

# Etude numérique et expérimentale de l'endommagement de fluage à long terme dans les aciers inoxydables austénitiques

Yiting Cui

# ► To cite this version:

Yiting Cui. Etude numérique et expérimentale de l'endommagement de fluage à long terme dans les aciers inoxydables austénitiques. Matériaux. Université Pierre et Marie Curie - Paris VI, 2015. Français. NNT : 2015PA066622 . tel-01421841

# HAL Id: tel-01421841 https://theses.hal.science/tel-01421841

Submitted on 23 Dec 2016  $\,$ 

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers. L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.





# Université Pierre et Marie Curie

Ecole doctorale Sciences mécaniques, acoustique, électronique & robotique de Paris CEA SACLAY/DEN/DANS/DMN/SRMA/LC2M

# Etude numérique et expérimentale de l'endommagement de fluage à long terme dans les aciers inoxydables austénitiques

Par Yiting CUI

Thèse de doctorat de Sciences et Génie des matériaux

Dirigée par Maxime SAUZAY

Présentée et soutenue publiquement le 21 Décembre 2015

Devant un jury composé de :

Mme Dominique POQUILLON, Professeur, Universités à l'INPT-ENSIACET	Présidente
M. Alain MOLINARI, Professeur émérite, Université de Lorraine Metz	Rapporteur
M. Gunther EGGELER, Professeur, Ruhr-University Bochum, Allemagne	Rapporteur
Mme Sophie DARTOIS, Maître de conférences, UPMC	Examinatrice
M. Philippe VERMAUT, Maître de conférences HDR, UPMC et ENSCP	Examinateur
M. Maxime SAUZAY, Chercheur –Ingénieur HDR, CEA Saclay	Examinateur



CC ( Except where otherwise noted, this work is licensed under http://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/3.0/

# Remerciements

En premier lieu, je souhaite adresser mes remerciements au Commissariat à l'Energie Atomique et aux Energies Alternatives (CEA) pour m'avoir attribué un financement de thèse de doctorat. Je tiens à remercier *Philippe CHAPELOT* et *Laurence PORTIER*, chefs successifs du Service de Recherches Métallurgiques Appliquées (SRMA), ainsi que *Laetitia NICOLAS*, chef du Laboratoire d'étude du Comportement Mécanique des Matériaux (LC2M), de m'avoir accueillie au sein de leurs équipes.

J'adresse tout particulièrement de sincères remerciements à *Maxime SAUZAY* qui m'a offert l'opportunité de mener cette thèse. Par sa personnalité scientifique et humaine, il fut un directeur de thèse idéal. Sa curiosité, son enthousiasme mais aussi l'absolue liberté qu'il m'a accordée au cours de ces trois années sont de magnifiques présents pour lesquels mon entière gratitude lui est acquise. Ce fut un grand plaisir de travailler avec lui. Il a su m'initier à d'autres méthodes de travail et m'encadrer tout en ne cessant d'encourager mes initiatives. Il m'a transféré ses connaissances et son expérience de la recherche scientifique en Sciences des Matériaux. Je lui dois beaucoup, merci.

J'aimerais ensuite remercier l'ensemble des membres du jury pour l'intérêt qu'ils ont porté à mes travaux : merci aux Professeurs *Alain MOLINARI* et *Gunther EGGELER* d'avoir accepté d'examiner le présent manuscrit de thèse et de m'avoir permis de soutenir ma thèse, au Professeur *Dominique POQUILLON* de m'avoir fait l'honneur de présider ce jury, ainsi qu'au Docteur *Philippe VERMAUT* et au Docteur *Sophie DARTOIS* d'avoir accepté d'examiner mes travaux.

Ma thèse s'inscrit par ailleurs dans le projet de recherche nommé MASNA et mené par CEA en collaboration avec EDF et AREVA. Plusieurs de ses acteurs, dont *Céline CABET*, *Martine BLAT-YRIEIX, Sophie DUBIEZ-LEGOFF, Frédéric DELABROUILLE* et *Félix LATOURTE* ont témoigné un vif intérêt pour mes travaux. Je les remercie pour leur implication et les discussions toujours enrichissantes que nous avons eues

Parmi les noms qui suivent, j'ai très probablement oublié des gens qui ont largement mérité d'y voir figurer le leur. Je leur présente par avance mes plus plates excuses. Je voudrais remercier très sincèrement le professeur Fujio ABE qui nous a fourni des documents indispensables pour ma thèse.

Mes remerciements s'adressent ensuite à mes collègues du SRMA et du SRMP du CEA Saclay et de l'IM2NP pour leur collaboration tout au long de ma thèse :

- *Christel CAËS*, *Sébastien VINCENT*, *Florent LEFEBVRE* et *Ivan TOURNIE* qui, outre leur disponibilité et leur gentillesse, ont mis en place certains des essais de fluage présentés dans ce manuscrit et m'ont assisté dans mes propres essais;
- *Catherine JANIS*, *Farhad TAVASSOLI* et *Lucien ALLAIS* qui m'ont fourni de nombreuses données de fluage ;
- *Thi Kim Tien NGUYEN* qui a dessiné le plan de prélèvement de mes échantillons et *Gérard TURPIN* qui a usiné mes éprouvettes ;
- Véronique RABEAU, Didier BOSSU, Stéphane URVOY et Elodie ROUESNE qui m'ont aidé à la préparation très fine des échantillons ;
- Patrick BONNAILLIE et Françoise BARCELO qui m'ont aidé à utiliser les moyens de caractérisation indispensables (MEB - FEG et MEB - EBSD) à l'analyse expérimentale menée au cours de cette thèse.
- *Benoit ARNAL* qui m'a aidé à utiliser le logiciel de traitement d'images.
- France DALLE, Dominique MANGELINCK (IM2NP) et Marion DESCOINS (IM2NP) avec qui j'ai pu réaliser des observations de ségrégation de Phosphore ou de Soufre à l'aide du logiciel de reconstructions d'images tridimensionnelles (FIB & SAT).

Ces résultats expérimentaux ont été introduits dans les modélisations et les calculs numériques, et utilisés pour des comparaisons importantes dans le cadre de ma thèse.

Mes très chaleureux remerciements vont à *Nathalie PALAYAN*, *Cathy VIDAL*, *Muriel FINE* et *Liliane DUMETS*, grâce aux secrétaires du SRMA, j'ai pu passer au travers des méandres administratifs propres aux multiples procédures du CEA. Elles méritent toute ma gratitude.

Dans le même ordre d'idées, je tiens à souligner l'un des rôles majeurs qu'a joué le fameux CI (Correspondant Informatique) du LC2M, à savoir *Louis ZIOLEK*. Grâce à qui j'ai pu traverser, sans trop de dommages, les aléas de l'informatique.

Si ce travail de thèse a pu être mené à bien à l'issue de ces trois années, c'est aussi grâce à tous ceux qui, quotidiennement, apportent leur écoute, leur bonne humeur et leur amitié. Je tiens donc à remercier chaleureusement Jean-Philippe, Jean-Luc, Véronique, Jérôme, Céline, Quentin, Pierre, Guillaume, Florent, Nicolas ...

Je tiens à saluer mes collègues de différents bureaux Jia LIU, Fatima RACHDI et Agathe CHAUVIN, merci de m'avoir supporté durant ces trois ans. Vos conseils souvent pertinents m'ont aidé à résoudre mes problèmes de façon pragmatique, dans le sens de l'avancement de la recherche et des relations humaines. Merci à tous les doctorants et stagiaires croisés durant cette période très enrichissante : Liang, Isabelle, Emma, Hubert, Ali, XiangJun, Abdel, Marios, Pierre-François, ZhenXuan, Elric, Sara, ...

J'adresse maintenant un grand remerciement à l'ensemble des membres du 'Club Chinois du CEA'. Grâce à eux, le déjeuner de chaque vendredi midi à la cantine une va me manquer. En espérant que ce rendez-vous se tiendra toujours même si nous ne sommes plus au centre.

Enfin, il me reste à remercier mes parents, Madame et Monsieur GALON, qui m'ont toujours fait confiance tout au long de mes études et plus particulièrement au cours de ces dernières années. Sans leur soutien sans relâche, rien n'aurait été possible.

'art est fait pour troubler. La science rassure !

Georges Braque, 1952 / Le Sour et la muit.

# Sommaire

Remercieme	nts	3
Sommaire		7
Démarche de	e thèse	11
Chapitre 1. I	ntroduction générale	15
1.1. Con	ntexte industriel de la thèse	17
1.2. Obj	jectifs scientifiques de l'étude	18
1.3. Pré	sentation du matériau de l'étude	19
1.3.1.	Généralités sur l'acier inoxydable austénitique	19
1.4. Flu	age des aciers testés à l'état hypertrempé	21
1.4.1.	Précipitation des carbures dans les aciers inoxydables austénitiques étudiés	21
1.4.2.	Endommagement de fluage	24
1.4.3.	Loi de Monkman-Grant	26
Chapitre 2. I	Etude expérimentale de l'endommagement de fluage (court terme et long ter	rme) 29
2.1. Ma	tériaux étudiés	
2.2. An	alvses des courbes de fluage	32
2.2.1.	Loi de Monkman-Grant	32
2.2.2.	Vitesse de déformation d'ingénieur minimale	35
2.2.3.	Loi de Norton	38
2.2.4.	Stade tertiaire en fluage	39
2.3. Rég	gime de vitesse basse contrainte	40
2.4. Me	sures et observations métallographiques des échantillons à rupture	44
2.5. Rés	sultats des observations de la microstructure	49
2.5.1.	Précipitation	49
2.5.2.	Quantification de précipités	52
2.5.3.	Cavitation	55
2.5.4.	Orientation des joints de grains avec cavités	57
2.5.5.	Pointe des précipités avec des cavités	58
2.5.6.	Comptage et distribution de Cavités	59
2.6. Pré	diction de l'endommagement de fluage à court terme	62
2.6.1.	Modelisation de stade tertiaire de fluage	62
2.6.2.	Predictions de durée de vie en utilisant la modelisation de la striction	66
2.0.3.	Derivation des bornes inferieures ou superieures	0/
2.7. Pre	Loi de puelégion de covités de Dyson	60
2.7.1.	Céométrie de cavités	
2.7.2.	Introduction de la croissance de cavité couplée avec la germination continue	12
2.7.3.	Modélisation de la cavitation par diffusion lacunaire (modèle de Riedel)	ני רד
2.7. <del>4</del> . 275	Prédictions de durées de vie pour les aciers 3161 (N)	ייי. דד
2.7.3. 2.8 An	alvse par Sonde Atomique Tomographique (SAT)	
2.8.1	Matériaux et méthodes	79
2.8.2	Identification des objets présents dans les pointes	80
Résumé	······································	84

Chapitr	e 3. Prédiction des durées de vie en fluage pour une large gamme d'	aciers inoxydables
austénit	iques et de températures	
3.1.	Abstract	
3.2.	Introduction	91
3.3.	Experimental procedures	
3.4.	Modeling of necking evolution	
3.5.	Intergranular damage prediction	
3.6.	Very long term creep failure of other austenitic stainless steels	
3.7.	Discussion	
Sum	nary and conclusions	
Ackn	owledgements	
Nom	enclature	

Chapitre 4. Estimation des champs de contraintes au voisinage de l'interface précipité/matrice

		109
4.1.	Introduction	111
4.2.	Configurations de précipités M <sub>23</sub> C <sub>6</sub>	112
4.3.	Présentation du code de calcul Cast3M	113
4.4.	Sur le choix des éléments utilisés dans les calculs (Q4RI)	115
4.5.	Identification de la loi de comportement du matériau	117
4.5	.1. Lois de comportement de la matrice métallique	117
4.5	.2. Lois de comportement du carbure	121
4.6.	Conditions du calcul	122
4.7.	Sensibilité des résultats au raffinement de maillage	123
4.8.	Effet de l'hétérogénéité de la microstructure sur les concentrations de contra	aintes 139
4.8	.1. Influence des différents rapports de forme pour un précipité isolé	139
4.8	.2. Effet de l'espacement entre précipités	
4.8	.3. Influence du nombre de précipités voisins	
4.8	.4. Influence de l'extrémité des précipités	
4.8	.5. Effet de la géométrie de précipités (axisymétrique et déformations plan	les) 146
Résur	né	149
Chapitre	e 5. Estimation des champs de contraintes au voisinage de l'interface : influe	ence de la
tempéra	ture et de la contrainte de traction	151
5.1.	Introduction	153
5.2.	Effet de la température et de la contrainte de traction macroscopique sur la	contrainte
norm	ale à l'interface	154

normale a	т ппетасе	
5.2.1.	Influence de la présence d'un précipité voisin	
5.2.2.	Evolution temporelle de la contrainte normale maximale	
5.2.3.	Influence du chargement pour une température donnée	
5.2.4.	Influence de la température pour un chargement donné	
5.3. Dis	cussion : Comparaison avec le modèle d'Eshelby-Kröner modifié	
5.4. Dis	cussion : Comparaison avec les résultats expérimentaux	
Résumé		
Conclusion g	générale et Perspectives	
Conclusio	n générale	
Perspectiv	/es	

Référence	ces	
Annexes	3	
Annez	xes du chapitre 2	
Annex	xes du chapitre 4	
Annez	xe 4. 4 : Erreur normalisée de la contrainte normale	
Annez	xes du chapitre 5	
Annez	xe 5. 2 : Théorie d'Eshelby	
1.	Modèle d'Eshelby	
2.	Inclusion sphérique	
3.	Inclusion ellipsoïdale	
4.	Résultats	
5.	Discussion	

# Démarche de thèse

Le présent manuscrit est structuré en cinq chapitres. L'objectif du premier chapitre est d'introduire la problématique de la thèse et de présenter le contexte général de l'étude de l'endommagement de fluage à court et long terme des aciers inoxydables austénitiques. Le but tout d'abord est de faire le point sur l'état des connaissances concernant les propriétés physiques et mécaniques des aciers inoxydables austénitiques. Comme les propriétés mécaniques et le comportement à rupture dépendent fortement de la microstructure, nous nous attacherons ensuite à décrire quelques éléments de la métallurgie de ces aciers. Enfin, la dernière partie de ce chapitre sera dédiée aux mécanismes de déformation et de rupture en fluage.

Dans le chapitre 2, une étude expérimentale du comportement mécanique macroscopique et microscopique des essais de fluage pour différentes températures et contraintes nous mènera à comprendre les caractéristiques de la précipitation et l'endommagement de fluage. La striction est un premier mode de ruine qui est prépondérant aux temps courts et a été modélisé pour être comparé avec les résultats d'essais. Ensuite, des essais assez longs sont étudiés et les observations de l'endommagement intergranulaire qui est caractéristique des longues durées de vie sont menées en parallèle (microscopie optique ou à balayage de type MEB-FEG). Une modélisation des mécanismes d'endommagement intergranulaire est enfin entreprise. Le modèle de Riedel couplant croissance de cavités par diffusion lacunaire et germination continue est utilisé afin de prédire l'effet de l'endommagement intergranulaire sur la durée de vie des aciers inoxydables austénitiques.

Le chapitre 3 complète le chapitre 2, en présentant des études plus approfondies sur les prédictions de durées de vie pour les aciers de types 316L(N), 304H, 316H et 321H. Le temps de transition mesuré et prédit est déterminé pour chaque température. Les temps à rupture prédits par le modèle de striction et le modèle de Riedel sont utilisés conjointement et permettent de justifier la relation 'Larson-Miller' et sont comparés avec ceux obtenus expérimentalement. Le tracé de la loi de Norton pour l'acier 316H met en évidence un changement de pente entre les faibles et les forts régimes de contrainte. Le modèle de Riedel est utilisé avec les paramètres de loi de Norton identifiés aux faibles régimes de contrainte, la durée de vie à long terme est prédite jusqu'à 25 ans en accord avec les données

expérimentales. Ce travail est présenté dans un article qui a été publié dans la revue "Engineering Failure Analysis".

D'après les observations expérimentales, l'endommagement intergranulaire se produit principalement aux interfaces carbures  $M_{23}C_6$  /matrice austénitique. Dans le chapitre 4, nous nous intéressons à étudier l'effet de l'hétérogénéité de la microstructure sur les concentrations de contraintes à l'interface matrice/précipité et à prédire numériquement le taux de nucléation de cavités qui est le seul paramètre expérimental à déterminer dans le modèle de Riedel. L'influence de la géométrie et de la disposition de précipités de carbure M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>, présents dans la matrice austénitique doit prendre en compte. Pour se faire, nous avons utilisé le logiciel de calcul par éléments finis Cast3M développé au CEA Saclay. Dans un premier temps nous avons cherché à justifier, de manière simple, l'utilisation d'éléments finis sous intégrés (Q4RI) pour les calculs viscoplastiques. Dans un deuxième temps nous avons étudié l'influence du raffinement du maillage sur les résultats de calcul d'un essai de fluage en traction (à 600°C, 220MPa) d'un acier 316L(N) comportant un précipité isolé de forme cylindre ellipsoïdal. L'objectif était d'une part de vérifier la bonne convergence des calculs et d'autre part de déterminer un raffinement de maillage suffisant pour obtenir des résultats suffisamment précis pour un coût de calcul qui reste raisonnable pour les différents calculs effectués par la suite. Quel que soit le mode d'endommagement, le champ de contrainte normale à l'interface est le plus influent. Nous avons étudié l'effet du facteur de forme d'un précipité isolé ainsi que l'effet du nombre et de l'espacement inter-précipités, de la géométrie de la pointe et de la cohérence-incohérence de l'interface de précipités sur la distribution spatiale de la contrainte normale à l'interface matrice/précipité.

Dans le chapitre 5, les différents calculs présentés ont été effectués sous hypothèse d'axisymétrie pour différentes contraintes de traction macroscopique et différentes températures. Une comparaison des résultats numériques du chapitre 4 et 5 avec les observations expérimentales a été effectuée et les prédictions du modèle d'Eshelby afin de mieux comprendre l'endommagement intergranulaire de fluage. Les modèles les plus classiques d'endommagement sont finalement discutés (rupture de l'interface et germination thermoactivée).

Enfin, nous terminerons la présentation de ce travail par les conclusions et les perspectives possibles.

Remarque : Afin de faciliter la lecture, un résumé est inclus à la fin de chaque chapitre.

# **Chapitre 1. Introduction générale**

e La science a-t-elle promis le bonheur T Se ne le crois pas. Elle a promis la vérité, et la question est de savoir si l'on fera jamais du bonheur avec de la vérité. Emile Kola, 1840 - 1902.

Objectif de ce premier chapitre est d'introduire la problématique de la thèse et de présenter le contexte générale de l'étude de l'endommagement de fluage à long terme. Le but de la première partie est aussi de faire le point sur l'état des connaissances concernant les propriétés physiques et mécaniques des aciers inoxydables austénitiques. Comme les propriétés mécaniques et le comportement à rupture dépendent fortement de la microstructure, nous nous attacherons ensuite à décrire quelques éléments de la métallurgie des aciers inoxydables austénitiques. La dernière partie de ce chapitre sera dédiée aux mécanismes de déformation et de rupture en fluage de ces aciers.

he objective of this chapter is to introduce the issue of the thesis and to present the general context of the study of long-term creep damage. The purpose of the first part is also to introduce the state of knowledge about the physical and mechanical properties of austenitic stainless steels. As the mechanical properties and fracture behavior are strongly dependent on microstructure and then we endeavor to describe some elements of the metallurgy of austenitic stainless steels. The last part of this chapter will be dedicated to the mechanisms of deformation and creep rupture of these steels.

# Sommaire

<ol> <li>1.2. Objectifs scientifiques de l'étude</li></ol>	$\overline{7}$
1.3. Présentation du matériau de l'étude 1	8
	9
1.3.1. Généralités sur l'acier inoxydable austénitique 1	9
1.4. Fluage des aciers testés à l'état hypertrempé 2	21
1.4.1. Précipitation des carbures dans les aciers inoxydables austénitiques étudiés 2	21
1.4.2. Endommagement de fluage	24
1.4.2.1. Striction (macroscopique)	24
1.4.2.2. Endommagement intergranulaire (microscopique)	24
1.4.2.2.1. Approche qualitatives des modes d'endommagement	25
1.4.2.2.2. Approche quantitative des modes d'endommagement	26
1.4.3. Loi de Monkman-Grant	26

### 1.1. Contexte industriel de la thèse

Les aciers austénitiques se caractérisent par une structure cristalline cubique à faces centrées. Ces aciers, composés essentiellement de fer, comportent de 16 à 20 % en masse de chrome (ce qui leur confère leur caractère inoxydable), de 9 à 14 % de nickel (ce qui favorise la formation de structures homogènes de type austénitique). Par ailleurs, ils comportent peu de carbone (< 0,03%) (ce qui accroît la résistance à la corrosion) et éventuellement du molybdène, du titane ou du niobium (ce qui améliorent la stabilité de l'alliage pour des températures élevées). Ils présentent une ductilité et une ténacité remarquables mais un coefficient de dilatation thermique élevé et un coefficient de conductivité thermique plus faible que les aciers ferritiques/martensitiques (CEA, 2007).

La durée de vie des réacteurs nucléaires de la génération IV, y compris l'ancien prototype SFR (Sodium-cooled Fast Reactor) et ASTRID (Advanced Sodium Technological Reactor for Industrial Demonstration), pourrait être de 60 ans (CEA, 2007). Pour éviter la proximité du sodium de la cuve avec de l'eau, la chaleur dégagée dans le cœur est évacuée grâce à un échangeur de chaleur vers un circuit secondaire contenant également de sodium. Selon le schéma général (Figure 1. 1), ce sodium secondaire induit la vaporisation de l'eau dans un générateur de vapeur externe à la cuve. La vapeur entraine ensuite une turbine et un alternateur pour produire de l'électricité. Dans le cas d'ASTRID, les circuits d'eau et de vapeur seraient remplacé par de l'azote sous-pression pour éviter tout risque d'interaction du sodium avec de l'eau.

Les aciers inoxydables austénitiques sont de bons candidats pour les éléments de structures du circuit d'échangeurs de chaleurs. Ces aciers utilisés dans les composants des circuits fonctionneront à haute température et subiront de faibles contraintes mais pendant des dizaines d'années. La simple extrapolation des données à rupture obtenues lors d'essais court terme s'avère non conservative. Les durées de maintien en fluage de ces aciers nécessitent d'une part d'effectuer des essais très longs (>20ans) (Rieth et al., 2004) et (NIMS, 2013) et d'autre part de comprendre et de modéliser les mécanismes d'endommagement, (Yoshida, 1985), (Riedel, 1987), (Levaillant et al., 1988), (François et al., 1993), (Poquillon, 1997), (Germain and Molinari, 2000) et (Quentin Auzoux, 2004), de manière à proposer des extrapolations physiquement fondées (extrapolation en temps, température, niveau de contrainte...).



Figure 1. 1 : Schéma du principe de fonctionnement d'un réacteur à neutrons rapides à caloporteur sodium. Les aciers inoxydables austénitiques utilisés dans la structure du circuit secondaire et les tubes de générateurs de vapeur sont entourés en rouge.

## 1.2. Objectifs scientifiques de l'étude

L'objectif de cette thèse est de mieux comprendre et modéliser les mécanismes d'endommagement en fluage des aciers inoxydables austénitiques ainsi que de mieux appréhender leur relation avec les microstructures. La striction est un premier mode de ruine qui est prépondérant aux temps courts et sera modélisé pour les comparer avec les résultats d'essais correspondants. Cette démarche a déjà été appliquée aux aciers martensitiques (Lim et al., 2011) et aux alliages 800 (Huang et al., 2015) pour une large gamme de températures.

Ensuite, des essais assez longs seront étudiés et des observations de l'endommagement intergranulaire qui est caractéristique des longues durées de vie seront menées en parallèle (microscopie optique ou à balayage). A partir de ces observations, une modélisation des mécanismes d'endommagement intergranulaire sera enfin entreprise. Le modèle de Riedel de croissance de cavités par la diffusion lacunaire couplée à un modèle de germination continue sera principalement utilisé afin de prédire l'effet de l'endommagement intergranulaire sur la durée de vie des aciers inoxydables austénitiques.

Aucun paramètre ajusté ne sera utilisé dans l'application du modèle de Riedel. Cependant, le taux de germination de cavités devra être mesuré en utilisant des observations au MEB-FEG et un traitement d'images (logiciel 'Visilog'). Ce paramètre est exprimé en termes de nombre de cavités par unité de surface de joint de grains et par unité de temps. La prédiction du taux de nucléation de cavités sera le principal problème restant à résoudre pour obtenir des prédictions de durée de vie à long terme. Les observations monteront que les cavités naissent à l'interface des précipités et de la matrice austénitique. La suite de ce travail vise à apporter des éléments à la prédiction de la nucléation à partir des simulations numériques. L'effet de l'hétérogénéité de la microstructure sur les concentrations de contraintes locales à l'interface matrice/précipité sera simulé par la méthode des éléments finis (logiciel Cast3M). L'objectif est de déterminer la distribution de champs de contraintes normales autour des précipités en fonction du temps et de la température. Différents paramètres et effets de microstructure seront pris en compte à partir des observations microstructurales dans les calculs par éléments finis pour différentes contraintes de fluage et différentes températures. Une discussion des résultats numériques sera enfin présentée, en se référant aux observations expérimentales. Le modèle d'Eshelby sera utilisé afin de mieux comprendre le rôle de la microstructure.

# 1.3. Présentation du matériau de l'étude

Les aciers inoxydables austénitiques, réputés pour leur aptitude à la déformation et leur résistance à la corrosion, sont très largement employés dans l'industrie de l'énergie. Les circuits secondaires des réacteurs nucléaires français, notamment, sont fabriqués en acier inoxydable austénitique. Dans les réacteurs à neutrons rapides SFR (appelés RNR en français), ces circuits fonctionnent à des températures plus élevées que dans les réacteurs à eau pressurisée PWR (appelés REP en français) exploités par EDF, soit de l'ordre de 550°C au lieu de 320°C. Les matériaux étudiés seront donc soumis à des températures élevées et seront principalement des aciers inoxydables austénitiques de type 316L(N). Nous insisterons dans le paragraphe suivant concernant les généralités sur le matériau sur les points communs et les différences existant entre les différents aciers inoxydables austénitiques.

#### **1.3.1.** Généralités sur l'acier inoxydable austénitique

Les aciers inoxydables austénitiques ont deux caractéristiques métallurgiques principales : ils contiennent suffisamment de chrome pour leur conférer un caractère inoxydable, et suffisamment d'éléments gamma-gènes, comme le nickel, pour leur conférer leur structure cubique à faces centrées. Il s'agit de solutions solides obtenues par hypertrempe qui consiste en un maintien à haute température (de l'ordre de 1100°C) suivi d'un refroidissement rapide.

Ce travail porte principalement sur les aciers inoxydables austénitiques de type 316L(N). Par souci de clarté pour la suite de la présentation du contexte de l'étude, une brève description des aciers inoxydables austénitiques de la famille des alliages 300 est schématisée sur la Figure 1. 2. Le Tableau 1. 1 récapitule les spécifications des compositions chimiques de différentes nuances de ces aciers (Code RCC-M, 1988).

Il s'agit principalement d'aciers contenant de 16% à 20% de chrome (pour les rendre inoxydables) et de 9% à 14% de nickel (pour qu'ils soient austénitiques). L'acier de référence est l'acier 304. Pour améliorer sa résistance à la corrosion intergranulaire, des nuances à bas carbone ont été développées (noté 'L'). Ce sous type 'L' signifie 'Low carbon' et indique que l'acier contient moins de 0,03% de carbone. Certains aciers sont aussi 'dopés' à l'azote (noté 'N') en vue de renforcer leurs caractéristiques mécaniques. De plus l'ajout de molybdène (~ 2%) confère à l'acier 316 une bonne tenue au fluage. L'acier 316L(N) est donc défini par ces spécifications chimiques. Par opposition aux aciers à bas carbone, nous noterons parfois H 'High carbon' un acier qui possède une teneur en carbone supérieur à 0,03%.



Figure 1. 2 : Nomenclature de certains aciers inoxydables austénitiques en fonction des modifications de leur composition chimique.

	с	N	Cr	Ni	Мо	Mn	Si	Cu	Ti	Nb	s	Ρ
	max	max	min-max	min-max	min-max	max	max	max	min-max	min-max	max	max
304	0.080		17-20	9-12		2	1	1			0.030	0.040
304 L	0.030		17-20	9-12		2	1	1			0.030	0.040
304 L(N)	0.035	0.080	18.5-20	9-10		2	1	1			0.030	0.040
316	0.080		16-19	10-14	2.25-2.75	2	1	1			0.030	0.040
316L	0.030		16-19	10-14	2.25-2.75	2	1	1			0.030	0.040
316L(N)	0.035	0.080	17-18.2	11.5-12.5	2.25-2.75	2	1	1			0.030	0.040
347	0.080		17-20	9-13		2	1	1		8*%C-1.00	0.030	0.040
321	0.100		17-20	9-13		2	1	1	5*%C-0.75		0.030	0.040

Tableau 1. 1 : Composition chimique massique de différents aciers inoxydables austénitiques d'après le RCC-M : Règles de conception et de construction des matériels mécaniques des îlots nucléaires (Code RCC-M, 1988).

Afin d'étudier l'endommagement en fluage de ces aciers, nous avons en effet choisi l'acier 316 plutôt que l'acier 304. En termes de résistance mécanique aussi bien que de résistance à la corrosion, l'acier 304 est moins performant que l'acier 316 à haute température. Dans nos validations des simulations, nous considérerons néanmoins différents aciers de cette grande famille en particulier lorsque des durées de vie de 20~25 ans ont été atteintes, en tenant compte des mesures spécifiques à chaque acier pour le taux de nucléation.

# 1.4. Fluage des aciers testés à l'état hypertrempé

# 1.4.1. Précipitation des carbures dans les aciers inoxydables austénitiques étudiés

Les aciers inoxydables austénitiques ne sont pas stables et en cours de fluage, ils sont le siège de diverses réactions de précipitation. Des travaux récents sur les évolutions microstructurales en fonction des traitements thermiques ont été réalisés par (Sourmail, 2001). La Figure 1. 3 (a) présente l'étude réalisée par (Morris and Harries, 1978) qui a comparé les résultats de leurs propres observations au microscope (équipé de pièces polaires STEM) à celles publiées antérieurement par (Weiss and Stickler, 1972) pour les aciers 316L. Les résultats obtenus pour les aciers 316 montrent que les premières phases qui précipitent sont constituées par des carbures de type  $M_{23}C_6$  et qu'ensuite, d'autres phases intermétalliques,  $\sigma$ , Laves  $\eta$  et  $\chi$ , peuvent se former selon le temps et la température. Par ailleurs, pour confirmer l'existence des carbures  $M_{23}C_6$ , (Yoshida, 1985) a fait lui-même un certain nombre d'observations au MET (Microscope Electronique en Transmission). Des mesures de densité des précipités transgranulaires  $\rho$  ont été faites par Yoshida sur l'état hypertrempé et testé à une température T = 600°C, pour une contrainte  $\sigma$  = 300MPa pour une durée de vie de 1971 heures et  $\rho$  = 1,5\*10<sup>13</sup> cm<sup>-3</sup> (Yoshida p.89).

Dans le cas de l'acier 316L(N), le diagramme TTT (Temps-Température-Transformation) (Figure 1. 3 (a)) correspondant à la précipitation de ces phases n'est pas connu très précisément. Depuis peu, les observations de l'évolution de phases au cours du vieillissement des aciers 316L(N) à haute température ont été réalisées au MEB (Microscope Electronique à Balayage) et au MET par (Padilha et al., 2007) et (NIMS, 2013). D'après Padilha et al. (Figure 1. 4 (a)), la précipitation de carbures M23C6 a lieu très rapidement et est suivie par la formation de phases  $\sigma$  et Laves dans les bandes de ferrite- $\delta$ . Les phases  $\sigma$  et Laves précipitent ensuite aux joints de grains pour des temps plus longs. Par contre, le diagramme TTP (Time-Temperature-Precipitation) fourni par le NIMS (National Institute for Materials Science, Japon) (Figure 1. 4 (b)) a néanmoins montré que le début de la précipitation intergranulaire des carbures M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> se produisait au bout de 5000 heures environ à 550°C et 1000 heures environ à 600°C. La formation tardive du carbure peut s'expliquer par l'absence de bandes de ferrite dans les aciers 316LN du NIMS.

Les principales conséquences de la précipitation des carbures  $M_{23}C_6$ , qui ont une composition complexe où M = Cr, Mo, Fe et C = C, N et B, sont de deux types :

- ✓ Les modifications de composition de la matrice. (Weiss and Stickler, 1972) ont déterminé la composition chimique du carbure qui est 14Mo-63Cr-18Fe-5Ni (en wt%). Dans le cas de l'acier 316L(N), l'appauvrissement résultant en carbone diminue la résistance au fluage. Les aciers de type 316, qui contiennent du Molybdène, ont une vitesse de fluage plus faible que les aciers de type 304 (qui n'ont contiennent pas). La Figure 1. 3 (b) montre qu'entre 600°C et 850°C la solubilité du carbone dans les aciers inoxydables austénitiques est très faible.
- ✓ Le glissement intergranulaire peut être limité par les particules de carbures qui par ailleurs peuvent entrainer des concentrations de contrainte aux effets néfastes.

Nous étudierons par la suite la formation de microcavités initiées à partir des carbures, voir des phases sigma.



Figure 1. 3 : (a) Diagramme TTT - évolution de la nature des phases précipitées au cours du fluage des aciers 316 de 500 à 900°C, d'après (Morris and Harries, 1978a). (b) Courbe de la solubilité des carbures de chrome dans un acier 316, d'après la revue faite par (Deighton, 1970).



Figure 1. 4 : (a) Schéma de l'évolution de phases au cours du vieillissement des aciers AISI 316L (N) à 550°C et 600°C, d'après (Padilha et al., 2007). (b) Courbe TTP – précipitation dans les aciers 316LN vieillis sans contrainte appliquée, d'après (NIMS, 2013).

#### **1.4.2.** Endommagement de fluage

#### **1.4.2.1.** Striction (macroscopique)

Le phénomène de striction a été premièrement étudié par (Considère, 1885), ensuite plus récemment par (Hart, 1967) et (Dumoulin et al., 2003). Ce phénomène apparait lors des essais de fluage court terme des aciers 316L(N). Macroscopiquement, nous observons que la section cesse d'être uniforme sur toute la longueur utile; l'effort exercé diminuant au fur et à mesure que l'allongement croît et finalement, la striction est interrompue au moment de la rupture de l'éprouvette (voir Figure 1. 5). Pour les aciers 316L(N) étudiés, toutes les éprouvettes strictionnent quel que soit la température et la contrainte appliquée. Cependant le phénomène de striction diminue lorsque la durée de vie augmente. Ce phénomène a été aussi montré pour l'acier martensitique Grade 91 par (Lim, 2011). Il a conclu que la striction est prépondérante en fluage même pour des temps à rupture aussi longs que 100-200kh (~10-20 ans) à 500°C – 600°C.



Figure 1. 5 : Schéma montrant la zone de striction pour un essai de fluage rompu, 316L(N), SR, à 650°C sous 150MPa, pour une durée de vie de 3340h (CEA/SRMA).

#### **1.4.2.2.** Endommagement intergranulaire (microscopique)

Lorsque nous nous attachons à décrire l'évolution de l'endommagement intergranulaire en fluage (noté ICF – 'Intergranular Creep Fracture' (Germain and Molinari, 2000)), nous pouvons distinguer plusieurs étapes se chevauchant dans le temps: la germination, puis la croissance des cavités et enfin leur coalescence qui conduit à la rupture finale. La rupture intergranulaire qui intervient lors des essais de fluage à long terme fait chuter la ductilité. La rupture redevient complètement ductile pour des températures élevées lorsque la recristallisation intervient pendant les essais de fluage. Les phénomènes élémentaires qui contrôlent ces étapes appartiennent à deux grandes catégories :

- Les phénomènes purement diffusionnels

#### - Les phénomènes contrôlés par la déformation viscoplastique.

Le mécanisme de croissance des cavités intergranulaires dépend d'une compétition entre diffusion et déformation. Lorsque la vitesse de déformation est élevée et la taille des cavités est importante, la croissance s'effectue principalement par déformation viscoplastique. Quand la vitesse de déformation et la taille des cavités sont faibles. La croissance est principalement pilotée par la diffusion intergranulaire (contrôlée en partie par la plus grande des contraintes principales).

Sous l'action de la diffusion, les cavités intergranulaires se développent. Elles sont orientées selon les gradients de la contrainte normale aux joints. Au cours d'essais de fluage, le nombre de cavités intergranulaires augmente linéairement avec la déformation et ce d'autant plus que le rapport de la plus grande des contraintes principales sur la contrainte de Von Misès est élevé ((Needham and Gladman, 1980) et (Dyson and Mclean, 1977)). Les cavités apparaissent sur les interfaces matrice austénitique/précipités intergranulaires ainsi qu'aux points triples là où la germination des cavités peut se produire du fait de contraintes locales élevées (Chen and Argon, 1981).

La formation de cavités est généralement associée à la présence de particules et d'inclusions secondaires, localisées soit dans le grain soit le long du joint de grains (Puttick, 1959) (Argon and Im, 1975) (Argon, 1976) (Fisher and Gurland, 1981) (Wilsdorf, 1983).

#### 1.4.2.2.1. Approche qualitatives des modes d'endommagement

La compréhension des mécanismes mis en œuvre, lors d'un essai de fluage, nécessite la connaissance des modes d'endommagement associés aux différents modes d'agression. L'endommagement des matériaux constitue l'étape qui précède la rupture et se traduit par l'apparition de discontinuités dans la matière. Le type de discontinuité peut être classé en trois familles par références aux mécanismes élémentaires : le glissement, la cavitation et la fracture d'interface. Dans notre étude, les trois mécanismes pourraient potentiellement être mis en jeu. Lors d'un essai de fluage long terme, c'est l'endommagement intergranulaire qui intervient pour des temps à rupture. Les joints de grains constituent alors des sites privilégiés où se forment des cavités.

L'effet de l'environnement est quant à lui indirect. L'oxydation initiale protège a priori les aciers inoxydables par la formation d'une couche de passivation ( $Cr_2O_3$ ). Lorsque le

matériau est soumis à des sollicitations mécaniques uni axiales à haute température, dans le cas d'un essai de fluage, le rôle de l'oxydation est peu influent car l'endommagement de fluage est essentiellement de nature volumique. A très haute température et pour des éprouvettes minces, l'effet d'oxydation est cependant observé (Yoshida, 1985), (Poquillon, 1997) et (Q. Auzoux, 2004).

#### 1.4.2.2.2. Approche quantitative des modes d'endommagement

Les essais de fluage à haute température nous permettent de mettre en évidence les différents modes d'endommagement et d'évaluer la durée de vie de ces aciers. Cependant les grandeurs macroscopiques obtenues lors de tels essais sont insuffisantes pour la compréhension des mécanismes d'endommagement. Pour compléter ces résultats, une approche quantitative consiste à considérer l'endommagement comme une population de défauts à recenser suivant différents paramètres qui peuvent être :

- leur nature (intergranulaire ou transgranulaire);
- leur taille (rayon équivalent) ;
- l'orientation par rapport à l'axe principal des contraintes ;
- la répartition (homogène ou localisée) ;
- les interactions mutuelles, c'est-à-dire les relations qu'il peut y avoir entre un défaut et ses voisins. Ces interactions peuvent être 'de proximité' ou 'à distance'.

Dans la suite de l'étude, les observations microscopiques des éprouvettes après rupture nous permettent d'accéder à certains de ces paramètres.

#### 1.4.3. Loi de Monkman-Grant

Pour les longues durées de vie et sous de faibles contraintes, les phénomènes de diffusion qui régissent l'amorçage prennent une part prédominante. Nous pouvons alors rencontrer des situations pour lesquelles la ductilité en fluage est faible. Par contre, à plus forte contrainte lorsque les phénomènes strictement liés à la déformation viscoplastique opèrent, la ductilité en fluage est plus élevée. Cela se traduit par le fait que la loi de Monkman-Grant est assez bien vérifiée (Monkman and Grant, 1956). Cette loi indique que le produit de la vitesse de déformation secondaire et du temps à rupture est indépendant de la contrainte nominale. La durée de vie en fluage est donc avant tout contrôlée par la résistance

du matériau à la déformation. Cette loi peut être dérivée d'un critère de ductilité (modèle de (Hoff, 1953) ou plus rigoureusement d'une prédiction de la striction (Lim et al., 2011).

$$\dot{\mathcal{E}}_{s}^{\alpha} \cdot t_{R} = C_{MG} \tag{1}$$

En pratique, cette loi décrit conventionnellement la relation 'vitesse de déformation – durée de vie' sur de nombreuses décades, par exemple pour :

- Le cuivre poly-cristallin (Otto et al., 2012);
- Les aciers martensitiques (Lim et al., 2011) et (Abe, 2015);
- Les aciers austénitiques mais sur un domaine de durée de vie plus étroit (Kimura, 2015) et (Cui et al., 2015a).

Une explication micro-mécanique alternative à la loi de Monkman-Grant a été proposée par (Dyson, 1976). Le modèle 'constrained cavity growth' suppose que la germination des cavités ne s'effectue pas simultanément sur toutes les facettes intergranulaires (Chen and Argon, 1981). Le chargement supporté par une facette endommagée est réparti sur les facettes voisines non endommagées. La croissance par diffusion des cavités sur la facette endommagée est pilotée par la déformation visco-plastique des grains voisins. Ce modèle conduit à l'équation de Monkman-Grant.

# Chapitre 2. Etude expérimentale de l'endommagement de fluage (court terme et long terme)

Success is the ability to go from one failure to another with no loss of enthusiasm.

inston Churchill. 1874 - 1965.

Dans ce chapitre, les observations et les analyses concernant des éprouvettes sollicitées jusqu'à la rupture en fluage seront décrits. Ensuite, nous nous proposons de rechercher les mécanismes physiques qui sont à l'origine des décohésions intergranulaires observées dans les éprouvettes de fluage. Notre recherche s'appuiera sur le modèle de Riedel couplant la germination continue et la croissance de cavités par la diffusion lacunaire, dont l'applicabilité à notre étude sera évaluée à l'aide d'observations microstructurales qualitatives et quantitatives.

n this chapter, the observations and the analysis of the creep ruptured specimens will be described. Then we propose to seek the physical mechanisms which are causing intergranular decohesion observed in the creep specimens. Our research is based on Riedel model coupling the continuous nucleation and cavity growth by vacancy diffusion. The applicability to our study will be evaluated using qualitative and quantitative microstructural observations.

