université PARIS-SACLAY

NNT : 2019SACLN001

Thèse de doctorat

Rupture ductile des matériaux CFC irradiés

Thèse de doctorat de l'Université Paris-Saclay
préparée au CEA Saclay

École doctorale n°579 : Sciences mécaniques et énergétiques, matériaux et géosciences (SMEMAG)
Spécialité de doctorat : mécanique des matériaux

université PARIS-SACLAY | ÉCOLE DOCTORALE Sciences mécaniques et énergétiques, matériaux et géosciences (SMEMAG)

Thèse présentée et soutenue à Saclay, le 8 Janvier 2019 par

Pierre-Olivier BARRIOZ

Composition du Jury :

Thomas PARDOEN Professeur, Université catholique de Louvain	Président
Éric ANDRIEU Professeur des universités, ENSIACET	Rapporteur
Philippe PAREIGE Professeur des universités, Université et INSA de Rouen	Rapporteur
Jacques BESSON Directeur de recherches CNRS, Mines de Paris	Examinateur
Olivier HUBERT Professeur des universités, ENS Paris-Saclay	Examinateur
Benoît TANGUY Directeur de Recherches, CEA Saclay	Directeur de Thèse
Jérémy HURE Ingénieur-Chercheur, CEA Saclay	Encadrant CEA

Remerciements

Si l'on m'avait dit plus jeune, quand je passais l'essentiel de mon temps sur des skis, un vélo ou un skateboard que je me lancerais un jour dans le projet d'une thèse, je n'y aurais pas cru, mon entourage non plus.

J'ai découvert la mécanique et mon goût pour les matériaux en première année de classe préparatoire au lycée Louis Lachenal et notamment grâce à mon professeur de sciences de l'ingénieur. Le goût pour la recherche et les sciences m'a ensuite été transmis par l'équipe enseignante du département de génie mécanique de l'ENS de Cachan. Je vous en remercie.

Je tiens à remercier infiniment mes encadrants sans qui cette thèse n'aurait pas été ce qu'elle a été. Votre encadrement a été royal, je n'aurais pu espérer mieux. Je vous remercie Benoît pour la confiance que vous m'avez accordée. Jérémy je ne te remercierai jamais assez pour tout ce que tu m'as apporté : ton aide, tes idées, nos discussions, la rédaction, les nombreuses corrections... Tu as toujours su me remonter le moral d'un bon "ça va le faire" quand rien ne marchait, ce qui est très souvent le cas dans une thèse expérimentale un peu exploratoire. Merci.

Je tiens à remercier chaleureusement l'ensemble du jury : Éric Andrieu, Philippe Pareige, Thomas Pardoen, Jacques Besson et Olivier Hubert pour avoir examiné ma thèse.

Je tiens à remercier l'ensemble du Laboratoire de Comportement des Matériaux Irradiés qui m ont toujours apporté leur aide. Merci à Catherine, Claire, David, Étienne, Guillaume, Hiep, Isabelle, Jean-François, Johann, Matthew, Philippe, Roger, Rudy, Thibault, Thomas, Yannick.

Merci à tous les thésards du LCMI : Tom, Elie, Mikael, Ahmed, Jean-Michel et Kamila.

Merci à toutes les personnes du SEMI avec qui j'ai pu travailler. Merci Arnaud pour le partage de tes connaissances en MET, ton intérêt pour mon travail et celui des thésards en général. Merci à toute l'équipe métallo, je vous ai souvent mis à contribution, merci Barbara, Catherine, Didier, Hawa, Marie, Olivier.

Merci à toutes les personnes avec qui j'ai pu travailler au SRMA, plus particulièrement Thierry pour m'avoir initié aux techniques de préparation des échantillon, et avec qui je partage ce sens pratique et Benoît au FIB.

Merci à toute l'équipe JANNUS sans qui mes irradiations n'aurait pu être faites.

Je tiens enfin à remercier toute ma famille, mes parents et mes sœurs qui m'ont toujours soutenu et aidé quand j'en avais besoin. Merci à toi Anne-France, tu as toujours su me remonter le moral et me donner confiance.

Table des matières

Introduction générale **1**

I Étude bibliographique **9**
1 Mécanismes et modèles de rupture ductile par croissance et coalescence de cavités . . . 10
1.1 Présentation des mécanismes physiques . . . 10
1.2 Modèles homogénéisés . . . 17
2 Évolution des mécanismes de déformation et des propriétés mécaniques des matériaux CFC avec l'irradiation . . . 24
2.1 Défauts d'irradiation . . . 24
2.2 Évolution des propriétés mécaniques macroscopiques . . . 33
2.3 Évolution des mécanismes de déformation . . . 36
2.4 Influence de l'irradiation sur la rupture ductile . . . 39
3 Conclusions et plan de la thèse . . . 45

II Croissance et coalescence de cavités dans les matériaux irradiés **47**
1 Introduction . . . 48
2 Étude de la croissance et coalescence de cavités dans le cuivre irradié . . . 49
3 Étude de la croissance et coalescence de cavités dans un acier inoxydable austénitique irradié . . . 67
4 Conclusions . . . 100

III Comportement de nano-cavités sous chargement mécanique **101**
1 Introduction . . . 103
2 Protocole expérimental . . . 104
2.1 Matériau et conditions d'irradiation . . . 104
2.2 Caractérisation des matériaux nano-poreux . . . 108
3 Résultats expérimentaux . . . 111
3.1 Caractérisation des matériaux nano-poreux après irradiation . . . 111
3.2 Caractérisation des matériaux nano-poreux après traction uniaxiale à 300°C . . . 113
3.3 Synthèse des résultats expérimentaux . . . 120
4 Modélisation et Simulations . . . 122
4.1 Modèle analytique . . . 122
4.2 Simulations avec prise en compte de la plasticité cristalline . . . 123
4.3 Simulations en plasticité cristalline à gradient . . . 129
5 Discussion . . . 130
5.1 Hétérogénéité de la déformation . . . 130

5.2 Effet de l'orientation cristallographique 131
5.3 Effets d'échelles ? 131
6 Conclusions et Perspectives 139

IV Contribution à la modélisation et à la validation de modèles homogénéisés de matériaux poreux **141**
1 Introduction 142
2 Critère de coalescence pour cavités de type fissure 143
3 Critère de coalescence pour cavités ellipsoïdales 162

Conclusions générales et Perspectives **181**

Annexes **185**
A Validation de l'utilisation de la méthode FFT pour calculs sur cellules poreuses 186
B Rotations de réseau d'un agrégat polycristallin en traction simple 196
C Obtention d'éprouvettes minces irradiées aux ions 200
D Détermination de l'orientation cristalline en MET 204

Bibliographie **209**

Introduction générale

Contexte : les matériaux CFC pour le nucléaire

Les matériaux de structure cristallographique Cubique à Faces Centrées (CFC) tels que les alliages d'aluminium, de cuivre, de nickel ou encore les aciers inoxydables austénitiques sont largement utilisés comme matériaux de structure. Ces matériaux sont généralement ductiles, c'est-à-dire qu'ils ont une forte capacité à se déformer. Leur ductilité est indépendante de la température. Cette propriété les sépare des matériaux Cubique Centré (CC) tels que les aciers ferritiques, ainsi que les matériaux de structure Hexagonale Compacte (HC) tels que le magnésium, qui peuvent présenter un mode de rupture fragile à basse température.

De par leurs caractéristiques, les matériaux CFC sont largement utilisés dans les installations nucléaires. Les aciers inoxydables austénitiques sont les plus utilisés comme matériaux de structure et ce, pour leurs bonnes propriétés : résistance mécanique, ténacité, résilience, résistance à la corrosion. Dans les différents types de réacteurs nucléaires (fission, fusion), les structures proches de la réaction nucléaire sont soumises à l'irradiation. Cette irradiation est générée par l'émission de particules à haute énergie produites lors des réactions nucléaires. Parmi les structures irradiées, les aciers austénitiques inoxydables sont utilisés notamment dans les structures internes de cœurs de réacteurs à eau légère [1] (figure 1). Les internes de cuve ont pour but de soutenir les assemblages combustibles, de guider les barres de contrôle, de canaliser le flux du fluide caloporteur primaire et de protéger la cuve du rayonnement émis par le cœur. Les réacteurs à eau légère constituent 82% (2011) du parc mondial des centrales nucléaires (Zinkle and Was, 2013). Le principe de fonctionnement de ce type de réacteurs consiste à modérer (ralentir) les neutrons émis par la réaction nucléaire au sein du combustible (Oxyde d'uranium) par la présence d'eau afin d'augmenter la probabilité de capture. Les centrales de type REP constituent la totalité du parc électrogène français.

Les aciers inoxydables austénitiques sont aussi utilisés et/ou envisagés dans les Réacteurs à Neutrons Rapides (RNR) pour les structures internes et le gainage du combustible (Guidez, 2013) (figure 2) car ils sont transparents aux neutrons rapides. Les RNR sont des réacteurs qui utilisent des neutrons rapides non modérés. La probabilité d'interaction avec un atome conduisant à la fission est plus faible que pour les neutrons thermiques des centrales REP et REB. Cependant, les neutrons rapides peuvent être utilisés pour rendre fissiles des atomes fertiles : c'est le principe de la surgénération. Dans les RNR, les gaines de combustible sont des tubes de plusieurs mètres de longueur et d'environ 10 mm de diamètre pour environ 500 μm d'épaisseur (figure 2(b)). Ils constituent la

1. Les deux types de réacteurs à eau légère sont les Réacteurs à Eau Pressurisée (REP) et les Réacteurs à Eau Bouillante (REB).

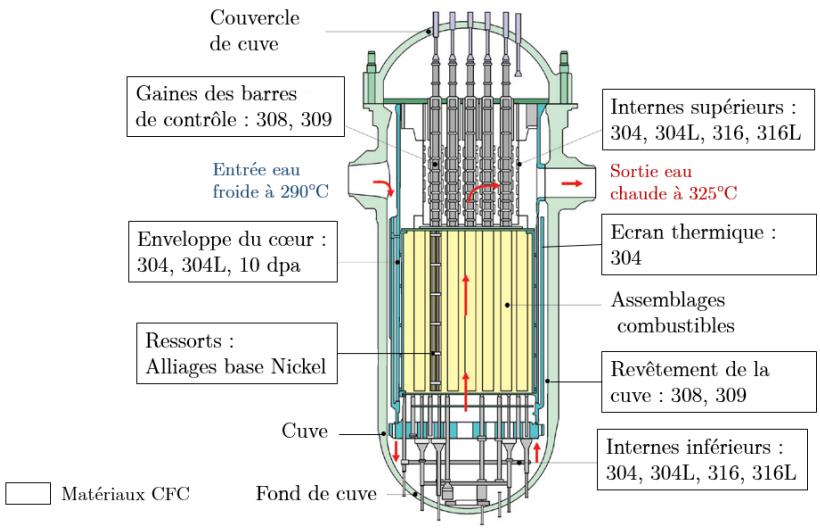


Figure 1 – Schéma d'une cuve de Réacteur à Eau Pressurisé (REP) utilisée dans le parc nucléaire français (source : IRSN). Mise en évidence de l'utilisation des aciers austénitiques (304, 316, 308, 309) et des alliages à base Nickel. Évaluation du niveau d'irradiation après 40 ans de service (en dpa, voir paragraphe 2.1 chapitre I).

première barrière de confinement du combustible nucléaire. Les gaines subissent de fortes contraintes thermiques, mécaniques et chimiques. Les aciers inoxydables sont donc adaptés à cet environnement. Des nuances dites avancées sont envisagées (AIM1 de type 15/15Ti) (Cheon et al., 2009).

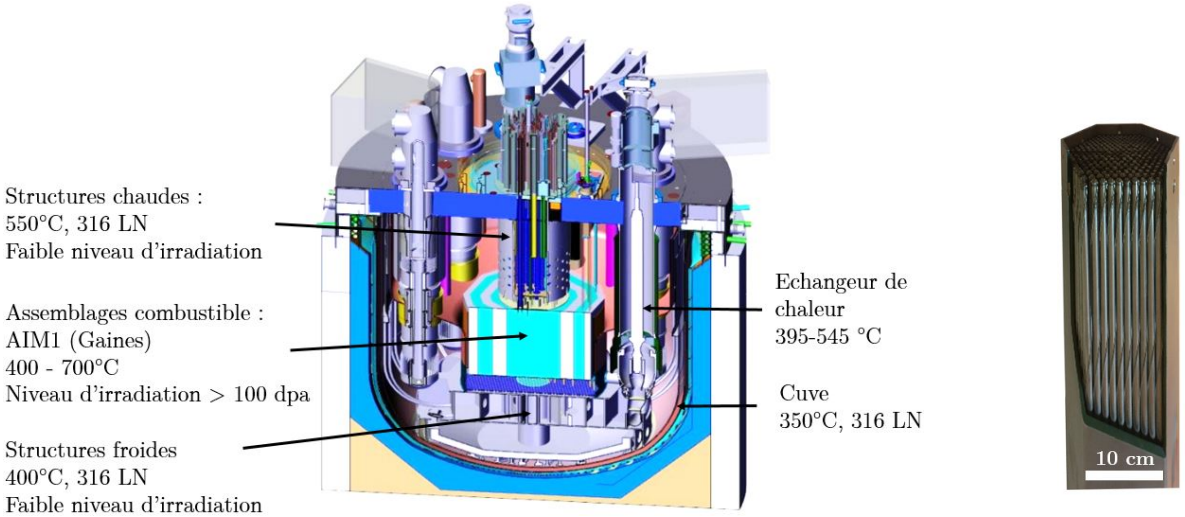


Figure 2 – (a) Schéma de la cuve du projet de Réacteur à Neutrons Rapides refroidi au sodium (RNR-Na) ASTRID. Mise en évidence de l'utilisation des aciers austénitiques (316LN, AIM1). Niveaux d'irradiation caractéristiques (en dpa, voir paragraphe 2.1 chapitre I) (b) Portion d'un assemblage de gaines combustibles du Réacteur à Neutrons Rapides Superphénix (sources : CEA).

Les aciers inoxydables austénitiques ont aussi été choisis comme matériaux dans divers éléments de structure d'ITER (Barabash et al., 2007). ITER est un réacteur de recherche dont le but est de démontrer la faisabilité scientifique et technique de la fusion nucléaire

comme nouvelle source d'énergie. Le réacteur est un tokamak, constitué d'une chambre à vide toroïdale où le plasma, lieu de la fusion, est confiné par champ magnétique. Pour ITER, les aciers inoxydables seront constitutifs de la première barrière de protection, de la chambre à vide ainsi que du bouclier thermique (figure 3). Les alliages de cuivre (CFC) sont aussi envisagés pour le réacteur ITER dans divers éléments de la première barrière de protection, de la chambre à vide ainsi que du bouclier thermique (Aymar et al., 2001) (figure 3). Ces alliages sont utilisés pour leurs très bonnes propriétés de conduction thermique et leur résistance raisonnable aux contraintes mécaniques et à l'irradiation.

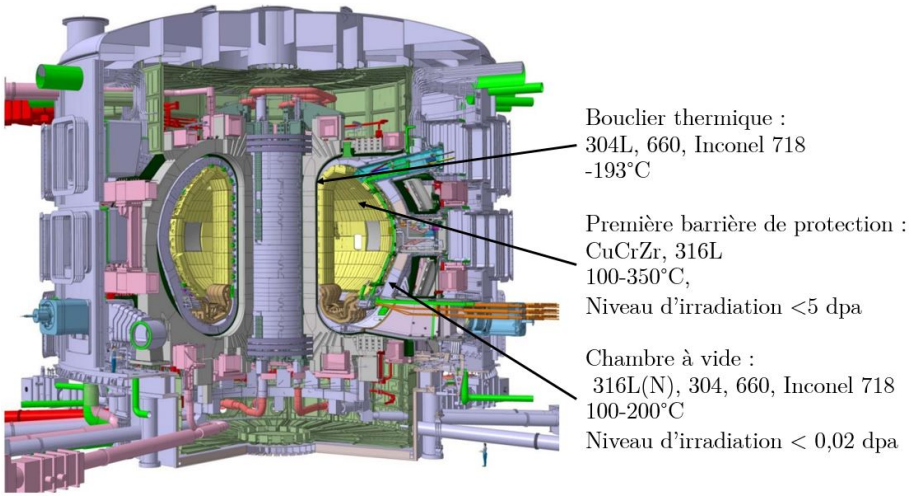


Figure 3 – Schéma de la structure d'ITER et matériaux CFC majoritairement envisagés dans les éléments de structures irradiés (source : ITER). Niveaux d'irradiation caractéristiques (en dpa, voir paragraphe 2.1 chapitre I).

Problématique : l'irradiation et la chute de la ténacité

La résistance à la propagation de fissure (ou ténacité) – définie comme l'énergie par unité de surface nécessaire à la propagation d'un défaut de type fissure préexistant – des matériaux irradiés diminue fortement avec l'irradiation. Cela a été observé pour les aciers austénitiques inoxydables (Chopra and Rao, 2011a),(Xu and Fyfitch, 2004),(Fukuya, 2013) (figure 4) constituants des structures internes de cœurs de réacteurs à fission ou des alliages de cuivre envisagés dans les réacteurs à fusion (Li and Zinkle, 2012)(Barabash et al., 2007).

Cette évolution est le résultat de profonds changements dans leurs propriétés mécaniques, notamment le durcissement et la perte de la capacité d'écrouissage, induits par les modifications microstructurales générées sous irradiation. En effet, de par leur proximité des sources de neutrons produits lors de la réaction nucléaire, les atomes sont déplacés au sein du réseau cristallin. Cela entraîne la formation de paires de Frenkel : un atome quitte sa position initiale créant une lacune pour venir en position interstitielle. Ces défauts peuvent s'accumuler et se recombiner pour former des dislocations, des boucles de dislocation (boucles de Frank) (figure 5(a)), des nano-porosités (figure 5(b)), des fautes d'empilement tétraédrique ou encore des précipités. Le dommage dû aux radiations est caractérisé par le nombre moyen de fois qu'un atome a été déplacé au sein du réseau, exprimé en [dpa] (déplacement par atome).

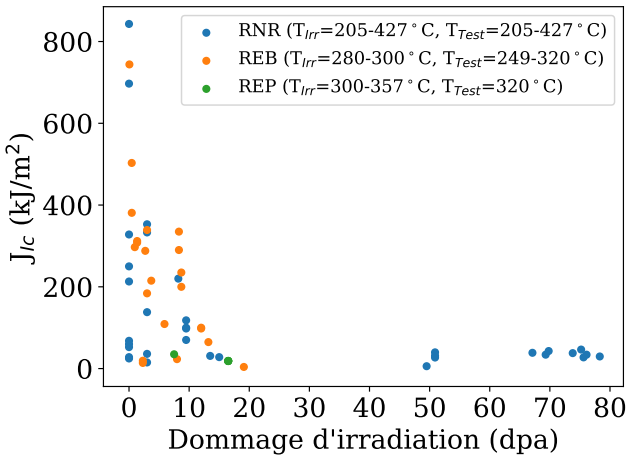
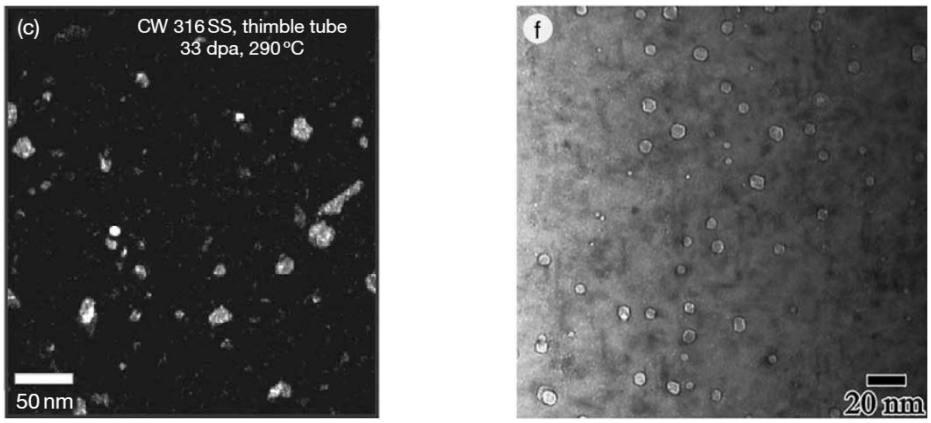


Figure 4 – Évolution de l'énergie de rupture – mesure de la ténacité – en fonction de la dose d'irradiation pour différentes nuances d'aciers austénitiques inoxydables 304 et 316 irradiés dans des Réacteurs à Neutrons Rapides (RNR) ou en Réacteurs à Eau Bouillante (REB) et Réacteurs à Eau Pressurisée (REP) (Michel and Gray, 1987)(Mills, 1988)(Alexander et al., 1996)(Hamilton et al., 1987)(Chopra and Shack, 2008)(Clarke et al., 1990)(Xu and Fyfitch, 2004)(Krug and Shogan, 2005).



(a) (b)

Figure 5 – Défauts caractéristiques créés lors de l'irradiation neutronique d'un acier austénitique de type 316 en condition REP (a) Boucles de Frank (en blanc) observées en microscopie électronique en transmission (MET), 33 dpa 290°C (Garner, 2012) (b) Cavités observées en MET formées dans une vis d'assemblage d'interne de REP irradiée à 7.5 dpa à 333°C (Edwards et al., 2003).

Dans le cas des aciers inoxydables austénitiques, que ce soit pour des conditions d'irradiation REP et REB ($T_{Irradiation} \sim 320°C$) ou RNR ($T_{Irradiation} > 300 - 400°C$), la chute de la ténacité est très importante dès les premières doses d'irradiation (figure 4) et atteint une valeur de l'ordre de 50 kJ.m^{-2} à partir de 15dpa (Chopra and Rao, 2011b). À l'état non irradié, à la température de service, les faciès de rupture présentent des cupules intragranulaires qui sont la marque d'un mécanisme de rupture ductile par croissance et coalescence de cavités micrométriques. Pour les températures d'irradiation inférieures à 350°C (conditions REP et REB), ce mécanisme de rupture perdure jusqu'à des niveaux d'irradiation importants ($\leqslant$60 dpa) (Conermann, 2005). À plus haute température

(conditions RNR), la baisse de la ténacité peut s'accompagner d'un changement du mode de rupture. Les faciès de rupture font apparaître des facettes transgranulaires qui associé à un mécanisme de rupture par canaux de déformation (dit "channel fracture"). À très forte dose et haute température d'irradiation, le matériau peut dans certains cas contenir une grande densité de nano-porosités, et la présence de nano-cupules formées par la coalescence de ces nano-porosités est observée sur les faciès de rupture. À très fortes doses en condition REP et REB, il n'existe pas de données permettant de conclure quant à un possible changement de mécanisme de rupture. Ces différents mécanismes de rupture des aciers inoxydables austénitiques en fonction de la dose et de la température d'irradiation sont synthétisés sur la figure 6.

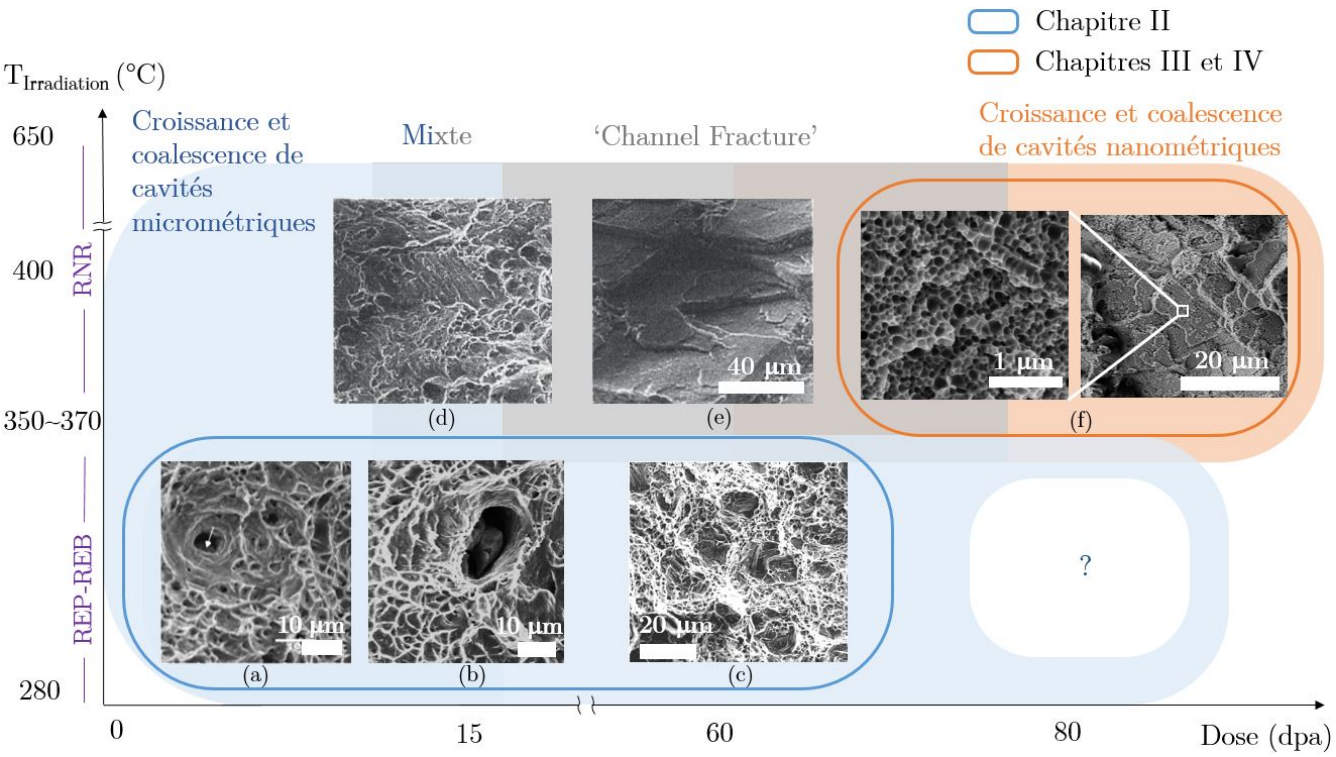


Figure 6 – Mécanismes de rupture en fonction de la dose et de la température d'irradiation pour les aciers austénitiques inoxydables type 304/316 irradiés, testés à haute température (288-370°C), Croissance et coalescence de microcavités : (a) 304 Non irradié (b) 304, 13.2 dpa à 288°C (REB) (Krug and Shogan, 2005) (c) 316, 65 dpa à 320°C (Conermann, 2005) (d) Mixte croissance et coalescence de microcavités/*channel fracture* : 304, 15 dpa à 370°C (RNR) (Garner, 2012) (e) *Channel fracture* : 304, 52 dpa à 370°C (RNR) (f) croissance et coalescence de cavités nanométriques, 15-15Ti, 124 dpa à 512°C (RNR) (Courcelle et al., 2018).

Démarche

Les études antérieures ont surtout été consacrées à une caractérisation expérimentale de la rupture ductile des CFC irradiés. L'objectif actuel est de mettre en place une approche prédictive passant par le développement de modèles à bases physiques afin de décrire et simuler quantitativement la rupture ductile des matériaux CFC irradiés – en particulier les aciers austénitiques inoxydables – en fonction de la température et de la dose d'irradiation.

La compréhension des mécanismes physiques élémentaires à l'œuvre dans ces diffé-

rents modes de rupture reste incomplète à ce jour et est un prérequis indispensable au développement de modèles quantitatifs permettant de prédire la ténacité des matériaux irradiés. La prédiction de la ténacité des aciers inoxydables irradiés est en effet nécessaire afin de démontrer l'intégrité des structures internes de réacteur en toutes situations, et ce plus particulièrement dans un contexte de prolongation de la durée de fonctionnement des réacteurs.

Parmi les modèles existants, les approches dites d'ingénieurs sont basées sur des corrélations empiriques établies sur la base de résultats expérimentaux. Les approches peuvent être très conservatives. Des modèles simplifiés à bases physiques ont également été présentés et reproduisent de manière satisfaisante l'évolution de la ténacité avec l'irradiation (Hamilton et al., 1984)(Odette and Lucas, 1992). Plus récemment, des modèles développés pour les matériaux à l'état non irradié ont été adaptés aux matériaux irradiés (Margolin et al., 2014)(Margolin et al., 2016). Ces modèles à bases physiques reposent sur des hypothèses relatives aux mécanismes de déformation et de rupture des matériaux non irradiés. Comme les matériaux irradiés peuvent présenter des modes de déformation et de rupture spécifiques, il convient de valider leur utilisation par des expériences dédiées.

Pour atteindre l'objectif de développer une modélisation prédictive, il faut premièrement comprendre les mécanismes physiques prépondérants dans la rupture des matériaux CFC irradiés, puis évaluer dans un deuxième temps les contributions à la rupture ductile des défauts d'irradiation (notamment les cavités nanométriques) et enfin, dans un troisièmement temps développer si nécessaire de nouveaux modèles. La revue bibliographique et ces trois axes de recherche constituent chacun un des chapitres de cette thèse.

Plan de la thèse

Le premier chapitre de cette thèse est une revue bibliographique. Il décrit d'une part les principaux mécanismes et modèles de la rupture ductile par croissance et coalescence de cavités et d'autre part l'évolution des propriétés mécaniques des matériaux CFC avec l'irradiation. Une synthèse des modèles de rupture ductile par croissance et coalescence de cavités a été réalisée. Les mécanismes de déformation des matériaux CFC irradiés sont détaillés, en se focalisant sur les aciers austénitiques inoxydables. Cette revue de la littérature permet d'évaluer l'applicabilité des modèles de rupture ductile aux matériaux irradiés ainsi que de relever les potentiels effets spécifiques à prendre en compte.

La revue de littérature met en évidence la présence d'un mécanisme de déformation particulier des matériaux irradiés – à savoir la présence de bandes de localisation de la déformation à l'échelle intragranulaire – ce qui pose la question de leurs interactions avec les cavités. Une meilleure compréhension de ce mécanisme et de son implication dans la rupture ductile des matériaux irradiés est nécessaire et constitue l'objectif du deuxième chapitre de cette thèse. Ce chapitre porte sur le développement, la réalisation et l'interprétation par simulations numériques d'expériences in-situ MEB de déformation de cavités micrométriques modèles obtenues par usinage ionique (FIB) dans des plaques minces de matériaux irradiés aux protons.

La revue de la littérature montre que, sous certaines conditions d'irradiations des cavités nanométriques sont formées. Le rôle de ces cavités compte-tenu de leur taille est à évaluer notamment l'existence d'effets d'échelle (prédits par les développements théoriques

et les simulations numériques) qui pourraient affecter les mécanismes de déformation de ces cavités. Le troisième chapitre de la thèse s'intéresse donc au comportement sous chargement mécanique des nanocavités pouvant être générées sous irradiation et aux effets d'échelle associés. Pour cela, un protocole expérimental a été développé, basé sur l'obtention de matériaux nanoporeux modèles par irradiation aux ions lourds d'un acier austénitique inoxydable, avec des cavités pouvant aller de quelques nanomètres à une centaine de nanomètres. La déformation de ces matériaux ex-situ et les observations MET permettent de réaliser des expériences de déformation de nanocavités contrôlées.

Le quatrième chapitre est une contribution à l'élaboration de modèles homogénéisés de rupture ductile pouvant s'appliquer aux matériaux irradiés fortement gonflés. Il porte sur le développement de modèles homogénéisés de matériaux poreux pour de forts niveaux de porosités, pour lesquels le mode de déformation présumé est un mode dit de coalescence qui correspond à des interactions fortes entre cavités adjacentes. Deux nouveaux critères de coalescence obtenus par analyse limite sont proposés et validés par comparaison à des simulations d'analyses limites numériques, dans le cas de cavités de type fissures et de cavités ellipsoïdales.

Chapitre I

Étude bibliographique

Sommaire

1 Mécanismes et modèles de rupture ductile par croissance et coalescence de cavités 10

1.1 Présentation des mécanismes physiques 10

1.1.a Germination 11

1.1.b Croissance 12

1.1.c Coalescence 15

1.2 Modèles homogénéisés 17

1.2.a Principe de l'homogénéisation 17

1.2.b Critères de plasticité en phase de croissance 18

1.2.c Critères de plasticité en phase de coalescence 19

1.2.d Évaluation de la ténacité 20

2 Évolution des mécanismes de déformation et des propriétés mécaniques des matériaux CFC avec l'irradiation 24

2.1 Défauts d'irradiation 24

2.1.a Généralités 25

2.1.b Défauts d'irradiations dans les aciers inoxydables austénitiques ($T_{Irr} \sim 300 - 400°C$) 26

2.1.c Défauts d'irradiation dans le cuivre 30

2.1.d Simulation des irradiations aux neutrons par des irradiations aux ions 30

2.2 Évolution des propriétés mécaniques macroscopiques 33

2.2.a Aciers inoxydables austénitiques ($T_{Irr} \sim 300°C$) . . . 33

2.2.b Cuivre 35

2.2.c Mécanismes de durcissement par les défauts d'irradiation 35

2.3 Évolution des mécanismes de déformation 36

2.4 Influence de l'irradiation sur la rupture ductile 39

2.4.a Influence des mécanismes de déformation 41

2.4.b Influence des nanocavités 42

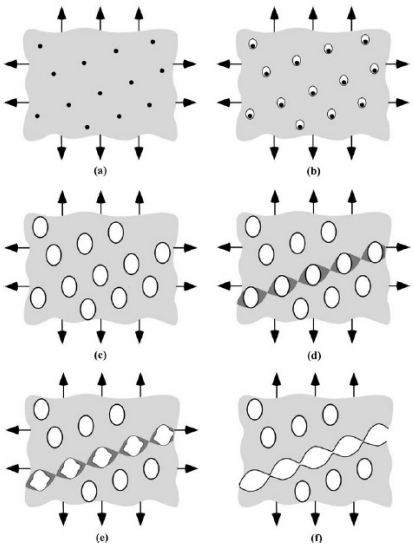
3 Conclusions et plan de la thèse 45

Cette revue de littérature se décompose en deux parties. La première est une présentation des mécanismes et des modèles associés de la rupture ductile par germination, croissance et coalescence de cavités dans les matériaux non irradiés. L'objectif est de mettre en avant les facteurs matériaux les plus influents pour chaque phase. La deuxième partie est une présentation succincte des effets de l'irradiation pour mettre en évidence l'évolution des propriétés des matériaux en particulier sur les aciers inoxydables austénitiques 304 et 316. Ainsi il est possible de discuter des effets de l'irradiation sur la rupture ductile par croissance et coalescence de cavités et la ténacité des matériaux irradiés.

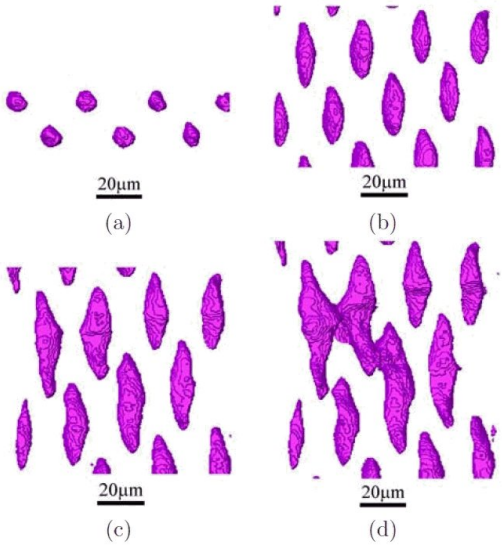
1 Mécanismes et modèles de rupture ductile par croissance et coalescence de cavités

1.1 Présentation des mécanismes physiques

La rupture ductile est un des modes de rupture des métaux et de leurs alliages. Ce mode de rupture opère généralement suivant trois mécanismes successifs : la germination, la croissance et la coalescence de cavités internes (Puttick, 1959) (figures I.1(a) et I.1(b)).



(a) Germination, croissance et coalescence de cavités dans un matériau ductile sous chargement mécanique (Anderson, 2005).



(b) Observation tomographique de la croissance et coalescence de cavités dans un matériau déformé en traction simple contenant des porosités modèles (Weck et al., 2008).

Figure I.1 – Mécanismes de la rupture ductile.

Ces trois mécanismes conduisent à des faciès de rupture classiquement observés dans le cas des alliages métalliques, à savoir la présence de cupules transgranulaires associées à la présence d'inclusions comme dans le cas des aciers inoxydables austénitiques non irradiés (figure I.2). La croissance et la coalescence ont été étudiées de manière exhaustive (Pineau et al., 2016), les principaux éléments et les modèles locaux sont décrits dans les sections suivantes afin de mettre en évidence les paramètres prépondérants.

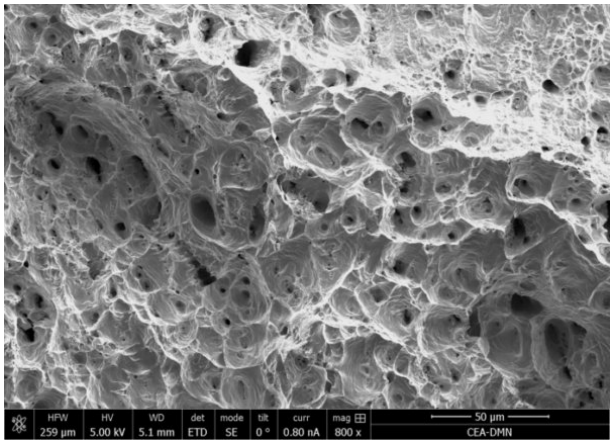
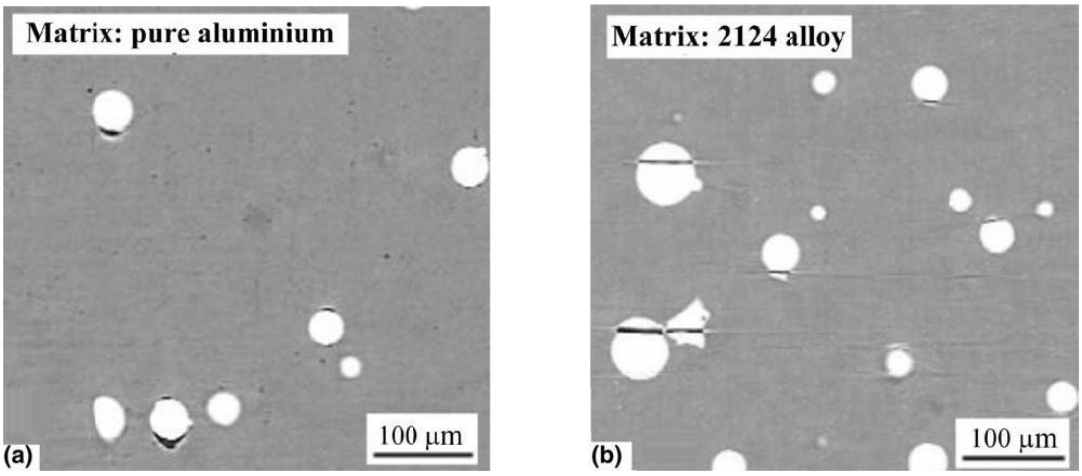


Figure I.2 – Observation en Microscopie Électronique à Balayage (MEB) de cupules micrométriques sur la surface de rupture d'un acier de type 304L hypertrempé déformé à 300°C .

1.1.a Germination

La germination est la formation de cavités au sein de la matière qui s'opère principalement au niveau des inclusions et des précipités dans les alliages métalliques (Argon et al., 1975)(Goods and Brown, 1979). La formation des cavités peut se faire de deux manières : soit par décohésion de l'interface matrice/particule, soit par rupture de l'inclusion (figure I.3). La capacité de former une cavité autour d'un précipité est limitée par la taille de l'inclusion. En effet, en dessous d'un certain diamètre (typiquement 10nm (Argon et al., 1975)), l'énergie de surface nécessaire pour former une cavité par décohésion ou par rupture est trop importante devant l'énergie de déformation de la matrice. Dans le cas des métaux pour lesquels la densité d'inclusions est faible, la germination peut également s'opérer dans des zones de forte localisation de la plasticité initiant des micro-fissures à l'origine des cavités (Beevers, 1962). Ces premières observations ont été récemment confirmées expérimentalement (Noell et al., 2017) où il est observé la formation de cavités (en l'absence d'inclusions) se formant le long de cellules de dislocations créées par la déformation plastique.



(a) Germination par décohésion de l'interface inclusion/matrice.

(b) Germination par rupture de l'inclusion.

Figure I.3 – Germination de cavités au niveau des inclusions (Babout et al., 2004).

Les paramètres qui pilotent les mécanismes de la rupture ductile sont dépendants des paramètres mécaniques et des paramètres matériaux. Les paramètres mécaniques qui pilotent la germination sont la contrainte et la déformation locales. Les paramètres matériau sont l'énergie de décohésion et/ou de rupture des précipités, la capacité des matériaux à se déformer de manière localisée et enfin la taille des précipités.

1.1.b Croissance

Une fois la cavité formée, celle-ci croît du fait de l'écoulement plastique piloté notamment par la contrainte hydrostatique appliquée. La phase de croissance correspond à l'augmentation du volume de la cavité sans influence des cavités voisines. Les paramètres mécaniques influents pendant la phase de croissance sont la triaxialité des contraintes, définie comme le ratio entre la contrainte moyenne ($\Sigma_m = \frac{1}{3}\mathrm{tr}\underline{\underline{\Sigma}}$, mesure de la contrainte hydrostatique) et la contrainte équivalente (Σ_{eq}, mesure de la partie déviatorique des contraintes), soit $T = \frac{\Sigma_m}{\Sigma_{eq}}$ ainsi que le paramètre de Lode ($\mu = \frac{2\Sigma_{II}-\Sigma_I-\Sigma_{III}}{\Sigma_I-\Sigma_{III}}$, avec Σ_i les contraintes principales) à faible triaxialité (Benzerga and Leblond, 2010). La figure I.4 montre les résultats de simulations de cellules poreuses en faisant varier différents paramètres. L'augmentation de la triaxialité augmente la vitesse de croissance de la porosité f (définie comme le ratio entre le volume de la cavité et le volume total) (figure I.4(a)). Le paramètre de Lode a également un effet sur l'évolution de la porosité, à triaxialité constante (figure I.4(b)). Les paramètres matériau déterminant la croissance sont le comportement de la matrice (anisotropie comme le montre la figure I.4(c) et écrouissage à forte triaxialité) et la forme des cavités (figure I.4(d)). La croissance est accélérée quand la triaxialité augmente, quand l'écrouissage diminue et quand les cavités sont initialement aplaties par rapport à la direction principale de traction.

Effets d'orientations cristallographiques Lorsqu'une cavité dans un matériau polycristallin est plus petite que la taille de grain, elle est contenue dans un monocristal, ce qui est une situation courante pour les alliages métalliques (Cooper et al., 2018). Il y a a-priori une dépendance de son comportement sous chargement mécanique à l'orientation du cristal. Des simulations de dynamique des dislocations (Segurado and LLorca, 2010) et des simulations éléments finis avec des modèles de plasticité cristalline (Potirniche et al., 2006)(Ling et al., 2016) montrent que la croissance des cavités est fonction de l'orientation cristalline notamment dans les cas de faibles triaxialités des contraintes (voir figure I.5). En effet, suivant l'orientation, ce ne sont pas les mêmes systèmes de glissement qui sont activés. (Potirniche et al., 2006) ont simulé par éléments finis des cellules poreuses pour différentes orientations cristallines. Une traction uniaxiale a été conduite sur un monocristal CFC contenant une cavité. Il apparaît que la croissance est plus grande pour certaines orientations : par exemple, pour une traction suivant la direction [1 1 1] la croissance de la cavité est deux fois supérieure à celle suivant la direction [1 0 0]. Des résultats similaires ont été obtenus par dynamique des dislocations (Segurado and LLorca, 2010). Par ailleurs, quand la triaxialité des contraintes devient plus importante, l'influence de l'orientation cristalline est moindre (Segurado and LLorca, 2010)(Potirniche et al., 2006). En effet, les contraintes s'exercent dans plusieurs directions, plusieurs systèmes de glissement sont activés ce qui homogénéise la déformation (figure I.5). Ce phénomène a été confirmé par d'autres études par éléments finis utilisant des lois de plasticité cristalline (Yerra et al., 2010)(Ling et al., 2016).

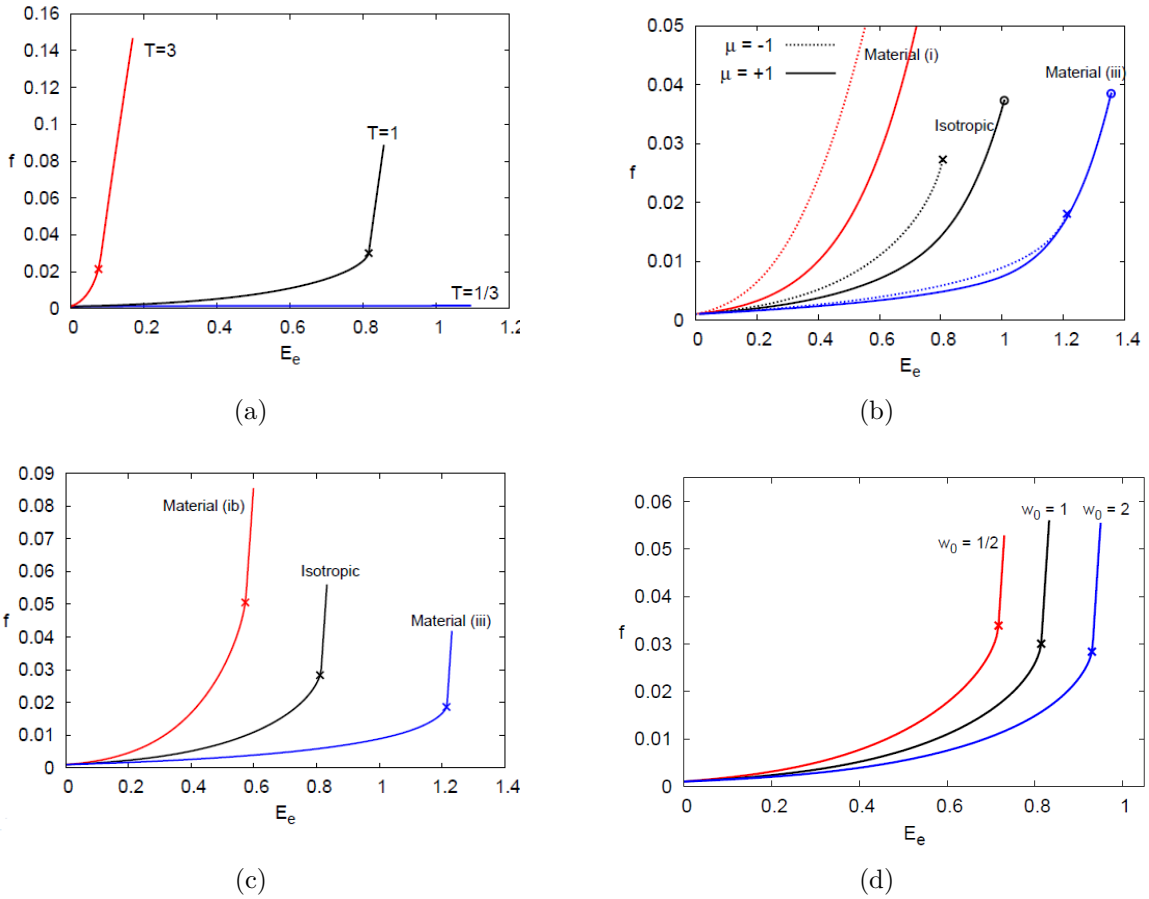


Figure I.4 – Simulations de croissance de cavités dans une cellule poreuse montrant les effets sur la fraction volumique de cavités f de : (a) la triaxialité T (b) le paramètre de Lode μ (c) l'anisotropie plastique de la matrice (d) la forme initiale de la cavité (pour une cavité sphéroïdale avec ω_0 le rapport de la hauteur sur la largeur de la cavité) (Benzerga and Leblond, 2010).

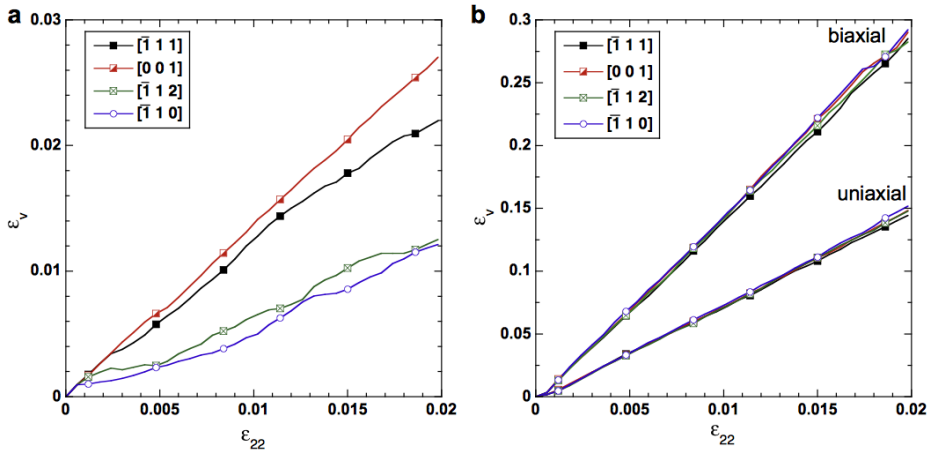


Figure I.5 – Évolution de la fraction surfacique des cavités (divisée par l'aire initiale) en fonction de la déformation pour différentes orientations cristallographiques. (a) Traction uniaxiale ($\sigma_{11} = 0$). (b) Déformation uniaxiale ($\varepsilon_{11} = 0$) et déformation biaxiale ($\epsilon_{11} = \epsilon_{22}$) (Segurado and LLorca, 2010). Simulations 2D de dynamique des dislocations. Déformation totale de 2%.

Effets de la taille des cavités Deux autres effets de taille des cavités ont été mis en évidence en ce qui concerne la croissance de cavités sous chargement mécanique, liés aux

dislocations. Le premier concerne le cas où la densité de dislocations est si faible que la plasticité n'a pas lieu à l'échelle de la cavité (Chang et al., 2015). Le deuxième provient de l'existence de gradients de dislocations (Borg et al., 2008) générés par les dislocations géométriquement nécessaires. Ces deux effets conduisent à des effets d'échelles et sont détaillés dans le chapitre III.

Modèles en phase de croissance Les modèles de Rice et Tracey (Rice and Tracey, 1969) et de McClintock (McClintock, 1968) sont les modèles pionniers pour décrire cette phase. Ce sont des modèles qui décrivent explicitement la variation du rayon moyen R d'une cavité isolée en fonction de l'état de contrainte (σ^∞) et du taux de déformation ($\dot{p}^\infty$) loin de la cavité et de la limite d'élasticité (σ_0) du matériau. Ils peuvent s'écrire sous la forme suivante :

$$\frac{\dot{R}}{R} = \mathcal{F}(\sigma^\infty, \dot{p}^\infty, \sigma_0, ...) \tag{I.1}$$

Différents modèles ont été proposés pour décrire la fonction $\mathcal{F}$. Le modèle de McClintock (McClintock, 1968) est le premier qui caractérise la croissance de cavités. Il considère une cavité cylindrique à base elliptique dans un matériau rigide plastique écrouissable. La fonction $\mathcal{F}$ (équation I.1) est donnée par la relation :

$$\mathcal{F} = \frac{\dot{p}^\infty \sqrt{3}}{2(1-n)} \sinh\left(\frac{\sqrt{3}(1-n)}{2}\frac{\sigma_a + \sigma_b}{\sigma_0} + \frac{\varepsilon_a + \varepsilon_b}{2}\right) \tag{I.2}$$

σ_a et σ_b sont les contraintes dans les directions des axes de la section elliptique de la cavité et ε_a et ε_b sont les déformations correspondantes. n est l'exposant d'écrouissage déterminé expérimentalement et défini par (McClintock and Rhee, 1962) : $n = \frac{\sigma(p_{max})}{\sigma_{moy}(p)} - 1$, n varie de 0 pour un matériau plastique parfait à 1 pour un matériau linéairement écrouissable.

Un autre modèle fréquemment utilisé est celui de Rice et Tracey. Ce modèle décrit la croissance d'une cavité initialement sphérique dans un milieu infini, sous l'hypothèse d'un solide rigide, plastique parfait avec un critère de von Mises (Rice and Tracey, 1969). La cavité est soumise à un champ de déformation et de contrainte uniforme qui s'applique loin de la cavité. La première formulation du modèle ne prend pas en compte l'écrouissage et peut être donnée par l'équation I.3 avec $\sigma_m^\infty = \sigma_{kk}^\infty/3$ la contrainte moyenne loin de la cavité :

$$\mathcal{F} = 0,283 \ \exp\left(\frac{3\sigma_m^\infty}{2\sigma_0}\right)\dot{p}^\infty \tag{I.3}$$

Il s'avère cependant que le modèle de Rice et Tracey sous-estime la dilatation d'une cavité soumise à un champ de contraintes de triaxialité modérée. Huang (Huang, 1991) a proposé une modification en utilisant des hypothèses similaires conduisant à :

$$\mathcal{F} = \begin{cases} 0,283 \ \exp\left(\dfrac{3\sigma_m^\infty}{2\sigma_0}\right)\dot{p}^\infty & \dfrac{\sigma_m^\infty}{\sigma_0} > 1 \\ 0,427 \ \left(\dfrac{\sigma_m^\infty}{\sigma_0}\right)^{\frac{1}{4}} \exp\left(\dfrac{3\sigma_m^\infty}{2\sigma_0}\right)\dot{p}^\infty & \dfrac{\sigma_m^\infty}{\sigma_0} \leqslant 1 \end{cases} \tag{I.4}$$

Des études sur la croissance de cavités ont été menées et ont permis de confronter les modèles de Rice et Tracey et celui corrigé par Huang aux expériences (Landron et al., 2011)(Bareggi et al., 2012)(Weck et al., 2008). Dans l'étude de (Landron et al., 2011), des essais de traction sur des éprouvettes en aciers ferritique, martensitique et biphasé ont été réalisés in-situ dans un microtomographe à rayons-X. Les modèles ont été comparés pour

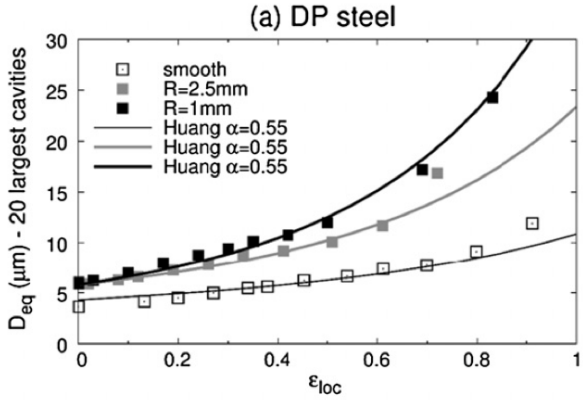


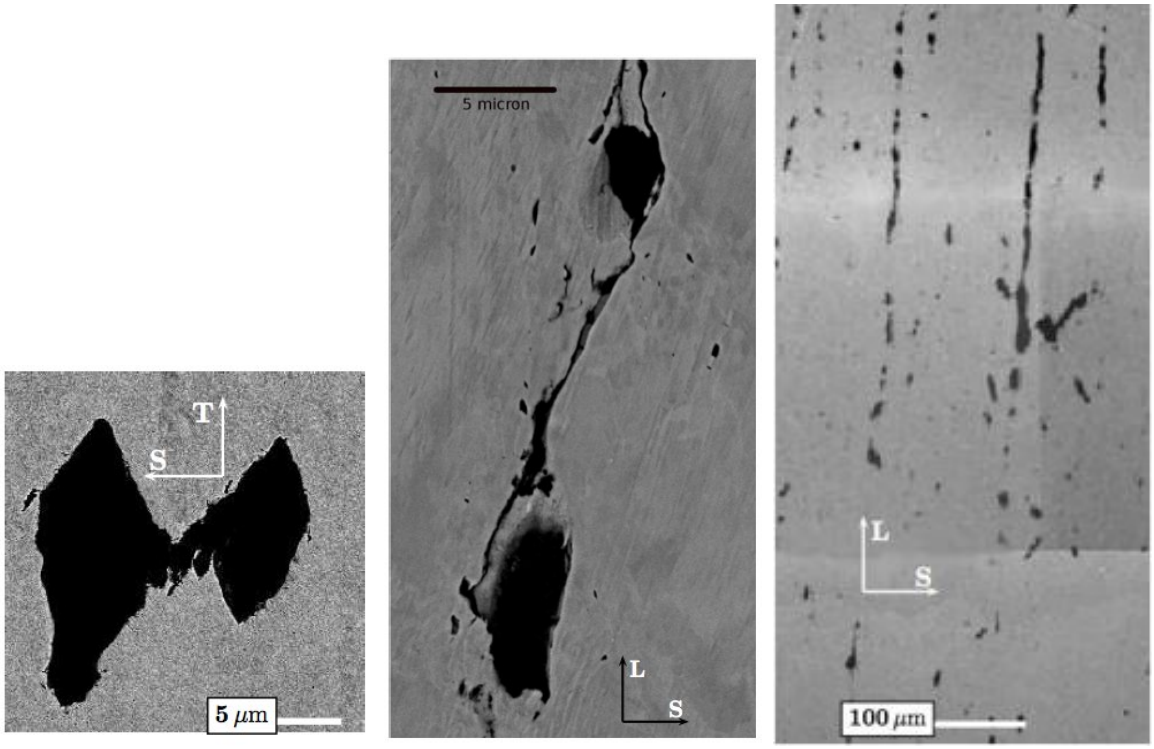
Figure I.6 – Comparaison de la prédiction du modèle de Huang aux résultats expérimentaux pour l'évolution du diamètre équivalent des cavités en fonction de la déformation (α modifié pour un acier biphasé et pour trois géométries d'éprouvette) (Landron et al., 2011).

des tailles de cavités allant de quelques microns à 30 μm. Il apparaît que la valeur de α obtenue expérimentalement n'est pas celle initialement proposée par Rice et Tracey ou Huang. Pour le modèle de Rice et Tracey la valeur de α change pour chaque matériau et pour chaque géométrie d'éprouvette, alors que pour le modèle de Huang la valeur de α ne dépend que du matériau (voir figure I.6). La correction de Huang apporte donc une amélioration en prenant en compte l'effet de la triaxialité des contraintes (influencée ici par la géométrie des éprouvettes). L'écart possible avec les valeurs théoriques de la constante α est probablement dû à la non prise en compte dans le modèle de l'écrouissage (de plus, la croissance sera plus importante avec un écrouissage cinématique qu'avec un écrouissage isotrope (Tracey, 1971) (Besson and Guillemer-Neel, 2003)), ou encore à la non-prise en compte de l'interaction entre les cavités (phase de coalescence qui est au delà du modèle de Rice et Tracey) ou de l'effet de la forme des cavités.

1.1.c Coalescence

La coalescence correspond à l'interaction entre cavités par la localisation de la déformation dans le ligament de matière entre celles-ci (Koplik and Needleman, 1988). Il y a deux principaux mécanismes observés expérimentalement. Le premier correspond à la striction du ligament inter-cavités (figures I.7(a) et I.8), de manière similaire à la striction observée lors d'un essai de traction. La déformation est alors localisée dans le ligament inter-cavités, associée à un déchargement élastique de part et d'autre. Le second est la localisation de la déformation suivant une bande de cisaillement (figure I.7(b)). D'autres modes de coalescence sont également observés (figure I.7(c)).

Comme pour la croissance, la triaxialité et le paramètre de Lode à faible triaxialité sont les paramètres mécaniques influençant la coalescence. La figure I.9(a) montre le niveau de déformation à rupture d'un matériau poreux en fonction de la triaxialité et du paramètre de Lode. Plus la triaxialité est forte, plus le niveau de déformation à rupture est faible, induit à la fois par une croissance et aussi une coalescence accélérée. La présence d'une double population de cavités (Fabregue and Pardoen, 2008) (figure I.9(b)) a également été mise en évidence comme ayant une influence importante sur la coalescence de cavités.



(a) Striction du ligament inter-cavités.

(b) Localisation de la déformation dans une bande de cisaillement.

(c) Coalescences multiples.

Figure I.7 – Exemples de différents modes de coalescence (Benzerga and Leblond, 2010).

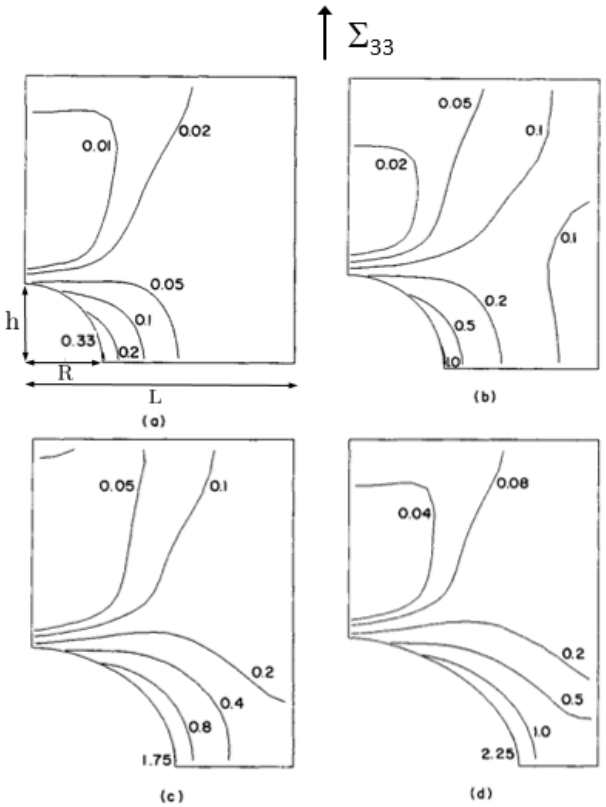
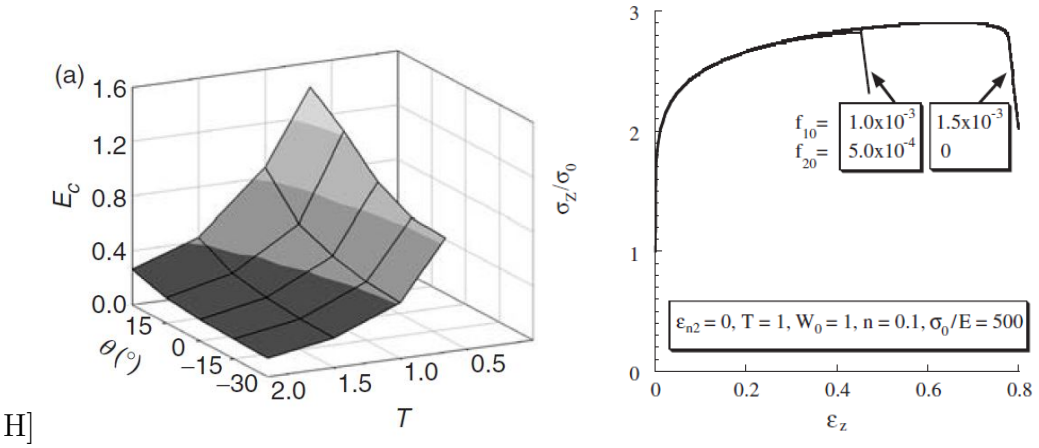


Figure I.8 – Simulations numériques de cavités sous chargement mécanique indiquant les isovaleurs de déformation plastique. (a,b) Après la phase de croissance, (c,d) localisation de la déformation plastique dans le ligament inter-cavités correspondant à la phase de coalescence (Koplik and Needleman, 1988).



H]

(a) (b)

Figure I.9 – (a) Influence de la triaxialité et du paramètre de Lode ($\tan\theta = \frac{2\Sigma_{III}-\Sigma_{II}-\Sigma_I}{\sqrt{3}(\Sigma_{II}-\Sigma_I)}$) sur la déformation à rupture E_C d'un matériau poreux (Gao et al., 2010) (b) Perte de ductilité associée à la présence d'une population secondaire de cavités (Fabregue and Pardoen, 2008) qui accélère la coalescence.

L'effet de l'orientation cristalline sur la coalescence de cavités dans les monocristaux joue un rôle moindre dans les matériaux CFC du fait du grand nombre de systèmes de glissements, mais garde un rôle important pour les matériaux HCP (Pushkareva et al., 2016).

Le premier modèle proposé pour la coalescence est le modèle de (Thomason, 1985) permettant de prédire la contrainte perpendiculaire au plan de coalescence Σ_{33} (voir figure I.8) à partir de laquelle le mode de coalescence intervient. Le modèle initial de Thomason correspond au cas de cavités sphéroïdales dans un matériau obéissant au critère de von Mises, et s'écrit :

$$\Sigma_{33} = (1-\chi^2)\left[0,1\left(\frac{\chi^{-1}-1}{\omega}\right)^2 + 1,2\sqrt{\chi^{-1}}\right] \tag{I.5}$$

avec $\chi = \dfrac{R}{L}$ et $\omega = \dfrac{h}{R}$ (voir figure I.8), décrivant le ligament inter-cavités et le rapport d'aspect de la cavité. En particulier, l'équation I.5 montre l'importance de la taille du ligament inter-cavité via le paramètre χ.

Des études sur la coalescence de cavités ont permis de confronter les prédictions du modèle de Thomason aux résultats expérimentaux (Weck and Wilkinson, 2008)(Weck et al., 2008)(Hosokawa et al., 2013). Il apparaît que le modèle de Thomason prédit de manière précise la coalescence de cavités dont le ligament inter-cavités est perpendiculaire à la direction de traction. Cependant, des validations expérimentales s'avèrent encore nécessaires en ce qui concerne l'effet de la forme des cavités ou de l'anisotropie du matériau (Nemcko et al., 2016).

1.2 Modèles homogénéisés

1.2.a Principe de l'homogénéisation

Les modèles et simulations décrits précédemment permettent notamment de décrire explicitement le comportement d'inclusions et de cavités sous chargement mécanique. La réalisation de calculs de cellules poreuses permet d'expliciter en détail l'influence des

différents paramètres, ce qui peut s'avérer difficile à réaliser expérimentalement. Afin de pouvoir réaliser des calculs de structures et notamment de simuler la déchirure ductile et donc de déterminer la ténacité, des modèles homogénéisés ont été développés sous forme de critères de plasticité effectif $\phi(\underline{\underline{\Sigma}}, \sigma_0, V) \leqslant 0$ avec V une liste de variables internes et Σ le tenseur des contraintes macroscopiques obtenu par moyenne volumique $\Sigma = \int_{vol} \sigma$. L'écoulement plastique se produit lorsque $\Phi = 0$. La figure I.10 montre le principe d'homogénéisation pour décrire le comportement d'un matériau poreux. Les principaux modèles homogénéisés pour matériaux poreux sont décrits ci-dessous afin de mettre en évidence la prise en compte des paramètres importants dans la croissance et la coalescence de cavités décrits précédemment.

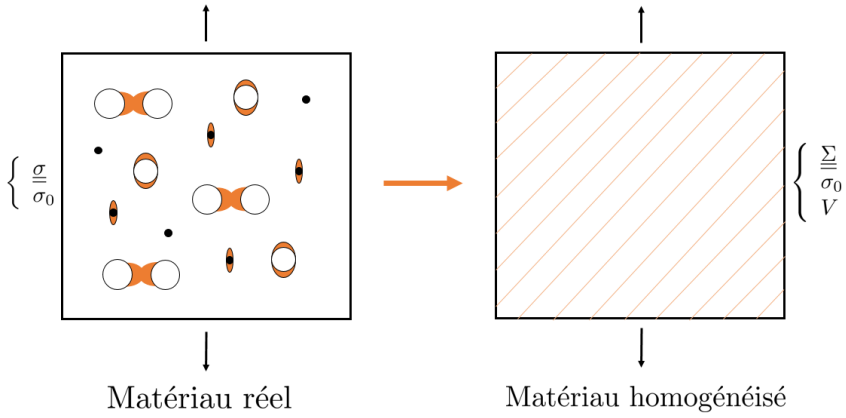


Figure I.10 – Principe de l'homogénéisation : le matériau poreux est remplacé par un matériau effectif homogénéisé. V correspond à une liste de variables internes permettant de décrire la présence de cavités et Σ le tenseur des contraintes macroscopiques obtenu par moyenne volumique $\Sigma = \int_{vol} \sigma$.

1.2.b Critères de plasticité en phase de croissance

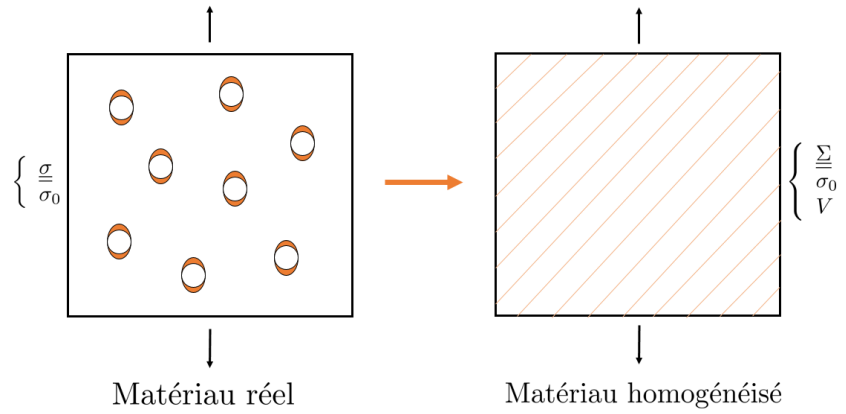


Figure I.11 – Principe d'homogénéisation dans la phase dite de croissance, V correspond à une liste de variables internes permettant de décrire la croissance et Σ le tenseur des contraintes macroscopiques obtenu par moyenne volumique $\Sigma = \int_{vol} \sigma$.

La phase dite de croissance de cavités se caractérise par la non-interaction des cavités comme le montre la figure I.11. Pour obtenir un critère de plasticité effectif du maté-

riau poreux, plusieurs approches sont possibles : par analyse limite (Gurson, 1977), par une approche thermodynamique (Rousselier, 1981), ou par des méthodes variationnelles (Castañeda, 1991).

De nombreux critères de plasticité pour matériaux poreux – depuis le premier développé par Gurson (Gurson, 1977) pour des cavités sphériques dans une matrice isotrope jusqu'aux plus récents prenant en compte la forme des cavités et l'anisotropie plastique – peuvent se mettre sous la forme :

$$\Phi(\underline{\underline{\Sigma}}, \sigma^*, V) = A(V)\left(\frac{\mathcal{F}(\Sigma)}{\sigma^*}\right)^2 + B(V)\cosh\left(C(V)\frac{\mathcal{G}(\Sigma)}{\sigma^*}\right) + D(V) \leqslant 0 \qquad \text{(I.6)}$$

avec σ^* la limite d'élasticité locale du matériau dense (sans cavités) et V des variables décrivant les cavités (porosité, facteur de forme...). L'écoulement plastique se produit quand $\Phi = 0$ et dépend alors des cavités via V.

Des critères de plasticité effectifs ont depuis été proposés afin de prendre en compte la forme de cavités (sphérique, sphéroïdale, ellipsoïdale) ainsi que le comportement plastique de la matrice (von Mises, Hill)(tableau I.1) conduisant à une description relativement complète pour le comportement homogénéisé de matériaux poreux polycristallins dans la phase de croissance. Des modèles homogénéisés ont été proposés plus récemment pour des matériaux monocristallins poreux pour la phase de croissance (Han et al., 2013)(Ling et al., 2016)(Mbiakop et al., 2015)(Paux et al., 2015).

Effets de la présence d'une interface Pour les cavités nanométriques ($R \lessapprox 5$ nm) l'énergie associée à l'interface cavité/matrice doit être prise en compte (Chang et al., 2013). Cette énergie de surface γ induit une augmentation de la contrainte nécessaire pour faire croître la cavité. Ce phénomène est observé en dynamique moléculaire (Lubarda, 2011)(Brach et al., 2016). Si le rapport $\frac{\sigma_0 R}{\gamma} \ll 1$ (avec σ_0 la limite d'élasticité de la matrice) alors l'énergie nécessaire à déformer l'interface devient non négligeable devant l'énergie nécessaire pour déformer la matrice. Des modèles homogénéisés ont également été proposés dans la phase de croissance pour prendre en compte l'effet de l'énergie de surface (Dormieux and Kondo, 2010)(Monchiet and Kondo, 2012).

Effets liés aux dislocations Des modèles homogénéisés dans la phase de croissance ont également été proposés pour prendre en compte l'effet de la présence de dislocations géométriquement nécessaires (Monchiet and Bonnet, 2013) pour des matériaux isotropes et contenant des cavités sphériques.

1.2.c Critères de plasticité en phase de coalescence

De la même façon que pour la phase de croissance, des modèles homogénéisés pour décrire la phase de coalescence ont été proposés dans la littérature (figure I.12). Thomason a décrit la contrainte de coalescence par analyse limite conduisant au modèle décrit dans le paragraphe 1.1.c. Ce modèle a été mis sous la forme d'un critère de plasticité (Benzerga et al., 2001) de la forme :

$$\phi(\underline{\underline{\Sigma}}, \sigma_0, \chi, \omega) = \frac{\Sigma_{eq}}{\sigma_0} + \frac{3}{2}\frac{|\,\Sigma_m\,|}{\sigma_0} - \frac{3}{2}\Sigma_{33}(\chi, \omega) \leqslant 0 \qquad \text{(I.7)}$$

Le critère de coalescence de Thomason a été modifié pour prendre en compte l'écrouis-

Critère de plasticité local	Cavités sphériques	Cavités sphéroïdales	Cavités ellipsoïdales
von Mises	$\phi(\underline{\underline{\Sigma}}, \sigma_0, f) = \left(\frac{\Sigma_{eq}}{\sigma_0}\right)^2 + 2f\cosh\left(\frac{3}{2}\frac{\Sigma_m}{\sigma_0}\right) - 1 - f^2$ (Gurson, 1977)	$\phi(\underline{\underline{\Sigma}}, \sigma_0, \omega, \mathbf{e_3}) = \mathrm{C}\frac{(\underline{\underline{\Sigma}}'\eta\Sigma_{\mathrm{h}}\underline{\underline{\mathrm{Q}}})^2_{\mathrm{eq}}}{\sigma_0'^2} + 2(\mathrm{g}+1)(\mathrm{g}+\mathrm{f})\cosh\left(\kappa\frac{\underline{\underline{\Sigma}}:\underline{\underline{\mathrm{X}}}}{\sigma_0}\right) - (\mathrm{g}+1)^2 - (\mathrm{g}+\mathrm{f})^2$ (Gologanu et al., 1997)	$\phi(\underline{\underline{\Sigma}}, \sigma_0, \omega_{12}, \omega_{13}, \mathbf{e_3}) = \frac{\mathcal{Q}(\underline{\underline{\Sigma}})}{\sigma_0^2} + 2(\mathrm{g}+1)(\mathrm{g}+\mathrm{f})\cosh\left(\frac{\mathcal{L}(\underline{\underline{\Sigma}})}{\sigma_0}\right) - (\mathrm{g}+1)^2 - (\mathrm{g}+\mathrm{f})^2$ (Madou & Leblond, 2012)
Hill	$\phi(\underline{\underline{\Sigma}}, \sigma_0, f, \mathbb{H}) = \frac{3}{2}\frac{\underline{\underline{\Sigma}}':\mathbb{H}:\underline{\underline{\Sigma}}'}{\sigma_0^2} + 2f\cosh\left(\frac{3}{h}\frac{\Sigma_m}{\sigma_0}\right) - 1 - f^2$ (Benzerga & Besson, 2001)	$\phi(\underline{\underline{\Sigma}}, \sigma_0, f, \omega_{12}, \mathbf{e_3}, \mathbb{H}) = \frac{3}{2}\mathrm{C}\frac{\underline{\underline{\Sigma}}:\mathbb{H}:\underline{\underline{\Sigma}}}{\sigma_0^2} + 2(\mathrm{g}+1)(\mathrm{g}+\mathrm{f})\cosh\left(\kappa\frac{\underline{\underline{\Sigma}}:\underline{\underline{\mathrm{X}}}}{\sigma_0}\right) - (\mathrm{g}+1)^2 - (\mathrm{g}+\mathrm{f})^2$ (Keralavarma & Benzerga, 2010)	$\phi(\underline{\underline{\Sigma}}, \sigma_0, \omega_{12}, \omega_{13}, \mathbf{e_3}) = \frac{\mathcal{Q}(\underline{\underline{\Sigma}})}{\sigma_0^2} + 2(\mathrm{g}+1)(\mathrm{g}+\mathrm{f})\cosh\left(\frac{\mathcal{L}(\underline{\underline{\Sigma}})}{\sigma_0}\right) - (\mathrm{g}+1)^2 - (\mathrm{g}+\mathrm{f})^2$ (Morin et al., 2015)
Plasticité cristalline	$\phi(\underline{\underline{\Sigma}}, \tau_k^*, f) = \left(\frac{\mu_k:\Sigma}{\tau_k^*}\right)^2 + \alpha f\frac{2}{45}\left(\frac{\Sigma_{eq}}{\tau_k^*}\right)^2 + 2q_1 f\cosh\left(q_2\sqrt{\frac{3}{20}}\frac{\Sigma_m}{\tau_k^*}\right)$ (Han et al., 2013)	$\phi(\underline{\underline{\Sigma}}, \tau_0^s, f) = \max_{s=1,K}\left\{\frac{\sqrt{\underline{\underline{\boldsymbol{\sigma}}}\cdot\hat{\mathbf{S}}^{mvar,(s)}\cdot\underline{\underline{\boldsymbol{\sigma}}}}}{1-f} - \tau_0^{(s)}\right\}$ (Mbiakop et al., 2015)	

Tableau I.1 – Exemples de critères de plasticité de modèles homogénéisés de matériaux poreux pour la phase de croissance (Gurson, 1977)(Gologanu et al., 1997)(Madou and Leblond, 2012)(Benzerga and Besson, 2001)(Keralavarma and Benzerga, 2010)(Morin et al., 2015)(Han et al., 2013)(Mbiakop et al., 2015).

sage (Pardoen and Hutchinson, 2000)(Scheyvaerts et al., 2011), une population secondaire de cavités (Fabregue and Pardoen, 2008) et la présence de cisaillement (Tekoğlu et al., 2012). Les dernières améliorations du modèle de Thomason ont été proposées par (Benzerga and Leblond, 2014) et (Morin et al., 2015), reprenant de manière rigoureuse l'analyse de Thomason pour obtenir des bornes supérieures de la contrainte de coalescence, également en présence de cisaillement (Torki et al., 2015). Enfin, des modifications faites par (Keralavarma and Chockalingam, 2016) et (Morin, 2012) ont été apportées pour prendre en compte l'anisotropie du comportement des matériaux. Le tableau I.2 résume les modèles pour un cas de chargement axisymétrique (en l'absence de cisaillement, avec $\Sigma_{xx} = \Sigma_{yy} = \alpha\Sigma_{zz}$).

1.2.d Évaluation de la ténacité

Pour être utilisé dans des calculs de structures, les critères de croissance et de coalescence décrits précédemment sont couplés à une loi d'écoulement plastique ainsi que des lois d'évolution des variables internes (porosité, forme,...)(Besson, 2010). Ces modèles homogénéisés permettent alors de bien reproduire les calculs de cellules poreuses (Tekoğlu et al., 2012)(Pardoen and Hutchinson, 2000)(Scheyvaerts et al., 2011) comme l'illustre

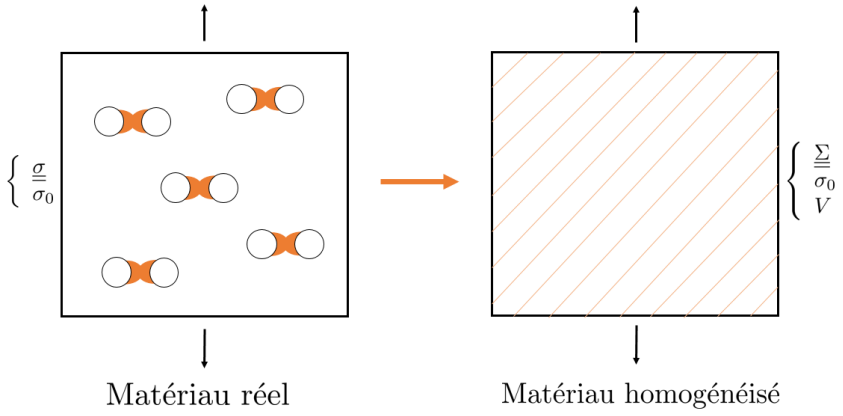


Figure I.12 – Principe d'homogénéisation dans la phase dite de coalescence, V correspond à une liste de variables internes permettant de décrire la coalescence et Σ le tenseur des contraintes macroscopiques obtenu par moyenne volumique $\Sigma = \int_{vol} \sigma$.

Critère de plasticité local	Cavités sphéroïdales	Cavités ellipsoïdales
von Mises	$\Sigma_{33}(\chi,\omega) = (1-\chi^2)\left[0,1\left(\frac{\chi^{-1}-1}{\omega}\right)^2 + 1,2\sqrt{\chi^{-1}}\right]$ (Thomason, 1985)	Pas de modèle connu
	$\Sigma_{33}(\chi,\omega) = \frac{1}{\sqrt{3}}\left[2-\sqrt{1+3\chi^4}+\ln\left(\frac{1+\sqrt{1+3\chi^4}}{3\chi^2}\right)+\frac{\chi^3-3\chi+2}{3\chi\omega}\right]$ (Benzerga et Leblond, 2014)	
	$\Sigma_{33}(\chi,\omega) = \frac{1}{4\sqrt{3}\omega^2\chi^2}\int_{\chi^2}^1 \frac{(1-u)^2}{\sqrt{1+3u^2}}\left[Y(u)\sqrt{1+Y^2(u)}+\mathrm{Argsinh}(Y(u))\right]\mathrm{du}$ (Morin et al., 2015) Avec $Y(u) = \frac{2\omega\chi}{1-u}\sqrt{\frac{1+3u^2}{u}}$	
Hill	$\Sigma_{33}(\chi,\omega,\mathbb{H}) = \sqrt{\frac{6}{5}h_q}\left[b\ln\left(\frac{1}{\chi^2}\right)+\sqrt{b^2+1}-\sqrt{b^2+\chi^4}+b\ln\left(\frac{b+\sqrt{b^2+\chi^4}}{b+\sqrt{b+1}}\right)\right]$ (Keralavarma & Chockalingam, 2016)	Pas de modèle connu

Tableau I.2 – Critères de plasticité ($\phi(\underline{\underline{\Sigma}},\sigma_0,\chi,\omega) = \frac{\Sigma_{eq}}{\sigma_0} + \frac{3}{2}\frac{|\,\Sigma_m\,|}{\sigma_0} - \frac{3}{2}\Sigma_{33}(\chi,\omega)$) de modèles homogénéisés de matériaux poreux pour la phase de coalescence sous chargement axisymétrique.

la figure I.13 qui montre la comparaison de calculs de cellules poreuses à un modèle de croissance et coalescence de cavités (Scheyvaerts et al., 2011), et peuvent donc servir à évaluer la ténacité en simulant la propagation de fissures.

(Pardoen and Hutchinson, 2003) ont calculé la ténacité à partir de simulations numériques sur éprouvette de ténacité en utilisant un modèle homogénéisé de croissance et coalescence de cavités (Pardoen and Hutchinson, 2000). L'étude montre que les paramètres influençant la ténacité sont les mêmes que ceux pilotant la croissance et la coalescence avec notamment une forte influence de l'écrouissage et de la forme des cavités comme le montre la figure I.14.

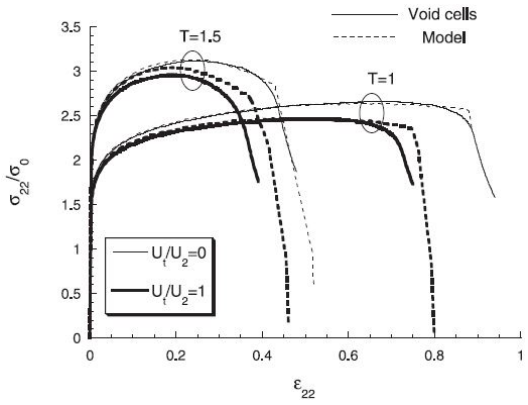
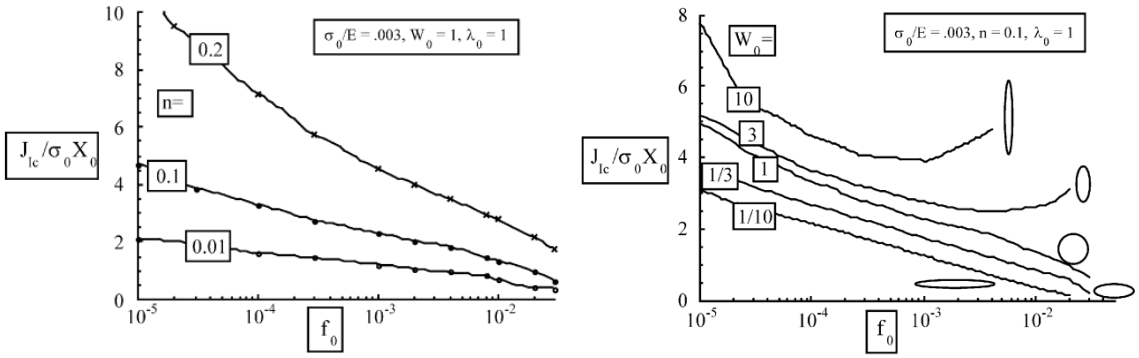


Figure I.13 – Comparaison des courbes de contrainte-déformation entre un calcul de cellule poreuse et le modèle homogénéisé de (Scheyvaerts et al., 2011).



(a) (b)

Figure I.14 – Mise en évidence de l'influence de (a) la porosité initiale f_0 et de l'écrouissage (via l'exposant d'écrouissage n) ainsi que (b) de la forme des cavités sur la ténacité J_{Ic} (normalisée par la limite d'élasticité initiale et la distance inter-cavités initiale.) (Pardoen and Hutchinson, 2003)

Le tableau I.15 synthétise les paramètres matériaux principaux influençant la germination, la croissance et la coalescence de cavités à chargement imposé (triaxialité des contraintes, paramètre de Lode).

	Germination	**Croissance**	**Coalescence**
Paramètres matériaux	Résistance des inclusions Résistance des interfaces Taille des précipités	Écrouissage (Forte triaxialité) Anisotropie et orientation cristallographique Forme des cavités Taille des cavités	Écrouissage Distribution des cavités Forme des cavités Anisotropie et orientation cristallographique Taille des cavités

Figure I.15 – Synthèse des paramètres matériaux influant la rupture ductile par croissance et coalescence de cavités.

Synthèse : Les différentes études (expérimentales et numériques) disponibles dans la littérature ont mis en évidence les paramètres majeurs pilotant la rupture ductile par croissance et coalescence de cavités, et donc la ténacité. La triaxialité des contraintes est le paramètre mécanique prépondérant tandis que, pour les paramètres matériau, l'écrouissage, la porosité, la forme des cavités, et l'anisotropie du matériau sont les facteurs prépondérants. Les modèles homogénéisés de croissance ont fait l'objet de nombreux développements, ces contributions ont permis de couvrir les différents cas d'application prenant en compte la forme de cavités (sphériques, sphéroïdales, ellipsoïdales) et l'anisotropie. La littérature est donc relativement complète pour la phase de croissance pour les matériaux polycristallins, le développement pour les matériaux monocristallins étant plus récent. Il n'en est pas de même pour les modèles de coalescence où les développements sont plus récents. Il reste principalement à élargir et développer les modèles de coalescence pour des formes de cavités plus générales et pour des matériaux anisotropes.

2 Évolution des mécanismes de déformation et des propriétés mécaniques des matériaux CFC avec l'irradiation

Pour appliquer les modèles homogénéisés décrits dans la section précédente aux matériaux irradiés, il est nécessaire de décrire l'évolution avec l'irradiation des propriétés matériaux qui influencent la croissance et la coalescence de cavités. De plus, ces modèles font intrinsèquement l'hypothèse d'une plasticité homogène à l'échelle des cavités ce qui doit être validé pour les matériaux irradiés. Pour valider l'utilisation de ces modèles pour les matériaux irradiés, il convient donc également de comprendre les mécanismes de déformation qui leur sont associés. La partie précédente a permis de mettre en évidence les propriétés matériaux influençant la rupture ductile par croissance et coalescence de cavités. Dans cette partie, l'évolution des mécanismes de déformation et des propriétés mécaniques avec l'irradiation est détaillée afin de pouvoir décrire leurs influences sur la rupture ductile. L'étude est ici restreinte aux aciers inoxydables austénitiques pour les températures REP et RNR. Quelques indications sont aussi données pour le cuivre envisagé comme matériau de structure pour le réacteur ITER.

2.1 Défauts d'irradiation

Le rayonnement neutronique généré par les réactions nucléaires induit un transfert d'énergie vers la structure cristalline des matériaux irradiés. Un rayonnement est caractérisé par sa fluence (densité surfacique de particules incidentes) et son spectre énergétique. La figure I.16 montre les flux neutroniques en fonction de l'énergie, pour différents types de réacteurs (réacteur à fusion, réacteur à neutrons rapides refroidi au sodium (FFTF), réacteur de recherche à haut flux de neutrons (HFIR) et Réacteur à Eau Pressurisée (REP)).

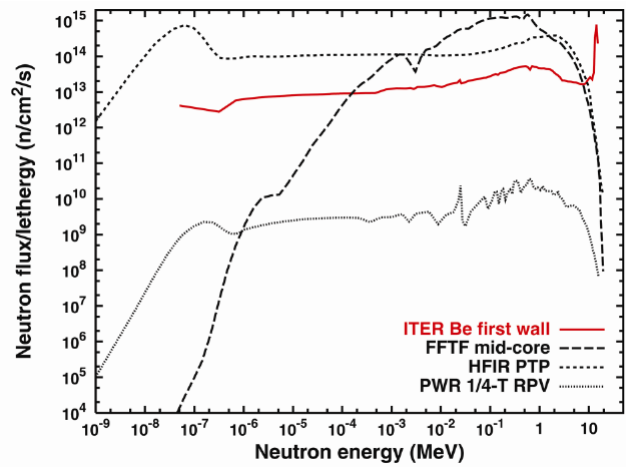


Figure I.16 – Flux neutronique en fonction de l'énergie des neutrons pour différents réacteurs (ITER est un réacteur de fusion, FFTF est un réacteur à neutrons rapides refroidi au sodium, HFIR est un réacteur de recherche à haut flux de neutrons, PWR = Pressurized Water Reactor = REP).

En impactant le matériau, les particules incidentes vont déplacer les atomes du réseau cristallin en fonction de leur énergie. La quantification du dommage d'irradiation se mesure

généralement en dpa (displacement per atoms). Il s'agit du nombre moyen de déplacements par atome dans la matière. Cette grandeur a été définie afin de tenter de s'affranchir de la nature de la particule incidente et de son spectre énergétique. Pour déplacer un atome du réseau cristallin, il faut lui transmettre une énergie minimale typiquement comprise entre 25 et 50 eV pour les métaux et leur alliages (ASTM E521, 2006)(Stoller et al., 2013)(figure I.17(a)). Cette énergie est dépendante de l'orientation cristalline. La première collision par une particule incidente plus énergétique entraîne une cascade de collisions atomiques (Garner, 2012)(Stoller, 2012). Cette cascade de collisions correspond à un déplacement important des atomes du réseau cristallin dans un temps très court (quelques pico-secondes) puis une réorganisation s'opère et presque tous les atomes retournent dans la configuration du cristal parfait. Cependant, certains atomes ne retrouvent pas leurs positions, créant ainsi des paires lacunes/interstitielles dites de Frenkel et conduisent à la formation de défauts (figure I.18).

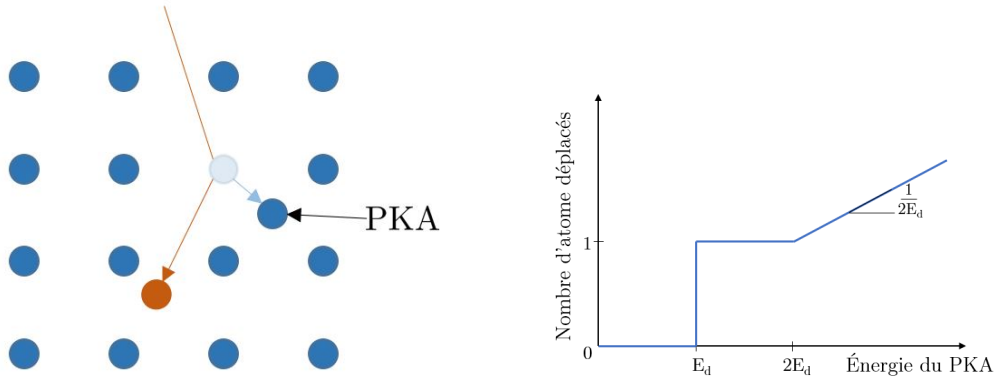
À la place des simulations de dynamique moléculaire (Phythian et al., 1995) qui permettent une évaluation certes réaliste mais coûteuse en temps de calcul des dpa, des simulations simplifiées de type Monte-Carlo sont réalisées (Ziegler and Biersack, 1985). Les atomes impactés par la particule incidente sont appelés PKA pour "Primary Knock-on Atom". Dans ce type de simulations, seuls les PKA sont le plus souvent calculés, c'est-à-dire les collisions primaires (entre particules incidentes et atomes du réseau) conduisant à une partie des dpa. Des modèles analytiques sont ensuite utilisés pour estimer les dpa provenant des collisions secondaires (entre un atome déplacé et les autres atomes du réseau) à partir de l'énergie du PKA, comme le modèle dit de Kinchin-Pease (Stoller et al., 2013)(Kinchin and Pease, 1955) qui présume que le nombre de paires de Frenkel formé est linéaire entre deux seuils en fonction de l'énergie du PKA. Si l'énergie du PKA est inférieur au seuil bas, aucun nouveau déplacement n'a lieu. Au-delà du seuil haut, l'énergie supplémentaire est dissipée par l'excitation électronique et l'ionisation (figure I.17). À noter qu'il existe d'autres modèles analytiques pour le calcul des dpa qui sont plus proches des phénomènes physiques (Norgett et al., 1975).

