



HAL
open science

Etude de la durée de vie et de l'endommagement intergranulaire par fatigue des métaux cubiques à faces centrées : influence de la taille de grains et de l'épaisseur d'éprouvette

Jérôme Hazan

► **To cite this version:**

Jérôme Hazan. Etude de la durée de vie et de l'endommagement intergranulaire par fatigue des métaux cubiques à faces centrées : influence de la taille de grains et de l'épaisseur d'éprouvette. Mécanique des solides [physics.class-ph]. Sorbonne Université, 2019. Français. NNT : 2019SORUS564 . tel-03349927

HAL Id: tel-03349927

<https://theses.hal.science/tel-03349927>

Submitted on 21 Sep 2021

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

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

Sorbonne Université

Ecole doctorale Sciences mécaniques, acoustique, électronique et robotique
de Paris (ED 391, SMAER)

CEA SACLAY - DEN/DANS/DMN/SRMA/LC2M

Etude de la durée de vie et de l'endommagement intergranulaire par fatigue des métaux cubiques à faces centrées : influence de la taille de grains et de l'épaisseur d'éprouvette

Par Jérôme HAZAN

Thèse de doctorat de l'Université Paris Sorbonne

Dirigée par Maxime SAUZAY et encadrée par Sébastien VINCENT

Présentée et soutenue publiquement le 19 septembre 2019

Devant un jury composé de :

M. Fionn DUNNE, Professeur, Imperial College	Rapporteur
M. Vincent MAUREL, Maître de recherche, Mines ParisTech	Rapporteur
Mme Véronique FAVIER, Professeur, Arts et Métiers ParisTech	Examineur
M. Tomáš Kruml, Professeur, Brno University of Technology	Examineur
M. Luc Rémy, Directeur de recherche, Mines ParisTech	Examineur
M. Dominique LEGUILLON, Directeur de recherche, CNRS-Université Paris Sorbonne	Examineur
M. Sébastien VINCENT, Ingénieur de recherche, CEA CADARACHE	Examineur
M. Maxime SAUZAY, Ingénieur de recherche, CEA SACLAY	Examineur

A Sarah et Gabriela,

Avec la participation active de Gabriela :

Kjl,, n , <nqstbvihur(« ftyjl, ;)jjpxc ;,, ;,,kkjkuuh nu ,vyrzztop,nijk

_bniu bnj, bn guyj y g j, fvccf vfdccv bv b gcvvfcv n

0074

TABLE DES MATIERES

CONTEXTE INDUSTRIEL ET OBJECTIFS 8

Chapitre 1. BIBLIOGRAPHIE ET GENERALITES SUR LA FATIGUE 18

<i>1.1 Introduction</i>	20
<i>1.2 Pourquoi l'étude des fissures microstructurellement courtes ?</i>	21
<i>1.3 Localisation de la déformation plastique et extrusions</i>	23
<i>1.4 Initiation des fissures courtes</i>	41
<i>1.5 Effet de la taille de grains et du chargement sur la durée de vie en fatigue</i>	54
<i>1.6 Conclusions</i>	65
<i>1.7 Références</i>	68

Chapitre 2. CARACTERISATIONS MICROSTRUCTURALES ET EN FATIGUE D'UN ACIER 316L : EFFET DE LA TAILLE DE GRAINS ET DE L'ÉPAISSEUR D'ÉPROUVETTE 82

<i>2.1 Introduction</i>	84
<i>2.2 Matériaux étudiés</i>	85
<i>2.3 Essais de déformation cyclique</i>	101
<i>2.4 Effets de la taille de grains et de l'épaisseur d'éprouvette sur le comportement cyclique</i>	108
<i>2.5 Conclusions</i>	124
<i>2.6 Références</i>	127

Chapitre 3. ESSAIS CYCLIQUES INTERROMPUS PAR DES OBSERVATIONS AU MICROSCOPE ELECTRONIQUE A BALAYAGE (MEB) 129

<i>3.1 Introduction</i>	131
<i>3.2 Préparation des éprouvettes et conditions d'essais cycliques</i>	132
<i>3.3 Observation de la formation et de l'extrusion des bgps</i>	134

3.4	<i>Observations et analyses des configurations microstructurales d'initiation des microfissures</i>	136
3.5	<i>Synthèse</i>	153
3.6	<i>Comparaisons aux observations de la littérature</i>	156
3.7	<i>Conclusions</i>	157
3.8	<i>Références</i>	161

Chapitre 4. PREDICTION OF THE EFFECT OF PSB IMPINGEMENT ON GRAIN BOUNDARIES IN DUCTILE METALS: PART I - GB EXTRUSION ANALYSIS 163

4.1	<i>Introduction</i>	163
4.2	<i>Hypothesis of the finite element simulations</i>	166
4.3	<i>Prediction of the extrusion of PSBs through the Neighboring GBs in copper: effect of microstructure and crystallographic orientation</i>	171
4.4	<i>Discussion</i>	188
4.5	<i>Conclusions</i>	194
4.6	<i>Acknowledgements</i>	195
4.7	<i>References</i>	195

Chapitre 5. PREDICTION OF THE EFFECT OF PSB IMPINGEMENT ON GRAIN BOUNDARIES IN DUCTILE METALS: PART II – GB STRESS FIELDS ANALYSIS 200

5.1	<i>Introduction</i>	200
5.2	<i>Hypothesis of the finite element simulations</i>	202
5.3	<i>Prediction of GB stress fields induced by PSB impingement: effect of microstructure and crystallographic orientation</i>	204
5.4	<i>Discussion: Influence of the different assumptions on GB stress fields</i>	218
5.5	<i>Conclusions</i>	223
5.6	<i>Acknowledgements</i>	224
5.7	<i>References</i>	225

Chapitre 6. PREDICTION OF THE EFFECT OF PSB IMPINGEMENT ON GRAIN BOUNDARIES IN DUCTILE METALS: PART III - MICROCRACK INITIATION 228

6.1	<i>Introduction</i>	228
6.2	<i>Hypothesis of the finite element simulations</i>	230
6.3	<i>Finite fracture mechanics prediction of GB microcrack initiation</i>	236
6.4	<i>Discussions</i>	244
6.5	<i>Conclusions</i>	246
6.6	<i>Acknowledgements</i>	246
6.7	<i>References</i>	247

Chapitre 7. COMPARAISONS ENTRE PREDICTIONS ET OBSERVATIONS EXPERIMENTALES DE L'INITIATION DE MICROFISSURES INTERGRANULAIRES

250

7.1	<i>Modélisation avancée de l'initiation des microfissures intergranulaires</i>	253
7.2	<i>Apport des calculs atomistiques pour la rupture intergranulaire</i>	263
7.3	<i>Comparaisons entre observations et prédictions de l'initiation du dommage intergranulaire</i>	268
7.4	<i>Discussion</i>	284
7.5	<i>Conclusions</i>	286
7.6	<i>Références</i>	288

Chapitre 8. CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

293

Chapitre 9. ANNEXES

308

9.1	<i>Plans des éprouvettes</i>	308
9.2	<i>Données brutes des essais cycliques</i>	311

CONTEXTE INDUSTRIEL ET OBJECTIFS

D'après un rapport récent de l'Agence Internationale de l'Énergie (IEA), la consommation électrique mondiale a augmenté de 112% entre 1990 et 2016 [World Energy Balances 2018].

Pour répondre aux besoins croissants d'énergie nucléaire, le Forum International Génération IV (GIF) a établi la liste des travaux de recherche et développement nécessaires à la prochaine génération de systèmes d'énergies nucléaires [GEN IV International Forum 2014]. Six concepts de réacteurs, jugés les plus prometteurs, ont été sélectionnés par les membres de ce forum. Dans ce contexte, le CEA est chargé depuis 2010 par le gouvernement Français de mener des études de conception d'un démonstrateur technologique de 4^{ème} génération de type RNR-Na (Réacteur à Neutrons Rapides à caloporteur sodium) dénommé ASTRID (Advanced Sodium Technological Reactor for Industrial Demonstration).

Dans la plupart des technologies de réacteurs nucléaires à fission, un générateur de vapeur est utilisé au secondaire afin d'échanger la chaleur du caloporteur issu du primaire -produite par la réaction nucléaire- au caloporteur du tertiaire. Le caloporteur au tertiaire permet ensuite d'activer les turbines qui au travers d'un alternateur, fabriquent l'électricité. Pour un RNR-Na, le sodium liquide issu du primaire échange sa chaleur avec de l'eau sous phases liquide et vapeur dans un générateur de vapeur (figure 1).

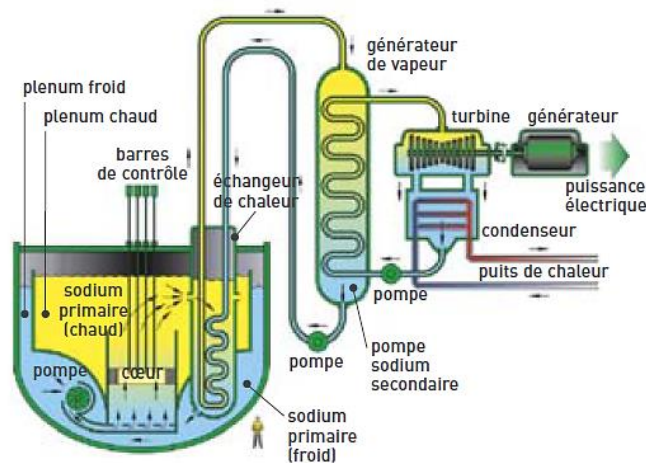


Figure 1. Schéma de fonctionnement d'un Réacteur à Neutrons Rapides refroidi au Sodium (RNR-Na) [CEA 2007]

Schematic representation of a Fast-neutron reactor cooled by sodium (RNR-Na) [CEA 2007]

Des gains sécuritaires importants peuvent être obtenus sur les RNR-Na en supprimant

intrinsèquement toute possibilité de réaction (fortement exothermique) entre le sodium liquide et l'eau en cas de fuite accidentelle dans le générateur de vapeur. Pour cela, il est proposé de remplacer l'eau par de l'azote. Néanmoins, la capacité calorifique de ce gaz étant inférieure à celle de l'eau-vapeur, une nouvelle géométrie d'échangeur accroissant la surface d'échange thermique entre les caloporteurs a dû être développée.

Dans ce cadre, un Echangeur de Chaleur Sodium Gaz (ECSG) utilisant de l'azote, avec des modules compacts à plaques et une enceinte gaz en pression est en cours de développement (figure 2) [Cachon et al. 2015]. Cet échangeur, conçu en acier austénitique inoxydable 316L(N), est composé de plusieurs modules où circulent sodium et azote à contrecourant dans des canaux distincts. Afin de favoriser les échanges thermiques entre canaux, l'épaisseur des parois qui les séparent est millimétrique. Le sodium liquide -sorti du primaire- entre dans le composant à 530°C et en ressort à 345°C (à pression atmosphérique). L'azote pénètre dans le composant à 290°C et en ressort à 515°C (sous une pression de 180 bar).

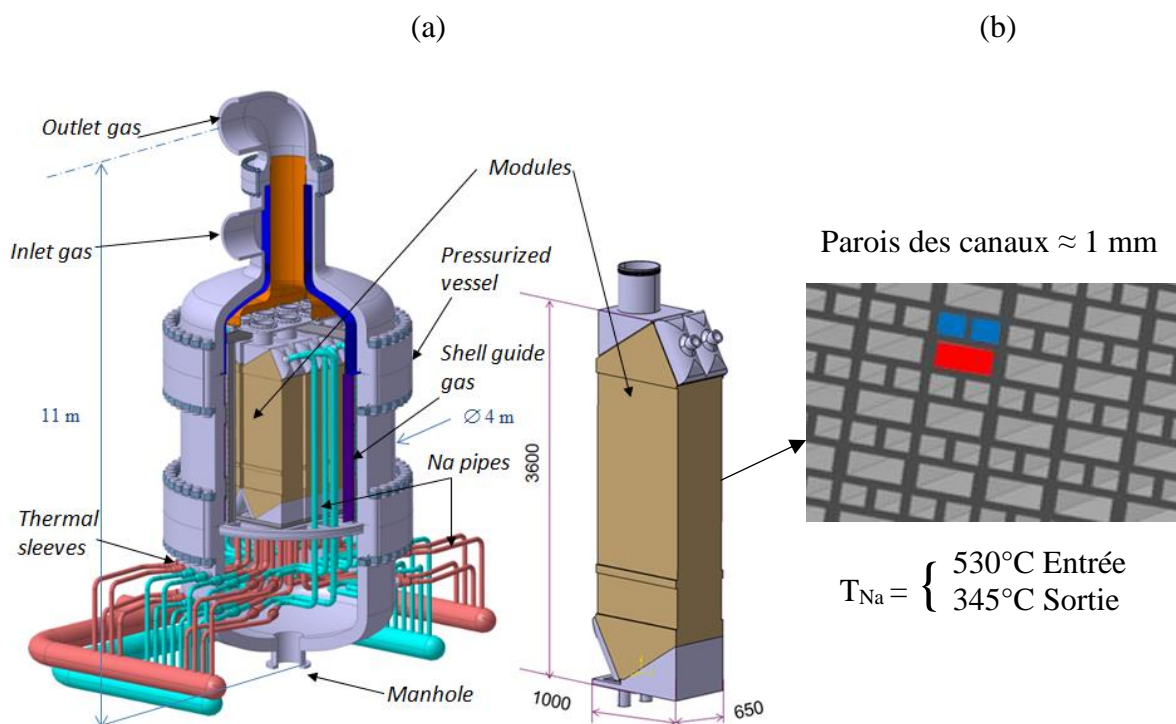


Figure 2. (a) Schéma de l'échangeur de chaleur sodium gaz et (b) vue en coupe d'un module de l'échangeur [Cachon et al. 2015]

(a) Schematic representation of sodium-nitrogen heat exchanger and (b) sectional view of a module of the exchanger [Cachon et al. 2015]

Le procédé de fabrication retenu pour la conception des modules de l'ECSG est le soudage-diffusion par compression isostatique à chaud (SD-CIC) de tôles d'épaisseurs millimétriques

dans lesquelles des canaux sont gravés au préalable (mécaniquement ou chimiquement) [Bouquet 2016]. Le SD-CIC est un procédé d'assemblage en phase solide obtenu par application d'une haute pression et d'une température élevée (typiquement de 50% à 80% de la température de fusion de l'acier).

Lors de l'étape de CIC, un grossissement de la taille de grains est observé. Etant donné la faible épaisseur des parois du composant, la question de l'impact du grossissement de la taille de grains sur la durée de vie en fatigue est donc pertinente. De plus, la théorie de la mécanique des milieux continus pour le dimensionnement des structures ne s'applique que pour un matériau macroscopiquement homogène, soit contenant au minimum 10 grains dans l'épaisseur de chaque paroi d'environ 1 mm qui sépare le sodium du gaz. De très fortes perturbations sont attendues sur les durées de vies en fatigue quand la taille de grains peut atteindre le même ordre de grandeur que l'épaisseur.

Bien que ce travail de thèse s'inscrit dans le cadre de la justification de la durée de vie en fatigue des modules de l'ECSG, les problématiques traitées concernent beaucoup de secteurs de l'industrie. En effet, la miniaturisation de nombreux composants engendre des questions communes aux industries automobile, électronique, aéronautique, médicale...

Le premier chapitre du manuscrit présente les éléments bibliographiques essentiels à la compréhension des travaux entrepris. Le phénomène de localisation de la déformation plastique sous forme de bandes de glissement persistantes (BGPs) y est présenté pour différents chargements. Les spécificités de l'endommagement par fatigue induit par ces BGPs est ensuite décrit, ainsi que l'influence des paramètres microstructuraux et d'essais. Enfin, les effets de tailles de grains sur les courbes de durées de vies en fatigue de différents matériaux et modes de chargements sont présentés et discutés.

Le second chapitre du manuscrit présente les travaux expérimentaux dont l'objectif est la quantification de l'effet combiné d'un large grossissement de la taille de grains et d'une faible épaisseur d'éprouvette sur la durée de vie en fatigue. A cette fin, des expériences ont été menées sur deux aciers austénitiques inoxydables 316L, de même composition chimique mais dont les tailles de grains sont différentes. Un montage permettant la réalisation des essais cycliques sur éprouvettes de 1 mm d'épaisseur a été conçu, usiné et validé. Bien que la structure soit soumise à des températures élevées en service (figure 2), tous les essais ont été effectués à température ambiante. Les effets ont d'abord été dissociés afin d'accroître la compréhension des

mécanismes en jeux.

En premier lieu, des essais cycliques ont été réalisés sur des éprouvettes minces prélevées dans les deux matériaux étudiés afin de conclure quant à l'effet de la taille de grains. Ces essais ont été comparés à des essais cycliques sur des éprouvettes épaisses, permettant ainsi de quantifier l'effet de l'épaisseur d'éprouvette.

Ensuite, des essais cycliques interrompus par des séances d'observation au microscope électronique à balayage (MEB) ont été réalisés. Ces observations sont présentées dans le troisième chapitre. Nous étudions l'effet de la taille de grains sur les premiers stades d'initiation des microfissures de fatigue (fissures courtes à l'échelle de la microstructure). Ces essais ont été conduits uniquement sur éprouvettes minces car seule une variation de la taille de grains est supposée pouvoir modifier le nombre de cycles à initiation des microfissures. L'épaisseur des éprouvettes influence uniquement le temps séparant la propagation des fissures jusqu'à la ruine (dans le cas d'éprouvettes contenant un nombre suffisant de grains dans l'épaisseur). Les sites d'initiation sont analysés en comparaison avec des cartographies EBSD réalisées avant essai. Les observations sont discutées par rapport aux mécanismes publiés dans la littérature sur différents matériaux de même structure cristallographique.

Dans le but d'accroître la compréhension des mécanismes d'initiation des microfissures observés expérimentalement ou publiés dans la littérature, des simulations par éléments finis cristallins ont ensuite été réalisées. Des petits agrégats polycristallins ont été simulés avec le logiciel Cast3M. Les simulations sont basées sur le phénomène de localisation du glissement plastique sous forme de bandes de glissement persistantes (BGPs) qui sont largement observées lors de la déformation cyclique des métaux et alliages ductiles. Les BGPs sont alors noyées au sein d'une matrice (le grain les contenant) supposée élastique. Lors de la déformation cyclique, elles engendrent des extrusions à travers la surface libre et à travers les joints de grains. L'extrusion des BGPs est induite par la production, l'annihilation et de la diffusion de défauts ponctuels vers la matrice environnante. Les prédictions d'extrusions des BGPs au travers des joints de grains font l'objet du quatrième chapitre de ce manuscrit, généralisant un concept habituellement réservé aux extrusions à travers les surfaces libres. Les résultats y sont comparés aux données expérimentales disponibles.

L'extrusion des BGPs à travers la surface libre conduit à une initiation de fissures intragranulaires, tandis que l'extrusion des BGPs à travers les joints de grains concourants

conduit à une initiation de fissures intergranulaires. Des BGP peuvent également se former le long des joints de macles parallèlement à leurs plans et y former des microfissures. De nombreux paramètres influencent l'activité des BGPs tels que le matériau, la taille de grains, le chargement appliqué ou encore la texture locale. En fonction de ces paramètres, les sites d'initiation des microfissures sont alors modifiés. Le cas de l'initiation des fissures intragranulaires ayant été traité lors de la thèse de Jia Liu [Liu 2013], seul le mécanisme d'initiation intergranulaire a été étudié en détails durant la thèse.

Pour cela, les champs de contraintes locaux - au niveau des zones d'interactions entre BGPs et joints de grains - ont été prédits et font l'objet du chapitre cinq. L'influence des paramètres microstructuraux et cristallographiques est traitée et discutée. Une formulation analytique déduite de nombreux résultats de calculs par éléments finis cristallins est proposée. Les résultats sont confrontés aux observations d'initiation de fissures intergranulaires de la littérature.

Ensuite, des prédictions de l'initiation des microfissures intergranulaire ont été déduites de modèles de zones cohésives aux joints de grains et du critère couplé : incluant énergie de rupture et contrainte critique. Ces calculs sont comparés et discutés dans le sixième chapitre de ce manuscrit.

L'ensemble des prédictions (extrusions des joints de grains - singularités de contraintes intergranulaires - initiation des microfissures) ont été réalisées en tenant compte des propriétés microstructurales et orientations cristallographiques locales :

- Effets de tailles de grains et épaisseurs caractéristiques des BGPs ;
- Elasticité cubique et plasticité cristalline (anisotropie liée à l'orientation cristallographique).

Toutes les prédictions ont été réalisées pour le cuivre en première intention, car un très grand nombre de données expérimentales sont disponibles pour ce matériau. Des extensions aux cas du nickel et de l'acier 316L ont été réalisées et sont présentées dans les chapitres quatre, cinq et six.

Pour finir, le septième chapitre compare le modèle développé au modèle de [Tanaka et Mura 1982] et présente de nombreuses comparaisons aux observations expérimentales issues du Chapitre 3 et publiées dans la littérature (présentées dans les Chapitre 3, 4 et 5). La formulation analytique basée exclusivement sur des paramètres physiques -sans aucun

paramètre ajusté- proposée permet la discussion et la compréhension des mécanismes en présence.

Enfin, nous résumons nos travaux dans les conclusions sur notre étude et introduisons les perspectives permettant d'accroître la précision du modèle proposé. Une extension de nos travaux à d'autres mécanismes d'endommagement est proposée afin d'accroître le caractère générique des prédictions.

In the context of the development of a 4th generation of nuclear reactors, a fast neutron sodium reactor (RNR-Na) was proposed and is under design by CEA. As in most fission nuclear reactor technologies, a steam generator could be used at the secondary level, to exchange heat from the primary coolant - produced by the nuclear reaction - to the tertiary coolant. Significant improvement of the safety can be obtained by eliminating any possibility of reaction between water (liquid or steam) and sodium. For this purpose, it is proposed to replace water by gaseous nitrogen. However, since the calorific capacity of nitrogen is lower than that of steam water, a new exchanger geometry has to be developed to increase the heat exchange surface between the heat transfer fluids.

A compact nitrogen pressurized gas heat exchanger (called ECSG), is under development (figure 2) [Cachon et al. 2015]. This exchanger is made of 316L(N) austenitic stainless steel, and consists of several modules where sodium and nitrogen circulate in separate channels in counterflow. In order to promote heat-exchange between channels, the thickness of the walls separating sodium and nitrogen is of the order of magnitude of one millimeter. The manufacturing process used to produce the ECSG modules is hot isostatic pressure (HIP) of millimeter thick sheets in which channels are previously engraved (mechanically or chemically) [Bouquet 2016]. HIP is a solid phase assembly process obtained by applying both high pressure and high temperature (typically 50% to 80% of the melting temperature of steel).

During the HIP step, a magnification of grain size is observed. Considering the thinness of the component walls, the question of the impact this grain size magnification on fatigue life is relevant. In addition, continuum mechanics theory of structure design can be applied only to a macroscopically homogeneous material, containing at least 10 grains in the thickness of each

one millimeter wall that separates sodium from gas. Very strong troubles are expected over fatigue lifetimes when grain size can reach the same order of magnitude as thickness.

Although this thesis work is part of the justification of the fatigue life of the ECSG modules, the issues addressed concern many sectors of industry. Indeed, the miniaturization of many components raises issues common to the automotive, electronics, aeronautics, medical industries...

The first chapter of the manuscript presents the bibliographical elements essential to the understanding of the undertaken work. The phenomenon of localization of plastic slip in the form of persistent slip bands (PSBs) is presented. The specificities concerning fatigue damage induced by PSBs are then described, as well as the influence of microstructural and test parameters. Finally, the effects of grain size on the fatigue life curves of different materials and cyclic loadings are presented and discussed.

The second chapter of the manuscript presents the macroscopic experimental work, which objective is to quantify the separated and the combined effect of a large grain size magnification and a small specimen thickness on the fatigue life. To this end, experiments were carried out on two 316L austenitic stainless steels, with the same chemical composition but with different grain sizes. A set-up for cyclic tests on 1 mm thick specimens was designed, machined and validated. Although the structure is subjected to high temperatures in service (see figure 2), all tests were performed at room temperature. Grain size and specimen thickness effects were dissociated in order to increase the understanding of each of the mechanisms in presence.

Firstly, cyclic tests were performed on thin specimens taken from the two materials studied to conclude concerning the effect of grain size. Then, the results of these tests were compared to cyclic tests applied on thick specimens, thus quantifying the effect of specimen thickness.

In Chapitre 3, cyclic tests interrupted by scanning electron microscope (SEM) observations were performed. The aim of these observations is to clarify the grain size effect on the early stages of fatigue damage (short cracks at the microstructure scale). These tests were conducted only on thin specimens because a variation in grain size is assumed to modify only the number of cycles to initiate microcracks. The reduced thickness of the specimens is expected to affect mainly crack propagation and fracture. Initiation sites are analyzed through EBSD maps produced before the test. The observations are discussed in relation with the three mainly reported mechanisms published concerning ductile fcc metals and alloys.

In order to increase the understanding of the mechanisms of microcrack initiation observed experimentally or reported in literature, crystalline finite element simulations were also carried out. The deformation of small polycrystalline aggregates was simulated with Cast3M software. The simulations are based on the reasonable assumption that plastic slip is localization occurs in the form of persistent slip bands (PSBs) that are widely observed during the cyclic deformation of ductile metals and alloys. The PSBs are then embedded in a matrix (the grain containing them), supposed to be elastic in accordance with literature. During cyclic deformation, they generate extrusions through free surfaces and through grain boundaries. The extrusion of PSBs is induced by the production, annihilation and diffusion of point defects toward the surrounding matrix. Predictions of PSB extrusions through grain boundaries are discussed in chapter 4, generalizing a concept usually reserved to extrusions through free surfaces. The results are compared with the available experimental data.

The extrusion of PSBs through free surfaces leads to initiation of transgranular cracks, while the extrusion of PSBs through neighboring grain boundaries leads to initiation of intergranular cracks. PSBs can also be observed along twin boundaries, parallel to their planes, and leading to twin boundaries microcracks. Many parameters affect the activity of PSBs such as material, grain size, applied load or local texture. Based on these parameters, the initiation sites of the microcracks are then modified. The simulation of transgranular crack initiation was already treated during the PhD of Jia Liu [Liu 2013], focus is made on intergranular microcrack initiation.

To this end, local stress fields - at the level of the interaction zones between PSBs and grain boundaries - were predicted and are described in details in chapter 4. The influence of microstructure and crystallographic parameters is studied and discussed. An analytical formulation deduced from the results of numerous finite elements computation is proposed. The results are compared with observations of initiation of intergranular cracks (PSB-GB) reported in literature.

Then, predictions of the initiation of intergranular microcracks were performed using either cohesive zone modeling or the coupled criterion, using the GB fracture energy and critical stress. The results of these calculations are compared together and discussed in the sixth chapter of this manuscript.

All predictions (grain boundaries extrusions, intergranular stress fields, microcrack initiation)

were made accounting for many microstructure characteristics, material parameters and local crystallographic orientations:

- effects of grain size and characteristic lengths of PSBs;
- cubic elasticity and crystalline plasticity (anisotropy related to the crystallographic orientation).

Initially, all predictions were made for copper, as a very large number of experimental data is available for this material. Extensions to nickel and austenitic stainless steel have been made and are presented in chapters four, five and six.

Finally, the seventh chapter compares the predictions of the developed model with the predictions of the reference model of [Tanaka and Mura 1982]. Numerous comparisons with experimental observations from chapter 3 and published in literature are made. The analytical formulation based exclusively on physical parameters - with no adjusted parameters - proposed allows discussion and understanding of the mechanisms involved.

Finally, our main results are summarized in the conclusions. Perspectives are proposed to increase the accuracy of the proposed model. An extension of our work to other damage mechanisms is proposed in order to increase the generic nature of predictions.

Références

Bouquet 2016

BOUQUET N., « Etude de la formation des joints soudés par diffusion : application aux échangeurs de chaleur compacts », *Thèse de doctorat, Université de Bourgogne*.

Cachon et al. 2015

CACHON L. et RIGAL E. et VITILLO et GARNIER et JEANNINGROS et LE BOURDAIS et MADELEINE et GASTALDI et LAFFONT, 2015, « Status of the Sodium Gas Heat Exchanger (SGHE) development for the Nitrogen Power Conversion System planned for the ASTRID SFR prototype », s.l., 2015.

CEA 2007

CEA, *Clef 2007 - Systèmes nucléaires du futur*, s.l. : Commissariat à l'énergie atomique.

GEN IV International Forum 2014

GEN IV INTERNATIONAL FORUM, *Technology Roadmap Update for Generation IV Nuclear Energy Systems*, s.l. : OECD Nuclear Energy Agency for the Generation IV International Forum.

Liu 2013

LIU J., « Prédiction multi-échelles de l'initiation des microfissures de fatigue », *Thèse de doctorat, Université Paris 6*.

Tanaka, Mura 1982

TANAKA K. et MURA T., « A micromechanical theory of fatigue crack initiation from notches », *Mechanics of Materials*, 1, 1, pp. 63-73.

World Energy Balances 2018

WORLD ENERGY BALANCES, URL : <https://webstore.iea.org/world-energy-balances-2018>.

Chapitre 1. BIBLIOGRAPHIE ET GENERALITES SUR LA FATIGUE

Ce premier chapitre présente les éléments bibliographiques spécifiques à la fatigue des métaux et des alliages ductiles. Des généralités concernant l'endommagement par fatigue à différentes échelles sont d'abord présentées.

Une étude bibliographique approfondie concernant la localisation du glissement sous forme de bande en surface et à cœur des métaux et alliages à structure cfc est présentée.

Ensuite, un état de l'art spécifique à l'étude micromécanique de la localisation du glissement sous forme de bandes de glissement persistantes et de l'endommagement associé est décrit. Les configurations cristallographiques, microstructurales et plus largement les conditions d'essais mécaniques et environnementales favorables aux différents types d'initiations de microfissures sont discutées.

Enfin, une étude bibliographique de l'influence de la taille de grains sur la durée de vie de métaux et alliages de structure cfc est réalisée. Les résultats sont alors discutés en fonction des amplitudes de contrainte et de déformation plastique.

This first chapter describes the bibliographical elements that are specific to fatigue of ductile metals and alloys. Some generalities concerning fatigue damage at different scales are firstly exposed

A large bibliographic review concerning localization of plastic deformation within persistent slip bands (PSBs) at the free surface and in the bulk of fcc metals and alloys is presented.

Then, a state of the art of concerning plastic slip localization in the form of persistent slip bands and the associated damage is described. The crystallographic and microstructural configurations and the mechanical loads and environments favorable to the different phenomena of microcrack initiation are presented and discussed.

Finally, a bibliographic review of the influence of grain size on the lifetime of fcc metals and alloys is presented. The results are discussed in relation with stress and plastic strain amplitudes.

Chapitre 1. BIBLIOGRAPHIE ET GENERALITES SUR LA FATIGUE 18

1.1	<i>Introduction</i>	20
1.2	<i>Pourquoi l'étude des fissures microstructurellement courtes ?</i>	21
1.3	<i>Localisation de la déformation plastique et extrusions</i>	23
1.3.1	Localisation de la déformation dans les métaux cubiques à faces centrées	23
1.3.2	Localisation sous forme de BGPs et extrusions induites	28
1.3.3	Extrusion ou extrusion-intrusion des bandes de glissements persistantes intragranulaires	34
1.3.4	Extrusion des joints de grains impactés par des bandes de glissements persistantes	36
1.3.5	Extrusions des bandes de glissements persistantes formées le long des joints de macles	39
1.4	<i>Initiation des fissures courtes</i>	41
1.4.1	Mécanismes d'initiation des fissures microstructurellement courtes	41
1.4.1.1	Initiation intragranulaire	41
1.4.1.2	Initiation intergranulaire	43
1.4.1.3	Initiation le long des joints de macles	45
1.4.2	Effets des paramètres microstructuraux et des conditions d'essais sur les sites d'initiation des microfissures	48
1.4.2.1	Effet de la déformation plastique	48
1.4.2.2	Effet de la taille de grain	51
1.4.2.3	Effet de l'environnement	52
1.5	<i>Effet de la taille de grains et du chargement sur la durée de vie en fatigue</i>	54
1.5.1	Amplitude de contrainte	55
1.5.2	Amplitude de déformation plastique	60
1.5.3	Résumé sur les effets de tailles de grains dans les métaux et alliages cfc	64
1.6	<i>Conclusions</i>	65
1.7	<i>Références bibliographiques</i>	68

1.1 INTRODUCTION

Dans le cadre de nos travaux en lien avec la justification de la durée de vie en fatigue des modules de l'échangeur de chaleur sodium-gaz (ECSG), des fondements théoriques de la fatigue sont d'abord présentés. Ceux-ci confirment l'importance de l'étude des fissures courtes à l'échelle de la microstructure. Ensuite, une vaste étude bibliographique concernant les mécanismes de localisation du glissement en surface et à cœur est exposée dans sa grande ligne.

Les différents types d'extrusions des BGP ainsi que les caractéristiques microstructurales et cristallographiques influençant leur activité sont ensuite présentés. Enfin, les sites cristallographiques d'initiation des microfissures de fatigue induites par les différents types d'extrusions sont explicités : le long des BGP à l'intérieur des grains, le long des joints de grains impactés transversalement par des BGP et le long des joints de macles. Les effets du chargement macroscopique, de la microstructure, de l'orientation cristallographique et de l'environnement sur les différents types d'initiation sont présentés et discutés.

Enfin, une étude bibliographique concernant les effets de taille de grains et du chargement macroscopique sur la durée de vie en fatigue de différents matériaux à structure cfc est exposée.

As part of our work in relation with the justification of the fatigue life of the sodium-gas heat exchanger modules, fundamentals of fatigue are firstly presented. These confirm the importance to study short cracks at the microstructure level. Then, a large bibliographical study concerning localization of slip in surface and in bulk is presented.

Next, this chapter presents the different kinds of PSBs extrusions, and the microstructural and crystallographic characteristics influencing their activity. Finally, the crystallographic sites where fatigue microcracks initiate induced by the different types of PSBs extrusions are explained: along the PSBs within the grains, along the grain boundaries transversely impinged by PSBs and along the twin boundaries. The effects of macroscopic loading, microstructure, crystallographic orientation, macroscopic loading and the environment on the different types of microcrack initiation are presented and discussed.

Finally, a bibliographical study on the effects of grain size and macroscopic loading on the fatigue life of different cfc structure materials is exposed.

1.2 POURQUOI L'ETUDE DES FISSURES MICROSTRUCTURELLEMENT COURTES ?

Avant de montrer l'intérêt d'étudier les fissures microstructurellement courtes, il est nécessaire de rappeler les différentes définitions d'une fissure courte.

Cette définition dépend principalement de la taille de l'objet considéré – variant d'une éprouvette monocristalline de laboratoire à une structure massive – ainsi que de ses propriétés microstructurales. La figure 1.1 issue de [Miller 1997] présente trois types de fissure pouvant être qualifiés de « courte » :

- Des fissures dont la taille varie de 1 à 2 μm (figure 1.1.a). Celles-ci sont induites par des phénomènes de localisation de la déformation plastique à l'échelle de la microstructure (stade I). La déformation plastique macroscopique est localisée à l'échelle microscopique à l'intérieur de bandes de glissement persistantes (BGPs), au sein des grains favorablement orientés. Une description précise des propriétés des BGPs est exposée dans la partie 1.3. Ces fissures sont qualifiées de courtes à l'échelle de la microstructure car leur longueur est inférieure à la taille de grain. Leur propagation nécessite des niveaux élevés de charges, pouvant être prédits par des calculs mécaniques à l'échelle microstructurale. Le niveau de charge dépend intimement de la configuration cristallographique au voisinage de la fissure initiée.
- Des fissures dont la taille est comprise entre 0 et 1 mm. Une zone affectée plastiquement apparaît en fond de fissure (figure 1.1.b), dont la taille est du même ordre de grandeur que la longueur de la fissure. Seuls dix grains ou moins sont traversés par ces fissures, généralement en mode I (stade II). Ces fissures sont qualifiées de courtes à l'échelle physique. La croissance de ces fissures nécessite des niveaux de charges intermédiaires, prédits par la mécanique élastoplastique de la rupture. Ces fissures sont freinées voir arrêtées par les barrières microstructurales naturellement présente dans les métaux : joints de grains et de macles. Un pré-écrouissage en surface permet également de freiner leur croissance.
- Enfin, des fissures de plusieurs millimètres de longueur (de 1 à 10 mm) peuvent être détectées au sein d'une structure massive (figure 1.1.c). Leur longueur implique que plusieurs centaines de grains (pour un matériau à taille de grains standard) ont déjà été traversés par cette fissure (continuant à se propager en mode I). La taille de la zone affectée plastiquement en fond de fissure est très courte devant la longueur de la fissure. La

1.2 Pourquoi l'étude des fissures microstructurellement courtes ?

propagation de cette fissure est quasi-indépendante de la microstructure. La charge à appliquer pour la faire propager est relativement faible. Dès lors, un critère simple issu de la MLER (Mécanique Linéaire Élastique de la Rupture, ou LEFM) est appliqué afin de déterminer la dangerosité de la fissure connaissant le chargement macroscopique. Par exemple, la loi de Paris permet de connaître sa vitesse de propagation.

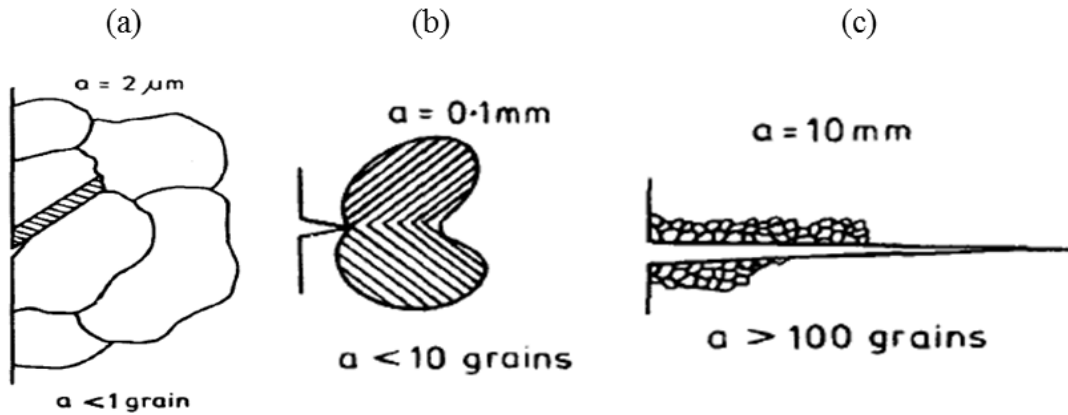


Figure 1.1. Schémas des différents types de fissures pouvant coexister dans un éprouvette : (a) fissure microstructurellement courte (b) fissure physiquement courte et (c) fissure longue [Miller 1997]

Schematic representation of the different coexisting types of cracks in a sample: (a) short crack at the scale of the microstructure (b) physically short crack and (c) long crack [Miller 1997]

Dans le cas de l'échangeur sodium-gaz – sujet de notre étude – la structure est composée de canaux séparés de murs dont l'épaisseur est de l'ordre du millimètre (figure 2). Dès lors, la définition d'une fissure de plusieurs millimètres avec un critère de contrainte critique issu de la MLER ne pourra s'appliquer au cas de cette structure.

Par ailleurs, le procédé de fabrication retenu des modules de l'échangeur sodium-gaz est le soudage-diffusion par compression isostatique à chaud (SD-CIC). Ce procédé engendre un grossissement de la taille de grains (voir un grossissement de grain anormal) ce qui est potentiellement lourd de conséquences vis-à-vis de la tenue en fatigue d'une structure : la plus faible longueur de fissure détectée dépend de manière intime de la taille de grains. En effet, une fois la fissure initiée, la propagation de cette dernière est aisée au sein du grain qui l'a vu naître. Cette (micro)propagation sera freinée ou s'arrêtera alors une fois une barrière microstructurale rencontrée. Une augmentation de la taille de grains diminue alors naturellement la fraction de la durée de vie totale passée à initier des fissures. En considérant des fissures courtes à l'échelle physique (figure 1.1.b), la ruine de la structure serait théoriquement proche étant donné le faible nombre de grains dans l'épaisseur de la structure.

1.3 Localisation de la déformation plastique et extrusions

En fonction du chargement imposé et des propriétés microstructurales, la phase d'initiation des fissures microstructurellement courtes représente une part variable de la durée de vie. Dans le domaine de la fatigue à grands nombres de cycles (HCF et VHCF), il est accepté que plus de 80% de la durée de vie totale est passé à initier une ou plusieurs microfissures [Miller 1997 ; Texier et al. 2016]. Les 20% restants concernent alors la propagation de ces fissures jusqu'à la ruine finale de la structure. A l'inverse, dans le cas de la fatigue oligocyclique (faibles à moyennes durées de vies), de nombreuses fissures s'initient rapidement (dès 10% de la durée de vie). L'essentiel de la durée de vie est alors consacré à la croissance de ces fissures, voir à leur coalescence jusqu'à atteindre la ruine de la structure [Bataille et Magnin 1994 ; Stinville et al. 2016]. L'ensemble de ces constats ont été établi sur la base d'études sur éprouvettes de dimensions standard (plusieurs millimètres de diamètre le long de la zone utile). La phase de propagation des fissures serait donc altérée dans le cas de l'échangeur sodium-gaz, quel que soit le domaine de la fatigue considéré.

Les fissures courtes à l'échelle de la microstructure sont les plus pertinentes à étudier pour cette structure. Néanmoins, le chargement exact de l'ECSG n'étant à ce jour pas encore clairement identifié, la fatigue à faible comme à fort niveau de chargement est à considérer dans la suite.

1.3 LOCALISATION DE LA DEFORMATION PLASTIQUE ET EXTRUSIONS

1.3.1 Localisation de la déformation dans les métaux cubiques à faces centrées

Le phénomène de localisation du glissement plastique est observé depuis plus d'un siècle. L'étude de [Kuhlmann-Wilsdorf et Wilsdorf 1953] est pionnière en la matière. Le relief de surface créé suite à une traction a été étudié dans des polycristaux et monocristaux d'aluminium, de cuivre, d'argent et de laiton. Une localisation de la déformation plastique sous forme de bandes de glissement a été observée pour toutes les éprouvettes.

Depuis l'apparition des techniques de microscopie en transmission, de nombreux auteurs ont étudié la structure de dislocations subsurface des métaux et alliages. Un très grand nombre d'études ont été publiées pour différents métaux et alliages, conditions de chargements et de températures [Fourie 1970 ; Mughrabi 1970 ; Jin 1989].

Pour certains métaux déformés cycliquement, le lien entre formation de bandes en surface et structure des dislocations à cœur est clairement établi [Wang et al. 1984 ; Mughrabi et Wang 1988 ; Kwon et al. 1989 ; Polák et al. 1992].

1.3 Localisation de la déformation plastique et extrusions

Un exemple est présenté sur la figure 1.2 pour un polycristal d'acier 316L à taille de grain moyenne de 100 μm , sollicité pendant 5000 cycles sous air, sous $\Delta\varepsilon_p/2 = 5.10^{-4}$ [Kruml et al. 1997]. Des BGP sont formées en surface de l'éprouvette, celles-ci engendrent des extrusions caractéristiques de la déformation cyclique des matériaux cfc. Ce point est traité en détail dans la partie 1.3.2. La figure 1.3 présente les structures de dislocations pouvant être associées à ce type de bandes. Une localisation typique des structures planaires est visible sur les figure 1.3.a et figure 1.3.f. Des bandes de glissement avec une structure en échelle sont visibles sur les figure 1.3.b-e :

- une activation de deux systèmes de glissement conduit à la formation de bandes croisées (figure 1.3.c) ;
- des macrobandes sont visibles sur la figure 1.3.d ;
- une BGP avec une structure en échelle parfaitement définie est visible figure 1.3.e

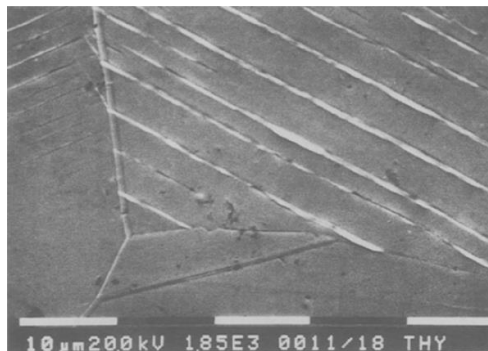


Figure 1.2. Formation de bandes de glissement en surface d'un acier 316L sollicité cycliquement [Kruml et al. 1997]

Slip bands formation in surface of a 316L SS cyclically deformed [Kruml et al. 1997]

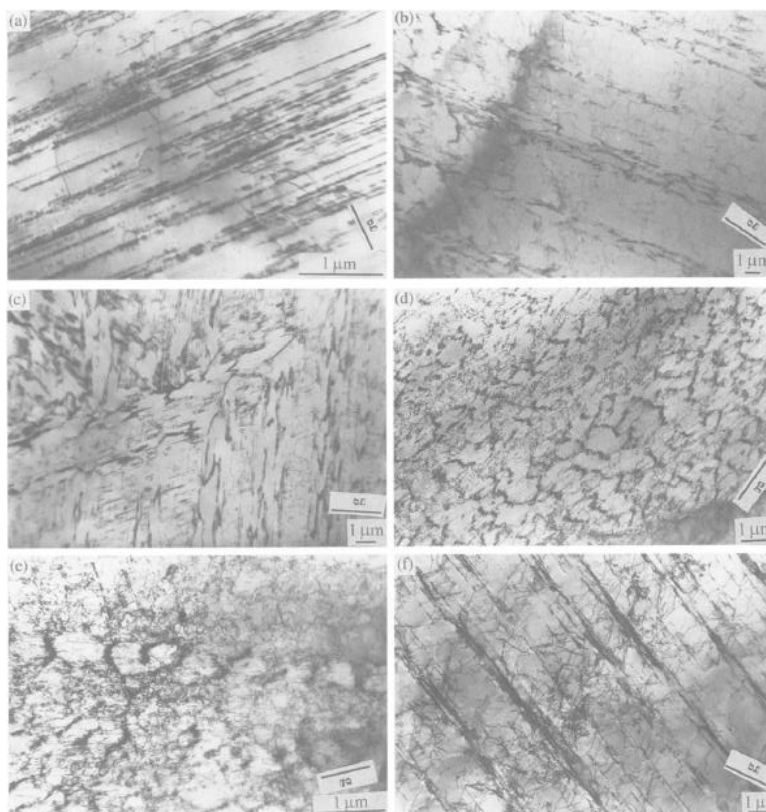


Figure 1.3. Microstructures de dislocations typiques des aciers 316L sous déformation cyclique (a) structure planaires (b) bandes avec structure en échelle mal définie (c) bandes avec structure en échelle avec deux systèmes de glissement activés (d) bandes avec structures en échelles agglomérées en macrobandes (e) bandes avec structure en échelle parfaitement définie (f) bandes planaires. [Kruml et al. 1997]

Typical microstructure dislocations formed in 316L SS under cyclic deformation (a) planar structures, (b) slip bands with badly defined ladder, (c) slip bands with ladder structure in two activated systems, (d) agglomerated slip bands with ladder structure forming macrobands, (e) slip bands with perfectly defined ladder structures, (f) planar bands. [Kruml et al. 1997]

Une vaste étude bibliographique a été réalisée dans le but d'élargir le lien entre formation de bandes en surface et structure de dislocations à cœur aux cas des métaux et alliages de structures cubiques à faces centrées déformés cycliquement. L'influence de plusieurs paramètres a été établie sur la formation de bandes de glissement en surface et à cœur :

- Formation de bandes de glissement dans des métaux et alliages cfc de haute à basse énergie de faute d'empilement (nickel, cuivre, acier 316L, alliages cuivre-zinc, alliages cuivre-aluminium, argent) ;
- Microstructures de dislocation dans les bandes de glissement de ces métaux et alliages ;
- Existence des bandes à très basse température (inférieure à la température ambiante) ;
- Existence des bandes à la température ambiante ;
- Existence des bandes à haute température (supérieure à la température ambiante).

1.3 Localisation de la déformation plastique et extrusions

Le lien entre structure de dislocations à cœur des matériaux et traces en surface a été démontré par de nombreuses études expérimentales. Le tableau 1.1 renvoie aux principales références de cette étude bibliographique. La partie supérieure de chaque cadre dédié à un matériau donne les références où des bandes en surface sont rapportées, dans la gamme de température correspondante. La partie inférieure de chaque cadre renvoie aux observations d'une localisation du glissement à cœur.

Quelle que soit la température d'essai, une localisation du glissement sous forme de bandes de glissement est observé pour cette large gamme de métaux et alliages. L'énergie de faute d'empilement agit sur le glissement dévié des dislocations [Magnin et al. 1989 ; François et al. 1993 ; Goncalves 2018]. Une forte dépendance à la température de l'énergie de faute d'empilement a été mise en avant pour les métaux (et alliages) à structure cfc par [Rémy et al. 1978]. Malgré cela, l'ensemble des métaux purs étudiés (nickel, cuivre, argent) présentent des bandes de glissement avec des structures en échelle dans les grains bien orientés, quelle que soit la température d'essai. La formation d'une structure en échelle est le signe d'un comportement dévié aisé [Bretschneider et al. 1995 ; Buque et al. 2001 ; Li et al. 2011]. Les métaux purs présentent tous un comportement dévié, plus ou moins favorisé par l'énergie de faute d'empilement.

Malgré l'influence de l'énergie de faute d'empilement sur le glissement dévié, certains des alliages étudiés (316L, alliages Cu-Zn et Cu-Al) présentent des structures planaires ou des structures en échelles dans les grains bien orientés. La formation des structures planaires est la conséquence du glissement difficile des dislocations vis [Lukáš et al. 1992a ; 1992b ; Li et Laird 1994c]. En fonction de la composition chimique de ces alliages, le caractère planaire ou dévié des dislocations est alors favorisé. Une compétition entre énergie de faute d'empilement et ordre à courte distance (short range order, SRO) se produit [Gerold et Karnthaler 1989a ; Li et al. 2011]. Une faible énergie de faute d'empilement n'est pas forcément responsable d'un glissement planaire des dislocations [Gerold et Karnthaler 1989a]. L'ordre à courte distance (SRO) devient le paramètre prépondérant sur le caractère planaire ou dévié du glissement [Gerold et Karnthaler 1989a ; Li et al. 2011].

1.3 Localisation de la déformation plastique et extrusions

Matériau γ_{EFE} (mJ.m ⁻²)	PSBs en surface		
	PSBs à cœur		
	Basse température $0 \leq T < 293K$	Température ambiante $T = 293K$	Haute température $T > 293K$
Nickel 125	[Bretschneider et al. 1995] : 77K [Buque et al. 2001] : 77K [Li et al. 2011] : 77K	[Holste et al. 1994] [Weidner et al. 2006] [Holste et al. 1994] [Bretschneider et al. 1995] [Bretschneider et al. 1997] [Buque et al. 2001] [Li et al. 2011]	[Lim et Raj 1984] : 573K [Bretschneider et al. 1997] : 300K-900K [Li et al. 2011] : 600K
Cuivre 45		[Wang et al. 1984] [Bretschneider et al. 1995][Basinski et al. 1980] [Li et al. 2011]	
316L/316L(N) 10-50	[Man et al. 2010] : 93K, 173K	[Li et Laird 1994a] [Polák et al. 2009a] [Polák et al. 2013] [Man et al. 2009b] [Man et al. 2002a] [Villechaise et al. 2002] [Li et Laird 1994c] [Man et al. 2003a] [Man et al. 2009b] [Li et Laird 1994a] [Gerland et al. 1989][Polák et al. 2005]	[Man et al. 2010] : 573K [Gorlier 1984] : 593K, 893K [L'esperance et al. 1986] : 943K [Pham et Holdsworth 2012] : 593K [Catalao et al. 2005] : 300K-873K [Gentet 2010] : 293K-923K [Gerland et al. 1993] : 593K, 893K
Cu-Al / Cu-Zn 40-10	[Feltner et Laird 1967] : 78K [Yan et al. 1986a] : 77K	[Yan et al. 1986b] [Buchinger et al. 1986] [Feltner et Laird 1967] [Lukáš et Klesnil 1970] [Wang 1994 ; Wang et al. 1998a] [Wang et Margolin 1986] [Feltner et Laird 1967] [Lukáš et al. 1992a] [Lukáš et Klesnil 1970] [Boutin et al. 1984] [Gong et al. 1998a] [Kaneshiro et al. 1990]	
Ag 16		[Li et al. 2009] [Li et al. 2011] [Li et al. 2009] [Li et al. 2011]	

Tableau I.1. Récapitulatif des études où une localisation de la déformation plastique sous forme de bandes de glissement est observée en surface et à cœur de métaux à structure cfc présentant des énergies de fautes d'empilement différentes sollicités cycliquement

Summary of studies where a localization of plastic deformation in form of slip bands was observed in surface and at core of fcc metals of different stacking fault energies cyclically deformed

1.3.2 Localisation sous forme de BGP et extrusions induites

- Preuves expérimentales :

Dans le cas de la déformation cyclique des métaux et des alliages ductiles, la localisation de la déformation plastique se manifeste sous forme de bandes de glissement persistantes (BGP) (figure 1.4). [Weidner et al. 2008] ont repéré les positions de BGP suite à un essai cyclique interrompu sur une éprouvette préalablement poli. Suite à un nouveau polissage et une nouvelle application de cycles, les BGP précédemment formées réapparaissent exactement au mêmes endroits.

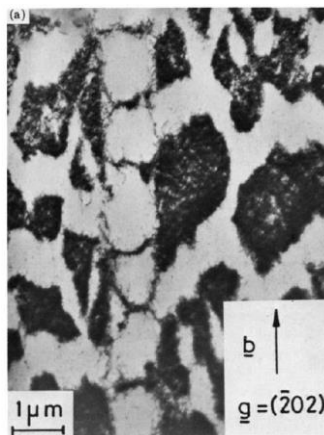


Figure 1.4. Cliché en microscopie électronique en transmission (MET) d'une BGP élastoplastique avec une structure en échelle située au sein d'une matrice composée de paquets denses et pauvres en dislocations [Wang et al. 1984]

Image obtained by transmission electron microscope (TEM) where an elasticplastic PSB presenting a ladder structure is located within a matrix composed by rich and poor dislocations channels [Wang et al. 1984]

Le phénomène de localisation du glissement plastique dans les BGP engendre la formation d'extrusion en surface. Ces extrusions peuvent également être accompagnées d'intrusions [Man et al. 2009a ; 2009c ; Polák et al. 2009b]. Des descriptions des différents types d'extrusions et des configurations cristallographiques associées sont présentées dans les parties 1.3.3 à 1.3.5. Le phénomène de localisation est généralement observé par microscopie électronique à balayage (MEB). D'autres méthodes permettent également d'observer et de mesurer la localisation sous la forme de BGP. La corrélation d'image à haute résolution à partir de mesures EBSD (électrons rétrodiffusés) permet de mesurer aux rotations du réseau cristallin et de remonter aux champs de déformation associés [Chen et al. 2017 ; Zhang et al. 2018].

Les deux conditions communes à l'existence des BGP dans les différentes configurations

1.3 Localisation de la déformation plastique et extrusions

décrites ci-dessous sont l'orientation cristallographique et une cission seuil en dessous de laquelle les BGPs ne peuvent se former. Un grain dont le facteur de Schmid est égal à 0,5 (i.e orienté pour le glissement simple) est le plus favorable à la formation de BGPs. Dans ce cas les BGPs sont orientées à 45° par rapport à l'axe de traction [Dörr et Blochwitz 1987]. Des orientations proches du glissement simple peuvent également conduire à la formation de BGPs. Dans ce cas, les grains seront plus durs (à cause de la baisse de leur facteur de Schmid), mais la même cission seuil de formation des BGPs est conservée [Cheng et Laird 1981]. Par contre, les grains orientés pour le glissement multiple se déforment suivant plusieurs systèmes de glissement et ne verront qu'occasionnellement des BGPs se former en leur sein.

[Sauzay et Kubin 2011] ont étudié les orientations cristallographiques favorables à la formation des BGPs pour des monocristaux de cuivre et de nickel. Les orientations pour lesquelles des BGPs sont observées sont situées au centre du triangle stéréographique standard (présenté en figure 1.5.b) et proche de l'orientation [011] (étoiles roses). Les losanges bleus représentent les orientations pour lesquelles des microstructures associées au glissement multiple sont observées (labyrinthes proche de [001] et cellules proche de $[\bar{1}11]$). La ligne noire délimite les orientations relatives au glissement simple (à l'intérieur de la ligne) ou au glissement multiple (à l'extérieur de la ligne). Cette limite est calculée par le rapport entre la cission résolue du système secondaire (i.e le système dont le facteur de Schmid est le deuxième plus élevé) et le système primaire :

$$r_{crit} = \frac{\tau_{sec}}{\tau_{prim}} \quad (1.1)$$

La figure 1.5.a présente les facteurs de Schmid associés aux orientations cristallographiques. Les grains bien orientés (facteur de Schmid de 0,5) ont une valeur de r_{crit} égale à 0,94. Les grains orientés pour le glissement multiple ont une valeur de r_{crit} comprise entre 0,95 et 1.