# Sommaire

2.1.	Maté	riaux étudiés	31
2.2.	Anal	yses des courbes de fluage	32
2.2	.1. Ì	Loi de Monkman-Grant	32
2.2	.2.	Vitesse de déformation d'ingénieur minimale	35
2.2	.3. ]	Loi de Norton	38
2.2	.4.	Stade tertiaire en fluage	39
2.3.	Régi	me de vitesse basse contrainte	40
2.4.	Mesi	res et observations métallographiques des échantillons à rupture	44
2.5.	Résu	ltats des observations de la microstructure	49
2.5	.1. l	Précipitation	49
2.5	.2.	Quantification de précipités	52
2.5	.3.	Cavitation	55
2.5	.4. (	Orientation des joints de grains avec cavités	57
2.5	.5. l	Pointe des précipités avec des cavités	58
2.5	.6. (	Comptage et distribution de Cavités	59
2.6.	Préd	iction de l'endommagement de fluage à court terme	62
2.6	.1. l	Modélisation de stade tertiaire de fluage	62
0	2.6.1.1	. Loi d'écoulement viscoplastique	62
0	2.6.1.2	. Première approche : déformation homogène (pas de striction localisée)	63
0	2.6.1.3	. Instabilité et évolution de striction	63
2.6	.2. l	Prédictions de durée de vie en utilisant la modélisation de la striction	66
2.6	.3. l	Dérivation des bornes inférieures ou supérieures	67
2.7.	Préd	iction de l'endommagement de fluage à long terme	68
2.7	.1. l	Loi de nucléation de cavités de Dyson	69
2.7	.2. (	Géométrie de cavités	72
2.7	.3. l	Introduction de la croissance de cavité couplée avec la germination continue	73
0	2.7.3.1	. Coefficient de diffusion lacunaire	74
6	2.7.3.2	. Longueur de Rice	75
6	2.7.3.3	. Vitesse de croissance de cavités	76
2.7	.4. l	Modélisation de la cavitation par diffusion lacunaire (modèle de Riedel)	77
2.7	.5. l	Prédictions de durées de vie pour les aciers 316L(N)	77
2.8.	Anal	yse par Sonde Atomique Tomographique (SAT)	78
2.8	.1. Ì	Matériaux et méthodes	79
2.8	.2. l	Identification des objets présents dans les pointes	80
Résu	mé		84

# 2.1. Matériaux étudiés

Les réacteurs à neutrons rapides, refroidis au sodium liquide, fonctionnaient à des températures avoisinant 550°C. Les composants au contact du fluide caloporteur sont généralement soumis à des sollicitations mécaniques variées (fatigue et fluage). Pour résister à ces différentes agressions, le choix du matériau s'est porté sur la famille des aciers inoxydables austénitiques du type 17-13 au molybdène, à très bas carbone et azote contrôlée (nuance ICL 167 SPH, de CREUSOT-LOIRE, référencées SP, ST, SR, SQ et AVESTA). Pour les réacteurs Phénix et Superphénix, de nombreux travaux communs CEA, EDF et Framatome (AREVA) ont été entrepris. Les données obtenues pour ces aciers sont fournies par le protocole (CEA et al., 1987).

L'Annexe. 2. 1 rassemble les principales caractéristiques de fabrication des tôles livrées par Creusot-Loire, leur composition chimique, et précise la dénomination qui leur est affectée dans la suite de cette étude. La première tôle étudiée, repérée SP (Coulée T7426), a subi une double hypertrempe à l'eau depuis 1070°C, afin d'éviter une éventuelle hétérogénéité de ses propriétés mécaniques. La tôle SQ (T9075) a été fabriquée plus tardivement en vue d'améliorer la propreté inclusionnaire des produits. La tôle SR (Coulée 01380) est issue d'une brame fabriquée suivant le procédé de coulée continue. L'acier a en effet été élaboré à ISBERGUES par le procédé AOD (Argon Oxygen Decarburization). Ces trois dernières tôles ont subi une hypertrempe à l'eau depuis 1100°C (CEA et al., 1987). Pour la tôle AVESTA, le traitement de remise en solution industriel a été effectué à 1120°C  $\pm$  15°C pendant 30 minutes suivi par une trempe à l'eau. Cette tôle est référencée au SRMA sous le code matériau 464.

Le plan de l'éprouvette utilisée se trouve en Annexe. 2. 2. Les différentes compositions chimiques des Tôles SP, SQ, SR et AVESTA sont regroupées dans le Tableau 2. 1. La microstructure de la tôle de 316L(N) n'est pas homogène. Les grains sont bien équiaxes mais leur diamètre moyen est de 45µm à cœur et de 60µm en peau (CEA et al., 1987). La micrographie optique de cet acier à l'état de réception (Annexe. 2. 3) montre que même dans la zone du cœur la taille des grains est très variable et que des bandes de petits grains alternent avec des bandes de grains plus gros. Le tableau donnant la taille des grains pour les différentes tôles est présenté en Annexe. 2. 4. Elles sont déduites à partir de l'échelle Krumbein phi.

Material	Element in wt.%									
	С	S	Р	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	Ν	В
SP	0,021	0,007	0,033	0,41	1,74	12,27	17,18	2,4	0,08	0,0032
SR	0,028	0,001	0,028	0,31	1,88	12,46	17,31	2,44	0,077	0,0012
SQ	0,024	0,003	0,018	0,33	1,7	12,1	17,4	2,33	0,072	0,001
AVESTA	0,026	0,001	0,025	0,31	1,74	12,1	17,3	2,54	0,069	≤0,0020

Tableau 2. 1 : Composition Chimique des Tôles SP, SQ, SR et AVESTA (CEA et al., 1987).

# 2.2. Analyses des courbes de fluage

La courbe de fluage classique représente l'évolution temporelle de la déformation soumise à une contrainte unidimensionnelle et une température constante (Lemaitre et al., 2009). Les essais ont mis en évidence que la courbe de fluage de ce matériau présente les trois stades classiquement distingués : primaire, stationnaire et tertiaire (Figure 2. 1). Durant le stade primaire, la vitesse de déformation diminue due aux effets de durcissement liés aux incompatibilités de déformation entre les grains et au durcissement intragranulaire. Pendant le stade secondaire, la vitesse de déformation est à peu près constante. Cette vitesse est aussi appelée vitesse de déformation minimale ( $\dot{\varepsilon}_{min}$ ). Durant le stade tertiaire, la vitesse de déformation augmente jusqu'à la rupture. Ces deux derniers stades et surtout le stade tertiaire seront décrits plus en détails dans les paragraphes suivants.



Figure 2. 1 : Courbe de fluage expérimentale, Tôle SR, à 525°C et 370MPa, durée de vie : 2899h (CEA/SRMA).

#### 2.2.1. Loi de Monkman-Grant

La Figure 2. 2 et la Figure 2. 3 montrent que quel que soit la coulée considérée (SP, SQ et SR), et dans une moindre mesure pour la température (comprise entre 525°C et 750°C),

la dispersion observée pour une même contrainte nominale et température, en termes de vitesse de déformation secondaire ainsi qu'en termes de temps à rupture est d'environ un facteur 2. La Figure 2. 3 présente la courbe de Monkman-Grant pour des essais réalisés à des températures comprises entre 525°C et 700°C. Pour toutes les nuances, les températures et les contraintes, nous avons tracé les bornes supérieure et inférieure ainsi que les barres d'erreur (×2 et /2). Cette courbe montre qu'il y a peu effet pour les différentes tôles, seule la dispersion expérimentale est à prendre en compte. Cette dispersion s'explique avant tout par la forte sensibilité de la vitesse de fluage à la température (énergie d'activation de l'ordre de 300 kJ/mol) (Quentin Auzoux, 2004). Ces aciers de type 316L(N) obéissent donc relativement bien à la loi de Monkman-Grant. Cette loi permet de prédire la durée de vie en fluage grâce à une courbe unique pour une vitesse de déformation secondaire donnée. Mais les résultats obtenus ne sont véridiques avec les courbes de type 'temps à rupture – contrainte de fluage'. C'est-à-dire que nous n'avons pas une courbe maîtresse pour toutes les tôles et températures, ainsi une grande dispersion a été obeservée.




Figure 2. 2 : Essais de fluage réalisés pour 525°C, 550°C, 600°C, 650°C et 700°C pour différentes tôles ;
(a), (c), (e), (g) et (i) : Courbe de la variation de 'temps à rupture – contrainte de fluage' ;

(b), (d), (f), (h) et (j) : Courbe de Monkman-Grant (CEA/SRMA).



Figure 2. 3 : Courbe de Monkman-Grant, essais réalisés de 525°C à 700°C pour différentes tôles (CEA/SRMA).

### 2.2.2. Vitesse de déformation d'ingénieur minimale

Comme nous sommes à l'équilibre dynamique entre restauration et écrouissage, la vitesse de déformation est constante et minimale au stade secondaire (François et al., 1993). La déformation vraie ou déformation logarithmique (déformation finie), notée  $\varepsilon^{vrai}$  (%), est exprimée en fonction de la déformation d'ingénieur,  $\varepsilon^{ing}$  (déformation infinitésimale) (Lemaitre et al., 2009) ( $\varepsilon^{vrai} = \ln(1 + \varepsilon^{ing})$ ). Le bruit de mesure de la déformation entraine une discontinuité de la dérivée de la vitesse de déformation à un temps donné. Pour résoudre ce problème, la vitesse de déformation d'ingénieur à un temps donné, t<sub>i</sub>, est considéré comme une valeur moyenne des pentes à droite et à gauche.

Afin de déterminer la vitesse de déformation ingénieur minimale, nous avons utilisé trois méthodes différentes :

- ✓ par régression linéaire,
- ✓ par différences finies décentrées,
- ✓ par régression polynômiale de degré 6.

Les méthodes sont décrites ci-dessous :

i. Par régression linéaire : Le stade stationnaire est identifié grâce à une approximation par régression linéaire sur un large intervalle de temps et sa pente correspond à la vitesse de déformation ingénieur stationnaire, notée  $\dot{\epsilon}_{\min}^{ing}$  (h<sup>-1</sup>).

ii. Par la méthode des différences finies décentrées, nous considérons une dérivée numérique (Eq. 2) à partir des courbes de fluage ( $\varepsilon^{ing}$ ; t). La Figure 2. 4 montre l'évolution de la vitesse de déformation ingénieur au cours des essais de fluage. Le minimum atteint de chaque courbe correspond à la vitesse de déformation d'ingénieur minimale, notée  $\dot{\varepsilon}_{min}^{ing}$ .



Figure 2. 4 : Vitesse de déformation ingénieur évaluée en utilisant la dérivée numérique à partir des courbes de fluage (Contrainte ingénieur vs. Temps de fluage), Tôle SP, à 650°C (CEA/SRMA).

iii. Par régression polynômiale de degré 6 : Les courbes de déformation ingénieur par rapport au temps ont été ajustées en utilisant une fonction polynomiale d'ordre six par rapport au temps (Eq. 3).

$$\varepsilon^{ing} = P_6(t) = a_6 t^6 + a_5 t^5 + \dots + a_1 t + a_0 \tag{3}$$

Selon le critère de l'instabilité viscoplastique de Hart exprimé comme (Lim et al., 2011):

$$\frac{\dot{\varepsilon}^{ing}}{\dot{\varepsilon}^{ing}} - 2 \cdot \frac{\dot{\varepsilon}^{ing}}{1 + \varepsilon^{ing}} > 0 \tag{4}$$

36

la courbe de fluage est concave et convexe, avant le minimum qu'après la vitesse de déformation de fluage minimale soit atteinte. Le critère de Hart prédit donc que l'instabilité peut se dérouler seulement dans la partie convexe de la courbe de fluage, correspondant au domaine d'accélération de la vitesse de déformation  $\dot{\epsilon}$ . Afin d'utiliser le critère de Hart instabilité, (Eq. 4), les calculs de dérivées premières et secondes par rapport au temps sont nécessaires. La dispersion expérimentale de  $\epsilon^{ing}$  induit des discontinuités de dérivations. Cela a été résolu en utilisant une régression polynomiale d'ordre six par rapport au temps de fluage.

Le nombre de chiffre requis des coefficients polynomiaux est un paramètre de la régression. Lorsque ce nombre est supérieur à trois, il n'y a pas d'effet significatif sur la prédiction de l'apparition de striction. Utilisation d'une fonction polynomiale d'ordre quatre ou cinq conduit à une variation relative de la prédiction inférieure à 10%. Au-delà de la puissance six, les résultats sont stables. Dans ce qui suit, la régression polynomiale d'ordre six est utilisée. La dérivée première de l'équation (3) nous permet d'obtenir la vitesse déformation ingénieur  $\varepsilon^{ing}$ . La vitesse de déformation ingénieur minimale est ensuite déterminée en prenant la valeur du minimum de la courbe 'vitesse de déformation ingénieur'.

Le Tableau 2. 2 présente une comparaison de vitesses de déformation ingénieur minimales déterminées par les trois méthodes différentes décrites ci-dessus. Il y a une différence relative inférieure à 4% entre la vitesse de déformation ingénieur minimale estimée par la méthode des différences finies décentrées ou par la méthode de régression polynômiale d'ordre six et celui déterminé par la méthode linéaire (Tableau 2. 2). Ces trois méthodes fournissent donc des résultats équivalents.

Tôle		Température	Contrainte	$\overset{\dotarepsilon_{min}}{(10^{-6}\cdot h^{-1})}$	$\dot{\epsilon}_{\min}$ $(10^{-6} \cdot h^{-1})$	$\dot{\epsilon}_{\min}$ $(10^{-6} \cdot h^{-1})$	
		(* C)	(MPa)	Régression linéaire	Différences finies décentrées	Régression polynômiale de degré 6	
	SP	650	170	27	29,1	27,9	
	SP	650	190	175	174	171	
	SP	650	210	290	314	328	
	SP	650	230	790	794	770	
	SR	525	370	14	14,3	14,1	
	SR	600	230	25	26,6	25,3	
	SR	650	130	21	22,4	21,2	
	SR	700	80	24	24,5	23,6	

 Tableau 2. 2 : Comparaison de vitesses de déformation ingénieur minimales déterminées par trois méthodes différentes.

### 2.2.3. Loi de Norton

La loi en puissance de Norton (Eq. 5) est ajustée pour chaque température en utilisant les vitesses de déformations ingénieurs minimales et la contrainte ingénieur (Figure 2. 5) pour différentes tôles. Les paramètres de Norton dépendants de la température (n(T), C(T)) sont donnés dans le Tableau 2. 3. L'exposant de Norton diminue avec l'augmentation de la température comme il est classiquement observé. Les valeurs trouvées ici sont en accord avec celles données par (Argence, 1996) et par les essais communs CEA-EDF-AREVA (CEA et al., 1987).

$$\dot{\varepsilon}_{\min}^{ing} = C(T) \cdot (\sigma^{ing})^{n(T)}$$
(5)







Figure 2. 5 : Loi en puissance de Norton des aciers 316L(N) : (a) Tôle SP, (b) Tôle SQ et (c) Tôle SR de 525°C à 700°C (CEA/SRMA).

Tôle	525° C		550° C		600° C		650° C		700° C	
	С	n	С	n	С	n	С	n	С	n
SP	3,51 x 10 <sup>-34</sup>	15,55	2,08 x 10 <sup>-26</sup>	13,1	7,54 x 10 <sup>-17</sup>	9,97	1,15 x 10 <sup>-10</sup>	8,05	1,65 x 10 <sup>-6</sup>	6,74
SQ	6,56 x 10 <sup>-47</sup>	20,5	5,55 x 10 <sup>-27*</sup>	8,5*	4,42 x 10 <sup>-37</sup> *	13,3*	5,30 x 10 <sup>-38</sup> *	14,5*	4,21 x 10 <sup>-17</sup>	5,92
SR	7,47 x 10 <sup>-36</sup>	16,52	8,84 x 10 <sup>-29</sup>	14,21	2,84 x 10 <sup>-19</sup>	11,11	1,04 x 10 <sup>-9</sup>	9,12	4,73 x 10 <sup>-8</sup>	7,73

Tableau 2. 3 : Paramètres de la loi de puissance de Norton des aciers 316L(N), Tôle SP, SQ et SR, unité de C : (MPa-n.h-1), n sans unité, de 525°C à 700°C. (\* : à 550°C, 600°C et 650°C, les points expérimentaux s'écartent la loi moyenne (Figure 2. 5)).

#### 2.2.4. Stade tertiaire en fluage

La Figure 2. 6 montre le rapport entre la durée de vie du stade tertiaire et la durée de vie totale de fluage pour divers matériaux et à différentes températures (acier Grade 91 à 500°C - 600°C (Lim, 2011) et à 625°C (Gaffard et al., 2005), acier Grade 92 à 600°C (Sklenicka, 2003), alliage d'aluminium A5052 – 0 à 150°C (Matsuda and Fujkawa, 1980), alliage à base de Nickel IN100 à 1000°C (Lemaitre et al., 2002), 316 acier inoxydable austénitique à 625°C (Lloyd, 1980) et 316L(N) acier inoxydable austénitique à 600°C (CEA/SRMA) (Quentin Auzoux, 2004)). Pour un acier inoxydable austénitique de type 316L(N) donné (Quentin Auzoux, 2004) et (Lim, 2011), ces rapports semblent diminuer avec l'augmentation de la durée de vie pour 600°C. Pour cette température le stade tertiaire s'étend autour de 1/3 (essais à long terme) à 2/3 (essais à court terme) de la durée de vie. Cette fraction de temps large pourrait être attribuée à au moins l'un des deux phénomènes suivants :

- effet de structure (Diminution de la section transversale de l'échantillon avec ou sans striction localisée).
- effet d'endommagement (Germination puis croissance de cavités).



Figure 2. 6 : Rapport entre la durée de vie du stade tertiaire et la durée de vie totale de fluage pour divers matériaux et à différentes températures.

# 2.3. Régime de vitesse basse contrainte

Les essais de fluage ont été effectués sur les tôles SP, SQ, SR et AVESTA par les laboratoires d'EDF, du CEA et de Creusot-Loire à des températures comprises entre  $525^{\circ}$ C et 800°C, selon les types de tôles. Les essais de fluage sur éprouvettes lisses ont été réalisés sur des machines à poids mort ADAMEL type TR. Il s'agit donc d'essais à effort constant et non à contrainte vraie constante. Les fours à résistance comportent trois zones. Trois thermocouples sont attachés au fût de l'éprouvette et permettent de vérifier que le gradient de température le long de l'éprouvette est inférieur à 3°C. La puissance de chauffage est régulée à l'aide d'un contrôleur EUROTHERM par rapport à un quatrième thermocouple solidaire du four. Les salles contenant les machines de fluage sont climatisées à 20°C. L'allongement des éprouvettes est mesuré par l'intermédiaire d'un extensomètre prenant appui dans les trous usinés dans les têtes des éprouvettes. Les capteurs capacitifs d'allongement ont une précision de l'ordre de 0.3  $\mu$ m. Leur stabilité dans le temps est vérifiée périodiquement. La mise en charge s'effectue à l'aide d'un moteur avec levier permettant une montée en charge progressive d'une durée variant entre une et deux minutes. Le temps entre la mise en chauffe du four et la mise en charge de l'essai est compris entre quatre et cinq heures.

Le tracé des vitesses de fluage en fonction de la contrainte (loi de Norton) pour les aciers 316 met en évidence un changement de pente entre les faibles et les forts régimes de contrainte. La transition de cette loi en puissance d'un exposant de contrainte d'environ sept à une loi d'exposant de l'ordre d'un a été observée pour des contraintes de l'ordre de 30 MPa à 750°C (Figure 2. 7 & Tableau 2. 4). Afin de confirmer ce changement de régime, des essais de fluage à très faible contrainte (10MPa, 20MPa, 40MPa et 60MPa) sur éprouvettes lisses des aciers 316L(N) à 600°C, 650°C, 700°C et 750°C ont été réalisés au laboratoire pendant cette thèse. Néanmoins, plusieurs essais lancés sur ces aciers à 600°C et 700°C n'ont pas flué de manière significative. Nous obtenons seulement des résultats d'essais lancés significatifs à 650°C et à 750°C qui sont regroupés dans le Tableau 2. 5 et sur la Figure 2. 8. Quatre essais de fluage à long terme (>15ans) ont été lancés au sein du laboratoire (SRMA/CL2M) pour les aciers austénitiques inoxydables de types 316SPH, 304 et 321 il y a plus de 15ans (Tableau 2. 5 et Figure 2. 9). La vitesse de déformation minimale de chaque courbe expérimentale est déterminée à partir de la courbe de fluage du régime secondaire. Pour l'acier 316L(N), les valeurs obtenues correspondent bien au changement de régimes de contrainte pour 550°C, 650°C et 750°C (Figure 2. 10).

Avant de commencer à étudier les mécanismes d'endommagement de fluage, nous définissons les deux termes de fluage (court et long terme) qui sont valables pour toutes les températures. Nous appelons 'fluage long terme' le fluage correspondant à un temps à rupture au-delà du temps conventionnel ( $\sim 10^4$ h). Attention, le temps de transition entre la striction et l'endommagement intergranulaire est différent du temps conventionnel car il dépend de la température. Le temps de transition mesuré et prédit pour chaque température est expliqué dans le chapitre suivant.



Figure 2. 7 : Loi de Norton : Courbes 'Vitesse de déformation minimale – Contrainte' fournies par (Frost and Ashby, 1982) ; CEA&EDF ; (Kloc et al., 2001).

Matériau	Température (°C)	Régime de contrainte	Exposant de Norton
316L(N)	650	Forte $\sigma$	7,57
(CEA/EDF)	750	Forte $\sigma$	5,18
316H	650	Faible $\sigma$	1,79
(Kloc & Pahutova, 2001)	650	Forte $\sigma$	7,08
	750	Faible $\sigma$	0,93
	750	Forte $\sigma$	7,01
Aciers 316 (Frost & Ashby, 1982)	650	Forte $\sigma$	8,19

Tableau 2. 4 : Exposants de Norton pour les faibles et les forts régimes de contrainte.

Matériau	Essai	Température (°C)	Contrainte (Mpa)	Machine	Durée (h)	Etat d'essai
316L(N) SP	316SPH	550	210	28	255203	En cours
304 Vieilli	8531-9	525	180	51	137527	En cours
Coude C7 Phénix 304 Hypertrempé Coude C7 Phénix	8532-16	525	160	52	137527	En cours
AISI 321	947008	550	180	67	132689	En cours
316L(N)	464534	650	60	47	16722	En cours
316L(N)	464538	650	60	86	22606	En cours
316L(N)	TSQ006-87	750	10	87	7389	En cours
316L(N)	TSQ181-266	750	20	79	1437	En cours
316L(N)	TSQ008-85	750	40	85	7320	En cours

Tableau 2. 5 : Essais de fluage des aciers austénitiques inoxydables (Y. CUI ; C. CAES ; F. LEFEBVRE ; I. TOURNIE (CEA/SRMA/LC2M)).



Figure 2. 8: Essais de fluage à long terme et faible contrainte des aciers de type 316L(N) lancés au CEA/SRMA/LC2M.



Figure 2. 9 : Essais de fluage à long terme des aciers 316SPH, 304 et AISI321 lancés au CEA/SRMA/LC2M.



Figure 2. 10 : Loi de Norton : Courbes 'Vitesse de déformation minimale – Contrainte' fournies par (Schirra, 1994) ; (Frost and Ashby, 1982) ; CEA&EDF ; (Kloc et al., 2001).

Les essais de fluage, lancés à 750°C et à faibles contrainte, obtenus à saturation de la vitesse de déformation sont présentés sur la Figure 2. 8. En tenant compte de la dispersion expérimentale, nous trouvons un paramètre de Norton n compris entre 1,5 et 2 (voir Figure 2. 10) pour les aciers de type 316L(N). Un changement de régimes de contrainte est bien obtenu. Nous observons une surestimation des vitesses de déformation minimales pour les essais à très basse contrainte lancés par (Kloc et al., 2001), à la même température pour les aciers de

type 316H, par rapport à nos résultats expérimentaux. En effet, leurs essais sont arrêtés bien trop tôt (~1100h). Notre résultat confirme ce qui avait été déjà vu sur les aciers martensitiques de type grade 91 où nous voyons qu'il y a bien un régime à basse vitesse de déformation (Lim et al., 2011). A 650°C, nous confirmons qu'il y a une incurvation vers 200MPa.

Nous remarquons, en générale, que pour arriver au fluage secondaire, il faut une déformation relativement faible, c'est-à-dire de l'ordre de 0,2% (pour les essais de fluage à faible contrainte et à haute température). Pour les essais de fluage à forte contrainte et pour une température comprise entre 525°C et 550°C, la déformation est dix fois plus grande (de l'ordre de 2%). Lorsque la courbe de fluage atteint rapidement le régime secondaire, les dislocations n'ont probablement pas eu le temps de se former. Le matériau ne durcit pas beaucoup. Lorsque la courbe de fluage atteint le régime secondaire, le temps est suffisant pour construire les sous-joints et un grand nombre de dislocations. Dans ce cas, la densité de dislocation augment énormément.

# 2.4. Mesures et observations métallographiques des échantillons à rupture

Pendant le fluage, dans la zone de striction, tout à la fin de l'essai, des cavités se forment et croissent du fait des déformations très importantes. La rupture se produit en mode ductile par instabilité des ligaments séparant ces cavités, donnant un faciès de rupture à cupules. Les observations au **MEB** (Microscope Electronique à Balayage) sont effectuées au CEA/SRMA pour caractériser les faciès de rupture.

Les éprouvettes de fluage uni-axial, en aciers 316L(N), que nous avons examinées, présentent des surfaces de rupture de type transgranulaire ductile recouvertes de cupules au cœur et en peau. La Figure 2. 11 montre un exemple de faciès de rupture du fluage court terme ( $<10^4$ h) typiquement à T = 650°C, composé de larges cavités d'environ 100µm de diamètre, séparées par des cupules plus petites. La rupture s'effectue approximativement suivant des plans inclinés à 45° par rapport à la direction de traction, ce qui laisse supposer la présence de cisaillements au moment de la ruine de l'éprouvette. Les cavités n'ont pas eu le temps de croître par la diffusion. Nous avons un endommagement qui évolue très rapidement en zone de striction. Dans ce cas, l'endommagement de fluage est plutôt la croissance de cavités par la viscoplaticité, parce que la déformation ingénieur finale de l'éprouvette rompue est effectivement très grande (ici ~ 60%). Ces caractères se retrouvent dans tout le domaine de contrainte appliquée que nous avons étudié (130 à 230MPa) à 650°C. Ces observations

correspondent bien à celles réalisées par (Argence, 1996) sur un acier 316L(N) à l'état hypertrempé.



Figure 2. 11 : Aciers 316L(N), Tôle SP, image MEB de faciès de rupture d'une éprouvette de fluage testée à 650°C sous une contrainte nominale de 170MPa, et son grandissement ( $t_R = 3340h$  et  $\epsilon_f^{ing} = 59,9\%$ ).

Les observations au **MEB-FEG** (Microscope Electronique à Balayage – Canon à émission de champ - Zeiss GEMINI 1525 apparatus) ont été effectuées au CEA/SRMP pour caractériser l'endommagement à long terme des essais de fluage. Ces observations au MEB-FEG sont effectuées sur des sections-transversales ou longitudinales de l'une des moitiés de l'échantillon à rupture. Le prélèvement transversal d'échantillon s'effectue loin du faciès de rupture (pour une épaisseur d'éprouvette de 1,5 cm). Pour le prélèvement longitudinal, l'aire d'observation est située loin de la section de striction, comme la montre la Figure 2. 12. Quatorze échantillons ont été observés sous MEB-FEG. Les conditions d'essai de fluage et les caractéristiques du matériau sont présentées dans le tableau (Tableau 2. 6).



Figure 2. 12 : Schéma montrant la procédure et les zones de découpe pour les observations au MEB-FEG, Coupes longitudinales (a) et transversales (b).

Les échantillons de fluage rompus ont été coupés transversalement et longitudinalement avec une tronçonneuse oscillante à disque diamanté (voir Figure 2. 12). Ils

sont ensuite polis manuellement avec du papier SiC de plus en plus fin (grades utilisés : 600, 1200, 2500 et 4000). Puis avec solution diamantée de plus en plus fine a été utilisée (grades utilisés : 6  $\mu$ m, 3  $\mu$ m, 1 $\mu$ m et <sup>1</sup>/<sub>4</sub> $\mu$ m). Afin de révéler les joints de grain, un polissage vibrant avec une solution OPS (suspension de silice colloïdale adaptée au polissage des matériaux ductiles) a été réalisé pendant au minimum cinq heures pour chaque échantillon. Il permet aussi de nettoyer les cavités.

Les aires des faciès de l'éprouvette rompue sont mesurées par la **profilométrie laser** ou à partir d'images prises au microscope (**loupe binoculaire**) en utilisant le logiciel LAS Core (Figure 2. 13. a). La deuxième méthode est plus précise car elle mesure directement l'aire du faciès de rupture. La valeur retenue de cette aire est la valeur moyenne mesurée pour chaque moitié d'échantillon. La réduction d'aire à rupture  $A_r$  est ensuite déterminée par la différence entre la section à l'état de réception de l'éprouvette ( $28.27mm^2$ ) et l'aire mesurée des faciès de rupture, ( $S_0 - S_r$ ). Selon le principe de conservation du volume au cours de la déformation, la déformation axiale de la section à rupture est déduite en terme de déformation ingénieur (Eq. 6). Le Tableau 2. 6 rassemble les valeurs obtenues des essais de la tôle SP et SR pour différentes températures et contraintes. Pour les essais de fluage à 650°C et à la contrainte appliquée entre 170MPa et 230MPa, la réduction d'aire à la rupture est d'environ 30%.

$$\varepsilon_r^{section} = \frac{S_0 - S_r}{S_r} \tag{6}$$

Les sections des éprouvettes découpées transversalement sont également mesurées par la deuxième méthode (**loupe binoculaire**) (voir Figure 2. 13. b). La réduction d'aire des éprouvettes découpées transversalement  $A_{trans}$  et la déformation de section  $\varepsilon_{trans}^{section}$  sont aussi récapitulées dans le Tableau 2. 6.



Figure 2. 13 : Mesures de l'aire (a) du faciès de l'éprouvette rompue et (b) de la section de l'éprouvette découpée transversalement, tôle SR, essai à 650°C et à 130MPa.

Tôle	Température $\begin{pmatrix} \circ \\ C \end{pmatrix}$	Contrainte (MPa)	Durée de vie (h)	$A_r$ (mm <sup>2</sup> )	$\varepsilon_r^{section}$	$A_{trans}$ (mm <sup>2</sup> )	$\varepsilon_{trans}^{section}$
SR	525	370	2899	11,56	0,6931	6,01	0,2703
SR	600	220	7148	13.68	0.9367	7.24	0.3445
SR	600	230	4854	13.80	0,9536	7.97	0.3932
SR	600	240	3960	15,18	1,1595	4,82	0,2055
SP	600	260	1091	9,47	0,5039	2,54	0,0987
SR	650	130	7262	16.44	1.3896	9.43	0.5004
SR	650	150	3428	18.66	1.9517	3.22	0.1286
SP	650	170	3340	21.14	2,9658	5.27	0.2290
SP	650	190	944	20.12	2,4757	4.05	0.1675
SP	650	210	449	20,54	2,6548	2,20	0,0844
SP	650	230	167	21.19	2,9952	2.29	0.0881
SR	700	80	6756	20.31	2,5183	5.25	0.2270
SR	700	100	2226	21,65	3,2652	7,28	0,3470
SP	700	160	221	23,61	5,0652	4,26	0,1776

Tableau 2. 6 : Conditions des essais rompus de fluage en traction des aciers 316L(N) de la Tôle SP et SR et leurs caractérisations à différentes températures (CEA/SRMA). Section à l'état de réception 28, 27mm<sup>2</sup>.

La Figure 2. 14 présente les images des deux échantillons rompus dans le sens transversal en utilisant un faible grandissement au MEB-FEG. L'endommagement est réparti de façon relativement homogène dans les deux cas. La Figure 2. 14 (b) montre bien que l'endommagement primordial du matériau est intergranulaire. Les joints de grains constituent alors des sites privilégiés où se forment des cavités. Les résultats de la thèse d'(Argence, 1996) montrent que les cavités intergranulaires germent essentiellement à partir des joints triples, dans les zones plus ou moins déformées. Très peu d'endommagement intragranulaire apparaît dans le matériau.



Figure 2. 14 : Images MEB-FEG (CEA/SRMP), Prélèvement transversal de l'éprouvette, (a)Tôle AVESTA ; (b) Tôle SR.

La Figure 2. 15 présente pour un fort grossissement l'aspect d'une coupe longitudinale polie d'une éprouvette lisse d'acier 316L(N) parvenue à rupture sous une contrainte nominale de 100MPa à 700°C. Elle met clairement en évidence des cavités qui sont situées aux joints de grains et aux points triples. Près de la surface de rupture, la déformation est très importante comme en témoigne l'allongement considérable des grains, initialement équiaxes, dans la direction de traction. Les cavités, elles-mêmes, sont sensiblement étirées dans cette direction. En s'éloignant de la surface de rupture la déformation est moins forte et les cavités sont moins ouvertes dans la direction des efforts appliqués. Hors de la zone de striction, la décohésion intergranulaire se présente sous l'aspect de cavitations à l'interface précipité/matrice faisant un angle de 45° ou parallèle par rapport à la direction de traction ou de cavités aux points triples.



Figure 2. 15 : Images MEB-FEG, Prélèvement longitudinal de l'éprouvette, essai rompu à 2226h à 700°C 100MPa, Tôle SR. (a) grandissement ×500 (CEA/SRMP). (b) grandissement ×5000 (CEA/SRMA).

# 2.5. Résultats des observations de la microstructure

### 2.5.1. Précipitation

En ce qui concerne l'acier 316 L(N), deux types de précipités distincts sont identifiés par une analyse par spectrométrie à rayons X pour MEB-FEG (QUANTAX EDS BRUKER) en utilisant le logiciel 'ESPRIT':

- des précipités intergranulaires (principalement des phases primaires, Carbure de chrome Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub>) (voir Figure 2. 16 et Figure 2. 17);
- des précipités intragranulaires (principalement des phases secondaires intermétalliques, σ, η et χ) (voir Figure 2. 18).

Cette technique nous permet d'obtenir une précision plus importante de la composition d'échantillons hétérogènes afin de déterminer la nature des précipités et de la matrice.

L'identification des carbures le long du joint de grains est illustrée dans la Figure 2. 16 pour les éprouvettes soumises à une contrainte nominale de 170MPa et 600°C. L'identification de précipités intragranulaires est illustrée dans la Figure 2. 18 pour les éprouvettes soumises à une contrainte nominale de 80MPa à 700°C. Les pourcentages en masse de ces précipités et de la matrice austénitique sont comparés avec ceux fournis par (Weiss and Stickler, 1972) (aciers 316) et (NIMS, 2013) (acier 316LN, essai rompu à 11027h, 700°C, 80MPa) (Tableau 2. 7). Les résultats obtenus sont comparables. Les précipités intergranulaires sont de taille variable selon l'état de croissance ou coalescence dans lequel ils se trouvent. Ils sont présents sur toute la surface étudiée et forment une chaîne continue aux joints de grain (Figure 2. 19).





Figure 2. 16 : Identification des précipités intergranulaires le long du joint de grains, 316L(N)
Tôle SR, essai arrêté à 9236h (à 600°C à 170MPa), prélèvement longitudinal de l'éprouvette.
(a) Image MEB-FEG avec un grandissement ×20000. (b) Spectre de masse de différents
éléments chimiques. (c) identification des éléments Cr, Mo, S, Fe et Ni dans les précipités par la cartographie sous MEB-FEG avec une analyse aux rayons X sur le microscope électronique.



Figure 2. 17 : Identification des éléments Cr, Mo, S et Fe dans les précipités (Figure 2. 16) par la cartographie sous MEB-FEG avec une analyse aux rayons X sur le microscope électronique.



Figure 2. 18 : Identification des précipités, 316L(N), Tôle SR, essai rompu à 6756h à 700°C à 80MPa, prélèvement longitudinal de l'éprouvette. (a) Image MEB-FEG avec un grandissement ×20000. (b) Spectre de masse de différents éléments chimiques. (c) identification des éléments Cr, Mo, Fe et Ni dans les précipités par la cartographie sous MEB-FEG avec une analyse aux rayons X sur le microscope électronique.

Précipités	Matériau	Mo	Cr	Fe	Ni
	316	14	63	18	5
M <sub>23</sub> C <sub>6</sub>	(Weiss and Stickler, 1972) 316LN (NIMS, 2013)	12	60	18	5
	316L(N) (CEA/SRMP)	10	50	35	5
	316	11	29	55	5
σ	(Weiss and Stickler, 1972) 316LN (NIMS 2013)	12	32	50	6
	316L(N) (CEA/SRMP)	10	30	55	5
	316	45	11	38	6
η (Laves)	(Weiss and Stickler, 1972) 316LN (NIMS, 2013)	48	10	32	5
()	316L(N) (CEA/SRMP)	23	15	55	12
Matrice	316 (Weiss and Stickler, 1972)	2,66	17,3	bal	13,1
austénitique	316L(N) (CEA/SRMP)	2,5	17,5	67,5	12,5

Tableau 2. 7 : Pourcentages en masse des précipités obtenus à partir de la Figure 2. 18. (c) – Comparaisons avec les résultats de WEISS (Weiss and Stickler, 1972) et NIMS (NIMS, 2013) (en Masse %).



Figure 2. 19 : Images MEB-FEG (CEA/SRMP), prélèvement longitudinal de l'éprouvette, Tôle SR. (a) essai rompu à 7148h, à 600°C, 220MPa. (b) essai rompu à 6756h, à 700°C, 80MPa.

### 2.5.2. Quantification de précipités

Les carbures  $M_{23}C_6$  (M = Mo, Cr, Fe, Ni) sont normalement la première phase à se former dans les aciers inoxydables austénitiques. Dans la tête et le corps des échantillons de fluage, les précipités de ces phases sont détectés aux joints de grains. Pour les essais de fluage de moins de dix mille heures, la majorité des cavités intergranulaires observées sont localisées aux voisinages de carbures  $M_{23}C_6$  le long des joints de grains. Par conséquent, le principal précipité considéré dans la suite est le carbure  $M_{23}C_6$  qui a été identifié dans le paragraphe précédent.

Grâce au logiciel de traitement d'image (NOESIS-Visilog 7.2), dix images MEB-FEG avec un grandissement ×1000 ont été traitées afin de caractériser quantitativement l'état de précipitation. Le seuil d'hystérésis de l'image permet de passer d'une image en niveaux de gris à une image binaire et de distinguer les précipités, les cavités et la matrice. Ensuite, les précipités sont séparés au cours de la procédure d'érosion. L'image est reconstruite pour filtrer l'image binaire. A la fin, l'étape de 'labélisation' nous permet d'indexer et d'identifier tous les précipités et ainsi de mesurer sa fraction surfacique.

La Figure 2. 20 (a) et Figure 2. 21 donnent un exemple d'image traitée après avoir filtré les précipités intragranulaires pour différentes températures. La Figure 2. 20 (b) montre schématiquement les différents paramètres de sortie du logiciel : longueur, largeur et orientation par rapport à l'axe horizontal. Ces mesures nous permettent d'obtenir les

distributions de taille, facteur de forme  $(\frac{\text{longueur}}{\text{Largeur}})$  et orientation de ces carbures pour les tests de fluage réalisés à 600 °C, 650°C et 700 °C (Tableau 2. 8).

Essai	Température (°C)	Contrainte (MPa)	Durée de vie (h)	Déformation finale (%)	Nombre de précipités	Nombre de précipités (Non circulaire)
4044	600	220	7148	27	10526	9050
4046	650	130	7262	36	5850	4957
4043	700	80	6756	85,7	2182	1838

Tableau 2. 8 : Etude expérimentale de précipités le long des joints de grains des aciers316L(N) tôle SR, essais de fluage rompus réalisés au CEA/SRMA.



Figure 2. 20 : (a) Traitement d'image MEB-FEG avec un grandissement ×1000, essai réalisé à 650°C à 130MPa avec une durée de vie à 7262h, prélèvement longitudinal de l'éprouvette. (b) Paramètres de sortie du logiciel (NOESIS-Visilog 7.2) pour quantifier la précipitation.



Figure 2. 21 : Traitement d'image MEB-FEG avec un grandissement ×1000. (a) Essai réalisé à 600°C à 220MPa avec une durée de vie à 7148h, prélèvement longitudinal de l'éprouvette. (b) Essai réalisé à 700°C à 80MPa avec une durée de vie à 6756h

La Figure 2. 22 montre que moins de 20% des précipités sont circulaires avec un rapport de forme (défini par $1 \le \frac{\text{Longueur}}{\text{Largeur}} \le 1,2$ ) et plus de 75% des précipités sont des cylindres ellipsoïdaux ou de type 'penny-shape' avec un rapport de forme compris entre 1,2 et 6 et ce quelle que soit la température. La forme de ces précipités a été observé par (Morris and Harries, 1978b). Sans prendre en compte les carbures quasi-circulaires, la Figure 2. 23 présente l'orientation par rapport à l'axe horizontal des précipités le long du joint de grains pour différents rapports de forme (à 650°C). Ces précipités sont répartis de façon aléatoire dans toutes les directions. Certains précipités sont orientés dans la direction de chargement. Comme nous pouvons le voir sur l'histogramme (Figure 2. 24. b), à 600°C, un quart de précipités sont orientés entre 0 ° et 15 °. A 700°C, la répartition spatiale de précipités est assez équiprobable. Quel que soit la température étudiée, nous observons toujours plus de précipités qui se situent parallèlement à l'axe de traction.



Figure 2. 22 : La courbe de probabilité cumulée de la distribution du rapport de forme de précipités intergranulaires.



Figure 2. 23 : Orientation de précipités, ayant différents rapports de forme, le long du joint de grains par rapport à l'axe horizontal.



Figure 2. 24 : (a) Nombre de précipités observés pour différentes températures, (b) Probabilité pour différents intervalles d'orientation de précipités par rapport à l'axe traction.