2.1.a Généralités

Les déplacements des atomes du fait de l'irradiation créent des défauts dans la structure cristalline : des défauts de Frenkel, c'est-à-dire des paires lacunes/interstitiels. La recombinaison de ces défauts ponctuels peut générer des défauts nanométriques. La densité de défauts créés et leur taille dépendent de la dose et de la température d'irradiation. Pour les irradiations neutroniques, il y a également des possibilités de transmutation des éléments du matériau.

Dans les paragraphes suivants sont décrits les défauts d'irradiation observés dans les aciers inoxydables en conditions REL [1] (irradiation aux neutrons à une température d'environ 300°C). Puis, pour chaque type de défauts, l'effet de la température d'irradiation est décrit afin notamment de discuter des défauts d'irradiation apparaissant à plus haute température comme dans les Réacteurs à Neutrons Rapides (RNR) refroidis au sodium. Les défauts d'irradiation observés dans le cuivre sont aussi décrits. Ils sont d'intérêt dans le cadre du projet ITER. L'apport de la réalisation des irradiations aux ions pour simuler des irradiations neutroniques est enfin discuté.

1. Réacteur à Eau Légère = Réacteur à Eau Pressurisée (REP) + Réacteur à Eau Bouillante (REB)



(a) (b)

Figure I.17 – (a) Création d'un défaut de Frenkel (paire lacune/interstitiel) par la collision d'une particule incidente (rouge), le PKA (Primary Knock Atom) devient à son tour une particule incidente dont les dpa peuvent être approximés par le modèle de Kinchin-Pease. (b) Nombre d'atomes déplacés en fonction de l'énergie du PKA par l'approximation de Kinchin-Pease (Kinchin and Pease, 1955).

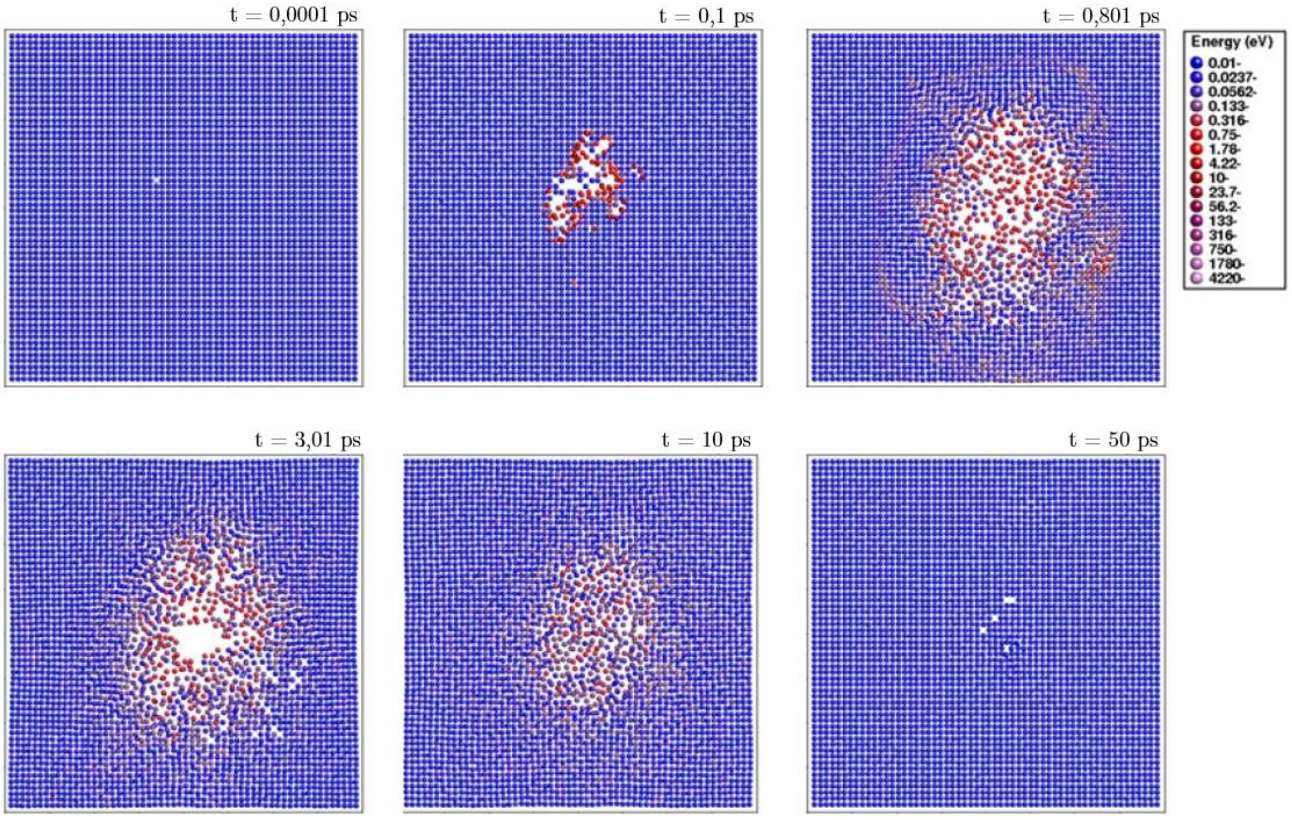
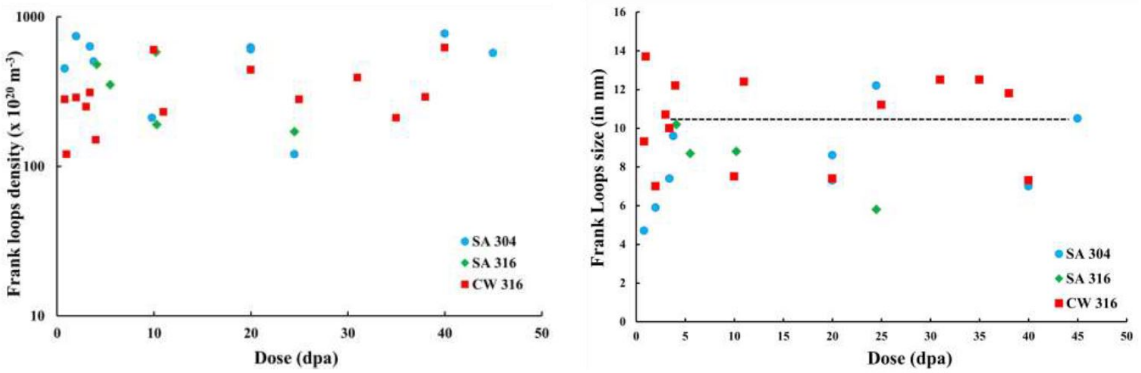


Figure I.18 – Cascade de collisions dans de l'or à 0 K induite par un atome incident de 10 keV (Nordlund et al., 2015).

2.1.b Défauts d'irradiations dans les aciers inoxydables austénitiques ($T_{Irr} \sim 300 - 400°C$)

Boucles de dislocation/Boucles de Frank Les principaux défauts d'irradiation sont les boucles de Frank. Il s'agit de boucles de dislocations formées par des fautes d'empilements, représentables comme des disques interstitiels ajoutés dans les plans denses ({111}

pour les CFC) (Etienne et al., 2010). La figure I.19 montre l'évolution typique en densité et en taille des boucles de Frank en fonction de la dose d'irradiation. Une saturation de la densité et de la taille de ces boucles est observée dès les premiers dpa.



(a) (b)

Figure I.19 – Évolution de la densité et de la taille des boucles de Frank dans différents aciers inoxydables pour des températures d'irradiation aux neutrons comprises entre 290 et 360°C (Gupta, 2016).

Dislocations L'irradiation influe aussi sur la densité de dislocations initiale du matériau. Il a été observé une réduction de la densité de dislocations en fonction de la dose par différentes études (Pokor et al., 2004)(Huang et al., 2015)(Edwards et al., 2009). La figure I.20 montre l'évolution de la densité de dislocations en fonction de la dose d'irradiation dans un acier de type 304 hypertrempé et dans du 316 écroui. La densité de dislocations dans les matériaux écrouis diminue rapidement avec l'irradiation jusqu'à atteindre la même densité de dislocations que dans le matériau hypertrempé. Cette diminution de la densité du réseau de dislocations pourrait s'expliquer par l'augmentation de la mobilité des dislocations induite par les hauts flux de lacunes et d'interstitiels (Pokor et al., 2004).

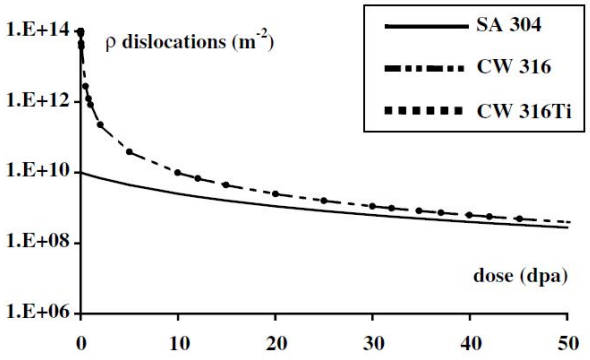


Figure I.20 – Évolution de la densité de dislocations pour les aciers inoxydables 304 hypertrempé et 316 écroui irradiés dans le réacteur à neutrons rapides BOR-60 ∼ 300°C (Pokor et al., 2004).

Cavités Sous irradiation, des cavités peuvent se former par l'accumulation de lacunes (figure I.21). Cette formation de cavités est aussi appelée micro-gonflement car l'apparition de nombreuses cavités dans le matériau peut conduire à un gonflement macroscopique

(variation de volume à masse constante) mesurable qui est plus particulièrement observé en conditions RNR ($T_{Irr} > 350 - 400°C$). D'après les données obtenues en RNR, le gonflement suit deux phases : une première dite d'incubation, qui se distingue par une augmentation de la taille des cavités formées ainsi qu'une augmentation progressive de la densité. Il s'ensuit une phase de gonflement linéaire caractérisé par un arrêt de l'évolution de la distribution de la taille des cavités, et pour laquelle seule la densité de cavités augmente.

Des bulles sont également observées et sont le résultat de l'accumulation de gaz provenant des réactions de transmutation [2]. Elles sont principalement observées en REP et très peu en RNR du fait du haut flux de neutrons thermiques qui permettent la création d'hélium et d'hydrogène par des réactions de transmutation principalement du Nickel.

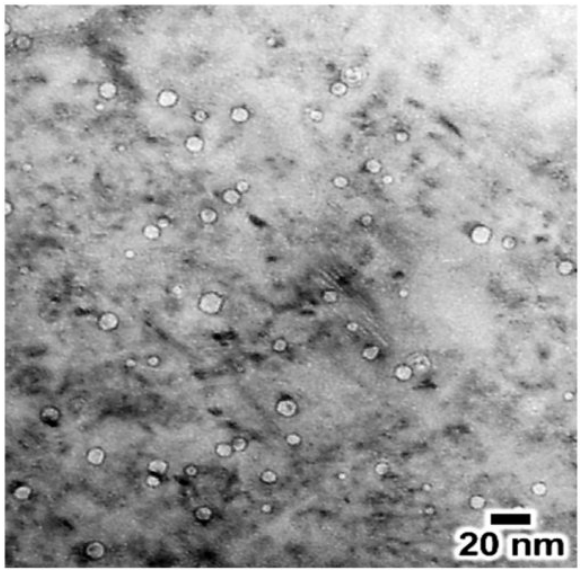


Figure I.21 – Cavités observées dans un acier inoxydable 316 irradié en REP à $\sim 340°C$, 12,2 dpa (Garner, 2012).

Ségrégation/Précipitation Enfin, l'irradiation induit une ségrégation des éléments d'alliage par une augmentation de leur mobilité induite par les défauts ponctuels. Il en résulte un enrichissement ou un appauvrissement des solutés au niveau des puits (joints de grains, dislocations). Par exemple, dans les aciers 304 et 316, un appauvrissement en chrome et un enrichissement en nickel aux joints de grains sont observés (figure I.22). La ségrégation augmente rapidement avec la dose puis évolue très lentement à partir d'environ 10 dpa (Fukuya, 2013).

Si les concentrations des éléments d'alliages induites par la ségrégation deviennent supérieures à la limite de solubilité des éléments, des précipités et des phases secondaires peuvent être formés (Garner, 2012). En conditions REP dans les aciers inoxydables austénitiques, des précipités fins de phase γ', phase G, $M_{23}C_6$ ainsi que des petits carbures ont été observés (Edwards et al., 2003).

Effet de la température d'irradiation La température d'irradiation influence fortement la formation des défauts. Pour des températures différentes de la température de service des REL, la proportion relative de défauts d'irradiation observés dans les aciers

2. $^{58}Ni + n \rightarrow {}^{59}Ni + \gamma$, $^{59}Ni + n \rightarrow {}^{59}Co + H$, $^{59}Ni + n \rightarrow {}^{56}Fe + {}^{4}He$, $^{10}B + n \rightarrow {}^{7}Li + {}^{4}He$

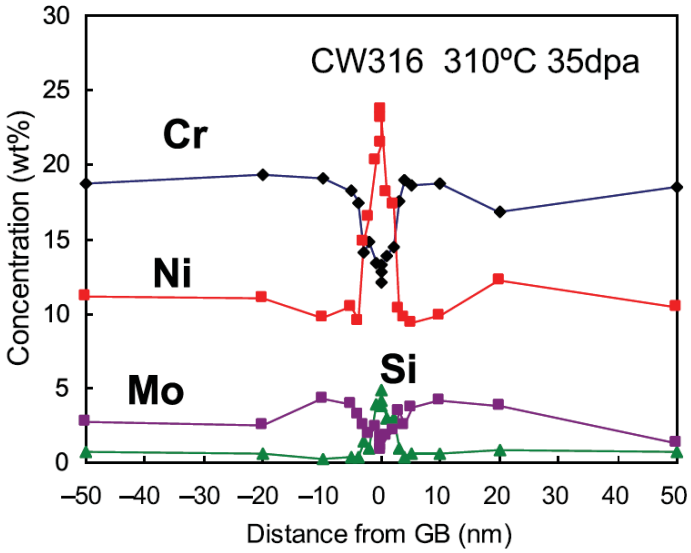
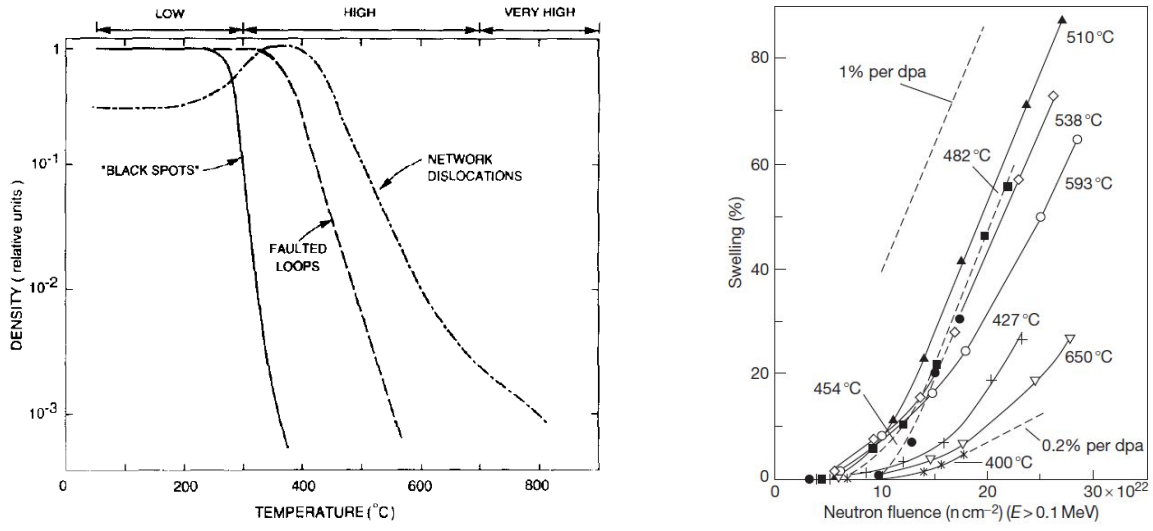


Figure I.22 – Profils de concentration des éléments Cr, Ni, Mo et Si au travers d'un joint de grain dans un acier 316 irradié en réacteur à eau légère (Fukuya, 2013).

austénitiques inoxydables irradiés aux neutrons évolue, comme le montre la figure I.23(a). Pour les boucles de Frank, l'augmentation de la température diminue leur densité et augmente leur taille. À basse température, des petits défauts (∼ 1nm) appelés black dots du fait de la difficulté à les observer en microscopie électronique en transmission sont observés.



(a) (b)

Figure I.23 – (a) Dépendance de densité relative des défauts d'irradiation en fonction de la température d'irradiation dans les aciers inoxydables austénitiques irradiés aux neutrons (Zinkle et al., 1993) (b) Gonflement en fonction de la dose d'irradiation dans un acier inoxydable 316 écroui à 20% en condition RNR(Garner, 2012).

L'apparition de cavités/gonflement est aussi très sensible à la température. La figure I.23(b) montre l'évolution du gonflement en fonction de la dose d'irradiation pour différentes températures dans un acier inoxydable 316 écroui à 20 % (Garner, 2012). Un pic de gonflement est observé pour une température d'environ 500°C, avec un gonflement beaucoup

plus faible aux températures inférieures et supérieures.

La figure I.24 montre les domaines de température et de dose d'irradiation où sont observés les différents types de précipités. Les domaines de précipitation sont principalement pour des températures supérieures à 400°C mais les études récentes montrent également de la précipitation aux températures inférieures à 400°C en condition REP (Kenik and Busby, 2012)(Renault et al., 2011).

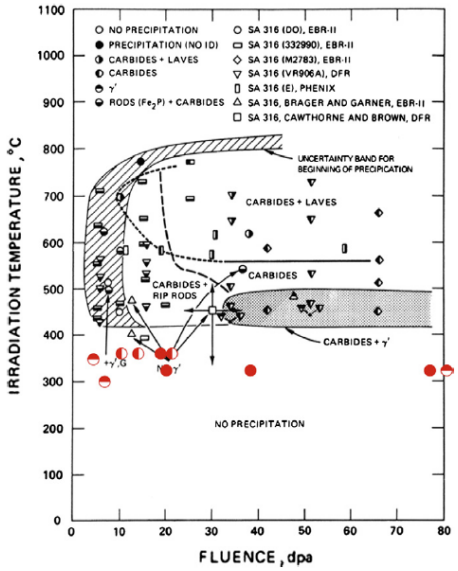


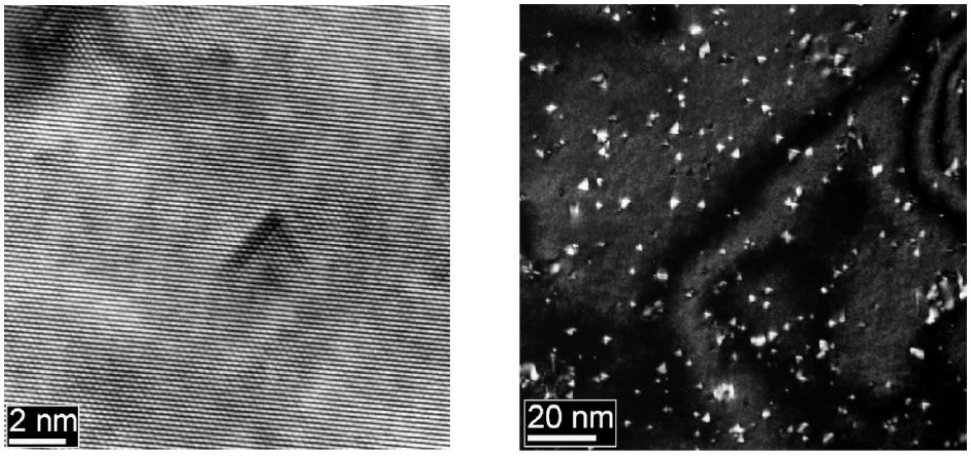
Figure I.24 – Observations des différents types de précipités en fonction de la dose et de la température dans un acier 316 irradié en réacteurs à neutrons rapides (points noirs) et en réacteur à eau légère en rouge (Kenik and Busby, 2012).

2.1.c Défauts d'irradiation dans le cuivre

Les aciers austénitiques inoxydables sont les matériaux de structure cristallographique CFC les plus utilisés dans les réacteurs nucléaires pour les structures soumises à l'irradiation. Les alliages de cuivre, également CFC, sont également envisagés pour des composants soumis à l'irradiation neutronique dans le cadre du projet ITER, pour de plus faibles températures d'irradiation ($T_{Irr} \sim 100$ - 350°C) et de plus faibles doses. Pour cette gamme de température, à la différence des aciers inoxydables austénitiques qui présentent une multitude de défauts, les principaux défauts dans le cuivre sont les fautes d'empilement tétraédrique (SFT) (Kojima et al., 1991)(Pakarinen et al., 2013). Il s'agit de tétraèdres de quelques nanomètres dont les faces (plans {111}) sont des boucles de Frank lacunaires. Les arêtes du tétraèdre sont orientées suivant les directions ⟨110⟩ (Kiritani, 1997). Plusieurs mécanismes de formation sont envisagés tels que le regroupement de lacunes et des mécanismes impliquant des mouvements de dislocations (Loretto et al., 2015). La figure I.25 montre leurs observations en MET et la figure I.26 montre l'évolution de la densité de ces défauts en fonction de la dose d'irradiation.

2.1.d Simulation des irradiations aux neutrons par des irradiations aux ions

Il est possible de simuler certains aspects de l'irradiation neutronique par des irradiations aux ions dans des accélérateurs de particules (Was et al., 2002). Cette technique permet d'obtenir des taux de dommage élevés ce qui permet de réduire considérablement les



(a) (b)

Figure I.25 – Observations en microscopie électronique en transmission de fautes d'empilements tétraédriques (SFT) dans du cuivre irradié (**g**,6**g**) (**g**=200), (a) haute résolution, (b) champ sombre faisceau faible (Pakarinen et al., 2013).

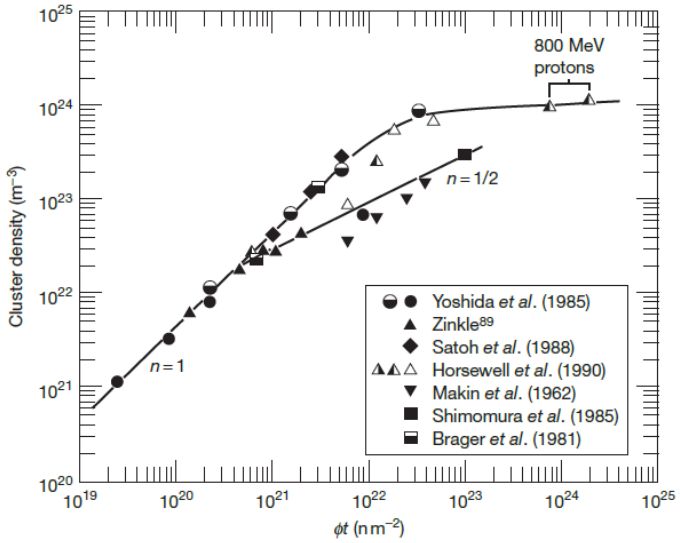


Figure I.26 – Densité de défauts en fonction de la dose d'irradiation dans du cuivre irradié proche de la température ambiante (Li and Zinkle, 2012).

temps d'irradiation. Il est possible d'atteindre des vitesses de dommage de l'ordre de 10^{-3} dpa/s là où les vitesses de dommage sont d'environ 10^{-6} dpa/s en réacteur à neutrons rapides et d'environ 5.10^{-8} dpa/s en REP (Zinkle and Was, 2013). Le second avantage non négligeable est dans la plupart des cas l'absence ou faible activation des échantillons, ce qui permet de simplifier considérablement leurs manipulations. L'inconvénient principal est la profondeur d'irradiation qui n'excède pas en général quelques dizaines de microns. À une température donnée, les irradiations aux ions et aux neutrons conduisent à des effets de l'irradiation différents du fait de la différence de flux. Pour un effet donné (défauts type boucles de Frank, ségrégation...) une augmentation de la température d'irradiation permet de compenser cette différence et de retrouver des défauts similaires. Les décalages en températures sont estimés par (Mansur, 1993) d'après la théorie de l'invariance qui suggère que les changements de valeurs d'une des variables d'irradiation peuvent être remplacés par un décalage d'une autre variable. Deux décalages en température pour la

microstructure (équation I.8) et pour la ségrégation (equation I.9) sont définis :

$$T_2 - T_1 = \frac{\frac{kT_1^2}{E_m^v + 2E_f^v} \ln \frac{K_{0,2}}{K_{0,1}}}{1 - \frac{kT_1}{E_m^v + 2E_f^v} \ln \frac{K_{0,2}}{K_{0,1}}} \tag{I.8}$$

$$T_2 - T_1 = \frac{s\frac{kT_1^2}{E_m^v} \ln \frac{K_{0,2}}{K_{0,1}}}{1 - \frac{kT_1}{E_m^v} \ln \frac{K_{0,2}}{K_{0,1}}} \tag{I.9}$$

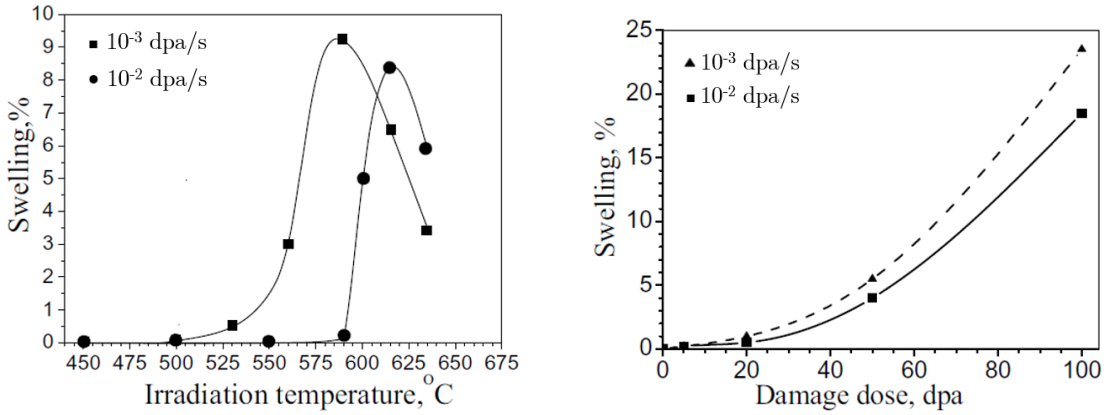
avec T_1 la température d'irradiation aux neutrons et T_2 la température d'irradiation aux ions, $K_{0,1}$ et $K_{0,2}$ les vitesses de dommage respectivement pour les neutrons et les ions. k est la constante de Boltzmann. E_m^v est l'énergie de migration des lacunes et E_f^v est l'énergie de formation des lacunes.

L'étude de (Was et al., 2002) montre que pour des aciers inoxydables 304 et 316, les principaux effets d'irradiation par des neutrons peuvent être reproduits par une irradiation aux protons et ce pour des doses calculées équivalentes. Pour compenser les effets de flux, d'après les équations I.8 et I.9, avec $K_{0,1} = 10^{-7}$ dpa/s, $K_{0,2} = 10^{-6}$ dpa/s, $E_m^v = 1,2$ eV, $E_m^f = 1,8$ eV, pour simuler une irradiation neutronique à 320°C, une augmentation de la température d'irradiation de 15°C est nécessaire pour obtenir une microstructure d'irradiation (boucle de Frank) similaire et une augmentation de 65°C pour obtenir une ségrégation similaire. Une température de 350°C est généralement utilisée, ce qui permet de reproduire de manière satisfaisante la microstructure et la ségrégation (Jiao et al., 2007)(Was et al., 2002). Comparativement aux autres ions, les irradiations protons permettent d'obtenir les plus grandes profondeurs d'irradiation (20 μm pour des protons 2 MeV). Il est alors possible de réaliser des essais mécaniques sur échantillons partiellement ou complètement irradiés. Cependant, les temps d'irradiation sont assez longs, typiquement une centaine d'heures pour 3dpa$_{KP}$ pour les aciers inoxydables austénitiques.

Pour obtenir des doses plus importantes, une des possibilités est d'utiliser des ions lourds (Au, Xe, Fe, Cr,...) qui permettent de générer des dommages importants à des profondeurs d'irradiation faibles ($\sim 1\mu$m). Les irradiations aux ions lourds se font avec des flux beaucoup plus élevés (typiquement) 10^{-3} dpa/s. Pour ce flux les décalages en température estimés par les équations I.8 et I.9 (avec $K_{0,1} = 10^{-7}$ dpa/s, $K_{0,2} = 10^{-3}$ dpa/s, $E_m^v = 1,2$ eV, $E_m^f = 1,8$ eV, $T_1 = 320$°C) sont de 65°C et 380°C. De par cet écart, il n'est pas possible de simuler parfaitement l'irradiation neutronique par des ions lourds. Un choix doit être fait quant aux défauts à simuler (Gupta et al., 2016).

Pour simuler la formation des cavités, des irradiations aux ions lourds (Fe, Cr) couplées ou non à une pré-implantation d'hélium sont généralement utilisées. Pour maximiser le gonflement, les travaux de (Michaut, 2017)(Borodin et al., 2005)(Borodin et al., 2009)(Borodin et al., 2013) suggèrent une température d'environ 600°C pour les aciers inoxydables austénitiques. La figure I.27 montre l'évolution du gonflement d'un acier inoxydable austénitique en fonction de la température et de la dose. Un pic de gonflement fortement dépendant de la température est observé de même qu'une dépendance au flux. Plus le flux est important, plus la température pour laquelle le gonflement est maximal est élevée. À 600°C, les boucles de Frank grossissent et se défautent, il en résulte une densité de dislocations importante (aux environs de 5 10^{14}m^{-2}) et une faible densité de boucles de Frank. La pré-implantation d'hélium, permet de former des petites cavités (<5nm) en

forte densité (Borodin et al., 2013).



(a) (b)

Figure I.27 – Évolution du gonflement d'un acier austénitique inoxydable 18Cr10NiTi irradié aux ions Cr 2 MeV pour deux vitesses de dommage en fonction de (a) la température et (b) la dose (Borodin et al., 2005). Le gonflement est défini comme la variation de volume de l'échantillon sur le volume initial.

2.2 Évolution des propriétés mécaniques macroscopiques

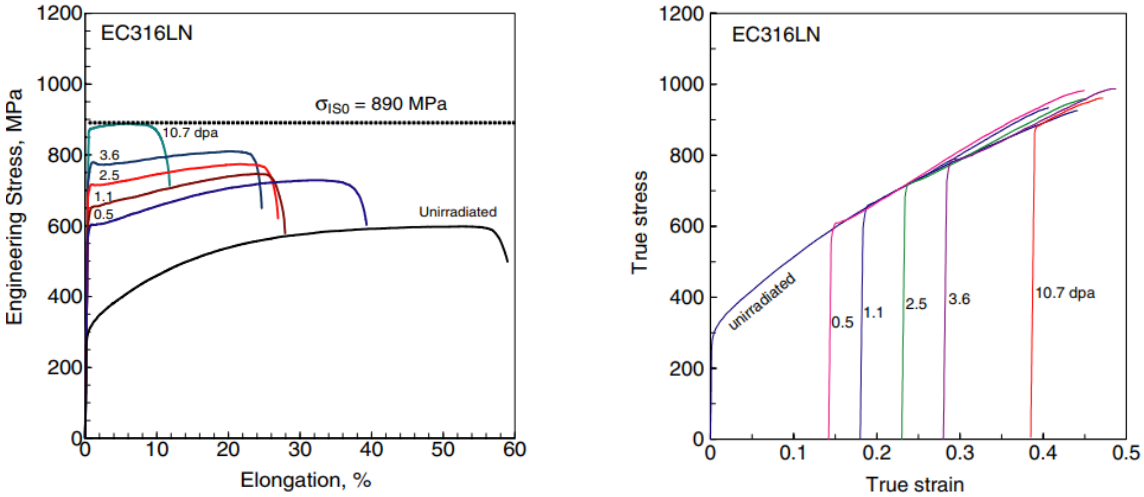
Les défauts générés par l'irradiation à l'échelle de la structure cristalline engendrent une modification des propriétés mécaniques macroscopiques du matériau. Les propriétés mécaniques après irradiation sont caractérisées en fonction du dommage exprimé en dpa et de la température d'irradiation.

2.2.a Aciers inoxydables austénitiques ($T_{Irr} \sim 300°C$)

Pour les aciers inoxydables austénitiques irradiés aux neutrons à une température d'irradiation d'environ 300°C. les principales évolutions des propriétés de traction sont le durcissement, c'est-à-dire une augmentation de la limite d'élasticité, ainsi qu'une baisse de la capacité d'écrouissage, comme le montre la figure I.28(a). Les figures I.29(a) et I.29(b) montrent l'évolution de la limite d'élasticité et de l'allongement à rupture d'aciers austénitiques pour différentes doses d'irradiation. Une forte augmentation de la limite d'élasticité pour de faibles doses est observée ainsi qu'une saturation pour des doses entre 5 et 10 dpa. L'allongement à rupture suit une forte diminution pour de faibles doses et une saturation à hautes doses, principalement du fait de la diminution de la capacité d'écrouissage et de la striction qui apparait plus tôt (figure I.28(a)).

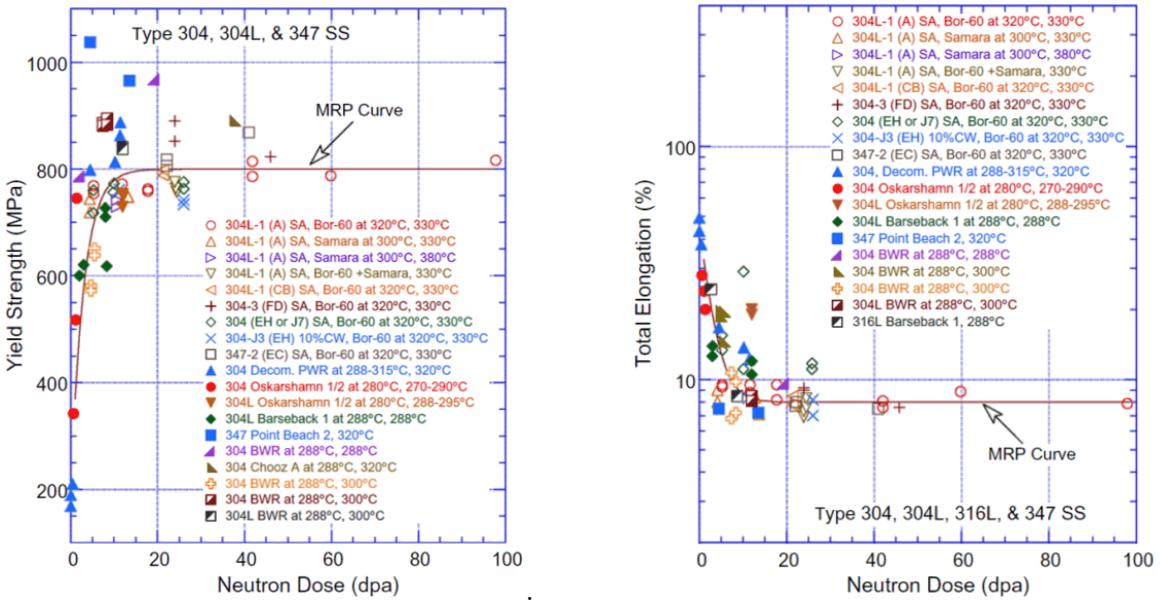
D'un point de vue macroscopique, (Byun and Hashimoto, 2006) ont montré que l'irradiation peut être modélisée macroscopiquement en première approximation comme un pré-écrouissage pour de nombreux matériaux. En effet, le décalage des courbes de traction à l'état irradié se superpose à la courbe à l'état non irradié (figure I.28(b)). Ce pré-écrouissage rend compte de manière simple à la fois du durcissement et de la perte de la capacité d'écrouissage.

Influence de la température d'irradiation Comme la température d'irradiation influence la formation des défauts, les propriétés mécaniques macroscopiques sont aussi



(a) (b)

Figure I.28 – (a) et (b) : Courbes contrainte-déformation en traction d'un acier inoxydable 316LN pour différentes doses d'irradiation (Byun and Hashimoto, 2006), T_{Irr}=60-160°C, T_{Test}=25°C .



(a) Limite d'élasticité en fonction de la dose d'irradiation aux neutrons pour divers aciers inoxydables hypertrempés (Chopra and Rao, 2011b)

(b) Allongement à rupture en fonction de la dose d'irradiation aux neutrons pour divers aciers inoxydables hypertrempés (Chopra and Rao, 2011b).

Figure I.29 – Évolution des propriétés de traction en fonction de la dose d'irradiation.

influencées par celle-ci. La figure I.30 montre l'évolution de la limite d'élasticité à la température d'irradiation d'aciers inoxydables austénitiques de la série 300 en fonction de la température d'irradiation. Un pic est observé à $\sim$ 300°C (température d'irradiation des REL) suivi par une chute à plus haute température, qui s'explique principalement par la diminution de la densité de défauts de type boucles de Frank avec la température au-delà de 300°C.

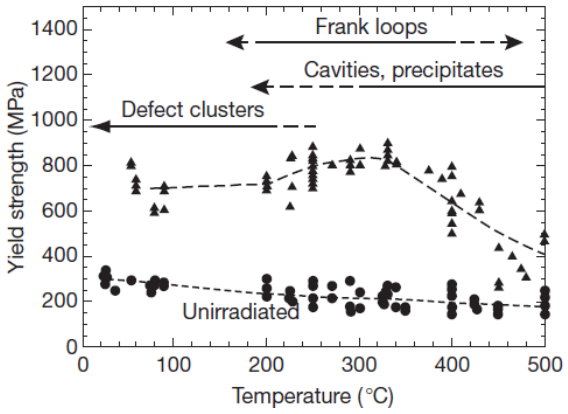
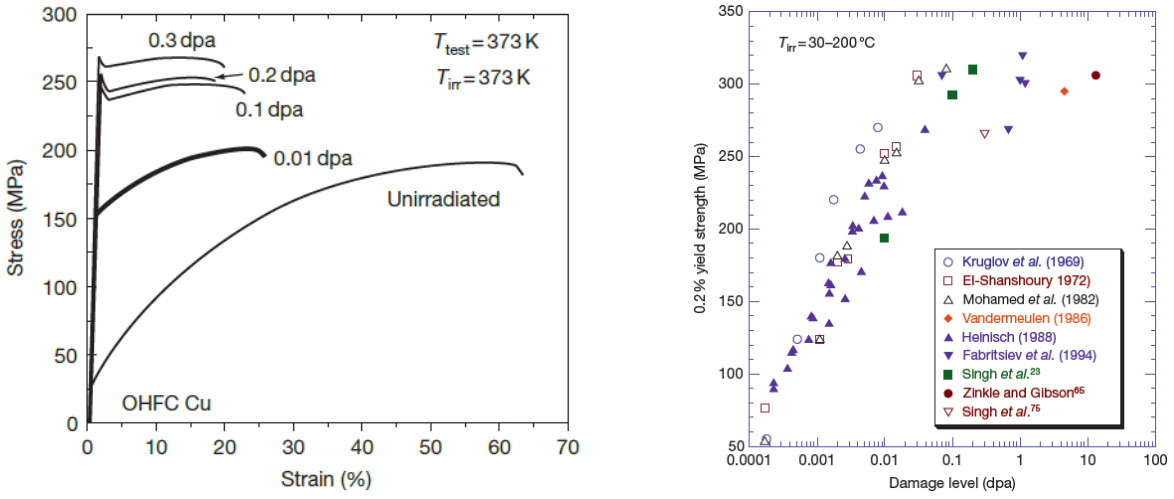


Figure I.30 – Influence de la température d'irradiation sur le durcissement d'acier inoxydable de la série 300 (Garner, 2012).

2.2.b Cuivre

L'effet de l'irradiation sur l'évolution des propriétés mécaniques du cuivre et de ses alliages est qualitativement similaire à celui des aciers inoxydables austénitiques. Un durcissement ainsi qu'une baisse de la capacité d'écrouissage sont observés sur la figure I.31. La principale différence est que la saturation des propriétés mécaniques macroscopiques est atteinte pour des doses bien inférieures, de l'ordre de 0,1 dpa (pour des températures d'irradiation inférieures à 200°C) pour le cuivre contre $\sim$ 10 dpa pour les aciers inoxydables austénitiques. De plus, l'augmentation relative de la limite d'élasticité est bien plus importante pour le cuivre pur que pour les aciers austénitiques inoxydables.



(a) (b)

Figure I.31 – (a) Courbes contrainte-déformation de cuivre OFHC irradié aux neutrons et testé à 100°C (Li and Zinkle, 2012). (b) Évolution de la limite d'élasticité du cuivre en fonction de la dose (Li and Zinkle, 2012).

2.2.c Mécanismes de durcissement par les défauts d'irradiation

D'un point de vue microscopique, le durcissement est dû à la présence des défauts d'irradiation qui interagissent avec les dislocations et freinent celles-ci par un mécanisme d'ancrage. Des simulations de dynamique moléculaire permettent de comprendre les

mécanismes de durcissement liés à l'ancrage des dislocations sur les défauts générés par l'irradiation. À titre d'exemple, la figure I.32 illustre le durcissement lié au passage d'une dislocation sur une boucle de Frank dans un alliage fer nickel chrome.

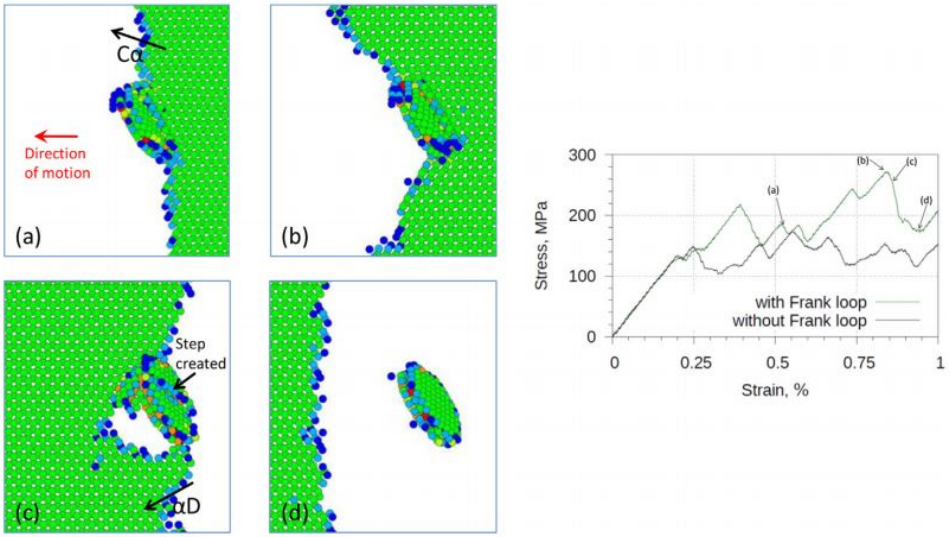


Figure I.32 – Interaction d'une dislocation avec une boucle de Frank dans un alliage Fe-Ni10-Cr20 (Baudoin et al., 2015).

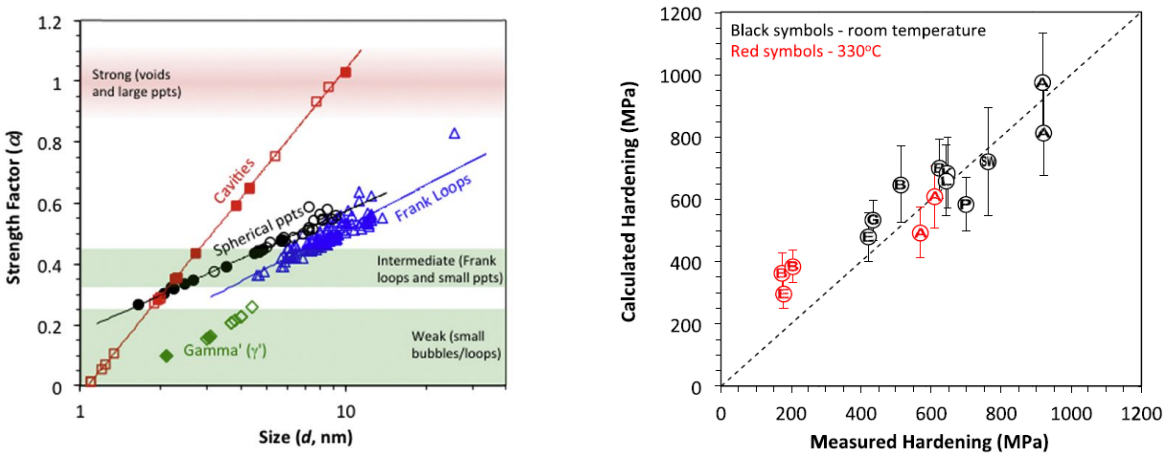
La modélisation du durcissement est faite classiquement en utilisant le modèle de barrière dispersée. Pour chaque type de défauts, le durcissement associé peut être calculé par exemple par l'équation I.10 (Seeger et al., 1957) :

$$\triangle\sigma_{\mathrm{y}}^{\mathrm{i}} = \mathrm{M}\alpha^{\mathrm{i}}\mu\mathrm{b}/\lambda \approx \mathrm{M}\alpha^{\mathrm{i}}\mu\mathrm{b}\sqrt{\mathrm{Nd}} \tag{I.10}$$

avec M le facteur de Taylor (3,06 pour les CFC), α^i le facteur de durcissement associé à chaque type de défaut, μ le module de cisaillement de la matrice, b la norme du vecteur de Burgers, λ la distance entre les obstacles, N et d la densité et la taille des obstacles. Une expression analytique du facteur α a été déterminé empiriquement par (Tan and Busby, 2015) pour des précipités, boucles de Frank et cavités. Il dépend fortement du type d'obstacle, de la taille, de la géométrie et de la densité (figure I.33(a)). Cette équation qui prend en compte plusieurs types de défauts indépendamment les uns des autres permet de bien reproduire l'évolution de la limite d'élasticité avec la dose (figure I.33(b)).

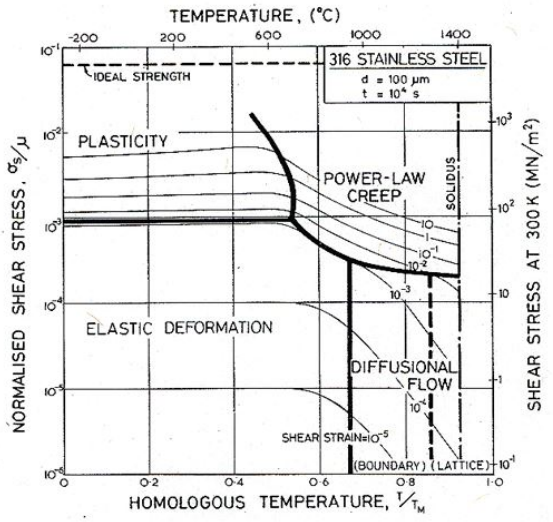
2.3 Évolution des mécanismes de déformation

Les aciers inoxydables austénitiques ont différents modes de déformation en fonction de la température. Pour les températures d'intérêt ($\sim$ 300°C), à l'état non irradié la déformation plastique est principalement générée par le mouvement et la formation de dislocations (figure I.34(a)). C'est ce que l'on peut observer sur la figure I.34(b) où une image MET montre le réseau de dislocations généré après déformation. Cependant, les mécanismes de déformation sont modifiés par l'irradiation. La figure I.35(a) montre les principaux mécanismes qui conduisent à la déformation plastique en fonction de la dose d'irradiation et de la contrainte appliquée. En particulier, le durcissement induit par l'irradiation permet d'atteindre la contrainte critique de maclage (qui est observé uniquement aux basses températures à l'état non irradié).

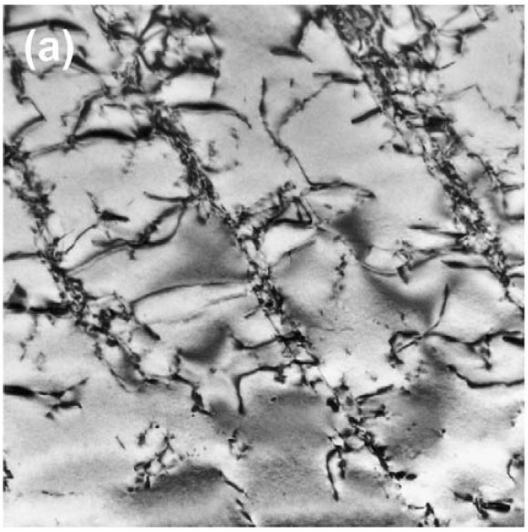


(a) (b)

Figure I.33 – (a) Facteur de durcissement α calculé à température ambiante pour différents défauts d'irradiation. (b) Comparaison entre les durcissements calculés et mesurés pour des aciers inoxydables austénitiques de type 304 et 316 à température ambiante et à 330°C (Tan and Busby, 2015).



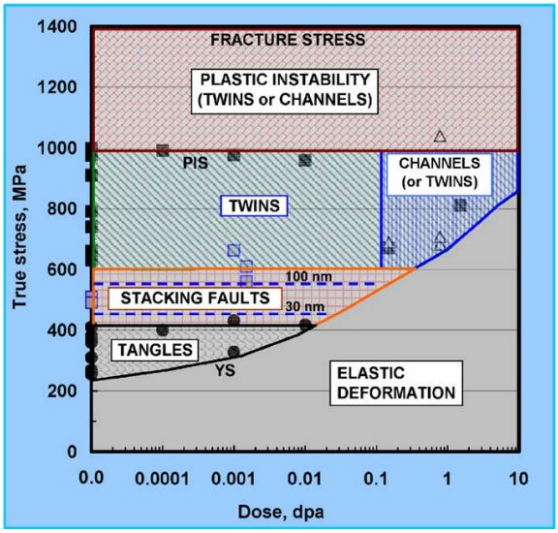
(a) Mécanismes de déformation d'un acier inoxydable 316 en fonction de la température (Frost and Ashby, 1982).



(b) Réseau de dislocations observé en microscopie électronique en transmission après déformation en traction à 16%, état non irradié (Byun and Hashimoto, 2006).

Figure I.34 – Mécanismes de déformation des aciers inoxydables à l'état non irradié.

De plus, un second mode de déformation associé au mouvement des dislocations apparaît à l'état irradié, à savoir la localisation de la déformation dans des canaux (ou channelling). La déformation générée par le mouvement des dislocations se concentre à l'échelle intragranulaire dans des bandes appelées aussi bandes claires en raison de leur contraste en microscopie électronique en transmission (figures I.35(b) et I.36(a)). Ce phénomène est également observé dans les matériaux après une trempe thermique (Bapna et al., 1968) ou après une pré-déformation à basse température (Luft et al., 1975) (figure I.37). Ces trois cas correspondent à la présence de défauts sessiles (Boucles de Frank après irradiation, tétraèdres de fautes d'empilement après trempe thermique, enchevêtrement de

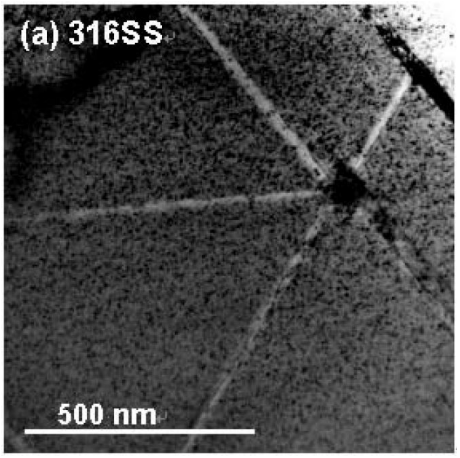


(a) Mécanismes de déformation à température ambiante pour les aciers inoxydables 316 en fonction de la dose d'irradiation (Byun et al., 2006a).

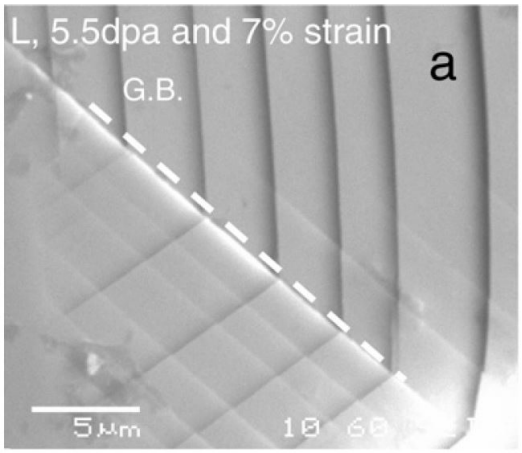


(b) Macles (bandes noires) et bandes claires formées dans un acier inoxydable 316 après 6% de déformation à température ambiante, 0.15 dpa (Byun et al., 2006a).

Figure I.35 – Mécanismes de déformation des aciers inoxydables à l'état irradié.



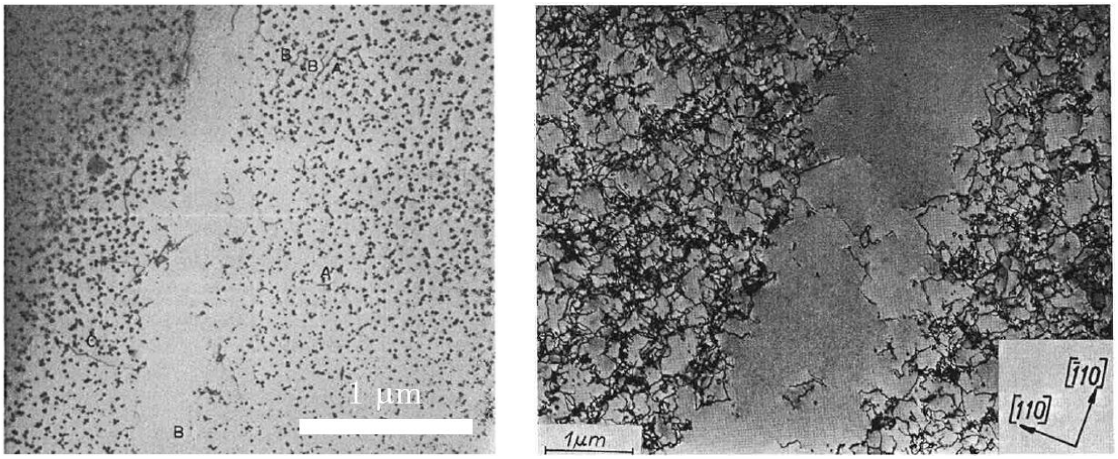
(a) Localisation de la déformation dans un acier inoxydable 316 irradié aux neutrons à 0.78 dpa à 80°C puis déformé à 5% à température ambiante (Byun and Hashimoto, 2006).



(b) Localisation observée en surface d'un échantillon irradié à 5.5 dpa et 360°C et déformé à 7% à 288°C (Jiao et al., 2007).

Figure I.36 – Localisation de la déformation dans des aciers inoxydables irradiés.

dislocations après pré-déformation) qui peuvent être nettoyés par le passage de dislocations, créant ainsi un passage privilégié pour les dislocations suivantes (et apparaissant plus clair au MET) (Byun et al., 2006b). D'un point de vue mécanique, cela correspond à un comportement adoucissant qui est connu pour conduire à un phénomène de localisation. La déformation en canaux est de nature à réduire la capacité d'écrouissage en supprimant l'écrouissage par "la forêt" de dislocations, ce qui permet d'expliquer qualitativement la perte d'écrouissage macroscopique. Dans les aciers inoxydables austénitiques irradiés la largeur typique de ces bandes de localisation est de quelques dizaines de nanomètres (figure I.36(a)).



(a) (b)

Figure I.37 – (a) Observations en microscopie électronique en transmission d'un canal de déformation dans (a) de l'or trempé (Déformation 2-3% à 245°C) (Bapna et al., 1968). (b) du molybdène prédéformé à 20°C et déformé à 220°C (Luft et al., 1975).

Une augmentation de l'espacement entre ces bandes avec l'irradiation pour un niveau de déformation donnée est observée (figure I.38). Le détail des mécanismes de formation des bandes claires ainsi que leur nature sont encore mal compris. Cependant, des simulations récentes de dynamique des dislocations prenant en compte la présence de défauts d'irradiation permettent de reproduire l'apparition de ces bandes (Cui et al., 2018b)(Cui et al., 2018a). L'élargissement et la multiplication des bandes claires ont été associés au glissement dévié des dislocations. Récemment, (Mahajan and Eyre, 2017) ont proposé un mécanisme de formation d'une bande claire par recombinaison des boucles de Frank. En ce qui concerne l'élargissement et la multiplication (Gururaj et al., 2015) ont expliqué la formation des autres bandes claires par la déviation de certaines dislocations dans le plan de glissement dévié dû à la saturation de la bande initiale. À une distance suffisante, la contrainte interne générée par l'empilement des dislocations dans la bande initiale devient moins importante que la contrainte nécessaire au glissement dans le plan primaire. La dislocation change de direction et glisse à nouveau dans le plan primaire pouvant former une seconde bande claire. Le calcul de la distance minimale possible entre deux bandes claires a été proposé par (Gururaj et al., 2015) et s'écrit :

$$y \geq \left| \left(\frac{D_g}{k(x)} \right) \ln \left(\frac{\tau_{III} + \frac{1}{3}\tau_{app}}{\tau_{app}} \right) \right| \tag{I.11}$$

avec y la distance entre deux bandes, D_g la taille du grain, τ_{III} un paramètre dépendant de l'énergie de faute d'empilement ($\tau_{III} \simeq 50$MPa pour les 304/316), τ_{app} la cission résolue dans le système de glissement considéré, $k(x) \approx 5$. Le mécanisme de déformation par localisation conduit à une déformation très hétérogène à l'échelle intra-granulaire, et se traduit par l'apparition de marches à la surface des échantillons irradiés (figure I.36(b)).

2.4 Influence de l'irradiation sur la rupture ductile

L'irradiation modifie fortement les propriétés mécaniques des métaux comme les aciers inoxydables austénitiques et les alliages de cuivre avec principalement un durcissement et

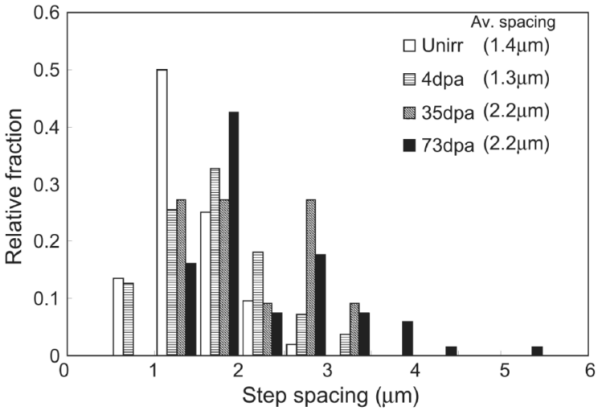


Figure I.38 – Distribution de l'espacement inter-bandes dans un acier inoxydable 316 après déformation à 2-3 % à 320°C (Fukuya et al., 2011).

une perte de la capacité d'écrouissage. À cela peut s'ajouter selon les conditions d'irradiation du gonflement et de la précipitation. Ces propriétés matériau sont celles influençant la rupture ductile par croissance et coalescence de cavités comme décrit dans le paragraphe 1.2.d d'où un effet de l'irradiation sur la rupture ductile de ces matériaux. De manière qualitative, l'influence de l'irradiation sur les paramètres influençant la rupture ductile par croissance et coalescence de cavités et l'influence sur la ténacité (K_{IC}) sont décrits dans le tableau I.3. La diminution de la capacité d'écrouissage et la présence de porosités additionnelles sont de nature à fortement diminuer la ténacité du matériau, comme cela est observé pour les aciers inoxydables austénitiques (figure I.39).

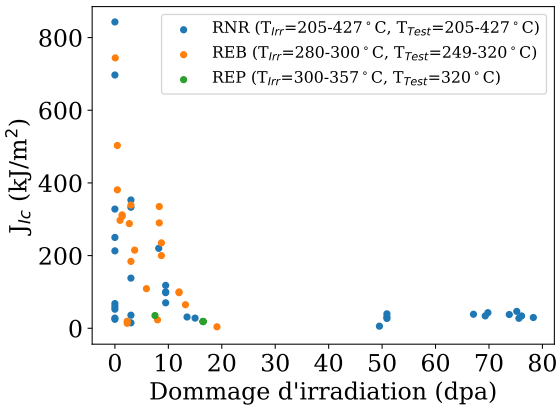


Figure I.39 – Évolution de l'énergie de rupture – mesure de la ténacité – en fonction de la dose d'irradiation pour différentes nuances d'aciers austénitiques inoxydables 304 et 316 irradiés dans des Réacteurs à Neutrons Rapides (RNR) ou en Réacteurs à Eau Bouillante (REB) et Réacteurs à Eau Pressurisée (REP) (Michel and Gray, 1987)(Mills, 1988)(Alexander et al., 1996)(Hamilton et al., 1987)(Chopra and Shack, 2008)(Clarke et al., 1990)(Xu and Fyfitch, 2004)(Krug and Shogan, 2005).

Par manque de données de ténacité sur les matériaux irradiés, certains auteurs ont proposé des modèles pour prédire la ténacité à partir des données d'essais de traction simple.

Paramètres influençant la rupture ductile	Influence de l'irradiation	Conséquence sur la ténacité
Limite d'élasticité : σ_0	σ_0 ↗	K_{IC} ↗
Capacité d'écrouissage : n	n ↘	K_{IC} ↘ ↘
Porosité : f_c	Gonflement : f_c ↗	K_{IC} ↘
Fraction volumique de précipités :f_p	Précipitation : f_p ↗	K_{IC} ↘

Tableau I.3 – Évaluation qualitative des modifications des propriétés induites par l'irradiation et de leurs effets sur la ténacité (pour un mode de rupture par croissance et coalescence de cavités).

Le modèle de (Hamilton et al., 1984) permet de prédire de manière simple la ténacité à partir de la limite d'élasticité, de la déformation à rupture et d'une longueur intrinsèque au matériau. (Odette and Lucas, 1992) ont proposé un modèle prenant en compte le changement du mode de rupture des matériaux fortement irradiés. Plus récemment, (Margolin et al., 2014)(Margolin et al., 2016) ont proposé un modèle plus complet pour décrire la ténacité prenant en compte divers phénomènes tels que la germination, la croissance et la coalescence de cavités, la localisation de la déformation et le gonflement sous irradiation. Récemment, la croissance et la coalescence de cavités dans les matériaux irradiés ont été déterminées numériquement (Ling et al., 2017) à l'échelle du cristal en utilisant une loi de comportement développée pour les aciers inoxydables irradiés.

Si l'analyse présentée dans le tableau I.3 est de nature à expliquer qualitativement la chute de la ténacité observée sur la figure I.39, il convient de s'assurer que les hypothèses sous-jacentes aux modèles homogénéisés développés pour les matériaux non irradiés s'appliquent bien aux matériaux irradiés, ce qui fait l'objet du paragraphe suivant.

2.4.a Influence des mécanismes de déformation

Les défauts d'irradiation conduisent à une modification des mécanismes de déformation des aciers austénitiques inoxydables utilisés dans les REL et les alliages de cuivre dans les conditions envisagées pour le réacteur ITER, avec principalement une localisation de la déformation dans des bandes à l'échelle intragranulaire. Cette évolution amène à se poser la question de l'influence de ce mécanisme particulier de déformation sur la germination, la croissance et coalescence de cavités, plus particulièrement sur les points suivants qui n'ont pas été étudiés dans la littérature :

Germination de cavités et localisation de la déformation Comme discuté au paragraphe 1.1.a, la germination de cavités dans un matériau peut se faire par décohésion/rupture d'inclusions ou se produire dans des zones de forte localisation de la déformation comme cela a été rapporté dans les métaux purs. La transition observée avec l'irradiation d'un mode de déformation relativement homogène à l'échelle du grain à une déformation très hétérogène peut a priori affecter ces deux mécanismes comme schématisé sur la figure I.40.

Croissance/coalescence et localisation de la déformation Dans un matériau qui se déforme de manière homogène, les cavités croissent et coalescent du fait de la plasticité

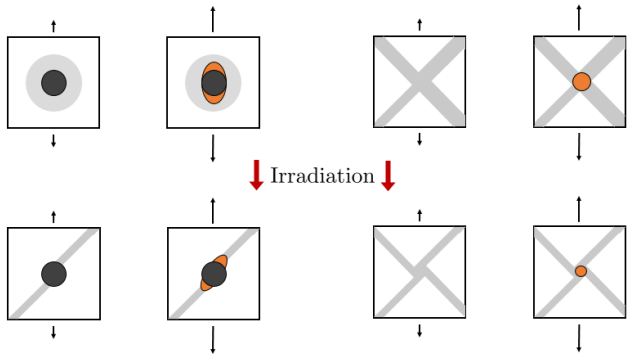


Figure I.40 – Influence potentielle de l'irradiation sur la germination de cavités.

autour des cavités. Si la déformation n'est pas homogène (figure I.41), la croissance des cavités intragranulaires va en être influencée. L'influence pourrait provenir a priori d'une part du fait de l'absence de contribution à la rupture de cavités se trouvant en dehors des bandes de localisation, et d'autre part d'une croissance (ou une coalescence) modifiée. Enfin, la croissance et la coalescence de cavités à l'intérieur des bandes de localisation être à l'origine d'un mode de rupture particulier observé sur les aciers inoxydables irradiés dit de channel fracture (figure I.42(b)) comme cela a été proposé dans (Hojná, 2017).

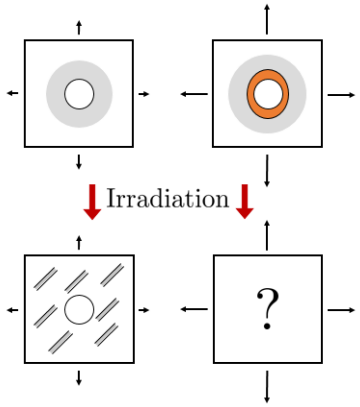
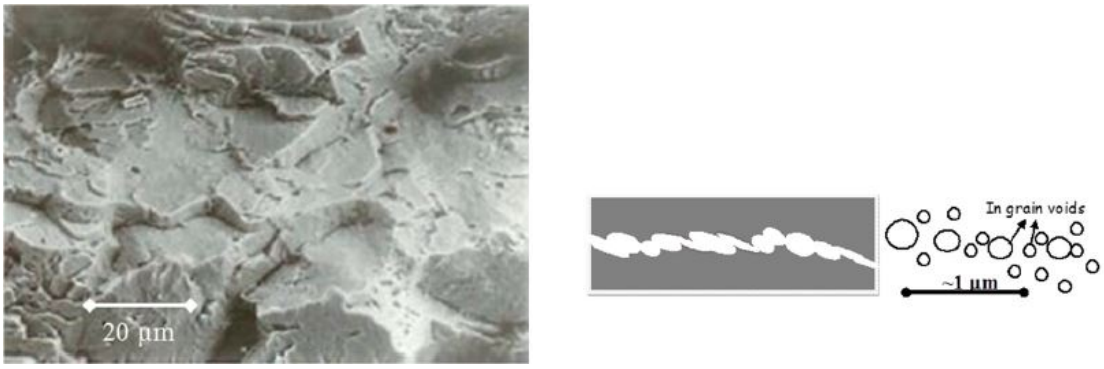


Figure I.41 – Influence potentielle de la localisation de la déformation sur la croissance de cavités.

2.4.b Influence des nanocavités

L'observation de la surface de rupture de matériaux irradiés ayant une forte densité de cavités nanométriques (Porollo et al., 1998)(Neustroev and Garner, 2009) et montrant des cupules nanométriques (figure I.43), indique que les nano-cavités d'irradiation croissent, coalescent et participent à la rupture du matériau.

Les nanocavités doivent donc être prises en compte (au moins pour les fortes porosités) comme étant une porosité additionnelle, comme indiqué précédemment dans le tableau I.3. Pourtant, des effets d'échelle ont été décrits dans la littérature (Chang et al., 2013) montrant l'absence de déformation des cavités les plus petites que l'échelle caractéristique de la plasticité, ce qui pose la question de la taille minimale des cavités à prendre en compte comme étant une porosité additionnelle.



(a) (b)

Figure I.42 – (a) Rupture par canaux (Channel fracture) observée dans un acier de type 316L irradié à 385°C et à ∼64 dpa et déformé à 205°C (3-8% de gonflement) (b) Schéma de channel fracture transgranulaire opérant par coalescence de cavités dans une bande de localisation (Images et légendes tirés de (Hojná, 2017).

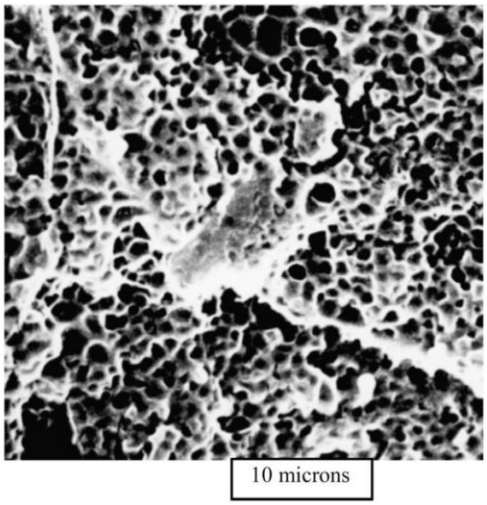


Figure I.43 – Fractographie de la surface de rupture d'un acier inoxydable Fe-18Cr-10Ni-Ti irradié à 330°C, max 72 dpa, avec un gonflement initial de 30 % (Neustroev and Garner, 2009)

De plus, ces cavités peuvent être de taille inférieure à la taille des bandes de localisation, et interagir pour conduire à la rupture du matériau par le mécanisme dit de channel fracture, comme indiqué dans le paragraphe précédent. La figure I.44 montre la déformation de nano-cavités dans une bande de cisaillement sous la surface de rupture par "channel fracture" d'un acier 304L irradié à 40 dpa et ∼ 400°C. Cela correspond à un mode de coalescence qui reste insuffisamment décrit en termes de modèles homogénéisés, comme décrit au paragraphe 1.2.

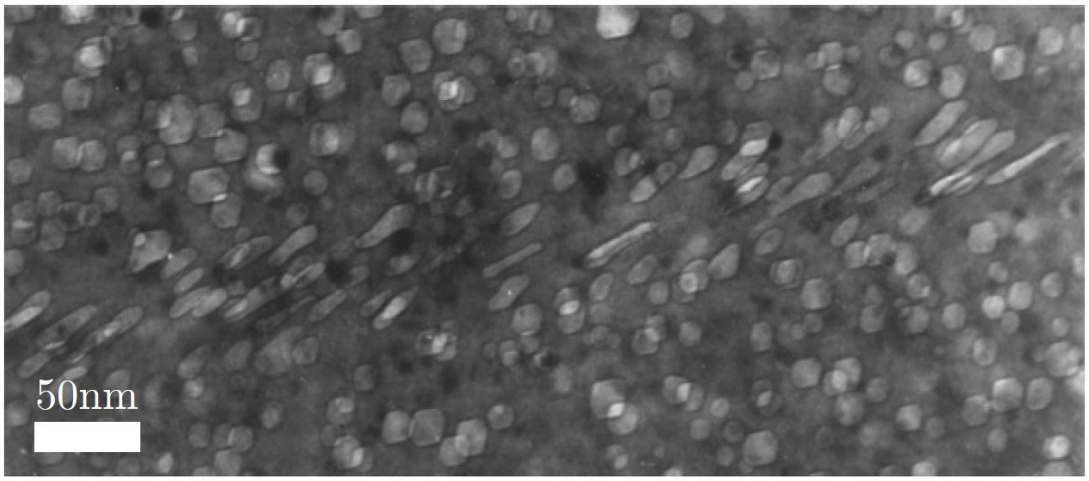


Figure I.44 – Nano-cavités fortement déformées dans une bande de localisation sous la surface de rupture en "channel fracture" d'un acier 304L irradié à 40 dpa et $\sim 400°C$ (Garner, 2012)

Synthèse : Les matériaux irradiés présentent des défauts cristallins qui modifient profondément leurs propriétés mécaniques, en faisant obstacle au mouvement des dislocations, générant notamment un durcissement et une perte de la capacité d'écrouissage. Ces deux modifications, associées à la présence de porosités additionnelles du fait de la précipitation et de l'apparition de cavités sous irradiation, peuvent modifier les mécanismes de la rupture ductile et expliquer la baisse de la ténacité observée pour les aciers inoxydables austénitiques.
Par ailleurs, les matériaux irradiés présentent un mécanisme spécifique de déformation. Les dislocations "nettoient" certains défauts, formant un chemin privilégié pour les dislocations suivantes. La déformation se localise alors dans des plans de glissement de quelques dizaines de nanomètres d'épaisseur. L'influence de ce mode de déformation sur la croissance et la coalescence de cavités est très peu étudiée. De plus, dans les conditions d'irradiation à plus haute température, les faciès de rupture changent et font apparaître des facettes transgranulaires qui témoignent d'un mécanisme de rupture par canaux de déformation (dit "channel fracture"), pour lequel il a été suggéré que la rupture est le résultat de la coalescence de cavités à l'intérieur d'une bande de localisation. Enfin dans certaines conditions d'irradiation (forte dose, haute température), des cavités nanométriques en forte densité peuvent être formées. La croissance et coalescence de ces cavités peuvent conduire à la rupture (faciès de rupture à cupules nanométriques). Cependant, du fait de leur petite dimension, il est nécessaire d'évaluer si des effets de taille doivent être introduits dans les modèles afin de prendre en compte leur croissance et leur coalescence.

3 Conclusions et plan de la thèse

Les défauts cristallins présents dans les matériaux irradiés modifient en profondeur leurs propriétés mécaniques. Un durcissement et une perte de la capacité d'écrouissage sont observés, de nature à expliquer la baisse de la ténacité observée pour les aciers inoxydables austénitiques en se référant aux modèles de rupture ductile par croissance et coalescence de cavités. Cependant, ces matériaux irradiés peuvent présenter un mode de déformation particulier très hétérogène à l'échelle intragranulaire. Pour appliquer les modèles de la rupture ductile aux matériaux irradiés, il convient donc de vérifier que les même mécanismes physiques sont à l'œuvre. Pour répondre à cette question, une étude de croissance et coalescence de cavités dans les matériaux irradiés est effectuée, plus particulièrement de l'influence de la localisation de la déformation ce qui fait l'objet du chapitre II.

Dans certaines conditions d'irradiation (fortes doses, hautes températures), des nanocavités sont formées. Par croissance et coalescence sous chargement mécanique, ces cavités peuvent être à l'origine de la rupture du matériau. Du fait de leur petites dimensions, de possibles effets de tailles sont attendus. Les petites cavités sont possiblement moins susceptibles de se déformer, ce qui pose la question de la taille minimale de ces cavités au-delà de laquelle celles-ci doivent être prises en compte comme porosité additionnelle. Les études expérimentales étant peu nombreuses, une étude du comportement des nanocavités d'irradiation sous chargement mécanique est réalisée pour investiguer ces effets d'échelle et fait l'objet du troisième chapitre de cette thèse.

Il a été observé dans certaines conditions une interaction forte entre cavités nanométriques au sein de bandes de localisation pouvant être à l'origine du mode de rupture dit de channel fracture. Ces interactions correspondent à un mode de coalescence pour lequel les modèles homogénéisés restent incomplets, en particulier dans le cas des cavités allongées ou ellipsoïdales qui correspondent à l'observation expérimentale (figure I.44). Le développement de ces modèles fait l'objet du chapitre IV.

Chapitre II

Croissance et coalescence de cavités dans les matériaux irradiés

Sommaire

1 Introduction 48
2 Étude de la croissance et coalescence de cavités dans le cuivre irradié 49
3 Étude de la croissance et coalescence de cavités dans un acier inoxydable austénitique irradié 67
4 Conclusions 100

1 Introduction

Les propriétés mécaniques des matériaux irradiés sont fortement modifiées par les défauts cristallins générés sous irradiation. Un durcissement et une perte de la capacité d'écrouissage sont principalement observés. De plus, un mécanisme particulier de déformation est observé, correspondant à la localisation de la déformation à l'échelle intragranulaire dans des bandes.

Pour appliquer aux matériaux irradiés les modèles de la rupture ductile par croissance et coalescence de cavités développés pour les matériaux non irradiés (ne présentant pas de déformation localisée), il convient d'investiguer l'effet de ces bandes de localisation. Pour répondre à cette question, des expériences modèles de croissance et coalescence de cavités micrométriques dans les matériaux irradiés sont réalisées. La première partie traite le cas de cavités à l'échelle polycristalline. La seconde s'intéresse au cas de cavités à l'échelle du grain, c'est-à-dire à l'échelle du cristal. Deux articles correspondant à chacune de ces parties ont été écrits et sont retranscrits dans ce chapitre. Le premier s'intitule "Void growth and coalescence in irradiated copper under deformation" (Barrioz et al., 2018) et a été publié dans la revue *Journal of Nuclear Materials*. Des compléments à l'article sont ajoutés afin de détailler l'ensemble des données expérimentales. Le second article s'intitule "Effect of dislocation channeling on void growth to coalescence in FCC crystals".

2 Étude de la croissance et coalescence de cavités dans le cuivre irradié

Void growth and coalescence in irradiated copper under deformation

P.-O. Barrioz, J. Hure, B. Tanguy

CEA Saclay, Université Paris-Saclay, DEN, Service d'Études des Matériaux Irradiés, 91191 Gif-sur-Yvette, France

Abstract

A decrease of fracture toughness of irradiated materials is usually observed, as reported for austenitic stainless steels in Light Water Reactors (LWRs) or copper alloys for fusion applications. For a wide range of applications (*e.g.* structural steels irradiated at low homologous temperature), void growth and coalescence fracture mechanism has been shown to be still predominant. As a consequence, a comprehensive study of the effects of irradiation-induced hardening mechanisms on void growth and coalescence in irradiated materials is required. The effects of irradiation on ductile fracture mechanisms - void growth to coalescence - are assessed in this study based on model experiments. Pure copper thin tensile samples have been irradiated with protons up to 0.01 dpa. Micron-scale holes drilled through the thickness of these samples subjected to uniaxial loading conditions allow a detailed description of void growth and coalescence. In this study, experimental data show that physical mechanisms of micron-scale void growth and coalescence are similar between the unirradiated and irradiated copper. However, an acceleration of void growth is observed in the later case, resulting in earlier coalescence, which is consistent with the decrease of fracture toughness reported in irradiated materials. These results are qualitatively reproduced with numerical simulations accounting for irradiation macroscopic hardening and decrease of strain-hardening capability.

Keywords : Ductile fracture, Void growth, Coalescence, Irradiation, Copper

1 Introduction

Structural materials used for fission reactor cores (Zinkle and Was, 2013) (or selected for ITER fusion reactor (Barabash et al., 2007)) are subjected to high energy neutron irradiation and high irradiation dose, leading to significant evolutions of mechanical properties related to the creation of irradiation defects in the microstructure. 300 series austenitic Stainless Steels (SS) are used for Light Water Reactors (LWR) core internals, and are also foreseen for first wall/blanket and divertor of ITER fusion reactor. For the latter, copper alloys are also considered. Fracture toughness of these materials and its evolution with irradiation are required for design purposes, but also for ageing management, as experimental studies have shown a strong decrease of toughness with irradiation. Reviews of the degradation of austenitic stainless steels toughness with irradiation under LWR conditions can be found in (EPRI, 2004; Chopra and Rao, 2011; Fukuya, 2013). A decrease of toughness (as measured through initiation energy release rate J_{Ic}) up to a factor ten is observed after a few dpa. Fracture surfaces of unirradiated SS exhibit transgranular dimples, indicating void nucleation (Argon et al., 1975; Beevers and Honeycombe, 1961), growth (McClintock, 1968; Rice and Tracey, 1969) and coalescence mechanisms (Koplik and Needleman, 1988). Classically, voids nucleate by cracking or decohesion of inclusions or second-phase particles, then grow due to the plastic flow of the matrix material around them until strong interactions between adjacents voids appear, which correspond to the coalescence phase. Details about these mechanisms can be found elsewhere (Pineau et al., 2016). It should be noted that void growth and coalescence of concern here is due to plastic flow under mechanical loading post to irradiation, which is a mechanism clearly different from void growth from vacancy condensation appearing under irradiation and known as swelling (Cawthorne and Fulton, 1967; Mansur, 1978). Void growth and coalescence is still the predominant fracture mechanism of austenitic stainless steels irradiated in LWR conditions. Another mode of fracture - known as channel fracture - has also been reported for these steels under specific conditions (higher irradiation temperatures) but is not considered in this study (Margolin et al., 2016). Regarding fusion applications, lower irradiation temperatures and doses are considered, leading to less pronounced decrease of fracture toughness of austenitic stainless steels (Alexander et al., 1995). Materials selection of ITER reactor has required assessing in particular the fracture toughness of pure copper and copper alloys, irradiated and tested at relatively low temperatures (below 300 °C). Copper alloys have been recently selected to be used in the final ITER blanket system. Significant hardening (Fig. 1) and reduction of uniform elongation for low doses are observed for pure copper and copper alloys, as a result of the production of irradiation defects such as dislocation loops and Stacking Fault Tetrahedra (SFT). Fracture toughness of copper alloys has been shown to depend on temperature, and the decrease with irradiation strongly depends on alloying elements: significant decrease was observed for CuAl25 while no significant effect was observed for CuCrZr at low testing temperatures (Tähtinen et al., 1998; Li et al., 2009). Fractographic observations (Alexander et al., 1999; Li et al., 2009) indicate that room temperature fracture mechanisms involved microvoid coalescence. A comprehensive review of mechanical properties of unirradiated and irradiated copper and copper alloys can be found in (Li and Zinkle, 2012).

Empirical bounding curves of fracture toughness have been defined for engineering purposes (see (Chopra and Rao, 2011) for irradiated austenitic stainless steels). Correlation of

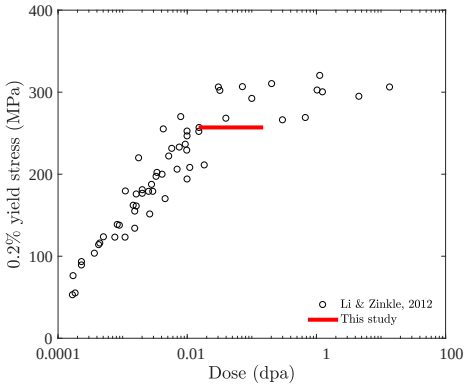


Figure 1: Evolution of conventional 0.2% yield stress of pure copper with dose (data taken from (Li and Zinkle, 2012) and references therein). The red line corresponds to this study considering the range of dose in the depth of the irradiated layer (see Section 2.2).

fracture toughness with tensile properties (evolution of yield stress and uniform elongation with irradiation) has also been proposed (Odette and Lucas, 1992), while reduction of uniform (or total) elongation measured on tensile tests does not correlate in general with reduction of fracture toughness. Physically-based models of ductile fracture through void growth and coalescence are now widely used for unirradiated materials, following seminal contributions of McClintock (McClintock, 1968) and Rice and Tracey (Rice and Tracey, 1969) describing the behavior of voids under mechanical loading, and Gurson (Gurson, 1977) and Thomason (Thomason, 1990) homogenized models regarding void growth and coalescence, respectively. Recent reviews of these models can be found in (Benzerga and Leblond, 2010; Pineau et al., 2016; Benzerga et al., 2016). Assuming that deformation mechanisms are similar (which hold true for low irradiation dose), such models can a priori be applied to irradiated materials, and decrease of fracture toughness J_{Ic} with irradiation can be rationalized as resulting from loss of strain-hardening capability (decreasing J_{Ic}) and hardening (increasing J_{Ic}) (Pardoen and Hutchinson, 2003), the former effect being dominant. Applications of these physically-based models to irradiated materials is more limited. Early models have been proposed in (Hamilton and Garner, 1984; Odette and Lucas, 1992) assuming microvoid coalescence. Physically-based models have been recently described (see (Margolin et al., 2014; Margolin et al., 2016) and references therein) to describe fracture toughness of irradiated austenitic stainless steels, accounting for various phenomena such as void initiation, growth and coalescence, channelling, irradiation-induced nanovoids (Cawthorne and Fulton, 1967). More recently, void growth and coalescence has been assessed numerically (Ling et al., 2017) at the crystal scale using physically-based constitutive equations developed for irradiated stainless steel (Hure et al., 2016), showing accelerated growth and coalescence with irradiation.

Physically-based models aiming at predicting fracture toughness of irradiated materials (Margolin et al., 2014; Margolin et al., 2016) assume some physical fracture mechanisms which need validation through dedicated experimental observations. In particular, irradiation of austenitic stainless steels and copper alloys leads to a change at the crystal scale of deformation mechanisms from an homogeneous to heterogeneous one: dislocations sweep away irradiation defects in narrow channels, making subsequent motion of dislocations easier. Assessing the effects of these irradiation-hardening mechanisms on void growth and coalescence is therefore required. The objective of this study is thus to assess experimen-

tally void growth and coalescence in an irradiated material. Pure copper has been selected as a model FCC material to describe austenitic stainless steels for LWR applications (both sharing similar evolution of mechanical properties with irradiation). Moreover, void growth and coalescence in irradiated copper is relevant for fusion applications. Section 2 describes the material and methods used in this study. Analytical models are also presented. Section 3 details the experimental and numerical results, that are discussed in Section 4.

2 Material and Methods

2.1 Material and Irradiation

In addition to being relevant for fusion applications (Barabash et al., 2007), pure copper has been used in this study as a model FCC material. Compared to austenitic stainless steels more relevant for fission applications (LWR internals structure, FBR claddings), copper has also a Face-Centered Cubic crystallographic structure, shows a high sensibility to irradiation with significant hardening for low doses, and saturation of mechanical properties below 0.1dpa (compared to few dpa for SS), and high thermal conductivity (Li and Zinkle, 2012). The two last properties simplify irradiation with ions, the former by reducing irradiation time, the latter by allowing to achieve high flux (and therefore reducing also irradiation time) with a good monitoring of temperature. 75 μm foils have been supplied by Goodfellow© with a typical chemical composition: Cu > 99.9%, Ag 500 ppm, O 400 ppm, Bi <10 ppm, Pb <50 ppm, other metals <300 ppm. Initially in an hardened state, foils have been heat-treated (200 °C, 30 min, air cooling) to restore some ductility. The heat-treatment conditions are a compromise between ease of use (to manipulate tensile samples without damaging them) and ductility (to get homogeneous plastic strain (up to few percents) along the gauge length of tensile samples, *i.e.* before necking). Electron Back Scattered Diffraction (EBSD) revealed that the material shows no texture, with a significant number of twins, and a mean grain size of about 20 μm (Fig. 3b). Two copper foils were irradiated, a third one was kept to get reference data. Irradiations were performed at JANNuS facility (CEA, Saclay) (Pellegrino et al., 2012) with 2 MeV protons. Such energy ensures that a significant thickness of the material is irradiated while avoiding the ^{65}Cu(p, n)^{65}Zn nuclear reaction[1] making the samples radioactive. Each copper foil was fixed to a copper sample holder cooled by liquid nitrogen (Fig. 2a) in order to avoid any heating due to the energetic proton beam. A 20 mm diameter disk-shape region of the foils was irradiated, corresponding to the rastering of the millimetric ion beam (Pellegrino et al., 2012). Sample temperature was monitored to be below 20 °C throughout the irradiations. Flux and fluence obtained for each irradiation are given on Fig. 2b. SRIM-2013 software (Ziegler et al., 2010) was used to compute Displacement Per Atom (thereafter noted *dpa*), using Kinchin-Pease (KP) model (Stoller et al., 2013) and a displacement energy of 30 eV for copper (E521,). For irradiation 1, ion-beam angle of 15° with the foil normal was also accounted for in the calculations. Dpa levels as a function of depth are shown on Fig. 2b where doses of about 0.015 dpa and 0.15 dpa are measured at the surface and at the Bragg peak, respectively. Irradiation depth is about 19 μm, *i.e.*, only one quarter of the foil thickness was irradiated.

[1] The threshold energy of ^{65}Cu(p, n)^{65}Zn is 2.17 MeV (Johnson et al., 1958; Switkowski et al., 1978).

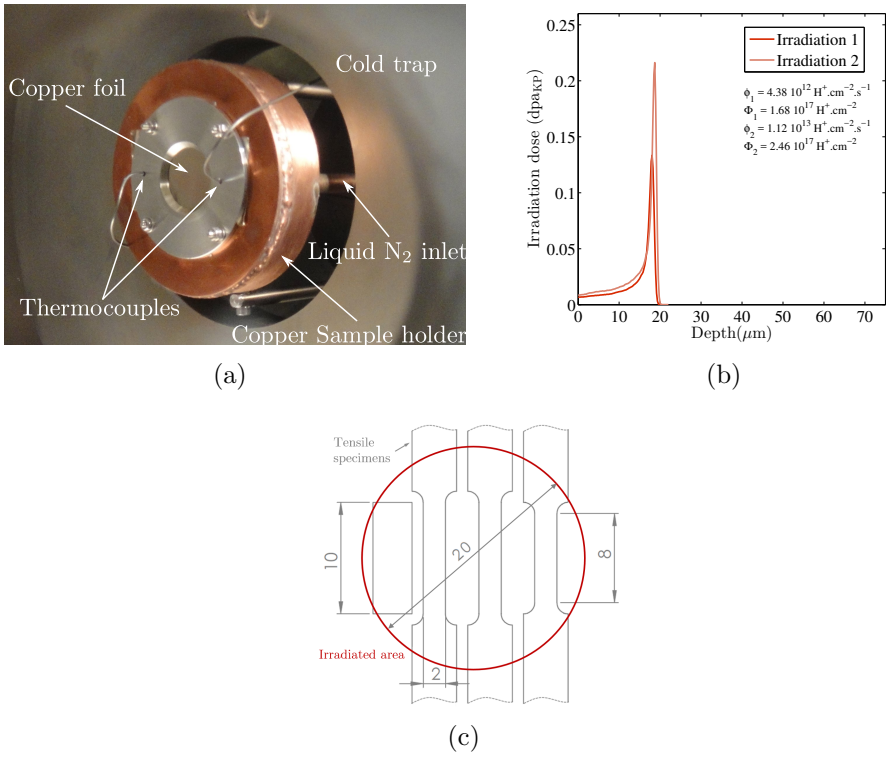


Figure 2: (a) Irradiation setup: the copper foil is fixed to a copper sample holder cooled by liquid nitrogen (b) Dose as a function of depth through the copper foils for the two irradiation performed. Dpa levels were computed using SRIM-2013 software, with Kinchin-Pease (KP) model, with a displacement energy of 30 eV. (c) Sketch of the sampling of tensile specimens in the irradiated foil ensuring that the gauge length is located in the irradiated area circled in red (Dimensions in mm).

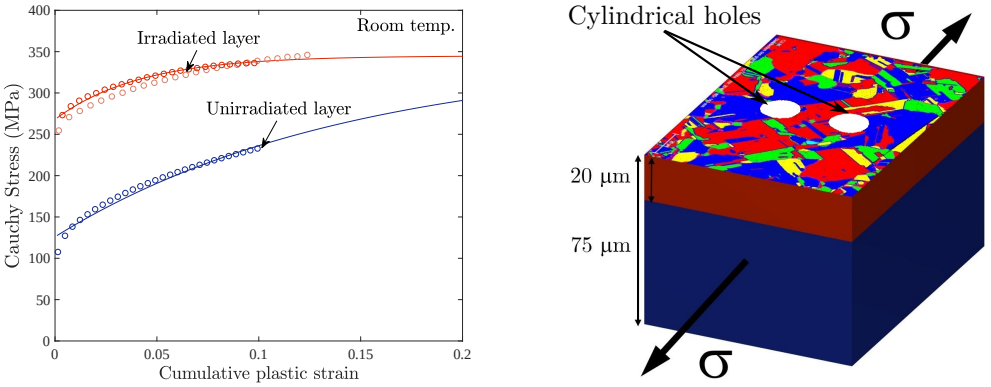
2.2 Experimental set-up

Tensile samples of gauge shape of 10mm in length and 2mm in width were machined from the unirradiated and irradiated foils by a conventional milling machine (Fig. 2c). Tensile tests were performed on a conventional electromechanical tensile machine, equipped with a 1 kN load cell, at room temperature at a mean strain rate of 5.10^{-4} s^{-1}. Conventional 0.2% yield stress of the unirradiated material is equal to 110 MPa (Fig. 3a and Tab. 1). Other conventional tensile properties such as tensile strength, uniform and total elongation are not reported as being dependent on the sample geometry, especially in the case of thin specimens. Tensile tests of the irradiated foils do not lead directly to the tensile properties of the irradiated material, as the irradiated layer is only one quarter of the foil's thickness. However, the sole contribution of the irradiated layer on the measured force can be obtained, for a given applied strain, through subtracting the contribution of the unirradiated layer (known from the tensile tests on the unirradiated material). Assuming equal strains in the unirradiated and irradiated layers leads to the average stress-strain behavior of the irradiated layer plotted on Fig. 3a. A significant hardening of the irradiated layer is observed (as detailed in Tab. 1), as well as a decrease of strain hardening capability. Both irradiations (Fig. 2b) lead to very similar stress-strain behavior, so that they are not differentiated in the following.