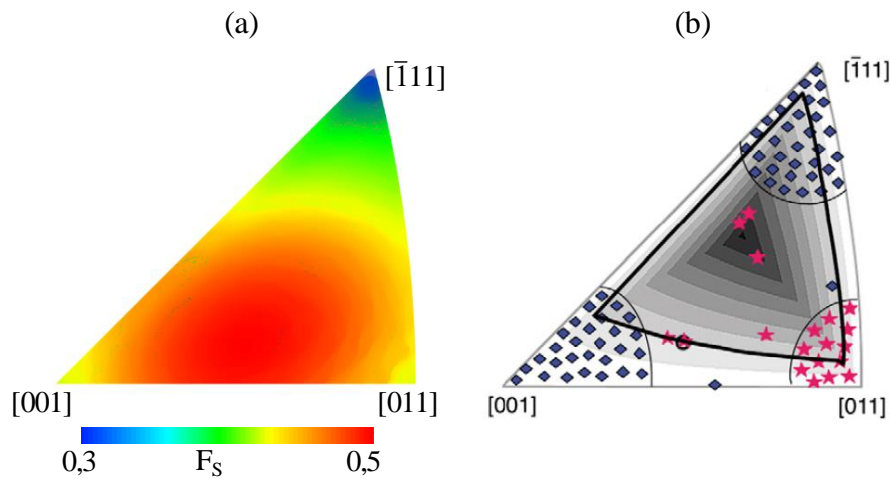


Figure 1.5. Triangles stéréographiques standard (a) en facteur de Schmid et (b) des orientations cristallographiques favorables au glissement simple (étoiles roses) et au glissement multiple (losanges bleus) par [Sauzay et Kubin 2011]. La ligne noire délimite les orientations favorables au glissement simple et celles favorables au glissement multiple pour lesquelles le ratio τ_{sec}/τ_{pri} est supérieur ou égal à 0,95

Standard stereographic triangle of single slip orientations (pink stars) and of multiple slip orientations (blue diamonds) by [Sauzay and Kubin 2011]. The black line borders single slip orientations to multiple slip orientation for which the ratio τ_{sec}/τ_{pri} is higher or equal to 0.95.

Concernant la cission seuil de formation des BGP, τ_{PSB} , celle-ci dépend du matériau considéré et de la température. Une élévation de la température engendre une baisse de τ_{PSB} , [Sauzay et Kubin 2011]. Des essais menés sur des monocristaux bien orientés ont permis de quantifier τ_{PSB} avec précision. Un exemple est présenté en figure 1.6 pour un acier 316L [Li et Laird 1994b]. En réalisant des essais à paliers croissants de déformation plastique (après saturation) ou en utilisant une éprouvette par amplitude de déformation plastique, la cission résolue maximale est mesurée pour chaque amplitude de glissement plastique ($\Delta\gamma_p/2$) imposée. Une fois la cission seuil atteinte, la formation des BGP débute ($f_{v,BGP} \approx 0\%$). Lorsque l'amplitude de glissement plastique augmente, la cission n'évolue plus jusqu'à une certaine limite, c'est ce qui est appelé le plateau de formation des BGP (figure 1.6).

A mesure que la déformation cumulée augmente, la construction et la multiplication des BGP s'opère jusqu'à atteindre la saturation totale du monocristal en BGP ($f_{v,BGP} = 100\%$). Si une amplitude de glissement plastique plus importante est appliquée au monocristal, la cission résolue augmente de nouveau et les BGP précédemment formés disparaissent au profit d'une structure de cellules. L'utilisation des données d'essais sur monocristaux est licite à l'échelle d'un agrégat polycristallin. Les simulations par éléments finis cristallins proposées dans nos travaux considèrent individuellement le comportement de chaque grain (à partir des essais

réalisés sur monocristaux) au sein d'un agrégat polycristallin.

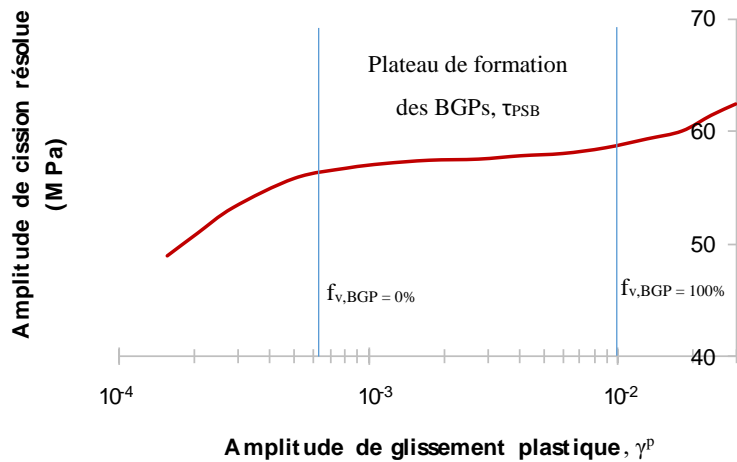


Figure 1.6. Courbe cission résolue - glissement plastique d'un monocristal de 316L [Li et Laird 1994b]

Cyclic stress strain curve (CSSC) of a 316L SS single crystal [Li and Laird 1994b]

Les analyses en surface de polycristaux déformés cycliquement montrent que de nombreux grains contiennent des BGP [Weidner et Skrotzki 2010 ; Man et al. 2015]. Les grains qui présentent les facteurs de Schmid les plus élevés sont les premiers concernés. Les grains qui présentent des orientations moins favorables (dont les cissions résolues primaires sont donc plus faibles) peuvent néanmoins également engendrer la formation de BGP en leur sein. Cela concerne particulièrement les matériaux qui présentent une anisotropie élastique (nickel, cuivre, aciers austénitiques). Des contraintes locales sont alors engendrées entre grains voisins dont l'orientation n'est pas favorable (à la formation de BGP) par incompatibilité élastique [Höppel et al. 2017], validant potentiellement la cission seuil de formation des BGP.

Néanmoins, de fortes disparités ont été relevées dans les observations de surface entre monocristaux et polycristaux. La théorie isotrope de Schmid permet de prédire avec exactitude l'amplitude de contrainte qui engendre la cission résolue seuil d'apparition des BGP, tenant compte de l'orientation cristallographique du monocristal [Mughrabi 1978 ; Mecke et Blochwitz 1982 ; Li et Laird 1994b]. Dans le cas des polycristaux dans les matériaux qui présentent une anisotropie élastique (nickel, cuivre, aciers austénitiques) des écarts importants entre observations de surface et la théorie isotrope de Schmid ont été mis en avant. Des observations en surface d'un polycristal de cuivre sollicité à une amplitude de contrainte de 68 MPa ont permis d'établir que 30% des grains contiennent des BGP [Mughrabi et Wang 1988]. En utilisant la théorie isotrope de Schmid, [Sauzay et Jourdan 2006] ont montré

que 85% des grains auraient dû contenir des BGPs à cette amplitude de contrainte.

Pour cela, des calculs tenant compte de l'anisotropie élastique cristalline ont été réalisés par [Sauzay 2006]. Des fortes baisses des facteurs de Schmid ont été prédites en comparaison du facteur de Schmid maximum théorique ($F_s=0,5$) pour les métaux et alliages qui présentent une anisotropie élastique. Les prédictions du pourcentage de grains contenant des BGPs présentent un accord bien meilleur aux observations en comparaison des résultats obtenus par la théorie isotrope de Schmid. Il est donc clair qu'à l'échelle d'un polycristal, la déformation des grains est fortement influencée par les effets de voisinage. Cela est d'autant plus vrai que l'anisotropie élastique du matériau considéré est importante [Sauzay et Jourdan 2006]. Néanmoins, malgré les variations de facteurs de Schmid induites par les incompatibilités élasto(plastiques), des observations sur un polycristal d'acier 316L ont permis d'établir que les fissures intragranulaires (le long des BGPs) se forment bien dans les grains dont le facteur de Schmid isotrope est maximal [Mu et al. 2013]. Ce critère reste valable bien malgré les écarts entre facteur de Schmid isotrope et réel dans les matériaux anisotropes.

- Modélisation :

Considérant le phénomène de localisation du glissement dans les BGPs, [Winter 1974] a proposé un modèle basé sur une loi des mélanges pour déterminer la quantité de glissement plastique porté par une seule BGP, tel que décrit dans l'équation 1.2 :

$$\gamma_{monocrystal}^p = \gamma_{BGP}^p \cdot f_{BGP} + \gamma_{matrice}^p \cdot (1 - f_{BGP}) \quad (1.2)$$

Avec $\gamma_{monocrystal}^p$ l'amplitude de glissement plastique macroscopique, γ_{BGP}^p l'amplitude de glissement plastique portée par une BGP, f_{BGP} la fraction volumique de BGPs dans le monocristal, et $\gamma_{matrice}^p$ le glissement plastique porté par les ligaments de matrice qui séparent les BGPs.

Or 99% du glissement plastique total est porté par les BGPs [Winter 1974 ; Kruml et al. 1997], le glissement plastique de la matrice devient alors négligeable et le glissement plastique d'une BGP peut s'écrire sous la forme :

$$\gamma_{BGP}^p = \frac{\gamma_{monocrystal}^p}{f_{BGP}} \quad (1.3)$$

Dès lors, la quantité de glissement porté par une BGP se calcule à partir de la fraction volumique

1.3 Localisation de la déformation plastique et extrusions

de BGPs contenues dans le monocristal.

De nombreux modèles ont été proposés afin d'expliquer l'extrusion des BGPs à travers la surface libre largement observée dans la littérature. Le modèle EGM I proposé par [Essmann et al. 1981] est pionnier en la matière. Il est basé sur la production continue de lacunes au sein des BGPs, qui induisent alors leur extrusion. Les lacunes sont produites continuellement par interaction entre les dislocations mobiles et des coins. La figure 1.7 schématise la structure de dislocations dans les BGPs et dans la matrice quasi élastique voisine.

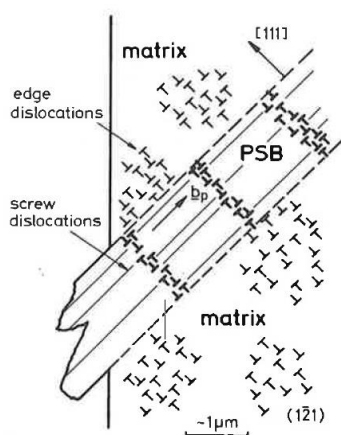


Figure 1.7. Schéma d'une BGP émergeant en surface libre, noyée dans une matrice quasi élastique (car composée de zones saturées en dislocations coins arrangées en paquets très denses et de zones très pauvres en dislocations) [Essmann et al. 1981]

Schema representing a PSB emerging at the free surface, embedded in a quasi-elastic matrix (due to its composition of saturated zones of edge dislocations organized in very dense bundles and very poor zones [Essmann et al. 1981]

Le modèle EGM II a ensuite été proposé par [Differt et al. 1986] afin de tenir compte du fait qu'un relief plus fin, en sens positif et négatif se superpose au relief plus massif des extrusions. L'hypothèse avancée est que ces enfoncements sont le fruit de l'irréversibilité du glissement plastique dans les BGPs. Ces reliefs de matière sont vus comme des marches de glissement négatives ou positives.

Par la suite, [Polák 1987] a proposé de développer une extension du modèle EGM II afin de tenir compte de la production et de l'annihilation des lacunes au sein des BGPs et de leur diffusion vers la matrice environnante (basée sur des mesures de résistivité). La diffusion des lacunes conduit à l'appauvrissement en atomes des interfaces entre les BGPs et la matrice environnante, ce qui engendre une formation d'intrusions parallèles au BGPs. La diffusion des lacunes étant un mécanisme thermoactivé, ce modèle tient alors compte implicitement de la

température.

Enfin, [Polák et Sauzay 2009] ont proposé un modèle analytique pour la prédiction de la concentration en lacunes en fonction du nombre de cycles, tenant compte de leur production, leur annihilation et leur diffusion vers la matrice environnante.

1.3.3 Extrusion ou extrusion-intrusion des bandes de glissements persistantes intragranulaires

Les extrusions et extrusions-intrusions des BGP_s intragranulaires sont les plus observés par l'ensemble de la communauté scientifique et donc les mieux documentés et [Kim et al. 1991 ; Mineur 2000 ; Mu et al. 2013]. Ces bandes se forment dans des grains dont les vecteurs n_{prim} et m_{prim} (du système primaire) forment un angle proche de 45° avec la surface libre de l'éprouvette (figure 1.8). Ces grains sont qualifiés de grains de type B (nomenclature définie par [Brown et Miller 1973]). Cette configuration semble maximiser l'extrusion des BGP_s à travers la surface libre des éprouvettes.

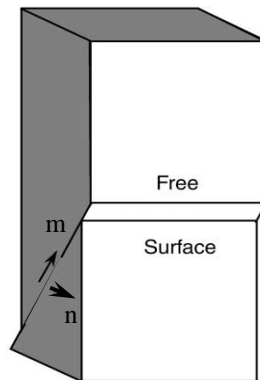


Figure 1.8. Schéma d'un cristal de type B : vecteurs n et m du système primaire orientés à 45° par rapport à la surface libre [Sauzay et Gilormini 2002]

Schema of a type B crystal: vectors n and m of the primary system oriented at 45° toward the free surface [Sauzay and Gilormini 2002]

Ces extrusions sont visibles sans préparation spécifique de la surface des structures/éprouvettes. Dans le but de les observer avec une précision nanométrique, une préparation minutieuse de la surface des éprouvettes est alors nécessaire (typiquement un polissage mécanique de type polimiroir) suivi d'un polissage électrolytique [Man et al. 2015].

[Man et al. 2003b] ont étudié les extrusions intragranulaires de quelques BGP_s sélectionnées dans un polycristal d'acier 316L présentant une taille de grain moyenne de $100 \mu\text{m}$. Une amplitude de déformation plastique moyenne de $\Delta\varepsilon_p/2 = 2.10^{-3}$ à une vitesse de déformation de

1.3 Localisation de la déformation plastique et extrusions

$\dot{\epsilon} = 3.10^{-3} \text{ s}^{-1}$ a été imposée durant 20 000 cycles, sous air et à température ambiante. Afin d'obtenir les hauteurs d'extrusions de ces BGP pour différents nombres de cycles, la sollicitation cyclique a été stoppée le temps de réaliser des répliques extractives de la surface des éprouvettes. Ces répliques ont ensuite été analysées au microscope à force atomique (AFM), qui permet d'accéder au relief de surface, avec une précision quasi nanométrique (figure 1.9.b).

Dès 20 cycles, les premières traces de localisation du glissement sont visibles en surface. Dès 100 cycles, la croissance des BGP débute. A partir de 500 cycles, les BGP s'extrudent à travers la surface libre à une vitesse constante moyenne de 0,025 nm/cycle (figure 1.9.b).

Le profil typique des BGP en surface est schématisé sur la figure 1.9.a. Les dimensions caractéristiques des BGP sont décrites, à savoir leur longueur L (équivalente à la taille de grain) et leur épaisseur t tenant compte de l'angle qu'elles forment avec la surface libre. Les mesures de hauteurs d'extrusions mesurées par AFM le long d'une BGP en trois positions espacées d'environ 6 μm le long de sa grande longueur sont présentées sur la figure 1.9.b.

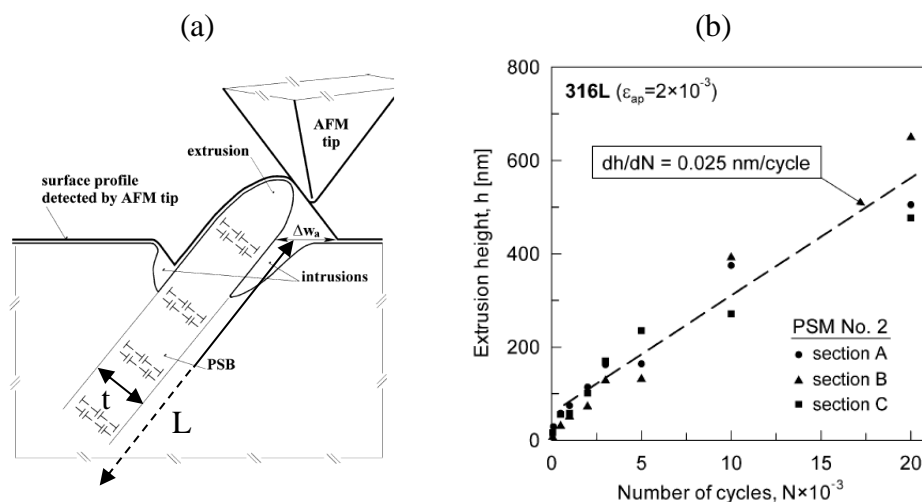


Figure 1.9. (a) Schéma de l'extrusion d'une BGP à travers la surface libre et ses longueurs caractéristiques ; (b) Mesure des hauteurs d'extrusions de BGP dans un polycristal de 316L [Man et al. 2003b]

(a) Schematic representation of the extrusion of a PSB through the free surface and of its characteristic length ; (b) measure of the extrusion height through the free surface for a 316L SS polycrystal [Man et al. 2003b]

Des exemples de grains d'un acier 316L sollicité cycliquement et présentant des extrusions à travers la surface libre sont visibles sur les figure 1.10.a et figure 1.10.b [Man et al. 2002b]. Une extrusion accompagnée d'une intrusion est visible en réalisant une coupe de la surface d'un polycristal d'acier 316L sollicité cycliquement sur la figure 1.10.c [Polák et al. 2017].

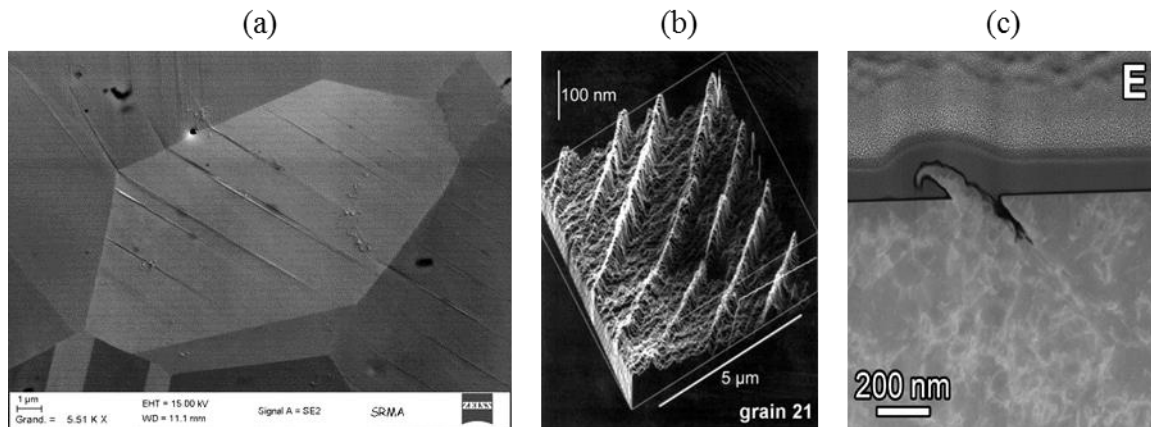


Figure 1.10. (a) Cliché MEB-FEG d'un grain d'acier 316L contenant des BGP_s formant des extrusions en surface ; (b) reconstruction de la surface d'un acier 316L observée par AFM et recouverte d'extrusions [Man et al. 2002b] ; (c) coupe FIB d'une lame mince prélevée dans un polycristal d'acier 316L contenant une extrusion-intrusion [Polák et al. 2017]

(a) SEM-FEG picture of a 316LSS grain containing PSBs, forming extrusion in surface;
(b) reconstruction of the surface of a 316L SS covered by extrusions observed by AFM
[Man et al. 2002b];(c) FIB cut of a thin foil from a 316L SS containing an extrusion-intrusion pair
[Polák et al. 2017]

1.3.4 Extrusion des joints de grains impactés par des bandes de glissements persistantes

Ces extrusions sont moins documentées que les précédentes. Leur observation est plus délicate car elle nécessite une préparation de surface spécifique après la déformation cyclique, ainsi que la maîtrise de techniques expérimentales spécifiques : microscopie électronique en transmission (MET) ou contraste de canalisation des électrons (ECC) au MEB-FEG.

Ces bandes se forment dans des grains dont les vecteurs n_{prim} et m_{prim} du système primaire sont quasi-coplanaires avec la surface libre de l'éprouvette (figure 1.11). Cette configuration maximise l'extrusion des BGP_s au travers des joints de grains voisins (sauf dans le cas d'un monocristal). Ces systèmes sont qualifiés de systèmes de type A (nomenclature définie par [Brown et Miller 1973]).

1.3 Localisation de la déformation plastique et extrusions

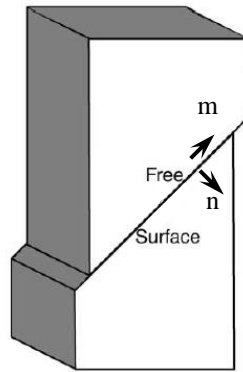


Figure 1.11. Schéma d'un cristal de type A : vecteurs n et m du système primaire coplanaires avec la surface libre et formant un angle de 45° avec l'axe de traction [Sauzay et Gilormini 2002]

Schematic representation of a type A crystal : n and m vectors of the primary slip system are coplanar to the free surface and formed an angle of 45° toward the stress axis [Sauzay and Gilormini 2002]

[Weidner et Skrotzki 2010] ont observé par ECC ces extrusions situées dans des grains subsurfaciques d'une éprouvette de nickel polycristalline sollicitée cycliquement (figure 1.12). Deux configurations sont présentées :

- Un joint séparant deux grains est impacté par des BGP formées dans un seul grain (figure 1.12.a). Les zones d'impact des BGP le long du joint sont indiquées par des flèches noires. Les extrusions du joint se produisent dans la même direction (de la BGP vers le grain voisin) ;
- Un joint séparant deux grains est impacté par des BGP formées dans les deux grains (figure 1.12.b). Les zones d'impact des BGP le long du joint sont indiquées par des flèches noires. L'extrusion du joint se produit en alternance dans les deux directions, d'où le profil d'extrusion « en vagues ». Cette configuration est bien plus complexe à interpréter que la précédente.

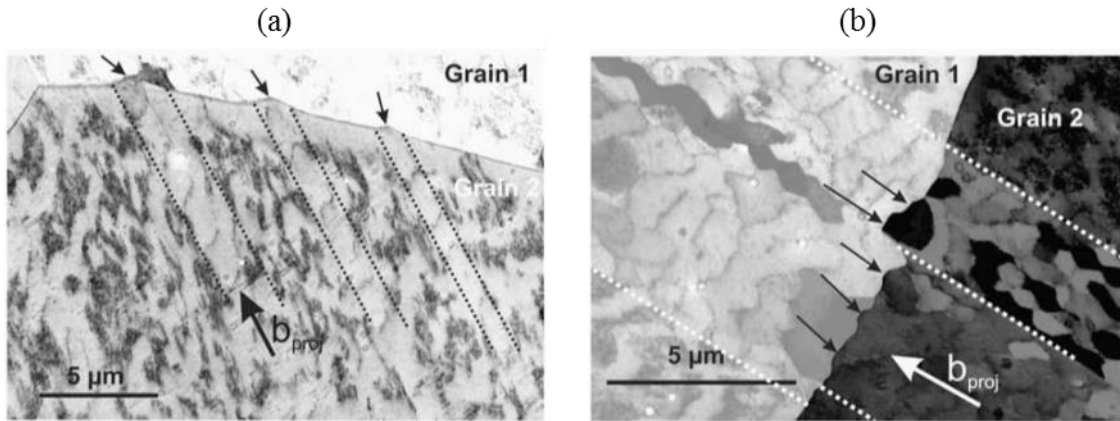


Figure 1.12. Extrusions de BGP au travers de joints de grains (situés à cœur de l'éprouvette) dans un polycristal de nickel : (a) un seul grain contient trois BGP visibles qui impactent le joint ; (b) les deux grains contiennent des BGP qui impactent le joint [Weidner et Skrotzki 2010]

Extrusion of PSBs through grain boundaries located in core of the sample in a nickel polycrystal: (a) one grain contains three visible PSBs that impinge the grain boundary and (b) the two grains contain PSBs that impinge the grain boundary [Weidner and Skrotzki 2010]

Ces extrusions ont fait l'objet de nombreuses études et publications par le groupe *Materials Fatigue and Fracture Division* de l'université de Shenyang en Chine. Nombre de leurs travaux ont été menés sur des bicristaux de cuivre sollicités cycliquement [Gong et al. 1998b ; Wang et al. 1998b ; Zhang et al. 1999b ; 1999a ; 2000 ; Zhang et Wang 2000 ; 2003a ; Zhang et al. 2012 ; 2017]. Des exemples d'observations réalisées par ce groupe sont présentées sur la figure 1.13. Des BGP s'extrudent au travers de joints de grains, les zones d'impact des BGP sont indiquées par des flèches noires. Les grains impactés par ces BGP présentent des microstructures de dislocations différentes (respectivement veines-canaux et labyrinthe pour les figure 1.13.a et figure 1.13.b), donc des comportements mécaniques différents.

Des zones parallèles aux joints de grains où la structure de dislocation est perturbée sont régulièrement observées, aussi bien sur des monocristaux que des polycristaux. Une zone dénommée GBAZ (grain boundary affected zone) est visible sur la figure 1.13.a. Alors que le grain 2 (le grain du haut) présente une structure de type veines-canaux. La structure de dislocations n'est plus la même dans la zone située proche du joint de grain. Selon les observations réalisées par [Dickson et al. 1987] et [Luoh et Chang 1996], ces zones d'une épaisseur moyenne de 1 µm sont très pauvres en dislocations (comparativement aux zones riches telles que les veines). Elles sont dénommées de manière générale 'dislocation free zones' (DFZ). Ces zones peuvent potentiellement modifier le comportement des grains impactés par des BGP.

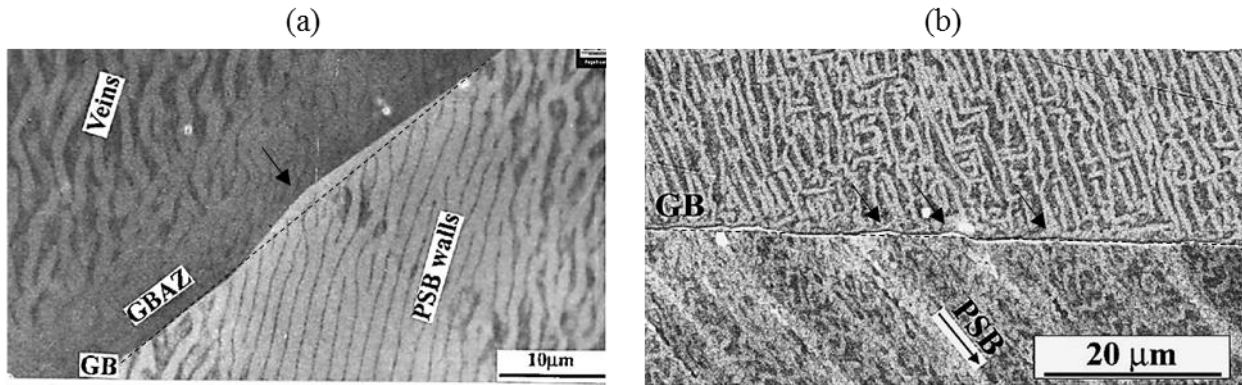


Figure 1.13. Extrusion de joints de grains par des BGP pour différentes structures de dislocations du grain impacté par les BGP (a) veines-canaux [Zhang et Wang 2000] (b) labyrinthe [Zhang et Wang 2003a]

Grain boundary extrusion by PSBs for different dislocation microstructures of the impinge grain (a) veins-channels [Zhang and Wang 2000] and (b) labyrinth [Zhang and Wang 2003a]

1.3.5 Extrusions des bandes de glissements persistantes formées le long des joints de macles

Ces extrusions se forment dans des conditions plus spécifiques que les deux précédentes. Elles concernent en premier lieu les métaux et alliages dont l'anisotropie cubique n'est pas négligeable, de manière à permettre la formation de joints de macles symétriques (nickel, cuivre, aciers austénitiques, alliages planaires).

Ces extrusions sont généralement étudiées dans le cas de métaux et alliages sollicités dans le domaine des longues (et très longues) durées de vies (respectivement HCF et VHCF). En effet, dans ces domaines, les niveaux de chargement macroscopiques appliqués sont très faibles. Ceci implique que la cission seuil de formation des BGP peut théoriquement ne pas être atteinte à l'échelle des grains (figure 1.6), y compris dans les grains qui présentent les plus forts facteurs de Schmid (orientés pour le glissement simple). Dans le cas de métaux et alliages dont l'anisotropie de l'élasticité cubique n'est pas négligeable, l'existence des joints de macles engendre une incompatibilité élastique entre les grains situés de part et d'autre de ces joints [Neumann 1997]. Cette incompatibilité engendre une concentration de contraintes dans un certain volume le long du joint de macle, qui lors du chargement cyclique peut dépasser la cission seuil de formation des BGP et conduire à leur formation, en générale parallèlement aux joints de macles. En pratique, ces bandes sont observées à basses contraintes dans le nickel ($a = 2$, $C_{44}/C_{11} - C_{12} = 2,5$), le cuivre ($a = 3,3$) et les aciers austénitiques ($a = 3,4$) [Sauzay 2007]. Les coefficients C_{11} , C_{12} et C_{44} sont les constantes élastiques cubiques et a est le coefficient d'anisotropie. Plus a est fort, plus le matériau présente une forte anisotropie élastique. Pour un matériau isotrope la valeur de a est de un.

1.3 Localisation de la déformation plastique et extrusions

Une fois formées, ces extrusions présentent les mêmes caractéristiques que les deux précédentes, elles s'extrudent à travers la surface libre et à travers les joints de grains.

[Li et al. 2014] ont étudié des bicristaux de cuivre contenant des joints de macles. Les analyses de la surface (figure 1.14.a.c.e) et de la structure à cœur (figure 1.14.b.d.f) de ces bicristaux mettent en évidence la formation de BGP parallèles aux joints de macles. Ces BGP ont les mêmes caractéristiques que celles de type B (1.3.3) : elles présentent des profils d'extrusion ou extrusions-intrusions à travers la surface libre. Néanmoins, la très forte épaisseur des extrusions visibles dans les figure 1.14.a.e (respectivement 20 μm et 50 μm) témoigne de la formation de « macroBGP » (ou macrobandes). Ces macroBGP sont constituées d'un regroupement de plusieurs BGP [Wang et al. 1984 ; Man et al. 2009a ; Weidner et Biermann 2015]. Bien que des BGP soient présentes le long du joint de macle sur la figure 1.14.c, ces dernières sont positionnées après une zone « affectée ». La figure 1.14.d met à l'évidence une zone où la structure de dislocations est cellulaire le long du joint de macle. Cette structure est le signe d'un fort niveau de déformation local. Pour rappel, dans le cas de sollicitations supérieures au seuil de formation des BGP (figure 1.6), la structure de dislocations est cellulaire [Ackermann et al. 1984]). Des fissures sont également visibles le long des trois joints de macles (figure 1.14.a-c), leur formation ainsi que les principaux paramètres d'influence sont décrits dans la partie 1.4.1.3.

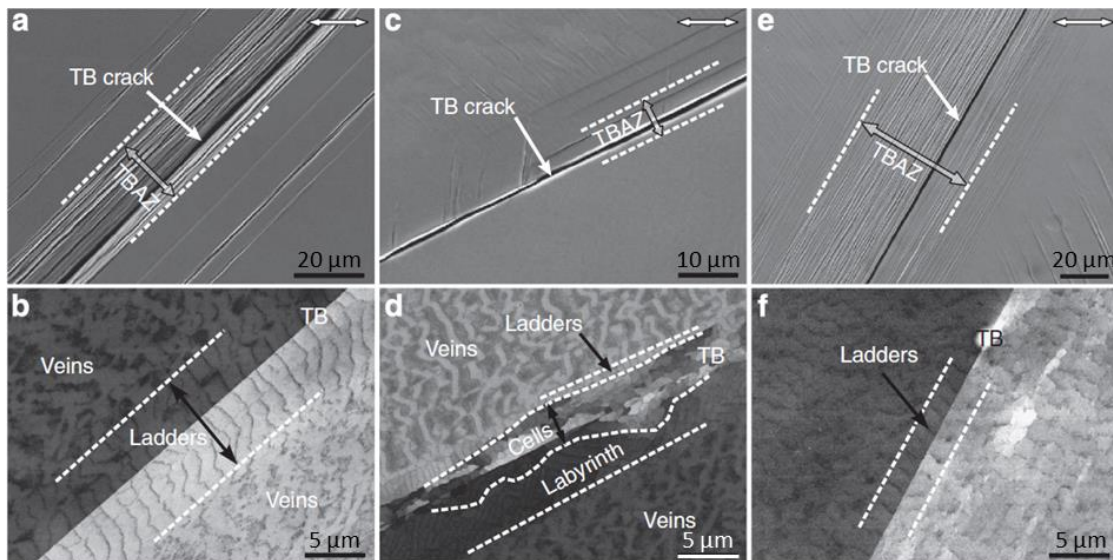


Figure 1.14. Formation de BGP parallèles à des joints de macles dans des bicristaux de cuivre sollicités cycliquement : (a, c, e) images MEB en surface ; (b, d, f) images ECC sub-surface [Li et al. 2014]

Formation of PSBs parallel to twin boundaries in copper bicrystals cyclically deformed: (a, c, e) SEM pictures of the surface; (b, d, f) electron contrast channel (ECC) images of the sub-surface dislocation microstructure [Li et al. 2014]

1.4 INITIATION DES FISSURES COURTES

Les différents types d'extrusions introduits dans la partie précédente pour les métaux et alliages ductiles peuvent conduire à des initiations de microfissures dans des sites cristallographiques bien définis. Les extrusions et éventuellement les intrusions engendrent des concentrations et/ou singularités de contraintes très localisées, qui s'amplifient avec le nombre de cycles et qui peuvent conduire à l'initiation de microfissures. Cette partie s'intéresse exclusivement aux expériences publiées sur l'initiation des fissures courtes. De nombreuses études ont également été publiées ces dernières années sur la modélisation de l'initiation à différentes échelles et avec différents outils. L'article de [Dunne 2014] présente les modélisations récemment publiées sur le sujet.

1.4.1 Mécanismes d'initiation des fissures microstructurellement courtes

1.4.1.1 Initiation intragranulaire

Les extrusions et extrusions-intrusions intragranulaires peuvent engendrer l'initiation de microfissures intragranulaires. Ces microfissures sont généralement majoritaires dans le cas d'un acier 316L à taille de grains standard (30 μm) sollicité sous air dans le domaine oligocyclique ($\approx 10^3 < N_R < \approx 10^5$, pour des amplitudes de déformation plastiques comprises entre $\approx 10^{-4} < \Delta\epsilon_p/2 < \approx 10^{-3}$) [Bataille et Magnin 1994].

Lorsque ces fissures sont encore courtes à l'échelle de la microstructure (i.e. inférieures à une taille de grain), celles-ci sont difficiles à différencier de simples intrusions sans procéder à une découpe au travers de la surface des éprouvettes (FIB, MET, repolissage, etc.). Cela est visible sur la figure 1.10.a, où des BGP accompagnées de lignes noires sont visibles en surface.

[Man et al. 2012] ont étudié l'apparition de microfissures intragranulaires dans des polycristaux d'acier 316L dont la taille de grain moyenne est de 39 μm . Un chargement cyclique d'amplitude $\Delta\epsilon_p/2 = 1.10^{-3}$, sous air à température ambiante a été imposé. Au bout de 3800 cycles (ce qui représente 8,3% de la durée de vie), des lames minces ont été prélevées et ont été analysées au MET. La figure 1.15.a présente une BGP ayant formée une extrusion accompagnée d'une intrusion qui est devenue une amorce de fissure sur une profondeur d'environ 1 μm . La figure 1.15.b présente trois BGPs dont deux ont engendré de fortes extrusions et une a engendré la création d'une intrusion d'une longueur de 500 nm. Etant donné la longueur et le caractère acéré de l'intrusion, celle-ci aurait pu être qualifiée d'initiation de fissure.

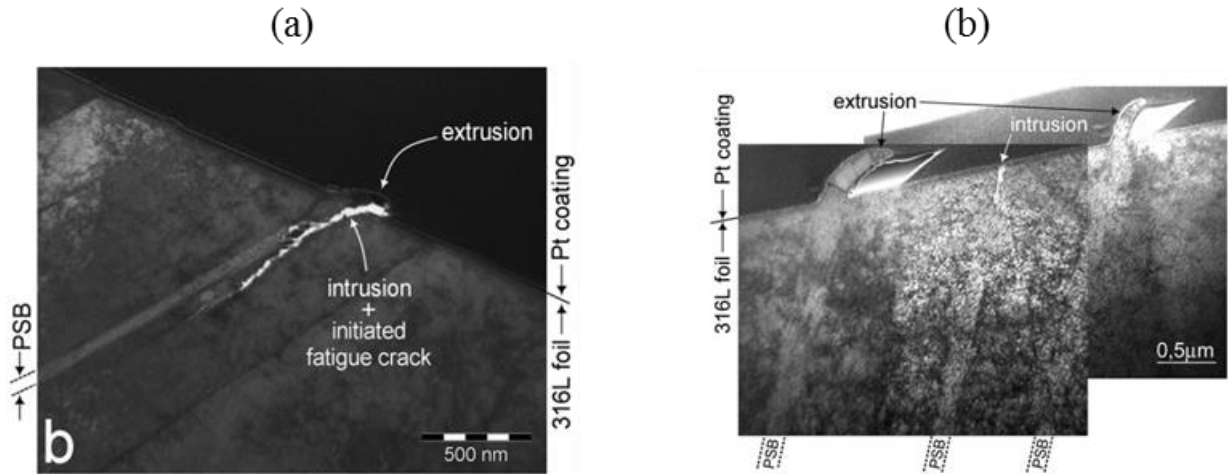


Figure 1.15. (a) Formation d'une extrusion-intrusion d'une BGP ayant conduit à l'initiation d'une microfissure et (b) extrusions de deux BGPs sans intrusion visible ainsi que d'une intrusion sans extrusion visible dans un acier 316L [Man et al. 2012]

(a) Extrusion-intrusion formation of a PSB conducting to formation of a microcrack (b) extrusion of two PSBs with no intrusion and of an intrusion with no visible extrusion in a 316L SS [Man et al. 2012]

[Polák et al. 2017] ont étudié respectivement l'apparition des microfissures intragranulaires dans des polycristaux de cuivre et d'acier Sanicro 25 déformés cycliquement. Les deux matériaux présentent des tailles de grains moyennes de 50 μm et 60 μm . Les éprouvettes ont été sollicitées à des amplitudes de $\Delta\varepsilon_p/2=7,5.10^{-4}$ (cuivre) et $\Delta\varepsilon_p/2 = 3,5.10^{-3}$ (Sanicro 25), et à une vitesse de déformation constante de $\dot{\varepsilon} = 5.10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Les essais ont été conduits jusqu'à 5000 cycles pour le cuivre (soit 20% de la durée de vie) et 9250 cycles pour l'acier Sanicro 25 (nombre de cycles à rupture). Pour ces sollicitations, ces deux matériaux présentent des mécanismes d'endommagement similaires : des BGPs sont formées durant les premiers cycles, des intrusions apparaissent d'un ou des deux côtés des extrusions, puis certaines intrusions deviennent suffisamment profondes pour engendrer la création de microfissures (figure 1.16.a.b). A noter l'aspect bien moins arrondi des extrusions formées en surface de l'acier Sanicro 25 comparativement au cuivre.

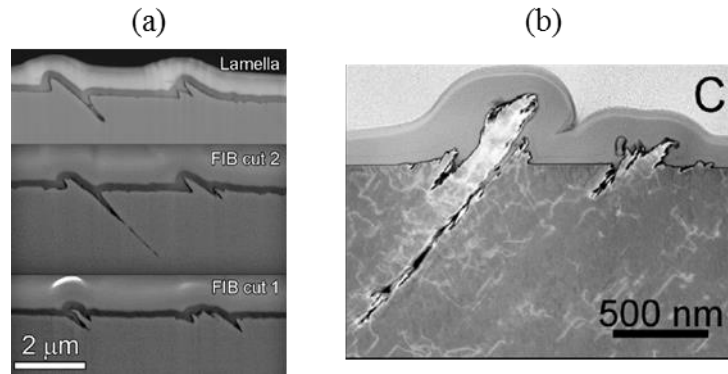


Figure 1.16. Profils d'extrusions-intrusions pouvant engendrer des microfissures intragranulaires obtenus après découpe au FIB pour différents matériaux (a) cuivre (b) acier Sanicro 25 [Polák et al. 2017]

Extrusions-intrusions profiles responsible of the formation of transgranular microcracks observed on thin foils for different materials (a) copper (b) Sanicro 25 steel [Polák et al. 2017]

1.4.1.2 Initiation intergranulaire

De nombreux cas d'initiation de microfissures intergranulaires sont rapportés dans la littérature [Zhang et al. 1999a ; Zhang et Wang 2003b ; Mu et al. 2013 ; Höppel et al. 2017]. Ces microfissures concernent principalement les métaux et alliages sollicités cycliquement à des forts niveaux de déformations ou de contraintes et/ou présentant une forte taille de grain (ce qui engendre une baisse de la limite d'élasticité par effet Hall-Petch).

Les extrusions de BGP situées dans les grains qui présentent un système de type A sont généralement responsables de ce type de microfissures. Au cours de la déformation cyclique, les BGPs s'extrudent progressivement au travers des joints de grains voisins et conduisent à une accumulation de contraintes internes jusqu'à engendrer la création d'une microfissure (figure 1.17).

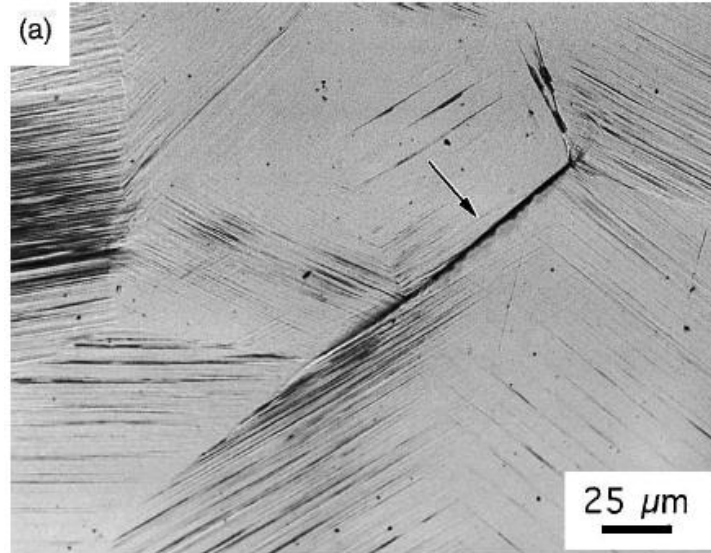
[Liu et al. 1992] ont étudié les configurations géométriques favorables à la microfissuration intergranulaire dans une éprouvette polycristalline de cuivre à forte taille de grains (en moyenne 100 μm) sollicitée à une amplitude de déformation plastique $\Delta\varepsilon_p/2=10^{-3}$. Leur étude a permis de mettre en avant les points suivants :

- la quasi-totalité des cas de microfissuration intergranulaires se sont produits dans des grains de type A ;
- les angles entre les systèmes de glissement primaires et la surface libre sont majoritairement compris entre 60 et 90° ;
- les angles entre les joints de grain et la surface libre sont majoritairement compris entre

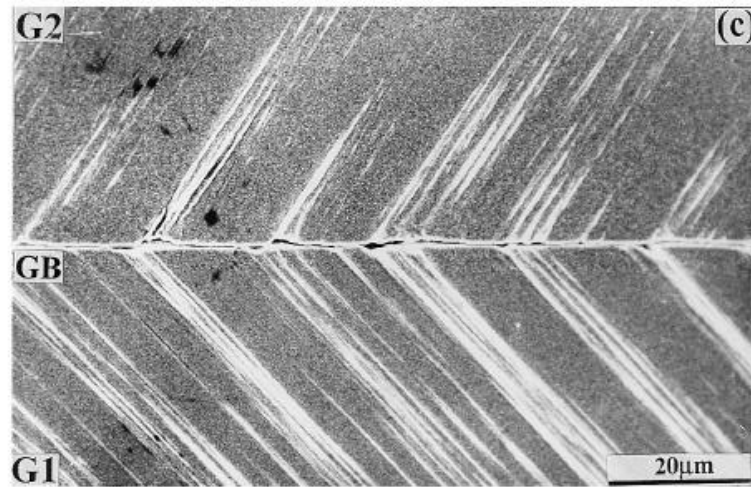
60 et 90° ;

- les angles entre les joints de grains et l'axe de traction sont compris entre 20 et 30°.

(a)



(b)



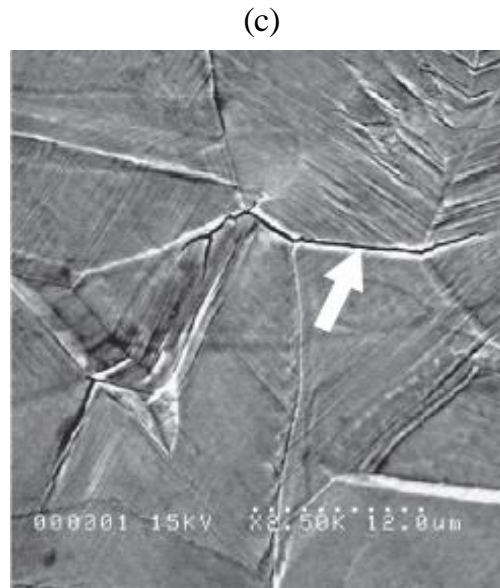


Figure 1.17. Exemples d'initiation de microfissures intergranulaire dans différents métaux (a) nickel [Morrison et Moosbrugger 1997] (b) cuivre [Zhang et Wang 2003a] et (c) acier 316L [Mu et al. 2013]

Intergranular microcracks examples in different metals (a) nickel [Morrison and Moosbrugger 1997] (b) copper [Zhang and Wang 2003a] and (c) 316L SS [Mu et al. 2013]

Un des mécanismes dominant est la création d'embryons de fissure intergranulaire d'un côté ou des deux côtés de chaque BGP impactant un joint de grain. La coalescence de ces embryons engendre ensuite la création d'une microfissure le long du joint de grain.

Des configurations spécifiques favorisant l'initiation intergranulaire (quelle que soit le niveau de déformation imposé) ont été trouvées de manière redondante dans la littérature :

- les BGPs sont arrêtés par un grain voisin qui contient des BGPs orientées différemment [Mughrabi et al. 1983 ; Dörr et Blochwitz 1987];
- les BGPs sont arrêtés par un grain voisin qui ne contient aucune BGP [Mughrabi et al. 1983 ; Dörr et Blochwitz 1987 ; Provan et Zhai 1991 ; Creteigny et Saxena 2001 ; Phung et al. 2014]

Le paramètre qui permettrait de lier ces différentes observations est la désorientation entre grains voisins (dont le joint est fissuré par l'impact de BGPs). Plus la désorientation est forte, plus le blocage des BGPs au joint de grain est favorisé et plus ce dernier aura une probabilité importante de rompre [Li et al. 2016].

1.4.1.3 Initiation le long des joints de macles

Ce type d'initiation est largement documenté dans le cas d'essais menés dans le domaine de la

fatigue à grands et à très grands nombres de cycles (HCF et VHCF) [Blochwitz et Tirschler 2005 ; Phung et al. 2014 ; Stinville et al. 2016]. Comme indiqué dans la partie 1.3.5, ce type d'initiation concerne principalement les matériaux qui présentent une anisotropie cubique (nickel, cuivre, aciers 316, alliages planaires). La majorité des microfissures sont initiées suite à la formation de BGPs parallèles aux joints de macles [Favier et al. 2016]. Leur faible nombre est généralement associé à une dangerosité accrue, car une fois initiées ces fissures peuvent rapidement conduire à la ruine de l'éprouvette (1.2).

[Zhang et al. 2017] ont étudié les configurations cristallographiques favorables à la formation de BGPs parallèles aux joints de macles sur des bicristaux de cuivre. En prélevant les éprouvettes dans différentes configurations ($0^\circ - 30^\circ - 45^\circ - 60^\circ - 90^\circ$) les joints de macles sont alors situés respectivement parallèles, inclinés et perpendiculaires à l'axe de traction. L'ensemble des grains composants les cinq bicristaux sont orientés pour le glissement simple (sauf pour un des grains du bicristal orienté à 60° orienté pour du glissement multiple). Seul les systèmes primaires du bicristal dont le joint de macle est orienté à 45° (par rapport à l'axe de traction) sont parallèles au joint de macle. Les systèmes primaires des grains de tous les autres bicristaux intersectent les joints de macles.

L'ensemble des BGPs formées sont parallèles au joint de macles incliné de 45° . Pour les joints de macles orientés à 30° et 60° , les BGPs formées intersectent les joints de macles, et de manière intéressante, des BGPs parallèles aux joints de macles se sont également formées. Pour les bicristaux dont les joints de macles sont orientés à 0° et 90° par rapport à l'axe de traction, l'ensemble des BGPs formées intersectent les joints de macles.

Les cas d'initiations les plus précoces ont été mesurées pour les joints de macles orientés à 30° , 45° et 60° . Le mécanisme responsable de leur fissuration est la formation de BGPs parallèles aux joints de macles (figure 1.18). Les joints de macles parallèles et perpendiculaires à l'axe de traction voient une initiation beaucoup plus tardive. Leur rupture est due à la formation de BGPs les traversant. Dans le cas où des microfissures s'initient dans ces BGPs, celles-ci peuvent se propager à travers le joint de macle (figure 1.19 indiquée « SB cracking »).

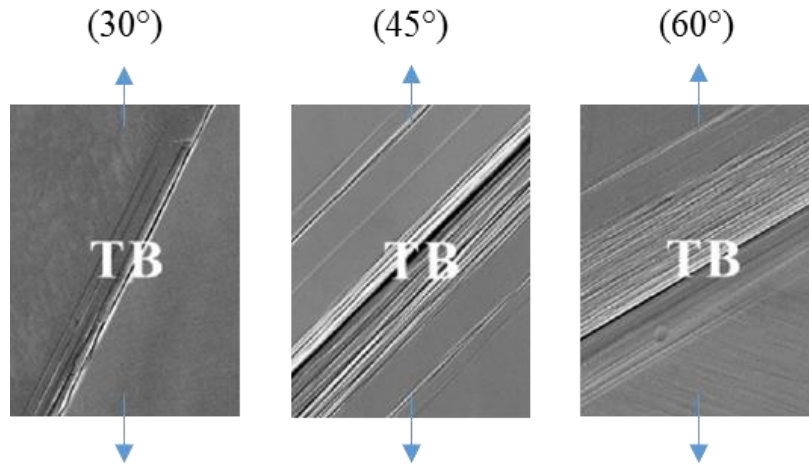


Figure 1.18. Initiation de microfissures suite à la formation de BGP's parallèles aux joints de macles pour différentes orientations des joints par rapport à l'axe de traction [Zhang et al. 2017]

Microcrack initiation induced by PSBs formation along twin boundaries presenting different orientations toward the stress axis [Zhang et al. 2017]

Deux autres paramètres liés à la microrupture des joints de macles ont été mis en lumière dans cette étude. Il s'agit de la différence de facteur de Schmid entre grains situés de part et d'autre du joint de macle et de l'énergie de faute d'empilement du matériau considéré. Pour cela, des bicristaux ont été conçus avec différentes fractions atomiques d'aluminium ou de zinc afin d'engendrer des diminutions de l'énergie de faute d'empilement (figure 1.19). Une différence de facteur de Schmid critique favorisant la microrupture du joint est mise en lumière (courbe noire sur la figure 1.19). Cette différence est d'autant plus forte que l'énergie de faute d'empilement est élevée. Les alliages binaires étudiés (Cu-Al et Cu-Zn) ont donc les joints de macles les plus à même de rompre. Pour chaque matériau étudié, lorsque cette différence est supérieure à la valeur critique correspondante, les dislocations induites par la déformation plastique s'épinglent contre les joints de macles (« Dislocations piling-up » sur la figure 1.19) au lieu de les traverser (« Dislocations penetrating » sur la figure 1.19). Cela engendre alors une accumulation de contraintes internes conduisant à terme à leur microrupture.

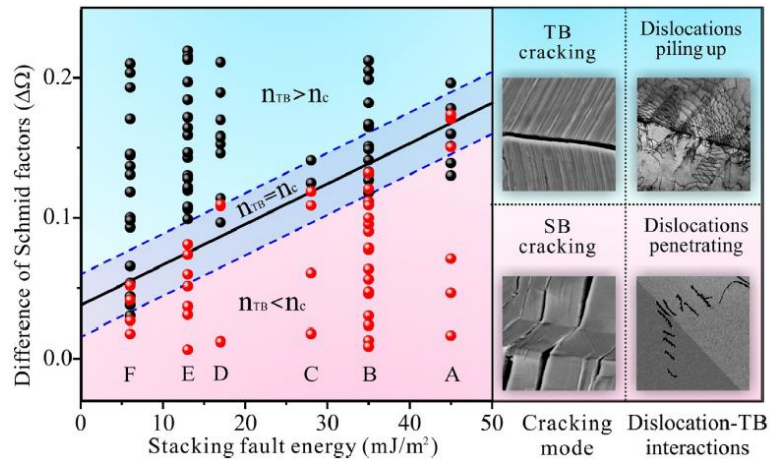


Figure 1.19. Influence de l'énergie de faute d'empilement et de la différence de facteur de Schmid entre grains séparés par un joint de macles sur les types d'initiation de fissures observés [Zhang et al. 2017]

Stacking fault energy and difference of Schmid factors influence between grains separated by twin boundaries on the type of damage mechanism observed [Zhang et al. 2017]

1.4.2 Effets des paramètres microstructuraux et des conditions d'essais sur les sites d'initiation des microfissures

Au cours de la vie d'une éprouvette/structure, il existe une compétition entre l'ensemble des sites d'initiation de microfissures précédemment décrits. Celle-ci dépend directement des configurations géométriques et cristallographiques locales. Des paramètres plus généraux tels que les conditions d'essais et d'élaboration des compositions chimiques des métaux et alliages ductiles influencent également la compétition entre site d'initiation des microfissures. Les principaux paramètres documentés dans la littérature sont décrits dans les parties ci-après.

1.4.2.1 Effet de la déformation plastique

La plupart des études publiées dans la littérature traitant de la formation des BGP et de l'initiation des microfissures induites par leur activité sont pilotées en déformation imposée. L'amplitude de déformation (totale ou plastique) imposée lors d'essais cyclique affecte directement les densités et proportions des sites d'initiation des microfissures et la durée de vie des éprouvettes. Dans le cas d'essais à forte amplitude de déformation, les durées de vie mesurées expérimentalement sont les plus courtes. Les mécanismes décrits ci-dessus sont alors perturbés car la plupart des grains présentent une forte activité plastique conduisant à la formation de nombreuses BGP [Sauzay 2006]. Les observations montrent en général que le mode d'initiation intergranulaire est majoritairement représenté.

[Morrison et Moosbrugger 1997] ont étudié l'effet de la déformation plastique sur des polycristaux de nickel à taille de grains standard (en moyenne 24 μm). Les essais ont été réalisés sous air, à température ambiante à des amplitudes de déformations plastique de $\Delta\varepsilon_p/2=2,5.10^{-4}$ et $\Delta\varepsilon_p/2=2,5.10^{-3}$. Les durées de vies engendrées sont respectivement de $2,2.10^5$ et $6,4.10^3$ cycles et les nombres de cycles à initiation des microfissures de $1,45.10^5$ à $1,7.10^3$ pour les faibles et fortes amplitudes de déformations plastiques. Un mécanisme d'initiation de microfissures prépondérant est associé à chaque amplitude de déformation imposée. Pour les plus faibles niveaux de déformation plastique, une initiation localisée quasi-exclusivement le long des BGPs a été observée. A noter que lors des essais à forte amplitude de déformation plastique, une initiation le long des joints de grains impactés par des BGPs a été observée, ce qui est un mécanisme différent (figure 1.16 pour l'initiation transgranulaire et figure 1.17 pour l'initiation intergranulaire).

Ces résultats ont été confirmés et élargis pour des polycristaux de nickel et d'acier 316L à tailles de grains moyennes respectives de 26 μm et 47 μm [Blochwitz et Richter 1999]. Les mécanismes d'initiation de microfissures ont été étudiés pour des amplitudes de déformation plastique variant de $\Delta\varepsilon_p/2=2,5.10^{-4}$ à $\Delta\varepsilon_p/2=1.10^{-3}$. Les microfissures ont été comptabilisées en fin de vie des éprouvettes et sont présentées figure 1.20. Les nombres de microfissures de différents types sont indiqués dans les barres, les pourcentages correspondants sont visibles sur l'axe des ordonnées. Les mécanismes d'initiation sont identiques dans le cas du nickel et de l'acier 316L. L'amplitude de déformation plastique joue un rôle identique dans ces deux matériaux. Seuls les nombres de microfissures détectées varient entre ces deux matériaux : elles sont beaucoup plus nombreuses dans le cas du nickel que de l'acier 316L. De fait, la durée de vie du nickel est plus faible que pour l'acier 316L.