### 2.5.3. Cavitation

Les observations à fort grandissement au MEB-FEG dans le sens longitudinal des éprouvettes montrent que l'endommagement se compose principalement de décohésions intergranulaires. Des cavités arrondies situées à l'extrémité des précipités et entre carbures voisins sont observées. Leur taille varie entre une centaine de nanomètres et quelques micromètres (Figure 2. 25 (a) et (b)). La Figure 2. 26 et la Figure 2. 27 présentent une identification de précipité pour lequel des cavités à l'interface Précipité/Matrice. Une cavité en forme de 'V' a été observée dans la tôle SR à 600°C et à 230MPa (Figure 2. 25 (c)). L'initiation de cette géométrie de cavité peut être une microcavité au joint triple et une coalescence de cavités. Les autres éprouvettes de fluage observées, offrent un aspect semblable à la description précédente. L'éprouvette rompue sous une contrainte nominale de 220MPa à 600°C et 80°C à 700°C montre de plus un long défaut interne parallèle à la direction de traction, qui résulte vraisemblablement de la coalescence de cavités intergranulaires avec des cavités développées autour d'un chapelet de précipités alignées dans la direction de laminage (Figure 2. 28).



Figure 2. 25 : Images MEB-FEG avec un grandissement ×5000 (CEA/SRMP), prélèvement longitudinal de l'éprouvette, à 600°C 230MPa, Tôle SR, t<sub>R</sub>= 4854h. (a) cavités formées à l'interface matrice-carbure. (b) cavité située entre deux carbures voisins (c) endommagement au joint triple.



Figure 2. 26 : Identification des précipités intergranulaires le long du joint de grains, 316L(N) Tôle SR, essai rompu à 4854h (à 600°C à 230MPa), prélèvement transversal de l'éprouvette.

(a) Image MEB-FEG avec un grandissement ×5000. (b) Spectre de masse de différents éléments chimiques. (c) identification des éléments Cr, Mo, Fe et Ni dans les précipités par la cartographie sous MEB-FEG avec une analyse aux rayons X sur le microscope électronique.



Figure 2. 27 : Identification des éléments Cr et Mo dans les précipités (Figure 2. 26) par la cartographie sous MEB-FEG avec une analyse aux rayons X sur le microscope électronique.



Figure 2. 28 : Images MEB-FEG (CEA/SRMP), Prélèvement longitudinal de l'éprouvette, 316L(N) Tôle SR. (a) essai rompu à 7148h à 600°C 220MPa. (b) essai rompu à 6756h à 700°C 80MPa.

### 2.5.4. Orientation des joints de grains avec cavités

Etant donné que les précipités ( $M_{23}C_6$ ) se situent le long des joints de grains, nous discutons dans la suite de l'orientation des joints de grains avec cavités formées autour de précipités. L'orientation est définie par rapport à l'axe de traction. Chaque joint de grains a plusieurs précipités et cavités formées autour de ces précipités. Cela a été aussi observé par (Abe, 2008a) pour les aciers 316LN, 316H et par (Jazaeri et al., 2014) pour les aciers 316H.

Dans cette étude, seulement une vingtaine de joints de grains avec des cavités formées autour de carbures sont pris en compte. Les données sont extraites des résultats obtenus à partir des images MEB-FEG avec un grandissement ×5000 ou ×10000 (voir Figure 2. 30 a). Les observations sont effectuées principalement pour un essai de fluage rompu après 4854h à 600°C et sous 230MPa. L'effet de l'angle entre les joints de grains avec cavités et l'axe de traction (illustré sur la Figure 2. 29) est comparé avec l'angle entre les précipités le long du joint de grains et l'axe de traction. Cette figure montre que certains précipités sont plus favorables à la formation de cavités que d'autres. L'endommagement intergranulaire est plutôt parallèle ou entre 30° et 50° par rapport à l'axe de traction. Il y a une petite surpopulation des joints de grains avec cavités qui sont parallèle à l'axe de traction. C'est peut-être dû aux bandes de ferrite qui sont formées lors de l'élaboration du matériau.



Figure 2. 29 : Probabilité cumulée des angles entre les joints de grains avec cavités et l'axe de traction obtenus à partir des images MEB-FEG (CEA/SRMP), essai rompu à 4854h à 600°C sous 230MPa.

## 2.5.5. Pointe des précipités avec des cavités

Après avoir étudié les images MEB-FEG et les images MET, nous observons que les extrémités des précipités sont souvent pointues. Nous nous intéressons donc aux différents angles de l'extrémité des précipités où se forment des cavités (Figure 2. 30). Ces angles sont mesurés sur une soixantaine de précipités avec des cavités sur leurs bords pour un essai de fluage rompu après 4854h à 600°C et sous 230MPa. L'angle de l'extrémité du précipité à 180° correspond à un précipité avec un bord circulaire. La Figure 2. 31 montre que nous avons beaucoup de cavités qui se forment à l'extrémité des précipités ayant une pointe de 60° et 90°. Cependant pour un angle de 120°, la cavité ne s'initie pas à l'extrémité du précipité mais semble décalée (voir Figure 2. 30 b).



Figure 2. 30 : 316L(N) Tôle SR, prélèvement longitudinal de l'éprouvette. (a) image MEB-FEG (CEA/SRMP) P. Bonnaillie & Y. CUI, essai rompu à 4854h à 600°C 230MPa. (b) image MET (CEA/SRMA) S. Doriot, L. Huang, M. Sauzay & Y. Cui, essai rompu après 7262h à 650°C et sous 130MPa.



Figure 2. 31 : Probabilité cumulée des angles de l'extrémité des précipités où se forment des cavités obtenues à partir des images MEB-FEG (CEA/SRMP), essai rompu après 4854h à 600°C et sous 230MPa.

### 2.5.6. Comptage et distribution de Cavités

Il est évident que les cavités observées jouent un rôle particulier dans le processus de rupture, non seulement en raison de leur orientation par rapport l'axe de traction et leur géométrie, mais aussi leur densité et leur distribution de taille. Les observations qualitatives précédentes ont mis en lumière le rôle de la décohésion à l'interface matrice/précipité dans la cavitation et la rupture des éprouvettes de fluage. Une compréhension plus fine des mécanismes nécessite à l'évidence une caractérisation quantitative de la cavitation aux joints de grains. Une méthode rigoureuse consiste en une étude statistique exhaustive de la

distribution des tailles de cavités, permettant d'en déduire le nombre de cavités ramené à l'unité de surface (Dyson and McLean, 1972).

Pour quantifier les distributions de tailles des cavités, quinze images sont prises au MEG-FEG avec un grandissement ×500 (~ 350 grains). Au grossissement utilisé, seules les cavités qui ont un diamètre de plus de 100 nm sont comptées. Plus le grossissement est fort, plus les cavités sont faciles à voir. Ces images sont traitées utilisant le logiciel de traitement d'image (NOESIS-Visilog 7.2) pour obtenir la distribution de taille de cavités (surface et rayon équivalent) et le nombre cavités par unité de surface polie. Le Tableau 2. 9 récapitule les probabilités de distribution de rayon équivalent de cavités pour les essais rompus réalisés à 650°C et les différentes contraintes appliquées. A 170MPa, nous avons plus de cavités ayant un rayon équivalent inférieur à 100nm. Pour les contraintes appliquées plus élevées, les rayons équivalents de cavités sont plus grands et sont compris soit entre 100nm et 200nm soit entre 200nm et 400nm. Cela a été aussi observé pour les températures de fluage à 600°C et à 700°C pour différentes contraintes appliquées. Le Tableau 2. 10 récapitule la valeur moyenne du rayon équivalent de cavités et celle de la densité de cavités pour les différents essais de fluage. Le rayon équivalent est compris entre 430nm et 750nm pour des essais de fluage à haute température. La densité de cavité est comprise entre 0,0005 et 0,0025.

	Probabilité	de distributi	on de taille	de cavités
		(%	) )	
Rayon de cavités	170MPa	190MPa	210MPa	230MPa
$0 \sim 100 nm$	19,42	10,53	14,17	12,68
$100 \sim 200 nm$	11,65	10,53	23,33	19,01
$200 \sim 400 nm$	13,59	16,96	14,17	22,54
$400\sim 600 nm$	15,53	13,45	12,50	23,24
$600 \sim 800 nm$	11,65	19,30	15,00	11,97
$800nm \sim 1 \mu m$	15,53	15,79	9,17	7,04
$1 \sim 2,5 \mu m$	12,62	13,45	11,67	3,52

Tableau 2. 9 : Probabilités de distribution de taille de cavités (intervalle de rayon équivalent de cavités) pour les aciers 316L(N) tôle SP, essais rompus réalisés à 650°C et à différentes contraintes appliquées.

Afin de mesurer quantitativement le nombre de cavités par unité de surface polie,  $N_m$ , dix groupes de dix valeurs parmi les quinze sont tirées au hasard pour déterminer la valeur moyenne  $\bar{x}$ . L'écart type correspondant est noté " $\Delta x$ " et l'erreur relative statistique "e" (voir Eqs. 7, 8 et 9). Les résultats de la quantification de cavités sont rapportés dans le Tableau 2. 10.

$$\overline{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{n} x_i \tag{7}$$

$$\Delta x = \left[\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^{n} (x_i - \bar{x})^2\right]^{\frac{1}{2}}$$
(8)

$$e = \frac{\left(\frac{\Delta x}{\bar{x}}\right)}{n} \tag{9}$$

Température	Contrainte	Durée de vie	Rayon équivalent	Densité de	$\overline{N_m}$	$\Delta N_m$	е
(°C)	(MPa)	(h)	de cavité (nm)	cavites	$(10^{\circ} \cdot m^{-2})$	$(10' \cdot m^{-2})$	
525	370	2899	750	0,0009	4,95	6,86	0,0139
600	220	7148	670	0,0012	2,95	4,12	0,0140
600	230	4854	500	0,0016	3,03	3,89	0,0405
600	240	3960	520	0,0022	2,83	3,07	0,0343
600	260	1091	470	0,0025	2,51	2,65	0,0333
650	170	3340	580	0,0005	2,69	3,12	0,0116
650	190	944	600	0,0007	3,23	3,39	0,0331
650	210	449	530	0,0008	2,83	1,51	0,0169
650	230	167	450	0,0011	3,01	2,65	0,0278
700	80	6756	480	0,0009	3,58	9,12	0,0255
700	100	2226	500	0,0008	2,53	6,39	0,0798
700	160	211	430	0,0010	3,04	4,51	0,0470

Tableau 2. 10 : Quantification des cavités pour différentes températures et contraintes appliquées.

Les mesures de cavités en volume ont été réalisées utilisant la méthode de diffusion de neutron avec petit angle (SANS - Small angle neutron scattering) par (Jazaeri et al., 2015). La distribution de fraction volumique de cavités au cours de fluage est obtenue pour les aciers 316H flués à 550°C et 320MPa. Deux populations de cavités ont été observées pour un temps de rupture de 1287h : celles qui ont un diamètre inférieur à 100 nm et celles de 100 à 400 nm. Une augmentation de la fraction volumique de cavités est plus prononcée pour un diamètre de cavités de 25nm. Dans notre étude, les diamètres de cavités inférieures à 100nm n'ont pas été pris en compte car la technique d'observations MEB-FEG ne suffit pas pour une étude de tailles de cavités très petites.

# 2.6. Prédiction de l'endommagement de fluage à court terme

Dans ce paragraphe, nous étudions l'endommagement de fluage à court terme. L'instabilité viscoplastique appelée 'striction' est le mécanisme principal de rupture des aciers inoxydables austénitiques de type 316L(N) à haute température. La modélisation analytique du stade tertiaire de fluage tient compte premièrement d'une réduction uniforme le long de l'éprouvette suivie d'un développement de striction qui est dû aux défauts surfaciques de l'échantillon. L'évolution de la section transversale de l'échantillon prédite avec le modèle est comparée avec les mesures effectives lors d'un essai de fluage mené à rupture (Lim, 2011). Les durées de vie prédites par des bornes inférieures et supérieures sont ensuite déduites à partir du modèle de striction.

### 2.6.1. Modélisation de stade tertiaire de fluage

#### 2.6.1.1. Loi d'écoulement viscoplastique

La loi de puissance de Norton est exprimée par la vitesse de déformation vraie et la contrainte vraie dans cette étude. Le comportement mécanique lors du stade secondaire est généralement modélisé à l'aide de la loi de puissance de Norton donnée par l'équation (Eq. 5). Pour un essai de fluage donné, nous utilisons cette loi afin de simuler la déformation de fluage à partir de sa vitesse minimum de fluage. A la vitesse de déformation minimale et en supposant une déformation homogène, la contrainte axiale vraie  $\sigma$  est exprimée comme une fonction de la contrainte ingénieur  $\sigma^{ing}$ . Une loi de matériau basée sur la contrainte vraie doit être utilisée à condition que la déformation axiale soit supérieure à quelques pourcent, ce qui est le cas dans le stade d'accélération, après que la vitesse de déformation minimale de fluage a été atteinte.

La prise en compte de la contrainte vraie conduit à une modification de la constante C(T) de l'équation (5). La loi de Norton en déformation vraie à partir de la contrainte vraie peut être exprimée en utilisant une modification de constante (Lim, 2011):  $C^m = C \cdot exp(-n\varepsilon_{min})$ , compte tenu de :  $\sigma_{ing} \approx \frac{\sigma_{vraie}}{1+\varepsilon_{min}}$ .

#### 2.6.1.2. Première approche : déformation homogène (pas de striction localisée)

En première approche, nous supposons que la section-transversale de l'échantillon réduit de façon homogène le long de l'axe de traction pendant l'essai entier de fluage. Cette approche est similaire à l'analyse de (Hoff, 1953) qui permet de prédire la déformation de l'échantillon du stade secondaire jusqu'à la rupture. L'analyse est basée sur la conservation du volume qui permet de calculer la section-transversale et d'évaluer la contrainte vraie par rapport à la déformation. La loi en puissance de Norton utilisant la contrainte vraie conduit à l'équation différentielle suivante :

$$\exp(-n\varepsilon) \cdot \dot{\varepsilon} = C^{m} \cdot (\sigma^{\text{ing}})^{n} \tag{10}$$

Pour une contrainte d'ingénieur donnée, cette équation peut être résolue par intégration entre le temps  $t_{min}$  et un temps donné t, correspondant à une déformation minimale  $\varepsilon_{min}$  et une déformation donnée  $\varepsilon$ . A partir de cela, la déformation vraie peut être donnée :

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_{\min} - \frac{1}{n} \ln(1 + n\dot{\varepsilon}_{\min}^{Norton}(t_{\min} - t))$$
(11)

Puis la déformation d'ingénieur peut être déduite, ainsi que l'évolution de la section transversale homogène avec le temps :

$$S(t) = S_{\min} \cdot (1 + n\dot{\epsilon}_{\min}^{Norton}(t_{\min} - t))^{\frac{1}{n}}$$
(12)

Avec  $S_{min}$  la section-transversale au temps  $t_{min}$ . Ce modèle nécessite la connaissance des paramètres de Norton (N, C), le temps et la déformation pour lesquels la vitesse minimale de déformation  $\dot{\epsilon}_{min}$  est atteinte,  $t_{min}$  et  $\epsilon_{min}$ .

#### 2.6.1.3. Instabilité et évolution de striction



Figure 2. 32 : Echantillon à l'apparition de la striction

A un moment donné, une petite portion de la longueur de jauge est supposée avoir une section-transversale différant par une petite quantité,  $\delta S$ , du reste de la partie droite, qui est supposée avoir une section-transversale homogène, S. Selon la définition de la striction donnée par (Hart, 1967), la déformation est instable si cette différence de section-transversale augmente avec le temps. Ce critère est défini par :  $\frac{\delta \dot{s}}{\delta s} > 0$ . La différence est supposée être produite au cours d'une petite quantité de temps  $\delta t$  et peut être remplacée par  $\dot{S}\delta t$ . Alors, nous en déduisons :  $\ddot{S} < 0$ . En utilisant l'hypothèse de conservation du volume et l'inégalité précédente conduisent au critère de l'instabilité (Eq. 4). Afin d'utiliser le critère de Hart instabilité, les calculs de dérivés premières et secondes par rapport au temps sont demandés. La dispersion expérimentale de  $\varepsilon^{ing}$  provoque des discontinuités de dérivations. Cela a été résolu en utilisant une régression polynomiale d'ordre 6 (voir paragraphe 2.2.2).



Figure 2. 33 : Section longitudinale de l'échantillon après l'apparition de striction

D'après l'apparition de striction, la partie striction de l'échantillon montre une forme incurvée indiquée par la ligne pointillée dans la figure ci-dessus. En respectant les mesures de profilomètrie laser à balayage, le rayon de courbure de la partie striction après rupture est seulement 1 ou 2 fois plus large que le diamètre de rayon de section-transversale de striction.

L'échantillon est divisé en trois parties homogènes. La première et la troisième ont la même section uniforme : S (parties homogènes). La seconde est la partie en striction et est localisée entre la première et la troisième. Sa section-transversale est supposée ainsi uniforme :  $s = S - \delta S < S$ . Les trois parties sont chargées en série, en négligeant l'effet de triaxialité des contraintes et d'hétérogénéité des contraintes dans la partie striction induit par l'effet du 'rayon d'entaille'.

Les deux équations de vitesse de déformation de fluage mentionnées ci-dessus sont utilisées ici pour prédire l'évolution de section-transversale. La première est la loi en puissance de Norton. L'expression de la section homogène S en fonction du temps, t, à partir du moment de l'apparition de striction, t<sub>striction</sub>, peut être écrite comme :

$$S(t) = S_{\text{striction}} \cdot (1 + n\dot{\epsilon}_{\min}^{\text{Norton}}(t_{\min} - t))^{\frac{1}{n}}$$
(13)

Avec la conservation de volume :  $S_{striction} = \frac{S_{initiale}}{(1 + \epsilon_{striction}^{ling})}$ .

La charge P est égale dans toutes les sections transversales le long de l'éprouvette :

$$P = \sigma^{\text{homo}} \cdot S = \sigma^{\text{striction}} \cdot s \tag{14}$$

La contrainte vraie dans chaque section transversale est exprimée comme une fonction de la vitesse de déformation vraie en utilisant la loi de puissance de Norton. Puis la vitesse de déformation vraie est exprimée comme une fonction à la fois la vitesse de section-transversale et la section-transversale en utilisant l'une hypothèse de conservation de volume. Par conséquent, une équation différentielle reliant les section-transversales homogènes et de striction est obtenue :

$$s^{n-1}ds = S^{n-1}dS \tag{15}$$

L'intégration de l'équation ci-dessus entre l'apparition de la striction et un temps donné, t, conduit à une relation entre la section-transversale homogène et de la striction :

$$s^n - s_{\text{striction}}{}^n = S^n - S_{\text{striction}}{}^n$$
 (16)

Après l'intégration de temps, si nous considérons que la déformation dans une façon ductile et lentement, la différence de section-transversale entre les parties homogènes et la partie de striction est donc faible ( $\delta S \ll S$ ). En utilisant l'approximation du premier ordre de Taylor, nous déduisons la relation donnée par (Hart, 1967):

$$\delta S = \delta S_{\text{striction}} \cdot \left(\frac{S_{\text{striction}}}{S}\right)^{n-1}$$
(17)

Pour ce modèle de striction, la différence de section-transversale entre la partie homogène et la partie de striction à l'apparition de striction prédite est calculée en utilisant :

$$\delta S_{\text{striction}} \approx \delta D_{\text{striction}} \cdot \sqrt{\pi \cdot S_{\text{striction}}}$$
 (18)

Avec  $S_{striction} = \frac{S_{initiale}}{1 + \varepsilon_{striction}^{ing}}$ ,

65

 $\delta D_{striction}$  est supposé comme la variation initiale du diamètre le long de l'éprouvette ( $\approx \delta D$ ), qui est comprise entre 0 à 20µm selon les mesures de profilomètrie laser. Pour évaluer la sensibilité des prédictions de  $\delta D$ , des calculs paramétriques sont effectués au paramètre à 1µm, 10µm, 20µm, 50 µm et 100µm.

Le critère pour la fracture finale est basé sur une réduction critique de minimum de section transversale. A partir des résultats de fluage aux températures entre 525° et 700°C, deux valeurs extrêmes de la réduction de minimum de section transversale sont choisies :  $r_{inf} = 40\% \ et \ r_{sup} = 60\%$ . L'influence du choix de réduction critique de valeur sera être discutée par la suite.

#### 2.6.2. Prédictions de durée de vie en utilisant la modélisation de la striction

La Figure 2. 34 montre les durées de vie prédites pour les différentes valeurs de variation initiale du diamètre en utilisant le modèle de striction avec la loi de Norton. Avec ce modèle, les prédictions de durée de vie sont stables avec une variation relative inférieure à 5% quand  $\delta D$  varie entre 0.1µm et 20µm. Ces dernières valeurs correspondent à des valeurs extrêmes de rugosité d'usinage des échantillons étudiés suivant la fabrication et le traitement de surface.



Figure 2. 34 : Durée de vie prédite par le modèle de striction en utilisant la loi en puissance de Norton, pour différentes valeurs de la variation du diamètre initial  $\delta D$  (en  $\mu$ m), Tôle SR (CEA/SRMA)

Le modèle de striction prédit que les sections transversales des échantillons de fluage diminuent très lentement avec le temps pendant la partie principale du stade tertiaire. La réduction de section transversale s'accélère significativement juste avant la rupture. Cette évolution est en accord avec les observations de l'échantillon de fluage pendant les essais interrompus de fluage sur acier martensitique (Lim, 2011). La durée de vie prédite est légèrement sous-estimée avec le critère de 60% et surestimée pour celui de 40% pour les aciers 316L(N) (Figure 2. 35).



Figure 2. 35 : Evolution de la section en zone de striction, (a) Tôle SR, 700°C, 80MPa,  $t_R$  expérimental : 6756h, (b) Tôle SP, 650°C, 170MPa,  $t_R$  expérimental : 3340h (CEA/SRMA).

Les durées de vie prédites et expérimentales pour les différents essais de fluage à 650°C de la tôle SP sont présentées sur le Tableau 2. 11. Les durées de vie prédites sont un peu sous-estimées par rapport à celles expérimentales. La durée de vie est prédite avec moins de 20% d'erreur.

$\sigma^{ing}$ (MPa)	170	190	210	230
t <sub>r</sub> expérimental (h)	3340	944	449	167
t <sub>r</sub> prédit (h)	2686	739	224	151

Tableau 2. 11 : Résultats expérimentaux et temps à rupture prédits avec le modèle de striction en utilisant la loi de puissance de Norton, Tôle SP, 650°, pour  $\delta D = 20 \mu m$ .

## 2.6.3. Dérivation des bornes inférieures ou supérieures

Le rapport entre la section de striction à la rupture et la section transversale est supposé être égal à une valeur critique,  $r_c = \frac{s}{s_{initiale}}$ . Expérimentalement,  $0.26 < r_c < 0.59$ . Les équations (13 et 16), et l'expression  $r_c$  conduisent à :

$$t_{\rm R} - t_{\rm min} = \frac{1}{n \cdot \dot{\epsilon}_{\rm min}} \left\{ \left( 1 - \frac{\delta S_{\rm min}}{S_{\rm min}} \right)^n - \exp[n \cdot (\epsilon_{\rm min} + \ln r_{\rm c})] \right\}$$
(19)

Dans l'équation (19), le terme exponentiel est petit et peut être négligé( $< 10^{-5} pour 6 \le n \le 20$ ; 17, 25%  $\le r_c \le 50\%$  et 0,8%  $\le \varepsilon_{min} \le 3,5\%$ ). Le temps à rupture peut donc être simplement prédit par l'équation (20), où  $\delta D_r$  est la variation relative du diamètre initial.

$$t_{\rm R} - t_{\rm min} = \frac{1}{n \cdot \dot{\epsilon}_{\rm min}} \{ (1 - \delta D_r \cdot (2 + \epsilon_{\rm min})^n) \}$$
(20)

Pour les essais de fluage effectués aux températures comprises entre 600°C et 700°C, les plages de variation de ces paramètres sont :

$$\delta D_r \in [10^{-4}; 10^{-3}]; \ \varepsilon_{min} \in [0,8\%; 3,5\%] \ et \ \frac{t_{min}}{t_R} \in [0,1; 0,3]$$

La durée de vie prédite avec l'équation 20 est montrée sur Figure 2. 38 et dans le chapitre 3 pour différentes contraintes et températures pour les aciers inoxydables austénitiques de type 316L(N). La courbe 'contrainte ingénieur – temps à rupture' utilisant le modèle de striction permet de prédire correctement les essais de fluage à court terme, cependant elle conduit à une surestimation de durée de vie pour les essais de fluage à long terme. Car l'endommagement inter-granulaire de fluage n'a pas été pris en compte dans la prédiction de durée de vie.

## 2.7. Prédiction de l'endommagement de fluage à long terme

La formation de cavités intergranulaires de fluage le long de joints de grains a été observée pour les durées de vie de fluage à long terme. La cavitation étudiée comporte deux étapes successives qui sont la nucléation et la croissance des cavités. Dans cette partie, nous présentons une étude théorique de la croissance de cavitations de fluage le long de joints de grains. Le modèle de 'germination - croissance de cavités par diffusion lacunaire de (Riedel, 1987)' sera présenté par la suite, afin de prédire l'effet de l'endommagement intergranulaire.

Les prédictions utilisant le modèle de Riedel sont ensuite comparées aux valeurs expérimentales ainsi qu'aux prédictions du modèle de striction présenté plus loin dans le Chapitre 3. Pour des raisons de simplicité, le couplage avec striction n'a pas été pris en compte dans le modèle actuel. Cette simplification est bien sûr un des points importants à améliorer dans notre modèle pour les études à venir.

#### 2.7.1. Loi de nucléation de cavités de Dyson

En réalité, les cavités n'ont pas germé instantanément, mais les unes après les autres. Une loi de cinétique phénoménologique de la germination de cavités intergranulaires a été proposée par Dyson, et est basée sur les résultats de nombreuses études expérimentales vérifiées pour différents matériaux. D'après de nombreuses mesures effectuées lors d'essais interrompus (Dyson, 1983), les cavités germent avec une vitesse constante,  $\dot{N}_0$ , pendant les essais de fluage. Cette loi est décrite par l'expression suivante:

$$\dot{N}_0 = \alpha' \cdot \dot{\varepsilon}_{\min} \tag{21}$$

 $\dot{N}_0$  est exprimé en termes de nombre de cavité par unité d'aire de joint de grain et par unité de temps (unité : m<sup>-2</sup>·s<sup>-1</sup>).

 $\dot{\mathcal{E}}_{\min}$  est une vitesse de déformation minimale (unité : s<sup>-1</sup>).

 $\alpha'$ est un facteur de proportionnalité, qui est obtenu expérimentalement, en fonction du matériau. Ce facteur est déterminé par les équations suivantes :

$$\alpha' = \frac{N_a}{\varepsilon_f} \tag{22}$$

$$N_a = \frac{d_g \cdot N_m}{\pi \cdot d_H} \tag{23}$$

 $N_a$ : Nombre de cavité par unité de surface de joint de grains (unité m<sup>-2</sup>).

 $N_m$ : Nombre de cavités par unité de surface de section polie (unité m<sup>-2</sup>).

 $\mathcal{E}_{f}$  : Déformation de zone homogène à la rupture.

 $d_{a}$ : Moyenne de la taille de grains (unité µm).

 $d_{H}$ : Moyenne harmonique du diamètre de la cavité intersectée par le joint de grains (unité  $\mu$ m).

 $\alpha'$ est évalué à l'aide du logiciel de traitement d'image (Visilog 7.0) appliqué à 10 images MEB-FEG obtenues avec un grandissement ×500 (~ 350 grains observés) pour chaque
échantillon. Le nombre de cavités par unité de surface de section polie,  $N_m$  est donné dans le paragraphe 2.5.4 (Tableau 2. 10).

Le protocole des aciers 316L(N) fourni par CEA, EDF et Creusot-Loire donne la moyenne du diamètre de grains austénitiques,  $d_g$ . Ce paramètre a été déterminé à partir de mesures le long de lignes aléatoires du rapport entre la longueur de la ligne et le nombre d'intersections du joint de grain avec la ligne. La valeur moyenne de  $d_g$  et l'écart type correspondant  $\Delta d_g$  ont été obtenus :  $d_g = 37,5\mu m \pm 7,5\mu m$ . L'erreur d'observation est proche de 20%. La vitesse de déformation minimale pour chaque température,  $\dot{\varepsilon}_{min}$ , est déterminée en utilisant la loi de puissance de Norton (Tôle SP, Tableau 2. 3).

Les équations (24, 25 et 26) donnent l'incertitude globale de mesure basée sur les erreurs de mesures sur des paramètres  $N_a$ ,  $\alpha'$  et  $\dot{N}_0$ . Les résultats du paramètre  $\alpha'$  sont rapportés dans le Tableau 2. 12.

$$\frac{\Delta N_a}{N_a} = \frac{\Delta d_g}{d_g} + \frac{\Delta N_m}{N_m} + \frac{\Delta d_H}{d_H}$$
(24)

$$\frac{\Delta \alpha'}{\alpha'} = \frac{\Delta N_a}{N_a} + \frac{\Delta \varepsilon_{fin}}{\varepsilon_{fin}}$$
(25)

$$\frac{\Delta \dot{N}_a}{\dot{N}_a} = \frac{\Delta \alpha'}{\alpha'} \tag{26}$$

Pour les aciers 316L(N) étudiés, les valeurs mesurées du facteur de proportionnalité,  $\alpha'$ , varient entre 3,99·10<sup>9</sup> m<sup>-2</sup> et 9,55·10<sup>9</sup> m<sup>-2</sup> pour des températures comprises entre 525°C et 700°C quelle que soit la section observée (Tableau 2. 12). La Figure 2. 36 présentent la valeur du paramètre  $\alpha'$  pour différentes températures. La Figure 2. 36 montre le facteur de proportionnalité pour différentes températures avec barre d'erreur. Les erreurs sont relativement importantes (de l'ordre de 30%). Elles sont principalement dues à l'erreur sur  $\alpha'$ , les autres erreurs (les impuretés prises pour des cavités, les cavités obstruées par la suspension de silice colloïdale lors de la préparation de l'échantillon et la prise en compte ou non des cavités situées sur les bords de l'image, etc.) étant négligeables. Le paramètre  $\alpha'$  dépend de la contrainte pour les essais de fluage réalisés à 650°C. Cette dépendance est observée ainsi à

Température	$\alpha'$	$\Delta \alpha'$	е
(°C)	$(10^9 \cdot m^{-2})$	$(10^9 \cdot m^{-2})$	
525	9,19	2,99	0,0325
600	4,47	1,45	0,0325
650	3,99	1,24	0,0312
700	9,55	3,65	0,0382

600°C et à 700°C. Plus la contrainte appliquée est élevée, plus le paramètre  $\alpha'$  devient important. Nous avons trouvé ce résultat qualitatif dans le chapitre 5 (voir paragraphe 5.2.3).

Tableau 2. 12 : Facteur de proportionnalité  $\alpha'$  pour différentes températures.



Figure 2. 36 : Facteur de proportionnalité pour différentes températures avec barre d'erreur.

Nous conclurons que le facteur de proportionnalité  $\alpha'$  est de l'ordre de 4·10<sup>9</sup> à 10<sup>10</sup>m<sup>-2</sup> pour un acier de type 316L(N) pour des essais de fluage rompus réalisés entre 525°C et 700°C. Ces valeurs de  $\alpha'$  sont du même ordre de grandeur que celles obtenues par (Lim, 2011) pour les aciers martinsitiques à 9-12%Cr pour des températures de fluage comprises entre 500°C et 600°C. (Riedel, 1987) a fité la courbe 'temps à rupture de fluage – contrainte appliquée' pour un acier de type 316 à 704°C (977K) utilisant l'équation de prédiction de durée de vie pour la germination continue et la croissance en diffusion de cavités. Le paramètre  $\alpha'$  ajusté (non mesuré) est donc de l'ordre de 3·10<sup>12</sup>m<sup>-2</sup>. Cette valeur de  $\alpha'$  est plus grande que celle obtenue par (Needham and Gladman, 1980) pour un acier de type 347 avec des essais de fluage réalisés entre 550°C et 650°C ( $\alpha' = 8\cdot10^{11}m^{-2}$ ). Selon Needham et Gladmann, ce paramètre est indépendant de la contrainte et de la température. Une étude récente de l'alliage 800 a été effectuée pour des températures de fluage comprises entre 500°C et 600°C (Huang et al., 2015). La valeur de  $\alpha'$  est de l'ordre de  $10^{12}$ m<sup>-2</sup> et est indépendant de la contrainte et de la température.

#### 2.7.2. Géométrie de cavités

La forme particulière des cavités peut réduire la barrière de germination et conduire à une cavitation aux joints de grains mais pas dans le réseau cristallin (Riedel, 1987). De plus, les cavités formées le long des joints de grains peuvent présenter différentes formes, si elles germent aux joints de grains, aux joints triples, aux joints quadruples ou aux interfaces avec les précipités situés aux joints de grains (Raj and Ashby, 1975). Dans ce qui suit, nous étudierons seulement le cas de cavités formées aux joints de grains (Figure 2. 37 (a)) et autour des précipités (Figure 2. 37 b). Ces deux configuratonss correspondent aux cas les plus fréquement rencontrés au MEB-FEG.



Figure 2. 37 : Cavitation (a) au joint de grains, (b) autour du précipité situé le long du joint de grains.

La géométrie des cavités est définie par son rayon de courbure r et l'angle  $\alpha$  (Figure 2. 37 (a)). Cet angle peut être calculé en tenant compte de l'équilibre entre l'énergie de surface de joint de grains  $\gamma_b$  et l'énergie de surface libre de la cavité  $\gamma_s$  (Riedel, 1987). Cet équilibre conduit à l'équation suivante :

$$\cos(\alpha) = \frac{\gamma_b}{2\gamma_s} \tag{27}$$

Le volume de cavité V peut être exprimé en fonction de r et  $\alpha$  (Riedel, 1987) :

$$V = r^3 F_{\nu}(\alpha) \tag{28}$$

72

Où  $F_{\nu}(\alpha)$  est une fonction de la géométrie qui dépend de  $\alpha$  et est donnée par (Riedel, 1987) :

$$F_{\nu}(\alpha) = \frac{2\pi}{3} \cdot \left(2 - 3\cos(\alpha) + \cos(\alpha)^3\right)$$
(29)

L'équation ci-dessous nous permet de définir le paramètre  $h(\alpha)$  qui est le volume de cavité divisé par le volume d'une sphère de rayon r (Riedel, 1987) :

$$h(\alpha) = \frac{3F_{\nu}(\alpha)}{4\pi\sin(\alpha)^3} = 0.836 \pm 0.139$$
(30)

Avec  $\gamma_b = 0.75 \pm 0.45 \text{ J} \cdot \text{m}^{-2}$  (Caul et al., 1996) pour les joints de grains généraux,  $\gamma_s = 2.5 \pm 0.5 \text{ J} \cdot \text{m}^{-2}$  (Vitos et al., 1998), la valeur de  $h(\alpha)$  vaut  $0.836 \pm 0.139$ . Cette valeur correspond à celle trouvée par (Raj and Ashby, 1975).

# 2.7.3. Introduction de la croissance de cavité couplée avec la germination continue

L'étude de la croissance de cavités le long de joints de grains dans les métaux et alliages soumis au fluage à haute température a peut-être induite par la diffusion lacunaire le long des joints dans les années 70. [(Hull and Rimmer, 1959), (Raj and Ashby, 1975), (Rice, 1981) et (Riedel, 1985)]. De nombreux modèles de croissance de cavités par diffusion lacunaire ont été proposés depuis de nombreuses décennies. (Hull and Rimmer, 1959) ont été parmi les premiers auteurs qui ont proposé un mécanisme par lequel la diffusion conduit à une croissance d'une cavité isolée dans un métal sous une contrainte externe appliquée. Le modèle a influencé, pendant des décennies, l'étude de la croissance des cavités dans les poly-cristaux. De nombreux développements, de complexité croissante ont essayé de représenter les processus de croissance des cavités. Ces études présentent la modélisation des cavités situées le long des joints de grains soumis à une contrainte normale égale à la contrainte uni-axiale macroscopique.

Dans cette famille de modèles de croissance des cavités, les cavités de fluage ont été supposées être situés le long des joints de grains simples. Ces modèles ne tiennent pas compte de la cavitation au niveau des jonctions triples où la taille des cavités est maximale d'après les observations du paragraphe 2.5.3. La force motrice de la croissance des cavités a été supposée

comme étant la contrainte normale agissant sur les joints de grains, et non la contrainte hydrostatique. Cette contrainte normale est approchée par la contrainte macroscopique. L'hétérogénéité de contrainte dues aux formes complexes des grains ou aux incompatibilités viscoplastiques entre les grains voisins ne sont pas prises en compte par ces modèles. Ils négligent aussi l'hétérogénéité de contraintes aux points triples et aux interfaces de carbure - matrice pour des cavités formées dans ces sites.

Riedel suppose que, sous certaines conditions de contrainte et de température, les cavités croissent par la diffusion et naissent par germination continue. Au cours du fluage, les cavités n'ont pas germé en même temps, mais de manière continue les unes après les autres. En fait, les cavités germent plutôt sur les sites ayant une petite barrière d'activation. Les sites peuvent être par exemple les joints triples des poly-cristaux, où la contrainte locale est élevée par rapport aux autres. La germination de cavités commence tôt et se poursuit sur une fraction appréciable des durées de vie de fluage des alliages. La germination et la croissance de cavités provoquent la coalescence des cavités et la formation de fissures. La rupture des éprouvettes a lieu lorsque la fraction surfacique de cavités et de fissures atteint une valeur critique  $\omega_f$ . Par la suite, différents paramètres comme la géométrie de cavités, le taux de nucléation de cavités  $\dot{N}_0$  et le coefficient de diffusion  $D_b$  seront introduits.

### 2.7.3.1. Coefficient de diffusion lacunaire

La principale cause de la cavitation intergranulaire est liée au fait que les lacunes deviennent mobiles à température élevée. A des températures de service typiques des alliages résistants au fluage, la diffusion des atomes le long des joints de grains prédomine. La croissance des cavités résulte de la diffusion lacunaire le long des joints de grains. Les lacunes supplémentaires se forment conduisant à une croissance de cavité (Balluffi et al., 1981). Ainsi, le coefficient de diffusion lacunaire le long de joint des grains devient un paramètre important pour la fracture intergranulaire de fluage. Le pré facteur du coefficient d'autodiffusion des joints de grains  $D_{gb}^0 \delta = (5,3 \pm 1,4)10^{-13} m^3 s^{-1}$  et l'énergie d'activation  $Q_{gb} = 177 \pm 17kJ / mol$ , des aciers inoxydables austénitiques de type 316, ont été mesurées par (Perkins et al., 1973). Le paramètre *R* est la constante universelle des gaz parfaits qui vaut 8,314 J·mol<sup>-1</sup>·K<sup>-1</sup>. Le Tableau 2. 13 montre le coefficient d'autodiffusion pour différentes températures.

$D_{gb}\delta = D_{gb}^0\delta\epsilon$	$\exp\!\!\left(-\frac{Q_{gb}}{RT}\right)$
Température	$D_{gb}\delta$
(°C)	$(m^{3} \cdot s^{-1})$
525	1,38E-24
550	3,11E-24
600	1,36E-23
650	5,11E-23
700	1,67E-22

Tableau 2. 13 : Coefficient d'autodiffusion intergranulaire pour différentes températures. Acier 316, (Perkins et al., 1973).

### 2.7.3.2. Longueur de Rice

Le domaine d'applicabilité du modèle de croissance de cavités par diffusion lacunaire peut être évalué en utilisant un paramètre de longueur,  $L_R$ . Ce paramètre est donné par l'équation 32, est souvent appelé la 'longueur de Rice' et a été introduit dans (Rice, 1979). Le rapport du taux de croissance lorsque l'on ne considère que le fluage (nous négligeons le transport de matières le long du joint de grains) sur le taux de croissance lorsque l'on ne considère que le mécanisme de diffusion (nous négligeons la viscoplasticité) est donné par

 $\left(\frac{r_b}{L_R}\right)^3$  (Needleman and Rice, 1980).

$$L_{R} = \left(\frac{D_{gb}\delta \cdot \Omega \cdot \sigma}{k_{b} \cdot T} \frac{1}{\dot{\varepsilon}_{\min}}\right)^{\frac{1}{3}}$$
(32)

Où :

 $D_{gb}\delta$ : Coefficient d'autodiffusion des joints de grains multiplié par l'épaisseur du joint de grain,  $\delta$  (unité m<sup>3</sup>.s<sup>-1</sup>).

- $\Omega$  : Volume atomique (unité m<sup>3</sup>).
- $\sigma$  : Contrainte de traction appliquée (unité Pa).
- $k_b$  : Constante de Boltzmann (unité J·K<sup>-1</sup>).
- $\dot{\mathcal{E}}_{min}$  : Vitesse de déformation minimale (unité s<sup>-1</sup>).

(Needleman and Rice, 1980) ont supposé que la croissance de cavités est contrôlée par la diffusion seule si  $r_b/L_R < 0.2$  (l'effet de la viscoplasticité est négligé). Les processus de diffusion et de viscoplasticité se combinent pour produire un excès de croissance si  $0.2 < r_b/L_R < 20$  (très en excès si  $1 < r_b/L_R < 5$ ), par rapport au cumul simple des mécanismes individuels. Enfin, le processus de viscoplasticité est le mécanisme dominant si  $r_b/L_R > 20$ .

Le rapport  $r_b/L_R$  de quelques échantillons étudié est toujours inférieur à 0,2. Par conséquent, dans notre cas, la croissance de cavités par viscoplasticité peut être négligée et l'équation de croissance par diffusion peut être utilisée dans ce contexte (Tableau 2. 14).

Température (°C)	Contrainte (MPa)	$\overset{\dot{\varepsilon}_{min}}{(10^{-9}\cdot s^{-1})}$	$L_R$ ( $\mu m$ )	$r_b$ ( $\mu m$ )	$\frac{r_b}{L_R}$
525	370	3,89	5,22	0,75	0,1435
600	220	5	8,44	0,67	0,0799
650	170	7,5	1,03	0,58	0,0653
700	160	5,83	1,27	0,43	0,0343

Tableau 2. 14 : Longueur de Rice pour différentes températures.

### 2.7.3.3. Vitesse de croissance de cavités

(Raj and Ashby, 1975) ont montré que le taux de croissance des cavités est donné par :

$$\dot{r}_{b} = \frac{2\Omega D_{gb}\delta}{h(\alpha)k_{b}T} \left(\frac{1}{r_{b}}\right)^{2} (1-\omega) \frac{\Sigma_{n} - \sigma_{0}(1-\omega)}{q(\omega)}$$
(33)

Avec  $\omega = (r_b/L)^2$ ,  $\sigma_0 = 2\gamma_s/r$  et  $q(\omega) = 2\ln(\frac{1}{\omega}) - (1-\omega)(3-\omega)$ . Ils supposent que le

flux de diffusion des lacunes est induit par la contrainte normale agissant sur les joints de grains, et non par la pression hydrostatique.