Flux ($H^+.cm^{-2}.s^{-1}$)	Fluence ($H^+.cm^{-2}$)	Dose (dpaKP)	$T_{Irradiation}$ (°C)	T_{Test} (°C)	$R_{p,0.2\%}$ (MPa)
-	-	-	-	20	110
$4.4\,10^{12}$	$1.7\,10^{17}$	[0.015 - 0.13]	< 20	20	254
$1.1\,10^{13}$	$2.5\,10^{17}$	[0.015 - 0.2]	< 20	20	260

Table 1: Conventional 0.2% yield stress $R_{p,0.2\%}$ of the unirradiated material and of the irradiated layer of the irradiated material. Dose range reported corresponds to the minimal and maximal values in the irradiated layer (Fig. 2b).

The advantage of extracting the irradiated stress-strain behavior by testing a composite tensile specimen (irradiated / unirradiated) is to delay necking that would have happened at a lower strain if the tensile specimen was fully irradiated. This technique allows to assess the material behavior up to higher strain and/or for materials prone to localize, and was already used in the context of Lüders bands (Hallai and Kyriakides, 2013). As shown on Fig. 1, the yield stress of the irradiated layer found in this study is in quantitative agreement with values reported in the literature, albeit obtained for annealed copper and higher irradiation temperature, which indicates that this evolution may also be relevant for lower irradiation temperature and slightly cold-worked material.

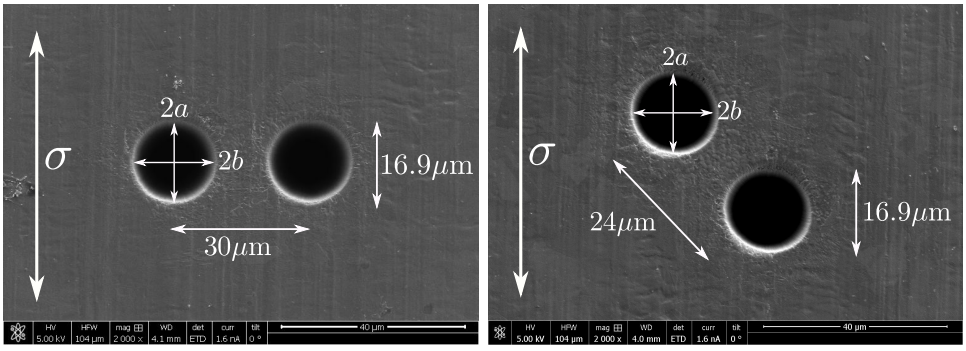


(a) (b)

Figure 3: (a) Stress-strain curves of unirradiated and irradiated copper. Points correspond to the experimental data, lines to numerical results. (b) Sketch of the experimental setup: cylindrical voids are drilled through unirradiated and partly-irradiated copper foils and put under uniaxial tension.

In order to assess void growth and coalescence, model cylindrical voids were drilled using Focused-Ion Beam (FIB) atomic milling throughout the tensile samples (Fig. 3b). Early experiments on void growth and coalescence using a similar methodology can be found in (McClintock, 1968), while recent results have been obtained based on laser-drilling (Weck and Wilkinson, 2008). Advantages of FIB drilling include precise control of void geometry and absence of heat-affected zones requiring annealing. However, more time is needed for FIB drilling compared to laser-drilling. Two different configurations were selected, as shown on Fig. 4, that differ from the orientation of the intervoid axis with respect to the loading direction. FIB milling leads to slightly conical through-thickness void shape that has been minimized by performing drilling on both sides on the specimens. Void diameter remains however slightly smaller in the middle of the specimen than on

the surface. The mean diameter is 16.9 μm and the intervoid distance is 30μm for the configuration 90° and 24 μm for the configuration 45° (Fig. 4). Void diameter was selected as the smallest allowing drilling completely through the thickness of the foils, while the inter-void distance was selected based on preliminary experiments in order to get void coalescence before tensile specimen failure. Interrupted tensile tests were performed at room temperature up to a given value of macroscopic plastic strain where tensile specimens were unloaded and voids deformation observed under Scanning Electron Microscope (SEM). Void shape is described by measuring the semi-axis a and b of the ellipse inscribed in the deformed void. The procedure is repeated until coalescence occurs. For each set of parameters (voids geometry, unirradiated/irradiated materials), experiments were repeated at least 2 times, and average results are presented hereafter.



(a) (b)

Figure 4: SEM observations of Focused-Ion Beam (FIB) drilled cylindrical voids through tensile samples. Two geometries are considered that differ from the orientation of the intervoid axis to the loading direction, referred to as 90° (a) and 45° (b).

2.3 Analytical and numerical modeling

Experimental results on void growth and coalescence are compared in Section 3 to both numerical simulations and analytical model. Finite elements simulations were performed using the finite element solver Cast3M (CEA,) using finite strain elastoplastic constitutive equations implemented with the MFront code generator (Helfer et al., 2015). 3D meshes of quadratic elements have been used, and boundary conditions ensuring uniaxial tension have been applied. For the irradiated specimen, both irradiated and unirradiated layers have been modeled with the different behaviors described below, *i.e.,* the composite structure of the irradiated specimen (Fig. 3b) is fully accounted for by specifying different material parameters in the irradiated layer and in the unirradiated layer. Mesh convergence was checked for all simulations presented hereafter. The voids size being of the order of the grain size, the material was modelled using classical time-independent plasticity, using von Mises yield criterion and isotropic hardening $R(p) = R_0 + Q_1[1 - \exp(-b_1 p)]$, where p is the cumulated plastic strain (defined such as $\dot{p}^2 = [2/3]\underline{\dot{\varepsilon}}_p : \underline{\dot{\varepsilon}}_p$ with $\underline{\dot{\varepsilon}}_p$ the increment of plastic strain tensor), and $\{R_0, Q_1, b_1\}$ are material parameters. R_0, Q_1 and b_1 are phenomenological parameters aiming at modeling the hardening of the material. More precisely, R_0 corresponds to the yield stress, Q_1 to the maximal hardening due to deformation, and b_1 to the hardening rate (with respect to strain). Hardening law

was chosen in order to be able to reproduce key features such as initial yield point and saturation at high plastic strain, while keeping the number of parameters as low as possible. $(R_0 + Q_1)$ was fixed to 345 MPa, corresponding to the saturation yield stress obtained for highly irradiated pure copper (Li and Zinkle, 2012), in agreement with the stress saturation at high strain obtained through torsion tests. Parameters R_0 and b_1 were adjusted based on tensile tests for both unirradiated and irradiated materials, leading to $\{R_0 = 126 \text{ MPa},\ b_1 = 7\}$ and $\{R_0 = 268 \text{ MPa},\ b_1 = 24\}$, respectively. Elasticity is assumed to follow Hook's law, with Young's modulus $E = 120$ GPa and Poisson's ratio $\nu = 0.3$. With these parameters, a good agreement is observed between experimental tensile curves and numerical simulations, as shown on Fig. 3a.

The predictions of McClintock analytical cylindrical void growth model (McClintock, 1968), detailed in Appendix A, were also compared to the experimental results. In the growth regime, *i.e.*, when voids do not interact strongly with each other, each void is subjected to an uniaxial stress state, and McClintock model reads:

$$\begin{cases} a + b = (a_0 + b_0)\left[1 + p\dfrac{1 + 2\sqrt{3}}{4}\right] \\ a - b = (a + b)\sqrt{3}p \end{cases} \tag{1}$$

where the subscript 0 corresponds to the initial values. In the coalescence regime, *i.e.*, when voids interact strongly between each other, McClintock model is used assuming, at first approximation, that voids are subjected to equibiaxial stress state[2]:

$$\begin{cases} a + b = (a_c + b_c)\exp\left[(p - p_c)(1 + \sqrt{3}\sinh(\sqrt{3}))\right] \\ a - b = (a + b)\dfrac{a_c - b_c}{a_c + b_c}\exp\left[-2\sqrt{3}\sinh(\sqrt{3})(p - p_c)\right] \end{cases} \tag{2}$$

where $\{a_c, b_c\}$ and p_c are the semi-axis of the voids and the plastic strain at the onset of coalescence, respectively.

3 Experimental and numerical results

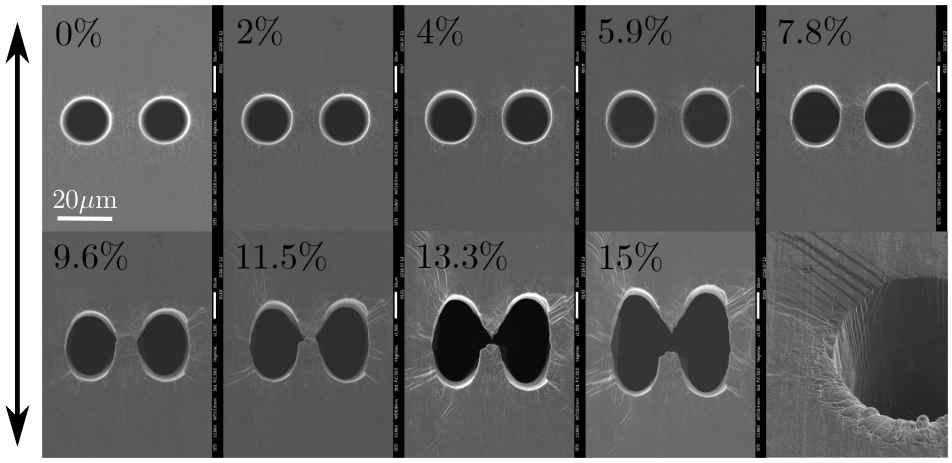
3.1 Typical SEM observations

Typical SEM observations of void shapes as a function of applied plastic strain are shown on Fig. 5. Voids start to elongate in the loading direction, associated with a contraction in the perpendicular direction. After a critical strain (that will be referred and defined in Section 3.2 to as onset of coalescence), void elongation perpendicular to the loading direction starts, ultimately leading to void coalescence. Slip bands are observed in the highly deformed regions close to the voids, especially for plastic strain higher than 10%. Coalescence appears mainly through internal necking for the 90° configuration, while localization through shear band occurs in the 45° configuration

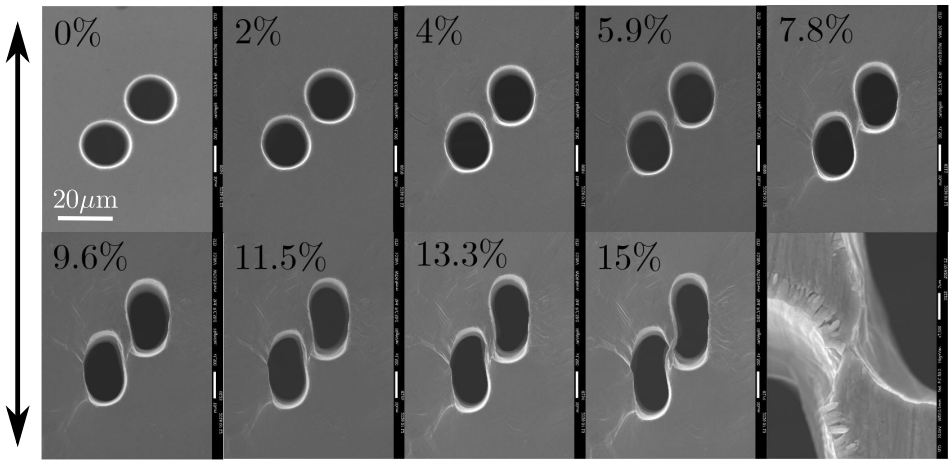
Void growth and coalescence were found to be qualitatively similar on unirradiated samples and on the irradiated sides of irradiated samples[3]. However, some differences

[2]Superposition of macroscopic uniaxial loading and interactions with adjacent voids lead to a more biaxial stress state during coalescence, which is approximated as an equibiaxial stress state.

[3]Due to the composite structure of the irradiated samples (Fig. 3a), hole shapes are different on both



(a)



(b)

Figure 5: Typical SEM observations of the evolution of void (hole) shapes as a function of applied plastic strain at the irradiated state. Tensile direction is indicated by the arrow. Last picture shows details of (a) slip bands at the void edge and (b) shear band leading to void coalescence at the irradiated state.

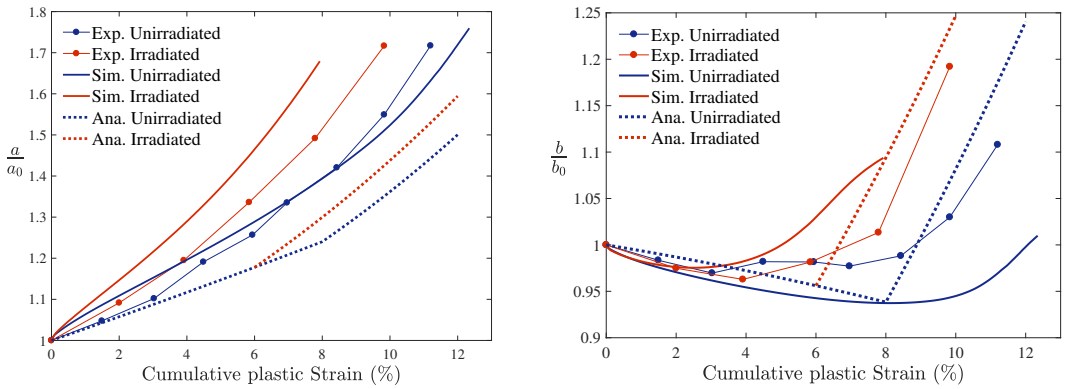
were observed regarding grain scale plasticity which appears more heterogeneous after irradiation as shown from marked slips bands at the surface (*e.g.*, Fig. 5a). The potential effect of heterogeneous plasticity induced by irradiation on void growth and coalescence is assessed in Section 3.2 where numerical simulations that do not account for heterogeneous plasticity are compared to experimental data.

3.2 Experimental results *vs.* numerical modeling

The evolutions of voids axis a and b (Fig. 4) normalized by their initial value a_0 and b_0 (with $a_0 = b_0 = 8.5$ μm) as a function of applied plastic strain are plotted on Fig. 6 and Fig. 7. Each experimental data point corresponds to an average value computed on multiple experimental realizations. Experimental results were found to be sensitive to the geometry of the voids, especially to the intervoid distance. Therefore, only similar

sides of the samples. More precisely, the hole shape of the unirradiated side of the irradiated sample is the same as the hole shape of the unirradiated sample, for a given plastic strain.

configurations (voids radius and intervoid distance) were selected for averaging. In the 90° configuration (Fig. 6), voids elongate along the tensile direction and contract along the perpendicular direction, for low applied strain. Voids in the irradiated specimens were found to deform slightly more than for unirradiated specimens. After a critical strain - that will be referred to as the onset of coalescence p_c - voids start to expand perpendicular to the loading direction (Fig. 6b). This corresponds to the transition between the growth phase - where voids deform without interacting with each others - to the coalescence phase - where strong interactions between voids lead to localized plastic flow in the intervoid ligament (Koplik and Needleman, 1988). This coalescence mode is called internal necking. Voids were found to coalesce earlier in irradiated material than in unirradiated material: while the onset of coalescence strain is about 8% at the unirradiated state, it decreases to about 4% at the irradiated state. As a consequence, final failure occured earlier for voids in the irradiated material. For the 45° configuration (Fig. 7), voids elongate in the



(a) (b)

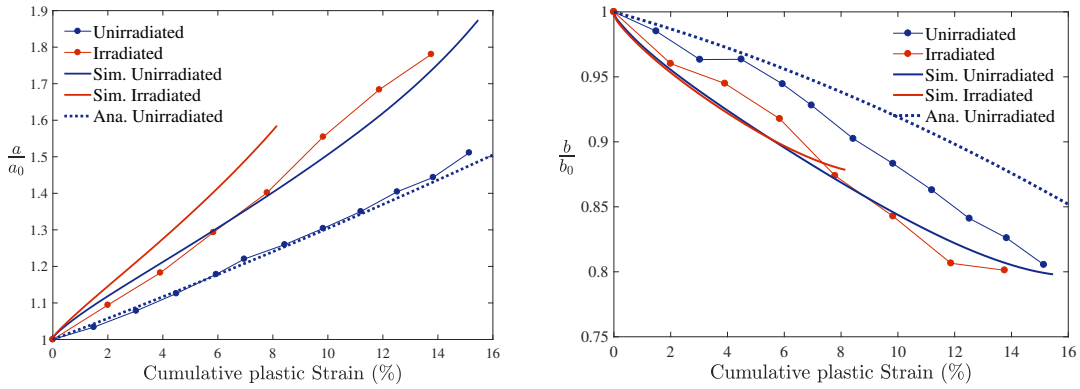
Figure 6: Evolution of voids axis a and b (Fig. 4) normalized by their initial value a_0 and b_0 (with $a_0 = b_0 = 8.5$ μm) as a function of applied plastic strain for the 90° configuration. Comparisons of experimental data (points) to numerical simulations (solid lines) and analytical predictions (dashed lines).

tensile direction and contract perpendicularly up to failure, for both unirradiated and irradiated material. Contrary to the 90° configuration where voids coalesce by internal necking, coalescence (and void linkage) appears due to a highly localized deformation band as can be seen on Fig. 5b. However, similar conclusion can be drawn that voids deform and coalesce faster in the irradiated material. Finite-element simulations, that corresponds to solid lines in Figs. 6 and 7, are found to be in good agreement with experimental data for both configurations, reproducing the faster deformation as a function of applied strain and earlier coalescence for irradiated material. The agreement is found to be satisfactory for 90° configuration without any fitting parameters[4], while being only qualitative for the 45° configuration. Snapshots of numerical simulations are shown on Fig. 8, where a good agreement is observed regarding void shapes and coalescence mode (internal necking *vs.* localization). McClintock analytical model (Eqs. 1, 2), that correspond to dashed lines in Figs. 6 and 7, is found to reproduce the trends observed in experimental results.

Differences between experimental results and simulations can be attributed to different

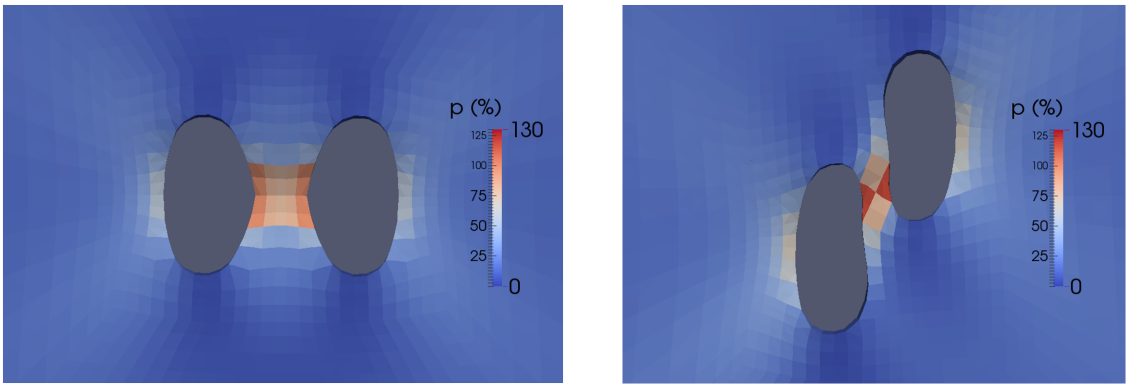
[4]as the material parameters were determined from literature data and adjustment of tensile curves, see Section 2.3.

factors. First, the experimental methodology, while allowing to assess easily the physical mechanisms involved, has been found to be rather sensitive to the geometry considered (void radius, distance between voids). Simulations have been performed to be as close as possible to the experiments, but the fact that FIB drilling leads to slightly conical voids (through the thickness) may have an effect. More importantly, void coalescence is sensitive to the strain-hardening behavior and is triggered once the strain-hardening modulus falls below a given value. Hence, adjusting the parameters of the hardening law can lead to an almost perfect agreement with experimental results. Here a choice has been made to adjust separately the parameters based only on tensile curves and informations about stress saturation at high strain, which leads clearly to get the trends but not a fully quantitative agreement.



(a) (b)

Figure 7: Evolution of voids axis a and b (Fig. 4) normalized by their initial value a_0 and b_0 (with $a_0 = b_0 = 8.5$ μm) as a function of applied plastic strain for the 45° configuration. Comparisons of experimental data (points) to numerical simulations (solid lines) and analytical predictions (dashed lines).



(a) (b)

Figure 8: Numerical simulations of void growth and coalescence: local plastic strain field p as defined in Section 2.3 for the 90° (a) and 45° configurations.

4 Discussion

Void growth and coalescence fracture mechanism has been widely assessed experimentally on both real materials - where voids come from inclusions cracking or decohesion - and more recently on model materials - where voids are precisely created on purpose - for unirradiated material (see (Pineau et al., 2016) for a review). By permitting a precise control of the geometry of the voids, model experiments allow assessing quantitatively the effect of the hardening behavior of the material around the voids on their subsequent growth and coalescence under deformation. Recent studies have for example described in details the effect of a pre-strain and work-hardening (Alinaghian et al., 2013) or the effect of local microstructure (Nemcko et al., 2016) on void growth and coalescence in unirradiated material. Similarly, irradiation-induced hardening is expected to have an effect that requires to be quantified. In this study, experiments indicated that void growth and coalescence is accelerated in the irradiated material, which is qualitatively consistent with the decrease of fracture toughness reported in the literature as well as with what is observed in numerical simulations (Ling et al., 2017). These observations are in fact compatible with a coalescence criterion based on a critical void size $(a/a_0)_c$ (≈ 1.4 for data presented in Fig. 5) valid for both unirradiated and irradiated material. Such kind of criterion has already been used for unirradiated materials (Besson, 2010) and can be used for irradiated material as a first approximation. Fractographic observations of (un-)irradiated stainless steels often reveal the presence of dimples smaller that the grain size, indicating that void growth and coalescence happen in fact in single crystals. The extreme case of this situation corresponds to highly-swollen materials where nano-voids contribute to fracture (Neustroev and Garner, 2009). Void growth and coalescence has been studied at the crystal scale, leading to homogenized models (see, *e.g.*, (Han et al., 2013; Ling et al., 2016; Mbiakop et al., 2015)). Application of these models to irradiated materials requires to check experimentally if, at this scale, dislocation channelling - not included in these models - should be accounted for void growth and coalescence. In particular, intragranular voids are expected to have size on the order or below the typical distance between channels. Experiments on materials irradiated at high doses for which dislocation channelling is expected to be more pronounced are underway and will be presented elsewhere.

5 Conclusions

Irradiation has been shown to lead to significant modifications of mechanical properties of metals alloys. In particular, a decrease of fracture toughness of austenitic stainless steels used in LWR is observed (EPRI, 2004). Fracture mechanisms are usually inferred from fractographic observations, and void growth and coalescence has been shown to be still predominant after irradiation for LWR's internals structures. A methodology used for unirradiated materials to assess void growth and coalescence mechanisms was adapted in this study for the first time on ion-irradiated materials and used on pure copper, taken as a model FCC material but also relevant for fusion applications (Li and Zinkle, 2012). The dose level used for copper (~ 0.01 dpa) leads to a hardening comparable to the one observed for austenitic stainless steels at few dpa. SEM observations showed similar

growth and coalescence mechanisms for unirradiated and 0.015 dpa irradiated copper but with an accelerated growth in the irradiated material, consistent with the decrease of fracture toughness reported. Numerical simulations have been performed considering only the hardening and decrease of strain hardening capability for the irradiated material. A good qualitative agreement was found between numerical simulations and experimental data. Thus, for the irradiation dose and micron-scale void size considered in this study, dislocation channeling, *i.e.* heterogeneous deformation mode at the grain scale, does not play at first order a role in fracture mechanisms. This implies that classical ductile fracture models - that assume homogeneous deformation around voids - can be used for low to medium irradiation dose, justifying the use of homogenized ductile fracture models presented in (Benzerga and Leblond, 2010).

Acknowledgments

The authors would like to thank JANNuS Saclay team for performing the irradiations, Damien Schildknecht for machining the tensile samples and Françoise Barcelo for the EBSD measurements. This project has received funding from the Euratom research and training programme 2014-2018 under Grant Agreement N°661913. This work reflects only the authors' view and the Commission is not responsible for any use that may be made of the information it contains.

6 Appendix A

The original McClintock model predicting the deformation of cylindrical holes (of semimajor and semiminor axes a et b) in a plastic material is (McClintock, 1968):

$$\begin{aligned} \ln\frac{a+b}{a_0+b_0} &= \frac{p\sqrt{3}}{2(1-n)}\sinh\left(\frac{\sqrt{3}(1-n)}{2}\frac{\sigma_a+\sigma_b}{\sigma_0}\right)+\frac{\epsilon_a+\epsilon_b}{2} \\ m=\frac{a-b}{a+b} &= \frac{\sigma_a-\sigma_b}{\sigma_a+\sigma_b}+\left(m_0-\frac{\sigma_a-\sigma_b}{\sigma_a+\sigma_b}\right)\exp\left[-\frac{\sqrt{3}p}{1-n}\sinh\frac{\sqrt{3}(1-n)}{2}\frac{\sigma_a+\sigma_b}{\sigma_0}\right] \end{aligned} \tag{3}$$

where subscript 0 refers to the initial configuration, n is the strain-hardening coefficient of the material, and subscripts a and b refer to the direction of semimajor and semiminor axes. σ and ϵ are the far field stress and strain, respectively. The parameter n has only a weak effect on the predictions of McClintock model, thus is taken as $n = 0$ in the following (which corresponds to perfectly plastic material).

Under uniaxial tension ($\sigma_a = \sigma_0$, $\sigma_b = 0$, $\epsilon_a = p$, $\epsilon_b = -p/2$) of an initially circular hole ($a_0 = b_0$), Eq. 3 becomes:

$$\begin{aligned} \ln\frac{a+b}{a_0+b_0} &= p\left(\frac{1+2\sqrt{3}\sinh\left[\sqrt{3}/2\right]}{4}\right) \\ \frac{a-b}{a+b} &= 1-\exp\left(-\sqrt{3}\sinh\left[\sqrt{3}/2\right]p\right) \end{aligned} \tag{4}$$

which reduces to Eq. 1 (taking $\sinh\left[\sqrt{3}/2\right] \approx 1$) and considering only the first term of the

Taylor expansion (as plastic strain is rather low in the experiments).

Under equibiaxial tension ($\sigma_a = \sigma_b = \sigma_0$, $\epsilon_a = \epsilon_b = p$) of an initially elliptical hole ($a_0 \neq b_0$), Eq. 3 becomes:

$$\begin{aligned} \ln \frac{a+b}{a_0+b_0} &= p\left(1+\sqrt{3}\sinh\left[\sqrt{3}\right]\right) \\ \frac{a-b}{a+b} &= \frac{a_0-b_0}{a_0+b_0}\exp\left(-2\sqrt{3}\sinh\left[\sqrt{3}\right]p\right) \end{aligned} \tag{5}$$

which reduces to Eq. 2 considering also the first term of the Taylor expansion.

Bibliography

Alexander, D., Pawel, J., Grossbeck, M., Rowcliffe, A., and Shiba, K. (1995). Fracture toughness of irradiated candidate materials for ITER first wall/blanket structures. In *Effects of radiation on Materials: 17th Volume*, page ASTM STP 1270.

Alexander, D., Zinkle, S., and Rowcliffe, A. (1999). Fracture toughness of copper-base alloys for fusion energy applications. *J. Nucl. Mat.*, 271-272:429–434.

Alinaghian, Y., Asadi, M., and Weck, A. (2013). Effect of pre-strain and work hardening rate on void growth and coalescence in AA5052. *Int. J. Plasticity*, 53:193–205.

Argon, A. S., Im, J., and Safoglu, R. (1975). Cavity formation from inclusions in ductile fracture. *Metallurgical Transactions A*, 6A:825–837.

Barabash, V., The ITER International Team, Peacock, A., Fabritsiev, S., Kalinin, G., Zinkle, S., Rowcliffe, A., Resnman, J.-W., Tavassoli, A., Marmy, P., Karditsas, P., Gillemot, F., and Akiba, M. (2007). Materials challenges for ITER - current status and future activities. *J. Nuc. Mat.*, 367-370:21–32.

Beevers, C. and Honeycombe, R. (1961). The initiation of ductile fracture in pure metals. *Phil. Mag.*, 7:763–773.

Benzerga, A., Leblond, J., Needleman, A., and Tvergaard, V. (2016). Ductile failure modeling. *Int. J. Frac.*, 201:29–80.

Benzerga, A. A. and Leblond, J.-B. (2010). Ductile fracture by void growth to coalescence. *Adv. Applied Mech.*, 44:169–305.

Besson, J. (2010). Continuum models of ductile fracture: a review. *Int. J. Damage Mechanics*, 19:3–52.

Cawthorne, C. and Fulton, E. (1967). Voids in irradiated stainless steel. *Nature*, 216:575–576.

CEA. *Cast3M*. www-cast3m.com.

Chopra, O. and Rao, A. (2011). A review of irradiation effects on LWR core internal materials - Neutron embrittlement. *J. Nuc. Mat.*, 412:195–208.

E521. Standard practice for investigating the effects of neutron radiation damage using charged-particle irradiation. ASTM.

EPRI (2004). Materials reliability program. a review of radiation embrittlement for stainless steels (MRP-79 - revision 1. Topical report, EPRI.

Fukuya, K. (2013). Current understanding of radiation-induced degradation in light water reactor structural materials. *J. Nucl. Sci. and Technology*, 50:231–254.

Gurson, A. (1977). Continuum theory of ductile rupture by void nucleation and growth: Part I - Yield criteria and flow rules for porous ductile media. *J. Eng. Mat. and Tech.*, 99:2–15.

Hallai, J. and Kyriakides, S. (2013). Underlying material response for Lüders-like instabilities. *Int. J. Plasticity*, 47:1–12.

Hamilton, M. and Garner, F. (1984). Correlation of fracture toughness with tensile properties for irradiated 20% cold-worked 316 stainless steel. *J. Nuc. Mat.*, 122-123:106–110.

Han, X., Besson, J., Forest, S., Tanguy, B., and Bugat, S. (2013). A yield function for single crystals containing voids. *Int. J. Solids and Struct.*, 50:2115–2131.

Helfer, T., Michel, B., Proix, J., Salvo, M., Sercombe, J., and Casella, M. (2015). Introducing the open-source MFront code generator: Application to mechanical behaviors and materials knowledge management within the PLEIADES fuel element modelling platform. *Computers & Mathematics with Applications*, 70:994–1023.

Hure, J., El Shawish, S., Cizelj, L., and Tanguy, B. (2016). Intergranular stress distributions in polycrystalline aggregates of irradiated stainless steel. *J. Nuc. Mat.*, 476:231–242.

Johnson, C., Galonsky, A., and Ulrich, J. (1958). Proton strength functions from (p, n) cross sections. *Physical Review*, 109:1243–1254.

Koplik, J. and Needleman, A. (1988). Void growth and coalescence in porous plastic solids. *Int. J. Solids and Structures*, 24:835–853.

Li, M., Sokolov, M., and Zinkle, S. (2009). Tensile and fracture toughness properties of neutron-irradiated CuCrZr. *J. Nucl. Mat.*, 393:36–46.

Li, M. and Zinkle, S. (2012). Physical and mechanical properties of copper and copper alloys. In Konings, R., editor, *Comprehensive Nuclear Materials*, pages 667–690. Elsevier, Amsterdam.

Ling, C., Besson, J., Forest, S., Tanguy, B., Latourte, F., and Bosso, E. (2016). An elastoviscoplastic model for porous single crystals at finite strains and its assessment based on unit cell simulations. *Int. J. Plasticity*, 84:58–87.

Ling, C., Tanguy, B., Besson, J., Forest, S., and Latourte, F. (2017). Void growth and coalescence in triaxial stress fields in irradiated FCC single crystals. *J. Nuc. Mat.*, 492:157–170.

Mansur, L. (1978). Void swelling in metals and alloys under irradiation: An assessment of the theory. *Nuc. Tech.*, 40:5–34.

Margolin, B., Minkin, A., Smirnov, V., and Potapova, V. (2014). Physical and mechanical modelling of neutron irradiation effect on ductile fracture. Part I. Prediction of fracture strain and fracture toughness of austenitic steels. *J. Nuc. Mat.*, 452:595–606.

Margolin, B., Minkin, A., Smirnov, V., Sorokin, A., Shvetsova, V., and Potapova, V. (2016). The radiation swelling effect on fracture properties and fracture mechanisms of irradiated austenitic steels. Part I. Ductility and fracture toughness. *J. Nuc. Mat.*, 480:52–68.

Mbiakop, A., Constantinescu, A., and Danas, K. (2015). An analytical model for porous single crystals with ellipsoidal voids. *J. Mech. Phys. Solids*, 84:436–467.

McClintock, F. A. (1968). A criterion for ductile fracture by the growth of holes. *J. App. Mech.*, 35:363–371.

Nemcko, M., Qiao, H., Wu, P., and Wilkinson, D. (2016). Effects of void fraction on void growth and linkage in commercially pure magnesium. *Acta Mat.*, 113:68–80.

Neustroev, V. and Garner, F. (2009). Severe embrittlement of neutron irradiated austenitic steels arising from high void swelling. *J. Nuc. Mat.*, 386-388:157–160.

Odette, G. and Lucas, G. (1992). Deformation and fracture in irradiated austenitic stainless steels. *J. Nuc. Mat.*, 191-194:50–57.

Pardoen, T. and Hutchinson, J. (2003). Micromechanics-based model for trends in toughness of ductile metals. *Acta Mat.*, 51:133–148.

Pellegrino, S., Trocellier, P., Miro, S., Serruys, Y., Bordas, E., Martin, H., Chaâbane, N., Vaubaillon, S., Gallien, J., and Beck, L. (2012). The JANNuS saclay facility: A new platform for materials irradiation, implantation and ion beam analysis. *Nuc. Ins. Methods in Phys. B*, 273:213–217.

Pineau, A., Benzerga, A., and Pardoen, T. (2016). Failure of metals I: Brittle and ductile fracture. *Acta. Mat.*, 107:424–483.

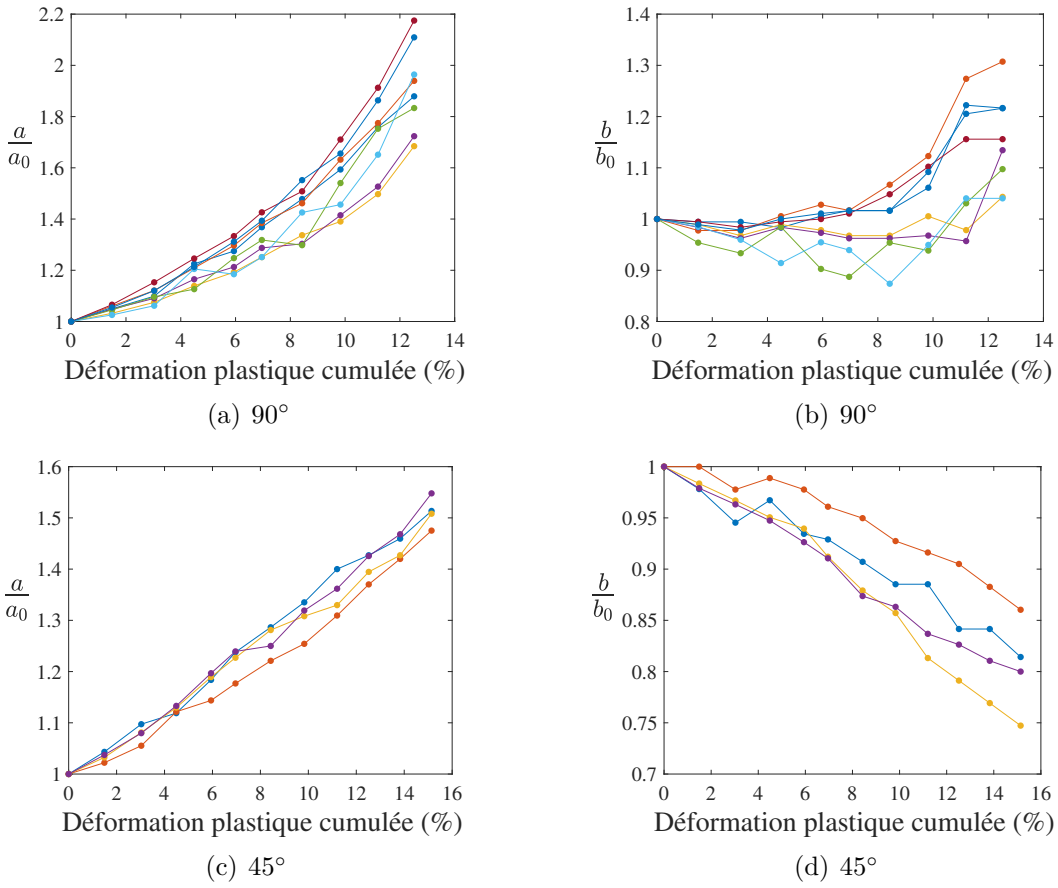
Rice, J. R. and Tracey, D. M. (1969). On the ductile enlargement of voids in triaxial stress fields. *J. Mech. Phys. Solids*, 17:201–217.

Stoller, R., Toloczko, M., Was, G., Certain, A., Dwaraknath, S., and Garner, F. (2013). On the use of SRIM for computing radiation damage exposure. *Nuc. Ins. Methods in Phys. B*, 310:75–80.

Compléments à l'article

Données expérimentales

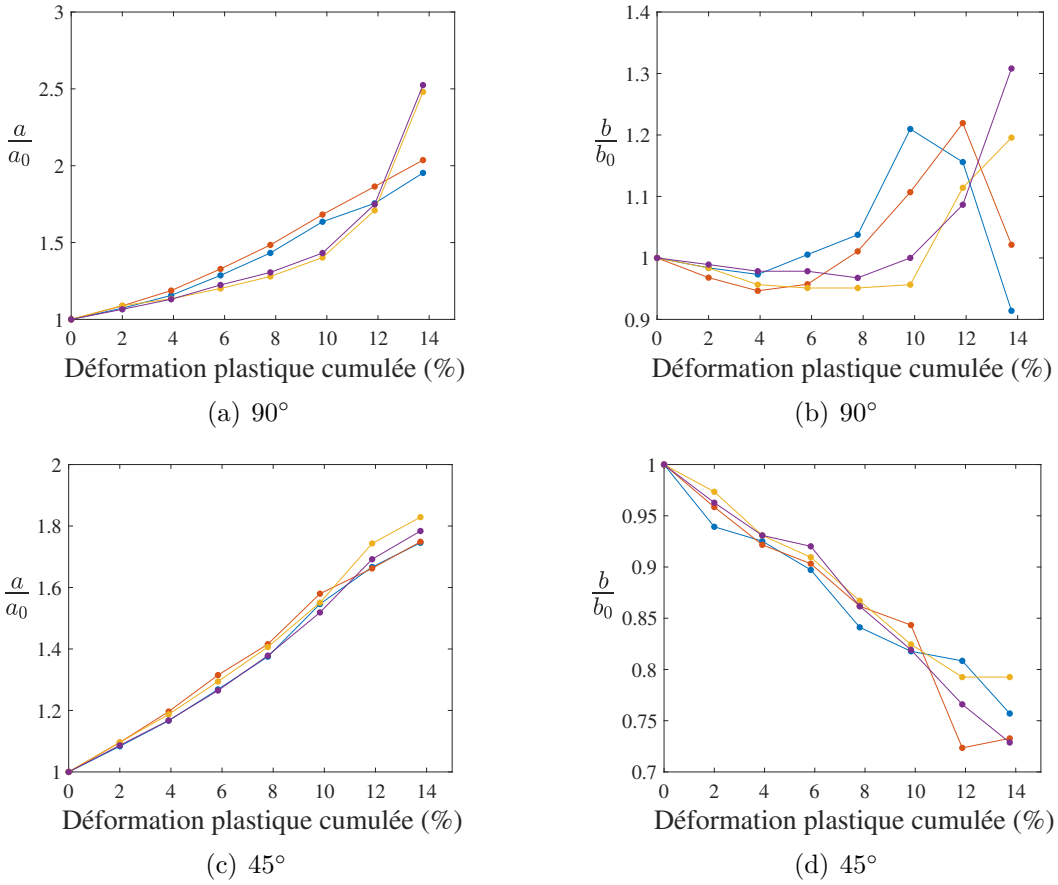
Les données non moyennées des évolutions de la forme des cavités (demi-grand axes a et b) en fonction de la déformation plastique macroscopique appliquée aux éprouvettes sont présentées sur les figures II.1 et II.2. Les valeurs sont normalisées par leurs valeurs initiales a_0 et b_0 (avec $a_0 = b_0 = 8.5\mu$m). Une courbe représente la mesure de chaque face de chaque cavité. Les résultats montrent une dispersion importante provenant de la sensibilité à la distance inter-cavités mise en évidence par les simulations numériques. La dispersion expérimentale provient de l'usinage par FIB qui ne permet pas d'obtenir des conditions rigoureusement identiques (taille de cavités et distance inter-cavités) entre deux réalisations, par exemple du fait du réglage du faisceau ionique et de sa dérive. Afin de s'affranchir de ce problème intrinsèque à cette méthodologie d'expériences modèles de croissance et de coalescence de cavités, un nombre significatif d'essais a été réalisé, et les valeurs moyennes ont été utilisées dans l'article.



(a) 90° (b) 90°

(c) 45° (d) 45°

Figure II.1 – Déformation des cavités, éprouvette non irradiée. Chaque courbe correspond à l'évolution d'une cavité sur une face.



(a) 90° (b) 90°

(c) 45° (d) 45°

Figure II.2 – Déformation des cavités, face irradiée. Chaque courbe correspond à l'évolution d'une cavité sur la face irradiée.

3 Étude de la croissance et coalescence de cavités dans un acier inoxydable austénitique irradié

Les résultats des expériences à l'échelle du polycristal présentés dans la partie précédente, montrent une accélération de la croissance et de la coalescence des cavités dans le matériau irradié, ce qui est en accord avec la diminution de la ténacité reportée dans la littérature (Zinkle and Was, 2013). Les simulations numériques sont en accord avec les résultats expérimentaux, ce qui montre que dans cette configuration (cavité de taille supérieure ou égale à la taille de grain), la prise en compte uniquement du durcissement et de la perte d'écrouissage macroscopique suffit à décrire la croissance et la coalescence de cavités pour le matériau non irradié et irradié. La localisation de la déformation, même si elle est présente à l'échelle intragranulaire, ne semble pas avoir d'influence sur la croissance et la coalescence des cavités.

Cependant, les observations fractographiques d'aciers inoxydables austénitiques non irradiés et irradiés montrent la présence de cupules plus petites que la taille des grains, ce qui indique que la croissance et la coalescence se produit à l'échelle intragranulaire. La poursuite de cette étude consiste donc en l'analyse de la croissance et de la coalescence de cavités à l'échelle du cristal dans un matériau irradié. L'objectif est d'évaluer l'influence de la localisation de la déformation sur la croissance et la coalescence de cavités intragranulaires, et fait l'objet de l'article qui s'intitule *Effect of dislocation channeling on void growth to coalescence in FCC crystals*.

Effect of dislocation channeling on void growth to coalescence in FCC crystals

P.-O. Barrioz, J. Hure, B. Tanguy

CEA Saclay, Université Paris-Saclay, DEN, Service d'Études des Matériaux Irradiés, 91191 Gif-sur-Yvette, France

Abstract

The effect of dislocation channeling - a heterogeneous deformation mode at the grain scale observed in irradiated, quenched or heavily cold-worked materials - on void growth to coalescence in Face-Centered-Cubic (FCC) crystals is investigated experimentally. Solution Annealed 304L austenitic stainless steel is used as a model FCC material, in a reference state or irradiated with protons in order to trigger dislocation channeling deformation mode. Micrometric cylindrical voids drilled using Focused Ion Beam (FIB) technique at the grain scale in thin tensile samples subjected to uniaxial stress loading conditions allows a detailed description of void growth and coalescence. Compared to the reference state where plasticity appears homogeneous at the void scale, dislocation channels strongly interact with voids at the irradiated state, especially at low applied strain where characteristic localization patterns are observed and described. As applied strain increases, deformation becomes more and more homogeneous at the void scale through gradual activation of secondary channels. Numerical simulations based on FCC crystal plasticity constitutive equations are performed and compared to experiments. The main experimental features are recovered by the numerical simulations, but discrepancies remain for both reference and irradiated states. Ductile fracture modeling in materials exhibiting dislocation channeling is finally discussed based on these experimental and numerical results.

Keywords : Ductile fracture Void growth Coalescence Dislocation channeling Irradiation

1 Introduction

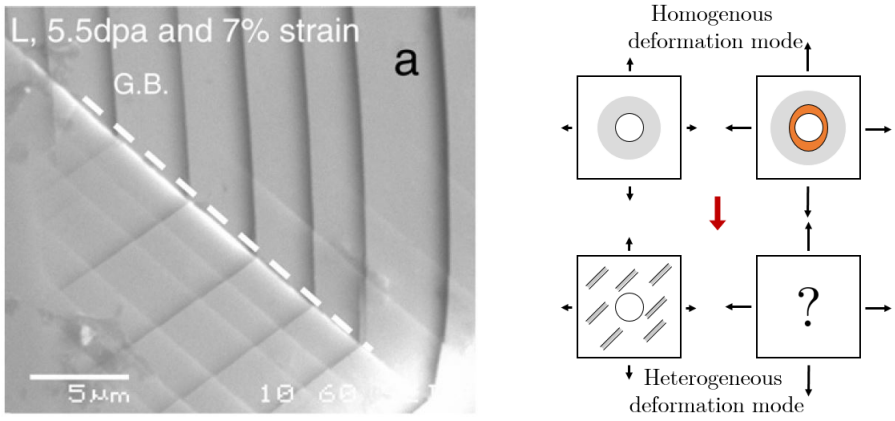
Ductile fracture through void growth to coalescence is a common failure mode of metal alloys (Pineau et al., 2016) which involves three different stages known as void nucleation, growth and coalescence (Tipper, 1949; Puttick, 1959). Inclusions or second-phase particles debonding or cracking (Argon et al., 1975) lead to voids that grow under diffuse plastic flow (McClintock, 1968; Rice and Tracey, 1969) until coalescence occurs through localized plastic flow between adjacent voids (Brown and Embury, 1973; Koplik and Needleman, 1988). Early models (Rice and Tracey, 1969) have emphasized the major roles played by porosity - void volume fraction - and stress triaxiality - ratio of hydrostatic stress over deviatoric stress - on ductile fracture through void growth to coalescence, but also the effect of the mechanical behavior of the matrix material surrounding the voids through the hardening modulus (McClintock, 1968). The critical influence of matrix material behavior has been subsequently detailed mainly through porous unit-cells simulations, where both plastic anisotropy (*i.e.* through Hill's yield criterion) (see (Tvergaard, 1990; Keralavarma et al., 2011; Legarth and Tvergaard, 2018) and references therein) and strain-hardening effects (Tracey, 1971; Lecarme et al., 2011) were confirmed. Specific directions of the porous material appear harder or softer due to plastic anisotropy, while void growth in materials exhibiting strong strain-hardening may be significantly diminished, as shown also experimentally in (Alinaghian et al., 2014) and (Hosokawa et al., 2013). Early examinations of fracture surfaces characterized by dimples or recent X-ray tomography visualization (Maire and Withers, 2014) show that, for many metal alloys, voids involved in ductile fracture have often a size well below the grain size, *i.e.*, voids are in single crystals. In that case, the existence of well-defined sets of slip systems may lead to a very strong plastic anisotropy that has been shown to influence void growth. Analytical (Gan et al., 2006) and experimental results (Crépin et al., 1996; Pushkareva et al., 2016) showed the interactions between crystallographic orientations and void shapes as well as lattice rotations around voids. Full three-dimensional porous unit-cells simulations using crystal plasticity constitutive equations for the matrix material (Liu et al., 2007a; Ha and Kim, 2010; Yerra et al., 2010; Ling et al., 2016a) emphasized the influence of crystal orientation and void arrangement on void growth and coalescence, especially for low stress triaxialities. All these experimental and numerical results serve as a basis to the development of homogenized models for porous materials incorporating the effects of porosity, stress triaxiality, matrix anisotropy and hardening ((Benzerga and Leblond, 2010; Benzerga et al., 2016) for recent reviews) following early works of Gurson (Gurson, 1977) and Thomason (Thomason, 1985). The most advanced contributions include the combined effects of void shapes and crystal plasticity for voids in single crystals (Mbiakop et al., 2015; Song and Ponte-Castañeda, 2017a; Song and Ponte-Castañeda, 2017b).

Homogenized models for porous materials described hereabove consider that the matrix material around voids deforms rather homogeneously at the void scale. Such assumption comes from the choice of matrix material constitutive equations that do not exhibit softening, which is a necessary condition for strain localization to happen (Rice, 1976). However, lower scale simulations such as Discrete Dislocations Dynamics (DDD) clearly indicate that heterogeneous dislocations structures do appear at void scale (Segurado and Llorca, 2009; Segurado and Llorca, 2010; Chang et al., 2015). Finite element porous unit-cell simulations using softening matrix material (Cheng and Guo, 2007) also show

heterogeneous deformation through localization bands and their interactions with void growth. Materials exhibiting highly heterogeneous deformation mode at the grain scale through the appearance of localization bands are in fact not so uncommon, such as irradiated or quenched materials (Smidt, 1970; Wechsler, 1972). Such phenomenon, referred to as dislocation channeling, is particularly observed and studied in irradiated metal alloys. Irradiation with high-energy particles, *e.g.*, encountered in nuclear power plants, leads to the creation of crystalline defects such as dislocations, dislocation loops, nano-voids and precipitates in metallic materials (Garner, 2012; Stoller, 2012) through ballistic interactions between incident particles and atoms. In addition to drastic evolution of macroscopic mechanical properties (Pokor et al., 2004; Chopra and Rao, 2011b; Zinkle and Was, 2013), the presence of these nano-scale defects can induce a change of deformation mechanisms at the grain scale where plasticity is observed to be confined into narrow channels surrounded by undeformed material (Farrell et al., 2004; Byun et al., 2006a). From a metallurgical point of view, dislocation channeling is explained by the removal of immobile irradiation defects by a leading dislocation, creating a clear path (free of defects) where following dislocations can easily glide (Hashimoto et al., 2006; Byun and Hashimoto, 2006; Byun et al., 2006b). From a mechanical point of view, the potential removal of irradiation defects corresponds to a softening mechanism that can trigger strain localization. An example of the manifestation of dislocation channeling is given in Fig. 1a, where widely spaced slip traces can be observed at the surface of an irradiated material under mechanical loading. Dislocation channeling deformation mode has consequences on the macroscopic mechanical properties of irradiated materials, such as limited hardening that favors macroscopic plastic instability (Byun and Hashimoto, 2006) and a potential detrimental role in intergranular stress-corrosion cracking due to high stresses arising at the intersection between channels and grain boundaries (McMurtrey et al., 2015). Dislocation channeling is not limited to irradiated materials, but has also been observed in quenched (Bapna et al., 1967; Mori and Meshii, 1969) or predeformed (Luft et al., 1975) materials. The mechanism is similar to the case of irradiated materials, where defects that can be removed are created due to quenching or prestrain.

Recent experimental observations (Gussev et al., 2015; Gaume, 2017; Mahajan and Eyre, 2017), numerical simulations (Doyle et al., 2018; Cui et al., 2018a; Cui et al., 2018b) and analytical models (Gururaj et al., 2015) lead to a better understanding of channels initiation mechanisms, widths and spacings. However, the potential influence of dislocation channeling on micron-scale void growth to coalescence has not been studied (Fig. 1b), although ductile fracture is the dominant fracture mode of materials exhibiting dislocation channeling (*e.g.* irradiated austenitic stainless steels (Mills, 1988)). Therefore, the main objective of this study is to investigate experimentally the influence of dislocation channeling on micron-scale void growth to coalescence fracture mechanism. In addition, numerical simulations based on crystal plasticity constitutive equations are performed and compared to experimental results. In order to amplify the potential effects, void deformation under low applied stress triaxiality (where crystal anisotropy effects are known to be more significant) in highly irradiated material (where severe dislocation channeling is expected) are used in the following and compared to a reference (unirradiated) case where homogeneous deformation mode occurs.

The paper is organized as follows. In Section 2, the material and methods used are described, with an emphasis on the experimental setup allowing assessing void growth



(a) (b)

Figure 1: (a) Slip traces observed at the surface of a sample of irradiated austenitic stainless steel subjected to uniaxial stress loading conditions (taken from (Jiao et al., 2007)), resulting from dislocation channeling deformation mode. (b) Sketch of the potential influence of dislocation channeling on void growth to coalescence mechanism

to coalescence in crystals and on obtaining a material exhibiting dislocation channeling deformation mode through irradiation. Section 3 describes the experimental results, comparing the effect of homogeneous *vs.* heterogeneous plasticity on void deformation as a function of applied plastic strain. Experimental results are discussed with respect to ductile fracture modeling in materials exhibiting dislocation channeling in Section 4, as well as compared to numerical results.

2 Material and Methods

In this section, the material and the methodology used in this study to assess experimentally the effect of dislocation channeling on void growth to coalescence in FCC crystals is detailed. In addition, the numerical method and constitutive equations used to model FCC single crystals are described.

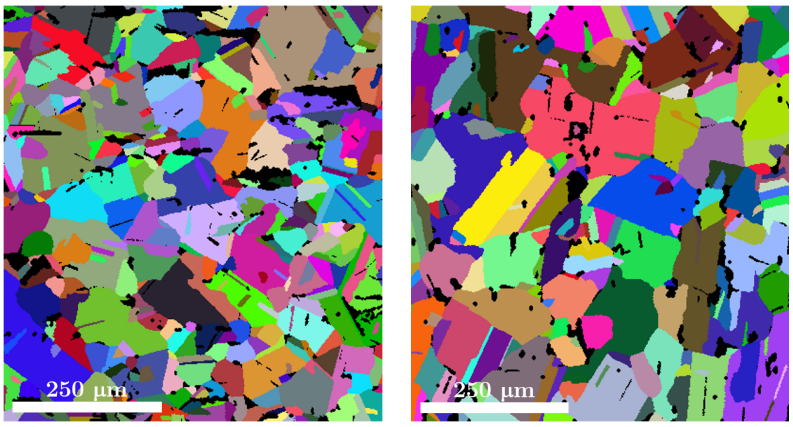
2.1 Material

A commercial austenitic stainless steel of type 304L has been selected for this study. 304L has a Face-Centered-Cubic (FCC) crystallographic structure, and thus can serve as a model alloy to describe other FCC materials where dislocation channeling is observed. Moreover, austenitic stainless steels have been thoroughly characterized with respect to the evolution of the mechanical properties (Chopra and Rao, 2011a) as well as deformation mechanisms (Lee et al., 2001; Byun et al., 2006a) with irradiation, and exhibit dislocation channeling after irradiation when tested at high temperature (300°C).
304L is a material used for most parts of Light Water Reactors (LWR) internal structures (Zinkle and Was, 2013), so that results obtained in this study will be relevant regarding industrial issues. The chemical composition of the material is given in Tab. 1.

The material was supplied in a solution annealed condition (Heat treatment of 30 minutes at 1100°C followed by water quenching). The methodology described in Section. 2.2

Pb	W	Zr	S	P	C	Mg	Co	Si
8ppm	0,035	12ppm	0,002	0,010	0,012	0.003	<0,05	0.450
Cu	V	Mo	Mn	Ti	Ni	Cr	Fe	
0,240	0,015	0,020	1,650	<0,05	8,55	18,75	Bal	

Table 1: Chemical composition (in weight %) of 304L austenitic stainless steel



(a) (b)

Figure 2: Electron Back-Scattered Diffraction (EBSD) analysis of the material, (a) in the as-received state and (b) after additional heat-treatment (4 hours at 1100°C followed by water quenching) (b). Colors correspond to different crystallographic orientations. Heat treatment allows to make grains bigger and to reduce the number of small grains

requiring large grain size, an additional heat treatment of 4 hours at 1100°C followed by water quenching was performed on plates (90x100x3mm) to obtain larger grains. Typical crystallographic structures obtained by Electron Back-Scattered Diffraction (EBSD) on the as-received material and after the additional heat treatment are given Fig. 2. The evolution of grain diameter distribution after the additional heat treatment shows a slight mean increase of 8μm, but large grains in the as-received condition have grown significantly (up to 200μm diameter). Hereafter, the (reference) material refers to the one with the additional heat treatment. The Vickers hardness was measured to be 193±10 $HV_{0.02}$ using conventional Vickers micro-hardness machine with 20g applied load and 10 seconds hold time. Tensile specimens of gage length 8mm, width 2mm and thickness 2mm were machined through electrical discharge machining. Tensile tests have been performed at 300°C on an universal testing machine, and stress-strain curve is given on Fig. 3.

Solution-Annealed 304 austenitic stainless steel is known to deform rather homogeneously at the grain scale through dislocation glide in high temperature testing (300°C) (Byun et al., 2006a), and will thus serve as a reference state to assess the effect of dislocation channeling on void growth. In order to get a material that has a dislocation channeling deformation mechanism, part of the tensile samples from the reference material were irradiated with high energy protons. An irradiation energy of 2MeV was selected in order to have a significant irradiated thickness, while the fluence ($H^+.cm^{-2}$) and irradiation temperature were chosen in accordance to previous studies (Jiao et al., 2007) so to have significant irradiation defects to trigger dislocation channeling. Prior to irradiation, tensile samples were mirror polished using standard polishing techniques up to 1/4μm diamond paste. 2

MeV proton irradiation was performed at 350°C ± 10°C on tensile samples using Tandem accelerator at Michigan Ion Beam Laboratory, University of Michigan (Damcott et al., 1995). The integrated fluence is 5.57 10^{19} $H^+.cm^{-2}$ with a flux about 2 10^{14} $H^+.cm^{-2}.s^{-1}$. Temperature was controlled by an infrared camera and using 4 thermocouple probes (Fig. 4a) welded on the tensile samples and calibrated prior to irradiation. As discussed in (Was et al., 2002), these conditions lead to irradiation defects in quantitative agreement (number, size) with the ones observed for neutron irradiation at about 290°C, so that the irradiated material obtained in this study is relevant for Light Water Reactors conditions. Irradiation levels are usually characterized with Displacements Per Atoms (noted dpa) value that attempts to compute the average value an atom from the material has been displaced from its lattice position during the irradiation. Such value is particularly relevant when comparing irradiations with different particles (neutrons, ions, electrons). SRIM-2013 software (Ziegler et al., 2010) was used to compute dpa, using Kinchin-Pease (KP) model (Stoller et al., 2013) and a displacement energy of 40 eV for Fe, Cr and Ni (ASTM E521, 2006). The damage profile is given in Fig. 4b, showing an irradiated layer of about 18μm depth. As shown in (Jiao et al., 2007), for these irradiation levels, dislocation channeling is expected under mechanical loading at 300°C. The irradiated microstructure constituted mainly of Frank dislocation loops has been fully characterized, and results are detailed in Appendix A.

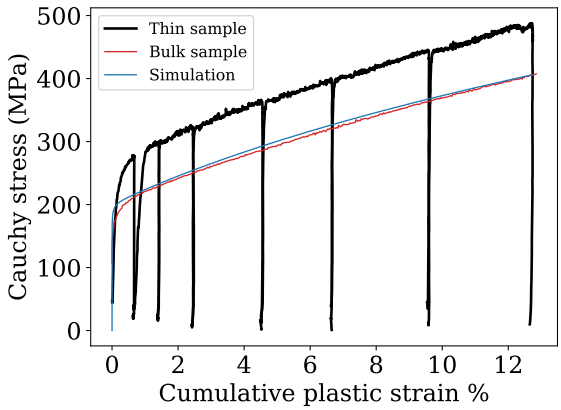


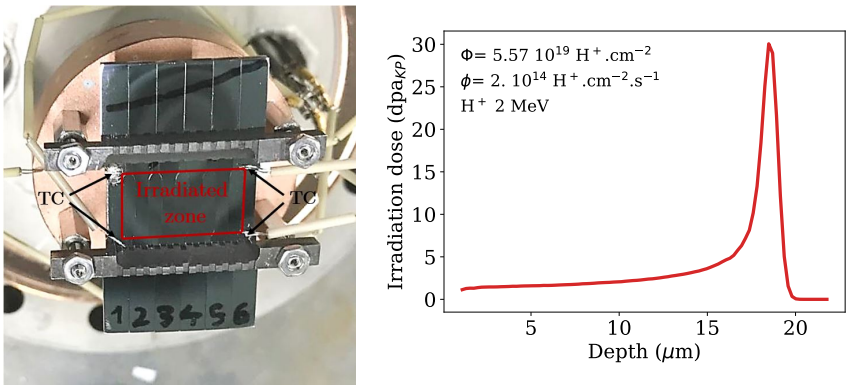
Figure 3: Tensile curves - Cauchy stress as a function of cumulated plastic strain - for the reference material (as-received with additional heat treatment). Experimental results on a thick tensile sample (Bulk sample) and thin tensile sample (Thin sample, see Section 3). Numerical result using a polycrystalline Voronoi aggregate and FCC crystal plasticity constitutive equations (Section 2.2).

2.2 Methods

2.2.a Experimental methodology

The experimental methodology used to assess void growth and coalescence is derived from the one proposed by Weck & Wilkinson (Weck and Wilkinson, 2008) based on model cylindrical holes obtained through laser machining in thin tensile samples. Upon straining, monitoring voids shapes evolutions with Scanning Electron Microscope (SEM) as a function

of applied strain allows to assess the physical mechanisms involved as well as to evaluate models, as still done recently in (Nemcko et al., 2016).



(a) (b)

Figure 4: (a) Irradiation setup: Tensile samples are mounted on a copper stage cooled by liquid nitrogen to compensate heating due to high flux proton irradiation. Details about the irradiation setup can be found in (Damcott et al., 1995) (b) Dose in dpa as a function of depth through the thickness of the 304L samples. Dpa level is computed using SRIM-2013 software (Ziegler et al., 2010), using Kinchin-Pease (KP) model, with a displacement energy of 40 eV.

Substantial modifications of the original setup are required to assess void growth in single crystals exhibiting dislocation channeling deformation mode. Firstly, as described in Section 2.1, the maximal depth of the irradiated layer is about 20μm - with an almost constant irradiation dose thickness of about 15μm - so that tensile samples used should be thinned down to less than 20μm to get an almost homogeneous sample exhibiting dislocation channeling. This thickness also ensures to get a polycrystalline material with mostly one grain across the thickness - at least for large ones - due to the grain growth heat treatment applied (Section 2.1). Tensile samples are thinned down to less than 20 μm by mechanical polishing: SiC grinding paper is used with grit of 320 up to 200 μm thickness, then 600 grit up to 100 μm and 1200 grit until the final thickness. The thickness of the samples is regularly measured with a dial indicator to verify the good parallelism of the samples faces, and finally precisely measured in SEM.

Secondly, as irradiation was performed before drilling the cylindrical holes, laser machining technique has been replaced by another technique, as laser induces local heating that might remove close to the holes the irradiation defects needed to get dislocation channeling mechanism. Focused-Ion Beam (FIB) machining was selected as it does not involve any heating, and generates artefacts (additional irradiation defects) only in very limited regions ($\lesssim$ 100nm). On one face of the sample, an electrochemical attack (using 60% volume nitric acid at 65%, 40% volume water) is first performed to reveal grain boundaries and to select large grains. EBSD analysis is also performed all along the gauge surface to assess crystallographic orientations. Cylindrical voids (either one or two) are then drilled using FIB in single grains throughout the thickness of the tensile samples. FIB milling leads to slightly conical through-thickness void shape that is minimized by performing drilling on both sides of the specimens. Void diameter, selected as the smallest allowing drilling completely through the thickness of the thin samples, remains however slightly smaller in the middle of the specimen than on the surface. For the reference

material (resp. irradiated), voids mean diameter is 11.0 μm (resp. 4 μm), with intervoid distance of 15 μm (resp. 7.5 μm) when two adjacent voids are drilled.

In addition, in order to get full-field strain measurements through high resolution Digital Image Correlation (DIC), a speckle pattern is generated on the other face of the sample by the remodeling of a deposited gold layer using the methodology developed in (Di Gioacchino and da Fonseca, 2013). Surface is polished up to 1/4 μm diamond paste and then polished during 10 min with a colloidal silica solution (0.05μm, ph=7). A 70 nm gold layer is deposited using a standard metallizer. Finally, the gold film is remodeled during 1h at 300°C under water vapor leading to a speckle pattern with speckles size from 100 to 200 nm (see Inset Fig. 7b).

This methodology, described schematically in Fig. 5, allows to get thin tensile samples with model cylindrical holes in FCC crystals, for both reference material that have homogeneous deformation mode at the grain scale and irradiated material having dislocation channeling deformation mode. For the latter, as the material is expected to exhibit early macroscopic necking due to limited strain-hardening capability, notches have also been drilled using FIB at locations where voids have been drilled, in order to ensure that plasticity will take place in that area (Fig. 10b).

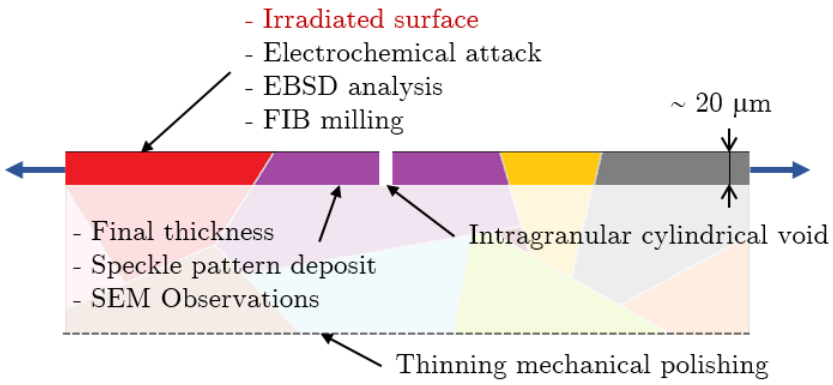


Figure 5: Overview of the different steps of samples preparation: mirror polishing, irradiation, thinning of bulk samples by mechanical polishing leading to fully irradiated 2D polycrystalline aggregate (with one grain along the thickness), FIB drilling of cylindrical holes in grains.

Tensile tests are performed on an in-situ SEM micro mechanical tensile machine equipped with a 200N load cell at a mean strain rate of $10^{-4}s^{-1}$. A resistive heater in direct contact with the back of the specimen allows heating to a target temperature of 300°C. Because of the extreme thickness of the samples, temperature is not measured during the tensile tests. Tests are performed previously to calibrate the temperature of the resistive heater to have a temperature of 300°C on the thin sample (measured with a thermocouple). The uncertainty on the temperature value is estimated to be $\pm$ 25°C. Interrupted tensile tests are performed to monitor the evolution of voids shapes as a function of applied strain. For each (pair of) void in the reference material, SEM acquisitions are performed using back-scattered electrons mode signal with a resolution of 2048x1536 pixels. The magnification is x2000. The contrast is maximized while limiting the noise in order to facilitate the digital image correlation. For the irradiated material, acquisitions are performed using secondary electrons mode signal with a resolution of 3072x2304 pixels.

2.2.b Numerical methods

Digital image correlation is performed using Yadics software (Seghir et al., 2014) with the finite element method (8x8 subdivision pixel is used and 5x5 median filter). Results are plotted with a 2D equivalent strain defined as: $\varepsilon_{eq} = [2/3]\sqrt{\varepsilon_{xx}^2 + \varepsilon_{yy}^2 + 2\varepsilon_{xy}^2}$.

Numerical simulations of the experiments are performed using crystal plasticity models and Fast Fourier Transform(FFT) based solver AMITEX_FFTP (CEA, 2018). Details about these simulations can be found in Appendix B so that only the modeling of the mechanical behavior of the material and boundary conditions are described in this section. Simulations rely on crystal plasticity constitutive equations that are widely used in the literature to describe single crystals in structural calculations (Méric and Cailletaud, 1991), accounting for the existence of slip systems that are activated once the resolved shear stress on a given slip system exceed a critical value. In a viscoplastic version of crystal plasticity, the flow rule is:

$$\dot{\gamma}^{\mathrm{s}} = \left\langle \frac{|\tau^{\mathrm{s}}| - \tau_{\mathrm{c}}^{\mathrm{s}}}{\mathrm{K}} \right\rangle_{+}^{\mathrm{n}} \mathrm{sign}(\tau^{\mathrm{s}}), \quad \text{with } \langle \bullet \rangle_{+} = \begin{cases} \bullet & ; \bullet > 0 \\ 0 & ; \bullet \leq 0 \end{cases} \tag{1}$$

where γ^s and $\tau^s = \boldsymbol{\sigma} : \mathbf{N}^s$ are the shear strain and resolved shear stress in slip system s, respectively, with $\mathbf{N}^s = m^s \otimes n^s$ the Schmid tensor characterizing a slip system of normal n^s and direction m^s. Parameters K and n regulate the viscosity of the plastic flow, and are usually used only for numerical purposes close to the rate independent limit. τ_c^s corresponds to the critical resolved shear stress that evolves with shear strain, thus modeling strain-hardening. For the reference material, physically-based hardening for austenitic stainless steels described in (Hure et al., 2016) is used. The critical resolved shear stress is written:

$$\tau_{\mathrm{c}}^{\mathrm{s}} = \tau_0 + \mu \sqrt{\sum_{\mathrm{u}} \mathrm{a^{su} r^{u}}} \qquad \dot{\mathrm{r}}^{\mathrm{s}} = \left(\frac{\sqrt{\sum_{\mathrm{s}} \mathrm{b^{su} r^{u}}}}{\kappa} - \mathrm{G_c r^{s}} \right) |\dot{\gamma}^{\mathrm{s}}| \tag{2}$$

where r^s is the normalized dislocation density in the slip system s and a^{su} is a 12x12 matrix with 6 independent parameters which characterize the long-range interactions between dislocations. The evolution of dislocations in slip systems is composed by a multiplicative and an annihilation terms. b^{su} is an interaction matrix with the same shape of a^{su}. κ is proportional to the number of obstacles crossed by a dislocation before being immobilized and G_c depends on the annihilation mechanisms of dislocations. Parameters of the law are taken from (Hure et al., 2016), except three parameters (τ_0, κ and G_c) that have been obtained through calibration of the tensile response of a 3D polycrystalline Voronoi aggregate against experimental tensile curve from a bulk sample - similarly to what has been done in (Han, 2012) - leading to: $\{\tau_0 = 70$ MPa, $\kappa = 10$, $G_c = 12\}$. The comparison between the experimental and numerical tensile curves is given in Fig. 3.

For the material where dislocation channeling is expected, crystal plasticity constitutive equations have been proposed in the literature to describe the presence of removable irradiation defects (Han, 2012; Barton and Arsenlis, 2013; De, 2014), leading to locally softening behavior and to the appearance of localization bands. These models involve many additional state variables / parameters and are numerically heavy. Thus, a simple phenomenological softening law (Eq. 3) is used. Slip systems are considered independent

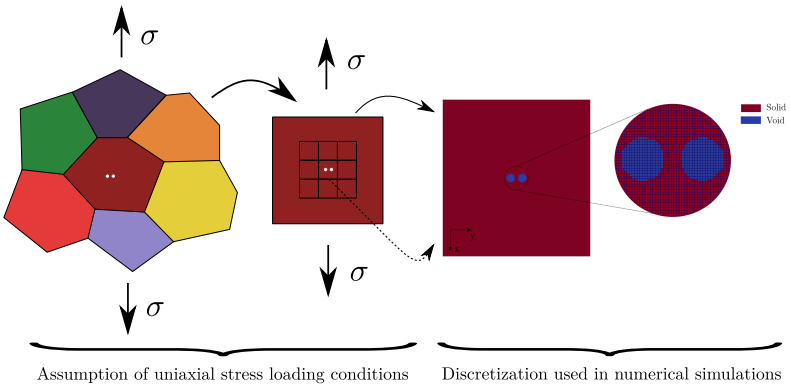


Figure 6: Assumption of uniaxial stress loading conditions at the grain scale used in the numerical simulations, by considering either static uniform boundary conditions or periodic boundary conditions (Appendix B)

to each other as a first approximation. The second term of Eq. 3 aims at modeling softening induced by the removal of irradiation defects. At large strains, re-hardening is expected due to multiplication of dislocations, corresponding to the third term added in Eq. 3. In all simulations reported hereafter, the values of the parameters are set to ($\tau_0 = 100$ MPa, $\Delta\tau_1 = 50$ MPa, $\gamma_0 = 0.01$), but have no influence on localization patterns reported in Section 4. The parameter $\Delta\tau_2$ is set equal to $\Delta\tau_1$ or zero to assess the effect of rehardening.

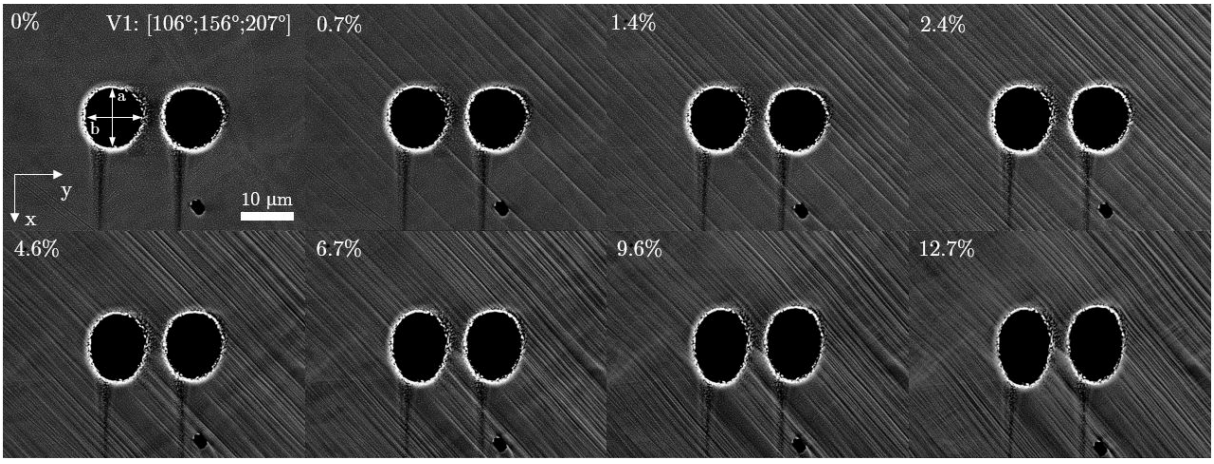
$$\tau_c^s = \tau_0 + \Delta\tau_1 \ \exp^{-\left(\frac{\gamma^s}{\gamma_0}\right)} + \frac{\Delta\tau_2}{\gamma_0} \mid \gamma^s - \gamma_0 \mid \tag{3}$$

In order to be able to perform numerical simulations only at the single grain scale where the voids are drilled, an assumption has to be made regarding the stress/strain state of a single grain inside a 2D polycrystalline aggregate subjected to uniaxial stress loading conditions. Low constraint along the thickness leads to assume that uniaxial stress conditions also applies at the grain scale. A unit cell containing (one or) two cylindrical voids is thus considered, as shown on Fig. 6. Uniaxial stress state can be applied either considering static uniform boundary conditions either assuming periodic boundary conditions. Both conditions can be applied through FFT based simulations, as shown in Appendix B, where the latter is a standard loading condition while the former can be made adding free surfaces at the cell boundaries. The choice between these two boundary conditions is detailed and discussed in Section 4.

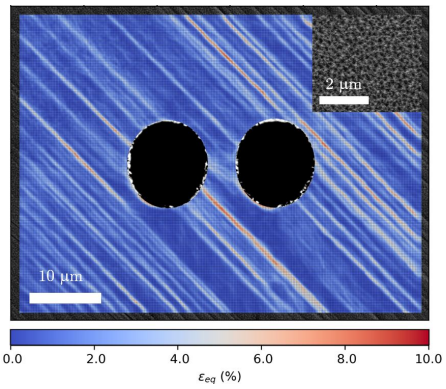
3 Experimental results

3.1 Homogeneous deformation mode

Interrupted tensile test has been performed on the reference material tensile sample of thickness $\sim 15\mu$m, with seven strain increments, the last one corresponding to fracture of the sample. After each increment, applied load was kept constant during the acquisition of SEM images of the voids. The tensile curve obtained with the thin sample is given on Fig. 3. Compared to the tensile curve of the reference material obtained on a bulk sample, higher stress is measured for the thin sample, which was suspected to come from



(a)



(b)

Figure 7: (a) Evolution of voids shapes as a function of macroscopic plastic strain inside a grain with crystallographic orientation [106° , 156° , 207°] (Euler angles orientation with the Bunge convention (zx'z'') obtained through EBSD on the other side of the sample (Fig. 5)). Tensile direction is along x (b) Digital image correlation on voids V1 between the images taken at 1.4% and 2.3% macroscopic plastic strains. Inset: Initial speckle pattern

an hardened layer induced by the mechanical polishing. Transmission Electron Microscope (TEM) investigation (not shown here) revealed a higher dislocation density than a typical solution annealed state under the surface, at least to a depth of 7 μm (which corresponds to the depth of the TEM sample). The average hardening (across the thickness) due to mechanical polishing corresponds to a pre-strain of about 4% (Fig. 3). However, such pre-strain is not expected to influence void evolution as a function of applied strain as the macroscopic strain-hardening modulus - which is a key parameter (Alinaghian et al., 2014) - is rather constant in that range of deformation.

Figure 7a shows the typical evolution of two voids under mechanical loading. Voids elongate along the tensile direction, and shrink along the perpendicular direction, as expected from such low stress triaxiality conditions (Weck and Wilkinson, 2008). Due to premature failure of the tensile sample (which is expected for such thin samples that are known to be sensitive to machining imperfections), no coalescence events have been observed. As deformation increases, lines can be seen on the images that correspond to steps on the tensile specimen surface. These steps are the traces of activated slip systems that have a slip direction with a non-zero component along the normal direction of the

samples, thus leading to an extrusion which are well captured with SEM images sensitive to topology changes. On that particular case, only one slip system appears to be activated. As a slip system with slip direction perpendicular to the sample normal would not lead to steps - thus being invisible with SEM images - digital image correlation has been performed to assess the potential activation of secondary slip systems. Fig. 7b shows a typical example of strain field obtained where no clear indication of activation of other slip systems can be found. Thus, a single slip state occurs, consistently with the uniaxial stress loading conditions associated with non-symmetric crystallographic orientation. Voids are found to have no clear influence on plasticity as slip bands have similar orientations far and close to the voids. Similar observations were also done in (Gross and Ravi-Chandar, 2017) on voids in an aluminum alloy where plastic slip traces appear to run across the voids.

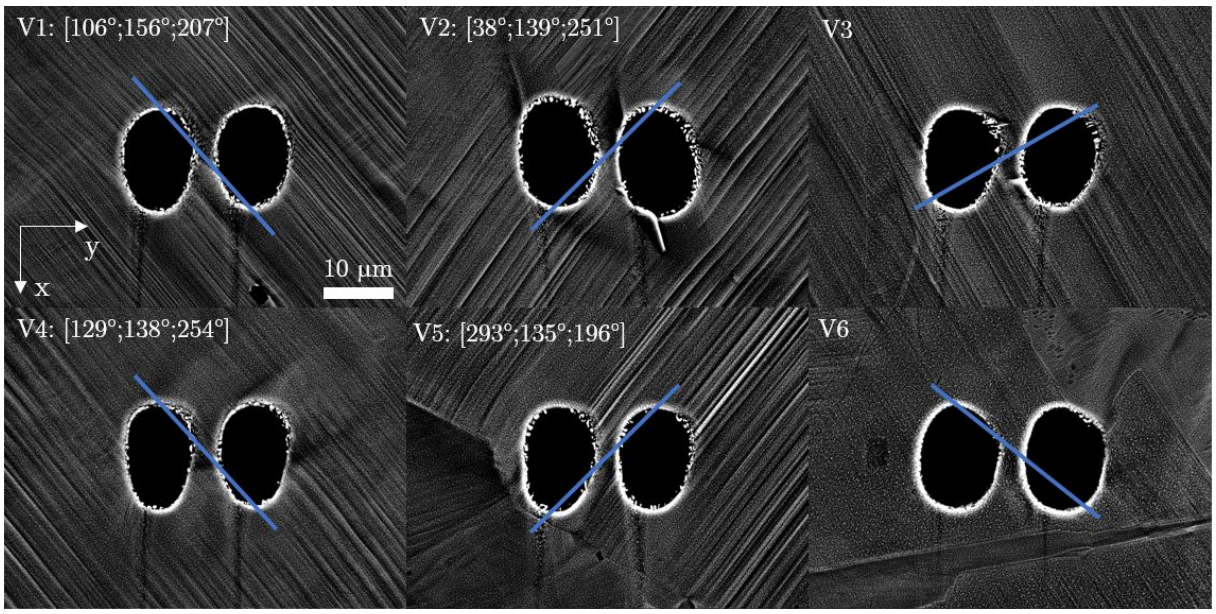


Figure 8: Comparison of the voids shapes for 6 different pairs of voids at 12.7% macroscopic plastic strain on the reference material sample. Tensile direction is along x. Euler angle orientations of the grains, given with the Bunge convention [zx'z'']), are obtained by EBSD analysis on the other side of the sample (Fig. 5). Blue line is the intersection between the surface and the slip plane of the slip system having the highest Schmid factor calculated assuming uniaxial stress state and computed on the undeformed configuration.

Analysis of other void shapes evolutions on the same tensile sample but in different grains leads mainly to the same conclusions. In all cases, crystallographic orientations are, as in the first case, non-symmetric with respect to the loading direction. Fig. 8 shows the different sets of voids for a given applied macroscopic strain, which are very similar qualitatively to what has been already discussed based on Fig. 7 for voids denoted V1, V2, V3 and V4. For voids V5 and V6, slip lines patterns suggest the presence of grain boundaries close to the voids which complicates the analysis. As almost uniaxial stress state is expected at the grain scale especially due to the presence of only one grain along the thickness (Fig. 5), the computation of the highest Schmid factor S (defined such as $\tau^s = S\sigma$) is expected to find the active slip system. This is confirmed on Fig. 8 where slip traces of the slip system with the highest Schmid factor match well with the slip

traces observed for voids V1, V2, V4 and V5. This also confirms that, for these voids, there is only one grain along the thickness as EBSD measurements - used to compute crystallographic orientations and thus Schmid factor - have been performed on the other side of the specimen (Fig. 5). For voids V3 and V6, no agreement is observed, probably related to the presence of several grains along the thickness, so that the orientations reported on Fig. 8 may not describe the crystal throughout the thickness.

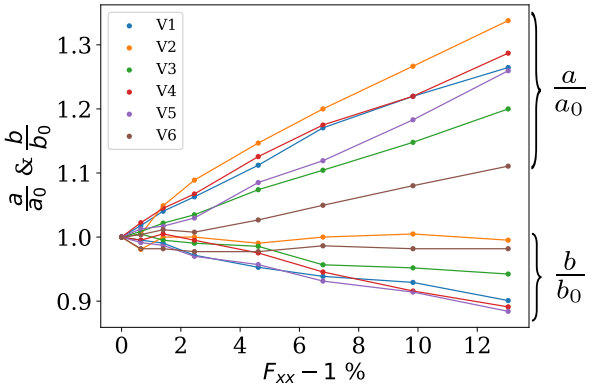


Figure 9: Evolution of voids axis a and b (defined as the axis of an ellipse inscribed in the voids, see Fig. 7) as a function of engineering plastic strain (denoted $F_{xx} - 1$) for the reference material

Quantitatively, the evolution of voids axis a and b (defined as the axis of an ellipse inscribed in the voids Fig. 7, averaged on the two voids) as a function of engineering plastic strain (denoted $F_{xx} - 1$) measured from the tensile curve are plotted on Fig. 9. Even though voids deformation appears qualitatively similar, as shown in Fig. 8, significant differences are observed due to crystallographic effects, which have been shown to be predominant for void shape evolution under low stress triaxialities conditions in numerical simulations (Segurado and Llorca, 2010; Potirniche et al., 2006; Liu et al., 2007b; Ling et al., 2016b). Differences of void elongation along the tensile direction up to 100% are found, *e.g.* between voids V1 and V2. Experimental results on voids evolutions in the reference material, that exhibit very homogeneous deformation mode, serve as a reference case to be compared to similar results described in the next section in presence of dislocation channeling.

3.2 Dislocation channeling deformation mode

As for the reference material exhibiting homogeneous deformation mode, interrupted tensile tests have been performed on the irradiated thin tensile samples - expected to have dislocation channeling deformation mode. The only difference is that notches have been drilled on the tensile samples (Fig. 10b) to macroscopically localize deformation in the region where voids have been drilled, as early necking of such material is expected. Average applied strain along the tensile direction applied to the voids can not be computed from the tensile curve, contrary to the reference material. Moreover, in case where deformation is not homogeneous, any measure of strain is dependent on the reference length on which it is computed. Thus average strain levels along the tensile direction (along the x axis) are evaluated using displacements measured at the boundaries of the images taken of

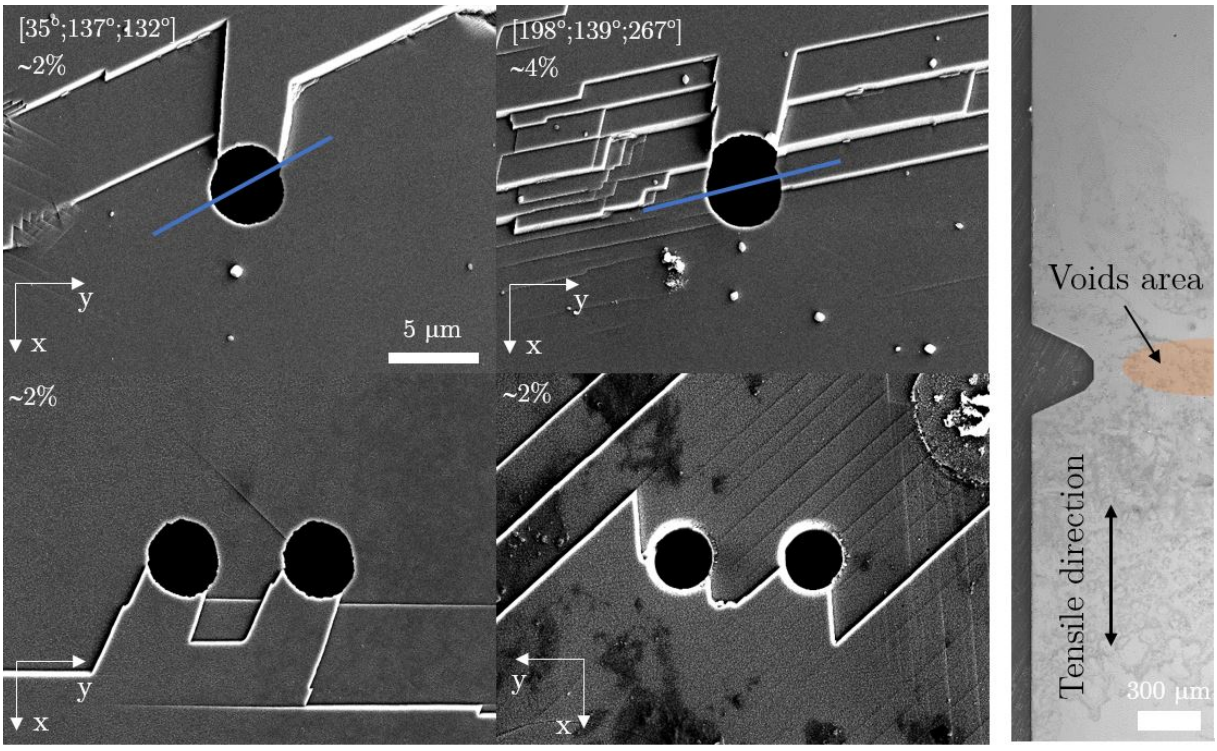


Figure 10: (a) Characteristic slip patterns around voids in material exhibiting dislocation channeling deformation mode. Each image corresponds to different grains: Euler angle orientation (given with the Bunge convention [zx'z'']) are obtained by EBSD analysis on the other side of the sample. Average strain levels along the tensile direction (along the x axis) are evaluated using displacements measured at the boundaries of the images and a reference length equals to the images' height. Blue line is the intersection between the surface and the slip plane of the slip system having the highest Schmid factor calculated assuming uniaxial stress state and computed on the undeformed configuration. (b) Visualisation of half of the irradiated thin tensile sample, showing the area where voids have been drilled and notch geometry used to localize plasticity.

voids shapes and reference length equal to the images' height (Fig. 10a), for comparisons purposes to the reference material.

Figure 10 shows typical results at the early stages of voids deformations, corresponding to very low applied strain on the tensile sample. Highly localized deformation mode is observed with plasticity localized into few channels, leading to steps on the sample surface. Transmission Electron Microscopy (TEM) observations shown in Appendix C confirm that these channels correspond to regions where irradiation defects have been removed, thus to dislocation channeling deformation mode. Strong interactions between dislocation channels and voids are observed. A typical pattern (Fig. 10a left images) is the activation of two different slip systems. One of them (indicated by the blue line) has the highest Schmid factor under the assumption of uniaxial stress state (as for the reference material), and the associated channel crosses almost the entire grain. The other activated slip system has a low Schmid factor, but has the particularity to have a slip direction belonging to the slip plane of the other slip system. These features are recurrent in all situations observed at low applied macroscopic strain, and will be discussed in Section 4. It was not possible to

characterize nucleation and propagation of these channels. As a consequence of dislocation channeling, void growth is discontinuous, and potentially severe considering the very low level of macroscopic applied strain. The distance between slip traces tends to be closer as the deformation increases. Figure 11 shows voids in the coalescence regime for two different pairs of voids. Distance between slip traces is very low compared to the distance far from the voids. Voids shape after coalescence tends to be similar to what is typically observed in materials deforming homogeneously (Weck and Wilkinson, 2008; Barrioz et al., 2018). At the very end of one test (Fig. 11a), a crack that initiates from the sample notch propagates towards the region where voids were drilled. The particular shape of the voids for 35% strain is attributed to the crack coming across the voids.

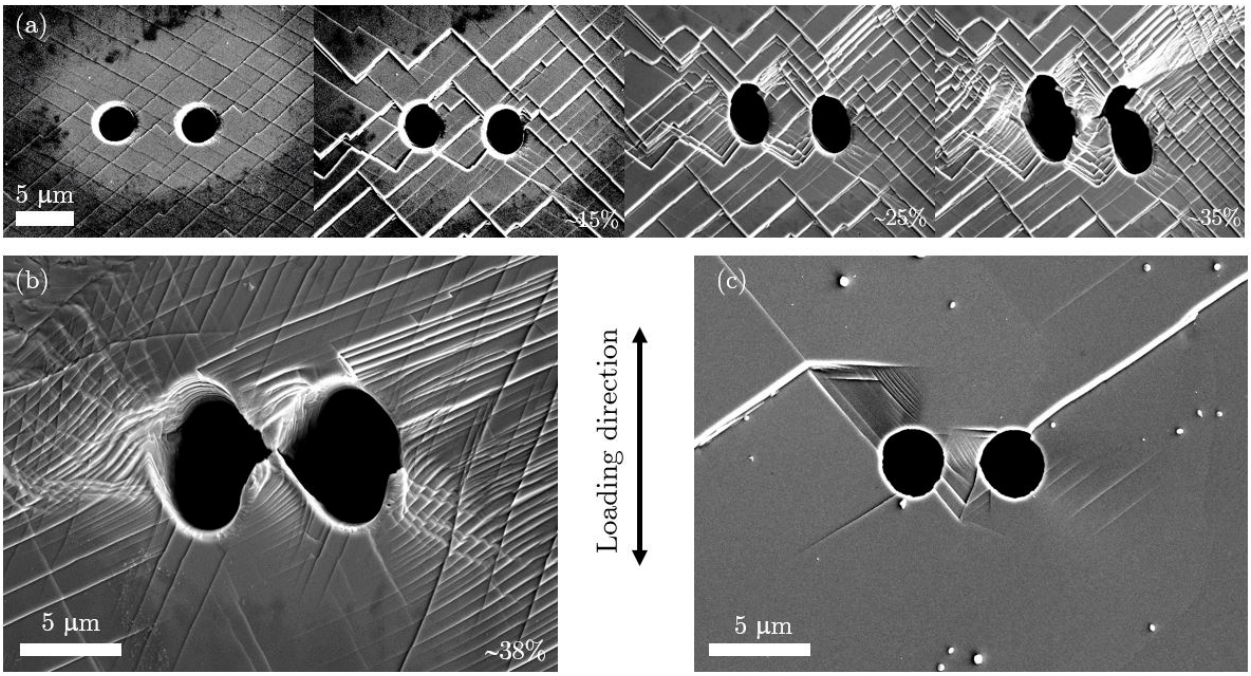


Figure 11: Typical observations of voids coalescence in the material exhibiting dislocation channeling deformation mode

Experimental results indicate a strong effect of dislocation channeling deformation mode on voids evolution in single grains subjected to uniaxial stress conditions. A clear interaction between dislocation channels and voids is observed through the appearance of characteristic deformation patterns. As applied strain increases, additional channels are activated, leading to more homogeneous deformation mode. Upon coalescence - that corresponds to interactions between adjacent voids and thus to deviation from uniaxial stress loading conditions between the voids and higher local strains - the effect of dislocation channeling on voids evolutions weakens. These results are discussed in the next section with respect to ductile fracture modeling through void growth to coalescence in material exhibiting dislocation channeling deformation mode, as well as compared to numerical simulations.