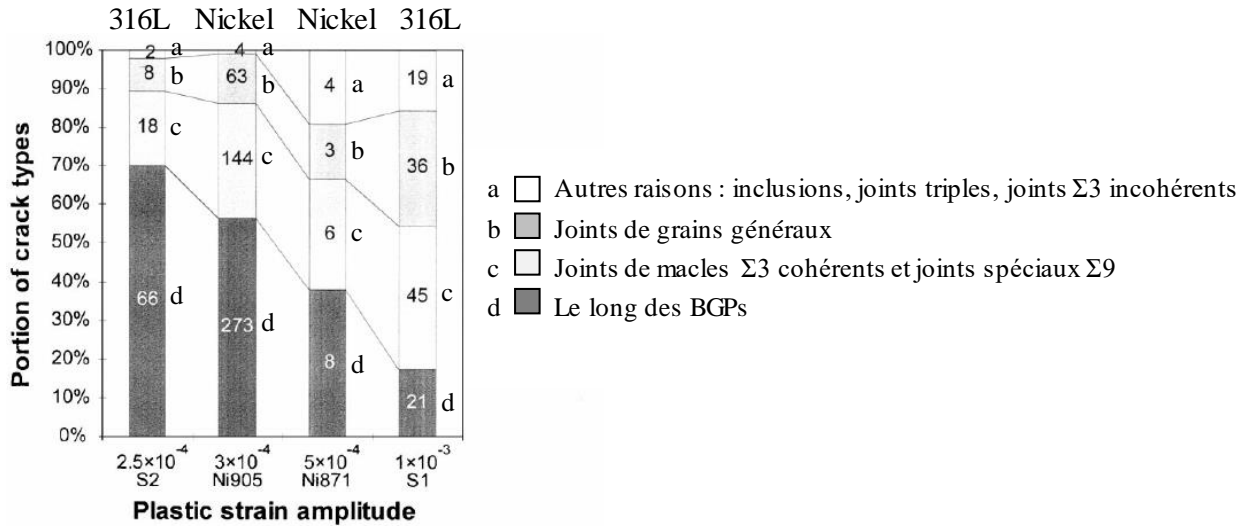


Figure 1.20. Mécanismes d'initiation des microfissures du nickel et de l'acier 316L en fonction du niveau de déformation plastique [Blochwitz et Richter 1999]

Microcrack initiation mechanisms for nickel and 316L SS depending on the applied plastic strain amplitude [Blochwitz and Richter 1999]

Les différents types de fissures pouvant coexister au cours de la vie d'éprouvettes en acier 316L ont été étudiés par [Bataille et Magnin 1994]. Pour cela, des éprouvettes ont été sollicitées à des niveaux de déformation plastique de $\Delta\epsilon_p/2 = 4.10^{-4}$ et $\Delta\epsilon_p/2 = 4.10^{-3}$ jusqu'à rupture, avec de nombreuses interruptions des essais suivies d'observations. Bien que leur étude ne soit pas centrée sur les mécanismes d'initiation des microfissures, leur travail est instructif car de nombreuses fissures courtes à l'échelle de la microstructure (partie 1.2) ont été comptabilisées et suivies tout au long de la vie de ces éprouvettes. Trois types de fissures ont été observés :

- Type I : fissures dont la longueur est inférieure à une taille de grains (50 μm)
- Type II : fissures dont la longueur est comprise entre une et trois taille de grains
- Type III : fissures dont la longueur est comprise entre trois et dix taille de grains

Un dernier type de fissure existe, dont la longueur est supérieure à dix tailles de grains. Le nombre de ces dernières est très limité (une à trois par éprouvette). Elles n'apparaissent qu'au cours des dix derniers pourcents de la durée de vie des éprouvettes. Leur étude est donc peu pertinente à l'échelle d'une éprouvette de laboratoire (1.2).

Le nombre de fissures de type I augmente dans les deux éprouvettes jusqu'à 70% de la durée de vie (figure 1.21). Lorsque le niveau de déformation plastique croît, un plus grand nombre de fissures de type II apparaît. Ceci est dû au niveau de chargement et à la plus grande densité de fissures de type I, favorisant respectivement leur propagation ainsi que leur coalescence. Une

fois la majeure partie de la vie des éprouvettes écoulée, des fissures de type III sont produites en nombre relativement restreint.

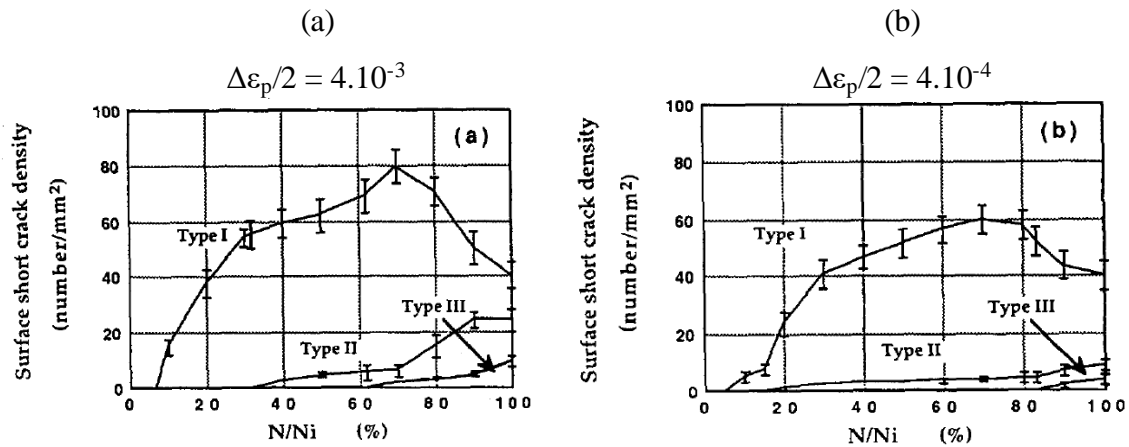


Figure 1.21. Densités de fissures de différents types initiées durant la vie d'éprouvettes en acier 316L sollicitées à (a) $\Delta\epsilon_p/2 = 4.10^{-3}$ et (b) $\Delta\epsilon_p/2 = 4.10^{-4}$ sous air et à température ambiante [Bataille et Magnin 1994]

Microcrack densities for three different types of crack initiated during lifetime of a 316L SS cyclically deformed at (a) $\Delta\epsilon_p/2 = 4.10^{-3}$ et (b) $\Delta\epsilon_p/2 = 4.10^{-4}$ in air at room temperature [Bataille and Magnin 1994]

Enfin, au travers d'études réalisées sur des polycristaux de cuivre pure, [Phung et al. 2014] ont montré qu'une initiation de fissures le long des joints de macles sont prédominantes dans le cas d'essais en fatigue à très grands nombres de cycles (VHCF) pour des durées de vies comprises entre 10^6 et 10^8 cycles. Le mécanisme associé est la formation de BGP's le long des joints de macles.

1.4.2.2 Effet de la taille de grains

Cette propriété des matériaux dépend principalement de leur histoire thermo-mécanique : procédé d'élaboration, de déformation/recuit et traitement de finition. La taille de grains influence fortement les mécanismes d'initiation des microfissures de fatigue. De nombreuses études publiées dans la littérature traitent de ce sujet [Ho et al. 2010 ; Järvenpää et al. 2014 ; Signor et al. 2016].

L'étude de [Morrison et Moosbrugger 1997] discutée en partie 1.4.2.1, traite également de l'influence de la taille de grains sur les mécanismes d'initiation des microfissures. Du nickel polycristallin a été étudié pour deux tailles de grains moyennes de 24 μm et 290 μm . Deux niveaux d'amplitudes de déformation plastique ont été imposés (1.4.2.1). Pour rappel, le mécanisme d'initiation prépondérant dans le cas du matériau à faible taille de grains dépend de

l'amplitude de déformation plastique imposée : l'initiation se situe préférentiellement le long des BGP pour les faibles amplitudes, et à l'interface entre BGP et joints de grains pour les fortes amplitudes. Dans le cas du matériau à forte taille de grains, l'initiation se produit préférentiellement à l'interface entre joints de grains et BGPs qui les impactent, quelle que soit l'amplitude de déformation plastique.

[Liang et Laird 1989] ont étudié l'effet de la taille de grains sur les mécanismes d'initiation de microfissures dans des polycristaux de cuivre (tailles de grains de 40 μm à 1,2 mm). Les niveaux de déformations plastique imposés sont de l'ordre de $\Delta\varepsilon_p/2=10^{-4}$. Leurs observations sont en accord avec celles de [Morrison et Moosbrugger 1997], à savoir que lorsque la taille de grains augmente, l'initiation des microfissures devient de plus en plus importante le long des joints de grains impactés par des BGPs. A l'inverse, lorsque la taille de grains est faible, les microfissures s'initient de manière prépondérante le long des BGPs. Leur interprétation est que lorsque la taille de grains augmente, la probabilité de rencontrer un grain bien orienté pouvant former des BGPs diminue. Les concentrations de contraintes intergranulaires dues aux incompatibilités élastiques entre grains de fortes tailles (mal orientés) favorisent l'endommagement intergranulaire.

1.4.2.3 Effet de l'environnement

Dans le cas de nombreuses applications industrielles, les matériaux employés sont sollicités sous divers environnements oxydants. Dans notre étude, les matériaux de l'ECSG (acier 316L(N)) seront sollicités sous environnement inerte (sodium ou azote) en présence de quelques ppm d'impuretés (O_2) (se référer à l'introduction).

[Wang et al. 1984] ont étudié l'effet de l'air et de vide sur des monocristaux de cuivre orientés pour le glissement simple, sollicités à des amplitudes de glissement plastique de $\Delta\gamma_p/2 = 2.10^{-3}$. L'ensemble des essais ont été menés jusqu'à rupture des échantillons. Des observations au microscope électronique en transmission (MET) n'ont mis en évidence aucune différence statistiquement significative de l'environnement sur :

- La formation des BGPs : fraction volumique, profil d'extrusion en surface, la microstructure de dislocation ;
- L'initiation des microfissures de fatigue, nécessairement transgranulaire dans un monocristal.

Le seul effet mesuré est une diminution d'un facteur 15 à 30 de la durée de vie des monocristaux sollicités sous air par rapport à ceux sollicités sous vide. Un surécrouissage est observé sous vide du fait de la durée de vie 15 à 30 fois plus longue.

[Christ 1989] a comparé les mécanismes d'initiation des microfissures sous air et sous vide dans le cuivre polycristallin à taille de grains moyenne de 55 μm (résultats issus de la thèse de [Wittig-Link 1986]). Les observations ont été réalisées à trois amplitudes de déformation plastique différentes (tableau 1.2). Sous environnement inerte et à amplitude de déformation plastique moyenne et forte, une initiation de microfissure très majoritairement intergranulaire est observée. A faible niveau de déformation plastique, l'environnement d'essai ne modifie que peu les mécanismes d'initiation. Le rôle de l'environnement y est expliqué par l'énergie de surface du cuivre qui est plus faible sous air que sous vide. Cette réduction cause alors une baisse de la contrainte critique permettant de former une fissure.

$\Delta\varepsilon_p/2$	Initiation intergranulaire (%)		Initiation transgranulaire (%)	
	Air	Vide	Air	Vide
5.10^{-4}	45	37	45	63
1.10^{-3}	22	77	56	23
4.10^{-3}	74	89	17	11

Tableau 1.2. Pourcentage d'initiation de microfissures intergranulaires et transgranulaires lors d'essais cycliques sous air ou sous vide à température ambiante à différentes amplitudes de déformation plastique pour un polycristal de cuivre, taille de grain 55 μm [Christ 1989]

Fraction of intergranular and transgranular microcracks initiated during cyclic tests under air and vacuum at room temperature for different plastic strain amplitudes for a copper polycrystal, grain size is 55 μm [Christ 1989]

[Mineur et al. 2000] ont étudié les effets d'environnement (air et vide) sur les mécanismes d'initiation des microfissures dans un acier 316L à taille de grain moyenne de 30 μm . Les essais ont été menés à température ambiante, et à une amplitude de déformation plastique de $\Delta\varepsilon_p/2 = 2.10^{-3}$ pendant 5000 cycles (soit 20% de la durée de vie). Les différents cas d'initiation ont été séparés en cinq catégories (figure 1.22.a.b ci-dessous) :

- Les microfissures intergranulaires induites par l'impact de BGPs contre les joints de grains ;
- Les microfissures intergranulaires avec micropropagation le long des BGPs ;
- Les microfissures transgranulaires avec micropropagation le long des joints de grains ;
- Les microfissures transgranulaires ;

1.5 Effet de la taille de grains et du chargement sur la durée de vie en fatigue

- Les microfissures le long des joints de macles.

Les sites d'initiation des microfissures de fatigue sont fortement influencés par l'environnement. Pour les essais réalisés sous air, une initiation majoritairement située le long des BGPs est observée (73%), l'amorçage intergranulaire représentent 20% et l'amorçage le long des joints de macle 7%. Les essais réalisés sous vide présentent une initiation majoritairement intergranulaire (57%), l'initiation le long des BGPs représente 33% des cas et l'initiation le long des joints de macles représente 10%.

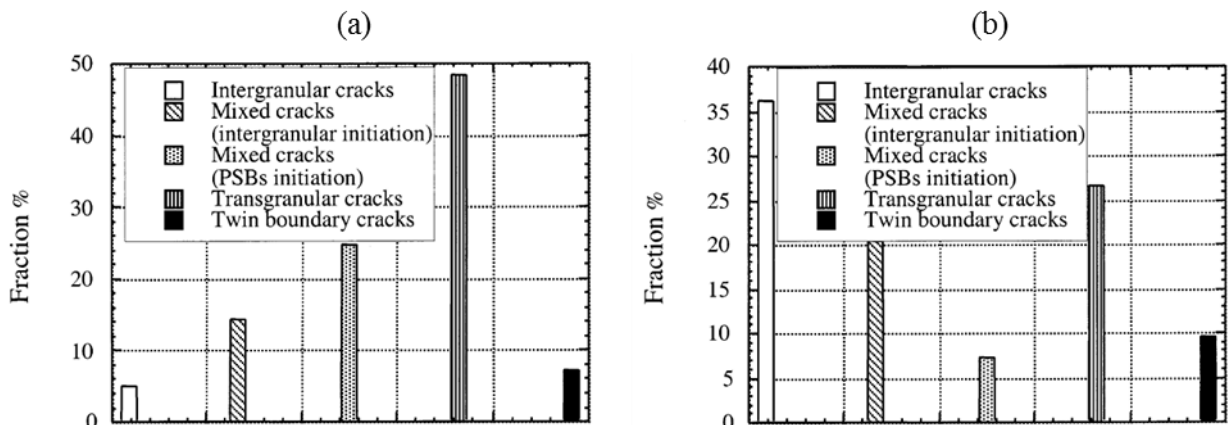


Figure 1.22. Distributions relatives des sites d'initiation des microfissures (a) dans l'air et (b) sous vide pour un acier 316L ; $\Delta\epsilon_p/2 = 2.10^{-3}$, 5000 cycles (20% N_R) [Mineur et al. 2000]

Fraction of microcracks initiation sites for cyclic tests (a) under air and (b) under vacuum for a 316L SS deformed at $\Delta\epsilon_p/2 = 2.10^{-3}$ during 5000 cycles (20% N_R) [Mineur et al. 2000]

Un des mécanismes proposé par [Suresh 1998] pour expliquer l'effet de l'environnement dans les aciers austénitiques inoxydables est la dépassivation en surface consécutive à la croissance des extrusions intragranulaires. Cette dépassivation est alors suivie de la formation d'une fine couche d'oxyde fragilisant localement le matériau et facilitant sa microfissuration. Le mécanisme se répéterait de nombreuses fois jusqu'à l'initiation de fissure.

1.5 EFFET DE LA TAILLE DE GRAINS ET DU CHARGEMENT SUR LA DUREE DE VIE EN FATIGUE

Les paramètres ayant une influence sur le nombre de cycles à initiation des fissures courtes (1.4.2) ont également une influence sur la durée de vie. Les deux principaux paramètres qui pilotent la durée de vie finale sont l'amplitude du chargement (en contrainte ou en déformation imposée) et la taille de grains. D'autres cas particuliers peuvent également être rencontrés, tels que les matériaux composés exclusivement de joints de macles avec des tailles de grains

1.5 Effet de la taille de grains et du chargement sur la durée de vie en fatigue

nanométriques ('nanotwinned materials' [Pan et al. 2017]).

De nombreuses données de durées de vies de métaux et alliages à structure cfc de différentes énergies de fautes d'empilement ont été publiées dans la littérature. L'énergie de faute d'empilement engendre des modifications du comportement mécanique des matériaux (caractère planaire ou glissement dévié aisé des dislocations [Gerold et Karnthaler 1989b ; Kruml et al. 1997]). Plus macroscopiquement, une modification de la taille de grains engendre également des modifications de la durée de vie [Thompson et Backofen 1971 ; Mahato et al. 2016].

Des données de fatigue pour différentes tailles de grains ont été rassemblées et sont présentées pour des matériaux d'énergies de faute d'empilement (et des énergies de fautes d'empilement normalisées $\gamma_{EFE}/\mu.b$) décroissantes :

- Aluminium [Thompson et Backofen 1971 ; Höppel et al. 2010 ; Mahato et al. 2016]
- Nickel [Morrison et Moosbrugger 1997]
- Cuivre [Thompson et Backofen 1971 ; Liang et Laird 1989 ; Zhang et Jiang 2006 ; Mahato et al. 2016]
- Aciers 316L et 316L(N) [Polák et al. 1994 ; Vincent et al. 2011 ; Pham et al. 2013]
- Laiton [Thompson et Backofen 1971]

L'ensemble des résultats d'essais réunis concernent des essais réalisés à température ambiante et sous air. Les effets de tailles de grains sont d'abord présentés en fonction de l'amplitude de contrainte (1.5.1), puis en fonction du niveau de déformation plastique (1.5.2), ce qui donne des points de vue distincts.

1.5.1 Amplitude de contrainte

- Aluminium ($\gamma_{EFE} = 160 \text{ mJ/m}^2$, $\gamma_{EFE}/\mu.b = 19,6.10^{-3}$) :

L'ensemble des données de fatigue réunies pour l'aluminium concernent des alliages dont les compositions sont disponibles dans les références citées dans la légende de la figure 1.23. L'ajout d'éléments d'alliages à l'aluminium peut alors engendrer des modifications du comportement mécanique (voir 1.3.2).

Les données de [Höppel et al. 2010] (AA1050, 99,5%_{at} d'aluminium) pour des tailles de grains

1.5 Effet de la taille de grains et du chargement sur la durée de vie en fatigue

de 55 μm et de 170 μm présentent de faibles différences de durées de vies pour différentes amplitudes de contrainte (figure 1.23.a). Les données d'essais de [Thompson et Backofen 1971] (AA1100, 99%_{at} d'aluminium) pour des tailles de grains de 20 μm et 200 μm présentent des petits écarts pour les courtes durées de vies et aucun effet pour les longues durées de vies (figure 1.23.b). Cependant, des durées de vies bien plus importantes sont mesurées par rapport aux essais de [Höppel et al. 2010] pour des tailles de grains similaires. Ces différences peuvent être expliquées par des différences de puretés des alliages, des histogrammes de tailles de grains potentiellement différents et des effets de texture cristallographique [Höppel, communication privée]). Les essais de [Mahato et al. 2016] réalisés sur un alliage d'aluminium plus fortement allié que les deux précédents met quant à lui en avant un très fort effet de taille de grains sur la durée de vie (figure 1.23.c). Comme indiqué ci-dessus, l'ajout de ces éléments d'alliages peut alors modifier le comportement mécanique (au travers de la mobilité des dislocations) en modifiant notamment l'énergie de faute d'empilement et l'ordre à courte distance.

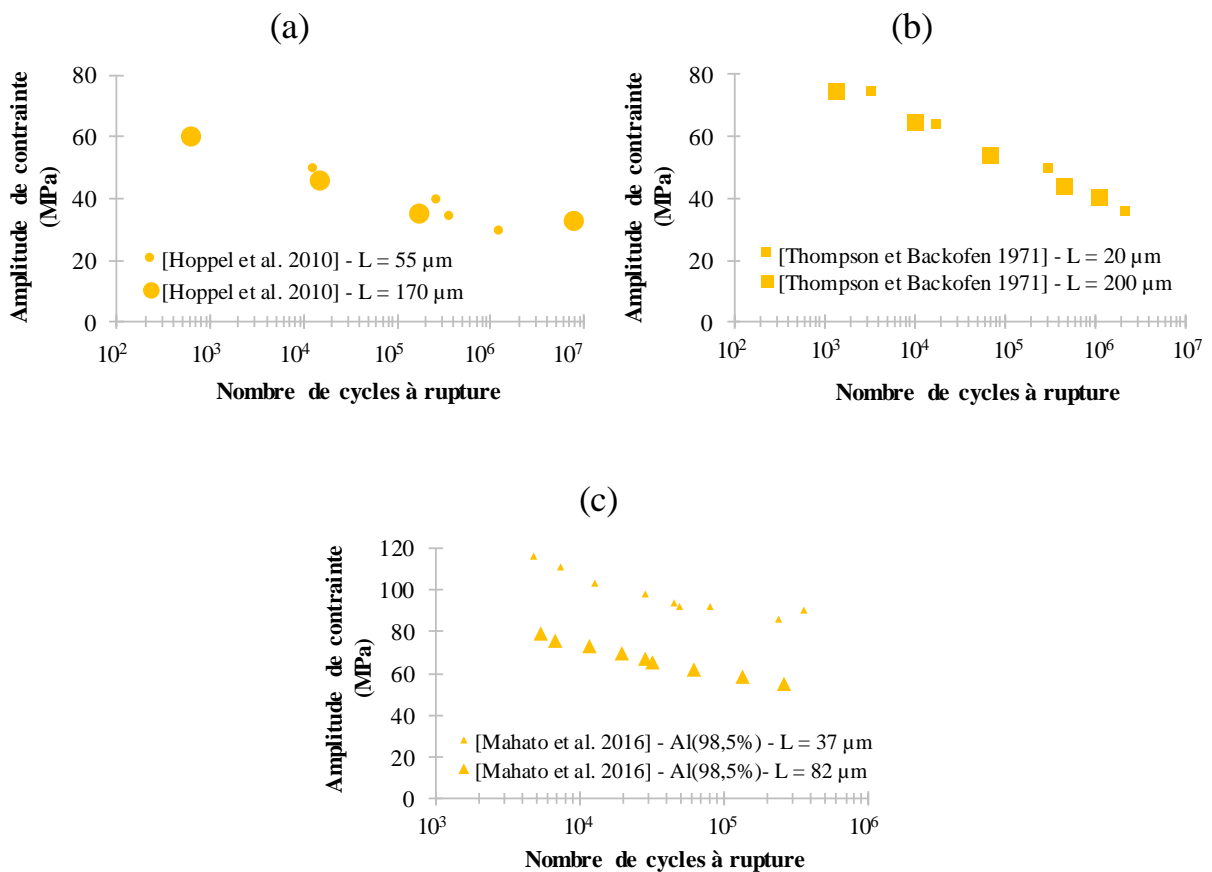


Figure 1.23. Effets de tailles de grains sur les courbes de Wöhler d'alliages d'aluminium de différentes puretés (a) 99,5% [Höppel et al. 2010] (b) 99% [Thompson et Backofen 1971] et (c) 98,5% [Mahato et al. 2016]

Grain size effects on the S-N curves of aluminum alloys with different purities (a) 99.5% [Höppel et al. 2010] (b) 99% [Thompson and Backofen 1971] and (c) 98.5% [Mahato et al. 2016]

1.5 Effet de la taille de grains et du chargement sur la durée de vie en fatigue

- Nickel ($\gamma_{EFE} = 125 \text{ mJ/m}^2$, $\gamma_{EFE}/\mu.b = 5,9.10^{-3}$) :

Les courbes de Wöhler tracées par [Morrison et Moosbrugger 1997] sur des polycristaux de nickel à tailles de grains variables sont présentées sur la figure 1.24. La durée de vie du nickel (dont l'énergie de faute d'empilement est plus faible que pour l'aluminium) présente une dépendance à la taille de grains. L'étude de [Morrison et Moosbrugger 1997] a permis de mettre en avant des diminutions de durées de vies proches d'un facteur huit pour une augmentation de la taille de grains de $24 \mu\text{m}$ à $290 \mu\text{m}$ dans le domaine oligocyclique.

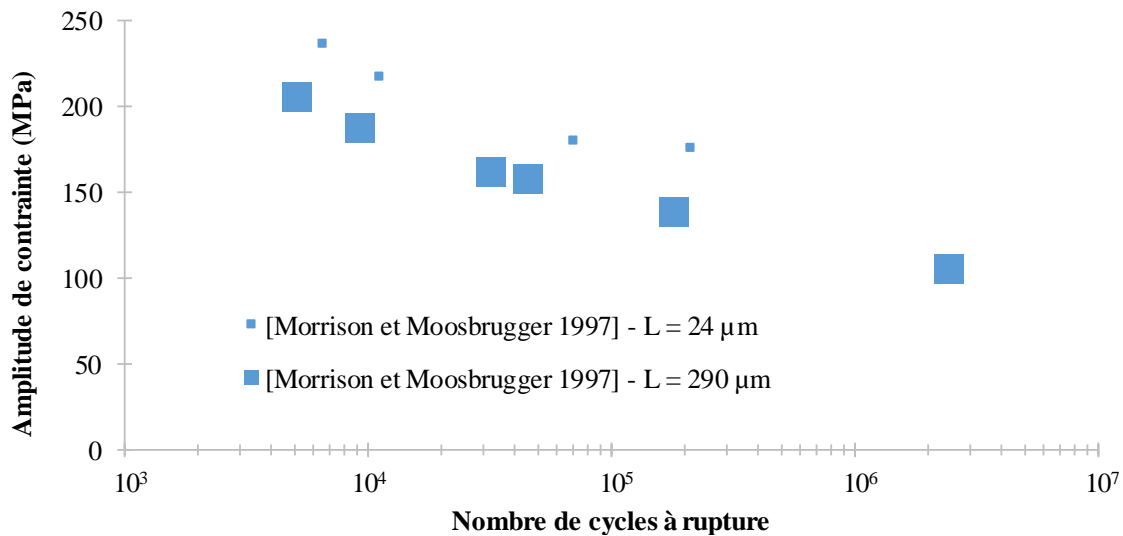


Figure 1.24. Effet de la taille de grains sur la courbe de Wöhler du nickel

Grain size and stress amplitude effects on the S-N curve of nickel

- Cuivre ($\gamma_{EFE} = 45 \text{ mJ/m}^2$, $\gamma_{EFE}/\mu.b = 4,7.10^{-3}$) :

Les courbes de Wöhler représentées pour différents polycristaux de cuivre à taille de grains variable sont visibles sur les figures 1.25.a-c.

La résistance à la fatigue du cuivre présente selon [Mahato et al. 2016] une dépendance à la taille de grains pour des durées de vies inférieures ou égales à 10^4 (figure 1.25.a).

L'étude de [Liang et Laird 1989] ne met en avant aucun effet clair de la taille de grains pour des durées de vies comprises entre 10^5 et 10^6 (figure 1.25.b).

Les données d'essais de [Thompson et Backofen 1971], [Polák et Klesnil 1984] et [Zhang et Jiang 2006] confirment ces deux tendances (figure 1.25.c). Des effets de taille de grains sont obtenus pour des durées de vies inférieures ou égales à 3.10^5 cycles. Plus aucun effet de taille

1.5 Effet de la taille de grains et du chargement sur la durée de vie en fatigue

de grain n'est mesuré pour des durées de vies allant jusqu'à 10^7 cycles.

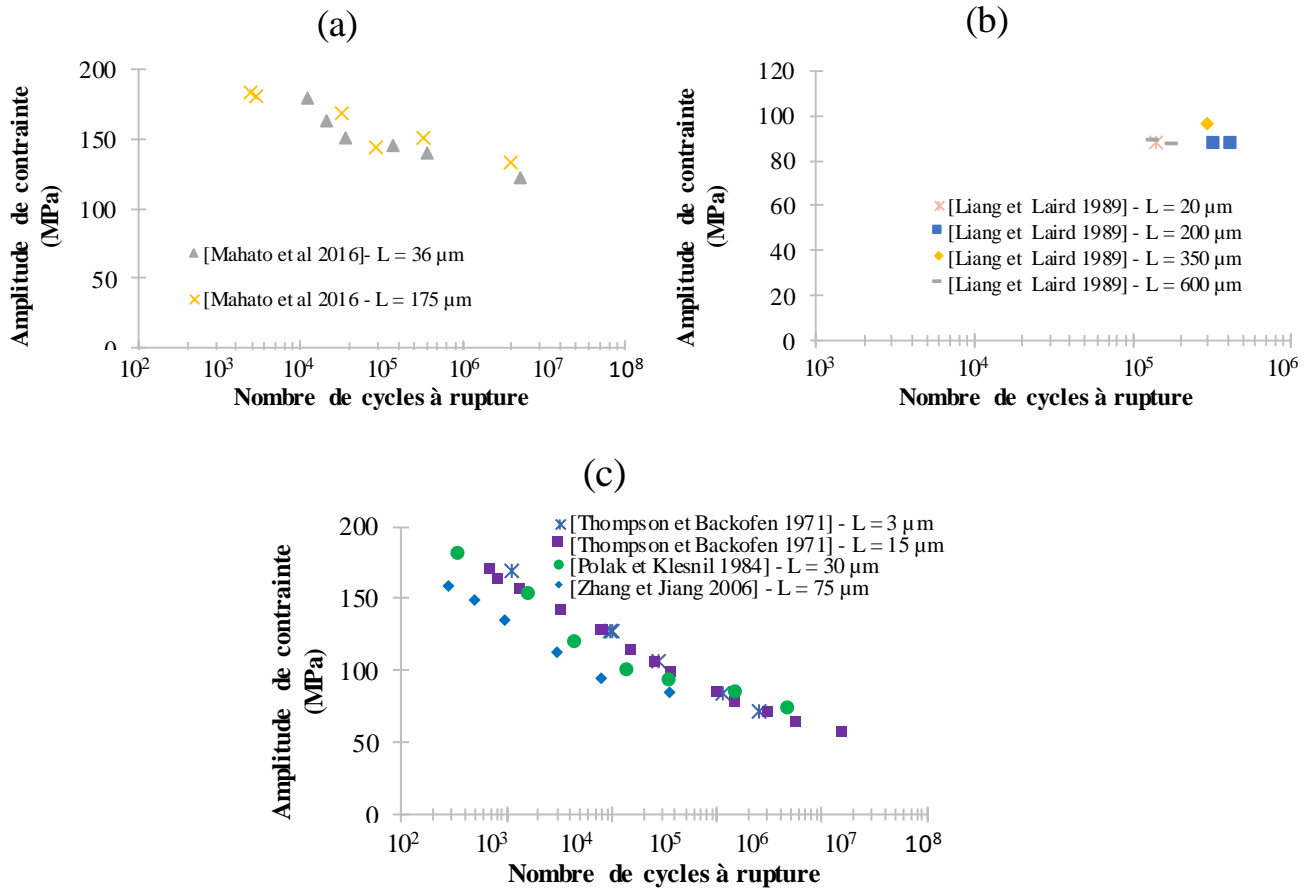


Figure 1.25. Effet de la taille de grains sur la courbe de Wöhler du vie du cuivre selon différents auteurs

Grain size and stress amplitude effects on the S-N curve of copper

- Aciers 316L et 316L(N) ($10 < \gamma_{\text{EFE}} < 50 \text{ mJ/m}^2$, $\gamma_{\text{EFE}}/\mu \cdot b \approx 1,6 \cdot 10^{-3}$) :

L'ensemble des données présentées dans la courbe de Wöhler présentée sur la figure 1.26 mettent en avant un fort effet de taille de grains sur la durée de vie dès 1000 cycles. Ces effets s'accroissent lorsque les niveaux de contraintes imposés diminuent. L'étude de [Polák et al. 1994] aboutit à des facteurs de l'ordre de cinq sur les durées de vies pour des tailles de grains de 57 μm à 113 μm dans le domaine des longues durées de vies. La forte dépendance à la composition chimique de l'énergie de faute d'empilement et de l'ordre à courte distance engendre certainement des différences de comportement mécanique entre les différentes nuances présentées.

1.5 Effet de la taille de grains et du chargement sur la durée de vie en fatigue

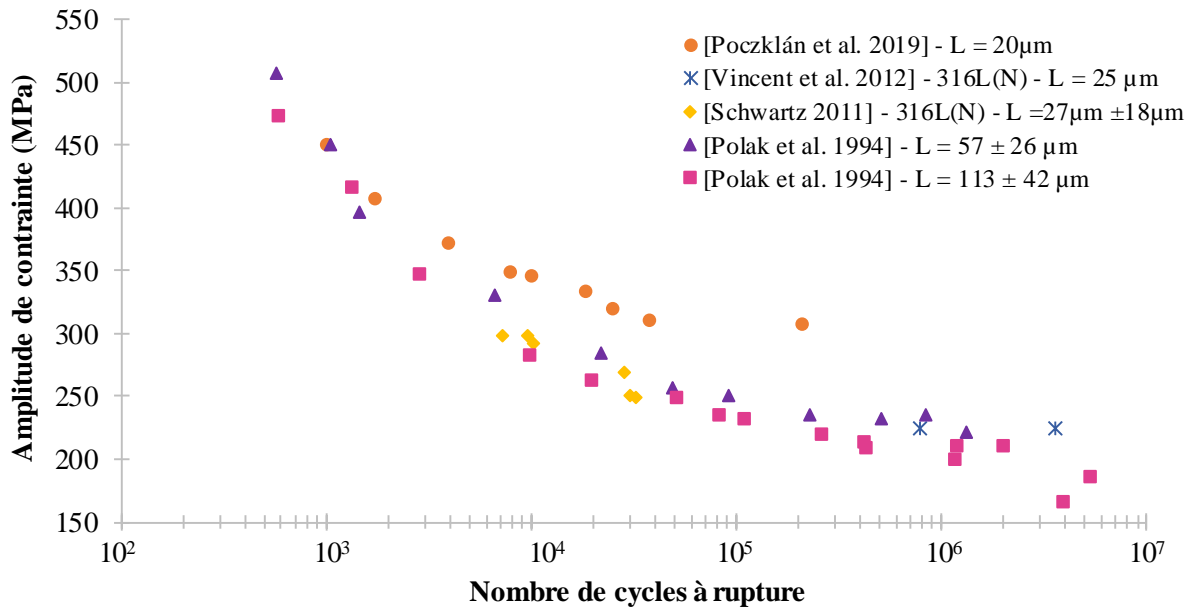


Figure 1.26. Effet de la taille de grains sur la courbe de Wöhler des aciers 316L et 316L(N)

Grain size and stress amplitude effects on the S-N curve of 316L and 316L(N) SS

- Laiton ($\gamma_{EFE} \approx 14 \text{ mJ/m}^2$) :

Le laiton est un des alliages de structure cfc (alliage Cuivre-Zinc, qui présente généralement une stœchiométrie atomique de 70-30%) présentant une très faible énergie de faute d'empilement et un ordre à courte distance. Les courbes de Wöhler obtenues pour différentes tailles de grains sont présentées sur la figure 1.27. De très fort effets de la taille de grains sur la durée de vie sont mesurés à la fois pour les faibles et les forts niveaux de contraintes. Les essais réalisés par [Thompson et Backofen 1971] mettent en avant des écarts d'un facteur cinq pour les plus faibles durées de vies étudiés. Un facteur cinquante a été mesuré sur la durée de vie en changeant la taille de grains de $115\mu\text{m}$ à $10\mu\text{m}$, en fatigue à grands nombres de cycles.

1.5 Effet de la taille de grains et du chargement sur la durée de vie en fatigue

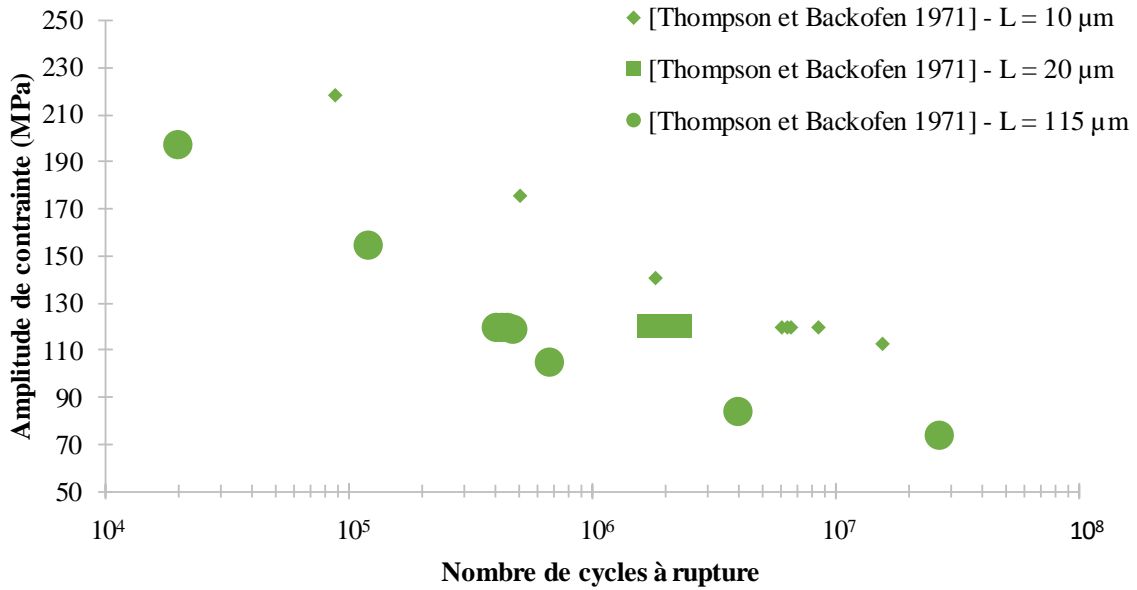


Figure 1.27. Effet de la taille de grains sur la courbe de Wöhler du laiton

Grain size and stress amplitude effects on the S-N curve of brass

1.5.2 Amplitude de déformation plastique

Les effets de tailles de grains discutés précédemment vis-à-vis de la durée de vie et de l'amplitude de contrainte sont cette fois mis en regard du niveau de déformation plastique.

- Aluminium ($\gamma_{EFE} = 160 \text{ mJ/m}^2$) :

Les courbes de Manson-Coffin obtenues pour l'aluminium et un alliage d'aluminium à tailles de grains variables sont présentées sur la figure 1.28. Aucun effet de la taille de grain n'est visible sur le domaine de fatigue à faible nombre de cycles (pour lequel des données ont été trouvées dans la littérature). Des effets de la taille de grains et d'éléments d'alliage sur la durée avaient été rapportés sur les courbes de Wöhler (figure 1.23). La durée de vie de l'aluminium semble donc pilotée par l'amplitude de déformation plastique et ne dépend pas de la taille de grains.

1.5 Effet de la taille de grains et du chargement sur la durée de vie en fatigue

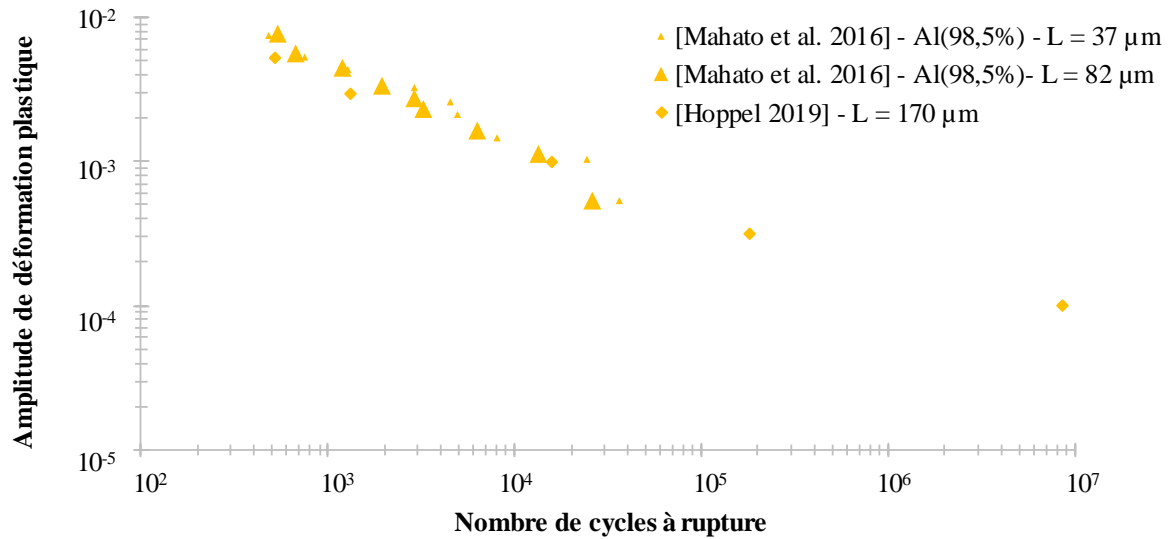


Figure 1.28. Effet de la taille de grain et du chargement sur la courbe déformation plastique-durée de vie de l'aluminium et d'un alliage d'aluminium

Grain size and plastic strain deformation effects on the S-N curve of aluminum

- Nickel ($\gamma_{EFE} = 125 \text{ mJ/m}^2$) :

La courbe de Manson-Coffin obtenue à partir des essais de [Morrison et Moosbrugger 1997] sur des polycristaux de nickel est présentée sur la figure 1.29. Aucun effet de la taille de grains n'est mesuré pour des durées de vies inférieures à 10^4 cycles. Lorsque le nombre de cycles à rupture augmente, l'effet de la taille de grains est alors de plus en plus présent. Des facteurs deux et cinq sont mesurés pour des niveaux de déformations plastiques respectivement de $5 \cdot 10^{-4}$ et de $2,5 \cdot 10^{-4}$ entre des tailles de grains de 24 μm et 290 μm . L'influence accrue de la taille de grains pour les longues durées de vies (donc les faibles amplitudes de déformation plastique) est due à l'anisotropie élastique du nickel [Steckmeyer et al. 2012]. Pour des durées de vies inférieures à 10^4 cycles, la réponse mécanique des grains est moins influencée par leur taille car la plupart des grains sont plastifiés. Plus les durées de vies augmentent, plus le nombre de grains plastifié diminue. Etant donné que le nickel présente une anisotropie élastique, les champs de contraintes locaux dépendent fortement des orientations cristallographiques du voisinage et induisent des fortes dispersions pour les longues durées de vie.

1.5 Effet de la taille de grains et du chargement sur la durée de vie en fatigue

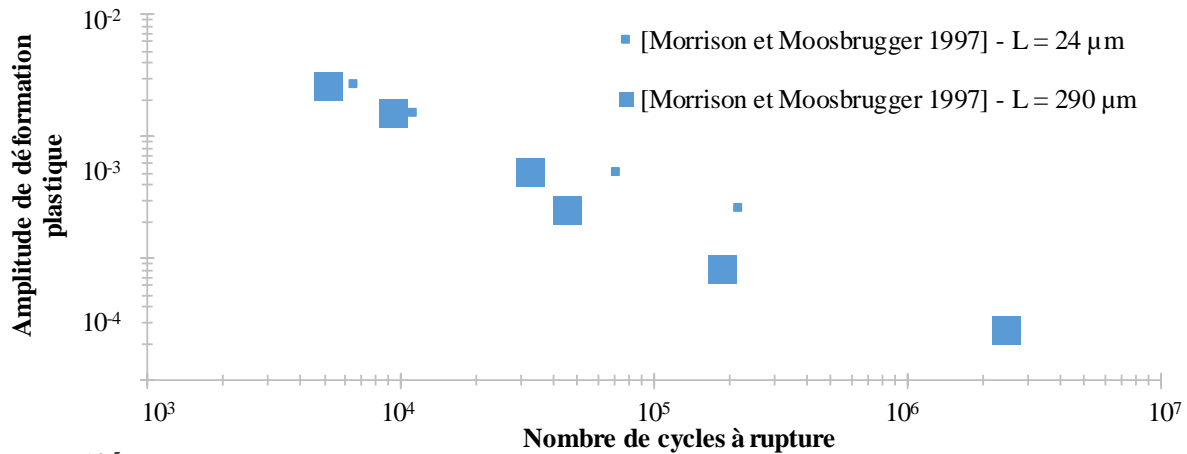


Figure 1.29. Effet de la taille de grain et du chargement sur la courbe déformation plastique-durée de vie du nickel

Grain size and plastic strain deformation effects on the S-N curve of nickel

- Cuivre ($\gamma_{EFE} = 45 \text{ mJ/m}^2$) :

La courbe de Manson-Coffin relative aux polycristaux de cuivre est présentée sur la figure 1.30. Aucun effet de taille de grains n'est mesuré entre 10^3 et 10^5 cycles. Les résultats d'essais aux fortes tailles de grains et longues durées de vies issues des travaux de [Liang et Laird 1989] présentent des durées de vies plus courtes que celles mesurées par [Polák et Klesnil 1984] et [Zhang et Jiang 2006]. Néanmoins, les données issues de [Liang et Laird 1989] pour des polycristaux à taille de grains $20 \mu\text{m}$ présentent une forte dispersion aux longues durées de vies, certaines données sont en accord avec celles des autres auteurs, et certaines données présentent des durées de vies beaucoup plus faibles. Ces observations sont en accord avec le constat précédemment établi pour le nickel. La forte dispersion obtenue pour les longues durées de vie est imputable à l'anisotropie élastique du cuivre.

1.5 Effet de la taille de grains et du chargement sur la durée de vie en fatigue

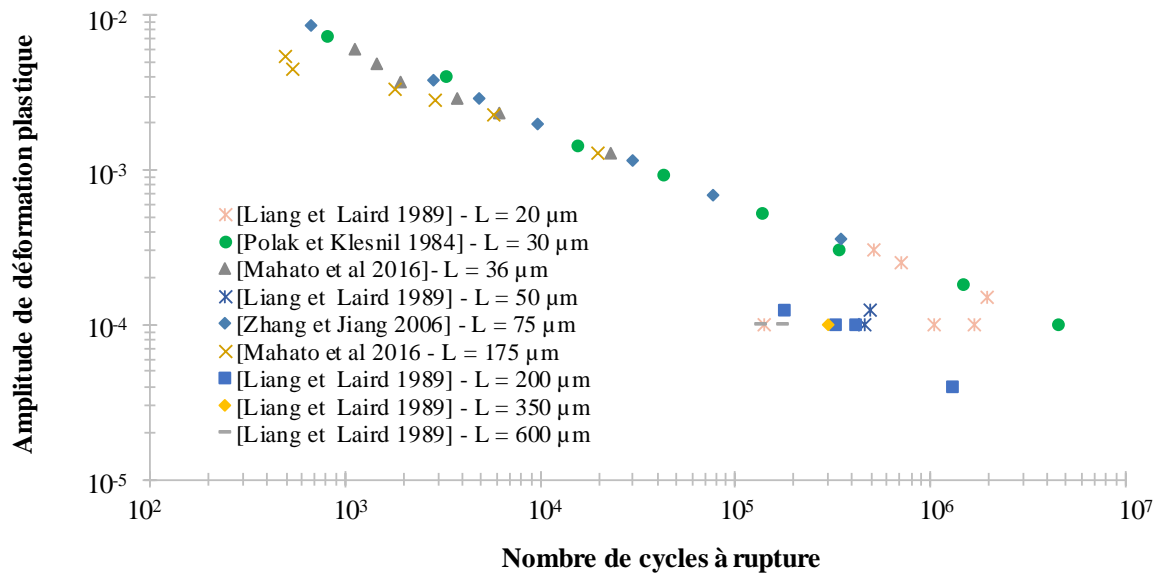


Figure 1.30. Effet de la taille de grain et du chargement sur la courbe déformation plastique-durée de vie du cuivre

Grain size and plastic strain deformation effects on the S-N curve of copper

- Aciers 316L et 316L(N) ($\gamma_{EFE} = 30 \text{ mJ/m}^2$) :

La courbe de Manson-Coffin des aciers 316L et 316L(N) à différentes tailles de grains est présentée sur la figure 1.31. De très faibles, voir aucun, effets de tailles de grains sont mesurés pour des durées de vies inférieures à 10^5 cycles. Pour les plus faibles amplitudes de déformation plastique, les durées de vies semblent de plus en plus dépendantes de la microstructure. Les essais à faibles tailles de grains présentent alors les plus longues durées de vies. Des facteurs très importants sont attendus en comparaison des résultats sur éprouvettes de [Schwartz 2011] et [Vincent et al. 2011] (tous deux réalisés sur la même nuance d'acier 316L(N)) et celles de [Polák et al. 1994] pour une taille de grains de $113 \mu\text{m}$. Une nouvelle fois, les aciers 316 présentent une anisotropie élastique, ce qui favorise les effets de dispersion dans le domaine des longues durées de vies.

1.5 Effet de la taille de grains et du chargement sur la durée de vie en fatigue

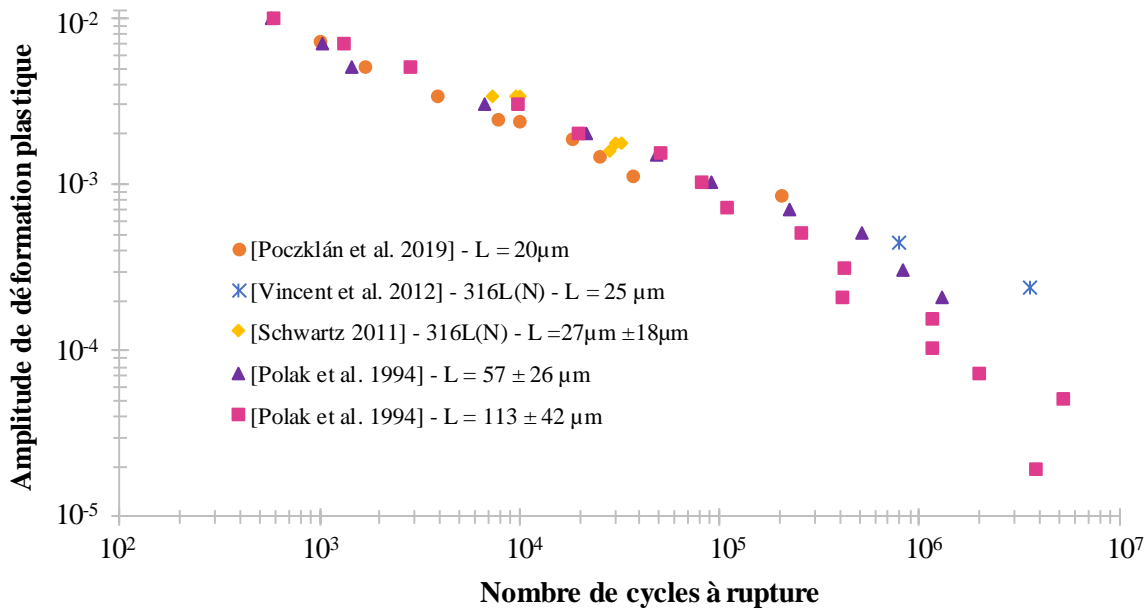


Figure 1.31. Effet de la taille de grain et du chargement sur la courbe déformation plastique-durée de vie de l'acier 316L et 316L(N)

Grain size and plastic strain deformation effects on the S-N curve of 316L and 316L(N) SS

1.5.3 Résumé sur les effets de tailles de grains dans les métaux et alliages cfc

L'ensemble des données présentées dans les courbes de Wöhler et de Manson-Coffin permettent de conclure quant à l'effet de la taille de grains sur la durée de vie de métaux et alliages de structure cfc de différentes énergies de faute d'empilement (et ordre à courte distance dans le cas des alliages). Les courbes de Wöhler sont plus sensibles que les courbes de Manson-Coffin vis-à-vis de paramètres annexes à la taille de grains (tels que la composition chimique ou la texture). Ces biais rendent parfois difficiles les comparaisons entre les auteurs. Néanmoins, en comparant les effets de taille de grains pour des nuances et conditions identiques, certaines tendances ont pu être établies :

- De très faibles effets de taille de grains ont été mesurés des fortes aux faibles amplitudes de contrainte pour les alliages d'aluminium les plus purs. L'ajout d'éléments d'alliages à l'aluminium modifie son comportement mécanique et engendre une dépendance à la taille de grains (certainement du fait de l'ordre à courte distance) ;
- De faibles effets de taille de grains sont mesurés à forte amplitude de contrainte pour le nickel et le cuivre. Pour les longues durées de vies, des effets importants de la taille de grains ont été mis en avant pour le nickel, contrairement au cuivre pour lequel de faibles

effets de taille de grains ont été mis en avant. Ces deux métaux présentent des énergies de faute d'empilement normalisées proches, une dépendance à la taille de grains similaire est attendue. Néanmoins, les variations des conditions d'essais entre auteurs rendent difficile une comparaison rigoureuse.

- Des forts effets de taille de grains ont été mis en avant pour les acier 316 et le laiton. Ces effets sont les plus marqués aux longues durées de vie.

Les courbes de Manson-Coffin présentent des tendances très claires :

- L'ensemble des métaux et alliages étudiés présentent de faibles effets de la taille de grains pour les faibles durées de vies. Cela indique une indépendance de la propagation des fissures à la microstructure dans ce domaine de durées de vies.
- Pour les durées de vies les plus importantes, seul l'aluminium ne présente qu'une très faible dépendance à la taille de grains. Le nickel, le cuivre et l'acier 316 présentent une dépendance à la taille de grains pour les longues durées de vie. Cela indique une forte influence de la microstructure sur la propagation des fissures. Cette dépendance apparaît croissante avec le caractère planaire des métaux et alliages étudiés.

1.6 CONCLUSIONS

Une étude bibliographique concernant le phénomène de localisation de la déformation plastique sous forme de bande de glissement persistantes (BGPs) a été réalisée. L'influence du matériau (au travers son énergie de faute d'empilement et de son ordre à courte distance) et de la température d'essai sur la formation des BGPs en surface et à cœur a été établi. Des bandes de glissement persistantes existent pour tous les matériaux étudiés. Toutes les formes de localisation de la déformation visibles dans la structure de dislocation à cœur engendrent la formation de bandes de glissement en surface.

Des éléments bibliographiques ont été présentés concernant l'importance de l'étude des fissures microstructurellement courtes dans le cadre de l'ECSG : structure de faible épaisseur subissant un grossissement granulaire induit par le procédé de fabrication.

Trois types de fissures microstructurellement courtes peuvent s'initier durant la déformation cyclique :

- Microfissure le long des BGP ;
- Microfissures le long de joints de grains impactés par des BGP ;
- Microfissures le long des joints de macles.

En fonction du domaine de durée de vie en fatigue (courtes, oligocyclique, longues), un ou plusieurs mécanismes d'initiation apparaissent comme prépondérant dans les premiers stades d'endommagement. Dans le cas des forts niveaux de déformations imposés (courtes durées de vies), un amorçage principalement intergranulaire est généralement observé. Pour les moyennes amplitudes de déformation imposées (fatigue oligocyclique), l'amorçage se situe préférentiellement le long des BGP (intragranulaire). Enfin pour les faibles amplitudes de déformations imposées, le mécanisme d'initiation principal est la création de BGP parallèles aux joints de macles conduisant à leur fissuration.

De nombreux autres paramètres influencent la formation des différents types de microfissures. Les principaux concernés ont été rapportés, à savoir la taille de grains et l'environnement.

Enfin, une étude bibliographique de l'influence de la taille de grains a été réalisée pour différents métaux et alliages. Une diminution de la taille de grains engendre une augmentation de l'amplitude de contraintes dans les métaux et alliages les plus planaires. Les effets de taille de grains sont alors visibles pour l'ensemble des durées de vies. Pour les faibles amplitudes de déformation plastique, de très faibles effets de taille de grains ont été mis en avant pour l'ensemble des matériaux étudiés. A l'inverse, ces effets deviennent important pour les longues durées de vies, principalement dans les métaux et alliages les plus planaires. Les mécanismes de propagation des fissures deviennent alors intimement dépendant de la taille de grains. Plus celle-ci est faible, plus les durées de vies dans le domaine des longues durées de vies sont importantes.

A bibliographical study of the phenomenon of localization of plastic deformation in the form of persistent slip bands (PSBs) was carried out. The influence of the material (through its stacking fault energy) and of the test temperature on the formation of surface and core PSBs has been established. Slip bands exist in all the studied materials. Localization of slip in core is systematically accompanied by formation of slip bands on the free surface.

Then, bibliographic elements were presented aiming to highlight the importance of the study of microstructurally short cracks in the context of the ECSG: a thin structure for which an important grain growth occurs due to the manufacturing process.

Three types of microstructurally short cracks can be initiated during cyclic deformation:

- Microcracks along PSBs;
- Microcracks along grain boundaries impinged by PSBs;
- Microcracks along twin boundaries.

Depending on the fatigue lifetime domain (short, mean, long), one or more initiation mechanisms appear to be predominant in the early stages of damage initiation. In the case of high plastic strains amplitudes (short lifetimes), intergranular initiation occurs. For mean plastic strains amplitudes (low cycle fatigue), the initiation is preferably located along the PSBs (transgranular). Finally, for the low plastic strain amplitudes (HCF and VHCF) the main initiation mechanism is the formation of PSBs parallel to twin boundaries leading to their cracking.

Some other parameters may influence the preponderancy of cracking mechanism. The principle were reported, namely grain size and the environment.

Finally, a bibliographic study of the influence of grain size was carried out for different metals and alloys. A decrease in grain size results in an increase in the stress amplitude in the most planar metals and alloys. The grain size effects are then visible for all lifetimes. At low plastic strain amplitudes, very small grain size effects were highlighted for all the materials studied. Conversely, these effects become important for long lifetimes, mainly for the most planar metals and alloys. The mechanisms of crack propagation then become intimately dependent on grain size. The lower the latter, the greater the lifetime in the domain of HCF and VHCF.