'Constraints on diffusive cavity growth' initialement proposé par (Dyson, 1976) a ensuite été modélisé par (Rice, 1981). Le taux de croissance des cavités est donné par l'équation (34). Pour les matériaux viscoplastiques obéissant à la loi de Norton avec un exposant n, (Riedel, 1985) a suggéré que le paramètre  $\zeta$  est égale à  $\frac{4}{\pi^2 \sqrt{(1+\frac{3}{n})}}$ . Nous avons

vérifié que  $\frac{8L_R^3}{\zeta L^2 d_g} \ll q(\omega)$ . Nous pouvons affirmer que nous sommes dans le domaine où 'Constraints cavity growth' est négligeable.

$$\dot{r}_{b} = \frac{2\Omega D_{gb}\delta}{h(\alpha)k_{b}T} \left(\frac{1}{r_{b}}\right)^{2} \frac{\sum_{n} - \sigma_{0}(1-\omega)}{\frac{8L_{R}^{3}}{\zeta L^{2}d_{e}} + q(\omega)}$$
(34)

## 2.7.4. Modélisation de la cavitation par diffusion lacunaire (modèle de Riedel)

(Riedel, 1987) a proposé deux bornes pour encadrer les durées de vie. De plus, une amélioration a été proposé par Lim (Lim et al., 2011).

$$0.301 \cdot \left(\frac{h(\alpha)k_bT}{\Omega D_b \delta \Sigma_n}\right)^{\frac{2}{5}} \frac{\left(\overline{\omega}\right)^{0.5164}}{\left(\dot{N}_0\right)^{\frac{3}{5}}} \le t_R \le 0.354 \cdot \left(\frac{h(\alpha)k_bT}{\Omega D_b \delta \Sigma_n}\right)^{\frac{2}{5}} \frac{\left(\overline{\omega}\right)^{\frac{2}{5}}}{\left(\dot{N}_0\right)^{\frac{3}{5}}}$$
(35)

## 2.7.5. Prédictions de durées de vie pour les aciers 316L(N)

La Figure 2. 38 présente la comparaison entre les durées de vie expérimentales et les durées de vie prédites par le modèle de striction et le modèle de Riedel. Nous constatons que la plupart des points expérimentaux se situent autour des lignes de prédiction obtenues en prenant la moyenne arithmétique de la borne supérieure et de la borne inférieure du modèle de Riedel. Les points qui s'en écartent correspondent soit à de faibles valeurs de l'endommagement expérimental, proche du seuil de détection, et donc soumises à une incertitude de mesure élevée, soit à des valeurs élevées de l'endommagement expérimental, pour lesquelles une extrapolation importante du calcul a été effectuée. En conclusion de cette comparaison expérience – prédiction, nous soulignons que le modèle de croissance de cavités par la diffusion lacunaire de Riedel nous permet de prédire correctement les durées de vie. Des comparaisons beaucoup plus approfondies sont détaillées au chapitre 3.



Figure 2. 38 : Comparaison entre durées de vie expérimentales (fournies par CEA/EDF/Creusot-Loire et (NIMS, 2013)) et durées de vie prédites par le modèle de striction et le modèle de Riedel.

# 2.8. Analyse par Sonde Atomique Tomographique (SAT)

Pendant le temps de fluage, l'endommagement par cavitation intergranulaire se développe principalement aux interfaces 'matrice / précipité', aux points triples et le long des joints de grains. Dans la littérature, la ségrégation du soufre et du phosphore aux joints de grains et au voisinage des cavités de fluage a été rapportée dans les échantillons flués. Il est suggéré qu'ils facilitent la germination et la croissance de cavités. Il a été observé que, dans les aciers inoxydables de type 304, la ségrégation du soufre au niveau de cavités situées aux joints de grains est plus importante que pour le phosphore (Jun et al., 1986). Les diagrammes d'Auger indiquent que le phosphore accélère la germination de cavités de fluage, mais retarde leur croissance. Cependant, le soufre a peu d'effet sur la germination et la croissance des cavités (White et al., 1981). Il a également été montré qu'à partir de résultats de la cartographie d'Auger, dans les aciers ferritiques martensitiques qui contiennent 12% de chrome, une plus grande concentration de soufre est présente où la germination des cavités a lieu (Eggeler et al., 1989). Une étude plus récente des aciers ferritiques martensitiques revenus qui contiennent 12% de chrome montre qu'une forte ségrégation du phosphore est détectée au niveau des interfaces de carbure et ferritiques (après analyse avec une sonde atomique tomographique) (Isik et al., 2015). L'objectif de cette partie est d'étudier la distribution de soufre et/ou de phosphore aux joints de grains. La présente étude a été réalisée avec France Dalle au CEA/SRMA/LA2M, ainsi qu'avec Dominique Monglink et Marion Descoins à l'IM2NP (Institut Materiaux Microelectronique Nanosciences de Provence) -CNRS (French National Center for Scientific Research) - Université d'Aix-Marseille et Toulon.

### 2.8.1. Matériaux et méthodes

Le matériau étudié est un acier inoxydable austénitique de type 316L(N), Tôle SR, présentant des carbures de type  $M_{23}C_6$  (M = Cr et/ou Mo majoritaires) aux joints de grains au cours du fluage. Les échantillons observés sont prélevés dans deux éprouvettes de fluage rompues:

Le micro-usinage à la sonde ionique focalisée FIB (Focused Ion Beam – Helios NanoLab DualBeam) est largement utilisé pour la fabrication des échantillons de la sonde atomique. Généralement, un faisceau d'électrons focalisés au Gallium est employé pour préparer les pointes. Plusieurs pointes ont été élaborées par FIB à l'IM2NP, à partir d'échantillons massifs polis mécaniquement jusqu'à 1  $\mu$ m avec une solution d'OPS. La procédure de préparation de ces échantillons est décrite dans le paragraphe 2.4. Les zones d'observation et de prélèvement sont situées loin de la section de striction, comme le montre la Figure 2. 39 (a). Les échantillons ont été examinés avec un microscope optique et un MEB-FEG pour sélectionner les précipités M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> le long du joint de grains et aux points triples (Figure 2. 39 (b)). La Figure 2. 40 (a) correspond à un prélèvement sur plusieurs précipités de petite taille alignés sur un joint de grain. (Une couche de Platine a été déposée pour protéger l'échantillon de la pulvérisation du gallium). Les prélèvements individuels ont été taillés en pointes très fines (de forme cônique 200nm × 200nm) avec une FIB (Figure 2. 40 (b) et (c)). La procédure utilisée pour ces préparations a été décrite par (Miller et al., 2007) et (Felfer et al., 2011).

Certaines pointes ont été fabriquées pour être utilisées avec une Sonde atomique tomographique (SAT – LEAP 3000X HR à l'IM2NP). Le mode laser a été utilisé, dans le domaine visible de longueur d'onde:  $\lambda = 532$  nm. Cette sonde est équipée d'un réflectron permettant d'améliorer la résolution du spectre de masse (Flight Path = 382 mm). Afin d'évaporer sous forme d'ions les atomes de la surface de la pointe, la température de pointe

<sup>essai rompu à 4854 h, à 600°C, 230 MPa,
essai rompu à 7062 h, à 650°C, 130 MPa.</sup> 

est de 50K. Les reconstructions de pointes sont faites grâce au logiciel d'exploitation IVAS fourni par la société CAMECA.



Figure 2. 39 : Aciers 316L(N), essais de fluage rompu à 600°C et 230MPa avec une durée de vie de 4854h. (a) Schéma montrant la coupe longitudinale et l'image MO (Microscope Optique) de la zone d'observation (CEA / SRMA / de LA2M). (b) Image MEB-FEG avec un grandissement ×10000 (CEA / SRMP).



Figure 2. 40 : Aciers 316L(N), échantillon d'essais de fluage rompu à 600°C et 230MPa avec une durée de vie de 4854h, Images FIB (IM2NP). (a) dépôt de Platine couvrant les précipités avec la localisation des prélèvements pour les différentes pointes. (b) La zone de prélèvement découpée en trois. (c) Echantillon de forme cônique (200nm × 200nm).

## 2.8.2. Identification des objets présents dans les pointes

Cette partie consiste à présenter des images des pointes reconstruites afin d'identifier des objets (joint de grain, carbure, matrice) susceptibles d'être présents, compte tenu des lieux de prélèvement. La reconstruction de l'une de ces pointes (Figure 2. 41) montre une répartition homogène des différentes espèces chimiques. Elle est probablement constituée principalement de la matrice austénitique. (La plupart des pointes présente cette caractéristique).



Figure 2. 41 : Reconstruction de la pointe obtenue à partir d'une analyse avec SAT montrant la distribution en 3D d'atomes où tous les ions (Fe, Cr, Mo, Ni, N, P, S, C, etc..) sont affichés exceptés ce du Gallium, dans l'échantillon flué à court terme. (Run R30\_04654, essai rompu après 4854h, à 600°C, 230MPa).

Une étude approfondie de la pointe M8 (run R30\_04656) est proposée par la suite. Une façon de comparer les différentes zones consiste à tracer des profils 1D de composition chimique le long de l'axe Z du ROI (« Region Of Interest ») cylindrique représenté sur la Figure 2. 42. Une zone dense et une zone moins dense en fer sont observées. Il est probable qu'elle corresponde à un joint de grain dans la pointe M8. Nous pourrions alors expliquer la différence de densité de part et d'autre du joint de grain par l'orientation cristallographique des deux grains. Une surdensité d'atome de phosphore à proximité de la zone de joint de grain, sans être incluse dans le joint est obtenue par la reconstruction. Cette image présente une répartition des atomes de fer et de phosphore dans la pointe reconstruite afin d'identifier une ségrégation éventuelle de cette espèce chimique.



Figure 2. 42 : Reconstruction de la pointe M8 obtenue à partir d'une analyse avec SAT montrant la distribution en 3D d'atomes de Fer (en Fuchsia) et de Phosphore (en Bleu) dans l'échantillon flué à court terme avec une représentation d'un cylindre allongé (ROI) de ( $\pi \times 10^2 \times 40 \text{ nm}^3$ ). (Run R30 04656, essai rompu à 4854h, à 600°C, 230MPa).

La Figure 2. 43 (a) montre une projection du cylindre en 2D  $(40 \times 20 \text{ nm}^2)$  où les concentrations locales ont été évaluées le long de l'axe de coordonnées Z. Elle présente la répartition des ions phosphore sous forme de sphères bleues et les atomes de fer sont représentés en couleur fuchsia au sein de la pointe reconstruite représentée sur Figure 2. 42. La Figure 2. 43 (b) presente le profil de concentration de Fer et de Phosphore le long de l'axe Z. La concentration de fer est proche de 61% en masse le long de cet axe. Nous observons une chute de concentration d'une taille proche de 10nm au niveau du joint de grain. Par ailleurs, un pic de Phospore apparait à approximité du joint de grain.



Figure 2. 43 : Données de la sonde atomique tomographique obtenues à partir du volume de référence dans la Figure 2. 42. (a) Projection du cylindre en 2D (40 x 20 nm2). (b) Profil de concentration de Fer et de Phosphore le long de l'axe Z.



Figure 2. 44 : Profil d'intégrale de l'élément de ségrégation 'Phosphore' à partie de la Figure 2. 43 (Données fournies par D. Mangelinck, IM2NP).

L'élément de ségrégation 'Phosphore' est observé au voisinage d'un joint de grains sur la Figure 2. 44 sous la forme d'un profil d'intégrale. L'étude de détermination du profil d'intégrale est décrite par (Krakauer and Seidman, 1993) et (Shashkov and Seidman, 1995).

Pour un acier ferritique martensitique revenu qui contient 12% de chrome, une forte ségrégation du 'Phosphore' a été détectée à l'interface matrice ferritique/carbure (Isik et al., 2015). Ceci est lié au fait que les carbures  $M_{23}C_6$  ne dissolvent pas le Phosphore, lorsqu'ils germent et croissent le long du joint de grains. Ces carbures intergranulaires poussent le Phosphore vers la matrice ferritique. Cela peut en outre favoriser la formation de particules de la phase Laves à côté de carbures. Parce que, un enrichissement local de Phosphore est nécessaire avant que des particules de phase Laves se forment. Les conclusions obtenues par Isik nous aident à comprendre qu'un amas de Phosphore observé dans la matrice austénitique au voisinage de joint de grain peut favoriser la formation de la phase Laves. Pour mieux interpréter la ségrégation de Phosphore ou Soufre, d'autres observations par SAT pourraient être développés par la suite.

# Résumé

Dans ce chapitre, nous montrons que les aciers 316L(N) obéissent relativement bien à la loi de Monkman-Grant. Cette loi permet de prédire la durée de vie en fluage grâce à une courbe unique pour une vitesse de déformation secondaire donnée. Trois méthodes différentes ont été utilisées pour déterminer la vitesse de déformation ingénieur minimale. La loi en puissance de Norton est ajustée pour des températures comprises entre 525°C et 700°C. Le tracé de la loi de Norton pour les aciers 316 met en évidence un changement de pente entre les faibles et les forts régimes de contrainte. Donc, différents essais de fluage à très faible contrainte des aciers 316L(N) à haute température ont été réalisés durant cette thèse.

L'étude expérimentale du comportement mécanique macroscopique et microscopique des essais de fluage pour différentes températures et contraintes nous mène à comprendre les caractéristiques de la précipitation et l'endommagement de fluage, notamment la cavitation intergranulaire. Ensuite, les modélisations de l'endommagement de fluage court terme (le modèle de striction) et long terme (le modèle de Riedel de croissance de cavités par la diffusion lacunaire couplée à un modèle de germination continue) sont présentées afin de prédire les durées de vie pour les aciers 316L(N). Une comparaison expérience – prédiction montre que les deux modèles prédisent correctement les durées de vie.

Le seul paramètre expérimental à déterminer dans le modèle de Riedel est le taux de germination de cavités qui s'exprime en fonction du facteur de proportionnalité  $\alpha'$ . Dans cette étude,  $\alpha'$  obtenue est de l'ordre de  $10^9$  à  $10^{10}$ m<sup>-2</sup> pour un acier de type 316L(N) pour des essais de fluage rompus réalisés entre 525°C et 700°C. La valeur de  $\alpha'$  accroît avec la contrainte appliquée pour une température donnée.

L'utilisation de la Sonde Atomique Tomographique nous permet d'identifier la nature des éléments chimiques ségrégeant au sein du matériau. Pour les échantillons flués à haute température des aciers 316L(N), les pointes reconstruites sont analysées à partir d'images de la répartition des atomes de fer et de phosphore. Une analyse plus poussée d'une pointe de très bonne qualité est proposée à l'aide de l'étude d'une ROI (« Region of Interest ») et de profils 1D de composition chimique. Les reconstructions montrent qu'une ségrégation des atomes de Phosphore est observée au voisinage d'un joint de grains, à une distance de l'ordre de quelque nanomètre de celui-ci, qui pourra peut-être favoriser la formation de la phase Laves.

Chapitre 3. Prédiction des durées de vie en fluage pour une large gamme d'aciers inoxydables austénitiques et de températures

U faut reconnaitre que la nature est tres artiste. La loi des contrastes, elle la pratique ; en grand d'ailleurs, comme tout ce qu'elle fait. Jules Verne, 1828 - 1905. Le secret de Wilhelm Storitz/

es durées de vie de fluage sont prédites par le modèle de striction et le modèle de Riedel couplant croissance de cavités par diffusion lacunaire et germination continue pour les aciers 316L(N) pour différentes températures, ainsi que pour d'autres matériaux comme les aciers 304H, 316H et 321H. Le temps de transition mesuré et prédit est déterminé pour chaque température. Les temps à rupture prédits par ces deux modèles permettent de valider la relation de Larson-Miller et sont comparés avec ceux obtenus expérimentalement. Le tracé de la loi de Norton pour l'acier 316H met en évidence un changement de pente entre les faibles et les forts régimes de contrainte. Le modèle de Riedel est utilisé avec les paramètres de loi de Norton identifiés aux faibles régimes de contrainte, la durée de vie à long terme est prédite convenablement jusqu'à 25 ans. Ce travail a été publié dans "Engineering Failure Analysis" en Décembre 2015, volume 58, partie 2, page 452-464.

reep life times are predicted by the necking model and the Riedel model of cavity growth by vacancy diffusion along grain boundaries coupled with continuous nucleation. The predictions are made for 316L(N) SSs at different temperatures, as well as other materials such as 304H, 316H and 321H steels. The measured and predicted transition times are determined for each temperature. The time to failure predicted by both models are used to validate the Larson-Miller relationship and are compared with those obtained experimentally. The plot of dependence of the strain rate with respect to the stress for 316H steels shows a change in slope between the weak and the high stress regimes. The Riedel model is used with the Norton exponent measured at low stress. Long-term lifetimes are predicted suitably up to 25 years. This work was published in "Engineering Failure Analysis", volume 58, part 2, December 2015, pages 452-464.

3.1.	Abstract	
3.2.	Introduction	
3.3.	Experimental procedures	
3.4.	Modeling of necking evolution	
3.5.	Intergranular damage prediction	
3.6.	Very long term creep failure of other austenitic stainless steels	
3.7.	Discussion	
Sum	nary and conclusions	
Ackn	owledgements	
Nom	enclature	

# Modelling and experimental study of long term creep damage in austenitic stainless steels

# Y.CUI<sup>a,b,\*</sup>, M. SAUZAY<sup>a</sup>, C. CAES<sup>a</sup>, P. BONNAILLIE<sup>c</sup>, B. ARNAL<sup>d</sup>, C. CABET<sup>e</sup>, M. BLAT-YRIEIX<sup>f</sup>, S. DUBIEZ-LEGOFF<sup>g</sup>

<sup>a</sup>CEA, DEN, SRMA, LC2M, F-91191 Gif-sur-Yvette, France <sup>b</sup>Université Paris 6 Pierre et Marie Curie, 75005 Paris, France <sup>c</sup>CEA, DEN, SRMP, F-91191 Gif-sur-Yvette, France <sup>d</sup>CEA, DEN, SRMA, LA2M, F-91191 Gif-sur-Yvette, France <sup>e</sup>CEA, DEN, DANS, Département des Matériaux pour le Nucléaire, F-91191 Gif-sur-Yvette, France <sup>f</sup>EDF, R&D, MMC, Site des Renardières, 77818 Moret sur Loing, France <sup>g</sup>AREVA, NP, 69006 Lyon, France

# **3.1.** Abstract

One of the main challenges for some reactors components in austenitic stainless steels at high temperature in-service conditions is the demonstration of their behavior up to 60 years. The creep lifetimes of these stainless steels require on the one hand to carry out very long term creep tests and on the other hand to understand and to model the damage mechanisms in order to propose physically–based predictions toward 60 years of service. Different batches of austenitic stainless steels like-type 316L with low carbon and closely specified nitrogen content, 316L(N), are subjected to numerous creep tests carried out at various stresses and temperatures between 525°C and 700°C up to nearly 50•10<sup>3</sup> hours.

Interrupted creep tests show an acceleration of the creep deformation only during the last 15% of creep lifetime, which corresponds to macroscopic necking. The modeling of necking using the Norton viscoplastic power-law allows lifetime predictions in fair agreement with experimental data up to a transition time of about ten thousand hours which is temperature dependent. In fact, one experimental result together with literature ones, shows that the extrapolation of the 'stress – lifetime' curves obtained at high stress data leads to large overestimations of lifetimes at low stress. After FEG–SEM observations, these overestimates are mainly due to additional intergranular cavitation as often observed in many metallic materials in the long term creep regime. The modeling of cavity growth by vacancy diffusion along grain boundaries coupled with continuous nucleation proposed by Riedel is carried out. For each specimen, ten FEG–SEM images (about 250 observed grains) are analyzed to determine the rate of cavity nucleation assumed to be constant during each creep

test in agreement with many literature results. This measured constant rate is the only measured parameter which is used as input of the Riedel damage model. Lifetimes for long term creep are rather fairly well evaluated by the lowest lifetime predicted by the necking model and the Riedel model predictions. This holds for experimental lifetimes up to 200000 hours and for temperatures between 525°C and 700°C. A transition time as well as a transition stress is defined by the intersection of the lifetime curves predicted by the necking and Riedel modelings. This corresponds to the change in damage mechanism. The scatter in lifetimes predicted by the Riedel model induced by the uncertainty of some parameter values is less than a factor of three, similar to experimental scatter. This model is also validated for various other austenitic stainless steels such as 304H, 316H, 321H (creep rupture data provided by NIMS). A transition from power-law to viscous creep deformation regime is reported in the literature at 650°C–700°C for steel 316H. Taking into account the low stress creep rate law, it allows us to predict lifetimes up to 200000 hours at very high temperature in fair agreement with experimental data.

*Keywords:* Austenitic stainless steels (SSs); long term creep; necking; intergranular damage; cavity nucleation; cavity growth; grain boundary diffusion.

<sup>\*</sup> Corresponding author. Tel.: +33-(0)1-69-08-67-26; fax: +33-(0)1-69-08-71-67. *E-mail address:* Yiting.cui@cea.fr

# **3.2.** Introduction

The Larson–Miller relationship ((Larson and Miller, 1952), (ENSMP, n.d.) and (Furillo et al., 1977)) is a parametric equation used to extrapolate creep experimental data and creep rupture lifetimes of engineering materials. Fig. 1 shows experimental creep failure data for various materials using this relationship. The specific material constant is approximately equal to twenty for most materials. As can be observed, a transition in the lifetime regime appears for each material. It may be due to a change in fracture mechanisms. Likewise for some IVth generation reactor components in austenitic stainless steels, experimental 'creep failure stress - lifetime' curves of the steel 316L(N) are plotted for tests carried out at temperatures between 525°C and 700°C (Fig. 2). The extrapolation of these curves based on high stress data leads to overestimated lifetimes. For example, the extrapolation of curve at 700°C differs by a factor of ten at low stress with respect to available experimental data. Therefore, long-term creep lifetimes cannot be predicted by the extrapolations based on short-term data.

Viscoplastic instability called 'necking' was shown to be the main mechanism of rupture of austenitic stainless steels at high temperature ((Morris and Harries, 1978b), (Yoshida, 1985) and (Quentin Auzoux, 2004)). (Hart, 1967) developed a necking modeling in the viscoplastic framework. Necking was first studied by (Considère, 1885) in the plasticity framework and more recently by (Dumoulin et al., 2003). For viscoplastic materials, this material obeys the Norton power-law equation. Necking model predicts the creep curves and the creep to failure time of steels at various temperatures and stresses. The lifetime predictions using the necking model leads to large overestimations of long term creep lifetimes (Cui et al., 2013). Therefore, the necking model is used only for predicting short to medium term creep fracture.

For austenitic stainless steels, creep tests leading to intergranular failure at high temperatures were studied by Morris et al. (Morris and Harries, 1978b), Needham et al. (Needham and Gladman, 1984), Gandhi et al. (Gandhi and Raj, 1982) and Riedel (Riedel, 1987). Meanwhile, the intergranular cavities creep along grain boundaries were observed by SEM for the long term creep lifetimes. The main cause of intergranular cavitation is that vacancies become mobile at elevated temperature. At typical service temperatures of creep-resistant alloys, diffusion along grain boundaries predominates. Vacancy diffusion along grain

boundaries can aggregate to form cavity nuclei. And additional vacancies are applied leading to cavity growth. After that, the study of cavity growth in metallic solids subjected to creep at high temperature has been carried out by Raj and Ashby (Raj and Ashby, 1975). The applicability domain of the diffusion cavity growth models can be assessed using a length parameter,  $L_R$ , usually called 'Rice length' which is the ratio between viscoplastic cavity radius rate and diffusion cavity radius rate. For creep tests under study, considering only diffusion cavity growth is sufficient; if the criterion suggested by Needleman and Rice (Needleman and Rice, 1980) is satisfied. That means if the ratio between the measured cavity radius and the Rice length is lower than 0.2; then cavity growth is controlled by diffusion alone and growth by viscoplasticity can be neglected. In reality, cavities do not nucleate at the same time but continuously one after another. A phenomenological kinetics law of nucleation of intergranular cavities has been proposed by Dyson (Dyson, 1983), who suggested that the cavities nucleate at a constant rate during each creep,  $\dot{N}_0$  which is proportional to the minimum creep strain rate,  $\dot{\epsilon}_{min}$ , with a pre-factor denoted as  $\alpha'$ . This is the only measured no fitted parameter used in the Riedel model.

We intend to determine experimentally the different mechanisms leading to the creep failure of austenitic stainless steels for large ranges of stress and temperature. According to the literature results, we consider two fracture models which are 'necking model for short term creep' and 'Riedel model for long term creep'. These two models are compared with the experimental creep results. The present study of austenitic stainless steels (SSs) is mainly focused on the family of low-carbon and nitrogen-strengthened steels. Multi-batch creep data are provided by CEA, EDF, Creusot-Loire (316L(N)); the National Institute for Materials Science, Japan, NIMS (NIMS, 2013) (316LN) and the study of Brinkman et al., ORNL (Brinkman, 2001) (316L(N)).

# **3.3.** Experimental procedures

The materials used in the experimental part are 316L(N) stainless steels produced notably by Creusot-Loire (AFCEN, 2012). The chemical composition requirements are shown in Tab. 1. The Creusot-Loire plates were heat treated at about 1100°C for about one hour followed by water quenching. Long-term tensile creep tests have been conducted to failure at temperatures between 500°C and 750°C for a large range of applied stresses. These tests have been carried out at CEA/SRMA, EDF and Creusot-Loire (Unirec) laboratories. Lifetimes

between a few hours and 50000 hours have been obtained. The NIMS batch AaM does almost fulfill all requirements of the 316L(N) definition.



Fig. 1. Curves plotted for very different materials using the Larson-Miller relation (Larson and Miller, 1952) and (ENSMP, n.d.)  $log(\sigma) = Function[T(C + log(t))]$ . Larson-Miller proposed that the constant C may have a universal value of 20 (Furillo et al., 1977).



Fig. 2. 'Stress – Lifetime' Curves, 316L (N) SSs (CEA/SRMA, EDF & Creusot-Loire; NIMS (NIMS, 2013) ; ORNL (Brinkman, 2001)). Extrapolation from high to low stress based on a power law relationship.

The creep-ruptured specimens were cut longitudinally and transversally using a watercooled fine cutter, embedded in conductive resin and polished on emery papers and on buffing cloths with paste. The polishing on emery papers was carried out in the following order: grade180 (containing SiC particles of 100 $\mu$ m), grade 240 (80 $\mu$ m), grade 320 (60 $\mu$ m) and grade 600 (30 $\mu$ m). The final polishing on buffing cloths was carried out in the following order: buffing cloths with paste containing 9 $\mu$ m, 3 $\mu$ m and 1 $\mu$ m diamond particles. At the end, the samples were polished using a colloidal silica solution. The samples were examined by Field Emission Gun - Scanning Electron Microscopy (FEG-SEM) and optical microscopy. The observation areas were located far from the necking section, as shown in Fig. 3. For each specimen, ten FEG-SEM micrographs (Fig. 4.a, about 250 observed grains) with magnification ×500 were analyzed to determine the number of cavities per unit area of polished section, using the image processing software (NOESIS-Visilog 7.0). The grain size of the 316L(N) SSs is between 30 $\mu$ m and 60 $\mu$ m. The diameter larger than 100nm are counted. At higher magnification, similar cavities are observed but they seem to have grown.



Fig. 3. Schematic sketches showing the sectioning procedure and areas used for FEG-SEM observations: (a) longitudinal sectioning; (b) transversal sectioning.

Material	Element in wt.%									
	С	Ni	Cr	Mo	Si	Mn	Ν	S	Р	В
316L(N) Requirements* ([19])	$\leq$ 0.03	12-12.5	17–18	2.3–2.7	$\leq$ 0.5	1.6–2	0.06–0.08	$\leq$ 0.015	$\leq$ 0.03	0.0015– 0.0035
316LN AaM ([17])	0.012	10.67	16.39	2.11	0.56	0.81	0.081	0.004	0.024	< 0.001

Tab. 1: Chemical compositions of the 316L(N) and 316LN plates. (\*Specification for the Superphenix Fast Breeder Reactor.)

## **3.4.** Modeling of necking evolution

Necking is the failure mechanism which is preeminent for short term creep. At any given time, a small portion of the gauge length is assumed to have a cross-section differing by a small amount,  $\delta S$ , from the whole gauge length, which is supposed to have a homogeneous cross-section, S. According to Hart's definition (Hart, 1967), the deformation is unstable if this difference in cross-section increases with time. Using the volume conservation assumption, the Hart instability criterion is deduced which allows the prediction of the onset

of necking (Lim et al., 2011). Predictions using this criterion show that necking starts just slightly later than  $t_{min}$ , time at which the minimum creep strain rate,  $\dot{\varepsilon}_{min}$ , is reached. By combining the Norton power law written in terms of true strain and stress (Eq. 1) and the cross-section evolution computation of the necking after the onset of necking, Lim et al. (Lim et al., 2011) deduced the time to failure as Eq. 2 with  $t_R$  (time to failure),  $\varepsilon_{min}$  (strain at which the minimum creep strain rate,  $\dot{\varepsilon}_{min}$ , is reached), N (exponent of the Norton powerlaw) and  $\delta D_r$  (initial variation in diameter divided by the average diameter of the specimen). The creep lifetime is computed taking into account the scatter in parameter values for temperatures between 525°C and 700°C with  $\frac{t_{min}}{t_R} \in [0.1; 0.3]$ ;  $\varepsilon_{min} \in [0.8\%; 3.5\%]$ ;  $N \in$ [6; 20] (measured experimental data) and  $\delta D_r \in [10^{-4}; 5 \cdot 10^{-3}]$  (laser profilometer measurement).

$$\dot{\varepsilon}_{\min} = C \cdot \sigma^N \tag{1}$$

$$t_{R} - t_{\min} = \frac{1}{N \cdot \dot{\varepsilon}_{\min}} \left\{ \left( 1 - \delta D_{r} \cdot \left( 2 + \varepsilon_{\min} \right) \right)^{N} \right\}$$
(2)

Fig. 5. shows experimental lifetimes and lifetimes predicted by the necking model at 550° and 650°C. The lower and upper bounds from the scatter in the material parameter inputs allow us to predict correctly the creep lifetimes up to about 10000 hours for the considered temperature range. However, it leads to large overestimations as considering long term creep. A transition time appears at 50kh for 550°C and 5.5kh for 650°C. Following the literature, the intergranular cavity nucleation and growth might affect the time to fracture (Morris and Harries, 1978b), (Yoshida, 1985), (Abe, 2008a) and (Riedel, 1987). That is why intergranular fracture is modeled in the following.

## **3.5.** Intergranular damage prediction

We checked that the ratio between the cavity radius (diameter of observed cavities  $\geq$  100nm) and the Rice length is lower than 0.2. Following the criterion suggested by Needleman and Rice (Needleman and Rice, 1980), cavity growth is controlled by diffusion alone and growth by viscoplasticity can be neglected. Therefore, cavity growth is assumed to occur by vacancy diffusion to predict the mechanism of intergranular damage for the long term creep lifetimes of austenitic SSs. After FEG-SEM observations (Fig. 4.b), the formation

of intergranular creep cavities along grain boundaries is always observed for long term creep in both cross-sections and longitudinal-sections. According to numerous measurements carried out during the interrupted creep tests specimens, Dyson (Dyson, 1983) suggested that cavities nucleate continuously and at a constant rate during creep tests,  $\dot{N}_0$  ( $\sigma$ , T). It is defined as the number of cavities nucleated per unit grain boundary area and per unit time and given by:

$$\dot{N}_0 = \alpha' \cdot \dot{\varepsilon}_{\min}$$
 with  $\alpha' = \frac{N_a}{\varepsilon_{fin}}$  and  $N_a = \frac{d_g \cdot N_m}{\pi \cdot d_H}$  (3)

For various stress and temperature values, the parameter  $\alpha'$  is evaluated using the image processing software of FEG-SEM micrographs which allows us to measure the number of cavities per unit area of polished section, N<sub>m</sub>. The number of cavities per unit grain boundary area, N<sub>a</sub>, is then deduced using Eq. 3. In Eq. 3,  $\alpha'$  is a factor of proportionality which may vary widely from one material to another one ((Riedel, 1987), (Lim, 2011) and (Huang et al., 2015)). For the 316L(N) SS studied, the measured values of  $\alpha'$  vary between 3.99·10<sup>9</sup> m<sup>-2</sup> and 9.55·10<sup>9</sup> m<sup>-2</sup> for temperatures between 525°C and 700°C and various stresses.

Cavity growth by vacancy diffusion along grain boundaries coupled with continuous nucleation was modeled by Riedel (Riedel, 1987). The sets of differential equations cannot be solved analytically. But two upper and lower bound curves predicting failure times have been deduced from the whole set of equations of the Riedel model by Lim (Lim, 2011) improving the ones proposed by Riedel. The upper and lower bounds of the time to failure can be computed as:

$$0.301 \cdot \left(\frac{h(\alpha)k_bT}{\Omega D_b \delta \Sigma_n}\right)^{\frac{2}{5}} \frac{\left(\overline{\omega}\right)^{0.5164}}{\left(\dot{N}_0\right)^{\frac{3}{5}}} \le t_R \le 0.354 \cdot \left(\frac{h(\alpha)k_bT}{\Omega D_b \delta \Sigma_n}\right)^{\frac{2}{5}} \frac{\left(\overline{\omega}\right)^{\frac{2}{5}}}{\left(\dot{N}_0\right)^{\frac{3}{5}}}$$
(4)

Paramet	Notation	Values			
er					
Ω	Atomic volume, m <sup>3</sup>	$1.21 \cdot 10^{-29}$ (Riedel, [13])			
	Grain boundary self-diffusion pre-factor times the	$(5.3 \pm 1.4) \cdot 10^{-13}$ (Perkins et			
$D_b^0 \delta$	grain boundary thickness $\delta$ , m <sup>3</sup> .s <sup>-1</sup>	al. [24])			
$\tilde{Q_b}$	Activation energy for grain boundary self-diffusion,	$177 \pm 17$ (Perkins et al., [24])			
	kJ/mol				
γs	Surface free energy, J/m <sup>2</sup>	$2.5 \pm 0.5$ (Vitos et al., [34])			
Υb	Grain boundary surface energy, J/m <sup>2</sup>	$0.75 \pm 0.45$ (Caul et al., [35])			
$\overline{\omega}_{f}$	Critical area fraction of creep cavities along grain	$0.04 \pm 0.01$ (Auzoux,[6])			
,	boundaries				
α′	Pre-factor of the cavity nucleation rate equation, m <sup>-2</sup>	$[3.99 \cdot 10^9; 9.55 \cdot 10^9]$			

Tab. 2 : Parameters used in Eq. 3. allowing the computation of the time to failure due to intergranular damage.





Fig. 4. FEG-SEM image, Creep test at 700°C, 100MPa leading to failure after 2226h, (a) with magnification X500 and (b) with magnification X2000.



Fig. 5. Experimental lifetimes and lifetimes predicted by either the necking model or the Riedel model (a) at 550°C and (b) at 650°C, data provided by CEA/SRMA, EDF & Creusot-Loire and NIMS (NIMS, 2013).

Tab. 2 shows the different parameters used in the Riedel model equation with  $\Omega$  the atomic volume,  $D_b\delta$  the grain boundary self-diffusion coefficient times the grain boundary thickness,  $\delta$  (Eq. 5) and  $Q_b$  the activation energy for grain boundary sel-diffusion. The parameters  $D_b\delta$  and  $Q_b$  describe the grain boundary diffusion for Fe-base alloy, especially for Fe-17Cr-12Ni (Perkins et al., 1973). The cavity geometry is defined by the curvature radius r

and the angle  $\alpha$  (the angle formed at the junction of a void and the grain boundary ((Raj and Ashby, 1975) and (Clemm and Fisher, 1955)). Angle  $\alpha$  can be calculated by considering the ratio between the grain boundary surface energy,  $\gamma_b$ , and the free cavity surface energy,  $\gamma_s$ , this ratio allows to define the parameter  $h(\alpha)$ .  $h(\alpha)$  is the cavity volume divided by volume of a sphere of the same radius, where  $F_{\nu}(\alpha)$  is a geometry function (Eq. 6, Eq. 7 and Eq. 8). The value of  $h(\alpha)$  is 0.836 ± 0.139 (Raj and Ashby, (Raj and Ashby, 1975)).

$$D_b \delta = D_b^0 \delta \exp\left(-\frac{Q_b}{RT}\right) \tag{5}$$

$$\cos(\alpha) = \frac{\gamma_b}{2\gamma_s} \tag{6}$$

$$F_{\nu}(\alpha) = \frac{2\pi}{3} \cdot \left(2 - 3\cos(\alpha) + \cos(\alpha)^3\right)$$
(7)

$$h(\alpha) = \frac{3F_{\nu}(\alpha)}{4\pi\sin(\alpha)^3} = 0.836 \pm 0.139$$
(8)

Taking into account both the lower and upper bound, the scatter in predicted lifetime induced by the experimental scatter in input material parameter values is about a factor three. This predicted scatter is similar to the experimental one (Cui et al., 2013). Experimental and predicted rupture lifetimes at 550°C and 650°C are plotted in Fig. 5 for the steel 316L(N). A complete comparison between experimental lifetimes and the lifetimes predicted by the necking and the Riedel models is shown in Fig. 6a. As shown in Fig. 5 and Fig. 6a, lifetimes are predicted fairly well for long term creep failure for temperatures between 525°C and 650°C. For very long term creep tests (>10<sup>5</sup>h) carried out at 700°C, the Riedel model overestimates lifetimes at low stress by a factor three. As can be observed in Fig. 6a, a transition time may be defined as the intersection of the necking and Riedel lifetime curves at each temperature. The transition is due to a change in damage mechanism. This transition time corresponds fairly well to that observed considering the experimental curves (Fig. 6b). The factor between experimental and predicted transition times is lower than 1.5.



Fig. 6. (a) Comparisons between experimental lifetimes (CEA/EDF/Creusot-Loire; NIMS, (NIMS, 2013), ORNL (Brinkman, 2001)) and the lifetimes predicted by the necking model below the transition time and the Riedel model above the transition time. (b) The transition time is defined by the intersection of the predicted curves based on either the necking or the Riedel models (Fig. 5a and b), Comparison with the observed transition time.

## **3.6.** Very long term creep failure of other austenitic stainless steels

Lifetimes are predicted fairly well for long term creep failure, up to  $2 \cdot 10^5$ h, for 316L(N) SSs. We are now interested in other austenitic stainless steels. Impressive data sets have been produced for various steels: 304H (18Cr–8Ni with up to 0.07C) (NIMS, 1999), 316H (18Cr–12Ni–Mo with up to 0.07C) (NIMS, 2003) and 321H (18Cr–10Ni–Ti with up to 0.06C) (NIMS, 1997) by the National Institute for Materials Science (NIMS), Japan. We have deduced the Norton parameters for each material and temperature using the data published in (Abe, 2008b) and the  $\alpha'$  parameter (factor of proportionality of the Dyson equation) from the cavity density measurement published in (NIMS, 1999), (NIMS, 2003) and (NIMS, 1997). Then the Riedel model can also be adapted to these austenitic stainless steels. Predicted and measured lifetimes then are compared in Fig. 7, Fig. 8 and Fig. 9. Results show that lifetimes are rather accurately predicted using the Riedel model for long term creep tests carried out at 650°C and 700°C.

In case of 316H and for very long term creep tests (> $10^{5}$ h), at 700°C, the Riedel model differs from the experimental one. It was observed for 316L(N) steels as well (Fig. 6a.). The plot of the strain rate as a function on stress drawn for 316H (Kloc et al. (Kloc et al., 2001)) shows that a change of slope between low and high stress regimes appears, as can be observed in Fig. 10a. The transition from power-law creep with a stress exponent of about 7 to a viscous creep regime occurs at a stress of about 30 MPa at 700°C. Any extrapolation from the power-law creep regime to stresses below 30 MPa may lead to serious underestimation of the creep rate and therefore overestimation of lifetime because of the use of the nucleation law (Eq. 3) which is accounted for in the lifetime prediction. As the strain rates measured at low stress are used as inputs of the Riedel model (Eq. 4), the long term creep lifetimes are more correctly predicted (Fig. 10b.) and the experimental data are within the predicted scatter bounds.



Fig. 7. Comparisons between experimental lifetimes (NIMS, 1999) and the lifetimes predicted by the Riedel model at 650°C, 304H TB steel.



Fig. 8. Comparisons between experimental lifetimes (NIMS, 2003) and the lifetimes predicted by the Riedel model (a) at 650°C and (b) at 700°C, 316H TB steel.



Fig. 9. Comparisons between experimental lifetimes (NIMS, 1997) and the lifetimes predicted by the Riedel model at 650°C, 321H TB steel.



Fig. 10. (a) Minimum creep rate as function of the applied stress (Kloc et al., 2001). (b) Comparisons between experimental lifetimes (NIMS, 2003) and the lifetimes predicted by the

Riedel model at 700°C using either the high stress or the low stress creep strain rate regime. Austenitic stainless steels 316H TB.

# 3.7. Discussion

According to Larson-Miller relationship, the stress ( $\sigma$ ) – Larson Miller parameter P(LM) prediction curves at several temperatures for 316L(N) stainless steels are plotted for temperatures between 525°C and 700°C (Fig. 11). Comparing the necking model and the Riedel model with the experimental data, the lifetimes are rather fairly well predicted by the lower bound of the predictions of the necking model for short term creep tests or the Riedel model for long term creep tests. Both models have been validated for martensitic steel (9Cr-1Mo Grade 9) up to 100kh at 600°C and 200kh at 500°C ((Lim et al., 2011) and (Kimura et al., 2009)) and incoloy 800 alloys (Huang et al., 2015).

No fitted parameter has been used when applying the Riedel model. But the cavity nucleation rate,  $\dot{N}_0$ , should be measured using FEG-SEM observations. This parameter is expressed in term of the number of cavities per unit grain boundary area and per unit time. This shows that the prediction of the cavity nucleation rate is the main remaining problem to be solved for getting physically-based and reliable long term lifetime predictions. This is why the effect of the heterogeneity of microstructure on stress concentrations and the nucleation cavities has been simulated by the finite element method (Cast3M software ("Cast3M, http://www-cast3m.cea.fr," 2014)) to determine the distribution of axial stress fields around precipitates depending on time and temperature (Cui et al., 2015b). The features of the precipitates and the creep behavior of the austenitic matrix should both be taken into account.

