous négligerons les effets de sensibilité à la vitesse de déformation.

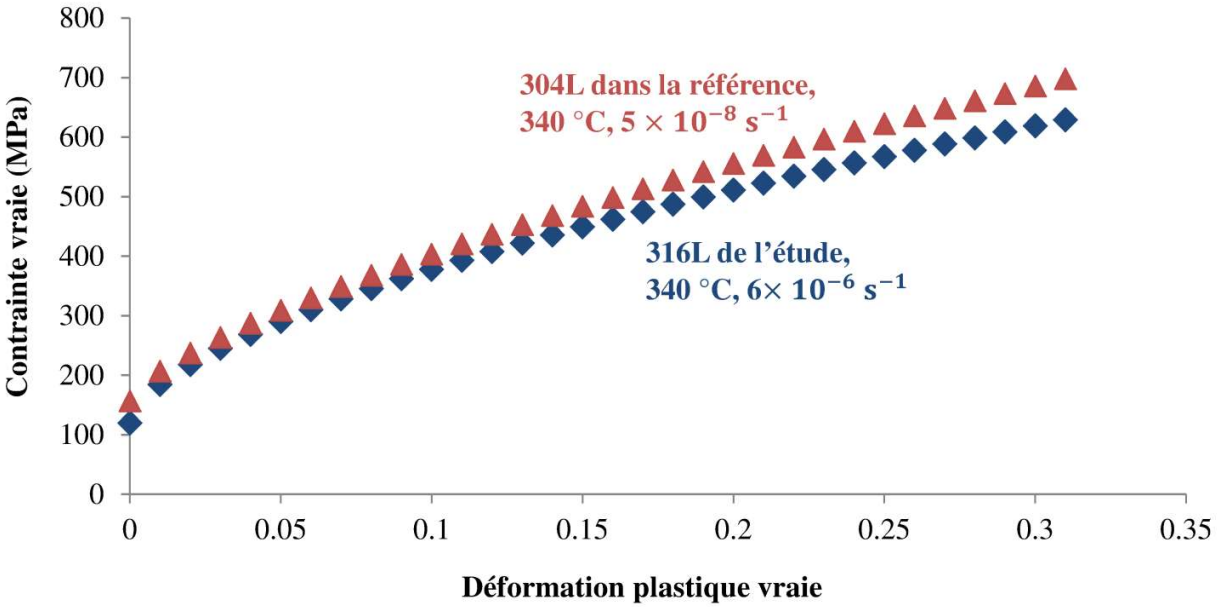

Figure 3-16: Comparaison des propriétés mécaniques à 340°C entre l'acier 316L cette étude pour une vitesse de déformation de $6\times10^{-6}s^{-1}$ et un acier 304L pour une vitesse de déformation de $5\times10^{-8}s^{-1}$ [108].

3.3.3 Conditions aux limites

Afin de reproduire l'effet du volume de matière sous la surface de l'agrégat, une plaque homogène est ajoutée au-dessous de ce dernier. Elle présente les propriétés macroscopiques du matériau (Figure 3-17(a les deux domaines (agrégat + matériau homogène) étant liés par une interaction « Tie » (collage). Le comportement mécanique de la plaque est élasto-viscoplastique isotrope, et est identifié à partir des courbes de traction expérimentales des essais réalisés à 20°C et 340°C (Figure 3-15). La plaque est maillée avec 483 éléments hexaédriques linéaires à 8 nœuds et une intégration complète (C3D8).

Deux types de conditions aux limites sont appliqués sur l'assemblage ainsi constitué :

1. sur la face arrière de la plaque homogène (côte Z minimale), des conditions de symétries sont imposées ($U_Z = 0$) ;
2. sur les faces latérales, les champs de déplacement expérimentaux obtenus par corrélation d'images sont imposés, après régularisation par des fonctions continues (Figure 3-17(b)).

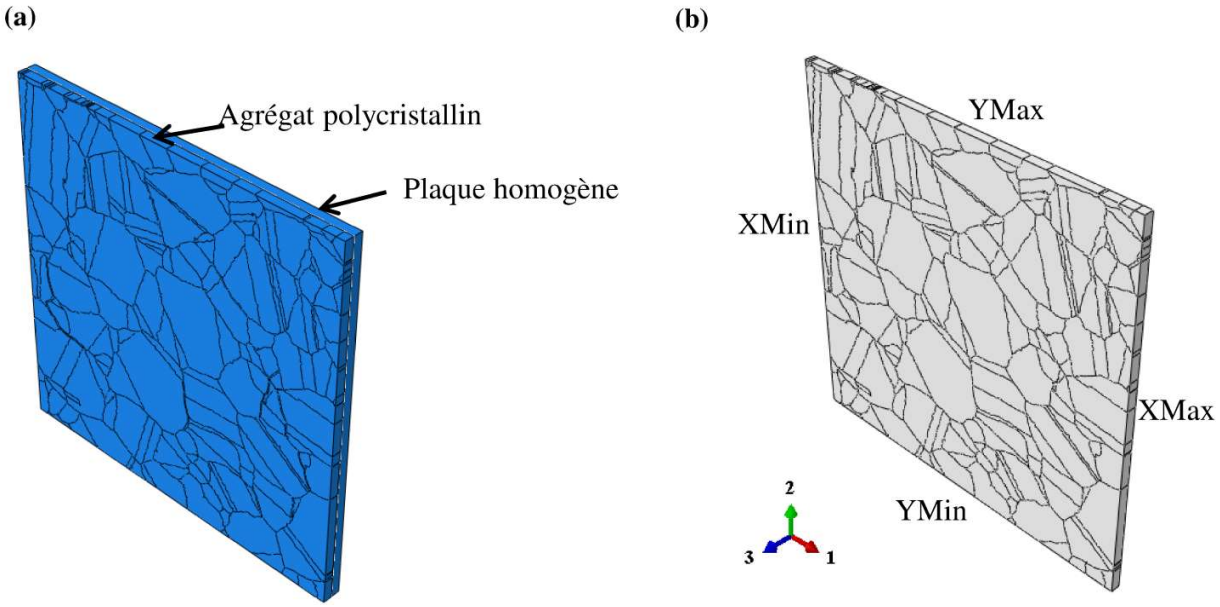

Figure 3-17: (a) Position de la plaque homogène pour simuler la présence du matériau massif et (b) contours de l'agrégat avec les conditions aux limites.

La Figure 3-18 et la Figure 3-19 présentent les données expérimentales associées aux déplacements entre l'étape initiale et l'étape finale, obtenus par corrélation d'images, pour les 4 contours de l'agrégat, et pour les étapes de pré-déformation et de CSC, respectivement. Plusieurs problèmes apparaissent, qui peuvent empêcher toute convergence du code éléments finis : des très fortes variations du déplacement mesuré (approchant de discontinuités), et des zones apparaissant sans données expérimentales. Afin de ne pas introduire d'artefacts de calculs, des fonctions polynomiales sont surimposée aux données expérimentales pour les régulariser (Figure 3-18 et la Figure 3-19).

Les différences entre les données expérimentales et les données de fonctions polynomiales sont minimisées quand le degré du polynôme est choisi.

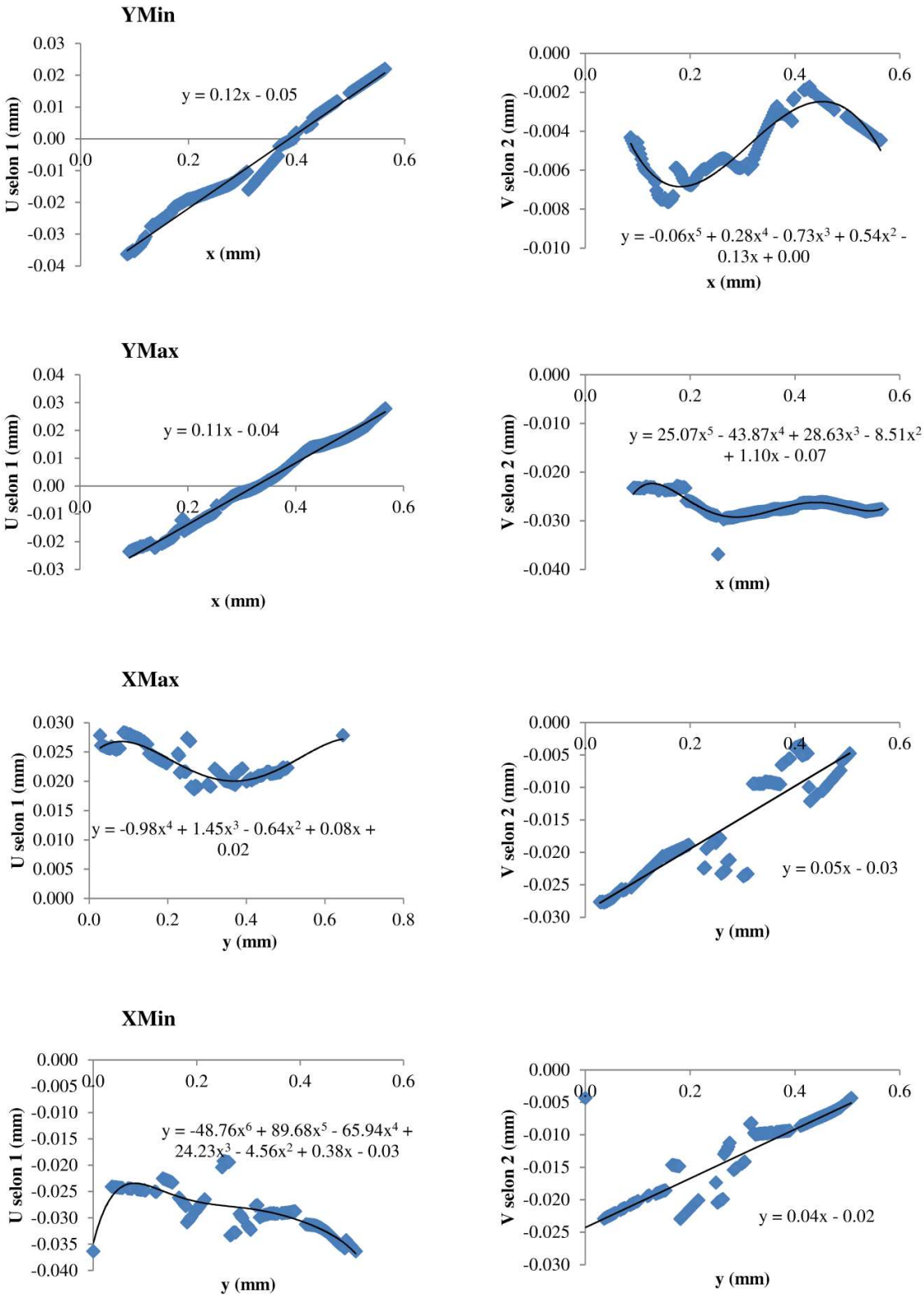

Figure 3-18: Déplacements expérimentaux obtenus par corrélation d'images et fonctions continues associées résultant de l'étape de pré-déformation.

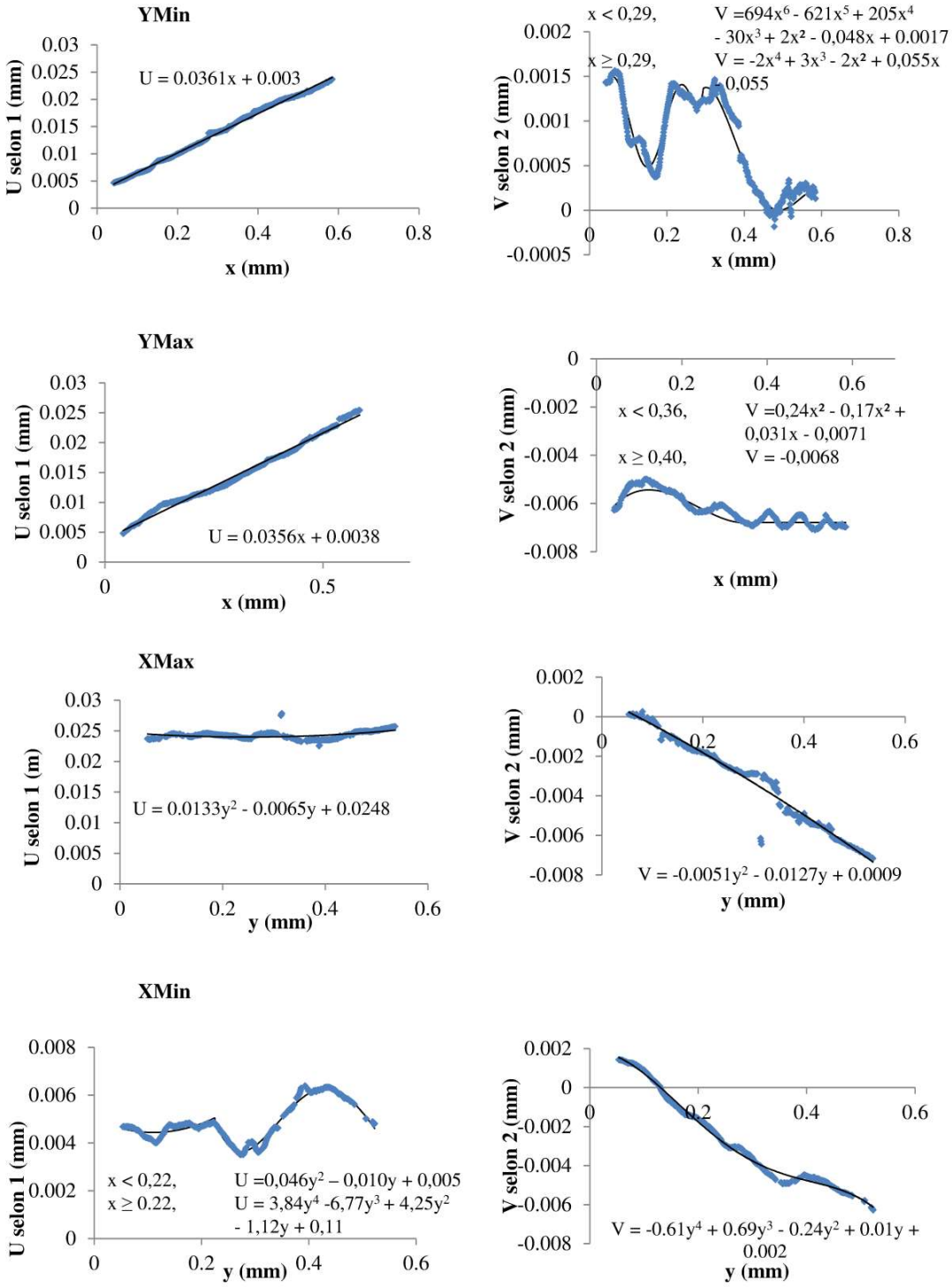

Figure 3-19: Déplacements expérimentaux obtenus par corrélation d'images et fonctions continues associées résultant de l'essai de CSC.

3.4 Résultats

Dans un premier temps, les champs de déplacement numériques et expérimentaux obtenus lors des étapes de pré-déformation et de CSC sont comparés. Puis, une correspondance entre les champs microstructuraux et mécaniques (champs de déformation et champs de contrainte) et le réseau de fissuration sera mise en œuvre. Des joints de grain d'intérêt pour l'étude de la CSC seront alors définis pour une l'analyse plus poussée, en particulier au FIB.

3.4.1 Comparaison entre champs expérimentaux et numériques

3.4.1.1 Étape de pré-déformation

Sur la Figure 3-20 sont présentés les cartographies des champs de déplacement numériques et expérimentaux après l'étape de pré-déformation suivant les directions 1 (X, axe de traction) et 2 (Y). Les bases de mesure expérimentale et numérique sont ici quasi-similaires (2,6 µm et 2 µm, respectivement).

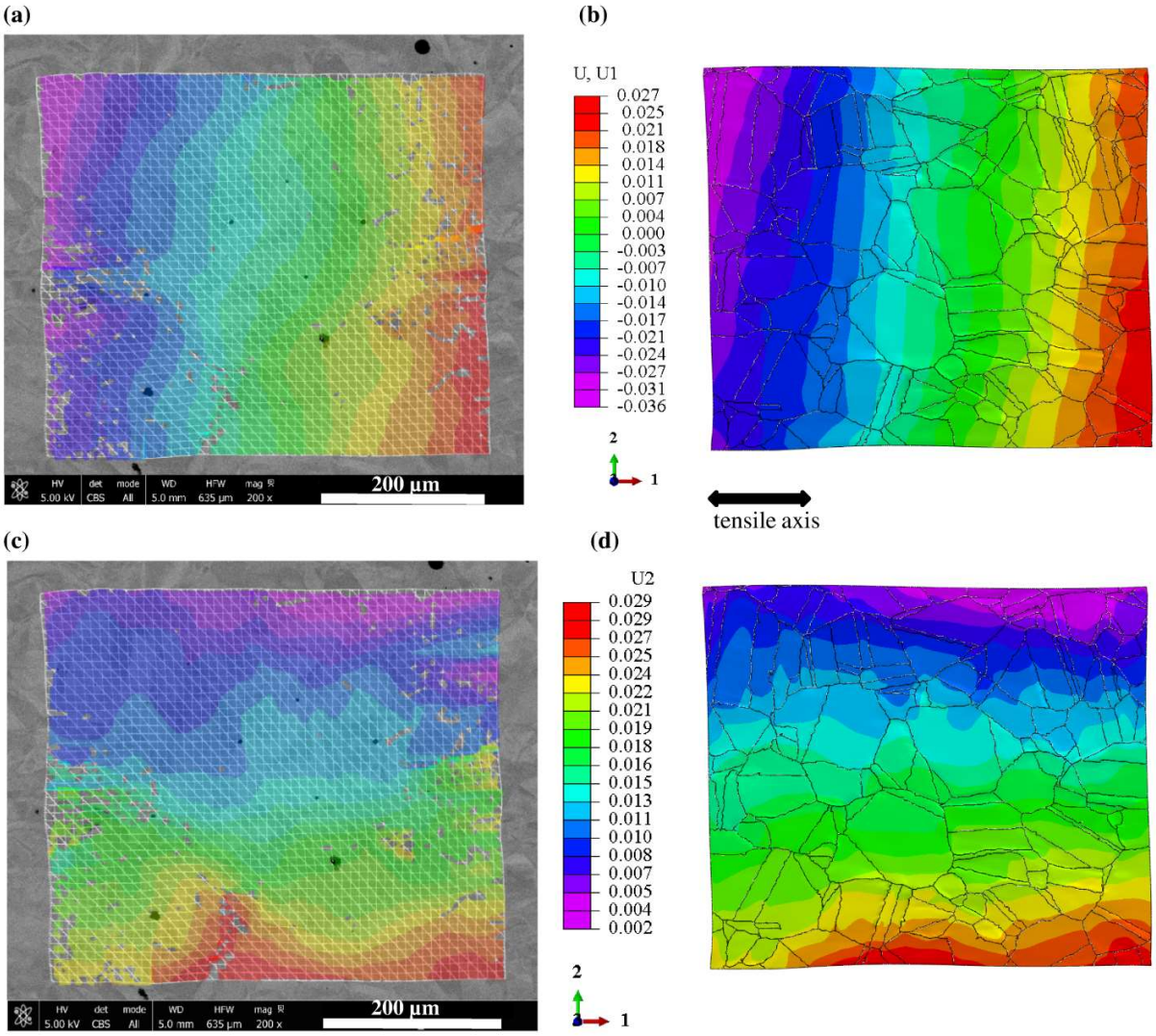

Figure 3-20: Comparaison après l'étape de pré-déformation des champs de déplacement (a) expérimentaux et (b) numériques selon la direction 1 et (c-d) selon la direction 2. Les déplacements sont données en mm ; une attention particulière a été portée sur les échelles de couleur pour qu'elles correspondent entre les résultats numériques et expérimentaux.

On observe globalement un bon accord entre les champs expérimentaux et numériques. A partir de ces données, des déformations peuvent être déterminées, puis, comparées (voir Figure 3-21 pour ε_{11}). Les valeurs moyennes de ces dernières sont respectivement de 12% et 10%, ce qui est cohérent avec la déformation macroscopique expérimentale imposée (11%).

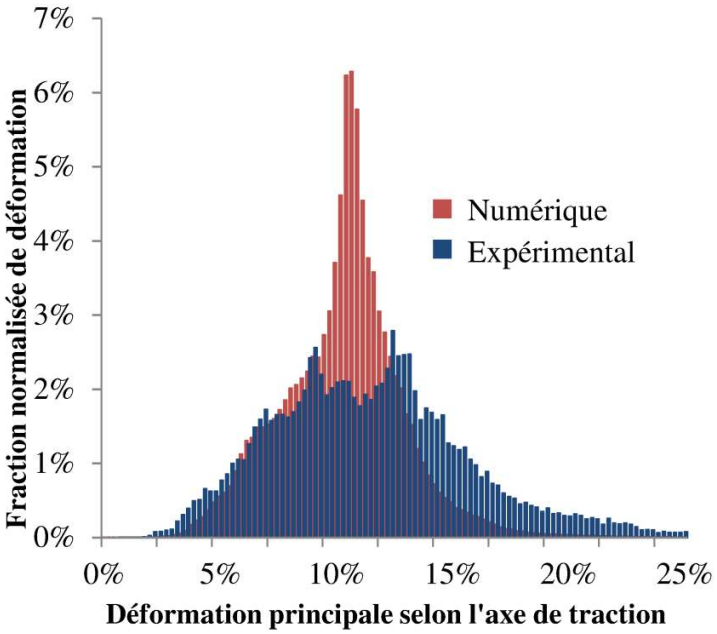

Figure 3-21: Comparaison des histogrammes de déformation ε_{11} expérimentale et numérique après la pré-déformation.

Nous pouvons observer sur la Figure 3-21 que si la moyenne des deux distributions de déformation est équivalente, celle issue de la simulation est plus étroite que celle issue des données expérimentales. Cela signifie que l'agrégat numérique présente un comportement plus homogène que la réalité expérimentale. Plusieurs raisons peuvent expliquer cette différence :

1. Le déplacement expérimental imposé sur les contours extérieurs de l'agrégat, et les fonctions continues imposées dans le modèle éléments finis ne sont pas tout à fait identiques (Figure 3-18). On remarque en particulier certaines différences entre les champs de déplacement numériques et expérimentaux (Figure 3-20) ;
2. les plans des joints de grains sont perpendiculaires à la surface dans l'agrégat numérique, ce qui n'est pas le cas dans l'agrégat réel, et ce qui peut avoir un effet sur la réponse de ce dernier ;
3. les équations constitutives utilisées dans les simulations par éléments finis peuvent ne pas prendre en compte tous les phénomènes liés à la plasticité à l'échelle du cristal, sachant que le parti pris ici est une identification des paramètres de la loi de comportement à partir de la réponse macroscopique et non à partir des champs ou des distributions [110,111].

3.4.1.2 Étape de CSC

Sur la Figure 3-22 sont représentés les champs de déplacement après l'essai de CSC pour les agrégats réels et numériques, selon les axes 1 (X) et 2 (Y). Les zones entourées indiquent des zones correspondantes dans les deux agrégats.

Il est important de noter que les champs de déplacement représentés sur la Figure 3-22 correspondent à l'évolution entre les images ⟨3⟩ et ⟨4⟩ (et non pas entre ⟨1⟩ et ⟨4⟩), du fait de l'effet de l'oxydation qui modifie l'état de surface et de niveaux de gris des images. La nouvelle référence correspond donc à l'étape 3 (n°⟨3⟩). Numériquement, cela revient à générer une géométrie initiale correspondant à la géométrie déformée suite à l'étape de pré-déformation, sur laquelle les conditions aux limites de l'essai de CSC sont appliquées.

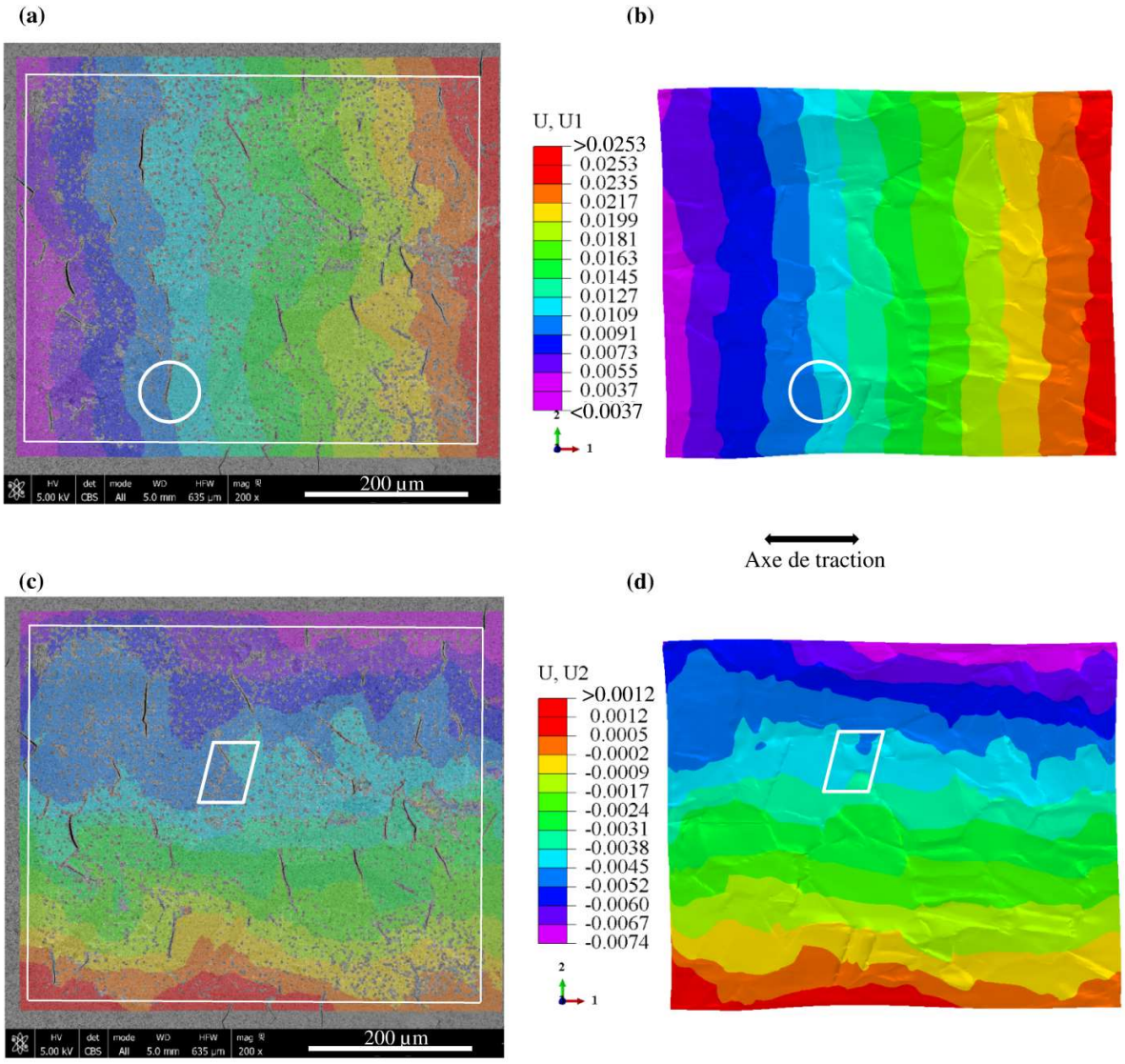

Figure 3-22: Champs de déplacements respectivement expérimentaux et numériques selon (a-b) l'axe 1 et (c-d) l'axe 2.

Les champs de déformation selon l'axe de traction sont donnés sur les Figure 3-23 (a) et (b). La Figure 3-23 (c) présente un zoom du champ de déformation sur une zone autour d'une fissure. Notons sur la cartographie expérimentale, que les valeurs de déformation mesurées aux

voisinages de toutes les fissures sont faibles voire négatives ce qui est caractéristique d'une décharge mécanique liée à la fissuration et à la création de nouvelles surfaces libres.

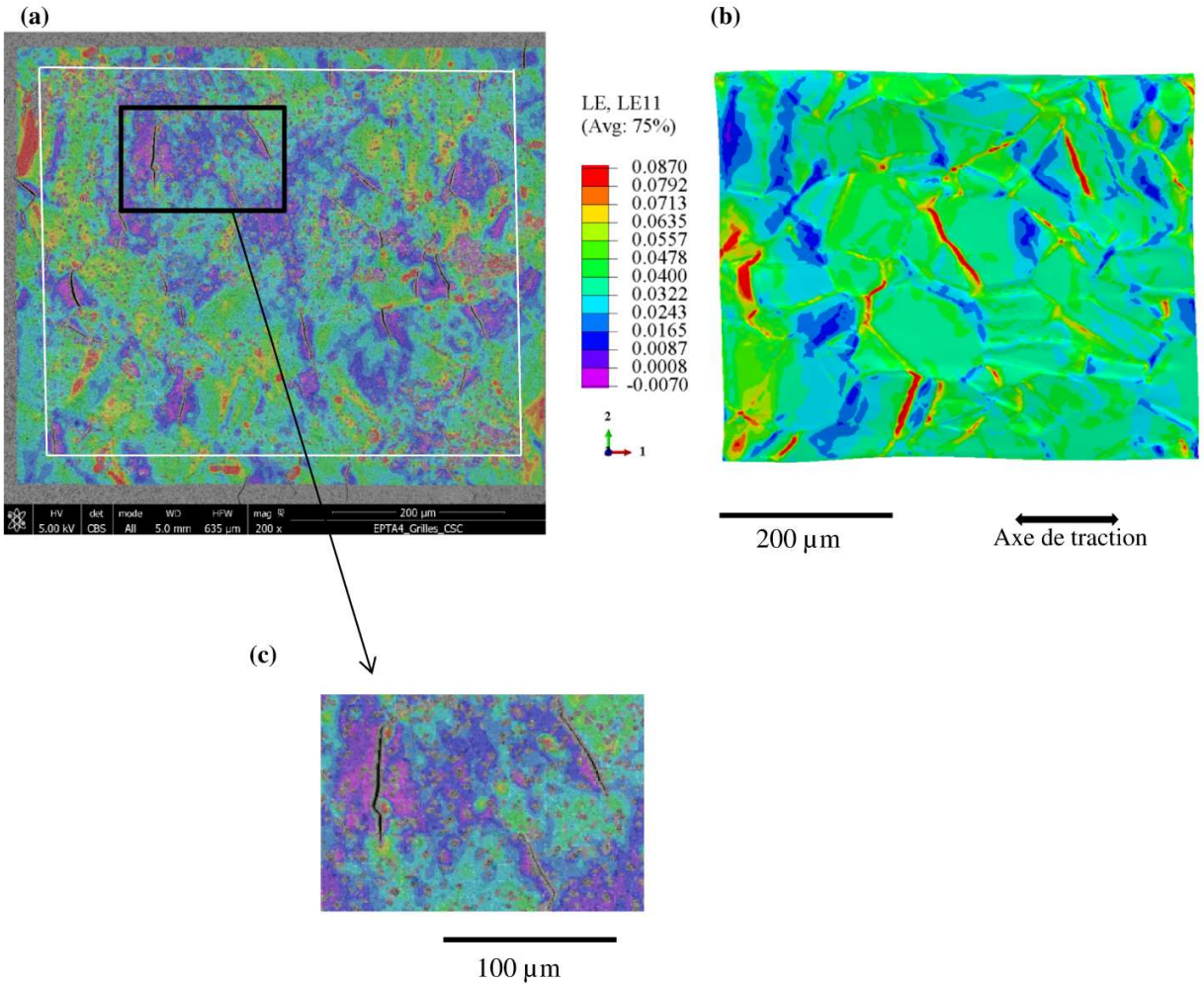

Figure 3-23: Champs de déformation respectivement (a) expérimental et (b) numérique selon l'axe 1. (c) Zoom sur le champ de déformation expérimental autour de fissures.

Les histogrammes des déformations selon l'axe 1 sont donnés sur la Figure 3-24. On peut constater que la distribution numérique est bien plus étroite que celle issue des données expérimentales. Si l'on retrouve ici le biais, déjà identifié, d'un comportement trop homogène de la réponse numérique, ce biais est amplifié par le fait que la simulation ne rend pas compte de l'apparition de fissures et donc de la très forte hétérogénéité de déformation engendrée autour (relaxation des contraintes le long des fissures, et zones fortement sollicitées ailleurs). Toutefois, la moyenne pour la déformation numérique est de 3,7% et de 3,2% pour l'expérimentale, ce qui reste cohérent.

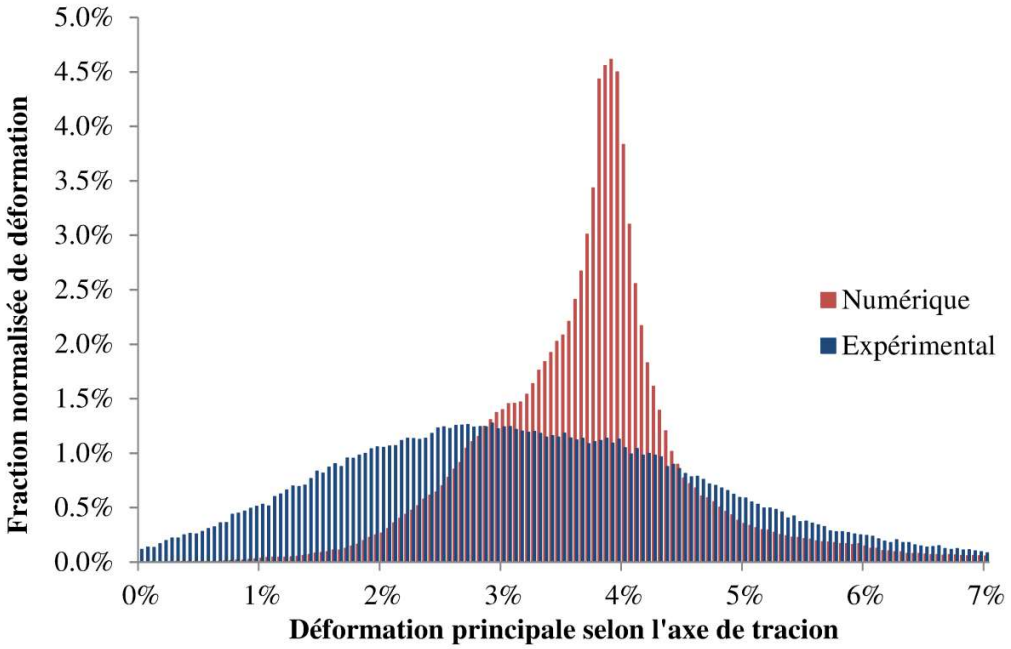

Figure 3-24: Comparaison des histogrammes de déformation principale expérimentaux et numériques selon la direction 1 (ε_{11}) après l'essai de CSC.

Afin d'évaluer l'effet des fissures sur la redistribution du champ de déformation, un calcul numérique a été effectué en introduisant, dans l'agrégat numérique, des fissures telles qu'observées expérimentalement à la fin de l'essai de CSC (Figure 3-34). Pour générer ces fissures entre les étapes de pré-déformation et de CSC, des zones prédéfinies du modèle (maillage) sont désactivées pour simuler la fissuration (mot-clef « *MODEL CHANGE » dans Abaqus). Les champs de déplacement résultants de ce calcul, dans la direction 1, sont donnés sur la Figure 3-25 et font apparaître des zones moins déformées au voisinage des fissures.

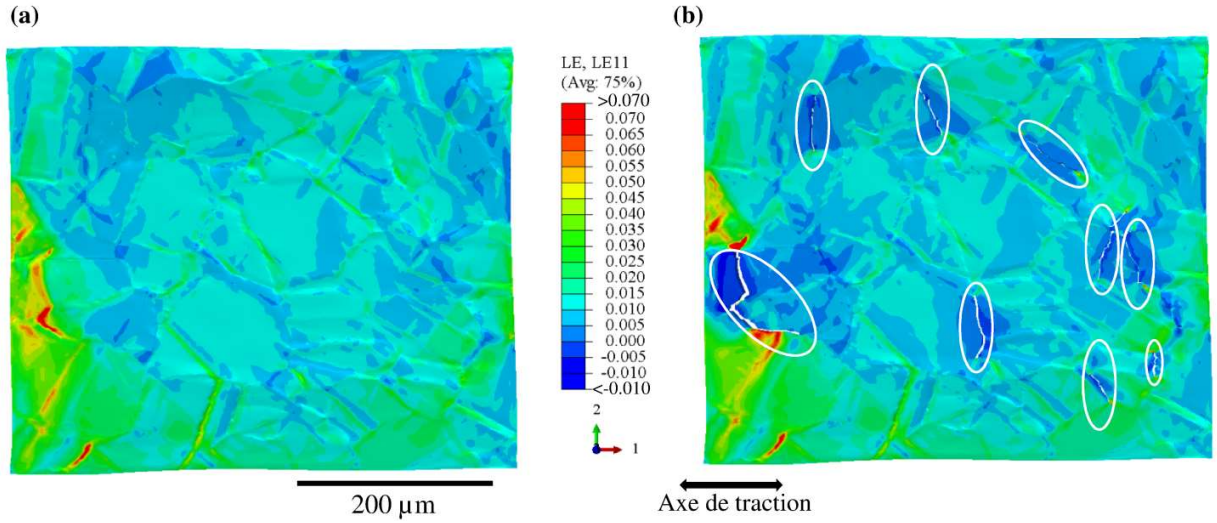

Figure 3-25: Champs de déformation selon l'axe de traction pendant l'essai de CSC (a) sans et (b) avec des fissures. Les fissures sont entourées par des ellipses.

Reporté sur la distribution statistique (Figure 3-26), on constate une diminution de 6% de la valeur moyenne de la déformation dans la direction principale (axe 1) et un étalement de cette distribution vers les faibles et les fortes valeurs. Toutefois, la forme de la distribution n'est globalement pas affectée ; la présence de fissures ne suffit donc pas à expliquer les différences observées sur la Figure 3-24.