4 Discussion

4.1 From dislocation channeling to homogeneous deformation

For low applied strain, a clear difference regarding voids evolution has been observed between the reference material that has an homogeneous deformation mode and the irradiated material having a dislocation channeling mode. For the latter case, a characteristic dislocation channels pattern has been observed where two slip systems are activated. In most situations (where there is only one grain through the thickness), the pattern observed on one side corresponds to point symmetry to the one observed on the other side where the homothetic center appears to be close to the middle of the sample, at the center of the void (or at the middle of the intervoid line for the cases with two voids). In addition, another interesting feature is that the channels corresponding to the slip system with the highest Schmid factor (Fig. 11a) are often observed at some distance δ from the voids, typically on the order of void diameter. These observations can be rationalized as follows. Assuming that the primary activated slip system is the one with the highest Schmid factor in uniaxial stress conditions, the slip plane normal is oriented at about 45° from the loading direction, defining a family of potential slip planes as sketched in Fig. 12. The intersections between these planes and the sample surfaces correspond to the steps observed in the experiments, which are related through a point symmetry from one side to the other. The position of the homothetic center can be understood as follows. For a voided plate subjected to a far field uniaxial tension state, local stresses close to the void deviate from the imposed loading conditions due to the presence of free surfaces. As sketched on Fig. 12, regions above and below the void (in blue in Fig. 12) are essentially stress-free, while stress concentration along the tensile axis appears in other regions (in red), with a stress concentration factor of three for elastic isotropic material (Inglis, 1913). In addition, in these regions, stresses are expected to be higher at mid-thickness of the specimen than close to the surface where the sample free surfaces impose plane stress conditions. Therefore, plasticity is expected to initiate in that particular area. Due to high probability to find well-oriented (or almost) slip system in a FCC material, plastic slip will occur on a plane oriented at 45° from the loading direction: two limit cases are illustrated in Fig. 12 with the corresponding slip traces at the surface which explains the experimental observations shown on Fig. 11a. For the case 1, these surface traces will appear at a distance from the void center equal to $\delta \approx h/2 \approx \phi$, as observed experimentally, but not in the stress-free region where no driving force exists for dislocation motion.

The number of surface steps increases with increasing applied strain, indicating that the primary channels do not have the ability to accommodate plasticity anymore. As the channels cross the entire grain, the multiplication of channels may be related to their impingement at grain boundaries where interactions with the adjacent grains lead to back stresses preventing further deformation. In addition, channels multiplication is particularly observed in between voids at coalescence. This may be related to the numerical results described recently in (Cui et al., 2018b) where localized plastic flow in irradiated materials was found to be suppressed in presence of high dislocation density and/or to the activation of multiple slip systems. At low applied strain, dislocation density is low and single slip is promoted due to the uniaxial stress state imposed on non symmetric crystallographic orientations. Both conditions are expected to trigger localised plastic flow, as detailed in (Cui et al., 2018b). As applied strain increases, the increase of dislocation density and

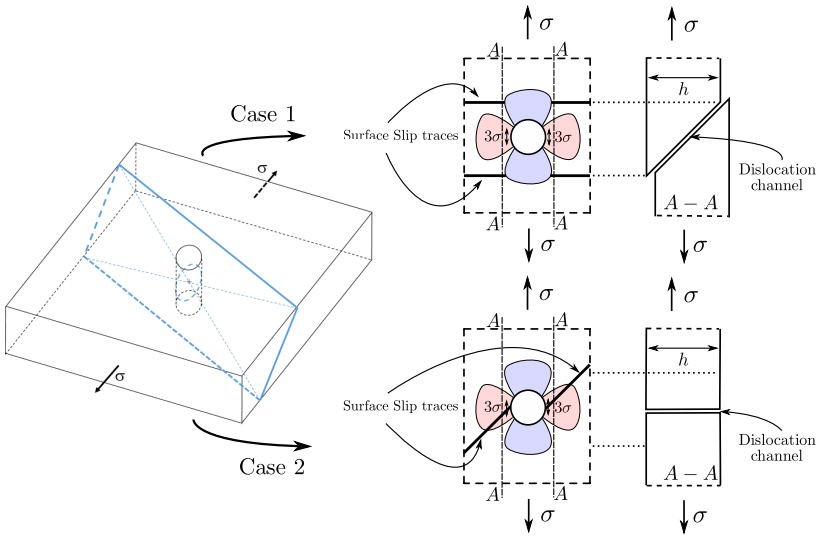
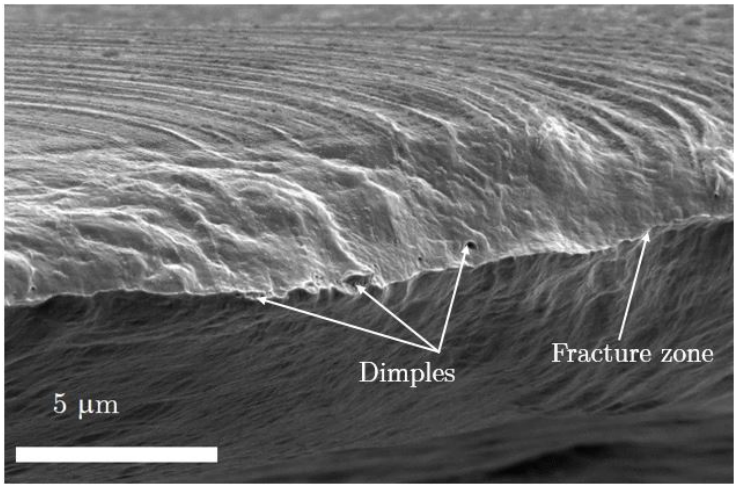


Figure 12: Schematic of slip planes oriented at 45° from the loading direction and stress field around a cylindrical void inside a plate subjected to uniaxial stress loading conditions

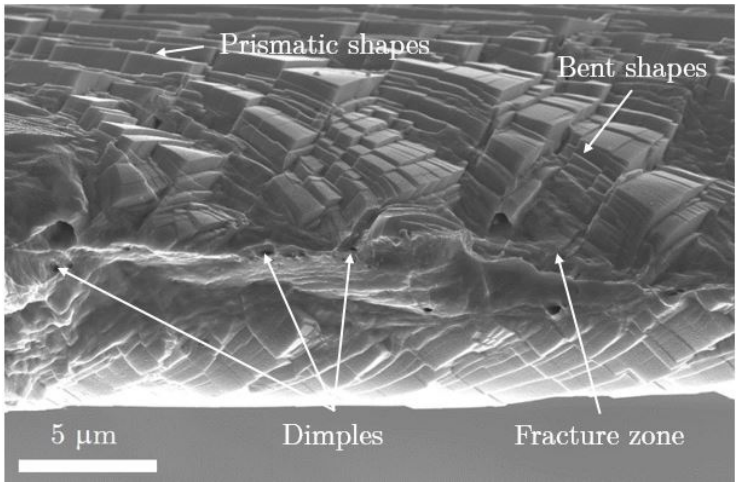
more importantly the interactions between adjacent voids leading to complex stress/strain fields requiring in general multiple slip activity tend to weaken localized plastic flow.

Besides the physical mechanism, multiplication of the dislocation channels around voids detailed in the experimental results (Fig. 11) clearly indicates a gradual clearance of irradiation defects over an extended area, leading to a deformation mode that becomes more and more homogeneous at the void scale. Such observation has implications for ductile fracture through void growth to coalescence modeling in irradiated materials, where dislocation channeling, although important at low applied strain, is gradually less operating with increasing strain. In order to assess this statement further - which is relevant for the description of voids impingement (Fig. 11) - fracture surfaces of the tensile samples (both reference and irradiated ones) have been observed with SEM.

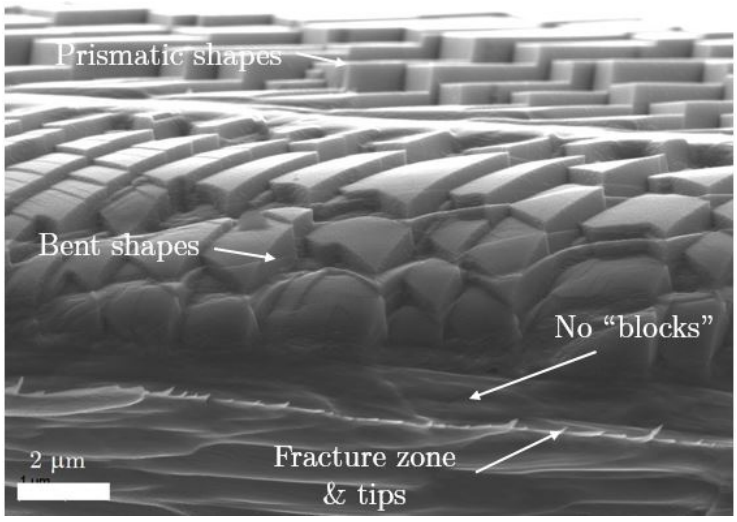
Fracture occurs through almost complete necking in both reference and irradiated material with very limited fracture surfaces (Fig. 13). Few dimples are present, showing rare void growth events, which is rooted into the small thickness of the samples thus to a low density of inclusions. In the reference material (Fig. 13a), deformation mode is found to be homogeneous. On the contrary, the irradiated material shows traces of localized plastic flow (Fig. 13b,c). Interestingly, different deformation modes are observed depending on the distance from the fracture surface. Far from the fracture surface and outside the necking region, undeformed prismatic blocks are observed (Fig. 13b), indicating that plasticity was localized in the channels in between these blocks. Far from the fracture surface but in the necking region, these prismatic blocks have a bent shape (Fig. 13c), which means that plastic deformation does not only appear in between the blocks through localized plastic flow, but also inside the blocks. This indicates that the multiplication of channels is not the only mechanism leading to more homogeneous deformation mode, but also homogeneous deformation mode appears in between channels. In the immediate vicinity of the fracture surface, prismatic blocks seem to disappear due to the high level of plastic strain, and deformation is homogeneous down to very low scales (as can be observed on the fracture zone in Fig. 13c). These fractographic observations are found to be also in line with the numerical results proposed in (Cui et al., 2018b), especially



(a)



(b)



(c)

Figure 13: SEM observations of fracture regions of the thin tensile samples, (a) for thé reference material and (b,c) for the irradiated material

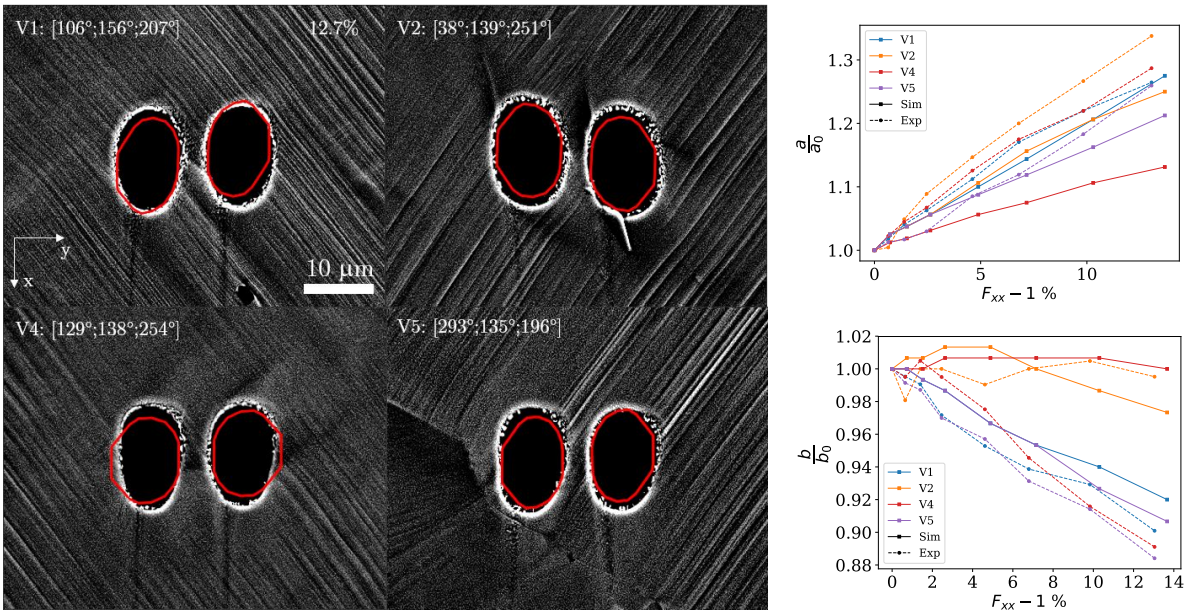
regarding the ability of multiple slip activation (necessary in the necking region due the complex stress/strain states) to suppress localized plastic flow.

As deformation mode gradually moves from localized to homogeneous, this raises the question of using continuous plasticity framework to model ductile fracture through void nucleation, growth and coalescence in irradiated materials. Although not assessed in this study, void nucleation is expected to be influenced by dislocation channeling that may lead to severe local plastic strain and create voids, *e.g.*, following a mechanism described in (Noell et al., 2017). However, void growth and coalescence, mostly concerned with large strains and high stress triaxiality (that somehow weakens localized plastic flow), are expected to be far less influenced by dislocation channeling deformation mode as shown by the experimental results obtained in this study. Therefore, these results argue for a simplified modelling of ductile fracture in materials exhibiting dislocation channeling by using models derived under the assumption of homogeneous deformation mode. Moreover, the experimental results presented in Section 3 can be used to assess, calibrate and improve crystal plasticity constitutive equations developed to describe the mechanical behavior of single crystals within the framework of continuum mechanics, for both reference material and for the material exhibiting dislocation channeling. The latter results could also serve as a test for Dislocation Dynamics simulations (Chang et al., 2015; Cui et al., 2018b) ability to reproduce the localization patterns. A complete study comparing numerical predictions to the experimental results is outside the scope of this study, but preliminary comparisons using crystal plasticity are given and discussed in the next section.

4.2 Comparisons to numerical results

As discussed in Section 2.2.b, the assumed uniaxial stress loading conditions at the grain scale can be applied to the unit cell used in the simulations assuming either periodic boundary conditions or static uniform boundary conditions (by adding free surfaces). Experimental results on the reference material show that the influence of the presence of the voids on plasticity is rather weak, justifying the use of periodic boundary conditions that have thus been applied for the simulations of voids evolutions in the reference material. The comparisons of the predicted deformed void shapes and void axis evolution as a function of the engineering plastic strain along the tensile axis to the experiment results are shown on Fig. 14. For voids V1, V2 and V5, simulations reproduce fairly accurately both voids shapes and voids axis evolution, with no adjustable parameter, capturing the influence of crystallographic orientations observed between voids V2 and V1 (or V5). For voids V4, the results do not match the experiments. Figure 16 shows the proportion of plastic slip ($|\gamma^s|$) in each slip system with a pie chart plotted for each voxel of the simulation. The surface of the pie chart is also proportional to the sum of the cumulative plastic strain $\sum |\gamma_s|$. It is shown that far from the voids, only one system is activated, which corresponds to the experimental observations. Moreover, the activated slip system in the simulations corresponds to the slip traces of the activated slip system in the experiments. Other slip systems are activated in some areas close to the voids, especially for voids V2, which is not observed in the experiments.

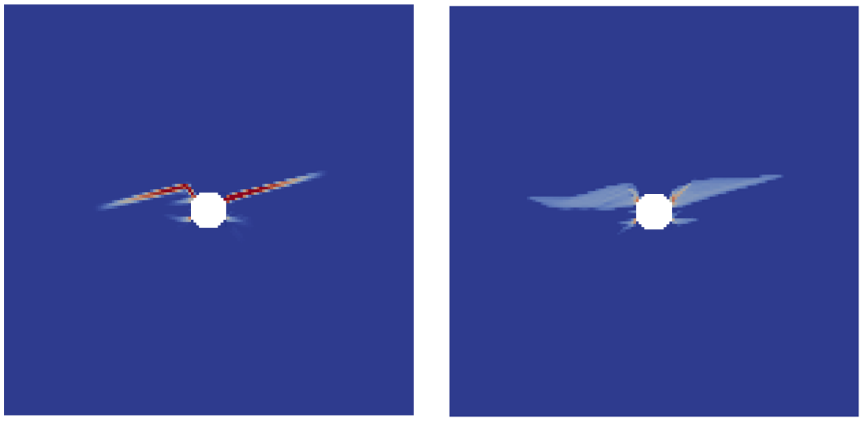
As an intermediary conclusion, the use of crystal plasticity constitutive equations for FCC crystals appears to lead to rather satisfactory predictions in comparisons to experimental results on the reference material, with some noticeable discrepancies that



(a) (b)

Figure 14: (a) Comparisons between experimental and numerical (red lines) voids shapes for different crystallographic orientations (b) Evolution of voids axis a and b (defined as the axis of an ellipse inscribed in the voids Fig. 7) as a function of engineering strain (denoted $F_{xx} - 1$) for the reference material: Comparisons between experimental (dashed lines) and numerical (solid lines) result for different void pairs (V1,V2,V4 and V5).

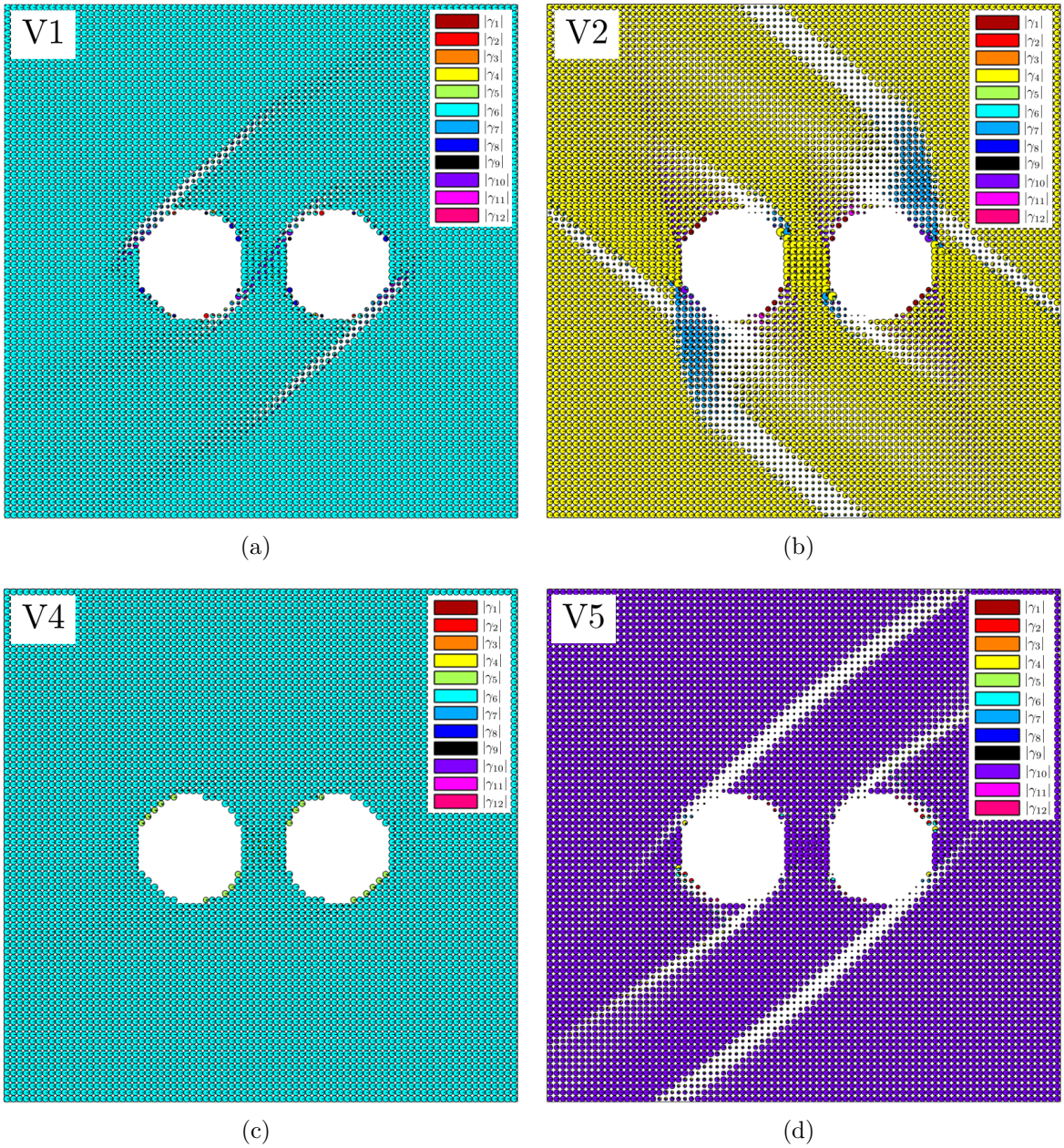
may be related to numerical assumptions, especially (1) uniaxial stress conditions that may be not relevant in some grains due to the interactions with other grains and/or (2) the definition of engineering plastic strain which is the macroscopic one for the experimental results but local one (at the grain scale) for the numerical results.



(a) (b)

Figure 15: Cumulated plastic slip defined as $\sum |\gamma_s|$ resulting from the simulation of a FCC single crystal under uniaxial stress loading conditions (accounting for free surfaces), using the hardening law described in Eq. 3, with (a) $\Delta\tau_2 = 0$ and (b) $\Delta\tau \neq 0$, for the crystallographic orientation corresponding to Fig. 10a up left image

For the irradiated material, experimental results clearly indicate a localization pattern



(a) (b)

(c) (d)

Figure 16: Proportion of the activated slip systems ($|\gamma_s|$) close to the voids and at the surface of the sample, represented by a pie chart in each voxel of the simulation. Surface of the pie chart is proportional to $\sum_s |\gamma_s|$, (a) V1 (b) V2 (c) V4 (d) V5. Far from the voids (not shown here) only one slip system is activated

at the grain scale, so that periodic boundary conditions - that prevents such localization - can not be used. Therefore, simulations have been performed using free surfaces at the boundaries of the unit cell, mimicking the weak constraint imposed by the surrounding grains on the deformation behavior. Fig. 15 shows the typical results using the crystal plasticity softening behavior described in Section 2.2.b, using the crystallographic orientation of the grain shown in Fig. 10 up-left image. Cumulated plastic slip defined as $\sum |\gamma_s|$ is plotted to visualize plastic localization and to compare to experimental results. Using a pure softening law ($\Delta\tau_2 = 0$ in Eq. 15), a localization pattern is observed (Fig. 15(a)) where two principal bands appear close to the void boundary. These bands correspond

to the activation of only one slip system which is the one having the highest Schmid factor. Interestingly, as observed experimentally, a second band is observed linking the void and the main slip band in the same way observed in the experiments. However, the slip system contributing to this second band does not correspond to the slip system activated in the experiments. Using the softening-hardening law (Eq. 3 with $\Delta\tau_2 \neq 0$), the localization pattern observed in Fig. 15 first appears, and then bands spread out, leading to a transition from dislocation channeling deformation mode to homogeneous deformation mode observed in the experiments, although nucleation of secondary bands can not be reproduced with such simple modeling.

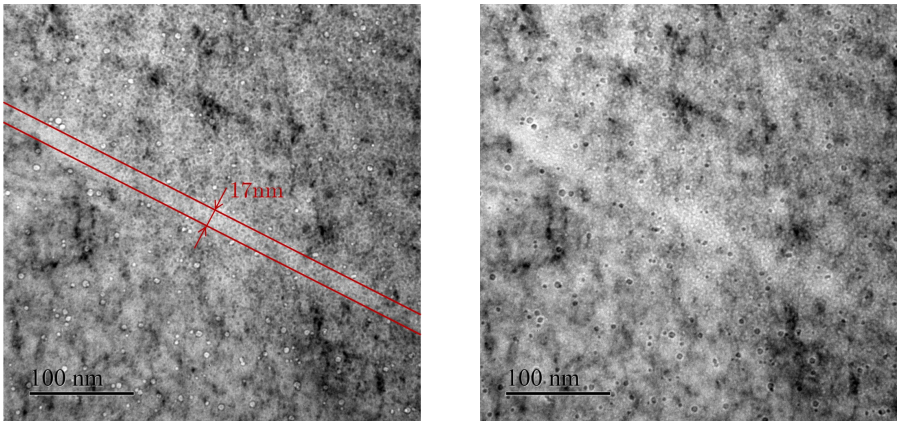
5 Conclusions and Perspectives

Homogenized models developed for porous materials in the context of ductile fracture modeling assume implicitly homogeneous deformation mode at void scale in the sense that no strain localization appears at a lower scale. However, some materials such as metals quenched, heavily cold-worked or irradiated do present heterogeneous deformation mode at the grain scale related to the presence of defects. The so-called dislocation channeling deformation mode is almost always observed in irradiated materials that fail in most cases through a void growth to coalescence fracture mechanism. The influence of dislocation channeling deformation mode on void growth to coalescence has been studied experimentally based on model experiments at the grain scale, through comparisons to a reference material deforming homogeneously. In both cases, an influence of crystallographic orientation on voids evolutions under mechanical loading is observed, consistent with previous studies. A strong effect of dislocation channeling on voids evolutions is observed at low applied strain through the appearance of characteristic channels patterns interacting with voids. However, gradual activation of secondary dislocation channels tends to lead to more and more homogeneous deformation mode with increasing applied strain. These observations have been made on low stress triaxiality tests, but the effect of dislocation channeling mode is expected to be even weaker for higher stress triaxiality for which multiple slip is activated. The experimental results argue for a simplified modelling of ductile fracture in materials showing a propensity to localization at the grain scale due to dislocation channeling deformation mode, at least when fracture is driven by void growth to coalescence, by using homogenized models for porous materials developed for materials deforming homogeneously. For materials where fracture is driven mainly through void nucleation, an influence of dislocation channeling may be expected, due to potential local high stresses / strains, that remains to be studied.

Comparisons of experimental to numerical results regarding voids deformations in FCC single crystals performed in this study indicate that the use of crystal plasticity constitutive equations is able to reproduce quantitatively some experimental observations such as voids evolutions in the reference material and (partly) the localization pattern for the dislocation channeling material. However, for the reference material, a good agreement is observed by using boundary conditions inferred from experimental observations, *i.e.*, periodic boundary conditions that prevents strong localization. Interestingly, more realistic simulations for the reference material that consider a 2D polycrystalline aggregate with free surfaces with voids at the grain scale lead to strong localization through the appearance of a slip band crossing the voids, which is not observed in the experiments. Such localization

is in fact rooted in the crystal plasticity constitutive equations used where the parameters κ and G_c have been calibrated through comparisons to a tensile curve on a polycrystalline aggregate. The value of the parameters lead to a softening behavior in the case of single slip, thus localization in the case of uniaxial stress state. This emphasizes the fact that calibration of crystal plasticity constitutive equations should be performed at the single crystal scale to lead to quantitative - and even qualitative - behavior consistent with experimental results. For the material exhibiting dislocation channeling, the use of an ad-hoc softening behavior mimicking more complicated formulations proposed in previous studies reproduces somehow the localization pattern and phenomenologically the transition between localization and homogeneous deformation mode. However, such simple modeling can not trigger the gradual activation of additional channels which deserves attention in further studies with respect to physical mechanism involved and numerical modeling.

Finally, interactions between dislocation channels and voids have been studied for voids sizes ($\sim 1\mu$m) larger than channels widths ($\sim$20nm). As irradiation can also lead to nanovoids (as shown in Appendix A) of typical sizes lower than channels widths, another kind of interaction can also be observed, as shown in Fig. 17, where nanovoids deform inside a dislocation channel. A full description of such phenomenon, as well as the potential implication regarding ductile fracture of irradiated materials, remain to be studied.



(a) (b)

Figure 17: TEM observations of interactions between nanovoids and a dislocation channel under (a) underfocus condition where voids are white spots surrounded by a black line and (b) overfocus conditions where voids are black spots surrounded by a white line. Voids are not observed inside the channel as a consequence of void rotation and closure under large shear strain

6 Acknowledgements

The authors would like to thank Véronique Cloute Cazalaa and Elodie Rouesne for their help with Scanning Electron Microscope observations, and Lionel Gélébart for the use of the `AMITEX_FFTP` solver. This project has received funding from the Euratom research and training programme 2014-2018 under Grant Agreement N°661913. This work reflects only the authors' view and the Commission is not responsible for any use that may be made of the information it contains.

7 Appendices

7.1 Appendix A: Irradiated material

The microstructure of the irradiated material has been characterized through Transmission Electron Microscopy (TEM) observations performed on a FEI Tecnai G2 300kV. Disk-shape thin foils (diameter 3mm, thickness 100μm) sampled at the surface of an irradiated specimen have been obtained by mechanical polishing. Electrolytic polishing finally allows to get areas of thickness about 100nm that can be observed by TEM. Typical bright and dark fields TEM observations are shown on Fig. 18(a,b), showing two types of irradiation defects, namely nanovoids and faulted dislocations loops / Frank loops that lie in (111) planes. Frank loops are observed in dark field condition by selecting g=1/2($\bar{3}$11), while voids are differentiated from over microstructural features using underfocus / overfocus observations. Size distributions of voids and Frank loops are shown on Fig. 18(c,d), with average sizes of 3.7nm and 6.1nm, respectively. Assuming a mean thickness of the TEM foils of 150nm, voids and Frank loops densities have been evaluated to 2.0 10^{21} m^{-3} and 5.3 10^{22} m^{-3}, respectively.

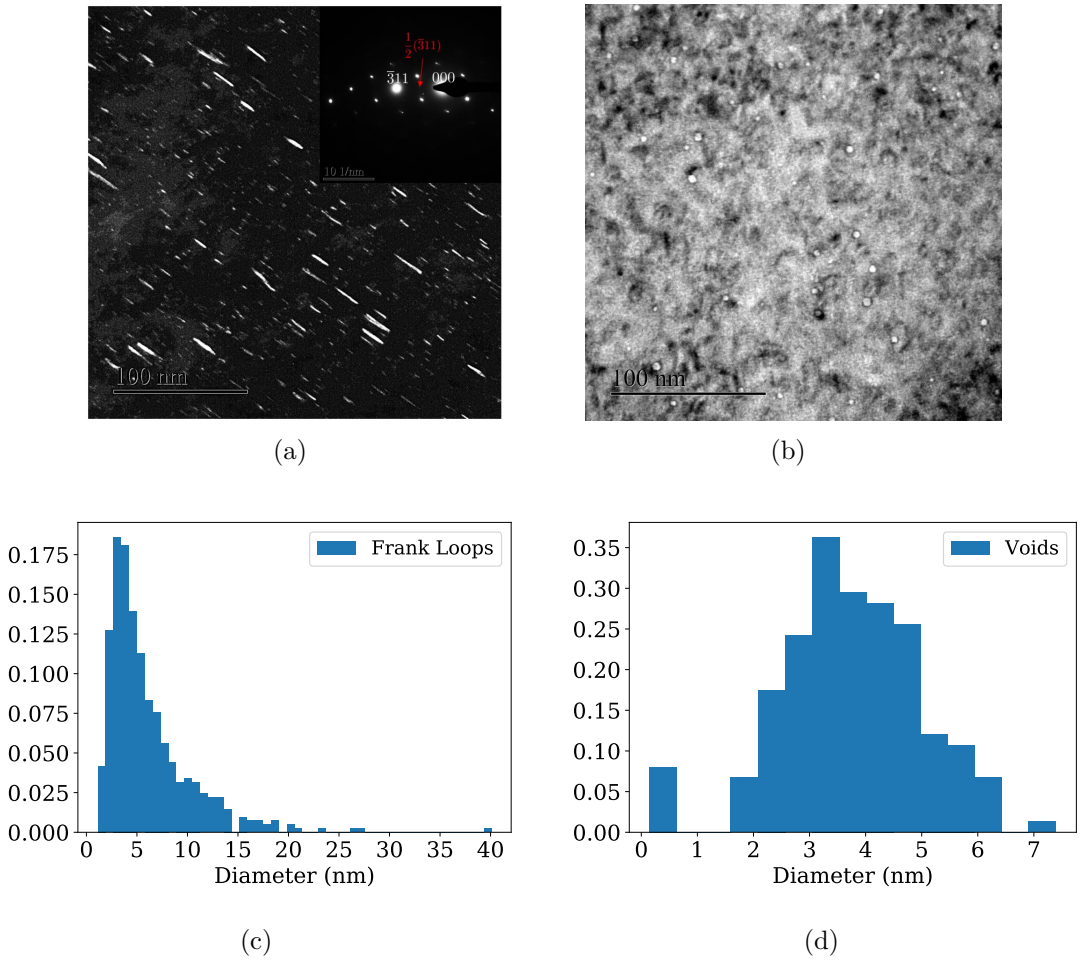


Figure 18: (a) Dark Field TEM image (obtained by selecting g=1/2($\bar{3}$11)) allowing to observe Frank loops (b) Bright Field TEM images showing the presence of nanovoids. (c,d) Size distribution of Frank loops and nanovoids

The Vickers hardness of irradiated samples has been measured to be 310 $\pm$ 14 HV$_{0.02}$

using the same conditions as for the reference state (20g with 10s hold time). The increase of hardness is thus equal to $\Delta H_V = 117$, in agreement with the Frank loop density and size measured (as the major contributor to hardening) following the correlation explained for example in (Gupta et al., 2018).

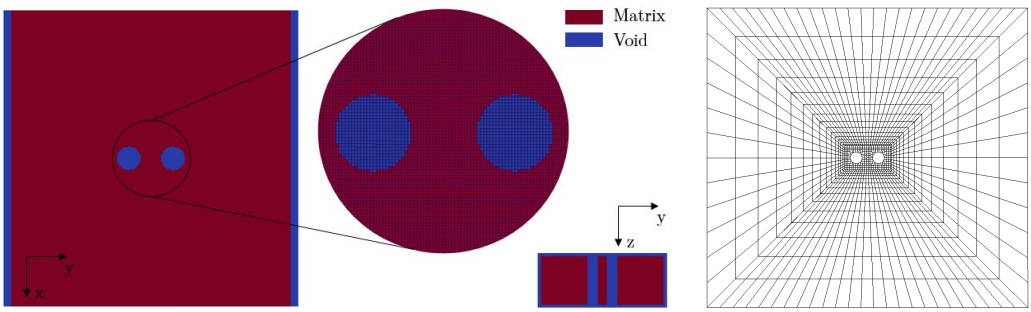
7.2 Appendix B: Numerical simulations

Numerical simulations using crystal plasticity constitutive equations (detailed in Section 2.2.b) and compared to experimental results have been performed using `AMITEX_FFTP` Fast Fourier Transform based solver (CEA, 2018). This numerical method, first introduced by (Moulinec and Suquet, 1998), relies on structured grids (composed of voxels) subjected to periodic boundary conditions where the displacement field $\underline{u}$ is:

$$\underline{u}(x) = [\underline{\mathbf{F}} - \underline{\mathbf{1}}]\ \underline{x} + \underline{u}^{\star}(x) \tag{4}$$

where $\underline{\mathbf{F}}$ is the macroscopic (volume average) deformation gradient tensor, and $\underline{u}^{\star}$ a periodic fluctuation. Macroscopic deformation gradient $\underline{\mathbf{F}}$ can be prescribed, or either macroscopic Cauchy stress $\underline{\boldsymbol{\sigma}}$ (through finding the corresponding macroscopic deformation gradient by an iterative procedure). A finite strain extension of the original FFT method is implemented in `AMITEX_FFTP` by solving the equilibrium equation using first Piola-Kirchhoff stress tensor on the reference (undeformed) configuration (CEA, 2018). Each voxel of the structured grid can be assigned different constitutive equations. The code generator `MFront` (Helfer et al., 2015) has been used to implement the finite strain crystal plasticity constitutive equations. Details about the implementation can be found in (Hure et al., 2016; Ling et al., 2016b).

Although FFT method relies on unit cell subjected to periodic boundary conditions, free surfaces can easily be added by considering stress-free voxels at the boundaries of the unit cell, as shown on Fig. 19a.



(a) (b)

Figure 19: (a) FFT discretization of a plate with two cylindrical voids subjected to uniaxial stress loading conditions by adding free surfaces. (b) Corresponding Finite Element mesh

As a validation test, a FFT simulation of a plate with two cylindrical holes is performed under uniaxial loading conditions (Fig. 19), assuming von Mises plasticity with isotropic hardening ($R(p) = R_0 + Q_1[1 - \exp(-b_1 p)]$. $\{R_0 = 126$ MPa, $Q_1 = 219$ MPa $b_1 = 7\}$), and the evolutions of void axis $\{a, b\}$ are compared to reference results obtained in (Barrioz

et al., 2018) with the Finite Element Method (FEM). Details about the reference simulation can be found in (Barrioz et al., 2018), and a typical mesh used in shown on Fig. 19b. Stress-free voxels are used for the voids and also to model free surfaces (on all side of the cell except along the tensile direction), as shown on Fig. 19a. Average deformation gradient is applied along the tensile direction. As for finite element simulations, cumulative plastic strain is measured far from the voids. Size of the normalized axis a and b as a function of the far field plastic strain are compared in Fig. 20. Results show a good agreement between both FFT and FEM simulations, validating the use of FFT solver considering free surfaces.

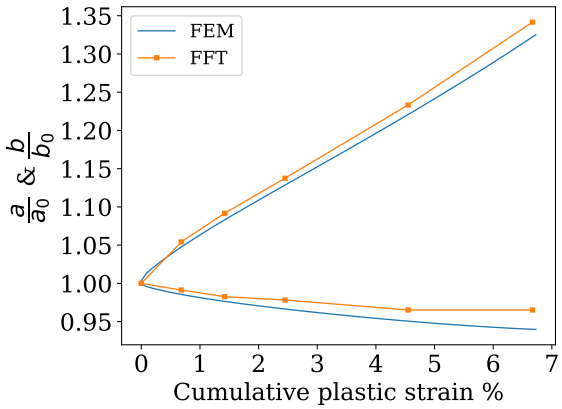


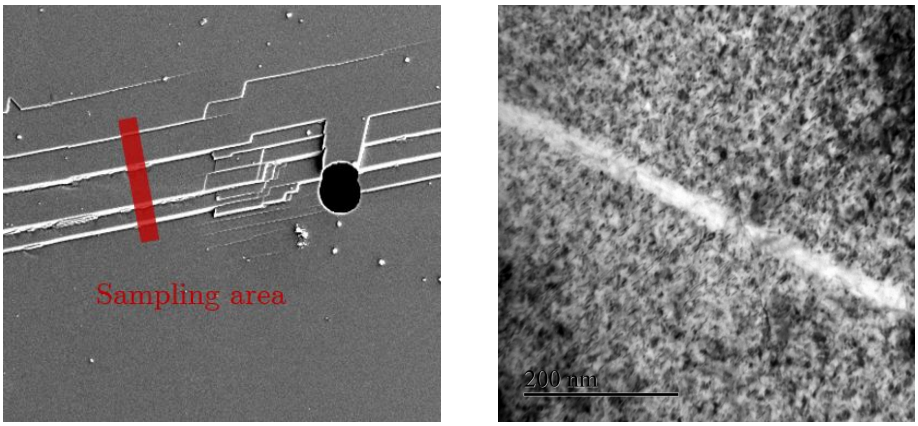
Figure 20: Evolution of voids axis a and b (defined as the axis of an ellipse inscribed in the voids) as a function of far field plastic strain. Comparisons between reference results from (Barrioz et al., 2018) obtained by the Finite Element method (FEM) to FFT simulations

For all simulations performed in this study, structured grids shown in Figs. 6 and 19a are used. Stress-free constitutive equations are assigned to the voxels corresponding to the cylindrical voids (and to the free surfaces for Fig. 19a), while crystal plasticity constitutive equations (described in Section 2.2.b) are assigned to the remaining voxels. Orientation of the crystal is given by the experimental EBSD analysis. Deformation gradient F_{xx} along the tensile axis is prescribed, and all Cauchy stress tensor components - except σ_{xx} - are set to zero to model uniaxial stress state. Convergence with respect to the number of voxels used has been carried out, and 301 voxels are typically used along the in-plane length. As FFT method computes only deformation gradient and stress tensors for each voxels, a post-processing is applied to recover displacement field by solving the compatibility equation (CEA, 2018), leading to the evolution of void size as a function of the prescribed deformation gradient.

7.3 Appendix C: Observation of dislocation channels

A Transmission Electron Microscope (TEM) sample was extracted (using FIB lift-up technique) perpendicular to the steps observed on sample surface, as shown in Fig. 21(a). TEM observation shows that these steps correspond to narrow bands where Frank loops irradiation defects have been largely removed, thus appearing clear on TEM bright field images (Fig. 21(b)). The typical channel width is about 20nm or less. As the steps of the

channels on the sample surface can be estimated to be about 1μm high, shear strain can be evaluated to be about 5000%.



(a) (b)

Figure 21: (a) Sampling of the TEM foil (b) Bright Field TEM image at the location of a step, showing a narrow band where irradiation defects have been partially removed

Bibliography

Alinaghian, Y., Asadi, M., and Weck, A. (2014). Effect of pre-strain and work hardening rate on void growth and coalescence in AA5052. *Int. J. Plasticity*, 53:193–205.

Argon, A. S., Im, J., and Safoglu, R. (1975). Cavity formation from inclusions in ductile fracture. *Metallurgical Transactions A*, 6A:825–837.

ASTM E521 (2006). Standard practice for neutron radiation damage simulation by charged-particle irradiation. *Annual Book of ASTM Standards*.

Bapna, M., Mori, T., and Meshii, M. (1967). The observation of slip channels in quenched gold. *Phil. Mag.*, 17:177–184.

Barrioz, P., Hure, J., and Tanguy, B. (2018). Void growth and coalescence in irradiated copper under deformation. *J. Nuc. Mat.*, 502:123–131.

Barton, N. and Arsenlis, A. ans Marian, J. (2013). A polycrystal plasticity model of strain localization in irradiated iron. *J. Mech. Phys. Solids*, 61:341–351.

Benzerga, A., Leblond, J., Needleman, A., and Tvergaard, V. (2016). Ductile failure modeling. *Int. J. Frac.*, 201:29–80.

Benzerga, A. A. and Leblond, J.-B. (2010). Ductile fracture by void growth to coalescence. *Adv. Applied Mech.*, 44:169–305.

Brown, L. M. and Embury, J. D. (1973). The initiation and growth of voids at second phase particles. volume 3rd International Conference on the strength of metals and alloys, pages 164–168.

Byun, T. and Hashimoto, N. (2006). Strain localization in irradiated materials. *Nuc. Eng. Tech.*, 38:619–638.

Byun, T., Hashimoto, N., and Farrell, K. (2006a). Deformation mode map of irradiated 316 stainless steel in true stress-dose space. *J. Nuc. Mat.*, 351:303–315.

Byun, T., Hashimoto, N., Farrell, K., and Lee, E. (2006b). Characteristics of microscopic strain localization in irradiated 316 stainless steels and pure vanadium. *J. Nuc. Mat.*, 349:251–264.

CEA (2018). Amitex_fftp. *www.maisondelasimulation.fr/projects/amitex/html/*.

Chang, H., Segurado, J., and Lorca, J. (2015). Three-dimensional dislocation dynamics analysis of size effects on void growth. *Scripta Mat.*, 95:11–14.

Cheng, L. and Guo, T. (2007). Void interaction and coalescence in polymeric materials. *Int. J. Solids Struct.*, 44:1787–1808.

Chopra, O. and Rao, A. (2011a). A review of irradiation effects on LWR core internal materials–Neutron embrittlement. *J. Nuc. Mat.*, 412:195–208.

Chopra, O. K. and Rao, A. S. (2011b). A review of irradiation effects on LWR core internal materials Ű IASCC susceptibility and crack growth rates of austenitic stainless steels. *J. Nuc. Mat.*, 409:235–256.

Crépin, J., Bretheau, T., and Caldemaison, D. (1996). Cavity growth and rupture of β-treated zirconium: A crystallographic model. *Acta Mat.*, 12:4927–4935.

Cui, Y., Po, G., and Ghoniem, N. (2018a). A coupled dislocation dynamics-continuum barrier field model with application to irradiated materials. *Int. J. Plasticity*, 104:54–67.

Cui, Y., Po, G., and Ghoniem, N. (2018b). Suppression of localized plastic flow in irradiated materials. *Scripta Mat.*, 154:34–39.

Damcott, D., Cookson, J., Rotberg, V., and Was, G. (1995). A radiation effects facility using a 1.7 MV tandem accelerator. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, 99:780–783.

De, S. (2014). Multiscale modeling of irradiated polycrystalline FCC metals. *Int. J. Solids and Structures*, 51:3919–3930.

Di Gioacchino, F. and da Fonseca, J. Q. (2013). Plastic strain mapping with sub-micron resolution using digital image correlation. *Exp. Mech.*, 53:743–754.

Doyle, P., Benensky, K., and Zinkle, S. (2018). Modeling of dislocation channel width evolution in irradiated metals. *J. Nuc. Mat.*, 499:47–64.

Farrell, K., Byun, T., and Hashimoto, N. (2004). Deformation mode maps for tensile deformation of neutron-irradiated structural alloys. *J. Nuc. Mat.*, 335:471–486.

Gan, Y. X., Kysar, J. W., and Morse, T. L. (2006). Cylindrical void in a rigid-ideally plastic single crystal II: Experiments and simulations. *Int. J. Plasticity*, 22:39–72.

Garner, F. A. (2012). Radiation damage in austenitic steels. *Comprehensive Nuclear Materials*, 4:33–95.

Gaume, M. (2017). *Etude des mécanismes de déformation des alliages de zirconium après et sous irradiation*. PhD thesis, Université de Toulouse, Université Toulouse III-Paul Sabatier.

Gross, A. and Ravi-Chandar, K. (2017). On the deformation and failure of al 6061-T6 in plane strain tension evaluated through in situ microscopy. *Int. J. Frac.*, 208:27–52.

Gupta, J., Hure, J., Tanguy, B., Laffont, L., Lafont, M., and Andrieu, E. (2018). Characterization of ion irradiation effects on the microstructure, hardness, deformation and crack initiation behavior of austenitic stainless steel; Heavy ions vs. protons. *J. Nuc. Mat.*, 501:45–58.

Gurson, A. (1977). Continuum theory of ductile rupture by void nucleation and growth: Part I - Yield criteria and flow rules for porous ductile media. *J. Eng. Mat. and Tech.*, 99:2–15.

Gururaj, K., Robertson, C., and Fivel, M. (2015). Channel formation and multiplication in irradiated FCC metals : a 3D dislocation dynamics investigation. *Phil. Mag.*, 95:1368–1389.

Gussev, M., Field, K., and Busby, J. (2015). Deformation localization and dislocation channel dynamics in neutron-irradiated austenitic stainless steels. *J. Nuc. Mat.*, 460:139–152.

Ha, S. and Kim, K. (2010). Void growth and coalescence in f.c.c. single crystals. *Int. J. Mech. Sci.*, 52:863–873.

Han, X. (2012). *Modélisation de la fragilisation due au gonflement dans les aciers inoxydables austénitiques irradiés*. PhD thesis, Thèse CEA, Ecole nationale supérieure des mines de Paris soutenue le 16/03/2017.

Hashimoto, N., Byun, T., and Farrell, K. (2006). Microstructural analysis of deformation in neutron-irradiated fcc materials. *J. Nuc. Mat.*, 351:295–302.

Helfer, T., Michel, B., Proix, J.-M., Salvo, M., Sercombe, J., and Casella, M. (2015). Introducing the open-source mfront code generator: Application to mechanical behaviours and material knowledge management within the pleiades fuel element modelling platform. *Computers & Mathematics with Applications*, 70:994–1023.

Hosokawa, A., Wilkinson, D. S., Kang, J., Kobayashi, M., and Toda, H. (2013). Void growth and coalescence in model materials investigated by high-resolution X-ray microtomography. *Int. J. Frac.*, 181:51–66.

Hure, J., El Shawish, S., Cizelj, L., and Tanguy, B. (2016). Intergranular stress distributions in polycrystalline aggregates of irradiated stainless steel. *J. Nuc. Mat.*, 476:231–242.

Inglis, C. (1913). Stresses in plates due to the presence of cracks and sharp corners. *Transactions of the Institute of Naval Architects*, 55:219–241.

Jiao, Z., Busby, J., and Was, G. (2007). Deformation microstructure of proton-irradiated stainless steels. *J. Nuc. Mat.*, 361:218–227.

Keralavarma, S., Hoelscher, S., and Benzerga, A. (2011). Void growth and coalescence in anisotropic solids. *Int. J. Solids Struct.*, 48:1696–1710.

Koplik, J. and Needleman, A. (1988). Void growth and coalescence in porous plastic solids. *Int. J. Solids Struct.*, 24:835–853.

Lecarme, L., Tekoglu, C., and Pardoen, T. (2011). Void growth and coalescence in ductile solids with stage III and stage IV strain hardening. *Int. J. Plasticity*, 27:1203–1223.

Lee, E., Byun, T., Hunn, J., Farrell, K., and Mansur, L. (2001). Origin of hardening and deformation mechanisms in irradiated 316 ln austenitic stainless steel. *J. Nuc. Mat.*, 296:183–191.

Legarth, B. and Tvergaard, V. (2018). Effects of plastic anisotropy and void shape on full three-dimensional void growth. *J. App. Mech.*, 85:051007.

Ling, C., Besson, J., Forest, S., Tanguy, B., Latourte, F., and Bosso, E. (2016a). An elastoviscoplastic model for porous single crystals at finite strains and its assessment based on unit cell simulations. *Int. J. Plasticity*, 84:58–87.

Ling, C., Besson, J., Forest, S., Tanguy, B., Latourte, F., and Bosso, E. (2016b). An elastoviscoplastic model for porous single crystals at finite strains and its assessment based on unit cell simulations. *Int. J. Plasticity*, 84:58–87.

Liu, W., Zhang, X., Tang, J., and Du, Y. (2007a). Simulation of void growth and coalescence behavior with 3D crystal plasticity theory. *Comp. Mat. Sci.*, 40:130–139.

Liu, W., Zhang, X., Tang, J., and Du, Y. (2007b). Simulation of void growth and coalescence behavior with 3D crystal plasticity theory. *Computational Materials Science*, 40:130–139.

Luft, A., Richter, J., Schlaubitz, K., Loose, C., and MÃijhlhaus, C. (1975). Work softening and microstructural instability of predeformed molybdenum single crystals. *Materials Science and Engineering*, 20:113 – 122.

Mahajan, S. and Eyre, B. (2017). Formation of dislocation channels in neutron irradiated molybdenum. *Acta Mat.*, 122:259–265.

Maire, E. and Withers, P. (2014). Quantitative X-ray tomography. *Int. Mat. Rev.*, 59:1–43.

Mbiakop, A., Constantinescu, A., and Danas, K. (2015). An analytical model for porous single cristals with ellipsoidal voids. *J. Mech. Phys. Solids*, 84:436–467.

McClintock, F. A. (1968). A criterion for ductile fracture by the growth of holes. *J. App. Mech.*, 35:363–371.

McMurtrey, M., Cui, B., Robertson, I., Farkas, D., and Was, G. (2015). Mechanism of dislocation channel-induced irradiation assisted stress corrosion crack initiation in austenitic stainless steel. *Cur. Op. Solid State Mat. Sci.*, 19:305–314.

Méric, L. and Cailletaud, G. (1991). Single crystal modeling for structural calculations; Ppart 2 Finite element implementation. *J. Eng. Mater. Technol.*, 113:171–182.

Mills, W. (1988). Fracture toughness of irradiated stainless steel alloys. *Nuclear technology*, 82:290–303.

Mori, T. and Meshii, M. (1969). Plastic deformation of quench-hardened aluminum single crystals. *Acta Metallurgica*, 17(2):167 – 175.

Moulinec, H. and Suquet, P. (1998). A numerical method for computing the overall responnse of nonlinear composites with complex microstructure. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 157:69–94.

Nemcko, M. J., Li, J., and Wilkinson, D. S. (2016). Effects of void band orientation and crystallographic anisotropy on void growth and coalescence. *J. Mech. Phys. Solids*, 95:270–283.

Noell, P., Caroll, J., Hattar, K., Clark, B., and Boyce, B. (2017). Do voids nucleate at grain boundaries during ductile rupture. *Acta Mat.*, 137:103–114.

Pineau, A., Benzerga, A. A., and Pardoen, T. (2016). Failure of metals I: Brittle and ductile fracture. *Acta Mat.*, 107:424–483.

Pokor, C., Averty, X., Brechet, Y., Dubuisson, P., and Massoud, J.-P. (2004). Effect of irradiation defects on the work hardening behavior. *Scripta Mat.*, 50:597–600.

Potirniche, G., Hearndon, J., Horstemeyer, M., and Ling, X. (2006). Lattice orientation effects on void growth and coalescence in FCC single crystals. *Int. J. Plasticity*, 22:921–942.

Pushkareva, M., Adrien, J., Maire, E., Segurado, J., Llorca, J., and Weck, A. (2016). Three-dimensional investigation of grain orientation effects on void growth in commercially pure titanium. *Materials Science and Engineering: A*, 671:221–232.

Puttick, K. E. (1959). Ductile fracture in metals. *Phil. Mag.*, 4:964–969.

Rice, J. (1976). The localization of plastic deformation. volume 14th International Congress on Theoretical and Applied Mechanics, pages 207–220.

Rice, J. R. and Tracey, D. M. (1969). On the ductile enlargement of voids in triaxial stress fields. *J. Mech. Phys. Solids*, 17:201–217.

Seghir, R., Witz, J., and Coudert, S. (2014). Digital image correlation 2D/3D software. *www.yadics.univ-lille1.fr*.

Segurado, J. and Llorca, J. (2009). An analysis of the size effect on void growth in single crystals using discrete dislocation dynamics. *Acta Mat.*, 57:1427–1436.

Segurado, J. and Llorca, J. (2010). Discrete dislocation dynamics analysis of the effect of lattice orientation on void growth in single crystals. *Int. J. Plast.*, 26:806–819.

Smidt, F. (1970). Dislocation channeling in irradiated metals. Technical report, Naval Research Lab Washington DC.

Song, D. and Ponte-Castañeda, P. (2017a). A finite-strain homogenization model for viscoplastic porous single crystals. I-Theory. *J. Mech. Phys. Solids*, 107:560–579.

Song, D. and Ponte-Castañeda, P. (2017b). A finite-strain homogenization model for viscoplastic porous single crystals. II-Applications. *J. Mech. Phys. Solids*, 107:580–602.

Stoller, R., Toloczko, M., Was, G., Certain, A., Dwaraknath, S., and Garner, F. (2013). On the use of SRIM for computing radiation damage exposure. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Reserch B*, 310:75–80.

Stoller, R. E. (2012). Primary radiation damage formation. *Comprehensive Nuclear Materials*, pages 293–333.

Thomason, P. F. (1985). A three-dimensional model for ductile fracture by the growth and coalescence of microvoids. *Acta. Metall.*, 33:1087–1095.

Tipper, C. F. (1949). The fracture of metals. *Mettalurgia*, 39:133–137.

Tracey, D. M. (1971). Strain hardening and interaction effects on the growth of voids in ductile fracture. *Eng. Fract. Mech.*, 3:301–315.

Tvergaard, V. (1990). Material failure by void growth to coalescence. *Adv. Applied Mech.*, 27:83–151.

Was, G., Busby, J., Allen, T., Kenik, E., Jensson, A., Bruemmer, S., Gan, J., Edwards, A., Scott, P., and Anderson, P. (2002). Emulation of neutron irradiation effects with protons: validation of principle. *J. Nuc. Mat.*, 300:198–216.

Wechsler, M. (1972). Dislocation channeling in irradiated and quenched metals. Technical report, Ames Lab.

Weck, A. and Wilkinson, D. (2008). Experimental investigation of void coalescence in metallic sheets containg laser drilled holes. *Acta Mat.*, 56:1774–1784.

Yerra, S., Tekoglu, C., Scheyvaerts, F., Delannay, L., Van Houtte, P., and Pardoen, T. (2010). Void growth and coalescence in single crystals. *Int. J. Solids and Structures*, 47:1016–1029.

Ziegler, J. F., Ziegler, M. D., and Biersack, J. P. (2010). Srim–the stopping and range of ions in matter (2010). *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, 268:1818–1823.

Zinkle, S. and Was, G. (2013). Materials challenges in nuclear energy. *Acta Mat.*, 61:735–758.

4 Conclusions

Les résultats des expériences à l'échelle du polycristal présentés dans la partie précédente, montrent une accélération de la croissance et de la coalescence des cavités dans le matériau irradié, ce qui est en accord avec la diminution de la ténacité raportée dans la littérature (Zinkle and Was, 2013). Les simulations numériques sont en accord avec les résultats expérimentaux, ce qui montre que dans cette configuration (cavité de taille supérieure ou égale à la taille de grain), la prise en compte uniquement du durcissement et de la perte d'écrouissage macroscopique suffit à décrire la croissance et la coalescence de cavités pour le matériau non irradié et irradié. La localisation de la déformation, même si elle est présente à l'échelle intragranulaire, ne semble pas avoir d'influence sur la croissance et la coalescence des cavités.

La localisation de la déformation a un effet important sur la déformation de cavités intragranulaires pour de faibles niveaux de déformations et à faible triaxialité des contraintes. L'effet de la localisation devient plus faible pour les niveaux de déformation plus importants, ainsi que dans la phase de coalescence. Par conséquent, les modèles et simulations en mécanique des milieux continus semblent suffisants en première approximation pour modéliser la rupture des matériaux irradiés par un mécanisme de croissance et la coalescence de cavités, comme c'est le cas des aciers inoxydables austénitiques irradiés en condition REP ($T_{Irr} \sim 300°C$). Néanmoins, une meilleure compréhension de la transition de la déformation localisée à continue ainsi que des modèles pour décrire la localisation de la déformation aux faibles niveaux de déformation seront nécessaires pour une meilleure modélisation du problème.

Les observations réalisées dans ce chapitre concernant l'effet de la localisation s'appliquent également aux cavités nanométriques formées sous irradiation. Elle comporte cependant deux particularités : la première vient de la taille minimale à partir de laquelle une cavité peut contribuer à la rupture par croissance et coalescence, ce qui fait l'objet du chapitre suivant et deuxièmement, des interactions de ces cavités nanométriques au sein d'une bande de localisation, qui feront l'objet du chapitre IV.

Chapitre III

Comportement de nano-cavités sous chargement mécanique

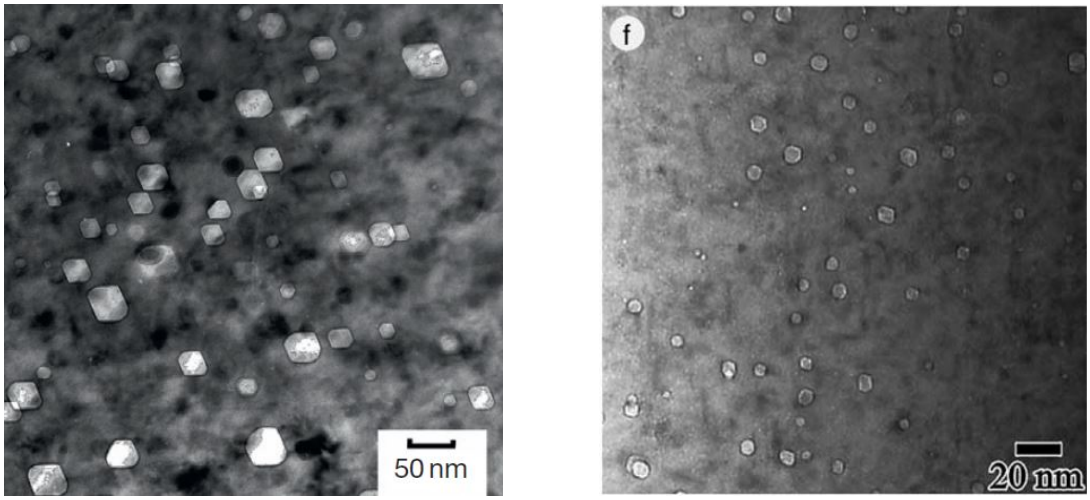
Sommaire

1 Introduction 103
2 Protocole expérimental 104
2.1 Matériau et conditions d'irradiation 104
2.1.a Irradiation aux ions sans pré-implantation d'hélium . 106
2.1.b Irradiation aux ions avec pré-implantation d'hélium . 106
2.2 Caractérisation des matériaux nano-poreux 108
2.2.a État de référence 108
2.2.b État déformé 109
3 Résultats expérimentaux 111
3.1 Caractérisation des matériaux nano-poreux après irradiation . 111
3.1.a Irradiation aux ions sans pré-implantation d'hélium . 111
3.1.b Irradiation aux ions avec pré-implantation d'hélium . 113
3.2 Caractérisation des matériaux nano-poreux après traction uniaxiale à 300°C 113
3.2.a Irradiation aux ions sans pré-implantation d'hélium . 116
3.2.b Irradiation aux ions avec pré-implantation d'hélium . 119
3.3 Synthèse des résultats expérimentaux 120
4 Modélisation et Simulations 122
4.1 Modèle analytique 122
4.2 Simulations avec prise en compte de la plasticité cristalline . . 123
4.2.a Hypothèses de modélisation et simulations 123
4.2.b Loi de plasticité cristalline et identification des paramètres 124
4.2.c Comparaisons aux résultats expérimentaux 128
4.3 Simulations en plasticité cristalline à gradient 129
5 Discussion 130
5.1 Hétérogénéité de la déformation 130
5.2 Effet de l'orientation cristallographique 131
5.3 Effets d'échelles ? 131
5.3.a Longueur caractéristique du réseau de dislocations . . 131
5.3.b Effet des dislocations géométriquement nécessaires . . 133

5.3.c Effet de tension de surface 134
5.3.d Effet de taille et rupture ductile 136
6 Conclusions et Perspectives 139

1 Introduction

Les matériaux utilisés dans les réacteurs nucléaires et soumis à l'irradiation peuvent faire apparaitre des cavités nanométriques qui résultent de l'agglomération de lacunes, comme cela a été détaillé dans le chapitre 1. Les cavités ont été observées dans les aciers inoxydables austénitiques utilisés dans les Réacteurs à Neutrons Rapides (RNR) avec des tailles allant jusqu'à plusieurs dizaines de nanomètres (figure III.1(a)) et dans les Réacteurs à Eau Pressurisée (REP) avec des tailles nettement plus petites (<10 nm) (figure III.1(b)). La synthèse bibliographique a mentionné de potentiels effets de taille prévus théoriquement et numériquement dans le comportement sous chargement mécanique de ces cavités nanométriques.



(a) (b)

Figure III.1 – (a) Cavités formées dans un réflecteur en acier inoxydable 304 du réacteur à neutrons rapides refroidi au sodium EBR-II, 21.7 dpa à 380°C (b) Cavités formées dans une vis d'assemblage d'interne de REP en acier inoxydable 316L irradié à 7.5 dpa à 333°C avec une densité de 10^{22} m^{-3} et une taille moyenne de 7.7 nm (Edwards et al., 2003) (Garner, 2012).

L'objectif de ce chapitre est donc de quantifier expérimentalement et d'interpréter numériquement le comportement de cavités nanométriques sous chargement mécanique. Il est en effet nécessaire d'évaluer si ces cavités peuvent participer au processus de l'endommagement ductile par croissance et coalescence et le cas échéant à partir de quelle taille faut-il les prendre en compte comme une porosité additionnelle du matériau, le chapitre 1 ayant montré la forte influence de la porosité sur la rupture ductile. Pour ce faire, la méthodologie utilisée est la suivante : des irradiations aux ions lourds permettent d'obtenir un matériau nano-poreux modèle. Après déformation mécanique des échantillons, les cavités déformées sont observées par microscopie électronique en transmission (MET). Les résultats expérimentaux sont discutés par rapport aux prédictions des modèles analytiques, des simulations numériques et des considérations théoriques quant aux longueurs caractéristiques en jeu.

2 Protocole expérimental

2.1 Matériau et conditions d'irradiation

La méthodologie proposée repose sur l'irradiation d'un acier inoxydable austénitique aux ions lourds, ce qui permet de former des nano-cavités et donc un matériau nanoporeux modèle. En modifiant les conditions d'irradiation, il est possible de faire varier la taille et la densité des cavités afin de reproduire les observations expérimentales de nanocavités en conditions REP et RNR.

Le matériau utilisé est le même que celui du chapitre II. Il s'agit d'un acier austénitique inoxydable de type 304L hypertrempé (30 min à 1050°C puis trempé à l'eau) dont la composition chimique est rappelée dans le tableau III.1.

Pb	W	Zr	S	P	C	Mg	Co	Si
8ppm	0,035	12ppm	0,002	0,010	0,012	0.003	<0,05	0.450
Cu	V	Mo	Mn	Ti	Ni	Cr	Fe	
0,240	0,015	0,020	1,650	<0,05	8,55	18,75	Bal	

Tableau III.1 – Composition chimique de l'acier inoxydable 304L (% massique).

Le choix de la nuance 304 est motivé par son utilisation comme matériau constitutif des internes de cuves de réacteur à eau pressurisée et par sa sensibilité à l'apparition de nano-cavités sous irradiation aux neutrons et aux ions (voir paragraphe 2.1.b chapitre I). Pour obtenir une large gamme de taille de cavités nécessaire à l'étude des potentiels effets d'échelles, deux types d'irradiations ont été choisis. La première irradiation est une irradiation aux ions Fer d'une énergie de 2 MeV à 600°C . Pour ces conditions, les données de la littérature (Borodin et al., 2005) indiquent que pour un niveau d'irradiation suffisant (>20 dpa), il est possible d'obtenir des cavités d'environ 50 nm de diamètre. La seconde irradiation consiste en une pré-implantation d'hélium à température ambiante suivie d'une irradiation aux ions Fer 10 MeV à 600°C . La pré-implantation d'hélium permet de générer des sites de germination (Stoller, 1990), ce qui conduit (en comparaison avec l'irradiation Fer uniquement) à des cavités de diamètre inférieur (<25 nm) et en plus forte densité (Borodin et al., 2013). Les irradiations à haute température (600°C) permettent également d'obtenir un matériau contenant une faible densité de boucles de Frank qui seraient susceptibles de modifier les mécanismes de plasticité comme décrit dans le chapitre II. En effet, à cette température les boucles de Frank se "défautent" pour former des dislocations. Les conditions permettent donc a priori d'obtenir un matériau nano-poreux dont la matrice se déforme de manière homogène par glissement de dislocations, sans localisation de la déformation.

Les irradiations sont effectuées sur des éprouvettes de traction simple ainsi que sur des barres (figure III.2). Les barres s'intercalent entre les éprouvettes pendant l'irradiation et sont aussi utilisées pour qualifier l'état de référence non déformé après irradiation. La surface des échantillons est polie de manière classique avec des papiers abrasifs en carbure de silicium jusqu'à un grain de 1200 puis avec des pâtes diamantées jusqu'à une taille de 0.25 μm. Pour supprimer la couche écrouie de surface, les échantillons sont polis dans

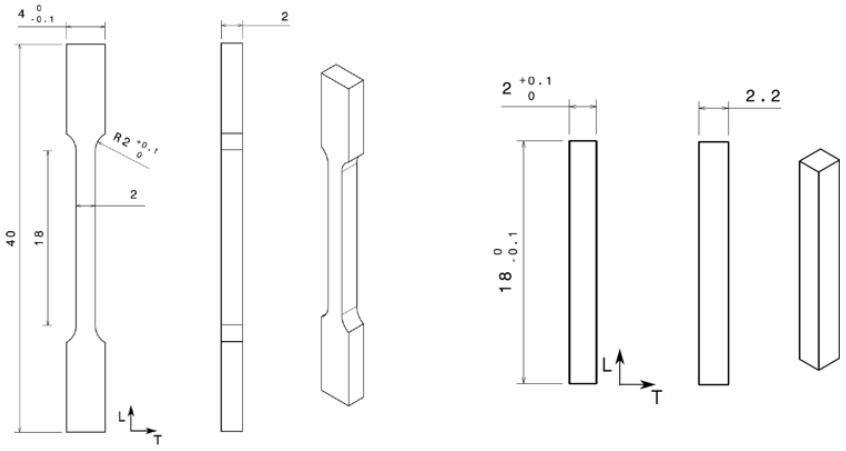


Figure III.2 – Géométrie des barres et des éprouvettes de traction (dimensions en mm).

une polisseuse vibrante pendant environ 15 heures avec une solution de silice colloïdale de 0.05μm (Gupta, 2016). Au total, une épaisseur minimum de 3 μm est enlevée (ce qui a été vérifié par la disparition de marques de dureté effectuées au préalable en bordure de la zone utile).

Les irradiations ont été réalisées à JANNuS Saclay (CEA Saclay)(Pellegrino et al., 2012). La figure III.3 montre le montage des échantillons dans la chambre d'irradiation avec un porte échantillon dédié. Quatre thermocouples de type K sont installés : deux hors flux sur le côté au contact des échantillons, deux sous flux dont un soudé sur l'une des barres. La température est contrôlée par le thermocouple soudé. Les autres thermocouples servent en cas de défaillance du thermocouple soudé. Les flux sont mesurés à l'aide de cages de Faraday qui descendent périodiquement (avec une période entre 10 et 30 min) devant le faisceau. Le faisceau de taille millimétrique est balayé avec une fréquence de 517 Hz en horizontal et 64 Hz en vertical sur une surface circulaire de 20mm de diamètre.

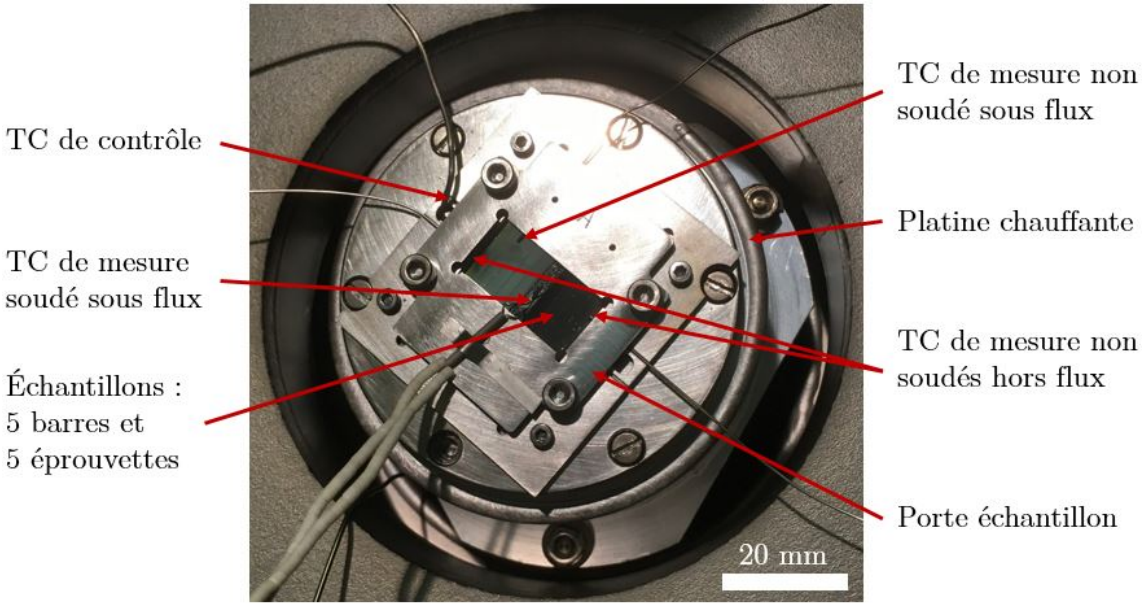


Figure III.3 – Configuration des échantillons dans la chambre d'irradiation (TC : thermocouple)

2.1.a Irradiation aux ions sans pré-implantation d'hélium

La première irradiation devait être une irradiation aux ions Fer d'une énergie de 2 MeV à 600°C avec une fluence de 10^{17} ions.cm^{-2}. Les ions Fer sont produits à partir du ferrocène qui est un organométallique de formule $Fe(C_5H_5)_2$. Tous les ions formés par la source sont accélérés et sélectionnés par un aimant qui dévie le faisceau et les ions en fonction du rapport masse sur charge. Suite à un problème de sélection des ions, l'irradiation a été conduite avec des ions $C_2H_2^+$ (éthylène), le ratio masse sur charge de 26 ayant été sélectionné au lieu de 28.

En faisant l'hypothèse que seul des ions $C_2H_2^+$ ont été utilisés pour cette irradiation [1], la fluence est donc 2 fois plus importante que celle voulue (1 $Fe^{2+} \equiv 2$ $C_2H_2^+$ en termes de charges). Afin d'estimer la dose, l'hypothèse est faite que la molécule $C_2H_2^+$ se dissocie à l'entrée dans le matériau. Par conservation de l'énergie et de la quantité de mouvement (en supposant un mouvement rectiligne non dévié), les atomes de carbone et d'hydrogène ont une énergie de :

$$\begin{cases} 2E_C + 2E_H = E_{C_2H_2^+} = 1 \text{ MeV} \\ \dfrac{E_C}{E_H} = \dfrac{m_C}{m_H} \end{cases} \Rightarrow \begin{cases} E_C = \dfrac{E_{C_2H_2^+}}{2 + 2\frac{m_H}{m_C}} \simeq \dfrac{E}{2} \simeq 500 \text{ keV} \\ E_H = \dfrac{E}{2 + 2\frac{m_C}{m_H}} \simeq \dfrac{E}{26} \simeq 40 \text{ keV} \end{cases} \tag{III.1}$$

Au bilan, l'irradiation réalisée correspond donc à une fluence de 4 10^{17} C.cm^{-2} à une énergie d'environ 500 keV et une fluence de 4 10^{17} H.cm^{-2} à une énergie d'environ 40 keV. La dose en *déplacement par atome* (dpa_{KP}) est calculée à l'aide de SRIM-2013 avec l'hypothèse de Kinchin-Pease et une énergie de déplacement des atomes de Fe, Ni, Cr de 40 eV suivant les préconisations de (ASTM E521, 2006), en prenant en compte le fait que le faisceau a une incidence de 15° par rapport à la normale des échantillons. Le dommage résultant des ions H^+ à une énergie de 40 keV sont négligeable par rapport à ceux produit par les ions carbone. Le profil de dommage en fonction de l'épaisseur est présenté sur la figure III.4. Le dommage en surface est de 14 dpa, la dose moyenne dans la zone d'observation de 40 dpa et le pic de dommage est de 62 dpa pour une profondeur de 0,42 μm.

2.1.b Irradiation aux ions avec pré-implantation d'hélium

La seconde irradiation réalisée est la combinaison d'une pré-implantation d'hélium à température ambiante suivie d'une irradiation aux ions Fer 10 MeV à 600°C. L'énergie du faisceau d'hélium est choisie à 1 MeV pour que la profondeur de pénétration corresponde à celle du Fer. L'énergie des ions Fer est plus importante que pour l'irradiation sans hélium car la profondeur d'irradiation des ions Fer à 2 MeV conduirait à devoir choisir une énergie pour les ions He trop faible pour l'accélérateur (<500 kV). Pour une répartition plus homogène des ions He dans l'épaisseur, différentes énergies de faisceau sont obtenues en faisant passer le faisceau incident de 1 MeV à travers des feuilles d'aluminium (appelées dégradeurs) de différentes épaisseurs. Cinq dégradeurs de différentes épaisseurs (1.2, 1.6, 2, 2x2.4 μm) sont placés sur un tourniquet perpendiculaire au faisceau (figure III.5). Un des emplacements est vide pour permettre la mesure du flux incident. Le tourniquet tourne en

1. Ce qui est le plus probable, mais il ne peut être exclu la présence d'autres ions minoritaires ayant aussi un ratio masse sur charge de 26

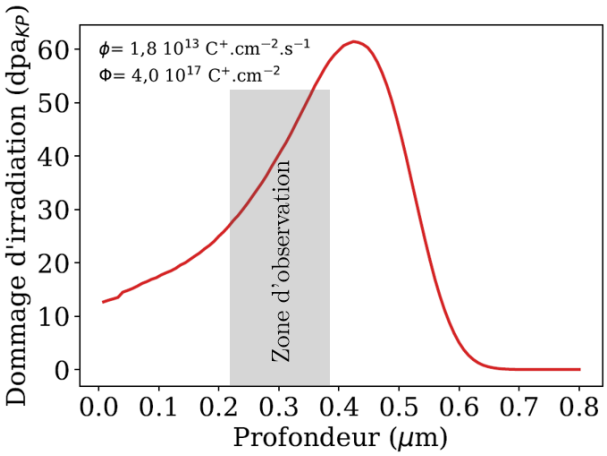


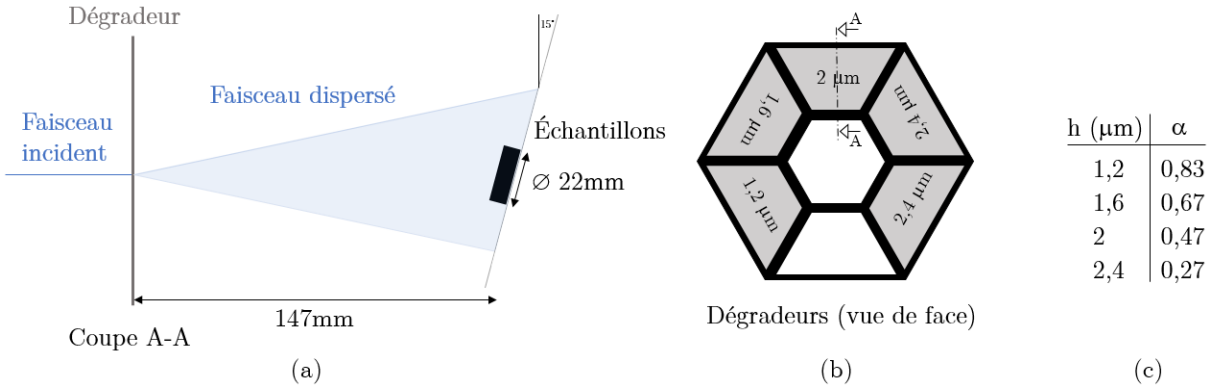
Figure III.4 – Profil de dommage d'irradiation et de l'implantation du Carbone en fonction de l'épaisseur. Carbone 500 keV.

continu. La concentration d'hélium implanté est calculée de la manière suivante : pour chaque épaisseur de dégradeur, un calcul SRIM est effectué. Les ions hélium incidents sont envoyés à travers une couche d'aluminium de l'épaisseur du dégradeur juxtaposé à une couche d'acier inoxydable. Le faisceau traversant perpendiculairement le dégradeur mais ayant un angle de 15° avec les échantillons, le calcul est réalisé avec un angle de 15° (pour bien prendre en compte l'effet de cet angle sur la profondeur de pénétration des ions dans le matériau) en considérant une épaisseur fictive h' de l'aluminium de telle sorte que $h' = h\cos(15°)$ (avec h l'épaisseur réelle du dégradeur). Le profil d'implantation dans la couche d'acier inoxydable est récupéré. L'angle de chaque ion, sortant de la couche d'aluminium est aussi récupéré. Comme les dégradeurs sont à 147mm des échantillons, connaître la distribution de l'angle de sortie des ions de la couche d'aluminium permet de calculer la proportion d'ions atteignant la cible. La figure III.5 schématise la configuration de la chambre d'irradiation. La proportion d'armature des dégradeurs est de 1/7 et est retirée au flux incident. Le flux et la fluence donnés dans le tableau III.2 sont les données avant dégradeurs. Pour chaque fenêtre du tourniquet, le flux et la fluence sont donc tels que :

$$\Phi^{après} = \Phi^{avant}\,\frac{6}{7}\,\frac{1}{6}\,\alpha(h^i) \tag{III.2}$$

avec α la fraction des ions traversant le dégradeur arrivant effectivement sur l'échantillon du fait de la dispersion angulaire (figure III.5).

Le choix du nombre et de l'épaisseur des dégradeurs a été fait de tel sorte à avoir une région avec une concentration à peu près constante. La concentration moyenne implantée entre 200 nm et 1.2 μm est de 250 appm (partie atomique par million). Le calcul du profil de dommage ainsi que le profil d'implantation en fonction de l'épaisseur est présenté sur la figure III.6 avec les données de la figure III.5. Dans la zone d'observation le dommage est d'environ 20 dpa et la concentration d'hélium de 350 appm. En surface le dommage est de 10 dpa tandis qu'il est de 42 dpa au pic à environ 2 μm. Chaque pic de la courbe d'implantation d'hélium correspond à une épaisseur de dégradeur. Deux dégradeurs de 2,4 μm sont utilisés car pour cette épaisseur la dispersion des ions est très importante et peu d'ions atteignent la cible. Le profil d'implantation de l'hélium n'est pas homogène entre 0 et 2 μm mais il l'est dans la zone d'observation autour de 1 μm. Les caractéristiques des irradiations sont résumées dans le tableau III.2.



h (µm)	α
1,2	0,83
1,6	0,67
2	0,47
2,4	0,27

Figure III.5 – (a) Configuration de la chambre d'irradiation où ont été effectuées les pré-implantations d'hélium. (b) Schéma des dégradeurs. (c) Tableau de perte des ions He du fait de la dispersion angulaire au passage par les dégradeurs.

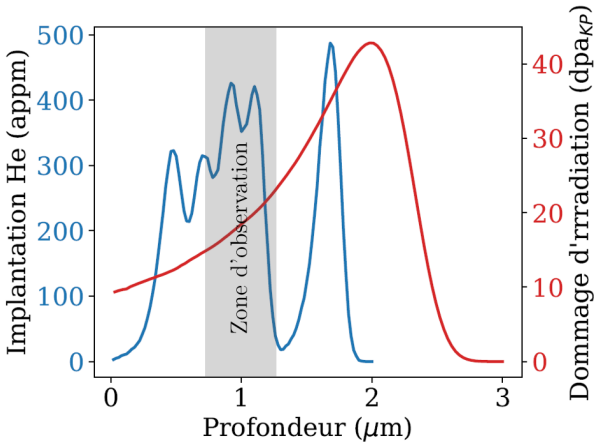


Figure III.6 – Profils de dommage d'irradiation par les ions Fe et de l'implantation d'hélium en fonction de l'épaisseur pour l'irradiation consistant en une pré-implantation d'He à 20°C puis d'une irradiation Fer 10 MeV à 600°C. Chaque pic de la courbe d'implantation d'hélium correspond à une épaisseur de dégradeur.

Irradiation	Élément	Ion $V_{Accélération}$	Flux (ion.cm^{-2}.s^{-1})	Fluence (ion.cm^{-2})	Dose zone d'obs. (dpa$_{KP}$)	T_{Irr} (°C)
n°1	(C_2H_2) 1 MeV	$(C_2H_2)^+$ 1 MV	1,8 10^{13} (C) 1,8 10^{13} (H)	4,0 10^{17} (C) 4,0 10^{17} (H)	$\sim$ 15 $<$ 1	600 ± 15 600 ± 15
n°2	He 1 MeV Fe 10 MeV	He^+ 1 MV Fe^{5+} 2 MV	4,21 10^{11} 4,60 10^{11}	10^{16} 4,0 10^{16}	$<$1 $\sim$ 20	20 600 ± 15

Tableau III.2 – Caractéristiques des irradiations effectuées. Le flux et la fluence pour l'hélium sont donnés avant les dégradeurs.

2.2 Caractérisation des matériaux nano-poreux

2.2.a État de référence

La caractérisation de la microstructure après irradiation est réalisée par des observations en Microscopie Électronique en Transmission (MET). Le microscope utilisé est un FEI Technai G2 de 300kV disponible au Laboratoire de Microscopie et d'Étude de l'Endommagement (LM2E) du Service d'Étude des Matériaux Irradiés (SEMI). Les obser-

vations sont effectuées en profondeur à environ 300 nm pour la première irradiation et ~ 1 μm pour la seconde irradiation, là où la densité de cavités maximale est attendue. En effet, c'est à ces profondeurs que le dommage d'irradiation est maximal tout en ayant une profondeur d'implantation des ions C et Fe encore négligeable [2]. La surface irradiée est donc vibropolie avec une solution de silice colloïdale de 0.05 μm *POM-8* (*ESCIL*). Le contrôle de l'épaisseur retirée se fait par mesure de la taille d'empreintes de micro-dureté Vickers (charge de 25g) réalisées avant polissage. L'angle au sommet entre faces de l'indenteur est égal à 136°, ce qui fait qu'une variation de la diagonale de 2.1 μm correspond à une variation de profondeur de 300 nm. À la fin du polissage, un soin tout particulier doit être apporté au nettoyage à l'eau et au savon de la silice colloïdale.

Pour les observations MET, il est nécessaire d'obtenir un matériau d'une épaisseur d'environ 100 nm appelé lame mince. Ces lames sont obtenues par les méthodes classiques de polissage mécanique et de polissage électrolytique (Solution 90% éthanol, 10% acide perchlorique à 70%, 25V, -15°C). Lors du polissage électrolytique, la face irradiée est protégée avec un vernis de type *Lacomit* (*Agar Scientific*). Le schéma III.7 synthétise les différentes étapes nécessaires à l'obtention des lames minces.

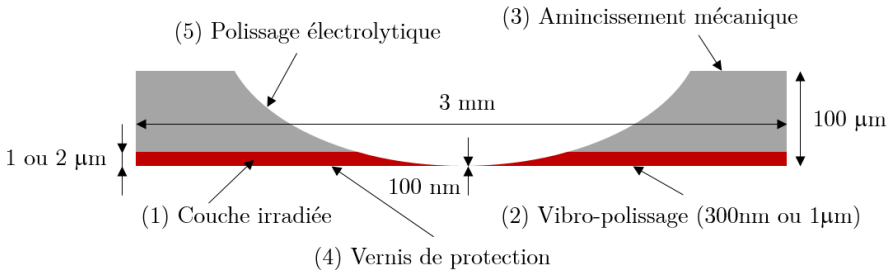


Figure III.7 – Étapes d'obtention d'une lame mince. La zone observable aux bords du trou fait environ 100nm d'épaisseur, donc transparente aux électrons.

2.2.b État déformé

Les éprouvettes de traction irradiées sont déformées à 300°C et à température ambiante à une vitesse de déformation moyenne de 5.10^{-4} s^{-1} sur une machine de traction électro-mécanique Instron équipée d'une cellule de force de 10 kN et d'une enceinte thermique dont le volume utile fait que la température peut être considérée homogène dans toute l'éprouvette. La température est contrôlée par un thermocouple positionné au niveau de la tête de l'éprouvette (figure III.8). Le figure III.9 montre le comportement typique d'une éprouvette de traction après irradiation. Vu la faible épaisseur de la couche irradiée devant l'épaisseur de l'éprouvette (~ 1 μm pour la première irradiation et ~ 2 μm pour la seconde), le comportement macroscopique après irradiation est identique au comportement avant irradiation. Les éprouvettes sont déformées à un niveau de déformation plastique d'environ 30% ce qui correspond au niveau maximal à 300°C permettant d'avoir une déformation homogène le long de l'éprouvette. Au-delà, la striction de l'éprouvette se produit ce qui complique le prélèvement ultérieur des lames minces.

Les éprouvettes sont polies à la polisseuse vibrante avant déformation afin d'observer aux mêmes profondeurs que les échantillons non déformés. Il est en effet plus facile de

2. Il a en effet été montré que pour les irradiations aux ions (Garner, 1983), la formation de nano-cavités est fortement diminuée par l'implantation des ions.

vibro-polir avant déformation car la surface est plane. Après déformation et du fait de la rotation des grains, la rugosité obtenue est trop importante pour que le polissage soit homogène. Environ 300 nm sont enlevés pour la première irradiation et 1 μm pour la seconde.

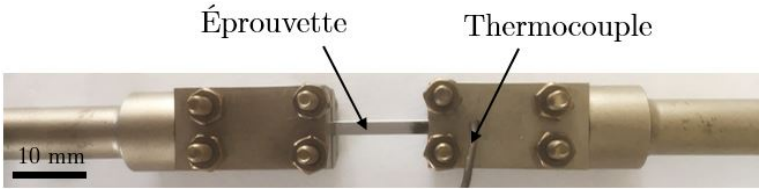


Figure III.8 – Éprouvette dans le montage de traction et positionnement du thermocouple.

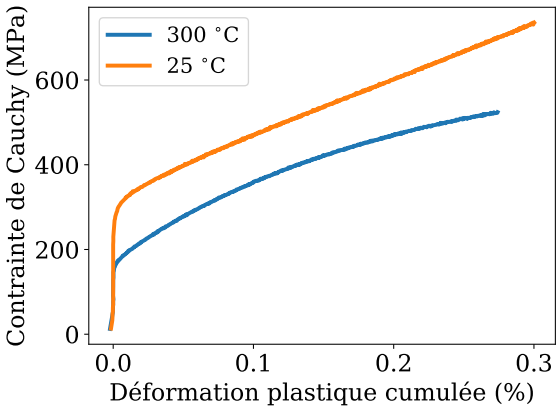


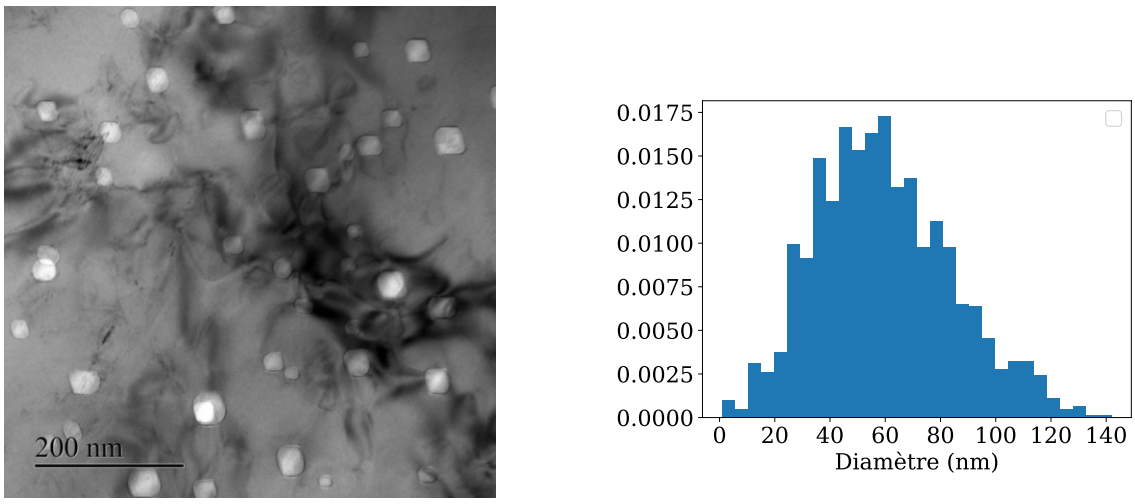
Figure III.9 – Courbe contrainte/déformation, typique à 300°C et 25°C d'une éprouvette de traction après irradiation.