1.7 REFERENCES**Ackermann et al. 1984**

ACKERMANN F. et KUBIN L. P. et LEPINOUX J. et MUGHRABI H., « The dependence of dislocation microstructure on plastic strain amplitude in cyclically strained copper single crystals », *Acta Metallurgica*, 32, 5, pp. 715-725.

Basinski et al. 1980

BASINSKI Z. S. et KORBEL A. S. et BASINSKI S. J., « The temperature dependence of the saturation stress and dislocation substructure in fatigued copper single crystals », *Acta Metallurgica*, 28, 2, pp. 191-207.

Bataille, Magnin 1994

BATAILLE A. et MAGNIN T., « Surface damage accumulation in low-cycle fatigue: Physical analysis and numerical modelling », *Acta Metallurgica et Materialia*, 42, 11, pp. 3817-3825.

Blochwitz, Richter 1999

BLOCHWITZ C. et RICHTER R., « Plastic strain amplitude dependent surface path of microstructurally short fatigue cracks in face-centred cubic metals », *Materials Science and Engineering: A*, 267, 1, pp. 120-129.

Blochwitz, Tirschler 2005

BLOCHWITZ C. et TIRSCHLER W., « Twin boundaries as crack nucleation sites », *Cryst. Res. Technol.*, 40, 1-2, pp. 32-41.

Boutin et al. 1984

BOUTIN J. et MARCHAND N. et BAÏLON J.-P. et DICKSON J. I., « An intermediate plateau in the cyclic stress-strain curve of α brass », *Materials Science and Engineering*, 67, 2, pp. L23-L27.

Bretschneider et al. 1995

BRETSCHNEIDER J. et HOLSTE C. et KLEINERT W., « Mechanical behaviour and development of dislocation arrangements of f.c.c. single crystals fatigued at 77 K », *Materials Science and Engineering: A*, 191, 1-2, pp. 61-72.

Bretschneider et al. 1997

BRETSCHNEIDER J. et HOLSTE C. et TIPPELT B., « Cyclic plasticity of nickel single crystals at elevated temperatures », *Acta Materialia*, 45, 9, pp. 3775-3783.

Brown, Miller 1973

BROWN M. W. et MILLER K. J., « A Theory for Fatigue Failure under Multiaxial Stress-Strain Conditions », *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers*, 187, 1, pp. 745-755.

Buchinger et al. 1986

BUCHINGER L. et CHENG A. S. et STANZL S. et LAIRD C., « The cyclic stress—Strain response and dislocation structures of Cu□16 at.%Al alloy III: Single crystals fatigued at low strain amplitudes », *Materials Science and Engineering*, 80, 2, pp. 155–167.

Buque et al. 2001

BUQUE C. et BRETSCHNEIDER J. et SCHWAB A. et HOLSTE C., « Effect of grain size and deformation temperature on the dislocation structure in cyclically deformed polycrystalline nickel », *Materials Science and Engineering: A*, 319–321, pp. 631–636.

Catalao et al. 2005

CATALAO S. et FEAUGAS X. et CABRILLAT M. T., « Dipoles heights in cyclically deformed polycrystalline AISI 316L stainless steel », *Materials Science and Engineering: A*, 400–401, pp. 349–352.

Chen et al. 2017

CHEN B. et JIANG J. et DUNNE F. P. E., « Microstructurally-sensitive fatigue crack nucleation in Ni-based single and oligo crystals », *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 106, pp. 15–33.

Cheng, Laird 1981

CHENG A. S. et LAIRD C., « Mechanisms of fatigue hardening in copper single crystals: The effects of strain amplitude and orientation », *Materials Science and Engineering*, 51, 1, pp. 111–121.

Christ 1989

CHRIST H., « On the Orientation of Cyclic-Slip-Induced Intergranular Fatigue Cracks », *Mater. Sci. Eng. A-Struct. Mater. Prop. Microstruct. Process.*, 117, pp. L25–L29.

Creteigny, Saxena 2001

CRETEIGNY L. et SAXENA A., « AFM characterization of the evolution of surface deformation during fatigue in polycrystalline copper », *Acta Materialia*, 49, 18, pp. 3755–3765.

Dickson et al. 1987

DICKSON J. I. et TURENNE S. et BANDE H. et L'ESPÉRANCE G., « The occurrence of dislocation-free zones at grain boundaries and free surfaces during cyclic deformation », *Materials Science and Engineering*, 89, pp. L31–L34.

Differt et al. 1986

DIFFERT K. et ESSMANN U. et MUGHRABI H., « A Model of Extrusions and Intrusions in Fatigued Metals .2. Surface Roughening by Random Irreversible Slip - EGMII », *Philos. Mag. A-Phys. Condens. Matter Struct. Defect Mech. Prop.*, 54, 2, pp. 237–258.

Dörr, Blochwitz 1987

DÖRR G. et BLOCHWITZ C., « Microcracks in fatigued FCC polycrystals by interaction between persistent slip bands and grain boundaries », *Cryst. Res. Technol.*, 22, 1, pp. 113–121.

Dunne 2014

DUNNE F. P. E., « Fatigue crack nucleation: Mechanistic modelling across the length scales », *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, 18, 4, pp. 170-179.

Essmann et al. 1981

ESSMANN U. et GOSELE U. et MUGHRABI H., « A Model of Extrusions and Intrusions in Fatigued Metals .1. Point-Defect Production and the Growth of Extrusions - EGMI », *Philos. Mag. A-Phys. Condens. Matter Struct. Defect Mech. Prop.*, 44, 2, pp. 405-426.

Favier et al. 2016

FAVIER V. et BLANCHE A. et WANG C. et PHUNG N. L. et RANC N. et WAGNER D. et BATHIAS C. et CHRYSOCHOOS A. et MUGHRABI H., « Very high cycle fatigue for single phase ductile materials: Comparison between α -iron, copper and α -brass polycrystals », *International Journal of Fatigue*, 93, pp. 326-338.

Feltner, Laird 1967

FELTNER C. E. et LAIRD C., « Cyclic stress-strain response of F.C.C. metals and alloys—II Dislocation structures and mechanisms », *Acta Metallurgica*, 15, 10, pp. 1633-1653.

Fourie 1970

FOURIE J., « Sub-Surface Dislocation Structure of Deformed Copper », *Philosophical Magazine*, 21, 173, pp. 977-.

François et al. 1993

FRANÇOIS D. et PINEAU A. et ZAOUÏ A., *Viscoplasticité, endommagement, mécanique de la rupture et mécanique du contact* [en ligne], s.l. : Lavoisier, URL : <https://books.google.fr/books?id=CUJqPgAACAAJ>.

Gentet 2010

GENTET D., *Compréhension et modélisation du comportement mécanique cyclique anisotherme de l'acier austénitique AISI 316L(N)*, [CEA Cadarache, Université de la Rochelle].

Gerland et al. 1989

GERLAND M. et MENDEZ J. et VIOLAN P. et AIT SAADI B., « Evolution of dislocation structures and cyclic behaviour of a 316L-type austenitic stainless steel cycled in vacuo at room temperature », *Materials Science and Engineering: A*, 118, pp. 83–95.

Gerland et al. 1993

GERLAND M. et MENDEZ J. et LÉPINOUX J. et VIOLAN P., « Dislocation structure and corduroy contrast in a 316L alloy fatigued at $(0.3-0.5) T_m$ », *Materials Science and Engineering: A*, 164, 1–2, pp. 226–229.

Gerold, Karnthaler 1989a

GEROLD V. et KARNTHALER H. P., « On the origin of planar slip in f.c.c. alloys », *Acta Metallurgica*, 37, 8, pp. 2177-2183.

Gerold, Karnthaler 1989b

GEROLD V. et KARNTHALER H. P., « On the origin of planar slip in f.c.c. alloys », *Acta*

Metallurgica, 37, 8, pp. 2177-2183.

Goncalves 2018

GONCALVES D., « Modélisation polycristalline du comportement élasto-viscoplastique des aciers inoxydables austénitiques 316L(N) sur une large gamme de chargements : application à l'étude du comportement cyclique à température élevée ».

Gong et al. 1998a

GONG B. et WANG Z. et WANG Z. G., « Cyclic deformation behavior of Cu–30% Zn single crystals oriented for single slip—II. Dislocation structures », *Acta Materialia*, 47, 1, pp. 317-324.

Gong et al. 1998b

GONG B. et WANG Z. et WANG Z., « Cyclic hardening mechanisms in [001] copper single crystals », *Materials Science and Engineering: A*, 245, 1, pp. 55–63.

Gorlier 1984

GORLIER, « Mécanismes de fatigue plastique de l'acier 316L sous formes monocristalline et polycristalline », *Thèse de doctorat, Ecole nationale supérieure des Mines de Saint-Etienne*.

Ho et al. 2010

HO H. S. et RISBET M. et FEAUGAS X. et FAVERGEON J. et MOULIN G., « Fundamental mechanisms of surface damage associated to the localization of the plastic deformation in fatigue », *Procedia Engineering*, 2, 1, pp. 751-757.

Holste et al. 1994

HOLSTE C. et KLEINERT W. et GÜRTH R. et MECKE K., « Cyclic stress-strain response and strain localization effects under stress-control conditions », *Materials Science and Engineering: A*, 187, 2, pp. 113-123.

Höppel et al. 2010

HÖPPEL H. W. et PRELL M. et MAY L. et GÖKEN M., « Influence of grain size and precipitates on the fatigue lives and deformation mechanisms in the VHCF-regime », *Procedia Engineering*, 2, 1, pp. 1025-1034.

Höppel et al. 2017

HÖPPEL H. W. et GOIK P. et KRECHEL C. et GÖKEN M., « Ex and in situ investigations on the role of persistent slip bands and grain boundaries in fatigue crack initiation », *Journal of Materials Research*, 32, 23, pp. 4276-4286.

Järvenpää et al. 2014

JÄRVENPÄÄ A. et KARJALAINEN L. P. et JASKARI M., « Effect of grain size on fatigue behavior of Type 301LN stainless steel », *International Journal of Fatigue*, 65, pp. 93-98.

Jin 1989

JIN N. Y., « Formation of dislocation structures during cyclic deformation of F.C.C. crystals—

I. Formation of PSBs in crystals oriented for single-slip », *Acta Metallurgica*, 37, 7, pp. 2055-2066.

Kaneshiro et al. 1990

KANESHIRO H. et KATAGIRI K. et MAKABE C. et YAFUSO T. et KOBAYASHI H., « Dislocation-Structures in the Strain Localized Region in Fatigued 70/30 Brass and the Interaction with Grain-Boundary », *Metallurgical Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science*, 21, 3, pp. 667-671.

Kim et al. 1991

KIM G.-H. et KWON I.-B. et FINE M. E., « The influence of loading methods on fatigue crack initiation in polycrystalline copper at ambient temperature », *Materials Science and Engineering: A*, 142, 2, pp. 177-182.

Kruml et al. 1997

KRUML T. et POLAČEK J. et OBRTLIČEK K. et DEGALLAIX S., « Dislocation structures in the bands of localised cyclic plastic strain in austenitic 316L and austenitic-ferritic duplex stainless steels », *Acta Materialia*, 45, 12, pp. 5145-5151.

Kuhlmann-Wilsdorf, Wilsdorf 1953

KUHLMANN-WILSDORF D. et WILSDORF H., « The surface structures of deformed aluminium, copper, silver and alpha-brass and their theoretical interpretation », *Acta Metallurgica*, 1, 4, pp. 394-413.

Kwon et al. 1989

KWON I. B. et FINE M. E. et WEERTMAN J., « Microstructural studies on the initiation and growth of small fatigue cracks at 298, 77 and 4.2 K in polycrystalline copper », *Acta Metallurgica*, 37, 11, pp. 2927-2936.

L'esperance et al. 1986

L'ESPERANCE G. et VOGT J. B. et DICKSON J. I., « The identification of labyrinth wall orientations in cyclically deformed AISI-SAE 316 stainless steel », *Materials Science and Engineering*, 79, 2, pp. 141-147.

Li et al. 2009

LI P. et ZHANG Z. F. et LI X. W. et LI S. X. et WANG Z. G., « Effect of orientation on the cyclic deformation behavior of silver single crystals: Comparison with the behavior of copper and nickel single crystals », *Acta Materialia*, 57, 16, pp. 4845-4854.

Li et al. 2011

LI P. et LI S. X. et WANG Z. G. et ZHANG Z. F., « Fundamental factors on formation mechanism of dislocation arrangements in cyclically deformed fcc single crystals », *Progress in Materials Science*, 56, 3, pp. 328-377.

Li et al. 2014

LI L. L. et ZHANG Z. J. et ZHANG P. et WANG Z. G. et ZHANG Z. F., « Controllable fatigue

cracking mechanisms of copper bicrystals with a coherent twin boundary », *Nature Communications*, 5, p. 3536.

Li et al. 2016

LI L. L. et ZHANG Z. J. et ZHANG P. et YANG J. B. et ZHANG Z. F., « Distinct fatigue cracking modes of grain boundaries with coplanar slip systems », *Acta Materialia*, 120, pp. 120-129.

Li, Laird 1994a

LI Y. et LAIRD C., « Cyclic response and dislocation structures of AISI 316L stainless steel. Part 1: single crystals fatigued at intermediate strain amplitude », *Materials Science and Engineering: A*, 186, 1-2, pp. 65-86.

Li, Laird 1994b

LI Y. et LAIRD C., « Cyclic response and dislocation structures of AISI 316L stainless steel. Part 1: single crystals fatigued at intermediate strain amplitude », *Materials Science and Engineering: A*, 186, 1-2, pp. 65-86.

Li, Laird 1994c

LI Y. et LAIRD C., « Cyclic response and dislocation structures of AISI 316L stainless steel. Part 2: polycrystals fatigued at intermediate strain amplitude », *Materials Science and Engineering: A*, 186, 1-2, pp. 87-103.

Liang, Laird 1989

LIANG F.-L. et LAIRD C., « Control of intergranular fatigue cracking by slip homogeneity in copper I: Effect of grain size », *Materials Science and Engineering: A*, 117, pp. 95-102.

Lim, Raj 1984

LIM L. C. et RAJ R., « On slip-induced intergranular cavitation during low-cycle fatigue of nickel at intermediate temperature », *Acta Metallurgica*, 32, 5, pp. 727-733.

Liu et al. 1992

LIU W. et BAYERLEIN M. et MUGHRABI H. et DAY A. et QUESTED P. N., « Crystallographic features of intergranular crack initiation in fatigued copper polycrystals », *Acta Metallurgica et Materialia*, 40, 7, pp. 1763-1771.

Lukáš et al. 1992a

LUKÁŠ P. et KUNZ L. et KREJČÍ J., « Effect of slip planarity on the cyclic stress-strain curve, dislocation structure and surface relief in f.c.c. single crystals », *Scripta Metallurgica et Materialia*, 26, 10, pp. 1511-1516.

Lukáš et al. 1992b

LUKÁŠ P. et KUNZ L. et KREJČÍ J., « Fatigue behaviour of single crystals of a Cu-22%Zn alloy », *Materials Science and Engineering: A*, 158, 2, pp. 177-183.

Lukáš, Klesnil 1970

LUKAS P. et KLESNIL M., « Dislocation Structures in Fatigued Cu-Zn Single Crystals », *phys.*

stat. sol. (b), 37, 2, pp. 833-842.

Luoh, Chang 1996

LUOH T. et CHANG C. P., « Dislocation-free zones in fatigued copper polycrystals », *Acta Materialia*, 44, 7, pp. 2683-2695.

Magnin et al. 1989

MAGNIN T. et RAMADE C. et LEPINOUX J. et KUBIN L. P., « Low-cycle fatigue damage mechanisms of F.c.c. and B.c.c. polycrystals: Homologous behaviour? », *Materials Science and Engineering: A*, 118, pp. 41-51.

Mahato et al. 2016

MAHATO J. K. et DE P. S. et SARKAR A. et KUNDU A. et CHAKRABORTI P. C., « Grain Size Effect on LCF Behavior of Two Different FCC Metals », *Procedia Engineering*, 160, pp. 85-92.

Man et al. 2002a

MAN J. et OBRTLÍK K. et BLOCHWITZ C. et POLÁK J., « Atomic force microscopy of surface relief in individual grains of fatigued 316L austenitic stainless steel », *Acta Materialia*, 50, 15, pp. 3767-3780.

Man et al. 2002b

MAN J. et OBRTLÍK K. et BLOCHWITZ C. et POLÁK J., « Atomic force microscopy of surface relief in individual grains of fatigued 316L austenitic stainless steel », *Acta Materialia*, 50, 15, pp. 3767-3780.

Man et al. 2003a

MAN J. et OBRTLÍK K. et POLÁK J., « Study of surface relief evolution in fatigued 316L austenitic stainless steel by AFM », *Materials Science and Engineering: A*, 351, 1-2, pp. 123-132.

Man et al. 2003b

MAN J. et OBRTLÍK K. et POLÁK J., « Study of surface relief evolution in fatigued 316L austenitic stainless steel by AFM », *Materials Science and Engineering: A*, 351, 1-2, pp. 123-132.

Man et al. 2009a

MAN J. et OBRTLÍK K. et POLÁK J., « Extrusions and intrusions in fatigued metals. Part 1. State of the art and history », *Philosophical Magazine*, 89, 16, pp. 1295-1336.

Man et al. 2009b

MAN J. et KLAPETEK P. et MAN O. et WEIDNER† A. et OBRTLÍK K. et POLÁK J., « Extrusions and intrusions in fatigued metals. Part 2. AFM and EBSD study of the early growth of extrusions and intrusions in 316L steel fatigued at room temperature », *Philosophical Magazine*, 89, 16, pp. 1337-1372.

Man et al. 2009c

MAN J. et KLAPETEK P. et MAN O. et WEIDNER A. et OBRTLÍK K. et POLÁK J., « Extrusions and intrusions in fatigued metals. Part 2. AFM and EBSD study of the early growth of extrusions and intrusions in 316L steel fatigued at room temperature », *Philosophical Magazine*, 89, 16, pp. 1337-1372.

Man et al. 2010

MAN J. et VALTR M. et WEIDNER A. et PETRENEC M. et OBRTLÍK K. et POLÁK J., « AFM study of surface relief evolution in 316L steel fatigued at low and high temperatures », *Procedia Engineering*, 2, 1, pp. 1625-1633.

Man et al. 2012

MAN J. et VYSTAVĚL T. et WEIDNER A. et KUBĚNA I. et PETRENEC M. et KRUML T. et POLÁK J., « Study of cyclic strain localization and fatigue crack initiation using FIB technique », *International Journal of Fatigue*, 39, pp. 44-53.

Man et al. 2015

MAN J. et VALTR M. et PETRENEC M. et DLUHOŠ J. et KUBĚNA I. et OBRTLÍK K. et POLÁK J., « AFM and SEM-FEG study on fundamental mechanisms leading to fatigue crack initiation », *International Journal of Fatigue*, 76, pp. 11-18.

Mecke, Blochwitz 1982

MECKE K. et BLOCHWITZ C., « Saturation Dislocation-Structures in Cyclically Deformed Nickel Single-Crystals of Different Orientations », *Cryst. Res. Technol.*, 17, 6, pp. 743-758.

Miller 1997

MILLER K. J., « The Three Thresholds for Fatigue Crack Propagation », *Fatigue and Fracture Mechanics: 27th Volume, ASTM*.

Mineur 2000

MINEUR M., « Conditions locales d'amorçage des fissures de fatigue dans un acier inoxydable de type 316L : aspects cristallographiques (EBSD) », *Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure de mécanique et d'aérotechnique*.

Mineur et al. 2000

MINEUR M. et VILLECHAISE P. et MENDEZ J., « Influence of the crystalline texture on the fatigue behavior of a 316L austenitic stainless steel », *Materials Science and Engineering: A*, 286, 2, pp. 257-268.

Morrison, Moosbrugger 1997

MORRISON D. J. et MOOSBRUGGER J. C., « Effects of grain size on cyclic plasticity and fatigue crack initiation in nickel », *International Journal of Fatigue*, 19, 93, pp. 51-59.

Mu et al. 2013

MU P. et AUBIN V. et ALVAREZ-ARMAS I. et ARMAS A., « Influence of the crystalline orientations on microcrack initiation in low-cycle fatigue », *Materials Science and*

Engineering: A, 573, pp. 45-53.

Mughrabi 1970

MUGHRABI H., « Investigations of Plastically Deformed Copper Single Crystals in the Stress-Applied State. I. A Study of the Dislocation Behaviour in the Surface Region and in the Bulk », *phys. stat. sol. (b)*, 39, 1, pp. 317-327.

Mughrabi 1978

MUGHRABI H., « The cyclic hardening and saturation behaviour of copper single crystals », *Materials Science and Engineering*, 33, 2, pp. 207-223.

Mughrabi et al. 1983

MUGHRABI H. et WANG R. et DIFFERT K. et ESSMANN U., « Fatigue Crack Initiation by Cyclic Slip Irreversibilities in High-Cycle Fatigue » [en ligne], URL : http://www.astm.org/DIGITAL_LIBRARY/STP/PAGES/STP30551S.htm [lien valide au 12 janvier 2018].

Mughrabi, Wang 1988

MUGHRABI et WANG, « Cyclic stress-strain response and high-cycle fatigue behaviour of copper polycrystals », *Mat Sci Mono*, 46, pp. 1-13.

Neumann 1997

NEUMANN P., « Preferred locations for fatigue crack initiation », *TMS 1997*.

Pan et al. 2017

PAN Q. et ZHOU H. et LU Q. et GAO H. et LU L., « History-independent cyclic response of nanotwinned metals », *Nature*, 551, 7679, p. 214.

Pham et al. 2013

PHAM M. S. et HOLDSWORTH S. R. et JANSSENS K. G. F. et MAZZA E., « Cyclic deformation response of AISI 316L at room temperature: Mechanical behaviour, microstructural evolution, physically-based evolutionary constitutive modelling », *International Journal of Plasticity*, 47, pp. 143-164.

Pham, Holdsworth 2012

PHAM M. S. et HOLDSWORTH S. R., « Dynamic strain ageing of AISI 316L during cyclic loading at 300 °C: Mechanism, evolution, and its effects », *Materials Science and Engineering: A*, 556, pp. 122-133.

Phung et al. 2014

PHUNG N. L. et FAVIER V. et RANC N. et VALÈS F. et MUGHRABI H., « Very high cycle fatigue of copper: Evolution, morphology and locations of surface slip markings », *International Journal of Fatigue*, 63, pp. 68-77.

Poczklán et al. 2019

POCZKLÁN L. et MAZÁNOVÁ et KRUML, TOMÁŠ, « Comparison of a cyclic behavior of 316L steel in uniaxial and multiaxial cyclic loading », *Prague: Institute of theoretical and applied mechanics of the Czech academy of Sciences*.

Polák 1987

POLÁK J., « On the role of point defects in fatigue crack initiation », *Materials Science and Engineering*, 92, pp. 71-80.

Polák et al. 1992

POLÁK J. et OBRTLÍK K. et HÁJEK M. et VAŠEK A., « Cyclic stress-strain response of polycrystalline copper in a wide range of plastic strain amplitudes », *Materials Science and Engineering: A*, 151, 1, pp. 19-27.

Polák et al. 1994

POLÁK J. et OBRTLÍK K. et HÁJEK M., « Cyclic Plasticity in Type 316l Austenitic Stainless Steel », *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 17, 7, pp. 773-782.

Polák et al. 2005

POLÁK J. et PETRENEC M. et MAN J., « Dislocation structure and surface relief in fatigued metals », *Materials Science and Engineering: A*, 400-401, pp. 405-408.

Polák et al. 2009a

POLÁK J. et MAN J. et VYSTAVĚL T. et PETRENEC M., « The shape of extrusions and intrusions and initiation of stage I fatigue cracks », *Materials Science and Engineering A*, 517, pp. 204-211.

Polák et al. 2009b

POLÁK J. et MAN J. et VYSTAVĚL T. et PETRENEC M., « The shape of extrusions and intrusions and initiation of stage I fatigue cracks », *Materials Science and Engineering: A*, 517, 1-2, pp. 204-211.

Polák et al. 2013

POLÁK J. et KUBĚNA I. et MAN J., « The shape of early persistent slip markings in fatigued 316L steel », *Materials Science and Engineering: A*, 564, pp. 8-12.

Polák et al. 2017

POLÁK J. et MAZÁNOVÁ V. et HECZKO M. et PETRÁŠ R. et KUBĚNA I. et CASALENA L. et MAN J., « The role of extrusions and intrusions in fatigue crack initiation », *Engineering Fracture Mechanics*.

Polák, Klesnil 1984

POLÁK J. et KLESNIL M., « Cyclic stress-strain response and dislocation structures in polycrystalline copper », *Materials Science and Engineering*, 63, 2, pp. 189-196.

Polák, Sauzay 2009

POLÁK J. et SAUZAY M., « Growth of extrusions in localized cyclic plastic straining », *Materials Science and Engineering: A*, 500, 1-2, pp. 122-129.

Provan, Zhai 1991

PROVAN J. W. et ZHAI Z. H., « Fatigue crack initiation and stage-I propagation in polycrystalline materials. I: Micromechanisms », *International Journal of Fatigue*, 13, 2, pp. 99-109.

Rémy et al. 1978

RÉMY L. et PINEAU A. et THOMAS B., « Temperature dependence of stacking fault energy in close-packed metals and alloys », *Materials Science and Engineering*, 36, 1, pp. 47-63.

Sauzay 2006

SAUZAY M., « Effet de l'anisotropie élastique cristalline sur la distribution des facteurs de Schmid à la surface des polycristaux », *Comptes Rendus Mécanique*, 334, 6, pp. 353-361.

Sauzay 2007

SAUZAY M., « Cubic elasticity and stress distribution at the free surface of polycrystals », *Acta Materialia*, 55, 4, pp. 1193-1202.

Sauzay, Gilormini 2002

SAUZAY M. et GILORMINI P., « Influence of surface effects on fatigue of microcracks nucleation », *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, 38, 1, pp. 53-62.

Sauzay, Jourdan 2006

SAUZAY M. et JOURDAN T., « Polycrystalline microstructure, cubic elasticity, and nucleation of high-cycle fatigue cracks », *Int. J. Fract.*, 141, 3-4, pp. 431-446.

Sauzay, Kubin 2011

SAUZAY M. et KUBIN L. P., « Scaling laws for dislocation microstructures in monotonic and cyclic deformation of fcc metals », *Progress in Materials Science*, 56, 6, pp. 725-784.

Schwartz 2011

SCHWARTZ J., « Approche non locale en plasticité cristalline : application à l'étude du comportement mécanique de l'acier AISI 316LN en fatigue oligocyclique », *Thèse de doctorat, Ecole Centrale Paris*.

Signor et al. 2016

SIGNOR L. et VILLECHAISE P. et GHIDOSI T. et LACOSTE E. et GUEGUEN M. et COURTIN S., « Influence of local crystallographic configuration on microcrack initiation in fatigued 316LN stainless steel: Experiments and crystal plasticity finite elements simulations », *Materials Science and Engineering: A*, 649, Supplement C, pp. 239-249.

Steckmeyer et al. 2012

STECKMEYER A. et SAUZAY M. et WEIDNER A. et HIECKMANN E., « Micromechanical modelling of the cyclic stress-strain behaviour of nickel polycrystals », *International Journal of Fatigue*, 40, pp. 154-167.

Stinville et al. 2016

STINVILLE J. C. et LENTHE W. C. et MIAO J. et POLLOCK T. M., « A combined grain scale elastic–plastic criterion for identification of fatigue crack initiation sites in a twin containing polycrystalline nickel-base superalloy », *Acta Materialia*, 103, pp. 461-473.

Suresh 1998

SURESH S., *Fatigue of Materials*, s.l. : Cambridge University Press.

Texier et al. 2016

TEXIER D. et CORMIER J. et VILLECHAISE P. et STINVILLE J.-C. et TORBET C. J. et PIERRET S. et POLLOCK T. M., « Crack initiation sensitivity of wrought direct aged alloy 718 in the very high cycle fatigue regime: the role of non-metallic inclusions », *Materials Science and Engineering: A*, 678, pp. 122-136.

Thompson, Backofen 1971

THOMPSON A. W. et BACKOFEN W. A., « The effect of grain size on fatigue », *Acta Metallurgica*, 19, 7, pp. 597-606.

Villechaise et al. 2002

VILLECHAISE P. et SABATIER L. et GIRARD J. C., « On slip band features and crack initiation in fatigued 316L austenitic stainless steel: Part 1: Analysis by electron back-scattered diffraction and atomic force microscopy », *Materials Science and Engineering: A*, 323, 1–2, pp. 377–385.

Vincent et al. 2011

VINCENT L. et ROBERTSON C. et PARADOWSKI S. et VILLECHAISE P., « CEA Saclay - Projet ANR AFGRAP (ANR-08-MAPR-0024) ».

Wang et al. 1984

WANG R. et MUGHRABI H. et MCGOVERN S. et RAPP M., « Fatigue of copper single crystals in vacuum and in air I: Persistent slip bands and dislocation microstructures », *Materials Science and Engineering*, 65, 2, pp. 219-233.

Wang 1994

WANG Z., « Cyclic stress-strain response of alpha brass single crystals oriented for easy glide », *Materials Science and Engineering: A*, 183, 1, pp. L13-L17.

Wang et al. 1998a

WANG Z. et GONG B. et WANG Z. G., « Cyclic deformation behavior of Cu–30 wt% Zn single crystals oriented for single slip—I. Cyclic deformation response and slip band behavior », *Acta Materialia*, 47, 1, pp. 307–315.

Wang et al. 1998b

WANG Z. et GONG B. et WANG Z. G., « Cyclic deformation behavior of Cu–30 wt% Zn single crystals oriented for single slip—I. Cyclic deformation response and slip band behavior », *Acta Materialia*, 47, 1, pp. 307–315.

Wang, Margolin 1986

WANG Z. et MARGOLIN H., « The baushinger effect, surface and interior stresses in cyclically

strained 70-30 alpha brass single crystals », *Acta Metallurgica*, 34, 4, pp. 721-733.

Weidner et al. 2006

WEIDNER A. et BEYER R. et BLOCHWITZ C. et HOLSTE C. et SCHWAB A. et TIRSCHLER W., « Slip activity of persistent slip bands in polycrystalline nickel », *Materials Science and Engineering: A*, 435–436, pp. 540-546.

Weidner et al. 2008

WEIDNER A. et MAN J. et TIRSCHLER W. et KLAPETEK P. et BLOCHWITZ C. et POLÁK J. et SKROTZKI W., « Half-cycle slip activity of persistent slip bands at different stages of fatigue life of polycrystalline nickel », *Materials Science and Engineering: A*, 492, 1–2, pp. 118-127.

Weidner, Biermann 2015

WEIDNER A. et BIERMANN H., « Case studies on the application of high-resolution electron channelling contrast imaging – investigation of defects and defect arrangements in metallic materials », *Philosophical Magazine*, 95, 7, pp. 759-793.

Weidner, Skrotzki 2010

WEIDNER A. et SKROTZKI W., « Cyclic slip activity of PSBs in bulk and surface grains », *International Journal of Fatigue*, 32, 5, pp. 851-855.

Winter 1974

WINTER A. T., « A model for the fatigue of copper at low plastic strain amplitudes », *Philosophical Magazine*, 30, 4, pp. 719-738, Scopus.

Wittig-Link 1986

WITTIG-LINK C., *Thèse de doctorat, Université d'Erlangen-Nuremberg.*

Yan et al. 1986a

YAN B. D. et CHENG A. S. et BUCHINGER L. et STANZL S. et LAIRD C., « The cyclic stress—strain response of single crystals of Cu-16 at.%Al alloy I: Cyclic hardening and strain localization », *Materials Science and Engineering*, 80, 2, pp. 129-142.

Yan et al. 1986b

YAN B. D. et CHENG A. S. et BUCHINGER L. et STANZL S. et LAIRD C., « The cyclic stress—strain response of single crystals of Cu-16 at.%Al alloy I: Cyclic hardening and strain localization », *Materials Science and Engineering*, 80, 2, pp. 129–142.

Zhang et al. 1999a

ZHANG Z. F. et WANG Z. G. et HU Y. M., « Cyclic deformation behavior and intergranular fatigue cracking of a copper bicrystal with a parallel grain boundary », *Materials Science and Engineering: A*, 272, 2, pp. 410-417.

Zhang et al. 1999b

ZHANG Z. F. et WANG Z. G. et HU Y. M., « Effects of grain boundary on slip morphology and

dislocation patterns in a fatigued copper bicrystal », *Scripta Materialia*, 40, 12, pp. 1353-1358.

Zhang et al. 2000

ZHANG Z. F. et WANG Z. G. et HU Y. M., « Effect of grain size on grain boundary strengthening of copper bicrystals under cyclic loading », *Materials Science and Technology*, 16, 2, pp. 157-162.

Zhang et al. 2012

ZHANG Z. J. et ZHANG P. et LI L. L. et ZHANG Z. F., « Fatigue cracking at twin boundaries: Effects of crystallographic orientation and stacking fault energy », *Acta Materialia*, 60, 6, pp. 3113-3127.

Zhang et al. 2017

ZHANG Z. et LI L. et ZHANG Z. et ZHANG P., « Twin boundary: Controllable interface to fatigue cracking », *Journal of Materials Science & Technology*, 33, 7, pp. 603-606.

Zhang et al. 2018

ZHANG Z. et LUNT D. et ABDOLVAND H. et WILKINSON A. J. et PREUSS M. et DUNNE F. P. E., « Quantitative investigation of micro slip and localization in polycrystalline materials under uniaxial tension », *International Journal of Plasticity*, 108, pp. 88-106.

Zhang, Jiang 2006

ZHANG J. et JIANG Y., « Fatigue of polycrystalline copper with different grain sizes and texture », *International Journal of Plasticity*, 22, 3, pp. 536-556.

Zhang, Wang 2000

ZHANG Z. F. et WANG Z. G., « Interactions of persistent slip bands with a grain boundary on the common primary slip plane in a copper bicrystal », *Philosophical Magazine Letters*, 80, 3, pp. 149-156.

Zhang, Wang 2003a

ZHANG Z. F. et WANG Z. G., « Dependence of intergranular fatigue cracking on the interactions of persistent slip bands with grain boundaries », *Acta Materialia*, 51, 2, pp. 347-364.

Zhang, Wang 2003b

ZHANG Z. F. et WANG Z. G., « Fatigue-cracking characteristics of a copper bicrystal when slip bands transfer through the grain boundary ».

Chapitre 2. CARACTERISATIONS

MICROSTRUCTURALES ET EN FATIGUE D'UN ACIER

316L : EFFET DE LA TAILLE DE GRAINS ET DE

L'ÉPAISSEUR D'ÉPROUVETTE

Ce chapitre présente les caractérisations microstructurales et mécaniques réalisées sur un acier austénitique inoxydable (316L), sous deux états microstructuraux différents : une tôle brute et un bloc plein composé de tôles soudées par compression isostatique à chaud.

Ensuite, nous rapportons le développement, la fabrication et la validation d'un montage spécifique à la réalisation d'essais cyclique sur éprouvettes d'épaisseur millimétrique.

Enfin, des essais cycliques sur différentes géométries d'éprouvettes et sur les deux matériaux sont décrits. Les effets de taille de grains et d'épaisseur de structure sont étudiés séparément puis de manière combinés. Les résultats sont discutés par rapport aux essais publiés dans la littérature et rapportés dans le chapitre 1.

This chapter describes the microstructural and mechanical characterization performed on a austenitic stainless steel (316L) with two different microstructural states: a raw sheet and a block composed by sheets welded by hot isostatic pressure.

Then, a description of the development and validation of a device dedicated to cyclic testing on millimetric samples is presented.

Cyclic test performed on different specimen and the two studied materials are described. Grain size and sample thickness effects are first studied separately, then combined. Results are discussed regarding the results published in the literature and reported in chapter 1.

Chapitre 2. CARACTERISATIONS MICROSTRUCTURALES ET EN FATIGUE D'UN ACIER 316L : EFFET DE LA TAILLE DE GRAINS ET DE L'ÉPAISSEUR D'ÉPROUVETTE	82
<hr/>	
2.1 <i>Introduction</i>	84
2.2 <i>Matériaux étudiés</i>	85
2.2.1 Caractérisations microstructurales	85
2.2.2 Propriétés mécaniques	96
2.3 <i>Essais de déformation cyclique</i>	101
2.3.1 Géométries d'éprouvettes utilisées	101
2.3.2 Développement et validation d'un montage pour essais cycliques alternés sur éprouvettes fines	102
2.3.2.1 Description du montage	103
2.3.2.2 Correction de la déformation imposée	104
2.3.2.3 Validation par corrélation d'images	105
2.3.2.4 Comparaisons des boucles contrainte-déformation entre éprouvettes fines et épaisses	106
2.4 <i>Effets de la taille de grains et de l'épaisseur d'éprouvette sur le comportement cyclique</i>	108
2.4.1 Etude de l'écrouissage cyclique	111
2.4.2 Analyse des résultats de durées de vie	114
2.5 <i>Conclusions</i>	124
2.6 <i>Références</i>	127
<hr/>	
<hr/>	

2.1 INTRODUCTION

L'objectif de ce chapitre est la caractérisation microstructurale et mécanique (traction, chargement cyclique) de :

- Une tôle en acier austénitique inoxydable 316L d'épaisseur 4 mm ;
- Un bloc plein de vingt-cinq plaques (découpées dans cette tôle) assemblées par soudage-diffusion par compression isostatique à chaud (SD-CIC).

Ainsi deux matériaux de compositions chimiques strictement identiques mais à tailles de grains très différentes sont comparées. En effet, l'opération de SD-CIC engendre un grossissement de la taille de grains (voir l'introduction du manuscrit). Bien que la structure en fonctionnement soit soumise à haute température (voir l'introduction du manuscrit), les essais ont été réalisés à température ambiante.

La première partie du chapitre présente les caractérisations microstructurales réalisées sur les deux matériaux. Les différences de tailles de grains (moyennes, histogrammes), les répartitions de facteurs de Schmid, les types de joints de grains et les textures cristallographiques sont comparés et analysés. Les comportements mécaniques en traction monotone sont ensuite comparés. Le formalisme de Hall-Petch est utilisé afin de déterminer si les différences de propriétés mécaniques entre les deux matériaux sont uniquement imputables au grossissement de la taille de grains ou à une autre modification microstructurale.

La seconde partie du chapitre présente le développement et la validation d'un montage spécifique à la réalisation d'essais cycliques sur éprouvettes plates de 1 mm d'épaisseur. Une description du protocole expérimental pour la réalisation des essais cycliques est ensuite présentée. Les comportements cycliques mesurés pour les deux matériaux, et avec deux géométries d'éprouvettes sont comparés et analysés.

La dernière partie de ce chapitre présente les résultats d'essais cycliques menés à rupture. Des comparaisons entre les deux matériaux et les données d'éprouvettes issues du code de dimensionnement RCC-MRx pour les aciers 316L sont réalisées. Afin d'accroître la compréhension des mécanismes en jeu, les effets de taille de grains et d'épaisseurs d'éprouvette sont d'abord étudiés séparément puis de manière combinée.

The aim of this chapter is the characterization of the microstructural and of the mechanical (tensile, cyclic) properties of (i) a 4 mm thick 316L austenitic stainless steel sheet and of (ii) a

block of twenty-five plates (taken from this sheet) assembled by hot isostatic pressure (HIP). Thus, two groups of samples with identical chemical composition but with different grain sizes are compared (HIP results in a potentially large grain growth, see introduction). Although the operating structure is subjected to high temperature in real conditions (see introduction), all tests were performed at room temperature.

The first part of this chapter presents the microstructural characterizations that have been performed on the two studied materials. Grain size differences, Schmid factor distributions, grain boundaries types and crystallographic textures are compared and analyzed. The mechanical behavior is then compared through tensile tests. Hall-Petch formalism is used to determine whether the differences in mechanical properties between the two materials are due to grain growth or another microstructural modification.

The second part of this chapter presents the development and the validation of a specific mounting for performing cyclic tests on a one-millimeter thick flat specimen. A description of the experimental protocol for conducting cyclic tests is then presented. The cyclic behaviors between the two grades and between different specimen geometries are compared and analyzed.

The last part of this chapter presents the results of cyclic tests performed until failure. Comparisons between the two grades and the data from the RCC-MRx design code for 316L SS are made. In order to increase the understanding of the mechanisms involved, the effects of grain size and sample thickness are firstly studied separately and then combined.

2.2 MATERIAUX ETUDIÉS

2.2.1 *Caractérisations microstructurales*

Le matériau étudié dans le cadre de ces travaux est un acier austénitique inoxydable (dénomination X2CrNiMo17-12-2, norme européenne 1.4404, norme AISI 316L).

Cet acier commercial est fourni par Acerinox sous forme de tôles de 4 mm d'épaisseur issues d'une coulée continue, laminées à froid puis hypertrempées (code CEA N32). Cette hypertrempe permet une recristallisation, entre 1050 et 1100°C, puis les tôles sont refroidies à l'air, ce qui a permis de stabiliser l'austénite. Enfin, une dernière passe de laminage à froid de finition a été réalisée (laminage dit « skin-pass »).

Vingt-cinq plaques de 200 x 150 mm, issues de cette tôle d'épaisseur 4 mm, ont ensuite été

assemblées sous forme d'un bloc plein par SD-CIC (code CEA K87) à haute pression (jusqu'à 1000 bar) et à haute température (jusqu'à 1070°C).

La composition chimique de cet acier, identique pour les deux matériaux, respecte la norme *EN 10088-2 : 2005*, elle est présentée dans le tableau 2.1.

Composition Chimique (wt. %)	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	Co	N	P	C	S	Fe
Spécification acier 1.4404	16,5-18,5	10,0-13,0	2,00-2,50	≤2,00	≤1,00	-	≤0,11	≤0,045	≤0,030	≤0,015	Bal.
Tôle N32 & Bloc K87	16,543	10,093	2,044	1,286	0,335	0,132	0,048	0,034	0,022	0,002	Bal.

Tableau 2.1. Spécifications de la composition chimique de l'acier 1.4404 suivant la norme EN 10088-2 : 2005 et composition chimique du matériau étudié

Specification of the chemical composition of the 1.4404 steel following European standard EN 10088-2 : 2005 and chemical composition of the studied material

Une cartographie EBSD (Electron Back Scattered Diffraction) de chaque matériau a été réalisée. Ces analyses ont été réalisées avec un MEB JEOL 7001F par Françoise Barcelo (SRMA/LA2M), le logiciel d'acquisition est Quantax (commercialisé par Bruker), le post-traitement a été réalisé à l'aide du logiciel Channel5 de HKL. Les résultats de ces analyses sont présentés dans les paragraphes suivants.

- Mesures et analyses des distributions de tailles de grains :

Les tailles de grains de chaque matériau ont été mesurées par la méthode des ellipses de surface équivalente. Les mesures ont été réalisées soit en considérant, soit en ne considérant pas les joints de macles en tant que joints de grains. Les histogrammes de tailles de grains des matériaux à petits grains et à gros grains sont présentés respectivement dans les figure 2.1 et figure 2.2. Les tailles caractéristiques des grains des deux matériaux, incorporant ou non les joints de macles sont présentées dans le tableau 2.2.

De faibles différences de tailles de grains sont induites par la prise en compte des macles dans le matériau à faible taille de grains (tableau 2.2). A l'inverse, la taille de grains moyenne du matériau à forte taille de grains est très fortement dépendante des joints de macles. La moyenne passe alors de 70 à 159 μm .

Un très fort grossissement de la taille de grains a été volontairement engendré lors de l'étape de SD-CIC, afin d'exacerber les différences pour l'étude en fatigue. La taille de grains moyenne passe de 9,5 μm à 70 μm en considérant les joints de macles et de 10,5 μm à 159 μm en ne considérant pas les joints de macles comme des joints de grains.

Les plus larges grains mesurés passent de 56 à près de 650 μm . La répartition change également de type : elle est monomodale dans le cas du matériau initial et devient multimodale après SD-CIC (figure 2.2). Les pics isolés pour les tailles de grains les plus élevées mettent en évidence un grossissement de grains anormal.

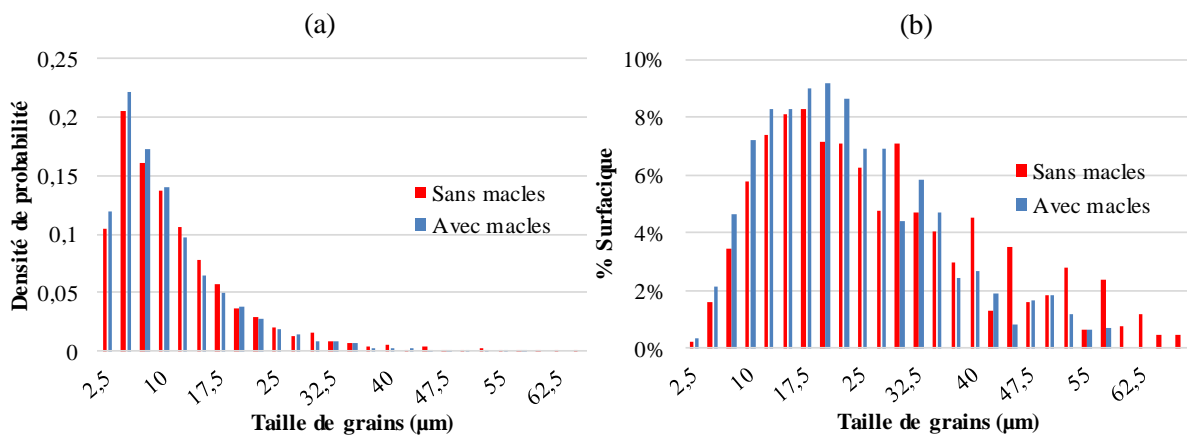


Figure 2.1. Histogrammes de tailles de grains pour le matériau à petits grains N32 avec et sans macles (a) en densité de probabilité en nombre et (b) en fraction surfacique

Grain size histograms for the small grains material N32 with and without twins boundaries (a) in probability density and (b) in relative surface fraction

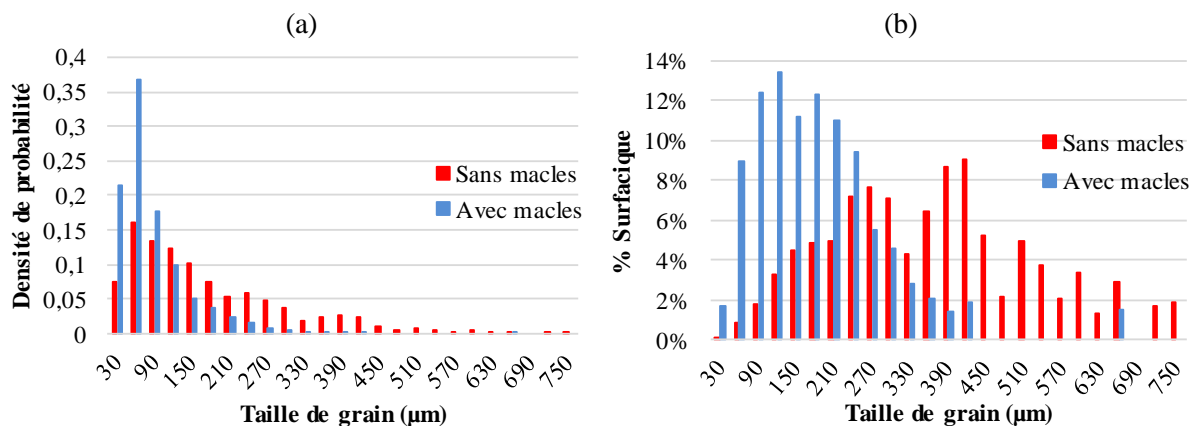


Figure 2.2. Histogrammes de tailles de grains pour le matériau à gros grains K87 avec et sans macles (a) en densité de probabilité en nombre et (b) en fraction surfacique

Grain size histograms for the large grains material K87 with and without twins boundaries (a) in probability density and (b) in relative surface percentage

La fonction de distribution de la taille de grains est généralement de type log-normal. Dès lors, l'évolution théorique des histogrammes de tailles de grains peut-être définie à partir de la taille de grains moyenne et l'écart-type associé (voir tableau 2.2). Afin de vérifier si les matériaux à faibles et fortes tailles de grains, tenant compte et ne tenant pas compte des joints de macles, présentent une évolution statistique de type log-normale. L'ensemble des courbes sont présentées dans la figure 2.3. Les deux matériaux présentent des évolutions de tailles de grains de type log-normal. Les dépassements des courbes log-normales obtenus pour les faibles tailles de grains mesurées expérimentalement sont compensés dans les courbes en probabilité cumulé.

Le tracé des histogrammes de taille de grains en terme de fractions linéiques, surfaciques et volumiques est présenté dans la figure 2.4. Des répartitions différentes sont logiquement obtenues pour les différentes fractions considérées. Pour le matériau à gros grains, sans considérer les joints de macles (figure 2.4.a.b), les fractions linéiques, surfaciques et volumiques de grains dont le diamètre est supérieur à deux fois le diamètre moyen (159 μm) est respectivement de 30%, 55% et 73%. Lorsque les macles sont considérées (figure 2.4.c.d), les fractions (linéiques, surfaciques et volumiques) de grains dont le diamètre est supérieur à deux fois le diamètre moyen (70 μm) sont respectivement de 31%, 58% et 80%. Pour le matériau à faible taille de grains, sans considérer les joints de macles (figure 2.4.e.f), les fractions (linéiques, surfaciques et volumiques) de grains dont le diamètre est supérieur à deux fois le diamètre moyen (10,3 μm) sont de 22%, 27%, et 48%. Lorsque les macles sont considérées (figure 2.4.g.h), les fractions (linéiques, surfaciques et volumiques) de grains dont le diamètre est supérieur à deux fois le diamètre moyen (9,4 μm) sont respectivement de 31%, 54% et 59%. Ces chiffres mettent de nouveau en avant la forte quantité de grains dont le volume est important comparé au volume global des éprouvettes dans le matériau à forte taille de grains. Le comportement mécanique de ces éprouvettes est donc potentiellement fortement influencé par la présence de 73% à 80% (sans et avec joints de macles) de grains dont le diamètre est supérieur au double du diamètre moyen.