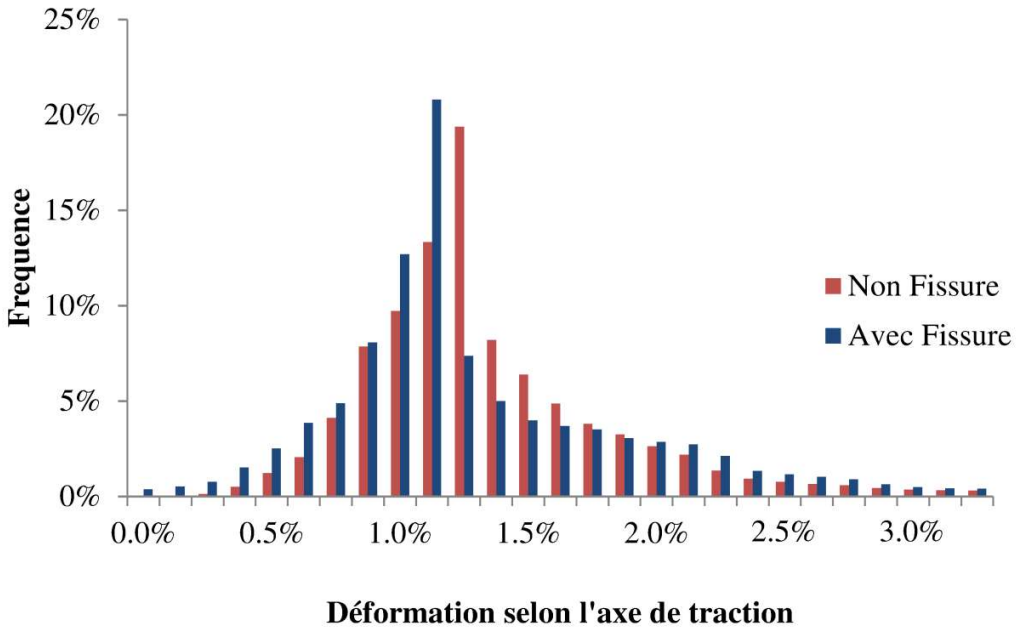

Figure 3-26: Distribution statistique pour les déformations selon l'axe de traction pendant l'essai de CSC.

Il faut souligner, cependant, que les fissures « numériques » sont introduites au début de l'essai de CSC, ce qui n'est pas le cas expérimentalement : ces fissures sont amorcées au cours de l'essai. Dans cette figure, la profondeur pour chaque fissure est toujours égale à 12 µm, identique à la longueur de l'agrégat dans la direction d'extrusion. Les fissures réelles ont, quant à elles, des profondeurs différentes, qui vont être présentées dans la section 3.6.

3.4.2 Résultats numériques à la fin de l'étape de CSC

Sur la Figure 3-27 est tracé le champ de déformation correspondant à la composante principale maximale (LEMax) calculée numériquement à la fin de l'essai de CSC, et intégrant l'ensemble de l'histoire mécanique de l'échantillon (c'est-à-dire à partir de l'état initial, prise en compte de l'étape de pré-déformation puis de déformation au cours de l'essai de CSC ; soit entre les étapes ⟨1⟩ et ⟨4⟩). On observe globalement des déformations homogènes dans les grains, avec une localisation au voisinage de certains joints de grains.

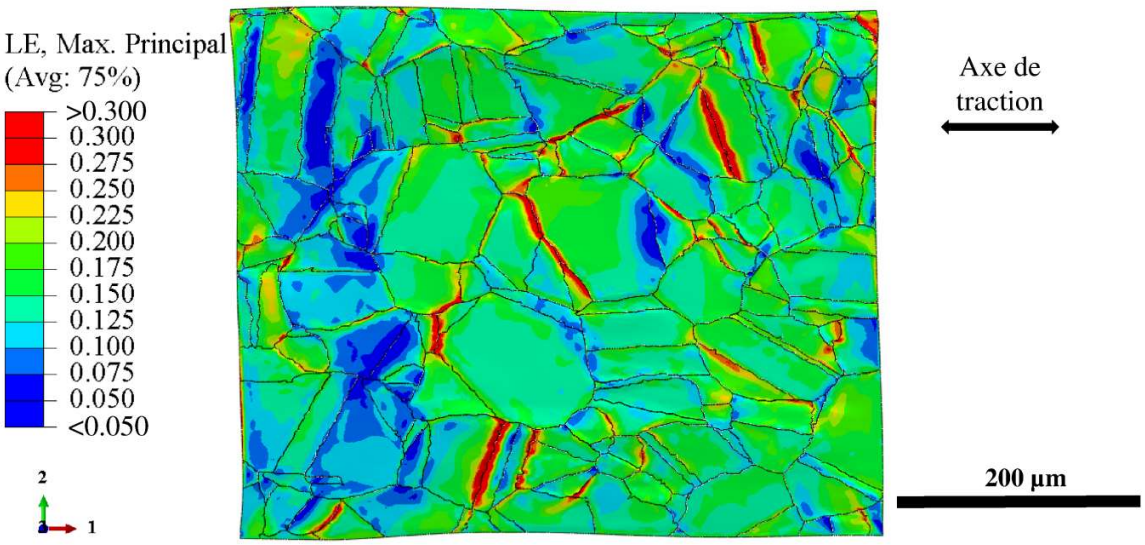

Figure 3-27: Composante principale maximale du champ de déformation numérique (LEMax) après l'essai de CSC.

Après l'essai de CSC, la moyenne pour la contrainte principale maximale (SMax) obtenue par la simulation numérique est de 474 MPa, avec une distribution qui varie entre 100 et 800 MPa, restant ainsi toujours positive. Le champ de contrainte principale maximale est représenté sur la Figure 3-28 (a) et la distribution associée Figure 3-28 (b). Ce champ est pris en compte de l'étape de pré-déformation puis de déformation au cours de l'essai de CSC (entre les étapes ⟨1⟩ et ⟨4⟩).

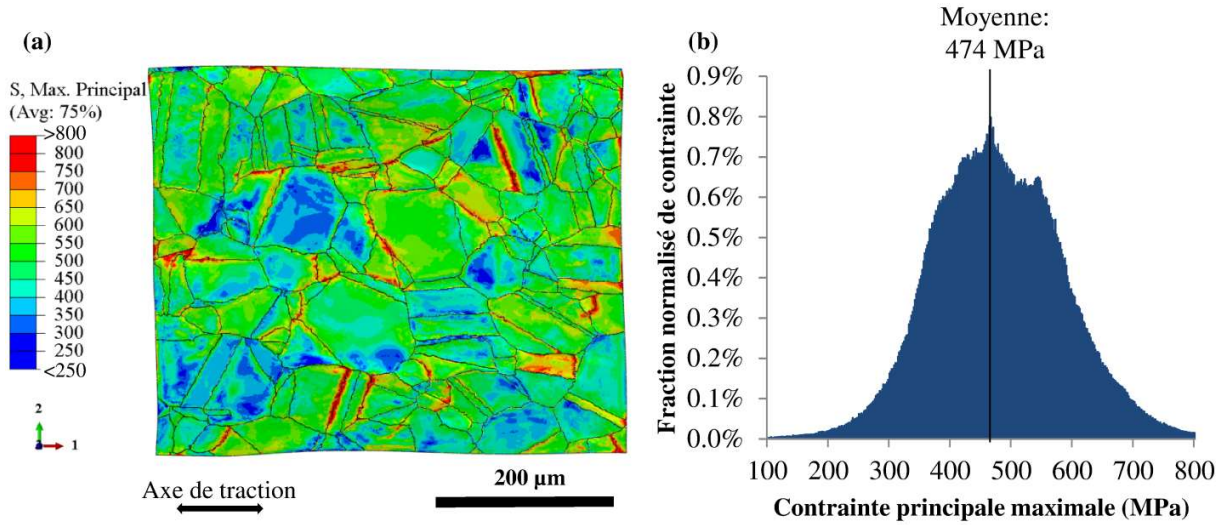

Figure 3-28: (a) Champ de la contrainte principale maximale (SMax) numérique à la fin de l'essai de CSC. Les valeurs des contraintes sont données en MPa. (b) Distribution statistique de la contrainte principale maximale (SMax) à la fin de l'essai de CSC.

3.4.3 Répartition des contraintes normales aux joints de grains après l'étape de CSC

A partir des champs numériques de contrainte, il est possible de déterminer les contraintes normales T_{nn} aux joints de grains dont le plan, dans le modèle numérique, est perpendiculaire à la surface. Plus précisément, ces contraintes sont calculées en chaque point de Gauss des éléments adjacents aux interfaces (Figure 3-31 et Figure 3-30). Le processus pour calculer la contrainte normale le long les joints de grains est présenté dans l'annexe 7.4. Dans le cas présent, la cartographie des T_{nn}est donné sur la Figure 3-29.

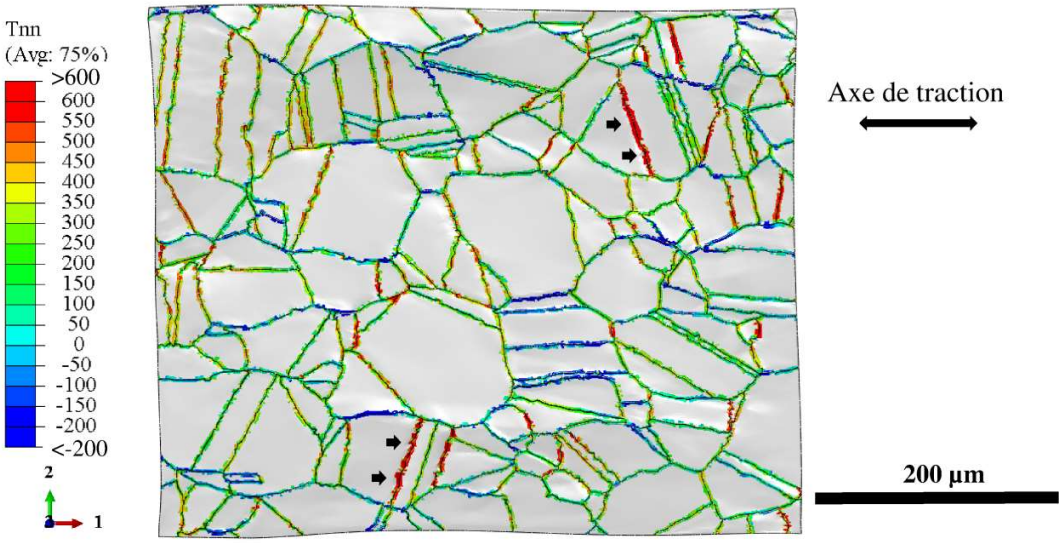

Figure 3-29: Champ des contraintes normales (T_{nn}) au voisinage des joints de grains à la fin de l'essai de CSC. Les contraintes sont données en MPa.

Du fait de leur calcul aux points d'intégration, les valeurs de contrainte ne sont jamais calculées exactement sur les joints de grains, mais à leur voisinage à l'intérieur des grains. A titre d'exemple, un groupe d'éléments est indiqué par deux flèches rouges sur la Figure 3-30. Le gradient de T_{nn} de part et d'autre de l'interface est estimé. Quand ce gradient est faible, les valeurs de T_{nn} sont donc calculées sur chaque point de Gauss des éléments adjacents à l'interface représentant le joint de grains.

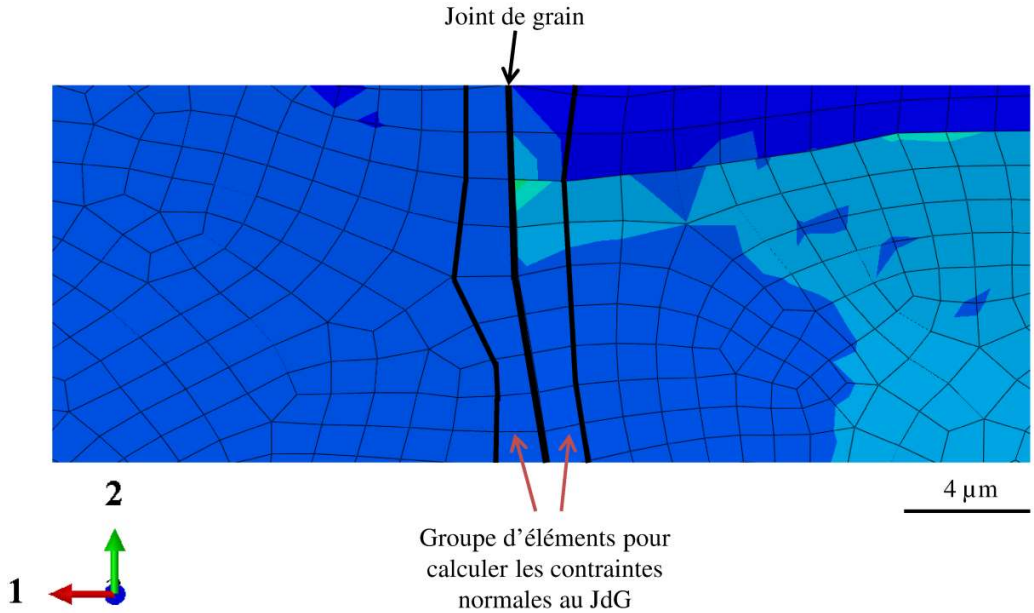

Figure 3-30: Méthode pour calculer les contraintes normales T_{nn}.

Afin de quantifier ce gradient, un joint de grains a été choisi (joint C7 de la Figure 3-35), et les valeurs de T_{nn} tracées de part et d'autre du joint de grains (Figure 3-31). Nous constatons, dans ce cas précis, que le gradient de T_{nn} est relativement faible de part et d'autre du joint de grains. Les valeurs de T_{nn} à l'intérieur des grains peuvent donc être considérées comme étant celles de l'interface. Par contre, elles évoluent significativement le long du joint.

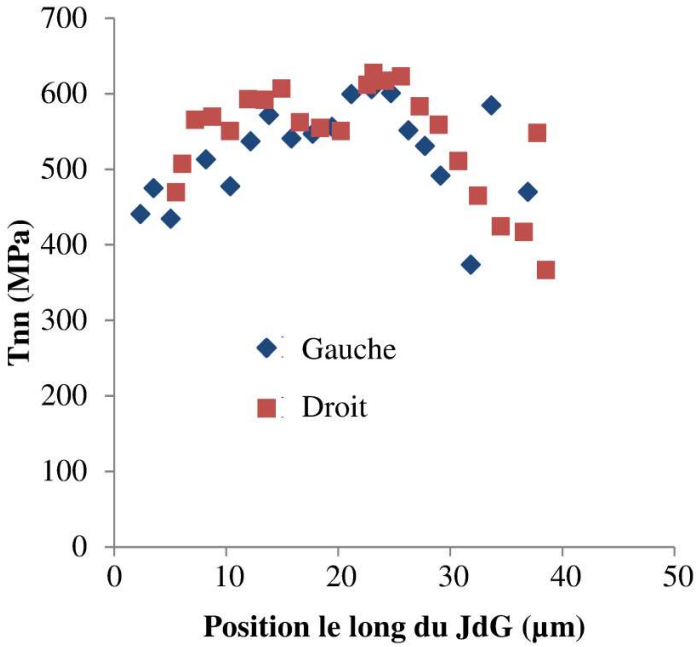

Figure 3-31: Profils de la contrainte normale T_{nn} de part et d'autre d'un joint de grain.

Au sein de l'agrégat, les valeurs de T_{nn} présentent une dispersion comprise entre -400 et 800 MPa, avec une valeur moyenne de 211 MPa (Figure 3-32). 21% des joints de grains (en longueur des traces de joints en surface) subissent une contrainte T_{nn} supérieure à 410 MPa (ce qui correspond à la contrainte macroscopique expérimentale moyenne à la fin de l'essai de CSC). Le calcul des contraintes dans l'agrégat permet donc de mettre en évidence un risque de contrainte normale locale nettement supérieure à la contrainte de traction macroscopique, tout en donnant une valeur moyenne proche (la contrainte normale moyenne pour un état de traction uniaxial serait de 410/2= 205 MPa)

Comme la plupart des fissures sont localisées sur des joints de grains dont la trace en surface est perpendiculaire à l'axe de traction macroscopique (Figure 3-34), les joints de grains ont été séparés en trois groupes en fonction de l'inclinaison (α) de leur trace en surface par rapport à l'axe de traction: 35% d'entre eux sont considérés comme étant perpendiculaires à l'axe de traction (α>60°), 40% sont considérés comme faiblement inclinés (α<30°), et les joints de grains restants (25%) présentent une inclinaison comprise entre 30° et 60° (Figure 3-32). On peut remarquer que la distribution des contraintes normales appliquées à la population des joints de grains « perpendiculaires » à l'axe de traction (α>60°) est décalée vers les valeurs les plus élevées

(comprise entre 100 et 800 MPa). Ces joints sont donc les plus susceptibles de se fissurer. Ce résultat est cohérent pour des états de contraintes locaux proches d'un état de traction.

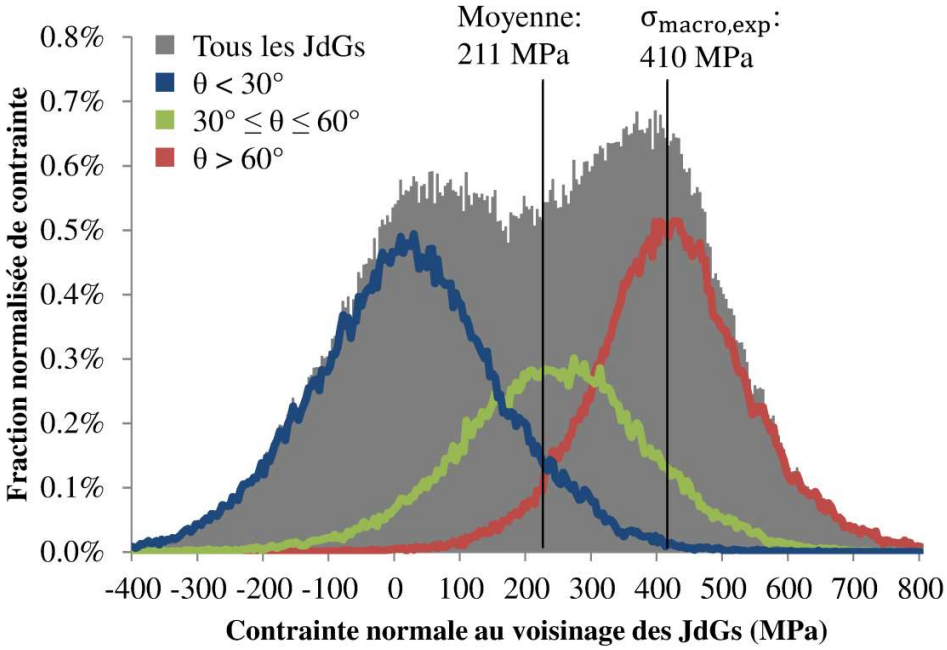

Figure 3-32: Distribution statistique de la contrainte normale (T_{nn}) au voisinage des joints de grains à la fin de l'essai de CSC.

Au contraire, les joints de grains non orthogonaux ($\alpha<30°$ et $30°\leq\alpha\leq60°$) présentent une statistique décalée vers les valeurs les plus faibles, avec respectivement 44% et 6% de valeurs de contraintes négatives (en termes de longueur totale de joints), et ne présentant donc pas de risque d'ouverture.

Enfin, à titre d'illustration, l'influence d'un raffinement du maillage sur la distribution des T_{nn} est présenté sur la Figure 3-33 : il n'y a pas d'effet significatif pour le cas considéré.

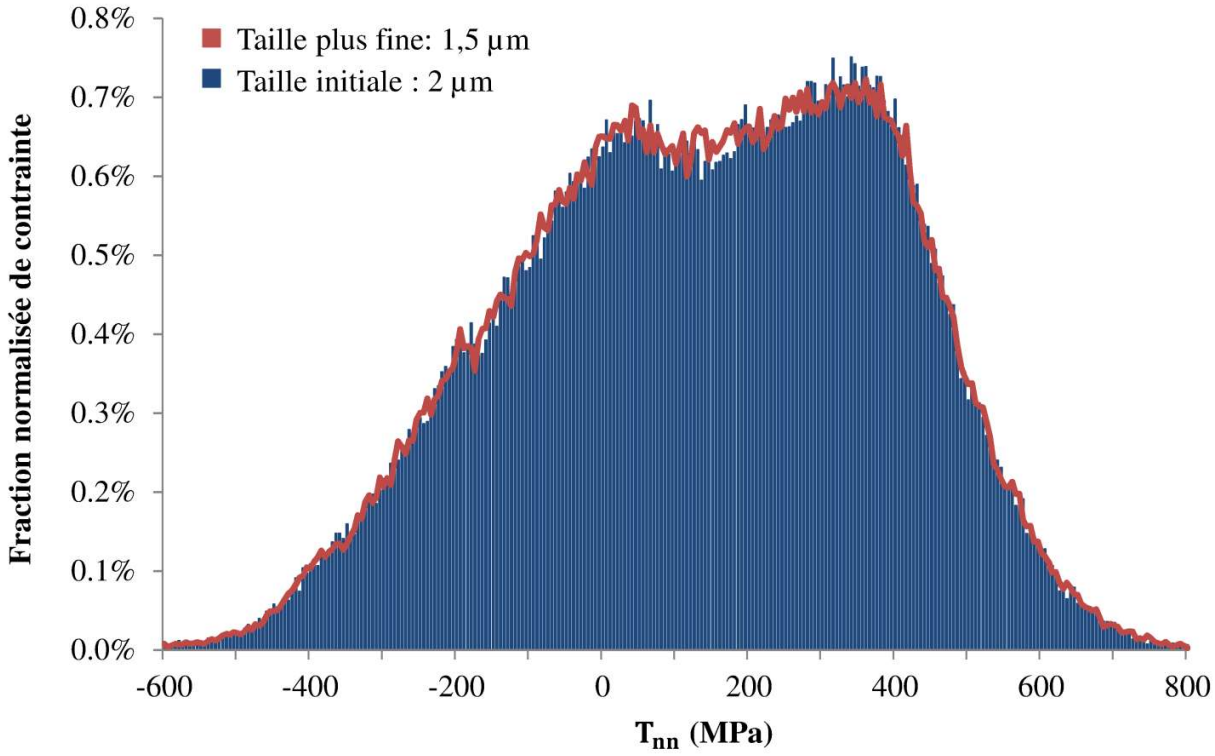

Figure 3-33: Comparaison des distributions statistiques de la contrainte T_{nn} pour des tailles d'éléments de 2 et 1,5 µm.

3.5 Corrélation entre les champs microstructuraux, mécaniques et le réseau de fissuration

Après l'essai de CSC, un réseau de fissuration peut être observé sur la surface de l'échantillon, et en particulier sur une des zones couverte par l'une des microgrilles permettant ainsi de corréler la position du réseau de fissure aux champs de déformation expérimentaux obtenus par DIC des images MEB (Figure 3-34). Au total, 29 fissures sont comptées dans cette zone et toutes les fissures sont intergranulaires, et présentent une longueur moyenne de 48 µm.

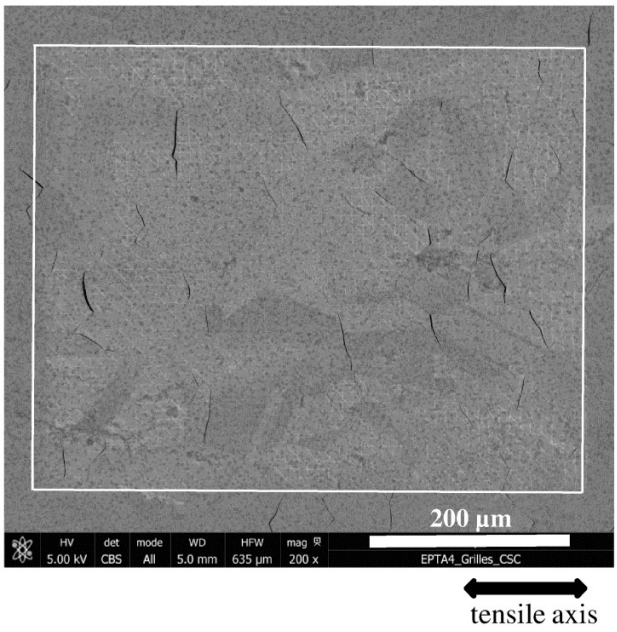

Figure 3-34: Champs de fissuration après l'essai de CSC.

Sur la Figure 3-35 les joints de grains fissurés ont été numérotés de C1 à C29. Les contraintes normales maximales (T_{nn}), la contrainte principale maximale (SMax), l'angle entre les traces des joints de grains fissurés et l'axe de traction (α) et la nature des joints de grains ont été relevés et renseignés dans le Tableau 3-3. Il faut souligner que lorsqu'une fissure s'est propagée sur plusieurs joints de grains, plusieurs angles α sont indiqués.

27 des 29 joints de grains fissurés sont des joints de grain généraux fortement désorientés, désignés par l'acronyme HAGB (*high-angle grain boundary*). Les deux autres fissures correspondent à des joints Σ5 et Σ27, respectivement. Les joints de grains fissurés représentent, en termes de longueur de joint, 0,12% des joints de grains généraux fortement désorienté, 0,6% des Σ5 et 0,4% des Σ27 en termes de longueur. Nous observons que des parois de macle (joint Σ3) perpendiculaires à l'axe de traction, et qui présentent à la fois une forte déformation et une contrainte normale élevée, ne fissurent pas (comme montré par des flèches noires dans la Figure 3-29, ce qui suggère que la nature du joint de grains joue un rôle important dans la résistance à l'amorçage des fissures de CSC. Ceci est en accord avec les résultats de la littérature [112-114].

De l'analyse de la Figure 3-34 et la Figure 3-35, on peut conclure que 28 des 29 fissures présentent l'une des deux configurations suivantes: la trace de la fissure est soit « perpendiculaire » à l'axe de traction (α>60°), ou, dans le cas où la fissure s'est propagée le long de plusieurs joints de grains, au moins un joint de grains présente la configuration α>60°. Aucun joint de grains de trace parallèle à l'axe de traction (α <30°) n'est fissuré.

La moyenne des déformations principales maximales (LEMax) autour de chaque fissure est de 14% (Figure 3-34). A l'inverse, les joints de grains généraux fortement désorientés ayant une déformation comparable à cette valeur ne sont pas tous fissurés (Figure 3-35).

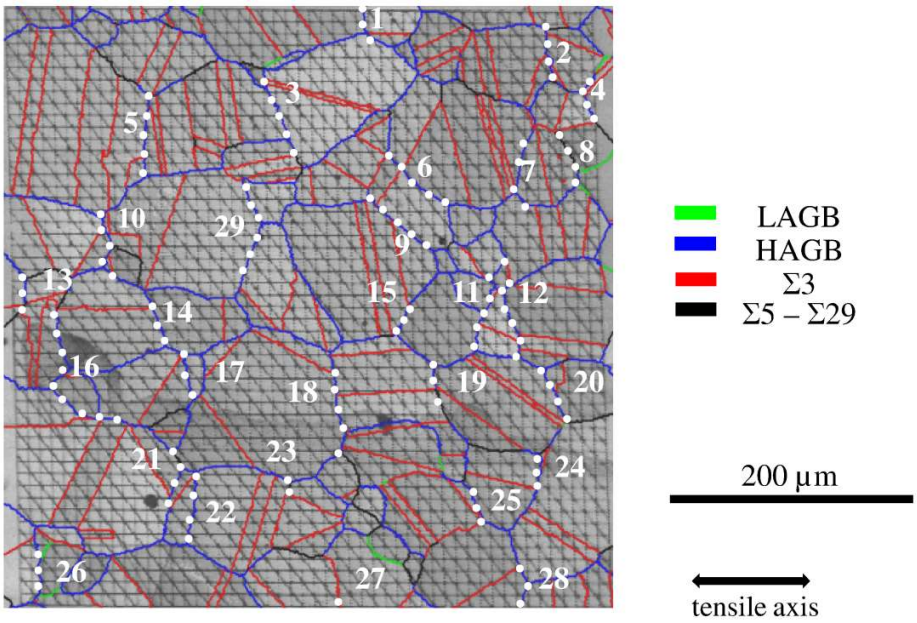

Figure 3-35: Cartographie EBSD présentant la nature des joints de grains. Les fissures observées à la fin de l'essai de CSC sont indiquées par des lignes pointillées blanches.

La Figure 3-36 représente la distribution statistique de la valeur maximale de T_{nn} pour les zones fissurées, avec une moyenne de 627 MPa. D'après ce graphique et le Tableau 3-3, on peut constater que tous les joints de grains fissurés subissent une valeur de contrainte normale maximale supérieure à 410 MPa, soit la valeur de la contrainte macroscopique appliquée expérimentalement à la fin de l'essai de CSC (Figure 3-2(b)).

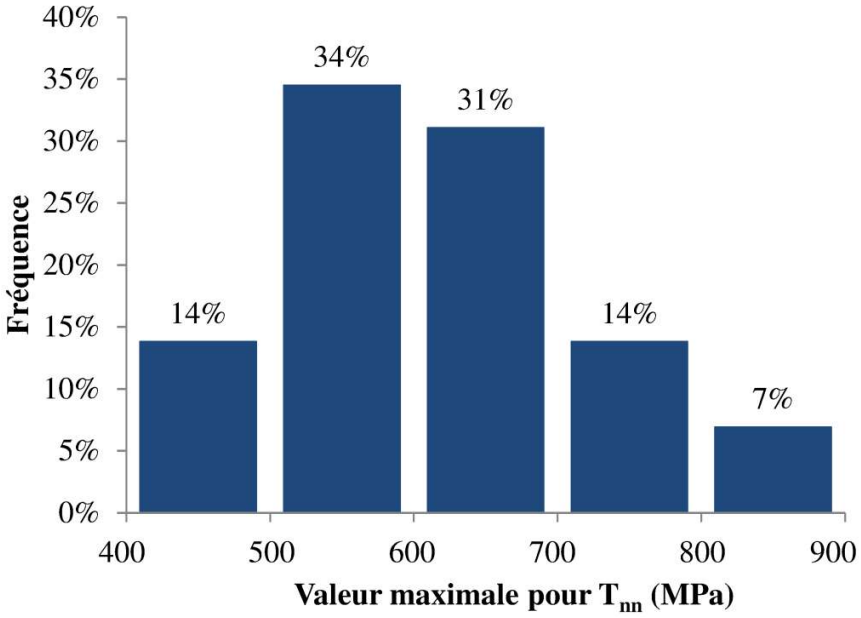

Figure 3-36: Distribution statistique de la contrainte normale maximale (T_{nn}) appliquée aux joints de grains fissurés.

A nouveau, la réciproque n'est pas vraie, comme le montrent les Figure 3-28 et Figure 3-29.

	T_{nn} max (MPa)	SMax max (MPa)	α	Nature du joint de grains			T_{nn} max (MPa)	SMax max (MPa)	α	Nature du joint de grains
C23	826	926	89°	Σ5		C19	609	630	85°	HAGB
C9	808	862	90°, 45°	HAGB		C27	597	638	90°	HAGB
C24	781	837	82°	HAGB		C12	570	660	90°, 72°	HAGB
C20	731	837	66°	HAGB		C11	565	652	76°, 60°	HAGB
C17	714	762	85°	HAGB		C15	555	712	72°	HAGB
C4	710	846	80°, 66°	HAGB		C21	548	603	76°, 67°	HAGB
C5	667	682	86°	HAGB		C8	538	647	90°, 65°	Σ27
C13	662	751	89°	HAGB		C26	538	699	90°	HAGB
C7	648	750	81°, 45°	HAGB		C1	537	587	88°	HAGB
C28	647	802	90°, 75°	HAGB		C6	524	657	45°	HAGB
C16	644	833	82°, 52°, 32°	HAGB		C14	524	644	73°	HAGB
C29	643	652	65°, 75°	HAGB		C25	477	657	62°	HAGB
C22	621	682	87°	HAGB		C3	456	539	72°	HAGB
C18	615	764	80°	HAGB		C2	455	588	88°	HAGB
						C10	451	560	77°, 72°	HAGB

Tableau 3-3: Contrainte normale maximale (T_{nn}), contrainte principale maximale (SMax), angle entre la trace des joints de grains fissurés et l'axe de traction (α,) nature des joint de grains, pour les fissures indiquées sur la Figure 3-35. Les fissures sont classées par valeurs décroissantes de la contrainte normale (T_{nn}).

La Figure 3-37 présente une synthèse des résultats.

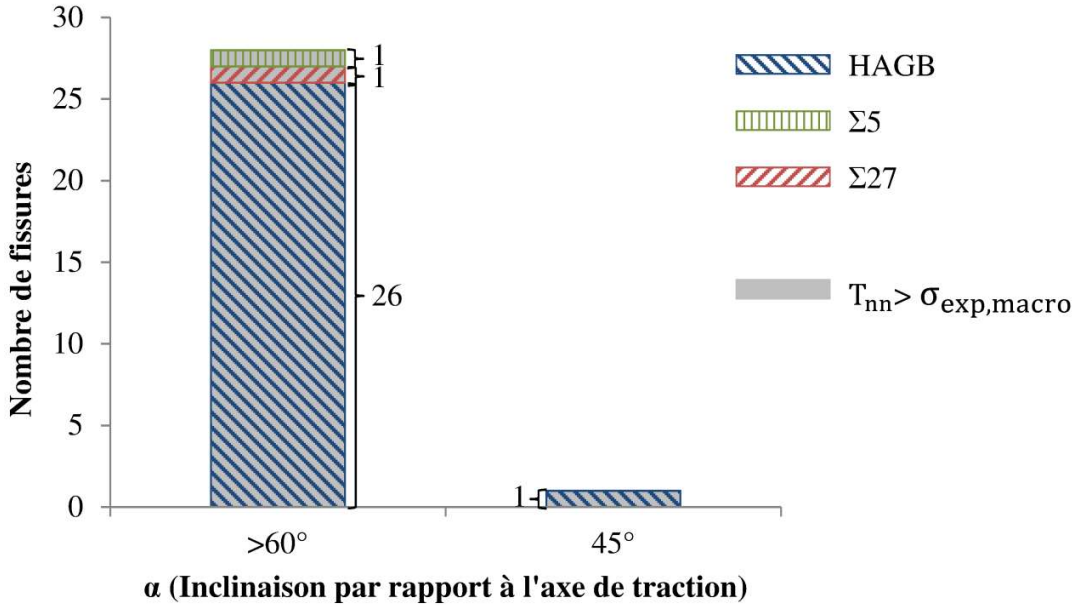

Figure 3-37: Synthèse de l'observation des 29 fissures d'une surface représentative.

Sur la Figure 3-38 sont indiqués tous les joints de grains généraux fortement désorientés (HAGB) perpendiculaires (α>60°) à l'axe de traction et non fissurés, ce qui représente 22 joints de grains. Le Tableau 3-4 présente les valeurs de la contrainte normale (T_{nn}) maximale (toujours supérieure à la contrainte macroscopique appliquée), la contrainte principale (SMax) maximale, l'angle entre la trace des joints de grains et l'axe de traction (α) et la nature des joints de grains.

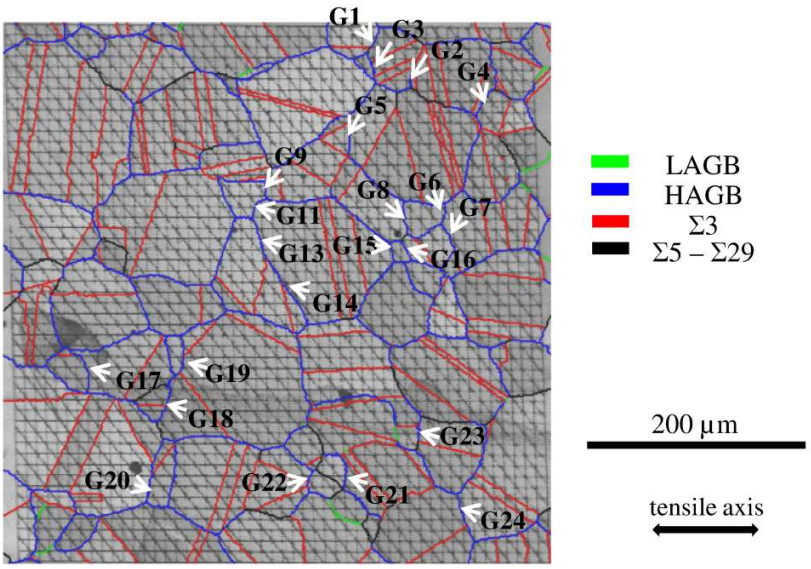

Figure 3-38: Cartographie EBSD reportant la nature des joints de grains; les joints de grains présentant une inclinaison α > 60° sont indiqués par des flèches blanches.

	T_{nn} max (MPa)	SMax max (MPa)	α	Nature du joint de grains		T_{nn} max (MPa)	SMax max (MPa)	α	Nature du joint de grains
G13	760	829	76°	HAGB	G1	573	728	62°	HAGB
G15	732	765	75°	HAGB	G2	566	639	77°	HAGB
G7	708	753	62°	HAGB	G8	564	685	82°	HAGB
G19	699	822	85°	HAGB	G9	564	685	90°	HAGB
G21	674	700	85°	HAGB	G11	545	798	82°	HAGB
G14	660	925	65°	HAGB	G3	532	560	76°	HAGB
G16	651	729	66°	HAGB	G5	531	591	89°	HAGB
G17	640	697	75°	HAGB	G22	513	602	75°	HAGB
G18	602	624	75°	HAGB	G6	498	535	80°	HAGB
G20	591	668	81°	HAGB	G24	475	491	76°	HAGB
G23	581	666	85°	HAGB	G4	446	627	61°	HAGB

Tableau 3-4: Contrainte normale maximale (T_{nn}), contrainte principale maximale (SMax), angle entre la trace des joints de grains et l'axe de traction (α), nature des joints de grains observés sur la Figure 3-38. Les joints de grains sont classés par valeurs décroissantes de la valeur de la contrainte normale (T_{nn}).

Ces résultats complètent ceux du Tableau 3-3 et montrent que la seule influence des champs mécaniques (ici la composante normale au joint de grains) n'est pas suffisante pour expliquer l'amorçage des fissures de CSC.

Dans les analyses ci-dessus, la présence d'oxyde au joint de grains n'est pas considérée. L'oxyde intergranulaire, en effet, affaiblit très probablement les joints de grains. Ainsi, selon la profondeur sur laquelle le joint de grains est oxydé, la contrainte nécessaire pour déclencher l'amorçage d'une fissures peut être plus ou moins élevée [115,116]. Ceci pourrait expliquer pourquoi des joints de grains présentant des chargements mécaniques équivalents sont fissurés ou non.

Afin de compléter l'analyse, des découpes par FIB (*Focused Ion Beam*) ont donc été effectuées pour mesurer la profondeur d'oxydation ou de fissuration de joints de grains d'intérêt, non fissurés et fissurés, et présentant tous deux des similitudes liées au chargement mécanique.

3.6 Analyse des profondeurs d'oxydation et de fissuration par FIB

3.6.1 Protocole expérimental

Les profondeurs d'oxydation et de fissuration de joints de grains ont été déterminées par des observations réalisées en coupe transverse dans un MEB-FIB. Une partie des caractérisations a été effectuée par Fabrice Gaslain sur un MEB-FIB de type FEI HELIOS Nanolab 660 acquis dans le cadre de l'EquipEx MATMECA (ANR-10-EQPX-37). Cet appareil est localisé au laboratoire MSSMat de Centrale Supélec. L'autre partie a été réalisée par SERMA Technologies à Grenoble.