The size, the aspect ratio and the orientation relative to the loading direction of the precipitates mainly observed,  $M_{23}C_6$  carbides were determined by FEG-SEM observations and image processing analysis. The mechanical properties of the considered carbides were found in the literature. The creep behavior of the austenitic matrix is modeled using the Andrade law for the primary stage and the Norton law for the stationary stage. The parameters are adjusted using numerous experimental curves. Considering only one isolated precipitate with an aspect ratio three, the precipitate tensile stress reaches 2GPa for creep test carried out at 600°C and 220MPa. More than one precipitate may be taking into account.

Finally, the interface fracture is going to be simulated by using a cohesive zone modeling which parameters have been computed by DFT (Density Functional Theory). The cavity

nucleation rate, which is the only parameter missing from the theoretical point of view, will be assessed according to different temperatures and applied stresses, based on our numerous experimental measurements. The physically-based parameters, such as the numerical parameter  $\dot{N}_0$  and the change of slope between low and high stress regimes for steel 316L(N), will be proposed to predict the creep lifetimes toward 60 years of service. Knowing for long term creep tests, some precipitates other than M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> carbide appear such as Laves,  $\sigma$  and  $\chi$ phases. They may play an important role for predicting the creep lifetimes of austenitic stainless steels.



Fig. 11. Stress ( $\sigma$ ) – Larson Miller parameter P(LM) (Larson and Miller, 1952) prediction curves using (a) the Necking model and (b) the Riedel model with the experimental data at several temperatures for 316L(N) stainless steels, for temperatures between 525°C and 700°C.
#### **Summary and conclusions**

The creep fracture of 316L(N) austenitic stainless steels has been studied both experimentally and theoretically for temperatures from 525°C up to 700°C and lifetimes up to nineteen years. The present study shows the following:

1. For short term creep, failure is due to necking. Experimental lifetimes are bounded by the lower and upper bound predictions based on a necking model evolution and scatter in input parameters. This model leads to fair predictions of lifetimes up to a few thousand hours at very high temperature.

2. The transition observed in the failure curve is due to intergranular cavitation, as established by FEG-SEM observations. The modeling of cavity growth by vacancy diffusion along grain boundaries coupled with continuous nucleation proposed by Riedel is carried out. Lifetimes are predicted fairly well using this model for long term creep failure for all the austenitic stainless steels considered (316L(N), 304H, 316H, 321H), at the applied temperatures ( $525^{\circ}$ C -  $700^{\circ}$ C). Taking into account low and high stress regimes of Norton-power law, the Riedel model allows us to predict the experimental creep lifetime data even up to 25 years for high temperature and low stress. No fitted parameter has been used. The nucleation rate should be measured using FEG-SEM observations. This shows that the prediction of the nucleation rate is the main remaining problem to be solved for getting physically based and reliable long term lifetime predictions.

#### Acknowledgements

The authors wish to thank Dr. F. Abe, NIMS Invited Researcher, and the Japan Institute NIMS, for providing the creep rupture data of the steels 316LN, 304H, 316H and 321H. Thanks are also due to I. Tournié and S. Vincent for their help and suggestions concerning creep rupture tests, V. Rabeau for her assistance on preparing creep observation samples and F. Barcelo for her support of FEG-SEM observations.

#### Nomenclature

$t_R$	time to failure
t <sub>min</sub>	time at which the minimum creep strain rate $\dot{\varepsilon}_{min}$ is reached
E <sub>min</sub>	strain at which the minimum creep strain rate $\dot{\varepsilon}_{min}$ is reached
$\delta D_r$	initial variation in diameter divided by the average diameter of the specimen
С	temperature dependent material constant
Ν	exponent of the Norton power-law
॑ Ň₀	cavity nucleation rate
	(number of nucleated cavities per unit grain boundary area and per unit time)
α'	factor of proportionality of the Dyson equation
N <sub>m</sub>	number of cavities per unit area of polished section
Na	number of cavities per unit grain boundary area
dg	average grain size
d <sub>H</sub>	harmonic average of intersected cavity diameter
E <sub>fin</sub>	strain of the homogeneous areas of the specimens at failure
$\Sigma_n$	applied tensile stress

# Chapitre 4. Estimation des champs de contraintes au voisinage de l'interface précipité/matrice

La plus belle chose que nous puissions éprouver,

·Cest le cote mysterieux de la vie.

Albert Einstein, 1879 - 1955.

ans ce chapitre, nous nous intéressons plus particulièrement à l'influence de la géométrie et de la disposition de précipités de carbure M23C6, présents dans la matrice austénitique, sur l'endommagement intergranulaire naissant aux interfaces. Pour ce faire, nous avons utilisé le logiciel de calcul par éléments finis Cast3M. Dans un premier temps nous avons cherché à justifier, de manière simple, l'utilisation d'éléments finis sous intégrés (Q4RI) pour les calculs viscoplastiques présentés ici. Dans un deuxième temps nous avons étudié l'influence du raffinement du maillage sur les résultats de calcul d'un essai de fluage en traction (à 600°C, 220MPa) d'un acier 316 L(N) comportant un précipité isolé de forme cylindre ellipsoïdal. Quel que soit le mode d'endommagement, nous devons étudier le champ de contrainte normale. Nous avons étudié l'influence de la forme et du facteur de forme d'un précipité isolé ainsi que l'effet du nombre et de l'espacement inter-précipités, de la pointe et de la cohérence-incohérence du précipité sur la distribution spatiale de la contrainte normale à l'interface matrice/précipité.

n this chapter, we are particularly interested in the influence of geometry and carbide precipitates provision present in the austenitic matrix, the intergranular damage nucleating at the interfaces. We used the calculation software finite element Cast3M to study this influence. At first we tried to justify simply the use of finite element with reduced integration (Q4RI) for viscoplastic calculations presented here. Secondly we studied the influence of mesh refinement on the calculation results of a tensile creep test (600 ° C, 220MPa) of 316 L(N)SSs with an isolated ellipsoidal cylinder precipitate. Whatever damage mode, we study the normal stress field. We studied the influence of the shape and the shape factor of an isolated precipitate and the effect on the number and inter-precipitated spacing, the tip and coherent-incoherent interface of the precipitate on the spatial distribution of the normal stress at the interface matrix/precipitate.

### Sommaire

4.1.	Introduction1	11
4.2.	Configurations de précipités $M_{23}C_6$	12
4.3.	Présentation du code de calcul Cast3M1	13
4.4.	Sur le choix des éléments utilisés dans les calculs (Q4RI)1	15
4.5.	Identification de la loi de comportement du matériau1	.17
4.5	.1. Lois de comportement de la matrice métallique 1	.17
4.5	.2. Lois de comportement du carbure 1	21
4.6.	Conditions du calcul 1	.22
4.7.	Sensibilité des résultats au raffinement de maillage1	.23
4.8.	Effet de l'hétérogénéité de la microstructure sur les concentrations de contraintes l	.39
4.8	.1. Influence des différents rapports de forme pour un précipité isolé 1	.39
4.8	.2. Effet de l'espacement entre précipités 1	42
4.8	.3. Influence du nombre de précipités voisins1	.43
4.8	.4. Influence de l'extrémité des précipités1	44
4.8	.5. Effet de la géométrie de précipités (axisymétrique et déformations planes) 1	46
Résur	né1	49

#### 4.1. Introduction

Les chapitres précédents présentent l'initiation de cavitation qui est due à la décohésion interfaciale 'matrice austénitique et précipité  $M_{23}C_6$ '. Elle va provoquer une microfissure et fragiliser le matériau étudié. Peu d'études de rupture d'interface 'matrice métallique et carbure' ont été effectuées en mécanique des milieux continus à l'échelle microstructurale. Le premier objectif de notre étude est de déterminer numériquement la distribution des champs de contraintes normales au voisinage des précipités en fonction du temps et de la température à l'aide d'observations microstructurales. Les caractéristiques des précipités et le comportement en fluage de la matrice austénitique sont conjointement pris en compte. Le deuxième objectif est de comparer la valeur de la contrainte critique à rupture obtenue par des calculs par éléments finis avec celle de la contrainte de décohésion de l'interface obtenue (Annexe 4. 1) par des calculs ab-initio à l'échelle atomique (Barbé, 2015). L'objectif futur est de simuler la germination des cavités à l'aide du modèle de la zone cohésive ou à l'aide du modèle de cavitation de Raj. Ce qui nous permettra par la suite de mieux appréhender la décohésion interfaciale matrice/inclusion et prédire plus précisément la durée de vie des matériaux étudiés.

Il est à noter qu'aucun paramètre ajusté n'a été utilisé dans l'application du modèle de Riedel. Cependant, le taux de germination de cavités doit être mesuré en utilisant des observations au MEB-FEG et un traitement d'images (logiciel 'Visilog'). Ce paramètre est exprimé en termes de nombre de cavités par unité de surface de joint de grains et par unité de temps. Cela montre que la prédiction de taux de nucléation de cavités est le principal problème restant à résoudre pour obtenir des prédictions de durée de vie à long terme. D'après les observations au MEB-FEG (Chapitre 2), la cavitation intergranulaire apparaît principalement à l'interface du précipité/matrice (Figure 4. 1). C'est pourquoi l'effet de l'hétérogénéité de la microstructure sur les concentrations de contraintes locales et la germination des cavités a été simulé par la méthode des éléments finis (logiciel Cast3M). Différents paramètres définissant les carbures  $M_{23}C_6$  dans les aciers 316L(N) seront pris en compte par éléments finis afin de comparer les résultats des simulations à une contrainte critique à rupture. L'autre objectif ultime serait de déterminer le taux de nucléation de cavités (la loi de Dyson) et d'évaluer qualitativement le facteur de proportionnalité  $\alpha'$  en fonction de la température et de la contrainte du matériau étudié.



Figure 4. 1 : Acier 316L(N), Tôle SR, éprouvette rompue à 700°C, 100MPa, 2226h. (a)
Schéma montrant le prélèvement longitudinal de l'éprouvette pour les observations au MEB-FEG. (b) Images MEB-FEG avec un grandissement ×5000 (P. Bonnaillie et Y. Cui).

#### 4.2. Configurations de précipités M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>

La nature, les caractéristiques et la quantification des carbures  $M_{23}C_6$  sont étudiés dans le chapitre 2. 5. Différents paramètres de ces carbures doivent être pris en compte :

- $\checkmark \qquad \text{Le rapport de forme (1 à 6 et 9)}$
- ✓ L'orientation par rapport à l'axe de traction (parallèle ou perpendiculaire)
- ✓ Le nombre de précipités similaires alignés selon l'axe de traction (3 et 5)
- $\checkmark$  La distance inter-précipités (6L, 2/3 L, 1/3 L, 1/6 L et 1/12 L).

Le Figure 4. 2 et le Figure 4. 3 présentent différentes configurations géométriques envisageables pour les calculs par élément finis (voir les observations au MEB : Figure 2. 15, Figure 2. 28, Figure 2. 30 et Figure 4. 1 (b)). Le paramètre L correspond à la longueur du précipité. L'alignement de précipités est contenu dans le joint de grains.

Par la suite (dans le paragraphe 4. 8 et le chapitre 5), afin de comprendre l'influence de la viscoplasticité de la matrice austénitique et de la forme et de la répartition des précipités, différentes contraintes et températures seront appliquées pour déterminer les champs de contrainte normale au voisinage de l'interface précipité/matrice.



Figure 4. 2 : Trois inclusions isolées avec différents rapports de forme, parallèles à la contrainte appliquée.



Figure 4. 3 : (a) Inclusion isolée avec trois orientation différentes et (b) trois inclusions identiques parallèles ou perpendiculaires à l'axe de traction.

#### 4.3. Présentation du code de calcul Cast3M

Pour les calculs présentés dans ce chapitre, notre choix s'est porté sur le logiciel de calcul par éléments finis *Cast3M*. Développé au sein du Service d'Etudes Mécaniques et Thermiques (SEMT) rattaché au Département de Modélisation des Systèmes et des Structures (DM2S) de la Direction de l'Energie Nucléaire (DEN) du Commissariat à L'Energie Atomique et aux Energies Alternatives (CEA). Il est utilisé pour diverses applications pouvant faire intervenir des phénomènes physiques de nature très différentes comme la thermique, la mécanique des structures, l'électromagnétisme, la mécanique des fluides ou bien encore la prévision à long terme du comportement des structures.

Cast3M intègre non seulement les processus de résolution (solveur) mais également les fonctions de construction du modèle (pré-processeur) et d'exploitation des résultats (posttraitement). Il comprend un ensemble de processus élémentaires (opérateurs) qui peuvent être enchaînés pour définir et résoudre ses problèmes. Il dispose notamment d'un macro-langage, le *GIBIANE*, qui lui permet de définir aisément chacune des opérations des diverses phases d'une analyse, à l'aide d'instructions relativement simples. Ces opérations sont effectuées sur des objets qui peuvent représenter une partie ou la structure complète à étudier.

Les données du problème telles que les propriétés mécaniques du matériau, les caractéristiques géométriques, du maillage créé, les champs de forces, de contraintes etc. peuvent alors être manipulées facilement en se référant aux noms choisis et attribués directement dans le jeu de données.

L'organisation des calculs par Eléments Finis peut se décomposer en 4 étapes différentes :

- ✓ la discrétisation géométrique du domaine étudié,
- ✓ la définition du modèle mathématique : définition des données caractérisant le modèle, parmi lesquelles figurent : le type d'analyse (dans notre cas axisymétrique ou déformation ou contraintes planes), le type d'éléments (éléments quadrangulaires sous-intégrés de type Q4RI), les propriétés du matériau, les caractéristiques géométriques qui ne peuvent être déduites des maillages et des conditions aux limites,
- ✓ La résolution du problème discrétisé :
  - o calcul des matrices de rigidité de chaque élément fini,
  - o assemblage des matrices de rigidité de la structure complète,
  - o application des chargements externes et des conditions aux limites,
  - o résolution du système d'équations non-linéaires.
- ✓ Analyse et post-traitement des résultats. Nous nous interessons plus particulièrement à l'étude :
  - o des champs de contrainte au voisinage des inclusions,
  - o de l'influence de la géométrie de l'extrémité du précipité, du rapport de forme, de l'espacement, de l'orientation et du nombre d'inclusions sur les contraintes normales interfaciales de part et d'autres des joints de grain (vu du côté de la matrice et de l'inclusion).

#### 4.4. Sur le choix des éléments utilisés dans les calculs (Q4RI)

Les premières tentatives de calculs effectués pour des géométries axisymétriques et utilisant des éléments linéaires quadrangulaires de type QUA4 de Cast3M intégrés exactement (c'est-à-dire à l'aide de quatre points de Gauss) n'ont pas données de résultats acceptables.

A titre d'exemple, la Figure 4. 4 ci-dessous présente la comparaison des champs de contrainte de traction  $\sigma_{zz}$  au voisinage de l'interface matrice/inclusion obtenus en utilisant des éléments QUA4 et des éléments sous-intégrés de type Q4RI pour un essai de fluage en traction (à 600°C, 220MPa) d'un acier 316 L(N).

Nous observons clairement, sur la Figure 4. 4 (a), que pour le calcul fait avec des éléments QUA4, le champ de contrainte dans la matrice et dans l'inclusion au voisinage de l'interface présente d'importantes discontinuités qui ne sont pas physiques, mais liées à des problèmes numériques que nous tenterons d'expliquer de manière simple, un peu plus loin, dans ce paragraphe.



Figure 4. 4 : Comparaison des éléments QUA4 et Q4RI : Contrainte  $\sigma_{zz}$  au temps T=4167 h.

Par contre l'utilisation d'éléments sous intégrés de type Q4RI (un seul point d'intégration par élément) a toujours donné des résultats satisfaisants. Au premier abord ce résultat parait étonnant, la théorie classique de la Méthode des Eléments Finis montrant que pour des fonctions de forme bilinéaires l'intégration peut être évaluée de manière exacte par la méthode de Gauss en utilisant quatre points de Gauss pour un quadrangle, ce qui n'est pas le cas pour un élément ne comportant qu'un seul point d'intégration.

En fait le problème rencontré initialement dans nos premiers calculs est bien connu depuis longtemps en élasto-plasticité (Nagtegaal et al., 1974) (Stainier, 1997). Il est dû à l'effet important que peut avoir la condition d'incompressibilité sur les résultats de calcul. En effet, des problèmes de "volumic locking" peuvent apparaître, de part la nature isochore liée à l'écoulement plastique de la matrice élastoviscoplastique dans notre cas. Pour contourner ce problème, une solution consiste à utiliser une intégration réduite ou sélective (nous pourons se référer à (Malkus and Hughes, 1978) pour plus d'informations).

De manière très simple nous pouvons expliquer ce problème en remarquant que l'écoulement plastique se fait à volume constant. Ainsi pour un maillage constitué de quadrangles lorsque l'on rajoute un nœud nous augmentons de 2 le nombre de degré de liberté (ddl) alors que l'on rajoute 1 contrainte d'incompressibilité sur la déformation volumique en chaque point de Gauss où elle est calculée (voir la figure ci-dessous).

× ×			
X X		<b>× ×</b>	
	<b>.</b>		<b>P</b>
~ ~		~ ~	
x x	<b>× ×</b>	× ×	
x x	××	× ×	
××	× ×	× ×	

Figure 4. 5 : Point d'intégration : élément QUA4.

Si l'on utilise des éléments à 4 points d'intégration nous évaluons la déformation volumique aux 4 points de Gauss et le rapport entre le nombre de points de calcul des "contraintes d'incompressibilité" et le nombre de ddl tend alors asymptotiquement vers 2, ce qui peut entraîner le "volumic locking".

En effet, pour un maillage composé de  $n \times n$  éléments à 4 points d'intégration nous avons  $(n + 1) \cdot (n + 1) = n^2 + 2n + 1$  nœuds (soit  $2n^2 + 4n + 2$  ddl) et  $n \cdot 4n = 4n^2$ points de Gauss. A chaque point de Gauss est calculée une "contrainte d'incompressibilité".

Le problème est alors "bien posé" si le nombre de ddl est supérieur ou égal au nombre de point de Gauss, c'est à dire lorsque le rapport entre le nombre de points de calcul des "contraintes d'incompressibilité" et le nombre de ddl devient inférieur ou égal à 1.

Si la déformation volumique est calculée en un seul point de Gauss (élément Q4RI), ce rapport passe à 0.5 et les problèmes liés au « Volumic Locking » sont éliminés.

Les lois d'écoulement viscoplastique que nous utiliserons par la suite étant isochoriques pour la partie irréversible de la déformation, les remarques précédentes peuvent s'appliquer, ce qui justifie l'utilisation d'éléments sous intégrés pour les calculs présentés par la suite.

#### 4.5. Identification de la loi de comportement du matériau

#### 4.5.1. Lois de comportement de la matrice métallique

Dans ce paragraphe, nous étudions principalement deux lois de fluage : 'la loi d'Andrade pour le fluage primaire' et 'la loi de Norton pour le fluage secondaire' (Lemaitre et al., 2009). Une brève description de ces deux lois est :

✓ Fluage Primaire :

Pour une température comprise entre 480°C et 700°C, la déformation de fluage primaire est calculée avec l'équation (36). Dans cette équation,  $\mathcal{E}_f(t,\sigma)$  désigne la déformation de fluage atteinte sous la contrainte  $\sigma$  (MPa) au bout du temps t(h), à la température T (°C). Les coefficients  $C_1$ ,  $C_2$ ,  $n_1$ , sont des fonctions de la température T. Le temps de fin de fluage primaire  $t_{fp}$  est donné par l'équation (37) avec les coefficients  $C_3$  et  $n_3$  qui sont des fonctions de la température T.

$$\mathcal{E}_{f}(t,\sigma) = C_{1} \cdot t^{C_{2}} \cdot \sigma^{n_{1}}$$
(36)

$$t_{fp}(\sigma) = C_3 \cdot \sigma^{n_3} \tag{37}$$

La déformation en fin de fluage primaire  $\mathcal{E}_{ffp}(\sigma)$  est calculée avec la formule suivante :

$$\boldsymbol{\varepsilon}_{ffp}(\boldsymbol{\sigma}) = \boldsymbol{C}_1 \cdot \boldsymbol{t}_{fp}^{\ \ \boldsymbol{C}_2} \cdot \boldsymbol{\sigma}^{n_1} \tag{38}$$

✓ Fluage Secondaire :

Lorsque la température est supérieure ou égale à 480 °C et inférieure ou égale à 700°C et que le temps de fluage est supérieur à  $t_{fp}$ , la déformation de fluage  $\mathcal{E}_f$  est donnée par l'équation (39). Dans cette formule,  $\mathcal{E}_f$  désigne la déformation de fluage atteinte sous la contrainte  $\sigma$  (MPa) au bout du temps t(h) à la température T (°C). Les coefficients C et n sont les paramètres de la loi de puissance de Norton (Eq. 40). Cette formule est applicable pour  $t \leq t_{fs}$  où  $t_{fs}$  est le temps de fin de fluage secondaire.

$$\varepsilon_f = \varepsilon_{ffp} + C \cdot \sigma^n \cdot (t - t_{fp}) \tag{39}$$

La vitesse de déformation  $\dot{\varepsilon}_s$  est calculée avec la formule (40). Dans cette formule,  $\dot{\varepsilon}_s(h^{-1})$ désigne la vitesse de déformation en fluage secondaire, atteinte sous la contrainte  $\sigma$  (MPa) à la température T (°C). Cette formule est applicable pour  $\varepsilon_f > \varepsilon_{ffp}$ . De plus, il faut vérifier que les conditions de contrainte (MPa) et de temps (h) sont inférieures aux conditions minimales de fin de fluage secondaire qui sont données en fonction de la température.

$$\dot{\mathcal{E}}_s = C \cdot \sigma^n \tag{40}$$

Pour les aciers 316L(N), la valeur de chaque paramètre de ces deux lois ('C<sub>1</sub>', 'n<sub>1</sub>', 'C<sub>2</sub>', 'C', 'n', 'C<sub>3</sub>' et 'n<sub>3</sub>') est identifiée et fournie à l'aide du code de construction 'RCC-MR : Règles de Conception et de Construction des Matériels Mécaniques des Installations Nucléaires' (Association française pour les règles de conception, 2007).

Dans cette étude, nous ne pouvons pas utiliser un jeu unique de paramètres, parce que les aciers étudiés (tôles SR et SP) ont des comportements de fluage un peu différents. Les valeurs de ces paramètres sont donc modifiées. Nous sommes partis d'un jeu qui est valable pour un 'acier 316L(N) moyen' et nous sommes arrivés à un jeu qui est spécifique à chaque tôle pour différentes températures. Le Tableau 4. 1 récapitule les valeurs des coefficients de ces lois de fluage.

RCCMR_316 Coefficients des lois fluage	$\begin{array}{c} C_1\\ (Pa^{-n_1} \cdot s^{-C_2}) \end{array}$	<i>C</i> <sub>2</sub>	$n_1$	$\begin{array}{c} C_3\\ (Pa^{-n_3}\cdot s)\end{array}$	$n_3$	$C \\ (Pa^{-n} \cdot s^{-1})$	n
600° C_SR	6,23E-40	0,48	4,13	1,53E+84	-9,35	5,01E-84	8,99
600° C_SP	1,25E-39	0,49	4,05	1,03E+88	-9,86	5,01E-84	8,99
650° C_SP	4,21E-41	0,53	4,29	3,48E+70	-7,93	2,25E-74	8,01
700° C_SR	9,35E-44	0,65	4,69	4,81E+95	-11,33	3,84E-77	8,62

Tableau 4. 1 : Valeurs des coefficients des lois de fluage pour différentes tôles (SR ou SP) et températures.

Ensuite ces valeurs sont introduites dans les calculs par éléments finis. Pour ce faire, nous utilisons un maillage de forme rectangulaire (Figure 4. 6) et nous nous intéressons plus particulièrement à la réponse d'un élément de la matrice austénitique qui a été modélisé pour des températures comprises entre 600°C et 700°C. Des calculs axisymétriques ont été effectués en imposant différentes contraintes de traction sur les lignes A<sub>1</sub>A<sub>2</sub> et A<sub>3</sub>A<sub>4</sub> (Figure 4. 6). Pour éviter les mouvements de corps rigide, les déplacements des nœuds A<sub>1</sub> et A<sub>2</sub> sont bloqués selon R et suivant Z pour le nœud A<sub>1</sub>. Les courbes analytiques et numériques de fluage sont maintenant comparées afin de valider les nouveaux paramètres de lois de fluage. La Figure 4. 7 présente un exemple de courbes de fluage expérimentale et analytique pour un essai de fluage lancé à 600°C et 220MPa.



Figure 4. 6 : Conditions aux limites et chargement imposés .



Figure 4. 7 : Acier 316L(N) Tôle SR, Courbes de fluage expérimentale, analytique et numérique pour un essai de fluage lancé à 600°C et 220MPa.

En vue des calculs par éléments finis, le modèle de comportement de la matrice austénitique est de type 'Mécanique' 'Non linéaire' 'Elastique' 'Fluage' 'RCCMR\_316' (Modèle de fluage pour l'acier 316-SS) 'Q4RI'. Les paramètres à introduire sont :

 $\checkmark$  'C<sub>1</sub>', 'n<sub>1</sub>', 'C<sub>2</sub>', 'C', 'n', 'C<sub>3</sub>' et 'n<sub>3</sub>' (voir Tableau 4. 1),

- ✓ des données sur le 'coefficient de Poisson v' et le 'module d'Young E' de la matrice austénitique sont largement disponibles : (Q. Auzoux, 2004), (Steel Construction Institute, 2006), (Matweb, 2007) et (Gentet, 2009).
- ✓ la contrainte de référence 'SMAX' (égale au module d'Young fois $10^{-3}$ ).

Dans notre étude, 'v', 'E' et 'SMAX' sont obtenus à l'aide du code de construction RCC - MR (Association française pour les règles de conception, 2007) avec : 'v = 0,3 et  $E = 201660 - 84,8 \cdot T (E$  est exprimé en GPa et T en °C et valable pour  $20 \le T(^{\circ}C) \le 700$ ) (voir Tableau 4. 2)'.

T (° C)	500	550	600	650	700
E (GPa)	159	155	151	149	142

Tableau 4. 2 : Module d'Young de la matrice austénitique pour différentes températures.

#### 4.5.2. Lois de comportement du carbure

Des calculs ab-initio ont été menés pour étudier les structures électroniques et la stabilité de carbures multi-composants ( $Cr_7C_3$ ) (Xiao et al., 2008). Ensuite, les propriétés mécaniques, électroniques, magnétique, thermodynamique et optique de différents carbures de chrome ( $Cr_3C$ ,  $Cr_3C_2$ ,  $Cr_7C_3$ ,  $Cr_{23}C_6$ , etc.) ont été déterminées en utilisant les calculs du premier principe sur la théorie fonctionnelle de la densité (DFT) par (Li et al., 2011), (Han et al., 2012) et (Liu et al., 2015). Le Tableau 4. 3 récapitule les résultats des calculs du 'module d'Young E', du 'coefficient de Poisson v', ainsi que du 'module de Cisaillement G' pour le carbure  $M_{23}C_6$  obtenus par ces auteurs. Une valeur moyenne de ces paramètres a été prise en compte dans notre calcul par éléments finis.

Référence	Е	υ	G
(Li et al., 2011)	372,3	0,28	145,4
(Han et al., 2012)	348,4	0,31	133,4
(Liu et al., 2015)	315,2	0,34	126,9
Moyenne	350	0,30	135

Tableau 4. 3 : Valeurs calculées par DFT du module d'Young (E, en GPa), du coefficient de Poisson (υ) et du module de Cisaillement (G, en GPa) pour le carbure M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>.

Une inclusion isolée à bord circulaire ayant un rapport de forme de 2 et parallèle à l'axe de traction a été simulée avec un raffinement de maillage RAF3. Différents modules d'Young de l'inclusion ont été considérés. Le Tableau 4. 4 donne la contrainte normale maximale obtenue à l'interface matrice/inclusion pour différentes valeurs de modules d'Young de l'inclusion. (Plus de détails sur les calculs sont donnés dans le paragraphe

suivant). Les résultats montrent que cette contrainte ne dépend quasiment pas du module d'Young de l'inclusion. De ce fait, nous utilisons en général la valeur moyenne des modules d'Young fournies dans le Tableau 4. 3 dans nos calculs par éléments finis. Nos résultats sont en accord avec ceux de (Lee, 1999), il y a un effet négligeable de E<sub>inclusion</sub>.

E <sub>inclusion</sub> (GPa)	50	175	350	525	700
$\sigma_{nn} \max (MPa)$	356,59	366,48	366,59	366,63	367,05

Tableau 4. 4 : Résultats des calculs par éléments finis de la contrainte normale maximale au voisinage de l'interface matrice/inclusion pour différent module d'Young de l'inclusion.

Le modèle de comportement de l'inclusion choisi est 'Mécanique' 'Non linéaire' 'Elastique' 'Isotrope'. Par analogie avec la cartographie du carbure de Zr, nous serions dans le domaine élastique pour les températures et les contraintes où nous sommes (Frost and Ashby, 1982). Les paramètres à introduire sont : le module d'Young E = 350GPa; le coefficient de poisson  $\nu = 0,30$ .

#### 4.6. Conditions du calcul

Les tests effectués correspondent à la simulation, à l'échelle microscopique, d'un essai de fluage en traction (à 600°C, 220MPa) d'un acier 316 L(N) comportant un précipité isolé de forme cylindre ellipsoïdal ayant un rapport de forme de 2 (voir Figure 4. 8) pour les calculs décrits ci-dessous.

Des calculs ont été faits en axisymétrique en imposant une contrainte de traction de 220 MPa sur les faces inférieure et supérieure du maillage. Pour conserver la symétrie du problème nous imposons que les déplacements sur l'axe de symétrie (OZ) sont nuls dans la direction R et les déplacements sont bloqués dans la direction Z sur l'axe de symétrie (OR). Dans les calculs, la contrainte nominale est obtenue en imposant la même mise en charge que dans les expériences au bout de 54s. La vitesse de la mise en charge est de 3MPa/s. Les pas de temps sont ajustés en fonction de la difficulté de convergence. Le premier pas de temps est fait normalement puis le pas est agrandi ou diminué suivant la difficulté de convergence.



Figure 4. 8 : Maillage du précipité et de la matrice métallique.

Par rapport à l'inclusion, nous avons utilisé un maillage pour la matrice dont les dimensions dans les directions R et Z correspondent à peu près à six fois la largeur et à la longueur du précipité afin de limiter les effets de bord et ainsi obtenir un champ de contrainte le plus uniforme possible loin de l'inclusion.

#### 4.7. Sensibilité des résultats au raffinement de maillage

L'objectif de ce paragraphe est de déterminer une finesse de maillage suffisante pour obtenir des résultats précis et ce, pour un coût de calcul qui reste raisonnable. Pour ce faire nous avons effectué plusieurs calculs avec 4 maillages de plus en plus fins (voir Tableau 4. 5).

Pour étudier la convergence des calculs nous avons effectués quatre tests différents en raffinant le maillage d'un facteur deux dans chaque direction de l'espace. Le nombre d'éléments du domaine est alors multiplié approximativement par un facteur quatre et le nombre de segments situés sur l'interface matrice/précipité par deux. Les caractéristiques des différents calculs sont présentées dans le Tableau 4. 5 ci-dessous :

Raffinement	Nombre	Nombre	Nombre de	Temps de	Rapport des
de maillage	de	d'éléments	segments sur la	calcul	temps de calcul
	nœuds		ligne	*CPU	(RAFi/RAF1)
1 (RAF1)	9397	9240	25	30 minutes	1
2 (RAF2)	37273	36960	49	1h45	3,5
3 (RAF3)	148465	147840	97	7h	14
4 (RAF4)	592609	591360	193	38h45	77,5

Tableau 4. 5 : Caractéristique des calculs pour différents maillages

\*calcul effectué sur un processeur 20 coeurs intel xeon E5-2680 cadencé à 2.8 GHz

Pour tous les calculs le nombre de pas de temps imposés est le même. Globalement nous observons qu'un raffinement d'un facteur 2 induit à un temps de calcul quatre fois plus long. Le nombre d'éléments est lui aussi multiplié par quatre. Pour le maillage le plus fin (RAF4), nous observons toutefois une augmentation des temps de calculs (5.5 fois plus important que pour le maillage RAF3). Cette différence pourrait être lié à l'occupation mémoire du code de calcul Cast3M, qui pour ce maillage, comportant près de 600.000 éléments, devient très importante.

La Figure 4. 9 présente l'évolution de la déformation vraie (déformations de Green-Lagrange) au cours du temps d'un élément de la matrice austénitique loin de l'interface matrice/inclusion. Cette courbe correspond bien à celle obtenue d'un rectangle qui représente seulement la matrice austénitique. Un élément de l'inclusion au voisinage de l'interface matrice/inclusion a été étudié (voir croix rouge dans la Figure 4. 9). La déformation de cet élément est quasiment constante et proche de 0,2% au cours du fluage.

Les figures suivantes présentent les iso-valeurs du champ de contrainte de traction (direction Z) dans le repère global à différents instants. Pour les différents temps de calculs (maillage RAF3) correspondant respectivement au début du calcul (soit 1h Figure 4. 10), à la fin de la phase primaire (soit 250 h Figure 4. 11), au stade secondaire 2000 h (Figure 4. 12) et au temps de calcul final 4167 h (Figure 4. 13), nous observons bien que loin de l'inclusion, le champ de contrainte selon Z est pratiquement constant et égal à 220 MPa.



Figure 4. 9. Courbes de fluage calculées sur un élément fini de la matrice situé loin de l'inclusion et sur un élément fini de l'inclusion localisé à son extrémité supérieure.



Figure 4. 10 : Temps de fluage 1h - Contrainte de traction  $\sigma_{ZZ}$  dans le repère global.



Figure 4. 11 : Temps de fluage 250 h - Contrainte de traction  $\sigma_{ZZ}$  dans le repère global.



Figure 4. 12 : Temps de fluage 2000 h - Contrainte de traction  $\sigma_{ZZ}$  dans le repère global.



Figure 4. 13 : Temps de fluage 4167 h - Contrainte de traction  $\sigma_{ZZ}$  dans le repère global.

Nous étudions ici les différentes contraintes au voisinage de l'interface matrice/inclusion à bord circulaire pour un angle compris entre 0° et 90° dans le repère local (voir Figure 4. 14).



Figure 4. 14 : Contrainte normale au voisinage de l'interface matrice/inclusion à bord circulaire pour un angle compris entre 0° et 90° dans le repère local.

L'évolution spatiale des contraintes normales pour les différents raffinements de maillage sont présentées sur la Figure 4. 15 pour l'inclusion et la Figure 4. 16 pour la matrice en fonction de l'angle en degrés. Elles sont définies dans le repère local du joint de grain (voir Figure A. 4. 2 en Annexe 4. 2) au voisinage de l'interface matrice/inclusion pour le temps physique final de  $1.5.10^7$  secondes (~4000h) correspondant à une déformation viscoplastique de 8,7%.

Nous observons, comme attendu, que les écarts les plus importants se situent entre 0 et 30° là où les contraintes normales sont les plus importantes. Nous remarquons par ailleurs que pour les raffinements RAF3 et RAF4, les différences observées entre les deux calculs sont très faibles. Les résultats obtenus pour les autres contraintes sont présentés sur la Figure 4. 17 à la Figure 4. 19 et sont données pour la matrice (indice a) et l'inclusion (indice b) afin de vérifier la bonne convergence du champ de contrainte au voisinage de la matrice et du précipité. Là encore nous observons que les résultats obtenus pour les raffinements RAF3 et RAF4 sont très voisins.



Figure 4. 15 : Contrainte normale pour l'inclusion dans le repère local (a) tracé selon l'angle et (b) zoom entre 0 et 30°.



Figure 4. 16 : Contrainte normale pour la matrice dans le repère local (a) tracé selon l'angle et (b) zoom entre  $0^{\circ}$  et  $30^{\circ}$ .

Les figures qui suivent présentent l'évolution spatiale des différentes contraintes en fonction de l'angle au voisinage de l'interface matrice/inclusion pour le temps physique final

de  $1.5.10^7$  secondes (~4000h) correspondant à une déformation visco-plastique de 8,7%. Elles sont définies dans le repère local du joint de grain (voir Annexe 4. 2).

En prenant pour référence le maillage le plus fin (RAF4), nous observons que les résultats sont satisfaisants pour toutes les contraintes calculées avec le raffinement de maillage RAF3 car elles sont très proches des résultats obtenus pour le maillage le plus fin, RAF4.

La contrainte de cisaillement (Figure 4. 18) dans le repère locale est continue à l'interface matrice/inclusion. Sa valeur maximale est proche de 160 MPa pour un angle de l'ordre de 55°. Les deux autres champs de contraintes (tangentielle et circonférentielle) présentent des discontinuités relativement importante à l'interface matrice/inclusion.

Pour la contrainte tangentielle dans la matrice (Figure 4. 17b), nous observons que partant d'une valeur proche de 200 MPa, elle augmente jusqu'à 350 MPa pour un angle de 20° et diminue progressivement pour devenir négative et proche de -100 MPa pour un angle de 90°. Pour l'inclusion (Figure 4. 17a), la contrainte tangentielle part d'une valeur de l'ordre de -160 MPa, augmente progressivement pour atteindre un plateau proche de 180 MPa pour un angle compris entre 40 et 70 degrés puis augmente à nouveau pour atteindre une valeur de l'ordre de 350 MPa pour un angle de 90°.

Pour l'inclusion (Figure 4. 19 a) la contrainte circonférentielle part d'une valeur de l'ordre de -160 MPa pour 0° et augmente jusqu'à la valeur de 30 MPa pour un angle de 30° puis diminue de manière monotone jusqu'à la valeur de -150 MPa correspondant à un angle de 80°. Pour la matrice (Figure 4. 19 b) nous observons (comme pour la contrainte tangentielle) que partant d'une valeur proche de 200 MPa pour 0°, la contrainte augmente jusqu'à 350 MPa pour un angle de 20° et diminue progressivement pour devenir négative et proche de -100 MPa pour un angle de 90°.

<u>Remarque</u> : Les conditions de continuité des contraintes sont bien respectées à l'interface dans notre cas où il y a adhérence parfaite entre les deux milieux. En effet les contraintes normales et de cisaillement, exprimé dans le repère local, sont quasiment égales dans la matrice et dans l'inclusion en tout point de l'interface, lorsque ces contraintes sont calculées soit dans l'élément fini situé côté matrice soit dans l'élément fini situé côté inclusion (voir



Figure 4. 15, Figure 4. 16 et Figure 4. 18). Ces observations sont valides pour les raffinements RAF3 et RAF4.

Figure 4. 17 : Contrainte tangentielle tt dans le repère local.



Figure 4. 18 : Contrainte de cisaillement nt dans le repère local.



Figure 4. 19 : Contrainte circonférentielle  $\theta\theta$ .

Pour quantifier de manière plus précise les différences obtenues pour les différents maillages utilisés, nous nous sommes plus particulièrement intéressés aux évolutions spatiales des contraintes normales à l'interface matrice/inclusion. En effet nous avons fait l'hypothèse que la décohésion entre les deux milieux dépendait principalement de la contrainte normale qui est continue à l'interface entre les deux domaines tant qu'ils restent en contact.

Les figures qui suivent présentent, pour le temps final, les évolutions des erreurs relatives associées à la contrainte normale et déterminées pour la matrice et l'inclusion de la manière suivante (pour les 3 maillages les plus grossiers) :

$$E(\%) = \frac{[(\sigma_{nn})_{RAFi} - (\sigma_{nn})_{RAF4}] \times 100}{(\sigma_{nn})_{RAF4}}$$
(41)

Avec i = 1, 2, 3.

L'erreur relative est calculée par rapport aux résultats obtenus avec le maillage le plus fin qui est pris comme solution de référence pour ce problème. Les calculs sont faits pour les nœuds de l'interface matrice/inclusion, communs à tous les maillages.

La démarche adoptée est la suivante et a été programmée dans Cast3M en langage Gibiane. Dans un premier temps nous cherchons tous les éléments de la matrice (et de l'inclusion) qui ont une face commune avec la ligne séparant les deux milieux. Nous réduisons dans un premier temps le champ tensoriel aux seuls éléments ayant une face commune avec la ligne. Puis partant du premier nœud (situé à un angle de 0°), nous balayons les différents segments de la ligne orientée dans le sens trigonométrique. Pour chaque élément touchant cette ligne nous déterminons dans un premier temps le repère local constitué du vecteur tangent normalisé liant les deux nœuds du segment considéré de composante ( $t_1$ ,  $t_2$ ) et du vecteur normal associé de composante ( $-t_2$ ,  $t_1$ ). Nous déterminons alors le tenseur des contraintes dans le repère local en utilisant l'opérateur RTENS de Cast3M (voir Annexe 4. 3).

Finalement après avoir extrait, la composante normale du champ de contraintes déterminé aux points de Gauss dans le repère local, il est transformé en Champoint (champ associé aux nœuds du maillage), puis réduit aux seuls nœuds de l'interface matrice/inclusion pour finalement être tracé en fonction de l'abscisse curviligne ou de l'angle dans notre cas. Plus d'informations et un exemple de jeu de données sont donnés dans l'Annexe 4. 3.

Les figures qui suivent présentent les erreurs relatives de la contrainte normale obtenues pour différents maillages et déterminées par rapport à la solution de référence (maillage le plus fin).

Nous observons bien pour tous les points que l'erreur diminue d'autant plus que le maillage est fin. Pour le maillage RAF3 l'erreur est toujours inférieure à 1% pour l'inclusion (Figure 4. 20) et pour la matrice (Figure 4. 21) excepté pour un angle proche de 70° pour lequel nous observons que l'erreur est maximale pour tous les calculs, que l'on se place du côté de la matrice ou bien de l'inclusion. Ce phénomène s'explique facilement en remarquant que pour un angle proche de 70°, la contrainte normale change de signe et passe par une valeur proche de zéro ce qui maximise l'erreur relative dans cette zone (le dénominateur de l'équation (41) tendant vers zéro). Il est possible d'éviter ce problème, en remplaçant au dénominateur de l'équation (41), la valeur de la contrainte normale en chaque nœud de l'interface ( $\sigma_{nn}$ )<sub>RAF4</sub> par la valeur absolue du maximum des contraintes normales max $|(\sigma_{nn})_{RAF4}|$  pour un maillage le plus fin. Dans ce cas, nous ne mesurons plus l'erreur relative en chaque point de l'interface mais une erreur normalisée par rapport à la contrainte normale maximale. Ces résultats sont présentés dans l'Annexe 4. 4.