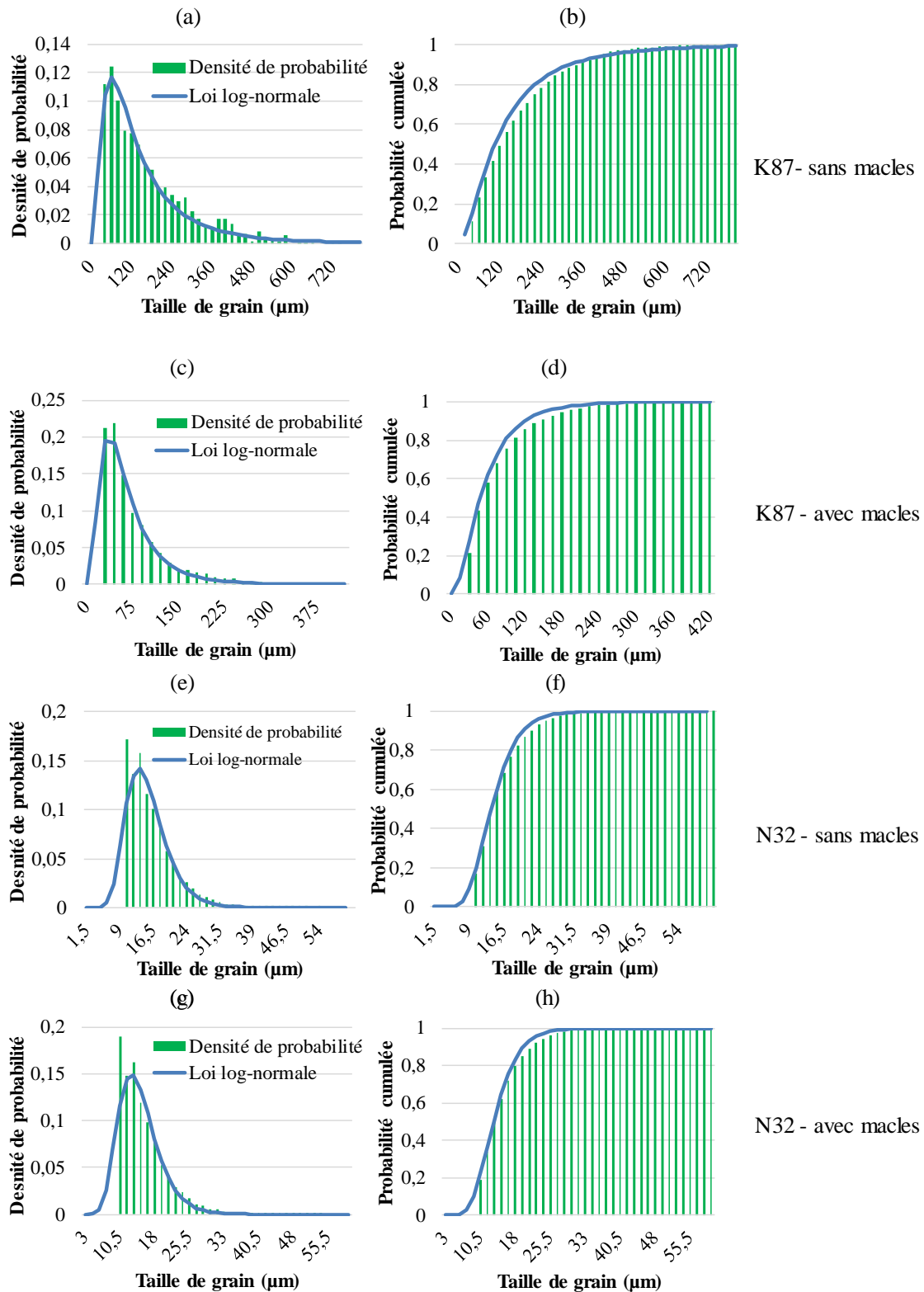
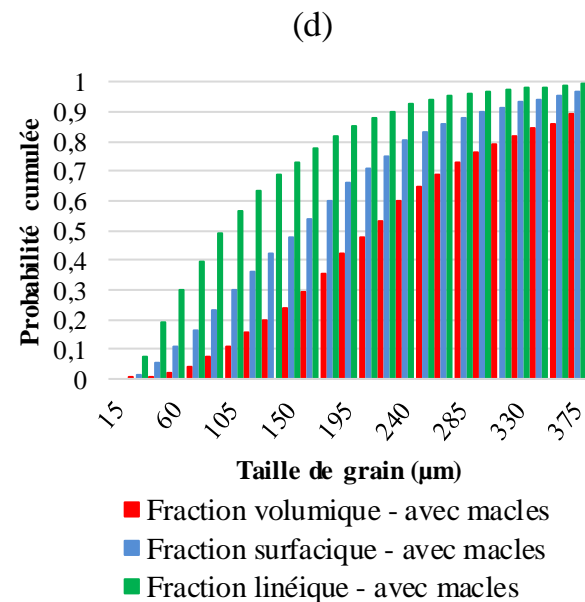
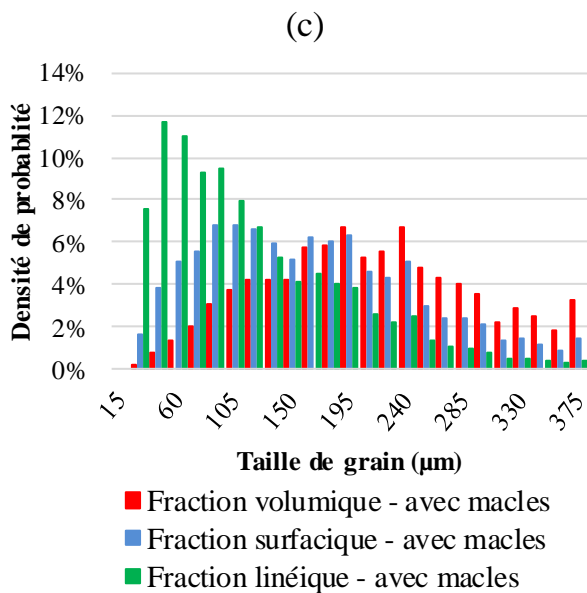
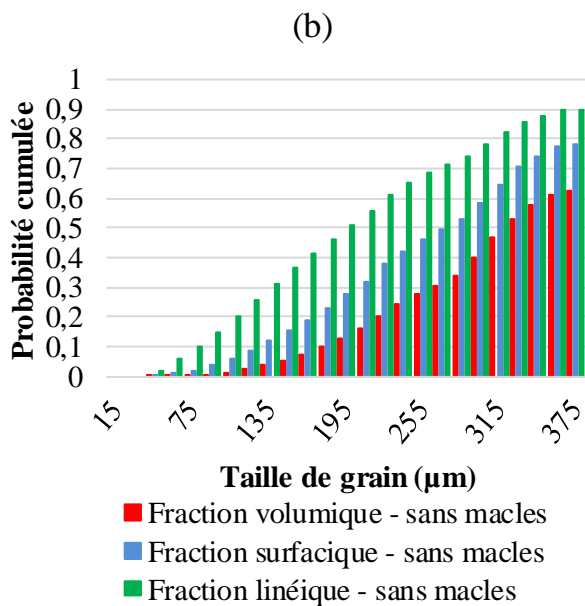
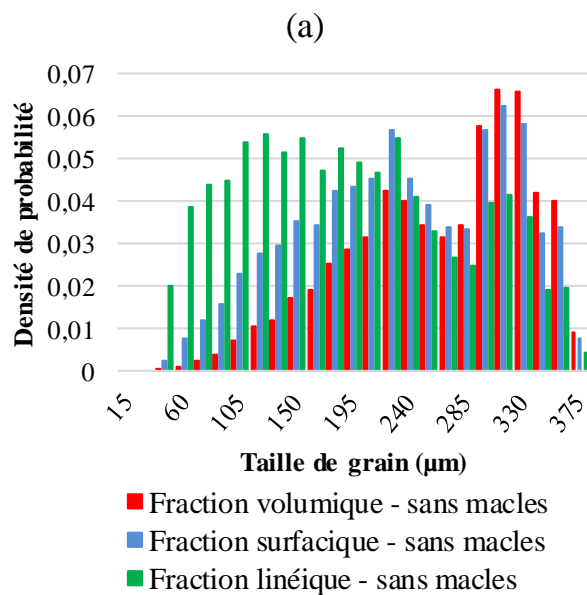


Figure 2.3. Comparaison des histogrammes de tailles de grains expérimentaux et obtenus avec la loi log-normale à partir de la moyenne et de l'écart-type pour (a-d) le matériau à gros grains et (e-h) le matériau à petits grains

Comparison of grain sizes histograms obtained experimentally and by adjustment of the log-normal law from the mean and the standard deviation of the grain size for (a-d) the large grains material and (e-h) the small grains material



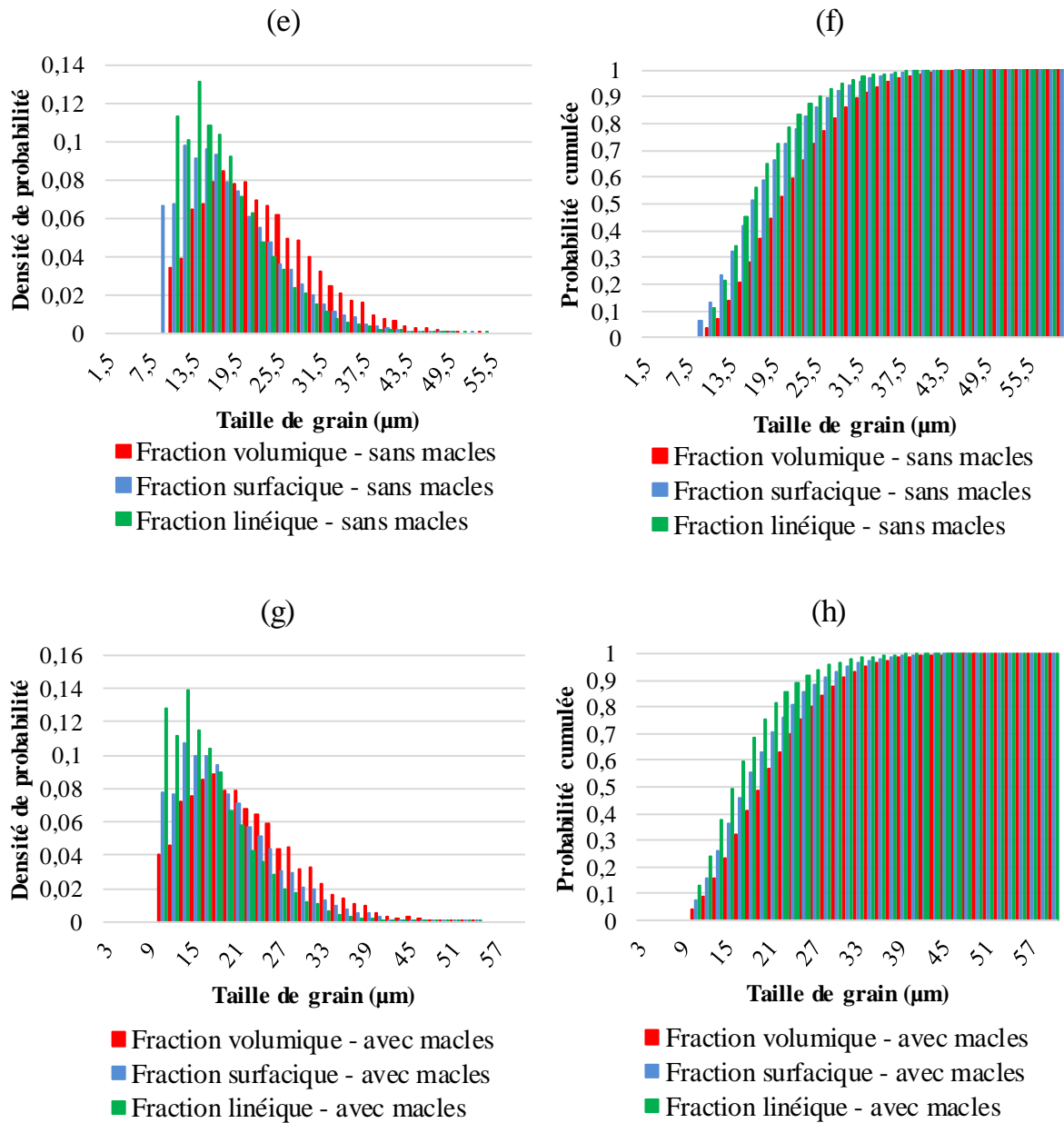


Figure 2.4 Histogrammes de tailles exprimés en fractions linéiques, surfaciques et volumiques pour (a-d) le matériau à gros grains et (e-h) le matériau à petits grains

Grain sizes histograms expressed in linear, surface and volume fractions for (a-d) the large grains material and (e-h) the small grains material

(a)			(b)		
Nuance	N32		Nuance	K87	
	Sans macles	Avec macles		Sans macles	Avec macles
Minimum (μm)	1,4	1,4	Minimum (μm)	20	20
Maximum (μm)	66	56	Maximum (μm)	738	646
Moyenne (μm)	10,3	9,4	Moyenne (μm)	159	70
Moyenne surfacique (μm)	26	22	Moyenne surfacique (μm)	350	171
Ecart-type (μm)	9	8	Ecart-type (μm)	126	55
Nombre de grains analysés	5146	6227	Nombre de grains analysés	708	3544
Surface totale (mm^2)	0,7	0,7	Surface totale (mm^2)	23	22
Pas d'indexation (μm)	0,35	0,35	Pas d'indexation (μm)	5,5	5,5

Tableau 2.2. Analyse des tailles de grains avec et sans macles pour (a) le matériau à petits grains et (b) le matériau à gros grains

Grain size analysis accounting for twin boundaries or not for (a) the small grains material and (b) the large grains material

▪ Analyse des joints de grains :

Les différents types de joints de grains observés dans chaque matériau sont présentés en figure 2.5. Lors de l'analyse EBSD, les joints de grains sont qualifiés par un réseau de coïncidence CSL (« Coincident Site Lattice »). Chaque réseau de coïncidence est caractérisé par un indice Σ . Cet indice se calcul par le rapport entre le volume du motif élémentaire commun aux deux réseaux cristallins et le volume du motif primaire du cristal. Par conséquent, plus la valeur de l'indice Σ est élevée, plus la distance entre nœuds du motif élémentaire commun aux deux réseaux est grande. A noter que l'énergie d'un joint de grain est décorrélée de son indice Σ . L'énergie d'un joint de grain dépend de la désorientation entre les cristaux de part et d'autre et de son plan. Néanmoins, plus la désorientation entre les grains est importante, plus la probabilité de trouver un plan de joint qui présente des motifs de coïncidence diminue (et l'indice associé augmente). Pour cela, tous les joints non répertoriés par cet indice sont considérés comme généraux.

Les deux matériaux présentent les mêmes tendances, à savoir une forte proportion de joints d'indice $\Sigma 3$ (qui sont des joints de macles lorsqu'il y a cohérence entre les réseaux) et de joints généraux, les autres indices CSL ne sont que peu représentés. Plus précisément, le matériau à

petits grains présente 35% de joints d'indice $\Sigma 3$ et 60% de joints généraux, tandis que le matériau à gros grains présente 62% de joints d'indice $\Sigma 3$ et 32% de joints généraux.

L'effet du cycle de SD-CIC sur la densité de joints de macles dans le matériau est encore mal compris. Deux effets sont généralement opposés concernant la formation des joints de macles : la recristallisation et la croissance de taille de grains. Lors de la recristallisation, une augmentation de la densité de macles est généralement observée. A l'inverse, dans le cas de la croissance de taille de grains, c'est une diminution de la densité de macles qui est observée [Jin 2014]. Le procédé de CIC engendre principalement un grossissement de la taille de grains [Bouquet 2016], ce qui est antagoniste avec l'augmentation mesurée.

Les tôles utilisées (avant l'étape de SD-CIC) ont subi une étape de skin-pass (partie 2.2.1), ce qui induit une légère déformation à froid de l'ordre de 1 à 3 % . Les grains bien orientés sont à priori les plus déformés. Ces grains ont donc eu des vitesses de croissances supérieures aux autres lors de l'étape de CIC, et sont donc potentiellement ceux ayant crû de manière anormale (voir la figure 2.2.b) [Bouquet 2016]. Le grossissement de grain anormal engendre un accroissement de la densité de macles dans les grains concernés [Bozzolo et al. 2013]. L'augmentation de la quantité de macles mesurée semble donc liée au grossissement de grains anormal.

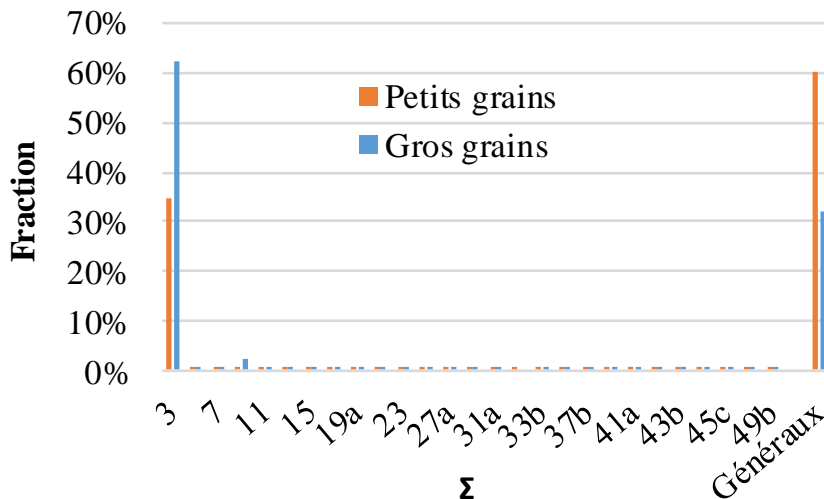


Figure 2.5. Répartition des indices Σ des joints de grains présentant un CSL et pourcentage de joints de grains généraux pour les deux matériaux

Fraction of Σ index of grain boundaries showing a coincident site lattice (CSL) and of general grain boundaries for the two studied materials

- Analyse de la texture cristallographique :

La dernière analyse réalisée à partir des cartographies EBSD concerne la texture cristallographique des deux matériaux. Les figures de pôles permettent d'analyser la texture des matériaux (figure 2.6). La représentativité de l'analyse repose sur le nombre de grains analysés. En effet, l'analyse est réalisée en choisissant une taille de fenêtre et un pas d'indexation. Si ces paramètres sont fixés et que la taille de grains augmente, le nombre de grains analysés diminue naturellement. Un nombre de grains compris entre 500 et 1000 offre des résultats statistiquement significatifs [Lodini et Baudin 2012]. Cette condition est vérifiée dans les deux cartographies et valide donc leur utilisation (~600 grains analysés pour le matériau à forte taille de grains).

Les figures de pôles pour les éprouvettes à faibles et fortes tailles de grains sont typiques des matériaux cfc de faible énergie de faute d'empilement laminés [Lodini et Baudin 2012]. Cette texture est qualifiée de type laiton laminé $\{011\}\langle 211\rangle$ (car elle est très régulièrement trouvée dans le laiton laminé).

La différence entre les textures des deux matériaux étudiés se situe au niveau des zones de fortes intensités du signal. Les pics sont beaucoup plus diffus dans le cas du matériau à petits grains, ce qui est le signe du laminage de finition (allongement des grains bien orientés). Dans le cas du matériau à gros grains, les mêmes pics apparaissent, mais ceux-ci sont beaucoup mieux définis. Ceci est le signe du procédé du grossissement de taille de grains induit par le procédé de CIC.

Bien que ces deux matériaux soient texturées, celles-ci sont peu prononcées étant donné les faibles intensités maximales mesurées (2,2 et 4,7 respectivement pour le matériau à faible et forte taille de grains).

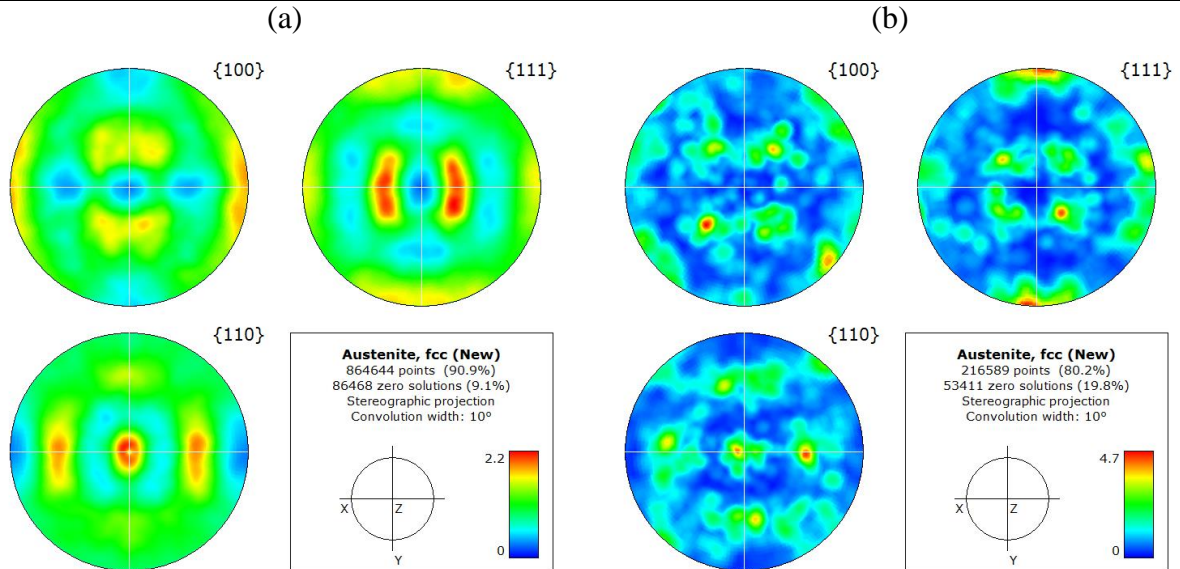


Figure 2.6. Figures de pôles obtenues par analyses EBSD pour analyse de la texture du (a) matériau petits grains et (b) du matériau à gros grains

Pole figures obtained by EBSD for texture analysis of (a) the small grain material and (b) the large grain material

Enfin, une analyse de l'orientation cristallographique de chaque grain par rapport à l'axe de traction nous permet de connaître le facteur de Schmid maximum parmi les douze possibles (quatre plans {111} et trois directions $\langle 110 \rangle$). Des cartographies en facteur de Schmid sont présentées sur la figure 2.7. Les fortes différences de tailles de grains et de densités de macles entre les deux matériaux sont visibles.

Les deux matériaux présentent des distributions de facteurs de Schmid (figure 2.8) à la fois équivalentes et typiques des matériaux cfc [Sauzay 2006]. Ce résultat confirme alors la faible différence de texture entre les deux matériaux étudiés. Néanmoins, les deux matériaux présentent des écarts par rapport à la courbe de probabilité cumulée relative à un matériau isotrope (issue de [Sauzay 2007]) ce qui souligne de nouveau la présence d'une texture cristallographique.

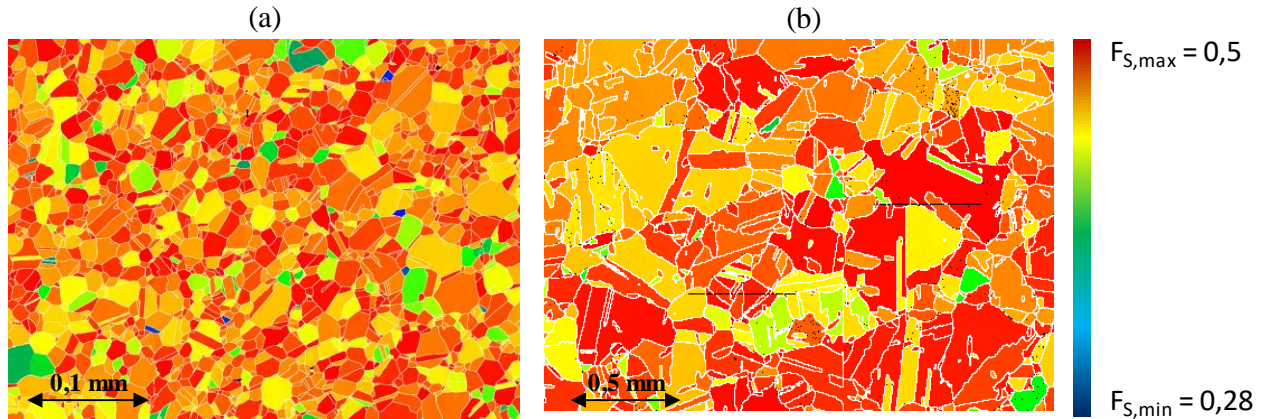


Figure 2.7. Cartographies des facteurs de Schmid des éprouvettes à (a) petits grains et (b) à gros grains

Schmid factor mapping of (a) the small grain batch and (b) of the large grain batch

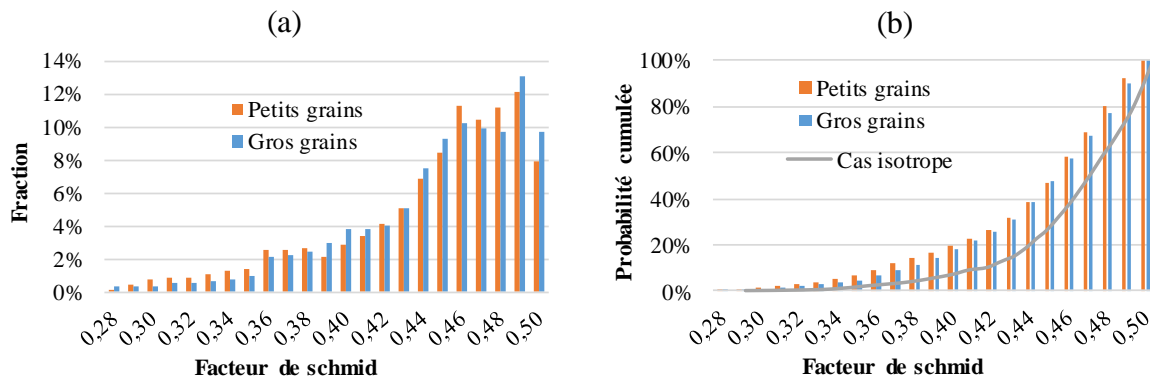


Figure 2.8. Histogramme des facteurs de Schmid des grains pour les deux matériaux étudiés (a) densité de probabilité (b) probabilité cumulée

Schmid factor histograms of the grains for the two studied materials (a) probability density (b) cumulative probabilities

2.2.2 Propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques des deux matériaux étudiés ont été comparées au travers d'essais de traction monotone (pratiqués par Jean-Luc Flament, SRMA/LC2M). Ces essais ont été réalisés à température ambiante, sous air, à des vitesses de déformation totale de $\dot{\epsilon}^{tot} = 2.10^{-3} \text{ s}^{-1}$ et $\dot{\epsilon}^{tot} = 5.10^{-4} \text{ s}^{-1}$, respectivement pour les matériaux à forte et faible tailles de grains. Les essais sur matériau à forte taille de grains ont été réalisés sur des éprouvettes cylindriques de diamètre 5 mm en partie utile. Les essais sur éprouvettes à petits grains ont été réalisées sur éprouvettes plates de 1 mm d'épaisseur (car l'épaisseur des tôles livrées par l'aciériste est de 4 mm). Les essais sont réalisés en pilotant le déplacement de la traverse. Après essai, les courbes

conventionnelles sont déterminées en corrigeant les courbes à partir du module d'Young connu. Les courbes conventionnelles de traction de trois éprouvettes à petits grains et de deux éprouvettes à gros grains sont présentées en figure 2.9.

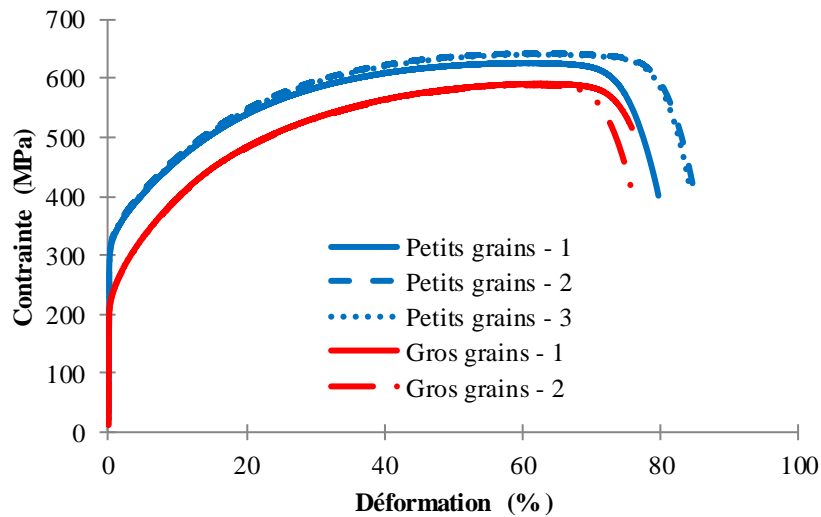


Figure 2.9. Courbes de traction conventionnelles pour les matériaux à petits et à gros grains

Engineering stress-strain curve for small grains and large grains samples

Les principales caractéristiques mécaniques des différentes éprouvettes sollicitées en traction sont résumées dans le tableau 2.3. L'augmentation de la taille de grains engendre une baisse moyenne de 30% de la contrainte à 0,2% de déformation irréversible ($R_{p0,2\%}$), de 7% de la contrainte maximum (R_m) et de 8% de la déformation à rupture (A). Les déformations plastiques à R_m (A_g), totales à R_m (A_{gt}) sont du même ordre de grandeur dans les deux matériaux. Ces résultats sont en accord avec les tendances généralement observées suite à une augmentation de la taille de grains : une augmentation de la ductilité et une baisse de la limite d'élasticité.

Eprouvette	$R_{p0,2\%}$ (MPa)	R_m (MPa)	A_g (%)	A_{gt} (%)	A (%)
Petits grains – 1	314	627	58,9	59,2	79,5
Petits grains – 2	320	643	62,2	62,5	84,7
Petits grains – 3	318	641	61,5	61,8	84,0
Gros grains – 1	222	591	62,7	63,0	75,6
Gros grains – 2	221	589	61,4	61,7	75,7

Tableau 2.3. Résultat du dépouillement des données d'essais de traction réalisées sur éprouvettes à petits grains et à gros grains

Analysis of tensile test results for small and large grains materials

La loi de Hall-Petch est utilisée afin de vérifier si les différences de limites d'élasticité sont uniquement dues à la croissance des grains ou également à un changement de l'état métallurgique entre le matériau initial et celui transformé par CIC. Cette loi empirique permet de lier la limite d'élasticité à la taille de grains (équation 2.1).

$$\Sigma(\varepsilon^p) = \Sigma_0(\varepsilon^p) + k_{HP}(\varepsilon^p).L^{-1/2} \quad (2.1)$$

avec $\Sigma(\varepsilon^p)$ la limite d'élasticité dépendant du niveau de déformation, $\Sigma_0(\varepsilon^p)$ la contrainte de friction en l'absence de joints de grains, k_{HP} la constante de Hall-Petch (résistance des joints de grains au glissement des dislocations du matériau à une température donnée) et L la taille de grains moyenne.

Notre étude ne permet pas une identification statistiquement significative des paramètres de la loi de Hall-Petch car nous ne disposons que de deux tailles de grains différentes pour réaliser les régressions linéaires. Pour cela, les résultats sont combinés avec ceux d'une étude de la littérature, également menée sur un acier 316L [Singh et al. 2002]. La combinaison de nos résultats à ceux de [Singh et al. 2002] est licite car les énergies de faute d'empilement des matériaux sont équivalentes (calculées au travers de la formule de [Pickering 1978], voir tableau 2.4). De plus, ces résultats sont comparés à ceux d'une étude réalisée sur un acier 316L(N) suivant des tailles de grains qui varient de 3,1 à 86,7 μm (six tailles de grains au total) [Kashyap et Tangri 1995].

Les courbes contrainte vraie – déformation plastique vraie pour les différents matériaux sont présentées sur la figure 2.10. Les tailles de grains utilisées dans les résultats de ces trois études sont exprimées à partir de mesures négligeant les joints de macles (2.2.1) et en considérant la méthode des interceptes (« Intercept Line Method », ILM). Dans le cas de nos matériaux d'étude, la méthode de l'ellipse d'aire équivalente a été utilisée pour quantifier la taille de grains (voir 2.2.1). Un facteur correcteur existe entre les tailles de grains moyennes établies par la méthode des disques de diamètre équivalent (CED) et par la méthode des interceptes (ILM) : $CED = 1,13 \cdot ILM$ (norme ISO 4499-2:2008).

Des écarts sont obtenus entre notre matériau d'étude et les matériaux étudiés par [Kashyap et Tangri 1995]. Ces écarts sont dus aux différences de compositions chimiques entre notre matériau (acier 316L) et l'acier 316L(N) qui contient plus d'azote, ce qui modifie le comportement mécanique (un durcissement est alors obtenu). Le matériau étudié par [Singh et al. 2002] présente quant à lui un comportement mécanique plus proche du nôtre. Les courbes

sur éprouvettes à faible taille de grains (moyenne de $10\ \mu\text{m}$) sont encadrés par les résultats de [Singh et al. 2002] avec des tailles moyennes de 4 et $29\ \mu\text{m}$.

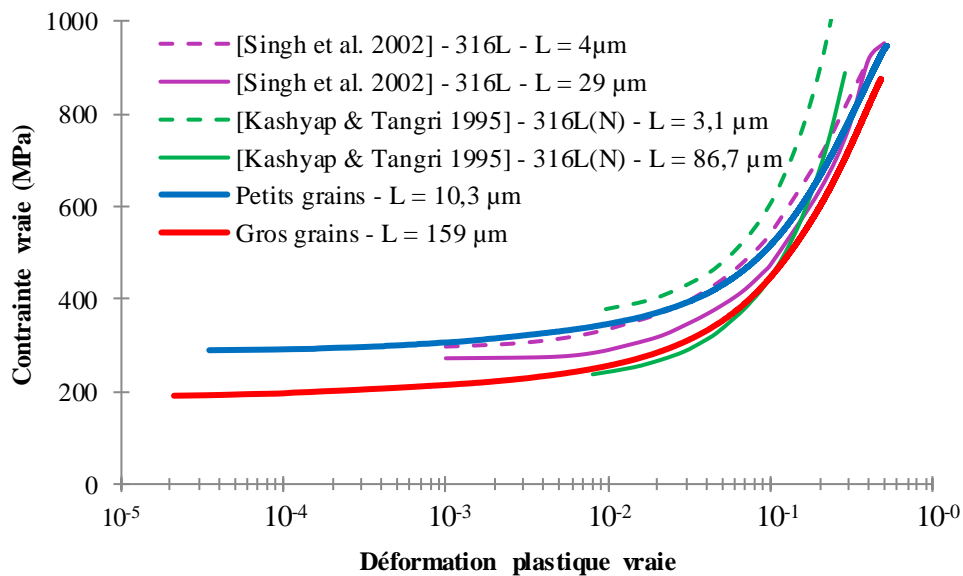


Figure 2.10. Courbes contrainte vraie - déformation plastique vraie pour l'acier 316L à petits grains, à gros grains (courbes bleues et rouges), et publiées par [Singh et al. 2002] (courbes violettes), [Schwartz et al. 2013] (courbe marron) et [Kashyap et Tangri 1995] (courbes vertes)

True stress-strain curves for 316L SS with small grains (blue curve) and large grains (red curve) and for published data of [Singh et al. 2002] (purple curves), [Schwartz et al. 2013] (brown curve) and [Kashyap & Tangri 1995] (green curves)

Les coefficients de la loi de Hall-Petch k_{HP} et Σ_0 ont été identifiés pour les aciers 316L et 316L(N) et sont présentés dans la figure 2.11. Les coefficients k_{HP} sont équivalents et quasi-constants pour les deux nuances pour des niveaux de déformation plastique compris entre 10^{-3} et $3 \cdot 10^{-2}$ (figure 2.11.a). Pour les niveaux de déformation plastique supérieurs, l'acier 316L(N) présente une augmentation de la constante k_{HP} par rapport à l'acier 316L pour lequel celle-ci n'augmente que peu (figure 2.11.a.c). Concernant la contrainte de friction Σ_0 , celle-ci est plus élevée pour l'acier 316L que pour l'acier 316L(N), avec des écarts entre nuances quasi-constants sur l'ensemble des niveaux de déformation. Néanmoins comme pour la constante de Hall-Petch k_{HP} , la contrainte de friction Σ_0 évolue peu pour des niveaux de déformation plastique inférieurs à $3 \cdot 10^{-2}$ et augmente plus fortement ensuite.

En conclusion, pour des niveaux de déformation plastique inférieurs à $3 \cdot 10^{-2}$ (en déformation monotone), les aciers 316L et 316L(N) ne présentent qu'un faible effet de la taille de grains sur les constantes k_{HP} et Σ_0 . Pour des niveaux supérieurs, la constante k_{HP} augmente légèrement pour l'acier 316L et plus fortement pour l'acier 316L(N), tandis que la contrainte de friction Σ_0

augmente fortement pour les deux nuances.

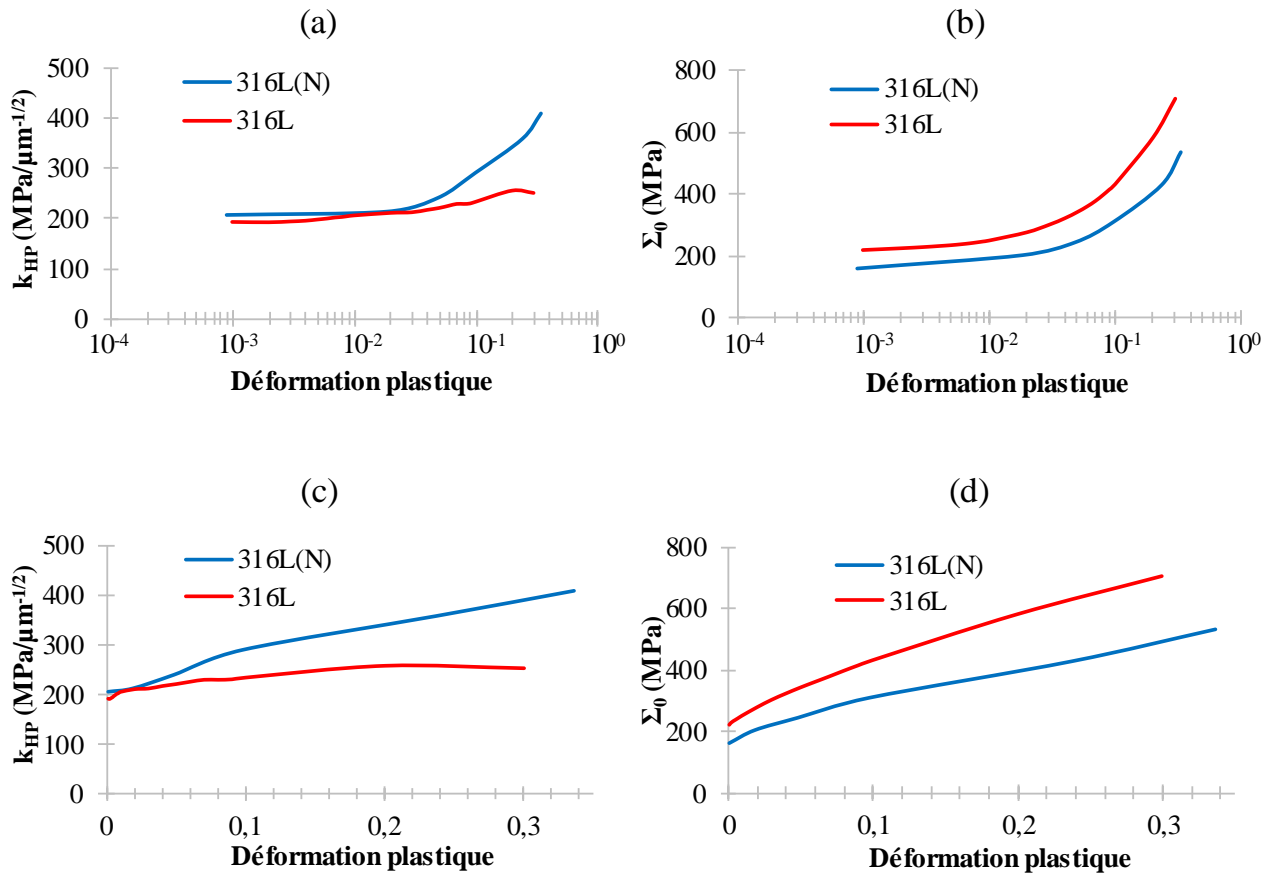


Figure 2.11. Comparaisons des coefficients de Hall-Petch pour les aciers 316L et 316L(N) à partir des essais de traction sur éprouvettes fines à petits et gros grains et des données de [Singh et al. 2002] et [Kashyap et Tangri 1995] (a, c) k_{HP} (b, d) Σ_0

Hall-Petch coefficients obtained from the mean grain size and from the mean relative surface in comparison to the results of [Kashyap & Tangri 1995 ; Singh et al. 2002 ; Schwartz et al. 2013] (a, c) k_{HP} (b, d) Σ_0

2.3 Essais de déformation cyclique

Composition	N32 / K87	[Singh et al. 2002] 316L	[Kashyap et Tangri 1995] 316L(N)
Ni	10,093	13,726	11,29
Si	0,335	0,528	0,52
Mo	2,044	2,025	2,1
Mn	1,286	?	1,46
C	0,022	0,003	0,01
Cr	16,543	18,053	16,84
N	0,048	?	?
γ_{SFE} [Pickering 1978] (mJ.m ⁻²)	30,4	31,3	28,7
SFE/ μb (x 10 ⁻³)	1,64	1,68	1,55

Tableau 2.4. Comparaisons des compositions chimiques et des énergies de faute d'empilement pour nos matériaux et ceux publiés dans la littérature pour l'acier 316L et l'acier 316L(N)

Comparison of the chemical compositions and stacking fault energies for our materials and for 316L and 316L(N) SS published in literature

2.3 ESSAIS DE DEFORMATION CYCLIQUE

2.3.1 Géométries d'éprouvettes utilisées

Deux géométries d'éprouvettes ont été utilisées dans le cadre de cette étude :

- Des éprouvettes plates dont l'épaisseur est de 1 mm, ce qui est du même ordre de grandeur que l'épaisseur des murs entre canaux de l'ECSG (introduction). La longueur et la largeur en partie utile sont respectivement de 8 mm et 2 mm, les rayons des congés sont de 2 mm.
- Des éprouvettes cylindriques normalisées de 8 mm de diamètre (ISO 12106:2017). La longueur en partie utile est de 16 mm, les rayons des congés sont de 32 mm.

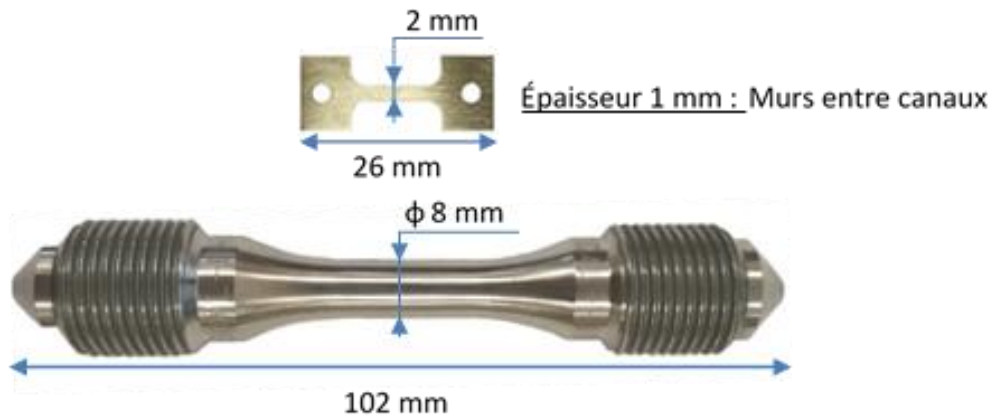


Figure 2.12. (a) Eprouvettes fines et (b) éprouvettes cylindriques normalisées utilisées pour les essais cycliques

Pictures of a (a) thin plate sample and (b) of a thick cylindrical sample (standard for fatigue tests)

Des plans côtés des éprouvettes sont présentés en annexe du manuscrit. Par manque de matière, des éprouvettes cylindriques 6 mm de diamètre, usinées pour une précédente étude ont été intégrées aux résultats sans qu'une différence ne soit visible.

Pour chaque géométrie d'éprouvette utilisée, sa plus faible épaisseur, la surface totale et le volume total en longueur utile sont présentés dans le tableau 2.5. Les éprouvettes fines présentent des ratios entre surface totale et volume total supérieur aux éprouvettes cylindriques épaisses.

Eprouvette	Epaisseur la plus fine (mm)	Surface totale (mm ²)	Volume total (mm ³)
Plate, fine	1	48	16
Cylindrique épaisse	6	264	396
Cylindrique épaisse	8	402	804

Tableau 2.5. Plus faibles épaisseurs, surfaces et volumes totales des éprouvettes déformés cycliquement

Smallest thicknesses, total surfaces and volumes of the samples cyclically deformed

2.3.2 Développement et validation d'un montage pour essais cycliques alternés sur éprouvettes fines

Un montage permettant la réalisation d'essais de déformations cycliques alternés (avec un rapport de déformation négatif sur les éprouvettes fines) a été conçu. Celui-ci s'adapte sur des lignes existantes (servant à solliciter les éprouvettes cylindriques normalisées), montées sur une machine de fatigue à grands nombre de cycles (machine servo-hydraulique INSTRON 8801,

laboratoire SRMA/LC2M).

2.3.2.1 Description du montage

Le schéma du montage développé est présenté sur la figure 2.13 (plans T. Nguyen, SRMA/LC2M). Des cales biaisées compriment les têtes de l'éprouvette contre le corps du montage. Tous les déplacements relatifs de l'éprouvette par rapport au montage sont supprimés, aussi bien en traction qu'en compression.

Afin de limiter tout risque de flambage où de déplacement hors plan dû à un défaut d'alignement, des cales en forme de 'T' ont été conçues. Celles-ci bloquent les déplacements hors-plan sur une partie de la longueur utile. Une feuille de téflon est placée entre les têtes des éprouvettes et les deux cales en 'T', afin de garantir que l'ensemble de la longueur utile des éprouvettes endure bien les déformations appliquées. Les déformations pourraient ne pas être réparties de manière uniforme en cas de frottement notable avec ces cales qui ont comme unique objectif de réduire les déplacements latéraux selon l'axe z (voir figure 2.13).

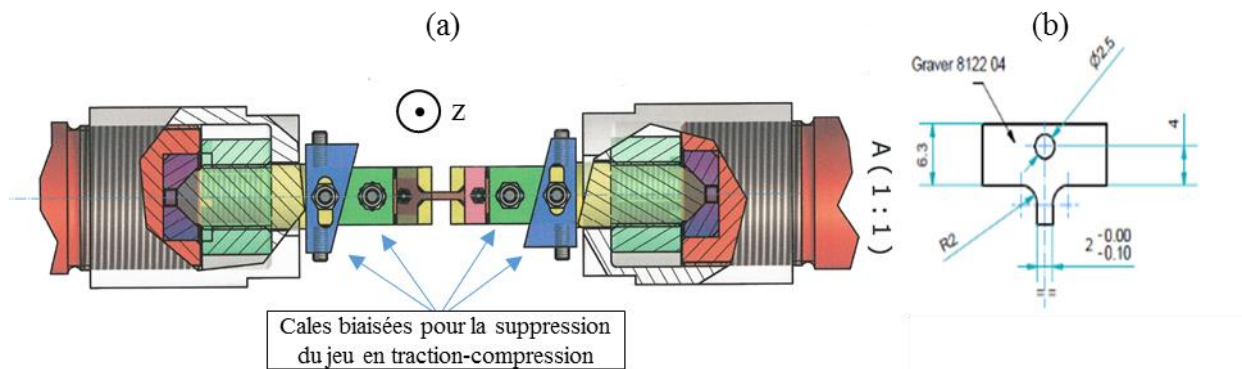


Figure 2.13. Schéma du montage et d'une cale permettant de réaliser les essais de traction-compression sur éprouvettes fines ($e = 1 \text{ mm}$) à température ambiante (plans TMA 2000 8122 de Tien Nguyen, SRMA/LC2M)

Schematic representation of the developed (a) assembly and (b) wedge used during tension-compression tests on thin samples ($e = 1 \text{ mm}$) at room temperature (made by Tien Nguyen, SRMA/LC2M)

Différentes étapes de validation du montage pour éprouvettes fines ont été réalisées. En premier lieu, étant donné que le suivi extensométrique ne peut se réaliser directement sur la longueur utile des éprouvettes, une comparaison entre déformations imposées (sur le montage) et déformations réelles des éprouvettes sur la zone utile a été réalisée. Une correction de la déformation est proposée dans la partie 2.3.2.2. Cette correction a ensuite été validée indépendamment par un essai de déformation cyclique suivi par corrélation d'images. Enfin,

une comparaison entre deux boucles d'hystérésis obtenues après un essai sur une éprouvette fine et un essai sur une éprouvette épaisse a été réalisée pour le matériau à forte taille de grains. Ces validations sont décrites dans les parties 2.3.2.2 à 2.3.2.4 avant l'exploitation du montage.

2.3.2.2 Correction de la déformation imposée

Le suivi extensométrique est rendu difficile par les faibles dimensions des éprouvettes fines (longueur utile de 8 mm) et l'encombrement important du montage et des cales en 'T'. Des stries ont donc été usinées sur les parties hautes et basses des têtes d'amarrage afin de pouvoir y positionner un extensomètre à base de mesure 10 mm (figure 2.14).

Cependant, des déformations supplémentaires apparaissent lorsque l'extensomètre est positionné au-delà de la longueur utile des éprouvettes (et non directement dessus). Pour cela, les déformations réelles des éprouvettes sont calculées à partir des déformations imposées et du module d'Young connu du matériau sollicité, (voir équations 2.2 à 2.4 ci-dessous).

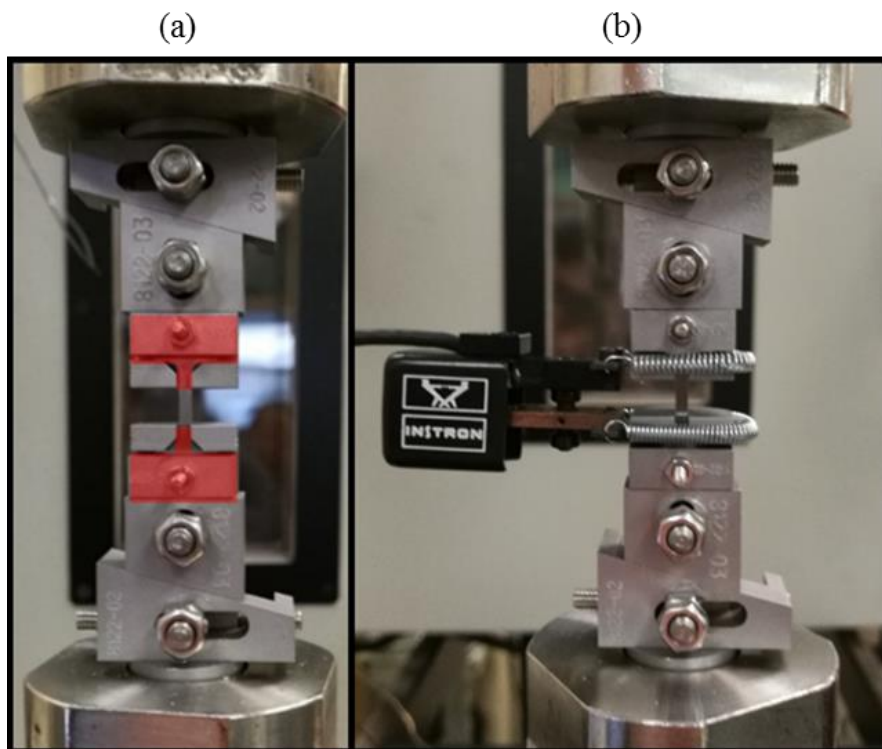


Figure 2.14. Clichés du montage pour la déformation cyclique sur éprouvettes fines (a) non instrumenté avec cales en 'T' schématisées en rouge et (b) instrumenté d'un extensomètre longitudinal avec cales en 'T'

Pictures of the assembly for cyclic deformation of thin plate samples (a) non-instrumented with T-shaped wedges schematically represented in red and (b) instrumented with a T-shaped wedge and a longitudinal extensometer

Dans le régime de réponse linéaire, étant donné le montage en série, la déformation élastique ε^{tot} mesurée par l'extensomètre peut être décomposée en une somme de la réponse élastique de la longueur utile de l'éprouvette ε^e et d'une réponse élastique annexe ε^{rig} (équation 2.2). La réponse élastique annexe est supposée correspondre aux déformations élastiques du montage et des congés des éprouvettes (équation 2.3, figure 2.12).

Lors de la déformation élastoplastique des éprouvettes, la déformation imposée est corrigée en considérant que les déformations annexes sont linéairement dépendantes de la contrainte axiale et que l'intégralité de la déformation plastique est portée par la longueur utile des éprouvettes (équation 2.4).

$$\varepsilon^{tot} = \varepsilon^e + \varepsilon^{rig} \quad (2.2)$$

$$\frac{\sigma}{E^{tot}} = \frac{\sigma}{E^{mat}} + \frac{\sigma}{E^{rig}} \Rightarrow E^{rig} = \left(\frac{1}{E^{tot}} - \frac{1}{E^{mat}} \right)^{-1} \quad (2.3)$$

$$\varepsilon^{tot} = \varepsilon^e + \varepsilon^p + \varepsilon^{rig} \Rightarrow \varepsilon^e + \varepsilon^p = \varepsilon^{tot} - \frac{\sigma}{E^{rig}} \quad (2.4)$$

2.3.2.3 Validation par corrélation d'images numériques

Un essai cyclique instrumenté permettant la mesure de champs de déplacements par corrélation d'images numériques (CIN, ou « DIC ») a été réalisé (méthode développée par Ludovic Vincent, SRMA/LC2M). Cette méthode permet de valider la correction de la déformation très simplifiée proposée dans la partie 2.3.2.2. Tout d'abord, un mouchetis de peinture a été projeté sur une éprouvette fine (figure 2.15.a) afin de créer de nombreux motifs pouvant être suivis par un logiciel de corrélation. Le logiciel Ariane, à but non-commercial et développé au laboratoire Mateis a été utilisé. Au travers de 4 extensomètres virtuels, le niveau de déformation que subit la zone utile de l'éprouvette en cours d'essai est mesuré. Pour réaliser cet essai, une caméra rapide Basler (acA2040-180km) capable de filmer à 180 images par secondes (2000 x 2000 pixels) associée à un éclairage puissant ont été utilisés. Une amplitude de déformation de $\Delta\varepsilon_{tot}/2 = 0,3\%$ (avant correction, cf 2.3.2.2) à une fréquence de 1Hz a été imposée. Les réponses des extensomètres virtuels (CIN, ou « DIC ») sont comparés à la réponse corrigée de l'extensomètre au cycle stabilisé sur la figure 2.15.b. L'écart entre les valeurs crêtes corrigées de l'extensomètre et des moyennes des 4 corrélations est de 7% et 9% respectivement pour les valeurs maximales et minimales.

Ce résultat modère l'interprétation réalisée en partie 2.3.2.2, la réponse de l'extensomètre ne semble pas uniquement composée de la déformation élastoplastique de la longueur utile des

éprouvettes et d'une déformation élastique annexe. Il paraît raisonnable de considérer également une déformation plastique annexe, notamment localisée dans la base des deux congés. Cette déformation plastique annexe demeure relativement faible devant la déformation totale. Cette déformation est certainement contenue au niveau des congés des éprouvettes. Un pilotage des essais avec l'extensomètre positionné sur la longueur utile des éprouvettes aurait été plus adapté, mais l'encombrement du montage visant à limiter le flambage ne le permet pas.

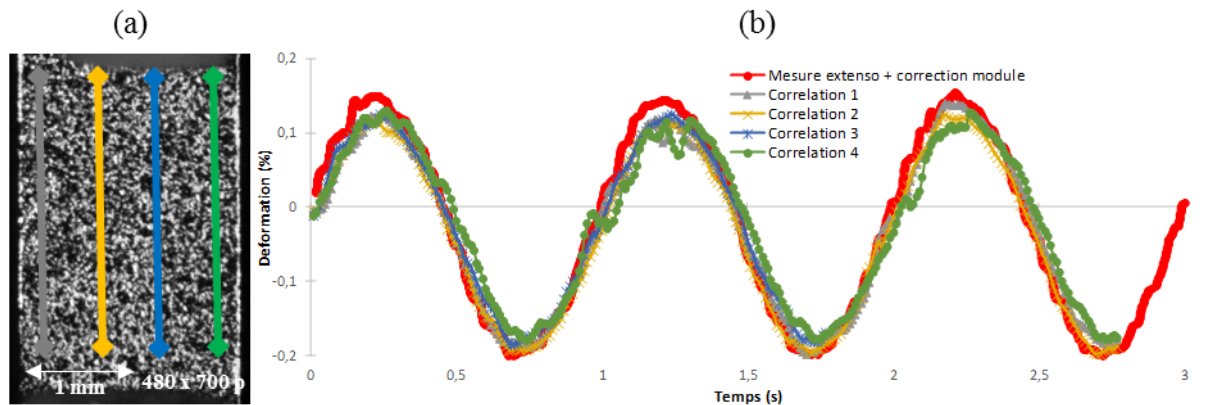


Figure 2.15. (a) Cliché avant essai du mouchetis projeté sur la longueur utile de l'éprouvette et tracés des quatre 4 extensomètres virtuels servant à la corrélation d'images ; (b) comparaison entre la déformation axiale corrigée de la mesure extensométrique et les quatre corrélations d'images.

(a) Picture of the speckled sample with four virtual extensometers used for the digital image correlation ; (b) comparison between corrected longitudinal strain measured by the extensometer and strain calculated by the four digital extensometers.

2.3.2.4 Comparaisons des boucles contrainte-déformation entre éprouvettes fines et épaisses

Cette dernière étape de validation consiste dans la comparaison des boucles d'hystérésis mesurées entre une éprouvette épaisse et une éprouvette fine. La comparaison est réalisée pour des matériaux à même histogrammes de taille de grains et pour un nombre de cycles identique. Cette validation ne peut s'effectuer que dans la première partie d'essai car une fois les premières fissures amorcées, le comportement cyclique peut alors être altéré étant donné la différence d'épaisseur des deux éprouvettes (1 mm et 8 mm). En l'occurrence, les durées de vies obtenues sont d'environ 1000 cycles pour des essais à amplitude de déformations proches de $\Delta\varepsilon_{10l}/2 \approx 0,7\%$ (après correction dans le cas de l'éprouvette fine). Les boucles d'hystérésis obtenues à 200 cycles sont tracés sur la figure 2.16 ci-dessous. Le tableau 2.6 résume les conditions d'essais ainsi que les amplitudes de contraintes et déformations plastiques mesurées lors de l'essai.

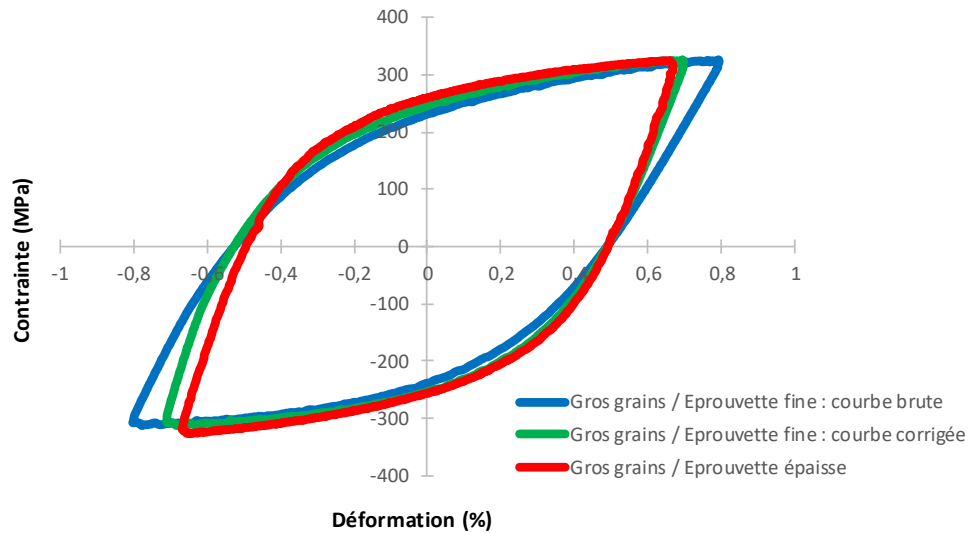


Figure 2.16. Boucles contraintes-déformations entre éprouvette fine et éprouvette épaisse sollicitées à $\Delta\varepsilon_p/2 \approx 0,5\%$, en vue de la validation du montage

Comparison of the hysteresis loops for thin plate samples with small grains (blue line) and large grains (green line), and thick sample with large grains (red line) obtained by cyclic deformation at a plastic strain amplitude of $\Delta\varepsilon_p/2 \approx 0.5\%$ at saturation. Validation of the developed assembly

Eprouvette	Amplitude de déformation imposée (%)	Amplitude de déformation zone utile (eq. 2.4) (%)	Amplitude de déformation plastique (%)	Amplitude de contrainte (MPa)	Contrainte maximale (MPa)	Contrainte minimale (MPa)
Fine	0,80	0,70	0,54	320	326,7	-312,7
Epaisse	0,67	0,67	0,51	326	325,08	-327,20

Tableau 2.6. Comparaison des amplitudes de contraintes et de déformations entre essais sur éprouvettes de faible épaisseur et essais sur éprouvettes de forte épaisseur

Comparison of stresses and strains amplitudes measured during tests carried out on thin plate and thick cylindrical samples for validation of the correction (equation 2.4)

Les amplitudes de déformation réelles et plastiques mesurées sur l'éprouvette fine sont supérieures respectivement de 4% et 6% à celles mesurées sur l'éprouvette épaisse. Une amplitude de contrainte légèrement supérieure aurait également dû être mesurée pour l'éprouvette fine. Les contraintes maximales mesurées sont quasi-identiques (2% d'écart), néanmoins une légère augmentation de la contrainte minimale est observée pour l'éprouvette fine (augmentation de 4%) ce qui engendre une très légère dissymétrie des boucles d'hystérésis. Une contrainte minimale d'amplitude plus élevée pour l'éprouvette fine peut indiquer un léger déplacement hors plan de l'éprouvette (ou une mise en flexion de l'éprouvette) durant la phase de compression, induit par un défaut d'alignement des lignes d'amarrage.

2.4 Effets de la taille de grains et de l'épaisseur d'éprouvette sur le comportement cyclique

Néanmoins, ces différences ne semblent que peu influencer les résultats. De plus, étant donné l'ensemble des étapes de validation réalisées précédemment, le montage pour éprouvettes fines permet d'obtenir des comportements et résultats tout à fait acceptables.

2.4 EFFETS DE LA TAILLE DE GRAINS ET DE L'ÉPAISSEUR D'ÉPROUVETTE SUR LE COMPORTEMENT CYCLIQUE

Des essais cycliques alternés ont été menés à température ambiante selon un rapport de déformation négatif $R_\epsilon = -1$ (traction-compression symétrique). Pour rappel, l'objectif de ces essais est la quantification des effets combinés du grossissement de la taille de grains et de la diminution de l'épaisseur des éprouvettes sur la durée de vie et sur les dispersions associées.

Afin d'accroître la compréhension de ces paramètres, des essais sur différentes géométries d'éprouvettes et sur différents états microstructuraux du matériau étudié ont été conduits :

- 1) Essais sur éprouvettes fines à forte taille de grains ;
- 2) Essais sur éprouvettes fines à faible taille de grains ;
- 3) Essais sur éprouvette épaisses à forte taille de grains.

La comparaison des résultats (1) aux résultats (2) permet d'appréhender l'effet du grossissement de la taille de grains sur la durée de vie. La comparaison des résultats (1) aux résultats (3), permet de discuter de l'effet d'une diminution de l'épaisseur des éprouvettes (ou d'une structure). Enfin, en comparant les résultats (2) aux résultats (3), les effets combinés du grossissement de la taille de grains et de la diminution de l'épaisseur pourront être quantifiés et discutés.