Cet équipement, qui permet d'effectuer des observations localisées, consiste en un MEB, auquel est ajoutée une colonne ionique FIB qui va permettre d'enlever de la matière devant la zone d'intérêt à l'aide d'un faisceau d'ions gallium. La colonne FIB utilise une tension d'accélération et une intensité comprises respectivement entre 500 V et 30 kV et entre 0,1 pA et 65 nA. La zone d'intérêt, dans la présente étude, est, pour chaque coupe FIB, une zone proche d'une fissure ou d'un joint de grain non fissuré. Le plan de la plupart des découpes FIB est un plan perpendiculaire à l'axe 2 et donc parallèle à l'axe de traction, à l'exception des joints P1 et P2 de la Figure 3-40. Les découpes pour les deux joints P1 et P2 sont perpendiculaires à l'axe de traction (axe 1). Afin de protéger la zone d'intérêt lors du prélèvement, un dépôt de platine est préalablement réalisé. La procédure pour effectuer une image d'une coupe transverse localisée au MEB-FIB est illustrée sur la Figure 3-39.

La longueur de la zone observée est comprise entre 15 µm et 30 µm (Figure 3-39 (b)), selon la taille de la zone d'intérêt. Une excavation devant la couche de platine est réalisée avec une tension d'accélération de 30 kV et un courant de 47 nA (Figure 3-39 (c)). La profondeur de cette excavation se situe entre 10 µm et 20 µm.

Suite à cette opération, un polissage de la surface à observer est réalisé (Figure 3-39 (d)) à l'aide du faisceau ionique en trois étapes successives et en utilisant une tension d'accélération de 30 kV et un courant de 2,5 nA, 0,79 nA et 0,43 nA, respectivement. La coupe transverse ainsi dégagée est ensuite imagée à l'aide du faisceau électronique.

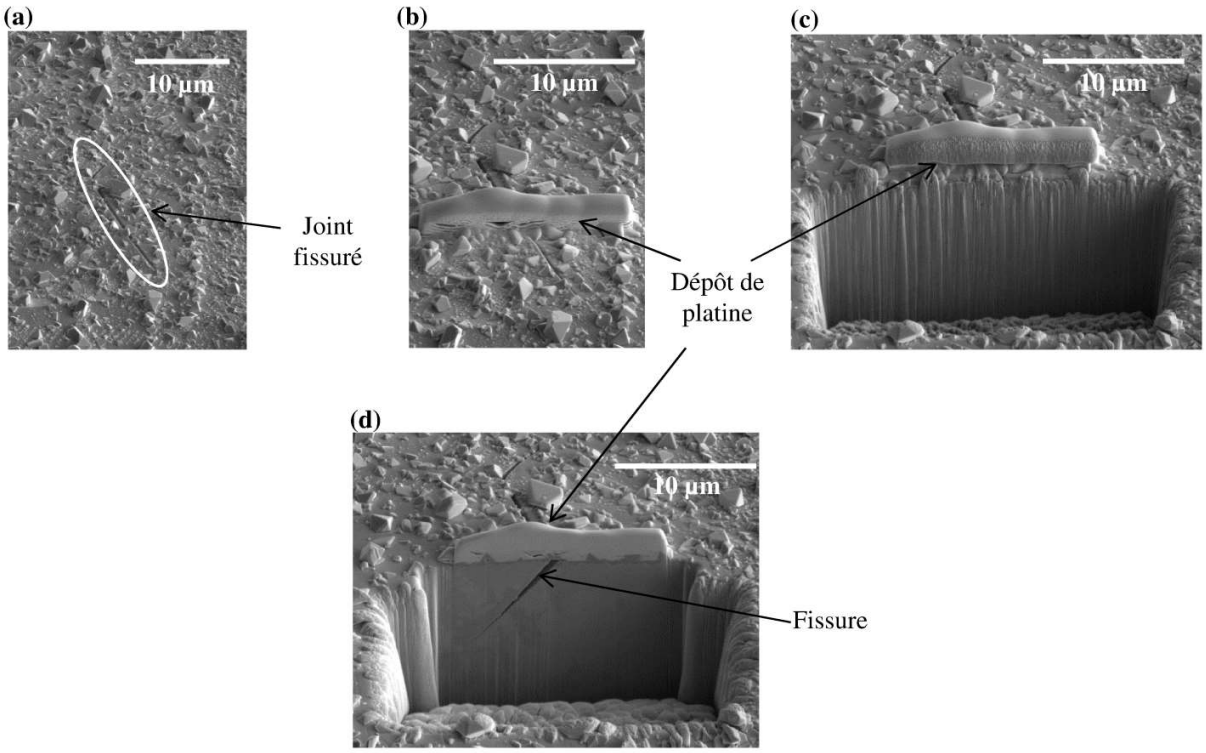

Figure 3-39: Illustration des étapes conduisant à l'observation d'un joint de grains en coupe transverse au MEB-FIB.

3.6.2 Résultats et profondeur d'oxydation

Suite à l'analyse réalisée dans la section 3.5 (Tableau 3-3 et Tableau 3-4), certains joints de grains ont été sélectionnés pour pratiquer une découpe FIB.

- 8 joints de grains fissurés (C17, C22, C11, C12, C3, C24, C16 et C4 du Tableau 3-3)
- 9 joints de grains non fissurés (G19, G20, G3, G22, G24 et G13, du Tableau 3-4 ainsi que G30, P1 et P2 de la Figure 3-40).

Le joint G30 correspond à une paroi de macle ; les deux joints P1 et P2 sont des joints parallèles à l'axe de traction. Ces deux joints ne sont pas dans le Tableau 3-4, qui ne présente que les joints généraux ayant une inclinaison supérieure à 60°.

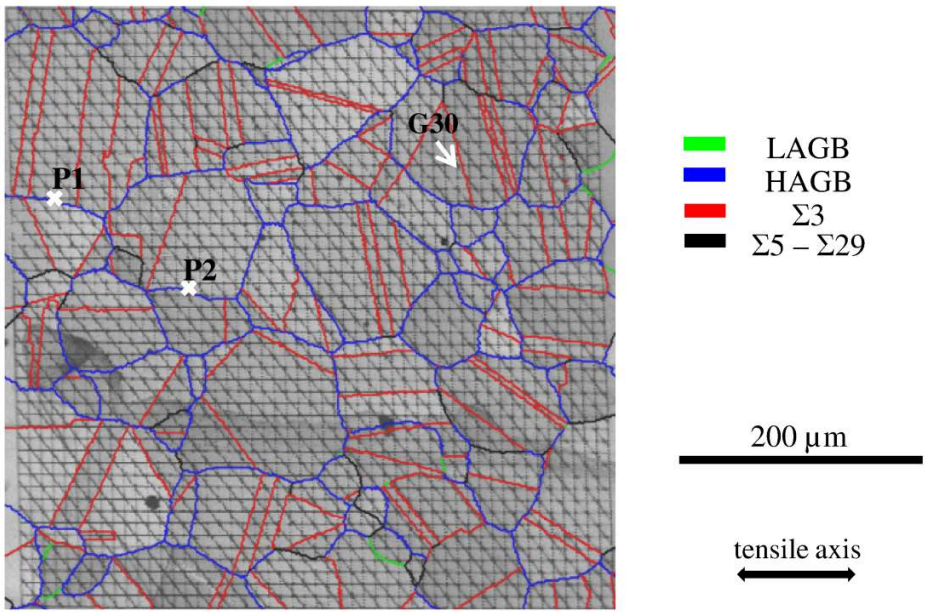

Figure 3-40: Position des joints non fissurés P1, P2 et G30.

La Figure 3-41 présente la surface de la microgrille de référence après la découpe FIB. Les joints C17 et G19, et les G20 et C22 étant proches, une seule découpe FIB est effectuée pour chacun de ces couples de joints.

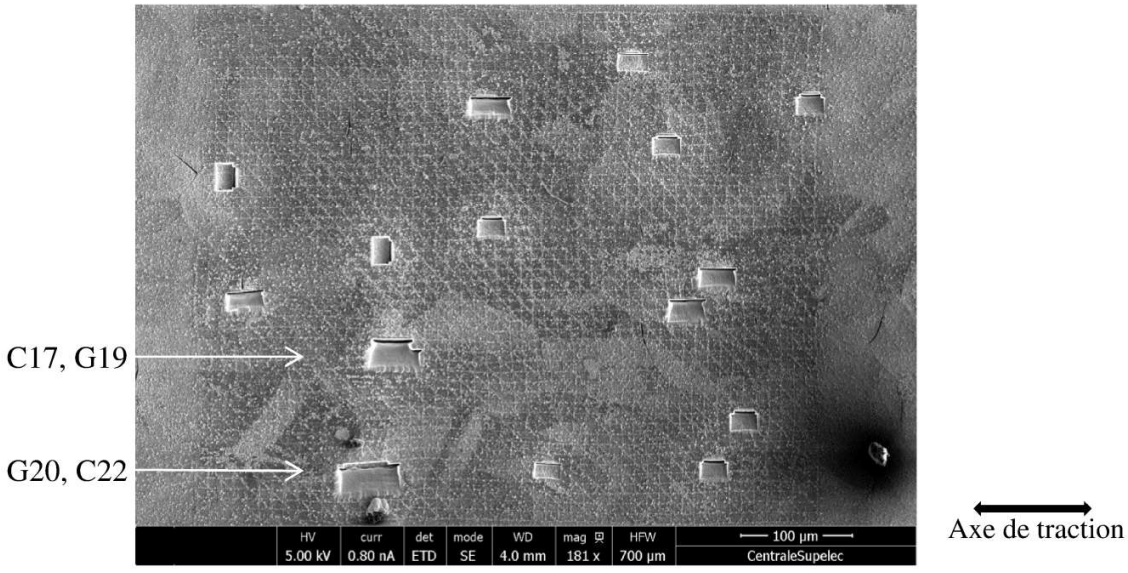

Figure 3-41: Observation au MEB de la microgrille de référence après les découpes FIB.

Deux exemples de joints fissurés observés suite à la découpe FIB sont visibles sur la Figure 3-42. Il est également possible d'y voir la couche d'oxyde à la surface de l'éprouvette. Nous constatons que, contrairement à notre hypothèse simplificatrice, les joints ne sont pas perpendiculaires à la surface, mais présentent un angle β avec la surface. La contrainte normale au joint de grains T_{nn}

doit donc être également corrigée en utilisant le paramètre β. La profondeur de la fissure est définie comme étant la longueur de joint fissuré ; l'ouverture de la fissure est définie comme étant sa largeur au voisinage de la surface, mesurée perpendiculairement au plan du joint. Les directions x, y et z de la Figure 3-43 sont respectivement les directions 1, 2 et 3 de la Figure 3-29.

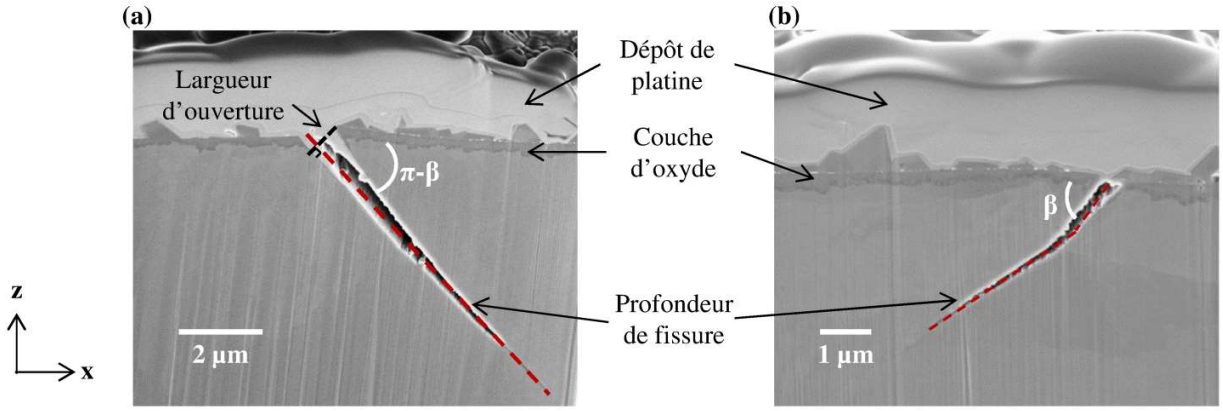

Figure 3-42: Exemple d'observations par MEB FIB des joints de grains fissurés : (a) C22 et (b) C17.

Pour les joints non fissurés, la longueur de pénétration de l'oxyde a été mesurée si de l'oxyde est présent (Figure 3-43(a)).

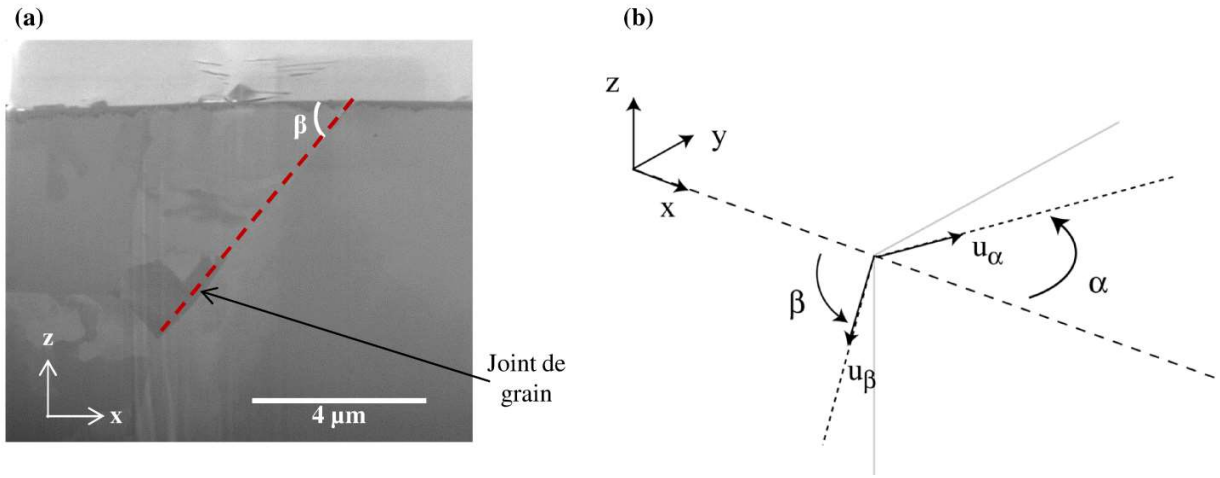

Figure 3-43: (a) Exemple d'observations par MEB FIB pour un joint de grains non fissurés (G24). (b) Schéma définissant les angles α et β pour un joint de grain dont les traces en surface (plan (x,y)) et en coupe (plan (x,z)) sont représentées en pointillés.

L'effet de l'inclinaison β sur la valeur de T_{nn} (Tableau 3-3 et Tableau 3-4 pour β=π/2) est pris en compte avec les équations de (3-5) à (3-10).

Les vecteurs $\boldsymbol{u}_\alpha$ et $\boldsymbol{u}_\beta$ sont les vecteurs unitaires selon les traces du joint de grain en surface et en profondeur, respectivement (Figure 3-43(b)) :

$$\boldsymbol{u}_\alpha = \cos\alpha\,\boldsymbol{x} + \sin\alpha\,\boldsymbol{y} \tag{3-5}$$

et

$$\boldsymbol{u}_\beta = -\cos\beta\,\boldsymbol{x} - \sin\beta\,\boldsymbol{z} \tag{3-6}$$

Les vecteurs $\boldsymbol{x}$, $\boldsymbol{y}$ et $\boldsymbol{z}$ sont des vecteurs unitaires pour indiquer les directions sur la Figure 3-43 (b).

Le vecteur normal unitaire au plan du joint de grains $\boldsymbol{n}_\beta$ est donné par :

$$\widehat{\boldsymbol{n}}_\beta = \frac{\boldsymbol{n}_\beta}{\|\boldsymbol{n}_\beta\|} = \frac{\boldsymbol{u}_\alpha \wedge \boldsymbol{u}_\beta}{\|\boldsymbol{n}_\beta\|} = \\ = \frac{-\sin\alpha\sin\beta\,\boldsymbol{x} + \cos\alpha\sin\beta\,\boldsymbol{y} + \sin\alpha\cos\beta\,\boldsymbol{z}}{\|\boldsymbol{n}_\beta\|} \tag{3-7}$$

avec la norme de $\boldsymbol{n}_\beta$

$$\|\boldsymbol{n}_\beta\| = \sqrt{\sin^2\beta + \sin^2\alpha\cos^2\beta} \tag{3-8}$$

La contrainte normale corrigée qui prend en compte l'angle α et β est

$$T_{n_\beta n_\beta} = \boldsymbol{T}_{\boldsymbol{n_\beta}} \cdot \widehat{\boldsymbol{n}}_{\boldsymbol{\beta}} = (\boldsymbol{\sigma} \cdot \widehat{\boldsymbol{n}}_{\boldsymbol{\beta}}) \cdot \widehat{\boldsymbol{n}}_{\boldsymbol{\beta}} \\ = \frac{T_{nn}sin^2\beta + \boldsymbol{T_n} \cdot \boldsymbol{z}sin2\beta sin\alpha + \sigma_{zz}cos^2\beta sin^2\alpha}{\sin^2\beta + \sin^2\alpha\cos^2\beta} \tag{3-9}$$

$\boldsymbol{T_n}$ et T_{nn} sont respectivement le vecteur contrainte et la contrainte normale pour des joints considérés perpendiculaires à la surface (β = π/2), de normale $\boldsymbol{n}$ ($\boldsymbol{n} = -\sin\alpha\,\boldsymbol{x} + \cos\alpha\,\boldsymbol{y}$). Les valeurs de T_{nn} sont données dans le Tableau 3-3 et le Tableau 3-4.

$$\boldsymbol{T_n} = \boldsymbol{\sigma} \cdot \boldsymbol{n} = \begin{pmatrix} \sigma_{xx} & \sigma_{xy} & \sigma_{xz} \\ \sigma_{yx} & \sigma_{yy} & \sigma_{yz} \\ \sigma_{zx} & \sigma_{zy} & \sigma_{zz} \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} -\sin\alpha \\ \cos\alpha \\ 0 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} -\sin\alpha\,\sigma_{xx} + cos\alpha\sigma_{xy} \\ -\sin\alpha\,\sigma_{yx} + \cos\alpha\,\sigma_{yy} \\ -\sin\alpha\,\sigma_{zx} + \cos\alpha\,\sigma_{zy} \end{pmatrix} \tag{3-10}$$

Les directions x et z sont indiquées sur la Figure 3-43. Les résultats corrigés sont donnés dans le Tableau 3-5. Les deux joints placés sur une même ligne présentent des configurations similaires : contrainte normale (avant correction) proche et inclinaison par rapport à l'axe de traction similaire. Pour quelques fissures, c'est possible qu'il y ait deux joints par fissures (voir Figure 3-42 (b)). Dans ce cas-là, un angle de β est mesuré pour chaque portion de fissure, et le Tnn correspondant calculé, de plus est indiquée une contrainte normale « moyenne » calculée au prorata des longueurs de fissure dans chacun des grains.

N° JdG	Fissures				Non fissures		
	T_{nn}, α (inclinaison par rapport à l'axe de traction)	Angles β et profondeur de la fissure	Largeur d'ouverture	T_{nn} corrigée	T_{nn}, α	Angles β et profondeur de la pénétration d'oxyde	T_{nn} corrigée
C17, G19	C17: 714 MPa, 85°	49° 2,01µm et 33° 4,18µm	440 nm	532 MPa (624MPa & 488 MPa)	G19: 699 MPa, 85°	140°, 1710 nm	244 MPa
C22, G20	C22: 621 MPa, 87°	132° 11,65 µm	1207 nm	431 MPa	G20: 591 MPa, 81°	45°, 1345 nm	354 MPa
C11 / G3	C11: 565 MPa, 76°	106° 11,28µm	1025 nm	561 MPa	G3: 532 MPa, 76°	95° 410 nm	514 MPa
C12 / G22	C12: 570 MPa, 72°	60° 11,39 µm	1452 nm	362 MPa	G22: 513 MPa, 75°	oxydation uniforme, ~ 200 nm – 454 nm	
C3 / G24	C3: 456 MPa, 72°	103° 9,42 µm	1056 nm	494 MPa	G24: 475MPa, 76°	52° 996 nm	270 MPa
G13 / C24	C24: 781 MPa, 82°	119° 4,54 µm et 83° 8,17µm	984 nm	709 MPa (592 MPa & 774 MPa)	G13: 760 MPa, 76°	74°, 766 nm	809 MPa
G30 (Σ3)					G30: 947 MPa, 75°	oxydation uniforme, ~ 155nm – 321 nm	
P1 / P2					P1: 581 MPa P2: 560 MPa	P1: 57° 1050 nm, P2: oxydation uniforme, 133 nm -433 nm	P1: 344 MPa
C16	C16: 644 MPa, 82°	92° 12,47µm et 156° 4,29µm	3368 nm	532 MPa (640 MPa & 217 MPa)			
C4	C4: 710 MPa, 80°	45° 10,21 µm	656 nm	288 MPa			

Tableau 3-5: Profondeur de fissures et d'oxydation intergranulaire des différents joints de grains caractérisés au FIB.

Il est à noter que les valeurs de Tnn corrigées peuvent être très différentes de celles calculées initialement, montrant l'importance de tenir compte de la morphologie tridimensionnelle des grains. Cependant, les valeurs de Tnn sur les joints fissurés restent, en moyenne, supérieures à la contrainte macroscopique. Bien que légèrement moins élevée, la valeur moyenne de Tnn des joints observés non fissurés l'est aussi, ce qui montre que la contrainte normale sur le joint de grain ne peut, à elle seule, discriminer les joints fissurés ou non.

La profondeur des fissures et la profondeur d'oxydation intergranulaire sont tracées en fonction de la contrainte normale au joint de grains corrigée sur les Figure 3-44(a) et (b), respectivement. Il faut souligner que la contrainte représente le chargement dans la Figure 3-44(a) qu'il y aurait eu s'il n'y avait pas eu de fissure.

La plupart des profondeurs de fissure se situe entre 9,4 µm et 12,7 µm. Deux points (pour des profondeurs de 16,8 µm pour la fissure C16 et 6,2 µm pour la fissure C17) sont hors de cet intervalle. Ces résultats sur les profondeurs des fissures sont cohérents avec les résultats de Maisonneuve [72] obtenus sur la même éprouvette mais sur une surface plus grande. La profondeur moyenne qu'il détermine est de 9,6 µm±5,5µm avec une profondeur maximale de 25 µm. La taille moyenne de grains de l'austénite après le traitement thermique étant d'environ 36 µm, des profondeurs comprises entre 9,4 µm et 12,7 µm correspondent à 26% et 35% de la taille du grain.

Il y a trois fissures dans le Tableau 3-5 (fissures C17, C24 et C16) qui ont deux joints fissurés dans le volume. Une contrainte normale moyenne est calculée pour chaque fissure à la surface prenant en compte la profondeur dans le volume. Ces trois fissures sont indiquées par les carrés rouges sur la Figure 3-44(a).

D'après les résultats présentés dans la partie 3.5 et en considérant en première approximation la valeur non corrigée de la contrainte normale, 26 des 29 fissures et 22 joints non fissurés présentent la configuration suivante : joints de grains généraux fortement désorientés, de trace perpendiculaire à l'axe de traction (α>60°) et ayant subi une contrainte normale maximale supérieure à la contrainte macroscopique (410 MPa). Donc, 54% des joints (26 fissures) qui présentent cette configuration fissurent et 46% (22 joints non fissurés) ne fissurent pas.

Considérons maintenant trois coupes aléatoires faites sur la surface de l'éprouvette et mesurons la longueur de joint de grains à partir de chacune de ces coupes et jusqu'au premier point triple. La longueur moyenne ainsi mesurée est de 26,6±20,3 µm. Cette longueur peut être assimilée à la longueur moyenne des joints de grains émergeant en surface d'un échantillon. Nous pouvons noter que cette longueur moyenne est supérieure à toutes les profondeurs des fissures (Figure 3-44(a)) mesurées après l'essai de CSC. De plus, la distribution statistique de la longueur des joints émergeant en surface est présentée sur la Figure 3-45. Cette figure montre que 54% de joints ont une longueur inférieure à 22,7 µm. Cette valeur est cohérente avec la profondeur maximale de 25 µm déterminée par M. Maisonneuve [72]. Autrement dit, d'un point de vue

statistique, on peut s'attendre à ce que les joints fissurés aient une longueur (en coupe, à partir de la surface) dans le volume plus faible que les joints non fissurés, et que les joints les plus « courts » suffisamment chargés seraient plus facilement sujets à la fissuration à partir de la surface. Ceci est perceptible par exemple sur la fissure amorcée en surface de la Figure 3-42(b). On pourrait alors penser qu'un effet de ratio d'oxydation sur un joint sur l'amorçage de fissure de CSC pourrait être observé (plus faible est la longueur dans le volume d'un joint, plus élevé est le ratio d'oxydation sur ce joint, plus ce joint va être cassé facilement). Mais le tracé de la profondeur d'oxydation mesurée en fonction de la contrainte normale calculée (Figure 3-44 (b)) ne confirme pas cette hypothèse : même si une statistique plus importante serait nécessaire pour conclure, il semble que la contrainte normale soit insuffisante pour prévoir l'amorçage de la fissuration induite par l'oxydation. Une analyse plus fine des paramètres mécaniques pertinents doit donc être envisagée, ce qui dépasse le cadre de ce travail

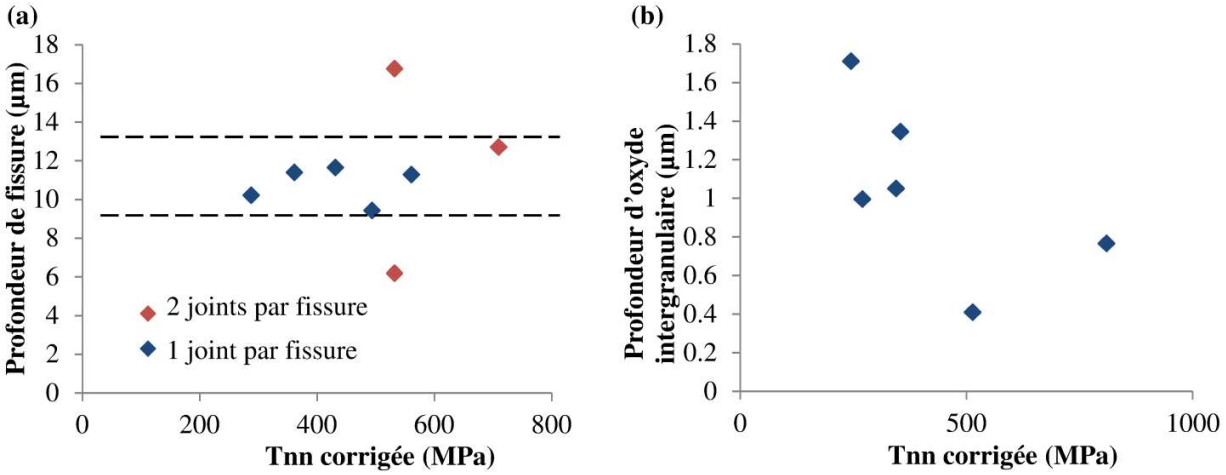

Figure 3-44: Longueur de fissure et (b) profondeur d'oxyde intergranulaire en fonction de la contrainte normale corrigée T_{nn} au joint de grains.

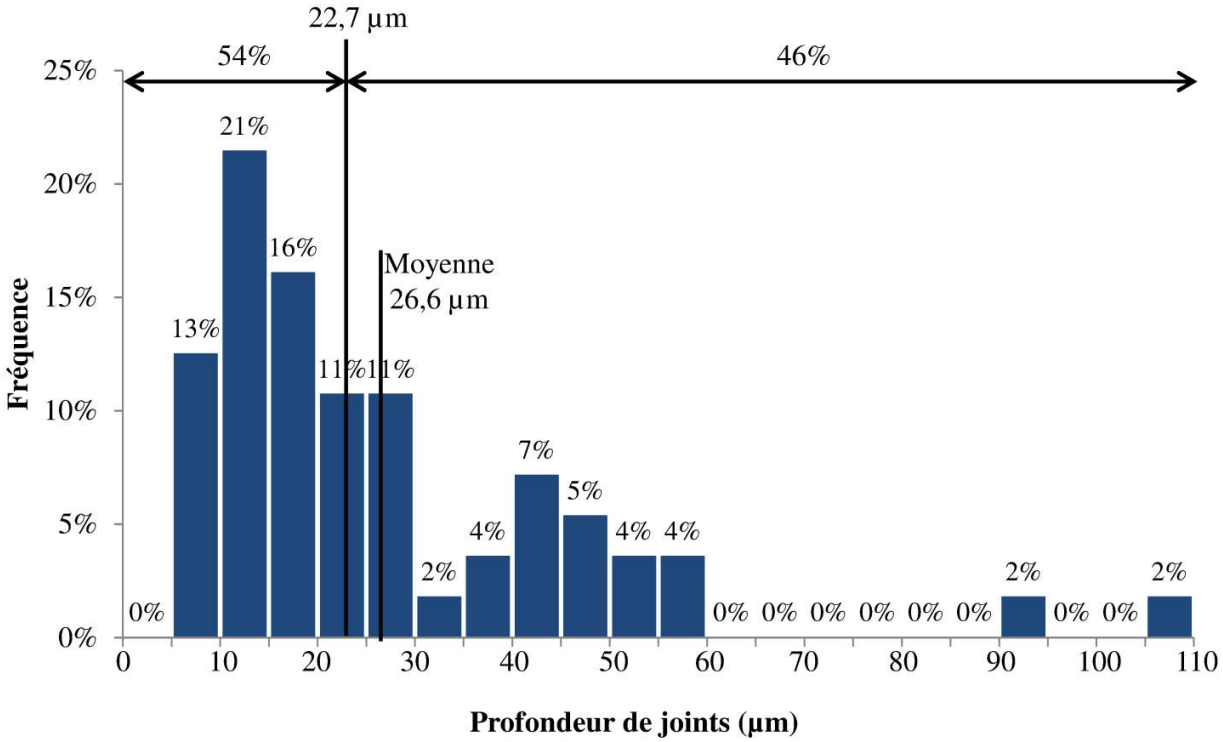

Figure 3-45: Distribution statistique de la longueur « dans le volume » des joints de grains émergeant en surface.

3.7 Conclusion

Une approche consistant à coupler des expériences et des simulations numériques par éléments finis a été développée afin d'étudier l'influence de la combinaison de la microstructure et des champs mécaniques sur l'amorçage de fissures par CSC dans un acier inoxydable 316L pré-écroui.

Après un essai de CSC en milieu primaire simulé à 340°C, des fissures intergranulaires de CSC ont été observées. Elles sont principalement (90%) situées au niveau de joints de grains généraux fortement désorientés, et de trace en surface globalement perpendiculaire (α>60°) à l'axe de traction. Les contraintes normales calculées par élément finis sur tous les joints fissurés sont supérieures à la contrainte appliquée expérimentalement (410 MPa). La profondeur de fissure mesurée par FIB sur quelques cas représentatifs est principalement située entre 9,4 µm et 12,7 µm, qui est cohérent avec des résultats de Maisonneuve [72] sur une surface plus grande après les mêmes essais.

Cependant, il existe des joints de grains non fissurés qui présentent les mêmes configurations que les joints fissurés: joints de grains généraux fortement désorientés, de trace en surface perpendiculaire à l'axe de traction et supportant une contrainte normale supérieure à la contrainte appliquée expérimentalement (410 MPa), ce qui suggère que la combinaison entre microstructure et contrainte normale n'est pas suffisante pour prédire l'amorçage de la CSC. Il semble, d'après

les analyses FIB effectuées, que pour les joints qui présentent ces configurations, les joints fissurés ont une longueur dans le volume plus faible que les joints non fissurés.

Des retours d'expérience montrent que l'oxydation intergranulaire aussi joue un rôle important sur l'amorçage de fissure. La profondeur de pénétration d'oxyde pour ces joints de grains non fissurés a été mesurée : la corrélation avec les simulations numériques montre qu'il existe une tendance décroissante entre la profondeur de la pénétration de l'oxydation et la contrainte normale aux joints de grains. Cela suggère l'existence d'un couplage entre oxydation et contrainte normale.

Ce chapitre montre que l'effet mécanique local joue un rôle important sur l'amorçage de fissure CSC. Les résultats de Wehbi [56] et de Couvant et *al.* [55] ont pu mettre en évidence une contrainte critique à partir de laquelle la fissuration de CSC devient possible.

Concernant l'effet de paramètres mécaniques, un changement de trajet de chargement entre la pré-déformation et l'essai de CSC aussi joue un rôle sur la sensibilité à la fissuration par CSC. Ainsi, Couvant et *al.* [4] ont montré que l'amorçage de fissure est favorisé par des chemins de déformation sévères. Le chapitre suivant va présenter des essais de CSC sur une éprouvette de géométrie cruciforme, qui permet d'appliquer un trajet de chargement complexe.

Chapitre 4 :
Essai de CSC sur l'éprouvette en croix

4 Essai de CSC sur l'éprouvette en croix

Comme présenté dans le chapitre bibliographique, la sensibilité à l'amorçage de fissures de CSC augmente lors d'un trajet de chargement complexe vis-à-vis d'un chargement « monotone » [4]. Pour étudier cet effet de trajet de chargement, une géométrie d'éprouvette particulière, dite en croix, est utilisée. Le trajet de chargement appliqué peut ainsi être facilement modifié, avec un essai de CSC dont la direction principale de chargement peut être orientée à 90° du chargement de la pré-déformation [11].

La première partie de ce chapitre présentera l'éprouvette et la démarche de l'essai.

La deuxième partie sera consacrée à l'étude des hétérogénéités de champs générées lors de l'essai de pré-déformation et celui de CSC. Ce dernier est effectué dans le milieu primaire et la distribution des fissures qui sont générées s'avère être différent des résultats issus de la littérature [4,11]. C'est pourquoi un essai mécanique ex-situ réalisé sur le même dispositif expérimental sera introduit et discuté. Les résultats expérimentaux issus des différents essais seront confrontés à des résultats numériques, basés sur une loi de comportement élasto-plastique isotrope standard.

Dans la troisième partie, l'ensemble des résultats expérimentaux et numériques sera présenté, ceci afin de discuter de la pertinence d'une telle géométrie d'éprouvette vis-à-vis des différents trajets de chargement envisagés et de leurs effets sur le comportement en CSC. Une fois le modèle validé, notamment vis-à-vis des conditions aux limites à imposer, l'étude des champs locaux (à l'échelle du joint de grains) pourra être menée. Celle-ci nécessitera le recours à de la corrélation entre les champs de déformation et le réseau de fissuration de CSC étudié.

4.1 Contexte et objectif

Comme évoqué dans le chapitre bibliographique, le retour d'expérience montre l'existence de fissures intergranulaires de corrosion sous contrainte sur ces matériaux lorsqu'ils sont écrouis (entre 11% et 40%) [3,4]. Dans ces travaux, le pré-écrouissage est effectué par laminage ou par traction. L'angle entre le pré-écrouissage et l'essai de CSC est de 0°, 45° 90° ou 135°.

Pour réaliser un trajet de chargement complexe, une éprouvette standard n'est pas suffisante pour étudier l'essai de CSC. C'est pourquoi, une géométrie « en croix » de l'éprouvette (Figure 4-1) est utilisée afin d'imposer un trajet de chargement complexe sur la zone centrale de l'EPC. Cette zone centrale est donc soumise à des chargements séquencés. Cependant, du fait de la géométrie utilisée, le chargement mécanique subi par l'éprouvette et la zone centrale risque de ne pas être homogène. L'effet de la localisation des contraintes et des déformations sera donc étudié.

4.2 Méthodes

Dans un premier temps, la géométrie de l'éprouvette est présentée dans le paragraphe 4.2.1. Pour étudier les champs expérimentaux relatifs à la microstructure et à la déformation dans la zone

centrale, des microgrilles sont déposées sur la face plane de l'éprouvette. Les données associées à ces champs seront présentées dans le paragraphe 4.2.2.

Du fait de la géométrie, un risque de striction pendant l'essai de CSC est prévisible dû à l'effet de structure mais aussi dû à l'effet d'écrouissage associé au pré-chargement. Ce risque sera étudié à l'aide d'un modèle numérique, ce qui permettra de proposer une modification de la géométrie des échantillons à la fin du pré-chargement afin de pallier ce problème.

Une fois le protocole expérimental défini, un essai de CSC avec changement de trajet de chargement sera réalisé sur une éprouvette pré-déformée dans les mêmes conditions que dans la section 2.1, à savoir en milieu primaire simulé à 340°C. A noter toutefois que, dans ce cas, suite à des aléas expérimentaux, l'éprouvette a passé un total de 1500 h dans le milieu primaire sans être chargé mécaniquement ou en étant chargée dans le domaine élastique seulement. La durée totale d'exposition au milieu primaire de l'éprouvette est de 2770 h. Les résultats de l'essai de CSC feront l'objet de la partie 4.2.5 et seront discutés au regard des résultats de la littérature.

Pour interpréter la distribution des fissures observées expérimentalement, l'étude des champs de déformation s'avère nécessaire et un essai ex-situ présentant des conditions expérimentales similaires à celles de l'essai de CSC sera effectué et analysé dans la partie 4.2.6. Le recours à la simulation numérique permettra d'estimer le champ de contrainte établi dans les zones d'intérêt de l'éprouvette.

4.2.1 Géométrie de l'éprouvette

La géométrie de référence de l'éprouvette en croix (notée par la suite EPC), issue de la littérature [11], est présentée sur la Figure 4-1. Cette configuration permet de solliciter la partie centrale en appliquant un trajet de chargement complexe (biaxial séquencé dans notre cas). La partie centrale est reliée aux têtes par des « bras » plus étroits qui sont définis sur la Figure 4-1.

Afin de concentrer les contraintes et les déformations dans la zone centrale de cette éprouvette, un amincissement est pratiqué au centre de l'une de ses faces, l'autre face restant plane, ce qui permet de déployer les outils de mesure de champs (microstructuraux et cinématiques).

Cette géométrie permet d'effectuer différents trajets de chargement par tractions séquencées dans deux directions perpendiculaires. Pour l'étude présente et à partir des résultats issus de la littérature, le trajet de chargement suivant est proposé :

1. une étape de pré-déformation à l'air dans la direction 1, à température ambiante et à vitesse de déformation constante ($\dot{\varepsilon}_{11}$= 10^{-3} s^{-1}), jusqu'à une valeur prédéterminée ε_{11};

2. un essai de CSC à proprement parler, dans la direction 2 (90° de la direction de pré-déformation, voir Figure 4-1), en milieu primaire nominal à 340°C et à vitesse de déformation lente ($\dot{\varepsilon}_{22}$ = 3.10^{-8} s^{-1}) jusqu'à une valeur prédéterminée ε_{22}.

Il est prévu de travailler avec ε_{11}=11% et ε_{22}=5%.

La valeur de ε_{11} est supposée être suffisamment élevée pour permettre l'amorçage des fissures de CSC, mais suffisamment faible pour être représentative du pré-écrouissage attendu en conditions réelles par le matériau. La valeur de ε_{22} est suffisamment élevée pour observer les premiers stades de fissuration par CSC.