3 Résultats expérimentaux

3.1 Caractérisation des matériaux nano-poreux après irradiation

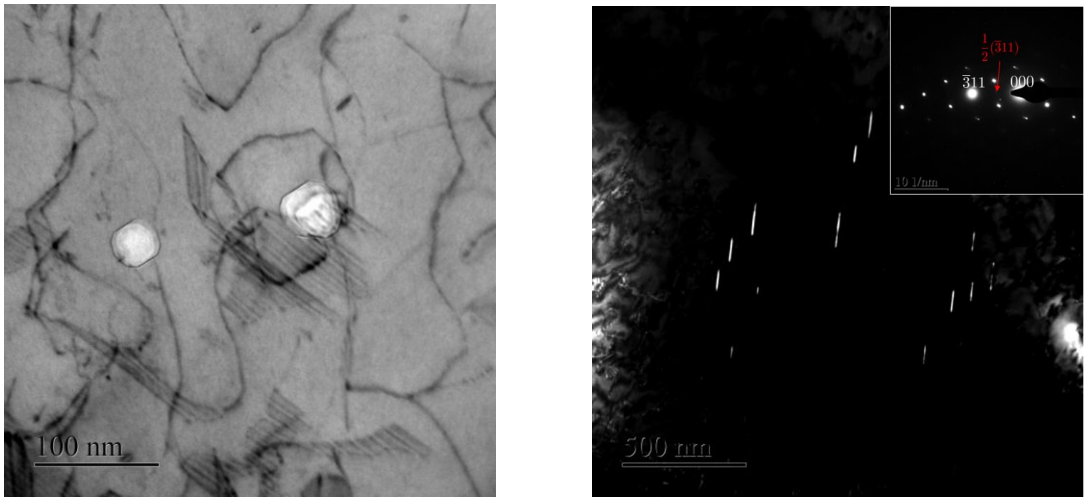
3.1.a Irradiation aux ions sans pré-implantation d'hélium

La caractérisation des échantillons pour l'irradiation aux ions carbone est effectuée à une profondeur d'environ 300nm (figure III.4). Les figures III.10(a) et III.11(a) montrent la microstructure typique obtenue qui présente une forte mais hétérogène densité de cavités. Les cavités ont un diamètre variant de quelques nm à 140 nm pour un diamètre moyen de 65 nm (Fig III.10(b)). Une forte hétérogénéité de la densité de cavités est observée à l'échelle du grain mais aussi entre les grains et entre les 5 échantillons observés. Une forte densité de dislocations est observée (Fig. III.11(a)). La densité de dislocations est estimée par la méthode des interceptes. Les observations montrent également une faible densité de boucles de Frank ($< 5.10^{19}$ m^{-3}) (figure III.11(b)). La microstructure observée est en accord avec la microstructure recherchée à savoir des cavités en forte densité dans une matrice contenant une faible densité de boucles de Frank.



(a) (b)

Figure III.10 – Irradiation aux ions Carbone à 600°C. (a) Observation MET en champ clair de la microstructure, diamètre moyen des cavités = 65 nm. (b) Distribution de la taille des cavités.



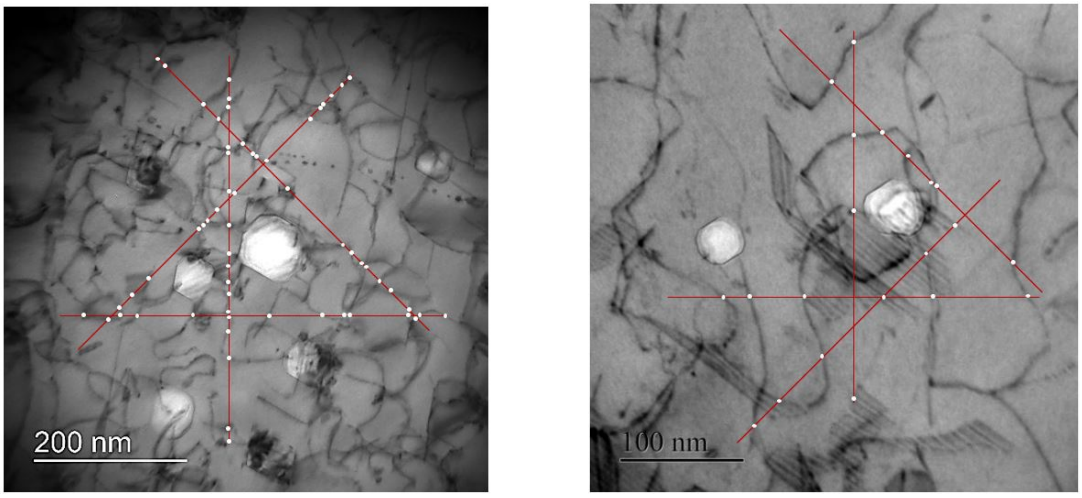
(a) (b)

Figure III.11 – Irradiation aux ions Carbone à 600°C. (a) Observation MET du réseau de dislocation. (b) Boucles de Frank observées en champ sombre ($g = 1/2(\bar{3}11)$).

Détermination de la densité de dislocations La densité de dislocations est estimée par la méthode des interceptes. Les observations sont faites dans des conditions d'apparition des dislocations, en deux ondes. Plusieurs lignes sont tracées dans différentes orientations. La densité de dislocations est donnée par la formule :

$$\rho = \frac{N}{L\ d} \tag{III.3}$$

avec N le nombre d'intersections pour une longueur L de lignes tracées et d l'épaisseur de la lame. La variation d'épaisseur des zones observées pouvant être importante (50 à 200 nm), l'épaisseur des lames (non mesurée) est prise arbitrairement à une valeur moyenne de 100 nm. Il existe donc une erreur potentielle d'un facteur deux sur l'estimation de la densité de dislocations. Pour cette irradiation, une valeur moyenne de ρ =5 10^{14} m^{-2} a été déterminée à partir de 4 clichés sur un échantillon.

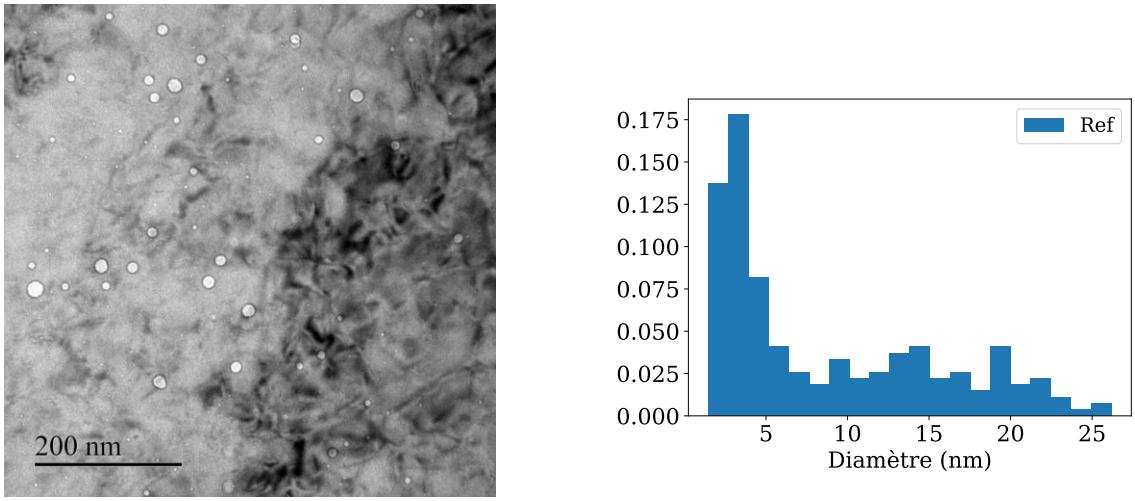


(a) (b)

Figure III.12 – Illustration du calcul de la densité de dislocations par la méthode des interceptes.

3.1.b Irradiation aux ions avec pré-implantation d'hélium

Les figure III.13(a) et III.14 montrent la microstructure typique obtenue pour cette irradiation consistant en une pré-implantation d'hélium suivie d'une irradiation au ions fer. Les cavités obtenues sont plus petites que pour l'irradiation carbone. La distribution de taille des cavités est présentée sur la figure III.13(b). Deux populations de cavités sont présentes : des cavités de 8 à 25 nm en relativement faible densité et des plus petites (<8 nm) en densité environ 4 fois supérieure. La résolution du microscope ne permet pas d'identifier des cavités plus petites que quelques nanomètres. Le décompte quantitatif des cavités d'un diamètre inférieur à 5 nm n'est donc pas exhaustif. La densité de dislocations et de boucles de Frank est semblable à la première irradiation. De même que pour cette dernière une forte hétérogénéité de la densité de cavités est observée à l'échelle du grain, entre les grains et entre les différents échantillons.



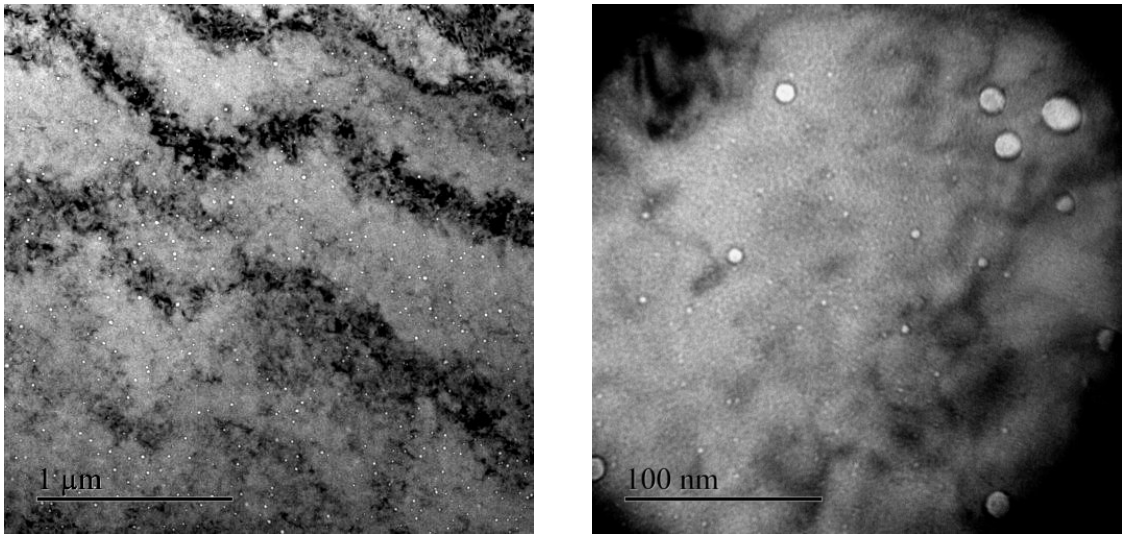
(a) (b)

Figure III.13 – Irradiation aux ions Fer à 600°C, précédée d'une implantation d'hélium à température ambiante : (a) Observation MET en champ clair des cavités. (b) Distribution de la taille des cavités.

3.2 Caractérisation des matériaux nano-poreux après traction uniaxiale à 300°C

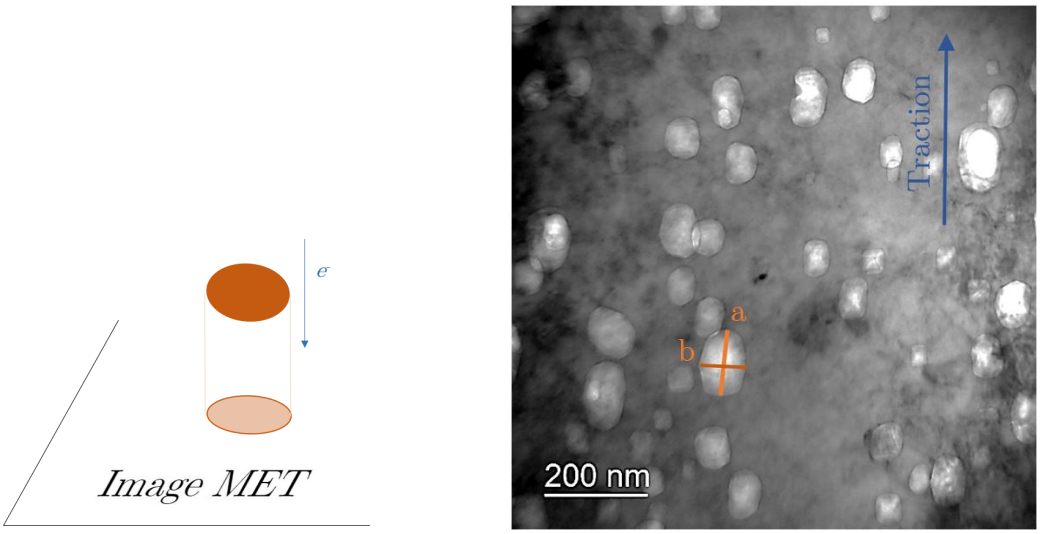
Pour déterminer les potentiels effets de taille associés à la déformation des cavités, la géométrie des cavités après déformation est déterminée en fonction de leur taille.

Méthode de mesure des cavités déformées La microscopie en transmission MET permet d'obtenir une projection 2D des objets contenus dans le matériau observé (figure III.15(a)). Dans le cas des cavités déformées, la projection est une forme oblongue qu'il est possible d'assimiler en première approximation à une ellipse, elle-même caractérisée par deux axes : le grand axe a et le petit axe b (figure III.15(b)).



(a) (b)

Figure III.14 – Observations MET de la microstructure après irradiation aux ions Fer à 600°C, précédée d'une implantation d'hélium à température ambiante : (a) Faible grandissement (x23000). (b) Fort grandissement (x230000).

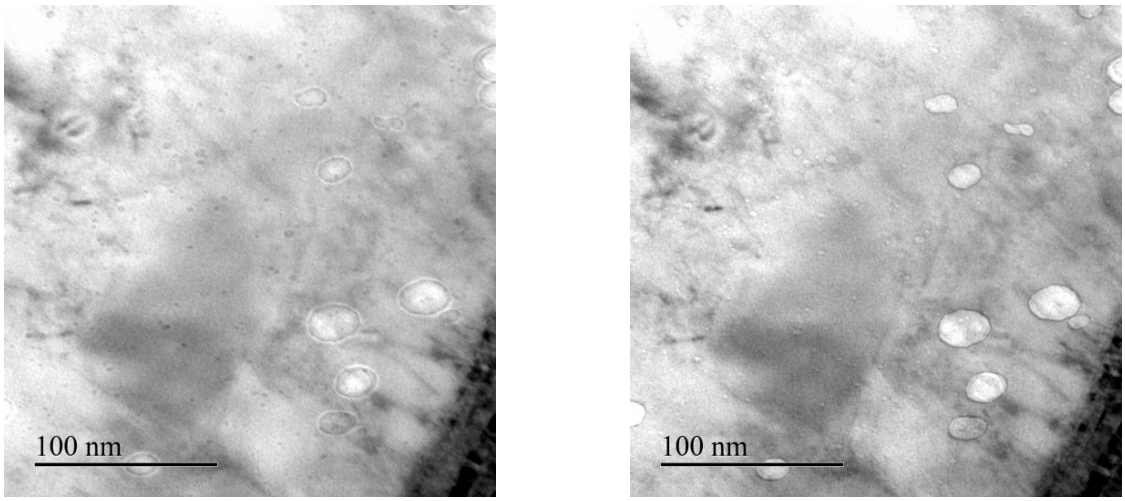


(a) (b)

Figure III.15 – (a) Projection des objets observés en microscopie électronique en transmission (MET). (b) Mesure des grands et petits diamètres de la projection des cavités dans le plan d'observation.

Les images MET en champ clair du matériau après irradiation ont un contraste trop faible (notamment à cause du trop grand nombre de dislocations) pour déterminer de manière automatisée les cavités. La technique pour caractériser individuellement les cavités consiste à dessiner leur contour à l'aide d'une tablette graphique. Cette technique est suffisamment précise pour l'étude envisagée et, bien que fastidieuse, s'avère en pratique relativement rapide. Pour les cavités les plus petites (irradiation Fer-Hélium), deux images en sous-focalisation et sur-focalisation sont prises à chaque fois pour s'assurer que l'objet dessiné est bien une cavité. Les cavités en sous-focalisation apparaissent avec un liseré noir tandis qu'en sur-focalisation elles apparaissent avec un liseré blanc. Pour les plus

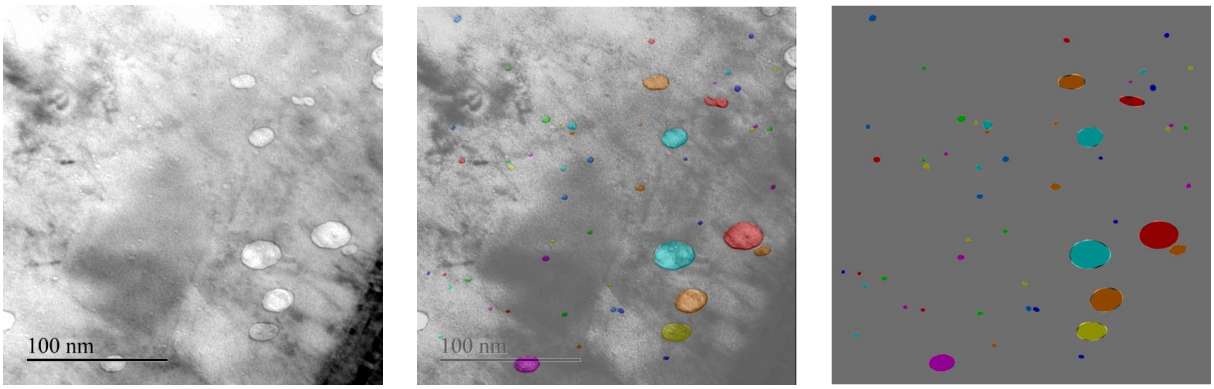
petites, en sur-focalisation elles apparaissent noires avec un liseré blanc (figure III.16). Les cavités ont été dessinées en utilisant les images en sous-focalisation. Quand deux cavités se chevauchent, une seule des deux cavités est dessinée.



(a) (b)

Figure III.16 – Observations MET typiques de cavités en : (a) Sur focalisation. (b) Sous focalisation.

Après avoir repéré les cavités, une image des cavités sur fond noir est obtenue, traitée à l'aide du logiciel ImageJ (option *analyze particle*) afin de déterminer le grand axe et le petit axe de l'ellipse approximant la cavité. La figure III.17 montre les étapes du traitement des images pour récupérer les données pour chaque cavité. Il apparaît que l'approximation de la forme des cavités par une ellipse est suffisante pour cette analyse.

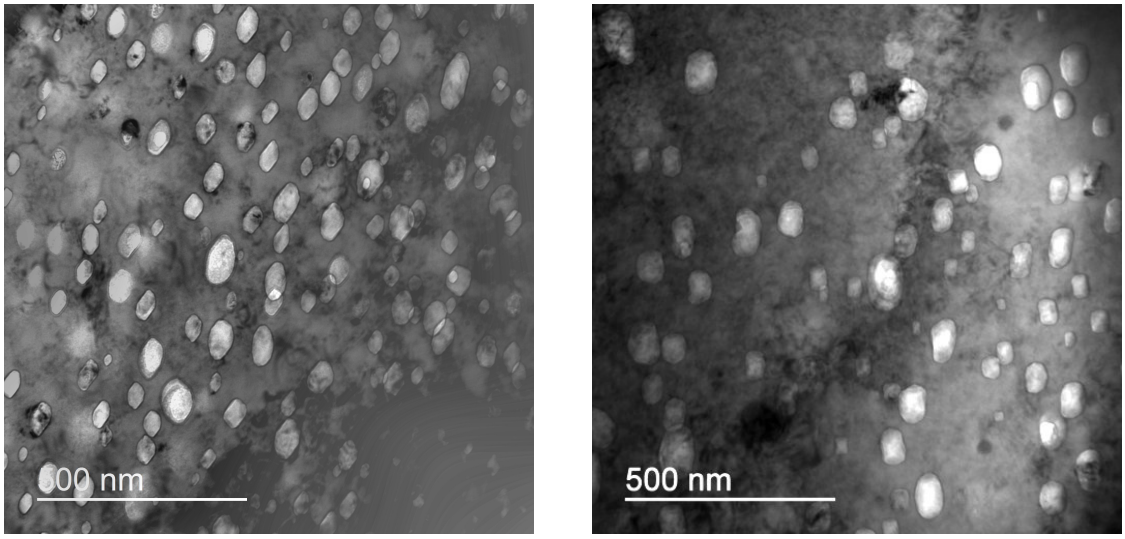


(a) (b) (c)

Figure III.17 – Étapes de traitement des images MET pour obtenir les données des cavités : (a) Avant traitement en sous focalisation. (b) Superposition de l'image MET et des cavités dessinées. (c) Superposition des cavités dessinées et des ellipses ajustées.

3.2.a Irradiation aux ions sans pré-implantation d'hélium

Les observations MET typiques obtenues pour la première irradiation après déformation sont présentées sur la figure III.18. Les cavités sont déformées, allongées dans la direction de traction. La déformation des cavités apparaît être continue à cette échelle, comme en témoigne l'absence de discontinuité observée à la surface des cavités. Les résultats de mesure de la déformée des cavités pour l'ensemble des observations sont présentés sur la figure III.19 pour un total de 954 cavités. Le rapport d'aspect $\frac{a}{b}$ est tracé en fonction de b le petit axe. Il aurait été préférable de quantifier a et b en fonction du rayon initial, mais celui-ci n'est pas connu avec une grande précision à cause de la forte hétérogénéité de la distribution de taille ce qui empêche d'utiliser les données obtenues avant déformation.



(a) (b)

Figure III.18 – Microstructure caractéristique après irradiation après déformation des échantillons de la première irradiation. La direction de traction est verticale.

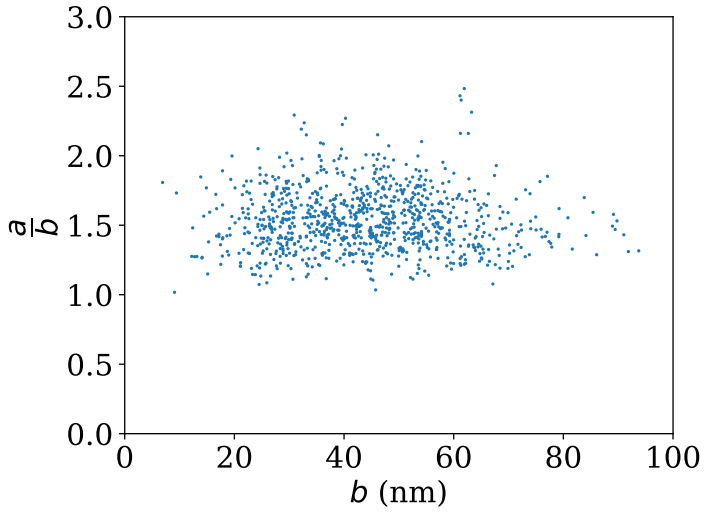
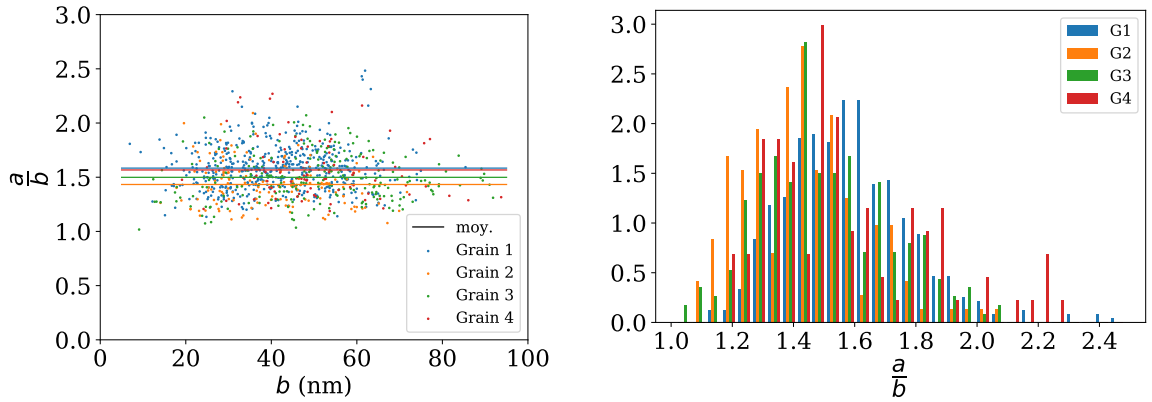


Figure III.19 – Évolution de rapport d'aspect a/b en fonction de b pour une déformation plastique macroscopique de 31% pour la première irradiation.

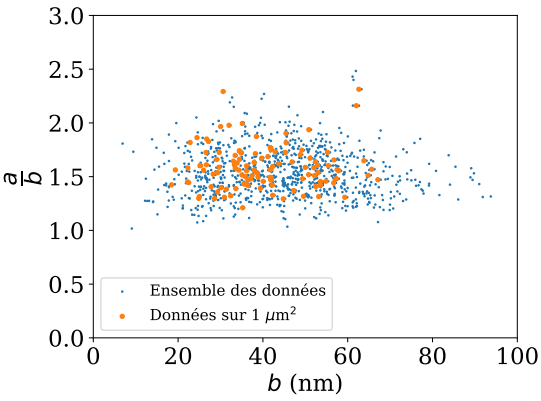
Les observations ont été faites dans 3 grains sur une lame mince et dans un grain d'une seconde lame mince, c'est-à-dire correspondant à 4 orientations cristallographiques différentes. Les deux lames minces ont été extraites de la même éprouvette de traction. La figure III.20 montre les résultats du rapport d'aspect pour les 4 grains. Il n'est pas observé de différence significative du ratio $\frac{a}{b}$ en fonction de l'orientation cristallographique. Cependant, les résultats montrent une très forte hétérogénéité de la déformation des cavités. Pour un b donné (assimilable en première approximation à la taille caractéristique de cavité), le rapport d'aspect des cavités varie du simple au double. La figure III.21 montre l'évolution du rapport d'aspect en fonction de b obtenue sur une image MET de 1 μm^2 à l'intérieur d'un seul grain. La dispersion y est aussi importante que pour l'ensemble des cavités observées. Cette hétérogénéité de la déformation est par exemple directement observable sur une image MET. Sur la figure III.22, il est possible de voir des cavités voisines avec un rapport d'aspect très différent, certaines s'étant déformées, d'autre non.



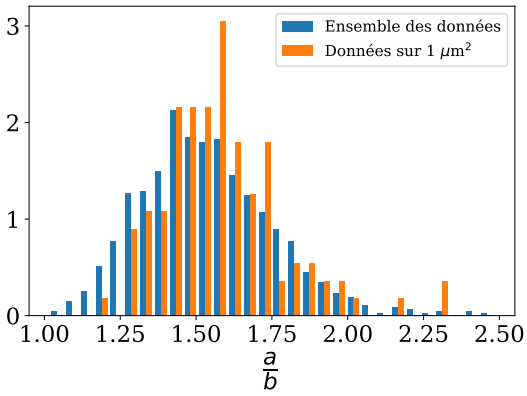
(a) (b)

Figure III.20 – Évolution : (a) du rapport d'aspect $\frac{a}{b}$ en fonction de b et pour une déformation plastique macroscopique de 31 % et distribution, (b) dans les 4 différents grains.

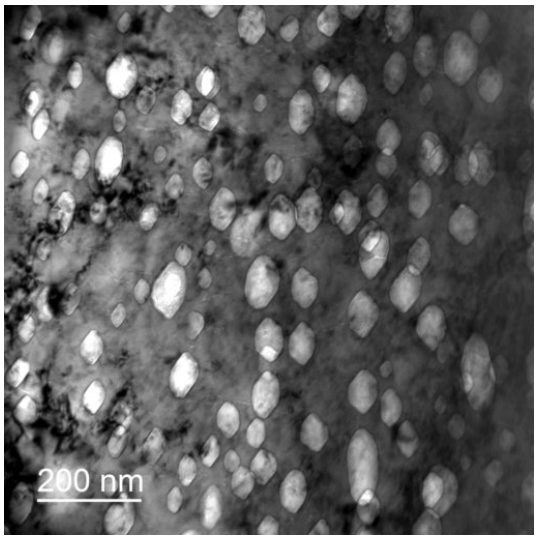
Le tracé du rapport d'aspect $\frac{a}{b}$ en fonction de b ne montre pas de dépendance significative à la taille de cavité. Pour des cavités de diamètre supérieur à 20 nm, ces résultats montrent une absence d'effet de taille sur la déformation de ces cavités, pour une déformation plastique de l'ordre de 30 %. Pour une taille donnée, une forte dispersion de la forme des cavités est obtenue qui apparaît être indépendante de l'orientation cristallographique et correspond à des hétérogénéités locales à une échelle inférieure à 1 μm.



(a)



(b)



(c)

Figure III.21 – Évolution : (a) du rapport d'aspect $\frac{a}{b}$ en fonction de b et et distribution, (b) pour un cliché MET de 1 μm^2 correspondant à l'image (c).

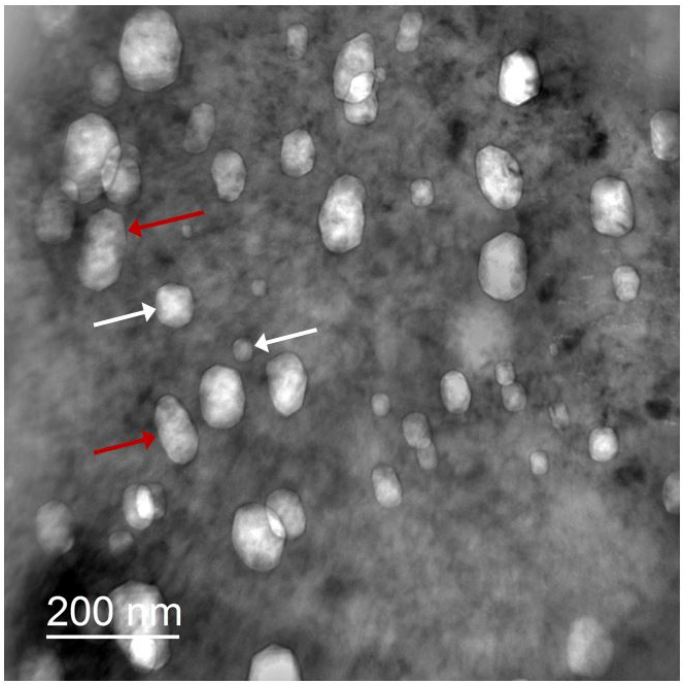
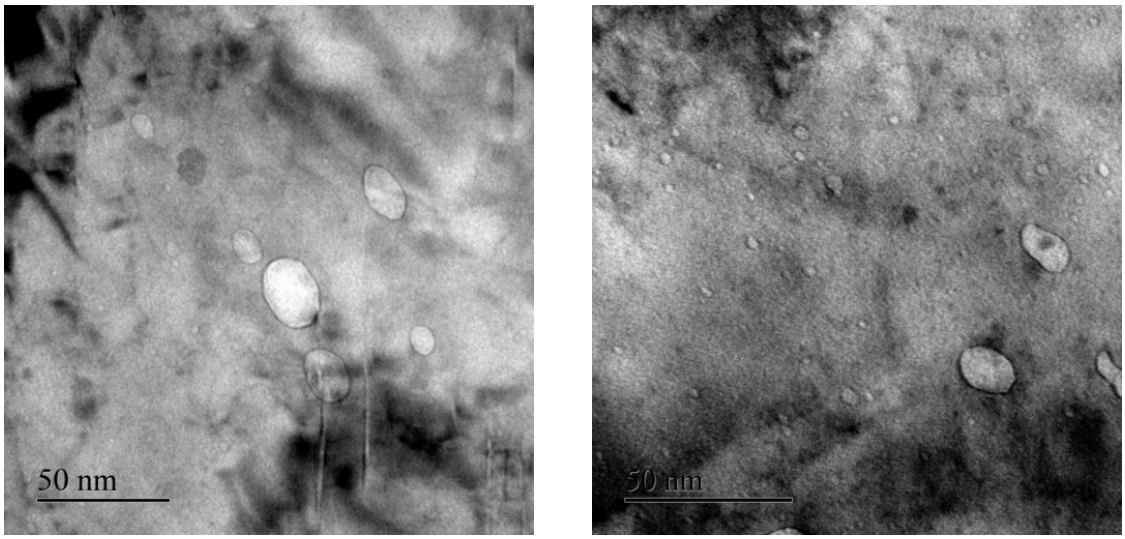


Figure III.22 – Hétérogénéité de la déformation observée sur des cavités voisines, en rouge cavités fortement déformées, en blanc cavités faiblement déformées.

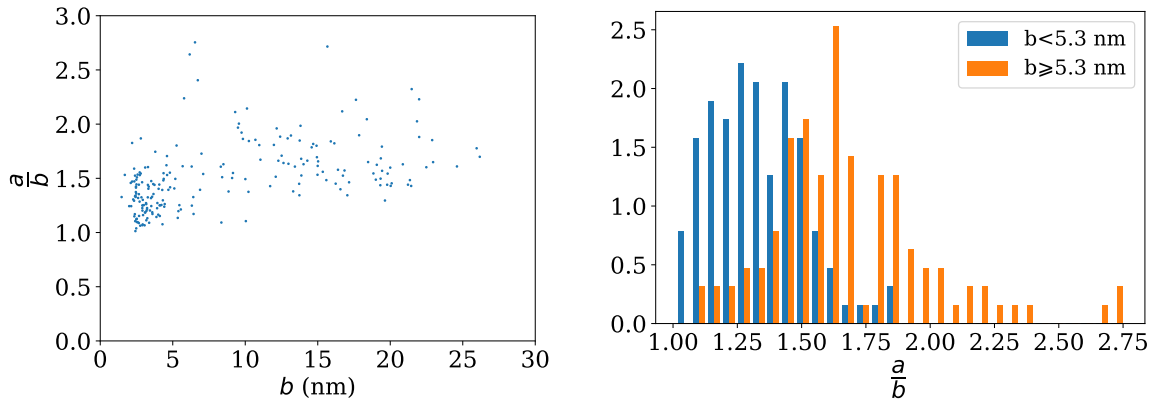
3.2.b Irradiation aux ions avec pré-implantation d'hélium

Les observations MET typiques après déformation obtenues pour la seconde irradiation sont présentées sur la figure III.23. Comme pour la première irradiation, les cavités sont déformées, allongées dans la direction de traction. Les résultats de mesure de la déformée des cavités pour l'ensemble des observations sont présentés sur la figure III.24. Le nombre de cavités quantifiées est moins important (∼220) car les observations ont nécessité des réglages plus fins du fait des plus forts grandissements nécessaires.



(a) (b)

Figure III.23 – Microstructure caractéristique après déformation des échantillons de la seconde irradiation :(a) Grandissement x310000. (b) Grandissement x390000.



(a) (b)

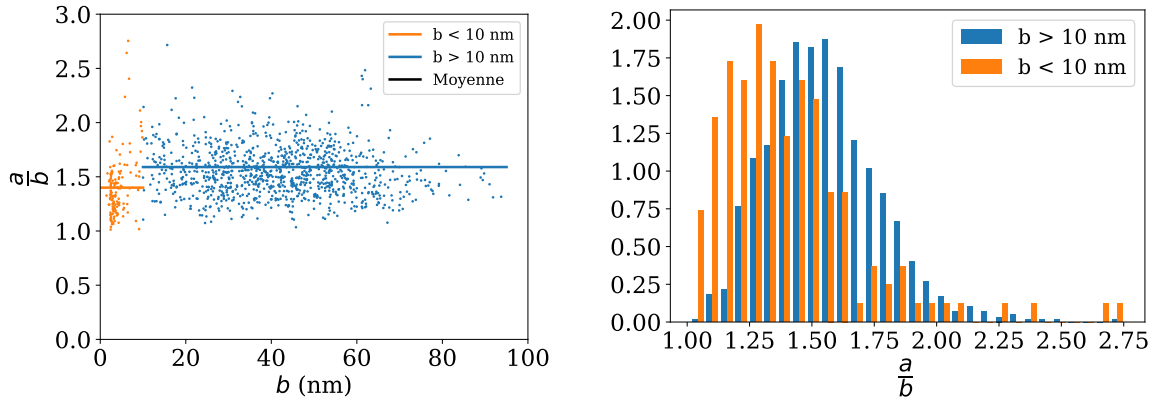
Figure III.24 – (a) Évolution de rapport d'aspect $\frac{a}{b}$ en fonction de b. (b) Distribution du rapport d'aspect $\frac{a}{b}$ pour les cavités au petit axe inférieur ou supérieur au petit axe médian, égal à 5.3 nm.

Comme pour la première irradiation, les résultats montrent une très forte hétérogénéité de la déformation (figure III.24(a)). Pour un b donné (assimilable en première approximation à la taille caractéristique de cavité) le rapport d'aspect des cavités peut varier du simple à plus du double. Le tracé du rapport d'aspect $\frac{a}{b}$ en fonction de b semble montrer une dépendance avec b. Les cavités les plus petites se déforment moins que les plus grosses. La figure III.24(b) montre les distributions de $\frac{a}{b}$ pour les cavités dont b est inférieur ou supérieur à 5.3 nm (b médian). Un écart de 0.31 entre les moyennes de $\frac{a}{b}$ des distributions est observé. Il apparaît donc que les cavités les plus petites se déforment moins que les plus grosses. Ces résultats doivent être toutefois pris avec des précautions car l'observation des cavités de moins de 5 nm n'est pas aisée. Le flou engendré par le bruit et les limites d'observation du microscope ont tendance à arrondir les objets observés. Il est donc possible que la déformation des cavités les plus petites soit sous-estimée et la déformation des petites cavités pourrait être plus importante que celle observée.

3.3 Synthèse des résultats expérimentaux

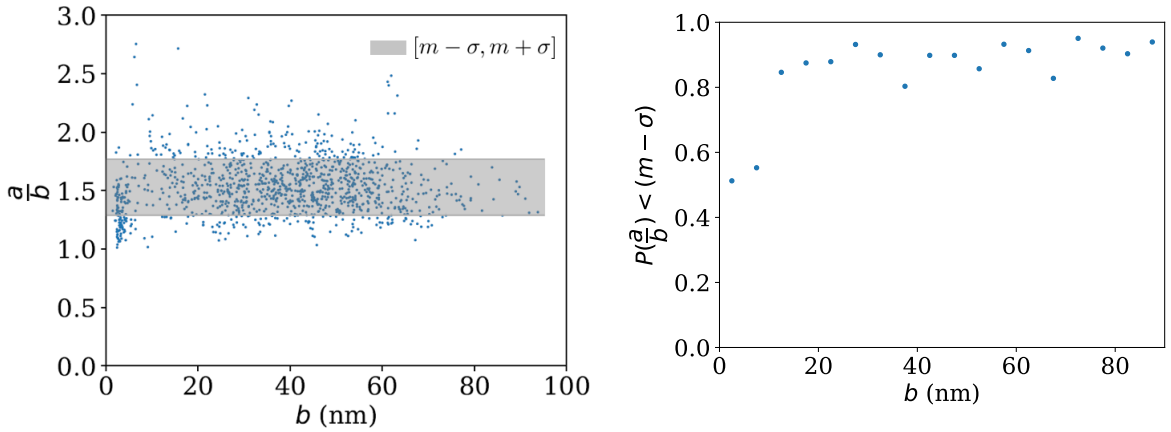
La figure III.25 synthétise l'ensemble des données des deux irradiations. Le rapport d'aspect $\frac{a}{b}$ en fonction de b est tracé, ce qui conduit à plusieurs observations. Premièrement, une grande dispersion du rapport d'aspect est observé. Pour un b donné, ce rapport peut varier du simple au double. Pour une même déformation macroscopique, les cavités ne voient donc pas la même déformation à leur échelle. Il est intéressant de déterminer à quelle échelle cette hétérogénéité opère. Est-ce que cela est dû au gradient de déformation dans le grain ou bien l'hétérogénéité est-elle plus locale et engendrée par la nature discrète de la plasticité régie par le mouvement des dislocations ? Le tracé de la distribution du rapport d'aspect sur un cliché MET de 1 μm^2 (figure III.21) permet d'y répondre. La distribution est sensiblement la même que pour l'ensemble des données. La dispersion de la déformation des cavités est donc due à l'hétérogénéité de la plasticité à une échelle locale qui a une longueur caractéristique proche de celle des cavités. Le deuxième point notable est qu'il n'y a pas de dépendance du rapport d'aspect en fonction de la taille des cavités pour des tailles supérieures à 10 nm. Pour les cavités inférieures à 10 nm, il apparaît qu'elles sont moins déformées que celles supérieures à 10nm. Cette observation

est illustrée par la figure III.26(b) qui montre la probabilité que le ratio $\frac{a}{b}$ soit inférieur à $(m - \sigma)$ avec m la moyenne du rapport d'aspect et σ l'écart-type. Les figures III.25(a) et III.25(b) montrent les différences de rapport d'aspect entre les deux groupes de cavités (inférieur et supérieur à 10 nm).



(a) (b)

Figure III.25 – (a) Évolution de rapport d'aspect $\frac{a}{b}$ en fonction de b pour toutes les données. (b) Distribution du rapport d'aspect $\frac{a}{b}$ pour les cavités dont le petit axe b est inférieur et supérieur à 10 nm.



(a) (b)

Figure III.26 – (a) Ensemble des données et intervalle $[m - \sigma, m + \sigma]$, avec m la moyenne et σ l'écart-type. (b) Probabilité que le rapport d'aspect soit inférieur à $(m - \sigma)$ en fonction de b.

Les résultats expérimentaux sont comparés dans la partie suivante au modèles analytique prédisant la déformation de cavités sous chargment mécanique, ainsi qu'à des simulations numériques, afin de discuter des hétérogénéités et des effets de tailles.

4 Modélisation et Simulations

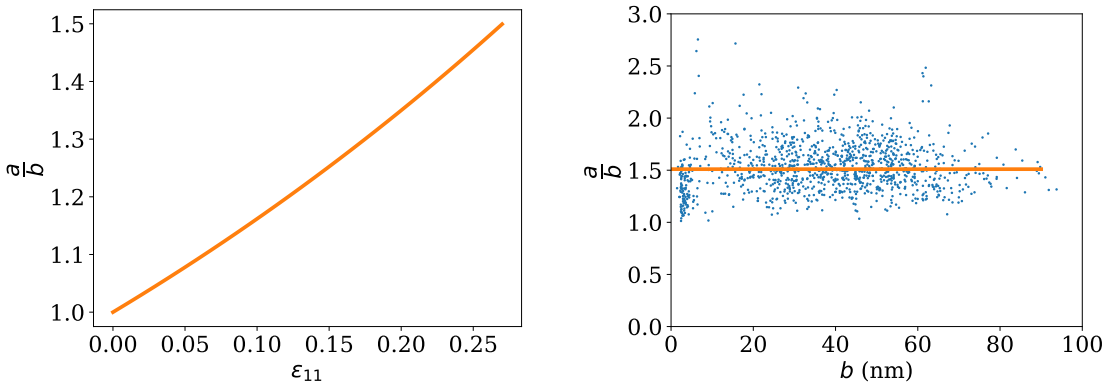
4.1 Modèle analytique

Il est possible dans un premier temps de comparer les données expérimentales au modèle analytique de croissance de cavité de Rice et Tracey modifié par Huang. L'objectif est de vérifier si ce modèle sont en bon accord avec la valeur moyenne de la déformation des cavités d'une taille supérieure à 10 nm. Les équations du modèle qui détaille la variation de rayon dans l'axe de traction et dans l'axe perpendiculaire à la direction de traction sont rappelées ci-dessous (Landron et al., 2011) :

$$\begin{cases} \dfrac{dR_{Traction}}{R} = \alpha_{Huang}\, T^{\frac{1}{4}} \exp\left(\dfrac{3}{2}T\right) d\varepsilon_{11} + (1+E_v)d\varepsilon_{11} \\ \dfrac{dR_{Transverse}}{R} = \alpha_{Huang}\, T^{\frac{1}{4}} \exp\left(\dfrac{3}{2}T\right) d\varepsilon_{22} + (1+E_v)d\varepsilon_{22} \end{cases} \tag{III.4}$$

avec la triaxialité des contraintes T=$\frac{1}{3}$, $\alpha_{Huang} = 0,427$, ε_{11} et ε_{22} les déformations respectivement dans la direction de traction et dans la direction transverse, $\varepsilon_{11} = -2\varepsilon_{22} = 0,27$ et le paramètre contrôlant la forme des cavités $(1+E_v) = 1$.

La figure III.27(a) montre la prédiction du modèle en traction simple (Triaxialité=0.33). La variation du rapport $\frac{a}{b}$ est exprimé en fonction de ε_{11} le gradient de la transformation dans la direction de traction. La figure III.27(b) permet de comparer la prédiction du modèle aux données expérimentales (T = 0,33, $\varepsilon_{11} = 0,27$). Les résultats montrent que la déformation des cavités en moyenne peut être correctement estimée par le modèle de Huang en prenant la valeur de $(1+E_v)$ égale à 1. Cette valeur est cohérente avec les valeurs de la littérature pour des cavités micrométriques (Landron et al., 2011).



(a) (b)

Figure III.27 – (a) Évolution du rapport $\frac{a}{b}$ en traction simple d'après le modèle de Huang (b) Comparaison du modèle aux données expérimentales. La valeur de $(1+E_v) = 1$ est ajustée sur la moyenne de l'ensemble des données expérimentales.

4.2 Simulations avec prise en compte de la plasticité cristalline

4.2.a Hypothèses de modélisation et simulations

Des simulations numériques sur cellules poreuses sont effectuées afin d'interpréter les résultats expérimentaux, c'est-à-dire comprendre l'origine de la dispersion de la déformation des cavités observée et de l'effet de taille pour les cavités de moins de 10 nm. En première approximation et à titre de référence, au vu des résultats expérimentaux pour les cavités supérieures à 10 nm, le comportement de la matrice entourant les cavités est modélisé en prenant en compte la plasticité cristalline conventionnelle bien que les échelles en jeu soient en deçà de celles pour lesquelles des effets de tailles sont prévus par la littérature. Les simulations numériques sont réalisées à l'aide du solveur basé sur les transformées de Fourrier rapides (FFT) `AMITEX_FFTP` (décrit dans le chapitre II et en Annexes). La méthode FFT est particulièrement adaptée pour réaliser des calculs de cellules périodiques et est décrite dans l'annexe A. Son application au cas de la simulation de cellules poreuses en grandes transformations avec utilisation de lois de comportement de type plasticité cristalline a également été validé dans l'annexe A. Les hypothèses de ces simulations sont les suivantes :

— Arrangement cubique simple de cavités initialement sphériques, d'une porosité de 4%.
Cette porosité correspond à la porosité maximale observée dans les résultats expérimentaux. Pour ces niveaux de porosité et le chargement appliqué (traction simple), il a été montré dans la littérature (Benzerga and Leblond, 2010) l'absence d'interactions entre cavités et donc l'absence de dépendance au choix de l'arrangement de cavités. Il est donc possible de choisir un arrangement de type cubique simple alors que la répartition des cavités apparaît expérimentalement assez aléatoire.

— La matrice entourant la cavité est décrite par une loi de plasticité cristalline. L'identification des paramètres de la loi est effectuée au paragraphe 4.2.b. Cette loi permet de prendre en compte l'orientation cristallographique et les systèmes de glissement.

— Des conditions aux limites périodiques sont utilisées sur la cellule poreuse.

$$\underline{u}(\underline{x}) = (\underline{\underline{F}} - \underline{\underline{1}})\underline{x} + \underline{u}^*(\underline{x}) \tag{III.5}$$

avec $\underline{u}$ le déplacement, $\underline{\underline{F}}$ le tenseur gradient de la transformation (constant) et $\underline{u}^*$ une perturbation périodique, afin de reproduire la situation schématisée sur la figure III.28(a).

— Prise en compte des grandes transformations.
La loi de comportement utilisée est valide en grande transformation (grande déformation et/ou grande rotation)(voir annexe A) et `AMITEX_FFTP` résout l'équilibre mécanique en grandes transformations (AMITEX_FFTP, 2018).

— Chargement de type traction uniaxiale.
Les expériences correspondent à la réalisation d'une traction uniaxiale sur un agrégat polycristallin, alors que les simulations sont effectuées à l'échelle d'un grain. Il faut donc faire une hypothèse quant à l'état de contrainte à l'échelle des grains. Les observations ayant été réalisées en surface des échantillons, l'hypothèse est faite qu'il existe également un état de traction simple à l'échelle des grains. Les contraintes de Cauchy sont donc toutes imposées à 0 sauf dans la direction de traction dans laquelle le gradient de la transformation moyen $F_{zz} = 1 + \frac{\Delta l}{l_0}$ est imposé.

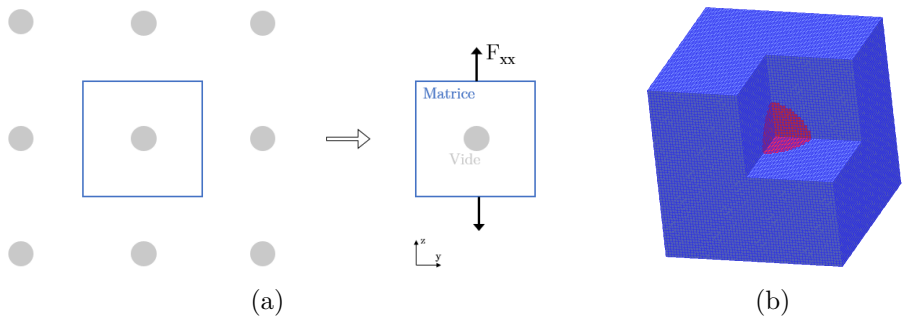


Figure III.28 – (a) Schématisation des simulations. (b) Cellule poreuse.

Orientations cristallines Les simulations sont effectuées pour différentes orientations cristallines de la matrice entourant les cavités. Deux orientations sont extraites de celles observées expérimentalement (parmi les 4 grains observés sur la première irradiation). 10 orientations aléatoires sont simulées ainsi que 5 orientations utilisées dans de précédentes études (Ling et al., 2016)(Yerra et al., 2010) : [001][100], [011][100], [012][100], [$\bar{1}$25][210], [$\bar{1}$25][0$\bar{5}$2] (axes x,y).

Les deux orientations cristallines extraites des observations expérimentales ont été déterminées après déformation, la méthode de préparation des échantillons MET ne permettant pas de choisir la zone d'observation. Pour ces simulations l'hypothèse est faite que l'orientation après déformation est proche de l'orientation initiale, ce qui n'est pas rigoureusement exact du fait de la rotation du réseau cristallin. La détermination de l'erreur associée à cette hypothèse est décrite en annexe B. La rotation moyenne des grains déterminée à partir d'un agrégat polycristallin en traction simple pour une déformation de 30 % n'excède pas 13 ° pour une valeur moyenne d'environ 6° (figure 16).

Enfin, pour la comparaison avec les résultats expérimentaux, l'hypothèse est faite que le gradient de la transformation à l'échelle de l'éprouvette ($F_{zz}^{\text{Éprouvette}} - 1 = \frac{\Delta l}{l_0}$, avec l_0 la longueur utile de l'éprouvette et Δl l'allongement, est le même que celui à l'échelle du grains ($F_{zz}^{\text{Grain}} = F_{zz}^{\text{Éprouvette}}$) alors que cela n'est vrai qu'en moyenne ($<F_{zz}^{\text{Grain}}> = F_{zz}^{\text{Éprouvette}}$). Il a été montré en annexe que l'écart type entre F_{zz}^{Grain} et $F_{zz}^{\text{Éprouvette}}$ est de l'ordre de 15 %.

4.2.b Loi de plasticité cristalline et identification des paramètres

La loi de comportement utilisée dans les simulations pour la matrice entourant les cavités est une loi cristalline CFC. Cette loi ainsi que son implémentation dans le cadre des grandes transformations a été décrite en détails dans (Han, 2012). Cette loi considère les glissements dans les 12 systèmes de glissement d'un matériau CFC et fait intervenir les densités de dislocations pour la modélisation de l'écrouissage. La loi a un certain nombre de paramètres dont certains qu'il faut ajuster à partir d'essais mécaniques. C'est le cas de ceux décrivant l'écrouissage qui est régi par l'équation suivante :

$$\tau_c^s = \tau_0 + \tau_\mu = \tau_0 + \mu \sqrt{\sum_u a^{su} r^u} \tag{III.6}$$

La cission résolue critique dans chaque système τ_c^s s'écrit comme la somme d'une cission critique athermique τ_μ dépendant de la densité de dislocations et de τ_0 dépendant de la température, avec r^u la densité de dislocations normalisée dans chaque système u ($r^u = b_D^2 \rho^u$), avec le vecteur de Burgers ($b_D = 2,54\ 10^{-10}$ m). μ est le module de

cisaillement macroscopique et a^{su} est une matrice 12 x 12 avec 6 coefficients indépendants qui caractérisent les interactions entre les dislocations de différents systèmes.

L'évolution de la densité de dislocations dans chaque système s est décrite par l'équation III.7.

$$\dot{r}^s = \left(\frac{\sqrt{\sum_s b^{su} r^u}}{\kappa} - G_c r^s \right) |\dot{\gamma}^s| \tag{III.7}$$

L'équation est composée d'un terme multiplicateur et un terme d'annihilation. b^{su} est une matrice d'interactions de la même forme que a^{su}. κ est un facteur de proportionnalité qui dépend du nombre d'obstacles moyen que franchisent les dislocations avant de s'immobiliser. G_c caractérise les mécanismes d'annihilation des dislocations.

Identification des paramètres de la loi Les irradiations à 600°C d'un acier inoxydable austénitique conduites dans cette étude permettent de générer une forte densité de cavités avec peu de boucles de Frank. En effet, à cette température, les boucles de Frank se défautent pour former des dislocations. La matrice autour des cavités est donc composée d'une forte densité de dislocations ainsi que d'une population restreinte de boucles de Frank. L'épaisseur de la couche irradiée étant d'environ 1 μm, il est impossible d'identifier les paramètres uniquement à partir d'essais mécaniques conventionnels sur cette couche. Cela nécessiterait par exemple des essais micromécaniques de type micro-poutre (Haque and Saif, 2003). La solution utilisée pour modéliser la matrice est d'ajuster les paramètres de la loi sur le comportement du matériau non irradié puis d'utiliser la densité de dislocations déterminée par les observations MET comme densité de dislocations initiale (voir partie 3.1.a, $\rho_0 = 5\ 10^{14}$ m^{-2}, $r_0^s = 2,69\ 10^{-6}$). L'hypothèse faite ici néglige le durcissement induit par les boucles de Frank et est raisonnable car l'estimation par le modèle de la barrière dispersée de la contribution des boucles au durcissement (Seeger et al., 1957) donne $\Delta\sigma_y = M\alpha\mu b\sqrt{Nd} \simeq 18$ MPa (avec M = 3,06 ; $\alpha = 0,7$; $b = 2,54\,10^{-10}$ m ; $\mu = 75000$ MPa ; N = 10^{-8} m et d = $2\,10^{-19}$ m^{-3}). De plus, étant donné la faible densité de boucles de Frank, la localisation de la déformation (telle que décrite dans le chapitre II) n'est pas observée.

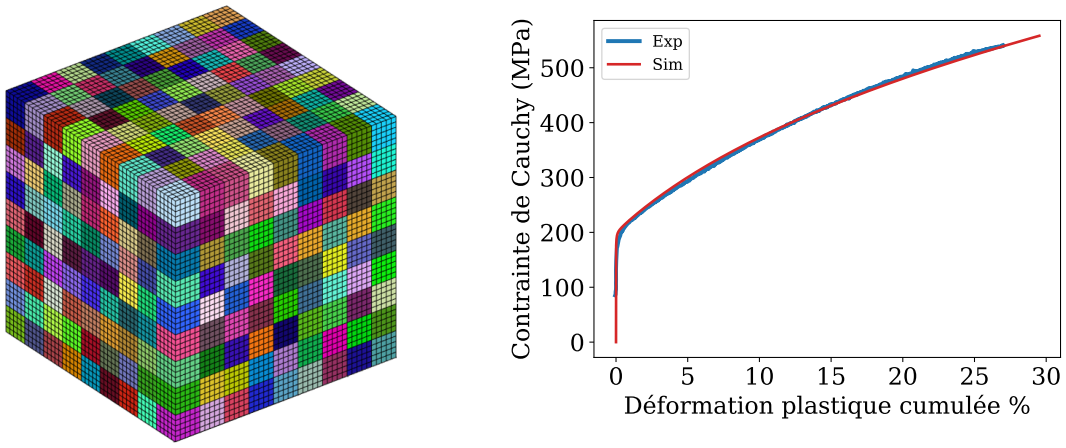
Les paramètres de la loi de comportement sont résumés dans le tableau III.3. Les trois paramètres (τ_0, κ and G_c) sont ajustés à partir de simulations d'un agrégat cubique polycristallin (9^3 grains avec 5^3 voxels par grains, (figure III.29(a)) en traction simple par comparaison à la courbe expérimentale (figure III.29) conduisant à $\{\tau_0 = 70$ MPa, $\kappa = 10$ MPa, $G_c = 12\}$ avec une densité initiale de dislocation de 10^{10} m^{-2} soit $r_0^s = 5.4\ 10^{-11}$. La convergence des résultats de simulation par rapport à cette discrétisation a été vérifiée.

Afin de modéliser le comportement de la matrice entourant les cavités dans le matériau irradié, la densité de dislocations initiale est prise égale à celle mesurée lors des observations au MET, tous les autres paramètres de la loi etant inchangés. Cela revient à modéliser l'effet de l'irradiation en dehors des cavités comme un pré-écrouissage comme cela est classiquement fait à une échelle macroscopique (Byun and Farrell, 2004).

La courbe de traction d'un agrégat polycristallin par le matériau irradié (sans cavité) est donnée sur la figure III.30(a), en comparaison de celle du matériau non irradié, ainsi que l'évolution de la densité de dislocations. Avec cette modélisation, l'effet de l'irradiation sur la matrice entourant les cavités correspond à un pré-écrouissage de l'ordre de F_{33}-1=0,35.

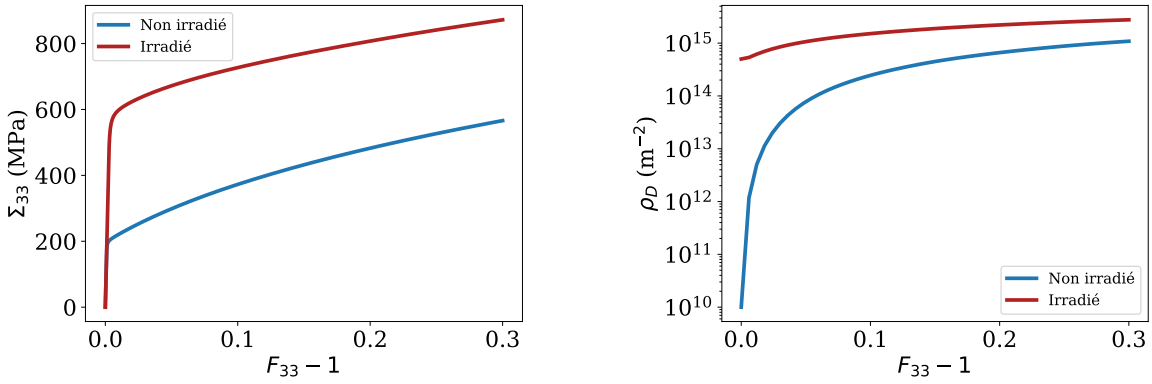
C_{11}	199 GPa	n	15	a_1	0.124
C_{12}	136 GPa	K	10 MPa	a_2	0.124
C_{44}	105 GPa	$\boldsymbol{\tau_0}$	70 MPa	a_3	0.07
μ	65615 MPa	$\boldsymbol{\kappa}$	27.5	a_4	0.625
b_D	$2.54\ 10^{-10}$ m	$\boldsymbol{G_c}$	12	a_5	0.137
r_0^s	$2.69\ 10^{-6}$ m^{-2}	b_i	$1-\delta_{i1}$	a_6	0.122

Tableau III.3 – Paramètres de la loi de comportement utilisée pour les simulations. Les paramètres en gras sont ajustés par optimisation inverse à partir d'un essai de traction sur matériau non irradié. La densité de dislocations r_0^s correspond à $\rho_0 = 5\ 10^{14}$ m^{-2}.



(a) (b)

Figure III.29 – (a) Discrétisation de l'agrégat utilisé pour l'identification (9^3 grains, 5^3 voxels par grains). (b) Courbe de traction rationnelle à 300°C d'un échantillon de 304L hypertrempé et de la simulation de l'agrégat polycristallin avec les paramètres $\{\tau_0,\ \kappa,\ G_c\}$ ajustés.

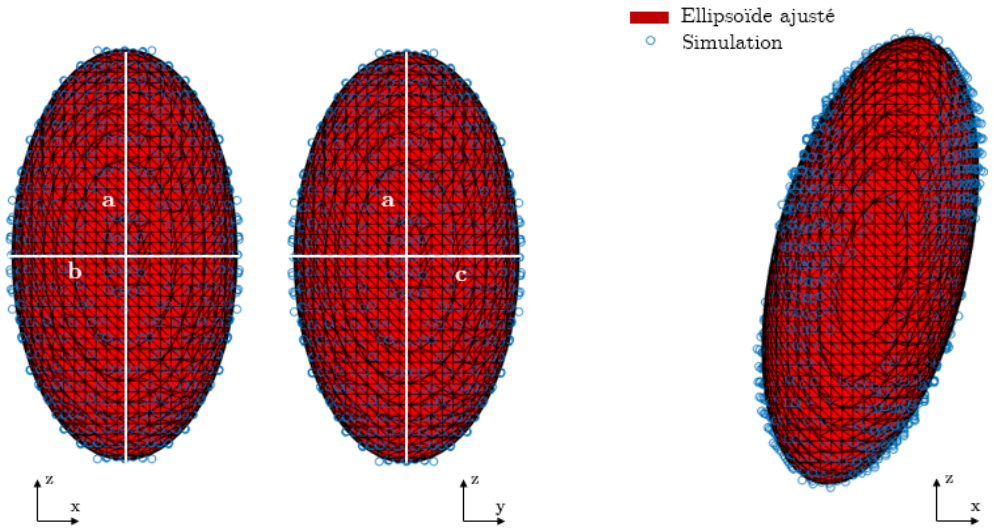


(a) (b)

Figure III.30 – (a) Courbes de traction rationnelles simulées d'un agrégat polycristallin avec les paramètres ajustés (à l'état non irradié), avec la densité de dislocations initiale fixée à 5.10^{14} m^{-2} (Irradié) et 10^{10} m^{-2} (non irradié). (b) Évolution de la densité moyenne de dislocations dans l'agrégat.

Calcul du rapport d'aspect Le post-traitement des résultats de calculs est effectué en calculant le rapport d'aspect de la cavité, c'est-à-dire le rapport entre la dimension la

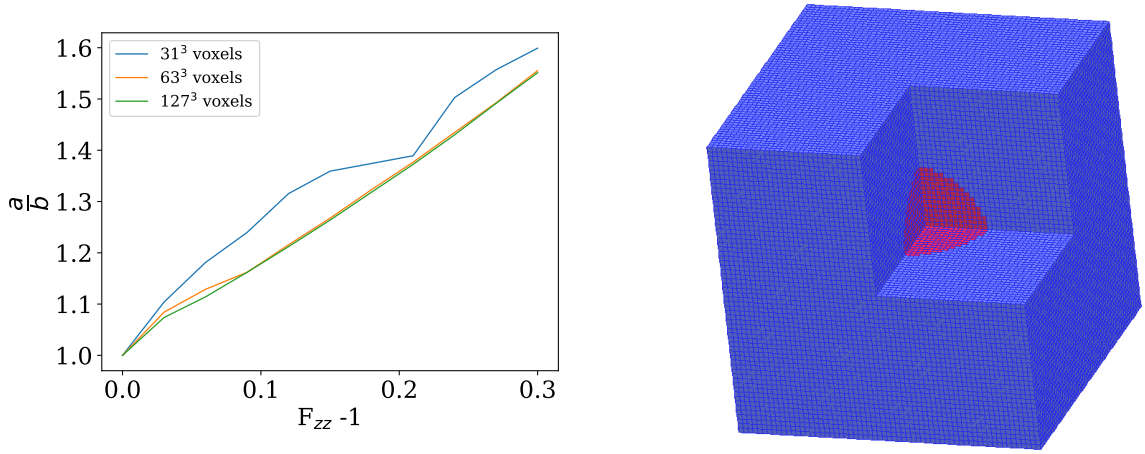
plus grande sur la dimension perpendiculaire. La mesure du rapport d'aspect est calculée de la même façon que pour les expériences : les cavités déformées sont ajustées par un ellipsoïde, et le rapport d'aspect R est calculé comme le rapport du demi axe le plus grand sur la moyenne des deux plus petits demi axes $R = \frac{2a}{b+c}$. Pour les simulations dont l'orientation cristalline a été déterminée à partir de l'expérience, le rapport d'aspect est simplement $\frac{a}{b}$ et correspond à l'observation. Par la suite, le rapport d'aspect est noté dans tous les cas $\frac{a}{b}$. La comparaison de cavités déformées obtenues par le calcul et leur approximation par un ellipsoïde est montrée sur la figure III.31. Deux cas sont présentés, le premier est celui pour lequel l'approximation est la meilleure, le second est celui pour lequel l'approximation est la moins bonne parmi tous les cas testés avec un critère basé sur la somme des moindres carrés. Même pour le cas le plus défavorable, l'approximation par un ellipsoïde est largement suffisante pour la comparaison aux résultats expérimentaux.



(a) (b)

Figure III.31 – (a) Mesures des grands diamètres et du rapport d'aspect $R = \frac{a}{b} = \frac{2a}{b+c}$. (b) Comparaison de la forme des cavités déformées avec l'approximation par un ellipsoïde dans le cas (b) le moins favorable (Orientation aléatoire n°7).

Convergence La convergence des résultats de simulation à la discrétisation a été étudiée : le critère de convergence utilisé est le rapport d'aspect car c'est la donnée qui est comparée aux résultats expérimentaux. La figure III.32(a) montre les résultats pour 3 discrétisations. Par la suite, toutes les simulations sont faites en utilisant une discrétisation de 63^3 voxels (figure III.32(b)).



(a) (b)

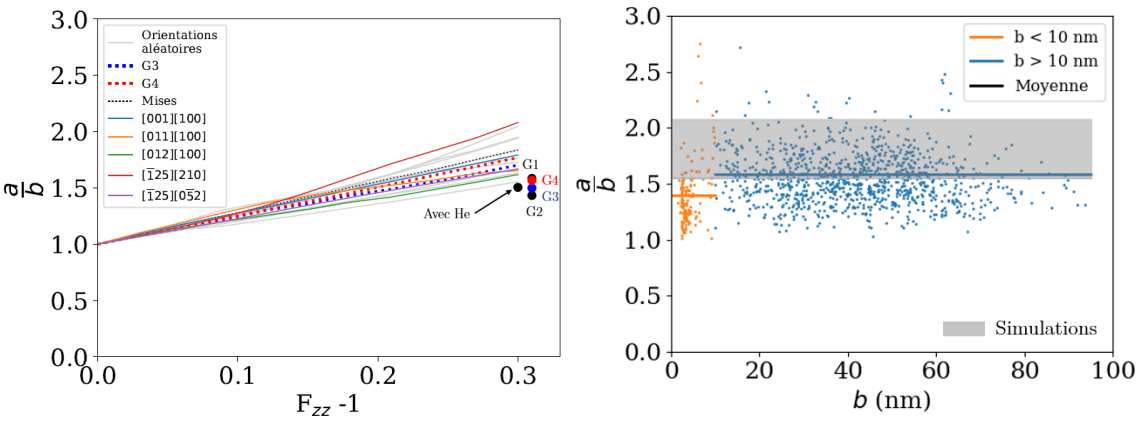
Figure III.32 – (a) Convergence de la discrétisation pour trois niveaux de discrétisation 31^3, 63^3, 127^3 voxels, plasticité cristalline avec une orientation aléatoire. (b) Discrétisation de 63^3 voxels utilisée pour les simulations, porosité 4%.

4.2.c Comparaisons aux résultats expérimentaux

La figure III.33(b) montre l'évolution du rapport d'aspect en fonction du gradient de la transformation axiale ($F_{zz} = 1 - \frac{\Delta l}{l_0}$) ainsi que la moyenne des résultats expérimentaux dans différents grains. La figure III.33(b) compare l'ensemble des résultats expérimentaux aux valeurs extrêmes des simulations. Celles-ci montrent une large variation de l'évolution du rapport d'aspect en fonction de l'orientation cristalline, mais ne sont pas en accord quantitatif avec les résultats expérimentaux : la déformation des cavités simulée est plus importante que celle mesurée expérimentalement et ce pour toutes les valeurs de b. La figure III.33(b) montre que la dispersion de la déformation des cavités mesurée expérimentalement est largement supérieure à la variation due à l'orientation cristalline déterminée par les simulations.

L'analyse du niveau de déformation des grains dans un agrégat polycristallin (annexe B) montre que les grains ont une déformation pouvant différer jusqu'à 30 % par rapport à la déformation moyenne. Ces écarts pourraient expliquer la dispersion expérimentale du rapport d'aspect observée. Cependant cette hypothèse ne semble pas être la bonne pour deux raisons. Premièrement parce que les valeurs moyennes du rapport d'aspect dans les différents grains sont proches et deuxièmement parce que la dispersion et aussi observée dans une zone d'observation bien inférieure à la taille du grain (figure III.21).

Des simulations additionnelles ont aussi été réalisées en utilisant une loi de comportement de type plasticité isotrope (de von Mises) avec et sans écrouissage afin de vérifier l'effet de l'écrouissage, le but étant d'évaluer l'influence de l'écrouissage sur la déformation des cavités pour déterminer si l'incertitude sur la densité de dislocations initiale induit une erreur sur la déformation des cavités. Il s'avère que dans ces conditions et en plasticité isotrope, les deux courbes d'évolution de $\frac{a}{b}$ sont identiques. Les erreurs d'estimations de la densité de dislocations initiale et qui modifient l'écrouissage n'ont donc pas un effet majeur a priori dans ces conditions.



(a) (b)

Figure III.33 – (a) Évolution du rapport d'aspect de la cavité en fonction du gradient de la transformation axiale (tel que $F_{zz} = 1 + \frac{\Delta l}{l_0}$) pour différentes orientations cristallines pour une cellule poreuse en traction simple. (b) Comparaisons des résultats expérimentaux et des simulations, en gris les limites des simulations numériques.

4.3 Simulations en plasticité cristalline à gradient

Des extensions des lois de plasticité cristalline ont été proposées dans la littérature, qui prennent en compte des effets d'échelles. À titre prospectif à ce stade, l'une de ces lois de plasticité cristalline à gradient est utilisée afin d'évaluer sa capacité à reproduire de plus petites évolutions du rapport d'aspect pour de petites cavités. Cette partie a donc pour objectif de comparer les résultats entre une simulation de cellule poreuse en plasticité cristalline conventionnelle et une simulation utilisant un modèle de plasticité cristalline à gradient qui prend en compte une longueur caractéristique. La loi de plasticité cristalline conventionnelle est celle utilisée précédemment et détaillée dans la partie 4.2.b. La loi de plasticité cristalline à gradient utilisée est celle développée dans le thèse de Chao Ling (Ling, 2017) et basée sur une approche micromorphe. L'ensemble des équations est détaillé dans (Ling et al., 2018). Il est hors de notre propos ici de décrire cette loi en détail, mais simplement de rappeler qu'elle fait intervenir une longueur caractéristique λ_0 qui est à comparer à la taille de la cavité R.

Deux simulations ont été réalisées, une première dans la limite $\frac{\lambda_0}{R} \to 0$, ce qui correspond à la plasticité cristalline conventionnelle, et une avec $\frac{\lambda_0}{R} = 3\,10^{-4}$. Les simulations ont été effectuées avec le code éléments finis `ZéBuLoN` par Jean-Michel Scherer, doctorant au Laboratoire de Comportement des Matériaux Irradiés (LCMI). Une cellule poreuse contenant une cavité sphérique (porosité de 1%) est soumise à un chargement de traction uniaxiale avec des conditions aux limites périodiques. L'orientation cristalline est [100][001] dans le repère (x,y). La cellule contient 1000 éléments.

La figure III.34 montre la déformée pour les deux types de loi de comportement et pour un chargement imposé $F_{11} - 1 = 0,30$. Dans le cas de la simulation en plasticité cristalline à gradient, la cavité se déforme moins et garde un forme plus ronde. Le rapport d'aspect des cavités diffère de 10%. Ces simulations montrent que pour le chargement considéré, l'utilisation de la plasticité cristalline à gradient est de nature à permettre de se rapprocher des résultats expérimentaux pour les cavités >10nm. Si l'utilisation d'une longueur caractéristique semble de nature à réduire l'évolution du rapport d'aspect et de se rapprocher des résultats expérimentaux pour les cavités >10nm, un autre phénomène

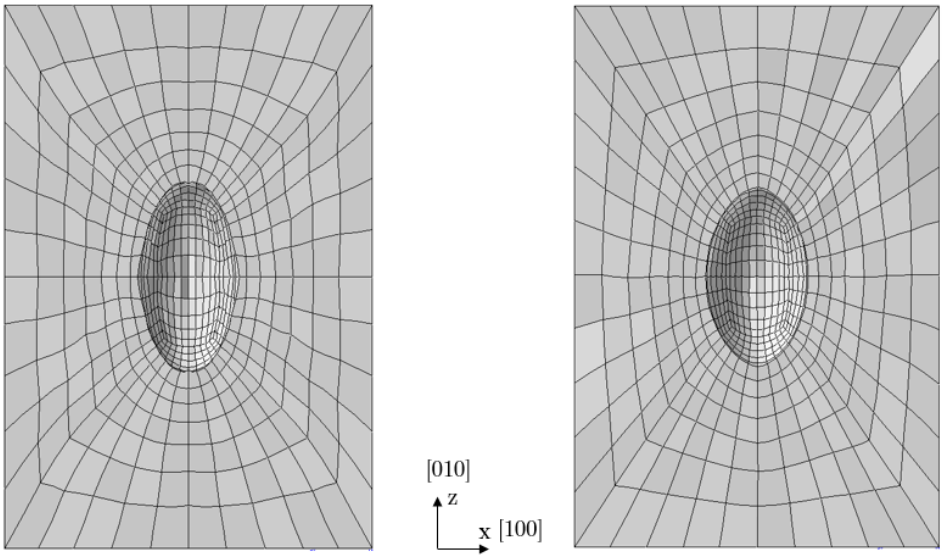


Figure III.34 – Déformée d'une cavité en : (a) plasticité cristalline conventionnelle. (b) plasticité cristalline à gradient ($F_{11} - 1 = 0.30$) avec $\frac{\lambda_0}{R} = 3\,10^{-4}$, en traction uniaxiale avec conditions aux limites périodiques

semble en jeu pour les cavités plus petites <10nm pour lesquelles le rapport d'aspect est significativement inférieur. Le but du paragraphe suivant est donc de discuter des différents effets d'échelle prédits dans la littérature.

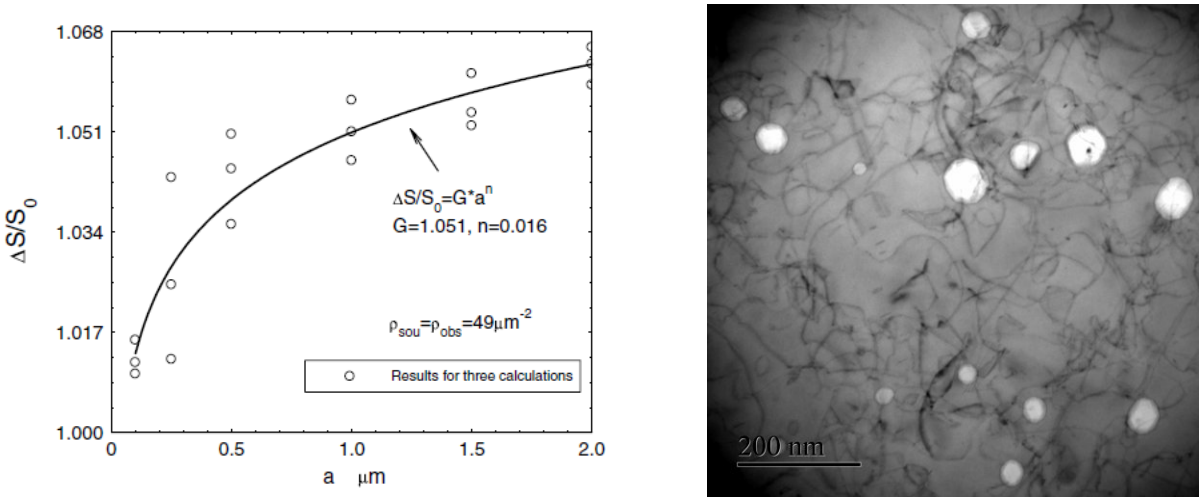
5 Discussion

La déformation de cavités sous chargement mécanique par écoulement plastique est le résultat du mouvement des dislocations et la croissance (ou a minima la déformation) des cavités se fait par intersection des dislocations avec la surface des cavités. La déformation des cavités est donc potentiellement dépendante de la taille caractéristique du réseau de dislocations environnant. D'autres longueurs caractéristiques sont également présentes dans le problème (taille de grain,...). L'enjeu de la discussion – au vu des résultats expérimentaux et des simulations – est d'évaluer les différentes longueurs caractéristiques en jeu afin de discuter les observations expérimentales.

5.1 Hétérogénéité de la déformation

Les résultats des expériences de déformation des cavités nanométriques soumises à un chargement de traction simple montrent une très forte dispersion de la déformation de ces cavités. Des cavités voisines, espacées de 200 nm peuvent avoir un rapport d'aspect (rapport des demi-axes de l'ellipse ajustée aux cavités) différent de plus d'un facteur deux. L'idée que la dispersion pourrait être due à la variation de contrainte à l'intérieur du grain est écartée car la même dispersion est observée dans un grain et dans une zone bien plus petite de 1 μm^2. Cette hétérogénéité de la déformation pourrait prendre son origine dans l'hétérogénéité de la distribution du réseau de dislocations. En effet, la répartition des dislocations n'est pas homogène dans le matériau comme le montre la figure III.35(b). Cette hétérogénéité est probablement aussi présente dans le mouvement des dislocations, les dislocations évoluant potentiellement dans des chemins préférentiels. La dispersion de

croissance de cavités associée à la distribution aléatoire de dislocations est observée dans des simulations de dynamique de dislocations discrète (DDD) (Huang et al., 2007). Dans ces simulations, la dispersion est associée à la distribution aléatoire initiale des dislocations (figure III.35(a)).



(a) (b)

Figure III.35 – (a) Influence de la distribution du réseau de dislocations initial sur la croissance (variation de la surface $\frac{\Delta S}{S_0}$) de cavité soumise à de la traction equibiaxiale en fonction de la taille initiale de la cavité a (simulation DDD), $\varepsilon_e = 0.0011$ (Huang et al., 2007). (b) Illustration de l'hétérogénéité du réseau de dislocations de la première irradiation.

5.2 Effet de l'orientation cristallographique

Un fort effet de l'orientation cristallographique est prédit par les simulations. Pour les différentes orientations étudiées, la variation du rapport d'aspect ($\frac{a}{b}$) est de 20% pour une même déformation axiale appliquée aux grains. Cette variation du rapport d'aspect simulé dans différentes orientations est supérieure à la variation de déformation moyenne des cavités dans les grains étudiés qui est de 10% (figure III.33(a)). De plus, la dispersion de la déformation dans les expériences (>100%) est largement supérieure à la dispersion due à l'orientation cristallographique (figure III.33(b)). L'effet de l'orientation cristallographique ne permet pas d'expliquer l'ensemble de la dispersion de déformation observée expérimentalement.

5.3 Effets d'échelles ?

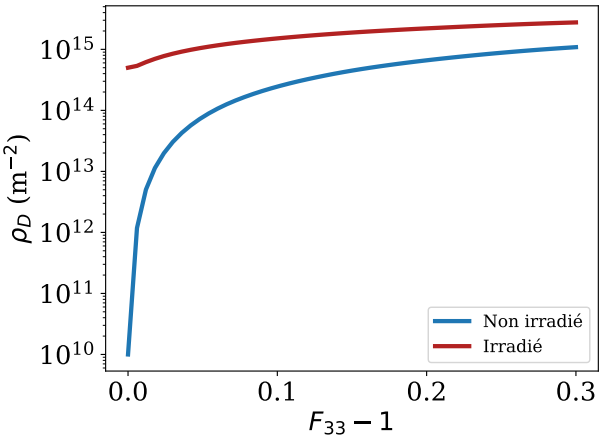
5.3.a Longueur caractéristique du réseau de dislocations

La déformation des cavités de plus de 10 nm ne dépend pas de leur taille pour les expériences réalisées dans cette étude. Cependant, en valeur moyenne, les observations expérimentales ne sont pas quantitativement en accord avec les simulations numériques. La déformation des cavités observées est plus petite que celle des simulations. Un effet de taille pour cette gamme de taille de cavités peut être envisagé. Pour les cavités les plus petites, un plus fort effet de la taille sur la déformation est observé. L'effet de taille observé pourrait provenir du rapport de la densité de dislocations devant la taille de la cavité.

Pour une densité de dislocations donnée et homogène, plus une cavité est petite, plus la probabilité d'une interaction entre les dislocations et la cavité est faible et donc moins la cavité sera déformée. Pour une densité de dislocations initiale d'environ 5.10^{14} m^{-2}, l'ordre de grandeur de la taille caractéristique du réseau de dislocations (l'écart moyen entre dislocations) est $l_D \sim \frac{1}{\sqrt{\rho_D}} \sim 45$ nm (tableau III.36(a)). La distance entre les dislocations est donc de l'ordre de grandeur de la taille des cavités ce qui pourrait justifier l'absence de variation du rapport d'aspect avec la taille pour les cavités de plus de 10 nm. Dans le cas limite où $R \ll l_D$ (par exemple une lacune), il est attendu une absence de déformation plastique à cette échelle, ce qui laisse à penser que cet effet est de nature à expliquer l'effet de taille observé pour les cavités de moins de 10 nm observé dans cette étude.

p (%)	ρ_D (m^{-2})	l_D (nm)
0	10^{10}	10 000
0.05	10^{11}	3162
0.5	10^{12}	1000
1.7	10^{13}	316
5.6	10^{14}	100
15.0	5.10^{14}	45
24.6	10^{15}	32
-	10^{16}	10
-	10^{17}	3.2

(a)



(b)

Figure III.36 – (a) Densité de dislocations (ρ_D) et longueur caractéristique du réseau associée ($l_D = \frac{1}{\sqrt{l_D}}$). La correspondance entre le niveau de déformation et la densité de dislocations provient des simulations sur agrégat polycristallin en traction simple (voir annexe B). (b) Évolution de la densité de dislocations en fonction de la déformation pour deux densités de dislocations initiales.

Après irradiation, la densité de dislocations est très importante ce qui diminue fortement cette longueur caractéristique l_D et a priori tend à réduire l'effet de taille. Pour observer un effet de taille il faudrait une densité de dislocations beaucoup plus faible. Un recuit à 800°C pendant une heure a été réalisé pour tenter de diminuer la densité de dislocations tout en conservant les cavités. L'effet du recuit sur la densité de dislocations n'a cependant pas été observé. Les efforts pour obtenir un matériau avec initialement moins de dislocations ont aussi été abandonnés pour une autre raison : l'évolution de la densité de dislocations dans un acier inoxydable hypertrempé est extrêmement rapide dès les très faibles niveaux de déformation. Les potentiels effets d'échelle associés à ce phénomène sont donc essentiellement présents que pour de faibles niveaux de déformations. Pour deux matériaux nano-poreux aux densités de dislocations différentes, les effets de taille ne vont être présents qu'aux faibles niveaux de déformation du matériau avec une faible densité de dislocations initiale. Une fois que la taille caractéristique du réseau de dislocations sera de l'ordre de grandeur de la taille des cavités, l'effet de taille deviendra négligeable. Il en résultera un décalage dans la déformation des cavités entre les matériaux aux densités de dislocations initiales différentes. Il s'avère que ce décalage pour un acier hypertrempé ne peut être que de quelques pourcents à quelques dizaines de pourcents suivant la taille des cavités et est donc négligeable. Cet effet de décalage est observé dans les simulations

numériques de croissance de cavités en dynamique des dislocations par (Huang et al., 2007) et (Chang et al., 2015) (figure III.37). Ces figures montrent l'évolution de la surface (simulation 2D) ou du volume (simulation 3D) lors de simulation de croissance de cavités où le décalage en déformation est très faible.

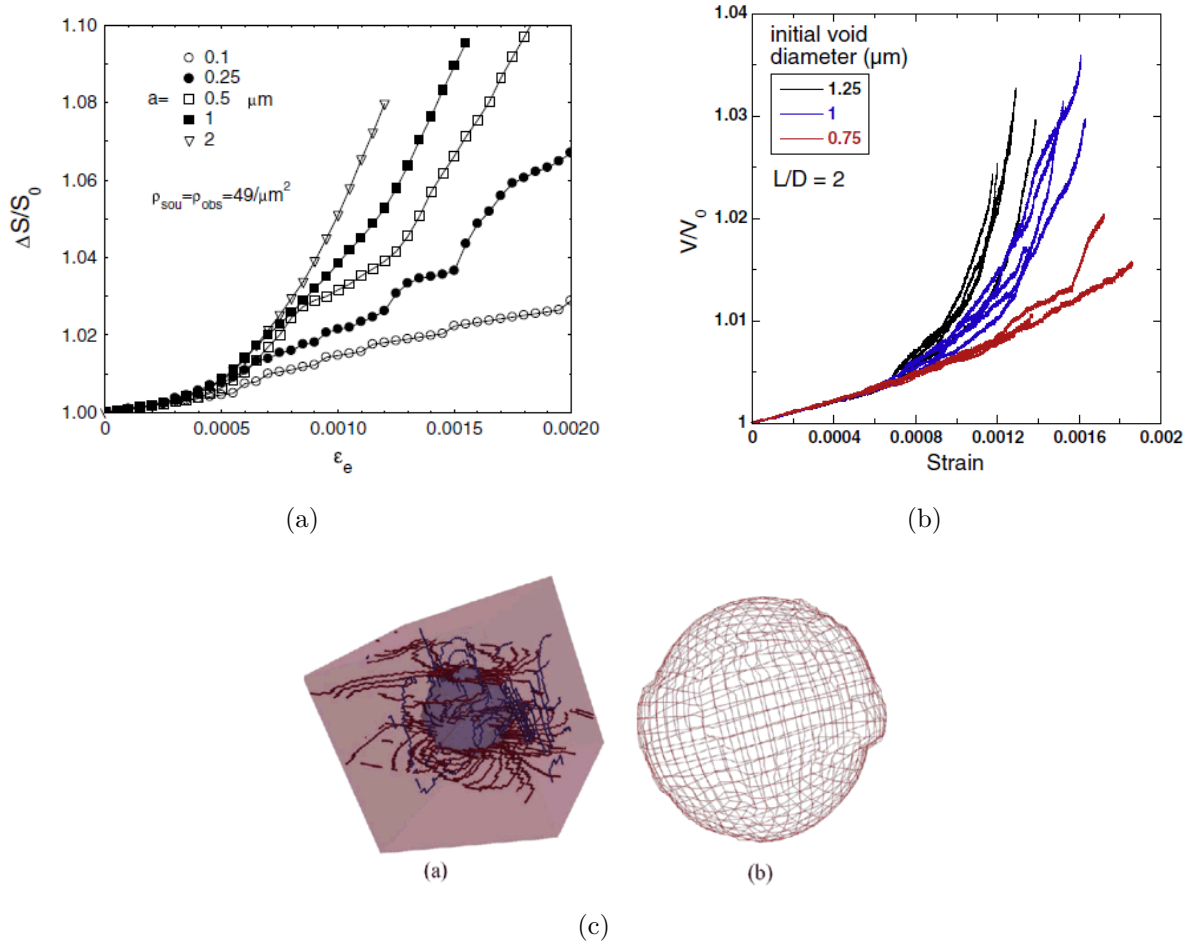


Figure III.37 – Croissance de cavités en fonction de la déformation pour différentes tailles de cavités par des simulations de dynamique des dislocations 2D ou 3D. (a) Variation de surface, densité de dislocations initiale $\rho_D = 5\ 10^{13}$ m^{-2} ($l_D = 143$ nm) (Huang et al., 2007). (b) Variation de volume $\rho_D = 10^{13}$ m^{-2} ($l_D = 3161$ nm). (c) Déformée de la cavité pour une déformation de 0.15 % (déplacement amplifié de 20 %) (Chang et al., 2015).

5.3.b Effet des dislocations géométriquement nécessaires

Une distinction entre dislocations stockées statistiquement (SSD : Statistically Stored Dislocations) et dislocations géométriquement nécessaires (GND : Geometrically Necessary Dislocations) a été proposée par (Ashby, 1970). Le concept en est le suivant : un gradient de déformation nécessite la présence de dislocations pour des raisons géométriques. La densité de ces dislocations géométriquement nécessaires ρ_{GND} est de l'ordre de $\frac{1}{\text{bR}}$ avec b le vecteur de Burgers et R la taille caractéristique du gradient (Fleck and Hutchinson, 1994). Cela implique que la densité de dislocations géométriquement nécessaires autour d'une cavité de 100 nm qui se déforme de manière isotrope est de l'ordre de 10^{17} m^{-2}, très supérieure à la densité initiale de dislocations. Tout se passe donc comme si le matériau entourant les nanocavités était très dur, ce qui limite la déformation.

Quand la densité de GND induite par les gradients de déformation dans la matrice autour de la cavité devient non négligeable devant la densité de SSD, un effet de taille apparaît. Cet effet de taille résulte d'un écrouissage local qui tend à diminuer la déformation de la matrice autour de la cavité et donc à restreindre la croissance. Plus la cavité est petite plus les gradients de déformation sont importants et donc plus la croissance sera faible.

Cet effet peut être modélisé par des lois de plasticité à gradient en introduisant des longueurs caractéristiques (Fleck and Hutchinson, 1994). Les études de croissance de cavités utilisant ces modèles (Fleck, 2001)(Borg et al., 2008)(Ling et al., 2016) montrent des effets de taille importants. La question de la validité de ces modèles se pose pour des cavités nanométriques alors que la densité de dislocations est faible devant la taille de la cavité. Les simulations numériques montrent qu'en introduisant un effet du gradient de la déformation, les cavités se déforment moins. Cet effet, pris en compte dans les simulations de plasticité cristalline à gradient comme dans le paragraphe 4.3, induit une réduction de la déformation des cavités de taille inférieure à la taille caractéristique, ce qui va dans le sens des observations expérimentales.

5.3.c Effet de tension de surface

La présence d'une interface vide/matière induit l'existence d'une énergie de surface γS (ou tension de surface). Cette tension de surface résiste à la déformation de l'interface. L'énergie nécessaire à la déformation de l'interface devient non négligeable devant l'énergie nécessaire à déformer la matrice pour des cavités très petites, de quelques nanomètres. Pour une cavité de taille R qui se déforme de ΔR, la dissipation plastique de l'énergie de surface s'écrit $\gamma R \Delta R$, à comparer à la dissipation plastique dans le matériau, $\sigma_0 \left(\frac{\Delta R}{R}\right)^2 R^3$, ce qui conduit à une nouvelle longueur caractéristique $\frac{\gamma}{\sigma_0}$. Pour $\frac{\gamma}{\sigma_0} > R$, la tension de surface devient non négligeable. La valeur de l'énergie d'interface γ est de l'ordre de 1 $J.m^{-2}$ (Tran et al., 2016)(Brown and Mazey, 1964), ce qui donne une longueur caractéristique de 5 nm pour une limite d'élasticité de 200 MPa ou encore 1 nm pour $\sigma_0 = 1000$ MPa. L'effet de la surface pourrait être celui observé pour les plus petites cavités (< 10 nm).

Le tableau III.4 résume les différents phénomènes physiques qui sont susceptibles d'intervenir sur les mécanismes de déformation des nano-cavités ainsi que les grandeurs physiques qui les pilotent.

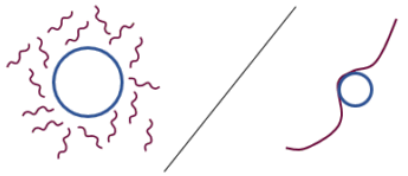
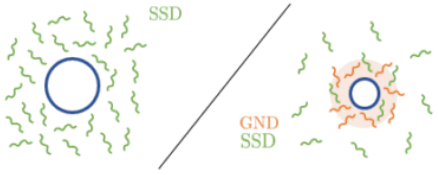
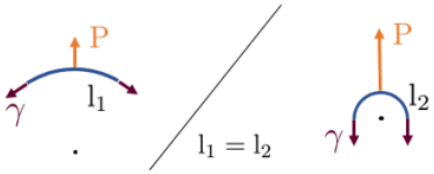
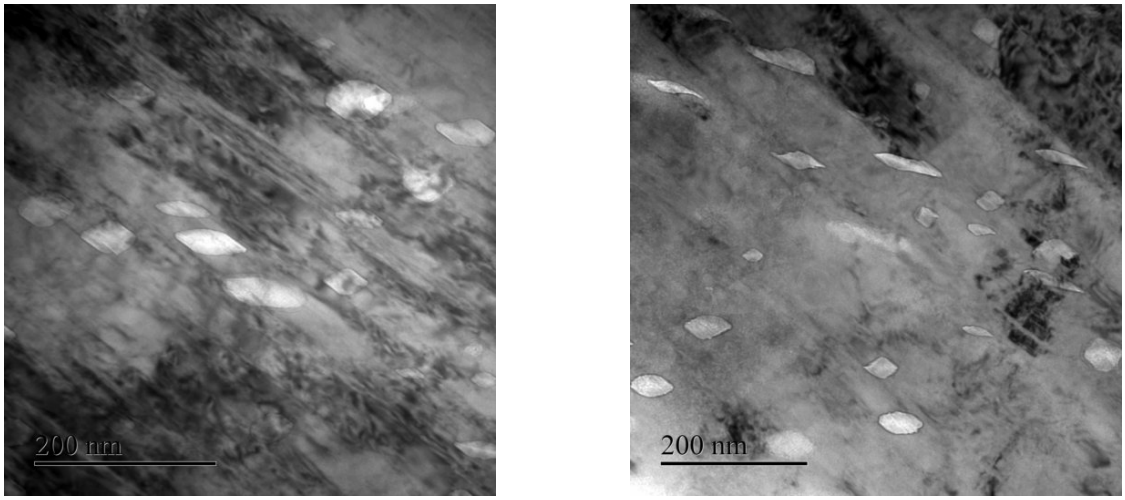
Grandeur physique / Longueur caractéristique	Signification physique	Illustration
Taille de grain D_g	$R \gg D_g$: Prise en compte de la plasticité classique (Mises, Hill) / $R \ll D_g$: Prise en compte de la plasticité cristalline	
Densité de dislocation ρ / $\frac{1}{\sqrt{\rho}}$	$R \gg \frac{1}{\sqrt{\rho}}$: Plasticité à l'échelle de la cavité / $R \ll \frac{1}{\sqrt{\rho}}$: Pas de plasticité à l'échelle de la cavité	
Densité de dislocations géométriquement nécessaires $\frac{1}{bR}$ / $\sqrt{bR}$	$\rho \gg \frac{1}{bR}$: Pas d'effet de gradient / $\rho \ll \frac{1}{bR}$: Prise en compte de lois de plasticité à gradient	
Tension de surface γ / $\frac{\gamma}{\sigma_0}$	$R \gg \frac{\gamma}{\sigma_0}$: Tension de surface négligeable / $R \ll \frac{\gamma}{\sigma_0}$: Prise en compte de l'effet de surface	

Tableau III.4 – Mécanismes physiques intervenant dans la déformation de cavités et longueurs caractéristiques associées.