▪ Conditions des essais :

Tous les essais ont été réalisés en déformation totale imposée. Le chargement cyclique en service de l'ECSG n'étant pas encore clairement identifié, une large gamme de niveaux de déformations a été investiguée. Ainsi les différents effets sont quantifiés pour les domaines des courtes aux longues durées de vies en fatigue.

Afin d'obtenir des durées d'essais les plus courtes possible, la fréquence de sollicitation a été ajustée au travers d'essais cycliques préliminaires instrumentés par une caméra thermique (essais d'auto-échauffement). La fréquence maximale (pour chaque niveau de déformation) permettant de ne pas causer d'élévation de température dans les éprouvettes est identifiée. Une

2.4 Effets de la taille de grains et de l'épaisseur d'éprouvette sur le comportement cyclique

élévation de température des éprouvettes pourrait modifier leur comportement élasto-viscoplastique et impacter leur comportement cyclique [Kalantary et al. 1994 ; Alain et al. 1997]. Des éprouvettes d'acier 316L issues d'un autre assemblage CIC (code CEA L56) ont été sollicitées cycliquement à différents niveaux de déformations (une éprouvette par niveau). Des paliers croissants de fréquence ont été appliqués à chaque niveau de déformation (jusqu'à stabilisation de la température). Les résultats des essais sont résumés dans le tableau 2.7. $\Delta\varepsilon_{tot}/2$ représente l'amplitude de déformation imposée, f la fréquence d'essai, $\dot{\varepsilon}_p$ la vitesse moyenne de déformation plastique et ΔT l'élévation de température mesurée. La vitesse de déformation plastique est considérée car seule la plasticité est associée à une élévation de température (frictions internes induites par la mobilité des dislocations). La phase élastique du chargement cyclique permet à l'inverse aux éprouvettes de dissiper des calories.

Eprouvette	$\Delta\varepsilon_{tot}/2$ (%)	f (Hz)	$\dot{\varepsilon}_p$ (s^{-1})	ΔT ($^{\circ}C$)
1	0,3	3	$7,2 \cdot 10^{-3}$	2
	0,3	5	$1,2 \cdot 10^{-2}$	3
	0,3	7	$1,7 \cdot 10^{-2}$	4
	0,3	10	$2,4 \cdot 10^{-2}$	6
2	0,4	10	$5,2 \cdot 10^{-2}$	9
	0,6	3	$3,7 \cdot 10^{-2}$	5
3	0,6	4	$5 \cdot 10^{-2}$	7
	0,6	5	$6,2 \cdot 10^{-2}$	10
	0,6	6	$7,4 \cdot 10^{-2}$	11
	0,6	7	$8,7 \cdot 10^{-2}$	13
4	0,7	2	$3,2 \cdot 10^{-2}$	5
	0,7	3	$4,8 \cdot 10^{-2}$	8
	0,7	4	$6,4 \cdot 10^{-2}$	10
	0,7	5	$8 \cdot 10^{-2}$	14
5	0,8	1	$2 \cdot 10^{-2}$	3
	0,8	2	$4 \cdot 10^{-2}$	7
	0,8	2,5	$5 \cdot 10^{-2}$	8
	0,8	3	$5,9 \cdot 10^{-2}$	10

Tableau 2.7. Résultats des essais préliminaires d'auto-échauffement pour la détermination de la vitesse de déformation plastique maximale ne causant pas d'élévation de température

Results of the self-heating tests performed for the determination of the appropriate maximum plastic deformation rate that not cause an increase of the temperature

L'évolution de la température des éprouvettes en fonction de la vitesse de déformation plastique est présentée sur la figure 2.17. Une évolution linéaire est mesurée entre les deux paramètres. Une vitesse de déformation plastique de $\dot{\varepsilon}^p = 10^{-2} s^{-1}$ est sélectionnée pour la suite des essais. Cette vitesse permet d'optimiser la durée des essais et limite au maximum l'effet de l'auto-échauffement des éprouvettes sur le comportement élastoviscoplastique. Ainsi, quel que soit l'amplitude de déformation imposée, une élévation de température inférieure à $3^{\circ}C$ sera

engendrée.

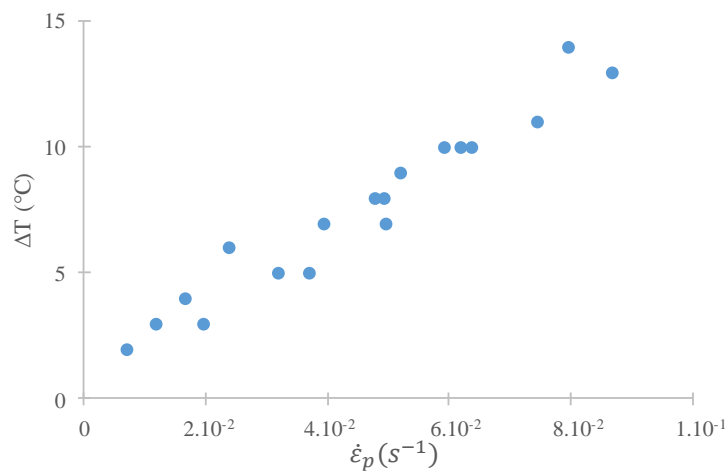


Figure 2.17. Augmentation de température mesurée en fonction de la vitesse moyenne de déformation plastique dans un acier 316L (après saturation de l'écrouissage)

Plot of the temperature increase in function of the mean plastic strain rate in a 316L SS cyclically deformed (after stress saturation)

Dans la partie 2.4.1, une analyse de l'écrouissage cyclique dépendante de la microstructure et de l'épaisseur des éprouvettes est tout d'abord proposée. Ensuite, les résultats des essais à rupture en fonction de l'épaisseur des éprouvettes et de la taille de grains sont présentés et discutés en partie 2.4.2.

Un grand nombre d'essais cycliques à rupture ont été réalisés, les différentes conditions d'essais sont résumées dans le tableau 2.8. La fréquence d'essai a été ajustée de manière à ce que la vitesse moyenne de déformation plastique soit de l'ordre de $\dot{\epsilon}^p = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$.

2.4 Effets de la taille de grains et de l'épaisseur d'éprouvette sur le comportement cyclique

Matériau Géométrie d'éprouvette	Amplitude de déformation totale (%)						
	Nombre d'essais						
	Fréquence (Hz)						
N32	0,8	0,6	0,4	0,3	0,25	0,23	0,2
Mince (e=1 mm)	3 essais 0,5	3 essais 0,8	1 essai 1,9	10 essais 4	2 essais 8	1 essai 8	1 essai 9,6
K87	0,8	0,58	0,4	0,3	0,25	0,23	0,2
Mince (e=1 mm)	4 essais 0,5	3 essais 0,8	4 essais 1,9	5 essais 4	13 essais 6 - 8	5 essais 10	
K87 Cylindrique épaisse (φ=8 mm)			0,25 2 essais 3			0,15 2 essais 5,5	
K87 Cylindrique épaisse (φ=6 mm)				0,66 3 essais 0,5			
Total				62 essais			

Tableau 2.8. Conditions des essais à rupture réalisés, contrôle en déformation totale

Experimental summary of the cyclic tests performed up to failure, total strain controlled tests

2.4.1 Etude de l'écrouissage cyclique

Des différences de comportement cyclique entre essais sont attendues en fonction de (i) l'amplitude de déformation imposée et (ii) de la taille de grains du matériau. L'épaisseur des éprouvettes n'est pas censée modifier le comportement cyclique durant la majeure partie de la durée de vie, sauf si le matériau à gros grains sollicité avec les éprouvettes minces ne comportait plus de volume élémentaire représentatif.

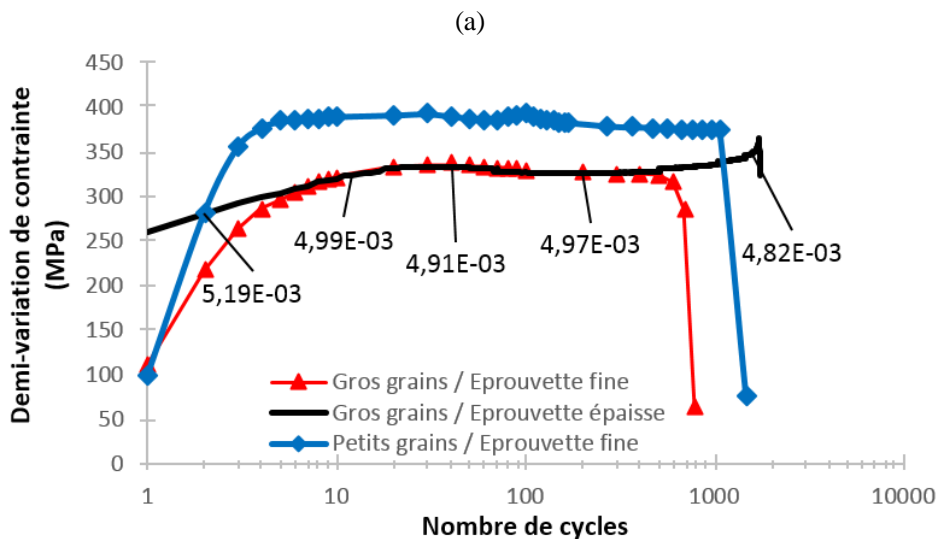
Les différences de comportement cycliques entre deux éprouvettes fines à faible et forte taille de grains et une éprouvette épaisse à forte taille de grains sont présentées sur la figure 2.18. Ces essais ont été réalisés à des amplitudes de déformations de $\Delta\varepsilon_{tot}/2 = 0,7\%$ pour les éprouvettes à gros grains et $\Delta\varepsilon_{tot}/2 = 0,58\%$ dans le cas de l'éprouvette à petits grains. Les différences de comportement lors des six premiers cycles entre éprouvettes fines et épaisse sont dues à l'imposition d'une amplitude de déformation croissante. Cela permet de limiter tout risque de dépassement de la déformation de consigne.

La variation de l'épaisseur des éprouvettes n'a pas engendré de modification du durcissement cyclique jusqu'à environ 50% de la durée de vie. Les courbes pour la faible et la forte épaisseurs d'éprouvette du matériau à gros grains, K87, sont alors superposées (respectivement rouge et noire). Les labels sur la courbe noire correspondent aux variations d'amplitudes de déformation

2.4 Effets de la taille de grains et de l'épaisseur d'éprouvette sur le comportement cyclique

plastique au cours de la durée de vie. En ce qui concerne la taille de grains, sa diminution engendre systématiquement une augmentation de l'amplitude de contrainte (courbe bleue). Cela s'explique par l'augmentation des contraintes internes à longue portée, induites par l'augmentation du nombre d'évènements d'incompatibilité élastoplastique intergranulaire [Feaugas et Haddou 2003].

Une fois un nombre suffisant de microfissures amorcées et ayant commencé à se propager, le rôle de l'épaisseur sur la durée de vie devient alors de plus en plus influent. La principale barrière à l'avancée des fissures est constituée par les joints de grains. De nombreux auteurs ont déjà mesuré la chute de la vitesse de propagation d'une fissure courte à l'approche d'un joint de grains [Marx et al. 2006 ; Chowdhury et Sehitoglu 2016]. Dans le cas des fissures physiquement courtes ou longues (se référer à la partie 1.2), la propagation devient alors perpendiculaire à la direction de sollicitation et se passe alors quasi-exclusivement en mode I.



2.4 Effets de la taille de grains et de l'épaisseur d'éprouvette sur le comportement cyclique

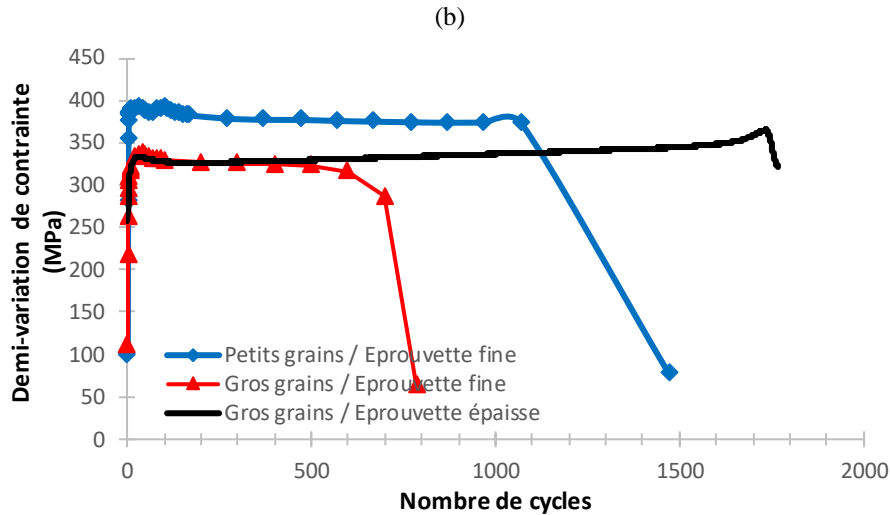


Figure 2.18. Courbes enveloppe pour les trois types d'éprouvettes sollicitées à des déformations plastiques à saturation de $\Delta\varepsilon_p/2=5.10^{-3}$ pour les éprouvettes à gros grains, et $\Delta\varepsilon_p/2=4.10^{-3}$ pour l'éprouvette à petits grains (a) échelle logarithmique (b) échelle linéaire

Fatigue hardening-softening curves for the three types of samples (thin plate with small grains in blue, thin plate with large grains in red and large cylindrical with large grains in black). The saturated plastic amplitude for the large grains samples is $\Delta\varepsilon_p/2=5.10^{-3}$ and $\Delta\varepsilon_p/2=4.10^{-3}$ for the small grain sample (a) logarithmic scale (b) linear scale

Une analyse de l'amplitude de contrainte en fonction de l'amplitude de déformation plastique est présentée sur la figure 2.19. Les points expérimentaux sont tracés à mi-durée de vie des éprouvettes fines. Pour les éprouvettes épaisses, les points sont tracés aux mêmes nombres de cycles que pour les éprouvettes fines, afin d'éviter tout biais lié au durcissement qui évolue légèrement au cours de la vie des éprouvettes (voir figure 2.18). Des augmentations systématiques des amplitudes de contraintes sont engendrées par une diminution de la taille de grains (quel que soit le niveau de déformation plastique). L'épaisseur de l'éprouvette ne devrait pas modifier l'amplitude de contrainte mesurée. Ces faibles écarts indiquent potentiellement un nombre de grains insuffisant dans l'épaisseur des éprouvettes fines pour que celles-ci comportent un volume élémentaire représentatif du matériau. Le tracé en échelle logarithmique (figure 2.19.a) met en évidence un plateau pour des amplitudes de déformation comprises entre 2.10^{-4} et 1.10^{-3} . Ces chiffres sont en accord avec ceux de l'étude de [Polák et al. 1994] réalisée sur deux aciers austénitiques 316L à deux tailles de grains différentes. Des structures de dislocations typiques dans les grains bien orientés ont été mise en avant par [Polák et al. 1994] pour ces niveaux :

- Bandes planaires pour des amplitudes de déformation plastique inférieures à 10^{-4} ;
- BGP avec structure de dislocation en échelle, au sein d'une structure de type veine-

2.4 Effets de la taille de grains et de l'épaisseur d'éprouvette sur le comportement cyclique

- canaux pour des amplitudes de déformation plastique comprises entre 10^{-4} et 10^{-3} ;
- Cellules de dislocations pour des amplitudes de déformation plastique supérieures.

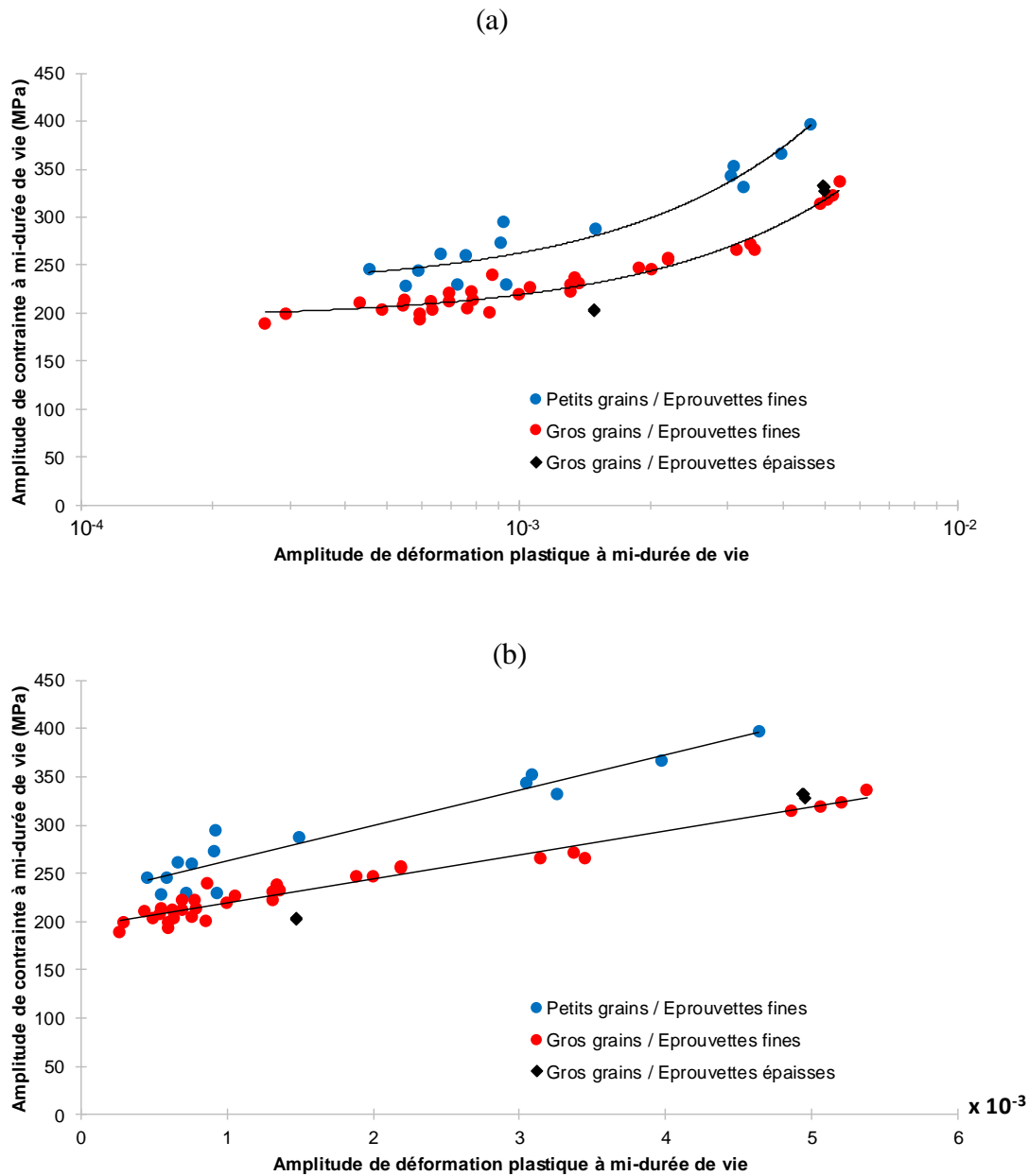


Figure 2.19. Amplitude de contrainte à mi-durée de vie (pour les éprouvettes fines) en fonction de l'amplitude de déformation plastique (a) échelle logarithmique (b) échelle linéaire

Stress amplitude in function of the plastic strain amplitude (both measured at half-lifetime) for the three kind of studied samples (a) logarithmic scale (b) linear scale

2.4.2 Analyse des résultats de durées de vie

Les effets de la taille de grains et de l'épaisseur des éprouvettes sur la durée de vie sont d'abord dissociés puis combinés dans les expériences. L'ensemble des résultats expérimentaux sont comparés aux données de durées de vies issues de la littérature (déjà exposées en détail dans la

2.4 Effets de la taille de grains et de l'épaisseur d'éprouvette sur le comportement cyclique

partie 1.5) sur aciers 316L et 316L(N) et de la base de données du code de dimensionnement RCC-MRx.

L'ensemble des tailles de grains dans les résultats ci-dessous sont exprimées en intégrant les joints de macles (2.2.1) et en considérant la méthode des interceptes (« intercept line method », voir 2.2.2).

- Effet de la taille de grains sur éprouvettes d'épaisseur standard :

Les courbes de Wöhler et de Manson-Coffin obtenues sur éprouvettes épaisses ($e = 8$ mm) à tailles de grains variables sont présentées respectivement dans les figure 2.20 et figure 2.21. Ces courbes permettent d'isoler les effets de tailles de grains pour une même épaisseur d'éprouvette. Les essais sur éprouvettes épaisses à gros grains¹ (losanges noirs) mettent en évidence un effet de taille de grains sur l'amplitude de contrainte (figure 2.20). Le grossissement de la taille de grains combiné à la présence de très gros grains engendrent une diminution de la contrainte (voir partie 2.2.1).

Les données de [Polák et al. 1994] montrent une forte baisse de durée de vie pour les essais aux faibles amplitudes de déformations plastiques (figure 2.21). Lorsque la taille de grains diminue d'un facteur deux, les essais sur éprouvettes épaisses à forte taille de grains aboutissent à des durées de vies supérieures (des facteurs supérieurs ou égaux à dix sont attendus dans les grands nombres de cycles à rupture).

¹ Seuls sept essais sur éprouvettes épaisses à gros grains ont été réalisés par manque de matière

2.4 Effets de la taille de grains et de l'épaisseur d'éprouvette sur le comportement cyclique

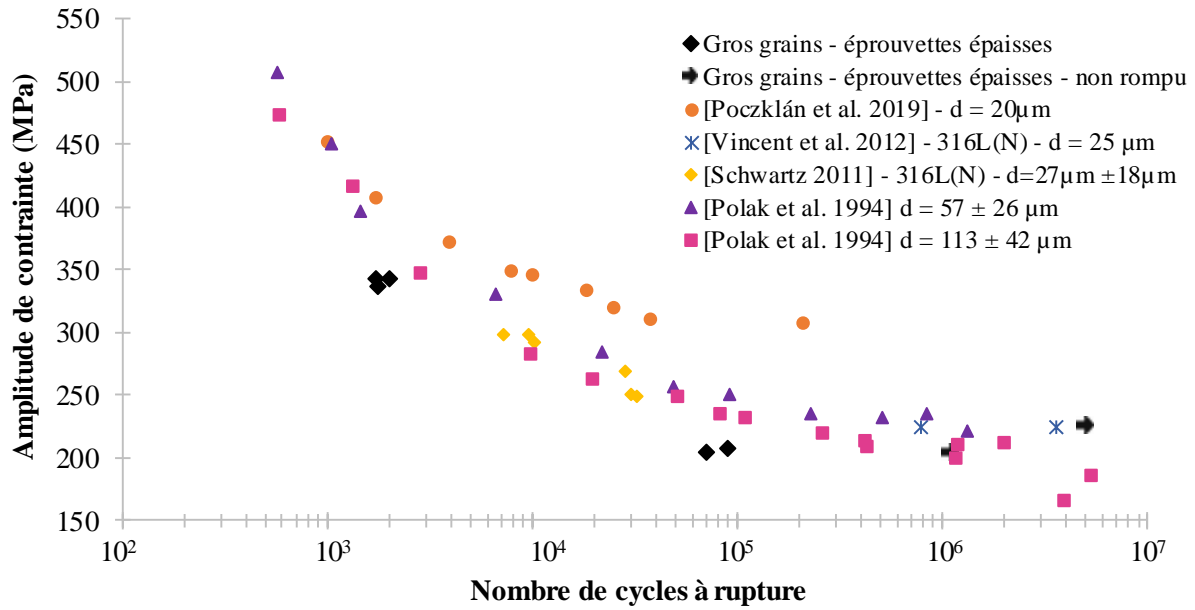


Figure 2.20. Courbes de Wöhler pour éprouvettes d'épaisseur standard (8 mm) pour différentes tailles de grains

S-N curves showing the influence of grain size for 316L and 316L(N) SS samples with standard thickness (8 mm) from our study and from literature

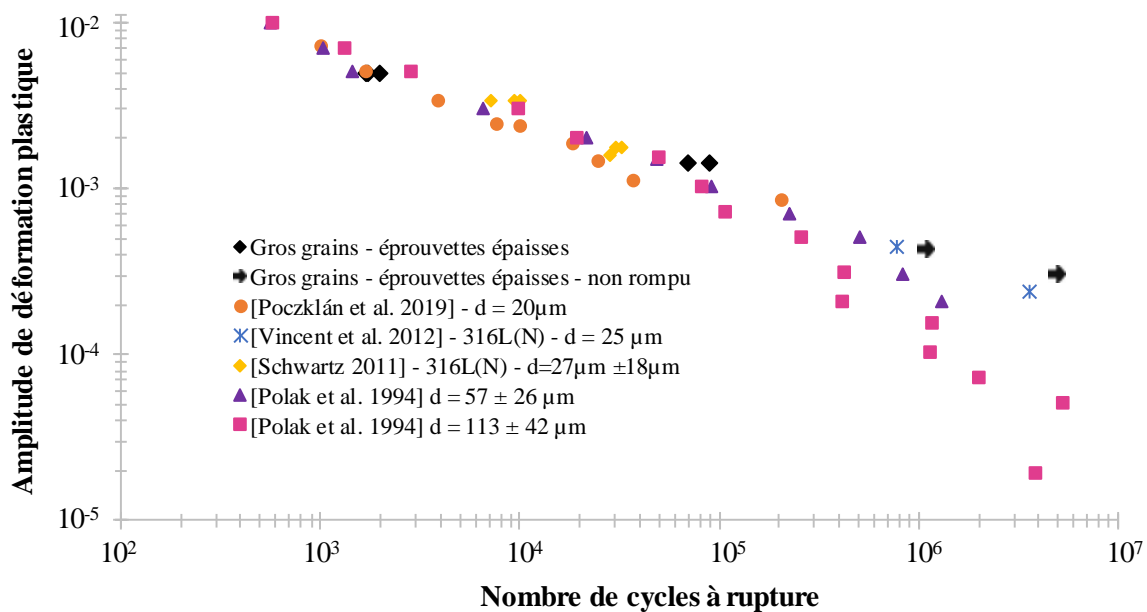


Figure 2.21. Courbes de Manson-Coffin pour éprouvettes d'épaisseur standard (8 mm) pour différentes tailles de grains

Manson-Coffin plots showing the influence of grain size for 316L and 316L(N) SS samples with a standard thickness (8 mm) from our study and from literature

- Effet de l'épaisseur sur matériaux à faibles tailles de grains :

Les courbes de Wöhler et de Manson-Coffin obtenues sur des éprouvettes de différentes épaisseurs pour les tailles de grains les plus faibles sont présentées respectivement sur les figure 2.22 et figure 2.23. Ces courbes permettent d'isoler les effets d'épaisseurs d'éprouvettes en présence d'une faible taille de grains. Les résultats d'essais sur éprouvettes fines à faible taille de grains (ronds bleus) mettent en avant des diminutions de durées de vies pour les fortes amplitudes de contraintes (i.e. supérieurs à 300 MPa, figure 2.22). Les résultats obtenus pour des amplitudes de contrainte inférieures mettent en évidence un effet compensatoire de la taille de grains sur l'épaisseur des éprouvettes (les durées de vies sur éprouvettes fines sont alors au même niveau que celles sur éprouvettes épaisses à taille de grains supérieures). Ces résultats sont en accord avec ceux de [Polák et al. 1994] qui mettent en évidence de faibles effets de taille de grains pour les niveaux de contraintes les plus élevés (voir figure 2.20 et Figure 2.21). Néanmoins, les données sur éprouvettes minces ($e = 1$ mm) restent plus faibles que celles obtenues sur éprouvettes standard ($e = 8$ mm). Les mêmes tendances sont observées en analysant l'amplitude de déformation plastique (figure 2.23). Une diminution de durée de vie est d'abord observée pour les fortes amplitudes de déformations plastiques. Aux basses amplitudes de déformations plastiques (inférieures à $5 \cdot 10^{-4}$, de fortes augmentations des durées de vies sont attendues).

Ces résultats mettent en avant une prépondérance de l'épaisseur des éprouvettes pour les fortes amplitudes de contraintes/déformations plastiques. Les faibles amplitudes de contraintes/déformations plastiques mettent en avant un effet prépondérant de la taille de grains sur la durée de vie.

2.4 Effets de la taille de grains et de l'épaisseur d'éprouvette sur le comportement cyclique

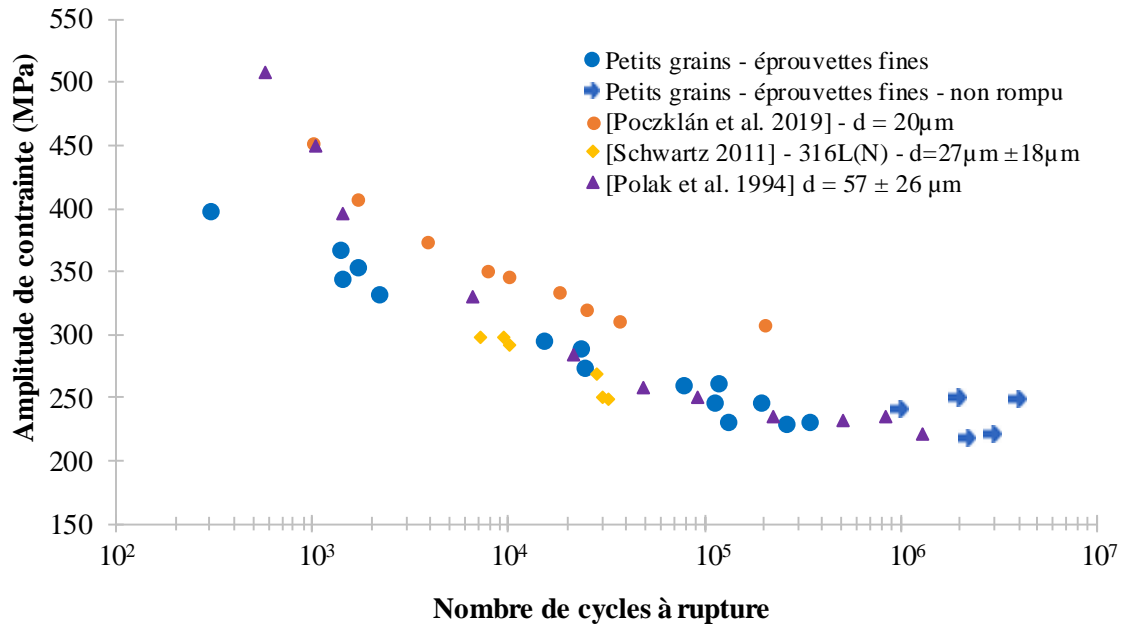


Figure 2.22. Courbes de Wöhler pour éprouvettes de 1 mm (points bleus) et éprouvettes de 8 mm (issues de littérature) à faible taille de grains

S-N curves highlighting the influence of the sample thickness for 316L and 316L(N) SS, with a low grain size from our study ($e = 1\text{mm}$, blue circle) and from the literature ($e = 8\text{mm}$)

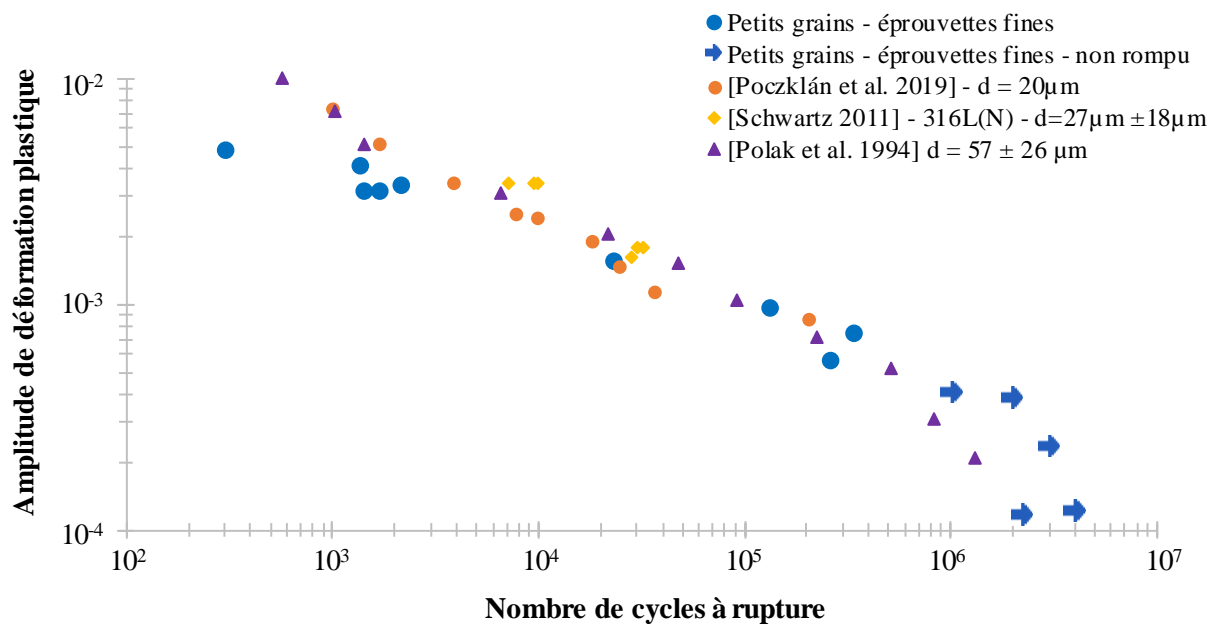


Figure 2.23. Courbes de Manson-Coffin pour éprouvettes de différentes épaisseurs et à faible taille de grains

Manson-Coffin plots showing effect of sample thickness for 316L and 316L(N) SS with small grains from our study (blue circle) and from the literature

2.4 Effets de la taille de grains et de l'épaisseur d'éprouvette sur le comportement cyclique

- Effet de l'épaisseur sur matériaux à fortes tailles de grains :

Les courbes de Wöhler et de Manson-Coffin obtenues sur éprouvettes de différentes épaisseurs et à fortes tailles de grains sont présentées sur les figure 2.24 et figure 2.25. Ces courbes permettent d'isoler les effets d'épaisseurs d'éprouvettes en présence d'une forte taille de grains.

La réduction d'épaisseur entre éprouvettes épaisses (losanges noirs) et éprouvettes fines (ronds rouges) engendre une diminution de durée de vie pour les forts niveaux de contraintes (figure 2.24). Nous avons montré sur la figure 2.19 que l'épaisseur des éprouvettes ne change que peu l'amplitude de contrainte obtenue entre éprouvettes épaisses et fines, ce qui confirme de nouveau le rôle de l'épaisseur sur la durée de vie.

Contrairement aux essais sur éprouvettes fines à faibles tailles de grains (figure 2.22 et figure 2.23), des diminutions des durées de vies sont obtenues par rapport aux données de [Polák et al. 1994] pour les faibles et fortes amplitudes de contraintes et de déformations plastiques (respectivement en figure 2.24 et figure 2.25) pour les essais sur éprouvettes fines à fortes tailles de grains.

A noter que des dispersions de durées de vies très importantes (proches d'un facteur cent) ont été mesurées sur les éprouvettes épaisses dans le domaine des grandes durées de vies.

Ces résultats mettent en avant une prépondérance de l'épaisseur des éprouvettes pour les faibles et fortes amplitudes de contraintes/déformations plastiques sur éprouvettes à forte taille de grains.

2.4 Effets de la taille de grains et de l'épaisseur d'éprouvette sur le comportement cyclique

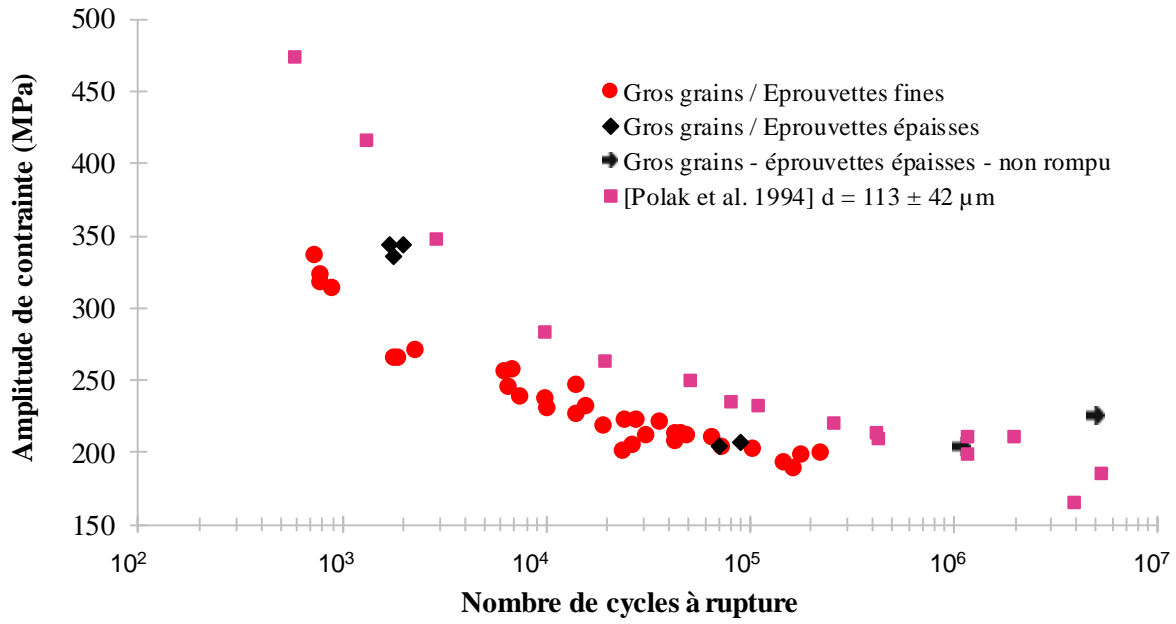


Figure 2.24. Courbes de Wöhler pour éprouvettes d'épaisseur variables à fortes taille de grains

S-N curves of the influence of sample thickness for 316L and 316L(N) SS samples with large grains from our study and from the literature

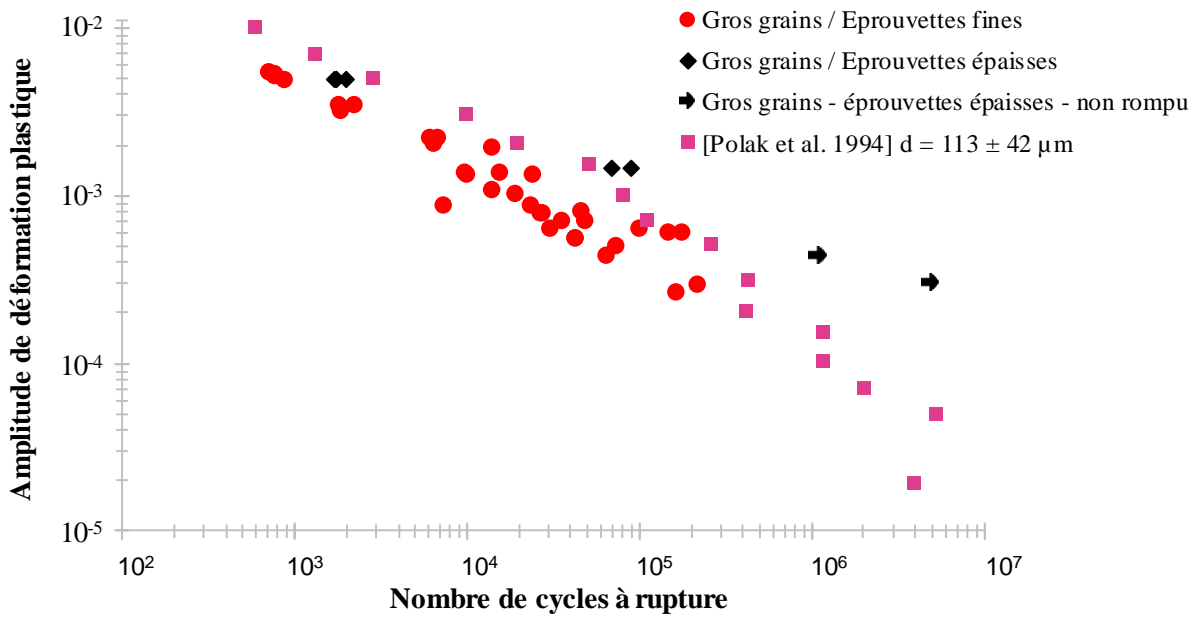


Figure 2.25. Courbes de Manson-Coffin pour éprouvettes d'épaisseur variables à fortes taille de grains

Manson-Coffin plots of the influence of sample thickness for 316L and 316L(N) SS samples with large grains from our study and from the literature

2.4 Effets de la taille de grains et de l'épaisseur d'éprouvette sur le comportement cyclique

▪ Comparaisons aux données de fatigue du code de dimensionnement RCC-MRx :

L'ensemble des résultats obtenus dans le cadre de ces travaux de thèses sont confrontés aux courbes de « Best-Fit » et de « Design » du code de dimensionnement RCC-MRx (figure 2.26).

La courbe de « Best-Fit » est issue de la moyenne d'un grand nombre de résultats d'essais cycliques obtenus sur aciers 316L et 316L(N) à taille de grains standard. Celle-ci prend en compte l'effet de nombreux paramètres de transfert de l'éprouvette de laboratoire au composant industriel tels que : effets de surface, d'environnement, d'échelle, etc. La courbe de « Design » est une courbe fortement pénalisée visant à prendre en compte l'ensemble des conditions expérimentales en service et non plus en laboratoire :

- Division par deux de la déformation ;
- Division par vingt du nombre de cycles à rupture.

Le fait d'obtenir des durées de vie inférieures à la courbe de design du code de dimensionnement est fortement problématique. En effet, nos essais ne tiennent pas compte des nombreuses autres contraintes pouvant détériorer encore plus fortement les durées de vie (tels que l'environnement et l'état de surface). Les effets d'environnement diffèrent en fonction de la technologie de centrale et du composant considérés. Dans le cas des réacteurs à eau pressurisés (REP), les tuyauteries primaires sont soumises à des environnements oxydants qui engendrent des diminutions de durées de vies par rapport à l'air et à plus forte raison dans le vide. Dans le cas des réacteurs à neutrons rapides (RNR), l'échangeur de chaleur (ECSG) sera soumis à des environnements considérés comme inertes (sodium ou azote) qui présentent des très faibles niveaux d'impuretés.

Les résultats d'essais sur éprouvettes fines à faible taille de grains mettent en avant une diminution de la durée de vie en comparaison à la courbe best-fit du RCC-MRx. L'épaisseur des éprouvettes joue un rôle essentiel sur la durée de vie. Quand l'épaisseur diminue, le nombre de barrières microstructurales à la propagation des fissures diminue également. Cela augmente donc la dangerosité d'une fissure d'une longueur donnée.

Une augmentation de la taille de grains combinée à une faible épaisseur accentue encore plus les écarts avec la courbe de best-fit. Dans cette configuration, la diminution est telle que la courbe de design du RCC-MRx n'est plus respectée. Cela invalide à juste titre toute utilisation d'un matériau à aussi forte taille de grains sous aussi faible épaisseur dans le cas d'un

2.4 Effets de la taille de grains et de l'épaisseur d'éprouvette sur le comportement cyclique

composant devant répondre aux règles imposées par le code de dimensionnement du RCC-MRx (dans ce cas la taille de grains a été volontairement exacerbée). Les essais sur éprouvettes épaisses normalisées à forte taille de grains ne présentent que peu d'écart vis-à-vis de la courbe de best-fit du RCC-MRx. La forte taille de grains de ces éprouvettes paraît alors compensée par leur plus grande épaisseur qui permet d'obtenir en moyenne plusieurs dizaines de grains dans l'épaisseur. Néanmoins, ces éprouvettes contiennent des grains ayant cru anormalement, une forte dispersion des durées de vie est à attendre quand le nombre de grains dans l'épaisseur peut varier si fortement (il existe un facteur 8 entre les plus gros grains et la taille de grains moyenne).

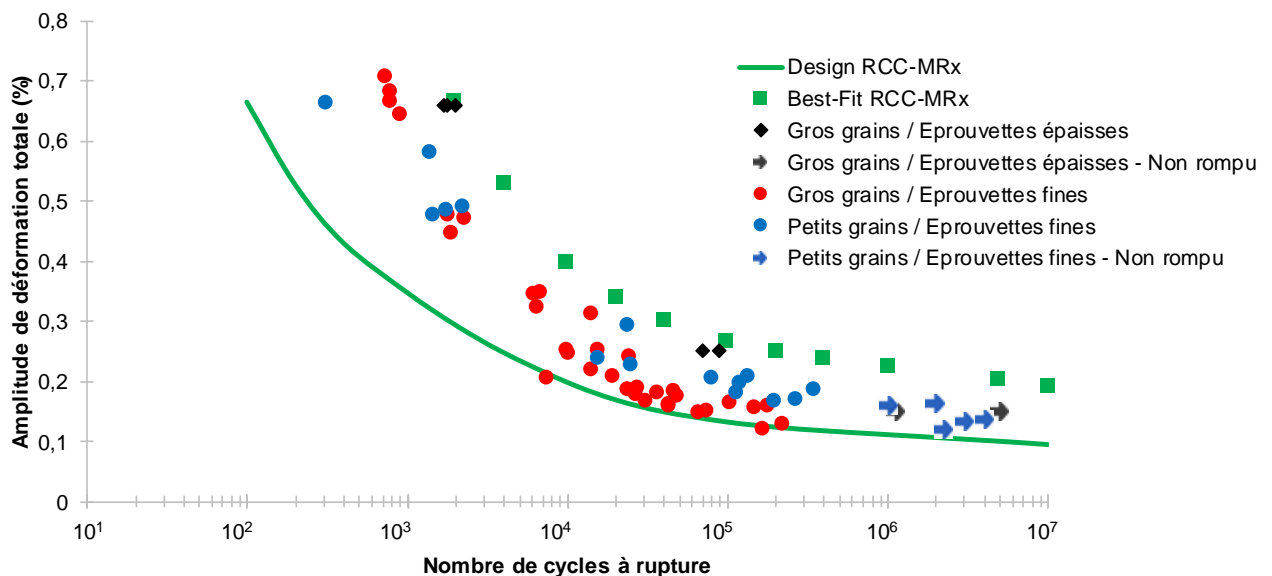


Figure 2.26. Durées de vies en fonction de l'amplitude de déformation totale (corrigée) imposée pour les différents matériaux et éprouvettes étudiées. Comparaisons aux données d'essais du code RCC-MRx.

Total strain (corrected)-lifetime plots for the different materials and samples studied in comparison with the RCC-MRx code (design and best-fit curves)

Les écarts maximum entre la courbe de best-fit du code de dimensionnement RCC-MRx et les résultats d'essais sont résumés dans le tableau 2.9. Au-delà de 10^4 cycles, une synergie est mise en évidence entre taille de grains et épaisseur d'éprouvette affectant la durée de vie. Une diminution d'épaisseur couplée à une augmentation de la taille de grains engendre alors la plus forte diminution des durées de vies lors de ces essais.

2.4 Effets de la taille de grains et de l'épaisseur d'éprouvette sur le comportement cyclique

Domaine	Faibles nombres de cycles ($N_R \leq 10^3$)	Oligocyclique ($10^4 \leq N_R \leq 10^5$)	Grands nombres de cycles ($N_R \geq 10^6$)
Effet			
Augmentation taille de grains	x 1	x 2,5	X
Diminution épaisseur	x 5	x 5	x 30
Augmentation taille de grains	x 2	x 20	> x 100
+ Diminution épaisseur			

Tableau 2.9. Facteurs multiplicatifs entre durées de vie des essais de la courbe de best-fit du RCC-MRx et des essais sur éprouvettes fines et épaisses à faible et forte tailles de grains

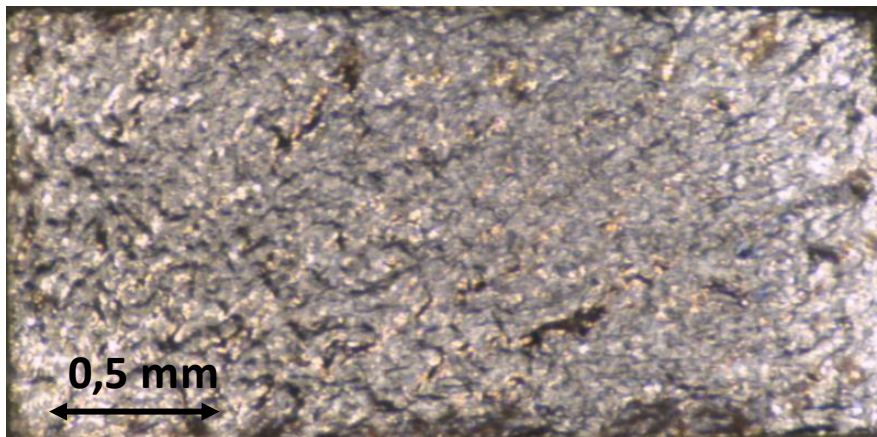
Ratio between lifetimes obtained using the the best-fit curve from the RCC-MRx code and cyclic tests performed on small and large thicknesses with small and large grain sizes

- Analyse des faciès de rupture :

Les éprouvettes à petits et gros grains présentent des faciès de rupture très différents. Des exemples de faciès typiques de ces deux matériaux sont présentés sur la figure 2.27. Ces faciès sont issus d'essais réalisés avec une amplitude de déformation de $\Delta \epsilon_{tot}/2 = 0,3\%$ sur éprouvettes fines. Les modes de propagations sont intragranulaires dans les deux éprouvettes. Le fort relief observé sur le faciès de l'éprouvette à gros grains indique que la propagation est fortement dépendante de la microstructure. L'éprouvette à petits grains présente un faciès beaucoup moins perturbé, mais plus difficile à qualifier. En effet, il est moins aisé d'affirmer si la propagation s'est effectuée en pure mode I (indépendamment de la microstructure) ou est également de manière dépendante de la microstructure (car cela n'est pas visible à cette échelle d'observation étant donné la faible taille de grains).

De plus, un pilotage d'essais en déformations imposées engendre la possibilité de ne pas obtenir de rupture finale brutale (rupture ductile lorsque la taille de la fissure principale devient suffisamment longue devant l'épaisseur des éprouvettes). Dans le cas d'essais réalisés en contraintes imposées, le comportement élastoplastique des deux matériaux étudiées serait quasi identique (car très peu d'écrouissage cyclique est mesuré, partie 2.4.1), et des ruptures beaucoup plus brutales seraient observées en fin d'essais. En effet lorsque la fissure principale se propage, les contraintes que subissent le ligament de matière résiduel augmentent et accélèrent la propagation de la fissure jusqu'à la ruine de l'éprouvette.

(a)



(b)

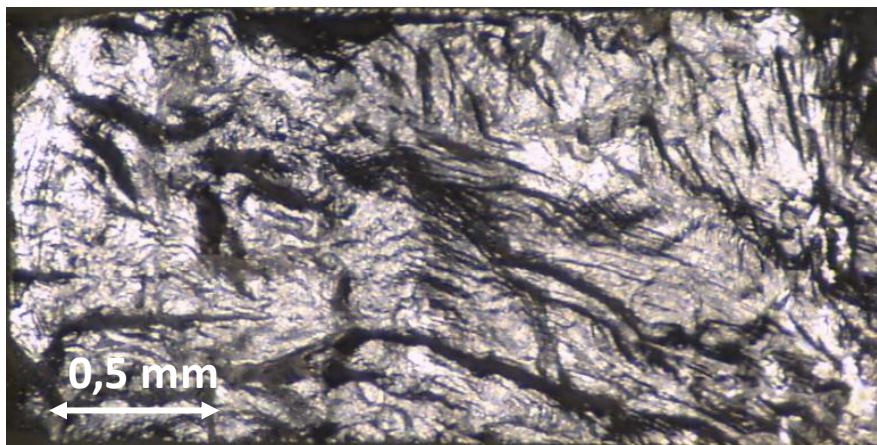


Figure 2.27. Faciès de rupture d'essais photographiés en microscopie optique sur éprouvettes plates sous $\Delta\varepsilon_{tot}/2=0,3\%$ ($N_R \approx 10^4$ cycles) pour les matériaux (a) à petits grains et (b) à gros grains

Fracture surfaces captured by optical microscopy on thin plate samples cyclically deformed at a total strain amplitude of $\Delta\varepsilon_{tot}/2=0,3\%$ ($N_R \approx 10^4$ cycles) with (a) small grains and (b) large grains

2.5 CONCLUSIONS

Les différentes caractérisations réalisées permettent de mieux appréhender les effets de la microstructure et de l'épaisseur de structure de l'ECSG sur la durée de vie en fatigue.

Le procédé de fabrication des modules de l'ECSG (SD-CIC) influence la microstructure et les propriétés mécaniques monotones. Une augmentation de la taille de grains accompagnée d'un grossissement de grains anormal a été mesurée. Une augmentation de la densité de joints de macles a également été mesurée. La texture cristallographique est légèrement plus marquée mais reste de même type que celle des tôles initiales (laiton laminé). Une forte baisse de la limite d'élasticité a été quantifiée, principalement imputable aux effets de tailles de grains.

La comparaison des résultats d'essais réalisés sur éprouvettes fines et épaisses à faibles et fortes tailles de grains aux résultats d'essais sur éprouvettes épaisses publiées dans la littérature a permis d'établir des tendances claires :

- Une augmentation de la taille de grains sur éprouvettes épaisses engendre des diminutions d'amplitudes de contraintes. Des dispersions très importantes des durées de vies sont attendues pour le domaine des longues durées de vies ;
- Une réduction d'épaisseur des éprouvettes n'engendre que peu d'influence sur la durée de vie d'éprouvettes à faibles tailles de grains. La taille de grain est alors le paramètre prépondérant sur la durée de vie ;
- Une réduction d'épaisseur des éprouvettes à forte taille de grains engendre une réduction systématique de la durée de vies. Des facteurs supérieurs à cent sont attendus pour le domaine des longues durées de vies.

Une faible épaisseur des murs qui séparent les canaux de l'ECSG permet de maximiser le taux d'échange thermique entre sodium chaud et azote froid. Cela se fait alors au détriment de la durée de vie en fatigue. Des diminutions de durées de vies d'un facteur 5 et supérieures à 30 sont mesurées en comparaison de la courbe de Best-Fit (pour des essais sur éprouvettes à faibles tailles de grains), respectivement pour le domaine oligocyclique et des grands nombres de cycles. En conservant une forte épaisseur de structure (8 mm de diamètre en longueur utile dans ce cas), les diminutions de durées de vies liées au grossissement de la taille de grains sont d'un facteur 2,5 dans le domaine oligocyclique. Bien que la durée de vie ne soit que peu influencée par rapport au best-fit du RCC-MRx, l'utilisation d'un échangeur compact avec des murs aussi épais détériorerait de manière importante son efficacité. En couplant faible épaisseur et forte taille de grains, les pertes de durées de vies deviennent alors très importantes puisqu'elles sont de 20 pour le domaine oligocyclique et sont supérieures à 100 pour le domaine des grands nombres de cycles, à la température ambiante. Un compromis sur l'épaisseur entre performances thermiques et réduction de durée de vie est donc à rechercher. Cela permettra de minimiser la synergie entre faible épaisseur et taille de grains importante qui (i) détériore de manière importante la durée de vie et (ii) augmente les effets de dispersions. Cela augmente la difficulté d'utilisation de cette microstructure à une aussi faible épaisseur.

The various characterizations carried out in this chapter allow a better understanding of the effects of the microstructure and of the sample thickness on the fatigue life.

The manufacturing process of the ECSG modules (HIP) influences the microstructure and the monotonous mechanical properties. An increase in grain size with an abnormal grain growth was measured. An increase in the density of twins boundaries was also measured. The crystallographic texture is slightly more pronounced but remains of the same type as that of the initial sheets (called “laminated brass”). A significant decrease in yield strength was quantified, mainly due to the effects of grain size.

Comparison of results from thin and thick specimens with small and large grain sizes to the results of thick specimen published in the literature allow the establishment of clear trends:

- An increase of the grain size of thick specimens induce a decrease of the stress amplitudes. Very large dispersions of lifetimes are expected for the domain of long lifetimes;
- A reduction of the thickness of the samples has a little influence on the lifetime of specimens with small grain sizes. The grain size is then the most important parameter over the lifetime;
- A reduction of the thickness of the samples with large grain sizes results in a systematic reduction in the lifetime. Factors greater than 100 are expected for the long life domain (HCF).

A thin thickness separating the channels of the ECSG maximizes the heat exchange rate between hot sodium and cold nitrogen. However, this improvement would cause a decrease of the lifetime. Decreases in lifetime by a factor of 5 and greater than 30 are measured in comparison with the Best-Fit curve (for tests on specimens with small grain sizes), respectively for the mean and the long fatigue lifetime domains. By maintaining a high structural thickness (8 mm diameter in the case of large thickness samples), the decreases in lifetime due to grain growth are about a factor of 2.5 in the mean lifetime range.

Although the service life would be only slightly influenced compared to the best-fit of the RCC-MRx, the use of a compact exchanger with such thick walls would significantly reduce its efficiency. By coupling small samples thicknesses and large grains sizes, the loss of lifetime becomes very important since they are 20 for the mean lifetime domain and are greater than 100 for HCF domain. A compromise between thermal performance and lifetime reduction should therefore be sought. This will minimize the synergy between thinness and large grain size that (i) significantly deteriorates lifetime and (ii) increases dispersion effects. This increases the difficulty of using this microstructure at such a low thicknesses.