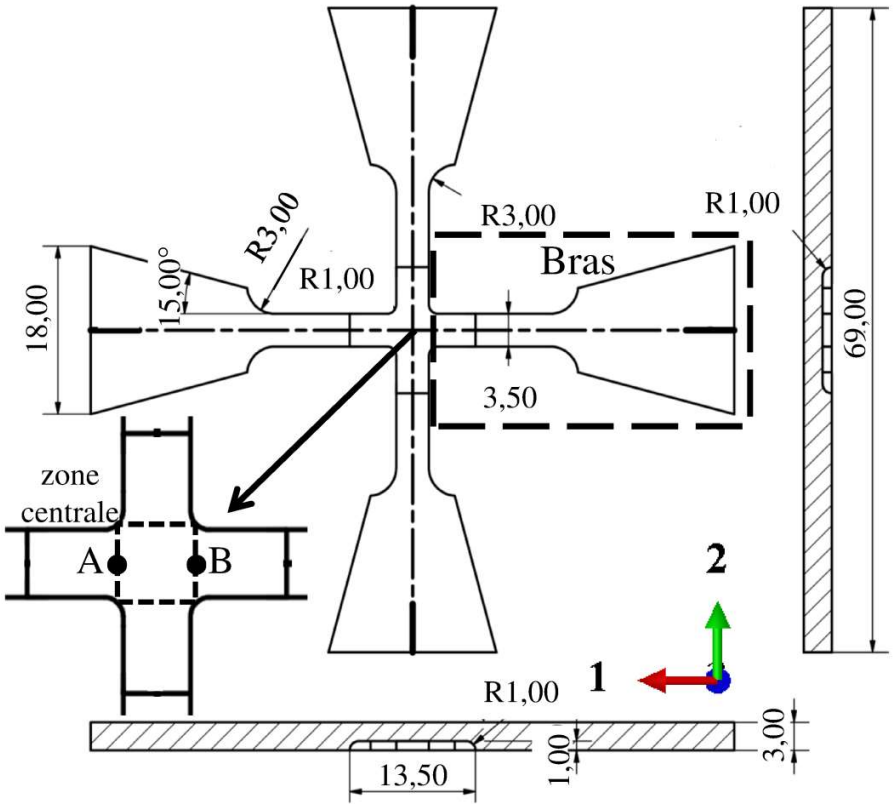

Figure 4-1: Plan de l'EPC en mm.

4.2.2 Microstructure et microgrilles avant essai de CSC

Les champs microstructuraux sont obtenus par analyse EBSD, et les champs de déformation locaux par corrélation d'images numériques au MEB (à l'aide d'un marquage initial de microgrilles), comme pour l'éprouvette de traction simple. Le réseau de fissuration sera observé au MEB après essai de CSC.

Une zone d'intérêt (ZI) est définie dans la zone centrale (zone siège du trajet de chargement complexe) pour étudier ces champs. La ZI est située sur la face plane de l'éprouvette (Figure 4-2(a)) ; cinq microgrilles d'Au-Pd (de même motif que dans la section 2.2.2) y sont déposées par lithographie électronique, selon le motif indiqué sur la Figure 4-2(b). Les axes de la zone cartographiée par EBSD sont tournés de l'ordre de 45° vis-à-vis des axes de l'éprouvette. Il s'agit d'une conséquence du compromis à faire entre géométrie de l'éprouvette et encombrement dans

la chambre du microscope. Une rotation des orientations cristallographiques sera donc réalisée a postériori afin de transférer les données dans le même référentiel, à savoir les axes de l'échantillon.

La surface où la cartographie EBSD est effectuée est plus grande que la surface recouverte par les microgrilles, ce qui permet de placer les microgrilles sur un champ microstructural cartographié et donc de pouvoir corréler les résultats microstructuraux aux champs cinématiques correspondant, lors des différentes étapes de l'essai, et au réseau de fissures.

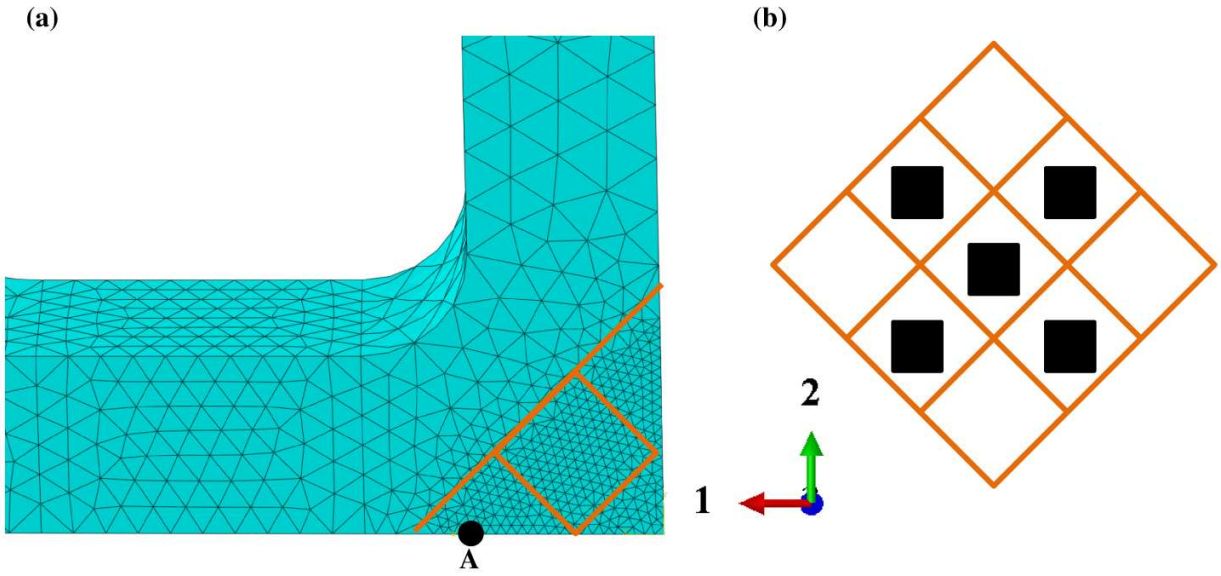

Figure 4-2: (a) Position de la zone d'intérêt sur un quart d'éprouvette en croix. (b) Zoom sur la zone d'intérêt (ZI) avec microgrilles (5 carrés noirs de 480 µm de côté) et la cartographie EBSD (9 carrés orange de 1 mm de côté).

Une superposition de la cartographie EBSD et d'une microgrille avant la pré-déformation est présentée sur la Figure 4-3(a). Après la pré-déformation selon l'axe 1, le champ de déformation de la composante ε_{11} et la cartographie des joints de grains obtenus par EBSD peuvent être superposés comme présenté sur la Figure 4-3(b).

La déformation moyenne sur la zone considérée est de l'ordre de 11%, ce qui correspond à la valeur macroscopique imposée et ce qui valide l'hypothèse de surface représentative à l'échelle de la microgrille. On observe toutefois que ce champ n'est pas homogène, avec des zones apparaissant peu déformées (5%) tandis que d'autres le sont beaucoup plus (jusqu'à 25%). Ces hétérogénéités de comportement sont susceptibles d'affecter la fissuration ultérieure par CSC.

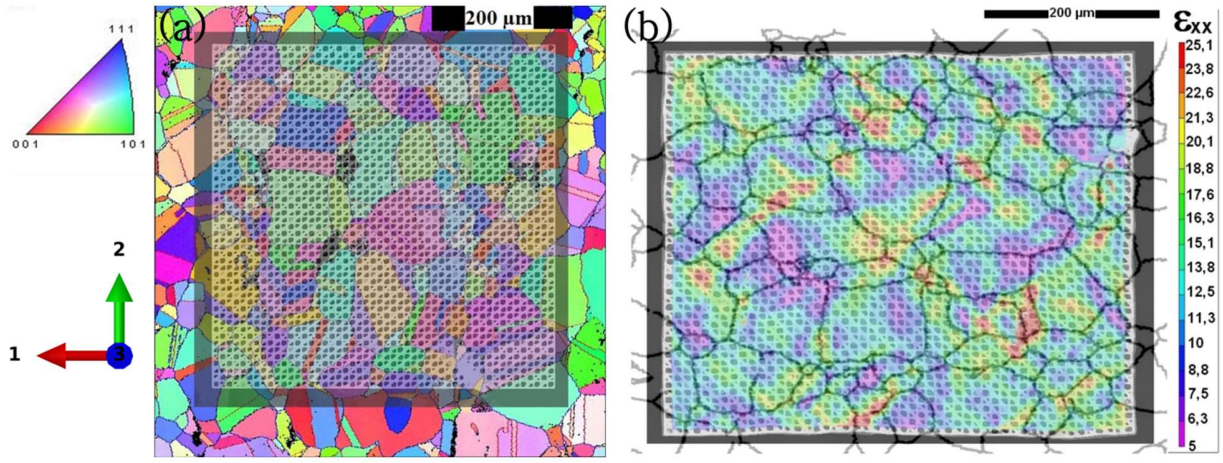

Figure 4-3: Superposition pour la microgrille au centre de la ZI (a) de la cartographie EBSD et d'une microgrille avant l'étape de pré-déformation, (b) de la cartographie EBSD (seuls les joints généraux fortement désorientés sont représentés) et des champs de déformation ε_{11} en % (base de mesure environ 11 µm) après l'étape de pré-déformation.

L'essai de prédéformation s'accompagnant d'un fort écrouissage, il est important d'analyser la distribution des champs mécaniques dans l'EPC, en particulier le champ de contrainte vis-à-vis des zones non plastifiées selon l'axe 2 de l'éprouvette. En effet, il s'agit de s'assurer que la zone centrale peut être déformée de façon macroscopiquement homogène jusqu'au niveau de déformation souhaitée pour l'essai de CSC, sans risque de localisation (striction du fait du différentiel de limite d'élasticité) dans la zone utile suivant l'axe 2 de l'éprouvette EPC.

4.2.3 Essais de traction numériques pour chargement complexe

Dans ce chapitre seront évalués, à l'aide de la simulation par éléments finis, les effets d'un changement du trajet de chargement sur la distribution et l'hétérogénéité des champs de déformation et de contrainte dans l'éprouvette. En particulier, nous nous intéresserons aux effets de l'écrouissage. Ce modèle permettra aussi de tester les différents effets géométriques associés à la forme de la cuvette (rayon de courbure et profondeur de la zone) sur la distribution des champs mécaniques dans la ZI et les bras de l'éprouvette (Annexe 7.5).

Les diverses parties de cette modélisation vont être présentées dans la suite de ce travail : les lois de comportement utilisées, le maillage et les conditions aux limites. Le calcul sera effectué avec une procédure 'Abaqus standard', en ajoutant un champ de température en condition limite (« predefined field »), dont la variation temporelle est connue et qui sera considérée comme constante spatialement.

4.2.3.1 Loi de comportement

Afin d'analyser les effets de structure à l'échelle macroscopique, la simulation est faite ici avec une simple loi élastoplastique isotrope, basée sur le critère de plasticité de Von Mises et un écrouissage isotrope. Ce dernier sera décrit par une loi de Ludwig :

$$\sigma_Y = \sigma_0 + k\varepsilon_p^n \quad (4\text{-}1)$$

où σ_Y est la contrainte d'écoulement, σ_0 la limite d'élasticité, k le coefficient de résistance, ε_p la déformation plastique équivalente et n le coefficient d'écrouissage.

A partir des essais de traction réalisés pour cette étude et présentés dans le chapitre 2 (Figure 2-6), l'identification des paramètres de la loi de comportement a été réalisée par minimisation de l'écart entre les courbes résultant de la simulation et des données expérimentales. Les paramètres sont donnés dans le Tableau 4-1 tandis que la comparaison entre les courbes expérimentales et numériques est donnée sur la Figure 4-4.

	$\dot{\varepsilon}$ (s^{-1})	σ_0 (MPa)	k (MPa)	n
Température ambiante	10^{-3}	200	1179	0,65
340°C	6×10^{-6}	120	1028	0,60

Tableau 4-1: Identification des paramètres de l'équation de Ludwig.

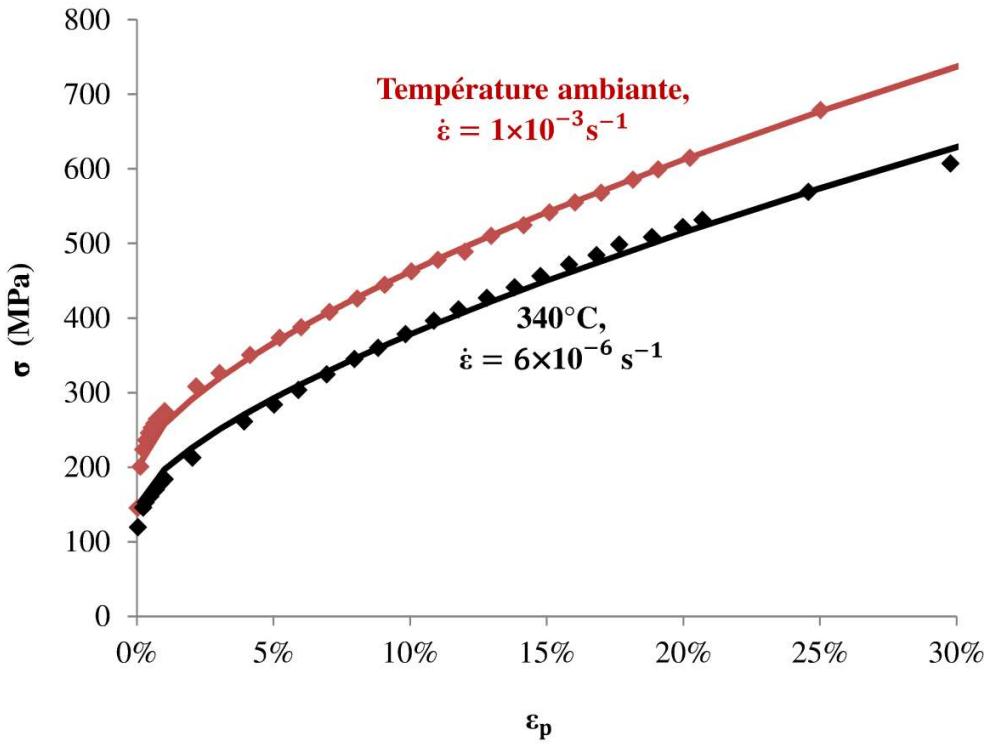

Figure 4-4: Données expérimentales (symboles) et courbes d'écrouissage identifiées (lignes continues) à température ambiante, $\dot{\varepsilon} = 1 \times 10^{-3}\ s^{-1}$, et à 340°C, $\dot{\varepsilon} = 1 \times 10^{-5}\ s^{-1}$.

Le calcul est effectué en utilisant la procédure 'static, general' d'Abaqus, le comportement étant cependant thermomécanique. Le champ de température est homogène sur l'éprouvette et connu à chaque pas de temps.

4.2.3.2 Maillage

Le maillage est réalisé à l'aide d'éléments tétraédriques (C3D10) supportant les grandes déformations, avec interpolation quadratique et intégration complète, et une taille d'éléments comprise entre 0,1 mm et 1,4 mm en fonction de leur localisation, les plus petits éléments étant placés dans la zone centrale (Figure 4-6). Au total, il y a 15920 éléments.

4.2.3.3 Conditions aux limites

Pour diminuer le temps de calcul, et du fait des symétries du système, seul un quart de l'éprouvette est simulé.

Lors de l'étape de prédéformation, un déplacement est imposé à l'extrémité de l'EPC selon l'axe 1 jusqu'à 11% de pré-déformation nominale calculée entre les 2 points représentant la position de l'extensomètre expérimental (points A et B de la Figure 4-1 et la Figure 4-6(a) ; les deux points sont distants de 3,5 mm).

Avant de simuler l'essai de CSC à 340°C, deux étapes sont effectuées ; ce sont celles réalisées expérimentalement du fait qu'il s'agisse ici d'un essai séquentiel. Il s'agit d'une étape de décharge et d'une étape de chauffage. Pendant l'étape de décharge, le déplacement imposé à l'extrémité de l'éprouvette est désactivé, ce qui revient à imposer une surface libre, simulant la décharge de la machine de traction. Une modification du champ prédéfini de température est alors effectuée, ce qui permet de modifier les lois de comportement entre les étapes de pré-déformation et de CSC. La seconde loi de Ludwig identifiée à partir des essais à 340°C sera ensuite utilisée.

Après ces deux étapes, l'essai de CSC est ensuite simulé. Un déplacement est imposé à l'extrémité de l'EPC selon l'axe 2 jusqu'à 5% de déformation moyenne (ε_{22}), déformation mesurée entre deux points de la ZI (Figure 4-7(a), distance entre les deux points : 3,86 mm)

4.2.3.4 Résultats : pré-déformation

Pendant l'essai mécanique, le déplacement imposé de la traverse est enregistré, de même que la force résultante, et la déformation nominale entre les deux points de l'extensomètre (Figure 4-6(a)).

Il a été vérifié que l'évolution pendant l'étape de pré-déformation de la force simulée en fonction du déplacement simulé à l'extrémité de l'éprouvette se superpose bien à la courbe expérimentale (Figure 4-5), ce qui permet de valider l'utilisation de la loi de Ludwig pour la modélisation du comportement en traction et à température ambiante.

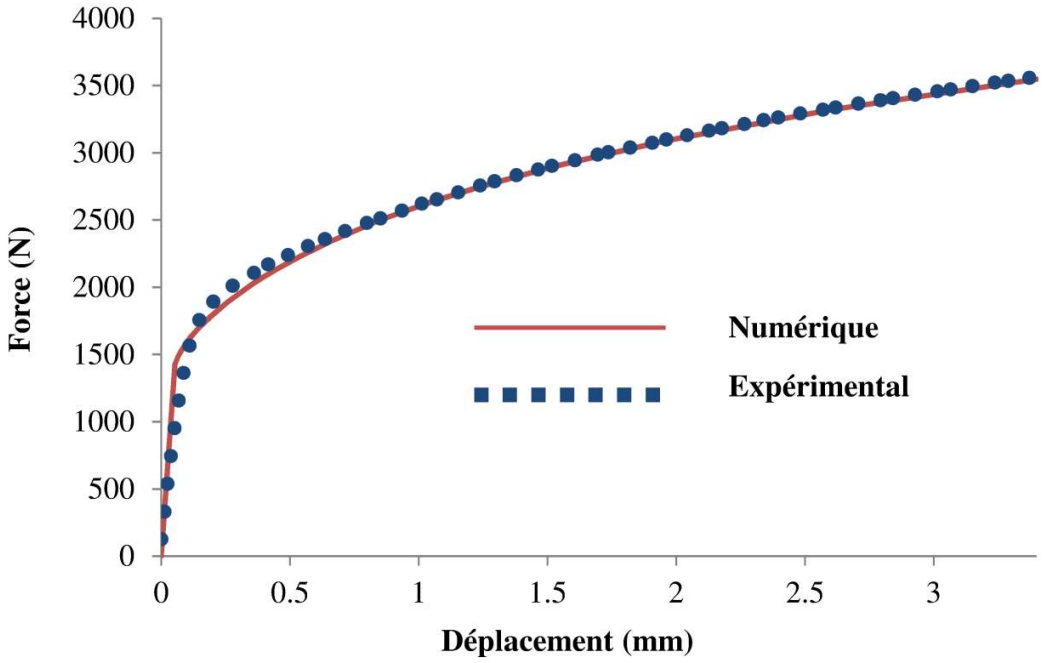

Figure 4-5: Courbes expérimentale (points) et numérique (ligne continue) de la force en fonction du déplacement pour l'étape de pré-déformation de l'éprouvette EPC.

Bien que la superposition entre les résultats numériques et expérimentaux valide le modèle numérique macroscopique, pour une déformation moyenne ε_{11} de 11% entre les deux points de l'extensomètre, il apparait dans l'EPC une certaine hétérogénéité de déformation plastique ε_{p11} et de contrainte σ_{11} à la fin de l'étape de pré-déformation (Figure 4-6).

La déformation plastique et la contrainte sont en effet plus localisées le long du bras de l'axe 1 que dans la zone centrale de l'éprouvette. Cette distribution hétérogène est la conséquence de la variation de section entre les bras et la zone centrale, ainsi que des effets de concentration de contrainte du fait de la géométrie de la cuvette. L'effet de structure se traduit de plus par un gradient de propriétés entre la ZI et les bras suivant la direction 2 pour ces mêmes composantes des champs de déformation et de contrainte. La ZI est plus sollicitée que le bras, avec des valeurs de pré-déformation quasi nulle pour le bras à partir d'une certaine distance suivant l'axe 2.

À la fin de l'étape de pré-déformation, l'EPC s'est comportée comme une structure avec un pré-écrouissage important le long du bras 1 et dans la ZI, alors que le bras 2 est peu, voire pas, pré-écroui. Cela entraîne un gradient de propriétés avec présence de contraintes résiduelles, avant le lancement de l'essai de CSC.

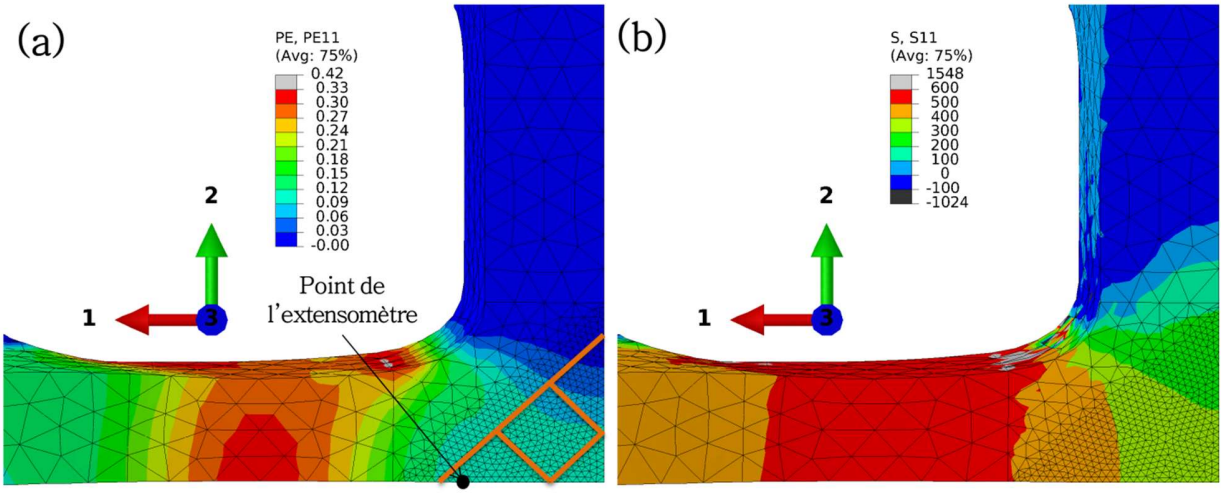

Figure 4-6: (a) (a) Champs de déformation plastique ε_{p11}, (les lignes orange indiquent le quart de la zone où sont déposées les microgrilles, cf Figure 4-1) (b) Champs de contrainte σ_{11} en MPa après pré-déformation de 11% selon la direction 1.

4.2.3.5 Résultats : CSC

La déformation plastique ε_{p22} et la contrainte σ_{22} obtenues au maximum du chargement sont présentées sur la Figure 4-7. Une striction (zone rouge dans la Figure 4-7) se produit dans la partie la plus mince du bras orienté selon l'axe 2 et ne permet pas à la ZI d'atteindre 5% de déformation en moyenne (extensomètre numérique). Cette valeur reste même négative du fait du pré-chargement et de l'effet de structure lié à la géométrie de l'éprouvette. De plus, la zone non pré-écrouie entraine une localisation de la déformation le long de l'axe 2.

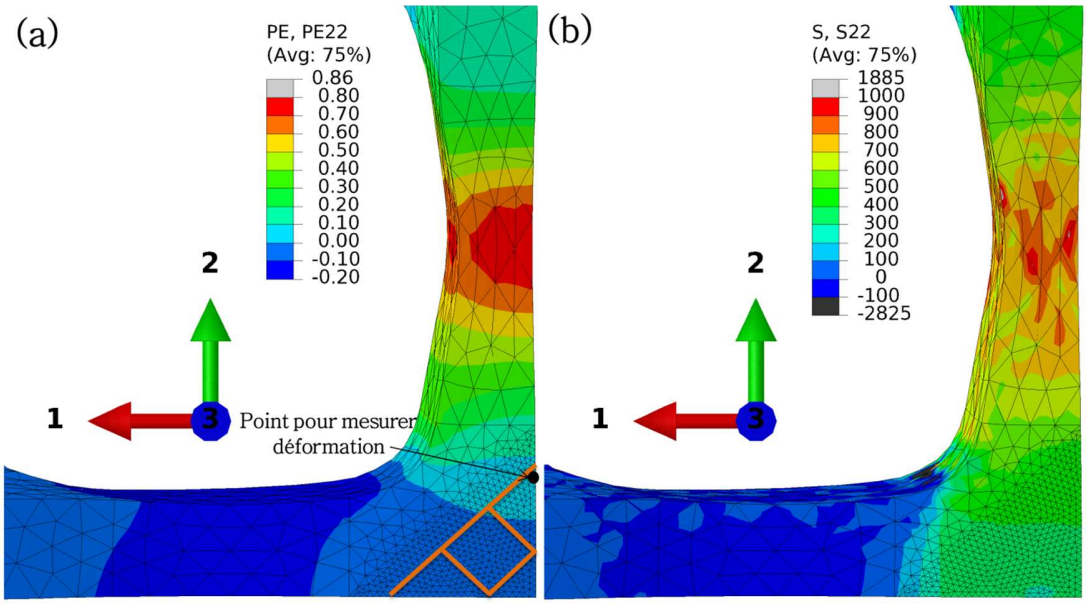

Figure 4-7: Striction du bras selon l'axe 2 pendant le chargement de l'essai de CSC avec (a) la déformation plastique ε_{p22}, (b) la contrainte σ_{22} en MPa.

4.2.3.6 Prise en compte d'une découpe des bras

Pour forcer la localisation dans la ZI, tout en simulant l'effet du préchargement, il est donc nécessaire de diminuer la section de l'éprouvette au niveau de la zone centrale. Pour cela, l'EPC va être usinée « virtuellement », en lui retirant les « bras » ayant servi pour l'étape de pré-déformation, et désormais inutiles. Le processus numérique consiste donc à :

1. Pré-déformer l'éprouvette suivant l'axe 1 à la température ambiante ;
2. Simuler la décharge de l'éprouvette ;
3. Ré-usiner virtuellement l'éprouvette en désactivant les bras de l'axe 1 : désactivation des bras ayant servi à appliquer le déplacement dans l'étape de pré-déformation (« *model change », voir [117]) ;
4. Changer la température ;
5. Réaliser l'essai de CSC suivant l'axe 2.

Dans cette procédure, il a été en particulier regardé l'influence du lieu de ré-usinage : lors de la mise en œuvre réelle de cette découpe, il faudra garantir l'exploitation des microgrilles, et ne pas les altérer.

Afin de rendre compte de l'effet d'une telle suppression sur les champs mécaniques à la fin de l'étape de CSC, différents scénarios de coupe ont été définis (Figure 4-8(a)). La distance est de 3 mm entre les positions a et b; elle est de 0,46 mm entre les positions b et c. La position d correspond à une coupe au droit du bras parallèle à l'axe 2. La coupe e représente un arc de cercle de rayon 14,6 mm qui passe par l'extrémité de la zone d'intérêt. La position f conduit à la suppression d'une partie des microgrilles et présente donc un rayon de courbure plus prononcé. Seule la microgrille centrale reste intacte dans cette configuration (Figure 4-2).

Afin de quantifier le niveau de déformation atteint dans la ZI en fonction du scénario de découpe, l'évolution de la déformation plastique moyenne $\bar{\varepsilon}_{p22}$ dans la ZI en fonction du déplacement imposé U_2 à l'extrémité de l'éprouvette a été tracée sur la Figure 4-8(b). Un plateau indique l'apparition d'une striction en dehors de la base de mesure, puisque l'augmentation du déplacement imposé ne se traduit pas par une augmentation de la déformation.

Les découpes a et b ne présentent donc pas un grand intérêt contrairement aux découpes c, d, e et f. En effet, même si la découpe c conduit à l'apparition d'une localisation en dehors de notre zone d'intérêt, le niveau de déformation atteint dans la ZI est supérieur à la valeur de déformation que l'on souhaite imposer.

On peut constater que la déformation plastique moyenne dans la zone d'intérêt peut atteindre 5% pour les 4 positions (c, d, e et f) ; la valeur du déplacement à imposer pour l'étape 2 est identifié à l'aide de la courbe de la Figure 4-8(b).

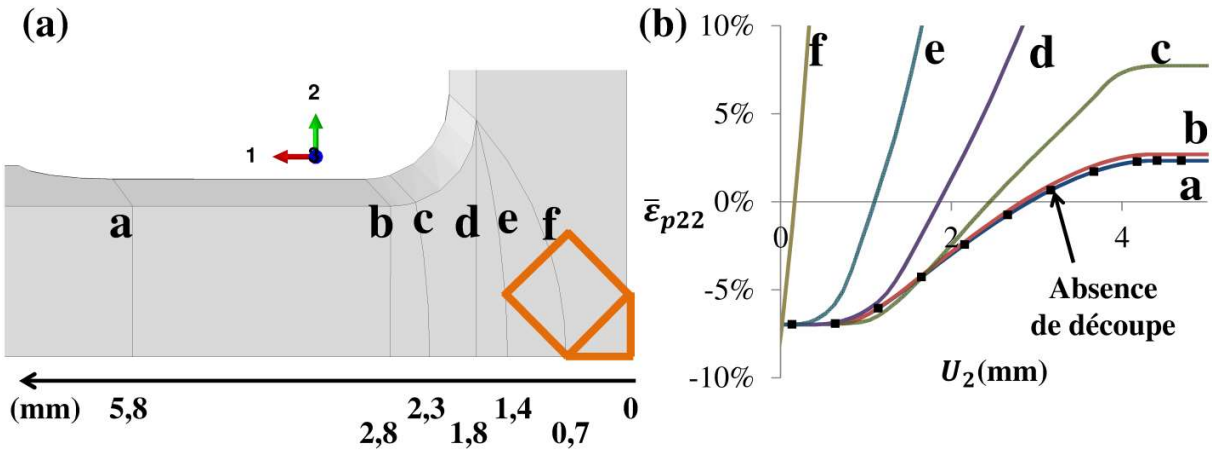

Figure 4-8: (a) Position de suppression des « bras » pré-déformés (axe 1) (les lignes oranges délimitent la zone d'intérêt), (b) Déformation plastique moyenne $\bar{\varepsilon}_{p22}$ dans la ZI en fonction du déplacement imposé à l'extrémité de l'EPC selon l'axe 2 (U_2).

Pour choisir la position finale de proposition de suppression des « bras », au-delà de la faisabilité expérimentale, l'homogénéité des composantes de contrainte (σ_{11}, σ_{12} et σ_{22}) et de déformation plastique (ε_{p11}, ε_{p12} et ε_{p22}) dans la zone d'intérêt est étudiée. Les résultats sont présentés sur la Figure 4-9, qui montre le ratio entre l'écart-type et la moyenne pour les différentes composantes de contraintes et de déformations : plus ce ratio est grand, moins le champ est homogène. Il est donc préférable d'avoir de faibles ratios. Les résultats montrent que :

1. le ratio entre l'écart-type et la moyenne pour les différentes composantes de contrainte est proche pour les 4 positions ;

2. les ratios des σ_{12} et ε_{p1} sont toujours supérieurs à ceux des autres composantes car les valeurs moyennes pour ces deux composantes sont inférieures à celles des autres composantes ;

3. les ratios des ε_{p22} et ε_{p11} pour la position f sont toujours inférieurs à ceux des trois autres positions mais cette position diminue l'aire de la zone d'intérêt et il ne reste qu'une microgrille après la découpe ;

4. le ratio de ε_{p22} pour la position c est similaire à celui pour la position d et il est supérieur à celui de la position e ;

5. le ratio de ε_{p11} pour la position c est beaucoup plus grand que pour les positions d et e, et ces ratios pour les positions d et e sont similaires.

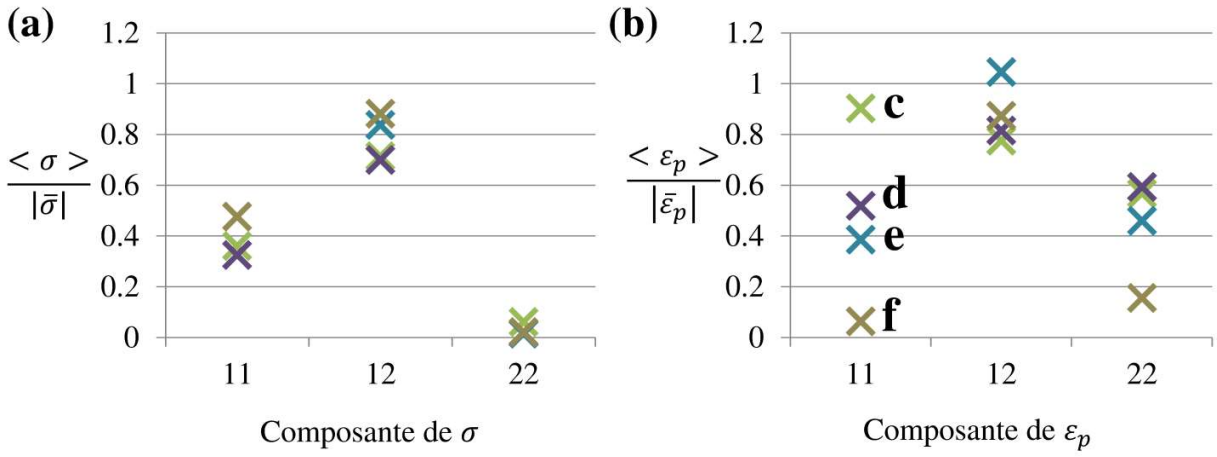

Figure 4-9: Ratio entre l'écart-type et la moyenne (indicateur d'homogénéité) des positions de suppression des « bras » pour les composants (a) σ_{11}, σ_{12} et σ_{22}, (b) ε_{p11}, ε_{p12} et ε_{p2} .

La position e a été considérée comme meilleur compromis et a été choisie pour mettre en œuvre la découpe des « bras ».

4.2.4 Mise en œuvre expérimentale

La démarche méthodologique mise au point précédemment est mise en œuvre comme résumé ci-dessous (Figure 4-10):

1. une étape de pré-déformation à l'air, à température ambiante, jusqu'à une valeur de déformation $\varepsilon_{11,pré-déf} = 11\%$ et pour une vitesse de déformation de 10^{-3} s^{-1} selon la direction 1 ;

2. une découpe des bras ayant servi à déformer l'éprouvette (selon l'axe 1) afin de localiser la déformation dans la zone centrale lors de l'étape suivante ;

3. l'essai de CSC à proprement parler en milieu primaire nominal à 340°C. Il s'agit d'un essai de traction lente (avec une vitesse de déformation inférieure à 10^{-7} s^{-1}), jusqu'à une valeur de déformation visée $\varepsilon_{22,CSC} = 5\%$ selon la direction 2. L'essai est réalisé selon la direction perpendiculaire à l'axe de pré-déformation.

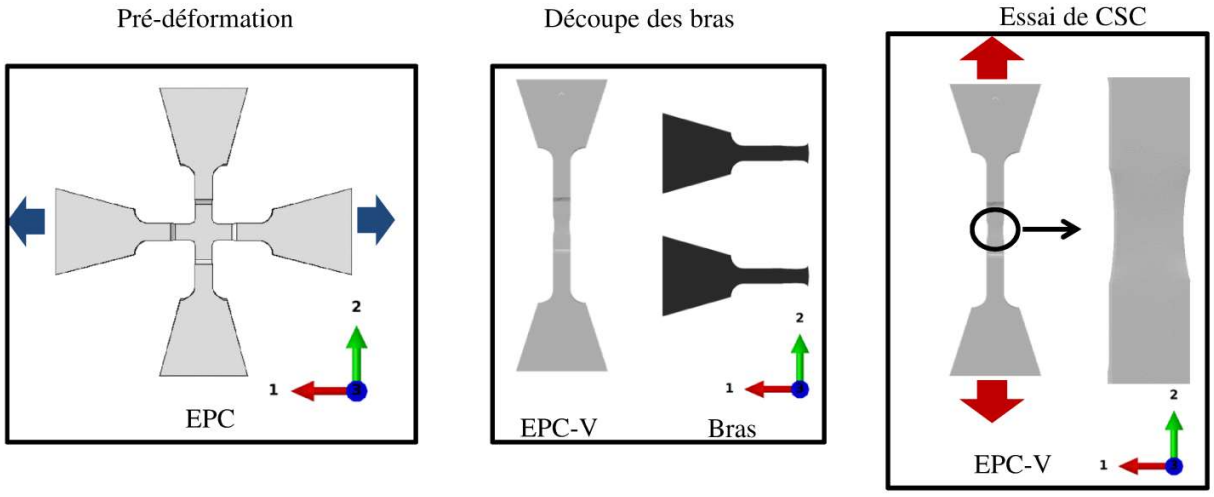

Figure 4-10: Procédure pour l'essai sur l'EPC.

Pour tenir compte de l'évolution de la géométrie de l'éprouvette EPC, celle-ci sera renommée EPC-V après la découpe. L'essai de CSC est effectué sur l'EPC-V. La géométrie de l'éprouvette EPC-V est présentée sur la Figure 4-11. Dans la zone centrale, les points C et D sont choisis afin de définir une base de mesure pour l'extensomètre sans contact lors de l'essai qui sera réalisé ex-situ (Figure 4-7).

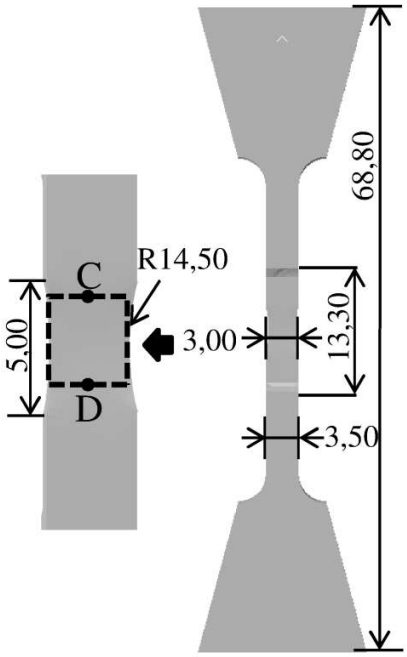

Figure 4-11: Plan de l'éprouvette EPC-V en mm.

4.2.5 Résultat expérimental de l'essai de CSC

La Figure 4-12 montre une partie de la surface plane de l'EPC-V après l'essai de CSC. Les zones indiquées par une flèche verte montrent la partie amincie de l'éprouvette dans l'épaisseur et la zone noire la zone centrale, où s'est concentrée le pré-écrouissage à température ambiante. La mesure de la densité de fissures a été effectuée en collaboration avec M. Maisonneuve [72], dans le cadre de sa thèse. La densité surfacique de fissures dans la zone centrale est d'environ 3 mm^{-2} (sur une surface dépouillée de 2,24 mm^2) ; dans la zone mince des bras, elle est d'environ 225 mm^{-2} (sur une surface dépouillée de 1,3 mm^2). Les fissures sont majoritairement perpendiculaires à la direction de chargement lors de l'essai de CSC (voir[72] et [118] pour plus de détail).