En conclusion de cette étude, nous observons une bonne convergence des calculs. L'erreur commise par le maillage RAF3 (<1%) par rapport au maillage le plus fin est relativement faible. Les temps de calculs restent raisonnables dans ce cas. Par la suite, les maillages utilisés auront une densité proche de celle utilisée dans le maillage RAF3, ce qui présente un bon compromis entre précision et temps de calcul.



Figure 4. 20 : Erreur relative en pourcent de la contrainte normale côté Inclusion (a) angle entre 0° et 90° et (b) zoom entre 0° et 40°.



Figure 4. 21 : Erreur relative en pourcent de la contrainte normale côté Matrice (a) angle entre 0° et 90° et (b) zoom entre 0° et 40°.

## 4.8. Effet de l'hétérogénéité de la microstructure sur les concentrations de contraintes

Différents calculs ont été effectués pour déterminer les effets de l'hétérogénéité de la microstructure sur le champ de contrainte normale à l'interface matrice/inclusion. Ils correspondent à l'essai de fluage en traction à 600°C et 220MPa d'un acier 316 L(N) tôle SR contenant un ou plusieurs précipités de forme cylindre ellipsoïdal (ou penny shape). Le temps physique final de calcul est de 4167h et correspond à une déformation visco-plastique de 8,7%. Dans le paragraphe concernant l'identification de précipités, l'inclusion intergranulaire étudiée principalement est le carbure  $M_{23}C_6$ . Nous étudions ici essentiellement la contrainte normale au voisinage de l'interface matrice/inclusion à bord circulaire pour un angle compris entre 0° et 90° dans le repère local (Figure 4. 14).

#### 4.8.1. Influence des différents rapports de forme pour un précipité isolé

D'après l'étude effectuée dans le chapitre 2, les précipités isolés de carbure  $M_{23}C_6$  ont différents rapports de forme variant de 1 à environ 20. Les calculs qui suivent sont **axisymétriques**. Pour les précipités de forme **cylindre ellipsoïdal** (Figure 4. 22 a), le maillage de l'inclusion est parallèle à la contrainte appliquée (Figure 4. 8). Pour les précipités de forme **penny-shape** (Figure 4. 22 b), le maillage de l'inclusion est perpendiculaire à la direction de traction (Figure 4. 23).



Figure 4. 22 : Précipités de forme (a) cylindre ellipsoïdal et (b) penny-shape.

La Figure 4. 24 présente la contrainte normale au voisinage de l'interface matrice/inclusion **cylindre ellipsoïdal**. Pour un précipité de forme circulaire, la contrainte normale atteint 327MPa.

Lorsque le rapport de forme du précipité augmente de 2 à 19, la contrainte normale devient de plus en plus élevée (Tableau 4. 6). Les observations microstructurales montrent souvent des précipités coalescés les uns à côté des autres qui sont parallèles à l'axe de traction. Pour représenter trois précipités voisins ayant un rapport de forme 6 avec un espacement d'un deuxième de la longueur du précipité, nous considérons dans les calculs un précipité unique ayant un rapport de forme de 19. Les résultats de la simulation montrent que sa contrainte normale maximale est de l'ordre de 642MPa.

Le facteur de proportionnalité portant sur la contrainte normale maximale, entre un précipité isolé circulaire et celui ayant un rapport de forme de 19, est proche de deux. Les courbes de contrainte normale le long de l'interface matrice/inclusion tracées pour des angles compris entre 0° et 90° montrent que la contrainte normale maximale est observée entre 10° et 20°. Cela montre que les cavités peuvent s'initier dans ces zones de l'interface. D'après les observations expérimentales issues des images MEB-FEG (Figure 2. 19), la rupture des interfaces des particules est favorisée lorsque les précipités sont alignés selon la direction du chargement. La localisation de cavitation est confirmée par ces résultats de calculs. Les résultats de simulation obtenus sont en accord avec ceux de la littérature (Lee, 1999) qui a montré que plus le précipité est allongé plus la concentration de contrainte à l'interface matrice/précipité est élevée.

La Figure 4. 25 montre la contrainte normale au voisinage de l'interface matrice/inclusion **penny-shape**. D'après les observations microstructurales, seuls les rapports de forme du précipité de 2 à 6 sont à considérer. La contrainte normale atteint une valeur positive d'environ 350MPa autour de 0° pour les différents rapports de forme. Par ailleurs, une valeur négative de la contrainte normale est observée pour angle proche de 80°. Elle atteint une valeur de -184MPa pour un rapport de forme de 6 et -145MPa pour un rapport de forme de 2. Nous avons donc une forte compression à l'extrémité du précipité à bord circulaire. Ces résultats correspondent bien aux observations microstructurales : peu de précipités perpendiculaires à la direction de la contrainte appliquée sont endommagés.



Figure 4. 23 : Maillage d'un précipité isolé, avec un rapport de forme de 3, perpendiculaire à l'axe de traction.



Figure 4. 24 : Contrainte normale au voisinage de l'interface matrice/inclusion à bord circulaire pour un angle compris entre 0° et 90° (Précipité isolé parallèle à l'axe de traction), calculs axisymétriques à 650°C, 220MPa pour une déformation vraie de 8,7%.

Rapport de forme	$\sigma_{nn}$ maximale	Angle
1	(MPa)	()
1	327	11 - 12
2	383	12 - 14
3	424	13 - 14
4	458	13 - 16
5	487	16
6	511	16 - 17
9	560	17
19	642	19

Tableau 4. 6 : Résultats des calculs de contrainte normale au voisinage de l'interface matrice/inclusion pour un précipité isolé parallèle à la contrainte appliquée, calculs axisymétriques à 650°C, 220MPa pour une déformation vraie de 8,7%.


Figure 4. 25 : Contrainte normale au voisinage de l'interface matrice/inclusion à bord circulaire pour un angle compris entre 0° et 90° (Précipité isolé perpendiculaire à la contrainte appliquée), calculs axisymétriques à 650°C, 220MPa pour une déformation vraie de 8,7%.

#### 4.8.2. Effet de l'espacement entre précipités

Au vu des images observées expérimentalement, nous pourrions penser que le fait d'avoir des précipités voisins pourrait influencer l'apparition de cavités. Nous nous intéressons plus particulièrement à l'espacement entre ces précipités. Trois précipités identiques disposés parallèlement à l'axe de traction et ayant un rapport de forme de 3 sont étudiés pour différents espacements (6L, 2L/3, L/3, L/6 et L/12) (Figure 4. 26). Le paramètre 'L' correspond à la longueur du précipité. L'étude de la contrainte normale au voisinage de l'interface matrice/inclusion s'applique au précipité central qui est le plus sollicité.

Comme nous pouvons le voir sur la Figure 4. 27, la contrainte normale d'un précipité isolé le long de l'interface est semblable à celles calculées avec trois précipités voisins si l'espacement entre eux vaut 6L, 2L/3 et L/3. Cependant, plus l'espacement devient petit plus la contrainte normale maximale devient importante. Pour un espacement entre précipités de L/12, la contrainte normale maximale calculée s'élève à 780MPa pour un angle de 7°. Cette valeur est à peu près deux fois plus grande que celle d'un précipité isolé de même rapport de forme (424MPa) ou des précipités plus éloignés (~ 435MPa). Dans ces dernières configurations, la fracture des interfaces serait localisée autour de l'extrémité du précipité avec un bord circulaire. Les calculs confirment l'observation conditionnelle sur l'effet des précipités voisins.



Figure 4. 26 : Différents espacements entre trois précipités identiques voisins ayant un rapport de forme de 3, maillages axisymétriques à 650°C, 220MPa pour une déformation vraie de 8,7%.



Figure 4. 27 : Contrainte normale au voisinage de l'interface matrice/inclusion à bord circulaire pour un angle compris entre 0° et 90°, calculs axisymétriques à 650°C, 220MPa pour une déformation vraie de 8,7%.

#### 4.8.3. Influence du nombre de précipités voisins

Après avoir étudié l'influence de l'espacement entre trois précipités sur la contrainte normale à l'interface, nous cherchons à savoir si en augmentant le nombre de précipités les résultats obtenus sont très différents. Pour se faire nous considérons trois ou cinq précipités identiques voisins parallèles à l'axe de traction ayant un rapport de forme de 3 avec un espacement de L/6 (Figure 4. 28). Nous observons que la contrainte normale le long de l'interface matrice/inclusion du précipité central est identique quel que soit le nombre de précipités voisins (Figure 4. 29). La même remarque peut être faite dans le cas de simulations comportant trois et cinq précipités identiques voisins ayant pour un rapport de forme de 6 et un espacement de L/12. Dans le chapitre suivant, nous ne prendrons en compte que trois précipités voisins allongés.



Figure 4. 28 : Espacement entre trois et cinq précipités voisins ayant un rapport de forme de 3, maillages axisymétriques à 650°C, 220MPa pour une déformation vraie de 8,7%.



Figure 4. 29 : Contrainte normale au voisinage de l'interface matrice/inclusion à bord circulaire pour un angle compris entre 0° et 90°, calculs axisymétriques à 650°C, 220MPa pour une déformation vraie de 8,7%.

#### 4.8.4. Influence de l'extrémité des précipités

L'image prise au microscope électronique en transmission (Figure 4. 30) montre que l'extrémité de certains précipités est pointue. Les précipités isolés parallèles à l'axe de traction sont étudiés lors de calculs axisymétriques pour des angles de 30°, 45°, 60° et 90°

situés à l'extrémité du précipité. Pour les différents calculs, le rapport de forme du précipité est choisi et égal à 2. La contrainte normale le long de l'interface matrice/inclusion du précipité comprenant une extrémité pointue d'angle 30° à 90° est comparée avec celle du précipité à bord circulaire.

La Figure 4. 31 montre l'évolution spatiale de la contrainte normale le long de l'interface matrice/précipité en fonction de l'abscisse curviligne. La localisation de la contrainte normale maximale sur l'interface pour différents angles à l'extrémité du précipité est présentée sur la Figure 4. 32. La position de la contrainte normale maximale dépend de l'angle à l'extrémité du précipité (voir Figure 4. 32). Le maximum est obtenu sur la pointe de l'inclusion pour des angles de 30° et 45° (sur l'axe de symétrie) et pour le point le plus éloigné de l'axe de symétrie pour des angles de 60° et 90°. Dans le futur, afin de confirmer ces résultats, une étude plus approfondie de la cavitation par des observations au MET est nécessaire.

Lorsque l'extrémité du précipité est pointue (30° et 45°), la contrainte normale maximale atteint 546MPa pour un angle de 30°. Pour des angles plus élevés, la contrainte normale maximale devient plus forte (698MPa pour un angle de 90°). Cette valeur est deux fois plus grande que celle obtenue pour un précipité à bord circulaire. Selon l'angle formé à la pointe du précipité, la contrainte normale maximale peut varier d'un facteur 2.



Figure 4. 30 : (a) Image MET, 316L(N), tôle SR, 650°C, 130MPa, 7262 h. S. Doriot; L. Huang; M. Sauzay & Y. Cui. (b) Maillage d'un précipité (angle de 45°).



Along the matrix/precipitate interface (µm)

Figure 4. 31 : Contrainte normale au voisinage de l'interface matrice/inclusion - influence de la forme des précipités, calculs axisymétriques à 650°C, 220MPa pour une déformation vraie de 8,7%.



Figure 4. 32 : Localisation de la contrainte normale maximale pour différents angles à l'extrémité du précipité.

#### 4.8.5. Effet de la géométrie de précipités (axisymétrique et déformations planes)

La Figure 4. 30 montre qu'il existe deux types de croissance de précipités le long du joint de grains (Senior et al., 1986), (Wahab and Kral, 2005) et (Priester, 2006):

Les précipités croissent des deux côtés du joint de grains (ce sont des précipités incohérents qui ont toutes leurs interfaces incohérentes),

 Les précipités croissent d'un seul côté du joint de grain (ce sont des précipités partiellement cohérents qui présentent certaines interfaces cohérentes ou semicohérentes et d'autres incohérentes (voir Figure 4. 33).

Le précipité isolé parallèle à l'axe de traction est modélisé en *axisymétrique* pour un demiangle en pointe de précipité de 60° (voir Figure 4. 33. a). Le calcul a aussi été fait en *déformations planes* pour l'inclusion (Figure 4. 34. b) et en considérant seulement la moitié du précipité (Figure 4. 34. c)



Figure 4. 33 : Localisation de la contrainte normale maximale pour un demi-angle en pointe de précipité de 60° en supposant que le calcul est : (a) Axisymétrie (croissance des deux côtés), (b) en déformations planes et (c) pour un angle de 60° en déformations planes (croissance d'un seul côté du joint).

La Figure 4. 34 présente une comparaison entre les contraintes normales calculées le long de l'interface matrice/inclusion et tracées en fonction de l'abscisse curviligne pour les trois types de géométrie présentées plus haut. Nous observons que la contrainte normale maximale à l'interface du précipité en déformations planes (courbe verte) est plus de 1,5 fois plus faible que celle calculée pour un précipité axisymétrique (courbe bleu) où elle atteint une valeur proche de 500 MPa. Dans ce cas, la localisation des contraintes normales maximales se situe au point le plus éloigné de l'axe de symétrie, à proximité de la position où l'interface devient parallèle à l'axe OZ.

Dans le cas de figure où seule la moitié du précipité est représentée (courbe violette), la contrainte normale maximale est bien plus élevée (760 MPa) et se situe à la pointe de l'inclusion. Nous remarquons, comme l'on pouvait s'y attendre, que lorsque l'on s'éloigne de la pointe de l'inclusion (là où la concentration de contrainte est la plus importante), les contraintes normales obtenues pour les calculs en déformation plane avec la demi inclusion et l'inclusion entière sont très proches.



Figure 4. 34 : Contrainte normale au voisinage de l'interface matrice/inclusion, calculs à 650°C, 220MPa pour une déformation vraie de 8,7%.

#### Résumé

La taille, le rapport de forme et l'orientation par rapport à la direction de la contrainte appliquée des précipités de carbure  $M_{23}C_6$  observés ont été déterminées par observation au MEB-FEG et traitement d'images. Les propriétés mécaniques de ces carbures sont données dans la littérature. Le comportement en fluage de la matrice austénitique est modélisé en utilisant la loi d'Andrade pour la phase primaire et la loi de Norton pour la phase stationnaire. Les paramètres sont ajustés à l'aide de nombreuses courbes expérimentales du laboratoire. Les maillages représentant diverses configurations de carbures  $M_{23}C_6$  situés le long de joints de grains noyés dans la matrice sont alors construits à l'aide du logiciel Cast3M. Différents paramètres définissant les carbures sont pris en compte dans les calculs par éléments finis, tels que le rapport de forme, l'espacement entre les carbures et la géométrie des extrémités des carbures. La contrainte normale le long de l'interface de carbure  $M_{23}C_6$  et de la matrice austénitique est le premier paramètre d'intérêt pour simuler la rupture. Considérant tous les détails de la microstructure de précipité :

- ✓ L'effet du précipité circulaire (facteur 1,5)
- ✓ L'influence des différents rapports de forme pour un précipité isolé (facteur 2)
- ✓ L'influence de l'espacement entre précipités (facteur 1,9)
- ✓ L'effet du nombre de précipités voisins
- ✓ L'influence de la géométrie de la pointe des précipités (facteur 2)
- ✓ L'effet de la croissance de précipités ((facteur 1,5).

Le cumul rudimentaire de tous ces effets d'origine microstructurale conduit à un facteur d'amplification de la contrainte normale maximale à l'interface de l'ordre de 17 par rapport à la contrainte appliquée. La contrainte maximale normale le long de l'interface peut donc atteindre 3.75GPa, ce qui est près de vingt fois supérieure à la contrainte appliquée. En tenant compte des détails de la microstructure des carbures, nous calculons des contraintes normales à l'échelle de l'interface carbure/matrice qui sont du même ordre de grandeur que les valeurs calculées par des approches atomistiques. Dans le chapitre 5, nous cherchons à comprendre le cumul rudimentaire de tous les effets d'origine microstructurale.

Chapitre 5. Estimation des champs de contraintes au voisinage de l'interface : influence de la température et de la contrainte de traction

La science ne cherche pas a enoncer des vérités éternelles ou de dogmes immuables; loin de prétendre que chaque étape est définitive et qu'elle a dit son dernier mot, elle cherche a cerner la vérité par approximations successives. Bertrand Russell, 1872 - 1970.

ans ce chapitre, différents calculs présentés ont été effectués sous hypothèse d'axisymétrie pour différentes contraintes de traction et différentes températures. Une comparaison des résultats numériques des chapitres 3, 4 et 5 a été effectuée avec les observations expérimentales et les prédictions du modèle d'Eshelby afin de mieux comprendre l'endommagement intergranulaire de fluage.

n this chapter, different calculations were made assuming axisymmetry for different tensile loads and temperatures. A comparison of the numerical results of Chapters 3, 4 and 5 were made with experimental observations and the predictions of the Eshelby model to better understand intergranular creep damage.

## Sommaire

5.1. Introduction	
5.2. Effet de la température et de la contrainte de traction macroscopio	ue sur la
contrainte normale à l'interface	
5.2.1. Influence de la présence d'un précipité voisin	
5.2.2. Evolution temporelle de la contrainte normale maximale	
5.2.3. Influence du chargement pour une température donnée	
5.2.4. Influence de la température pour un chargement donné	
5.3. Discussion : Comparaison avec le modèle d'Eshelby-Kröner modifié	
5.4. Discussion : Comparaison avec les résultats expérimentaux	
Résumé	

#### 5.1. Introduction

Dans le chapitre 4 nous avons vu que l'on obtenait les contraintes normales les plus élevées à l'interface matrice/inclusion pour les précipités isolés de forme pointue (voir le paragraphe 4.8.4). Par ailleurs l'étude de l'effet de l'espacement entre précipités de type cylindre ellipsoïdal (cf. paragraphe 4.8.2) alignés selon la direction du chargement a montré que la contrainte normale à l'interface augmente d'autant plus, que les deux précipités voisins sont proches.

L'objectif du chapitre est d'étudier l'influence de la température et du chargement axial sur la contrainte normale à l'interface d'un précipité pointu situé à proximité d'un autre précipité de forme cylindrique ellipsoïdal ayant une extrémité de forme circulaire.

Compte tenu des résultats précédents, nous avons retenu pour cette étude une géométrie de précipité pointu situé à proximité d'un autre précipité de forme cylindrique (Figure 5. 1). Nous nous s'intéressons plus particulièrement ici à une hétérogénéité de forme pointue et d'angle au sommet égal à 45°, séparée par une distance L/12 (L étant la longueur totale du précipité) d'un précipité cylindrique d'extrémité arrondie (voir Figure 5. 1). Le rapport de forme des deux inclusions vaut 2. Nous nous attachons essentiellement ici à déterminer l'influence du chargement axial appliqué et de la température en simulant des essais de fluage d'un acier 316L(N) en axisymétrique.



Figure 5.1 : Maillage global zoom au voisinage de la pointe du précipité étudié

Dans tous les calculs présentés dans ce chapitre, pour conserver la symétrie du problème, nous imposons que les déplacements sur l'axe de symétrie (OZ) sont nuls dans la direction R et les déplacements sont bloqués dans la direction Z sur l'axe de symétrie (OR).

Par rapport à l'inclusion, nous avons utilisé un maillage pour la matrice dont les dimensions dans les directions R et Z correspond à environ six fois la largeur et à la longueur du précipité afin de limiter les effets de bord et ainsi obtenir un champ de contrainte dans la matrice le plus uniforme possible loin de l'inclusion.

# 5.2. Effet de la température et de la contrainte de traction macroscopique sur la contrainte normale à l'interface

Dans un premier temps, deux calculs correspondant, comme au chapitre précédent, à la simulation, à l'échelle microscopique, d'un essai de fluage en traction (à 600°C, 220MPa) d'un acier 316 L(N) ont été effectués.

#### 5.2.1. Influence de la présence d'un précipité voisin

Le premier calcul comporte un précipité isolé de forme pointue ayant un rapport de forme de 2. Le second calcul comporte la même hétérogénéité de forme pointue et d'angle au sommet égal à  $45^{\circ}$  séparée par une distance L/12 d'un précipité de forme cylindre ellipsoïdal (voir la Figure 4.1 du paragraphe précédent). La distance inter précipités de L/12 a été retenue car elle correspond au calcul du chapitre précédent pour lequel nous avons obtenu les valeurs les plus importantes de la contrainte normale au voisinage de deux inclusions voisines. Le choix d'un demi-angle au sommet de  $45^{\circ}$  est dicté par les résultats expérimentaux du chapitre 2 (paragraphe 2.5.5) dans lequel nous avons vu que les cavités se forment majoritairement à l'extrémité des précipités ayant une pointe de  $90^{\circ}$  (voir Figure 2.30).

La Figure 5. 2 présente le champ de contrainte  $\sigma_{zz}$  pour l'inclusion isolée au temps final de calcul t<sub>f</sub> = 4167 heures. La contrainte maximale est observée en pointe du précipité et sa valeur est proche de 710 MPa.

Pour le calcul comportant deux précipités (Figure 5. 3), nous constatons, comme dans le chapitre précédent, que la contrainte  $\sigma_{zz}$  est plus élevée que pour le cas d'un précipité isolé. Sa valeur est de l'ordre de 994 MPa ce qui correspond à un accroissement de près de 40 % de

la contrainte maximale par rapport au cas du précipité isolé. Là encore, la contrainte la plus élevée est observée, comme attendu, au voisinage de la pointe de l'inclusion.





Figure 5. 3 : Temps de fluage 4167 h – Inclusion pointue + précipité voisin, Contrainte de traction  $\sigma_{zz}$  - Calculs axisymétriques à 600°C, 220MPa.

#### 5.2.2. Evolution temporelle de la contrainte normale maximale

La Figure 5. 4 et la Figure 5. 5 présentent les évolutions spatiales de la contrainte normale  $\sigma_{nn}$  coté matrice, à différents instants, le long de l'interface matrice/précipité. Nous observons que, pour tous les temps de calcul, la contrainte est toujours maximale à la pointe

du précipité et diminue progressivement vers une valeur proche de 220-230 MPa, au voisinage du point ou l'interface devient parallèle à l'axe OZ.

La contrainte normale devient alors rapidement négative puis augmente progressivement (voir Figure 5. 4). Dans ce cas de figure il est fort probable que l'éventuelle décohésion entre la matrice et l'inclusion apparaisse au voisinage de la pointe du précipité, là où la contrainte normale est positive et la plus élevée.



Figure 5. 4 : Evolution spatiale de la contrainte normale  $\sigma_{nn}$  à l'interface, dans la matrice à différents instants (en secondes), calculée le long de l'interface matrice/précipité.



Figure 5. 5 : Evolution spatiale de la contrainte normale  $\sigma$ nn à l'interface dans la matrice à différents instants (en secondes), le long de l'interface matrice/précipité entre 0 et 1.4 µm.

Si nous intéressons maintenant à l'évolution temporelle de la contrainte normale maximale à l'interface matrice/précipité (Figure 5. 6), nous remarquons qu'elle augmente rapidement vers une valeur maximale de l'ordre de 766 MPa pour un temps proche de 56 heures puis diminue lentement jusqu'à 728 MPa pour un temps physique voisin de 830 heures puis elle reste pratiquement constante jusqu'à la fin du calcul. La contrainte maximale est alors atteinte dans ce cas dans la phase primaire.



Figure 5. 6 : Evolution de la contrainte normale maximale  $\sigma_{nn}$  en fonction du temps.

La contrainte normale maximale obtenue est de l'ordre de 728 MPa à la fin du calcul, La contrainte appliquée  $\sum$  valant 220MPa. Nous avons vu au chapitre 4 que pour une inclusion circulaire isolée la contrainte  $\sigma_{nn}^{max}$  est proche de de 327 MPa. Pour un précipité de type cylindre ellipsoïdal ayant un rapport de forme de 2 (comme c'est le cas ici), elle atteint 383 MPa. Pour une inclusion isolée pointu ayant un demi-angle au sommet de de 45°, cette contrainte est de 460 MPa.

Nous pouvons tenter de définir plusieurs nombres sans dimension pour obtenir une estimation de la valeur de la contrainte normale maximale obtenue ici à partir des résultats des études faites au chapitre précédent concernant l'influence du rapport de forme, de la géométrie de l'inclusion et de l'espacement inter précipités. Pour une inclusion sphérique isolée le rapport R1 de la contrainte normale maximale sur la contrainte appliquée est :  $R_1 = 327 \text{ MPa} / 220 \text{ MPa} = 1,48$ . Pour un rapport de forme de 2, la contrainte normale maximale est de 383 MPa. Le rapport de la contrainte  $\sigma_{nn}^{max}$  pour une inclusion de type cylindre ellipsoïdal de rapport de forme 2 par rapport à une inclusion sphérique vaut alors  $R_2 = 383 \text{ MPa} / 327$ 

MPa = 1,17. Pour un rapport de forme de 2 et une inclusion isolée le rapport de la contrainte  $\sigma_{nn}^{max}$  pour un précipité pointu de demi-angle au sommet égal à 45° sur la contrainte pour une inclusion de type cylindre ellipsoïdal est  $R_3 = 460$  MPa /383 MPa = 1,20.

Finalement nous avons vu que la prise en compte d'un précipité voisin provoque une augmentation importante de la contrainte normale. Pour un espacement inter précipité de L/12 (L étant la longueur du précipité) et deux précipités de rapport de forme 3 nous avons vu que la contrainte  $\sigma_{nn}^{max}$  atteignait la valeur de 780 MPa, soit un rapport de la contrainte normale maximale pour deux précipités voisins sur la contrainte  $\sigma_{nn}^{max}$  pour un précipité isolé qui vaut :  $R_4 = 780 \text{ MPa} / 424 \text{ MPa} = 1,84$ .

En supposant que les effets sont multiplicatifs, nous obtenons le facteur d'influence global qui est :  $R_G = R_1 * R_2 * R_3 * R_4 = 1,48 * 1,17 * 1,20 * 1,84 = 3,82$ .

Nous obtenons alors une estimation de la contrainte normale maximale qui est égale au facteur d'influence global  $R_G$  fois la contrainte appliquée  $\sum$  et vaut ici 840 MPa et qui est à comparer avec la valeur de 728 MPa obtenu par le calcul par éléments finis. La différence est relativement importante et de l'ordre de 15%. La comparaison est en fait un peu biaisée car nous avons étudié dans le chapitre précédent l'influence de deux précipités voisins et de rapport de forme 3 et non de 2 comme c'est le cas ici. Si l'on se réfère au chapitre précèdent, on a vu (Tableau 4. 6) que le rapport de la contrainte  $\sigma_{nn}^{max}$  pour un rapport de forme de 2 par rapport à un rapport de forme de 3 est  $R_{cor} = 383$  MPa / 424 MPa = 0,903. La valeur corrigée approximative de la contrainte estimée est alors de 759 MPa, soit une différence de 4% par rapport au calcul par élément fini.

Pour les différents calculs qui sont présentés dans ce qui suit, on examine les évolutions de la contrainte normale, le long de l'interface matrice/inclusion du précipité de forme pointue.

Comme nous venons de le voir, nous observons que la contrainte de traction  $\sigma_{zz}$  (voir la Figure 5. 3) et la contrainte normale à l'interface  $\sigma_{nn}$  (Figure 5. 4) sont les plus élevées au voisinage des interfaces matrice/inclusion sur l'axe de symétrie. Les différents calculs présentés par la suite, ont été faits en axisymétrique pour différentes contraintes de traction et différentes températures (voir le Tableau 5. 1) ci-dessous.

600° C	650° C	700° C
150 MPa	150 MPa	80 MPa
200 MPa	200 MPa	100 MPa
250 MPa	250 MPa	120 MPa

Tableau 5.1 : Différentes configurations de calcul.

Les valeurs maximales de la contrainte normale à la fin du calcul ( $t_f = 4167$  heures) sont regroupées dans le tableau ci-dessous :

600° C	$\sigma_{nn}$ max	650° C	$\sigma_{nn}$ max	700° C	$\sigma_{nn}$ max
150 MPa	566 MPa	150 MPa	588 MPa	80 MPa	296 MPa
200 MPa	730 MPa	200 MPa	755 MPa	100 MPa	370 MPa
250 MPa	913 MPa	250 MPa	943 MPa	120 MPa	445 MPa

Tableau 5. 2 : Contraintes normales maximales (en MPa) au temps final tf = 4167 heures pour différents chargements  $\sigma zz$  et différentes températures.

On observe, comme attendu, que la contrainte normale maximale augmente lorsque la température croît pour un chargement donné. De même, on voit que la contrainte  $\sigma_{nn}^{max}$  augmente lorsque le chargement est plus important, la température étant fixée.

<u>Remarque</u> : les valeurs des températures et des contraintes imposées pour les différents calculs coïncident avec les conditions d'essais présentées dans le chapitre 2.

#### 5.2.3. Influence du chargement pour une température donnée

Dans ce paragraphe, on s'intéresse plus particulièrement, pour une température donnée, à l'influence du chargement axial sur le profil de contrainte à l'interface matrice/précipité.

La Figure 5. 7 présente l'évolution spatiale de la contrainte normale dans la matrice, au voisinage de l'interface entre les deux milieux, pour une température de  $600^{\circ}$ C et des chargements de 150, 200 et 250 MPa au temps final de calcul t<sub>f</sub> = 4167 heures. Pour les différentes contraintes appliquées, nous observons que la contrainte normale maximale est toujours située en pointe du précipité et qu'elle est d'autant plus importante que la contrainte appliquée est élevée. Comme attendu, en s'éloignant du sommet de l'inclusion, elle diminue régulièrement.



Figure 5. 7 : Contrainte normale au voisinage de l'interface matrice/inclusion, T =  $600^{\circ}$ C -  $\sigma_{zz}$  =150, 200, 250 MPa - Temps de fluage 4167 h.

Sur la Figure 5. 8, nous avons tracé les évolutions temporelles de la contrainte normale maximale située en pointe de l'inclusion en fonction du temps (Figure 5. 8. a) et de la déformation viscoplastique  $\varepsilon_{zz}$  (Figure 5. 8. b) d'un élément de la matrice situé suffisamment loin du précipité pour être représentatif de la déformation viscoplastique macroscopique.

Nous observons dans ce cas que la contrainte normale maximale passe par un maximum pour différentes valeurs du temps auxquelles nous pouvons associer une déformation viscoplastique macroscopique. Le phénomène est d'autant plus marqué et rapide que la contrainte appliquée est importante.

La contrainte normale maximale tend vers une limite d'autant plus rapidement que la contrainte appliquée est importante. Pour un chargement de 250 MPa la contrainte normale maximale est obtenue après 28 heures ce qui correspond à une déformation de l'ordre de 0.44%. Pour contrainte appliquée de 200 MPa, le maximum est obtenu aux alentours de 110 et correspond à une déformation proche de 0,8 %. Pour 150 MPa on observe un maximum très peu marqué entre 500 et 600 heures et pour une déformation viscoplastique  $\varepsilon_{zz}$  de l'ordre de 2%. La relaxation de la contrainte normale maximale, vers une valeur limite, est alors d'autant plus lente que la contrainte appliquée est faible.



Figure 5. 8 : Evolution de la contrainte normale maximale  $\sigma_{nn}$  en fonction du temps (a) et de la déformation viscoplastique  $\varepsilon_{zz}$  (b) pour T = 600°C et  $\sigma_{zz}$  = 150, 200, 250 MPa.

La Figure 5. 9 présente l'évolution spatiale de la contrainte normale dans la matrice, au voisinage de l'interface entre les deux milieux, pour une température de 650°C et des chargements de 150, 200 et 250 MPa au temps final de calcul  $t_f = 4167$  heures. Pour les différentes contraintes appliquées, nous observons, comme pour une température de 600°C que la contrainte normale maximale est constamment située en pointe du précipité et qu'elle est d'autant plus élevée que la contrainte appliquée est importante.



Figure 5. 9 : Contrainte normale au voisinage de l'interface matrice/inclusion  $T = 650^{\circ}C - \sigma_{zz} = 150, 200, 250$  MPa - Temps de fluage 4167 h.

Sur la Figure 5. 10, sont tracées les évolutions temporelles de la contrainte normale maximale en fonction du temps (Figure 5. 10. a) et de la déformation viscoplastique macroscopique  $\varepsilon_{zz}$  (Figure 5. 10. b). Nous observons dans ce cas que la contrainte normale maximale passe par un maximum uniquement dans le cas où la contrainte appliquée est la plus faible, soit 150 MPa. Dans les autres cas le plateau de contrainte est atteint rapidement sans que l'on observe une apparente relaxation de la contrainte normale.





Figure 5. 10 : Evolution de la contrainte normale maximale  $\sigma_{nn}$  en fonction du temps (a) et de la déformation viscoplastique  $\varepsilon_{zz}$  (b) pour T = 650°C et  $\sigma_{zz}$  = 150, 200, 250 MPa.

La Figure 5. 11 présente l'évolution le long de l'interface de la contrainte normale dans la matrice, pour une température de 700°C et des contraintes axiales appliquées de 80, 100 et 120 MPa au temps final de calcul  $t_f = 4167$  heures. Nous observons, comme pour les deux autres températures que la contrainte normale maximale est constamment située en pointe du précipité et qu'elle est d'autant plus élevée que la contrainte appliquée est importante.



Figure 5. 11 : Contrainte normale au voisinage de l'interface matrice/inclusion  $T = 700^{\circ}C$  -  $\sigma_{zz} = 80$ , 100, 120 MPa - Temps de fluage 4167 h.

Sur la Figure 5. 13, nous avons là aussi tracé les évolutions temporelles de la contrainte normale maximale située en pointe de l'inclusion en fonction du temps (Figure 5. 12. a) et de la déformation viscoplastique  $\varepsilon_{zz}$  (Figure 5. 12. b) pour différentes contraintes appliquées et une température de 700°C.

Nous observons dans ce cas que la contrainte normale maximale passe par un maximum pour différentes valeurs du temps auxquels nous pouvons associer une déformation viscoplastique macroscopique. Comme pour les deux autres configurations de calcul le phénomène est d'autant plus marqué et rapide que la contrainte appliquée est importante. Comme observé précédemment, la relaxation de la contrainte normale maximale, vers une valeur limite, est alors d'autant plus rapide que la contrainte appliquée est élevée.



Figure 5. 12 : Evolution de la contrainte normale maximale  $\sigma_{nn}$  en fonction du temps (a) et de la déformation viscoplastique  $\varepsilon_{zz}$  (b) pour T = 700°C et  $\sigma_{zz}$  = 80, 100, 120 MPa.

#### 5.2.4. Influence de la température pour un chargement donné

Sur la Figure 5. 13, on compare l'évolution spatiale de la contrainte normale à l'interface pour un chargement imposé de 150 MPa et pour des températures de 600 et 650°C. Les deux courbes sont pratiquement confondues excepté en pointe du précipité où les contraintes normales valent à 600 et 650°C respectivement 566 et 588 MPa.







Figure 5. 14 : Contrainte normale au voisinage de l'interface matrice/inclusion, T = 600°C, 650°C -  $\sigma_{zz}$  = 200 MPa - Temps de fluage 4167 h.

Pour un chargement imposé de 200 MPa et pour des températures de 600 et 650°C, l'évolution spatiale de la contrainte normale à l'interface est présentée sur la Figure 5. 13. Les deux courbes sont très proches excepté en pointe du précipité ou les contraintes normales valent à 600 et 650°C respectivement 730 et 755 MPa.

Pour un chargement imposé de 250 MPa et pour des températures de 600 et 650°C, l'évolution spatiale de la contrainte normale à l'interface est présentée sur la Figure 5. 15. Les deux courbes présentent des différences un peu plus importantes que celles obtenues pour des chargements plus faibles. En pointe du précipité, les contraintes normales valent à 600 et 650°C respectivement 913 et 943 MPa.



Figure 5. 15 : Contrainte normale au voisinage de l'interface matrice/inclusion, T = 600°C, 650°C -  $\sigma_{zz}$  = 250 MPa - Temps de fluage 4167 h.

#### 5.3. Discussion : Comparaison avec le modèle d'Eshelby-Kröner modifié

Dans ce paragraphe, on cherche à comparer les résultats de calcul par éléments finis avec les solutions obtenues en appliquant la théorie thermoélastique d'Eshelby-Kröner modifiée (Huang-Sauzay, voir Annexe 5. 2).

Pour ce faire nous reprenons l'exemple du chapitre précédent correspondant à l'étude d'une inclusion de type cylindre ellipsoïdal et correspond à un essai de fluage en traction 220MPa et 600°C d'un acier 316 L(N).

Pour les calculs par éléments finis les modules d'Young de la matrice et de l'inclusion valent respectivement 150 et 350 GPa. Pour le modèle analytique qui est élastique homogène pour l'inclusion et plastique homogène pour la matrice, les modules d'Young de la matrice et du précipité sont identiques et égaux à 150 GPa pour un premier calcul (ce qui correspond au module d'Young de la matrice du calcul par éléments finis). Un second calcul a été effectué en prenant la valeur du module d'Young de l'inclusion utilisé dans la modélisation par éléments finis, soit 350 GPa. Par ailleurs dans les calculs par éléments finis la déformation finale dans l'inclusion est de 0,2 %. C'est cette valeur qui a été retenue dans les calculs analytiques pour déterminer la solution. Au-delà de cette valeur, le modèle d'Eshelby-Kröner surestime la contrainte normale et ce d'autant plus que la déformation est importante.

Il est à noter que les géométries sont légèrement différentes : ellipsoïde allongée pour le modèle analytique (voir la Figure 2 de l'Annexe 5. 2) et cylindre ellipsoïdal pour les calculs par éléments finis (cf. Figure 4. 8).

La Figure 5. 16 présente, pour différents rapports de forme, une comparaison des contraintes normales maximales obtenues avec le modèle d'Eshelby-Kröner modifié pour un module d'Young de 150 GPa et de 350 GPa et les calculs par éléments finis pour la contrainte normale maximale observée pour un angle de  $15^{\circ}$  et la contrainte au sommet de l'inclusion utilisé dans le modèle d'Eshelby-Kröner (angle de  $0^{\circ}$ ).

Pour le modèle analytique la contrainte normale maximale est toujours obtenue au sommet de l'ellipsoïde. Pour les calculs par éléments finis, la contrainte normale maximale se situe à l'interface matrice/inclusion pour des angles compris entre 11 et 19° (voir Chapitre 4, Tableau 4. 6) lorsque le rapport de forme varie entre 1 et 19.

Nous observons que les résultats obtenus avec le modèle analytique, en prenant un module d'Young de 350 GPa, sont très éloignés de ceux obtenus par éléments finis (voir Figure 5. 16). Ce résultat était prévisible car pour trouver la solution on a imposé une déformation de 0,2% dans un domaine qui est globalement plus 'rigide' dans la matrice, son module d'Young ( $E_m = 350$  GPa) étant plus de 2 supérieur à celui, plus réaliste, utilisé dans les calculs par éléments finis ( $E_m = 150$  GPa).

En utilisant pour le modèle d'Eshelby-Kröner le module d'Young correspondant à celui qui est utilisé pour la matrice ( $E_m = 150$  GPa) dans les calculs par éléments finis, on

observe que les résultats obtenus sont proches des résultats des calculs par éléments finis. Dans ce cas pour des rapports de forme compris entre 1 et 6 les différences entre modèle analytique et la contrainte normale maximale sont inférieures à 5%. L'erreur relative augmente lorsque que le rapport de forme devient plus important. En effet, la contrainte normale maximale calculée par éléments finis continue à croître lorsque le rapport de forme r augmente alors que l'on observe une saturation de la contrainte calculée par le modèle analytique pour r > 6.

Nous observons que la contrainte normale calculée au sommet de l'inclusion (angle de  $0^{\circ}$ ) tend vers la valeur obtenue avec le modèle analytique lorsque le rapport de forme est important (r > 9). Ces configurations correspondent à une déformation quasi homogène dans la matrice et le précipité qui est équivalent à une fibre immergée dans la matrice.



Figure 5. 16 : Comparaison de la contrainte normale  $\sigma_{nn}$  obtenue par calcul avec la solution du modèle d'Eshelby-Kröner modifiée pour différents rapports de forme - déformation de 0,2% - T = 600°C et  $\sigma_{zz}$  = 220 MPa pour le calcul par éléments finis.

Pour des rapports de forme inférieurs à 6, les résultats analytiques surestiment la contrainte normale le long de l'interface comme nous pouvons l'observer par exemple sur la Figure 5. 17 pour un rapport de forme de 3. Ces écarts peuvent s'expliquer car dans le modèle d'Eshelby-Kröner, on suppose que la déformation viscoplastique est homogène dans la matrice et que les modules d'Young sont identiques. Cette hypothèse n'est pas vérifiée comme nous avons pu observer dans les calculs qui mettent en évidence de forts gradients des déformations viscoplastiques au voisinage des interfaces, en accord avec la littérature. Le

modèle analytique présenté en annexe permet donc d'estimer de manière satisfaisante la valeur de la contrainte normale maximale pour des rapports de forme inférieurs à 6. Par contre il ne permet pas de déterminer de manière précise sa position sur l'interface et ne donne qu'une valeur approchée du profil des contraintes normales sur l'interface matrice/précipité.



Figure 5. 17 : Comparaison de la contrainte normale  $\sigma_{nn}$  le long de l'interface matrice/précipité avec la solution d'Eshelby (rapport de forme de 3) - T = 600°C et  $\sigma_{zz}$  = 220 MPa.

Le modèle de localisation tiré des travaux de (Berveiller and Zaoui, 1978) se base sur l'utilisation des modules sécants élastoplastiques qui remplacent les modules élastiques du modèle thermoélastique d'Eshelby.

Pour comparaison, des modèles de localisation viscoplastiques basés sur les travaux de (Molinari et al., 1997) ont aussi été utilisés. Les versions tangente (modules tangents) et sécante (modules tangents) sont toutes deux utilisées. Seul le fluage secondaire et la loi de Norton sont pris en compte. Les contraintes axiales calculées à saturation, en utilisant une valeur de l'exposant de Norton de 8 est présentée sur Figure 5. 18.

Les calculs par Eléments Finis donnent des contraintes locales majorées de +50% environ, en accord avec les résultats des calculs par Eléments Finis de Lim, 2011, qui concernaient le fluage des aciers martensitiques. Le modèle de Molinari tangent sous-estime le niveau de contrainte dans le précipité tandis que les deux autres modèles surestiment la valeur de la contrainte.

L'utilisation d'un modèle de localisation élasto-viscoplastique du type de celui proposé par (Mercier et al., 2005) permettrait une évaluation plus réaliste des contraintes moyennes dans le précipité.



Figure 5. 18 : Prédiction de la contrainte à saturation dans une inclusion élastique selon différents modèles à champs moyens.