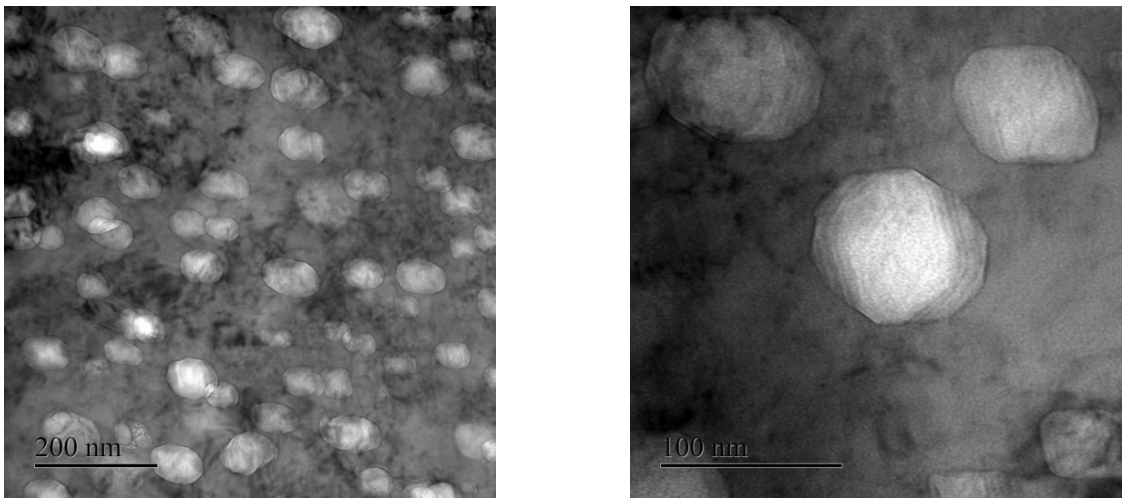
Autre taille caractéristique du problème / déformation à température ambiante Des essais de déformation de cavités nanométriques ont été effectués à température ambiante dans le matériau irradié aux ions carbone. Les observations montrent des cavités très fortement cisaillées. La figure III.38 montre des cavités cisaillées dans des bandes de glissement s'apparentant à du maclage. Sur la figure III.39 il est possible de voir les marches en surface des cavités formées par les plans de glissement. La figure III.40 illustre cette observation. Aucune observation de ce type n'a été faite dans les échantillons déformés à 300°C où la déformation est homogène et se fait par glissement des dislocations. La déformation en température est plus homogène à cette échelle. Ces observations sont en accord avec les modes de déformation des aciers inoxydables austénitiques. Dans ces conditions, il semble difficile de pouvoir modéliser la déformation de cavités à température ambiante à l'aide de simulations en plasticité cristalline sans prise en compte du maclage, ce qui serait une perspective de cette étude.

Les observations des cavités déformées à température ambiante montrent des cavités cisaillées ce qui est la marque d'une hétérogénéité de la déformation. Cette hétérogénéité de la déformation est différente de l'hétérogénéité observée à 300°C car dans ce cas, la plasticité est discontinue à cette échelle d'observation. Il y a donc deux paramètres de taille caractéristique. L'un est relié à la taille caractéristique du réseau de dislocations $l_D = \frac{1}{\sqrt{\rho_D}}$ et l'autre relié à l'hétérogénéité du réseau des dislocations et de leur mouvement.



(a) (b)

Figure III.38 – Irradiations aux ions carbone. Observation MET de cavités déformées. 30% de déformation plastique macroscopique à 25°C.



(a) (b)

Figure III.39 – Observation MET de cavités déformées. 30% de déformation plastique macroscopique à 25°C.

5.3.d Effet de taille et rupture ductile

L'objectif final de l'étude de la déformation des cavités nanométriques est de mieux connaître l'influence des cavités formées sous irradiation sur la rupture ductile.

Des expériences de traction in-situ MET dans un matériau fortement gonflé ont été réalisées récemment par (Ding et al., 2016). La figure III.41 montre la croissance et la coalescence de nano-bulles d'Hélium dans du cuivre fortement gonflé. Ces observations montrent qu'à cette échelle les nano-cavités se déforment, croissent et coalescent de la même manière que des cavités micrométriques. Ces expériences in-situ MET ne permettent pas d'appréhender les potentiels effets d'échelle mais montrent qualitativement que les mécanismes de déformation des cavités nanométriques sont largement similaires aux cavités micrométriques de la rupture ductile classique. Ces observations sont cohérentes avec

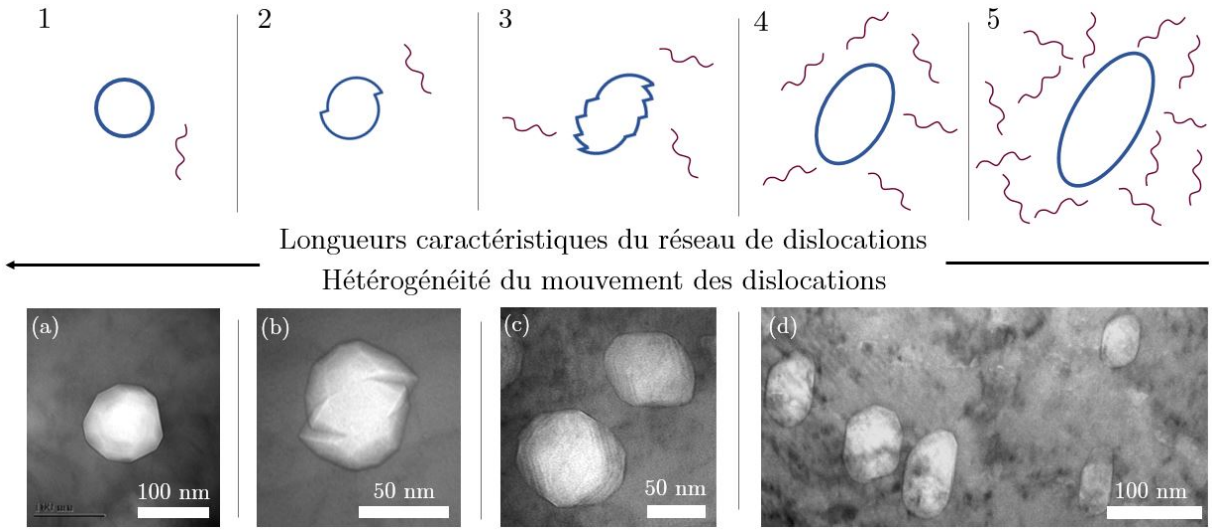
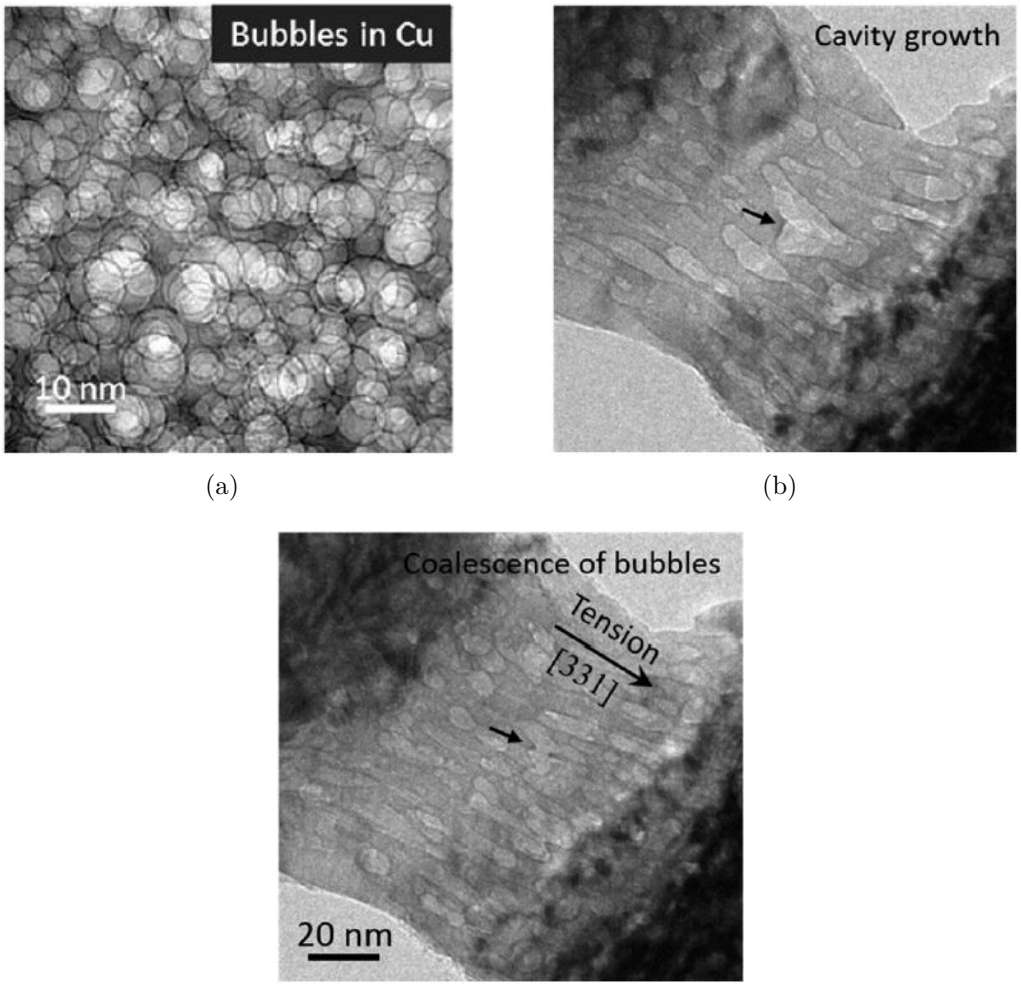


Figure III.40 – Mécanisme de déformation des cavités en fonction de la taille caractéristique du réseau de dislocations et de son hétérogénéité. (a) cavité non déformée (b) cavité cisaillée : déformation très hétérogène et non continue (c) observation de "marche" en surface des cavités (d) cavité déformée de manière continue à cette échelle.

les observations des faciès de rupture de matériaux avec une forte densité de cavités nanométriques (matériaux fortement irradiés des Réacteurs à Neutrons Rapides). Les faciès de rupture de ces matériaux sont en effet constitués de cupules nanométriques qui sont le résultat de la croissance et de la coalescence de cavités nanométriques (figure III.42).

L'effet de taille associé à la densité de dislocations dans le cadre de la rupture ductile par croissance de cavités nanométriques dans les matériaux irradiés ne semble donc pas être significatif, et ne serait probablement pas à prendre en compte pour des cavités de plus de 10 nm. Il l'est d'autant moins que la dispersion associée à l'hétérogénéité de la plasticité à cette échelle est largement prépondérante.

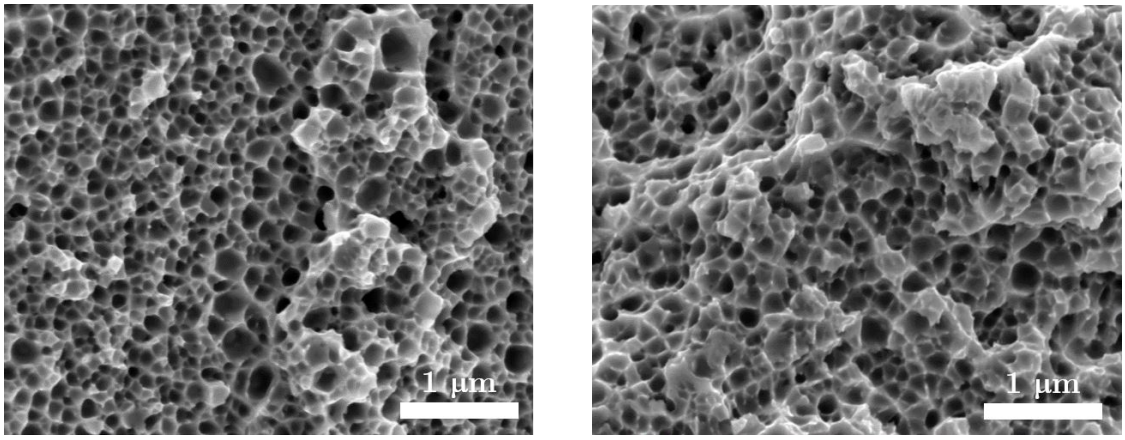
Au bilan, la croissance de nano-cavités et les effets d'échelle associés sont pilotés par des mécanismes aux origines physiques différentes qui n'interviennent pas aux mêmes échelles. Les effets d'échelle peuvent provenir au moins de quatre mécanismes distincts : un effet d'orientation cristalline, deux effets de taille relatifs aux dislocations (l'un à la densité de dislocations et l'autre aux dislocations géométriquement nécessaires), le quatrième est généré par l'énergie de surface de la cavité. Pour les plus petites cavités (<10 nm) qui se déforment moins par exemple par un effet de tension de surface ou de dislocations géométriquement nécessaires, il est légitime de se poser la question de leur influence sur le comportement macroscopique. En effet, elles agissent comme barrière à la mobilité des dislocations (telles les inclusions), et un durcissement du matériau en résulte. Le cas contraire (distance caractéristique liée aux dislocations très petites devant la taille des cavités) correspond au cadre classique de la rupture ductile (croissance et coalescence de cavités sous chargement mécanique et adoucissement du matériau). Entre les deux mécanismes, l'effet de gradient de déformation (via les GND) et la tension de surface peuvent intervenir sur le durcissement/adoucissement relatif du matériau nano-poreux. On peut résumer ces effets par la figure III.43.



(a) (b)

(c)

Figure III.41 – Essais de traction in-situ MET d'un échantillon de cuivre très fortement gonflé irradié aux ions hélium. (a) Nano-bulles avant déformation (b,c) pendant l'essai de traction. La croissance et la coalescence des bulles mènent à la rupture du matériau (Ding et al., 2016).



(a) (b)

Figure III.42 – Faciès de rupture d'une gaine combustible en acier inoxydable austénitique (15%Ni-15%Cr-Ti) irradiée à 124 dpa et 512°C. (Courcelle et al., 2018).

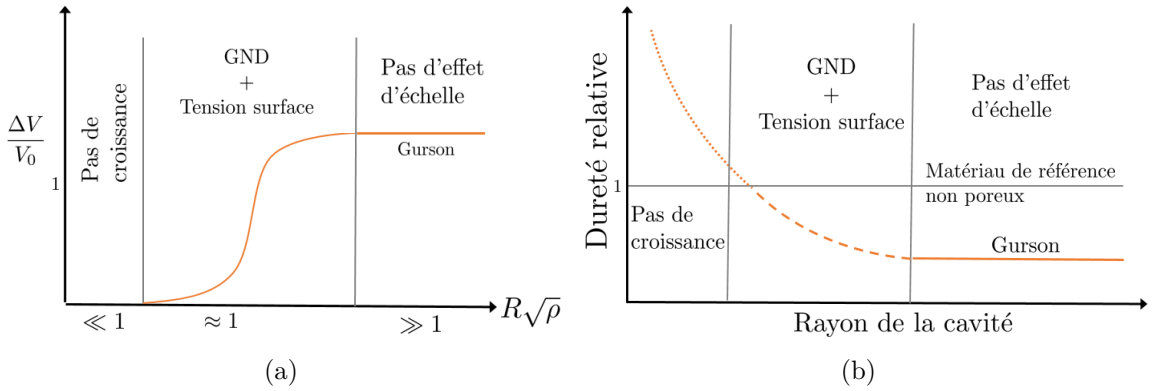


Figure III.43 – (a) Effet du rapport de la densité de dislocations par rapport à la taille de la cavité sur la croissance de cavité pour un niveau de déformation donné. (b) Effet de la taille de cavité sur la dureté du matériau poreux à porosité et densité de dislocations données.

6 Conclusions et Perspectives

Les matériaux utilisés dans les réacteurs nucléaires et soumis à l'irradiation peuvent faire apparaître des cavités nanométriques. La question de leur prise en compte dans la modélisation de la rupture ductile se pose notamment au vu des effets d'échelle prédits par la littérature, associés à leurs petites tailles. Ce chapitre est dédié à l'investigation de ces questions. L'objectif est de quantifier expérimentalement et interpréter numériquement le comportement de cavités nanométriques soumises à un chargement de traction simple. Des irradiations aux ions lourds ont été utilisées afin de fabriquer deux matériaux nano-poreux modèles. La première irradiation aux ions carbone à 600°C a permis d'obtenir un matériau avec une distribution de cavités de 65 nm de diamètre moyen. La seconde irradiation aux ions Fer 10 MeV précédée d'une pré-implantation d'hélium a permis d'obtenir un matériau contenant de plus petites cavités (<25 nm) et notamment une forte concentration de cavités d'un diamètre inférieur à 5 nm. Par ailleurs, la température d'irradiation choisie conduit à une très faible densité de boucles de Frank ce qui permet de s'affranchir du changement de mécanisme de plasticité (localisation de la déformation) associé à ces boucles de dislocations (et discuté au chapitre II).

Après avoir été soumis à un chargement de traction uniaxiale à 300°C jusqu'à un niveau de déformation macroscopique de 30 %, les matériaux ont été caractérisés en Microscopie Électronique en Transmission (MET). La déformation des cavités est caractérisée par le rapport d'aspect, c'est-à-dire le rapport des axes de la projection 2D des cavités approximées par un ellipsoïde.

En parallèle, des simulations numériques sur cellules poreuses sont réalisées en utilisant le solveur basé sur les transformées de Fourier rapides `AMITEX_FFTP`. Ces simulations sont réalisées principalement avec une loi de plasticité cristalline.

Résultats

— Un effet de taille est observé pour les cavités de moins de 10 nm : une déformation plus faible est observée quand la taille des cavités diminue. La valeur moyenne du rapport d'aspect pour les cavités de moins de 10 nm est de 1.40

— Pour les cavités de 10 à 100 nm, il n'y a pas de variation du rapport d'aspect des cavités en fonction de leur taille. La valeur moyenne du rapport d'aspect pour cette

gamme de taille de cavités est de 1.59

- La déformation des cavités est très hétérogène dans un même grain. Il y a une variation de plus d'un facteur 2 sur le rapport d'aspect et ce jusqu'à des très petites taille de zone d'observation ($< 1\mu m^2$).
- La distribution du rapport d'aspect est similaire suivant l'orientation des grains avec une valeur moyenne très proche (<10%).
- L'hétérogénéité due à la déformation est prépondérante devant l'effet de l'orientation cristallographique.
- Les simulations en plasticité cristalline montrent une dépendance à l'orientation cristalline légèrement plus forte que celle observée expérimentalement.
- En moyenne, les simulations réalisées en plasticité cristalline conventionnelle prédisent une déformation 12% plus importante pour les cavités de plus de 10 nm et 27% plus importante pour les cavités de moins de 10 nm.
- Les simulations qui introduisent des effets d'échelle via une longueur caractéristique permettent de diminuer la déformation des cavités, en accord avec les observations expérimentales.
- Le caractère discret de la plasticité n'est pas observable pour les déformations à 300°C mais il peut l'être à température ambiante.

En conclusion, dans les conditions expérimentales étudiées, au-delà de 10 nm, les cavités nanométriques montrent un mécanisme de déformation cohérent avec ce qui est observé pour des cavités micrométriques. Ces cavités jouent donc un rôle dans la rupture ductile et doivent être prises en compte comme une porosité additionnelle. Les observations de faciès de rupture de matériaux fortement gonflés montrent des cupules nanométriques, ce qui est en accord avec ces affirmations. En dessous de 10 nm, en traction simple, les cavités nanométriques montrent une déformation significativement plus faible que ce qui est attendu a priori du fait du faible nombre de dislocations à cette échelle. Leurs rôles dans la rupture ductile nécessitent donc une étude appropriée par exemple en utilisant des modèles à effet d'échelle. Les modèles de plasticité à gradient qui rendent compte d'une croissance plus faible due à un durcissement local associé aux dislocations géométriquement nécessaires ne retranscrivent pas nécessairement la physique en jeu. Les conclusions de cette étude sont valables pour un matériau avec une faible densité de boucles de Frank. Dans le cas d'un matériau avec une plus grande densité de boucles de dislocations, on peut s'attendre à une plus forte dispersion des résultats à cause des mécanismes de localisation de la déformation de la matrice.

Perspectives : Pour mieux déterminer et observer un effet d'échelle en prenant en compte notamment la coalescence, il serait nécessaire de faire des essais à triaxialité plus élevée, par exemple sur des éprouvettes de ténacité type CT et dans des matériaux poreux massifs. Différents échantillons d'un matériau poreux ayant la même porosité mais avec des distributions de taille de cavités différentes seraient testés. Ils devraient aussi posséder un comportement de la matrice identique. Ces conditions ne sont pas aisées à réaliser. Une idée serait de former ces matériaux par frittage avec des poudres de quelques dizaines de nanomètres en faisant varier la taille de la poudre et/ou les temps de frittage. Pour diminuer et contrôler la densité de dislocations, des revenus à haute température devront être ensuite effectués.

Chapitre IV

Contribution à la modélisation et à la validation de modèles homogénéisés de matériaux poreux

Sommaire

1 Introduction 142
2 Critère de coalescence pour cavités de type fissure 143
3 Critère de coalescence pour cavités ellipsoïdales 162

1 Introduction

Les modèles homogénéisés de croissance et de coalescence ont fait l'objet de nombreux développements dans la littérature depuis les travaux de Gurson en 1977 (Gurson, 1977). La revue de la littérature a permis de faire le bilan (non exhaustif) des nombreux modèles homogénéisés de croissance et de coalescence disponibles. Pour la phase de croissance la littérature est relativement complète, les développement récents portant sur le cas des monocristaux. Ce n'est pas le cas pour la phase de coalescence où les développements sont plus récents. Il reste principalement à élargir et développer les modèles de coalescence pour des formes de cavités plus générales et pour des matériaux anisotropes.

Il est observé expérimentalement que les cavités nanométriques formées sous irradiation peuvent être fortement déformées dans des bandes de glissement localisées (comme le montre la figure IV.1) pouvant être à l'origine de la rupture du matériau. Ceci correspond en fait à un mode de coalescence, c'est-à-dire d'interactions fortes entre les cavités, celles-ci étant très allongées et semblable à des fissures.

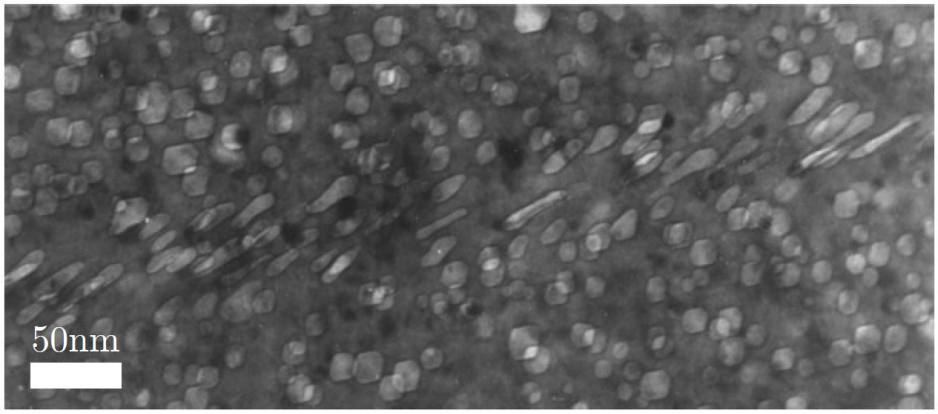


Figure IV.1 – Cavités nanométriques formées sous irradiation fortement déformées dans une bande de localisation. Acier 304L irradié à 40 dpa et $\sim 400°C$ (Garner, 2012)

Un critère de coalescence pour des cavités allongées assimilables à des fissures a donc été développé par analyse limite et comparé à des simulations numériques. Cette étude a fait l'objet d'un article (Hure and Barrioz, 2016) publié dans la revue *European Journal of Mechanics A/Solids* et retranscrit en première partie de ce chapitre.

De plus, la figure IV.1 illustre bien que la coalescence peut se faire pour des cavités aux formes quelconques (et non sphéroïdales comme dans tous les modèles de coalescence disponibles), ainsi que pour des réseaux de cavités complexes. Ainsi, un second critère de coalescence a été développé et validé pour des formes de cavités et de réseaux de cavités réalistes. L'article qui fait l'objet de cette étude (Barrioz et al., 2018) a été publié à la revue *Journal of Applied Mechanics* et est retranscrit en deuxième partie de ce chapitre.

2 Critère de coalescence pour cavités de type fissure

Theoretical estimates for flat voids coalescence by internal necking

J. Hure, P.-O. Barrioz

CEA Saclay, Université Paris-Saclay, DEN, Service d'Études des Matériaux Irradiés, 91191 Gif-sur-Yvette, France

Abstract

Coalescence of voids by internal necking is in most cases the last microscopic event related to ductile fracture and corresponds to a localized plastic flow between adjacent voids. Macroscopic load associated to the onset of coalescence is classically estimated based on limit analysis. However, a rigorous upper-bound mathematical expression for the limit-load required for flat voids coalescence that remains finite for penny-shaped voids/cracks is still unavailable. Therefore, based on limit analysis, theoretical upper-bound estimates - both integral expression and closed-form formula - are obtained for the limit-load of cylindrical flat voids in cylindrical unit-cell subjected to boundary conditions allowing the assessment of coalescence, for axisymmetric stress state. These estimates, leading to finite limit-loads for penny-shaped cracks, are shown to be in very good agreement with numerical limit analysis, for both cylindrical and spheroidal voids. Approximate formula is also given for coalescence under combined tension and shear loading. These coalescence criteria can thus be used to predict onset of coalescence of voids by internal necking in ductile fracture modelling.

Keywords : Ductile fracture, Voids, Coalescence, Necking, Limit analysis, Homogeneization

1 Introduction

Macroscopic ductile fracture of metallic materials has been shown to be related to three different microscopic phenomena, namely void initiation, growth and coalescence (Puttick, 1959). In most cases, debonding or cracking of second-phase particles lead to the creation of voids (Argon et al., 1975; Beremin, 1981; Babout et al., 2004), that grow under mechanical loading (Rice and Tracey, 1969; McClintock, 1968; Marini et al., 1985; Weck and Wilkinson, 2008) until localization appears between adjacent voids leading to void coalescence (Brown and Embury, 1973; Thomason, 1968; Cox and Low, 1974; Weck et al., 2008). Homogeneized macroscopic models of porous materials have been developed since the work of Gurson (Gurson, 1977) based on limit analysis and Rousselier (Rousselier, 1981) based on thermodynamical concepts, and more recently based on non-linear variational principles (Danas and Ponte Castañeda, 2009). Models have been extended to account for void nucleation (Chu and Needleman, 1980), void shape effects (Gologanu et al., 1997; Madou and Leblond, 2012a), plastic anisotropy effects (with or without void effects) (Benzerga and Besson, 2001; Keralavarma and Benzerga, 2010; Monchiet et al., 2008; Morin et al., 2015a) and more recently to single crystals (Han et al., 2013; Paux et al., 2015; Mbiakop et al., 2015). Both microscopic and homogeneized macroscopic models have been assessed through comparisons to computational cell models (see, *e.g.*, (Koplik and Needleman, 1988; Tvergaard, 1990)). Homogeneized models attempt to account for void coalescence, either by considering an empirical acceleration of porosity after a critical value (Tvergaard and Needleman, 1984) or by coupling directly growth model to coalescence model, the latter giving a flow potential after the onset of coalescence (Benzerga et al., 2002). The last method appears to be the most promising as no empirical parameters identification is necessary, but requires accurate void coalescence model which is the main purpose of the present work and will be detailed hereafter. The interested reader is referred to the reviews of Benzerga and Leblond (Benzerga and Leblond, 2010), Besson (Besson, 2010) and Pineau *et al.* (Pineau et al., 2016) for detailed presentation about ductile fracture.

Experimental observations of void coalescence have distinguished three main mechanisms : *internal necking* where localized plastic flow appears in the intervoid ligament perpendicular to the main loading direction similar to necking observed in tensile test, *void sheeting* involving shear band (Cox and Low, 1974), and *necklace coalescence* where localized plastic flow appears in the intervoid ligament parallel to the main loading direction (Benzerga et al., 2004). In this study, we focus on void coalescence by internal necking, also refers to as coalescence in layers, which is the most common situation. Thomason (Thomason, 1968; Thomason, 1985b; Thomason, 1985a; Thomason, 1990) proposed to assess the *onset of coalescence* through reaching plastic limit-load in the intervoid ligament, considering a perfectly plastic material and making use of both limit analysis and homogeneization technique. The analysis gives the macroscopic stress at which onset of coalescence - which can be seen as a transition from diffuse plastic flow around the void to localized flow in the intervoid ligament with associated elastic unloading in other regions - is expected to occur. Such kinematics have been supported by unit-cell simulations (Koplik and Needleman, 1988). Thomason model have been shown to give quite accurate predictions compared to experimental results (see for example (Weck et al., 2008)), and have been extended to account for strain hardening (Pardoen and Hutchinson, 2000;

Scheyvaerts et al., 2011) and secondary voids (Fabrègue and Pardoen, 2008).

The original Thomason model (Thomason, 1990) - and extensions based on it - suffers from two main drawbacks. The first one is that it gives infinite coalescence load in the limit of very flat voids, *i.e.* penny-shaped cracks. Thus, predictions worsen as the void flatness increases. This prevents for example the use of Thomason model in low stress triaxiality conditions, where initially spherical voids tend to form micro-cracks (Tvegaard, 2012). Moreover, although limited experimental results are yet available in literature, evidence of void coalescence of flat voids has been reported for aluminum alloys through Synchrotron Radiation Computed Tomography (SRCT) (Shen et al., 2013). Voids initiate from elongated particles, and remain flat up to coalescence even though plastic deformation occurs because of the small distance between them. Example of flat void coalescence is shown in Fig. 1 on a model experiment. Aluminum alloys are used as structural materials in industrial applications, thus precise estimation of flat void coalescence is needed. The second drawback is that, while the upper-bound theorem of limit analysis was used, Thomason relies at the end on an empirical equation that may not be strictly an upper-bound. Recently, rigorous theoretical upper-bound estimates were obtained by considering cylindrical voids in cylindrical unit-cell (Benzerga and Leblond, 2014; Morin et al., 2015b). To account for finite limit-load of penny-shaped cracks, empirical modification of Thomason model has been proposed in (Benzerga, 2002), while heuristic modifications of rigorous models have been more recently proposed (Torki et al., 2015; Keralavarma and Chockalingam, 2016). However, to the knowledge of the authors, no mathematical expression is available that provides a rigorous upper-bound estimate of the limit-load that remains finite for penny-shaped cracks. Therefore, the aim of this paper is to provide rigorous upper-bound estimates of the limit-load for coalescence of flat voids by internal necking that leads to finite limit-load for penny-shaped cracks, in the case of axisymmetric loading conditions.

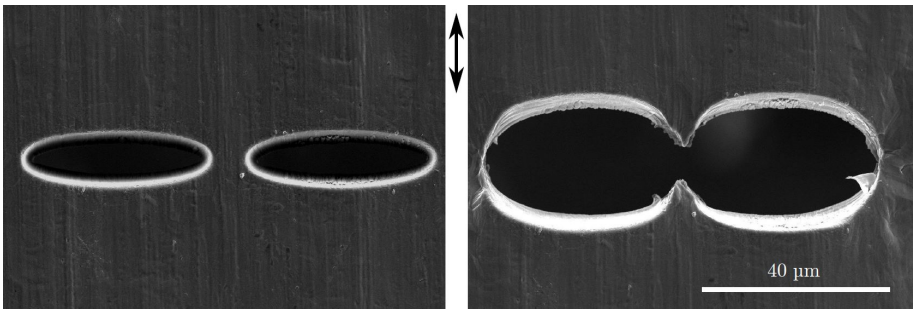


Figure 1 – Experimental observation of flat void coalescence by internal necking. Ellipsoidal holes have been drilled through 75μm stainless steel sheet and subjected to uniaxial tension. Black arrow indicates the loading direction.

In the first part of the paper, cylindrical unit-cell with cylindrical and spheroidal void is described as well as the boundary conditions considered for the study of coalescence. Theoretical results of limit analysis for a von Mises matrix and numerical limit analysis are briefly summarized. In a second part, upper-bound estimates - both integral expression and closed-form formula - for the coalescence limit-load of cylindrical unit-cell containing flat cylindrical void under axisymmetric loading conditions are detailed and compared to supposedly exact numerical results. The estimates are finally compared to numerical results for flat spheroidal voids, and to the predictions of coalescence models with heuristic

modifications to account for finite limit-load for penny-shaped cracks (Benzerga, 2002; Torki et al., 2015; Keralavarma and Chockalingam, 2016). In addition, approximate void coalescence criterion for combined tension and shear is proposed based on the coalescence limit-load obtained under axisymmetric loading conditions.

2 Limit analysis of cylindrical unit-cell with voids

2.1 Geometry and boundary conditions

A cylindrical unit-cell Ω of half-height H and radius L containing a coaxial void ω is used in this study (Fig. 2). Two geometries of voids are considered, namely cylindrical (of radius R and half-height h) and spheroidal (of semi-principal length R and h). Two dimensionless ratio will be used in the following :

$$W = \frac{h}{R} \qquad \chi = \frac{R}{L} \tag{1}$$

where W is the aspect ratio of the void, and χ the dimensionless length of the inter-void ligament. As only coalescence is studied here, *i.e.* localized plastic flow in the inter-void ligament, the height H is not a parameter of interest (Morin et al., 2015b). The cylindrical unit-cell subjected to the following boundary conditions for the velocity field :

$$\begin{aligned} v_r(L,z) &= D_{11}L \\ v_z(r,\pm H) &= \pm D_{33}H \end{aligned} \tag{2}$$

stands as an approximation of a unit-cell of a periodic array of voids of hexagonal lattice [1] (Fig. 1) under periodic boundary conditions (Koplik and Needleman, 1988) in axisymmetric stress state ($\Sigma_{33} > \Sigma_{11} = \Sigma_{22}$, $\Sigma_{ij} = 0$ for $i \neq j$).

The material is supposed to be rigid-perfectly plastic [2], obeying von Mises' criterion, and plastic flow is associated by normality. At coalescence, the regions above and below the void unload elastically (Koplik and Needleman, 1988), which thus corresponds in our modelling hypothesis to the presence of rigid regions. Finally, only half of the unit-cell (along the z-axis) will be considered because of symmetry. The boundary conditions for the velocity field in order to assess coalescence are :

$$\begin{cases} v_r(0,z) = v_r(r, z \geq Z(r)) = 0 \\ v_z(r \geq R, 0) = 0 \\ v_z(r, z \geq Z(r)) = C^{ste} \end{cases} \Rightarrow \begin{cases} D_{11} = 0 \\ D_{33} = \dfrac{v_z(r,H)}{H} \end{cases} \tag{3}$$

2.2 Theoretical estimates

In order to evaluate the macroscopic stress at which onset of coalescence occurs, periodic homogeneization along with limit analysis is used (see, *e.g.*, (Benzerga and Leblond, 2010)

1. The reader is referred to (Kuna and Sun, 1996) for a discussion about the effect of the choice of the unit-cell.

2. As a classical result of limit analysis that will be used in this study is that elastic strain rates vanish at limit-load.

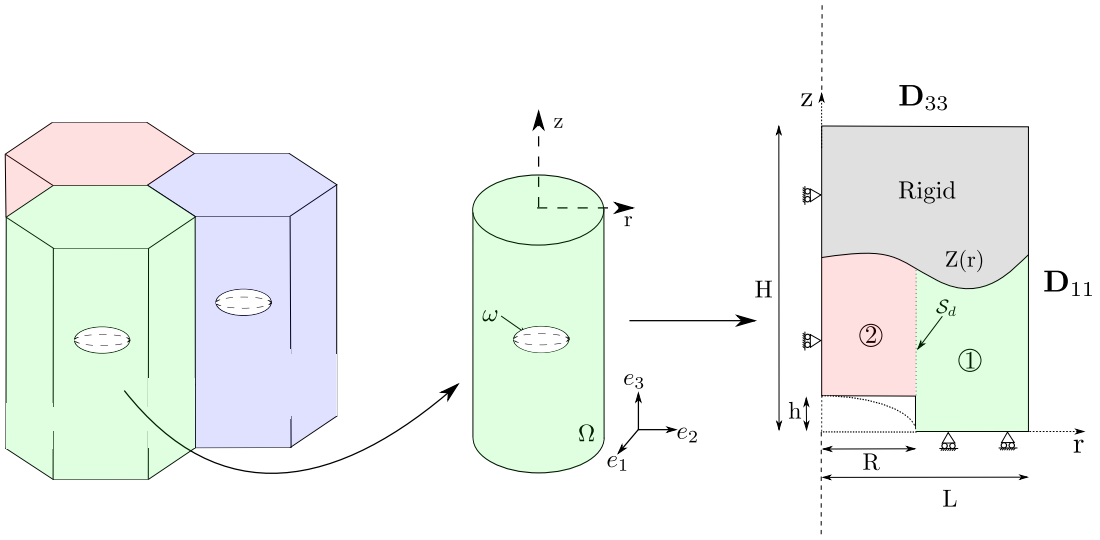


Figure 2 – Cylindrical unit-cell considered as an approximation of a unit-cell of a periodic array of voids of hexagonal lattice under periodic boundary conditions

for details). For periodic boundary conditions, macroscopic stress Σ and strain rate $\mathbf{D}$ tensors are related to their microscopic counterparts by volume averaging :

$$\Sigma = \frac{1}{vol\Omega}\int_\Omega \sigma d\Omega \qquad \mathbf{D} = \frac{1}{vol\Omega}\int_\Omega \mathbf{d} d\Omega \tag{4}$$

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

$$\frac{1}{vol\Omega}\int_\Omega \sigma : \mathbf{d}\, d\Omega = \Sigma : \mathbf{D} \tag{5}$$

Upper-bound theorem of limit analysis enables to assess the limit-load of the structure, and is, for a perfectly plastic material obeying von Mises' criterion :

$$\Sigma : \mathbf{D} = \Pi(\mathbf{D}) \leq \Pi^+(\mathbf{D}) \tag{6}$$

$$\text{with} \qquad \Pi^+(\mathbf{D}) = \langle \sigma_0 d_{eq} \rangle_{\Omega-\omega} = \frac{1}{vol\Omega}\int_{\Omega-\omega} \sigma_0 d_{eq} d\Omega \tag{7}$$

where σ_0 is the yield stress, $d_{eq} = \sqrt{[2/3]\mathbf{d} : \mathbf{d}}$ the equivalent strain rate ($\mathbf{d} = [{}^t\boldsymbol{\nabla} v + \boldsymbol{\nabla} v]/2$), and v a velocity field kinematically admissible with $\mathbf{D}$ (Eqs. 3) and verifying the property of incompressibility $\mathrm{tr}(\mathbf{d}) = 0$. $\Pi^+(\mathbf{D}) = \Pi(\mathbf{D})$ when v is the velocity field solution. $\Pi(\mathbf{D})$ will be referred to as the macroscopic plastic dissipation and superscript $^+$ will be omitted in the following for clarity. In presence of a velocity field having a purely tangential discontinuity along an interface S_d, the plastic dissipation related to the discontinuity is :

$$\Pi_{surf}(\mathbf{D}) = \frac{1}{vol\Omega}\int_{S_d} \frac{\sigma_0}{\sqrt{3}} ||v_t|| dS \tag{8}$$

where $||v_t||$ is the absolute value of the velocity jump. The macroscopic limit stress or yield locus is obtained from Eq. 6 by the equation :

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

Analytical expression for macroscopic limit-load according to Eq. 9 that will stand as coalescence load requires the choice of trial velocity fields.

2.3 Numerical evaluation of limit-loads

Limit analysis problem has been shown to be solved numerically efficiently with a standard finite element software by considering an elastic-perfectly plastic material, no geometry update (i.e. small strains approximation), implicit constitutive law integration, and a single large loading step (large enough so that elastic strains are negligible compared to plastic strains) (Madou and Leblond, 2012b; Tekoğlu, 2015). Under these hypotheses, the limit analysis problem is equivalent to the mechanical problem with $p \leftrightarrow d_{eq}$ and $v \leftrightarrow u$, with p the cumulated plastic strain and u the displacement at the end of the single loading step. Macroscopic limit-load can finally be computed by Eq. 4, is exact, up to numerical errors, and can be compared to upper-bound estimates obtained through Eq. 9.

Numerical evaluations of limit-load presented hereafter have been carried out with the finite element software Cast3M (cas,) under small strain assumption, with an elastic perfectly-plastic behavior (of Young's modulus E, Poisson ratio ν and yield stress σ_0). The ratio E/σ_0 was fixed to 10^4, ν to 0.49 so that elastic stress prediction corresponds to an almost incompressible displacement field. Convergence of the mechanical equilibrium have been found to be difficult in most cases if one single loading step was applied. Therefore, multiple loading steps were applied to estimate the limit-load. Boundary conditions defined in Eqs. 3 are used, ensuring that a coalescence mode is obtained at the limit-load, *i.e.* localized plastic flow in the intervoid ligament. Comparison of theoretical trial velocity field and the associated equivalent strain rate can be made through the conversion $v \leftrightarrow \Delta u$ and $d_{eq} \leftrightarrow \Delta p$, where Δu and Δp are the increment of displacement and equivalent plastic strain over the last computation step, respectively. Mesh convergence was performed for all simulations results.

3 Upper-bound estimates of coalescence load for flat voids : $W \leq 1$

Theoretical upper-bound estimates for the coalescence limit-load of cylindrical flat voids are derived in this section. Void coalescence is assumed to come from *internal necking* where localized plastic flow occurs in the intervoid ligament. Plastic flow remains however diffuse with respect to the scales involved in the ligament (void radius and height, and intervoid distance) [3]. Even in the limit of very flat voids, coalescence can appear through diffuse plastic flow, as observed in both simulations (Morin et al., 2015b) and experiments

3. in opposition to *void sheeting* coalescence involving localized plastic flow both with respect to the scales of the unit-cell and the scales of the ligament

(see Fig. 1). Estimating *internal necking* coalescence load is thus still relevant in the limit of very flat voids $W \to 0$.

3.1 Theoretical expressions

Numerical simulations performed in (Morin et al., 2015b) have shown that, for flat voids, limit-load velocity field is not confined in the inter-void ligament but extends significantly above the voids. Therefore, the trial velocity field considered in the following (and shown on Fig. 1) extends up to a constant height $Z(r) = X \geq h$ in two separate regions denoted ① and ②. In region ①, the trial velocity field - kinematically admissible (Eqs. 3) and verifying the property of incompressibility - proposed in (Morin et al., 2015b) is used :

$$\begin{cases} v_r^{①}(r,z) = B(X-z)\left(\dfrac{L^2}{r} - r\right) \\ v_z^{①}(r,z) = B(2Xz - z^2) \end{cases} \quad \Rightarrow \quad d_{eq}^{①} = \frac{B}{\sqrt{3}}\sqrt{4(X-z)^2\left(\frac{L^4}{r^4}+3\right) + \left(\frac{L^2}{r} - r\right)^2} \tag{10}$$

where $B = [HD_{33}]/X^2$ (Eq. 3). In region ②, the trial velocity field is chosen of the following form. The dependence in r of the radial velocity ensures that the boundary condition at $r = 0$ is satisfied :

$$\begin{cases} v_r^{②}(r,z) = B(X-z)\,\alpha r \\ v_z^{②}(r,z) = g(z) \end{cases} \tag{11}$$

where $g(z)$ is a function to be determined. To apply Eq. 6 to assess the limit-load, trial velocity field should have only purely tangential discontinuity at any interface, which implies that :

$$v_r^{①}(R,z) = v_r^{②}(R,z) \qquad \Rightarrow \qquad \alpha = \frac{1-\chi^2}{\chi^2} \tag{12}$$

Verifying the property of incompressibility gives an equation for the unknown function $g(z)$:

$$\text{tr}\ \mathbf{d}^{②} = \text{tr}\begin{pmatrix} \alpha B(X-z) & 0 & -\dfrac{\alpha B r}{2} \\ 0 & \alpha B(X-z) & 0 \\ -\dfrac{\alpha B r}{2} & 0 & g'(z) \end{pmatrix} = 0 \qquad \Rightarrow \qquad g'(z) + 2\alpha B(X-z) = 0 \tag{13}$$

Solving Eq. 13 with the boundary condition $v_z^{①}(r,X) = v_z^{②}(r,X)$ imposed by the rigid part leads to :

$$g(z) = B[-\alpha(2Xz - z^2) + (1+\alpha)X^2] \tag{14}$$

Finally, the equivalent strain rate in region ② and the velocity jump at the interface between the two regions can be computed :

$$\begin{aligned} d_{eq}^{②} &= \frac{B\alpha}{\sqrt{3}}\sqrt{r^2 + 12(X-z)^2} \\ ||v_t||_{S_J} &= B(1+\alpha)(z-X)^2 \end{aligned} \tag{15}$$

The velocity field defined above is kinematically admissible with the macroscopic strain rate tensor $\mathbf{D}$ (Eqs. 3) chosen to assess coalescence, and verifies the property of incompressibility. It can therefore be used to assess the limit-load following equations 6, 7 and 9. We define the parameter n such that :

$$n = \frac{X}{R} \tag{16}$$

The plastic zone thus extends up to an height nR above the void. Taking $n = W$ will recover the continuous trial velocity field used in (Morin et al., 2015b).

The total macroscopic plastic dissipation is computed according to Eq. 7 and is composed of three terms $\Pi = \Pi^1 + \Pi^2 + \Pi^3$. First term corresponds to the plastic dissipation in region ① and is similar to the one computed in (Morin et al., 2015b) :

$$\begin{aligned}\Pi^1 &= \frac{1}{vol\Omega}\int_{\Omega_1}\sigma_0 d^{①}_{eq}d\Omega = \frac{2\sigma_0 B}{\sqrt{3}L^2H}\int_R^L rdr\int_0^{nR}\sqrt{4(X-z)^2\left(\frac{L^4}{r^4}+3\right)+\left(\frac{L^2}{r}-r\right)^2}dz \\ &= \frac{L^2\sigma_0 B}{\sqrt{3}H}I_1(n,\chi) \\ \text{with}\quad & I_1(n,\chi) = \int_{\chi^2}^1 du\int_0^{n\chi}\frac{1-u}{\sqrt{u}}\sqrt{1+v^2\frac{4(1+3u^2)}{u(1-u)^2}}dv\end{aligned} \tag{17}$$

I_1 can not be integrated analytically but can be transformed into a single integral, as shown in (Morin et al., 2015b) and in Appendix A. Its value can be computed using standard numerical integration procedure, the integrand behaving smoothly in any practical cases. The second term corresponds to the plastic dissipation in region ② :

$$\begin{aligned}\Pi^2 &= \frac{1}{vol\Omega}\int_{\Omega_2}\sigma_0 d^{②}_{eq}d\Omega = \frac{2B\sigma_0\alpha}{\sqrt{3}L^2H}\int_0^R rdr\int_h^{nR}\sqrt{r^2+12(X-z)^2}dz \\ &= \frac{L^2\sigma_0 B\alpha}{\sqrt{3}H}I_2(n,W,\chi) \\ \text{with}\quad & I_2(n,W,\chi) = \int_0^{\chi^2}du\int_0^{n\chi-W\chi}\sqrt{u+12v^2}dv\end{aligned} \tag{18}$$

I_2 can be integrated analytically, the result is given in Appendix A. The last term corresponds to the tangential discontinuity at the interface between regions ① and ② :

$$\begin{aligned}\Pi^3 &= \frac{1}{vol\Omega}\int_{S_d}\frac{\sigma_0}{\sqrt{3}}||v_t||_{S_d}dS = \frac{\sigma_0 B(1+\alpha)}{\sqrt{3}\pi L^2H}2\pi R\int_h^X(z-X)^2dz \\ &= \frac{2B\sigma_0(1+\alpha)R^4}{3\sqrt{3}L^2H}(n-W)^3\end{aligned} \tag{19}$$

Finally, by noting that $D_{33} = [BR^2n^2]/H$ according to Eq. 3, Eq. 9 gives the equation of the upper-bound of the limit-load :

$$\frac{\Sigma_{33}}{\sigma_0} \leq \frac{I_1(n,\chi)}{\sqrt{3}n^2\chi^2} + \frac{(1-\chi^2)}{\sqrt{3}n^2\chi^4}I_2(n,W,\chi) + \frac{2}{3\sqrt{3}n^2}(n-W)^3 \tag{20}$$

The right-hand side of Eq. 20 can be minimized with respect to the parameter n (for $n \geq W$ which corresponds to $X \geq h$) to obtain the best estimate of the limit-load. It can be noticed that, for a given value of the parameter n, the limit-load remains finite when $W \to 0$. Setting $n = W$, the above equation reduces to the formula proposed in (Morin et al., 2015b), which have been shown to be in very good agreement with results of numerical limit analysis for $W \geq 1$.

In order to use Eq. 20 in the context of ductile-fracture modelling, a formula for the parameter n as a function of W and χ is required, to avoid performing the minimization procedure. The following choice :

$$\frac{\Sigma_{33}}{\sigma_0} \leq \frac{I_1(n_1,\chi)}{\sqrt{3}n_1^2\chi^2} + \frac{(1-\chi^2)}{\sqrt{3}n_1^2\chi^4} I_2(n_1,W,\chi) + \frac{2}{3\sqrt{3}n_1^2}(n_1-W)^3 \quad \text{with} \quad n_1 = \max\left(\frac{1}{3\chi}, W\right) \tag{21}$$

leads to predictions in very close agreement with the ones obtained by optimizing the parameter n, for $W \in [0:3]$ and $\chi \in [0.1:0.9]$. Eq. 21 will thus be used in the following instead of Eq. 20. One may note that $n = 1/[3\chi]$ corresponds to $X = L/3$, thus in most cases the extent of the trial velocity field above the void that gives the best approximation of the real plastic dissipation is on the order of the unit-cell width. The approximated value for the parameter n also indicates that, whatever the aspect ratio of the void, trial velocity field (or plastic zone) extends above the void for sufficiently low value of $\chi \leq (3W)^{-1}$. Such results do not not imply necessarily that the real velocity field in these situations extend well above the void height due to the crude approximation made for the trial velocity field of uniform vertical extension, which does not fulfill the conjecture proposed in (Benzerga, 2002) that the rigid-plastic interface intercepts the pole of the cavity. This will be discussed in section 3.2 when comparing trial velocity field chosen here to the real velocity field obtained through numerical limit-analysis.

Eq. 21 still relies on the computation of integral $I_1(n,W)$, but a closed-form formula for the upper-bound can be obtained using Hölder inequality by computing the plastic dissipation such as :

$$\begin{aligned}\Pi^1 &= \frac{2\sigma_0 B}{\sqrt{3}L^2H}\int_R^L r dr \int_0^{nR} \sqrt{4(X-z)^2\left(\frac{L^4}{r^4}+3\right)+\left(\frac{L^2}{r}-r\right)^2}\,dz \\ &\leq \frac{2\sigma_0 B}{\sqrt{3}L^2H}\sqrt{nR(L-R)}\sqrt{\int_R^L dr\int_0^{nR} 4r^2(X-z)^2\left(\frac{L^4}{r^4}+3\right)+\left(L^2-r^2\right)^2 dz}\end{aligned} \tag{22}$$

Two cases must be distinguished : $W \geq 1/(3\chi)$ for which $n = W$ and plastic dissipation reduces to $\Pi = \Pi^1$, Eq. 22 leads to :

$$\frac{\Sigma_{33}}{\sigma_0} \leq \frac{2\sqrt{W\chi(1-\chi)}}{3\sqrt{5}W^2\chi^2}\sqrt{20W^3(\chi^2-\chi^6)-W(3\chi^6-10\chi^4+15\chi^2-8\chi)} \quad \text{if} \quad W \geq \frac{1}{3\chi} \tag{23}$$

For $W \leq 1/(3\chi)$ for which $n = 1/[3\chi]$, the analytical expression of $I_2(n,W,\chi)$ is used

(Appendix A), finally leading to :

$$\begin{aligned}\frac{\Sigma_{33}}{\sigma_0} \leq & \frac{2\sqrt{(1-\chi)}}{3\sqrt{5}\sqrt{\chi}}\sqrt{-27\chi^6+70\chi^4-135\chi^2+72\chi+20} \\ & + \frac{\sqrt{3}\chi^2(1-\chi^2)}{8}\left[\sqrt{3}\,\mathrm{asinh}\left(2\sqrt{3}\,\beta\right) - 96\sqrt{3}\,\beta^4 + \sqrt{12\,\beta^2+1}\,\left(48\,\beta^3+10\,\beta\right)\right] \\ & + 2\sqrt{3}\chi^2\beta^3 \qquad \text{if} \qquad W \leq \frac{1}{3\chi} \\ & \text{with} \qquad \beta = \frac{1}{3\chi} - W\end{aligned} \tag{24}$$

Predictions of both integral expression (Eq. 21) and closed-form formula (Eqs. 23 and 24) for the coalescence limit-load of cylindrical voids by internal necking are now compared to the results of numerical limit analysis.

3.2 Comparisons to numerical limit analysis

Theoretical upper-bound estimates of the coalescence limit-load given by Eq. 21 and Eqs. 23, 24 are plotted for different cylindrical flat void aspect ratio ($W = 1, 0.5, 0.2, 0$) and $\chi \in [0.1 : 0.9]$ in Fig. 3. Results are compared to the exact values (up to numerical errors) of the limit-load obtained through finite elements simulations (Section 2.3). The integral expression of the upper-bound estimate of the limit-load (Eq. 21) is found to be in very good agreement with numerical results for any aspect ratio, and in particular for penny-shaped cracks. Trial velocity field and associated equivalent strain rate are compared to the numerical results in Fig. 4. The trial velocity field is able to capture the significant vertical extent of the plastic zone, explaining the good agreement between the upper bound estimate and the numerical limit-load. However, the real velocity field has an interface between the rigid and plastic region which is not planar. Improvement of the trial velocity field should consider an interface $X(r)$. As already mentionned in (Torki et al., 2015), the conjecture that the interface intercepts the pole of the cavity (Benzerga, 2002) may not be correct for very flat voids, as can be seen on Fig. 4b. The closed-form formulas (Eqs. 23,24) are found to be in rather good agreement with numerical results.

Eq. 21 is equivalent to the expression obtained in (Morin et al., 2015b) (and referred to as *continuous field* hereafter) for elongated voids ($W \geq 1$), except for very small value of χ where the plastic zone extends above the voids. Thus, estimates of Eq. 21 (and also Eq. 23,24) are also compared to the expression obtained in (Morin et al., 2015b) for elongated voids in Fig. 5. Although it might not be relevant for practical applications, it can be observed that integral expression (Eq. 21) (and closed-form formula Eqs. 23,24 to a lesser extent) improves the prediction of the limit-load obtained in (Morin et al., 2015b) for very small values of χ, in the case of almost cubic void ($W \approx 1$) [4]. The differences between the models disappear for elongated voids ($W \gg 1$).

Eq. 21 and Eqs. 23,24 are finally compared to numerical results obtained with spheroidal voids in Fig. 6. A good agreement is observed for flat ($W \ll 1$), spherical ($W \approx 1$) and elongated ($W \gg 1$, not shown here) voids, justifying these upper-bound estimates can be

4. Same conclusion also holds using the closed-form formula referred as *Discontinuous field* of (Morin et al., 2015b).

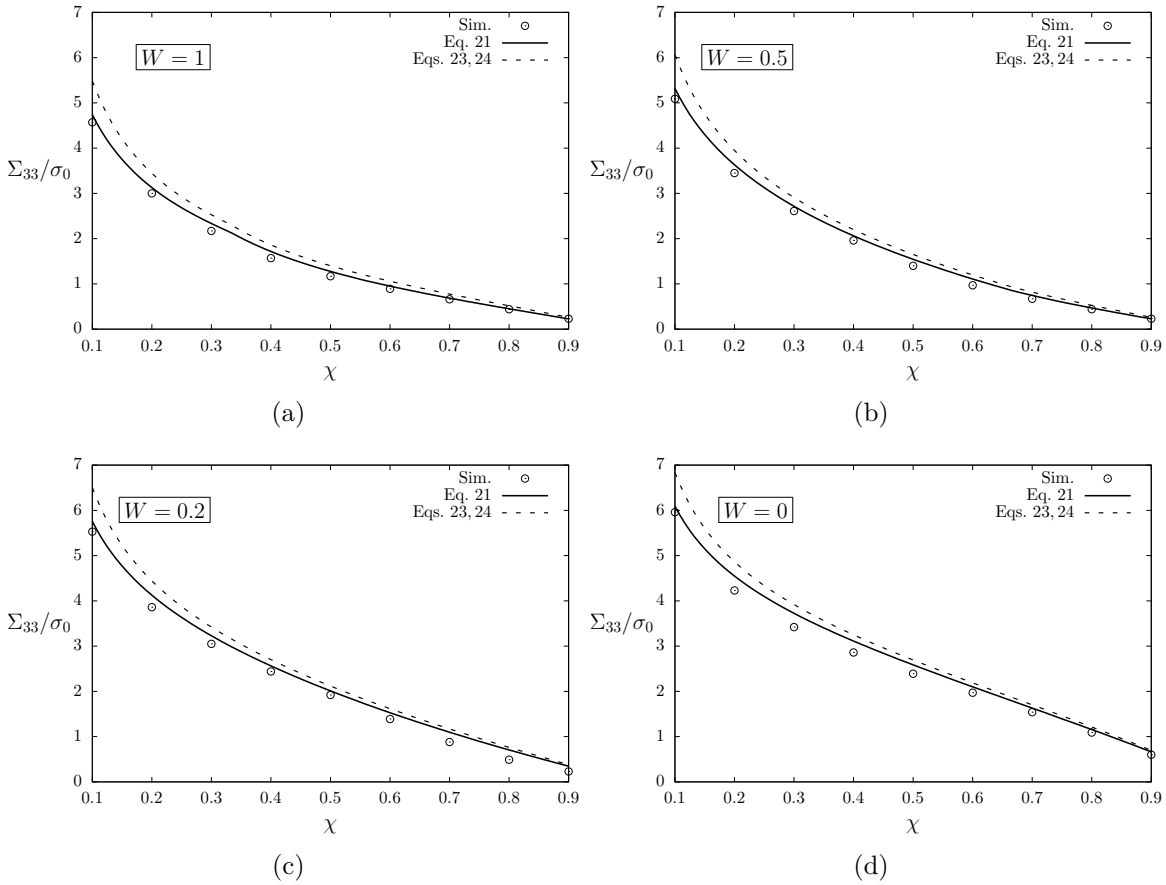


Figure 3 – Limit-load of cylindrical flat void in cylindrical unit-cell. Comparison of the theoretical upper-bound estimates to the results of numerical limit analysis as a function of the inter-void ligament dimensionless length, for different values of the void aspect ratio.

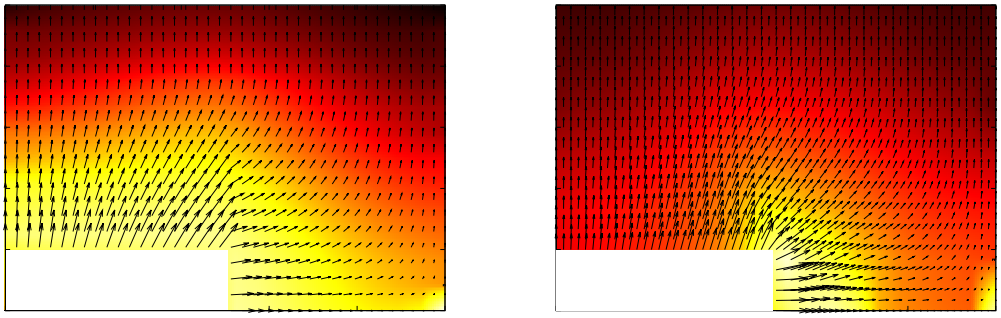
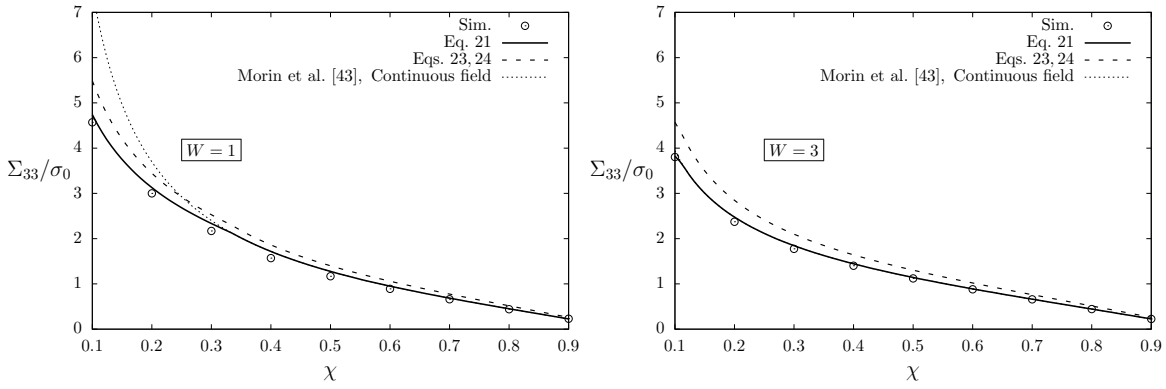


Figure 4 – Velocity field (black arrows) and equivalent strain rate (colored map) for $W = 0.2$ and $\chi = 0.5$: (a) theoretical trial velocity field (b) numerical velocity field. As velocity field is defined up to a multiplicative factor, both velocity field have been rescaled for comparison purpose.

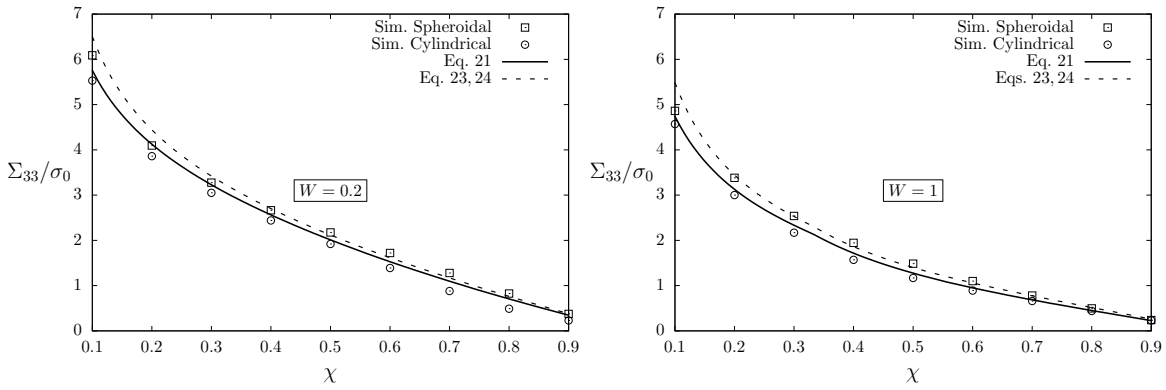
used to predict coalescence for spheroidal voids. One may note however that in this case, the theoretical estimates are no longer upper-bounds. To be complete, it can be mentioned that the choice of the cylindrical unit-cell influences only weakly the limit-load obtained



(a) (b)

Figure 5 – Limit-load of cylindrical elongated void in cylindrical unit-cell. Comparison of the theoretical upper-bound estimates to the results of numerical limit analysis and to the expression obtained in (Morin et al., 2015b) as a function of the inter-void ligament dimensionless length, for different values of the void aspect ratio.

compared to cubic unit-cell considering a given porosity, as shown in (Torki et al., 2015).



(a) (b)

Figure 6 – Limit load of void in cylindrical unit-cell. Comparison of the theoretical upper-bound estimates to the results of numerical limit analysis for both cylindrical and spheroidal voids as a function of the inter-void ligament dimensionless length, for different values of the void aspect ratio.

3.3 Extension to combined tension and shear

The coalescence criterion derived in the previous section can be extended to account for combined tension and shear following the work of Torki *et al.* (Torki et al., 2015). Their analysis is reproduced hereafter and adapted to the trial velocity field considered here :

$$v = v^E + v^S \tag{25}$$

where v^E is an extensional velocity field induced by tension and taken equal to Eqs. 10, 11, and v^S is induced by shear :

$$\begin{cases} v_r^S(r,z) = \dfrac{2zH}{X}(D_{31}\cos\theta + D_{32}\sin\theta) \\ v_\theta^S(r,z) = \dfrac{2zH}{X}(-D_{31}\sin\theta + D_{32}\cos\theta) \end{cases} \tag{26}$$

in both regions ① and ②. The trial velocity field is kinematically admissible with $\boldsymbol{D} = D_{33}e_3 \otimes e_3 + D_{31}(e_1 \otimes e_3 + e_3 \otimes e_1) + D_{32}(e_2 \otimes e_3 + e_3 \otimes e_2)$, and verifies the property of incompressibility. Due to the orthogonality of the tension and shear induced strain rate, the equivalent strain rate can be computed as :

$$\begin{aligned} d_{eq}^2 &= \frac{2}{3}\left(\boldsymbol{d}^E : \boldsymbol{d}^E + \boldsymbol{d}^S : \boldsymbol{d}^S\right) \\ &= \left(d_{eq}^E\right)^2 + \frac{4}{3}\frac{H^2}{X^2}\left(D_{31}^2 + D_{32}^2\right) \end{aligned} \tag{27}$$

where d_{eq}^E corresponds to Eqs. 10, 15 in region ① and ②, respectively. Plastic dissipation can be estimated as :

$$\begin{aligned} \Pi &\leq \langle \sigma_0 d_{eq} \rangle_{\Omega-\omega} + \frac{1}{vol\Omega}\int_{Sd}\frac{\sigma_0}{\sqrt{3}}\|v_t\|dS \\ &\approx \sigma_0\sqrt{\left\langle d_{eq}^E\right\rangle_{\Omega-\omega}^2 + \left\langle \frac{2}{\sqrt{3}}\frac{H}{X}\sqrt{D_{31}^2+D_{32}^2}\right\rangle_{\Omega-\omega}^2} + \frac{2B\sigma_0(1+\alpha)R^4}{3\sqrt{3}L^2H}(n-W)^3 \\ &\approx \sqrt{\Sigma^{vol^2}D_{33}^2 + T^2(D_{31}^2+D_{32}^2)} + \Sigma^{surf}|D_{33}| \end{aligned} \tag{28}$$

where the approximation made to estimate the plastic dissipation may not be upper-bound preserving (Tekoğlu et al., 2012; Torki et al., 2015). Σ^{vol}, Σ^{surf} and T are defined as :

$$\begin{aligned} \Sigma^{vol} &= \sigma_0\left[\frac{I_1(n,\chi)}{\sqrt{3}n^2\chi^2} + \frac{(1-\chi^2)}{\sqrt{3}n^2\chi^4}I_2(n,W,\chi)\right] \\ \Sigma^{surf} &= \frac{2\sigma_0}{3\sqrt{3}n^2}(n-W)^3 \\ T &= \frac{2\sigma_0}{\sqrt{3}}\left(1 - \frac{W\chi^2}{n}\right) \end{aligned} \tag{29}$$

The plastic dissipation is in the same form as the one given in (Torki et al., 2015), where it has been shown that the void coalescence criterion reads :

$$\begin{cases} \dfrac{(|\Sigma_{33}| - \Sigma^{surf})^2}{\Sigma^{vol^2}} + 4\dfrac{\Sigma_{31}^2+\Sigma_{32}^2}{T^2} - 1 = 0 & \text{for } |\Sigma_{33}| \geq \Sigma^{surf} \\ 4\dfrac{\Sigma_{31}^2+\Sigma_{32}^2}{T^2} - 1 = 0 & \text{for } |\Sigma_{33}| \leq \Sigma^{surf} \end{cases} \tag{30}$$

The coalescence criterion (Eq. 30) is compared to the numerical results of Tekoğlu *et al.* (Tekoğlu et al., 2012). As cylindrical unit-cell with cylindrical voids are considered here while simulations were performed with cubic unit-cell and spherical voids, comparisons are made at constant porosity in the porous band f_b, where $f_b = \chi^2$ in former case, and

$f_b = [\pi/6]\chi^2$ in the latter, as in (Torki et al., 2015; Keralavarma and Chockalingam, 2016). In principle, the parameter n should be optimized so as to find the minimum plastic dissipation. However, for simplicity, two cases are considered here : in the first one, its value is taken equal to the approximate value obtained for axisymmetric loading conditions in section 3.1 $n = \max(1/[3\chi], W)$ while in the second, the approximate value is taken only in the definition of Σ^{vol} and Σ^{surf}, while $n = W$ is taken for T. This second case leads to optimal values in both pure shear and axisymmetric tension. Results are shown for $W = 0.5$ and two values of porosity in Fig. 7. Good agreement is observed between theoretical predictions and numerical results. Despite the approximation made to compute the plastic dissipation and regarding the choice of parameter n, theoretical expressions are found to be upper-bounds. The choice of different values of n for Σ^{vol}, Σ^{surf} and T leads to predictions in close agreement with numerical results, although coalescence load is overestimated for pure shear. This is believed to come from the rather crude approximation of the shear component of the velocity field.

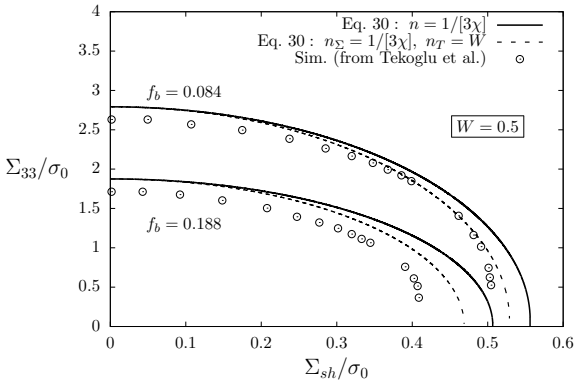


Figure 7 – Comparison of the theoretical expressions (Eq. 30) and numerical results taken from (Tekoğlu et al., 2012) for the value of the coalescence stress under combined tension and shear loading ($\Sigma_{sh}^2 = \Sigma_{31}^2 + \Sigma_{32}^2$) for two different values of the porosity of the layer containing the void.

4 Discussion and Conclusions

For isotropic porous material, in order to overcome the drawback of the Thomason coalescence model predicting infinite coalescence load for penny-shaped cracks, Benzerga (Benzerga, 2002) proposed an empirical modification of Thomason equation :

$$\frac{\Sigma_{33}}{\sigma_0} = (1-\chi^2)\left[0.1\left[\frac{\chi^{-1}-1}{f(W,\chi)}\right]^2 + A\sqrt{\chi^{-1}}\right] \tag{31}$$

where the original formulas for $f(W,\chi) = W$ and $A = 1.2$ have been replaced by $f(W,\chi) = W^2 + 0.1\chi^{-1} + 0.02\chi^{-2}$ and $A = 1.3$. Torki *et al.* (Torki et al., 2015) proposed an heuristic extension of the rigorous upper-bound criterion for coalescence developped in (Benzerga and Leblond, 2014) :

$$\frac{\Sigma_{33}}{\sigma_0} = t(W,\chi)\left[\frac{\chi^3 - 3\chi + 2}{3\sqrt{3}W\chi}\right] + \frac{b}{\sqrt{3}}\left[2 - \sqrt{1+3\chi^4} + \ln\frac{1+\sqrt{1+3\chi^4}}{3\chi^2}\right] \tag{32}$$

where the original formulas for $t(W,\chi)=1$ and $b=1$ have been replaced by $t(W,\chi)=W[-0.84+12.9\chi]/[1+W(-0.84+12.9\chi)]$ and $b=0.9$. In a similar approach, Keralavarma and Chockalingam (Keralavarma and Chockalingam, 2016) proposed the following expression :

$$\frac{\Sigma_{33}}{\sigma_0}=\sqrt{\frac{6}{5}}\left[b\ln\frac{1}{\chi^2}+\sqrt{b^2+1}-\sqrt{b^2+\chi^4}+b\ln\left(\frac{b+\sqrt{b^2+\chi^4}}{b+\sqrt{b^2+1}}\right)\right] \tag{33}$$

with $b^2=1/3+[5\alpha]/[24\bar{W}^2]$, $\alpha=[1+\chi^2-5\chi^4+3\chi^6]/12$ and $\bar{W}=W\chi$ if $W\chi\geq 2W_0$, $=W_0+[W\chi]^2/[4W_0]$ otherwise, with $W_0=0.12$.

These three models are compared to the integral expression for the upper-bound estimate of the limit-load obtained in this study for cylindrical voids in Fig. 8. All models give rather good estimates of the limit-load for both cylindrical and spheroidal flat voids ($0\leq W\leq 1$) and can be used for practical purpose. Eq. 21 seems however preferable for very flat voids where it gives both a rigorous upper-bound estimate and better predictions for very high values of the intervoid ligament dimensionless length, that might be relevant for practical applications involving coalescence of penny-shaped cracks.

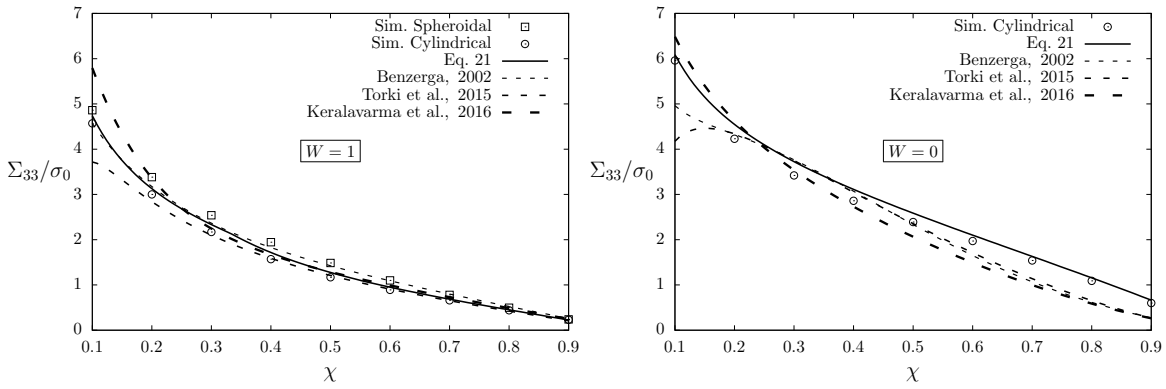


Figure 8 – Limit-load of void in cylindrical unit-cell. Comparison of the theoretical upper-bound estimate (Eq. 21), Benzerga model (Eq. 31) (Benzerga, 2002), Torki *et al.* model (Eq. 32) (Torki et al., 2015) and Keralavarma and Chockalingam model (Eq. 33) (Keralavarma and Chockalingam, 2016) to the results of numerical limit analysis for both cylindrical and spheroidal voids as a function of the inter-void ligament dimensionless length, for different values of the void aspect ratio.

To conclude, based on limit analysis, rigorous theoretical upper-bound estimates - both integral expression and closed-form formula - of the limit-load of a cylindrical void in a cylindrical unit-cell with boundary conditions compatible with coalescence have been proposed. These upper-bound estimates do not exhibit singular behavior when the aspect ratio of the void goes to zero and are shown to be in very good agreement with exact limit-load obtained with finite elements simulations, for both cylindrical and spheroidal voids, over large ranges of parameters $W\in[0:3]$ and $\chi\in[0.1:0.9]$. The results obtained in this study thus improve the ones obtained in (Morin et al., 2015b) for flat voids, and those of (Benzerga, 2002; Torki et al., 2015; Keralavarma and Chockalingam, 2016) for penny-shaped cracks ($W\to 0$). The coalescence criterion has been extended to account for combined tension and shear following the methodology proposed in (Torki et al., 2015),

and predictions are in good agreement with numerical results. The trial velocity field considered here leads to analytical limit-loads in close agreement with those obtained through numerical limit-analysis. However, one can note that the assumption of planar rigid-plastic interface and the presence of a velocity discontinuity are contrary to what is observed for the former, and unphysical for the latter. Future work should focus on finding a refined continuous trial velocity field with a non-planar rigid-plastic interface as observed in simulations. The proposed theoretical expressions (Eqs. 21, 30) can be used to model the post-coalescence effective behavior of isotropic porous material as described in details in (Benzerga, 2002; Benzerga and Leblond, 2010). In this approach, Eqs. 21, 30 are considered as the yield surfaces, and are supplemented by the evolution of void and ligament dimensions (Benzerga, 2002) and accounting for strain-hardening (Benzerga and Leblond, 2010).

5 Appendix A

The integral expressions introduced in Eq. 20 can be integrated analytically for $I_2(n, W, \chi)$ and reduced to a 1D integral for $I_1(n, \chi)$. In any practical cases ($\chi > 0$), the integrand behaves smoothly and the integral can be easily evaluated numerically with standard integration procedure.

$$\begin{aligned} I_1(n,\chi) &= \int_{\chi^2}^{1} du \int_{0}^{n\chi} \frac{1-u}{\sqrt{u}} \sqrt{1+v^2 \frac{4(1+3u^2)}{u(1-u)^2}}\, dv \\ &= \int_{\chi^2}^{1} \left[-\frac{(x-1)^2}{4\sqrt{1+3x^2}} \operatorname{asinh}\left(\frac{2\chi n \sqrt{1+3x^2}}{(x-1)\sqrt{x}} \right) + \frac{\chi n}{2x} \sqrt{x^3 + 12\chi^2 n^2 x^2 - 2x^2 + x + 4\chi^2 n^2} \right] dx \end{aligned} \tag{34}$$

$$\begin{aligned} I_2(n,W,\chi) &= \int_{0}^{\chi^2} du \int_{0}^{n\chi - W\chi = \chi\alpha} \sqrt{u + 12v^2}\, dv \\ &= \frac{\left(\sqrt{3}\operatorname{asinh}\left(2\sqrt{3}\,\alpha\right) - 32\,3^{\frac{3}{2}}\,\alpha^4\right)\,\chi^4 + \sqrt{12\,\alpha^2+1}\,\left(48\,\alpha^3 + 10\,\alpha\right)\,\chi^4}{24} \end{aligned} \tag{35}$$

Acknowlegments

J.H. thanks J.B. Leblond for fruitful discussions. The authors thank B. Tanguy for comments on the manuscript.

Bibliography

www-cast3m.com.

Argon, A. S., Im, J., and Safoglu, R. (1975). Cavity formation from inclusions in ductile fracture. *Metallurgical Transactions A*, 6A :825–837.

Babout, L., Maire, E., and Fougères, R. (2004). Damage initiation in model metallic materials : X-ray tomography and modelling. *Acta Mat.*, 52 :2475–2487.

Benzerga, A. A. (2002). Micromechanics of coalescence in ductile fracture. *J. Mech. Phys. Solids*, 50 :1331–1362.

Benzerga, A. A. and Besson, J. (2001). Plastic potentials for anisotropic porous solids. *European Journal of Mechanics A/Solids*, 20 :397–434.

Benzerga, A. A., Besson, J., Batisse, R., and Pineau, A. (2002). Synergistic effects of plastic anisotropy and void coalescence on fracture mode in plan strain. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, 10 :73–102.

Benzerga, A. A., Besson, J., and Pineau, A. (2004). Anisotropic ductile failure. part I : experiments. *Acta Mat.*, 52 :4623–4638.

Benzerga, A. A. and Leblond, J.-B. (2010). Ductile fracture by void growth and coalescence. *Adv. Applied Mech.*, 44 :169–305.

Benzerga, A. A. and Leblond, J.-B. (2014). Effective yield-criterion accounting for microvoid coalescence. *J. App. Mech.*, 81 :031009.

Beremin, F. M. (1981). Cavity formation from inclusions in ductile fracture of A508 steel. *Metallurgical Transactions A*, 12A :723–731.

Besson, J. (2010). Continuum models of ductile fracture : a review. *Int. J. Damage Mechanics*, 19 :3–52.

Brown, L. M. and Embury, J. D. (1973). The initiation and growth of voids at second phase particles. volume 3rd International Conference on the strength of metals and alloys, pages 164–168.

Chu, C. and Needleman, A. (1980). Void nucleation effets in biaxially stretched sheets. *J. Eng. Mat. and Tech.*, 102 :249–256.

Cox, T. B. and Low, J. R. (1974). An investigation of the plastic fracture of AISI 4340 and 18 nickel-200 grade maraging steels. *Mettalurgical Transactions*, 5 :1457–1470.

Danas, K. and Ponte Castañeda, P. (2009). A finite strain model for anisotropic viscoplastic porous media : I - Theory. *European J. Mech A/Solids*, 28 :387–401.

Fabrègue, D. and Pardoen, T. (2008). A constitutive model for elastoplastic solids containing primary and secondary voids. *J. Mech. Phys. Solids*, 56 :719–741.

Gologanu, M., Leblond, J.-B., Perrin, G., and Devaux, J. (1997). *Continuum Micromechanics, CISM Lectures Series*, chapter Recent extension of Gurson's model for porous ductile metals, pages 61–130. Springer.

Gurson, A. (1977). Continuum theory of ductile rupture by void nucleation and growth : Part I - Yield criteria and flow rules for porous ductile media. *J. Eng. Mat. and Tech.*, 99 :2–15.

Han, X., Besson, J., Forest, S., Tanguy, B., and Bugat, S. (2013). A yield function for single crystals containing voids. *Int. J. Solids and Struct.*, 50 :2115–2131.

Keralavarma, S. and Chockalingam, S. (2016). A criterion for void coalescence in anisotropic ductile materials. *Int. J. Plasticity*, 82 :159–176.

Keralavarma, S. M. and Benzerga, A. A. (2010). A constitutive model for plastically anisotropic solids with non-spherical voids. *J. Mech. Phys. Solids*, 58 :874–901.

Koplik, J. and Needleman, A. (1988). Void growth and coalescence in porous plastic solids. *Int. J. Solids and Structures*, 24 :835–853.

Kuna, M. and Sun, D. (1996). Three-dimensional cell model analyses of void growth in ductile materials. *Int. J. Fract.*, 81 :235–258.

Madou, K. and Leblond, J.-B. (2012a). A Gurson-type criterion for porous ductile solids containing arbitrary ellipsoidal voids. I. Limit-analysis of some representative cell. *J. Mech. Phys. Solids*, 60 :1020–1036.

Madou, K. and Leblond, J.-B. (2012b). A Gurson-type criterion for porous ductile solids containing arbitrary ellipsoidal voids. II. Determination of yield criterion parameters. *J. Mech. Phys. Solids*, 60 :1037–1058.

Marini, B., Mudry, F., and Pineau, A. (1985). Experimental study of cavity growth in ductile rupture. *Eng. Fract. Mech.*, 22 :989–996.

Mbiakop, A., Constantinescu, A., and Danas, K. (2015). An analytical model for porous single crystals with ellipsoidal voids. *J. Mech. Phys. Solids*, 84 :436–467.

McClintock, F. A. (1968). A criterion for ductile fracture by the growth of holes. *J. App. Mech.*, 35 :363–371.

Monchiet, V., Cazacu, O., Charkaluk, E., and Kondo, D. (2008). Macroscopic yield criteria for plastic anisotropic mmaterials containing spheroidal voids. *Int. J. Plasticity*, 24 :1158–1189.

Morin, L., Leblond, J., and Kondo, D. (2015a). A Gurson-type criterion for plastically anisotropic solids containing arbitrary ellipsoidal voids. *Int. J. Solids and Struct.*, 77 :86–101.

Morin, L., Leblond, J.-B., and Benzerga, A. A. (2015b). Coalescence of voids by internal necking : Theoretical estimates and numerical results. *J. Mech. Phys. Solids*, 75 :140–158.

Pardoen, T. and Hutchinson, J. W. (2000). An extended model for void growth and coalescence. *J. Mech. Phys. Solids*, 48 :2467–2512.

Paux, J., Morin, L., Brenner, R., and Kondo, D. (2015). An approximate yield criterion for porous single crystals. *European J. of Mech. A/Solids*, 51 :1–10.

Pineau, A., Benzerga, A., and Pardoen, T. (2016). Failure of metals I : Brittle and ductile fracture. *Acta. Mat.*, 107 :424–483.

Puttick, K. E. (1959). Ductile fracture in metals. *Phil. Mag.*, 4 :964–969.

Rice, J. R. and Tracey, D. M. (1969). On the ductile enlargement of voids in triaxial stress fields. *J. Mech. Phys. Solids*, 17 :201–217.

Rousselier, G. (1981). *Three-dimensional constitutive equations of damage and fracture*, chapter Finite deformation constitutive relations including ductile fracture damage, pages 331–355. Pergamon Press.

Scheyvaerts, F., Onck, P., Tekoğlu, C., and Pardoen, T. (2011). The growth and coalescence of ellipsoidal voids in plane strain under combined shear and tension. *J. Mech. Phys. Solids*, 59 :373–397.

Shen, Y., Morgeneyer, T., Garnier, J., Allais, L., Helfen, L., and Crépin, J. (2013). Three-dimensional quantitative in situ study of crack initiation and propagation in AA6061

aluminum alloy sheets via synchrotron laminography and finite-element simulations. *Acta. Mat.*, 61 :2571–2582.

Tekoğlu, C. (2015). Void coalescence in ductile solids containing two populations of voids. *Eng. Fract. Mech.*, 147 :418–430.

Tekoğlu, C., Leblond, J., and Pardoen, T. (2012). A criterion for the onset of void coalescence under combined tension and shear. *J. Mech. Phys. Solids*, 60 :1363–1381.

Thomason, P. F. (1968). A theory for ductile fracture by internal necking of cavities. *J. Inst. Metals*, 96 :360.

Thomason, P. F. (1985a). A three-dimensional model for ductile fracture by the growth and coalescence of microvoids. *Acta. Metall.*, 33 :1087–1095.

Thomason, P. F. (1985b). Three-dimensional models for the plastic limit-loads at incipient failure of the intervoid matrix in ductile porous solids. *Acta. Metall.*, 33 :1079–1085.

Thomason, P. F. (1990). *Ductile fracture of metals*. Pergamon Press.

Torki, M. E., Benzerga, A. A., and Leblond, J.-B. (2015). On void coalescence under combined tension and shear. *J. App. Mech.*, 82 :071005.

Tvegaard, V. (2012). Effect of stress-state and spacing on voids in a shear-field. *Int. J. Solids and Struct.*, 49 :3047–3054.

Tvergaard, V. (1990). Material failure by void growth to coalescence. *Adv. Applied Mech.*, 27 :83–151.

Tvergaard, V. and Needleman, A. (1984). Analysis of the cup-cone fracture in a round tensile bar. *Acta. Metall.*, 32 :157–169.

Weck, A. and Wilkinson, D. (2008). Experimental investigation of void coalescence in metallic sheets containing laser drilled holes. *Acta Mat.*, 56 :1774–1784.

Weck, A., Wilkinson, D., Maire, E., and Toda, H. (2008). Visualization by X-ray tomography of void growth and coalescence leading to fracture in model materials. *Acta Mat.*, 56 :2919–2928.

3 Critère de coalescence pour cavités ellipsoïdales

On Void Shape and Distribution Effects on Void Coalescence

P.-O. Barrioz, J. Hure, B. Tanguy

CEA Saclay, Université Paris-Saclay, DEN, Service d'Études des Matériaux Irradiés, 91191 Gif-sur-Yvette, France

Abstract

Void coalescence is known to be the last microscopic event of ductile fracture in metal alloys, and corresponds to the localization of plastic flow in between voids. Limit-analysis has been used to provide coalescence criteria that have been subsequently recast into effective macroscopic yield criteria, leading to models for porous materials valid for high porosities. Such coalescence models have remained up to now restricted to cubic or hexagonal lattices of spheroidal voids. Based on limit-analysis kinematic approach, a methodology is first proposed to get upper-bound estimates of coalescence stress for arbitrary void shapes and lattices. Semi-analytical coalescence criteria are derived for elliptic cylinder voids in elliptic cylinder unit cells for an isotropic matrix material, and validated through comparisons to numerical limit-analysis simulations. The physical application of these criteria for realistic void shapes and lattices is finally assessed numerically.

1 Introduction

Ductile fracture of metal alloys is mainly related to the nucleation, growth and coalescence of voids (Puttick, 1959). Experimental observations have provided guidance into the development of homogenized models of porous materials accounting for the presence of voids with additional state variables. Homogenized models can then be used to simulate crack growth in ductile materials and to predict fracture toughness (Pardoen and Hutchinson, 2000), *e.g.*, in structural analysis. The reader is referred to the recent reviews on ductile fracture mechanisms, modeling and computational aspects (Benzerga and Leblond, 2010; Pineau et al., 2016; Besson, 2010). One of the key ingredient of these models is the yield criterion describing the effective or macroscopic plastic behavior of porous materials. Growth regime, *i.e.*, when voids do not interact with each others, is by far the most widely studied part of void growth to coalescence ductile fracture. Following seminal contributions (Gurson, 1977; Rousselier, 1981; Ponte Castañeda, 1991) based respectively on limit-analysis, thermodynamics and variational approach, yield criteria for porous materials have been proposed accounting for void shapes (Gologanu et al., 1997; Madou and Leblond, 2012a; Madou and Leblond, 2012b), anisotropy (Benzerga and Besson, 2001; Han et al., 2013; Paux et al., 2015) or both (Morin et al., 2015a; Mbiakop et al., 2015; Song and Ponte Castañeda, 2017), to name but a few. Coalescence regime, *i.e.*, when voids strongly interact with each others through localized plastic flow in between adjacent voids, has been far less studied than growth. Thomason (Thomason, 1968; Thomason, 1985) provided coalescence stress assuming internal necking of voids embedded in an isotropic perfectly plastic matrix. Yield criterion was proposed in (Benzerga et al., 2004) based on the coalescence stress, and was subsequently used in combination with growth yield criterion (Benzerga, 2002) to provide a complete physically-based homogenized modeling of ductile fracture. Thomason's coalescence criterion has been shown to be in good agreement with experimental data (Weck and Wilkinson, 2008; Weck et al., 2008), and was used in its original form or with phenomenological modifications to account for strain hardening (Pardoen and Hutchinson, 2000; Scheyvaerts et al., 2011), secondary voids (Fabrègue and Pardoen, 2008) or penny-shaped cracks (Benzerga, 2002), and for the presence of shear loading conditions (Tekoğlu et al., 2012). Recently, significant efforts have been devoted to reassess and/or extend Thomason approximate coalescence criterion which is limited in practice to spheroidal voids in an isotropic plastic material (obeying von Mises plasticity) under axisymmetric loading conditions. Benzerga and Leblond (Benzerga and Leblond, 2014) and Morin *et al.* (Morin et al., 2015b) proposed analytical *upper-bound* estimates of the coalescence stress for cylindrical voids in an isotropic plastic material under axisymmetric loading conditions, subsequently extended by Torki *et al.* (Torki et al., 2015; Torki et al., 2017) to account for combined tension and shear loading conditions. Upper-bound estimate of coalescence stress for penny-shaped cracks under arbitrary loadings in an isotropic plastic material has been proposed in (Hure and Barrioz, 2016). Anisotropic materials (obeying Hill's plastic criterion) have also been considered in (Keralavarma and Chockalingam, 2016; Morin, 2015). Anisotropic coalescence criterion has also been proposed considering interfacial effects for anisotropic materials under arbitrary loading conditions (Gallican and Hure, 2017).