Ce résultat n'est pas en accord avec la littérature, qui indique que les aciers inoxydables ne sont sensibles à l'amorçage de fissures de corrosion sous contrainte qu'au-delà d'un certain taux d'écrouissage [3], en particulier après un trajet de chargement complexe [11], ce qui aurait impliqué que, pour une surface identique, il y ait plus de fissures dans la zone centrale que dans les deux zones de bras amincies.

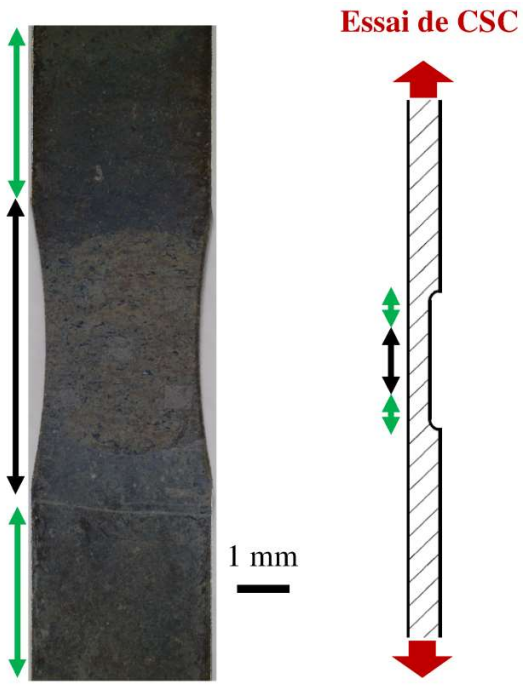

Figure 4-12: Positionnement des zones d'observation de la fissuration de CSC.

Les résultats obtenus sur l'éprouvette EPC-V ne sont donc à priori pas en accord avec les références bibliographiques, ou alors le chargement imposé à l'éprouvette EPC-V n'est pas celui escompté : seules sont mesurées les valeurs d'effort et de déplacement macroscopique imposées à l'éprouvette, ce qui n'est pas assez précis.

Pour mieux maîtriser les conditions locales de chargement, une séquence d'essai analogue a été réalisée, mais de façon ex-situ, afin de pouvoir mesurer les champs de déplacement et de déformation par la corrélation d'images. Le champ de contrainte sera, de même que sur l'éprouvette uniaxiale, estimé à partir des simulations numériques associant paramètres de loi de comportement identifiés et conditions aux limites mesurées expérimentalement. La validation du modèle se fera à la fois sur la réponse macroscopique, et sur la comparaison des champs cinématiques dans la zone des microgrilles. Une fois validée, ces champs permettront d'interpréter la distribution des fissures au sein des différentes zones à la fin de l'essai de CSC.

4.2.6 Démarche expérimentale et numérique pour l'essai ex-situ de type CSC sur l'éprouvette EPC-V

L'étape de pré-déformation reprend les conditions expérimentales données dans la partie 4.2.4. L'essai ex-situ, estimé comme étant représentatif des essais de CSC, est réalisé à 340°C dans un four sous air. En raison de la limitation de la machine de traction, la vitesse de déformation imposée pour l'essai ex-situ est comprise entre $10^{-5}\ s^{-1}$ et $10^{-6}\ s^{-1}$, ce qui est supérieur à celle imposée pendant l'essai de CSC.

4.2.6.1 Protocole Expérimental pour l'essai ex situ

Les conditions expérimentales consistent en 3 étapes :

1. une étape de pré-déformation à l'air, à température ambiante, jusqu'à une déformation ε_{11}=11% selon l'axe de traction (axe 1) et mesurée à partir de la longueur AB, pour une vitesse de déformation de 10^{-3} s^{-1}. Les positions des points A et B sont données sur la Figure 4-14(a) ;
2. une découpe des bras ayant servi à la pré-déformation (selon l'axe 1) afin de localiser la déformation dans la zone centrale (ZI) lors de l'étape suivante. La géométrie de l'éprouvette après la découpe (EPC-V) est donnée sur la Figure 4-11 ;
3. un essai de traction sous air selon l'axe 2 (perpendiculaire à l'axe 1), avec une vitesse de déformation inférieure à 10^{-5} s^{-1}, réalisé jusqu'à rupture. Les points C et D positionnés sur la Figure 4-14(b) sont utilisés pour mesurer la déformation dans la zone centrale. Les distances AB et CD sont égales à 3,5 mm.

4.2.6.2 Dispositif de l'essai

Une technique d'extensométrie sans contact à l'aide d'un mouchetis de peinture et basée sur la corrélation d'images numériques bidimensionnelles pour la pré-déformation et tridimensionnelles pour l'essai ex-situ simulant l'essai de CSC est utilisée pour mesurer les champs de déformation de l'éprouvette EPC/EPC-V. Le système expérimental est présenté sur la Figure 4-13. Quand la corrélation est faite en 3D (pour l'essai ex-situ), deux caméras sont utilisées et un système de calibration est nécessaire afin de définir les différents paramètres de la corrélation.

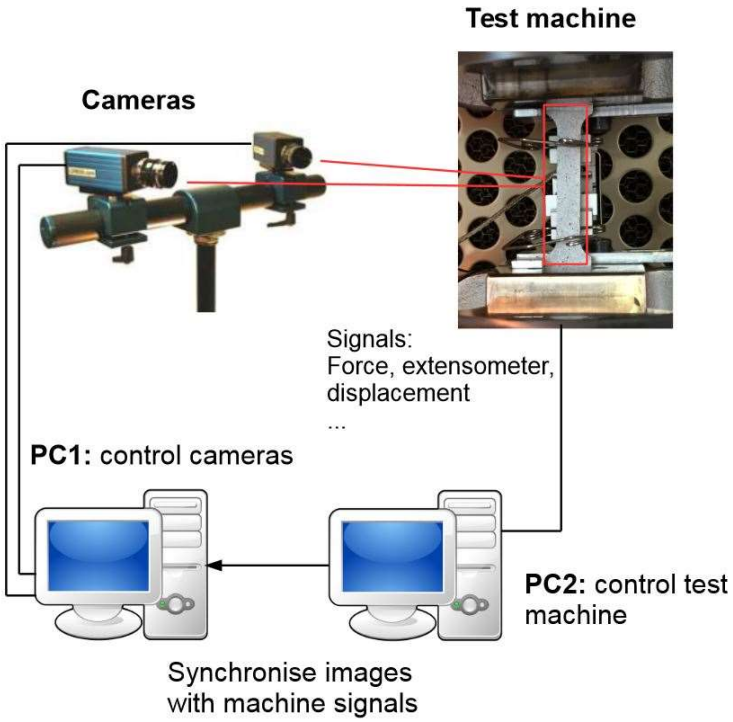

Figure 4-13: Schéma du système pour la corrélation d'images en 3D [119].

Des sources de lumière sont utilisées au plus près de l'éprouvette pour que les histogrammes de niveaux de gris soient les plus homogènes possibles et conformes à celui de la Figure 7-1 (*cf.* Annexe).

Deux ordinateurs sont également utilisés : le premier (PC2) est utilisé pour le contrôle de la machine de traction et l'enregistrement de la force, du déplacement, de la déformation macroscopique, de la vitesse de déplacement etc.; le second (PC1) concerne le système d'acquisition et de traitement des images numériques. Les données stockées en plus sont des images numériques.

La vitesse d'acquisition d'images est de 10 images/s. L'évolution du champ de déplacement peut être étudiée au cours de l'essai, de même que l'évolution de la déformation. Grâce à la synchronisation des données, la courbe de traction (contrainte en fonction de la déformation) peut être tracée à l'aide des données de force provenant de l'ordinateur PC2 (Figure 4-13).

Quand l'essai de traction est effectué à 340°C, une peinture résistante à cette température doit être utilisée.

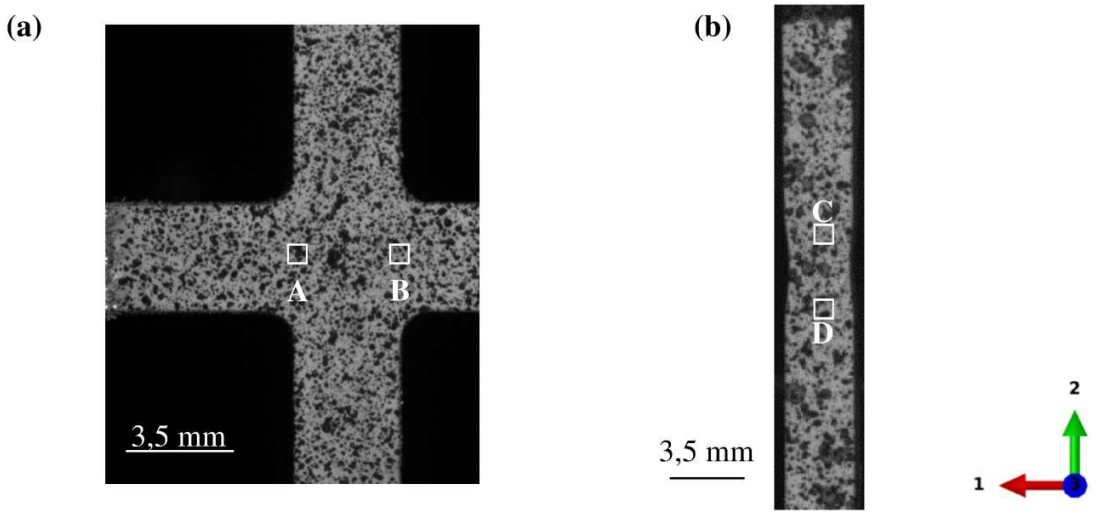

Figure 4-14: Mouchetis utilisés pour la corrélation d'images

Du fait des différentes opérations liées à la découpe des bras (découpe au fil qui implique que l'éprouvette soit conductrice et donc que la surface de découpe soit propre, sans peinture), les mouchetis entre la phase 1 (pré-déformation) et la phase 2 (essai ex-situ) de l'essai séquencé seront différents.

4.2.6.3 Simulation numérique associée

Le modèle numérique développé pour simuler l'essai ex-situ est présenté ci-dessous :

1. étape de pré-déformation à température ambiante: déplacement imposé selon l'axe 1 aux extrémités de la partie utile de l'éprouvette jusqu'à l'obtention d'une valeur de déformation entre extrémités de l'extensomètre AB, ε_{AB}, égale à 11% ;
2. étape de décharge : le déplacement imposé à l'extrémité de l'éprouvette pendant l'étape de pré-déformation est désactivé, ce qui revient à imposer une surface libre, simulant la décharge de la machine de traction
3. suppression dans le modèle des bras pré-déformés (selon l'axe 1) : les paramètres de découpe sont ceux de la Figure 4-11 ;
4. étape de changement de température : la température évolue uniformément jusqu'à 340°C et se traduit par la dilatation de l'éprouvette ;
5. étape de chargement de l'essai ex-situ à 340°C : déplacement imposé selon l'axe 2 aux extrémités de l'éprouvette avec arrêt du chargement dès lors que l'on obtient 30% de déformation entre les marqueurs C et D, ε_{CD}. Cette valeur est bien supérieure à la déformation expérimentale mesurée visée pour les essais de CSC.

Il faut souligner que, expérimentalement, la découpe de l'éprouvette n'est pas toujours parfaitement symétrique. Le modèle numérique reprendra cette dissymétrie, et le maillage utilisé correspondra à toute l'éprouvette et non plus seulement à son quart. Le maillage présente les

mêmes caractéristiques que celui utilisé dans le partie 4.2.3 : soit 49497 éléments de type C3D10 tétraédriques avec interpolation quadratique en grande déformation.

Les paramètres des lois de comportement pour l'étape de pré-déformation et l'essai ex-situ sont donnés dans le Tableau 4-1.

4.3 Résultats expérimentaux et numériques

Une comparaison entre les résultats expérimentaux et numériques est effectuée pour chacune des étapes (pré-déformation et essai ex-situ) afin de valider, d'une part, le modèle numérique, et d'autre part, de visualiser les hétérogénéités de distributions des champs mécaniques.

Puis, un lien entre l'essai ex-situ et l'essai de CSC initial est proposé, permettant l'interprétation de ce dernier après comparaison des courbes force en fonction du déplacement pour les deux essais expérimentaux et le modèle numérique.

4.3.1 Pré-déformation

Les courbes force-déplacement pour l'essai expérimental et le modèle numérique ont été présentées sur la Figure 4-5. Un bon accord entre les deux courbes est observé, ce qui valide le modèle utilisé dans l'étape de pré-déformation.

Les Figure 4-15 (a) et (b) présentent d'une part le champ expérimental de la composante principale de déformation (mesuré par corrélation d'images bidimensionnelles), et d'autre part celui obtenu par la simulation numérique. Les deux champs sont représentés avec les mêmes échelles d'intensité. Pour comparer quantitativement ces deux champs, des profils sont tracés selon la ligne pointillée tracée en blanc sur les Figure 4-15 (a) et (b), et superposés sur la Figure 4-15 (c). Un très bon accord est à noter.

La déformation apparait plus importante dans les zones les plus minces, car la section utile est plus faible le long des bras que dans la ZI. Un effet de structure est aussi à noter, avec la zone extérieure à la ZI, moins déformée que la zone centrale.

La Figure 4-15(d) présente les profils numériques et expérimentaux du déplacement hors plan, le long de la même ligne que précédemment. Là encore, un très bon accord est à souligner. On remarque également que l'éprouvette ne reste pas plane, confirmant ainsi l'effet de structure mais que la simulation capture relativement bien.

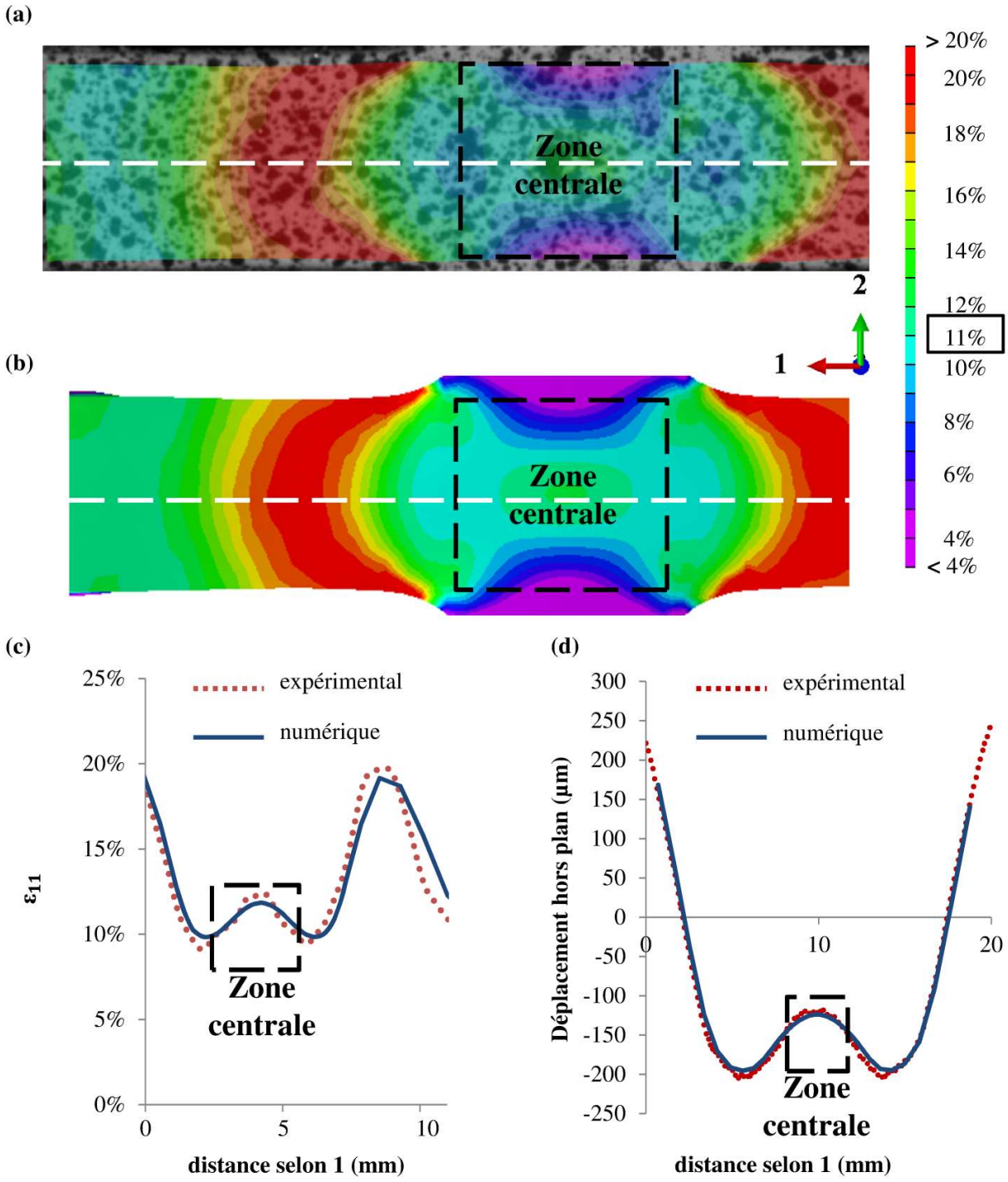

Figure 4-15: Champs de déformation (a) expérimentaux (2D DIC) et (b) numériques après l'étape de pré-déformation. (c) Profils de déformation et (d) profils de hauteur selon la direction 3 expérimental (ligne pointillée) et numérique (ligne continue). Les deux profils sont pris le long de la ligne pointillée blanche après la pré-déformation.

4.3.2 Essai ex-situ

Une fois que la découpe des bras est effectuée, un essai ex-situ est réalisé sur l'éprouvette EPC-V.

4.3.2.1 Loi de comportement

La Figure 4-16 présente l'évolution du déplacement mesuré (déplacement traverse) de la machine de traction et de l'effort mesuré au cours de l'essai ainsi que les réponses de la simulation en fonction de la déformation mesurée à l'aide de l'extensomètre virtuel entre les points CD associé à la ZI.

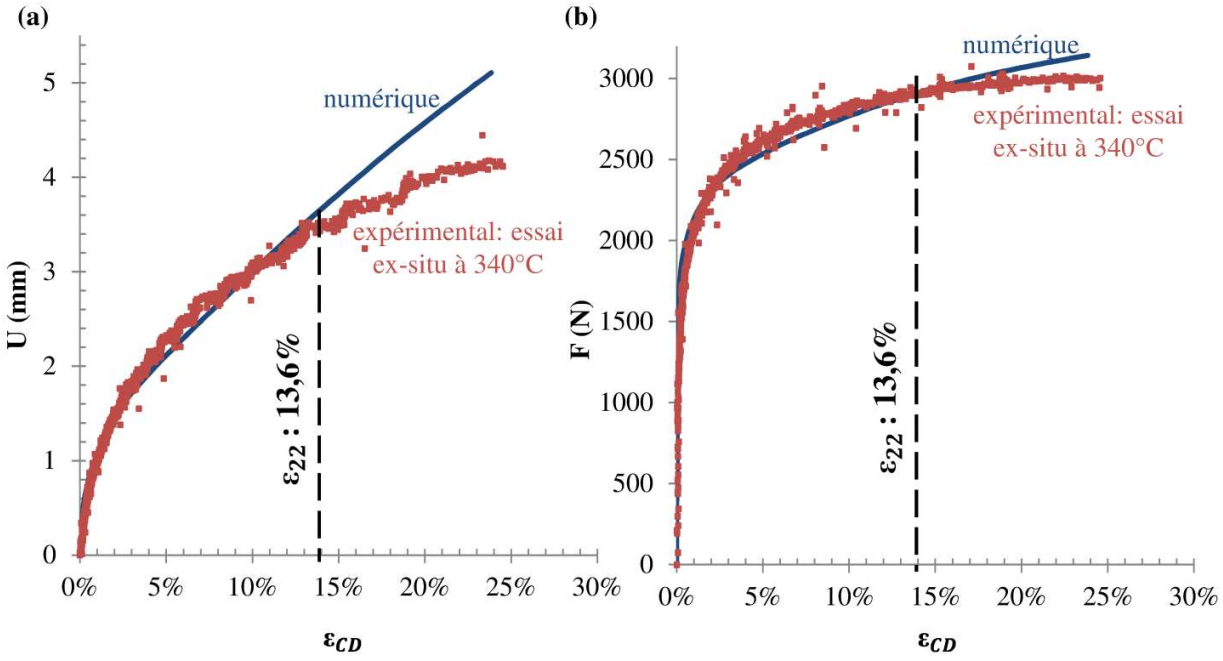

Figure 4-16: Essai ex-situ : courbes expérimentales (en rouge) et numériques (en bleu) (a) du déplacement et (b) de la force en fonction de la déformation mesurée dans la zone centrale (ε_{CD}).

Une bonne superposition entre les grandeurs mesurées et simulées est constatée jusqu'à 13,6%. Puis un écart significatif apparaît sur le déplacement alors que la force reste plus correctement prédite. Cet écart est la signature d'une localisation qui apparaît en dehors de la zone du capteur (CD). La localisation est donc plus sévère que ce qui avait été anticipé suite à l'étude paramétrique concernant l'influence du lieu de la découpe des bras. Toutefois, jusqu'à 13% de déformation, les prévisions numériques s'avèrent satisfaisantes et le modèle numérique et les diverses hypothèse utilisées peuvent être considérées comme validées.

4.3.2.2 Champs de déformation

Si l'on intéresse aux champs de déformation, il est nécessaire de prendre en compte le fait que la face de l'éprouvette après la pré-déformation n'est plus plane (voir les profils de la Figure 4-15 (d)). C'est pourquoi il a été fait appel à la stéréo-corrélation, et non plus à la corrélation d'images 2D, pour mesurer les champs de déformation expérimentaux.

La composante principale 22 du champ de déformation expérimental et numérique est représentée sur la Figure 4-17(a) et (b). Ces champs sont associés à une mesure de déformation sur la longueur CD ε_{CD}, égale à 5%.

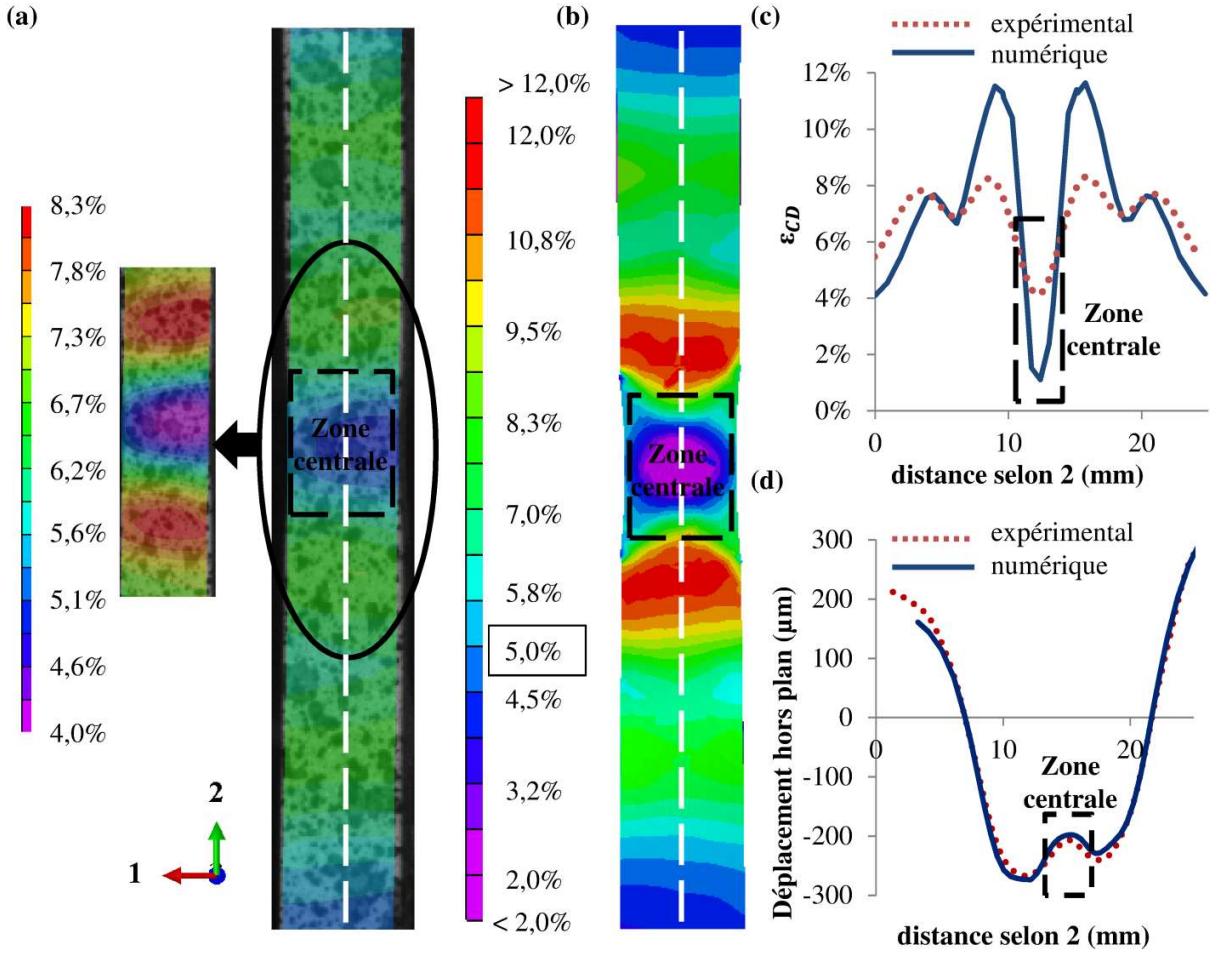

Figure 4-17: Composante 22 du champ de déformation (a) expérimental (3D DIC) et (b) numérique après ε_{CD} = 5% lors de l'essai ex-situ. (c) Profils de déformation et (d) profils de déplacement hors plan expérimental (ligne pointillée) et numérique (ligne continue). Les deux profils sont extraits le long de la ligne pointillée blanche après ε_{CD} = 5%.

Sachant que l'image de référence de la corrélation d'image associée à l'essai ex-situ est l'image après la découpe des bras pré-déformés, car le mouchetis doit être refait, l'état initial de l'essai ex-situ dans le modèle numérique est pris au début de l'essai de traction à 340°C. Pour chaque nœud, le déplacement au cours de la traction lente à 340°C pour une déformation dans la zone centrale $\varepsilon_{CD} = 5\%$ est collecté, et les valeurs de déformation et de contrainte correspondantes sont calculées.

Le profil expérimental (respectivement numérique) associé à la valeur de déformation le long de la ligne pointillée blanche est tracé sur la Figure 4-17(c). Un bon accord entre les deux profils peut être constaté pour le déplacement hors plan, mais aussi sur l'allure des profils de

déformation, bien que les résultats numériques surestiment les extrema avec les déformations minimales qui se situent au cœur de la zone centrale alors que les déformations maximales sont localisées en dehors de cette zone centrale. Plus précisément, la déformation maximale se situe dans la zone la plus mince des bras (qui est en rouge sur la Figure 4-17(a) et (b)). Dans la zone centrale (indiquée par un rectangle noir), la distribution de l'hétérogénéité de déformation lors de l'essai ex-situ (Figure 4-17(c)) est différente de celle observée à la fin de l'étape de pré-déformation (Figure 4-15(c)) : le minimum de déformation est au centre de la ZI pour l'essai ex-situ.

On constate en outre, sur la Figure 4-17(a), que le champ de déformation n'est pas tout à fait symétrique par rapport à l'axe 1. Cette asymétrie vient certainement de la découpe des bras, car cette dernière n'a pas été, expérimentalement, exactement symétrique, avec des effets de relaxation des contraintes résiduelles difficiles à bien représenter. La différence dans l'amplitude des déformations peut aussi être due à un effet de base de mesure, car le maillage expérimental est plus grossier que le maillage numérique avec une base de mesure pour la corrélation d'images de 0,6 mm, qui est plus grand que la taille de l'élément numérique (0,1 mm) dans la zone centrale.

Cependant, l'utilisation d'un maillage numérique plus grossier avec la même taille de maille que la base de mesure expérimentale ne modifie pas la prévision des profils de déformation (Figure 4-18), ce qui ne peut donc pas expliquer les différences observées entre l'essai numérique et l'essai expérimental.

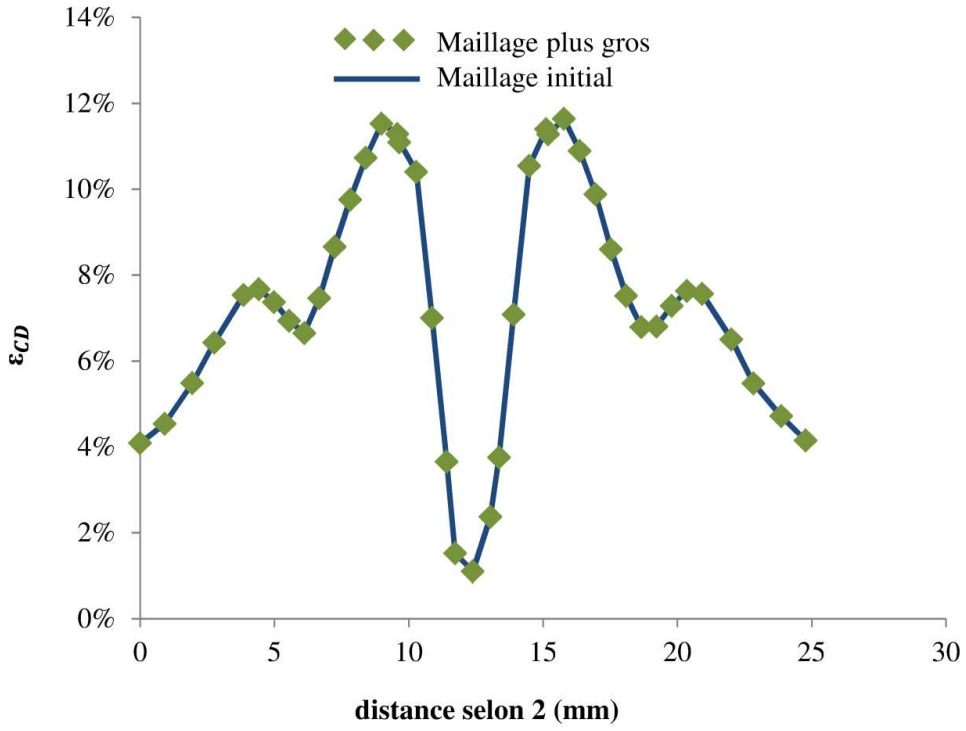

Figure 4-18: Profils de déformation pour le maillage initial et le maillage plus grossier (même taille que la base de mesure expérimentale).

4.3.2.3 Influence de l'écrouissage

Avec l'éprouvette EPC, le trajet de chargement complexe séquencé s'accompagne d'un effet d'écrouissage. Or, par souci de simplicité, la modélisation de l'écrouissage se fait au travers d'un écrouissage isotrope dans la loi de comportement retenue. Toutefois, l'écrouissage des aciers, en fonction de leur histoire thermomécanique, peut présenter une forte composante cinématique [3]. Une composante cinématique de l'écrouissage est donc introduite ici.

Le modèle cinématique choisi fait intervenir une variable d'état α [3]. Cette variable est analogue à une translation dans l'espace tensoriel des contraintes. La variable interne α est reliée à la variable d'écrouissage cinématique X par la relation :

$$\alpha = \frac{2}{3} CX \tag{4-2}$$

C'est un paramètre à ajuster. Elle représente la pente dans le domaine plastique d'un essai de traction où l'écrouissage est purement cinématique.

L'évolution de la variable interne α est de la forme :

$$\dot{\alpha} = \dot{\lambda} m_{kin}(X) \tag{4-3}$$

$\dot{\lambda}$ est un facteur multiplicatif scalaire, m est une fonction de l'écrouissage cinématique. On choisit de décrire l'écrouissage cinématique du matériau à l'aide d'une loi linéaire :

$$m_{kin}(X) = \text{n} \tag{4-4}$$

n est un paramètre d'ajustement pour décrire la viscosité à l'aide d'une loi de Norton :

$$\sigma = K \dot{\varepsilon}^n \tag{4-5}$$

Pour l'acier 316L, les valeurs des paramètres n et C sont pris égaux à 1,9 et 300, respectivement [3].

À l'aide de ces paramètres, une loi de comportement avec l'écrouissage combiné isotrope / cinématique est introduite dans le modèle. Dans cette loi de comportement, l'écrouissage isotrope est introduit par :

$$R = R_0 + K_1 (e_0 + \varepsilon_p)^m \tag{4-6}$$

avec K_1, e_0 et m sont égales à 1100 MPa, 0,04 et 0,8, respectivement pour l'acier 316L [3]. ε_p est la déformation plastique et R_0 est l'origine du domaine de déformation plastique avec une valeur de 240 MPa [3].

Une comparaison entre des résultats expérimentaux et numériques pour l'essai ex-situ est effectuée (Figure 4-19 pour les courbes contrainte-déformation plastique sur EPC-V. La courbe d'écrouissage identifiée avec les données expérimentales est la courbe noire à 340°C de la Figure 4-4. Les deux courbes numériques (lignes continues en bleu et en vert) proviennent des résultats numériques de la simulation de la zone centrale. Les lois de comportement utilisées dans ces

deux simulations numériques sont différentes : écrouissage combiné isotrope et cinématique et écrouissage purement isotrope, respectivement.

Le nuage de points rouges représente la contrainte expérimentale en fonction de la déformation plastique équivalente calculée à partir de l'extensomètre virtuel CD (avec une longueur de référence de 3,5 mm sur la Figure 4-11) dans la zone centrale lors d'un essai ex-situ. La contrainte est calculée en utilisant la force mesurée expérimentalement et la section la plus petite dans la zone centrale. Les courbes des résultats expérimentaux et numériques ne commencent pas à 0% de déformation plastique équivalente car une pré-déformation selon la direction 1 est effectuée dans la zone centrale. La limite d'élasticité pour la simulation numérique avec écrouissage combiné présente un petit décalage (environ 10 MPa) par rapport à celle effectuée avec un écrouissage isotrope.

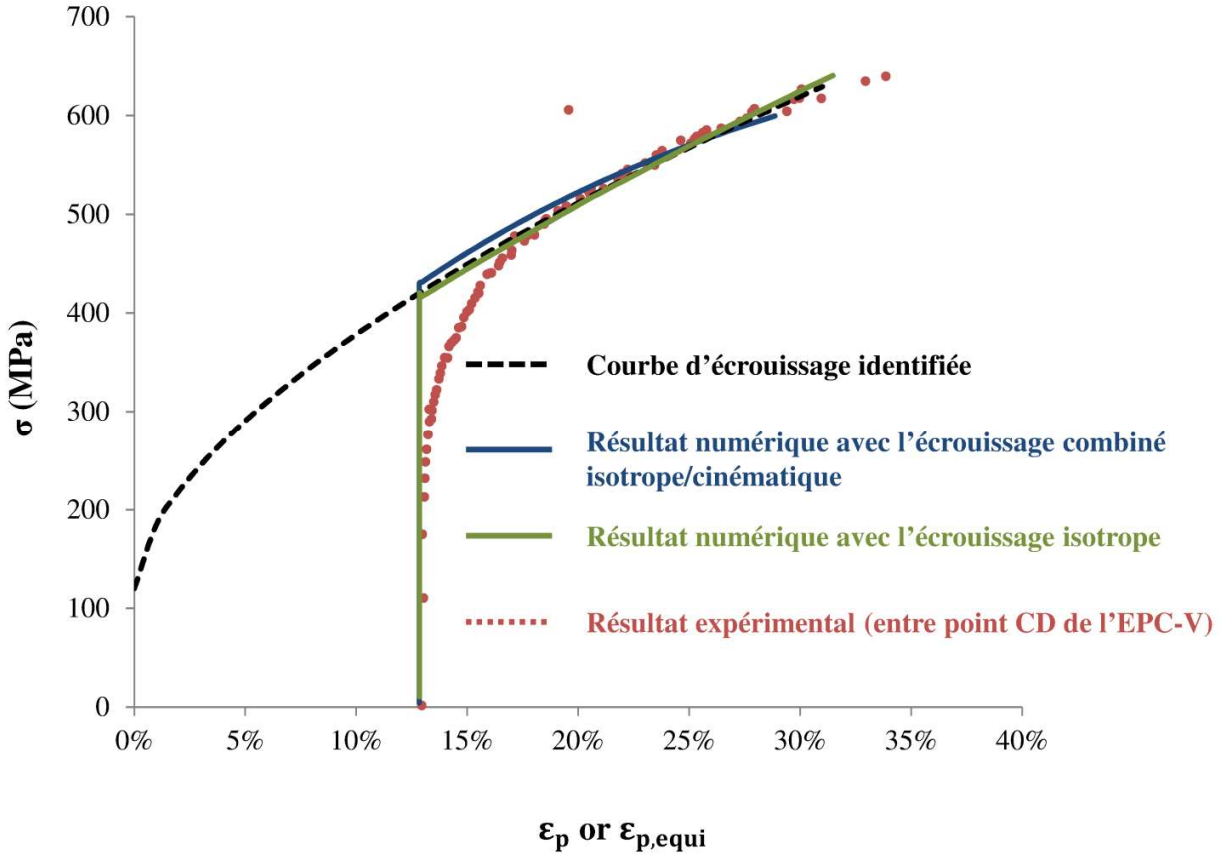

Figure 4-19: Comparaison entre les réponses contrainte en fonction de la déformation plastique pour différentes lois de comportement utilisé dans les calculs et pour la zone centrale (entre points CD cf. Figure 4-11) de l'EPC.

Une bonne superposition est observée entre les données expérimentales et les résultats numériques, quel que soit l'écrouissage retenu, dès que la déformation plastique cumulée est supérieure à 16%. Notons que l'effet de l'entrée en plasticité lors du changement de trajet n'est capté par aucune des simulations, suggérant la nécessité de lois de comportement plus complexes,

aptes à décrire plus finement les effets de changement de trajet thermomécanique, ce qui sort du cadre de ce travail.

4.3.3 Retour à l'essai de CSC

Malgré ses imperfections, on considère donc que le modèle numérique utilisé permet de prévoir les résultats globaux de l'éprouvette EPC/EPC-V.

Les grandeurs expérimentales obtenues pour l'essai ex-situ et pour l'essai de CSC sont comparées. Comme seules les données relatives mesurées concernent les capteurs de force et de déplacement à l'extrémité de l'éprouvette, on comparera ces données entre les deux essais. La Figure 4-20 présente les courbes expérimentales de force en fonction du déplacement (points rouges et verts) pour l'essai ex-situ et de l'essai de CSC ainsi que les simulations numériques.