#### 5.4. Discussion : Comparaison avec les résultats expérimentaux

Dans un premier temps nous allons comparer les résultats expérimentaux présentés dans le chapitre 2 avec les résultats de simulations des chapitres 4 et 5.

Pour des précipités disposés parallèlement à l'axe de traction, nous remarquons que lorsque le rapport de forme augmente alors la contrainte normale maximale à l'interface matrice/inclusion devient de plus en plus importante. D'après les observations au MEB-FEG, les cavités s'initient à l'interface matrice/précipité. Ces précipités apparaissent dans l'alignement des joints de grain qui sont en général parallèles à l'axe de traction. Les résultats expérimentaux semblent montrer que plus les précipités sont allongés plus l'occurrence de l'apparition de cavités est élevée (Figure 2. 28 et Figure 4. 1b). Pour des précipités disposés perpendiculairement à l'axe de traction, nous remarquons que la contrainte normale maximale reste toujours relativement proche de la contrainte appliquée quel que soit le rapport de forme du précipité, ce qui est confirmé expérimentalement (peu de cavités observées).

Nous avons vu dans le chapitre 4 que la position de la contrainte normale maximale dépend de l'angle à l'extrémité du précipité (voir Figure 4. 32). Le maximum est obtenu sur la pointe de l'inclusion pour des demi-angles au sommet de 30° et 45° (sur l'axe de symétrie) et

pour le point le plus éloigné de l'axe de symétrie pour des demi-angles au sommet de 60° et 90°. Nous observons expérimentalement (Figure 2. 30b) que pour un angle de 120° la cavité ne s'initie pas à l'extrémité du précipité, comme prédit par le calcul.

Par ailleurs d'après l'étude effectuée au chapitre 2 (paragraphe 2.5.4) sur l'orientation des joints de grains avec cavités, la Figure 2. 29 montre que l'endommagement intergranulaire est plutôt observé pour un angle de 45° par rapport à l'axe de traction. La comparaison calculs/expériences n'a pu être faite, les différentes tentatives de simulations de cette configuration géométrique n'ayant pour l'instant pas abouties (pas de convergence des calculs).

Pour une température donnée, la loi de Dyson qui décrit le taux de germination de cavités et dépend du facteur de proportionnalité  $\alpha$ ' (déterminé expérimentalement dans le chapitre 2) est d'autant plus élevé que la contrainte appliquée est importante. Les résultats du chapitre 5 montrent que pour une température donnée, la contrainte normale maximale à l'interface matrice/précipité augmente avec la contrainte macroscopique, ce qui favorise la décohésion interfaciale et la germination de cavités, et ce qui est en accord avec la faible variation du coefficient  $\alpha$ ' en augmentant la contrainte.

Pour les observations au MEB-FEG d'un essai de fluage à 600 °C sous 150MPa, interrompu après 16000 heures pour une déformation ingénieur de 0.997 %, nous observons très peu de cavités. Ce qui est confirmé par rapport aux résultats numériques. En effet, l'évolution de la contrainte normale maximale en fonction de la déformation viscoplastique dans les mêmes conditions que l'essai (Figure 5. 8) montre que la concentration locale d'interface continue à croître jusqu'à 2%.

Le modèle de germination de cavités de Raj a été appliqué en considérant des configurations microstructurales de type B (pointe de précipité). Les valeurs numériques utilisés concernent tout d'abord une interface cohérente précipité  $Cr_{23}C_6$ - matrice pour le fer austénitique non magnétique :

Energie de surface du métal : 3J/m<sup>2</sup> (Barbé, 2015); Energie de surface du précipité : 2.9J/m<sup>2</sup> (Barbé, 2015); Energie de de l'interface cohérente : 2J/m<sup>2</sup> (Barbé, 2015); Energie du joint de grain (général) : 1.25J/m<sup>2</sup> (Caul et al., 1996); La valeur du facteur  $F_v$  (équation (29), chapitre 3) obtenu est de 2.19. L'application du modèle de Raj aboutit à un taux de germination négligeable même si des contraintes normales d'interface atteignant 4GPa sont utilisées. Nous aboutissons à la conclusion que le modèle de Raj prédit l'absence de germination pour les interfaces cohérentes même si les contraintes locales les plus élevées possibles sont utilisées. Ce résultat est en accord avec les observations fines de la cavitation (Kim et al., 2004), (Wahab and Kral, 2005) et (Huang et al., 2016).

Le modèle de Raj peut ensuite être appliqué aux interfaces incohérentes. Néanmoins, nous ne disposons pas d'estimations numériques ou de mesures d''énergies d'interfaces incohérentes, propres au système étudié. Les valeurs sont nécessairement plus élevées que celles de l'interface cohérente. L'utilisation d'une valeur de 3J/m<sup>2</sup> aboutit aussi à une germination négligeable même sous des contraintes locales de plus de 4GPa. Néanmoins, les prédictions du modèle de Raj sont très sensibles aux variations des énergies de surface et d'interface. Considérer des énergies de surface de matrice et de précipité de 2J/m<sup>2</sup>, amène à une germination observable pour les durées d'essais de quelques années sous des contraintes de 3GPa. Des évaluations plus précises des différentes énergies en jeu sont donc nécessaires. L'instabilité des prédictions du modèle de Raj est un inconvénient majeur à son utilisation. Ces calculs confirment les résultats de Lim sur acier martensitique (Lim, 2011) concernant les limitations du modèle de Raj qui constitue pourtant le modèle de référence concernant la germination des cavités en fluage.

Le cumul rudimentaire de tous ces effets d'origine microstructurale conduit à un facteur d'amplification de la contrainte normale maximale à l'interface de l'ordre de 17 par rapport à la contrainte appliquée. La contrainte maximale normale le long de l'interface peut donc atteindre 3.75GPa. La prise en compte de la microstructure fine des carbures permet de rapprocher l'échelle de la mécanique des milieux continus à celle de la rupture d'interface à l'échelle atomique qui est prédite pour des contraintes de l'ordre de quelques GPa au moins.

### Résumé

Nous nous s'intéressons plus particulièrement ici à une hétérogénéité de forme pointue et de demi-angle au sommet égal à 45°, séparée par une distance L/12 (L étant la longueur totale du précipité) d'un précipité cylindrique d'extrémité arrondie. Un premier calcul a montré que pour cette configuration géométrique la contrainte normale maximale est toujours localisée en pointe du précipité et que l'évolution temporelle de la contrainte normale maximale n'était pas monotone mais passe par un maximum pour un temps donné.

Dans le chapitre 4 nous avons étudié l'influence de la géométrie, du rapport de forme et de l'espacement entre précipités de même nature sur la contrainte normale à l'interface matrice/inclusion. Nous avons vu qu'il est possible d'utiliser ces résultats pour obtenir, de manière simple, une estimation de la contrainte normale maximale pour la nouvelle configuration géométrique étudiée ici en cumulant les différents effets.

Dans un deuxième temps nous nous intéressons à l'influence de la température et du chargement axial sur la contrainte normale à l'interface. Nous observons, comme attendu, que la contrainte normale maximale augmente très légèrement lorsque la température croît pour un chargement donné. De même, nous constatons que la contrainte  $\sigma_{nn}^{max}$  augmente lorsque le chargement est plus élevé, la température étant fixée. Les valeurs maximales de la contrainte normale à la fin du calcul (t<sub>f</sub> = 4167 heures) sont regroupées dans le tableau cidessous :

600° C	$\sigma_{nn}$ max	650° C	$\sigma_{nn}$ max	700° C	$\sigma_{nn}$ max
150 MPa	566 MPa	150 MPa	588 MPa	80 MPa	296 MPa
200 MPa	730 MPa	200 MPa	755 MPa	100 MPa	370 MPa
250 MPa	913 MPa	250 MPa	943 MPa	120 MPa	445 MPa

Finalement nous avons repris l'exemple d'une inclusion de type cylindre ellipsoïdal utilisée dans la simulation de l'essai de fluage en traction sous 220MPa et 600°C. La comparaison de la contrainte normale maximale calculée par éléments finis pour différents rapports de forme a été effectuée avec les prédictions du modèle analytique thermoélastique d'Eshelby-Kröner. En utilisant dans le modèle analytique, qui n'est valable que pour une déformation inférieure à 0,2% environ, le module d'Young de la matrice, les résultats obtenus sont relativement satisfaisants pour des rapports de forme compris entre 1 et 6. Toutefois, le modèle analytique ne permet pas de retrouver la position ou la contrainte normale est maximale.

## **Conclusion générale et Perspectives**

Le danger qui menace les chercheurs aujourd'hui

serait de conclure qu'il n'y a plus rien a découvrir.

Pierre Soliot Curie, 1932.

#### **Conclusion générale**

Les aciers inoxydables austénitiques utilisés dans les composants des circuits du réacteur à neutrons rapides ASTRID fonctionneront à haute température et subiront de faibles contraintes mais pendant une durée visée de 60 ans. La simple extrapolation des données à rupture obtenues lors d'essais court terme s'avère non conservative. Les durées de maintien en fluage de certains composants de réacteurs en acier inoxydable austénitique nécessitent d'une part d'effectuer des essais très longs (> 20 ans), et d'autre part de comprendre et de modéliser les mécanismes d'endommagement de manière à proposer des prédictions physiquement fondées et tenant compte de la microstructure du matériau, de la température et du niveau de contrainte.

Cette étude a porté sur les trois principaux points suivants:

- ✓ L'étude expérimentale du comportement mécanique macroscopique et microscopique caractéristiques des essais de fluage pour différentes températures et contraintes.
- Les modélisations de l'endommagement de fluage court et long terme afin de prédire les durées de vie de fluage.
- ✓ L'effet de l'hétérogénéité de la microstructure sur les concentrations de contraintes locales a été simulé par la méthode des éléments finis (logiciel Cast3M).

La rupture par fluage des aciers inoxydables austénitiques 316 (N) a été étudiée expérimentalement et théoriquement pour des températures allant de 525 °C à 700 °C et des durées de vie jusqu'à plus d'une vingtaine d'années. La présente étude montre les points suivants:

- Le modèle de striction prédit correctement la durée de vie des essais de fluage à court terme (une dizaine de milliers d'heures à 550°C).
- (2) En tenant compte de la germination-croissance de cavités intergranulaires (modèle de Riedel), la durée de vie est correctement prédite pour les essais de fluage les plus longs à notre disposition.

Un temps de transition entre les durées de vie prédites par striction et cavitation apparaît autour de 20kh à 525°C et 3,5kh à 700°C (une année équivaut à environ 10kh). Ce temps de transition correspond bien avec celui observé sur les courbes expérimentales. Il
augmente à mesure que la température diminue. D'autres données expérimentales au-delà de 50kh (jusqu'à 25 ans) ont été fournies par l'institut japonais NIMS et nous permettent de valider nos prédictions. L'étude d'autres aciers inoxydables austénitiques a aussi été abordée. Grâce aux données du NIMS, le modèle de Riedel a également été validé pour les aciers inoxydables austénitiques 304H, 316H, 321H.

Pour les essais de fluage à très long terme (> de  $10^5$ h), le modèle de Riedel surestime la durée de vie à très faible contrainte et à très haute température (650°C – 700°C). Le tracé des vitesses de fluage en fonction de la contrainte pour l'acier 316H (Kloc, 2001, même avant saturation de vitesse de déformation) met en évidence un changement de pente entre les faibles et les forts régimes de contrainte. La transition d'une loi en puissance d'un exposant de contrainte d'environ sept à une loi d'exposant d'environ un a été observée à des contraintes à l'ordre de 30 MPa à 700°C. Toute extrapolation du régime de vitesse en loi de puissance à des contraintes inférieures à 30 MPa conduit à une large sous-estimation de la vitesse de fluage prédite. Lorsque le modèle Riedel est utilisé avec les paramètres de loi de Norton identifiés aux faibles régimes de contrainte, la durée de vie à long terme est correctement prédite jusqu'à 25 ans et une seconde transition est mise en évidence pour les aciers 316H. Les essais de fluage lancé durant nos travaux montrent que, pour l'acier 316L(N), les valeurs obtenues correspondent bien au changement de régimes de contrainte pour 750°C (Figure 2. 10).

Il faut noter qu'aucun paramètre ajusté n'a été utilisé dans l'application du modèle de Riedel. Cependant, le taux de germination de cavités doit être mesuré en utilisant des observations au MEB-FEG et un traitement d'images (logiciel 'Visilog'). Ce paramètre est exprimé en termes de nombre de cavités par unité de surface de joint de grains et par unité de temps. Cela montre que la prédiction de taux de nucléation de cavités est le principal problème restant à résoudre pour obtenir des prédictions de durée de vie à long terme en accord avec l'expérience. D'après les observations au MEB-FEG, la cavitation intergranulaire apparaît principalement à l'interface précipité/matrice. C'est pourquoi l'effet de l'hétérogénéité de la microstructure sur les concentrations de contraintes locales et la germination des cavités a été simulé par la méthode des éléments finis (logiciel Cast3M). L'objectif est de déterminer la distribution de champs de contraintes axiales autour des précipités en fonction du temps et de la température. Les différentes caractéristiques des précipités et le comportement en fluage de la matrice austénitique sont conjointement pris en compte.

La taille, le rapport de forme et l'orientation par rapport à la direction de contrainte appliquée des précipités de carbure M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> observés ont été déterminés par observations et mesures au MEB-FEG et traitement d'images. Les propriétés mécaniques de ces carbures sont données dans la littérature. Le comportement en fluage de la matrice austénitique est modélisé en utilisant la loi d'Andrade pour la phase primaire et la loi de Norton pour la phase stationnaire. Les paramètres sont ajustés à l'aide de nombreuses courbes expérimentales du laboratoire, d'EDF et AREVA-NP obtenues sur aciers 316L(N). Les maillages représentant diverses configurations de carbures M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> situés le long de joints de grains noyés dans la matrice sont alors construits à l'aide du logiciel Cast3M. Différents paramètres définissant les carbures sont pris en compte dans les calculs par éléments finis, tels que le rapport de forme, l'effet du nombre et de l'espacement inter-précipités, de la pointe et de la cohérenceincohérence de l'inclusion. L'orientation du joint de grains est aussi prise en compte. La contrainte normale le long de l'interface de carbure M23C6 et matrice austénitique est le premier paramètre d'intérêt en vue de simuler la micro-rupture. Le cumul rudimentaire de tous ces effets d'origine microstructurale conduit à un facteur d'amplification de la contrainte normale maximale à l'interface de l'ordre de 17 par rapport à la contrainte appliquée. La contrainte maximale normale le long de l'interface peut donc atteindre 3.75GPa. La prise en compte de la microstructure fine des carbures permet de rapprocher l'échelle de la mécanique des milieux continus à celle de la rupture d'interface à l'échelle atomique qui est prédite pour des contraintes de l'ordre de quelques GPa au moins.

# Perspectives

### Germination de cavités (Ségrégation du soufre et du phosphore)

La résistance interfaciale entre les précipités  $M_{23}C_6$  et la matrice dépend de la composition chimique locale. La ségrégation des éléments d'impuretés similaire à ceux qui induisent une fragilisation intergranulaire peut réduire la résistance interfaciale. D'autres mesures pourraient être effectuées par la suite pour approfondir l'évaluation de la ségrégation du Phosphore ou du Soufre par Sonde Atomique Tomographique. Cette étude pourra aider aux calculs ab-initio afin de simuler plus précisément la décohésion d'interface matrice austénitique et le précipité  $M_{23}C_6$ , en présence de ségrégation. Les effets de la cavitation intergranulaire seront analysés et examinés du point de vue de l'effet sur la séparation de la matrice austénitique des carbures.

#### Modèle de Zone cohésive

L'endommagement d'interface va être simulé en utilisant une modélisation de la rupture de l'interface par zones cohésives dont les paramètres sont calculés par DFT lors d'une étude parallèle (collaboration SRMP-SRMA). Le taux de germination de cavités, qui est le seul paramètre manquant du point de vue des simulations, pourra alors être évalué en fonction du matériau, de la température et de la contrainte appliquée, et sera comparé à nos nombreuses mesures expérimentales. Vu le caractère aléatoire et complexe de la microstructure, une approche statistique prenant en compte les différents paramètres de la microstructure locale sera à entreprendre. L'interaction entre germination – croissance de précipités, notamment la phase  $\sigma$ , pourra prendre en compte pour le fluage long terme.

### Modélisation par élément finis des poly-cristallins

Des observations de microstructures locales au MEB-FEG EBSD pourront aussi être effectuées afin d'obtenir les différentes orientations de grains. Les valeurs des orientations de grains pourront être introduites dans les calculs par éléments finis avec les précipités voisins le long du joint de grains considéré expérimentalement. La modélisation de la rupture de l'interface par zones cohésives sera ensuite effectuée pour déterminer la déformation à microfissuration et la discuter par rapport aux observations (présence ou absence de cavités).

# Références

Abe, F., 2015. Creep Behavior, Deformation Mechanisms, and Creep Life of Mod.9Cr-1Mo Steel. Metall. Mater. Trans. A 46, 5610–5625. doi:10.1007/s11661-015-3144-5

Abe, F., 2008a. Creep-resistant steels. Woodhead, Cambridge.

- Abe, F., 2008b. Stress to produce a minimum creep rate of 10–5%/h and stress to cause rupture at 105h for ferritic and austenitic steels and superalloys. Int. J. Press. Vessels Pip. 85, 99–107. doi:10.1016/j.ijpvp.2007.06.005
- AFCEN, 2012. Code RCC-MRx, "Design and Construction Rules for Mechanical Components of FBR Nuclear Islands and high temperature applications", Paris.
- Argence, D., 1996. Endommagements couplés de fatigue et de fluage sous chargement multiaxial appliqué à un acier inoxydable austénitique. MINES ParisTech and CEA Sacaly.
- Argon, A.S., 1976. Formation of Cavities From Nondeformable Second-Phase Particles in Low Temperature Ductile Fracture. J. Eng. Mater. Technol. 98, 60. doi:10.1115/1.3443338
- Argon, A.S., Im, J., 1975. Separation of second phase particles in spheroidized 1045 steel, Cu-0.6pct Cr alloy, and maraging steel in plastic straining. Metall. Trans. A 6, 839– 851. doi:10.1007/BF02672307
- Association française pour les règles de conception, de construction et de surveillance en exploitation des matériels des chaudières électro-nucléaires, 2007. RCC-MR règles de conception et de construction des matériels mécaniques des installations nucléaires. AFCEN, La Défense.
- Auzoux, Q., 2004. Reheat cracking of austenitic stainless steels influence of work hardening on intergranular damage. MINES ParisTech and CEA Saclay.

- Auzoux, Q., 2004. Thèse: Fissuration en relaxation des aciers inoxydables austénitiques, influence de l'écrouissage sur l'endommagement intergranulaire, Rapport CEA. CEA Saclay, Direction des systèmes d'information.
- Balluffi, R.W., Kwok, T., Bristowe, P.D., Brokman, A., Ho, P.S., Yip, S., 1981. Determination of vacancy mechanism for grain boundary self-diffusion by computer simulation. Scr. Metall. 15, 951–956. doi:10.1016/0036-9748(81)90285-4
- Barbé, E., 2015. Rapport de stage : Simulation multiéchelles du comportement mécanique de l'interface carbure-métal à partir des structures électroniques.
- Batoz, J.-L., Dhatt, G., 1990. Solides élastiques. Hermès, Paris.
- Berveiller, M., Zaoui, A., 1978. An extension of the self-consistent scheme to plasticallyflowing polycrystals. J. Mech. Phys. Solids 26, 325–344. doi:10.1016/0022-5096(78)90003-0
- Brinkman, C.R., 2001. Elevated-Temperature Mechanical Properties of an Advanced-Type 316 Stainless Steel. J. Press. Vessel Technol. 123, 75. doi:10.1115/1.1343911
- Cast3M, http://www-cast3m.cea.fr, 2014.
- Caul, M., Fiedler, J., Randle, V., 1996. Grain-boundary plane crystallography and energy in austenitic steel. Scr. Mater. 35, 831–836. doi:10.1016/1359-6462(96)00234-5
- CEA, EDF, Creusot-Loire, 1987. Protocole EDF CEA Etude des caractéristiques mécaniques à chaud de quatre tôles en acier inoxydable austénitique 17-12 au Mo, à très bas C et N controlé, Nuance ICL 167 SPH de Creusot-Loire, Références SP, SQ, SR et ST. Etat d'avancement des essais en juillet 1987.
- Chen, I.W., Argon, A.S., 1981. Creep cavitation in 304 stainless steel. Acta Metall. 29, 1321– 1333. doi:10.1016/0001-6160(81)90023-7
- Clemm, P.J., Fisher, J.C., 1955. The influence of grain boundaries on the nucleation of secondary phases. Acta Metall. 3, 70–73. doi:10.1016/0001-6160(55)90014-6

- Code RCC-M, 1988. Règles de conception et de construction des matériels mécaniques des îlots nucléaires PWR, tome II – Matériaux (2ème partie), association française pour les règles de conception et de construction des matériels des chaudières électronucléaires.
- Considère, M., 1885. Mémoire sur l'emploi du fer et de l'acier dans les constructions. Dunod, in French.
- Cui, Y., Sauzay, M., Caes, C., Bonnaillie, P., Arnal, B., Cabet, C., Blat-Yrieix, M., Dubiez-Legoff, S., Creep 2015 - a. Modeling and experimental study of long term creep damage in austenitic stainless steels. Eng. Fail. Anal. 58, 452–464. doi:10.1016/j.engfailanal.2015.08.009
- Cui, Y., Sauzay, M., Caes, C., Bonnaillie, P., Cabet, C., Creep 2015 b. Modeling and experimental study of long term creep damage in austenitic stainless steels.
- Cui, Y.T., Sauzay, M., Caes, C., Bonnaillie, P., 2013. Modeling and Experimental Study of Long Term Creep Damage in Austenitic Stainless Steels. Key Eng. Mater. 592-593, 83–86. doi:10.4028/www.scientific.net/KEM.592-593.83
- Deighton, M., 1970. Solubility of M23C6 in type 316 stainless steel. J. Iron Steel Inst. p. 1012–1014.
- Dumoulin, S., Tabourot, L., Chappuis, C., Vacher, P., Arrieux, R., 2003. Determination of the equivalent stress–equivalent strain relationship of a copper sample under tensile loading. J. Mater. Process. Technol. 133, 79–83. doi:10.1016/S0924-0136(02)00247-9
- Dyson, B.F., 1983. Continuous cavity nucleation and creep fracture. Scr. Metall. 17, 31–37. doi:10.1016/0036-9748(83)90065-0
- Dyson, B.F., 1976. Constraints on diffusional cavity growth rates. Met. Sci. 10, 349–353. doi:10.1179/030634576790431417
- Dyson, B.F., Mclean, D., 1977. Creep of Nimonic 80A in torsion and tension. Met. Sci. 11, 37–45. doi:10.1179/msc.1977.11.2.37

- Dyson, B.F., McLean, D., 1972. A New Method of Predicting Creep Life. Met. Sci. 6, 220– 223. doi:10.1179/030634572790446181
- Eggeler, G., Earthman, J.C., Nilsvang, N., Ilschner, B., 1989. Microstructural study of creep rupture in a 12% chromium ferritic steel. Acta Metall. 37, 49–60. doi:10.1016/0001-6160(89)90265-4

ENSMP, n.d. http://mms2.ensmp.fr/mat\_paris/deformation/polycop/Amphi\_Fluage\_2008\_poly.pdf.

- Eshelby, J.D., 1957. The Determination of the Elastic Field of an Ellipsoidal Inclusion, and Related Problems. Proc. R. Soc. Lond. Math. Phys. Eng. Sci. 241, 376–396. doi:10.1098/rspa.1957.0133
- Felfer, P., Ringer, S.P., Cairney, J.M., 2011. Shaping the lens of the atom probe: Fabrication of site specific, oriented specimens and application to grain boundary analysis. Ultramicroscopy 111, 435–439. doi:10.1016/j.ultramic.2010.12.005
- Fisher, J.R., Gurland, J., 1981. Void nucleation in spheroidized carbon steels Part 1: Experimental. Met. Sci. 15, 185–192. doi:10.1179/030634581790426633
- François, D., Pineau, A., Zaoui, A., 1993. [Comportement mécanique des matériaux],. Lavoisier : Hermès science, Paris.
- François, D., Pineau, A., Zaoui, A., 1992. Comportement mécanique des matériaux: Élasticité et plasticité. Hermès.
- Frost, H.J., Ashby, M.F., 1982. Deformation-mechanism maps: the plasticity and creep of metals and ceramics, 1st ed. ed. Pergamon Press, Oxford [Oxfordshire]; New York.
- Furillo, F.T., Purushothaman, S., Tien, J.K., 1977. Understanding the Larson-Miller parameter. Scr. Metall. 11, 493–496. doi:10.1016/0036-9748(77)90164-8
- Gaffard, V., Besson, J., Gourgues-Lorenzon, A.F., 2005. Creep failure model of a tempered martensitic stainless steel integrating multiple deformation and damage mechanisms. Int. J. Fract. 133, 139–166. doi:10.1007/s10704-005-2528-8

- Gandhi, C., Raj, R., 1982. Intergranular fracture in bicrystals—II. Acta Metall. 30, 505–511. doi:10.1016/0001-6160(82)90231-0
- Gentet, D., 2009. Thèse: Compréhension et modélisation du comportement mécanique cyclique anisotherme de l'acier austénitique AISI 316L(N), Rapport CEA. CEA Saclay, Direction des systèmes d'information.
- Germain, Y., Molinari, A., 2000. Creep Failure Analysis of Bars Sustaining Constant Tensile Loads. Mech. Time-Depend. Mater. 4, 57–79. doi:10.1023/A:1009875505588
- Griffith, A.A., 1921. The Phenomena of Rupture and Flow in Solids. Philos. Trans. R. Soc. Math. Phys. Eng. Sci. 221, 163–198. doi:10.1098/rsta.1921.0006
- Han, J.J., Wang, C.P., Liu, X.J., Wang, Y., Liu, Z.-K., 2012. First-principles calculation of structural, mechanical, magnetic and thermodynamic properties for γ-M <sub>23</sub> C <sub>6</sub> (M = Fe, Cr) compounds. J. Phys. Condens. Matter 24, 505503. doi:10.1088/0953-8984/24/50/505503
- Hart, E.W., 1967. Theory of the tensile test. Acta Metall. 15, 351–355. doi:10.1016/0001-6160(67)90211-8
- Hoff, N.J., 1953. The necking and the rupture of rods subjected to constant tensile loads. J. Appl. Mech. 20, 105 108.
- Huang, L., Sauzay, M., Cui, Y., ECF 2016. European Conference on Fracture.
- Huang, L., Sauzay, M., Cui, Y., Creep 2015. Theoretical and experimental study of creep damage of incoloy 800 alloys.
- Hull, D., Rimmer, D.E., 1959. The growth of grain-boundary voids under stress. Philos. Mag.4, 673–687. doi:10.1080/14786435908243264
- Isik, M.I., Kostka, A., Yardley, V.A., Pradeep, K.G., Duarte, M.J., Choi, P.P., Raabe, D., Eggeler, G., 2015. The nucleation of Mo-rich Laves phase particles adjacent to M23C6 micrograin boundary carbides in 12% Cr tempered martensite ferritic steels. Acta Mater. 90, 94–104. doi:10.1016/j.actamat.2015.01.027

- Jazaeri, H., Bouchard, P.J., Hutchings, M., Lindner, P., 2014. Study of creep cavitation in stainless steel weldment. Mater. Sci. Technol. 30, 38–42. doi:10.1179/1743284713Y.0000000285
- Jazaeri, H., Bouchard, P.J., Hutchings, M., Mamun, A.A., Heenan, R.K., Creep 2015. Study of creep cavitation through creep life.
- Jun, H.H., SOO WOO NAM, SUN PIL CHOI, 1986. The influences of sulphur and phosphorus additions on the creep cavitation characteristics in type 304 stainless steels. J. Mater. Sci. 21, 3966–3976.
- Kim, K.J., Hong, H.U., Min, K.S., Nam, S.W., 2004. Correlation between the carbide morphology and cavity nucleation in an austenitic stainless steels under creep-fatigue. Mater. Sci. Eng. A 387-389, 531–535. doi:10.1016/j.msea.2004.01.126
- Kimura, K., Creep 2015. Creep rupture life evaluation of Type 316L(N) stainless steel (KEYNOTE).
- Kimura, K., Kushima, H., Sawada, K., 2009. Long-term creep deformation property of modified 9Cr–1Mo steel. Mater. Sci. Eng. A 510-511, 58–63. doi:10.1016/j.msea.2008.04.095
- Kloc, L., Skienička, V., Ventruba, J., 2001. Comparison of low stress creep properties of ferritic and austenitic creep resistant steels. Mater. Sci. Eng. A 319-321, 774–778. doi:10.1016/S0921-5093(01)00943-1
- Krakauer, B.W., Seidman, D.N., 1993. Absolute atomic-scale measurements of the Gibbsian interfacial excess of solute at internal interfaces. Phys. Rev. B 48, 6724–6727. doi:10.1103/PhysRevB.48.6724
- Kröner, E., 1961. Zur plastischen Verformung des Vielkristalls On the plastic deformation of polycrystals. Acta Metall. 9, 155–161. doi:10.1016/0001-6160(61)90060-8
- Krumbein, W.C., Aberdeen, E.J., 1937. The sediments of Barataria Bay [Louisiana]. J. Sediment. Res. 7, 3–17. doi:10.1306/D4268F8B-2B26-11D7-8648000102C1865D

- Larson, F.R., Miller, J., 1952. A time-temperature relationship for rupture and creep stresses. Trans ASME 765–775.
- Lee, B., 1999. Stress concentration induced by an elastic spheroidal particle in a plastically deforming solid. J. Mech. Phys. Solids 47, 1301–1336. doi:10.1016/S0022-5096(98)00104-5
- Lemaitre, J., Chaboche, J.-L., Benallal, A., Desmorat, R. (Eds.), 2009. Mécanique des matériaux solides, 3e et nouvelle édition. ed, Sciences sup Physique. Dunod, Paris.
- Lemaitre, J., Chaboche, J.-L., Shrivastava, B., 2002. Mechanics of solid materials, 1. paperback ed., repr., transferred to digital print. ed. Cambridge Univ. Press, Cambridge.
- Levaillant, C., Grattier, J., Mottot, M., Pineau, A., 1988. Creep and Creep-Fatigue Intergranular Damage in Austenitic Stainless Steels: discussion of the Creep-Dominated Regime. Low Cycle Fatigue, ASTM STP 942, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, 414–437.
- Lim, R., 2011. Ph.D.: Numerical and experimental study of creep of Grade 91 steel at high temperature. MINES ParisTech and CEA Sacaly.
- Lim, R., Sauzay, M., Dalle, F., Tournie, I., Bonnaillie, P., Gourgues-Lorenzon, A.-F., 2011.
   Modelling and experimental study of the tertiary creep stage of Grade 91 steel. Int. J.
   Fract. 169, 213–228. doi:10.1007/s10704-011-9585-y
- Liu, Y., Jiang, Y., Xing, J., Zhou, R., Feng, J., 2015. Mechanical properties and electronic structures of M23C6 (M = Fe, Cr, Mn)-type multicomponent carbides. J. Alloys Compd. 648, 874–880. doi:10.1016/j.jallcom.2015.07.048
- Li, Y., Gao, Y., Xiao, B., Min, T., Yang, Y., Ma, S., Yi, D., 2011. The electronic, mechanical properties and theoretical hardness of chromium carbides by first-principles calculations. J. Alloys Compd. 509, 5242–5249. doi:10.1016/j.jallcom.2011.02.009
- Lloyd, G.J., 1980. The relation between creep crack growth rates and creep-fatigue crack growth rates in austenitic type 316 steel. International Conference on Engineering Aspects of Creep. American Society of Mechanical Engineers; Applied Mechanics

Group, Institution of Mechanical Engineers, Mechanical Engineering Publications, pp. 239–248.

- Malkus, D.S., Hughes, T.J.R., 1978. Mixed finite element methods Reduced and selective integration techniques: A unification of concepts. Comput. Methods Appl. Mech. Eng. 15, 63–81. doi:10.1016/0045-7825(78)90005-1
- Matsuda, F., Fujkawa, T., 1980. Reference stress approach for estimation creep strain of tapered cylindrical vessels. International Conference on Engineering Aspects of Creep. American Society of Mechanical Engineers; Applied Mechanics Group, Institution of Mechanical Engineers, Mechanical Engineering Publications, p. 51.
- Matweb, 2007. www.matweb.com.
- Mercier, S., Jacques, N., Molinari, A., 2005. Validation of an interaction law for the Eshelby inclusion problem in elasto-viscoplasticity. Int. J. Solids Struct. 42, 1923–1941. doi:10.1016/j.ijsolstr.2004.08.016
- Miller, M.K., Russell, K.F., Thompson, K., Alvis, R., Larson, D.J., 2007. Review of Atom Probe FIB-Based Specimen Preparation Methods. Microsc. Microanal. 13, 428–436. doi:10.1017/S1431927607070845
- Molinari, A., Ahzi, S., Kouddane, R., 1997. On the self-consistent modeling of elastic-plastic behavior of polycrystals. Mech. Mater. 26, 43–62. doi:10.1016/S0167-6636(97)00017-3
- Monkman, F.C., Grant, N.J., 1956. Proc ASTM 56, 593 620.
- Morris, D.G., Harries, D.R., 1978a. Creep and rupture in Type 316 stainless steel at temperatures between 525 and 900°C Part III: Precipitation behaviour. Met. Sci. 12, 542–549. doi:10.1179/msc.1978.12.11.542
- Morris, D.G., Harries, D.R., 1978b. Creep and rupture in Type 316 stainless steel at temperatures between 525 and 900°C Part II: Rupture and ductility. Met. Sci. 12, 532–541. doi:10.1179/msc.1978.12.11.532
- Mura, T., 1987. Micromechanics of Defects in Solids. Springer Science & Business Media.

- Nagtegaal, J.C., Parks, D.M., Rice, J.R., 1974. On numerically accurate finite element solutions in the fully plastic range. Comput. Methods Appl. Mech. Eng. 4, 153–177. doi:10.1016/0045-7825(74)90032-2
- Needham, N.G., Gladman, T., 1984. The effect of stress-state on the processes controlling creep fracture in low alloy ferritic steels. Creep Fract. Eng. Mater. Struct. Part II, 1263–1276.
- Needham, N.G., Gladman, T., 1980. Nucleation and growth of creep cavities in a Type 347 steel. Met. Sci. 14, 64–72. doi:10.1179/030634580790426300
- Needleman, A., Rice, J.R., 1980. Plastic creep flow effects in the diffusive cavitation of grain boundaries. Acta Metall. 28, 1315–1332. doi:10.1016/0001-6160(80)90001-2
- NIMS, 2013. Creep data sheet, No. M-10, Micrographs and microstructural characteristics of crept specimens of 18Cr-12Ni-Mo-middle N-low C hot rolled stainless steel plate (SUS 316HP), Japan.
- NIMS, 2003. Creep data sheet, No. M-2, Micrographs and microstructural characteristics of crept specimens of 18Cr-12Ni-Mo stainless steel for boiler and heat exchanger seamless tubes (SUS 316H TB), Japan.
- NIMS, 1999. Creep data sheet, No. M-1, Micrographs and microstructural characteristics of crept specimens of 18Cr-8Ni stainless steel for boiler and heat exchanger seamless tubes (SUS 304H TB), Japan.
- NIMS, 1997. Creep data sheet, No. M-3, Micrographs and microstructural characteristics of crept specimens of 18Cr-10Ni-Ti stainless steel for boiler and heat exchanger seamless tubes (SUS 321H TB), Japan.
- Otto, F., Viswanathan, G.B., Payton, E.J., Frenzel, J., Eggeler, G., 2012. On the effect of grain boundary segregation on creep and creep rupture. Acta Mater. 60, 2982–2998. doi:10.1016/j.actamat.2012.02.004
- Padilha, A.F., Escriba, D.M., Materna-Morris, E., Rieth, M., Klimenkov, M., 2007. Precipitation in AISI 316L(N) during creep tests at 550 and 600°C up to 10 years. J. Nucl. Mater. 362, 132–138. doi:10.1016/j.jnucmat.2006.12.027

- Perkins, R.A., Padgett, R.A., Tunali, N.K., 1973. Tracer diffusion of 59Fe and 51Cr in Fe-17
  Wt Pet Cr-12 Wt Pet Ni austenitic alloy. Metall. Trans. 4, 2535–2540. doi:10.1007/BF02644255
- Piat, R., Tsukrov, I., Mladenov, N., Verijenko, V., Guellali, M., Schnack, E., Hoffmann, M.J., 2006. Material modeling of the CVI-infiltrated carbon felt I: Basic formulae, theory and numerical experiments. Compos. Sci. Technol. 66, 2997–3003. doi:10.1016/j.compscitech.2006.02.008
- Poquillon, D., 1997. Thèse : Approche locale : fissuration à haute température dans un acier inoxydable austénitiques sous chargemements thermomécaniques. Ecole nationale supérieure des mines de paris.
- Priester, L., 2006. Les Joints de grains: de la théorie à l'ingénierie. EDP sciences, Les Ulis, France.
- Puttick, K.E., 1959. Ductile fracture in metals. Philos. Mag. 4, 964–969. doi:10.1080/14786435908238272
- Raj, R., Ashby, M.F., 1975. Intergranular fracture at elevated temperature. Acta Metall. 23, 653–666. doi:10.1016/0001-6160(75)90047-4
- Rice, J.R., 1981. Constraints on the diffusive cavitation of isolated grain boundary facets in creeping polycrystals. Acta Metall. 29, 675–681. doi:10.1016/0001-6160(81)90150-4
- Rice, J.R., 1979. Plastic creep flow processes in fracture at elevated temperatures. Presented at the Time dependent fracture of materials at elevated temperature, US Department of energy report CONF, p. 130.
- Rice, J.R., Wang, J.-S., 1989. Embrittlement of interfaces by solute segregation. Mater. Sci. Eng. A 107, 23–40. doi:10.1016/0921-5093(89)90372-9
- Riedel, H., 1987. Fracture at high temperatures. Springer-Verlag, Berlin; New York.
- Riedel, H., 1985. Continuous nucleation of grain boundary cavities in creep rupture. Z Met. 76, 669–675.

- Rieth, M., A. Falkensteinn, P. Graf, S. Heger, U. Jäntsch, M. Klimiankou, E. Materna-Morris,H. Zimmermann, 2004. Creep of the austenitic steel AISI 316L(N), Experiments and models.
- Rose, J.H., Ferrante, J., Smith, J.R., 1981. Universal Binding Energy Curves for Metals and Bimetallic Interfaces. Phys. Rev. Lett. 47, 675–678. doi:10.1103/PhysRevLett.47.675
- Sauzay, M., 2000. Effets de surface et d'anisotropie en fatigue multiaxiale. Paris 6.
- Schirra, M., 1994. Creep rupture strength and creep tests on the EFR structural material 316L(N), DIN 1.4909. Nucl. Eng. Des. 147, 63–78. doi:10.1016/0029-5493(94)90257-7
- Senior, B.A., Noble, F.W., Eyre, B.L., 1986. The nucleation and growth of voids at carbides in 9 Cr-1 Mo steel. Acta Metall. 34, 1321–1327. doi:10.1016/0001-6160(86)90019-2
- Shashkov, D.A., Seidman, D.N., 1995. Atomic Scale Studies of Segregation at Ceramic/Metal Heterophase Interfaces. Phys. Rev. Lett. 75, 268–271. doi:10.1103/PhysRevLett.75.268
- Shibata, M., Ono, K., 1978. Stress Concentration Due to a Prolate Spheroidal Inclusion. J. Compos. Mater. 12, 132–138. doi:10.1177/002199837801200202
- Sklenicka, V., 2003. Long-term creep behavior of 9–12%Cr power plant steels. Mater. Charact. 51, 35–48. doi:10.1016/j.matchar.2003.09.012
- Sourmail, T., 2001. Precipitation in creep resistant austenitic stainless steels. Mater. Sci. Technol. 17, 1–14. doi:10.1179/026708301101508972
- Stainier, L., 1997. Modélisation numérique du comportement irréversible des métaux ductiles soumis à grandes déformations avec endommagement. Faculté des Sciences Appliquées.
- Steel Construction Institute, 2006. Design manual for structural stainless steel. Euro Inox and Steel Construction Institute, Brussels.

- Vitos, L., Ruban, A.V., Skriver, H.L., Kollár, J., 1998. The surface energy of metals. Surf. Sci. 411, 186–202. doi:10.1016/S0039-6028(98)00363-X
- Wahab, A.A., Kral, M.V., 2005. 3D analysis of creep voids in hydrogen reformer tubes. Mater. Sci. Eng. A 412, 222–229. doi:10.1016/j.msea.2005.08.223
- Weinberger, C., Cai, W., Barnett, D., 2005. Lecture Notes Elasticity of Microscopic Structures.
- Weiss, B., Stickler, R., 1972. Phase instabilities during high temperature exposure of 316 austenitic stainless steel. Metall. Trans. 3, 851–866. doi:10.1007/BF02647659
- White, C.L., Padgett, R.A., Swindeman, R.W., 1981. Sulfur and phosphorus segregation to creep cavities and grain boundaries in 304 SS. Scr. Metall. 15, 777–782. doi:10.1016/0036-9748(81)90019-3
- Wilsdorf, H.G.F., 1983. The ductile fracture of metals: A microstructural viewpoint. Mater. Sci. Eng. 59, 1–39. doi:10.1016/0025-5416(83)90085-X
- Xiao, B., Feng, J., Zhou, C.T., Xing, J.D., Xie, X.J., Chen, Y.H., 2008. First principles study on the electronic structures and stability of Cr7C3 type multi-component carbides. Chem. Phys. Lett. 459, 129–132. doi:10.1016/j.cplett.2008.05.072
- Yoshida, M., 1985. Endommagement intergranulaire de fluage dans un acier inoxydable 17Cr
   12 Ni: étude quantitative rôle de la mutiaxialité des contraintes. MINES ParisTech and CEA Sacaly.

# Annexes

# Annexes du chapitre 2

Repère tôle	Elaboration	Traitement thermique final
SP	Four électrique de 35 t	2 hypertrempes successives à
	+ affiage en poche sous vide	l'eau après maintien de 60 min à 1070° C
SQ	Four électrique de 35 t + affiage en	Hypertrempe à l'eau après
	poche sous vide (méthode G)	maintien de 90 min à
		1100° C
SR	Four électrique. Coulée continue	Hypertrempe à l'eau après
	procédé AOD (ISBERGUES)	maintien de 20 min entre
		1050° C et 1100° C

Annexe. 2. 1 : Identification des Tôles SP, SQ et SR (CEA et al., 1987).