One of the key parameter of void coalescence is the intervoid distance, which comes

from voids lattice in the coalescence plane. Thomason (Thomason, 1985) considered a cubic lattice of voids, while models developed later consider hexagonal lattices (through the approximation of cylindrical unit cell). It has been proposed in (Torki et al., 2015) to consider equivalent porosity in the coalescence band to go from hexagonal lattices to cubic lattices. While such procedure leads to predictions in reasonable agreement with numerical simulations, it clearly calls for a theoretical improvement. Moreover, void aspect ratios are also influential parameters in void coalescence, but only spheroidal voids (through the assumption of considering cylindrical voids) - having two axis length equal and thus only one aspect ratio - have been considered so far. As illustrated for example in (Cao et al., 2015) with unit cells simulations under non-axisymmetric loading conditions showing complex evolutions of void aspect ratios prior to coalescence, or in (Navas et al., 2018) through numerical simulations with non-periodic void clusters, including general void shapes and lattices in coalescence criterion is definitely required. The problem statement is detailed in Section 2 as well as the main assumption. Based on limit-analysis kinematic approach, a methodology is proposed in Section 3 to obtain formally trial velocity fields for arbitrary unit cells. A semi-analytical coalescence criterion is then derived for the particular case of an elliptic cylinder void in elliptic cylinder unit cell, under the assumption of isotropic matrix material and loading axes aligned with the principal axes of unit cell and void. Comparisons between the predictions and numerical results obtained through numerical limit-analysis are detailed in Section 4. The physical application of these criteria for realistic void shapes and lattices is finally discussed based on numerical results in Section 5, as well as potential extensions to more general void lattices.

Underline $\underline{A}$ and bold $\mathbf{A}$ symbols refer to vectors and second-order tensors, respectively. A cartesian orthonormal basis $\{\underline{e}_1, \underline{e}_2, \underline{e}_3\}$ is used and position vectors are denoted $\underline{X} = \{X, Y, Z\}$ or $\underline{x} = \{x, y, z\}$. Only isotropic materials are considered in the following.

2 Problem statement

In order to specify the problem tackled in this study as well as the main assumption, three finite strain porous unit cell simulations are first presented. In all cases, the matrix material obeys isotropic elasticity (with Young's modulus $Y = 200$GPa and Poisson ratio 0.3) and von Mises plasticity with power law hardening $\overline{\sigma}(p) = \sigma_0[1 + (Y/\sigma_0)p]^m$ (with $\sigma_0 = 200$MPa and $m = 0.1$) and Miehe-Apel-Lambrecht finite strain framework (Miehe et al., 2002). Fully periodic boundary conditions are applied, and macroscopic (volume-average) axisymmetric loading conditions are imposed $\mathbf{\Sigma} = \Sigma_{11}[\underline{e}_1 \otimes \underline{e}_1 + 0.4(\underline{e}_2 \otimes \underline{e}_2 + \underline{e}_3 \otimes \underline{e}_3)]$ corresponding to a stress triaxiality of 1. Simulations are performed with `AMITEX_FFTP` solver (ami,) (see Section 4.1 for details). Three different initial arrangement of voids are considered : the first is a simple cubic lattice of spherical voids (RVE 1) of porosity 11% while the second (RVE 2) and the third (RVE 3) are obtained through a homothetic transformation of the unit cell of ratio 1/2 along $\underline{e}_2$ (Fig. 1), leading to more anisotropic distributions of voids in the $\underline{e}_2 - \underline{e}_3$ plane. For RVE 3, an additional homothetic transformation of the void of ratio 1/2 along $\underline{e}_3$ is used to increase the anisotropy. The evolution of macroscopic stress Σ_{11} and macroscopic transverse deformation gradients $\{F_{22}, F_{33}\}$ are shown as a function of F_{11} in Fig. 1. In both cases, macroscopic strain rate fields tend to become uniaxial (defined as $\{\dot{F}_{22}, \dot{F}_{33}\} \to 0$) irrespective of the anisotropic

distribution of voids in the $\underline{e}_2 - \underline{e}_3$ plane. This regime, referred to as coalescence in the literature (Koplik and Needleman, 1988), corresponds to localized plastic flow in the intervoid ligament. The main focus of the paper is thus to describe the effect of the anisotropy of the transverse distribution of voids on the coalescence criterion, under the assumption of uniaxial straining conditions.

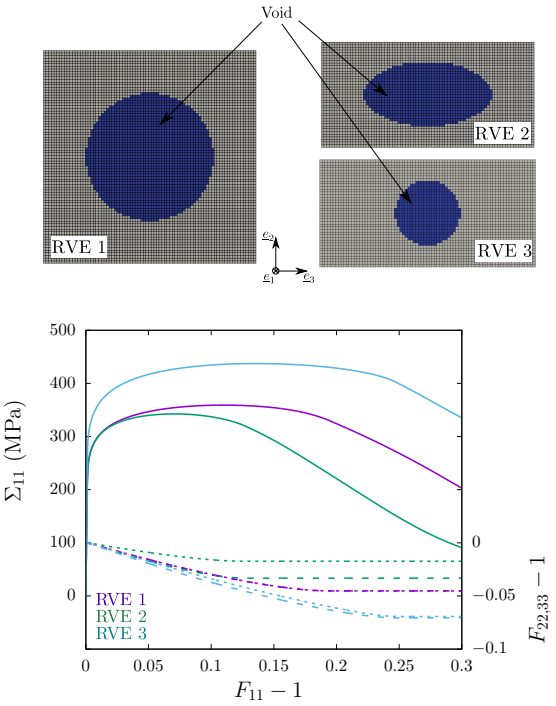


Figure 1 – Top : Slice views in the $\underline{e}_2 - \underline{e}_3$ plane of the porous unit cells used in the simulations, with different anisotropies of voids distribution. Bottom : Evolution of macroscopic stress (through volume averaging) in the principal loading direction Σ_{11} (solid lines) and transverse macroscopic deformation gradients F_{22} (dotted lines) and F_{33} (dashed lines) as a function of F_{11}.

3 Theoretical estimates of coalescence stress

Void coalescence deformation mode is defined from a general point of view as localized plastic flow in a band Ω_{coa} (of normal $\underline{e}_3$) linking adjacent voids ω associated with an almost rigid motion (through elastic unloading) outside the coalescence band $\Omega \backslash \Omega_{coa}$ (Koplik and Needleman, 1988), leading to macroscopic uniaxial straining conditions [1] $\boldsymbol{D} = D_{33}\underline{e}_3 \otimes \underline{e}_3$ at the scale of some (periodic) unit cell Ω [2]. For practical reasons, approximations of periodic unit cells are classically used, as shown on Fig. 2, for which the boundary conditions for any velocity field $\underline{v}$ due to plastic flow in order to assess coalescence are :

$$\begin{aligned} \underline{v}\left(\underline{x} \in S_{lat}\right).\underline{n}_{S_{lat}} &= 0 \\ \underline{v}\left(\underline{x} \in \Omega \backslash \Omega_{coa}^{\pm}\right) &= \pm D_{33} H \underline{e}_3 \end{aligned} \tag{1}$$

1. In absence of shear stresses with respect to the coalescence band, which are not considered in this study

2. Same notation Ω will also be used to define the volume of the unit cell.

where S_{lat} is the lateral surface, H the half-height of the unit cell (Fig. 2), and $\underline{n}$ stands as the normal vector. The relevance of the unit cell approximation will be discussed in Section 5. The isotropic matrix material around voids is assumed to obey von Mises perfect plasticity with associated plastic flow.

3.1 Analytical limit-analysis

In order to evaluate the macroscopic stress Σ_{33} at which coalescence can occur for a given void shape and lattice, volumetric average along with limit analysis is used (see, *e.g.*, (Benzerga and Leblond, 2010) for details). For periodic boundary conditions, macroscopic stress $\mathbf{\Sigma}$ and strain rate $\mathbf{D}$ tensors are related to their microscopic counterparts by volume averaging :

$$\mathbf{\Sigma} = \frac{1}{\Omega}\int_{\Omega} \boldsymbol{\sigma}\, d\Omega \qquad \mathbf{D} = \frac{1}{\Omega}\int_{\Omega} \mathbf{d}\, d\Omega \tag{2}$$

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

$$\frac{1}{\Omega}\int_{\Omega} \boldsymbol{\sigma} : \mathbf{d}\, d\Omega = \mathbf{\Sigma} : \mathbf{D} \tag{3}$$

Upper-bound theorem of limit analysis enables to assess the limit-load of the unit cell Ω containing voids ω, and is, for a perfectly plastic material obeying von Mises' criterion :

$$\mathbf{\Sigma} : \mathbf{D} = \Pi(\mathbf{D}) \leq \Pi^{+}(\mathbf{D}) \tag{4}$$

$$\text{with} \qquad \Pi^{+}(\mathbf{D}) = \langle \overline{\sigma} d_{eq} \rangle_{\Omega} = \frac{1}{\Omega}\int_{\Omega} \overline{\sigma} d_{eq} d\Omega \tag{5}$$

where $\overline{\sigma}$ is the local yield stress (set to zero in ω), $d_{eq} = \sqrt{[2/3]\mathbf{d} : \mathbf{d}}$ the equivalent strain rate ($\mathbf{d} = [{}^{t}\mathbf{\nabla}\underline{v} + \mathbf{\nabla}\underline{v}]/2$), and $\underline{v}$ a velocity field kinematically admissible with $\mathbf{D}$ and verifying the property of incompressibility $\mathrm{tr}(\mathbf{d}) = 0$. $\Pi^{+}(\mathbf{D}) = \Pi(\mathbf{D})$ when $\underline{v}$ is the velocity field solution. $\Pi(\mathbf{D})$ will be referred to as the macroscopic plastic dissipation and superscript $^{+}$ will be omitted in the following for clarity. In presence of a velocity field having a purely tangential discontinuity along an interface S_d, the plastic dissipation related to the discontinuity is :

$$\Pi_{surf}(\mathbf{D}) = \frac{1}{\Omega}\int_{Sd} \frac{\overline{\sigma}}{\sqrt{3}} ||v_t|| dS \tag{6}$$

where $||v_t||$ is the absolute value of the velocity jump. The macroscopic limit stress or yield locus is obtained from Eq. 4 by the equation :

$$\mathbf{\Sigma} = \frac{\partial \Pi(\mathbf{D})}{\partial \mathbf{D}} \tag{7}$$

Analytical expression for macroscopic stress according to Eq. 7 that will stand as coalescence load requires the choice of trial velocity fields that should be (1) kinematically admissible with coalescence boundary conditions and (2) incompressible. Few of such trial velocity fields have been provided in previous studies (Thomason, 1985; Benzerga and Leblond, 2014; Morin et al., 2015b; Hure and Barrioz, 2016; Keralavarma and Chockalingam, 2016). However, finding trial velocity fields for an arbitrary unit cell is not an easy task, which has limited the development of general void coalescence criterion.

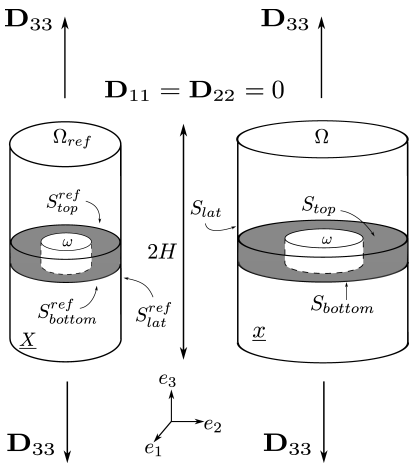


Figure 2 – Reference cylindrical unit cell Ω_{ref} and deformed unit cell Ω. Coalescence deformation mode corresponds to localized plastic flow in a coalescence band Ω_{coa} associated with (almost) rigid body motion of the outer parts $\Omega \backslash \Omega_{coa}$, thus to uniaxial straining conditions $\boldsymbol{D} = D_{33} \underline{e}_3 \otimes \underline{e}_3$.

3.2 Towards trial velocity fields for arbitrary unit cells

The starting point of the methodology proposed to get a trial velocity field for an arbitrary unit cell is a trial velocity field $\underline{V}$ defined for a reference unit cell (of coordinates $\underline{X}$) satisfying the conditions described in Section 3.1 :

$$\underline{\nabla}_X . \underline{V}(\underline{X}) = 0 \tag{8}$$

$$\begin{aligned} \underline{V}\left(\underline{X} \in S^{ref}_{lat}\right) . \underline{n}_{S^{ref}_{lat}} &= 0 \\ \underline{V}\left(\underline{X} \in \Omega^{ref} \backslash \Omega^{ref}_{coa}\right) &= \pm D_{33} H \underline{e}_3 \end{aligned} \tag{9}$$

where Eq. 8 corresponds to the incompressibility condition and Eq. 9 to the coalescence boundary conditions. Considering an arbitrary unit cell of coordinates $\underline{x}$ defined such that :

$$\underline{x} = \underline{\phi}(\underline{X}) \tag{10}$$

preserving the boundary surface. A trial velocity field $\underline{v}$ such that :

$$\underline{v}(\underline{x}) = \underline{\psi}(\underline{V}(\underline{X})) \tag{11}$$

will satisfy the property of incompressibility and coalescence boundary conditions if :

$$\underline{\nabla}_x . \underline{v} = \underline{\nabla}_x \{ \underline{\psi}[\underline{V}(\underline{\phi}^{-1}(\underline{x}))] \} = 0 \tag{12}$$

$$\begin{aligned} \underline{\psi}\left(\underline{V}[\underline{\phi}^{-1}(\underline{x} \in S_{lat})]\right) . \underline{n}_{S_{lat}} &= 0 \\ \underline{\psi}\left(\underline{V}[\underline{\phi}^{-1}(\underline{x} \in \Omega \backslash \Omega_{coa})]\right) &= \pm D_{33} H \underline{e}_3 \end{aligned} \tag{13}$$

Finding solutions to Eqs. 12,13 with respect to the functions ϕ and ψ leads to a trial velocity field satisfying the property of incompressibility and compatible with coalescence boundary conditions on the unit cell Ω. While this provides an effective - albeit not trivial - procedure to get such velocity field and thus to upper-bound estimates of the coalescence

stress through Eqs. 5,7, it should be noted here that nothing ensures that such trial velocity field leads to an accurate estimate of the coalescence stress, which should ultimately be checked through comparisons to numerical simulations.

A solution to Eqs. 12 and 13 can be found for elliptic cylinder unit cell, and is described in the next section.

3.3 Trial velocity field for elliptic cylinder unit cells

Elliptic cylindrical unit cell Ω of half-height H and semi-axes L_1 and L_2 containing a coaxial elliptic cylinder void ω (of semi-axes R_1 and R_2 and half-height h) is now considered (Fig. 3). Four dimensionless ratios can be defined :

$$W_1 = \frac{h}{R_1} \qquad W_2 = \frac{h}{R_2} \qquad \chi_1 = \frac{R_1}{L_1} \qquad \chi_2 = \frac{R_2}{L_2} \tag{14}$$

where W_i are the *out-of-plane* (with respect to the coalescence plane) aspect ratios of the void, χ_i the *in-plane* dimensionless length of the intervoid ligament. An additional dimensionless parameter $c = h/H$ can be defined, but does not play any role in coalescence criterion derived hereafter, as long as the phenomenon considered is coalescence *in layers*, and not coalescence *in columns* (Benzerga and Leblond, 2010).

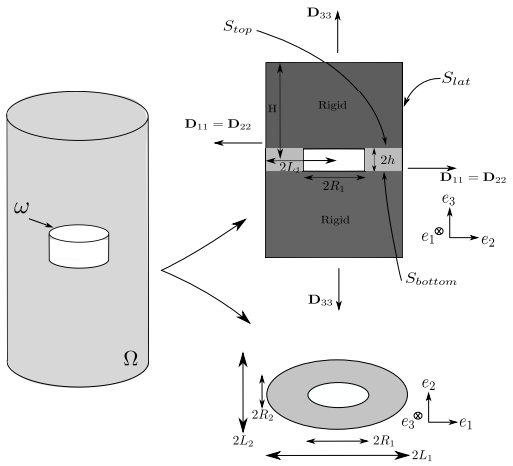


Figure 3 – Elliptic cylinder unit cell with coaxial elliptic cylinder void considered in this study. The principal axes of the mechanical loading are assumed to be the same of the ones of the unit cell (and void).

In order to apply the methodology described in Section 3.2 to the elliptic cylinder unit cell, the reference trial velocity field chosen is the one proposed in (Benzerga and Leblond, 2014) for cylindrical unit cell of radius L_1 :

$$\begin{aligned} V_X(X,Y) &= \frac{D_{33}H}{2h}\left(\frac{L_1^2}{X^2+Y^2}-1\right)X \\ V_Y(X,Y) &= \frac{D_{33}H}{2h}\left(\frac{L_1^2}{X^2+Y^2}-1\right)Y \\ V_Z(Z) &= \frac{D_{33}H}{h}Z \end{aligned} \tag{15}$$

for $|Z| \leq h$. The following function $\underline{\phi}$ allows to map the cylindrical unit cell to the elliptic cylinder unit cell of semi-axis L_1 and L_2 :

$$\underline{x} = \underline{\phi}(\underline{X}) = \begin{cases} X \\ Y\dfrac{L_2}{L_1} \\ Z \end{cases} \tag{16}$$

It should be noticed that Eq. 16 is simply a geometrical transformation allowing to go from the reference unit cell to the actual unit cell. In particular, Eq. 16 is not volume preserving. Eqs. 12 and 13 can be satisfied by defining the function $\underline{\psi}$ such as :

$$\underline{v} = \underline{\psi}(\underline{V}) = \begin{cases} V_X \\ V_Y\dfrac{L_2}{L_1} \\ V_Z \end{cases} \tag{17}$$

Finally, the trial velocity field $\underline{\mathrm{v}}$ can be written as :

$$\begin{cases} v_x(x,y,z) = \dfrac{D_{33}H}{2h}\left(\dfrac{L_1^2}{x^2+\alpha^2y^2} - 1\right)x \\ v_y(x,y,z) = \dfrac{D_{33}H}{2h}\left(\dfrac{L_1^2}{x^2+\alpha^2y^2} - 1\right)y \\ v_z(x,y,z) = \dfrac{D_{33}H}{h}z \end{cases} \tag{18}$$

for $|z| \leq h$, and where the dimensionless parameter α is defined such that :

$$\alpha = L_1/L_2 \tag{19}$$

3.4 Coalescence criterion for elliptic cylinder unit cell

3.4.a General case

The equivalent plastic strain rate d_{eq} can be computed with the trial velocity field defined in Eq. 18, as well as the tangential discontinuities at the top/bottom surfaces $||v_t||$. We make use of the change of coordinates systems, from cartesian to elliptic : $x = r\cos\theta$ and $\alpha y = r\sin\theta$:

$$\begin{cases} d_{eq} = \dfrac{|D_{33}|H}{h}\sqrt{1 + \dfrac{L_1^4}{3r^4}\left[1 + \left(\dfrac{\alpha^2-1}{2\alpha}\sin 2\theta\right)^2\right]} \\ ||v_t|| = r\dfrac{|D_{33}|H}{2\alpha h}\left(\dfrac{L_1^2}{r^2} - 1\right)\sqrt{1 + (\alpha^2-1)\cos^2\theta} \end{cases} \tag{20}$$

inside in the ligament Ω_{coa}, while $d_{eq} = 0$ outside.

Macroscopic plastic dissipation (Eq. 5) can now be computed $\Pi = \Pi^{(1)} + \Pi^{(2)}$, where $\Pi^{(1)}$ corresponds to the volumetric plastic dissipation, while $\Pi^{(2)}$ is related to the velocity

field discontinuity. Only half of the unit cell is considered due to symmetry.

$$\Pi^{(1)} = \frac{1}{\Omega}\int_{\Omega}\overline{\sigma}d_{eq}d\Omega \tag{21}$$

With the change of variables considered, $d\Omega = dx\,dy\,dz = r\,dr\,d\theta\,dz/\alpha$, and $\Omega = (\pi H L_1^2)/\alpha$:

$$\begin{aligned}&\Pi^{(1)}\\&= \frac{|D_{33}|\overline{\sigma}}{\pi L_1^2}\int_{R(t)}^{L_1}\int_0^{2\pi}\sqrt{1+\frac{L_1^4}{3r^4}\left[1+\left(\frac{\alpha^2-1}{2\alpha}\sin 2\theta\right)^2\right]}rdrd\theta\end{aligned} \tag{22}$$

where $R(t)$ can be written as :

$$R(\theta) = \frac{R_1}{\sqrt{\cos(\theta)^2 + (1-\cos(\theta)^2)[R_1^2/(\alpha R_2)^2]}} \tag{23}$$

The 2D integral cannot be computed analytically, and can only be reduced to a 1D integral (once the integration over the variable r is done, similarly to (Morin et al., 2015b)).

The plastic dissipation $\Pi^{(2)}$ related to the velocity field tangential discontinuity is computed according to Eq. 6 :

$$\Pi^{(2)} = \frac{1}{\Omega}\int_{S_{top}}\frac{\overline{\sigma}}{\sqrt{3}}||v_t||dS \tag{24}$$

Again, with the change of variables considered, $dS = dx\,dy = r\,dr\,d\theta/\alpha$:

$$\Pi^{(2)} = \frac{|D_{33}|\overline{\sigma}}{2\sqrt{3}\pi L_1^2 h\alpha}\int_{R(t)}^{L_1}\int_0^{2\pi}(L_1^2-r^2)dr\sqrt{1+(\alpha^2-1)\cos^2\theta}d\theta \tag{25}$$

Finally, according to Eq. 7 that reduces to $|\Sigma_{33}| = \Pi/|D_{33}|$ and normalizing length by L_1, the coalescence stress can be written as :

$$\begin{aligned}|\Sigma_{33}| \leq\ &\frac{\overline{\sigma}}{\pi}\int_{R(t)/L_1}^{1}\int_0^{2\pi}\sqrt{1+\frac{1}{3r^4}\left[1+\left(\frac{\alpha^2-1}{2\alpha}\sin 2\theta\right)^2\right]}rdrd\theta\\&+\frac{\overline{\sigma}}{2\sqrt{3}\pi W_1\chi_1\alpha}\int_{R(\theta)/L_1}^{1}\int_0^{2\pi}(1-r^2)dr\sqrt{1+(\alpha^2-1)\cos^2\theta}d\theta\end{aligned} \tag{26}$$

Eq. 26 gives an upper-bound of the coalescence stress for an elliptic cylinder unit cell containing a coaxial elliptic cylinder void, for an isotropic material and in absence of shear stresses with respect to the principal axes defined by the unit cell. It extends previous studies aiming at predicting coalescence stress for cylindrical voids in cylindrical unit cells. Some progress could be made to compute partially the integrals (or using Cauchy-Schwartz inequality to get an upper-bound), but numerical evaluation of these integrals is straightforward. Some simplifications can be made considering homothetic void and unit cell, as detailed in the next section.

3.4.b Homothetic voids and unit cells

The particular case of homothetic void and unit cell, that corresponds to $R_1 = \alpha R_2$ or $\chi_1 = \chi_2 = \chi$, allows to simplify the coalescence stress (Eq. 26). It should be noticed that this case does not correspond to confocal void and cell used for the derivation of yield criteria of porous materials in the growth regime (Morin et al., 2015a). In order to get analytical coalescence estimate, Cauchy-Schwartz inequality is used to get an upper-bound of the volumetric plastic dissipation :

$$\begin{aligned}\Pi^{(1)} &\leq \frac{|D_{33}|\overline{\sigma}}{\pi L_1^2}\int_{R_1}^{L_1} r dr \sqrt{2\pi\int_0^{2\pi} 1 + \frac{L_1^4}{3r^4}\left[1+\left(\frac{\alpha^2-1}{2\alpha}\sin 2\theta\right)^2\right] d\theta} \\ &\leq \frac{2|D_{33}|\overline{\sigma}}{L_1^2}\int_{R_1}^{L_1}\sqrt{1+\beta^4\frac{L_1^4}{r^4}} r dr\end{aligned} \tag{27}$$

where a new dimensionless ratio is defined :

$$\beta^4 = \frac{\alpha^4 + 6\alpha^2 + 1}{24\alpha^2} \tag{28}$$

Upon integration over r, the upper-bound of the volumetric plastic dissipation is :

$$\Pi^{(1)} \leq |D_{33}|\overline{\sigma}\left(-\sqrt{\beta^4+\chi^4} + \sqrt{\beta^4+1} - \frac{\beta^2}{2}\log\frac{(\sqrt{\beta^4+1}+\beta^2)(\sqrt{\beta^4+\chi^4}-\beta^2)}{(\sqrt{\beta^4+1}-\beta^2)(\sqrt{\beta^4+\chi^4}+\beta^2)}\right) \tag{29}$$

Eq. 29 depends only on two geometrical ratios χ and β and verifies the property $\Pi^{(1)}(\alpha) = \Pi^{(1)}(\alpha^{-1})$ which corresponds to a permutation of the axes $\underline{e}_1$ and $\underline{e}_2$. An analytical upper-bound of the plastic dissipation $\Pi^{(2)}$ can also be obtained with Cauchy-Schwartz inequality :

$$\Pi^{(2)} \leq \frac{|D_{33}|\overline{\sigma}}{\sqrt{6}W_1\chi}\frac{\sqrt{\alpha^2+1}}{\alpha}\left(\frac{\chi^3-3\chi+2}{3}\right) \tag{30}$$

The analytical expression for the upper-bound of the surfacic plastic dissipation (Eq. 30) can alternatively be written in a symmetric form (with respect to W_1 and W_2) :

$$\Pi^{(2)} \leq \frac{|D_{33}|\overline{\sigma}}{\sqrt{6}\chi}\frac{\sqrt{W_1^2+W_2^2}}{W_1W_2}\left(\frac{\chi^3-3\chi+2}{3}\right) \tag{31}$$

Finally, the upper-bound estimate of the coalescence stress can be written (using Eq. 7 that reduces to $|\Sigma_{33}| = \Pi/|D_{33}|$) :

$$\begin{aligned}\frac{|\Sigma_{33}|}{\overline{\sigma}} \leq -\sqrt{\beta^4+\chi^4} + \sqrt{\beta^4+1} - \frac{\beta^2}{2}\log\frac{(\sqrt{\beta^4+1}+\beta^2)(\sqrt{\beta^4+\chi^4}-\beta^2)}{(\sqrt{\beta^4+1}-\beta^2)(\sqrt{\beta^4+\chi^4}+\beta^2)} \\ + \frac{1}{\sqrt{6}\chi}\frac{\sqrt{W_1^2+W_2^2}}{W_1W_2}\left(\frac{\chi^3-3\chi+2}{3}\right)\end{aligned} \tag{32}$$

Alternatively, Eq. 32 could also have been written using geometric mean of void aspect

ratios $W = \sqrt{W_1 W_2}$, leading to a prefactor of the second term $\sqrt{\alpha + \alpha^{-1}}/W$. For $\alpha = 1$ (and thus $W_1 = W_2 = W$), *i.e.*, for cylindrical unit cells and voids, Eq. 32 reduces to the expression given in (Benzerga and Leblond, 2014; Morin et al., 2015b) :

$$\begin{aligned}\frac{|\Sigma_{33}|}{\overline{\sigma}} \leq & \frac{\chi^3 - 3\chi + 2}{3\sqrt{3}W\chi} \\ & + \frac{1}{\sqrt{3}}\left(2 - \sqrt{1+3\chi^4} + \log\frac{1+\sqrt{1+3\chi^4}}{3\chi^2}\right)\end{aligned} \tag{33}$$

Eq. 32 corresponds to an upper-bound of the coalescence stress for elliptic cylindrical voids in homothetic unit cells, for isotropic material and in absence of shear stresses. It is also noteworthy to mention that the limit cases $\alpha \to \{0, +\infty\}$ lead to $|\Sigma_{33}| \to +\infty$ (for $\chi_i \neq 1$). Although corresponding to a rather unphysical situation, this divergence is rooted in the simple homothetical transformation (Eqs. 16, 17) used to get the trial velocity field which should be considered as a first order correction for cell shapes deviating from the cylindrical one. Similarly, void shape is not accounted for explicitly in the trial velocity field, and actual velocity field is expected to differ from the trial one for void shapes significantly different from a homothetic transformation of the cell shape.

The ability of the proposed analytical expression to predict coalescence stress for ellipsoidal voids will be assessed in Section 4.

4 Assessment of theoretical coalescence criterion

4.1 Numerical limit-analysis

In order to assess coalescence stress derived through limit-analysis by choosing a trial velocity field (Eq. 7), exact coalescence stresses are computed through numerical simulations known as numerical limit-analysis (see, *e.g.*, (Madou and Leblond, 2012b; Tekoğlu, 2015)) : the problem defined in Fig. 2 is solved (classically with finite-element method (FEM)) under the small perturbation hypothesis, with elastic-perfectly plastic material (obeying von Mises criterion with yield stress $\overline{\sigma}$). Macroscopic stresses are computed through volume averaging (Eqs. 2). A loading parameter is increased until saturation of the macroscopic stresses that correspond to exact coalescence stresses, up to numerical errors. As an alternative to FEM simulations, Fast Fourier Transform (FFT-) based solver (Moulinec and Suquet, 1998) has been used in this study, as in (Paux et al., 2018). FFT simulations rely on a periodic unit cell discretized in voxels of a structured grid. Different constitutive equations can be applied to subsets of voxels, defined through the positions of their centers $\underline{X}_v$ in order to model heterogeneous unit cells. Material voxels constitutive equations correspond to elasto-plasticity with the von Mises criterion (of Young's modulus Y, Poisson's ratio ν and yield stress $\overline{\sigma}$), while void voxels are purely elastic with zero rigidity. Loading parameters are either average strains $\boldsymbol{E}$ or stresses $\boldsymbol{\Sigma}$: to assess coalescence corresponding to uniaxial straining (in absence of shear stresses), $\boldsymbol{E} = E_{33}\underline{e}_3 \otimes \underline{e}_3$ is applied, where E_{33} is the scalar loading parameter. In order to be able to simulate quasi-periodic unit cells as the ones considered in Section 3.2 (Fig. 3), a fictive orthotropic elastic material is added around

the elliptical unit cell, with particular elastic moduli [3] :

$$\begin{aligned} \nu_{12} = \nu_{23} = \nu_{13} = 0 \\ Y_1 = Y_2 = G_{12} \gg Y \\ Y_3 = G_{13} = G_{23} = 0 \end{aligned} \tag{34}$$

In the limit defined by Eqs. 34 for the fictive elastic material around the elliptic-cylinder unit cell, the boundary conditions imposed to the unit cell $\boldsymbol{E} = E_{33}\underline{e}_3 \otimes \underline{e}_3$ are transmitted to the inner cylinder, consistently with the boundary conditions used in the theoretical approach. More precisely, Eq. 34_1 allows to decouple in-plane $(\underline{e}_1, \underline{e}_2)$ and out-of-plane $(\underline{e}_3)$ directions, Eq. 34_2 to ensure (almost) rigid motion in the plane $(\underline{e}_1, \underline{e}_2)$, and Eq. 34_3 to an unconstrained motion of the inner elliptic unit-cell along the $\underline{e}_3$ direction. This is checked further in Section 4.2. An example of the typical discretized unit cell used is shown in Fig. 4.

Numerical equivalent von Mises strain rate fields $d_{eq} = \sqrt{[2/3]\mathbf{d} : \mathbf{d}}$ are computed at coalescence to be compared to the ones resulting from the trial velocity field used to derive the coalescence criterion. `AMITEX_FFTP` (ami,) software was used for all simulations performed in this study, along with `MFront` software (Helfer and et.al., 2015) for generating constitutive models, with $\overline{\sigma}/Y = 10^{-3}$. A convergence study w.r.t the number of voxels was performed for all numerical results shown hereafter.

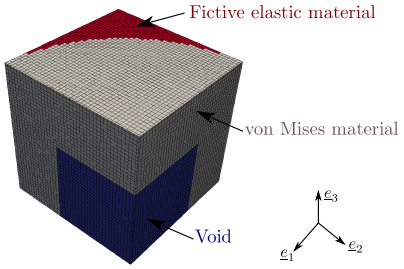


Figure 4 – One-eighth of the typical periodic unit cell with cylindrical void used for FFT simulations to assess numerically coalescence stress. Three different constitutive equations are used for the blue, white and red voxels : zero rigidity, elasto-plastic von Mises plasticity and fictive elastic material, respectively. Macroscopic strain is imposed : $\mathbf{E} = E_{33}\underline{e}_3 \otimes \underline{e}_3$. Macroscopic coalescence stress Σ_{33} is computed through volume averaging over the white and blue regions only.

4.2 Comparisons to numerical results

Eqs. 26,32,33 are upper-bounds of the coalescence stress. In particular, and due to the some limitations of the trial velocity field used, Eq. 33 overestimates numerical results by an approximately constant multiplicative factor [4] from results presented in (Morin et al., 2015b) in the range $W \in [0.5 : 3]$ and $\chi \in [0.3 : 0.7]$:

$$\frac{|\Sigma_{33}|}{\overline{\sigma}} \approx 0.9 \left(\frac{|\Sigma_{33}|}{\overline{\sigma}} \right)_{\text{upper-bound}} \tag{35}$$

3. In practice, $Y_1 = Y_2 = G_{12} = 10Y$ were used in numerical simulations.
4. Refined calibration has been proposed in (Torki et al., 2015) which is close to Eq. 35 for $W \in [0.5 : 3]$ and $\chi \in [0.3 : 0.7]$ (and equivalent for $W \gg 1$).

where $[\Sigma_{33}/\overline{\sigma}]_{\text{upper-bound}}$ is taken as Eq. 33 (or Eqs. 26,32). Therefore, in the following, Eq. 35 will be compared to numerical results, keeping in mind that the theoretical derivation gives only the upper-bound used in Eq. 35. Finally, the parameter α used in the simulations will be restricted to values close to unity, in the range $\alpha \in [0.2 : 4]$, as large deviations from unity are expected to lead to poor results (as discussed in Section 3)

Semi-analytical coalescence stress derived in Section 3 (Eq. 35) are compared to numerical results. For homothetic void and unit cell, results are given in Fig. 5a,b,e. In the particular case of cylindrical void and unit-cell (corresponding to $\alpha = 1$), numerical results obtained with FFT simulations are equal to the ones obtained in previous studies with FEM (Morin et al., 2015b; Hure and Barrioz, 2016), validating the use of a fictive elastic material described in Section 4.1 to impose a given macroscopic strain to a non-periodic unit cell. For $\alpha \neq 1$, numerical results are in good agreement with the analytical predictions, capturing the increase of coalescence stress for both $\alpha > 1$ and $\alpha < 1$.

The agreement is particularly good for large values of the parameters W_1 and χ_1, but deviations appear for $W_1 = 0.5$ and $\chi_1 = 0.4$. This was somehow expected as the reference trial velocity field as been already shown to lead to predictions in less good agreement with numerical results in such situations (and resulting from the extension of the plastic flow region above and below the voids (Morin et al., 2015b; Hure and Barrioz, 2016) not accounted for in the trial velocity field Eq. 18). Equivalent strain rate fields from the simulations or derived analytically from the trial velocity field (Fig. 5f) taken at the height $z = h$ share some common points, explaining the good agreement between numerical results and theoretical predictions. One should finally note that, whatever the value of the parameter α, the porosity in the coalescence band is constant, and therefore the strategy proposed in (Torki et al., 2015) to use a coalescence criterion derived for a given unit cell to another one (based on equivalent porosity) would not be able to capture the results shown here for tensile loading [5].

Two other situations are assessed in Fig. 5. The first one (Fig. 5c) corresponds to the case of an elliptical cylinder unit cell with a cylindrical void. For such situations, it was not possible to derive (simple enough) analytical coalescence stress, and therefore the integral equation (Eq. 26 along with Eq. 35) for the coalescence stress is used to compare to numerical results. A good agreement is also observed in this situation, for different values of void aspect ratio W_1, which can again be explained by the fact the trial velocity field used captures some aspects of the real deformation mode, as shown on Fig. 5g. Similar conclusions also hold for the case of cylindrical unit cells with elliptic cylinder voids, as shown on Fig. 5d,h.

Comparisons of the proposed coalescence criteria to numerical results validate the use of Eqs. 26,32,35 to describe coalescence stress accounting for the effect of cells and voids shapes, under the assumption of uniaxial straining conditions. On the contrary, *i.e.* in presence of additional shear stresses, the derivation proposed in (Torki et al., 2015) could be used, which remains to be done and validated against numerical results. More importantly, the unit cells considered so far in this study are only approximations of some space-filling unit cells with more realistic void shapes, which is detailed in the following section.

5. Considering equivalent porosity in the coalescence band might better work for shear-dominated loading, which remains to be studied.

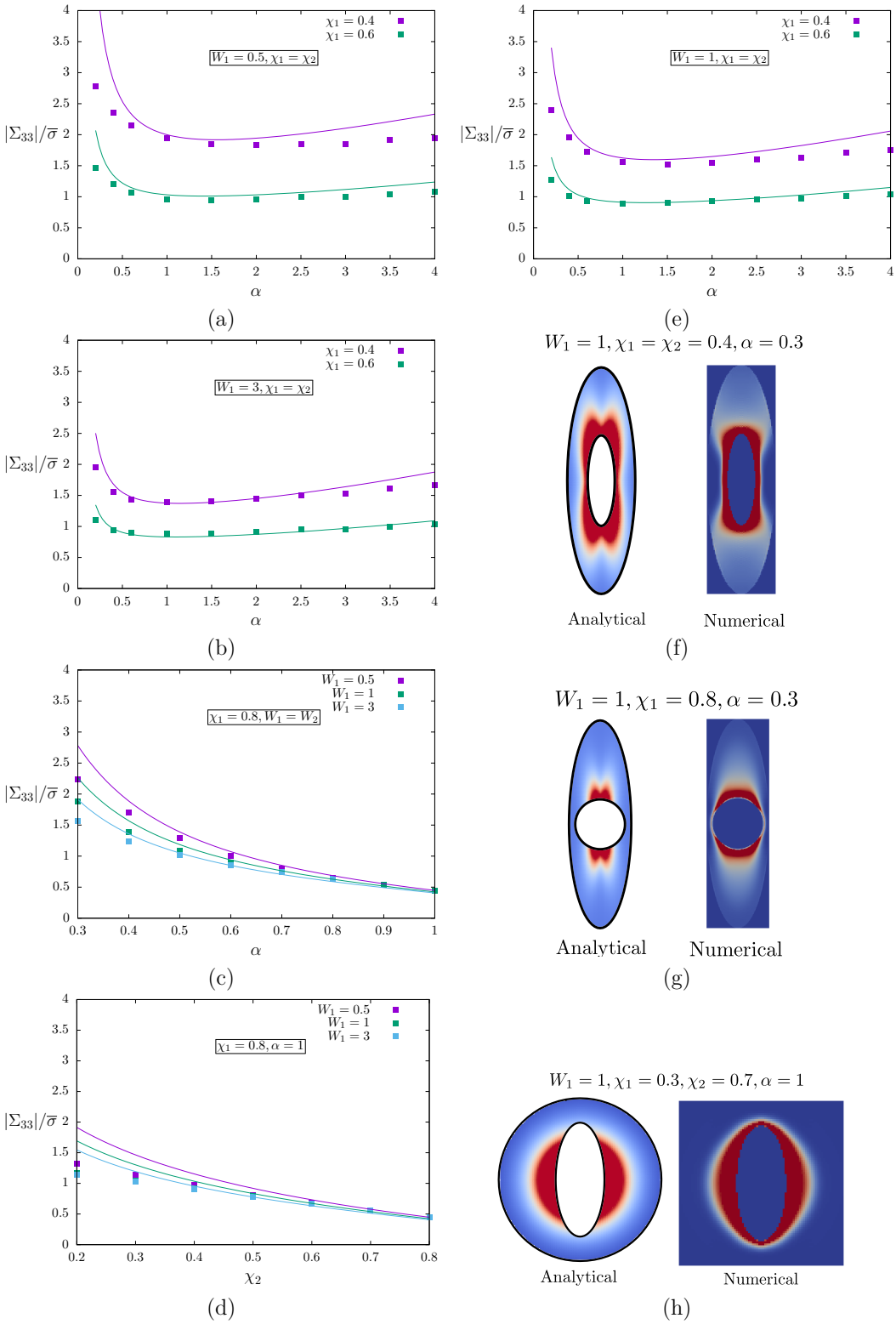


Figure 5 – (a,b,c,d,e) Coalescence stress for elliptic cylinder unit cells with elliptic cylinder voids, as a function of the parameter α, for various values of W_1 and χ_1. Solid lines correspond to Eq. 35, squares to numerical results. (f,g,h) Comparisons of the analytical and numerical strain rate fields (Arbitrary units). Numerical results are taken at an height $z = h$.

5 Discussion

Hexagonal-type lattices of ellipsoidal voids and associated unit cells (Fig. 6) are considered as a more realistic description of void lattices and void shapes in a coalescence band. Another classical choice would have been to choose cubic-type lattices - which are as realistic as hexagonal ones - but are not considered in the following as being poorly described with elliptical transformations used in this study [6].

FFT coalescence simulations have thus been performed on periodic unit cells shown in solid red lines on Fig. 6, corresponding to deformed hexagonal lattices. Numerical results are compared to theoretical predictions (Eq. 35) assuming : (1) that the corresponding unit cell is the elliptic cylinder inscribed in the Voronoi cell of voids (red dashed line and black solid line in Fig. 6, respectively), (2) an effective value of the intervoid ligament χ is chosen to account for its variation along the height for ellipsoidal voids. For the latter, different approach can be considered : equivalent porosity in the coalescence band (that would lead to $\chi_i^m = \sqrt{2/3}\chi_i$) as in (Torki et al., 2015), or average value leading to $\chi_i^m = [\pi/4]\chi_i$. Hereafter, the effective value has been calibrated with numerical results on hexagonal lattices ($\alpha = 1$) and spheroidal voids $\chi_i^m = 0.85\chi_i$, and used for other situations.

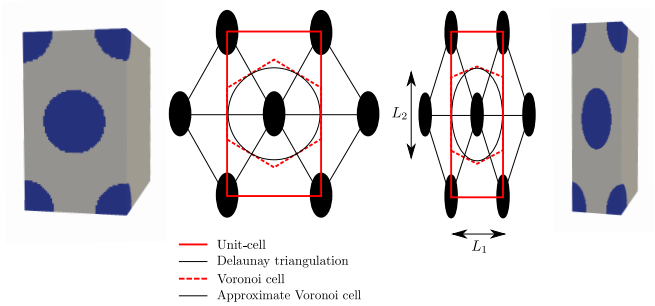


Figure 6 – Hexagonal-type lattices of ellipsoidal voids. Unit cells in red solid lines are used to perform numerical simulations, and results are compared to predictions from the elliptic cells inscribed in the Voronoi cells. Unit cells used for FFT simulations are shown on right and left sides (see Fig. 4 caption for details about the colors).

Numerical results are compared to theoretical predictions in Fig. 7a,c,d, showing the ability of the predictions to capture all the trends due to void shapes and lattices. However, the agreement is less quantitative than for previous comparisons based on similar geometry between theoretical analysis and numerical simulations. Discrepancies appear mainly for large (or low) values of the parameter α, of low values of χ_i. Both were somehow expected : the former can be understood as the assumption of representing an elliptic cylinder to represent the cell around each voids fails as $\alpha \ll 1$ or $\alpha \gg 1$, as shown on Fig. 7b, where the Voronoi cell tends to become of rectangular shape. The latter comes from the fact that for spheroidal voids, the effective intervoid ligament is lower than its maximal value, where the reference trial velocity field is known to become less accurate, even for cylindrical unit cells with cylindrical voids. Both inaccuracies could in principle be handled by refining the theoretical analysis with refined reference trial velocity field and cubic-type unit cells.

6. An obvious solution to deal with cubic-type lattices is to start from a reference trial velocity field defined for cubic unit cell, as one of those proposed by Thomason (Thomason, 1985), which is left for a future study

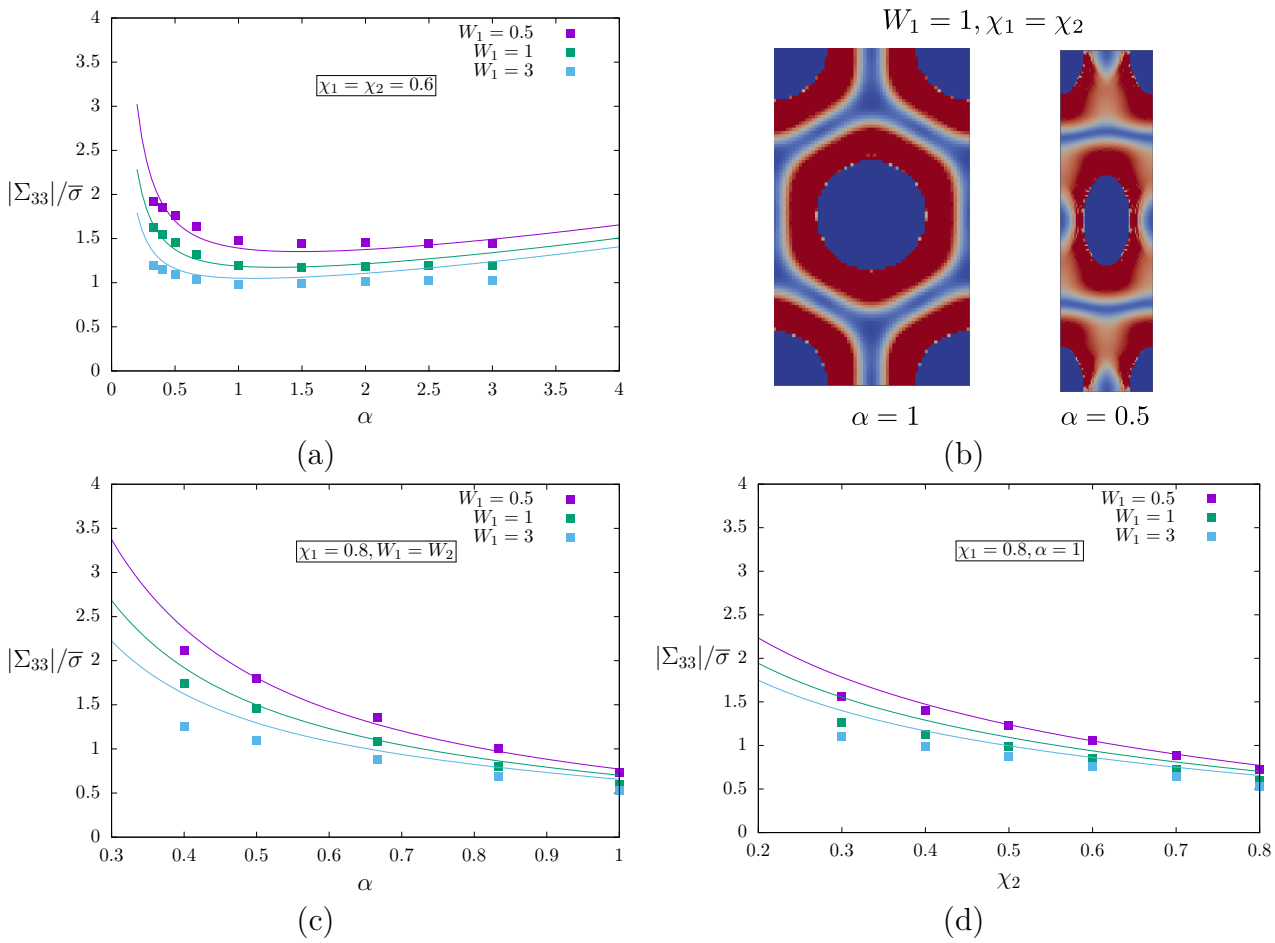


Figure 7 – (a,c,d) Coalescence stress for hexagonal-type lattices of ellipsoidal voids as a function of the parameter α, for various values of W_1 and χ_1. Squares correspond to numerical results, solid lines to Eq. 35 considering the elliptic unit cell inscribed in the Voronoi cell of the void. (b) Evolution of the equivalent strain rate field taken at $z = h/2$ obtained with numerical simulations as the parameter α decreases. Arbitrary units.

6 Conclusions and Perspectives

Void coalescence deformation mode is strongly sensitive to both void shapes and intervoid distances. As a result, void lattices play a key role, as shown recently in (Navas et al., 2018). However, up to now, coalescence criteria have been derived assuming idealized hexagonal or cubic lattices of spheroidal voids (through the assumption of considering cylindrical voids), while criteria derived for arbitrary void shapes and lattices will be ultimately required. As a step towards this goal, a coalescence criterion has been derived for elliptic cylinder unit cells with elliptic cylinder voids, based on limit-analysis and on a methodology allowing for finding trial velocity fields from known reference trial velocity fields. In the general case, the coalescence criterion cannot be put into a closed-form expression, but is written as an integral equation which is straightforward to compute numerically. Coalescence stress predictions have been shown to be in good agreement with numerical results performed with the same geometry, and also in reasonably good agreement for space-filling arrangements of voids well approximated by elliptic unit cells, *i.e.*, for large values on the intervoids ligaments $\chi_i \gtrsim 0.5$ and in-plane cell aspect ratio up

to a factor 2. Various extensions of this study could be considered. A first one corresponds to the case of a coalescence band composed of a random arrangement of voids : the Voronoi cell around each void could be used or approximated as the unit cell on which limit-analysis can be done by solving Eqs. 12,13. A second extension is to develop evolution laws for the parameters W_i and χ_i that will be required for implementing the coalescence criterion as a yield criterion in constitutive equations for porous materials. In particular, the evolution of χ_i cannot be inferred from volume conservation as usually done when $\chi_1 = \chi_2$. Last, the criteria were derived in this study assuming uniaxial straining conditions, which is one possible deformation mode as shown in Fig. 1. However, shear-assisted coalescence is also expected to occur, for which the (more complex) criterion will depend on other stress components (Torki et al., 2015), which remains to be studied.

Bibliography

http ://www.maisondelasimulation.fr/projects/amitex/html/.

Benzerga, A. A. (2002). Micromechanics of coalescence in ductile fracture. *J. Mech. Phys. Solids*, 50 :1331–1362.

Benzerga, A. A. and Besson, J. (2001). Plastic potentials for anisotropic porous solids. *Eur. J. Mech. A/Solids*, 20 :397–434.

Benzerga, A. A., Besson, J., and Pineau, A. (2004). Anisotropic ductile failure. part I : experiments. *Acta Mat.*, 52 :4623–4638.

Benzerga, A. A. and Leblond, J.-B. (2010). Ductile fracture by void growth to coalescence. *Adv. Applied Mech.*, 44 :169–305.

Benzerga, A. A. and Leblond, J.-B. (2014). Effective yield-criterion accounting for microvoid coalescence. *J. App. Mech.*, 81 :031009.

Besson, J. (2010). Continuum models of ductile fracture : a review. *Int. J. Damage Mechanics*, 19 :3–52.

Cao, T., Mazière, M., Danas, K., and Besson, J. (2015). A model for ductile damage prediction at low stress triaxialities incrorporating void shape change and void rotation. *Int. J. Solids and Struct.*, 63 :2400–263.

Fabrègue, D. and Pardoen, T. (2008). A constitutive model for elastoplastic solids containing primary and secondary voids. *J. Mech. Phys. Solids*, 56 :719–741.

Gallican, V. and Hure, J. (2017). Anisotropic coalescence criterion for nanoporous materials. *J. Mech. Phys. Solids*, 108 :30–48.

Gologanu, M., Leblond, J.-B., Perrin, G., and Devaux, J. (1997). *Continuum Micromechanics, CISM Lectures Series*, chapter Recent extension of Gurson's model for porous ductile metals, pages 61–130. Springer.

Gurson, A. (1977). Continuum theory of ductile rupture by void nucleation and growth : Part I - Yield criteria and flow rules for porous ductile media. *J. Eng. Mat. and Tech.*, 99 :2–15.

Han, X., Besson, J., Forest, S., Tanguy, B., and Bugat, S. (2013). A yield function for single crystals containing voids. *Int. J. Solids and Struct.*, 50 :2115–2131.

Helfer, T. and et.al. (2015). Introducing the open-source mfront code generator : Application to mechanical behaviors and materials knowledge management within the PLEIADES fuel element modelling platform. *Computers & Mathematics with Applications*, 70 :994–1023.

Hure, J. and Barrioz, P. (2016). Theoretical estimates for flat voids coalescence by internal necking. *Eur. J. Mech. A/Solids*, 60 :217–226.

Keralavarma, S. and Chockalingam, S. (2016). A criterion for void coalescence in anisotropic ductile materials. *Int. J. Plasticity*, 82 :159–176.

Koplik, J. and Needleman, A. (1988). Void growth and coalescence in porous plastic solids. *Int. J. Solids and Structures*, 24 :835–853.

Madou, K. and Leblond, J.-B. (2012a). A Gurson-type criterion for porous ductile solids containing arbitrary ellipsoidal voids. I. Limit-analysis of some representative cell. *J. Mech. Phys. Solids*, 60 :1020–1036.

Madou, K. and Leblond, J.-B. (2012b). A Gurson-type criterion for porous ductile solids containing arbitrary ellipsoidal voids. II. Determination of yield criterion parameters. *J. Mech. Phys. Solids*, 60 :1037–1058.

Mbiakop, A., Constantinescu, A., and Danas, K. (2015). An analytical model for porous single crystals with ellipsoidal voids. *J. Mech. Phys. Solids*, 84 :436–467.

Miehe, C., Apel, N., and Lambrecht, M. (2002). Anisotropic additive plasticity in the logarithmic strain space : modular kinematic formulation and implementation based on incremental minimization principles for standard materials. *Computer methods in Applied mechanics and engineering*, 191 :5383–5425.

Morin, L. (2015). *Influence des effets de forme et de taille des cavités, et de l'anisotropie plastique sur la rupture ductile*. PhD thesis, Université Pierre et Marie Curie.

Morin, L., Leblond, J., and Kondo, D. (2015a). A Gurson-type criterion for plastically anisotropic solids containing arbitrary ellipsoidal voids. *Int. J. Solids and Struct.*, 77 :86–101.

Morin, L., Leblond, J.-B., and Benzerga, A. A. (2015b). Coalescence of voids by internal necking : Theoretical estimates and numerical results. *J. Mech. Phys. Solids*, 75 :140–158.

Moulinec, H. and Suquet, P. (1998). A numerical method for computing the overall response of nonlinear composites with complex microstructure. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 157 :69–94.

Navas, V., Bernacki, M., and Bouchard, P. (2018). Void growth and coalescence in a three-dimensional non-periodic void cluster. *Int. J. Solids and Structures*, 139-140 :65–78.

Pardoen, T. and Hutchinson, J. W. (2000). An extended model for void growth and coalescence. *J. Mech. Phys. Solids*, 48 :2467–2512.

Paux, J., Brenner, R., and Kondo, D. (2018). Plastic yield criterion and hardening of porous single crsytals. *Int. J. Solids and Structures*, 132-133 :80–95.

Paux, J., Morin, L., Brenner, R., and Kondo, D. (2015). An approximate yield criterion for porous single crystals. *Eur. J. Mech. A/Solids*, 51 :1–10.

Pineau, A., Benzerga, A. A., and Pardoen, T. (2016). Failure of metals I : Brittle and ductile fracture. *Acta. Mat.*, 107 :424–483.

Ponte Castañeda, P. (1991). The effective mechanical properties of nonlinear isotropic composites. *J. Mech. Phys. Solids*, 39 :45–71.

Puttick, K. E. (1959). Ductile fracture in metals. *Phil. Mag.*, 4 :964–969.

Rousselier, G. (1981). *Three-dimensional constitutive equations of damage and fracture*, chapter Finite deformation constitutive relations including ductile fracture damage, pages 331–355. Pergamon Press.

Scheyvaerts, F., Onck, P., Tekoğlu, C., and Pardoen, T. (2011). The growth and coalescence of ellipsoidal voids in plane strain under combined shear and tension. *J. Mech. Phys. Solids*, 59 :373–397.

Song, D. and Ponte Castañeda, P. (2017). A finite-strain homogenization model for viscoplastic porous single crystals : I - Theory. *J. Mech. Phys. Solids*, 107 :560–579.

Tekoğlu, C. (2015). Void coalescence in ductile solids containing two populations of voids. *Eng. Fract. Mech.*, 147 :418–430.

Tekoğlu, C., Leblond, J., and Pardoen, T. (2012). A criterion for the onset of void coalescence under combined tension and shear. *J. Mech. Phys. Solids*, 60 :1363–1381.

Thomason, P. F. (1968). A theory for ductile fracture by internal necking of cavities. *J. Inst. Metals*, 96 :360.

Thomason, P. F. (1985). Three-dimensional models for the plastic limit-loads at incipient failure of the intervoid matrix in ductile porous solids. *Acta. Metall.*, 33 :1079–1085.

Torki, M. E., Benzerga, A. A., and Leblond, J.-B. (2015). On void coalescence under combined tension and shear. *J. App. Mech.*, 82 :071005.

Torki, M. E., Tekoğlu, C., Leblond, J.-B., and Benzerga, A. A. (2017). Theoretical and numerical analysis of void coalescence in porous ductile solids under arbitrary loadings. *Int. J. Plasticity*.

Weck, A. and Wilkinson, D. (2008). Experimental investigation of void coalescence in metallic sheets containing laser drilled holes. *Acta Mat.*, 56 :1774–1784.

Weck, A., Wilkinson, D., Maire, E., and Toda, H. (2008). Visualization by X-ray tomography of void growth and coalescence leading to fracture in model materials. *Acta Mat.*, 56 :2919–2928.

Conclusions générales et perspectives

Contexte et problématique de la thèse

Les matériaux CFC irradiés, et notamment les aciers inoxydables austénitiques irradiés, subissent de fortes modifications de leurs propriétés mécaniques avec l'irradiation. Ce la se traduit principalement par un durcissement et une diminution de la capacité d'écrouissage ainsi qu'une forte chute de leur ténacité. Le mécanisme de rupture de ces matériaux en conditions REP ($\sim 300°C$) jusqu'à des doses de 60 dpa est de type ductile par croissance et coalescence de cavités. Une modification du mécanisme de déformation est aussi observée : la localisation de la déformation dans des bandes de glissement. Les défauts cristallins introduits par l'irradiation tels que les dislocations, les boucles de Frank, la ségrégation et la précipitation induite par l'irradiation ainsi que le microgonflement sont à l'origine de ces modifications des propriétés mécaniques. L'objectif de cette thèse est d'apporter une meilleure compréhension de l'influence des mécanismes induits par l'irradiation, et de certains de ces défauts, sur le mécanisme de rupture par croissance et coalescence de cavités, notamment :

— Déterminer l'influence de la localisation de la déformation sur la croissance et la coalescence de cavités dans les matériaux irradiés ;

— Déterminer le comportement sous chargement mécanique des nanocavités pouvant être générées sous irradiation et de leurs potentiels effets d'échelle ;

— Contribuer à l'élaboration de modèles homogénéisés de rupture ductile pouvant s'appliquer aux matériaux irradiés fortement gonflés.

Un chapitre a été dédié à l'étude de chacune de ces problématiques. Pour la première, des expériences de croissance et coalescence de cavités micrométriques modèles obtenues par usinage ionique (FIB) dans des plaques minces de matériaux irradiés CFC (Cu et 304L) aux protons ont été développées et interprétées par des simulations numériques. Pour la deuxième, un protocole expérimental a été développé, basé sur l'obtention de matériaux nanoporeux modèles par irradiation aux ions lourds d'un acier austénitique inoxydable, avec des cavités allant de quelques nanomètres à une centaine de nanomètres. La déformation de ces matériaux ex-situ combinée à des observations MET permettent de réaliser des expériences de déformation de nanocavités contrôlées. Enfin, deux modèles homogénéisés de matériaux poreux pour de forts niveaux de porosités ont été développés et validés par comparaison à des simulations numériques. L'un porte sur le cas de cavités de type fissures et l'autre de cavités ellipsoïdales.

Résultats

Les principaux résultats de cette thèse sont les suivants :

— L'étude de la croissance et de la coalescence de cavités micrométriques modèles dans des plaques minces de matériaux CFC irradiées a permis de conclure sur plusieurs points :

Dans le cuivre, les résultats des expériences et simulations montrent une accélération de la croissance et de la coalescence des cavités dans le matériau irradié. Les simulations numériques – basées sur un comportement continu et sur la description de l'effet de l'irradiation part une simple modification de la loi de comportement – sont en accord avec les résultats expérimentaux, ce qui montre que pour des cavités de dimension équivalente à la taille de grain, la prise en compte uniquement du durcissement et de la perte de la capacité d'écrouissage suffisent pour obtenir une bonne description du comportement en croissance et coalescence et ce pour les matériaux irradiés et non irradiés. La localisation de la déformation, quand bien même intervenant à l'échelle intragranulaire, ne semble pas avoir d'influence de premier ordre sur la croissance et la coalescence de ces cavités. À cette échelle, l'effet de l'irradiation peut être assimilé à une pré-déformation.

Dans l'acier inoxydable austénitique, l'irradiation introduit une forte localisation de la déformation à l'échelle intragranulaire. Pour de faibles niveaux de déformation, une forte influence de la localisation de la déformation sur la croissance des cavités intragranulaires est observée. Plus le niveau de déformation augmente, plus l'influence de la localisation diminue et tend à devenir faible pour de forts niveaux de déformation à savoir pendant la phase de coalescence. En effet, à faibles niveaux de déformation, les bandes sont espacées de quelques microns, ordre de grandeur de la taille des cavités. Il peut donc y avoir une forte influence de la localisation sur la croissance des cavités. À de plus forts niveaux de déformation, l'espacement entre les bandes devient largement inférieur à la taille des cavités. Sur le faciès de rupture des éprouvettes, à de très hauts niveaux de déformation, la localisation n'est plus observable et le matériau semble se comporter comme un matériau non irradié se déformant de manière homogène.

Les résultats des expériences de croissance et coalescence de cavités modèles dans des plaques minces irradiées montrent que les modèles homogénéisés de croissance et coalescence peuvent être utilisés pour modéliser la rupture ductile des matériaux irradiés, sans faire d'hypothèse réductrice trop forte quant à leurs mécanismes de déformation atypiques. Cependant, un décalage de la croissance du fait de la localisation est à prévoir, ce qui serait à prendre en compte dans les modèles.

— L'étude de la déformation des cavités nanométriques montre qu'en traction simple, les effets d'échelle ne sont pas prépondérants dans les mécanismes de déformation des cavités dont le diamètre est supérieur à 10 nm. Cependant, les cavités de diamètre inférieur à 10 nm se déforment significativement moins. L'observation la plus remarquable est la très forte hétérogénéité de la déformation des cavités à ces échelles.

Ces résultats tendent à montrer qu'en traction simple les effets d'échelle ont un rôle mineur dans les mécanismes de croissance et de coalescence de cavités nanométriques d'un diamètre supérieur à 10 nm. Des cavités de cette taille sont présentes en forte densité dans les aciers inoxydables irradiés en conditions RNR et jouent un rôle important dans la rupture ductile.

Pour les cavités les plus petites de quelques nanomètres (qui est la population majoritaire en conditions REP), les observations semblent montrer un potentiel effet d'échelle qui

indique qu'en dessous d'une certaine taille typique de 10 nm, les cavités ne croissent pas ou peu et ne doivent pas être prises en compte dans le calcul de la porosité du matériau. Ces cavités peuvent cependant influer sur le comportement du matériau par un effet d'ancrage des dislocations, donc avoir un effet durcissant.

— Il est observé expérimentalement que les cavités nanométriques formées sous irradiation peuvent être fortement déformées dans des bandes de glissement localisées pouvant être à l'origine de la rupture du matériau. Ceci correspond en fait à un mode de coalescence, c'est-à-dire d'interactions fortes entre les cavités, celles-ci étant très allongées et semblables à des fissures.

Un critère de coalescence pour des cavités allongées assimilables à des fissures a donc été développé par analyse limite et comparé à des simulations numériques. En outre, la coalescence peut se faire pour des cavités aux formes quelconques (et non sphéroïdales comme dans tous les modèles de coalescence disponibles), ainsi que pour des réseaux de cavités complexes. Ainsi, un second critère de coalescence a été développé pour des formes de cavités et de réseaux de cavités réalistes.

Perspectives

— Les expériences de croissance et coalescence de cavités micrométriques modèles ont soulevé plusieurs interrogations. A l'état non irradié, il s'est avéré difficile de simuler les expériences de croissance des cavités à l'échelle du cristal, a priori du fait de la loi de comportement. Il convient donc de calibrer cette loi avec des essais sur monocristaux afin de reprendre l'interprétation des expériences.

À l'état irradié, la déformation des cavités avec une forte localisation de la déformation (pour de faibles niveaux de déformation) n'a pas été modélisée car hors de portée des outils de la mécanique de milieux continus. Il peut être envisagé de modéliser ces phénomènes à l'aide d'outils de modélisation des échelles inférieures tels que la dynamique des dislocations discrètes (DDD), avec une méthodologie similaire à celle présentée dans des contributions récentes (Cui et al., 2018b)(Cui et al., 2018a).

L'observation des faciès de rupture des éprouvettes irradiées a montré qu'il existe une transition entre un mode de déformation très localisé et un mode de déformation continu (aux échelles d'intérêt). Ce phénomène est encore mal appréhendé. Les mécanismes en jeu ne sont pas clairement identifiés ainsi que les niveaux de déformations pour lesquels intervient la transition. Une meilleure compréhension de ce phénomène est donc nécessaire pour confirmer le fait que la localisation de la déformation n'a pas un rôle majeur dans les mécanismes de coalescence (lorsque la déformation devient homogène), comme cela a pu être montré dans ces expériences.

— Les expériences de déformations des cavités nanométriques en traction simple n'ont pas montré d'effets d'échelle notables pour des cavités de plus de 10 nm. Cependant, des essais à plus hautes triaxialités seront nécessaires pour confirmer ces observations. Par exemple, un moyen de caractériser pleinement les potentiels effets d'échelles dans la croissance et la coalescence de cavités nanométriques seraient de réaliser des essais mécaniques sur des éprouvettes à triaxialité élevée (éprouvettes entaillées, CT, ...) à partir de différents matériaux nanoporeux à la matrice identique, mais aux distributions de taille de cavités différentes. Ces matériaux pourraient être obtenus par frittage avec des poudres

de diamètres différents, ainsi que des temps et des forces de compactage différents.

Dans ces expériences, une des observations majeure et inattendue, est l'hétérogénéité de la déformation des cavités. Les mécanismes à l'origine de cette hétérogénéité n'ont pas été abordés dans cette thèse. Pour modéliser ce phénomène, les outils de la mécanique des milieux continus ne sont plus suffisants et la dynamique des dislocations semble être l'outil le plus adapté.

— Les perspectives pour améliorer les critères de coalescence seront de développer des critères avec une prise en compte de la plasticité cristalline, ainsi qu'une distribution aléatoire des cavités.

Annexes

A Validation de l'utilisation de la méthode FFT pour calculs sur cellules poreuses

L'objectif de cette partie est de valider l'utilisation de la méthode FFT (Transformées de Fourier rapides) (Moulinec and Suquet, 1998) pour la réalisation de simulations sur cellules poreuses. Cette méthode numérique permet de résoudre les équations d'équilibre de la mécanique des milieux continus sur des cellules périodiques constituées de voxels (éléments de volume) et soumises à des conditions aux limites périodiques telles que :

$$\underline{u}(\underline{x}) = (\underline{\underline{F}} - \underline{\underline{1}})\underline{x} + \underline{u}^*(\underline{x}) \tag{1}$$

avec $\underline{u}$ le déplacement, $\underline{\underline{F}}$ le tenseur gradient de la transformation (constant) et $\underline{u}^*$ une perturbation périodique. Le principe de la méthode consiste à résoudre les équations dites de Lippman-Schwinger dans l'espace de Fourier, par un algorithme de type point fixe (Moulinec and Suquet, 1998). L'implémentation originale de cette méthode faisait état d'une sensibilité forte de la convergence et des contraintes locales aux différences locales de propriétés matériaux (contraste), ce qui pose la question de l'application de cette méthode au cas de cellules poreuses (matrice + vide). Dans cette étude, le code de calcul FFT `AMITEX_FFTP` (Version 2.3.5 à 6.4.0) (AMITEX_FFTP, 2018) est utilisé, qui implémente la méthode FFT décrite dans (Moulinec and Suquet, 1998) avec deux améliorations : utilisation d'un opérateur de Green filtré pour la résolution dans l'espace de Fourier et accélération de la convergence. De plus, le code `AMITEX_FFTP` permet de réaliser des calculs en grandes transformations par résolution de l'équation d'équilibre sur la configuration de référence (non déformée), en utilisant le tenseur des contraintes dit de Boussinesq (AMITEX_FFTP, 2018)

Afin de valider son utilisation au cas des cellules poreuses, des comparaisons avec des simulations de référence réalisées par la méthode des éléments finis sont effectuées dans différents cas représentatifs des situations étudiées dans cette thèse. Les simulations éléments finis ont été réalisées avec les codes de calculs `Cast3M` (Version 2016 et 2017) (Cast3M, 2018) et `ZéBuLoN` (Besson and Foerch, 1998), en collaboration avec Chao Ling (Ling, 2017).

Pour les simulations avec `AMITEX_FFTP` et `Cast3M`, des lois de comportements implémentées avec le générateur de code `MFront` (Helfer et al., 2015) sont utilisées afin de s'affranchir des éventuelles différences en terme d'implémentation numérique des lois. Une première loi correspond à une loi élastoplastique isotrope avec critère de von Mises et écoulement plastique associé avec écrouissage isotrope. Le formalisme de Miehe-Apel-Lambrecht est utilisé pour la prise en compte des grandes transformations (Miehe et al., 2002). La deuxième loi utilisée est une loi de plasticité cristalline en grande transformations pour matériaux CFC développée par (Han, 2012) : la loi est constituée de trois équations principales. La première est la loi d'écoulement visco-plastique de type Norton et représente un écrouissage isotrope (équation 2).

$$\dot{\gamma}^{\mathrm{s}} = \left\langle \frac{|\tau^{\mathrm{s}}| - \tau_{\mathrm{c}}^{\mathrm{s}}}{\mathrm{K}} \right\rangle_{+}^{\mathrm{n}} \mathrm{sign}(\tau^{\mathrm{s}}), \quad \text{with } \langle \bullet \rangle_{+} = \begin{cases} \bullet & ; \bullet > 0 \\ 0 & ; \bullet \leq 0 \end{cases} \tag{2}$$

γ^s est le cisaillement dans les 12 systèmes de glissement CFC s (de normale [111] et de direction <110>). τ_c^s est la cission résolue critique rattachée à chaque système de glissement

s. K et n sont les paramètres de Norton qui caractérisent la viscosité. τ^{s} est la cission résolue s'appliquant sur chaque système de glissement s et définie (en petites perturbations) par $\tau^s = \underline{\underline{\sigma}} : \underline{\underline{N}}^s$ avec $\underline{\underline{\sigma}}$ le tenseur des contraintes de Cauchy et $\underline{\underline{N}}^s = \underline{m}^s \otimes \underline{n}^s$ le tenseur de Schmid avec $\underline{m}^s$ la direction de glissement et $\underline{n}^s$ la normale au plan de glissement.

L'écrouissage (équations 3 et 4) est basé sur les densités de dislocations. La cission résolue critique τ_c^s s'écrit comme la somme d'une cission critique athermique τ_μ dépendant de la densité de dislocations du système et de τ_0 dépendant de la température. r_D^u est la densité de dislocations normalisée dans chaque système u ($r_D^u = b_D^2 \rho_D^u$, avec le vecteur de Burgers $b_D = 2.54\ 10^{-10}$ m). μ est le module de cisaillement macroscopique et a^{su} est une matrice 12x12 avec 6 coefficients indépendants qui caractérisent les interactions entre les dislocations.

$$\tau_{\mathrm{c}}^{\mathrm{s}} = \tau_0 + \tau_\mu = \tau_0 + \mu \sqrt{\sum_{\mathrm{u}} \mathrm{a}^{\mathrm{su}} \mathrm{r}_{\mathrm{D}}^{\mathrm{u}}} \tag{3}$$

L'évolution de la densité de dislocations dans chaque système s est décrite par l'équation 4. L'équation est composée d'un terme de multiplication et d'un terme d'annihilation. b^{su} est une matrice d'interactions de la même forme que a^{su}. κ est un facteur de proportionnalité qui dépend du nombre d'obstacles moyen que franchissent les dislocations avant de s'immobiliser. G_c caractérise les mécanismes d'annihilation des dislocations.

$$\dot{\mathrm{r}}_{\mathrm{D}}^{\mathrm{s}} = \left(\frac{\sqrt{\sum_{\mathrm{u}} \mathrm{b}^{\mathrm{su}} \mathrm{r}_{\mathrm{D}}^{\mathrm{u}}}}{\kappa} - \mathrm{G_c} \mathrm{r}_{\mathrm{D}}^{\mathrm{s}} \right) |\dot{\gamma}^{\mathrm{s}}| \tag{4}$$

La loi de Hooke est utilisée pour décrire l'élasticité anisotrope à l'échelle du cristal : $\underline{\underline{\sigma}} = \underline{\underline{\underline{\underline{C}}}} : \underline{\underline{\varepsilon}}$, avec $\underline{\underline{\underline{\underline{C}}}}$ le tenseur de rigidité anisotrope dont les termes vérifient en notation de Voigt : $C_{11} = C_{22} = C_{33}$, $C_{12} = C_{13} = C_{23}$, $C_{44} = C_{55} = C_{66}$ du fait de la symétrie cubique.

Enfin, la prise en compte des grandes transformations (grandes déformations et/ou grandes rotations) se fait par la décomposition multiplicative du gradient de la transformation. L'ensemble des équations est détaillé dans (Han, 2012)(Hure et al., 2016) ainsi que l'implémentation numérique de la loi sous MFront. Les simulations avec le logiciel `ZéBuLoN` utilisent quant à elles une implémentation spécifique de loi de comportement de plasticité cristalline dont il a été validé par ailleurs l'obtention de résultats identiques à l'implémentation `MFront`.

Les calculs (par méthode FFT ou par éléments finis) consistent à imposer le gradient moyen de la transformation $\underline{\underline{\mathrm{F}}}$ (équation 1) ou la contrainte moyenne de Cauchy $\underline{\underline{\Sigma}}$ (équation 5), ou d'imposer des conditions mixtes avec certaines composantes de $\underline{\underline{F}}$ et de $\underline{\underline{\Sigma}}$) avec :

$$\underline{\underline{\Sigma}} = \underline{\underline{\Sigma}}^{\mathrm{Cauchy}} = \frac{1}{V} \int_V \underline{\underline{\sigma}} dV \tag{5}$$

avec V le volume actuel de la cellule, et $\underline{\underline{\sigma}}$ le tenseur des contraintes de Cauchy. Dans la version de `AMITEX_FFTP` (<6.4.0) utilisée dans les comparaisons présentées dans la suite, il n'était pas possible d'imposer la contrainte moyenne de Cauchy (équation 5) mais uniquement celle de Piola-Kirchhoff :

$$\underline{\underline{\Sigma}}^{PK1} = \frac{1}{V_0} \int_{V_0} \underline{\underline{\Pi}} dV_0 \qquad \text{avec} \quad \underline{\underline{\Pi}} = \det(\underline{\underline{F}}) \underline{\underline{\sigma}}\ \underline{\underline{F}}^{-T} \tag{6}$$

Cependant, pour les cas étudiés, le fait d'imposer comme conditions des composantes de $\underline{\underline{\Sigma}}^{PK1}$ est identique à imposer les composantes de $\underline{\underline{\Sigma}}$. Pour les calculs éléments finis, les conditions périodiques ainsi que la contrainte de Cauchy sont imposées (équations 1 et 5).

Les comparaisons entre les codes éléments finis et FFT portent sur :

— les composantes du tenseur des contraintes de Cauchy macroscopique $\underline{\underline{\Sigma}} = \frac{1}{V}\int_V \underline{\underline{\sigma}} dV$,

— la variation de volume de la cellule poreuse,
Dans le cas des calculs éléments finis, celle-ci est obtenue par le déplacement des bords de la cellule. Dans le cas des calculs par la méthode FFT, celle-ci est calculée via le gradient de la transformation $\underline{\underline{F}}$ en tous les voxels : $V = V_0 \det(\underline{\underline{F}})$.

— la forme de la cavité.

Dans le cas des calculs éléments finis, la forme de la cavité s'obtient en récupérant les nœuds en surface de la cavité en configuration déformée. Dans le cas des calculs par la méthode FFT, celle-ci ne conduit pas aux déplacements en tout voxel mais aux tenseurs gradient de la transformation $\underline{\underline{F}}$. Un post-traitement disponible dans le code `AMITEX_FFTP` permet de remonter aux déplacements (et donc à la configuration déformée et à la forme des cavités) en résolvant l'équation de compatibilité $\underline{\underline{F}} = \frac{\partial \underline{x}}{\partial \underline{X}} \Leftrightarrow \underline{\underline{F}} - 1 = \frac{\partial \underline{u}}{\partial \underline{X}}$.

Cas test n°1

La première série de comparaisons est effectuée sur une cellule non poreuse avec la loi de plasticité cristalline. Les paramètres de la loi utilisée sont synthétisés dans le tableau 1. Trois orientations cristallographiques utilisées sont détaillées dans le tableau 2 et illustrées sur la figure 2.

C_{11}	199 GPa	n	15	a_1	1.
C_{12}	136 GPa	K	10 MPa	a_2	0.1
C_{44}	105 GPa	τ_0	100 MPa	a_3	0.1
μ	60000 MPa	κ	40	a_4	0.1
b_D	$2.54\ 10^{-10}$ m	G_c	10	a_5	0.1
r_0^s	$5.0\ 10^{-8}$ m^{-2}	b_i	$1 - \delta_{i1}$	a_6	0.1

Tableau 1 – Paramètres de la loi de comportement utilisée (équations 2, 3 et 4).

x	y	z	Notation
[001]	[100]	[010]	[001]
[111]	$[2\bar{1}\bar{1}]$	[111]	[111]
$[\bar{1}25]$	[210]	$[\bar{1}2\bar{1}]$	$[\bar{1}25]$

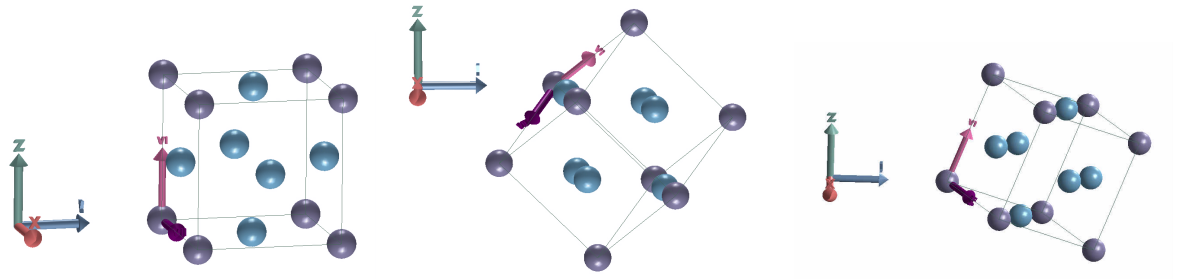
Tableau 2 – Orientations utilisées dans les simulations. x, y et z sont les vecteurs de la maille cristalline exprimés dans le repère global (repère de la simulation).

Ces orientations sont choisies pour avoir un nombre de systèmes activés différents pour chaque orientation en traction, avec respectivement 8, 4 et 1 systèmes activés en traction simple. Deux types de chargements sont utilisés :

— $\Sigma_{xx} = \Sigma_{yy} = \Sigma_{ij}(i \neq j) = 0$, $F_{zz} = \alpha$ ce qui correspond à un chargement de traction simple.

— $\Sigma_{yy} = \Sigma_{ij}(i \neq j) = 0$, $F_{xx} = F_{zz} = \alpha$ ce qui est appelé traction équibiaxiale par la suite.

avec α un paramètre de chargement dépendant du temps.



(a) (b) (c)

Figure 2 – Orientations des mailles cristallines dans le repère de la simulation : (a) [001] [100], (b) [111] $[2\bar{1}\bar{1}]$, (c) $[\bar{1}25]$ [210].

Les résultats des simulations sont reportés sur les figures 3 et 4 pour l'évolution des composantes du tenseur des contraintes de Cauchy, où il est montré qu'elles sont identiques pour les deux méthodes de calculs. La loi de comportement étant la même pour les deux types de simulations (`AMITEX_FFTP` vs. `Cast3M`), ce cas test valide la mise en données (notamment des orientations cristallographiques) et permet de passer aux cas d'intérêts, à savoir les cellules poreuses.

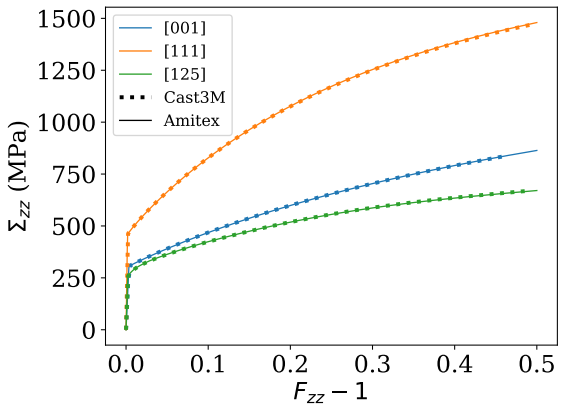
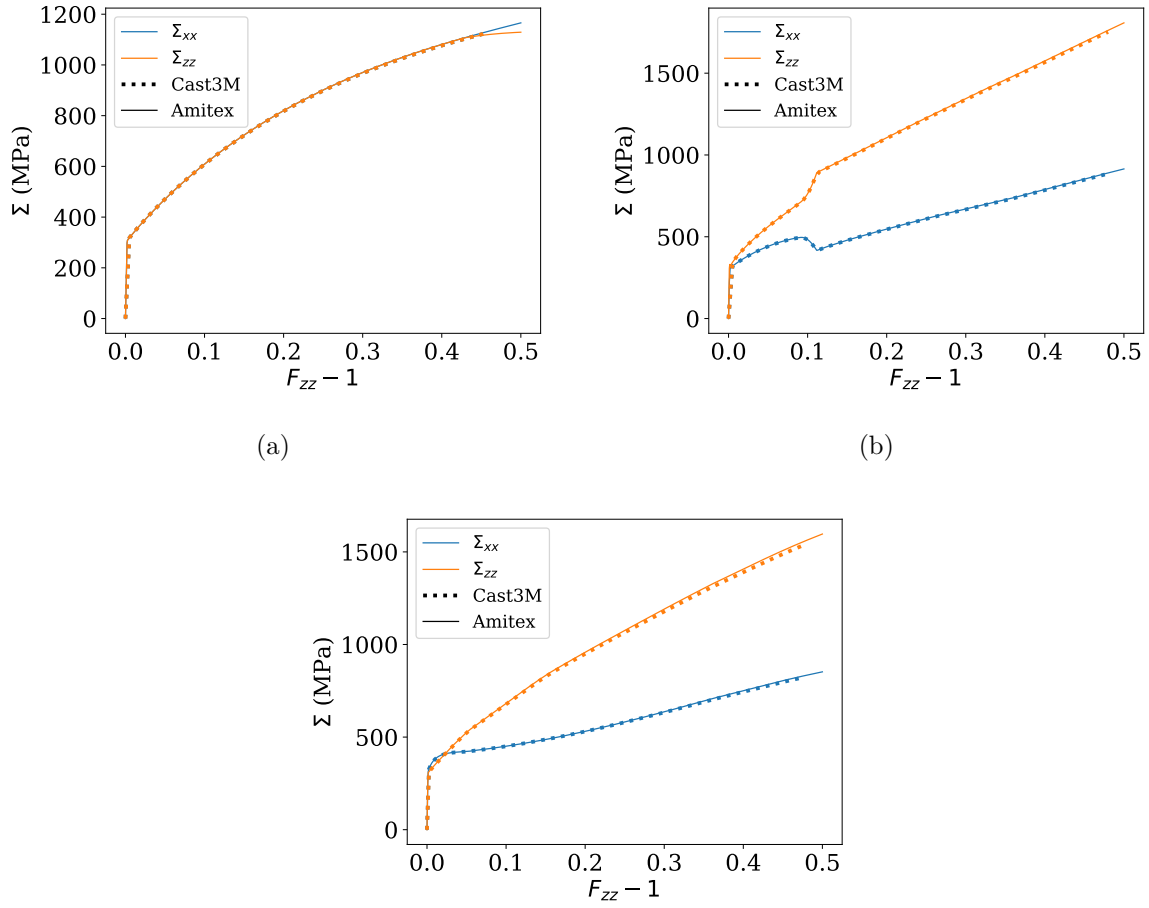


Figure 3 – Cas test n°1 : traction simple sur cellules sans cavités. Les autres composantes du tenseur des contraintes de Cauchy sont nulles.



(a) (b)

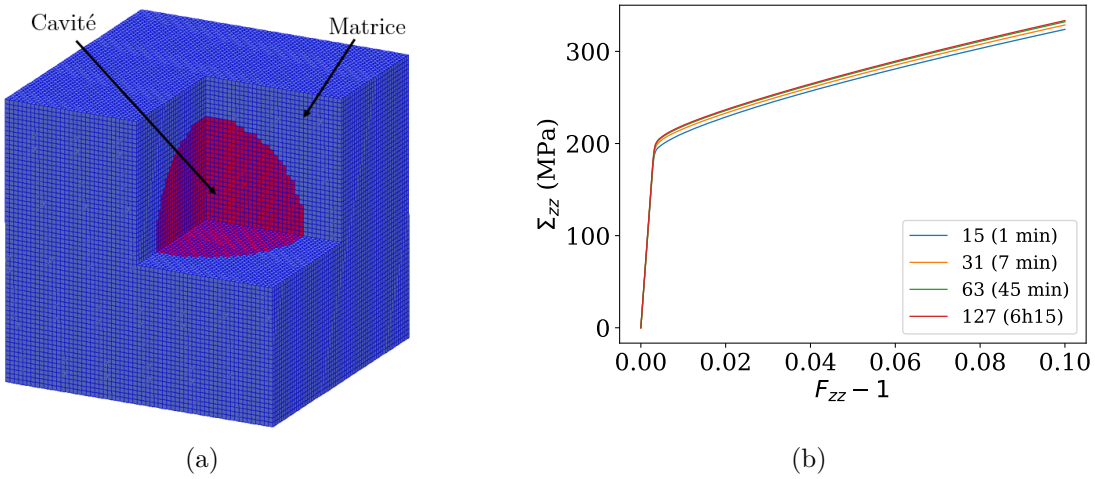
(c)

Figure 4 – Cas test n° 1 : traction équibiaxiale sur cellule sans cavités (a) [001], (b) [111], (c) $[\bar{1}25]$.

Cas test n°2

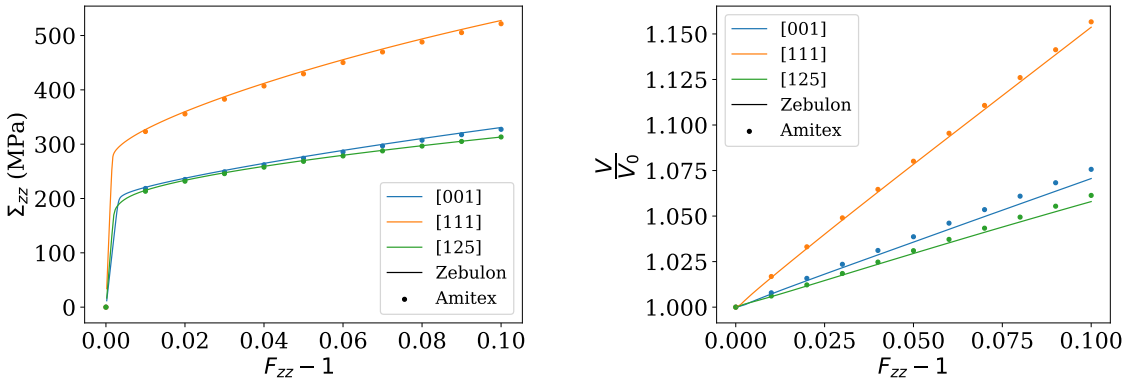
La deuxième série de comparaisons est effectuée dans les mêmes conditions que la première, mais avec une cellule contenant une cavité initialement sphérique. Une forte porosité initiale de 20 % (définie comme le rapport entre le volume de la cavité et le volume de la cellule) est choisie pour maximiser les déformations locales, et donc les erreurs potentielles. Pour la méthode FFT, la cavité est modélisée en utilisant une loi de comportement qui retourne des contraintes nulles. Une étude de convergence de la discrétisation de la cellule de calcul FFT est tout d'abord réalisée (figure 5(b)), ce qui permet de choisir une discrétisation de 63^3 voxels (figure 5(a)). Il est à noter que la parallélisation du code de calcul `AMITEX_FFTP` permet de réaliser les simulations en des temps raisonnables en utilisant un grand nombre de processeurs, ce qui permet de réaliser une étude de convergence détaillée (ce qui peut être difficile avec certains codes de calcul par éléments finis). Le code de calcul éléments finis utilisé pour la comparaison est `ZéBuLoN`, et les conditions de chargement appliquées sont identiques à celles décrites pour le cas test n°1.

Les résultats obtenus avec le code de calcul FFT `AMITEX_FFTP` et le code de calcul éléments finis `ZéBuLoN` sont en bon accord tant au niveau de l'évolution des contraintes que du volume de la cavité, comme le montrent les figures 6 et 7, pour les deux types



(a) (b)

Figure 5 – (a) Discrétisation de 63^3 voxels, porosité 20%. (b) Convergence de la contrainte macroscopique par rapport à la discrétisation, les temps de calculs sur 60 processeurs sont donnés à titre indicatif.

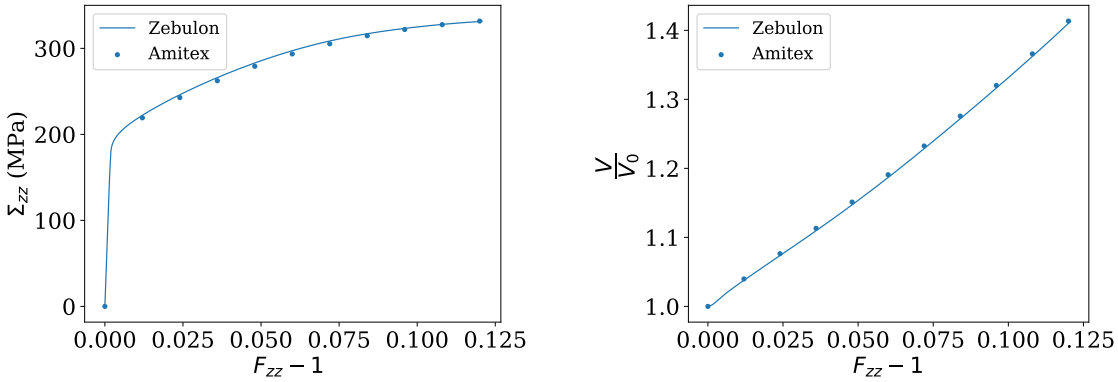


(a) (b)

Figure 6 – Cas test n°2 : traction simple sur cellule avec cavité. Les résultats des simulations éléments finis sont en trait continu. Les cercles sont les résultats de la simulation FFT. (a) Contrainte de Cauchy Σ_{zz} vs. gradient de la déformation F_{zz}. (b) Variation du volume de la cavité vs. gradient de la déformation.

de chargement et les orientations cristallographiques. Les contraintes sont légèrement plus élevées pour les simulations éléments finis, ce qui pourrait venir d'un effet de la non-convergence par rapport au maillage.

Les cas tests n°1 et n°2 permettent de valider l'utilisation du code `AMITEX_FFTP` pour la réalisation de calculs de cellules en grandes transformations avec la loi de comportement de plasticité cristalline, et en particulier avec la présence de cavités qui introduisent un contraste matériau important mais qui n'affecte pas les résultats macroscopiques (contraintes, variation de volume de la cavité) grâce aux améliorations de l'algorithme original implémentées dans `AMITEX_FFTP`. Afin de poursuivre cette validation, des comparaisons sont effectuées à l'échelle plus locale sur la forme de la cavité.



(a) (b)

Figure 7 – Cas test n°2 : traction équibiaxiale sur cellule avec cavité pour l'orientation [001]. (a) Contrainte de Cauchy Σ_{zz} vs. gradient de la déformation F_{zz}. (b) Variation du volume de la porosité vs. gradient de la déformation.