Une bonne superposition est observée entre les deux courbes expérimentales : il y a donc une bonne cohérence entre l'essai de CSC et l'essai ex-situ. De plus, on peut constater que la simulation avec écrouissage isotrope reproduit correctement le comportement. A partir de cette simulation, il sera donc possible, puisque les valeurs d'effort et de déplacement sont mesurées pendant l'essai de CSC, d'interpréter les champs de déformation et de contrainte au sein de l'éprouvette et de les corréler à la distribution de fissures observée.

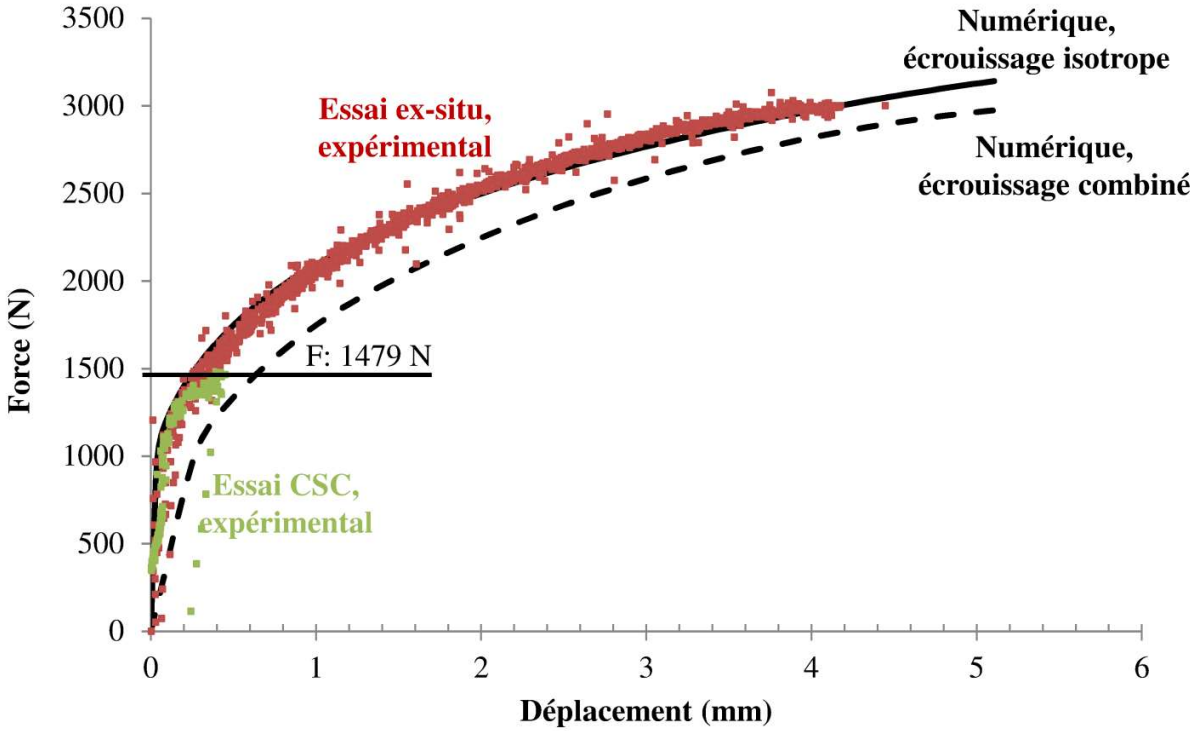

Figure 4-20: Courbes force - déplacement associées à l'essai de CSC, l'essai ex-situ et le modèle numérique.

Dans le cas présent, la force mesurée en fin de l'essai de CSC est de 1479 N et les champs de déformation, expérimental à partir de l'essai ex-situ et numérique associés peuvent être extraits pour cette valeur. Ils sont présentés sur les Figure 4-21 (a) et (b), avec une même échelle de valeur. On constate un bon accord entre ces résultats, avec toutefois, là encore, une surestimation de l'amplitude des hétérogénéités de déformation issue de la simulation, mais une bonne prédiction des localisations. En conséquence, les champs mécaniques de l'essai ex-situ sont considérés en première approximation comme représentatifs des champs pendant l'essai de CSC. Ils peuvent donc être utilisés pour corréler les champs mécaniques à la distribution de fissures de CSC observées.

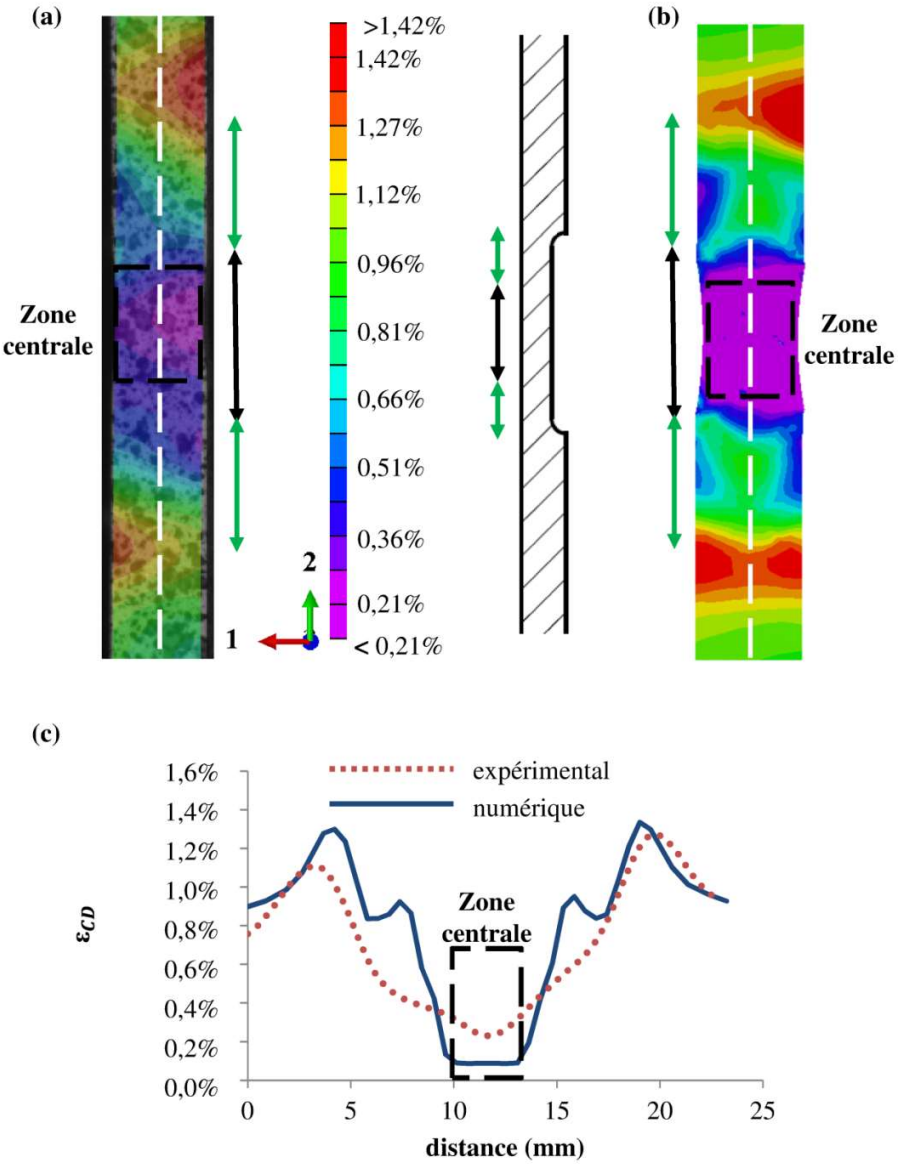

Figure 4-21: Composante 22 du champ de déformation (a) expérimental (3D DIC) et (b) numérique correspondant à l'essai ex-situ pour une force imposée de 1479 N. (c) Comparaison entre les profils de déformation expérimental (ligne pointillée) et numérique (ligne continue) extraits le long de la ligne pointillée blanche.

Il s'avère donc, que pour une valeur de 1479N, le niveau de déformation atteint lors de l'essai de CSC est relativement faible et loin des 5% de déformation initialement escomptés. Il s'avère donc que la seule mesure du déplacement lors des essais in situ n'est pas suffisante pour estimer la sévérité de l'essai. Ceci peut être la conséquence de la longueur de la ligne d'amarrage qui reprend le déplacement imposé et du jeu des coefficients de dilatation. De plus, d'après l'expérience, et cela est confirmé par la simulation, la déformation axiale est plus importante au niveau des zones les plus minces, c'est-à-dire dans les deux bras (zones correspondant aux flèches vertes sur la Figure 4-21), comparativement à la zone centrale (zone associée à la flèche noire sur la Figure 4-21). Du point de vue expérimental, ceci s'explique par la différence de comportement due au pré-écrouissage. La zone centrale étant pré-écrouie à la différence des bras de l'axe 2, la différence de limite d'élasticité se traduit donc par une différence de niveau de déformation plastique. Cependant, le champ de déformation expérimental observé à l'issue de l'étape de CSC n'intègre pas l'effet du pré-chargement puisque l'état de référence correspond à l'état ⟨3⟩ et non ⟨1⟩ du protocole expérimental suivi du fait du changement de mouchetis lors de l'opération d'usinage des bras. Le recours à la simulation numérique permet par contre de chainer les simulations afin d'avoir une estimation des champs attendus à la fin de la séquence, de l'état ⟨1⟩ à l'état ⟨4⟩ du schéma présenté sur la Figure 4-22.

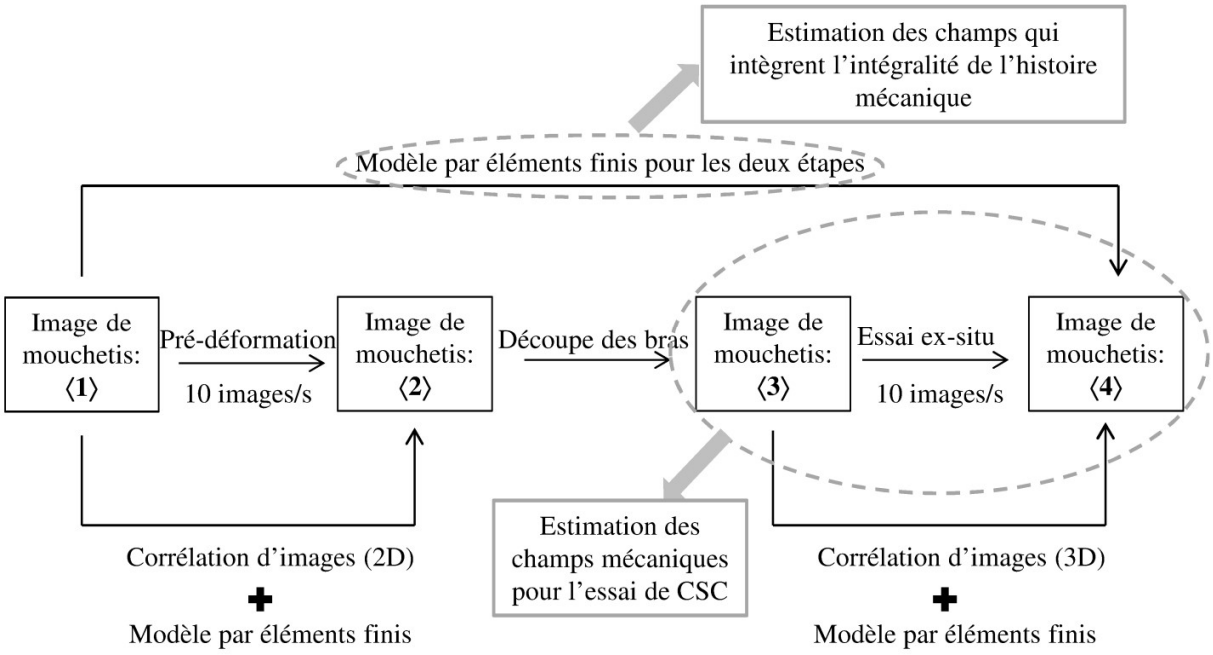

Figure 4-22: Procédure pour l'essai sur l'EPC.

La Figure 4-23 présente donc le champ numérique associé à la composante 22 (déformation principale lors de l'essai de CSC) du champ de déformation pendant l'essai ex-situ à partir de l'état de référence ⟨1⟩ et calculé pour un chargement de 1479N (fin de l'essai de CSC) suivant la direction 2. On considère que ce champ est représentatif de l'essai de CSC et ce champ est utilisé pour comprendre les résultats à l'issue de cet essai. Il apparaît que, du fait du pré-chargement et

de l'effet de structure, la déformation selon l'axe de traction pendant l'essai de CSC est toujours négative dans la ZI. Par contre, la déformation 22 est comprise entre 0,5% et 1,5% dans les deux zones amincies le long des bras, représentées par les flèches vertes.

Cette hétérogénéité dans les valeurs de déformation peut expliquer, tout du moins d'un point de vue qualitatif, les écarts entre densités de fissures observés expérimentalement sur l'éprouvette EPC-V après essai de CSC, à savoir que la zone la plus déformée est le siège de la plus forte densité de fissures (3 fissures par mm^2 dans la ZI par rapport à 225 fissures /mm^2dans les bras) (Figure 4-12). Cette analyse rend donc cohérente l'observation expérimentale de la partie 4.2.5.

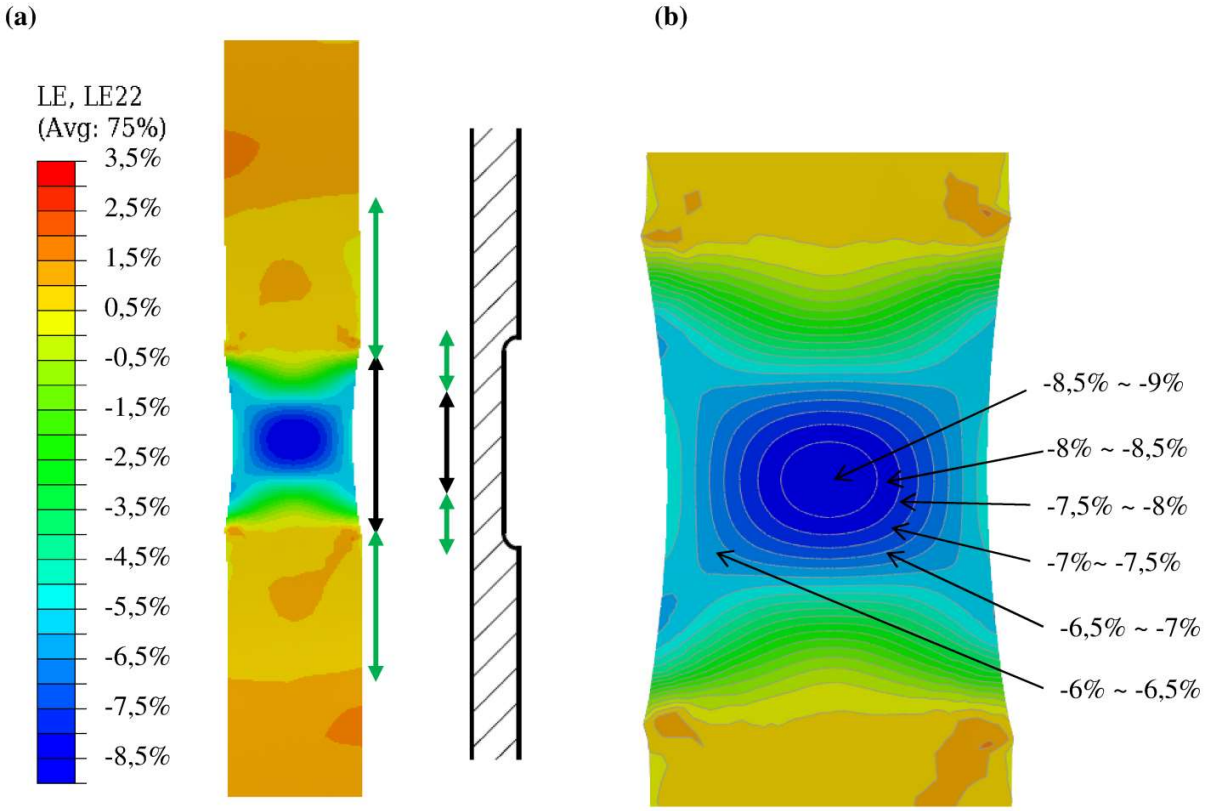

Figure 4-23: Composante 22 du champ de déformation issu de la simulation numérique pour un pré-chargement de 11% selon l'axe 1 et un chargement de CSC jusqu'à 1479N. L'état de référence est l'état initial avant pré-déformation.

4.4 Conclusion

L'étude de l'effet d'un changement de trajet de chargement sur le comportement à la fissuration lors d'un essai de CSC a été menée à travers l'étude de l'éprouvette en croix. Il s'avère que la géométrie complexe de cette éprouvette couplée aux effets d'écrouissage du matériau nécessite une approche couplée entre mesures expérimentales et simulations numériques afin de pouvoir prévoir les hétérogénéités des champs de déformation et de contrainte et *in fine* les écarts entre densité de fissuration observés le long de l'éprouvette. Le résultat cohérent avec l'analyse est

toutefois contre-intuitif à priori puisque c'est la zone qui n'a pas subi de trajet de chargement complexe qui voit le plus de fissures apparaître. A la lumière de cette étude, il faudrait prolonger l'essai in situ afin d'augmenter le niveau de déformation de la zone d'intérêt en vue de confirmer ou d'infirmer cette tendance, et améliorer la loi de comportement pour la prise en compte du changement de trajet de chargement. La géométrie de l'éprouvette serait également à revoir afin de favoriser des états de chargement les plus sévères pour la CSC dans des zones accessibles aux investigations locales par mesure de champs. Cependant par manque de temps, l'analyse n'a pas pu être approfondie davantage, mais il est clair que le couplage entre simulation et expérimentation est nécessaire pour mener à bien une telle étude.

Chapitre 5 :
Conclusion générale et perspectives

5 Conclusion générale et perspectives

5.1 Conclusion générale

Après un essai de CSC dans un milieu primaire à 340 °C, des fissures intergranulaires de CSC ont été observées. Une approche consistant à coupler des expériences et des simulations par éléments finis a été développée afin d'étudier l'influence de la combinaison de la microstructure et des champs mécaniques sur l'amorçage de fissures par CSC dans l'acier inoxydable 316L pré-écroui.

Ainsi, des mesures de champs cinématiques à partir de microgrilles déposées initialement en surface d'éprouvettes de CSC ont permis de valider des simulations numériques en élastoplasticité cristalline prenant en compte la microstructure issue d'analyses EBSD. Les champs de contrainte ont été calculés en supposant les joints de grains perpendiculaires à la surface de l'éprouvette.

De l'analyse conjointe du calcul des contraintes normales aux joints de grains ainsi représentés et des caractéristiques des joints fissurés, il ressort que les fissures intergranulaires de CSC sont principalement (90%) situées aux joints de grains généraux fortement désorientés. Pour la plupart des joints fissurés, l'inclinaison de leur trace en surface avec la direction de traction varie entre 60 et 90°, suggérant la prédominance de fissures possiblement perpendiculaires (ou presque) à la direction de traction. De plus, la contrainte normale calculée sur les joints observés fissurés est souvent supérieure à la contrainte de traction macroscopique estimée par l'essai de CSC.

Cependant, cette analyse, séduisante au premier abord, est insuffisante pour prévoir l'amorçage de la CSC car il existe aussi des joints de grains non fissurés présentant ces mêmes caractéristiques. Par ailleurs, le calcul ne tient pas compte de l'inclinaison potentielle du plan du joint en volume. Des investigations par coupe FIB sur quelques joints représentatifs ont alors permis d'estimer de manière plus réaliste la contrainte normale au joint, mais sans qu'un lien direct entre contrainte normale et microstructure puisse être établi. Par ailleurs, la profondeur des fissures mesurée est de l'ordre d'une dizaine de microns, ce qui correspond à environ 40% de la longueur de joint. De plus, il semble que les joints fissurés ont une longueur dans le volume plus faible que les joints non fissurés, suggérant un effet subsurfacique. Comme des retours d'expérience montrent que l'oxydation intergranulaire aussi joue un rôle important sur l'amorçage de fissures, la profondeur de pénétration d'oxyde pour ces joints de grains non fissurés a été mesurée. Il existe une tendance décroissante entre la profondeur de la pénétration d'oxyde et la contrainte normale aux joints de grains. Cela suggère l'existence d'un couplage entre oxydation et contrainte normale.

Ces résultats montrent que l'effet mécanique local joue un rôle important sur l'amorçage de fissures de CSC. Les résultats de Wehbi [56] et de Couvant et *al.* [55] ont pu mettre en évidence une contrainte critique à partir de laquelle la fissuration de CSC devient possible.

Concernant l'effet du type de chargement mécanique, les travaux de Couvant et *al.* [4] ayant montré qu'un changement de trajet de chargement entre la pré-déformation et l'essai de CSC jouait aussi un rôle sur la sensibilité à la fissuration par CSC, des essais de CSC sur une éprouvette « en croix », qui permet d'appliquer un trajet de chargement complexe, ont été considérés.

Pour l'éprouvette en croix, la distribution des fissures de CSC s'avère être différente des résultats issus de travaux de la littérature [4,11], ce qui pose question sur l'analyse de la distribution des champs mécaniques dans l'éprouvette. L'essai CSC ne permettant pas de faire le lien entre les grandeurs globales d'analyse locale, un essai mécanique « ex-situ » représentatif a été réalisé pour analyser les champs par simulation éléments finis et corrélation d'images. Les résultats montrent clairement que la géométrie de l'éprouvette favorise la localisation de la déformation en dehors de la zone d'intérêt lors de la prédéformation. De plus, à l'issue de l'essai séquencé, malgré la découpe censée y favoriser la déformation, la zone d'intérêt reste insuffisamment déformée par rapport aux zones de raccord non pré-écrouies, ce qui peut expliquer qualitativement la densité très faible de fissures observées. Cet essai ex-situ a permis également de calibrer l'essai de CSC, en permettant de déterminer le champ de déformation associé à la force globale mesurée en CSC.

Bien que globalement satisfaisantes, les simulations éléments finis n'ont permis de reproduire que partiellement l'ensemble des résultats expérimentaux, ce qui montre le besoin d'améliorer la description du comportement, et d'intensifier les investigations expérimentales 3D.

5.2 Perspectives

5.2.1 Stratégie de prise en compte de l'oxydation dans la microstructure au moyen des éléments finis

Comme présenté dans le chapitre bibliographique, l'oxydation intergranulaire joue un rôle sur l'amorçage de fissures de CSC dans l'acier inoxydable [55]. De plus, le chapitre 3 montre une dépendance de la profondeur d'oxydation intergranulaire avec la contrainte normale aux joints de grains. Une modélisation de l'oxydation / diffusion devrait donc être menée.

Les travaux à venir pourraient consister à coupler le modèle mécanique numérique présenté dans le chapitre 3 avec un modèle de diffusion / oxydation des joints de grains afin de mieux décrire l'évolution de la profondeur de pénétration (résultat de la section 3.6) et donc l'évolution des propriétés du joint de grains. Un tel modèle de diffusion sera appliqué sur un agrégat avec une géométrie simple dans cette partie.

Concernant l'étude du couplage entre oxydation et joint de grains, on peut s'inspirer des travaux de modélisation de cette interaction au moyen de champs de phase [120]. Il s'agit d'introduire les joints de grains dans le modèle polycristallin, ce qui est fait en utilisant une fonction continue (champ de phase). L'oxydation est ensuite modélisée par une équation de réaction-diffusion pour

l'oxygène, le long des joints de grains et en volume. L'étude de faisabilité appliquée à la présente étude est ici présentée.

5.2.1.1 Modélisation des joints de grains

Un champ de phase stationnaire, ϕ^{JG}, est introduit pour interpoler les propriétés physiques entre leurs valeurs dans la matrice et dans les joints de grains [120]. Il est arbitrairement définis par

$$\phi^{JG}(d) = \left(cosh\left(\frac{r^{JG}\times 2d}{\delta^{JG}}\right)\right)^{-1}. \quad (5\text{-}1)$$

où δ^{JG} est l'épaisseur du joint de grains et d la distance entre chaque point dans l'agrégat et le joint de grains le plus proche. Le coefficient $r^{JG} = 5{,}3$ est choisi pour que $\phi^{JG}\left(\frac{-\delta^{JG}}{2}\right) = \phi^{JG}\left(\frac{\delta^{JG}}{2}\right) = 0{,}01$. La valeur de 0,01 définit l'épaisseur de l'interface diffuse (Figure 5-1). Les points avec une valeur ϕ^{JG} supérieure à 0,01 représentent les joints de grains ; ils sont dans les grains pour ϕ^{JG} inférieure à 0,01.

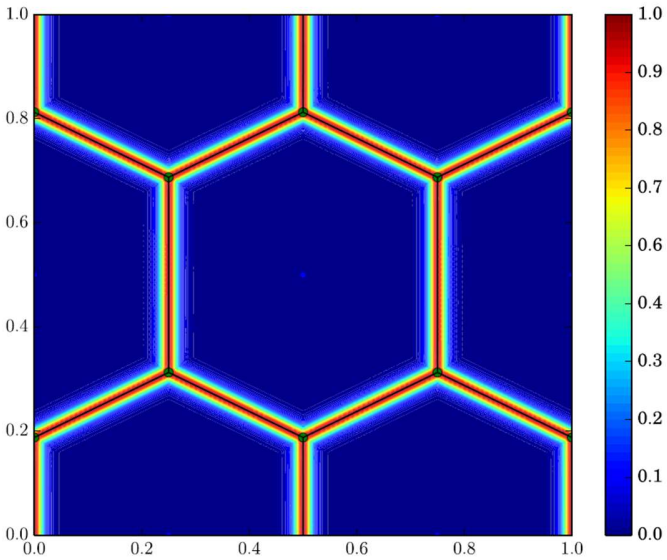

Figure 5-1: Champ de phase stationnaire ϕ^{JG} pour un agrégat polycristallin 2D périodique [120].

Cette approche a été appliquée sur un agrégat simple, composé de 3 grains ayant des interfaces complexes. Le champ ϕ^{JG} est imposé sur chaque élément, avant le début de tout calcul (Figure 5-2 (c)). Pour cela, la distance, d, entre le point courant et le joint de grains le plus proche est déterminée (Figure 5-2(b)).

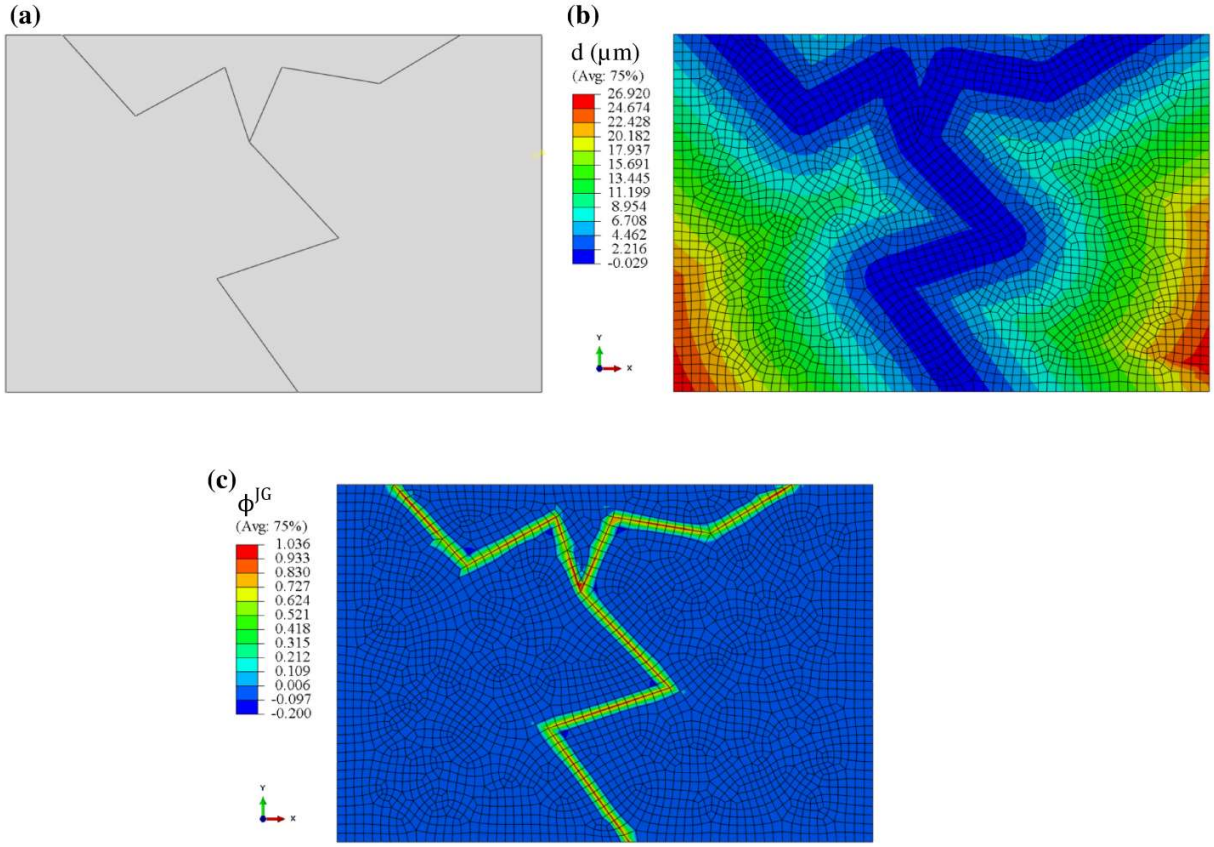

Figure 5-2: Test pour un agrégat de trois grains : (a) géométrie de l'agrégat, (b) distance entre chaque point et le joint de grains plus proche, (c) champs de joints de grains ϕ^{JG}.

5.2.1.2 Diffusion au volume et aux joints de grains assistée par les champs mécaniques

La diffusion-réaction de l'oxygène dans le cadre de l'oxydation peut s'écrire comme [121]

$$\dot{C} = D\nabla^2 C - D\frac{\Omega}{kT}\nabla\cdot(C\nabla\sigma) - KC^2\ . \qquad (5\text{-}2)$$

où D est le coefficient de diffusion d'atomes d'oxygène, C la concentration atomique en oxygène, σ la pression hydrostatique et K représente le coefficient de vitesse de la réaction d′oxydation. Dans cette réaction, il est supposé une réaction d'oxydation toujours à l'équilibre cinétique, et un « réservoir » en métal infini (soit, un taux local en oxyde très faible). Afin de simuler une diffusion de l'oxygène préférentiellement sur les joints de grains, la valeur du coefficient est rendue dépendante de ϕ^{JG}.

La diffusion différenciée grain / joint de grains est illustrée sur la Figure 5-3 (sans effet de la réaction en KC^2 ni des champs de contrainte sur la diffusion).

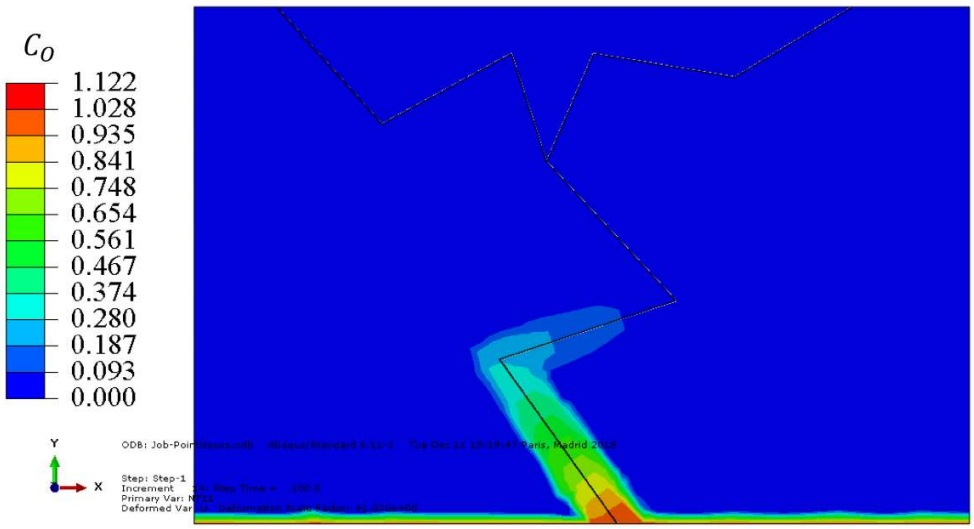

Figure 5-3: Petit résultat de diffusion.

Le petit modèle de diffusion sur la Figure 5-3 montre qu'on peut prendre en compte des effets de diffusion sur l'amorçage de fissures de CSC dans le modèle numérique (chapitre 3), donc de modification des propriétés de l'interface pendant l'essai de CSC. Un modèle par éléments finis avec un couplage de l'effet mécanique local et de l'oxydation intergranulaire pourrait être proposé pour l'amorçage de fissures de CSC dans l'acier inoxydable.

5.2.2 Éprouvette en croix

Par manque de temps, l'analyse sur l'éprouvette en croix n'a pas pu être poussée plus loin en raison notamment de la durée des essais de CSC et de toutes les investigations microstructurales initiales et finales. Cependant, il est clair que le couplage entre simulation et expérimentation à l'échelle microstructurale est nécessaire pour mener à bien une telle étude.

D'un point de vue pratique, les positions des microgrilles sur l'éprouvette en croix peuvent être optimisées, pour permettre des découpes post-prédéformation davantage entaillées, et analyser conjointement les champs de déformation, les réseaux de fissures et l'oxydation de la microstructure lors de chargements séquencés.

Cependant, que ce soit sur l'éprouvette de géométrie simple ou complexe, les investigations expérimentales 2D sont insuffisantes et il est nécessaire d'analyser la fissuration intergranulaire par coupes 3D. Compte-tenu de la lourdeur du travail expérimental FIB-EBSD, des analyses sur structures bi- ou multi-cristallines seraient à privilégier.

Du point de vue de la modélisation, outre l'identification de cinétiques d'oxydation, un soin particulier doit également être accordé à l'identification de lois de comportement intégrant les effets de changement de trajets thermomécaniques.

Bibliographie

6 Bibliographie

[1] A. Stutzmann, S. Leclercq, et C. Mansour, « Chimie des milieux primaire et secondaire des centrales nucléaires REP françaises », *Techniques de l'ingénieur*, 2015.

[2] S. J. Zinkle et J. T. Busby, « Structural materials for fission & fusion energy », *Mater. Today*, vol. 12, p. 12‑19, 2009.

[3] P. Huguenin, « Amorçage de fissures de corrosion sous contrainte dans les aciers inoxydables austénitiques pré-déformés et exposés au milieu primaire des réacteurs à eau sous pression », thèse, ENSMP, 2012.

[4] T. Couvant, F. Vaillant, J.-M. Boursier, et D. Delafosse, « Effect of strain-path on stress corrosion cracking of AISI 304L stainless steel in PWR primary environment at 360 ° C », *Eurocorr 2004*, Nice, France, 2004.

[5] O. Raquet, E. Herms, F. Vaillant, T. Couvant, et J. M. Boursier, « Effect of cold work hardening on stress corrosion cracking of stainless steels in primary water of pressurized water reactors », *Corrosion Issues in Light Water Reactors – Stress corrosion cracking European federation of corrosion publications no. 51,* p. 12, 2007.

[6] T. Yonezawa, M. Watanabe, et H. Atsushi, « Effect of work hardened inner surface layers on stress corrosion cracking of type 316 stainless steel and TT alloy 690 in simulated PWR primary water », *17th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems—Water Reactors,* Ottawa, Canada, 2015, p. 9–13.

[7] R. W. Hertzberg, *Deformation and fracture mechanics of engineering materials*. New York, Etats-Unis d'Amérique: J. Wiley & Sons, 1995.

[8] M. Le Millier, « Fragilisation des aciers inoxydables austénitiques sous irradiation: évolution de la microstructure et amorçage de la corrosion sous contrainte assistée par l'irradiation en milieu REP », thèse, ENSMP, 2014.

[9] E. A. West et G. S. Was, « A model for the normal stress dependence of intergranular cracking of irradiated 316L stainless steel in supercritical water », *J. Nucl. Mater.*, vol. 408, p. 142‑152, 2011.

[10] D. R. Tice, V. Addepalli, K. J. Mottershead, M. G. Burke, F. Scenini, S. Lozano-Perez, et G. Pimentel, « Microstructural Effects on Stress Corrosion Initiation in Austenitic Stainless Steel in PWR Environments », *18th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems – Water Reactors*, Portland, USA, 2017, p. 775‑792.

[11] T. Couvant, L. Legras, A. Herbelin, A. Musienko, G. Ilbevare, D. Delafosse, G. Cailletaud et J. Hickling, « Development of Understanding of The Interaction between Localized deformation and SCC of Austenitic Stainless Steels Exposed to Primary Environment », *14th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems- Water Reactors*, Virginia Beach, USA, 2009, p. 182‑194.

[12] T. Fujii, K. Tohgo, Y. Mori, Y. Miura, et Y. Shimamura, « Crystallographic and mechanical investigation of intergranular stress corrosion crack initiation in austenitic stainless steel », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 751, p. 160‑170, 2019.

[13] Rollinbox, « Code RCC-M AFCEN – Matériels Mécaniques des îlots nucléaires REP », *AFCEN*.

[14] J. Bavay, « Aciers inoxydables austénitiques », *Aciers Inoxydables Éditions Phys.*, p. 565–610, 1990.

[15] F. B. Pickering, « Physical metallurgical development of stainless steels », *Proc Conf Stainl. Steels 84,* Goteborg, Sweden, 1984.