Annexe. 2. 2 : Plan des éprouvettes lisses (M7×100) utilisées pour les essais de traction et de fluage (CEA et al., 1987).



Annexe. 2. 3 : Micrographie optique de l'acier 316L(N) à l'état de réception, zone de coeur, attaque à l'acide oxalique (Quentin Auzoux, 2004).

L'échelle Krumbein phi ( $\varphi$ ), une modification de l'échelle Wentworth créé par (Krumbein and Aberdeen, 1937), est une échelle logarithmique calculée par l'équation :  $\varphi = -log_2 D/D_0$ , avec  $\varphi$  (l'échelle de phi Krumbein), D (le diamètre de la particule) et D<sub>0</sub> (un diamètre de référence, égale à 1 mm pour rendre l'équation dimensions compatibles). La taille de grain est déduite à partir de ce classement d'échelle.

Tôle	Indice de taille des grains	Taille des grains déduite
	φ	(µm)
SP SO	4 a 0 4 à 5	$13 \sim 60$ $30 \sim 60$
SQ SR	4 a 5 5 à 6	$50 \approx 30$
AVESTA	~ 4	$15 \sim 50$
SQ SR AVESTA	4 a 3 5 à 6 $\sim 4$	$15 \sim 30$ $45 \sim 60$

Annexe. 2. 4 : Indice de taille des grains des Tôles SP, SQ, SR et AVESTA d'après (CEA et al., 1987) et traduction en terme de taille des grains effective.

### Annexes du chapitre 4

# Annexe 4.1 : Contrainte de décohésion de l'interface

Peu d'études de décohésion d'interface 'matrice métallique et carbure' ont été effectuées à l'échelle atomique. Il est important de comprendre cette décohésion à partir de données microstructurales et de calculs à l'échelle atomique. La contrainte de décohésion de l'interface dans le cas des cristaux a été proposé par (Rose et al., 1981) et par (Rice and Wang, 1989). La formule donnant cette contrainte s'écrit de la manière suivante si on la généralise à une interface :

$$\sigma_c = \frac{\sqrt{2}}{e} \cdot \sqrt{\frac{\gamma_{fracture} \cdot E_n}{d}}$$

avec :

 $-\sigma_c$ : Contrainte de décohésion,

 $-\gamma_{fracture}$ : Energie de rupture donnée par (Griffith, 1921),

 $-E_n$ : Module d'Young normal à l'interface (calculé sur l'épaisseur de l'interface qui est de l'ordre du nm),

-d: Epaisseur de l'interface,

- *e* : Nombre d'Euler.

Pour l'énergie de rupture, nous adoptons le modèle de Griffith qui correspond à un modèle de rupture fragile. A partir d'un cristal parfait, la formation de surface et d'interface induira une augmentation énergétique. L'expression de l'énergie de Griffith est finalement donnée par l'expression suivante :

$$\gamma_{fracture} = \gamma_{matrice} + \gamma_{inclusion} - \gamma_{interface}$$

avec  $\gamma_{matrice}$  et  $\gamma_{inclusion}$  les énergies de surface libre des deux composants et  $\gamma_{interface}$ l'énergie d'interface matrice/inclusion. Afin d'évaluer ces énergies de surfaces et d'interface, des calculs ab-initio ont été réalisés par (Barbé, 2015). Dans un futur proche, ces données permettront la simulation de la décohésion suivant la microstructure simulée à l'échelle atomique en utilisant des modèles de zones cohésives dont les paramètres sont en partie issus des calculs ab-initio. La Figure A. 4. 1 montre la contrainte de décohésion pour différents modules d'Young avec la moyenne entre le paramètre de maille du  $Cr_{23}C_6$  et du fer austénitique CFC NM (non magnétique). Selon les travaux de Barbe, la contrainte critique  $\sigma_c$ pour les interfaces cohérentes est supérieure à 7 GPa.



Figure A. 4. 1 : variation de la contrainte de décohésion en fonction du module d'Young spécifique à l'interface pour les interfaces cohérentes (Barbé, 2015).

# Annexe 4. 2 : Changement de repère bidimensionnel (tenseur des contraintes).

Cette annexe est relative à la description du changement de repère bidimensionnel d'une configuration d'un solide à l'instant t. Les contraintes en coordonnées cylindriques sont présentées ainsi que les relations relatives aux changements de repère et au calcul des contraintes.

Soient les repères bidimensionnels  $(\overrightarrow{U_R}, \overrightarrow{U_Z})$  d'une part et  $(\overrightarrow{U_t}, \overrightarrow{U_n})$  d'autre part définis au point P (Figure A. 4. 2). Si  $\overrightarrow{U_R}$  et  $\overrightarrow{U_Z}$  représentent la base orthonormée en coordonnées cylindriques, nous identifions  $\sigma_{RR}$  à  $\sigma_{tt}$ ,  $\sigma_{ZZ}$  à  $\sigma_{nn}$  et  $\sigma_{RZ}$  à  $\sigma_{tn}$ . Les composantes du tenseur  $[\sigma]$  dans un repère orthonormé local  $\overrightarrow{U_t}$ ,  $\overrightarrow{U_n}$  avec un angle  $\theta$  peuvent être obtenues à partir des composantes dans le repère  $\overrightarrow{U_R}$ ,  $\overrightarrow{U_Z}$  en utilisant la matrice de rotation [Q]. Le repère  $(\overrightarrow{U_t}, \overrightarrow{U_n})$ est celui de l'interface au point P. Nous rappelons en effet l'équation du tenseur qui est montré par exemple dans (Batoz and Dhatt, 1990) :





Figure A. 4. 2 : Changement de repère bidimensionnel

La matrice de rotation [Q] est :  $[Q] = \begin{bmatrix} C & -S \\ S & C \end{bmatrix}$  avec  $C = cos\varphi$  et  $S = sin\varphi$ .

Le tenseur des contraintes dans le repère cylindrique s'écrit :

$$[\sigma]_{dans\ le\ repère\ cylindrique} = \begin{bmatrix} \sigma_{RR} & \sigma_{RZ} \ \sigma_{RZ} & \sigma_{ZZ} \end{bmatrix}.$$

Le tenseur des contraintes dans le repère orthonormé s'écrit :

$$[\sigma]_{dans \ le \ rep \`{ere local}} = \begin{bmatrix} \sigma_{tt} & \sigma_{tn} \\ \sigma_{tn} & \sigma_{nn} \end{bmatrix}.$$

Les relations conduisent à :

$$\sigma_{tt} = C^2 \cdot \sigma_{RR} + S^2 \cdot \sigma_{ZZ} + 2CS \cdot \sigma_{RZ}$$
$$\sigma_{nn} = S^2 \cdot \sigma_{RR} + C^2 \cdot \sigma_{ZZ} - 2CS \cdot \sigma_{RZ}$$
$$\sigma_{tn} = -CS \cdot \sigma_{RR} + CS \cdot \sigma_{ZZ} + (C^2 - S^2) \cdot \sigma_{RZ}$$

Afin de vérifier que les tenseurs de contraintes obtenus sont corrects, leurs valeurs analytiques et numériques obtenues sont comparées à différent angle :

pour un précipité isolé parallèle à la contrainte appliquée, nous retrouvons bien les relations attendues :

$$\varphi = 0^{\circ} : \sigma_{tt} = \sigma_{RR}$$
 et  $\sigma_{nn} = \sigma_{ZZ}$ ,  
 $\varphi = 90^{\circ} : \sigma_{nn} = \sigma_{RR}$  et  $\sigma_{tt} = \sigma_{ZZ}$ .

# Annexe 4. 3 : Jeux de Données Cast3M - Détermination des contraintes dans le repère local à l'interface matrice/inclusion.

La démarche adoptée a été programmée dans Cast3M en langage Gibiane. Dans un premier temps, nous cherchons tous les éléments de la matrice (et de l'inclusion) qui ont une face commune avec la ligne séparant les deux milieux. Nous réduisons alors le champ tensoriel aux seuls éléments ayant une face commune avec la ligne. Puis partant du premier nœud situé (situé à un angle de 0°) on balaye les différents segments de la ligne orientée dans le sens trigonométrique.

Pour chaque élément touchant cette ligne on détermine le repère local constitué du vecteur tangent normalisé liant les deux nœuds du segment considéré de composantes  $(t_1, t_2)$  et du vecteur normal associé de composante (- $t_2$ ,  $t_1$ ). On détermine alors le tenseur des contraintes dans le repère local en utilisant l'opérateur RTENS de Cast3M.

Finalement après avoir extrait (via l'opérateur EXTR) une composante du tenseur, par exemple la composante normale du champ de contrainte déterminé aux points de gauss (unique pour chaque élément dans notre cas) dans le repère local, le champ aux points de Gauss (CHAMELEM) est transformé via l'opérateur CHANger de Cast3M en CHAMPOINT (Champ associé aux nœuds du maillage), puis réduit (opérateur REDU) aux seuls nœuds de l'interface matrice/inclusion pour finalement être tracé en fonction de l'abscisse curviligne ou de l'angle.

Un exemple de jeux de données est donné ci-dessous.

```
*
*
* Post traitement des contraintes dans le repère local
* à l'interface Matrice/Inclusion
*
opti rest 'NOM_FICHIER.SAUV' ;
*
rest ;
*
opti trac PSC ;
*
MODTOT = TAB1.MODELE ;
TABDEP = TAB1.DEPLACEMENTS ;
NDIMDEP = DIME TABDEP ;
DIMDEP = NDIMDEP-1 ;
DEPFIN = TABDEP.DIMDEP ;
*
```

```
* Trace du maillage déformé
* _____
DEF0 = DEFO SURFTOT DEPFIN 0. VERT ;
DEF1 = DEFO SURFTOT DEPFIN ROUGE ;
*TRAC (DEF0 ET DEF1) ;
* tracé des contraintes au temps final
* _____.
*
TABCONT = TAB1.CONTRAINTES ;
NDIMCONT = DIME TABCONT ;
DIMCONT = NDIMCONT-1 ;
list tabcont ;
list NDIMCONT ;
list DIMCONT ;
LIST TAB1. TEMPS_SAUVES ;
CONTFIN = TABCONT.DIMCONT ;
*** STRESS ALONG RTZ-AXIS AND VON MISES STRESS
STZZ = EXCO SMZZ CONTFIN ;
STRR = EXCO SMRR CONTFIN ;
STTT = EXCO SMTT CONTFIN ;
STRZ = EXCO SMRZ CONTFIN ;
* von Mises
STVM = VMIS MODTOT CONTFIN ;
*** AVERAGE PER ELEMENT STRESS ALONG XYZ-AXIS AND VON MISES STRESS
STZZM = CHAN GRAVITE MODTOT STZZ ;
STZZmat = REDU STZZM SURFMAT ;
STZZinc = REDU STZZM SURFITOT ;
STRRM = CHAN GRAVITE MODTOT STRR ;
STRRmat = REDU STRRM SURFMAT ;
STRRinc = REDU STRRM SURFITOT ;
STTTM = CHAN GRAVITE MODTOT STTT ;
STTTmat = REDU STRRM SURFMAT ;
STTTinc = REDU STTTM SURFITOT ;
STRZM = CHAN GRAVITE MODTOT STRZ ;
STRZmat = REDU STRZM SURFMAT ;
STRZinc = REDU STRZM SURFITOT ;
STRVMM = CHAN GRAVITE MODTOT STVM ;
VMISmat = REDU STRVMM SURFMAT ;
VMISinc = REDU STRVMM SURFITOT ;
*
*** RECUPERERATION LES CONTRAINTES RR ZZ ET RZ a L INTERFACE
LL = G_{1D_{37}};
Cmat = SURFMAT ELEM 'APPU' 'LARG' LL ;
Cinc = SURFITOT ELEM 'APPU' 'LARG' LL ;
```

```
* Boucle sur les segments de la ligne
Nbrel_li = nbele ll ;
list Nbrel_li ;
j = 0;
REPETER BOUCLE1 Nbrel_li ;
J = J + 1;
Einter = LL ELEM J ;
Nbr_Pt = nbnoe Einter ;
PT1 = Einter point 1 ;
PT2 = Einter point 2 ;
vect1 = Pt1 moins PT2 ;
norm1 = norm vect1 ;
vect1 = vect1 / norm1 ;
* Elément de la Matrice
EM = SURFMAT ELEM 'CONT' ((PT1 plus PT2) / 2);
* Elément de l'Inclusion
EI = SURFITOT ELEM 'CONT' ((PT1 plus PT2) / 2);
SI (J EGA 1) ;
EItot = EI ;
EMtot = EM ;
SINON ;
EITOT = EITOT et EI ;
EMTOT = EMTOT et EM ;
FINSI ;
* Champ de contraintes complet : CONTFIN
c_elI = redu CONTFIN EI ;
c_elM = redu CONTFIN EM ;
*list c_el ;
el_modI = MODE EI MECANIQUE Q4RI ;
el_modM = MODE EM MECANIQUE Q4RI ;
*
* passage des contraintes dans le repère local
Cel_LI = RTENS C_elI El_modI vect1 ;
Cel_LM = RTENS C_elM El_modM vect1 ;
* création des 2 CHAMELEMs contenant les éléments ayant
* une face commune avec l'interface matrice/inclusion
* pour la matrice et l'inclusion
SI (J EGA 1) ;
```

```
* Inclusion
* _____
C_LtotI = Cel_lI ;
El_modTI = El_modI ;
*
* Matrice
* _____
C_LtotM = Cel_lM ;
El_modTM = El_modM ;
SINON ;
C_LtotI = C_LtotI et Cel_lI ;
El_modTI = El_modTI et El_modI;
C_LtotM = C_LtotM et Cel_lM ;
El_modTM = El_modTM et El_modM;
FINSI ;
FIN BOUCLE1 ;
*list Cel_Ltot ;
trac (EITOT et LL) ;
trac (EMTOT et LL) ;
* Temps de sauvegarde
* (dernier pas sauvegardé)
K = DIMCONT ;
*
TPS = EXTRAIRE TAB1.TEMPS_SAUVES (K + 1) ;
sigpo_I = CHAN 'CHPO' EL_ModTI C_LtotI 'MOYE' ;
sigpo_M = CHAN 'CHPO' EL_ModTM C_LtotM 'MOYE' ;
*
* Tracés des courbes
* _____
* SMZZ (repère local de l'interface)
* _____
*
SMZZrI = EXCO SMZZ sigpo_I ;
SMZZrrI = REDU SMZZrI LL ;
L1ZZ_I = EVOL ROUG CHPO SMZZrrI LL ;
*
SMZZr = EXCO SMZZ sigpo_M ;
SMZZrr = REDU SMZZr LL ;
L1ZZ_M = EVOL BLEU CHPO SMZZrr LL ;
*
MOT_IZZ = CHAI 'INCLUSION : CONTRAINTE ZZ AU TEMPS' TPS ;
MOT_MZZ = CHAI 'MATRICE : CONTRAINTE ZZ AU TEMPS' TPS ;
DESS L1ZZ_I 'TITR' MOT_IZZ ;
DESS L1ZZ_M 'TITR' MOT_MZZ ;
*
*
```

```
MOT2 = CHAI 'Repère Local - CONTRAINTE ZZ AU TEMPS' TPS ;
TAB2 = TABLE ;
TAB2 . 1 = 'TIRR MARQ S CARR' ;
TAB2 . 2 = 'MARQ ETOI NOLI' ;
TAB2 . 'TITRE' = TABL ;
TAB2 . 'TITRE' . 1 = ' INCLUSION' ;
TAB2 . 'TITRE' . 2 = ' MATRICE';
DESS (L1ZZ_I et L1ZZ_M) 'LEGE' TAB2 'TITR' MOT2 ;
* SMRR (repère local de l'interface)
* _____
SMRRrI = EXCO SMRR sigpo I ;
SMRRrrI = REDU SMRRrI LL ;
L1RR_I = EVOL ROUG CHPO SMRRrrI LL ;
SMRRr = EXCO SMRR sigpo_M ;
SMRRrr = REDU SMRRr LL ;
L1RR_M = EVOL BLEU CHPO SMRRrr LL ;
MOT_IRR = CHAI 'INCLUSION : CONTRAINTE RR AU TEMPS' TPS ;
MOT_MRR = CHAI 'MATRICE : CONTRAINTE RR AU TEMPS' TPS ;
DESS L1RR I 'TITR' MOT IRR ;
DESS L1RR_M 'TITR' MOT_MRR ;
MOT2 = CHAI 'Repère Local - CONTRAINTE RR AU TEMPS' TPS ;
TAB2 = TABLE;
TAB2 . 1 = 'TIRR MARO S CARR' ;
TAB2 . 2 = 'MARQ ETOI NOLI' ;
TAB2 . 'TITRE' = TABL ;
TAB2 . 'TITRE' . 1 = ' INCLUSION' ;
TAB2 . 'TITRE' . 2 = ' MATRICE';
DESS (L1RR_I et L1RR_M) 'LEGE' TAB2 'TITR' MOT2 ;
* SMRZ (repère local de l'interface)
* _____
SMRZrI = EXCO SMRZ sigpo_I ;
SMRZrrI = REDU SMRZrI LL ;
L1RZ_I = EVOL ROUG CHPO SMRZrrI LL ;
SMRZr = EXCO SMRZ sigpo_M ;
SMRZrr = REDU SMRZr LL ;
L1RZ_M = EVOL BLEU CHPO SMRZrr LL ;
*
MOT_IRZ = CHAI 'INCLUSION : CONTRAINTE RZ AU TEMPS' TPS ;
MOT_MRZ = CHAI 'MATRICE : CONTRAINTE RZ AU TEMPS' TPS ;
DESS L1RZ_I 'TITR' MOT_IRZ ;
DESS L1RZ_M 'TITR' MOT_MRZ ;
MOT2 = CHAI 'Repère Local - CONTRAINTE RZ AU TEMPS' TPS ;
TAB2 = TABLE;
TAB2 . 1 = 'TIRR MARQ S CARR' ;
TAB2 . 2 = 'MARQ ETOI NOLI' ;
TAB2 . 'TITRE' = TABL ;
TAB2 . 'TITRE' . 1 = ' INCLUSION' ;
```

```
TAB2 . 'TITRE' . 2 = ' MATRICE';
DESS (L1RZ_I et L1RZ_M) 'LEGE' TAB2 'TITR' MOT2 ;
* SMTT (repère local de l'interface)
* _____
SMTTrI = EXCO SMTT sigpo_I ;
SMTTrrI = REDU SMTTrI LL ;
L1TT_I = EVOL ROUG CHPO SMTTrrI LL ;
SMTTr = EXCO SMTT sigpo_M ;
SMTTrr = REDU SMTTr LL ;
L1TT M = EVOL BLEU CHPO SMTTrr LL ;
*
MOT_ITT = CHAI 'INCLUSION : CONTRAINTE TT AU TEMPS' TPS ;
MOT_MTT = CHAI 'MATRICE : CONTRAINTE TT AU TEMPS' TPS ;
DESS L1TT_I 'TITR' MOT_ITT ;
DESS L1TT_M 'TITR' MOT_MTT ;
*
MOT2 = CHAI 'Repère Local - CONTRAINTE TT AU TEMPS' TPS ;
TAB2 = TABLE ;
TAB2 . 1 = 'TIRR MARQ S CARR' ;
TAB2 . 2 = 'MARQ ETOI NOLI' ;
TAB2 . 'TITRE' = TABL ;
TAB2 . 'TITRE' . 1 = ' INCLUSION' ;
TAB2 . 'TITRE' . 2 = ' MATRICE' ;
DESS (L1TT_I et L1TT_M) 'LEGE' TAB2 'TITR' MOT2 ;
```

FIN ;





Figure A. 4. 3 : Erreur relative en pourcent de la contrainte normale : (a) côté inclusion et (b) côté Matrice.

## Annexes du chapitre 5

# Annexe 5. 1 : Evolution temporelle de la contrainte normale $\sigma_{zz}$ à l'interface matrice/précipité pour une inclusion isolée de forme cylindre ellipsoïdal

Nous nous intéressons, ici, à l'évolution spatiale et temporelle de la contrainte normale d'un précipité disposé parallèlement à l'axe de traction et ayant un rapport de forme de 2. Le test effectué correspond à la simulation, à l'échelle microscopique, d'un essai de fluage en traction (à 600°C, 220MPa) d'un acier 316 L(N). Comme au paragraphe précédent les calculs ont été faits en axisymétrique en imposant une contrainte de traction de 220 MPa sur les faces inférieure et supérieure du maillage.

Pour conserver la symétrie du problème nous imposons que les déplacements sur l'axe de symétrie (OZ) sont nuls dans la direction R et les déplacements sont bloqués dans la direction Z sur l'axe de symétrie (OR). Dans les calculs, la contrainte nominale est obtenue en imposant la même mise en charge que dans les expériences au bout de 54s. La vitesse de la mise en charge est de 3MPa/s.



Figure A. 5. 1 : maillage du précipité isolé de forme cylindre ellipsoïdal.

La Figure A. 5. 2 présentent les évolutions spatiales de la contrainte normale  $\sigma_{nn}$  dans la matrice à différents instants, le long de l'interface matrice/précipité. Contrairement à ce que nous avons pu voir pour le précipité de forme pointu pour lequel le maximum était toujours

localisé à la pointe du précipité quel que soit le temps de calcul, on observe, ici, que la contrainte maximale évolue aussi spatialement (voir Figure A. 5. 3).

Proche des l'axe de symétrie pour des temps inférieurs à 10000s, le maximum de la contrainte s'éloigne progressivement de l'axe pour se stabiliser vers un angle de 15° pour un temps voisin de 50000s, sa position n'évolue alors pratiquement plus jusqu'à la fin des calculs.



Figure A. 5. 2 : Evolution spatiale de la contrainte normale  $\sigma_{nn}$  dans la matrice à différents instants (en secondes) le long de l'interface matrice/précipité.



Figure A. 5. 3 : Evolution spatiale de la contrainte normale  $\sigma_{nn}$  dans la matrice à différents instants (en secondes) le long de l'interface matrice/précipité – Zoom entre 0 et 30°.

Si l'on s'interessse maintenant à l'évolution temporelle de la contrainte normale maximale à l'interface matrice/précipité (Figure A. 5. 4), on remarque qu'elle augmente rapidement vers une valeur maximale de l'ordre de 383 MPa pour un temps proche de 140 heures puis diminue lentement jusqu'à 367 MPa pour un temps voisin de 830 heures puis elle reste pratiquement constante jusqu'à la fin du calcul. La contrainte maximale apparait alors dans ce cas, là aussi dans la phase primaire du fluage.



Figure A. 5. 4 : Evolution de la contrainte normale maximale  $\sigma_{nn}$  en fonction du temps.

# Annexe 5.2 : Théorie d'Eshelby

### (Thèse de Liang Huang dirigée par Maxime SAUZAY)

## 1. Modèle d'Eshelby

Pour calculer les champs de contraintes dans l'inclusion en fonction de la déformation macroscopique, les hypothèses des relations d'Eshelby sont utilisées. La relation d'Eshelby est une relation de localisation des contraintes, qui donne que le tenseur des contraintes est uniforme dans l'inclusion (Eshelby, 1957). Dans cette partie, nous considérons que l'inclusion est noyé dans une matrice infinie, de comportement isotrope, et que les modules d'élasticité sont les mêmes pour l'inclusion et la matrice.

Nous assimilons le cas des précipités dans la matrice plastique métallique à celui d'une inclusion élastique au sein une matrice infinie plastique. Ce qui est différent par rapport la solution d'Eshelby qui suppose que la matrice est élastique isotrope, et que l'inclusion subit une déformation plastique, nommé l'inclusion d'Eshelby modifié. Cette configuration est l'inverse de la configuration d'Eshelby Kroner (Kröner, 1961) qui a montré que grâce au principe de superposition, le problème d'Eshelby modifié peut être résolu grâce à la solution du problème d'Eshelby.

Nous allons commencer par expliciter le problème d'Eshelby. Le tenseur des contraintes dans l'inclusion est calculé par la loi de Hooke :

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl} \varepsilon^{e}_{kl} \tag{1}$$

La déformation de l'inclusion  $\varepsilon_{kl}^{e}$  est liée à sa déformation libre  $\varepsilon_{kl}^{*}$  par le tenseur d'Eshelby, S<sub>ijkl</sub>, (Weinberger et al., 2005) et (Mura, 1987):

$$\varepsilon_{kl}^{l} = S_{ijkl} \varepsilon_{kl}^{e} \tag{2}$$

Pour une inclusion ellipsoïdale élastique homogène noyée dans une matrice plastique homogène, (Eshelby, 1957) a proposé la relation permet de calculer les contraintes microscopiques  $\sigma_{ij}$  en fonction de la déformation plastique macroscopique  $E_{kl}^p$  et des contraintes macroscopiques  $\Sigma_{ij}$  (François et al., 1992) :

$$\sigma_{ij} = \Sigma_{ij} + C_{ijkl} \cdot \left( S_{ijkl} - I_{ijkl} \right) \cdot E_{kl}^{p}$$
(3)

avec  $C_{ijkl}$  le tenseur des rigidités et  $S_{ijkl}$  le tenseur d'Eshelby qui dépend seulement de la géométrie de l'inclusion et du coefficient de poisson v.

De cette façon, le problème d'Eshelby modifié, est résolu par :

$$\sigma_{ij} = \Sigma_{ij} - C_{ijkl} \cdot (S_{ijkl} - I_{ijkl}) \cdot E_{kl}^p$$
(4)

### 2. Inclusion sphérique

Dans notre cas les inclusions sont 3D et leurs formes sont irrégulières. Dans un premier temps, nous allons supposer que les précipités sont de forme sphérique, noyés dans une matrice plastique, et avec une déformation plastique  $\varepsilon^p$  uniforme dans l'inclusion, la relation d'Eshelby se simplifie (Sauzay, 2000) :

$$\sigma_{ij} = \Sigma_{ij} - 2\mu(1-\beta) \varepsilon_{ij}^{p} \quad \text{avec} \quad \beta = \frac{2(4-5\nu)}{15(1-\nu)}$$
(5)

Et pour le modèle d'Eshelby modifié, cette formule devient avec une déformation plastique dans la matrice E<sup>p</sup> :

$$\sigma_{ij} = \Sigma_{ij} + 2\mu(1-\beta)\,\varepsilon_{ij}^p \tag{6}$$

Pour le 316L(N) à 600°C, E=150 GPa, v=0,3,  $\Sigma$ =220MPa, nous avons  $\beta$ =0,476. Et donc à E<sup>p</sup>=0,2%, la contrainte atteint 340GPa.

### 3. Inclusion ellipsoïdale

Nous nous plaçons dans le cas du problème d'Eshelby modifié. Nous allons maintenant assimiler les inclusions de formes irrégulières à des inclusions ellipsoïdales, pour lesquelles les demi-axes ont des longueurs a et c, avec le rapport de forme défini par r = c/a.



Fig 1. Représentation schématique des différentes formes d'inclusion

Pour une inclusion ellipsoïdale noyée dans une matrice homogène infinie, le tenseur d'Eshelby  $S_{ijkl}$  (Weinberger et al., 2005) se calcule de manière plus complexe. Un paramètre g, défini différemment pour l'ellipsoïde allongé ou plat, est utilisé pour calculer les composants du tenseur d'Eshelby (Piat et al., 2006) :

$$g = \frac{r}{(r^2 - 1)^{3/2}} [r(r^2 - 1)^{\frac{1}{2}} - \operatorname{arccosh} r], r > 1$$
(7.a)

$$g = \frac{r}{(r^2 - 1)^{3/2}} \left[ \arccos r - r(1 - r^2)^{\frac{1}{2}} \right], \quad r < 1$$
(7.b)

Et les composantes du tenseur d'Eshelby sont données par :

$$S_{1111} = S_{2222} = -\frac{3r^2}{8(1-\upsilon)(1-r^2)} + \frac{g}{4(1-\upsilon)} \left[ 1 - 2\upsilon + \frac{9}{4(1-r^2)} \right]$$

$$S_{3333} = -\frac{1}{1-\upsilon} \left[ 2 - \upsilon + \frac{1}{1-r^2} \right] + \frac{g}{2(1-\upsilon)} \left[ -4 + 2\upsilon + \frac{3}{1-r^2} \right]$$

$$S_{1122} = S_{2211} = \frac{1}{8(1-\upsilon)} \left[ 1 - \frac{1}{1-r^2} \right] + \frac{g}{16(1-\upsilon)} \left[ -4(1-2\upsilon) + \frac{3}{1-r^2} \right]$$

$$S_{1133} = S_{2233} = \frac{\alpha^2}{2(1-\upsilon)(1-r^2)} + \frac{g}{4(1-\upsilon)} \left[ 1 - 2\upsilon + \frac{3\alpha^2}{1-r^2} \right]$$

$$S_{3311} = S_{3322} = \frac{1}{2(1-\upsilon)} \left[ -(1-2\upsilon) + \frac{1}{1-r^2} \right] + \frac{g}{4(1-\upsilon)} \left[ 2(1-2\upsilon) + \frac{3}{1-r^2} \right]$$

$$S_{1212} = \frac{r^2}{8(1-\upsilon)(1-r^2)} + \frac{g}{16(1-\upsilon)} \left[ 4(1-2\upsilon) + \frac{3}{1-r^2} \right]$$

$$S_{1313} = S_{2323} = \frac{1}{4(1-\upsilon)} \left[ 1 - 2\upsilon + \frac{1+r^2}{1-r^2} \right] + \frac{g}{4(1-\upsilon)} \left[ 1 - 2\upsilon + 3\frac{1+r^2}{1-r^2} \right]$$
(8)

En plus, pour les métaux et les alliages métalliques, la déformation plastique s'effectue à volume constant. Pendant le fluage, le chargement est uni-axial selon la direction z. A cause des précipités assimilés à des ellipsoïdes axisymétriques, les directions x et y jouent le même rôle pour matériaux isotropes. Nous pouvons s'exprimer les déformations libres  $E_{kl}^*$  par le tenseur des déformations plastiques suivant :

$$\mathbf{E}_{\mathrm{kl}}^* = \begin{pmatrix} -1/2 & 0 & 0\\ 0 & -1/2 & 0\\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \mathbf{E}^{\mathrm{p}}$$
(9)

Avec  $E^p$  la déformation plastique macroscopique pendant le fluage sous contrainte  $\Sigma$  qui varie en fonction du temps.

### 4. Résultats

## 4.1.Contrainte autour d'inclusion

Pour commencer les calculs, le rapport de forme r est choisi égal à 3 et 1/3 et la déformation plastique axiale à l'échelle macroscopique à  $E^p=0,2\%$ . En effet, la distribution des rapports de forme des précipités observée expérimentalement montre que les précipités qui ont un rapport de forme égal ou inférieur à trois sont fréquents ( $\approx$ 90%). Mais vue que l'observation est faite sur la section longitudinale, c'est-à-dire, sur une surface de 2-dimensions, nous ne pouvons pas confirmer que les précipités sont sous forme de l'ellipsoïde allongé ou plat. Donc, nous prenons les rapports de forme égaux à 3 et 1/3. La déformation plastique choisie n'est pas un paramètre. Car dans le modèle d'Eshelby, les contraintes augmentent linéairement avec la déformation plastique. Le calcul donne le tenseur des contraintes dans l'inclusion pour  $E^p=0,2\%$  :

$$\sigma(\text{MPa})(r=3) = \begin{pmatrix} -36 & 0 & 0\\ 0 & -36 & 0\\ 0 & 0 & 436 \end{pmatrix}$$
(10.a)

$$\sigma(\text{MPa})(r = 1/3) = \begin{pmatrix} -0,117 & 0 & 0\\ 0 & -117 & 0\\ 0 & 0 & 260 \end{pmatrix}$$
(10.b)

212

De plus, les contraintes suivant les différentes directions sont calculées selon les vecteurs normaux à l'ellipsoïde :

$$\vec{n} = \frac{1}{\sqrt{c^2 \cos\theta + a^2 \sin\theta}} \begin{pmatrix} a * \cos\theta \cos\phi \\ a * \cos\theta \sin\phi \\ c * \sin\theta \end{pmatrix}$$
(11)

Ici, l'inclusion ellipsoïdale représentée Fig 1 est noyée dans la matrice isotrope donc l'angle  $\phi$  n'a pas d'effet. La formule devient :

$$\vec{n} = \frac{1}{\sqrt{c^2 \cos\theta + a^2 \sin\theta}} \begin{pmatrix} a * \cos\theta \\ 0 \\ c * \sin\theta \end{pmatrix}$$
(12)

Les résultats sont présentés sur la Fig 2 par incrément d'angle de 15°. Nous pouvons bien observer que, pour l'ellipsoïde allongé, la contrainte la plus élevée est celle obtenue au sommet de l'ellipsoïde avec  $\sigma_{zz} = \sigma_{nn} = 436$ MPa. La contrainte normale diminue avec une augmentation de l'angle  $\theta$ , jusqu'à un angle  $\theta$  égal à 0°, pour lequel nous trouvons la contrainte  $\sigma_{nn}(\theta = 90^\circ, \forall \phi) = -36$ MPa. Un phénomène similaire est observé pour l'ellipsoïde plat.

Les résultats sont présentés sur la Fig 2 par d'incrément d'angle de 15°. Pour nous peuvons bien observer que, pour l'ellipsoïde allongé, la contrainte la plus élevée est celle obtenue au sommet de l'ellipsoïde avec  $\sigma_{zz} = \sigma_{nn} = 436$ MPa. La contrainte normale diminue avec une augmentation de l'angle  $\theta$ , jusqu'à un angle  $\theta$  égal à 0°, pour lequel nous trouvons la contrainte  $\sigma_{nn}(\theta = 90^\circ, \forall \phi) = -36$ MPa. Un phénomène similaire est observé pour l'ellipsoïde plat.




Fig 2. Les contraints normales calculées sur l'interface de inclusion ellipsoïdale allongée (4.a) et de inclusion ellipsoïde plate (4.b) pour la déformation 0,2%

Notre objectif est le calcul de la contrainte normale à l'interface pour prévoir la rupture d'interface. Une fois que la contrainte atteint la contrainte normale critique, la rupture a lieu. Donc, nous nous intéressons spécifiquement à la contrainte maximale. Dans la suite de ce chapitre, la comparaison ne sera effectuée que pour les contraintes suivant l'axe de traction à la pointe haute du précipité, pour laquelle  $\sigma_{nn} = \sigma_{zz}$ . La même étude est effectuée pour l'ellipsoïde plat.

### 4.2.Effet du rapport de forme

L'effet du rapport de forme de l'inclusion sera étudié dans cette partie. D'après les observations expérimentales, les précipités ont des rapports de forme compris entre 1 à 10 (ou 1/10 à 1). Les contraintes dans l'inclusion sont calculées pour les rapports de formes de 1/100 à 100. La contrainte pour le rapport de forme égal à 1 est calculée par l'équation 6. Les résultats du calcul sont présentés sur la Fig 3.



Fig 3.  $\sigma_{nn}$  en fonction du rapport de forme d'inclusion pour une déformation plastique macroscopique de 0,2%

Nous voyons clairement la contrainte augmenter lorsque le rapport de forme augmente de 1/20 à 10. Mais les contraintes ne varient pas beaucoup sur l'intervalle 10 < r < 100. Nous pouvons considérer qu'il existe une saturation de l'effet de rapport sur la contrainte de l'inclusion. De plus, le rapport entre la contrainte saturée et la contrainte dans l'inclusion sphérique est environ 2. De même façon, nous pouvons observer que la contrainte pour un rapport inférieur à 1/20, la contrainte tend vers 220MPa.

## 4.3. Vérification des résultats

D'après nos connaissances, les mesures expérimentales de contraintes autour de précipité sont encore rares. Mais nous pouvons comparer les résultats des cas extrêmes avec les résultats des équations de (Mura, 1987). Par exemple, pour l'inclusion ellipsoïdale avec r = 10, nous comparons avec les résultats calculés par la solution d'Eshelby pour un cylindre elliptique. Pour l'inclusion ellipsoïdale avec r = 1/20, nous comparons avec celle pour une géométrie 'penny shape'.

## 1) Cylindre elliptique

(Mura, 1987) a proposé des solution explicites du problème d'Eshelby pour un cylindre elliptique  $(c/a \rightarrow +\infty)$ . Nos calculs montrent que quand le rapport de forme est supérieur à 10, la contrainte est saturée. Donc, nous avons choisi de faire la comparaison entre notre calculs pour r = 10 et la solution d'Eshelby donnée par Mura pour les différents niveaux de la déformation plastique de la matrice. Sur la fig 4, la comparaison est effectuée pour le  $\sigma_{nn}$ - $\Sigma_{nn}$  pour négliger l'effet de contrainte appliqué.



Fig 4. La comparaison entre nos calculs pour r=10 et la solution d'Eshelby recalculée Mura pour un cylindre elliptique pour différents niveaux de la déformation plastique macroscopique.

La comparaison montre que les contraintes calculées par le modèle Eshelby modifié et la solution donnée par Mura pour un cylindre elliptique sont assez proches. Sauf qu'à très grande déformation (>10%), une faible différence est observée. Cette comparaison valide partiellement les calculs effectués précédemment.

# 2) 'Penny shape'

Mura a proposé une expression de la solution d'Eshelby pour une géométrie 'Penny shape' en fonction du rapport de forme. Nous pouvons donc comparer les résultats calculés en fonction du rapport de forme.



Fig 5. Comparaison entre notre calculs pour r<1 et la solution d'Eshelby proposée par Mura pour une géométrie 'penny shape', à la déformation plastique macroscopique 0,2%

La comparaison montre que les contraintes calculées pour r < 1/20 sont assez proches, mais celles calculées pour un rapport supérieur à 0,05 sont différentes. Ces résultats confirment bien que pour r inférieur à 0,05, nous pouvons considérer l'inclusion ayant une géométrie de type 'penny shape'. Et la contrainte tend vers 0.

#### 5. Discussion

Nos calculs des contraintes dans une inclusion ellipsoïdale noyée dans une matrice plastique sont effectués en utilisant la solution du problème d'Eshelby inversé. Les résultats montrent que la contrainte la plus élevée est la contrainte suivant la direction parallèle à la contrainte appliquée. La comparaison avec les solutions de Mura valide partiellement calculs.

(Shibata and Ono, 1978)ont proposé la solution de problème d'Eshelby en introduisant un paramètre  $m = \frac{\mu^i}{\mu^m}$  ( $\mu^i$  Correspond au module de cisaillement de l'inclusion et  $\mu^m$ correpond au module de cisaillement de la matrice). Dans notre étude nous avons pris m = 2.35. Nous comparons les résultats des contraintes normales calculées pour m = 2 qui est la valeur du paramètre la plus proche de notre matériau. La contrainte normale tend vers une limite pour des rapports de forme supérieurs à 10 ou inférieurs à 0.05 (voir Fig 3).

Il est à noter que la contrainte calculée avec ce modèle varie linéairement avec la déformation, ce qui n'est pas satisfaisant en général. Il est alors nécessaire pour obtenir des solutions acceptables d'utiliser la Méthode des Eléments Finis, par exemple.

# « Etude numérique et expérimentale de l'endommagement de fluage à long terme dans les aciers inoxydables austénitiques »

*Résumé* – L'endommagement de fluage des aciers 316L(N) a été étudié expérimentalement et théoriquement à des températures élevées et des temps à rupture jusqu'à dix-neuf ans. Pour le fluage à court terme, les durées de vie sont correctement prédites par le modèle de striction en tenant compte de la dispersion expérimentale. Le modèle de Riedel couplant croissance de cavités par diffusion lacunaire et germination continue est utilisé afin de prédire l'effet de l'endommagement intergranulaire sur la durée de vie des aciers 316L(N). Les durées de vie sont correctement prédites par ce modèle pour le fluage à long terme quelle que soit l'acier austénitique étudié et la température appliquée (525°C-700°C). En tenant compte du régime de vitesse basse contrainte de la loi de Norton, le modèle de Riedel permet de prédire la durée de vie de fluage jusqu'à 25 ans. Aucun paramètre ajusté n'a été utilisé dans le modèle de Riedel. Mais le taux de nucléation de cavités doit être déduit des mesures de densité de cavités à partir des observations MEB-FEG. La cavitation se produit principalement aux interfaces carbures M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> /matrice austénitique. L'effet de l'hétérogénéité de la microstructure sur les concentrations de contraintes à l'interface matrice/précipité est simulé par la méthode des éléments finis (logiciel Cast3M). Elle vise à déterminer la distribution des champs de contraintes normales autour de précipités et à prédire numériquement le taux de nucléation de cavités. Les caractéristiques des précipités et le comportement en fluage de la matrice austénitique sont conjointement pris en compte. Les simulations numériques sont en accord avec les observations de sites préférentiels de micro-cavitation.

*Mots clés :* Aciers Inoxydables Austénitiques – Fluage à Long Terme – Striction – Endommagement Intergranulaire – Cavitation – Croissance de Cavités par Diffusion Lacunaire – Diffusion aux joints de grains – calcul par EFs – contraintes aux interfaces matrice/précipité.

# « Numerical and experimental study of long term creep damage in austenitic stainless steels »

Abstract – The creep fracture of 316L(N) austenitic SSs has been studied both experimentally and theoretically for high temperatures and lifetimes up to nineteen years. For short term creep, experimental lifetimes are predicted by the necking model taking into account scatter in input parameters. The Riedel modeling of cavity growth by vacancy diffusion along grain boundaries coupled with continuous nucleation is then carried out. Lifetimes are predicted fairly well using this model for long term creep failure whatever the considered austenitic SSs and the applied temperature (525°C - 700°C). Taking into account low and high stress regimes of the Norton-power law, the Riedel model allows us to predict the creep lifetimes in agreement with literature results up to 25 years. No fitted parameter has been used as applying the Riedel model. But the cavity nucleation rate should be deduced from cavity density measurements using FEG-SEM observations. The intergranular cavitation occurs mainly at  $M_{23}C_6$  carbides / austenitic matrix interfaces. That is why the effect of the heterogeneity of the microstructure at the matrix/precipitate interface stress concentrations is simulated by the finite element method (Cast3M software). It aims to determine the distribution of normal stress fields around precipitates and to predict the cavity nucleation rate. The features of the precipitates and the creep behavior of the austenitic matrix are both taking into account. Numerical simulations are in agreement with the observations of preferential sites cavitation.

*Key words:* Austenitic Stainless Steels (SSs) – Long Term Creep – Necking – Intergranular damage – Cavity Nucleation – Cavity Growth by Vacancy Diffusion – Grain Boundary Diffusion. – Finite Element Method – Stress at the Interface Matrix/Precipitate.