Cas test n°3

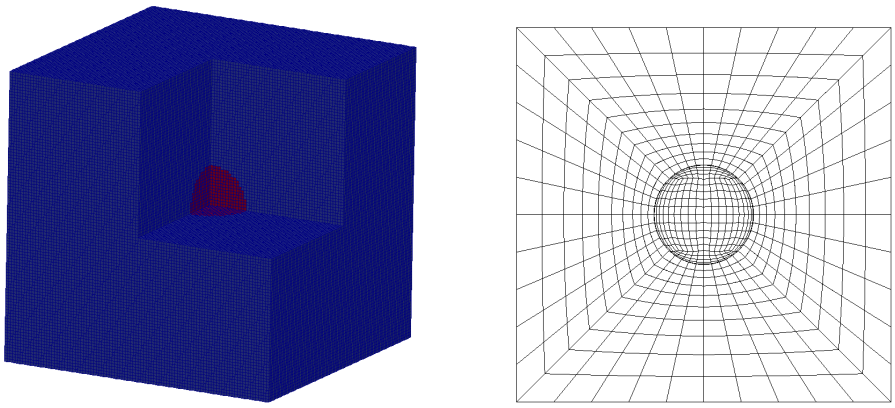
La troisième série de comparaisons a pour but de comparer l'évolution de la forme des cavités. Les comparaisons sont effectuées entre les code FFT `AMITEX_FFTP` et le code éléments finis `Cast3M`. La cellule considérée contient une cavité initialement sphérique et la porosité initiale vaut 1 %. La figure 8 montre le maillage utilisé dans la simulation élément finis ainsi que la discrétisation utilisée pour la méthode FFT. Dans un premier temps, la loi élastoplastique avec un critère de Mises sans écrouissage (E=200000 MPa, $\nu = 0.3$, $\sigma_0 = 200$ MPa) est utilisée avec trois types de chargements différents :

— Chargement 1 : $F_{xx} = F_{yy} = F_{zz} = 1,05$, $F_{ij}(i \neq j) = 0$

— Chargement 2 : $F_{xx} = 1,1$, $F_{yy} = F_{zz} = 0$, $F_{ij}(i \neq j) = 0$

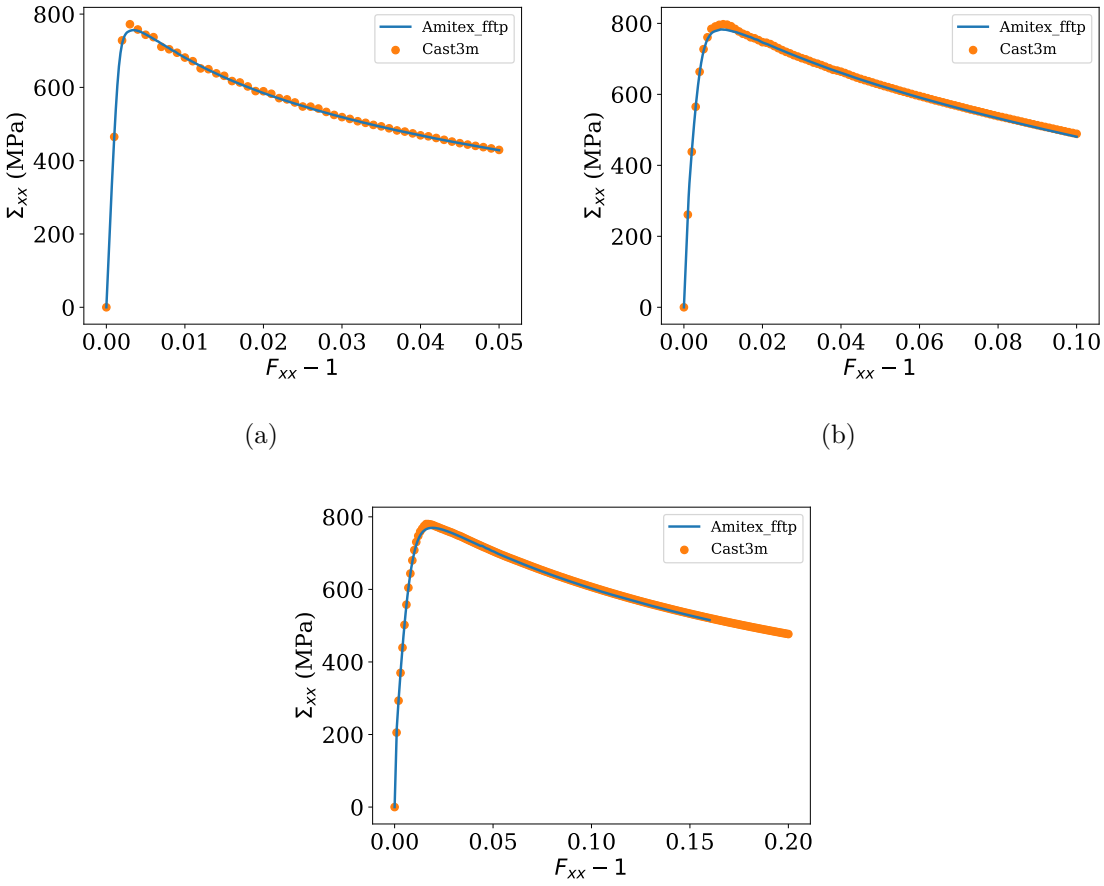
— Chargement 3 : $F_{xx} = 1,2$, $F_{yy} = F_{zz} = 0,95$, $F_{ij}(i \neq j) = 0$

La figure 9 compare la contrainte de Cauchy macroscopique en fonction du gradient de la déformation F_{xx}. Les résultats ne montrent pas de différences entre les simulations, mis à part un faible décalage sur la contrainte maximale qui pourrait provenir du faible nombre de pas dans la partie élastique ou de la non convergence en maillage pour le calcul éléments finis. La figure 10 montre un très bon accord entre les formes des cavités obtenues avec les deux codes de calcul. Une dernière vérification est faite en utilisant la loi de plasticité cristalline pour l'orientation [001] [100] et le chargement 3. Un bon accord est observé en ce qui concerne l'évolution de la contrainte (figure 11). La comparaison de la forme de la cavité obtenue par éléments finis et FFT montre un bon accord, notamment en ce qui concerne l'anisotropie de la déformation due à l'anisotropie du comportement du monocristal. Cependant, une légère surestimation de la croissance de la cavité est observée pour les résultats éléments finis et pourrait provenir de la non convergence du maillage éléments finis.



(a) (b)

Figure 8 – Cas test n°3 : cellule cubique contenant une cavité sphérique, de porosité =1% (a) Discrétisation FFT (b) Maillage `Cast3M`.



(a) (b)

(c)

Figure 9 – Cas test n°3 : comparaison de la contrainte moyenne Σ_{xx} pour les trois types de chargement en plasticité isotrope : (a) chargement 1, (b) chargement 2, (c) chargement 3.

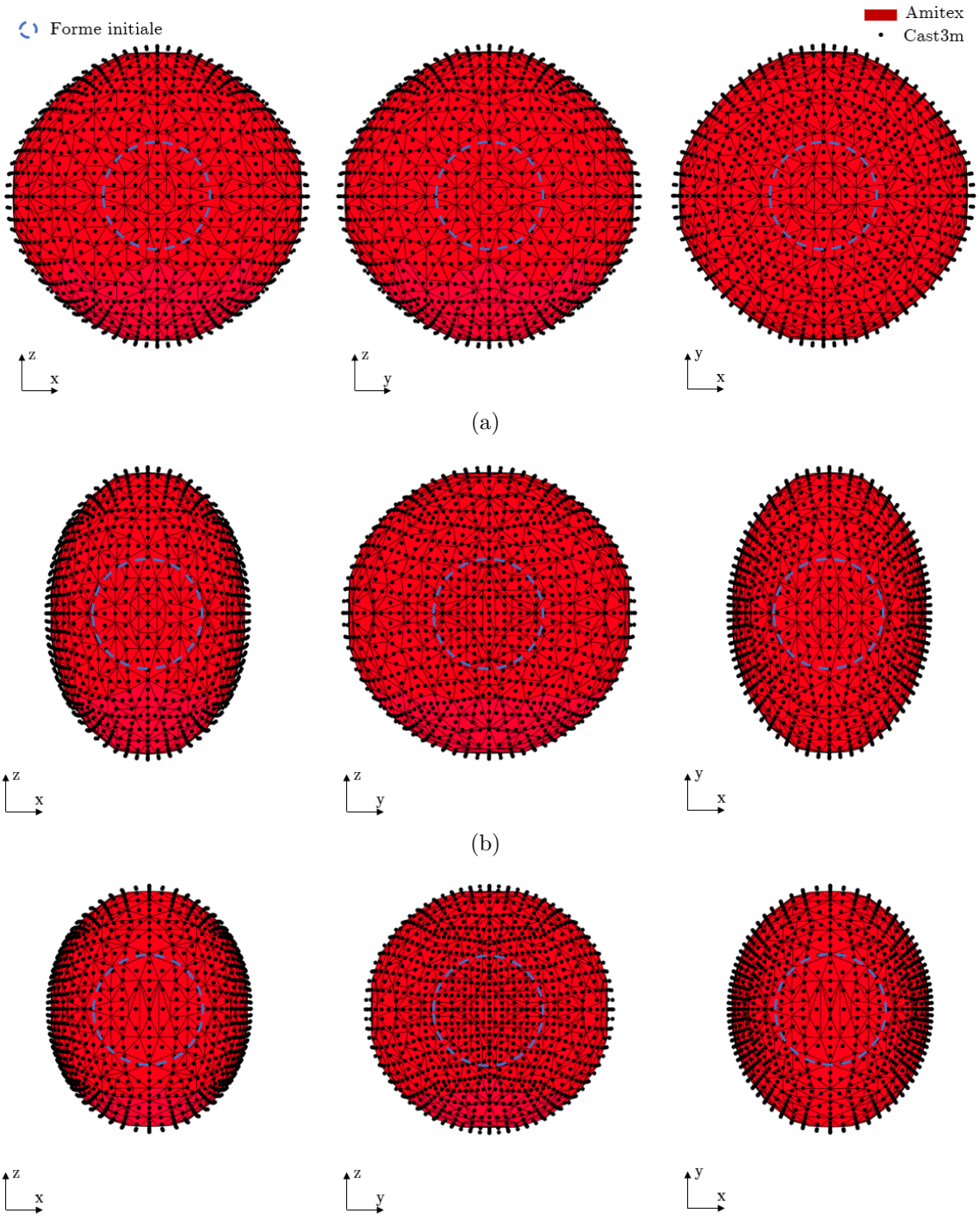


Figure 10 – Comparaisons de la forme des cavités pour les trois types de chargement du cas test n°3 en plasticité isotrope (a) Chargement 1 (b) Chargement 2 (c) Chargement 3

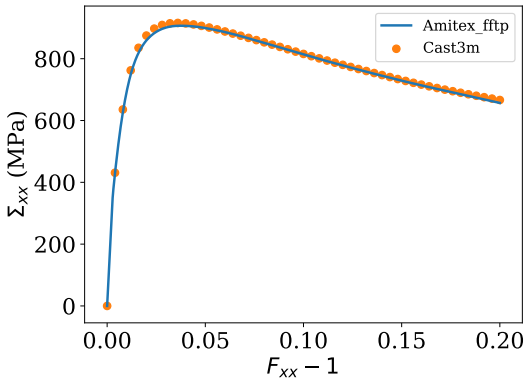


Figure 11 – Comparaison de la contrainte moyenne dans une direction pour l'orientation [001] et le chargement 3

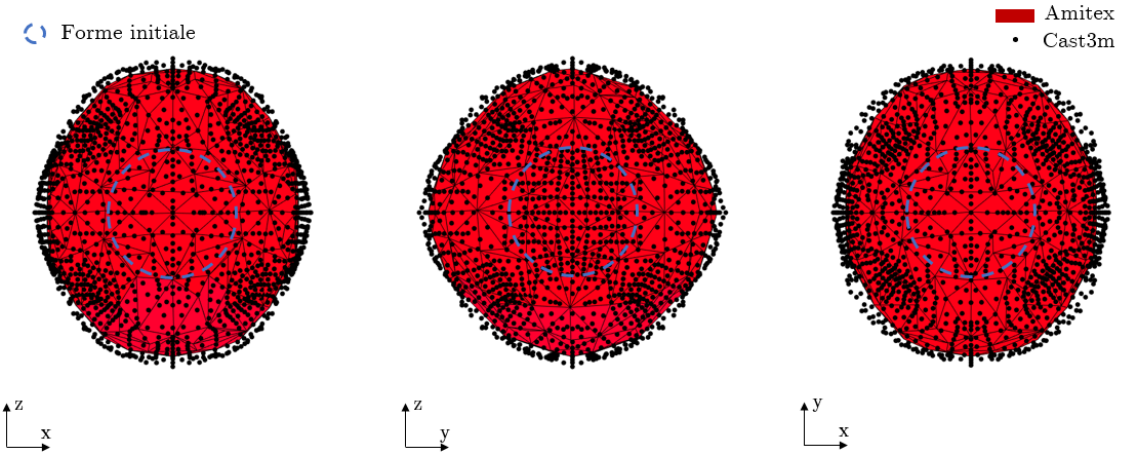


Figure 12 – Comparaison de la forme des cavités en plasticité cristalline pour l'orientation [001]

Conclusions

Différents cas test ont été réalisés pour comparer les résultats de simulations de cellules poreuses avec un logiciel basé sur une méthode FFT et par éléments finis en grandes transformations, et en utilisant une loi de plasticité cristalline, au niveau des propriétés macroscopiques et locales (évolution de la forme des cavités). Les comparaisons sont nécessaires du fait de la sensibilité aux contrastes de propriétés matériaux décrites dans la littérature pour la méthode FFT. Les comparaisons ne montrent pas de différences significatives entre les simulations effectuées par la méthode des éléments finis (`Cast3M`, `ZéBuLoN`) et la méthode FFT (`AMITEX_FFTP`), a priori grâce aux différentes améliorations de la méthode initiale implémentées dans `AMITEX_FFTP` : filtre de l'opérateur de Green et amélioration de la convergence. L'utilisation de la méthode FFT pour le calcul de cellule poreuse est donc validée.

B Rotations de réseau d'un agrégat polycristallin en traction simple

Dans le chapitre III, des observations MET ont été réalisées après déformation en traction simple sur un matériau polycristallin pour quantifier la déformation de nano-cavités en fonction de l'orientation cristallographique. L'hypothèse utilisée pour la réalisation des simulations correspondantes est d'utiliser, comme orientation initiale dans la simulation, l'orientation cristallographique déterminée à l'état déformé. Le but de cette partie est d'évaluer cette hypothèse, et porte donc sur l'évaluation des rotations de réseau local d'un agrégat polycristallin en traction simple. Les hétérogénéités locales de déformation sont également étudiées. Pour ce faire, des simulations numériques sont réalisées sur un agrégat polycristallin de Voronoï périodique [1] (figure 13) soumis à une traction uniaxiale. L'agrégat de Voronoï est une modélisation classique d'un matériau polycristallin. La loi cristalline CFC détaillée dans la partie précédente est utilisée avec les paramètres correspondant au comportement d'un acier inoxydable austénitique (tableau 3).

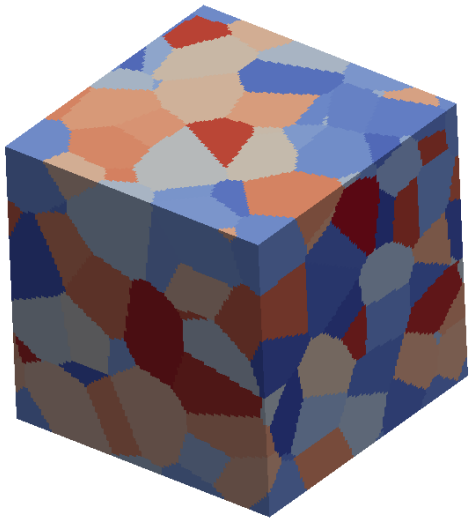


Figure 13 – Agrégat de Voronoï utilisé (100 grains et 101^3 voxels). Les différentes couleurs correspondent aux différentes orientations cristallographiques (aléatoires)

C_{11}	199 GPa	n	15	a_1	0.124
C_{12}	136 GPa	K	10 MPa	a_2	0.124
C_{44}	105 GPa	$\boldsymbol{\tau_0}$	88 MPa	a_3	0.07
μ	66000 MPa	$\boldsymbol{\kappa}$	42.8	a_4	0.625
b_D	$2.54\ 10^{-10}$ m	$\boldsymbol{G_c}$	10.4	a_5	0.137
r_0^s	$5.38\ 10^{-11}$ m^{-2}	b_i	$1-\delta_{i1}$	a_6	0.122

Tableau 3 – Paramètres de la loi de comportement.

Différentes configurations sont testées : 100 et 200 grains pour 2 différentes discrétisations (51^3 101^3). Le chargement appliqué à l'agrégat est de type traction simple macroscopique ($F_{xx} = \alpha$, $\Sigma_{yy} = \Sigma_{zz} = \Sigma_{ij}(i \neq j) = 0$). Le code `AMITEX_FFTP` est utilisé en grandes transformations (voir partie 1 de cette annexe). La figure 14 montre les courbes

1. pour éviter les contraintes parasites aux bords du fait de l'utilisation des conditions aux limites périodiques

de contrainte/déformation pour les différentes configurations, montrant la convergence par rapport au nombre de grains (100 ou 200) et à la discrétisation (51^3 ou 101^3 voxels).

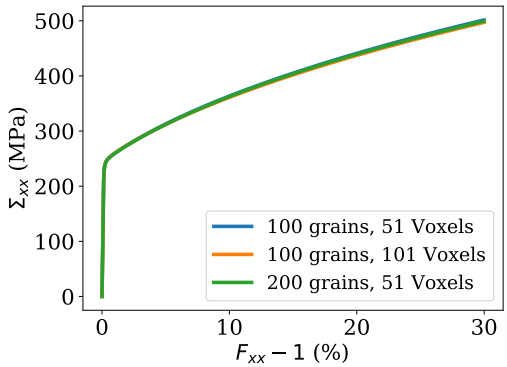


Figure 14 – Courbes de contrainte/déformation sur les différents agrégats.

À l'issue des simulations, le gradient de la transformation total moyen par grain est obtenu, $\underline{\underline{F}}^g$, ce qui permet d'obtenir l'angle de rotation (en moyenne par grains) de la manière suivante. La décomposition multiplicative du gradient utilisée dans la loi de comportement (figure 15) s'écrit :

$$\underline{\underline{F}}^g = \underline{\underline{F}}_e^g \underline{\underline{F}}_p^g \tag{7}$$

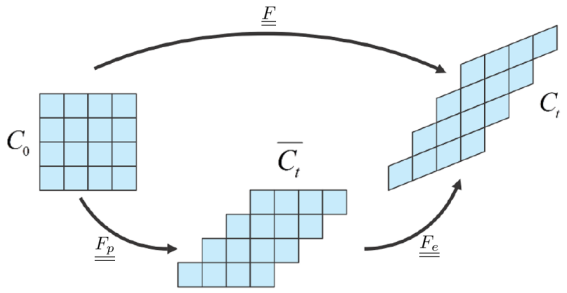


Figure 15 – Décomposition du tenseur gradient de la déformation : configurations initiale, relâchée isocline et actuelle.

La transformation $\underline{\underline{F}}_p^g$ se faisant sans rotation de réseau, l'ensemble de celle-ci est contenue dans $\underline{\underline{F}}_e^g$ qui en utilisant la décomposition polaire peut se mettre sous la forme :

$$\underline{\underline{F}}_e^g = \underline{\underline{R}}_e^g \, \underline{\underline{S}}_e^g \tag{8}$$

avec $\underline{\underline{R}}_e^g$ la matrice de rotation qui peut se mettre sous la forme :

$$\begin{pmatrix} \cos(\theta^g) & -\sin(\theta^g) & 0 \\ \sin(\theta^g) & \cos(\theta^g) & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \tag{9}$$

avec θ^g l'angle de rotation suivant l'équation :

$$1 + 2\cos(\theta^g) = \mathrm{tr}(\underline{\underline{R}}_e^g) \Rightarrow \theta^g = \arccos\left(\frac{\mathrm{tr}(\underline{\underline{\mathrm{R}}}_\mathrm{e}^\mathrm{g}) - 1}{2}\right) \tag{10}$$

L'angle de rotation moyen $\theta =< \theta^g >$ est défini comme la moyenne des angles de rotation θ^g des différents grains. Afin d'évaluer les rotations locales intragranulaires, des angles de rotation par grains sont également calculés suivant les équations 28(b) en utilisant les gradients de la transformation moyen par grains $\pm$ deux fois les écarts-types de ces même gradient et noté $\theta^g \pm 2\sigma$. L'ensemble des résultats est présenté sur la figure 16 en fonction de la déformation imposée dans le cas de chargement de traction uniaxiale. La rotation maximale d'un grain est d'environ 12.5° pour une moyenne d'environ 6°.

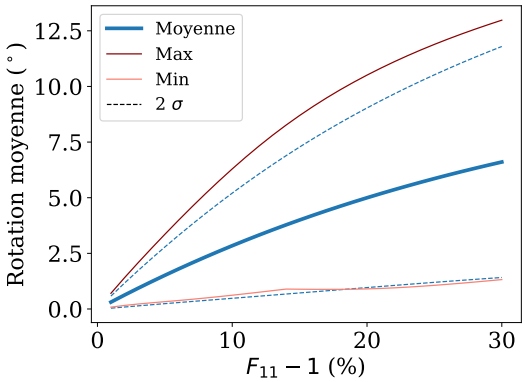


Figure 16 – Évolution en fonction de la déformation de $< \theta^g >$, θ^g_{max}, θ^g_{min}, $< \theta^g + 2\sigma >$, $< \theta^g - 2\sigma >$, en traction uniaxiale.

La figure 17 montre l'évolution des gradients de la transformation moyen, maximal et minimal dans l'agrégat en fonction du gradient de la transformation appliqué à la cellule. Un écart de 30 % est observé entre la moyenne et les valeurs extrêmes. La déformation de chaque grain est donc très hétérogène.

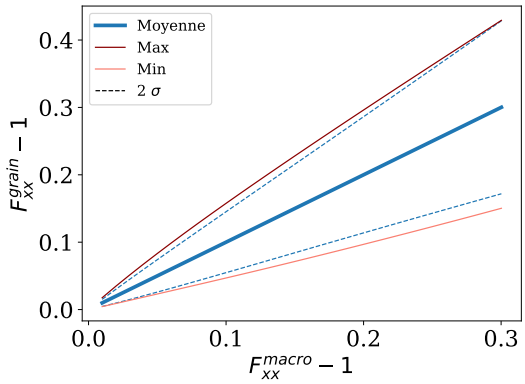
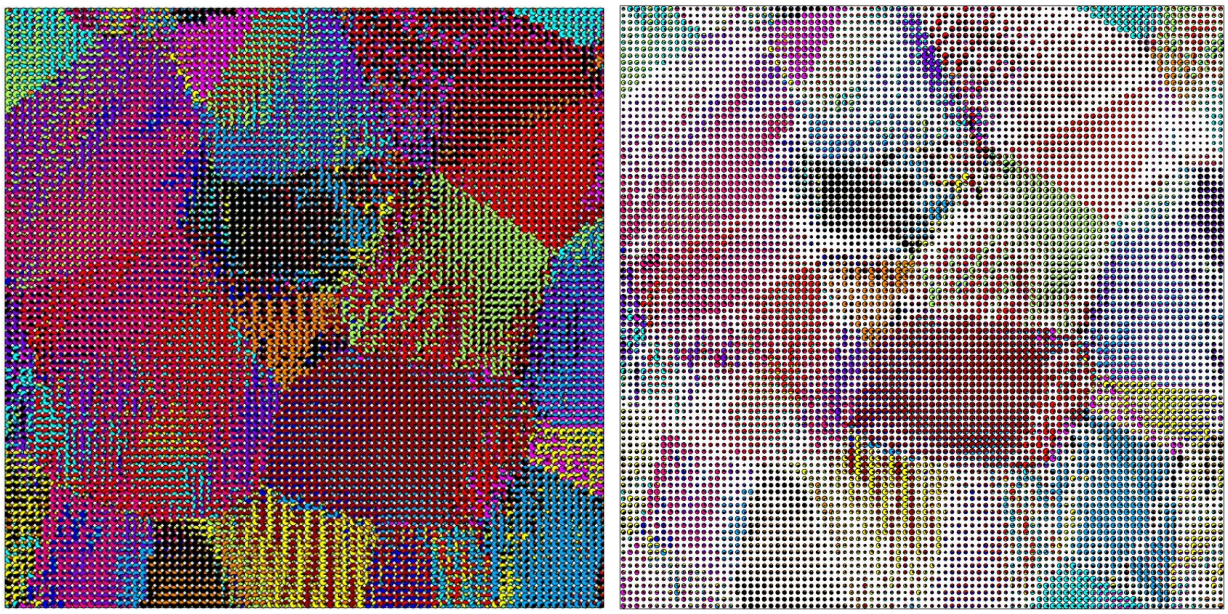


Figure 17 – Gradient de la transformation $< F^g_{xx} >$, $< F^{Max}_{xx} >$, $< F^{Min}_{xx} >$ en fonction du gradient de la transformation appliqué à la cellule F_{xx}

La figure 18 montre la proportion du cisaillement cumulé de chaque système de glissement ($|\gamma_s|$) dans un plan de coupe de la cellule de calcul. La proportion de chaque système activé est représenté en chaque voxel par un diagramme en secteur. Sur la figure 18(b), la surface de chaque diagramme est proportionnelle au cisaillement cumulé $\sum_s |\gamma_s|$. Ces figures montrent que la déformation dans chaque grain est relativement homogène.



(a) (b)

Figure 18 – (a) Proportion du cisaillement cumulé de chaque système de glissement ($|\gamma_s|$), représenté par un diagramme en secteur en chaque voxel. (b) La surface de chaque diagramme est proportionnelle au cisaillement cumulé $\sum_s |\gamma_s|$.

C Obtention d'éprouvettes minces irradiées aux ions

Cette partie décrit plus en détail le protocole pour obtenir après irradiation aux protons d'éprouvettes massives (épaisseur 2mm, profondeur d'irradiation de l'ordre de 20 μm), des éprouvettes minces de traction de 20 μm d'épaisseur, percées de trous cylindriques d'environ 6 μm de diamètre. Elle décrit également comment obtenir un mouchetis à la surface de l'éprouvette permettant une mesure haute résolution de la déformation par corrélation d'images.

Préparation avant irradiation

Dans le but de faire grossir les grains, un traitement thermique de 4h à 1100°C suivi d'une trempe à l'eau a été réalisé sur des plaques d'acier inoxydable 304L (90x100x3mm) (voir chapitre II). Les éprouvettes à irradier sont ensuite usinées par électroérosion à fil dans les plaques (voir figure 19 pour la géométrie des éprouvettes). La face à irradier de chaque éprouvette est polie miroir en utilisant successivement : des papiers SiC de granulométrie 600 et 1200, puis des pâtes diamantées 3μm (support D1, ESCIL), 1μm, 1/4μm (support ALD, ESCIL). Les éprouvettes sont ensuite vibro-polies pendant 4 heures avec une solution de silice colloïdale à pH neutre (Pom8, ESCIL). Les éprouvettes sont enfin nettoyées à l'eau et au savon sur un support ALD puis à l'éthanol.

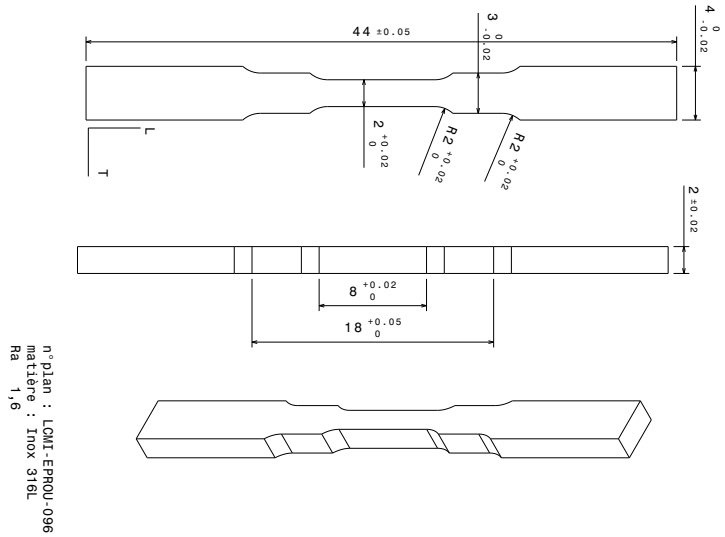


Figure 19 – Géométrie des d'éprouvettes avant irradiation (dimensions en mm).

Attaque électro-chimique et analyse EBSD

L'analyse EBSD de l'ensemble de la zone utile de l'éprouvette (2x8mm) en trois cartographies permet d'obtenir les orientations cristallographiques et de sélectionner des grains suffisamment gros ($\geq 100\mu$m) et dépourvu de macles. Après amincissement par la face

arrière (figure 20), il est alors possible de percer des cavités cylindriques dans une matrice mono-cristalline (figure 21). En moyenne 6 à 12 grains par éprouvettes répondent aux critères.

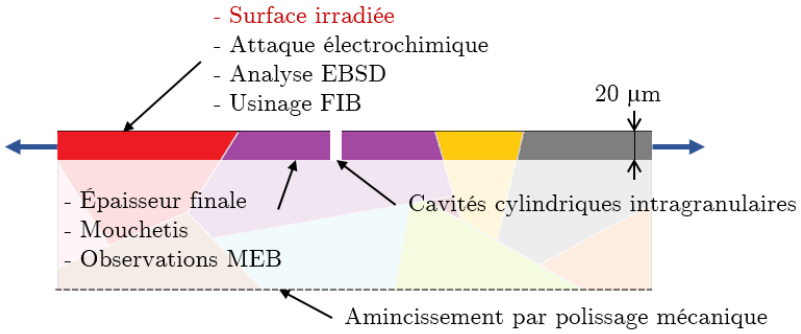
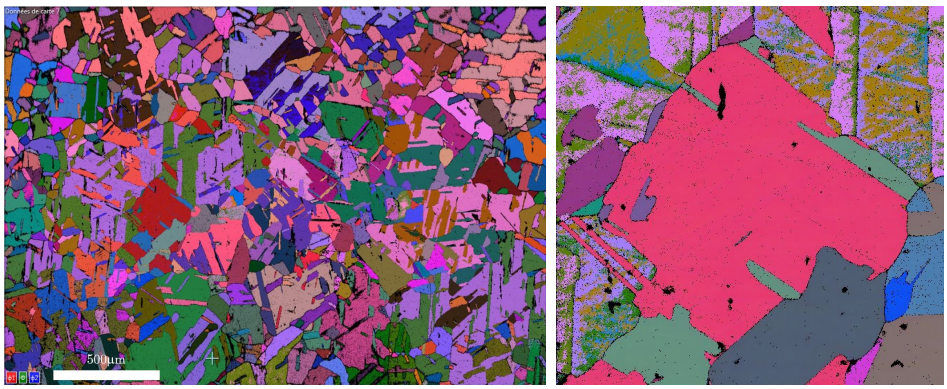


Figure 20 – Schéma des opérations réalisées sur une éprouvette.

Préalablement, une attaque électro-chimique est effectuée avec une solution d'acide nitrique HNO_3 : (60mL HNO3 à 65% + 40 mL H_2O). L'intérêt est double : préparer la surface pour l'analyse EBSD et marquer les joints de grains qui serviront de repères lors du perçage des cavités par sonde ionique focalisée (FIB). Pour ce faire, l'éprouvette est placée à environ 1cm d'une électrode également en acier inoxydable (figure 22(a)). Le courant est fixé à 0.1A. Dans cette configuration la tension est d'environ 1.2 V. 1 à 2,5 min sont suffisantes pour révéler la microstructure et permettre l'analyse EBSD (figure 22(b)).

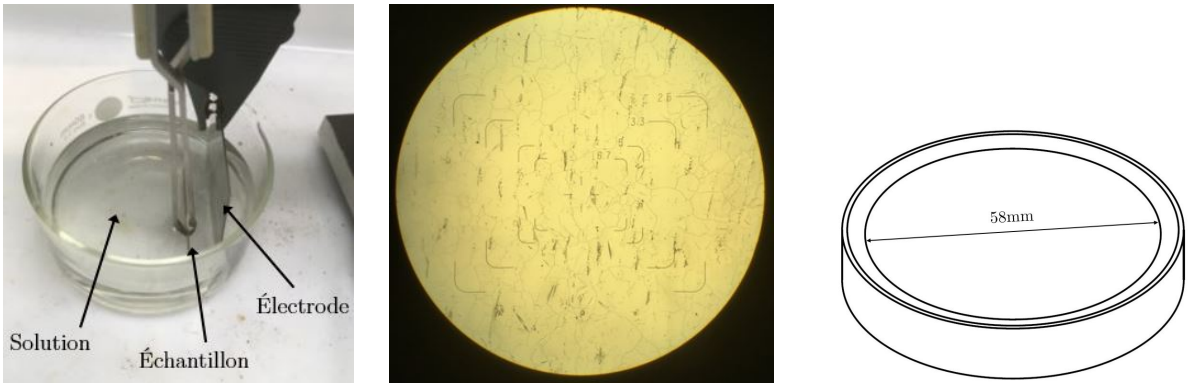


(a) Cartographie EBSD (b) Choix d'un gros grain

Figure 21 – Choix d'un grain suffisamment gros pour y percer des cavités cylindriques.

Amincissement

Pour amincir une éprouvette jusqu'à une épaisseur de 20 μm et ce afin de ne garder que la zone irradiée, celle-ci est collée sur un support (figure 22(c)) à l'aide de colle "Crystalbond 509-3" qui a une température de fusion de 74°C et qui se dissous dans l'acétone. Pour que l'amincissement soit un succès, la couche de colle doit être la plus mince et homogène possible. Pour ce faire, l'éprouvette doit être plaquée minutieusement au support lors du refroidissement de la colle. L'éprouvette peut alors être amincie en utilisant des papiers de



(a) (b) (c)

Figure 22 – Montage de l'attaque électrochimique (a) et visualisation de la microstructure obtenue par microscopie optique (b), (c) Support de polissage permettant un polissage plan.

granulométrie 320 jusqu'à 200 μm, 600 jusqu'à 100 μm puis 1200 pour amincir jusqu'à l'épaisseur souhaitée (20 μm). Lors de ces étapes l'objectif est d'amincir l'éprouvette en gardant la face à amincir la plus plane et la plus parallèle à l'autre face. Des mesures (au comparateur) de l'épaisseur du rebord du support de polissage en quatre points sont effectuées très régulièrement (tous les 15 μm) ce qui permet de rectifier le parallélisme de la surface en excentrant le point de pression appliqué au support. Pour que les arêtes de l'échantillon ne soient pas abrasées plus vite que la surface, il est impératif qu'à partir d'une certaine épaisseur ($\geq$ 300 μm) l'échantillon soit "noyé" dans la colle, protégeant les arêtes.

Mouchetis

La surface amincie est polie miroir (pâtes diamantées 3 μm (support D1, ESCIL), 1 μm, 1/4 μm (support ALD, ESCIL)) puis polie 10 minutes avec une solution de silice colloïdale à pH = 7 (POM8, ESCIL). La surface est nettoyée soigneusement au savon et à l'eau sur un support ALD puis à l'éthanol. L'éprouvette mince est décollée du support en chauffant le support de polissage. Une attention particulière doit être prise pour ne pas mettre de colle sur la surface, la formation du mouchetis s'en trouverait altérée. L'éprouvette est trempée dans de l'acétone pour dissoudre la colle puis nettoyée au bac à ultrasons dans un bain d'acétone puis d'éthanol. L'éprouvette est ensuite séchée avec de l'air comprimé en chassant l'éthanol d'un seul coup. De cette manière, l'éprouvette est exempte de toute trace d'éthanol et de poussière, condition nécessaire pour la bonne formation du mouchetis. L'éprouvette est placée immédiatement dans un métalliseur qui permet de déposer un mince film d'or de 70 nm. L'épaisseur de la couche d'or n'est pas vérifiée a posteriori mais correspond à la consigne du métalliseur. L'éprouvette est ensuite chauffée sur une plaque chauffante à 300°C en présence de vapeur d'eau pendant 60 minutes. La figure 23 montre le schéma du montage utilisé. La température est contrôlée à l'aide d'un thermocouple positionné à côté de l'éprouvette sur la plaque chauffante. La figure 24(a) montre le mouchetis obtenue avec : 70 nm d'or et 10 min de polissage OPS. La taille des particules et leur densité sont modifiables en faisant varier l'épaisseur de la couche d'or et le temps de polissage à la solution de silice colloïdale. La figure 24 montre deux mouchetis obtenus avec des conditions différentes.

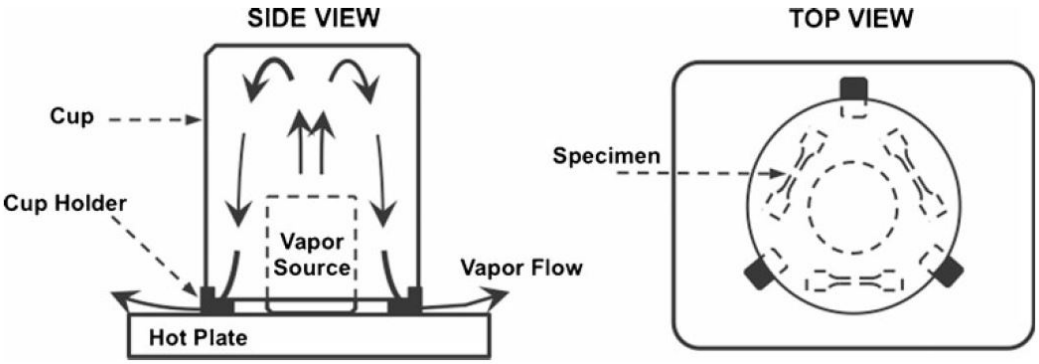
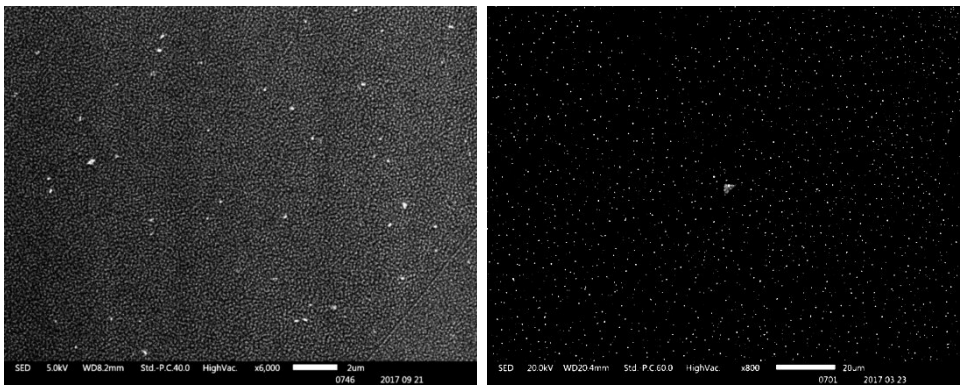


Figure 23 – Montage pour chauffer l'éprouvette au contact de vapeur d'eau (Di Gioacchino and da Fonseca, 2013).



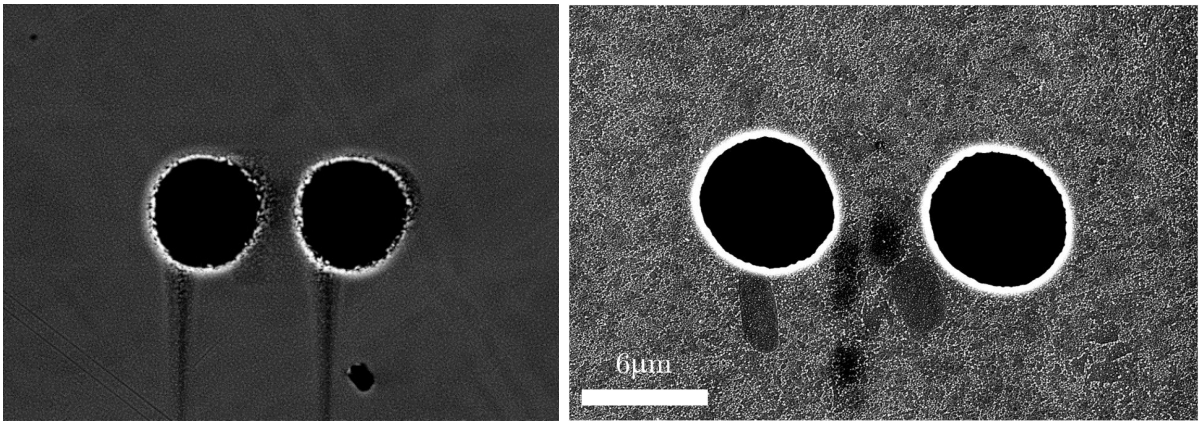
(a) 10min OPS, 70nm (b) 20min OPS, 100nm

Figure 24 – Mouchetis obtenus pour différentes épaisseurs d'or et de temps de polissage.

Perçage des cavités

Les cavités cylindriques sont percées au FIB (Focused Ion Beam). Les cavités sont d'abord percées par la face où a été réalisée l'analyse EBSD, au milieu des grains. Le repérage de la position précise est ainsi rendu possible grâce aux joints de grains révélés par l'attaque éléctro-chimique. Du fait de la grande profondeur de perçage, les cavités ont un profil conique. Deux choix sont possibles en fonction de l'épaisseur de l'éprouvette. Si l'éprouvette est trop épaisse (≥ 20 μm), il est préférable de reprendre l'usinage par la face avec le mouchetis pour les rendre cylindrique. La gravure au FIB produit du re-dépot de matière, il est donc préférable de maximiser le temps de perçage coté "attaque". Lors de la reprise des cavités coté mouchetis, il est important de ne pas imager aux ions la surface sous peine de détruire le mouchetis. Si l'éprouvette est suffisamment fine, il est aussi possible de ne pas reprendre les trous côté mouchetis en perçant suffisamment longtemps côté attaque (figure 25(b)).

Ce protocole expérimental permet d'obtenir des éprouvettes minces (20 μm) complètement irradiées dans l'épaisseur, présentant des cavités cylindriques modèles à l'échelle du monocristal et avec un mouchetis fin sur l'une des faces, permettant la mesure des champs de déformation par corrélation d'images. Les éprouvettes sont ensuite sollicitées en traction in-situ MEB pour quantifier l'effet de l'orientation cristallographique et de l'irradiation sur la croissance et la coalescence de cavités.



(a) Avec reprise (b) Sans reprise

Figure 25 – Cavités observées après perçage avec et sans reprise de l'usinage coté mouchetis.

D Détermination de l'orientation cristalline en MET

Pour simuler les déformations des cavités pour une orientation cristalline donnée (voir chapitre III), il est nécessaire de connaitre l'orientation de la maille cristalline dans le repère de l'éprouvette. Le MET permet de le faire en utilisant les clichés de diffraction et en connaissant certaines rotations. Ce qui nous intéresse, c'est de connaître l'expression des vecteurs de la maille cristalline dans le repère de l'éprouvette. La rotation entre la maille cristalline et l'éprouvette peut être décrite par 5 rotations élémentaires. La figure 26 décrit ces différentes rotations élémentaires. Les lames minces sont extraites des éprouvettes de tractions à l'aide d'un poinçon de 3mm. Comme la largeur des éprouvettes est de 2mm, la lame mince poinçonnée à une forme oblongue donc les bords droits sont colinéaires à la direction de traction (figure 26).

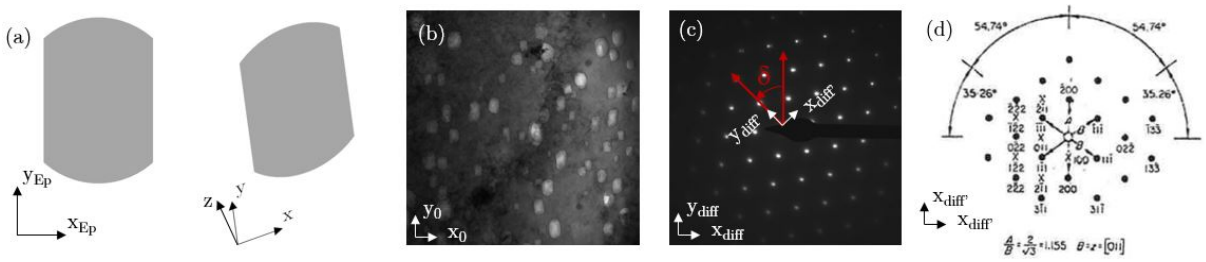


Figure 26 – Description des bases utilisées pour calculer l'orientation des vecteurs de la base cristallographique dans la base de l'échantillon : (a) échantillon, (b) image (microscope), (c) diffraction, (d) base cristallographique dans le repère de l'axe de zone.

Pour déterminer l'orientation cristalline, il convient de connaître 5 rotations, 4 angles + l'expression de la base de la maille dans la figure de diffraction. Les quatre angles sont α β les rotations de l'échantillon dans le microscope respectivement suivant les axes y et x ainsi que les angles appelés ici θ et γ (figure 26) qui sont, respectivement, la rotation du cliché de diffraction suivant l'axe z et la rotation entre l'image et le cliché de diffraction suivant l'axe z. Les matrices de rotations associées à chaque rotation élémentaire peuvent être écrites (équations 11, 12, 13, 14, 15). Pour le microscope utilisé, la base microscope est la même que la base image [2].

2. Dans certains microscopes, ces deux bases ne correspondent pas, une rotation d'un angle δ' suivant

P_β est la matrice de rotation de la base $B_{\text{Éprouvette}}$ dans la base $B_{\text{Microscope}}$, on écrit $X = P_\beta X'$

$$P_\beta = \begin{pmatrix} \cos(\beta) & -\sin(\beta) & 0 \\ \sin(\beta) & \cos(\beta) & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \tag{11}$$

P_α est la matrice de rotation de la base $B_{\text{Microscope}}$ dans la base B_{Image}, on écrit $X = P_\alpha X'$

$$P_\alpha = \begin{pmatrix} \cos(\alpha) & -\sin(\alpha) & 0 \\ \sin(\alpha) & \cos(\alpha) & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \tag{12}$$

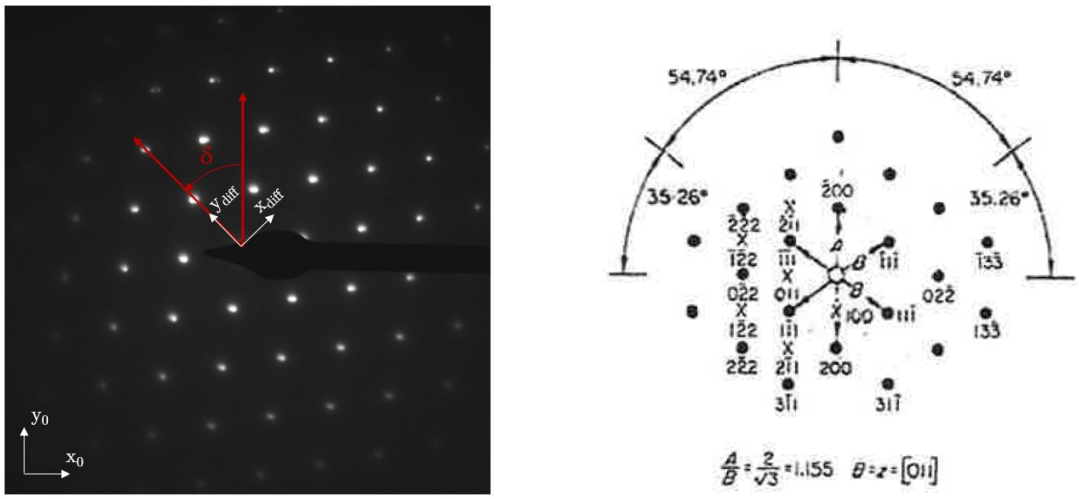
P_δ est la matrice de rotation de la base B_{Image} dans la base $B_{\text{Diffraction}}$, on écrit $X = P_\delta X'$ avec $\delta = 87°$ pour le microscope utilisé.

$$P_\delta = \begin{pmatrix} \cos(\delta) & -\sin(\delta) & 0 \\ \sin(\delta) & \cos(\delta) & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \tag{13}$$

P_θ est la matrice de rotation de la base $B_{\text{Diffraction}}$ dans la base $B_{\text{Axe de zone}}$, on écrit $X = P_\theta X'$

$$P_\theta = \begin{pmatrix} \cos(\theta) & -\sin(\theta) & 0 \\ \sin(\theta) & \cos(\theta) & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \tag{14}$$

θ ainsi que les vecteurs Xm Ym et Zm sont déterminés à partir du cliché de diffraction et des abaques de motifs des axes de zones pour les matériaux CFC.



(a) (b)

Figure 27 – (a) Exemple de calcul de l'angle δ pour un axe de zone [011] (b) Motif de l'axe de zone [011]

P_{Maille} est la matrice de rotation de la base $B_{Axe\ de\ zone}$ dans la base B_{Maille}, on écrit $X = P_{Maille}X'$. Avec les vecteurs Xm Ym et Zm les vecteurs de la maille exprimés dans

l'axe z doit être ajoutée, cet angle peut dépendre du grandissement.

le repère de l'axe de zone.

$$P_{Maille} = \begin{pmatrix} \frac{Xm_1}{\sqrt{Xm_1^2+Xm_2^2+Xm_3^2}} & \frac{Xm_1}{\sqrt{Xm_1^2+Xm_2^2+Xm_3^2}} & \frac{Xm_3}{\sqrt{Xm_1^2+Xm_2^2+Xm_3^2}} \\ \frac{Ym_1}{\sqrt{Ym_1^2+Ym_2^2+Ym_3^2}} & \frac{Ym_2}{\sqrt{Ym_1^2+Ym_2^2+Ym_3^2}} & \frac{Ym_3}{\sqrt{Ym_1^2+Ym_2^2+Ym_3^2}} \\ \frac{Zm_1}{\sqrt{Zm_1^2+Zm_2^2+Zm_3^2}} & \frac{Zm_2}{\sqrt{Zm_1^2+Zm_2^2+Zm_3^2}} & \frac{Zm_3}{\sqrt{Zm_1^2+Zm_2^2+Zm_3^2}} \end{pmatrix} \tag{15}$$

La matrice de passage de la base $B_{\text{Éprouvette}}$ dans la base B_{Maille} s'écrit donc :

$$P_{Ep\to Maille} = P_\beta P_\alpha P_\delta P_\theta P_{Maille}$$

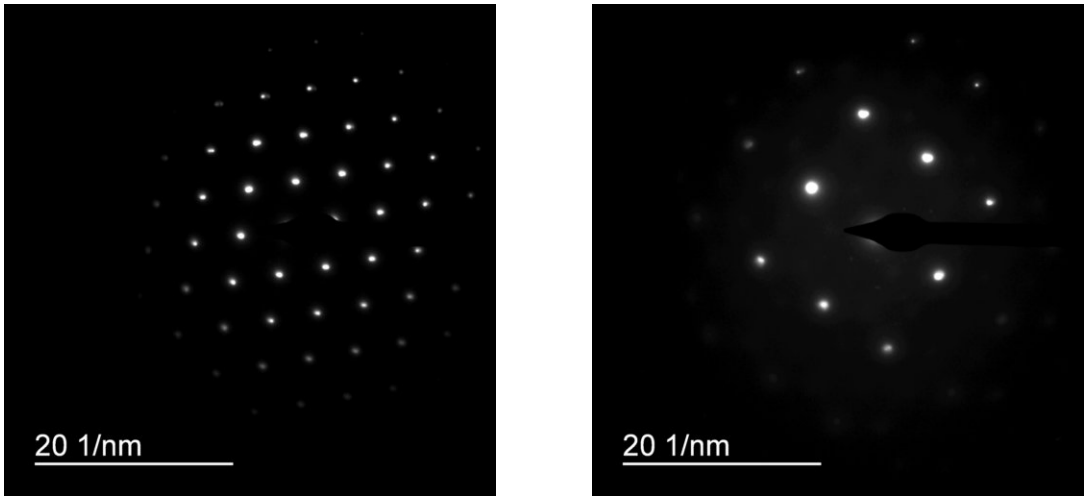
Les vecteurs de la maille dans le repère de l'éprouvette s'écrivent :

$$X_{Maille,B_{Eprouvette}} = P_{Maille\to EP} X_{Eprouvette,B_{Eprouvette}}$$

avec $P_{Maille\to Ep} = P^{-1}_{Ep\to Maille}$

Pour déterminer les angles, il est donc nécessaire de chercher un axe de zone connu en tiltant l'échantillon. Les angles de tilt α et β sont notés. Une photo du cliché de diffraction est alors prise.

Pour vérifier que la méthode fonctionne et qu'aucune erreur n'a été faite, l'orientation cristallographique a été déterminée dans un grain à l'aide de deux axes de zones différents ([011] et [$\bar{2}$33]). Les orientations cristallographiques trouvées sont les mêmes. La figure 28 montre les clichés de diffractions utilisés pour vérifier la méthode.



(a) (b)

Figure 28 – Cliché de diffraction des axes de zones [011] et [$\bar{2}$33] utilisés pour vérifier la méthode.

Abaques des motifs de diffraction des axes de zones pour les matériaux CFC

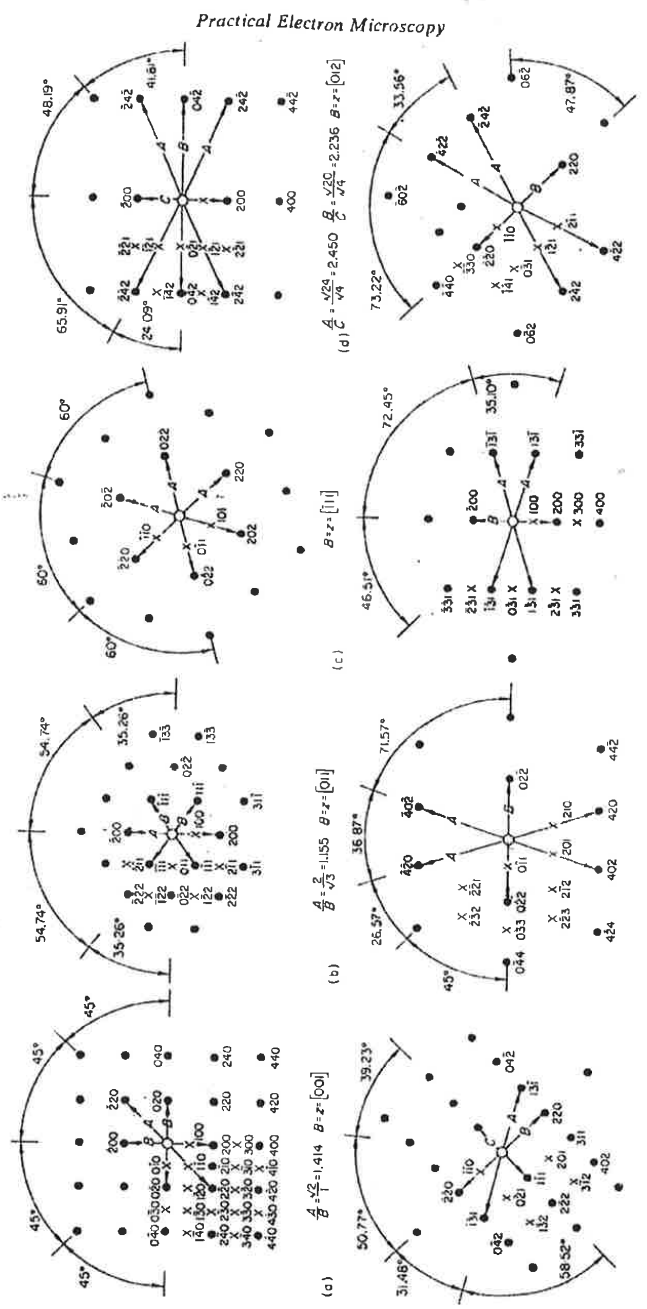
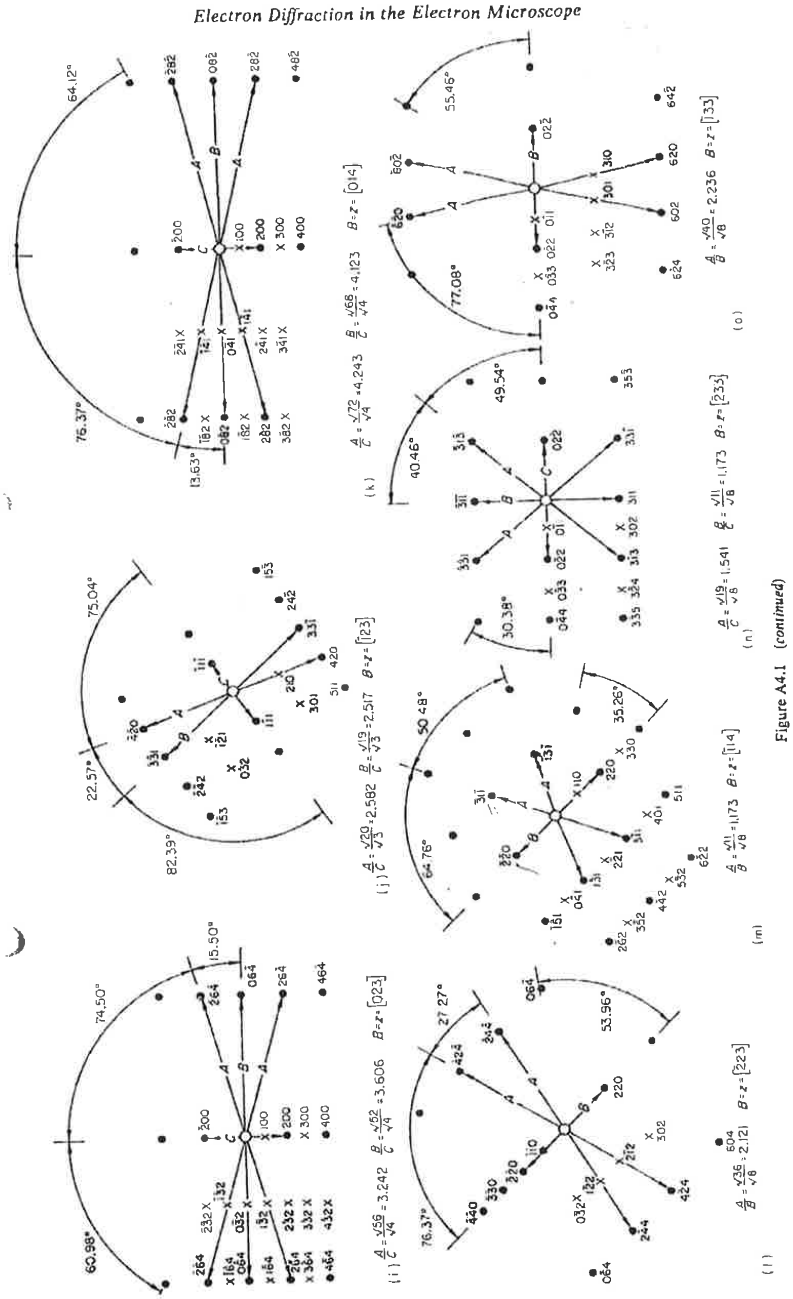


Figure A4.1 Single-crystal spot transmission electron diffraction patterns for the f.c.c. crystal structure ($u^2 + v^2 + w^2 < 22$). The zone axis z, defined in appendix 1, is the beam direction B defined in section 2.7.2, as indicated. The crosses in one quadrant of the diagram indicate the positions of the spots for the ordered f.c.c. ($L1_2$) unit cell. The complete pattern may be generated by repeating these spots in the remainder of the pattern and indexing using the addition of vectors, see section 2.7.2.1


Electron Diffraction in the Electron Microscope
97
64.12°
76.37°
13.63°
A = √72/√4 = 4.243
B = √68/√4 = 4.123
B = z = [014]
(k)
55.46°
77.08°
A = √40/√8 = 2.236
B = z = [133]
(o)
49.54°
40.46°
30.38°
A = √19/√8 = 1.541
B = √11/√8 = 1.173
B = z = [233]
(n)
75.04°
22.57°
82.39°
A = √29/√3 = 2.582
B = √19/√3 = 2.517
B = z = [123]
(j)
50.48°
64.76°
35.26°
A = √11/√8 = 1.173
B = z = [114]
(m)
74.50°
15.50°
60.98°
A = √56/√4 = 3.242
B = √62/√4 = 3.606
B = z = [023]
(i)
76.37°
27.27°
53.96°
A = √35/√8 = 2.121
B = z = [223]
(l)
Figure A4.1 (continued)

Bibliographie

Alexander, D. J., Pawel, J. E., Grossbeck, M. L., Rowcliffe, A. F., and Shiba, K. (1996). Fracture toughness of irradiated candidate materials for ITER first wall/blanket structures. In *Effects of Radiation on Materials : 17th International Symposium*. ASTM International.

AMITEX_FFTP (2018). CEA. *www.maisondelasimulation.fr/projects/amitex/html/*.

Anderson, T. L. (2005). *Fracture mechanics : fundamentals and applications*. CRC press.

Argon, A. S., Im, J., and Safoglu, R. (1975). Cavity formation from inclusions in ductile fracture. *Metallurgical Transaction A*, 6A :825–837.

Ashby, A. (1970). The deformation of plastically non-homogeneous materials. *Philosophical Magazine*, 21 :399–424.

ASTM E521 (2006). Standard practice for neutron radiation damage simulation by charged-particle irradiation. *Annual Book of ASTM Standards*.

Aymar, R. et al. (2001). Summary of the ITER final design report. *ITER document G A0 FDR*, 4.

Babout, L., Brechet, Y., Maire, E., and Fougeres, R. (2004). On the competition between particle fracture and particle decohesion in metal matrix composites. *Acta materialia*, 52 :4517–4525.

Bapna, M., Mori, T., and Meshii, M. (1968). The observation of slip channels in quenched gold. *Philosophical Magazine*, 17 :177–184.

Barabash, V., Peacock, A., Fabritsiev, S., Kalinin, G., Zinkle, S., Rowcliffe, A., Rensman, J.-W., Tavassoli, A., Marmy, P., Karditsas, P., et al. (2007). Materials challenges for ITER–current status and future activities. *Journal of Nuclear Materials*, 367 :21–32.

Bareggi, A., Maire, E., Bouaziz, O., and Di Michiel, M. (2012). Damage in dual phase steels and its constituents studied by X-ray tomography. *International Journal of Fracture*, 174 :217–227.

Barrioz, P., Hure, J., and Tanguy, B. (2018). Void growth and coalescence in irradiated copper under deformation. *Journal of Nuclear Materials*, 502 :123–131.

Baudoin, J.-B., Nomoto, A., Perez, M., and Monnet, G. (2015). Molecular dynamics investigation of the interaction of an edge dislocation with Frank loops in Fe-Ni10-Cr20 alloy. *Journal of Nuclear Materials*, 465 :301–310.

Beevers, C. J. (1962). The initiation of ductile fracture in pure metals. *Philosophical Magazine*, 7 :763–773.

Benzerga, A. A. and Besson, J. (2001). Plastic potentials for anisotropic porous solids. *European Journal of Mechanics-A/Solids*, 20 :397–434.

Benzerga, A. A., Besson, J., Batisse, R., and Pineau, A. (2001). Synergistic effects of plastic anisotropy and void coalescence on fracture mode in plane strain. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, 10 :73.

Benzerga, A. A. and Leblond, J.-B. (2010). Ductile fracture by void growth to coalescence. *Advances in Applied Mechanics*, 44 :169–305.

Benzerga, A. A. and Leblond, J.-B. (2014). Effective yield criterion accounting for microvoid coalescence. *Journal of Applied Mechanics*, 81 :031009.

Besson, J. (2010). Continuum models of ductile fracture : a review. *International Journal of Damage Mechanics*, 19 :3–52.

Besson, J. and Foerch, R. (1998). Object-oriented programming applied to the finite element method part I. general concepts. *Revue Européenne des Eléments Finis*, 7 :535–566.

Besson, J. and Guillemer-Neel, C. (2003). An extension of the Green and Gurson models to kinematic hardening. *Mechanics of Materials*, 35 :1–18.

Borg, U., Niordson, C. F., and Kysar, J. W. (2008). Size effect on void growth in single crystals with distributed voids. *International Journal of Plasticity*, 24 :688–701.

Borodin, O., Bryk, V., Kalchenko, A., Melnichenko, V., Voyevodin, V., and Garner, F. (2013). Synergistic effects of helium and hydrogen on self-ion-induced swelling of austenitic 18Cr10Ni stainless steel. *Journal of Nuclear Materials*, 442 :S817–S820.

Borodin, O. V., Bryk, V. V., Kalchenko, A. S., Parkhomenko, A. A., Shilyaev, B., Tolstolutskaya, G., and Voyevodin, V. N. (2009). Microstructure evolution and degradation mechanisms of reactor internal steel irradiated with heavy ions. *Journal of Nuclear Materials*, 385 :325–328.

Borodin, O. V., Bryk, V. V., Kalchenko, A. S., Parkhomenko, A. A., Voyevodin, V. N., and Garner, F. A. (2005). Irradiation-induced microstructure, swelling and post-irradiation deformation of stainless steel. *Proceedings of the 12th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System, Water Reactors*, pages 395–401.

Brach, S., Dormieux, L., Kondo, D., and Vairo, G. (2016). A computational insight into void-size effects on strength properties of nanoporous materials. *Mechanics of Materials*, 101 :102–117.

Brown, L. and Mazey, D. (1964). On strain effects around inert gas bubbles in solids. *Philosophical Magazine*, 10 :1081–1085.

Byun, T. and Farrell, K. (2004). Plastic instability in polycrystalline metals after low temperature irradiation. *Acta Materialia*, 52 :1597–1608.

Byun, T. and Hashimoto, N. (2006). Strain localization in irradiated materials. *Nuclear engineering and technology*, 38 :619–638.

Byun, T., Hashimoto, N., and Farrell, K. (2006a). Deformation mode map of irradiated 316 stainless steel in true stress-dose space. *Journal of Nuclear Materials*, 351 :303–315.

Byun, T., Hashimoto, N., Farrell, K., and Lee, E. (2006b). Characteristics of microscopic strain localization in irradiated 316 stainless steels and pure vanadium. *Journal of Nuclear Materials*, 349 :251–264.

Cast3M (2018). CEA. *www-cast3M.cea.fr*.

Castañeda, P. P. (1991). The effective mechanical properties of nonlinear isotropic composites. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 39 :45–71.

Chang, H., Segurado, J., de la Fuente, O. R., Pabón, B., and LLorca, J. (2013). Molecular dynamics modeling and simulation of void growth in two dimensions. *Modelling and simulation in materials science and engineering*, 21 :075010.

Chang, H.-J., Segurado, J., and LLorca, J. (2015). Three-dimensional dislocation dynamics analysis of size effects on void growth. *Scripta Materialia*, 95 :11–14.

Cheon, J. S., Lee, C. B., Lee, B. O., Raison, J., Mizuno, T., Delage, F., and Carmack, J. (2009). Sodium fast reactor evaluation : Core materials. *Journal of Nuclear Materials*, 392 :324–330.

Chopra, O. and Rao, A. (2011a). A review of irradiation effects on LWR core internal materials - Neutron embrittlement. *Journal of Nuclear Materials*, 412 :195–208.

Chopra, O. and Shack, W. (2008). Crack growth rates and fracture toughness of irradiated austenitic stainless steels in BWR environments. Technical report, Argonne National Lab.(ANL), Argonne, IL (United States).

Chopra, O. K. and Rao, A. S. (2011b). A review of irradiation effects on LWR core internal materials - IASCC susceptibility and crack growth rates of austenitic stainless steels. *Journal of Nuclear Materials*, 409 :235–256.

Clarke, W., White, M., and Ranganath, S. (1990). Evaluation of the fracture toughness of irradiated stainless steel using short rod specimens. In *Effects of Radiation on Materials : 14th International Symposium (Volume II)*. ASTM International.

Conermann, J. (2005). Irradiation effects in a highly irradiated cold worked stainless steel removed from a commercial PWR. In *Proc. 12th Int. Conf. on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems-Water Reactors, 2005*. TMS.

Cooper, A., Tuck, O., Burnett, T., and Sherry, A. (2018). A statistical assessment of ductile damage in 304l stainless steel resolved using x-ray computed tomography. *Materials Science and Engineering : A*, 728 :218–230.

Courcelle, A., Jublot, M., Bisor, C., Turque, I., Rabouille, O., Azera, M., Mallet, C., Verhaeghe, B., Desserouer, C., and Cloute-Cazalaa, V. (2018). Grain-boundary embrittlement in highly irradiated 15-15Ti austenitic steel. In *NUMAT*. Seattle USA.

Cui, Y., Po, G., and Ghoniem, N. (2018a). Size-tuned plastic flow localization in irradiated materials at the submicron scale. *Physical Review Letters*, 120 :215501.

Cui, Y., Po, G., and Ghoniem, N. M. (2018b). A coupled dislocation dynamics-continuum barrier field model with application to irradiated materials. *International Journal of Plasticity*, 104 :54–67.

Di Gioacchino, F. and da Fonseca, J. Q. (2013). Plastic strain mapping with sub-micron resolution using digital image correlation. *Experimental Mechanics*, 53 :743–754.

Ding, M.-S., Du, J.-P., Wan, L., Ogata, S., Tian, L., Ma, E., Han, W.-Z., Li, J., and Shan, Z.-W. (2016). Radiation-induced helium nanobubbles enhance ductility in submicron-sized single-crystalline copper. *Nano letters*, 16 :4118–4124.

Dormieux, L. and Kondo, D. (2010). An extension of Gurson model incorporating interface stresses effects. *International Journal of Engineering Science*, 48 :575–581.

Edwards, D., Garner, F., Bruemmer, S., and Efsing, P. (2009). Nano-cavities observed in a 316SS PWR flux thimble tube irradiated to 33 and 70 dpa. *Journal of Nuclear Materials*, 384 :249–255.

Edwards, D., Simonen, E., Garner, F., Greenwood, L., Oliver, B., and Bruemmer, S. (2003). Influence of irradiation temperature and dose gradients on the microstructural evolution in neutron-irradiated 316ss. *Journal of Nuclear Materials*, 317 :32–45.

Etienne, A., Hernández-Mayoral, M., Genevois, C., Radiguet, B., and Pareige, P. (2010). Dislocation loop evolution under ion irradiation in austenitic stainless steels. *Journal of Nuclear Materials*, 400 :56–63.

Fabregue, D. and Pardoen, T. (2008). A constitutive model for elastoplastic solids containing primary and secondary voids. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 56 :719–741.

Fleck, N. (2001). A reformulation of strain gradient plasticity. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 49 :2245–2271.

Fleck, N. and Hutchinson, J. (1994). A phenomenological theory of strain gradient effects in plasticity. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 41 :1825–1857.

Frost, H. J. and Ashby, M. F. (1982). *Deformation mechanism maps : the plasticity and creep of metals and ceramics*. Pergamon press.

Fukuya, K. (2013). Current understanding of radiation-induced degradation in light water reactor structural materials. *Journal of Nuclear Science and Technology*, 50 :213–254.

Fukuya, K., Nishioka, H., Fujii, K., Miura, T., and Torimaru, T. (2011). An EBSD examination of SUS316 stainless steel irradiated to 73dpa and deformed at 593K. *Journal of Nuclear Materials*, 417 :958–962.

Gao, X., Zhang, G., and Roe, C. (2010). A study on the effect of the stress state on ductile fracture. *International Journal of Damage Mechanics*, 19 :75–94.

Garner, F. (1983). Impact of the injected interstitial on the correlation of charged particle and neutron-induced radiation damage. *Journal of Nuclear Materials*, 117 :177–197.

Garner, F. A. (2012). Radiation damage in austenitic steels. *Comprehensive Nuclear Materials*, 4 :33–95.

Gologanu, M., Leblond, J.-B., Perrin, G., and Devaux, J. (1997). Recent extensions of gurson´s model for porous ductile metals. In *Continuum micromechanics*, pages 61–130.

Goods, S. H. and Brown, L. M. (1979). The nucleation of cavities by plastic deformation. *Acta Metallurgica*, 27 :1–15.

Guidez, J. (2013). *Phénix : The experience feedback*. EDP Sciences.

Gupta, J. (2016). *Intergranular stress corrosion cracking of ion irradiated 304L stainless steel in PWR environment*. PhD thesis, Thèse CEA, Thèse de l'Université de Toulouse.

Gupta, J., Hure, J., Tanguy, B., Laffont, L., Lafont, M.-C., and Andrieu, E. (2016). Evaluation of stress corrosion cracking of irradiated 304l stainless steel in pwr environment using heavy ion irradiation. *Journal of Nuclear Materials*, 476 :82–92.

Gurson, A. (1977). Continuum theory of ductile rupture by void nucleation and growth : Part I - Yield criteria and flow rules for porous ductile media. *Journal of Engineering Materials and Technology*, 99 :2–15.

Gururaj, K., Robertson, C., and Fivel, M. (2015). Channel formation and multiplication in irradiated FCC metals : a 3D dislocation dynamics investigation. *Philosophical Magazine*, 95 :1368–1389.

Hamilton, M., Garner, F., and Wolfer, W. (1984). Correlation of fracture toughness with tensile properties for irradiated 20% cold-worked 316 stainless steel. *Journal of Nuclear Materials*, 122 :106–110.

Hamilton, M. L., Huang, F.-H., Yang, W. J., and Garner, F. A. (1987). Mechanical properties and fracture behavior of 20% cold-worked 316 stainless steel irradiated to very high neutron exposures. In *Influence of Radiation on Material Properties : 13th International Symposium (Part II)*. ASTM International.

Han, X. (2012). *Modélisation de la fragilisation due au gonflement dans les aciers inoxydables austénitiques irradiés*. PhD thesis, Thèse CEA, Thèse de l'école nationale supérieure des mines de Paris.

Han, X., Besson, J., Forest, S., Tanguy, B., and Bugat, S. (2013). A yield function for single crystals containing voids. *International Journal of Solids and Structures*, 50 :2115–2131.

Haque, M. and Saif, M. (2003). A review of MEMS-based microscale and nanoscale tensile and bending testing. *Experimental mechanics*, 43(3) :248–255.

Helfer, T., Michel, B., Proix, J.-M., Salvo, M., Sercombe, J., and Casella, M. (2015). Introducing the open-source mfront code generator : Application to mechanical behaviours and material knowledge management within the pleiades fuel element modelling platform. *Computers & Mathematics with Applications*, 70 :994–1023.

Hojná, A. (2017). Overview of intergranular fracture of neutron irradiated austenitic stainless steels. *Metals*, 7 :392–412.

Hosokawa, A., Wilkinson, D. S., Kang, J., and Maire, E. (2013). Onset of void coalescence in uniaxial tension studied by continuous X-ray tomography. *Acta Materialia*, 61 :1021–1036.

Huang, M., Li, Z., and Wang, C. (2007). Discrete dislocation dynamics modelling of microvoid growth and its intrinsic mechanism in single crystals. *Acta Materialia*, 55 :1387–1396.

Huang, Y. (1991). Accurate dilatation rates for spherical voids in triaxial stress fields. *Journal of Applied Mechanics*, 58 :1084–1086.

Huang, Y., Wiezorek, J., Garner, F., Freyer, P., Okita, T., Sagisaka, M., Isobe, Y., and Allen, T. (2015). Microstructural characterisation and density change of 304 stainless steel reflector blocks after long-term irradiation in EBR-II. *Journal of Nuclear Materials*, 465 :516–530.

Hure, J. and Barrioz, P.-O. (2016). Theoretical estimates for flat voids coalescence by internal necking. *European Journal of Mechanics A/Solids*, 60 :217–226.

Hure, J., El Shawish, S., Cizelj, L., and Tanguy, B. (2016). Intergranular stress distributions in polycrystalline aggregates of irradiated stainless steel. *Journal of Nuclear Materials*, 476 :231–242.

Jiao, Z., Busby, J. T., and Was, G. S. (2007). Deformation microstructure of proton-irradiated stainless steels. *Journal of Nuclear Materials*, 361 :218–227.

Kenik, E. A. and Busby, J. T. (2012). Radiation-induced degradation of stainless steel light water reactor internals. *Materials Science and Engineering : R : Reports*, 73 :67–83.

Keralavarma, S. and Benzerga, A. A. (2010). A constitutive model for plastically anisotropic solids with non-spherical voids. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 58 :874–901.

Keralavarma, S. and Chockalingam, S. (2016). A criterion for void coalescence in anisotropic ductile materials. *International Journal of Plasticity*, 82 :159–176.

Kinchin, G. H. and Pease, R. S. (1955). The displacement of atoms in solids by radiation. *Reports on Progress in Physics*, 18 :1–51.

Kiritani, M. (1997). Story of stacking fault tetrahedra. *Materials chemistry and physics*, 50 :133–138.

Kojima, S., Zinkle, S., and Heinisch, H. (1991). Radiation hardening in neutron-irradiated polycrystalline copper : Barrier strength of defect clusters. *Journal of Nuclear Materials*, 179 :982–985.

Koplik, J. and Needleman, A. (1988). Void growth and coalescence in porous plastic solids. *International Journal of Solids and Structures*, 24 :835–853.

Krug, M. and Shogan, R. (2005). Materials Reliability Program : Fracture Toughness Testing of Decommissioned PWR Core Internals Material Samples (MRP-160) Non-Proprietary Version. Technical report, Electric Power Research Institute.

Landron, C., Maire, E., Bouaziz, O., Adrien, J., Lecarme, L., and Bareggi, A. (2011). Validation of void growth models using X-ray microtomography characterization of damage in dual phase steels. *Acta Materialia*, 59 :7564–7573.

Li, M. and Zinkle, S. (2012). Physical and mechanical properties of copper and copper alloys. *Comprehensive Nuclear Materials*, pages 667–690.

Ling, C. (2017). *Simulation de la rupture ductile intragranulaire des aciers irradiés. Effets de l'anisotropie cristalline et du gradient de déformations*. PhD thesis, Thèse CEA, Thèse de l'École nationale supérieure des mines (Paris).

Ling, C., Besson, J., Forest, S., Tanguy, B., Latourte, F., and Bosso, E. (2016). An elastoviscoplastic model for porous single crystals at finite strains and its assessment based on unit cell simulations. *International Journal of Plasticity*, 84 :58–87.

Ling, C., Forest, S., Besson, J., Tanguy, B., and Latourte, F. (2018). A reduced micromorphic single crystal plasticity model at finite deformations. application to strain localization and void growth in ductile metals. *International Journal of Solids and Structures*, 134 :43–69.

Ling, C., Tanguy, B., Besson, J., Forest, S., and Latourte, F. (2017). Void growth and coalescence in triaxial stress fields in irradiated FCC single crystals. *Journal of Nuclear Materials*, 492 :157–170.

Loretto, M., Phillips, P., and Mills, M. (2015). Stacking fault tetrahedra in metals. *Scripta Materialia*, 94 :1–4.

Lubarda, V. (2011). Emission of dislocations from nanovoids under combined loading. *International Journal of Plasticity*, 27 :181–200.

Luft, A., Richter, J., Schlaubitz, K., Loose, C., and Mühlhaus, C. (1975). Work softening and microstructural instability of predeformed molybdenum single crystals. *Materials Science and Engineering*, 20 :113–122.

Madou, K. and Leblond, J.-B. (2012). A Gurson-type criterion for porous ductile solids containing arbitrary ellipsoidal voids I : Limit-analysis of some representative cell. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 60 :1020–1036.

Mahajan, S. and Eyre, B. (2017). Formation of dislocation channels in neutron irradiated molybdenum. *Acta Materialia*, 122 :259–265.

Mansur, L. (1993). Theory of transitions in dose dependence of radiation effects in structural alloys. *Journal of nuclear materials*, 206 :306–323.

Margolin, B., Sorokin, A., Shvetsova, V., Minkin, A., Potapova, V., and Smirnov, V. (2016). The radiation swelling effect on fracture properties and fracture mechanisms of irradiated austenitic steels. Part 1. Ductility and fracture toughness. *Journal of Nuclear Materials*, 480 :52–68.

Margolin, B., Sorokin, A., Smirnov, V., and Potapova, V. (2014). Physical and mechanical modelling of neutron irradiation effect on ductile fracture. Part 1. Prediction of fracture strain and fracture toughness of austenitic steels. *Journal of Nuclear Materials*, 452 :595–606.

Mbiakop, A., Constantinescu, A., and Danas, K. (2015). An analytical model for porous single cristals with ellipsoidal voids. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 84 :436–467.

McClintock, F. A. (1968). A criterion for ductile fracture by the growth of holes. *Journal of Applied Mechanics*, 35 :363–371.

McClintock, F. A. and Rhee, S. S. (1962). On the effects of strain hardening on strain concentrations. *Proceedings of the Fourth U.S. National Congress of Applied Mechanics*, 2 :1007–1014.

Michaut, B. (2017). *Caractérisation et modélisation de l'évolution de la microstructure et du gonflement d'aciers austénitique représentatifs des internes inférieurs de réacteur à eau préssurisée sous irradiation aux ions.* PhD thesis, Thèse CEA, Thèse de l'Université Paris-Saclay.

Michel, D. and Gray, R. (1987). Effects of irradiation on the fracture toughness of FBR structural materials. *Journal of Nuclear Materials*, 148 :194–203.

Miehe, C., Apel, N., and Lambrecht, M. (2002). Anisotropic additive plasticity in the logarithmic strain space : modular kinematic formulation and implementation based on incremental minimization principles for standard materials. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 191 :5383–5425.

Mills, W. (1988). Fracture toughness of irradiated stainless steel alloys. *Nuclear technology*, 82 :290–303.

Monchiet, V. and Bonnet, G. (2013). A gurson-type model accounting for void size effects. *International Journal of Solids and Structures*, 50 :320–327.

Monchiet, V. and Kondo, D. (2012). Semi-analytical investigation of stress interfacial effects in ductile media with nanosized spheroidal cavities. *Procedia IUTAM*, pages 228–238.

Morin, L. (2012). *Influence de l'effet de forme et de taille des cavités, et de l'anisotropie plastique sur la rupture ductile.* PhD thesis, Thèse de l'université Pierre et Marie Curie.

Morin, L., Leblond, J.-B., and Kondo, D. (2015). A Gurson-type criterion for plastically anisotropic solids containing arbitrary ellipsoidal voids. *International Journal of Solids and Structures*, 77 :86–101.

Moulinec, H. and Suquet, P. (1998). A numerical method for computing the overall response of nonlinear composites with complex microstructure. *Computer methods in applied mechanics and engineering*, 157 :69–94.

Nemcko, M. J., Li, J., and Wilkinson, D. S. (2016). Effects of void band orientation and crystallographic anisotropy on void growth and coalescence. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 95 :270–283.

Neustroev, V. and Garner, F. (2009). Severe embrittlement of neutron irradiated austenitic steels arising from high void swelling. *Journal of Nuclear Materials*, 286-288 :157–160.

Noell, P., Carroll, J., Hattar, K., Clark, B., and Boyce, B. (2017). Do voids nucleate at grain boundaries during ductile rupture ? *Acta Materialia*, 137 :103–114.

Nordlund, K., Sand, A. E., Granberg, F., Zinkle, S. J., Stoller, R., Averback, R. S., Suzudo, T., Malerba, L., Banhart, F., Weber, W. J., Willaime, F., Dudarev, S., and Simeone, D. (2015). Primary radiation damage in materials. *NEA/NSC/DOC(2015)9*.

Norgett, M., Robinson, M., and Torrens, I. (1975). A proposed method of calculating displacement dose rates. *Nuclear Engineering and Design*, 33 :50–54.

Odette, G. and Lucas, G. (1992). Deformation and fracture in irradiated austenitic stainless steels. *Journal of Nuclear Materials*, 191.

Pakarinen, J., Tähtinen, S., and Singh, B. (2013). A comparative TEM study of in-reactor and post-irradiation tensile tested copper. *Journal of Nuclear Materials*, 442 :S821–S825.

Pardoen, T. and Hutchinson, J. (2000). An extended model for void growth and coalescence. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 48 :2467–2512.

Pardoen, T. and Hutchinson, J. (2003). Micromechanics-based model for trends in toughness of ductile metals. *Acta Materialia*, 51 :133–148.

Paux, J., Morin, L., Brenner, R., and Kondo, D. (2015). An approximate yield criterion for porous single crystals. *European Journal of Mechanics-A/Solids*, 51 :1–10.

Pellegrino, S., Trocellier, P., Miro, S., Serruys, Y., Bordas, É., Martin, H., Chaâbane, N., Vaubaillon, S., Gallien, J., and Beck, L. (2012). The jannus saclay facility : A new platform for materials irradiation, implantation and ion beam analysis. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B : Beam Interactions with Materials and Atoms*, 273 :213–217.

Phythian, W., Stoller, R., Foreman, A., Calder, A., and Bacon, D. (1995). A comparison of displacement cascades in copper and iron by molecular dynamics and its application to microstructural evolution. *Journal of Nuclear Materials*, 223 :245–261.

Pineau, A., Benzerga, A. A., and Pardoen, T. (2016). Failure of metals I : Brittle and ductile fracture. *Acta Materialia*, 107 :424–483.

Pokor, C., Brechet, Y., Dubuisson, P., Massoud, J.-P., and Barbu, A. (2004). Irradiation damage in 304 and 316 stainless steels experimental investigation and modeling. Part I : Evolution of the microstructure. *Journal of Nuclear Materials*, 326 :19–29.

Porollo, S., Vorobjev, A., Konobeev, Y., Dvoriashin, A., Krigan, V., Budylkin, N., Mironova, E., and Garner, F. (1998). Swelling and void-induced embrittlement of austenitic stainless steel irradiated to 73-82 dpa at 335-365 degrees. *Journal of Nuclear Materials*, 258-263 :1613–1617.

Potirniche, G., Hearndon, J., Horstemeyer, M., and Ling, X. (2006). Lattice orientation effects on void growth and coalescence in FCC single crystals. *International Journal of Plasticity*, 22 :921–942.

Pushkareva, M., Adrien, J., Maire, E., Segurado, J., Llorca, J., and Weck, A. (2016). Three-dimensional investigation of grain orientation effects on void growth in commercially pure titanium. *Materials Science and Engineering : A*, 671 :221–232.

Puttick, K. (1959). Ductile fracture in metals. *Philosophical Magazine*, 4 :964–969.

Renault, A., Malaplate, J., Pokor, C., Gavoille, P., J-P.Massoud, and Garnier, J. (2011). TEM and EFTEM characterization of solution annealed 304L stainless steel irradiated in PHENIX, up to 36dpa and at 390 ˚C. *Journal of Nuclear Materials*, 421 :124–131.

Rice, J. R. and Tracey, D. M. (1969). On the ductile enlargement of voids in triaxial stress fields. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 17 :201–217.

Rousselier, G. (1981). Three-dimensional constitutive equations of damage and fracture. ch. finite deformation constitutive relations including ductile fracture damage. *Pergamon Press*, pages 331–355.

Scheyvaerts, F., Onck, P., Tekoğlu, C., and Pardoen, T. (2011). The growth and coalescence of ellipsoidal voids in plane strain under combined shear and tension. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 59 :373–397.

Seeger, A., Diehl, J., Mader, S., and Rebstock, H. (1957). Work-hardening and work-softening of face-centred cubic metal crystals. *Philosophical Magazine*, 2 :323–350.

Segurado, J. and LLorca, J. (2010). Discrete dislocation dynamics analysis of the effect of lattice orientation on void growth in single crystals. *International Journal of Plasticity*, 26 :806–819.

Stoller, R., Toloczko, M., Was, G., Certain, A., Dwaraknath, S., and Garner, F. (2013). On the use of SRIM for computing radiation damage exposure. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Reserch B*, 310 :75–80.

Stoller, R. E. (1990). The influence of helium on microstructural evolution : Implications for DT fusion reactors. *Journal of nuclear materials*, 174 :289–310.

Stoller, R. E. (2012). Primary radiation damage formation. *Comprehensive Nuclear Materials*, pages 293–333.

Tan, L. and Busby, J. (2015). Formulating the strength factor alpha for improved predictability of radiation hardening. *Journal of Nuclear Materials*, 465 :724–730.

Tekoğlu, C., Leblond, J.-B., and Pardoen, T. (2012). A criterion for the onset of void coalescence under combined tension and shear. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 60 :1363–1381.

Thomason, P. F. (1985). A three-dimensional model for ductile fracture by the growth and coalescence of microvoids. *Acta Metallurgica*, 33 :1087–1095.

Torki, M., Benzerga, A. A., and Leblond, J.-B. (2015). On void coalescence under combined tension and shear. *Journal of Applied Mechanics*, 82 :071005.

Tracey, D. M. (1971). Strain hardening and interaction effects on the growth of voids in ductile fracture. *Engineering Fracture Mechanics*, 3 :301–315.

Tran, R., Xu, Z., Balachandran Radhakrishnan, D. W., Sun, W., Persson, K. A., and Ong, S. P. (2016). Surface energies of elemental crystals. *Scientific Data*, 3.

Was, G., Busby, J., Allen, T., Kenik, E., Jensson, A., Bruemmer, S., Gan, J., Edwards, A., Scott, P., and Anderson, P. (2002). Emulation of neutron irradiation effects with protons : validation of principle. *Journal of Nuclear Materials*, 300 :198–216.

Weck, A. and Wilkinson, D. (2008). Experimental investigation of void coalescence in metallic sheets containg laser drilled holes. *Acta Materiala*, 56 :1774–1784.

Weck, A., Wilkinson, D., Maire, E., and Toda, H. (2008). Visualization by X-ray tomography of void growth and coalescence leading to fracture in model materials. *Acta Materiala*, 56 :2919–2928.

Xu, H. and Fyfitch, S. (2004). Materials Reliability Program : A Review of Radiation Embrittlement for Stainless Steels (MRP-79). Technical report, Electric Power Research Institute.

Yerra, S., Tekoğlu, C., Scheyvaerts, F., Delannay, L., Houtte, P. V., and Pardoen, T. (2010). Void growth and coalescence in single crystals. *International Journal of Solids and Structures*, 47 :1016–1029.

Ziegler, J. F. and Biersack, J. P. (1985). The stopping and range of ions in matter. *Treatise on Heavy-Ion Science*, pages 93–129.

Zinkle, S., Maziasz, P., and Stoller, R. (1993). Dose dependence of the microstructural evolution in neutron-irradiated austenitic stainless steel. *Journal of Nuclear materials*, 206 :266–286.

Zinkle, S. and Was, G. (2013). Materials challenges in nuclear energy. *Acta Materialia*, 61 :735–758.

ÉCOLE DOCTORALE
Sciences mécaniques et énergétiques, matériaux et géosciences (SMEMAG)

Titre : Rupture ductile des matériaux CFC irradiés

Mots clés : Rupture ductile, Matériaux irradiés, Aciers austénitiques inoxydables, Croissance de cavités

Résumé : Le mode de rupture des alliages CFC est généralement de type ductile par des mécanismes de germination, croissance et coalescence de cavités internes micrométriques et peut être modifié par l'irradiation. L'irradiation neutronique de ces alliages conduit à la création de défauts cristallins qui induisent un durcissement, une perte de la capacité d'écrouissage, une chute très importante de la ténacité et un mode de déformation localisé à l'échelle intragranulaire. La compréhension des mécanismes physiques élémentaires de la rupture ductile est indispensable au développement de modèles quantitatifs pour prédire la ténacité des matériaux CFC irradiés. Pour cela, trois différents points ont été étudiés dans cette thèse : (1) L'influence de la localisation de la déformation induite par l'irradiation sur la croissance et la coalescence de cavités : des expériences modèles in-situ MEB de croissance et coalescence de cavités micrométriques dans des matériaux irradiés aux protons ont été réalisées. Les résultats montrent un effet limité de la localisation pour des cavités de la taille des grains et une diminution de l'influence de la localisation avec l'augmentation du niveau de déformation pour des cavités intragranulaires. Par conséquent, les modèles homogénéisés de matériaux poreux développés pour les matériaux non irradiés pourraientt être utilisés en première approximation pour modéliser la rupture ductile des matériaux irradiés. (2) Le comportement sous chargement mécanique de nano-porosités d'irradiation et leur contribution éventuelle à la rupture : l'étude expérimentale et numérique de la déformation de cavités dans un matériau nanoporeux a permis de mettre en évidence la très forte hétérogénéité de la déformation à cette échelle et l'absence d'effet de taille significatif sur la déformation des cavités de diamètre supérieur à 10 nm en traction simple. (3) Le développement de modèles homogénéisés de matériaux poreux valides aux fortes porosités : deux nouveaux critères de coalescence obtenus par analyse limite sont proposés et validés par comparaison à des simulations d'analyses limites numériques, dans le cas de cavités de type fissures et de cavités ellipsoïdales.

Title : Ductile fracture of irradiated FCC materials

Keywords : Ductile fracture, Irradiated materials, Austenitic stainless steels, Void growth

Abstract: The failure mode of FCC alloys is generally ductile through nucleation, growth and coalescence of micrometric voids, and can be modified by irradiation. Neutron irradiation of these alloys leads to the creation of crystalline defects that induce hardening, loss of work hardening capability, a very large drop in fracture toughness and a heterogeneous deformation mode at the grain scale. Understanding the elementary physical mechanisms of ductile fracture is essential for the development of quantitative models to predict fracture toughness of irradiated FCC materials. Thus, in this thesis, three different subjects have been studied. (1) Influence of the localization of deformation induced by irradiation on void growth and coalescence: Model experiments of growth and coalescence of micrometric voids in proton-irradiated materials have been performed based on SEM in-situ tests. Results show a limited effect of localization for grain-size voids and a decreasing influence of localization with increasing level of deformation for intragranular voids, so that homogenized models of porous materials developed for unirradiated materials may be used as a first approximation to model the ductile fracture of irradiated materials. (2) The behavior under mechanical loading of nanovoids generated under irradiation and their possible contribution to fracture: The experimental and numerical study of void deformation in a nanoporous material highlights the very strong heterogeneity of the deformation at this scale and the absence of significant size effect for voids of diameter greater than 10 nm under tensile loading. (3) Development of homogenized models for porous materials valid at high porosities: Two new coalescence criteria obtained by limit analysis are proposed and validated by comparison with numerical limit analysis simulations, in the case of penny-shaped cracks and ellipsoidal voids.

Université Paris-Saclay
Espace Technologique / Immeuble Discovery
Route de l'Orme aux Merisiers RD 128 / 91190 Saint-Aubin, France