[16] J. Caballero Hinostroza, « Modélisation de l'amorçage de la Corrosion sous Contrainte en milieu primaire de l'alliage 600 », thèse, Université PSL, 2016.
[17] R. L. Tapping, R. D. Davidson, E. McAlpine, et D. H. Lister, « The composition and morphology of oxide films formed on type 304 stainless steel in lithiated high temperature water », *Corros. Sci.*, vol. 26, p. 563‑576, 1986.
[18] Y.-J. Kim, « Characterization of the Oxide Film Formed on Type 316 Stainless Steel in 288°C Water in Cyclic Normal and Hydrogen Water Chemistries », *Corrosion*, vol. 51, p. 849‑860, 1995.
[19] B. Stellwag, « The mechanism of oxide film formation on austenitic stainless steels in high temperature water », *Corros. Sci.*, vol. 40, p. 337‑370, 1998.
[20] S. E. Ziemniak et M. Hanson, « Corrosion behavior of 304 stainless steel in high temperature, hydrogenated water », *Corros. Sci.*, vol. 44, p. 2209‑2230, 2002.
[21] T. Terachi et K. Arioka, « Characterization of Oxide Film Behaviors on 316 Stainless Steels in High Temperature Water - Influence of Hydrogen and Oxygen Considerations for Initiation of SCC », *Corrosion 2006*, San Diego, USA, 2006.
[22] T. Terachi, K. Fujii, et K. Arioka, « Microstructural Characterization of SCC Crack Tip and Oxide Film for SUS 316 Stainless Steel in Simulated PWR Primary Water at 320°C », *J. Nucl. Sci. Technol.*, vol. 42, p. 225‑232, 2005.
[23] E. Herms, O. Raquet, L. Séjourné, et F. Vaillant, « SCC of cold-worked austenitic stainless steels exposed to PWR primary water conditions: susceptibility to initiation », *Eurocorr 2009*, Nice, France, 2009.
[24] X. Zhong, S. C. Bali, et T. Shoji, « Effects of dissolved hydrogen and surface condition on the intergranular stress corrosion cracking initiation and short crack growth behavior of non-sensitized 316 stainless steel in simulated PWR primary water », *Corros. Sci.*, vol. 118, p. 143‑157, 2017.
[25] Y.-J. Huang, T. Yamaguchi, H. Murai, H. Sugino, T. Nakajima, M. Nono, K. Kawakita et A. Kimura, « SCC susceptibility of solution-annealed 316L SS in hydrogenated hot water below 288 °C », *Corros. Sci.*, vol. 145, p. 1‑9, 2018.
[26] E. Herms, M. Rousseau, et F. Vaillant, « Initiation of SCC on cold-work austenitic stainless steel in PWR primary water conditions », *Eurocorr 2011*, Stockholm, Sweden, 2011.
[27] M. Nakahara et T. Shoji, « Stress Corrosion Cracking Susceptibility of Nickel-Molybdenum Alloys by Slow Strain Rate and Immersion Testing », *Corrosion*, vol. 52, p. 634‑642, 1996.
[28] X. Zhong, S. C. Bali, et T. Shoji, « Accelerated test for evaluation of intergranular stress corrosion cracking initiation characteristics of non-sensitized 316 austenitic stainless steel in simulated pressure water reactor environment », *Corros. Sci.*, vol. 115, p. 106‑117, 2017.
[29] M. Touzet, M. Puiggali, M. Cid, et D. Desjardins, « The characterization of damage in SCC by an electrochemical impedance and statistical study of multiple cracking », *Corros. Sci.*, vol. 36, p. 815‑825, 1994.
[30] F. Vaillant, T. Couvant, J.-M. Boursier, C. Amzallag, Y. Rouillon, et O. Raquet, « Stress Corrosion Cracking of Cold Worked Austenitic Stainless Steels in Laboratory Primary PWR Environment », *Pressure Vessels and Piping Conference*, Chicago, Illinois, 2008, p. 51‑63.
[31] S. W. Sharkawy, Z. Xia, et Z. Szklarska-Smialowska, « Stress corrosion cracking of AISI 304 and 316 stainless steels in lithiated water at 350°C », *J. Nucl. Mater.*, vol. 195, p. 184‑190, 1992.

[32] J. H. Schmitt, E. Aernoudt, et B. Baudelet, « Yield loci for polycrystalline metals without texture », *Mater. Sci. Eng.*, vol. 75, p. 13‑20, 1985.

[33] F. Scenini, J. Lindsay, L. Chang, Y. L. Wang, M.G. Burke, S. Lozano-Perez, G. Pimentel, D. Tice, K. Mottershead et V. Addepalli, « Oxidation and SCC Initiation Studies of Type 304L SS in PWR Primary Water », *18th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems–Water Reactors*, Portland, USA, 2017, p. 793–810.

[34] H. Abe et Y. Watanabe, « Role of δ-ferrite in stress corrosion cracking retardation near fusion boundary of 316NG welds », *J. Nucl. Mater.*, vol. 424, p. 57‑61, 2012.

[35] T. Fujii, K. Tohgo, Y. Mori, et Y. Shimamura, « Crystallography of intergranular corrosion in sensitized austenitic stainless steel », *Mater. Charact.*, vol. 144, p. 219‑226, 2018.

[36] T. Liu, S. Xia, Q. Bai, B. Zhou, L. Zhang, Y. Lu et T. Shoji, « Three-dimensional study of grain boundary engineering effects on intergranular stress corrosion cracking of 316 stainless steel in high temperature water », *J. Nucl. Mater.*, vol. 498, p. 290‑299, 2018.

[37] A. King, G. Johnson, D. Engelberg, W. Ludwig, et J. Marrow, « Observations of Intergranular Stress Corrosion Cracking in a Grain-Mapped Polycrystal », *Science*, vol. 321, n° 5887, p. 382‑385, 2008.

[38] K. Kako, Y. Miyahara, T. Arai, et M. Mayuzumi, « Effect of grain size on stress corrosion cracking of austenitic stainless steel in high temperature water », *Denryoku Chuo Kenkyusho Hokoku*, p. 1‑4, 2009.

[39] W. Zhang, K. Fang, Y. Hu, S. Wang, et X. Wang, « Effect of machining-induced surface residual stress on initiation of stress corrosion cracking in 316 austenitic stainless steel », *Corros. Sci.*, vol. 108, p. 173‑184, 2016.

[40] S. Cissé, L. Laffont, B. Tanguy, M.-C. Lafont, et E. Andrieu, « Effect of surface preparation on the corrosion of austenitic stainless steel 304L in high temperature steam and simulated PWR primary water », *Corros. Sci.*, vol. 56, p. 209‑216, 2012.

[41] R. Obata, M. Koshiishi, H. Anzai, K. Nakade, S. Ooki, et S. Suzuki, « Correlation between oxide film and stress corrosion cracking susceptibility of surface cold worked L-grade stainless steels », *14th Int. Conf. on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems—Water Reactors*, Virginia Beach, USA,2009, p. 622.

[42] L. Chang, L. Volpe, Y. L. Wang, M. G.Burke, A. Maurotto, D. Tice, S. Lozano-Perez et F. Scenini, « Effect of machining on stress corrosion crack initiation in warm-forged type 304L stainless steel in high temperature water », *Acta Mater.*, vol. 165, p. 203‑214, 2019.

[43] G. Pimentel, D.R. Tice, V. Addepalli, M.G. Burke, F. Scenini, J. Lindsay, Y. L. Wang et S. Lozano-Perez, « High-Resolution Characterisation of Austenitic Stainless Steel in PWR Environments: Effect of Strain and Surface Finish on Crack Initiation and Propagation », *18th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems – Water Reactors*, Portland, USA, 2017, p. 829‑847.

[44] R. W. Staehle, « Quantitative micro-nano (QMN) approach to SCC mechanism and prediction-starting a third meeting », *15th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems—Water Reactors*, Colorado Springs, USA, 2011, p. 1535–1629.

[45] L. Chang, M. G. Burke, et F. Scenini, « Stress corrosion crack initiation in machined type 316L austenitic stainless steel in simulated pressurized water reactor primary water », *Corros. Sci.*, vol. 138, p. 54‑65, 2018.

[46] K. Kruska, S. Lozano-Perez, D. W. Saxey, T. Terachi, T. Yamada, et G. D. W. Smith, « Nanoscale characterisation of grain boundary oxidation in cold-worked stainless steels », *Corros. Sci.*, vol. 63, p. 225‑233, 2012.

[47] T. Shoji, « Progress in the mechanistic understanding of BWR SCC and its implication to the prediction of SCC growth behavior in plants », *11th Int. Symp. on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems-Water Reactors, Stevenson, USA,* 2003.

[48] T. Fujii, R. Yamakawa, K. Tohgo, et Y. Shimamura, « Strain-based approach to investigate intergranular stress corrosion crack initiation on a smooth surface of austenitic stainless steel », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 756, p. 518‑527, 2019.

[49] T. Couvant, L. Legras, C. Pokor, F. Vaillant, Y. Brechet, et J.-M. Boursier, « Investigations on the mechanisms of PWSCC of strain hardened austenitic stainless steels », *13th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System - Water Reactors.*, Whistler, Canada, 2007.

[50] E. A. West, M. D. McMurtrey, Z. Jiao, et G. S. Was, « Role of Localized Deformation in Irradiation-Assisted Stress Corrosion Cracking Initiation », *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 43, p. 136‑146, 2012.

[51] E. A. West et G. S. Was, « Strain incompatibilities and their role in intergranular cracking of irradiated 316L stainless steel », *J. Nucl. Mater.*, vol. 441, p. 623‑632, 2013.

[52] Z. Jiao et G. S. Was, « Impact of localized deformation on IASCC in austenitic stainless steels », *J. Nucl. Mater.*, vol. 408, p. 246‑256, 2011.

[53] E. A. West, « Influence of Local Stress and Strain on Intergranular Cracking of 316L Stainless Steel in Supercritical Water », thèse, University of Michigan, 2010.

[54] A. Stratulat, J. A. Duff, et T. J. Marrow, « Grain boundary structure and intergranular stress corrosion crack initiation in high temperature water of a thermally sensitised austenitic stainless steel, observed in situ », *Corros. Sci.*, vol. 85, p. 428‑435, 2014.

[55] T. Couvant, D. Haboussa, S. Meunier, G. Nicolas, E. Julan, K. Sato et F. Delabrouille, « A simulation of IGSCC of austenitic stainless steels exposed to primary water », *17th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems—Water Reactors,* Ottawa, Canada, 2015, p. 1987–2008.

[56] M. Wehbi, « Modélisation de l'amorçage de la corrosion sous contrainte dans les alliages base nickel 182 et 82 en milieu primaire des réacteurs à eau sous pression », thèse, ENSMP, 2014.

[57] T. Couvant, M. Wehbi, C. Duhamel, J. Crépin, et R. Munier, « Development of a local model to predict SCC: preliminary calibration of parameters for nickel alloys exposed to primary water », *17th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Systems-Water Reactors*, Ottawa, Canada, 2015.

[58] T. Couvant, J. Caballero, C. Duhamel, J. Crépin, et T. Maeguchi, « Calibration of the local IGSCC engineering model for alloy 600 », *18th Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems*, Portland, USA, 2017, p. 295–317.

[59] A. G. Evans, « Microfracture from thermal expansion anisotropy—I. Single phase systems », *Acta Metall.*, vol. 26, p. 1845‑1853, 1978.

[60] N. Laws et J. C. Lee, « Microcracking in polycrystalline ceramics : Elastic isotropy and thermal anisotropy », *J. Mech. Phys. Solids*, vol. 37, p. 603‑618, 1989.
[61] T. Fujii, Y. Akiniwa, et T. Amata, « Brittle fracture analysis of porous ceramics based on initiation of micro damages », *J. Soc. Mater. Sci. Jpn.*, vol. 56, p. 244–251, 2007.
[62] B.-N. Kim, H. Naitoh, S. Wakayama, et M. Kawahara, « Simulation of microfracture process and fracture strength in 2-dimensional polycrystalline materials », *JSME Int. J. Ser Mech. Mater. Eng.*, vol. 39, p. 548–554, 1996.
[63] T. Angel, « Formation of martensite in austenitic stainless steels », *J Iron Steel Inst*, vol. 177, p. 165–174, 1954.
[64] G. Eickleman et F. Hull, « The Effects of Composition on the Temperature of Spontaneous Transformation of Austenite to Martensite in 18/8 Type Stainless Steels », *Trans Am Soc Met.*, vol. 45, p. 77–104, 1953.
[65] M. Maisonneuve, C. Duhamel, C. Guerre, J. Crepin, et I. de Curières, « Effect of oxygenated transients on oxidation and SCC of predeformed stainless steels in PWR primary water », *19th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems — Water Reactors*, Boston, USA, 2019.
[66] W. Karlsen, G. Diego, et B. Devrient, « Localized deformation as a key precursor to initiation of intergranular stress corrosion cracking of austenitic stainless steels employed in nuclear power plants », *J. Nucl. Mater.*, vol. 406, p. 138‑151, 2010.
[67] « RCC-MR, Tome I, Volume Z, Annexe A3 », 2007.
[68] J. Lemaitre et J. L. Chaboche, *Mécanique des Materiaux Solides (2nd éd.) Dunod*. Paris, 1988.
[69] F. Laroudie, C. Tassin, et M. Pons, « Hardening of 316L stainless steel by laser surface alloying », *J. Mater. Sci.*, vol. 30, p. 3652‑3657, 1995.
[70] S. A. Maloy M.R. James, G. Willcutt, W.F. Sommer, M. Sokolov, L. L. Snead, M. L. Hamilton et F. Garner, « The mechanical properties of 316L/304L stainless steels, Alloy 718 and Mod 9Cr–1Mo after irradiation in a spallation environment », *J. Nucl. Mater.*, vol. 296, p. 119‑128, 2001.
[71] C. Tassin, F. Laroudie, M. Pons, et L. Lelait, « Improvement of the wear resistance of 316L stainless steel by laser surface alloying », *Surf. Coat. Technol.*, vol. 80, p. 207‑210, 1996.
[72] M. Maisonneuve, « Effet de transitoires oxygénés sur l'oxydation et la corrosion sous contrainte d'un acier inoxydable 316L écroui en milieu primaire des réacteurs à eau sous pression », thèse, Université PSL, 2020.
[73] M. Sutton, C. Mingqi, W. Peters, Y. Chao, et S. McNeill, « Application of an optimized digital correlation method to planar deformation analysis », *Image Vis. Comput.*, vol. 4, p. 143‑150, 1986.
[74] W. H. Peters et W. F. Ranson, « Digital Imaging Techniques In Experimental Stress Analysis », *Opt. Eng.*, vol. 21, p. 213427, 1982.
[75] T. C. Chu, W. F. Ranson, et M. A. Sutton, « Applications of digital-image-correlation techniques to experimental mechanics », *Exp. Mech.*, vol. 25, p. 232‑244, 1985.
[76] P. Doumalin, « Microextensométrie locale par correlation d'images numériques. Application aux études micromécaniques par microscopie électronique à balayage. », thèse, Ecole Polytechnique, 2000.

[77] L. Verchère, « Amorçage de fissures de corrosion sous contrainte dans les aciers inoxydables écrouis en milieu primaire des réacteurs nucléaires de type REP », MINES ParisTech & CEA, stage, 2016.
[78] Y. Huang, « A User-Material Subroutine Incorporating Single Crystal Plasticity in the ABAQUS Finite Element Program », *Mech Rep.*, vol. 178, 1991.
[79] A. C. E. Reid, R. C. Lua, R. E. Garcia, V. R. Coffman, et S. A. Langer, « Modelling Microstructures with OOF2 », *Int. J. Mater. Prod. Technol.*, vol. 35, p. 361, 2009.
[80] « OOF2 ». [En ligne]. Disponible sur: https://www.ctcms.nist.gov/oof/oof2/.
[81] « python script for abaqus to create geometry from 3D Orphan mesh ». [En ligne]. Disponible sur: https://www.tugraz.at/fileadmin/user_upload/Institute/IWB/Lehre/Software/ABAQUS/abq3Dmesh2geom.py.
[82] G. I. Taylor, « Plastic strain in metals », *J Inst Met.*, vol. 62, p. 307‑324, 1938.
[83] R. J. Asaro, « Crystal Plasticity », *J. Appl. Mech.*, vol. 50, p. 921‑934, 1983.
[84] R. Hill et J. R. Rice, « Constitutive analysis of elastic-plastic crystals at arbitrary strain », *J. Mech. Phys. Solids*, vol. 20, p. 401‑413, 1972.
[85] E. Schmid et W. Boas, « Plasticity of crystals », 1950.
[86] F. J. Harewood et P. E. McHugh, « Investigation of finite element mesh independence in rate dependent materials », *Comput. Mater. Sci.*, vol. 37, p. 442‑453, 2006.
[87] X. You, T. Connolley, P. E. McHugh, H. Cuddy, et C. Motz, « A combined experimental and computational study of deformation in grains of biomedical grade 316LVM stainless steel », *Acta Mater.*, vol. 54, p. 4825‑4840, 2006.
[88] J. P. McGarry, B. P. O'Donnell, P. E. McHugh, E. O'Cearbhaill, et R. M. McMeeking, « Computational Examination of the Effect of Material Inhomogeneity on the Necking of Stent Struts Under Tensile Loading », *J. Appl. Mech.*, vol. 74, p. 978, 2007.
[89] F. J. Harewood et P. E. McHugh, « Modeling of Size Dependent Failure in Cardiovascular Stent Struts under Tension and Bending », *Ann. Biomed. Eng.*, vol. 35, p. 1539‑1553, 2007.
[90] O. J. McCarthy, J. P. McGarry, et S. B. Leen, « A finite element study of microstructure-sensitive plasticity and crack nucleation in fretting », *Comput. Mater. Sci.*, vol. 50, p. 2439‑2458, 2011.
[91] O. J. McCarthy, J. P. McGarry, et S. B. Leen, « Microstructure-sensitive prediction and experimental validation of fretting fatigue », *Wear*, vol. 305, p. 100‑114, 2013.
[92] J. A. Grogan, S. B. Leen, et P. E. McHugh, « Influence of statistical size effects on the plastic deformation of coronary stents », *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, vol. 20, p. 61‑76, 2013.
[93] O. J. McCarthy, J. P. McGarry, et S. B. Leen, « The effect of grain orientation on fretting fatigue plasticity and life prediction », *Tribol. Int.*, vol. 76, p. 100‑115, 2014.
[94] W. Zhuang et J. Lin, « Modelling of micro tubes hydroforming processes », *2009 International Conference on Mechatronics and Automation*, Changchun, China, 2009, p. 4661‑4665.
[95] S. Wang, W. Zhuang, D. S. Balint, et J. Lin, « A crystal plasticity study of the necking of micro-films under tension », *J. Multiscale Model.*, vol. 01, p. 331‑345, 2009.

[96] W. Zhuang, S. Wang, J. Cao, J. Lin, et C. Hartl, « Modelling of localised thinning features in the hydroforming of micro-tubes using the crystal-plasticity FE method », *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 47, p. 859‑865, 2010.

[97] J. Cao, W. Zhuang, S. Wang, et J. Lin, « Development of a VGRAIN system for CPFE analysis in micro-forming applications », *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 47, p. 981‑991, 2010.

[98] S. Wang, W. Zhuang, J. Cao, et J. Lin, « An investigation of springback scatter in forming ultra-thin metal-sheet channel parts using crystal plasticity FE analysis », *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 47, p. 845‑852, 2010.

[99] W. Zhuang, S. Wang, D. Balint, et J. Lin, « Crystal Plasticity Finite Element Process Modeling for Hydro-forming Micro-tubular Components », *Chin. J. Mech. Eng.*, vol. 24, p. 1, 2011.

[100] D. Gonzalez, J. F. Kelleher, J. Quinta da Fonseca, et P. J. Withers, « Macro and intergranular stress responses of austenitic stainless steel to 90° strain path changes », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 546, p. 263‑271, 2012.

[101] I. Simonovski, K.-F. Nilsson, et L. Cizelj, « The influence of crystallographic orientation on crack tip displacements of microstructurally small, kinked crack crossing the grain boundary », *Comput. Mater. Sci.*, vol. 39, p. 817‑828, 2007.

[102] I. Simonovski et L. Cizelj, « Automatic parallel generation of finite element meshes for complex spatial structures », *Comput. Mater. Sci.*, vol. 50, p. 1606‑1618, 2011.

[103] A. Ahmadi, N. Shayesteh Moghaddam, M. Elahinia, H. E. Karaca, et R. Mirzaeifar, « Finite Element Modeling of Selective Laser Melting 316L Stainless Steel Parts for Evaluating the Mechanical Properties », *Pressure Vessels and Piping Conference*, Vancouver, Canada, 2016.

[104] K. Okamoto, A. Yoshinari, J. Kaneda, Y. Aono, et T. Kato, « Production and Property Evaluation of Single Crystal Austenitic Stainless Steels », *Mater. Trans. JIM*, vol. 41, p. 806‑814, 2000.

[105] L. Gélébart, C. Chateau, et M. Bornert, « Conditions aux limites mixtes normales - Normal Mixed Uniform Boundary Conditions for mechanical homogenization », *Congrès français de mécanique,* Courbevoie, France, 2009.

[106] S. Hazanov et M. Amieur, « On overall properties of elastic heterogeneous bodies smaller than the representative volume », *Int. J. Eng. Sci.*, vol. 33, p. 1289‑1301, 1995.

[107] Q. Huang, Y. Charles, C. Duhamel, M. Gasperini, et J. Crepin, « Mechanical Fields on Cross-Shaped Specimens for Stress Corrosion Cracking of Cold-Worked Austenitic Stainless Steels », *Materials Science Forum*, vol. 941, p. 1722-1727, 2018.

[108] T. Couvant, « Corrosion sous contrainte en milieu primaire REP de l'acier inoxydable austénitique écroui 304L », Thèse, Ecole des Mines de Saint-Etienne, 2003.

[109] L. Tribouilloy, « Etude de la propagation par corrosion sous contrainte des aciers inoxydables austénitiques écrouis en milieu primaire de REP: vers un modèle d'amorçage », Thèse, Université de Bordeaux I, 2007.

[110] E. Héripré *et al.*, « Coupling between experimental measurements and polycrystal finite element calculations for micromechanical study of metallic materials », *Int. J. Plast.*, vol. 23, p. 1512‑1539, 2007.

[111] T. Hoc, J. Crépin, L. Gélébart, et A. Zaoui, « A procedure for identifying the plastic behavior of single crystals from the local response of polycrystals », *Acta Mater.*, vol. 51, p. 5477‑5488, 2003.

[112] M. Le Millier *et al.*, « Irradiation assisted stress corrosion cracking of stainless steels in a PWR environment (A combined approach) », *15th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems — Water Reactors*, Colorado Springs, USA, 2011, p. 1293‑1307.

[113] E. A. West et G. S. Was, « A model for the normal stress dependence of intergranular cracking of irradiated 316L stainless steel in supercritical water », *J. Nucl. Mater.*, vol. 408, p. 142‑152, 2011.

[114] V. Y. Gertsman et S. M. Bruemmer, « Study of grain boundary character along intergranular stress corrosion crack paths in austenitic alloys », *Acta Mater.*, vol. 49, p. 1589‑1598, 2001.

[115] K. Kruska, D. Saxey, T. Terachi, T. Yamada, P. Chou, O. Calonne, L. Fournier, G. D. W. Smith et S. Lozano-Perez« Atom-probe tomography of surface oxides and oxidized grain boundaries in alloys from nuclear reactors », *MRS Online Proc. Libr. Arch.*, vol. 1514, p. 107‑118, ed 2013.

[116] A. Herbelin, T. Couvant, L. Legras, D. Delafosse, et G. Ilbevare, « Oxidation of austenitic stainless steels in PWR primary water », *European Corrosion Congress 2009,* Nice, France, 2009, vol. 3, p. 1592‑1608.

[117] « Abaqus Keywords Reference Guide (6.13) ». [En ligne]. Disponible sur: http://dsk.ippt.pan.pl/docs/abaqus/v6.13/books/key/default.htm.

[118] M. Maisonneuve, « Oxydation et corrosion sous contrainte d'aciers inoxydables écrouis en milieu primaire des réacteurs à eau sous pression : effet de l'oxygène dissous », *Matériaux 2018*, Strasbourg, France, 2018.

[119] S. Ren, « Mesures de champs et simulations par élément finis de l'interaction entre vieillissement dynamique et endommagement dans les alliages métalliques », thèse, Université PSL, 2018.

[120] A. Villani, E. P. Busso, et S. Forest, « Field theory and diffusion creep predictions in polycrystalline aggregates », *Model. Simul. Mater. Sci. Eng.*, vol. 23, p. 055006, 2015.

[121] Y. Aoyagi et Y. Kaji, « Crystal Plasticity Simulation Considering Oxidation along Grain Boundary and Effect of Grain Size on Stress Corrosion Cracking », *Mater. Trans.*, vol. 53, p. 161‑166, 2012.

[122] « Correlated Solutions – VIC-2D ». [En ligne]. Disponible sur: https://www.correlatedsolutions.com/vic-2d/.

[123] « Abaqus 6.11 Documentation ». [En ligne]. Disponible sur: http://130.149.89.49:2080/v6.11/index.html.

Annexes

7 Annexes

7.1 Corrélation d'image

Les principales étapes pour la corrélation d'images sont :

1. la préparation des échantillons

2. l'enregistrement des images, dans la même configuration de référence, avant et après chargement mécanique

3. l'utilisation d'un logiciel de traitement d'images pour obtenir les positions des points homologues, puis la mesure des champs de déplacement entre les différentes étapes, puis de déformation et de rotation.

Les méthodes de préparation des échantillons et celles d'enregistrement des images dans les étapes 1 et 2 sont différentes suivant le moyen d'observation retenu (caméra CCD ou MEB). Ces différences sont expliquées dans les parties 3.2.1 et 4.2.6.1. Les logiciels utilisés sont Vic-2D v6 et Vic-3D v7 de Correlated Solutions Inc. [122].

Pour la corrélation, l'image est d'abord découpée en imagettes (paramètre 'subset' dans le logiciel de corrélation). La corrélation entre l'imagette de référence et l'imagette déformée est réalisée par similitude des niveaux de gris à retrouver dans la même zone. Une fois la même imagette trouvée dans les deux images, la corrélation est réalisée sur les pixels de cette imagette. L'espacement des pixels analysés (dans l'imagette) lors de la corrélation est contrôlée par un paramètre 'step' dans le logiciel. Pour obtenir des données indépendantes et non répétitives, la taille de 'step' recommandée dans le logiciel est d'environ 1/3∼1/4 de la taille d'imagette.

La taille d'une imagette doit être suffisamment importante pour qu'il y ait suffisamment d'informations en niveaux de gris dans l'imagette pour se distinguer des autres imagettes (facilitant ainsi la reconnaissance). En revanche, une taille d'imagette trop grande entraîne une réduction du nombre d'imagettes dans l'image et donc diminue le nombre de points de mesure et par conséquent la résolution spatiale de la mesure. Le choix de la taille d'imagettes est le résultat d'un compromis.

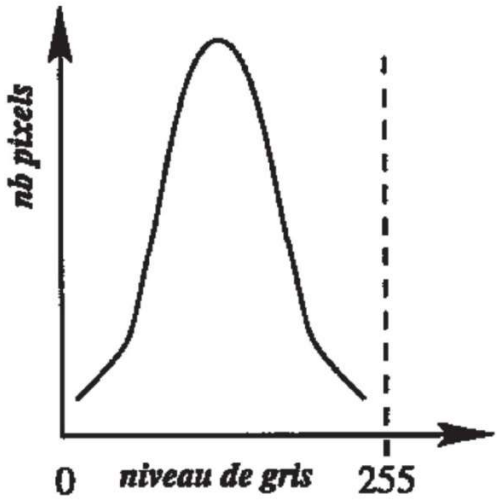

Figure 7-1: Histogramme idéal de la répartition des niveaux de gris de l'image codée en 8 bits [76].

La mesure par corrélation d'images dépend fortement de la qualité des images. En même temps, la distribution des niveaux de gris joue aussi un rôle important dans la corrélation. D'après la littérature [76], la distribution doit idéalement éviter toute saturation et être répartie sur l'ensemble des 256 niveaux de gris pour une image 8 bits. La Figure 7-1 présente la distribution idéale des niveaux de gris pour les images de corrélations.

7.2 Microgrilles

7.2.1 Méthode de dépôt

La méthode de dépôt se compose de six étapes :

1. Dépôt de résine

   La résine utilisée est du PMMA (polyméthacrylate de méthyle), déposée sous forme monomère liquide à température ambiante et étalée par spin-coating.

2. Polymérisation

   L'éprouvette est ensuite passée à l'étuve à 140°C pendant 30 minutes afin de polymériser le film de résine.

3. Gravure

   L'échantillon pourvu de résine est installé dans le MEB-FEG. La résine est irradiée par le faisceau d'électrons selon un motif prédéfini. Un module de lithographie permet de contrôler le balayage du faisceau en lui fournissant ce motif. Sous l'effet de la dégradation engendrée par l'irradiation, les chaînes polymères sont localement rompues.

4. Dissolution du monomère

On utilise ensuite un révélateur, qui n'élimine que la résine irradiée et conserve la résine non irradiée. Il s'agit d'un mélange ¾ propanol, ¼ éthylméthylcétone. L'échantillon est enfin rincé à l'éthanol. Au terme de cette étape, l'échantillon est recouvert d'une couche de résine, sauf dans les canaux du motif, où le substrat est nu.

5. Dépôt Au-Pd

Le dépôt d'or-palladium est effectué par pulvérisation cathodique et vaporisation sous vide. À l'aide d'une balance à quartz, nous déposons environ 1 nm de métal sur toute la surface de l'échantillon par pulvérisation cathodique. Après, nous déposons une dizaine de nm de l'alliage par vaporisation sous vide. L'or-palladium recouvre la résine restante et le substrat nu.

6. Dissolution du polymère

La dernière étape consiste à nettoyer l'échantillon de la résine restante. L'or-palladium qui recouvre cette résine est alors éliminé, et ne reste que celui qui a adhéré au substrat. Le solvant utilisé pour dissoudre le PMMA restant est l'acétate d'éthyle. L'échantillon est ensuite lavé à l'acétone, puis à l'éthanol, pour s'assurer d'une surface vierge de tout reste de polymère avant la mise en autoclave.

7.2.2 Optimisation de la procédure de lithographie

Afin d'obtenir le meilleur compromis entre finesse des motifs, pas du motif et surface recouverte (taille du champ), il nous faut optimiser les paramètres et conditions de dépôt.

Les étapes 1, 2, 4 et 6 de la partie 7.2.1 ne seront pas travaillées. Seuls les paramètres influençant les étapes 3 (gravure) et 5 (dépôt d'or-palladium) seront discutées dans cette étude.

7.2.2.1 Critère d'optimisation

La Figure 7-2 présente un exemple d'une microgrille avant optimisation des paramètres. Si la technique de corrélation d'images peut être utilisée sur cette grille, des erreurs de positionnement de certains points homologues sont à attendre du fait de la grossièreté des barreaux versus la taille de l'imagette. Il y a, de plus, des carrés remplis par l'or-palladium, ce qui modifie le marquage. La reproductibilité des grilles doit aussi optimisée.

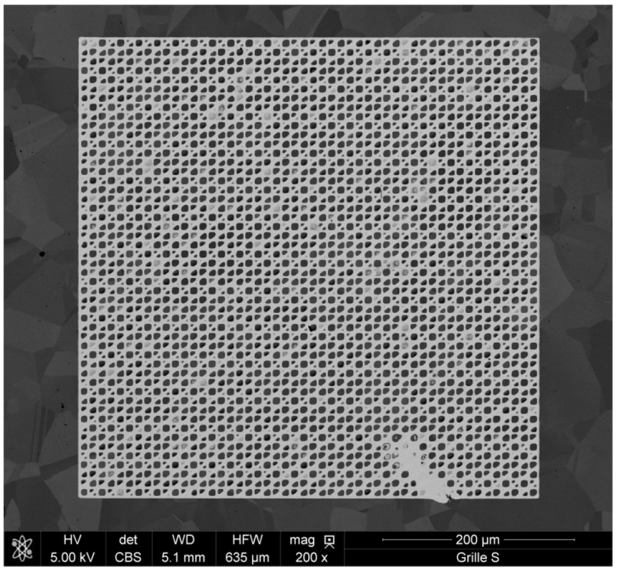

Figure 7-2: Exemple de grille lithographiée avant optimisation.

Critère d'optimisation de la lithographie :

1. pas de microgrille : la finesse du pas conditionne la résolution spatiale de la mesure de champ. Cependant, un pas très petit, pour une taille de barreaux donnée qui est de l'ordre de la centaine de nm, peut conduire à un recouvrement total de la zone (surface entre deux barreaux), ce qui se traduit par la perte d'hétérogénéité de niveaux de gris dans l'imagette et une impossibilité d'utiliser les algorithmes de corrélation d'images.

2. le motif doit être aléatoire : d'après le principe décrit dans la partie 7.1, la corrélation des points homologues à partir des imagettes de référence et déformée est réalisée par minimisation de l'écart de niveaux de gris (en dessous d'un certain critère) entre les deux zones. Une périodicité du motif rend les nœuds de la grille (et les imagettes) trop similaires les un(e)s aux autres, ce qui peut conduire à des sauts de points homologues, donc des erreurs sur la mesure du champ de déplacement et par voie de conséquence du champ de déformation.

3. surface couverte par le dépôt d'Au-Pd : quand l'aire couverte par le dépôt d'Au-Pd est grande (par exemple, les barreaux de microgrille sont épais ou l'or-palladium recouvre en partie des carreaux), la microstructure de l'échantillon sous-jacente est inobservable, ce qui n'est pas compatible avec notre méthodologie qui cherche à corréler la microstructure (grains et joints de grains), les mécanismes de déformation, et les valeurs de déformation locale. À l'inverse, quand l'aire couverte par le dépôt d'Au-Pd est très faible, par exemple, l'épaisseur de barreaux de microgrille est fine, la corrélation d'images en utilisant l'image de la microgrille après l'essai de CSC ne peut pas être réalisée car une importante partie des barreaux est enlevée pendant l'essai du fait de l'oxydation de la surface de l'échantillon.

4. reproductibilité : il faut utiliser les mêmes paramètres de lithographie sur différentes zones et regarder la reproductibilité des microgrilles. Si les images MEB pour ces microgrilles sont similaires, les paramètres peuvent être considérés comme étant reproductibles.

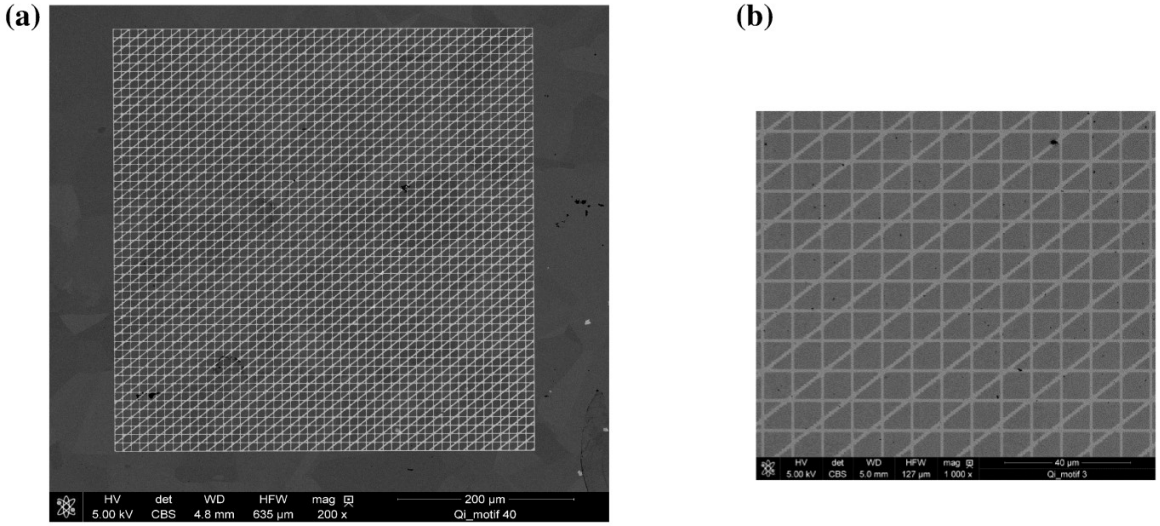

Figure 7-3: (a) Image MEB d'une grille après optimisation. (b) Zoom de cette grille.

L'optimisation des conditions de lithographie au MEB ainsi que les conditions de dépôt d'Au-Pd permettant d'obtenir des microgrilles de bonne qualité vont être présentées. Une microgrille après optimisation est montrée sur la Figure 7-3.

7.2.2.2 Gravure

Les conditions de pilotage du faisceau sont définies dans un module de contrôle du MEB. Il s'agit de :

1. loop time : la durée d'une boucle,
2. dwell time : temps de gravure d'un point,
3. number of passes : le nombre de passages,
4. total V. sput. : le volume total d'abrasion,
5. Z : la profondeur de gravure équivalente,
6. total D. : le diamètre total de gravure.

La durée d'une boucle est une fonction du temps de gravure d'un point et du nombre de passages. Ici, une boucle décrit un barreau de microgrille. Le volume total d'abrasion dépend de la profondeur de gravure équivalente et du diamètre de la gravure.

La Figure 7-4(a), qui est une partie de la Figure 7-2, montre une microgrille avant l'optimisation avec une épaisseur de barreau horizontale et verticale comprise entre 1800 nm et 1900 nm. Comme cette figure le montre, l'or-palladium couvre une grande partie de la surface et une partie des carreaux est recouverte par l'or-palladium, ce qui nuira à la corrélation d'images.

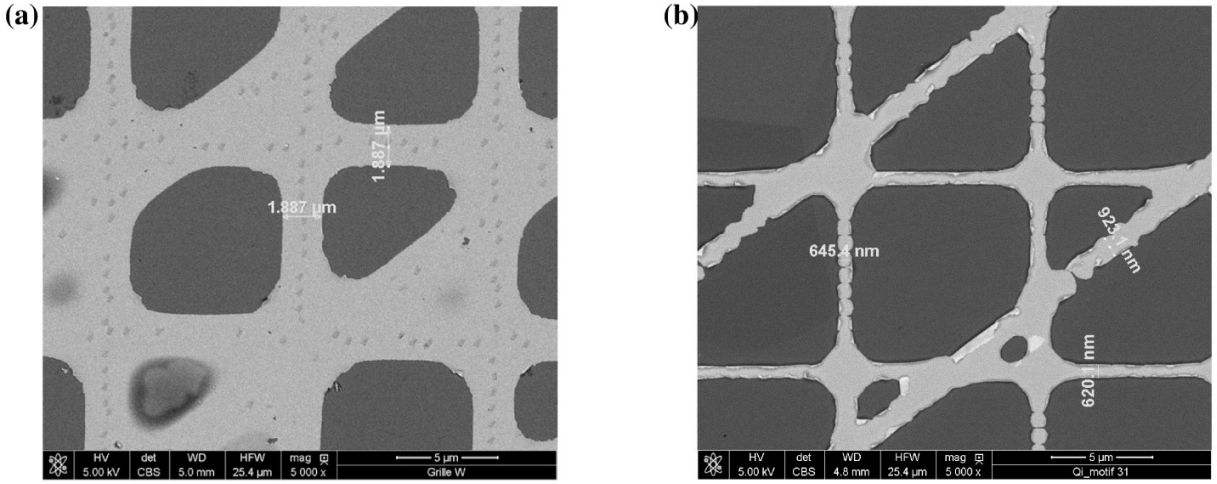

Figure 7-4: Épaisseur de barreau (a) avant optimisation, (b) après optimisation.

Les paramètres optimisés pour ce module de lithographie et les paramètres du MEB sont donnés dans le Tableau 7-2.

Paramètres du module lithographie								Paramètres de MEB	
Z	Dwell time	Loop time	Number of passes	Total D	Total V. sput.	Current	Total time	Spot	Diaphragme
µm	µs	s		nm	$\mu m^3/s$	pA	s		
7.6^{e}-5	1200	77	1	9.3	0.23	1150-1170	77	3.6	3

Tableau 7-1: Conditions optimales de lithographie pour l'étape de gravure.

7.2.2.3 Dépôt Au-Pd

Avant l'optimisation, on utilise la pulvérisation cathodique pour réaliser le dépôt d'or-palladium. Mais comme la Figure 7-4 le montre, certains des carrés de la microgrille sont partiellement recouverts par le dépôt. Ce phénomène pourrait provenir d'un dépôt d'or-palladium trop épais ou trop adhérent suite à l'étape de pulvérisation.