2.6 RÉFÉRENCES**Alain et al. 1997**

ALAIN R. et VIOLAN P. et MENDEZ J., « Low cycle fatigue behavior in vacuum of a 316L type austenitic stainless steel between 20 and 600°C Part I: Fatigue resistance and cyclic behavior », *Materials Science and Engineering: A*, 229, 1, pp. 87-94.

Bouquet 2016

BOUQUET N., « Etude de la formation des joints soudés par diffusion : application aux échangeurs de chaleur compacts », *Thèse de doctorat, Université de Bourgogne*.

Bozzolo et al. 2013

BOZZOLO N. et AGNOLI A. et SOUAI N. et BERNACKI M. et LOGE R. E., *Strain induced abnormal grain growth in nickel base superalloys*, s.l. : Trans Tech Publications, Switzerland.

Chowdhury, Sehitoglu 2016

CHOWDHURY P. et SEHITOGLU H., « Mechanisms of fatigue crack growth – a critical digest of theoretical developments », *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 39, 6, pp. 652-674.

Feaugas, Haddou 2003

FEAUGAS X. et HADDOU H., « Grain-size effects on tensile behavior of nickel and AISI 316L stainless steel », *Metall and Mat Trans A*, 34, 10, pp. 2329-2340.

Jin 2014

JIN Y., « Annealing twin formation mechanism », *Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris*.

Kalantary et al. 1994

KALANTARY M. R. et CHUNG T. E. et FAULKNER R. G., « Mechanism of crack propagation in low cycle fatigue of type 316L stainless steel within the temperature range 20–300 °C », *Materials Science and Engineering: A*, 189, 1, pp. 85-94.

Kashyap, Tangri 1995

KASHYAP B. P. et TANGRI K., « On the Hall-Petch relationship and substructural evolution in type 316L stainless steel », *Acta Metallurgica et Materialia*, 43, 11, pp. 3971-3981.

Lodini, Baudin 2012

LODINI A. et BAUDIN T., *Rayonnement synchrotron, rayons X et neutrons au service des*

matériaux, s.l. : EDP Sciences, coll. « Science des matériaux ».

Marx et al. 2006

MARX M. et SCHAF W. et VEHOFF H., « Interaction of Microcracks with Grain Boundaries: Systematical Investigation of the Mechanisms », in GDOUTOS E. E. [éd.], *Fracture of Nano and Engineering Materials and Structures*, s.l. : Springer Netherlands, pp. 881-882.

Pickering 1978

PICKERING F. B., *Physical metallurgy and the design of steels* [en ligne], London : Applied Science Publishers, URL : <http://books.google.com/books?id=k5NTAAAAMAAJ> [lien valide au 8 août 2019].

Polák et al. 1994

POLÁK J. et OBRTLÍK K. et HÁJEK M., « Cyclic Plasticity in Type 316l Austenitic Stainless Steel », *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 17, 7, pp. 773-782.

Sauzay 2006

SAUZAY M., « Effet de l'anisotropie élastique cristalline sur la distribution des facteurs de Schmid à la surface des polycristaux », *Comptes Rendus Mécanique*, 334, 6, pp. 353-361.

Sauzay 2007

SAUZAY M., « Cubic elasticity and stress distribution at the free surface of polycrystals », *Acta Materialia*, 55, 4, pp. 1193-1202.

Schwartz et al. 2013

SCHWARTZ J. et FANDEUR O. et REY C., « Numerical approach of cyclic behaviour of 316LN stainless steel based on a polycrystal modelling including strain gradients », *International Journal of Fatigue*, 55, pp. 202-212.

Singh et al. 2002

SINGH K. K. et SANGAL S. et MURTY G. S., « Hall–Petch behaviour of 316L austenitic stainless steel at room temperature », *Materials Science and Technology*, 18, 2, pp. 165-172.

Chapitre 3. ESSAIS CYCLIQUES INTERROMPUS PAR DES OBSERVATIONS AU MICROSCOPE ELECTRONIQUE A BALAYAGE (MEB)

Le troisième chapitre porte sur l'étude expérimentale approfondie des sites cristallographiques d'initiation des fissures courtes à l'échelle de la microstructure. Pour cela des essais cycliques interrompus par des séances d'observations au microscope électronique ont été réalisés sur deux éprouvettes du matériau à forte taille de grain conçu par SD-CIC. Des observations en dessous de la surface libre de certains sites cristallographiques ont également été réalisées au MEB-FIB, au travers d'enlèvements successifs de matière par balayage d'un faisceau d'ions.

Les observations sont comparées aux données publiées dans la littérature sur des matériaux à tailles de grains standardx, disponibles en grand nombre.

This chapter provides an analysis of the crystallographic sites where microstructural microcracks initiate. Cyclic tests with electron microscope were performed on two samples presenting the largest grain size, induced by the hot isostatic pressure (HIP) process. SEM observations below the free surface of some crystallographic site were performed through SEM-FIB by performing multiple cutting of the free surface with a ion beam.

Observations are discussed and compared to similar studies performed on more conventional grain size material, extensively published in literature.

Chapitre 3. ESSAIS CYCLIQUES INTERROMPUS PAR DES OBSERVATIONS AU MICROSCOPE ELECTRONIQUE A BALAYAGE (MEB) 129

3.1	<i>Introduction</i>	131
3.2	<i>Préparation des éprouvettes et conditions d'essais cycliques</i>	132
3.3	<i>Observation de la formation et de l'extrusion des bgps</i>	134
3.4	<i>Observation et analyse des configurations microstructurales d'initiation des microfissures</i>	136
3.4.1	Initiation de microfissures par formation de BGPs le long des joints de macles	137
3.4.1.1	Initiation de microfissures le long des joints de macles avant 1000 cycles	137
3.4.1.2	Initiation de microfissures le long des joints de macles entre 600/1000 cycles et 2000 cycles	141
3.4.2	Initiation le long de joints de grains impactés par des BGPs	144
3.4.2.1	Initiation de microfissures intergranulaires à 1000 cycles	144
3.4.2.2	Initiation de microfissures intergranulaires entre 600/1000 et 2000 cycles	147
3.4.3	Initiation le long des BGPs (transgranulaire)	152
3.5	<i>Synthèse</i>	153
3.6	<i>Comparaisons aux observations de la littérature</i>	156
3.7	<i>Conclusions</i>	157
3.8	<i>Références</i>	161

3.1 INTRODUCTION

Des essais de déformation cyclique interrompus par des séances d'observations au MEB ont été réalisés afin d'améliorer notre compréhension des effets de taille de grains sur les mécanismes d'initiation des microfissures. En effet, le Chapitre 2 a permis de mettre en évidence de fortes baisses de durées de vies engendrées par de larges tailles de grains. Comme explicité dans le Chapitre 1, dès lors qu'une structure est amincie et que la taille de grains est large, la longueur critique des fissures admissible pour la structure diminue. Dans le cas de l'ECSG -structure d'un millimètre d'épaisseur et à potentiellement forte taille de grains- les microfissures recherchées sont considérées comme courtes devant la microstructure : i.e. inférieures à une taille de grains. Néanmoins, en présence d'une large taille de grains, la longueur de ces fissures peut rapidement devenir non négligeable devant la taille de la structure.

Des observations microscopiques ont été réalisées lors d'essais cycliques interrompus pour deux éprouvettes fines à forte taille de grains. La première partie de ce chapitre présente le protocole de préparation des éprouvettes et les conditions d'essais cycliques.

Les observations en surface après des interruptions à 100 et 600 cycles sont discutées. Seule la formation de bandes de glissement persistantes est alors observée.

Les observations des sites cristallographiques d'initiation des fissures sont présentées pour des nombres de cycles représentant 20% et 4% de la durée de vie pour des éprouvettes fines et épaisses. Afin d'approfondir la compréhension des mécanismes et mieux caractériser les sites d'initiations observés, des découpes au MEB-FIB sont réalisées. Ces découpes sont réalisées pour chaque type de microfissure pouvant être observés dans les matériaux à structure cristallographique cfc sollicités cycliquement (partie 1.4) : microfissures intergranulaire, microfissure intragranulaire et microfissure le long des joints de macles.

Enfin, l'ensemble des résultats sont mis en regard des travaux abondants publiés dans la littérature pour différents matériaux, dont les tailles de grains sont le plus souvent dites 'standard' (de l'ordre de 30 à 50 μm). Ainsi, la dépendance des mécanismes d'initiation des microfissures vis-à-vis de la taille de grains est discutée. Ces observations couplées à des caractérisations microstructurales seront confrontées aux résultats des calculs aux éléments finis (présentés dans les chapitres 4, 5 et 6). Ces comparaisons seront détaillées dans le chapitre 7.

3.2 Préparation des éprouvettes et conditions d'essais cycliques

Cyclic tests interrupted by SEM observation sessions were conducted to increase our understanding of the grain size effects on microcrack initiation mechanisms. Indeed, Chapitre 2 highlighted significant decreases in lifetimes with increasing grain size. As explained in Chapitre 1, when a structure becomes thinner and grain size increases, the critical crack length admissible by the structure decreases. In the case of the ECSG - a one millimeter thick structure with a potentially large grain size - the length of interest of the microcracks are those called short compared to the microstructure: i.e. less than one grain size. Nevertheless, in the presence of a large grain size, the length of these cracks can quickly become significant compared of the size of the structure.

SEM observations were carried out during interrupted cyclic tests, for two thin specimens with large grain sizes. The first part of this chapter presents the specimens preparation protocol and the cyclic test conditions.

Surface observations after interruptions at the 100th and the 600th cycles are first discussed. Only the formation of persistent slip bands is observed.

Observations of the crystallographic sites where microcracks initiate are presented for number of cycles equivalent to 20% and 4% of the lifetime for thin and thick specimens. In order to deepen the understanding of the initiation mechanisms and better observing initiation sites, SEM-FIB cuts are made. These cuts are made for each type of microcrack that can be observed in cyclically deformed fcc metals (cf. section 1.4): intergranular microcracks, transgranular microcracks and microcracks along the twin boundaries.

Finally, all the results are discussed with respect to the abundant literature published for different fcc materials, for which grain sizes are most often considered as 'standard' (in the range of 30 to 50 μm in austenitic stainless steels). Thus, the dependence of the mechanisms of the microcrack initiation with respect to grain sizes is discussed. These observations coupled with the microstructural characterizations are compared with the finite element calculations described in chapters 4, 5 and 6. These comparisons are fully described in chapter 7.

3.2 PREPARATION DES EPROUVETTES ET CONDITIONS D'ESSAIS CYCLIQUES

Des analyses EBSD ont été réalisées sur les deux éprouvettes fines à fortes tailles de grains (Figure 2.6.b). Ces analyses ont été réalisées avec un MEB JEOL 7001F par Françoise Barcelo (SRMA/LA2M), le logiciel d'acquisition est Quantax (commercialisé par Bruker), le post-

3.2 Préparation des éprouvettes et conditions d'essais cycliques

traitement a été réalisé à l'aide du logiciel Channel5 de HKL. Pour rappel, cette analyse permet de déterminer pour chaque grain : son orientation cristallographique et le facteur de Schmid associé, sa taille (diamètre équivalent et surface) et le type des joints de grains (valeur de l'indice Σ). Enfin, ces analyses ont également permis la caractérisation de la texture cristallographique de chaque éprouvette.

Etant donné la taille des microfissures recherchées et afin de pouvoir réaliser les analyses EBSD, une préparation minutieuse de la surface des échantillons a été réalisée en amont des essais :

- Polissage mécanique au papier abrasif P600 ($L_{\text{particules}} \approx 26 \mu\text{m}$) ;
- Polissage mécanique au papier abrasif P1200 ($L_{\text{particules}} \approx 15 \mu\text{m}$) ;
- Polissages mécaniques à l'abrasif diamanté ($L_{\text{particules}} \approx 3 \mu\text{m}$, suivi de $1 \mu\text{m}$).
- Polissage électrolytique à l'aide d'une solution composée à 70% d'éthanol, 20% d'éther monobutylique d'éthylène glycol et 10% d'acide perchlorique.

Les conditions d'essais pour chaque éprouvette ainsi que les arrêts effectués pour observations au MEB sont résumés dans le tableau 3.1. L'ensemble des essais a été réalisé sous air à température ambiante.

Eprouvette	K87-114	K87-136
Amplitude de déformation $\Delta\varepsilon/2$ (%)	0,3	0,3
Amplitude de déformation plastique $\Delta\varepsilon_p/2$	$1,4 \cdot 10^{-3}$	$1,1 \cdot 10^{-3}$
Durée de vie estimée $N_{R,\text{fine}} / N_{R,\text{épaisse}}$ (cycles)	$\sim 1,5 \cdot 10^4 / \sim 8 \cdot 10^4$	$\sim 1,5 \cdot 10^4 / \sim 8 \cdot 10^4$
Arrêt(s)	$10^2 - 6 \cdot 10^2 - 2 \cdot 10^3$	$10^3 - 2 \cdot 10^3$
(% $N_{R,\text{fine}}$)	(~1% - ~4% - ~13%)	(~7% - ~13%)
(% $N_{R,\text{épaisse}}$)	(~0,1% - ~1% - ~3%)	(~1% - ~3%)

Tableau 3.1. Conditions expérimentales utilisées lors des essais cycliques interrompus pour les observations au MEB sur les éprouvettes fines à fortes tailles de grains

Experimental conditions used in the interrupted cyclic tests for observation in the SEM-FEG on thin samples with large grain sizes

Les arrêts des essais peuvent engendrer des modifications du comportement cyclique, induits par les démontages-remontages des éprouvettes. Les réponses cycliques des deux éprouvettes sont présentées dans la figure 3.1. Les arrêts des essais ont engendré des écarts relatifs

3.3 Observation de la formation et de l'extrusion des bgps

maximum de 4% et 7% en terme de contraintes aux pics pour le premier et le second arrêt de l'éprouvette K87-114. Aucun écart de comportement cyclique n'a été mesuré suite à l'arrêt de l'essai sur l'éprouvette K87-136.

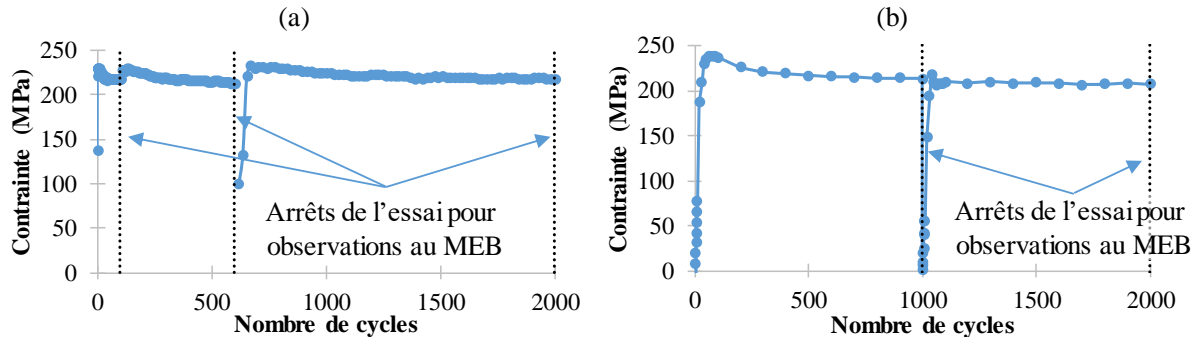


Figure 3.1. Evolution de l'amplitude de contrainte maximale en fonction du nombre de cycles, pour les deux éprouvettes à fortes tailles de grains avec arrêts des essais pour observations au MEB-FEG (a) K87-114 (b) K87-136

Cyclic hardening-softening curves for the two studied samples with large grain sizes, with interruptions (black dotted lines) for observations in the SEM-FEG (a) K87-114 and (b) K87-136

3.3 OBSERVATION DE LA FORMATION ET DE L'EXTRUSION DES BGPS

Une modification permanente de la microstructure est engendrée dès 100 cycles à travers la formation de BGPs. Des clichés de ces bandes sont visibles à grande échelle, après 100 cycles dans la figure 3.2.a Il est clairement visible que ces bandes sont parallèles entre elles et traversent les grains de part en part. Le grain situé sur la gauche présente une activation d'au moins deux systèmes de glissement car deux directions de bandes de glissements sont observées en surface. Le grain situé à droite présente un seul système activé. Un cliché MEB à fort grossissement ($\times 95000$) est présenté dans la figure 3.2.b. Ce cliché prouve qu'il s'agit de BGPs de par (i) la forme bombée des extrusions en surface ainsi que (ii) leurs épaisseurs caractéristiques dans l'acier 316L. Cette dernière est proche de 100 nm, au bout de 100 cycles. L'épaisseur des BGPs croît jusqu'à 500 à 700 cycles puis se stabilise. Les épaisseurs de BGPs mesurées par AFM sont généralement comprises entre 200 nm et 1000 nm (une fois leur épaisseur stabilisée) [Man et al. 2002 ; 2003].

3.3 Observation de la formation et de l'extrusion des bgps

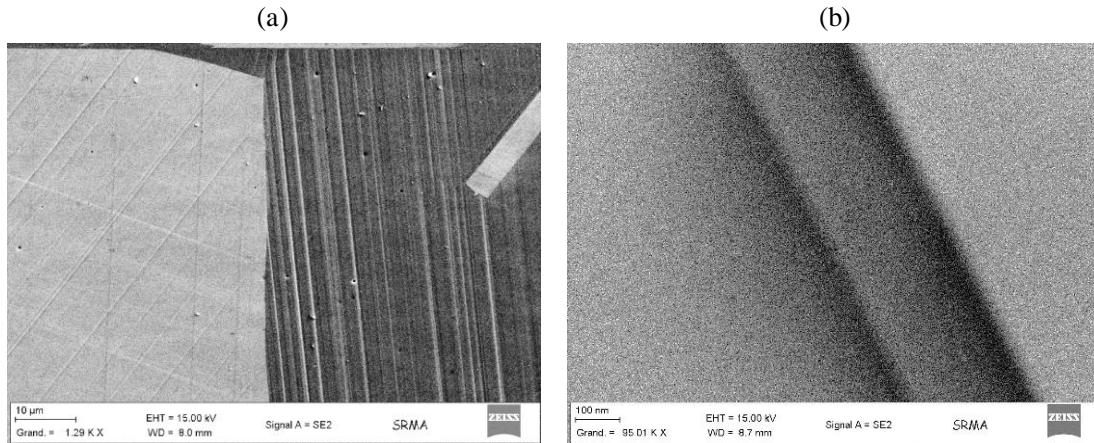


Figure 3.2. Formation de nombreuses BGP après 100 cycles dans l'éprouvette K87-114 déformée sous $\Delta\epsilon_p/2 = 0,14\%$ (à saturation) (a) grossissement X1290 (b) grossissement X95000.

Formation of large numbers of PSBs after only 100 cycles in the sample K87-114 deformed at $\Delta\epsilon_p/2 = 0,14\%$ (saturation) (a) magnification X1290 (b) magnification X95000

Des observations en ECC (Electron Contrast Channel) ont également été réalisées afin d'observer la structure de dislocations à cœur des grains. Le détail de ce type d'observations est décrit dans [Weidner et Biermann 2015]. Ces observations ont été réalisées sur une éprouvette déformée durant 3000 cycles à $\Delta\epsilon_{tot}/2 = 0,3\%$ suivi d'un polissage électrolytique (figure 3.3). Des structures de dislocations typiques des BGPs sont visibles dans les grains. Une extrusion le long d'un joint de grain induite par l'impact d'une BGP a été observée et est présentée dans la figure 3.3.b. L'épaisseur de la BGP (entre les lignes noires) est de 500 nm et la hauteur d'extrusion du joint de grain (pointée par la flèche noire) est de 60 nm. Néanmoins, la courbure naturelle du grain rend difficile la quantification de la hauteur d'extrusion du joint de grains après seulement 3000 cycles.

3.4 Observations et analyses des configurations microstructurales d'initiation des microfissures

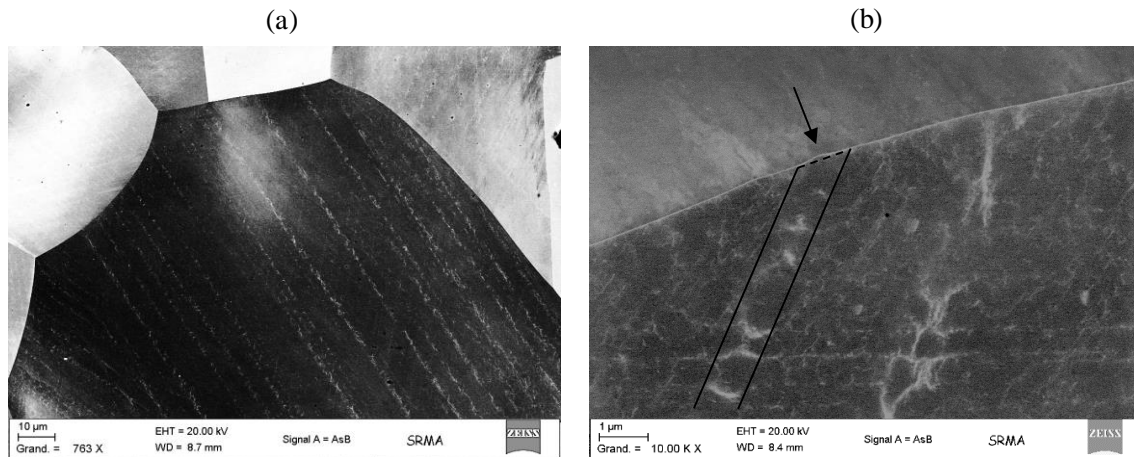


Figure 3.3. Observation en ECC au MEB-FEG de BGPs traversant les grains (a) grossissement X 360 (b) grossissement X 10000 où une BGP a formé une extrusion au travers du joint de grain voisin

Electron contrast channel (ECC) observations using the SEM-FEG of dislocation microstructure in the sub-surface region of grains (a) magnification X360 (b) magnification X10000 where a PSB induced a slight extrusion through the grain boundary

3.4 OBSERVATIONS ET ANALYSES DES CONFIGURATIONS MICROSTRUCTURALES D'INITIATION DES MICROFISSURES

La faible taille des fissures recherchées rend difficile leur détection. Pour cela, seul le voisinage des dix plus gros grains sur la surface caractérisée par EBSD sur chaque éprouvette a été investigué en détail durant les observations. Des observations ont également été réalisées avant essai, elles confirment l'absence de toute fissure initialement présente, pouvant biaiser les interprétations. L'ensemble des sites d'initiation de microfissures observées au cours des essais sont résumés dans le tableau 3.2. Ces sites sont analysés en détail dans les parties suivantes. L'axe de sollicitation est horizontal dans l'ensemble des clichés présentés dans les parties ci-après (sauf lorsque celui-ci est spécifié).

3.4 Observations et analyses des configurations microstructurales d'initiation des microfissures

Eprouvette	Initiation de microfissure avant 600 cycles (K87-114)	Initiation de microfissure entre 600 et 2000 cycles (K87-114)
	1000 cycles (K87-136)	1000 et 2000 cycles (K87-136)
K87-114	X	1 fissure le long d'un joint de macle 3 fissures le long de joints impactés par des BGPs
K87-136	1 fissure le long d'un joint impacté par une BGP	1 fissure le long d'un joint de macle

Tableau 3.2. Sites d'initiation des microfissures observés durant les essais interrompus

Crack initiation sites observed during the interrupted cyclic tests

3.4.1 Initiation de microfissures par formation de BGPs le long des joints de macles

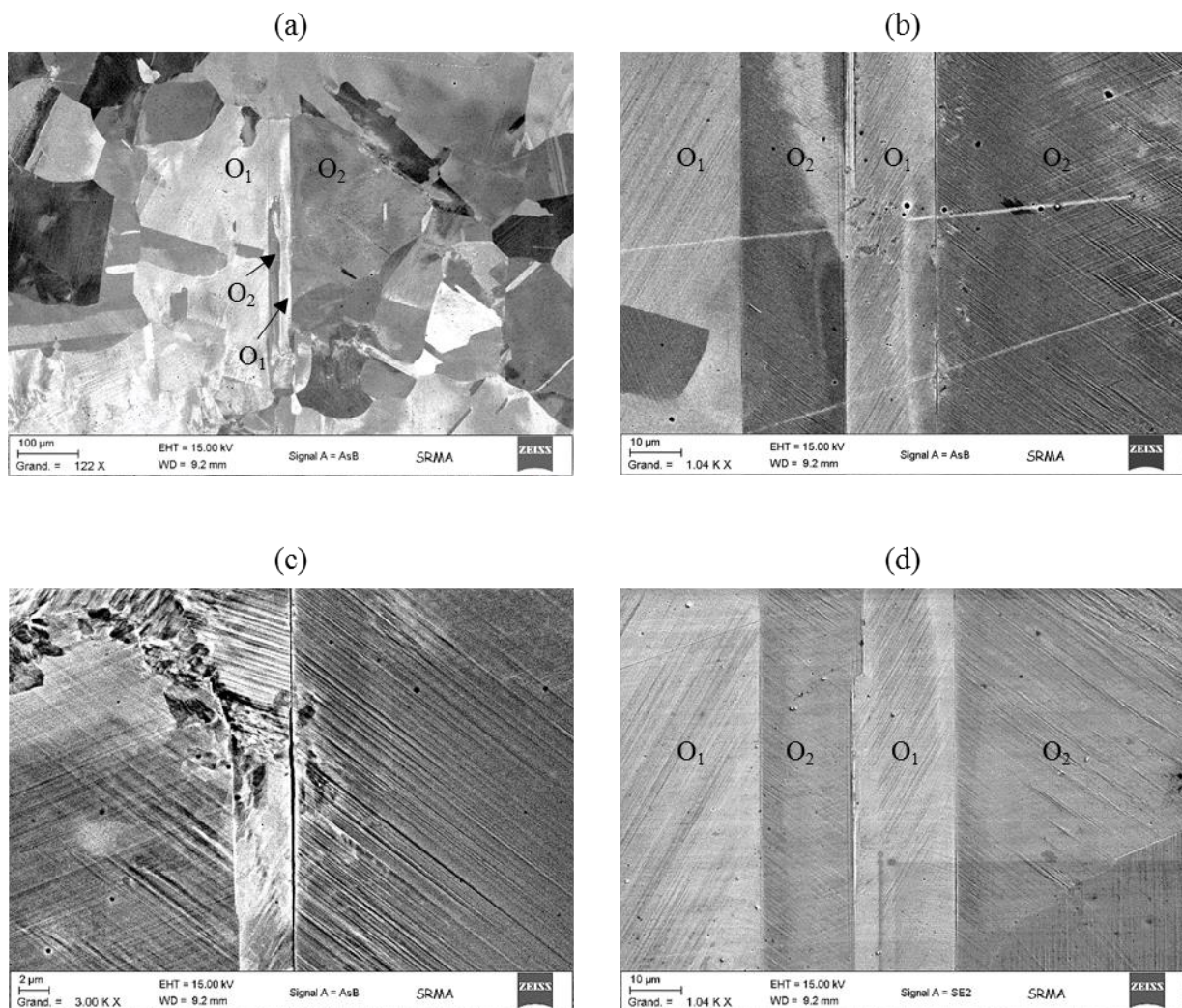
3.4.1.1 Initiation de microfissures le long des joints de macles avant 1000 cycles

Après 1000 cycles de déformation cyclique, soit environ 7% et 1% des durées de vies respectives sur éprouvettes fines et épaisses, une fissure a été observée le long d'un joint de macle dans l'éprouvette K87-136. Celle-ci est située dans un grain dont les dimensions sont grandes (longueur du joint de macle de 460 μm). Les observations réalisées au MEB-FEG sont mises en regard de la cartographie EBSD réalisée en amont de l'essai. Les clichés réalisés au microscope électronique sont présentés dans les figure 3.4.a-d. Des cartographies des facteurs de Schmid et des types de joints de grains sont respectivement présentées dans la figure 3.4.e et la figure 3.4.f. La partie gauche du grain à un facteur de Schmid valant $F_S = 0,41$. Pour la partie droite, le facteur de Schmid vaut $F_S = 0,42$. Les joints de grains apparaissant en rouge sont des joints dont l'indice CSL est Σ_3 , ce qui correspond bien à la valeur d'un joint de macle. Il est visible sur les clichés MEB que des BGPs se transmettent à travers les joints de macles (figure 3.4.d). Tous les deux joints de macles rencontrés, l'orientation des BGPs est ainsi retrouvée ($O_1-O_2-O_1-O_2$) du fait de la rotation du réseau cristallin engendré par chaque joint de macle. Deux fissures ont été observées de part et d'autre du joint de macle central. La plus longue s'est propagée sur une distance d'environ 100 μm (joint de macle de droite). Les analyses des orientations cristallographiques des systèmes primaires (i.e. dont les facteurs de Schmid sont les plus élevés) des deux grains indiquent qu'ils sont de type mixte (i.e. une orientation intermédiaire entre type A et B, voir parties 1.3.3 et 1.3.4).

Des extrusions caractéristiques des BGPs sont également présentes le long des joints de macle (figure 3.4.b). Ces extrusions sont parallèles au front de fissure ce qui semble montrer que cette

3.4 Observations et analyses des configurations microstructurales d'initiation des microfissures

microfissure est induite par cette BGP le long du joint de macle et l'extrusion induite. Bien que le cadre le plus général de leur formation est le domaine de la fatigue à grands et très grands nombres de cycles (partie 1.3.5), celles-ci ont déjà été observées à des amplitudes proches sous air et sous vide [Mineur et al. 2000]. Dans le cas de la fatigue à grand et très grand nombre de cycles, les contraintes macroscopiques associées sont trop faibles pour engendrer la création de BGPs dans les grains. L'incompatibilité élastoplastique de part et d'autre des joints de macles engendrent des concentrations de contraintes rendant possible la création de BGPs parallèles aux joints de macles [Neumann 1997]. A des niveaux de déformation plus élevés, associés au domaine oligocyclique, des extrusions sont très actives aux joints de macles pour les mêmes raisons [Man et al. 2012].



3.4 Observations et analyses des configurations microstructurales d'initiation des microfissures

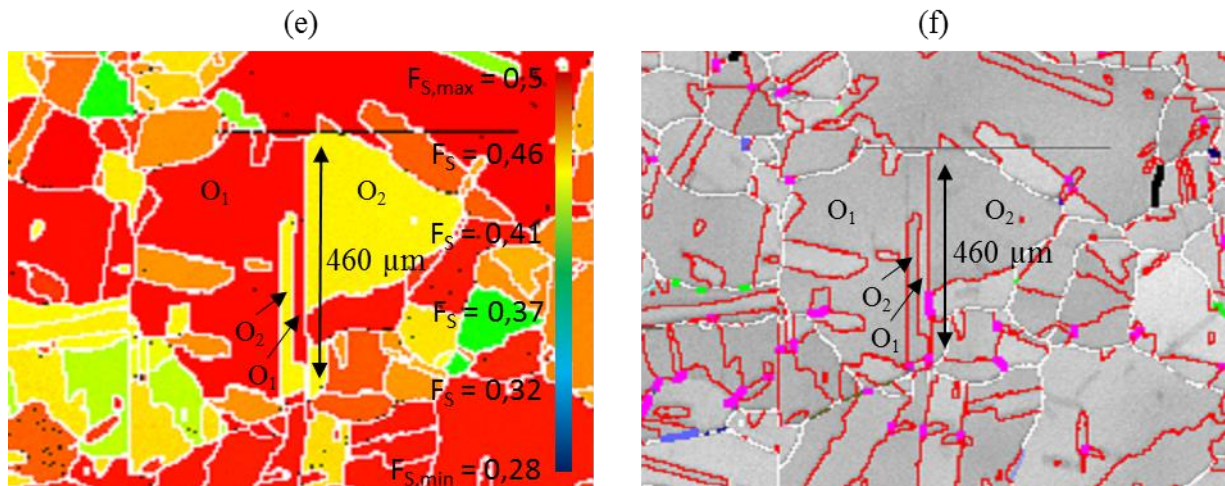


Figure 3.4. (a-c) Clichés MEB (grossissement successifs) de la zone d'amorçage le long d'un joint de macle après 1000 cycles dans l'éprouvette K87-136; (d) transmission des BGP's au travers des joints de macles (e) cartographie en facteur de Schmid, (f) indice CSL des joints de grains

(a-c) SEM pictures (successive magnifications) of the initiation zone of a microcrack along a twin boundary after 1000 cycles in the sample K87-136; (d) transmission of the PSBs through twin boundaries; (e) Schmid factor cartography; (f) CSL mapping of the grain boundaries

Afin de vérifier l'ensemble de ces hypothèses, des coupes ont été réalisées au MEB-FIB. Les clichés issus des coupes FIB (réalisées après 2000 cycles) sont présentés dans la figure 3.5.

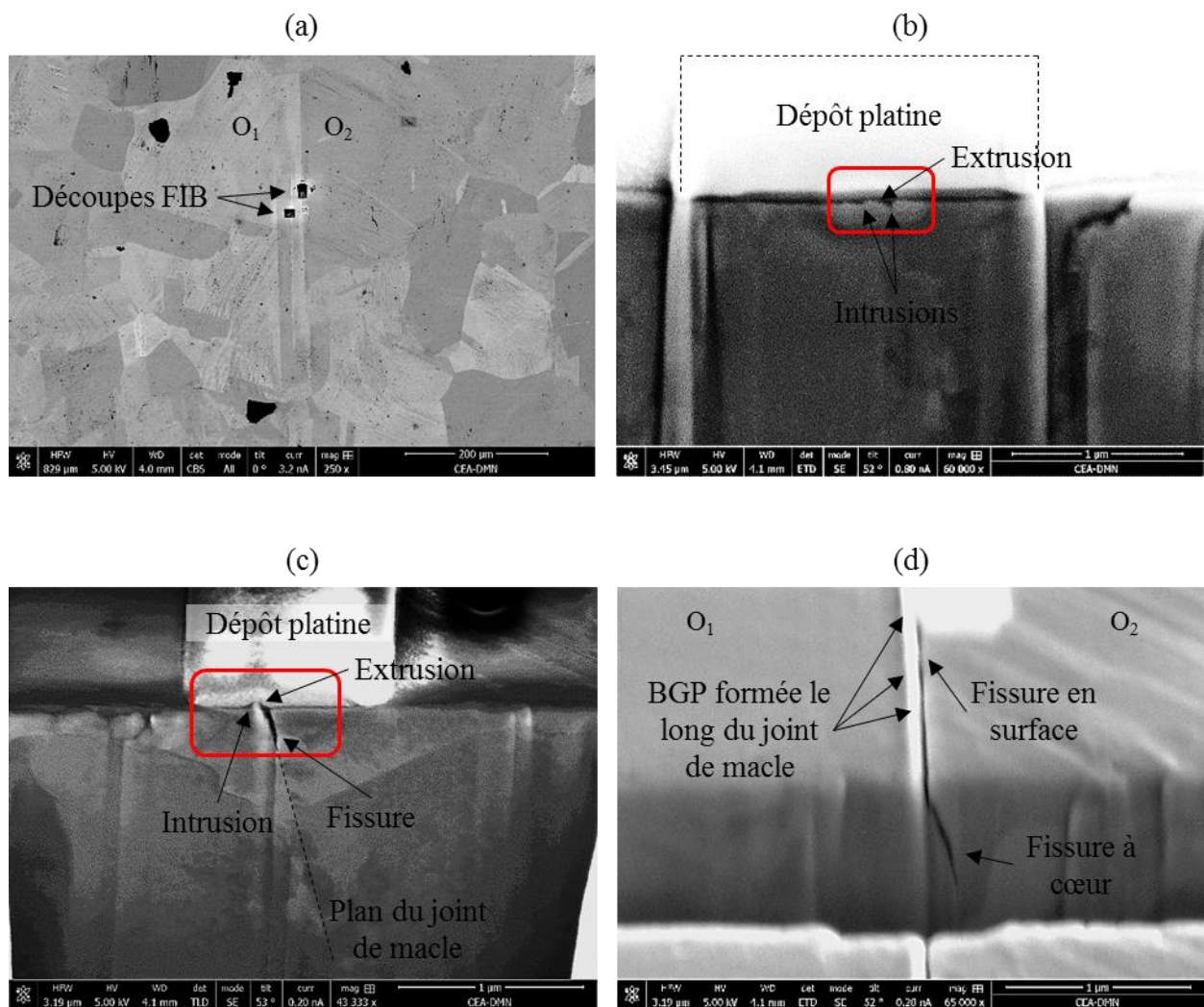
Des fines couches de platine (environ 0,5 μm d'épaisseur) sont déposées afin de protéger les zones à découper, car une redéposition en surface des ions galium (servants à la découpe) est récurrente. Des coupes ont d'abord été réalisées en amont du front de fissure. Une petite extrusion accompagnée de deux intrusions sont visibles dans la figure 3.5.b. Cette extrusion-intrusion est typique de celles se formant le long de joints de macles (partie 1.3.5). Les coupes ont été poursuivies le long de la trace du joint en surface jusqu'à visualiser l'initiation de la microfissure (figure 3.5.c.d). L'endroit où la fissure est la plus large correspond à la plus forte extrusion mesurée à travers la surface libre ($h \approx 100 \text{ nm}$). Bien que la fissure soit longue en surface, celle-ci n'est profonde que de 500 nm. Une découpe plus profonde est finalement réalisée afin d'observer le plan du joint de macle (figure 3.5.e). La flèche bleue indique ce qui apparaît comme étant le plan du joint de macle, celui-ci est incliné d'environ 17° par rapport à la surface libre. La micropropagation de cette fissure s'est effectuée le long de ce plan. Une analyse des angles d'Euler mesurés lors de la cartographie EBSD réalisée en amont des essais (partie 2.2.1) permet de vérifier quel plan (111) parmi les quatre existants dans les matériaux à structure cfc présente une trace de 90° par rapport à l'axe de traction (figure 3.4). De plus, la cartographie EBSD permet de déterminer la direction de glissement (parmi les trois de chaque

3.4 Observations et analyses des configurations microstructurales d'initiation des microfissures

plan) présentant un angle proche de la valeur mesurée. En effet, les joints de macles sont définis par des désorientations du réseau cristallin de 60° autour des plans (111). Ainsi, pour chacun des douze systèmes de glissement, l'angle θ entre la normale à la surface n_{surf} et les directions m des systèmes associés sont calculées, comme décrit dans l'équation 3.4 :

$$\cos \theta = \frac{\vec{m} \cdot \vec{n}_{surf}}{\|\vec{m}\| \cdot \|\vec{n}_{surf}\|} \quad (3.4)$$

La direction $\langle 011 \rangle$ du plan (11 $\bar{1}$) présente un angle de 16° par rapport à la surface libre. Cela confirme donc l'analyse réalisée : il s'agit bien de joints de macles, des BGP se sont formées parallèlement à ces joints, et ont engendré l'initiation de microfissures qui se sont micropropagées le long du plan des joints. Une fois une longueur suffisante atteinte, celle-ci pourront se propager perpendiculairement à la surface (en mode I) et ne suivront plus le plan du joint de macle [Blochwitz et Tirschler 2005 ; Man et al. 2012].



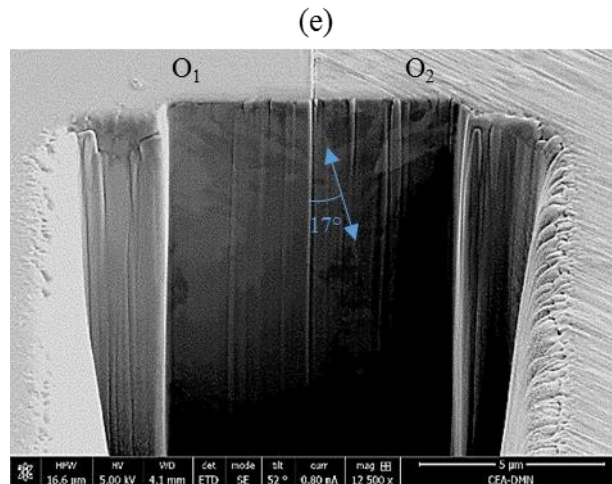


Figure 3.5. Clichés MEB à 2000 cycles de l'éprouvette K87-136 après découpe au FIB des joints de macles où des fissures se sont initiées avant 1000 cycles (a) vue des deux zones découpées (b) extrusion-intrusions en amont du front de fissure prouvant la formation de BGP le long des joints de macle (c, d, e) clichés de la fissure initiée et micropropagation suivant le plan du joint de macle (orientation de 17° par rapport à la normale à la surface)

SEM pictures at 2000 cycles of the K87-136 sample after performing FIB cuts along the twin boundaries where microcracks initiated before 1000 cycles (a) view of the sectioned zones; (b) extrusion-intrusion along the TB before the cracked zone showing that the formation of a PSB occurs; (c, d, e) pictures of the initiated crack in surface and in core, micropropagation occurs along the plane of the twin boundary (orientation of 17° toward the free surface normal)

3.4.1.2 Initiation de microfissures le long des joints de macles entre 600/1000 cycles et 2000 cycles

La première microfissure observée entre 600 et 2000 cycles s'est amorcée le long d'un joint de macle présent dans un grain de grande dimension (longueur du joint de macle de $560 \mu\text{m}$). La longueur de cette fissure est de $15 \mu\text{m}$. Elle est visible sur la figure 3.6.a.b. Contrairement à la précédente microfissure le long d'un joint de macle (figure 3.4), aucune transmission du glissement n'est visible à travers le joint de macle (figure 3.6.a.b). Une extrusion caractéristique des BGP est également présente le long du joint de macle. Cette extrusion est parallèle au front de fissure ce qui sous-entend que l'initiation de cette microfissure est de nouveau induite par la création et l'activité de cette BGP le long du joint de macle (3.4.1.1). La partie gauche du grain à un facteur de Schmid de 0,46 et celle de droite de 0,47. Les orientations cristallographiques de leurs systèmes primaires sont de type mixte et de type B respectivement pour les parties de gauche (orientation O1) et de droite du grain (orientation O2).

3.4 Observations et analyses des configurations microstructurales d'initiation des microfissures

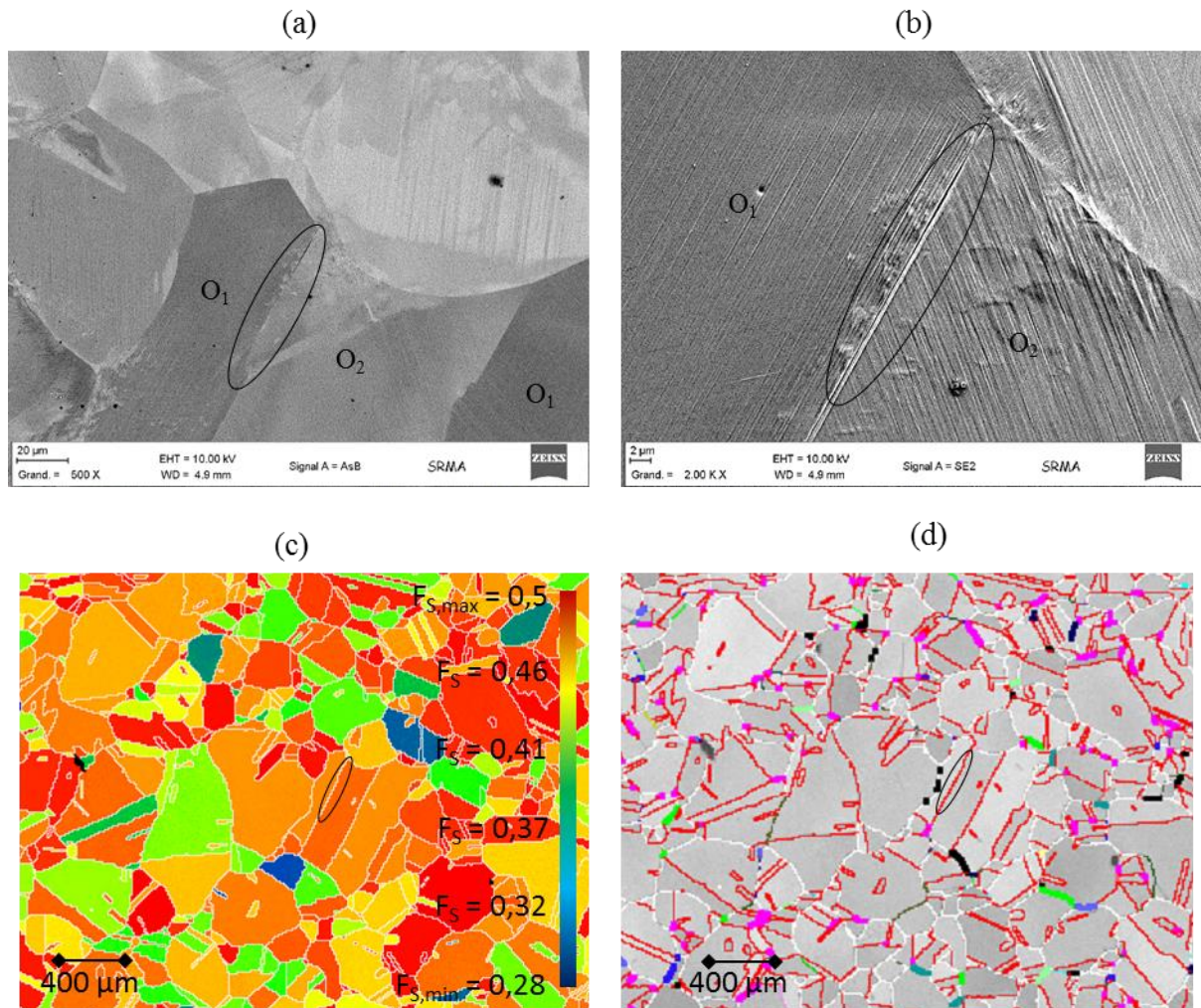


Figure 3.6. (a,b) Clichés MEB (grossissements successifs) de la zone d'amorçage d'une fissure le long d'un joint de macle entre 600 et 2000 cycles dans l'éprouvette K87-114 (c) cartographie en facteur de Schmid de la zone d'amorçage (d) indices CSL des joints de grains

(a,b) SEM pictures (increasing magnifications) of the initiation zone of a crack formed along a twin boundary between 600 and 2000 cycles in the K87-114 sample; (c) Schmid factor cartography ;(d) CSL mapping of the grains boundaries

La seconde amorce de fissure détectée le long d'un joint de macle entre 1000 et 2000 cycles présente les mêmes caractéristiques que la microfissure précédente. Aucune transmission du glissement n'est visible à travers le joint de macle (figure 3.7.b-d). Une extrusion caractéristique des BGP est présente le long du joint de macle (figure 3.7.b.c). Cette extrusion est parallèle au front de fissure, signe que cette microfissure est induite par la création de cette BGP le long du joint de macle. La longueur de la BGP formée le long du joint de macle est de 110 μm . La longueur de la fissure initiée est de 50 μm . Les deux parties du grain présentent des facteurs de Schmid de 0,46. Les orientations cristallographiques des leurs systèmes primaires sont de type mixte et de type B respectivement pour les parties de gauche et de droite du grain.

3.4 Observations et analyses des configurations microstructurales d'initiation des microfissures

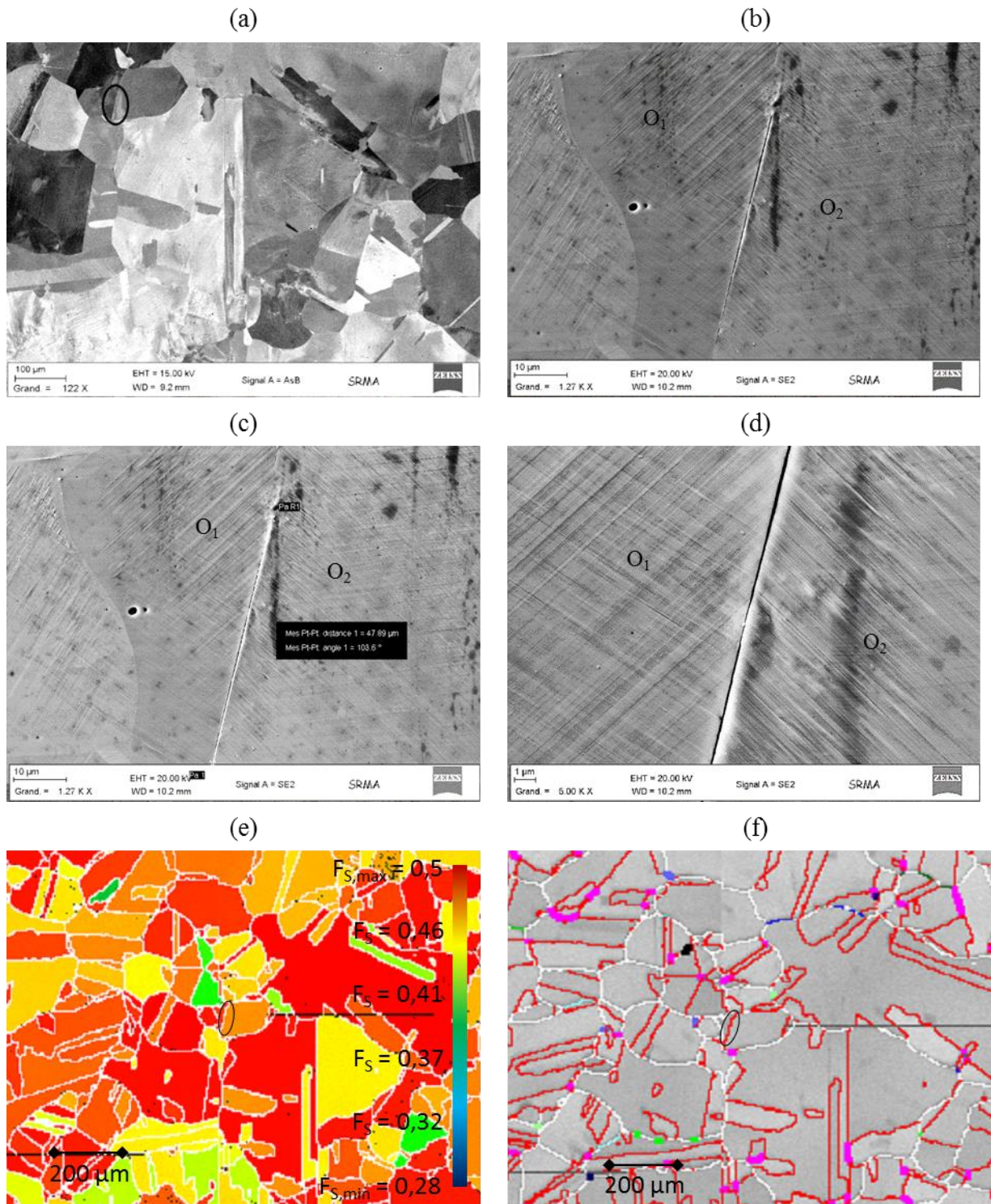


Figure 3.7(a-d) Clichés MEB (grossissements croissants) de la zone d'initiation d'une fissure le long d'un joint de macles. Initiation entre 1000 et 2000 cycles dans l'éprouvette K87-136 ; (e) cartographie en facteur de Schmid de la zone d'amorçage obtenue par EBSD ; (f) indice CSL des joints de grains

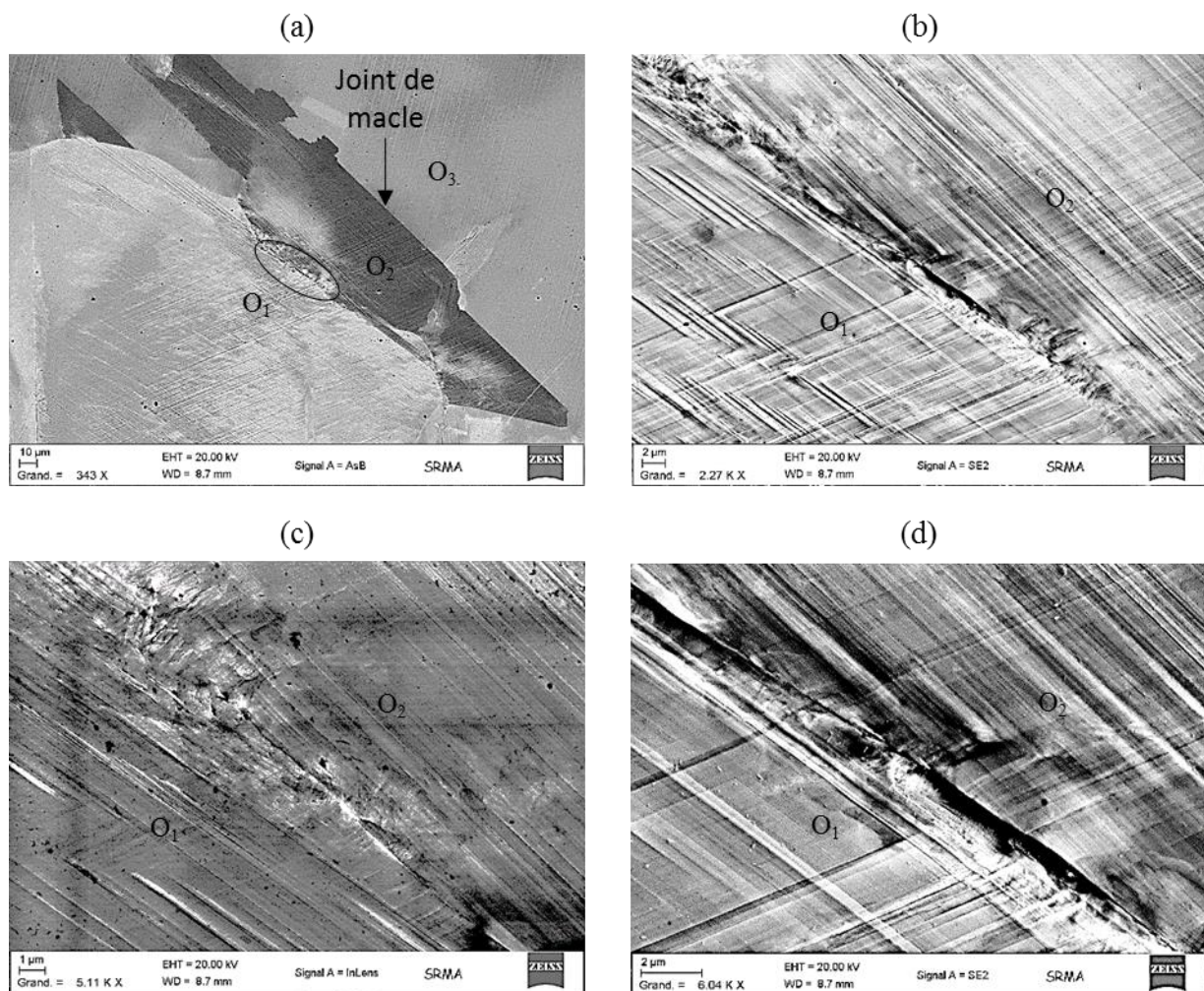
(a, b, c, d) SEM pictures (increasing magnifications) of the crack initiation zone along a twin boundary. Initiation between 1000 and 2000 cycles in the sample K87-136 ; (e) Schmid factor cartography ; (f) CSL mapping of the grain boundaries

3.4 Observations et analyses des configurations microstructurales d'initiation des microfissures

3.4.2 Initiation le long de joints de grains impactés par des BGPs

3.4.2.1 Initiation de microfissures intergranulaires à 1000 cycles

Une microfissure induite par l'impact de BGPs contre un joint de grains a été détectée dans l'éprouvette K87-136. Les deux grains présentent une activation d'au moins deux systèmes de glissement qui engendrent l'apparition de bandes de glissement dans deux directions (figure 3.8.a-c). Des tailles de grains (exprimées à travers la longueur des bandes) de $160\ \mu\text{m}$ et $200\ \mu\text{m}$ sont mesurées respectivement pour le grain d'orientation O_1 et celui d'orientation O_2 . Le grain d'orientation O_2 est lié par une macle à un grain de $650\ \mu\text{m}$ de long d'orientation O_3 , mais dont les BGPs ont une longueur de $280\ \mu\text{m}$ (voir figure 3.8.e.f). Une transmission partielle d'un des systèmes activés a eu lieu à travers ce joint (figure 3.8.b-d). La figure 3.8.f indique que cette microfissure s'est amorcée le long d'un joint de grains général. La longueur de l'amorce de fissure est de $11\ \mu\text{m}$ (figure 3.8.b.d). Les deux grains présentent des orientations cristallographiques de leurs systèmes primaires de type mixte.