Nous avons donc choisi de coupler la pulvérisation cathodique à l'évaporation sous vide. Différentes épaisseurs d'or-palladium au cours des étapes de vaporisation et de pulvérisation ont été testées et sont données dans le Tableau 7-2. Les conditions optimisées sont associées avec un « oui ». Pour les autres épaisseurs, soit la microgrille a disparu après la dissolution du polymère, soit l'épaisseur est trop importante et certains carrés sont recouverts par le dépôt.

	Épaisseur de vaporisation (nm)				
Épaisseur de pulvérisation (nm)		9,2	12,8	15,7	19,6
	0	/	/	/	Non
	0,5	**Oui**	/	**Oui**	Non
	0,8	**Oui**	**Oui**	Non	/
	1	**Oui**	**Oui**	Non	Non
	1,2	**Oui**	Non	Non	Non

Tableau 7-2: Conditions pour l'étape de dépôt d'Au-Pd.

7.3 Outils numériques : calculs par éléments finis

L'outil numérique, Abaqus/Standard 6.11 [123], est utilisé pour la simulation par éléments finis. Des calculs sont réalisés à l'échelle macroscopique et à celle du polycristal pour différentes éprouvettes.

Dans un premier temps, l'outil Abaqus va être décrit ; les fichiers nécessaires pour les calculs et leurs fonctions vont être précisés, de même que les processus de résolution.

Enfin, les différences entre les calculs à l'échelle macroscopique et à l'échelle du polycristal vont être présentées.

7.3.1 Présentation des outils

Abaqus est un ensemble de programme de simulation par éléments finis, qui est utilisé très largement. La Figure 7-5 montre le processus de résolution des problèmes dans cette étude. On utilise l'interface graphique Abaqus/CAE pour créer le modèle, la géométrie, la loi de comportement, les conditions aux limites, les paramètres de sortie et les maillages. Parfois, des étapes vont être réalisées à l'aide de script python ou de techniques internes à Abaqus (par exemple, les procédures utilisateurs en fortran ou la technique de sub-modeling).

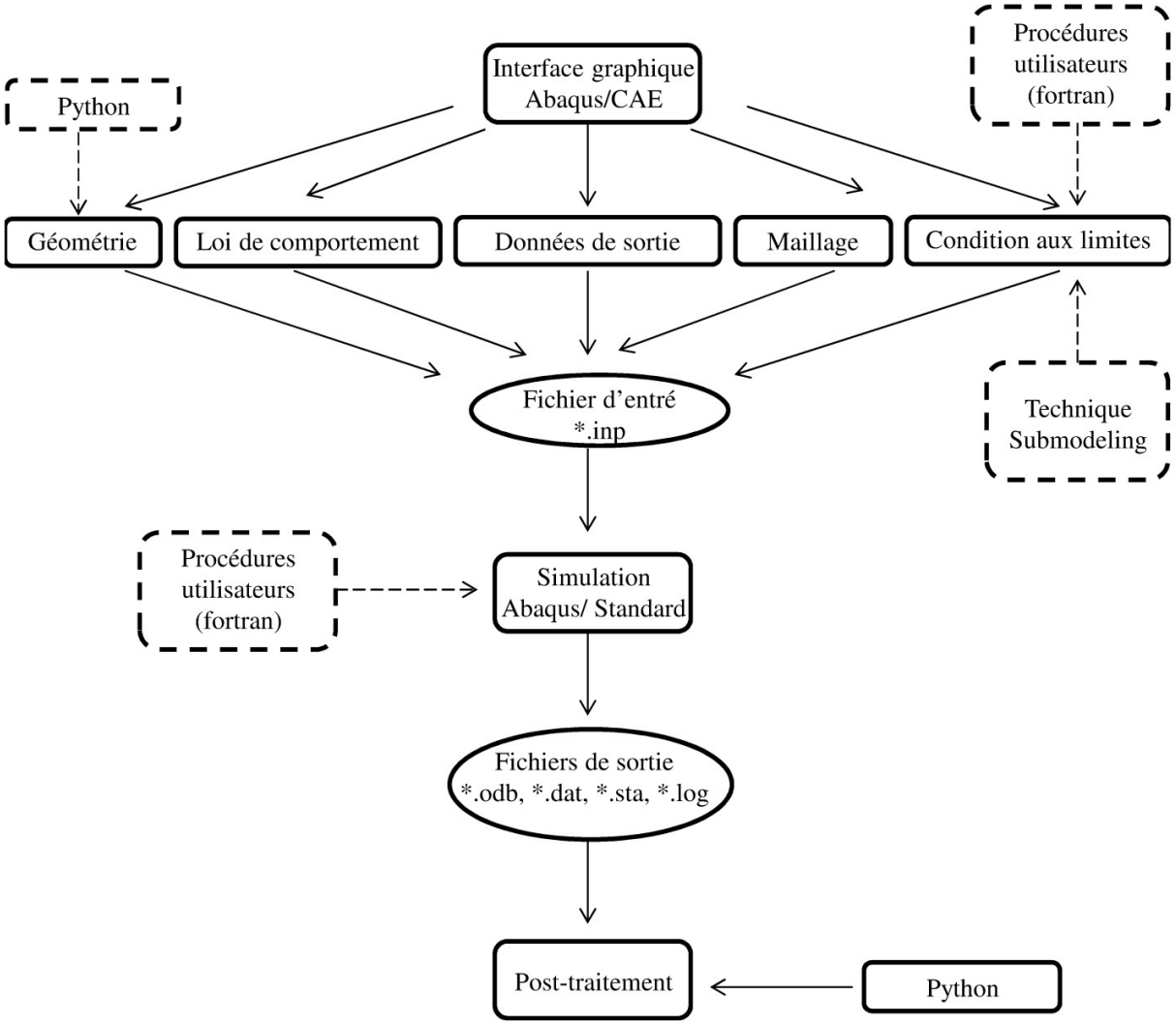

Figure 7-5: Processus de résolution des problèmes dans cette étude par Abaqus (fortran : également dans le comportement).

Une fois le modèle défini (matériaux, conditions limites, géométrie, maillage…), un fichier *.inp va être créé pour prendre en compte toutes les informations nécessaires pour tous les nœuds et tous les éléments. Le problème numérique est ensuite résolu par Abaqus/Standard qui génère un ensemble de fichiers :

1. un fichier *.log, qui regroupe les informations sur les licences disponibles sur le serveur, et l'échec ou le succès du calcul. Il indique également des erreurs dans les procédures utilisateurs ;

2. un fichier *.dat, qui reprend les mots clefs du fichier *.inp (par exemple, output, step, boundary conditions etc.) et indique également les alertes (warning) et les erreurs sur l'utilisation des mots-clés ;

3. un fichier *.sta, qui synthétise les caractéristique des incréments (par exemple, pas de temps, degré d'achèvement, nombre d'itérations, etc.). Des précisions supplémentaires sont données dans le fichier *msg, qui synthétise de plus les paramètres numériques du calcul (tolérances, règles sur les pas de temps…) ;

4. un fichier *.odb, dans lequel sont écrites les variables calculées lors de la résolution du problème.

Il y a aussi d'autres fichiers créés dans Abaqus/Standard, par exemple, un fichier *.out, *.msg, *.com, *.sim et *.prt.

Le fichier *.odb est ensuite ouvert et traité dans Abaqus/CAE. Parfois, des post-traitements sont nécessaires pour calculer plus de résultats et un script python est utilisé.

7.3.2 Mise en donnée des calculs

La présentation générale du logiciel est présentée dans la section ci-dessus. Dans cette section, on va s'intéresser aux calculs que l'on a effectués dans cette thèse. Des calculs sont effectués aux échelles macroscopiques et du polycristal et la mise en données pour les calculs aux échelles différentes sera introduite.

A l'échelle macroscopique, la géométrie est tracée dans l'interface graphique en se basant sur la géométrie réelle de l'éprouvette. Les conditions aux limites sont définies par les données expérimentales, de même que pour la loi de comportement. Les autres informations nécessaires sont aussi données dans le fichier *.inp. Dans cette configuration, Abaqus/standard est utilisé. Parfois, on a besoin d'un post traitement en python sur le fichier *.odb pour étudier des paramètres nécessaires.

A l'échelle du polycristal, la géométrie est générée à partir des données expérimentales EBSD en utilisant un script python et un logiciel externe (voir paragraphe 3.2.1). Pour les conditions aux limites, elles peuvent avoir deux sources : soit elles sont basées sur les champs de déplacement calculés à l'échelle macroscopique avec une technique de submodeling, soit elles proviennent des données expérimentales et sont appliquées grâce à une procédure utilisateur.

7.3.3 Procédures utilisateurs

À l'échelle du polycristal, des paramètres ne peuvent pas être définis à l'interface graphique. Dans ce cas-là, Abaqus permet de définir des bouts du modèle éléments finis grâce à des procédures en Fortran, appelées Users Subroutines. Elles sont très nombreuses. Nous allons ne détailler ci-dessous que celles qui sont utilisées dans cette étude.

1. DISP : permet de spécifier la valeur des degrés de liberté considérés (ici, le déplacement).
2. UMAT : permet d'introduire dans Abaqus une loi de comportement (en particulier, de plasticité cristalline)

3. ORIENT : définition d'un repère local sur chaque point d'intégration du modèle. Dans cette étude, on utilise cette procédure pour définir sur chaque grain, une orientation aléatoire. Dans le cas où les orientations expérimentales sont imposées dans le modèle à partir des caractérisations EBSD, un script python est utilisé à la place de cette procédure.

7.4 Calcul de la contrainte normale aux joints de grains

Le processus pour calculer la contrainte normale le long des joints de grains est présenté sur la Figure 7-6.

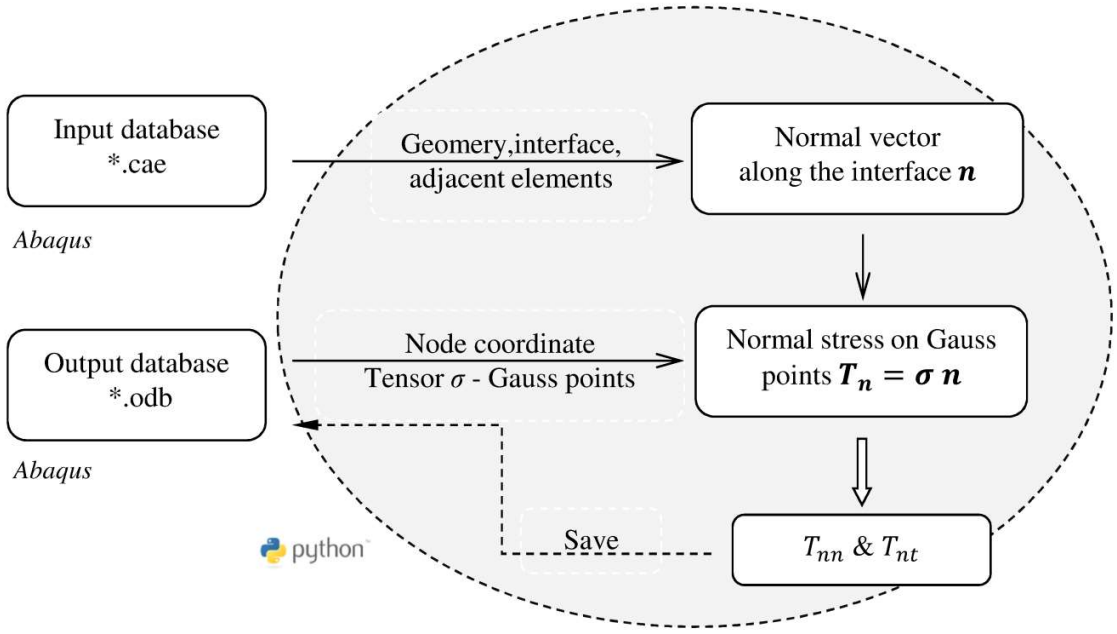

Figure 7-6: Schéma de calcul de la contrainte normale / tangentielle le long des joints de grains via un script Python.

Les interfaces géométriques entre les éléments sont repérées dans le fichier *.cae, de même que les éléments adjacents. A partir des coordonnées courantes des nœuds de ces éléments appartenant à l'interface (obtenues dans le fichier *.odb), le vecteur normal unitaire $\boldsymbol{n = 1 \wedge 2 / \|1 \wedge 2\|}$ (voir Figure 7-7) peut être calculé.

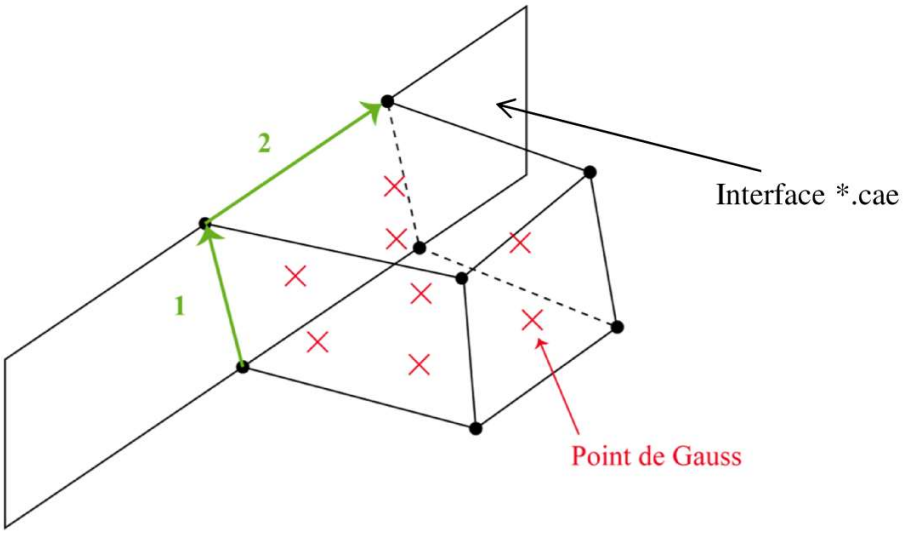

Figure 7-7: Principe du calcul du vecteur normal $\boldsymbol{n}$.

Enfin, sur chaque point de Gauss, on en déduit la contrainte $\boldsymbol{T}_n = \boldsymbol{\sigma}\,\boldsymbol{n}$, et sa composante normale $T_{nn} = (\boldsymbol{\sigma}\,\boldsymbol{n}) \cdot \boldsymbol{n}$: le tenseur de contrainte, en effet, n'est disponible dans le fichier *odb que sur les points de Gauss, et pas sur les nœuds. Les valeurs de T_{nn} sont donc calculées sur chaque point de Gauss des éléments adjacents à l'interface représentant le joint de grains.

La norme et la direction pour chaque point de Gauss des éléments adjacents de joint de grains sont calculées et sauvegardées dans le fichier *.odb.

7.5 Optimisation de la géométrie pour l'EPC pendant la pré-déformation

Les paramètres suivants de la géométrie de l'éprouvette en croix peuvent être changés (Figure 7-8):

1. largeur du bras
2. longueur de la partie utile
3. rayon de courbure au centre
4. épaisseur de la partie centrale
5. Pour concentrer la contrainte bien dans la partie centrale, des simulations sur l'EPC sont effectuées avec un changement des paramètres ci-dessus.

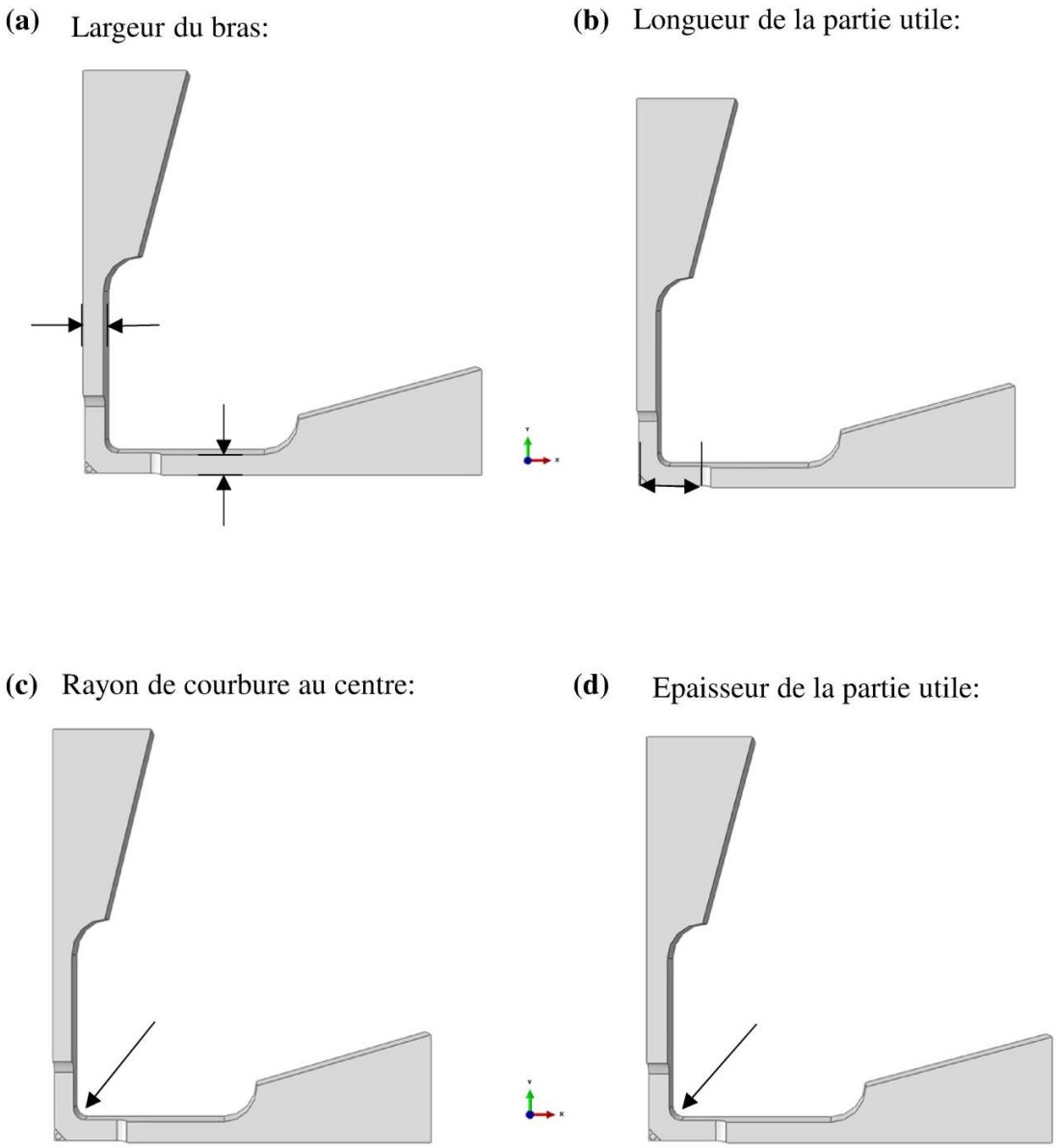

Figure 7-8: Différents paramètres de la géométrie de l'EPC : (a) largeur du bras, (b) longueur de la partie utile, (c) rayon de courbure au centre et (d) épaisseur de la partie utile.

Les Figure 7-9, Figure 7-10, Figure 7-11 et Figure 7-12 présentent la comparaison des champs de contrainte de Von Mises et de déformation plastique équivalente (PEEQ) entre la géométrie initiale (Figure 4-1) et une géométrie changée. Ces champs sont obtenus après l'étape de pré-déformation. L'axe de traction pendant la pré-déformation est toujours l'axe 1..

La Figure 7-9 présente les champs mécaniques pour la géométrie initiale (largeur du bras = 3,5 mm) et une géométrie avec une largeur du bras plus grande (4 mm). Quand la largeur est inférieure à 3 mm, la zone centrale ne peut pas arriver à 11% de déformation (valeur de déformation visée pendant l'étape de pré-déformation) : il y a une striction sur les bras minces

selon l'axe 1. Les valeurs de contrainte de Von Mises et de déformation plastique équivalente aux bras minces diminuent avec l'augmentation du largueur du bras.

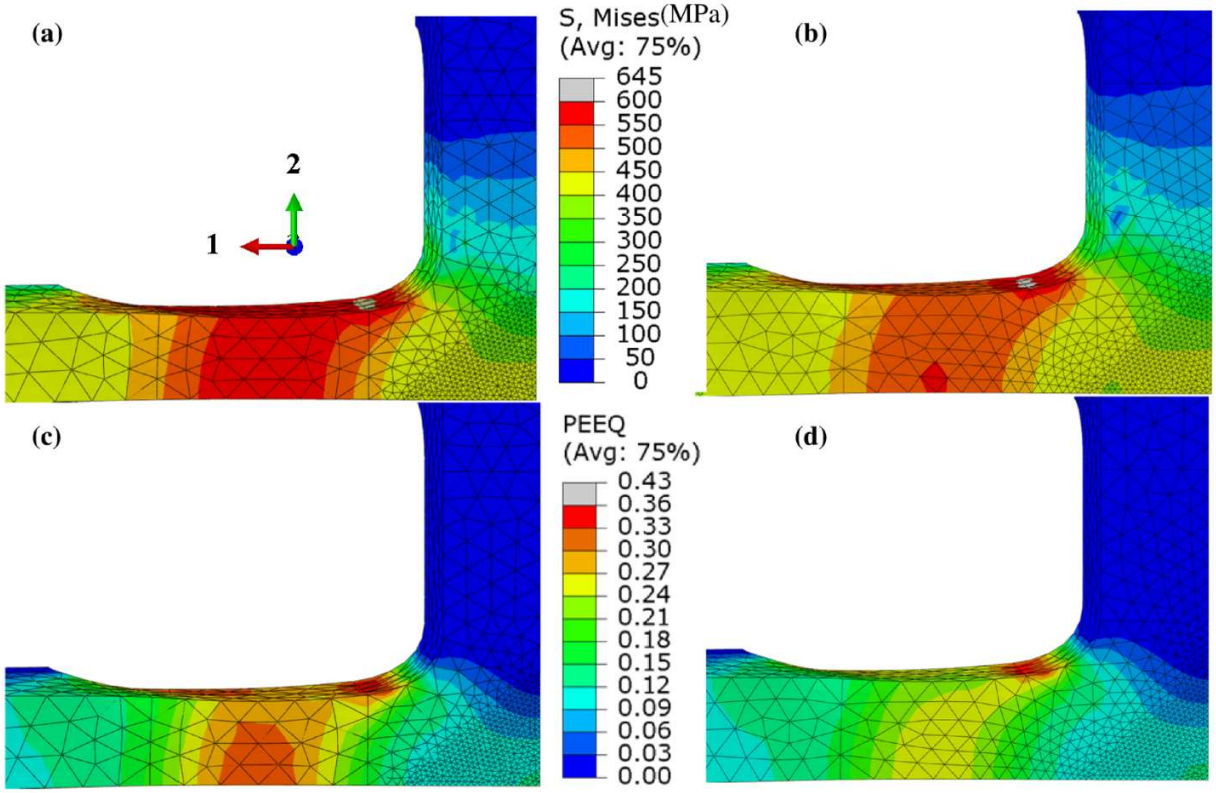

Figure 7-9: Résultat après changement de largeur du bras de la contrainte de Von Mises pour (a) la géométrie initiale, largeur = 3,5 mm, (b) largeur = 4 mm et déformation plastique équivalente pour (c) la géométrie initiale, largeur = 3,5 mm, (d) largeur = 4 mm.

La Figure 7-10 présente les champs mécaniques pour la géométrie initiale (longueur du bras = 13,5 mm) et une géométrie avec une longueur du bras plus petite (6,5 mm). Quand la longueur diminue, les valeurs de contrainte de Von Mises et de déformation plastique équivalente aux bras minces diminuent.

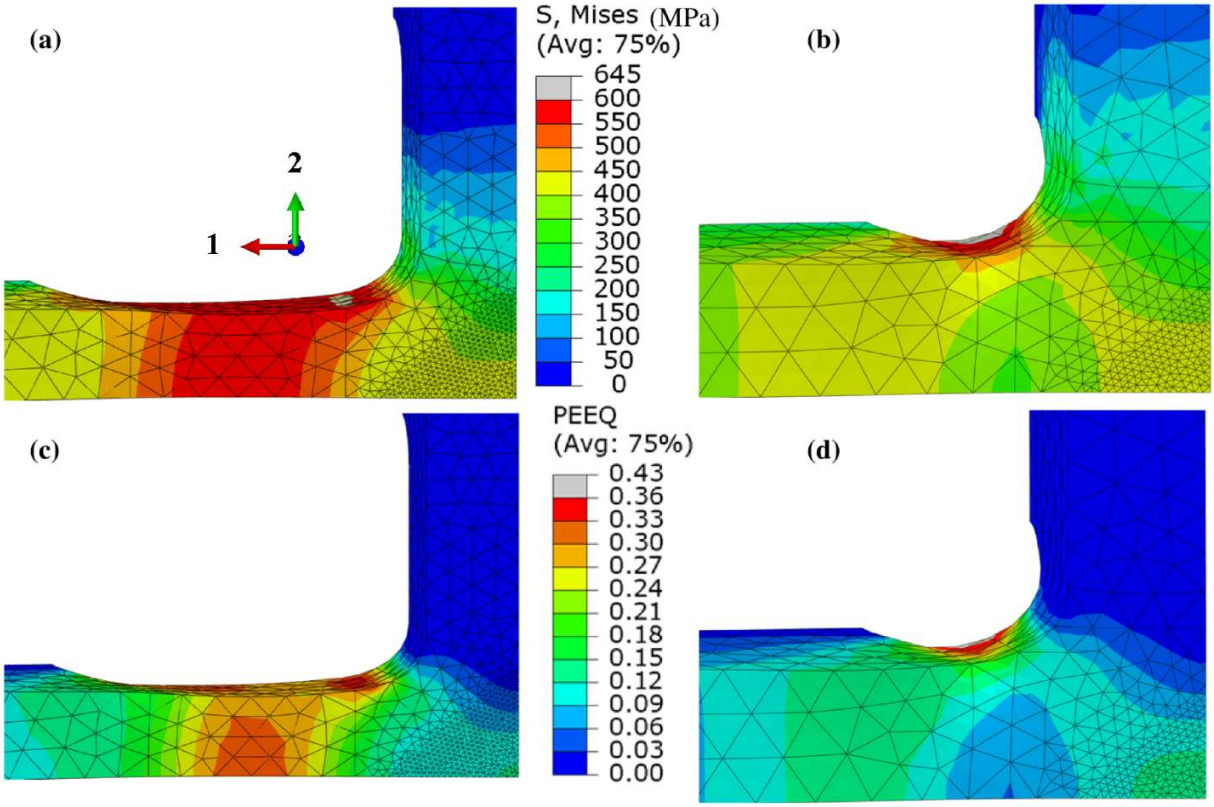

Figure 7-10: Résultat après changement de la longueur du bras de la contrainte de Von Mises pour (a) la géométrie initiale, longueur = 13,5 mm, (b) longueur = 6,5 mm et déformation plastique équivalente pour (c) la géométrie initiale, longueur = 13,5 mm, (d) longueur = 6,5 mm.

La Figure 7-11 présente les champs mécaniques pour la géométrie initiale (rayon de courbure au centre = 1 mm) et une géométrie avec un rayon de courbure plus petit (0,5 mm). Quand le rayon de courbure est supérieur à 1,5 mm, la zone centrale ne peut pas arriver à 11% (valeur de déformation visée pendant l'étape de pré-déformation) : il y a une striction sur les bras minces selon l'axe 1. Les valeurs de contrainte de Von Mises et de déformation plastique équivalente aux bras minces diminuent avec la diminution du rayon de courbure.

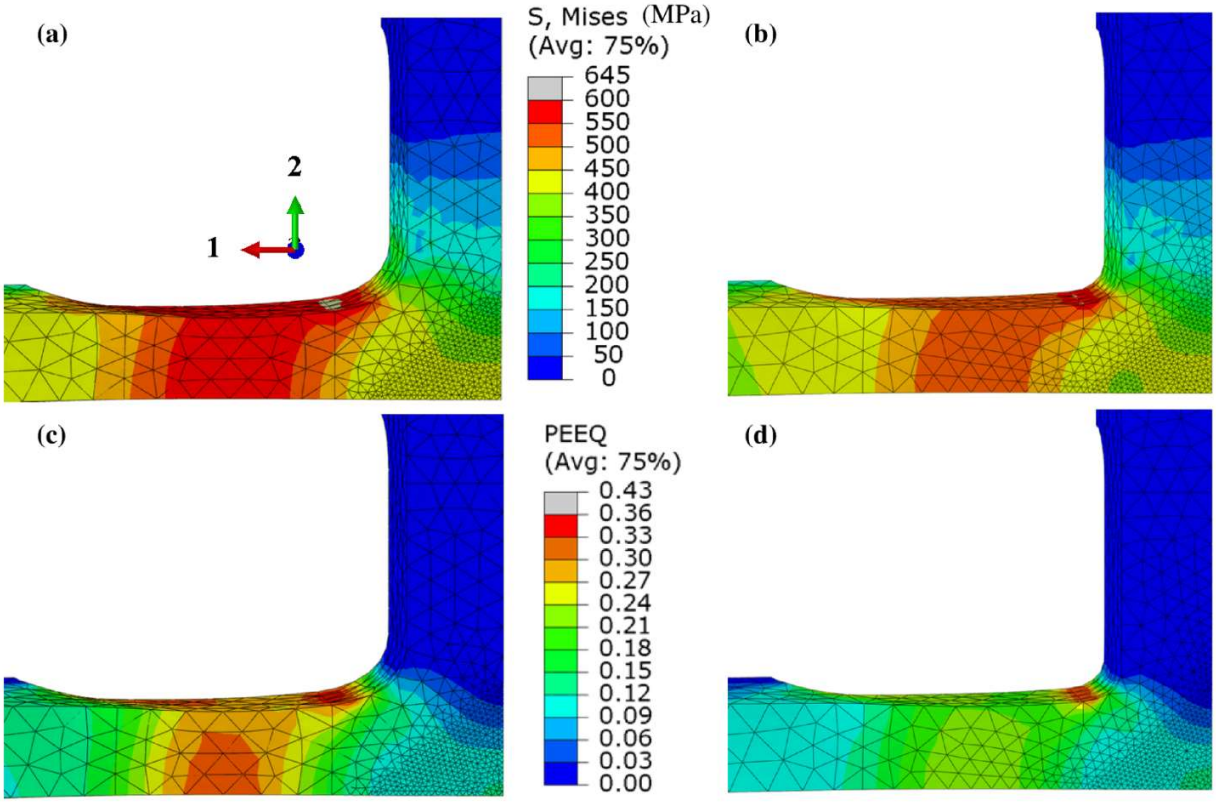

Figure 7-11: Résultat après changement de rayon de courbure au centre de contrainte Von-Mises pour (a) géométrie initiale, rayon = 1 mm, (b) rayon = 0,5 mm et déformation plastique équivalente pour (c) géométrie initiale, rayon = 1 mm, (d) rayon = 0,5 mm.

La Figure 7-12 présente les champs mécaniques pour la géométrie initiale (épaisseur de la zone utile = 2 mm) et une géométrie avec une épaisseur de la zone utile plus petite (1,5 mm). Les valeurs de contrainte de Von Mises et de déformation plastique équivalente aux bras minces augmentent faiblement avec la diminution de l'épaisseur de la zone utile (Figure 7-12(c) et (d)). Quand il y a un trou dans la zone centrale, les valeurs de la contrainte de Von Mises et de la déformation plastique équivalente aux bras minces augmentent aussi avec la diminution de l'épaisseur de la zone utile (Figure 7-12(e) et (f)).

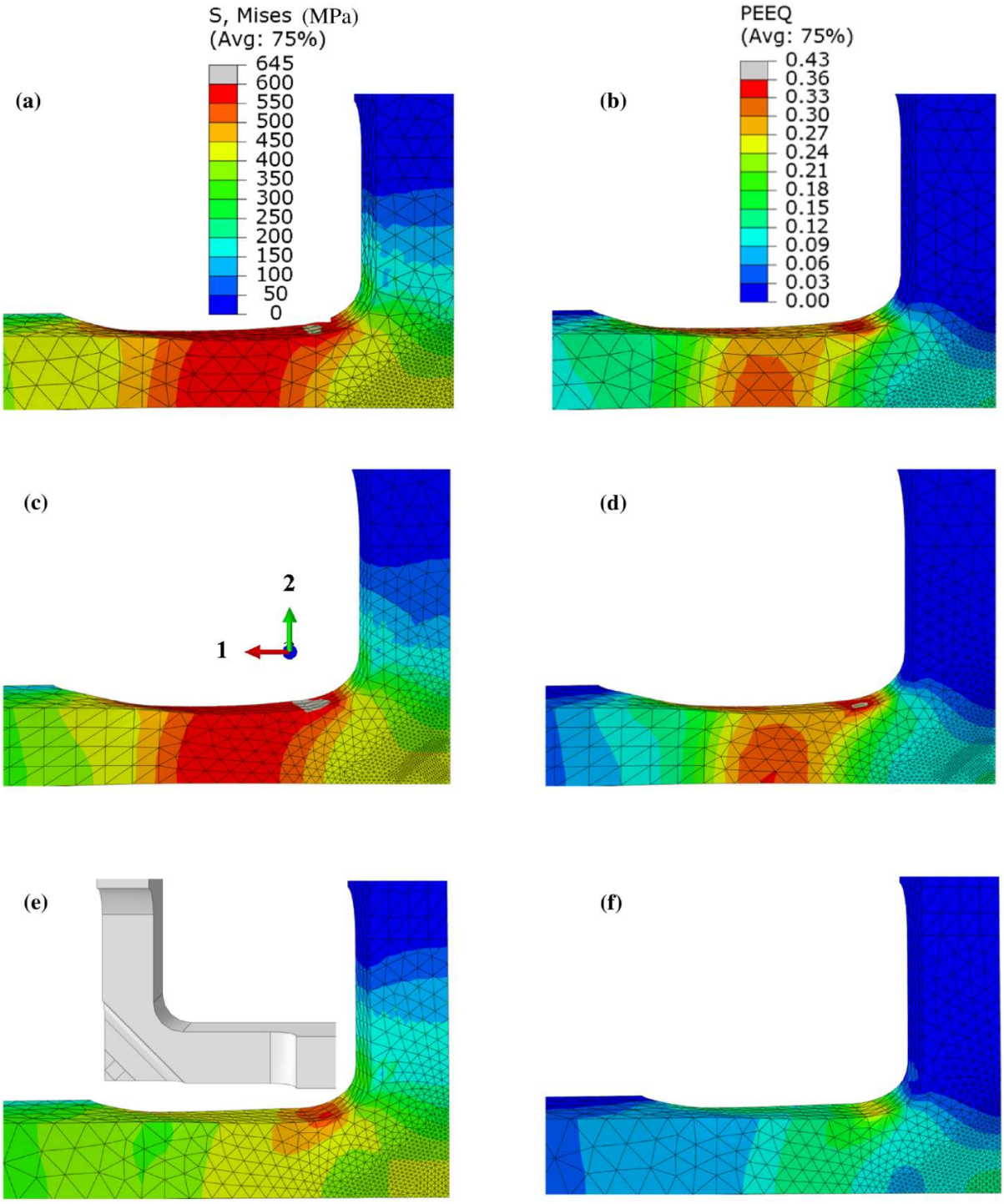

Figure 7-12: Résultat après changement d'épaisseur de la zone centrale de la contrainte de Von Mises pour (a) la géométrie initiale, épaisseur = 2 mm, (c) épaisseur = 1,5 mm et (e) épaisseur = 1,5 mm avec un trou an centre. Déformation plastique équivalente pour (b) la géométrie initiale, épaisseur = 2 mm, (d) épaisseur = 1,5 mm et (f) épaisseur = 1,5 mm avec un trou au centre.

RÉSUMÉ

L'objectif de cette thèse est de comprendre la contribution de la combinaison de la microstructure et des champs mécaniques sur l'amorçage de fissures de CSC pour les aciers inoxydables austénitiques dans l'environnement primaire de REP après une prédéformation de traction. A partir d'investigations de surface par microgrilles et EBSD, couplées à des simulations par éléments finis en élastoplasticité cristalline, il est montré que les fissures intergranulaires de CSC concernent principalement des joints de grains généraux fortement désorientés, dont l'inclinaison apparente suggère la prédominance de joints perpendiculaires (ou presque) à l'axe de traction et fortement chargés. Cependant de nombreux joints présentant ces caractéristiques ne sont pas fissurés, soulignant le besoin d'investigations expérimentales complémentaires en 3D. A partir de coupes FIB de quelques joints représentatifs, il apparait que la seule contrainte normale ne permet pas de faire un lien avec la profondeur d'oxydation. Afin d'analyser l'effet d'un chargement mécanique complexe, une géométrie d'éprouvette en croix est utilisée pour effectuer un trajet de chargement séquencé. Une approche couplée entre mesures expérimentales et simulations numériques a permis d'analyser les hétérogénéités des champs mécaniques sur toute l'éprouvette. Les résultats aident à comprendre qualitativement la localisation des fissures en dehors de la zone d'intérêt définie a priori. En perspective, un modèle de diffusion / oxydation intergranulaire des joints de grains est présenté sur un agrégat polycrystallin simplifié, ouvrant la voie au couplage mécanique / diffusion / oxydation afin de mieux décrire la évolution de profondeur de pénétration d'oxyde et donc d'évolution de propriétés du joint de grains.

MOTS CLÉS

aciers inoxydables austénitiques, corrosion sous contrainte, fissuration intergranulaire, milieu primaire, simulations éléments finis

ABSTRACT

The aim of this thesis is to understand the contribution of the combination of microstructure and mechanical fields on SCC crack initiation for austenitic stainless steels in the primary PWR environment after a tensile predeformation. From microgrids and EBSD surface investigations, coupled with finite element simulations in crystalline elastoplasticity, it is shown that SCC intergranular cracks mainly concern highly disoriented general grain boundaries, whose apparent inclination suggests predominance of grain boundaries perpendicular (or almost) to the traction axis and heavily loaded. However, many joints with these characteristics are not cracked, highlighting the need for additional experimental investigations in 3D. From FIB cuts of some representative joints, it appears that the normal stress alone is not sufficient to correlate with oxidation length. In order to analyze the effect of complex mechanical loading, cross-test geometry is used to perform a sequenced loading path. A coupled approach between experimental measurements and numerical simulations made it possible to analyze the heterogeneities of the mechanical fields on the whole specimen. The results help to understand qualitatively the location of cracks outside the area of interest defined a priori. In perspective, a model of intergranular diffusion / oxidation of grain boundaries is presented on a simplified polycrystalline aggregate, opening the way to mechanical coupling / diffusion / oxidation in order to better describe the evolution of oxide penetration depth and therefore of evolution of grain boundary properties.

KEYWORDS

austenitic stainless steels, stress corrosion cracking, intergranular cracking, primary water, finite element simulation