3.4 Observations et analyses des configurations microstructurales d'initiation des microfissures

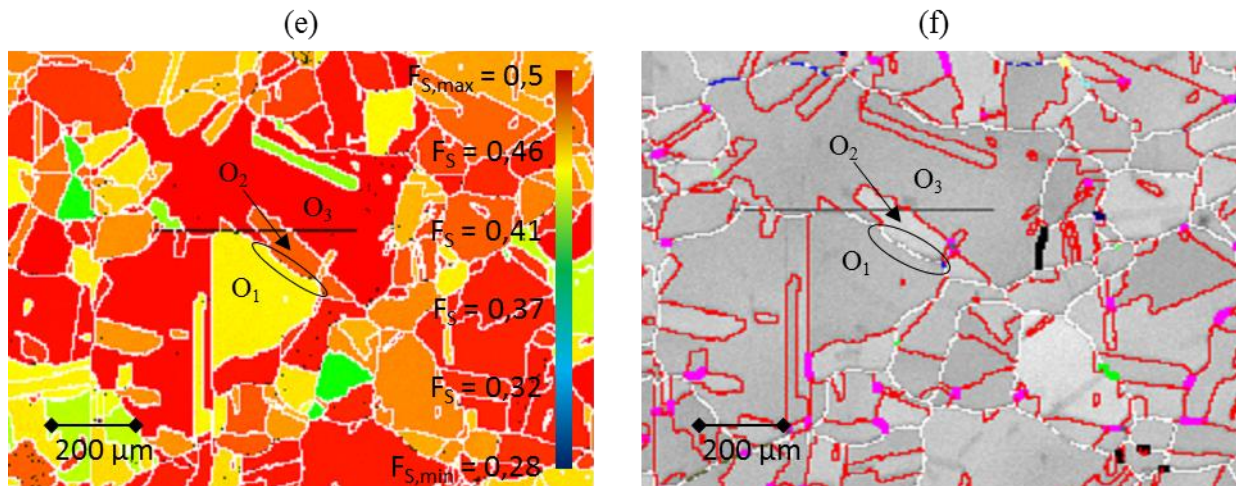


Figure 3.8. (a-d) Clichés MEB (grossissements croissants) de la zone d'initiation d'une fissure intergranulaire avant 1000 cycles dans l'éprouvette K87-136; (e) cartographie en facteur de Schmid de la zone d'initiation obtenue par EBSD, (f) indice CSL des joints de grains (EBSD)

(a-d) SEM pictures (increasing magnifications) of the initiation zone of a crack along a grain boundary initiated before 1000 cycles in the sample K87-136 ; (e) Schmid factor cartography ; (f) CSL mapping of the grain boundaries

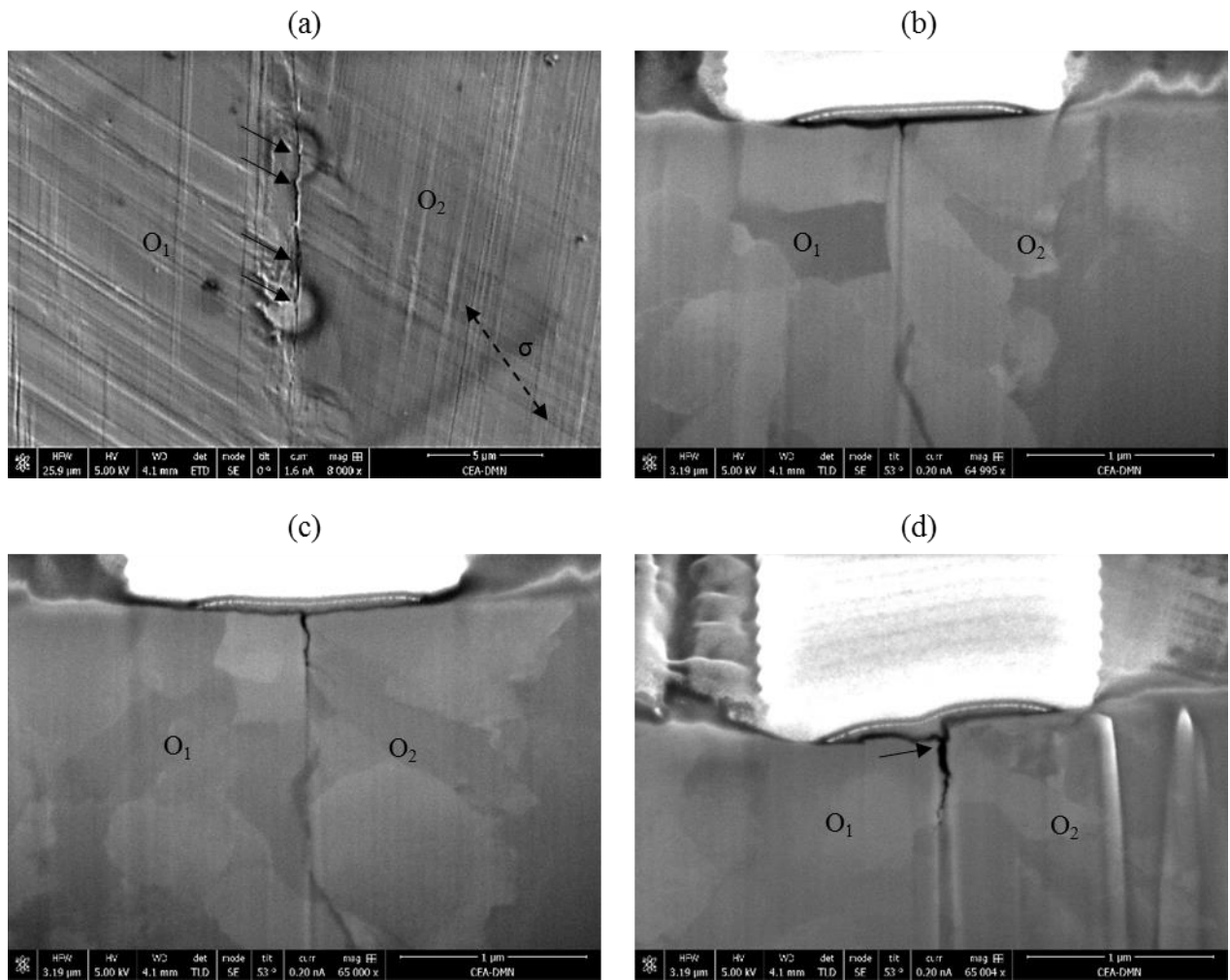
Cette microfissure a également été étudiée en détails par des découpes au MEB-FIB. Une rotation a été imposée afin de positionner le joint de grain fissuré verticalement. Le grain de gauche correspond au grain d'orientation O_1 sur les figure 3.8.a-d. Un cliché du joint de grain fissuré et extrudé par l'impact de BGPs (cf. partie 1.4.1.2) est présenté dans la figure 3.9.a. L'analyse de clichés pris avant rupture de ce joint de grains ne montrent pas de signe d'extrusion. Selon nous, ces extrusions ont été libérées suite à la microfissuration de ce joint de grain.

Les clichés issus des découpes FIB sont présentés dans les figure 3.9.b-f. Des découpes successives ont été réalisées. Les clichés sont présentés du haut de la fissure jusqu'à son centre, où celle-ci s'est initiée (figure 3.9.a). Tous les clichés obtenus après découpe sont présentés à des grossissements identiques (x65000). La profondeur et la largeur de la fissure sont croissantes de son bord à son centre. Une bifurcation de la pointe de la fissure est visible dans la figure 3.9.f. Le grain d'orientation O_1 présente un relief de surface qualitativement plus important. Bien que les systèmes primaires des deux grains soient de type mixte, le grain d'orientation O_2 présente la composante la plus proche d'un type A (pour lesquels les extrusions sont principalement localisées au travers des joints de grains).

Enfin, des flèches noires ont été positionnées sur les figure 3.9.d-f, celles-ci pointent vers des

3.4 Observations et analyses des configurations microstructurales d'initiation des microfissures

zones qui semblent être des extrusions induites par des BGPs. Cela valide l'interprétation réalisée : la rupture de ce joint de grains est imputable à l'extrusion des BGPs du grain de droite. La fissure s'est initiée en surface (figure 3.9.b), étant donné que les BGPs s'extrudent à la fois en surface et à cœur des grains (partie 1.3), l'extrusion continue des BGPs à cœur engendrent sa micropropagation le long du joint de grain (figure 3.9.d-f).



3.4 Observations et analyses des configurations microstructurales d'initiation des microfissures

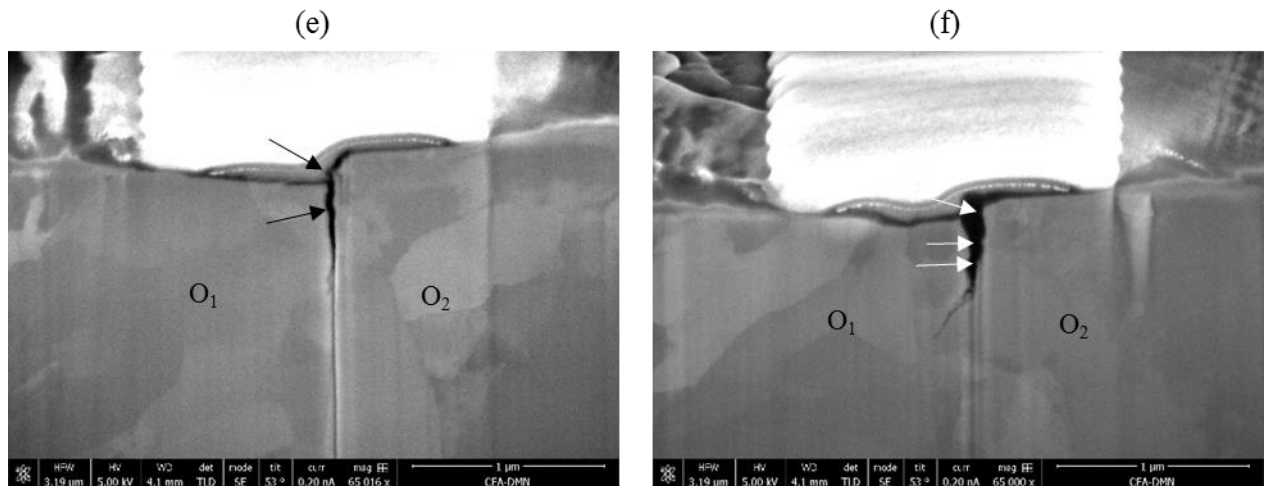


Figure 3.9. (a) Image MEB d'une fissure intergranulaire dans l'éprouvette K87-136 initiée avant 1000 cycles, observée à 2000 cycles. Les flèches pointent les parties du joint de grain extrudées par l'impact de BGP. L'axe de sollicitation est tracé en pointillés ;
(b-f) images MEB des coupes réalisées au FIB le long de la fissure

(a) SEM pictures of K87-136 sample of the initiation zone of a crack along a grain boundary initiated before 1000 cycles, observed at 2000 cycles. Arrows points to parts of the grain boundary, which seems extruded by the impingement of PSBs. Stress axis drawn in black dotted line;
(b-f) SEM pictures of the cuts performed with FIB along the grain boundary

3.4.2.2 Initiation de microfissures intergranulaires entre 600/1000 et 2000 cycles

Trois microfissures intergranulaires ont également été observées lors de l'arrêt à 2000 cycles (non détectées lors des arrêts précédents). La première microfissure est composée d'un ensemble de très courts embryons de fissures (voir figure 3.10.a-c). Le fait que plusieurs microfissures de très faibles longueurs soient initiées aux niveaux des impacts de plusieurs BGPs sur le joint de grains consolide l'hypothèse que les BGPs en sont à l'origine. Différents auteurs ont déjà observé des initiations intergranulaires engendrées par l'impact de BGPs, généralement accompagné de petites fissures situées d'un côté ou des deux côtés de chaque BGP impactant le joint [Lim et Raj 1984 ; Zhang et Wang 2008]. La taille du grain d'orientation O_1 (à travers la longueur des bandes impactant le joint est de $50 \mu\text{m}$, le grain d'orientation O_2 à une taille d'environ $300 \mu\text{m}$. Les longueurs des embryons de fissures sont de 500 nm en moyenne. Le grain O_1 présente un facteur de Schmid de $0,47$ et le grain O_2 de $0,46$. Les systèmes primaires des grains O_1 et O_2 sont respectivement de type A et B.

Le grain O_1 présente deux systèmes activés et le grain O_2 un seul. L'ensemble des bandes issues de ces trois systèmes activés impactent le joint de grain. Les bandes présentent deux comportements distincts : certaines se transmettent entre O_1 et O_2 et d'autres sont arrêtées au joint de grains (voir figure 3.10.a-c).

3.4 Observations et analyses des configurations microstructurales d'initiation des microfissures

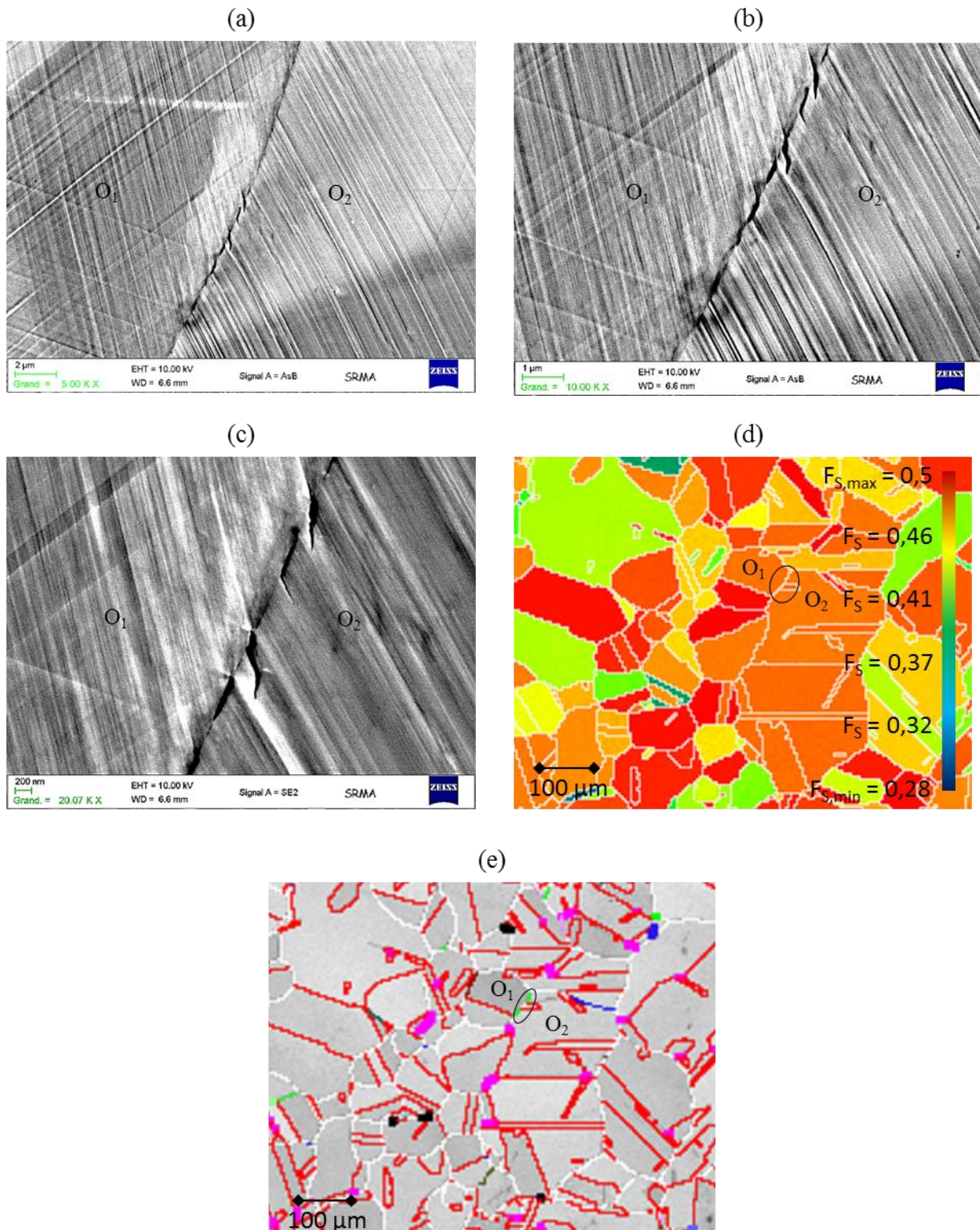
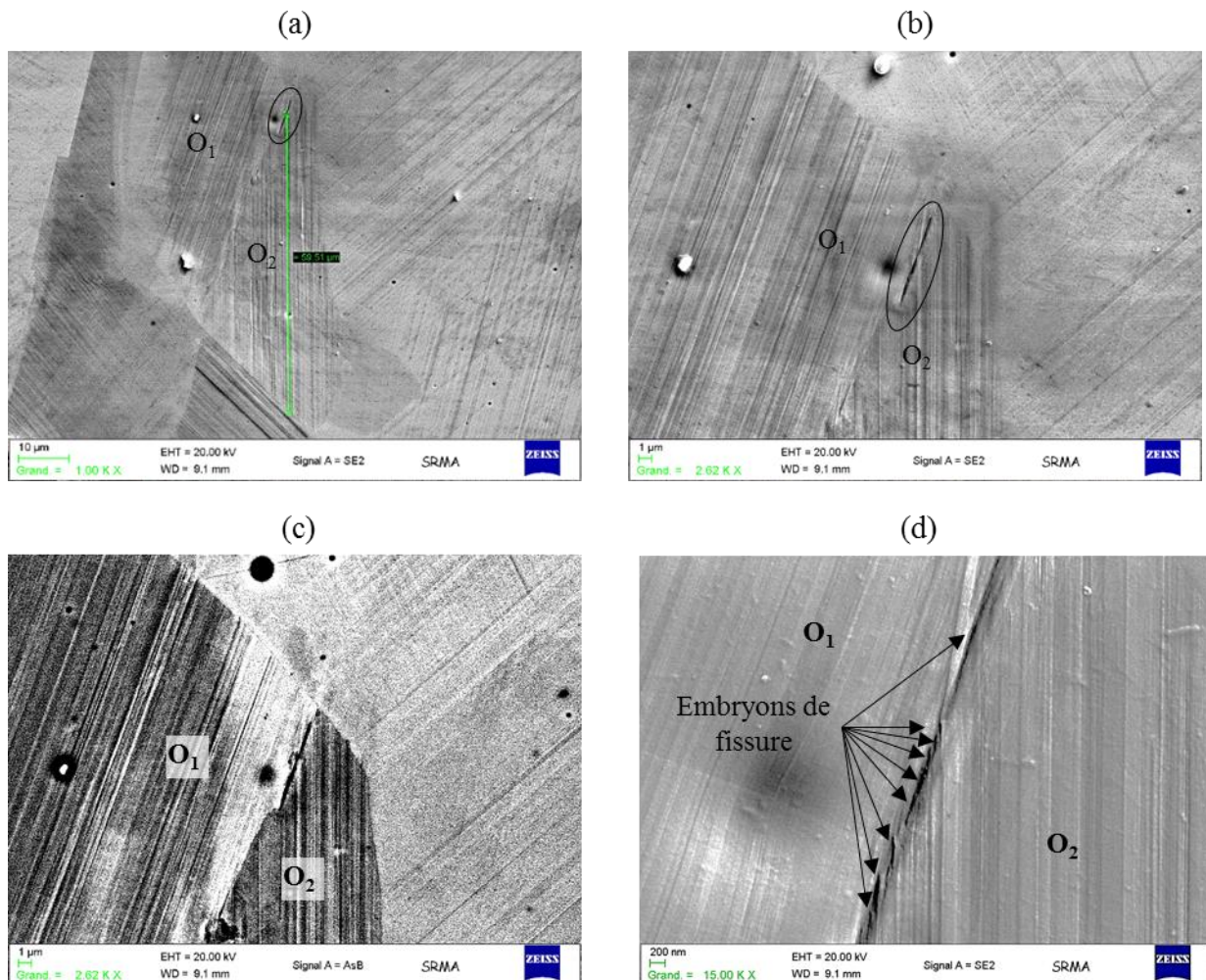


Figure 3.10. (a-c) Clichés MEB (grossissements croissants) de la zone d'amorçage d'une fissure intergranulaire entre 600 et 2000 cycles dans l'éprouvette K87-114 (d) cartographie en facteur de Schmid de la zone d'amorçage (e) indice CSL des joints de grains

(a-c) SEM pictures (increasing magnifications) of the initiation zone of a crack along a grain boundary initiated between 600 and 2000 cycles in the sample K87-114 ; (d) Schmid factor cartography ; (e) CSL mapping of the grain boundaries

3.4 Observations et analyses des configurations microstructurales d'initiation des microfissures

La seconde microfissure intergranulaire détectée lors de l'arrêt à 2000 cycles présente les mêmes caractéristiques que la précédente (figure 3.11). Elle s'est produite entre 600 et 2000 cycles. Il s'agit d'une microfissure composée de plusieurs embryons de fissures intergranulaires proches des zones d'impact des BGPs (figure 3.11.d). Le grain d'orientation O_1 à une longueur de $50\ \mu\text{m}$ et le grain d'orientation O_2 de $60\ \mu\text{m}$, leurs facteurs de Schmid sont de 0,42. Neuf embryons de fissures intergranulaires sont visibles dans la figure 3.11.d. Les longueurs des embryons de fissures varient de $150\ \text{nm}$ à $1,5\ \mu\text{m}$. Bien que le joint de grain présente un indice $\Sigma = 3$ (figure 3.11.f), que celui-ci soit rectiligne (spécificité des joints de macles), celui-ci est considéré en tant que rupture intergranulaire car l'impact des BGPs sur ce joint est sûrement à l'origine de sa fissuration. En effet, la présence de petits embryons de fissures accolés aux zones d'impacts de BGPs contre un joint semble être la signature d'une rupture par l'impact de BGPs.



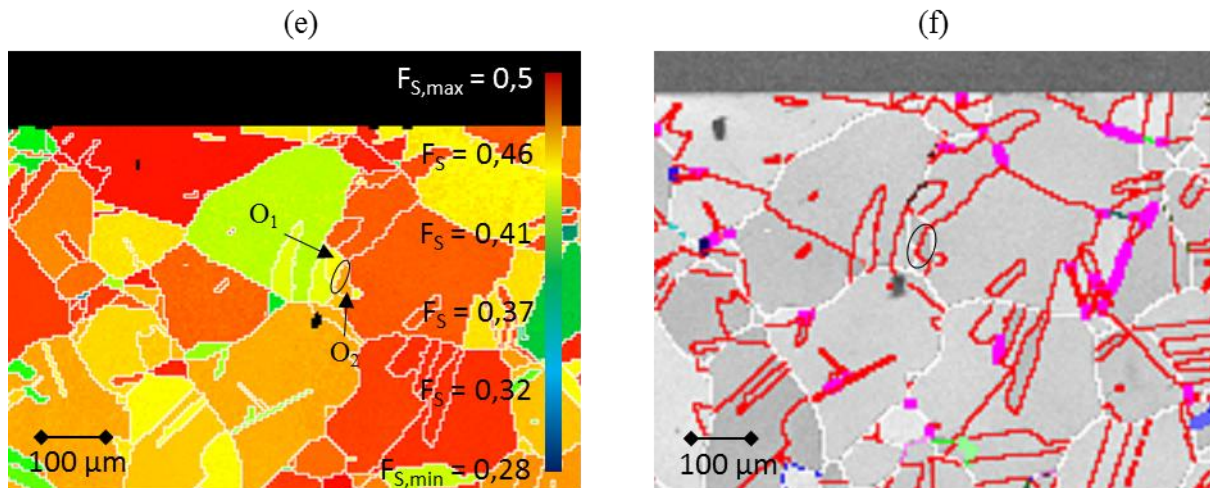


Figure 3.11. (a-d) Clichés MEB (grossissements croissants) de la zone d'initiation d'embryons de fissures intergranulaires. Initiation entre 600 et 2000 cycles dans l'éprouvette K87-114; (e) cartographie en facteur de Schmid de la zone d'initiation (f) indices CSL des joints de grains

(a-d) SEM pictures (increasing magnifications) of the initiation zone of crack nuclei along a grain boundary. Initiation between 600 and 2000 cycles in the K87-114 sample; (e) Schmid factor cartography ; (d) CSL mapping of the grain boundaries

La dernière microfissure initiée le long d'un joint impacté par des BGP entre 600 et 2000 cycles présente des similitudes avec le cas précédent. Le grain orienté O_1 présente au moins deux systèmes de glissement activés (figure 3.12.a), des traces de glissement sont visibles dans deux directions. Le grain orienté O_2 ne présente qu'un seul système activé. De plus, seule une partie du glissement est transmis à travers ce joint de macle (figure 3.12.a.b), ce qui engendre une accumulation de dislocations résiduelles lors du passage de dislocations au travers du joint, jusqu'à l'initiation d'une fissure [Pineau 2015]. Afin d'avoir la certitude que ce joint est bien un joint de macles, une découpe au FIB aurait été nécessaire. Les grains O_1 et O_2 ont une taille de $30 \mu\text{m}$ et des facteurs de Schmid de 0,48 et 0,47. Le système primaire du grain O_1 est de type B, le grain O_2 est de type mixte.

3.4 Observations et analyses des configurations microstructurales d'initiation des microfissures

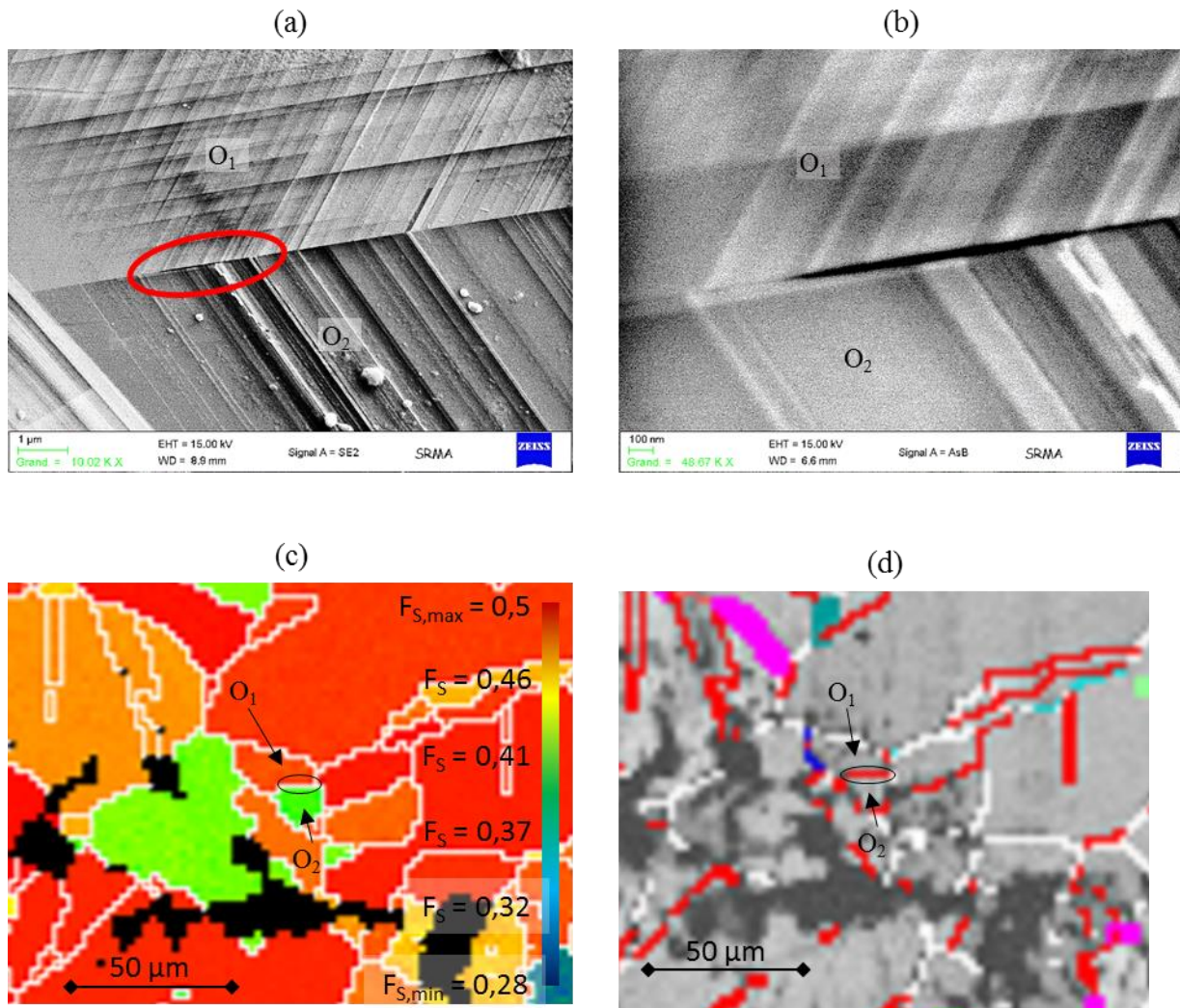


Figure 3.12. (a-b) Clichés MEB (grossissements successifs) de la zone d'amorçage d'une fissure le long d'un joint de maclé entre 600 et 2000 cycles dans l'éprouvette K87-114 (c) cartographie en facteur de Schmid de la zone d'amorçage (d) indice CSL des joints de grains

(a-b) SEM pictures (successive magnifications) of the initiation zone of a crack along a twin boundary initiated between 600 and 2000 cycles in the sample K87-114; (c) Schmid factor cartography; (d) CSL mapping of the grain boundaries

3.4 Observations et analyses des configurations microstructurales d'initiation des microfissures

3.4.3 Initiation le long des BGP (transgranulaire)

Une fissure transgranulaire semble visible dans un grain de 30 μm au sens de la longueur des BGP observées en surface (figure 3.13.b-d). Néanmoins, un doute subsiste quant à la nature des lignes noires visibles sur les clichés MEB (figure 3.13.c.d) et qui pourraient être apparentées à des microfissures le long des BGP. Les fissures intragranulaires microstructurellement courtes sont en effet difficiles à distinguer des intrusions sans procéder à une découpe de la surface. Bien que l'imagerie en électrons rétrodiffusés permette d'imager la région subsurfacique de l'éprouvette (figure 3.13.d, notée AsB), la ligne noire visible pourrait simplement être une intrusion située le long de cette bande de glissement persistante. Les intrusions ne devenant pas forcément des fissures [Basinski et Basinski 1989].

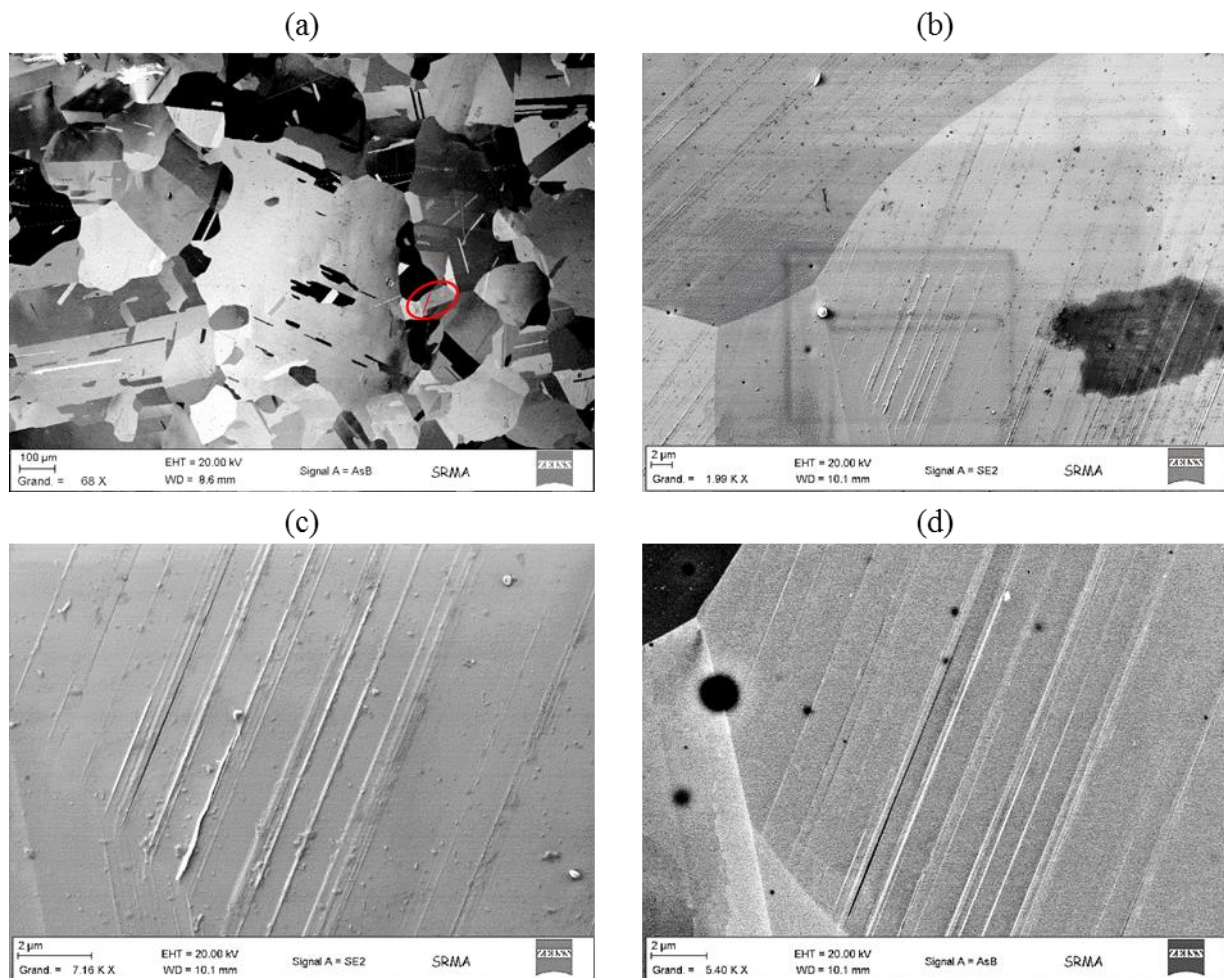


Figure 3.13. (a-c) Clichés MEB (grossissements croissants) de la zone d'initiation d'une fissure intragranulaire dans l'éprouvette dans l'éprouvette K87-136. Initiation entre 1000 et 2000 cycles ; (d) Cliché MEB en électrons rétrodiffusés de la zone d'initiation

(a-c) SEM pictures (increasing magnifications) of the initiation zone of a transgranular crack along PSBs. Initiation occurs between 1000 and 2000 cycles in the K87-136 sample; (d) SEM picture of the initiation zone captured in backscattered electron

Une découpe au MEB-FIB de la surface a été réalisée et est présentée sur la figure 3.14. La partie entourée en rouge correspond à la ligne noire visible sur la figure 3.13.d. Celle-ci est qualifiable d'intrusion étant donné la faible profondeur de pénétration sous la surface de l'ordre de 100 nm. Ces intrusions sont largement observées dans le cas des métaux de structure cfc sollicités cycliquement (partie 1.3.3). Elles ne donnent pas nécessairement lieu à la création d'une fissure intragranulaire plus conséquente en profondeur.

A noter que l'application d'une traction lors des observations aurait facilité la détection d'autres fissures transgranulaire car cela permet de les maintenir ouvertes. Lorsque les fissures transgranulaire sont très courtes, celles-ci peuvent se refermer et être difficilement détectable lors d'observations au MEB-FEG.

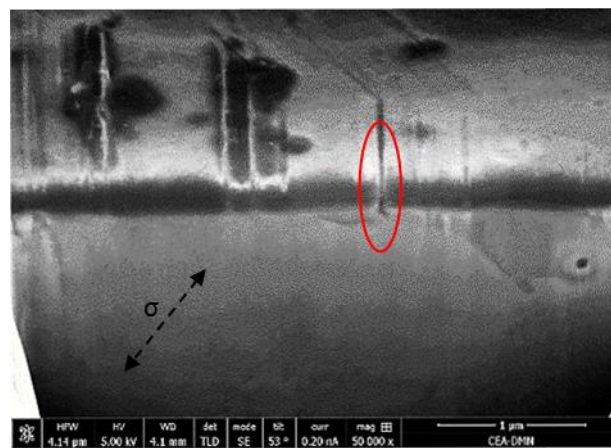


Figure 3.14. Découpe au MEB-FIB de la surface de l'éprouvette K87-136 à 2000 cycles à l'emplacement de la fissure intragranulaire. Initiation entre 1000 et 2000 cycles, seule une entaille de l'ordre de 100 nm est visible. L'axe de sollicitation est tracé en pointillés.

FIB cut of the free surface of the sample K87-136 after 2000 cycles at the location of the transgranular crack (initiated between 1000 and 2000 cycles), only a very short crack nucleus (100 nm depth) is visible. Black dotted line is the stress axis.

3.5 SYNTHÈSE

Différents cas de microfissures ont été observés sur deux éprouvettes à gros grains déformées cycliquement après 600/1000 cycles et 2000 cycles :

- A 600/1000 cycles de déformation cyclique :
 - o 1 fissure le long d'un joint de macles induites par la formation d'une BGP parallèle ;

- 1 fissure le long d'un joint de grains impacté par des BGPs.
- A 2000 cycles de déformation cyclique :
 - 2 fissures le long de joints de macles induites par la formation d'une BGP parallèle
 - 3 fissures le long de joints de grains impactés par des BGPs.

Les fissures n'ont pas été nécessairement observées dans des grains de grande dimensions. A noter toutefois que les grains dont le diamètre est faible en surface ne sont pas nécessairement de faibles dimensions en profondeur. La plupart des BGPs observées traversent les grains de part en part. Dès lors, une plus grande précaution est nécessaire quant à la conclusion de l'effet de la taille de grains sur les microfissures observées. En effet, une étude de [Man et al. 2002] a prouvé l'existence de trois configurations spécifiques basées sur l'observation de 395 grains d'un acier 316L par EBSD suivis de polissages successifs : 36% des grains ont un diamètre apparent supérieur à leur profondeur, 49% des grains ont un diamètre apparent inférieur à leur profondeur et 15% des grains ont un diamètre apparent très inférieur à leur profondeur. Soit un total de 64% des grains dont le diamètre en surface est inférieur à la profondeur.

Les différentes configurations des cas d'initiation de microfissures observées sont résumées dans le tableau 3.3. A chaque ligne correspond une fissure observée. Elles sont classées dans l'ordre où elles sont décrites dans ce chapitre. Les colonnes indiquent successivement :

- Le nombres de cycles à initiation ;
- Le site cristallographique d'initiation ;
- La longueur du joint de macles dans le cas des fissures le long des joints de macles, et la longueur des BGPs impactant le joint de grains dans le cas de l'initiation intergranulaire ;
- Les trois angles d'Euler ϕ_1 , ϕ et ϕ_2 (suivant la convention de Bunge) ;
- Les angles entre normale et direction du système primaire et normale à la surface libre, suivi du type d'orientation correspondant ;
- Les angles mesurés et calculés entre trace de glissement et direction de traction.

Eprouvette Figure	Nombre de cycles à initiation	Lieu d'initiation Mode d'initiation	Grain	Taille de grain ou longueur des bandes en surface (μm)	Longueur de fissure mesurée sur la surface libre (μm)	$\phi 1$ ($^\circ$)	ϕ ($^\circ$)	$\phi 2$ ($^\circ$)	Facteur de Schmid	Angle entre normale du système primaire et surface libre ($^\circ$)	Angle entre direction du système primaire et surface libre ($^\circ$)	Type de système activé	Mesure angle entre trace de glissement et direction de traction ($^\circ$)	Calcul angle entre trace de glissement et direction de traction ($^\circ$)
K87-136 Figure 3.4 et Figure 3.5	≤ 1000	Joint de macle Le long d'une BGP	O ₁	460	~100	301,3	26,5	97,1	0,41	36	109	Mixte	60	59
			O ₂			216,9	44,4	117,4	0,42	54	94	Mixte	36	42
K87-114 Figure 3.6	$600 \leq \text{Ni} \leq 2000$	Joint de macle Le long d'une BGP	O ₁	560	15	281,1	40,7	86,8	0,46	92	64	Mixte	60	46
			O ₂			203,7	41,8	185,2	0,47	39	125	B	70	67
K87-136 Figure 3.7	$1000 \leq \text{Ni} \leq 2000$	Joint de macle Le long d'une BGP	O ₁	110	48	273,8	34,8	111,1	0,46	107	59	Mixte	42	40
			O ₂			57,2	40,1	336,4	0,46	51	127	B	44	49
K87-136 figure 3.8 et figure 3.9	≤ 1000	Joint de grain Impact de BGPs	O ₁	200	11	60,3	33,8	269,6	0,37	143	79	Mixte	44	50
			O ₂			216,9	44,4	117,4	0,42	54	94	Mixte	36	42
K87-114 Figure 3.10	$600 \leq \text{Ni} \leq 2000$	Joint de grain Impact de BGPs	O ₁	300	0,5	226,1	50,5	39	0,47	75	95	A	39	41
			O ₂			26,5	37,6	13,6	0,46	44	49	B	64	62
K87-114 Figure 3.11	$600 \leq \text{Ni} \leq 2000$	Joint de macle Impact de BGPs	O ₁	50	1	32,7	41,6	285,2	0,42	135	49	B	70	51
			O ₂			279,5	21,7	117,1	0,42	35	115	~B	90	73
K87-114 Figure 3.12	$600 \leq \text{Ni} \leq 2000$	Joint de macle Impact de BGPs	O ₁	28	1	151,2	44,8	7,4	0,48	40	56	B	63	66
			O ₂			308	13,1	50	0,47	57	77	Mixte	54	52
K87-136 Figure 3.13 et Figure 3.14	$1000 \leq \text{Ni} \leq 2000$	Intrusion le long d'une BGP	X	33	Longueur de l'intrusion : 12 μm									

Tableau 3.3. Récapitulatif des sites d'initiations de microfissures observées à 1000 et 2000 cycles sur les éprouvettes fines ($e = 1 \text{ mm}$) K87-114 et K87-136 à forte taille de grains. Amplitudes de déformation plastiques à saturation de $\Delta\epsilon_p/2=1,1 \cdot 10^{-3}$ (K87-114) et $\Delta\epsilon_p/2=1,4 \cdot 10^{-3}$ (K87-136). Essais réalisés sous air à température ambiante.

Summary of the configurations where microcracks initiated at the free surface of the two thin plate samples ($e = 1 \text{ mm}$) with large grain sizes. Plastic strain amplitudes at saturation stage of $\Delta\epsilon_p/2=1.1 \cdot 10^{-3}$ (K87-114) and $\Delta\epsilon_p/2=1.4 \cdot 10^{-3}$ (K87-136). Tests performed under air at room temperature.

3.6 COMPARAISONS AUX OBSERVATIONS DE LA LITTÉRATURE

Etant donné le faible nombre de microfissures observées, il n'est pas possible de conclure de manière statistiquement significative quant à la modification des mécanismes de microfissuration induite par la forte taille de grains (159 μm sans considérer les joints de macles) de l'acier 316L étudié. Néanmoins, le fait de n'avoir observé aucune fissure transgranulaire et plusieurs fissures intergranulaires et le long des joints de macles présage d'une modification des mécanismes d'endommagement. En effet, ces observations sont en accord avec certains éléments de la littérature et en contradiction avec d'autres. La plupart des études fondamentales portant sur le sujet sont réalisées sur des matériaux à tailles de grains standard (30 à 50 μm en moyenne pour les principaux² métaux et alliages cfc).

Etudes en accord :

Le constat établi par [Morrison et Moosbrugger 1997] concernant la prépondérance d'une initiation intergranulaire des microfissures induite par une forte taille de grains pour le nickel paraît également valable dans le cas de l'acier 316L.

L'initiation le long des joints de macles est considéré comme majoritaire lors des essais à longues durées de vies (matériaux à tailles de grains standards). Bien que nos essais interrompus concernent le domaine oligocyclique, une majorité des cas de microfissures le long des joints de macles a été observée. Ce constat est en accord avec les essais réalisés par [Blochwitz et Richter 1999] sur un acier 316L à taille de grains de 47 μm sous une amplitude de déformation plastique de $\Delta\varepsilon_p/2=1.10^{-3}$. En effet, près de 37% des cas d'initiation de fissures courtes ont été recensés le long de joints d'indice Σ_3 cohérents et de joints Σ_9 . De plus, l'acier 316L étudié par [Blochwitz et Richter 1999] contient une fraction plus faible de joints de macles que notre acier. En augmentant la fraction de joints de macles, une part plus importante de fissures initiées le long des joints de macles aurait été attendue.

Etudes en désaccord :

Les tendances établies par [Mineur et al. 2000] sur l'acier 316L ne semblent quant à elles plus valables du fait de la forte taille de grains du matériau étudié. Pour rappel, une majorité de microfissures transgranulaires étaient observées pour un niveau de déformation plastique

² Les plus étudiés dans la littérature : Nickel – Cuivre – Acier 316L

supérieur à celui subi par les deux éprouvettes de cette étude. Or, en suivant ses observations ainsi que les tendances issues de la littérature établies dans la partie 1.4 concernant l'effet de l'amplitude de déformation plastique, une plus grande proportion de fissures transgranulaires aurait dû être observées dans notre matériau. De plus, une très faible portion de fissures le long des joints de macles était observée (7% des cas de [Mineur et al. 2000]). Cette tendance a également été qualitativement validée par [Bataille et Magnin 1994].

A notre connaissance, aucune étude publiée dans la littérature ne documente des initiations majoritairement localisées à la fois le long des joints de grains et le long des joints de macles dans le domaine des longues durées de vies. Seule une étude récente de [Marx et al. 2018] a été réalisée sur un polycristal de nickel à forte taille de grains (moyenne de 400 μm) sollicité à un niveau de déformation plastique de $\Delta\varepsilon_p/2=10^{-3}$, à température ambiante et sous air. L'essai a été interrompu après un grand nombre de cycles (850 000), puis a été observé minutieusement au MEB. Au total, 25 initiations de fissures (dont la taille est inférieure à la taille de grain) ont été observées et analysées. Parmi les 25 fissures détectées, 18 se sont initiées le long de joints de macles et 7 le long de joints de grains. Aucune fissure transgranulaire n'a été observée. Les cas d'initiation intergranulaire étudiées par cette équipe seront utilisées dans le cadre de la confrontation expériences-modèle développée dans le chapitre 7.

Le paramètre commun entre l'étude de [Marx et al. 2018] et la nôtre est la forte taille de grains ainsi que la large fraction de joints de macles. La majorité des fissures initiées le long des joints de macles se situent dans des grains de forte dimension.

La longue dimension des BGPs situées sur ces joints et l'activité accrue observée par rapport au reste des grains, confirmée par les observations présentées dans ce chapitre, semblent à l'origine de ces observations. En effet, la hauteur des extrusions formées des BGPs formées le long des joints de macles paraît systématiquement plus importante que celle des BGPs formées dans les grains.

3.7 CONCLUSIONS

Des essais cycliques interrompus par des séances de microscopie électronique à balayage ont été réalisées sur deux éprouvettes fines à forte taille de grains (suite au procédé de SD-CIC). Ces essais ont été réalisés à des amplitudes de déformation plastiques proches de $\Delta\varepsilon_p/2 = 10^{-3}$.

Des bandes de glissement persistantes (BGPs) ont été observées après interruption d'un essai à

seulement 100 cycles. Celles-ci sont présentes sous la forme d'extrusions visibles en surface et au travers des joints de grains voisins, de forme bombée (partie 1.3.3).

Dès 1000 cycles (soit environ 10% de la durée de vie sur éprouvettes fines, et environ 1,5% de la durée de vie sur éprouvette épaisse), des initiations de fissures sont observées le long d'un joint de macle et d'un joint de grain. Ces microfissures sont induites respectivement par la formation d'une BGP parallèle au joint de macles (et qui s'extrude à travers la surface libre) et par l'impact de BGPs contre un joint de grains. Pour s'en assurer, des coupes au MEB-FIB ont été réalisées. Bien que la fissure initiée le long du joint de macles soit longue (~100 μm), celle-ci n'est que peu profonde (~500 nm) et est orientée suivant le plan du joint de macles. Concernant la fissure intergranulaire, des extrusions du joint par des BGPs sont visibles à la fois en surface et sous la surface. La profondeur maximale de la fissure est de l'ordre de 700 nm.

Entre 600/1000 et 2000 cycles, deux fissures le long de joints de macles et 3 fissures le long de joints de grains (dont deux joints d'indice Σ_3) impactés par des BGPs ont été observées. Une fissure transgranulaire a été suspectée mais a été écarté suite à une découpe au MEB-FIB qui a révélé qu'il ne s'agissait que d'une légère intrusion, certes bien visible en surface mais très peu profonde (entre 50 et 100 nm).

Ces résultats sont à la fois en accord et à l'encontre d'études publiées sur des métaux cfc à tailles de grains standard (30 à 50 μm).

Des études réalisées à des niveaux proches sur des aciers 316L, sous environnement air et à température ambiante ont révélé un amorçage le long des BGPs (intragranulaire) fortement majoritaire (de l'ordre de 70%) [Bataille et Magnin 1994 ; Mineur et al. 2000]. L'initiation intergranulaire étant beaucoup moins représentée et l'initiation le long des joints de macles quasi anecdotique à ces niveaux de déformations.

L'étude de [Blochwitz et Richter 1999] réalisée également sur un acier 316L à taille de grains standard sous air a montré une part non négligeable d'initiations le long des joints de grains et le long des joints de macles sans pour autant détailler les mécanismes en présence.

L'effet de la taille de grains est connu pour favoriser très fortement un amorçage intergranulaire, ce qui a été observé dans cette étude. A notre connaissance, aucune étude n'a encore été publiée sur l'influence de la taille de grain sur l'initiation le long des joints de macles, qui représente

une part importante des cas d'initiation observée. Il est nécessaire de noter que leur détection est la plus aisée car les amorces de fissures sont systématiquement plus longues dans le cas des joints de macles que des autres cas.

Cyclic tests interrupted by scanning electron microscopy observations were performed on two large grains specimens. These tests were carried out at plastic strain amplitudes close to $\Delta\varepsilon_p/2 = 10^{-3}$.

Persistent slip bands (PSBs) were observed after interrupting a test at only 100 cycles. PSBs form extrusions on the free surface and through the neighboring grain boundaries (see section 1.3.3).

From 1000 cycles (about 10% of the lifetime on thin specimens, and about 1.5% of the lifetime on thick specimens), crack initiation are observed along a twin and grain boundaries. These microcracks are induced respectively by the formation of a PSB parallel to the twin boundary (and extruded through the free surface) and by the impact of PSBs against a grain boundary. To ensure this, SEM-FIB cuts were made. Although the crack initiated along the twin boundary is quite long (~100 μm), its depth is low (~500 nm) and is oriented along the plane of the twin boundary. Concerning the intergranular crack, extrusions of the boundary by PSBs are visible both on and below the surface. The maximum depth of the crack is about 700 nm.

Between 600/1000 and 2000 cycles, two cracks along twin boundaries and three along grain boundaries impinged by PSBs were observed. A transgranular crack was suspected but was ruled out following an SEM-FIB cut which revealed that it was only a slight intrusion, certainly visible at the surface but very shallow (between 50 and 100 nm).

These results are either in contrast and in agreement to studies published in literature on fcc metals with standard grain sizes (30 to 50 μm).

Studies carried out at close levels on 316L steels, under air environment and at room temperature have revealed that the majority (around 70%) of microcracks initiated along PSBs (transgranular) [Bataille et Magnin 1994 ; Mineur et al. 2000] . Intergranular initiation is much less represented and initiation along the twin boundaries is almost inexistent at these levels of deformations.

The study of [Blochwitz et Richter 1999] also carried out on 316L steel with standard grain size

under air showed a significant fraction of initiations along grain boundaries and along twins without investigating the mechanisms involved.

The effect of the grain size is known to strongly promote intergranular microcrack initiation, which was observed in this study. To our knowledge, no study has yet been published on the influence of grain size on initiation along the twin boundaries, which represents the majority of observed initiation cases. It should be noted that their detection is the easiest because the crack initiation is systematically longer in the case of twin boundaries than in other cases (almost the whole length of the twins where cracked).

3.8 RÉFÉRENCES**Basinski, Basinski 1989**

BASINSKI Z. S. et BASINSKI S. J., « Copper single crystal PSB morphology between 4.2 and 350 K », *Acta Metallurgica*, 37, 12, pp. 3263-3273.

Bataille, Magnin 1994

BATAILLE A. et MAGNIN T., « Surface damage accumulation in low-cycle fatigue: Physical analysis and numerical modelling », *Acta Metallurgica et Materialia*, 42, 11, pp. 3817-3825.

Blochwitz, Richter 1999

BLOCHWITZ C. et RICHTER R., « Plastic strain amplitude dependent surface path of microstructurally short fatigue cracks in face-centred cubic metals », *Materials Science and Engineering: A*, 267, 1, pp. 120-129.

Blochwitz, Tirschler 2005

BLOCHWITZ C. et TIRSCHLER W., « Twin boundaries as crack nucleation sites », *Cryst. Res. Technol.*, 40, 1-2, pp. 32-41.

Lim, Raj 1984

LIM L. C. et RAJ R., « Effect of boundary structure on slip-induced cavitation in polycrystalline nickel », *Acta Metallurgica*, 32, 8, pp. 1183-1190.

Man et al. 2002

MAN J. et OBRTLÍK K. et BLOCHWITZ C. et POLÁK J., « Atomic force microscopy of surface relief in individual grains of fatigued 316L austenitic stainless steel », *Acta Materialia*, 50, 15, pp. 3767-3780.

Man et al. 2003

MAN J. et OBRTLÍK K. et POLÁK J., « Study of surface relief evolution in fatigued 316L austenitic stainless steel by AFM », *Materials Science and Engineering: A*, 351, 1-2, pp. 123-132.

Man et al. 2012

MAN J. et VYSTAVĚL T. et WEIDNER A. et KUBĚNA I. et PETRENEC M. et KRUML T. et POLÁK J., « Study of cyclic strain localization and fatigue crack initiation using FIB technique », *International Journal of Fatigue*, 39, pp. 44-53.

Marx et al. 2018

MARX M. et SCHÄFER F. et WEILER P. et RAUBER J. et MOTZ C., « Fatigue crack initiation at grain boundaries due to grain boundary resistance against crack transfer and local stresses », *MS & T 2018 Conference (Ohio - USA)*.

Mineur et al. 2000

MINEUR M. et VILLECHAISE P. et MENDEZ J., « Influence of the crystalline texture on the fatigue behavior of a 316L austenitic stainless steel », *Materials Science and Engineering: A*, 286, 2, pp. 257-268.

Morrison, Moosbrugger 1997

MORRISON D. J. et MOOSBRUGGER J. C., « Effects of grain size on cyclic plasticity and fatigue crack initiation in nickel », *International Journal of Fatigue*, 19, 93, pp. 51-59.

Neumann 1997

NEUMANN P., « Preferred locations for fatigue crack initiation », *TMS 1997*.

Pineau 2015

PINEAU A., « Crossing grain boundaries in metals by slip bands, cleavage and fatigue cracks », *Phil. Trans. R. Soc. A*, 373, 2038, p. 20140131.

Weidner, Biermann 2015

WEIDNER A. et BIERMANN H., « Case studies on the application of high-resolution electron channelling contrast imaging – investigation of defects and defect arrangements in metallic materials », *Philosophical Magazine*, 95, 7, pp. 759-793.

Zhang, Wang 2008

ZHANG Z. F. et WANG Z. G., « Grain boundary effects on cyclic deformation and fatigue damage », *Progress in Materials Science*, 53, 7, pp. 1025-1099.

Chapitre 4. PREDICTION OF THE EFFECT OF PSB IMPINGEMENT ON GRAIN BOUNDARIES IN DUCTILE METALS: PART I - GB EXTRUSION ANALYSIS

J.Hazan^{*3, 1}, S. Vincent², M.Sauzay¹

1. DEN-Service de Recherches Métallurgiques Appliquées, CEA, Université Paris-Saclay, F-91191, Gif-sur-Yvette, France

2. DEN-Service de Technologie des Composants et des Procédés, CEA, F-13108, Saint-Paul-lez-Durance, France

3. Sorbonne Université, Institut de Formation Doctorale, IFD, 75005, Paris, France

Abstract: PSB extrusion through impinged grain boundaries (GBs) is observed in ductile metals and alloys subjected to cyclic loading. GB microcrack initiation seems to be caused by this phenomenon but it is still poorly understood. Finite element simulations of the cyclic deformation of small aggregates of various fcc metals and alloys are performed. Calculations account for (i) cubic elasticity and crystal plasticity, (ii) slip localization in PSBs and (iii) production and annihilation of vacancies within PSBs and their diffusion toward the surrounding matrix, inducing a free dilatation increasing cycle by cycle. Predictions of GB deformations and stress fields induced by the impingement of PSBs on the neighboring GBs are deduced. The influence of grain size and the crystallographic orientation of the neighbor grain is estimated. The results are finally compared to experimental observations.

4.1 INTRODUCTION

4.1.1 General introduction

The cyclic deformation of fcc metals often leads to the creation of slip bands within slabs of the grains which remain. These slip bands are called persistent slip bands (PSBs) since they reappear at the same position after polishing the samples and recycling [1]. The PSBs cross the

* Corresponding author
E-mail address : jerome.hazan@cea.fr

grains and are characterized by their specific extrusion shape through free surfaces and grain boundaries (GBs). Along lifetime, a large number of microcracks can be initiated along the PSBs (transgranular), at the PSB-GB interface (intergranular) and along the twin boundaries in surface.

Many parameters as grain size [2], grain boundary (GB) structure [3], environment [4], material [5] and cycling conditions [2] have an influence on the preponderant type of micro-crack initiation mechanism.

Several authors attempted to model the PSB formation and extrusion through free surface using different methods. Initially, Essmann et al. [6] proposed a model (EGM I) for the formation and growth of a dynamic extrusion trough migration of vacancies (formed by annihilation of edge dislocations of opposite signs) to the surrounding matrix and channels. Later, Polák [7] developed that model highlighting the effects of diffusion leading to formation of both extrusions (in the center of PSBs) and intrusions (at the PSB-matrix interfaces in the free surface). Then, Polák & Sauzay [8] proposed an analytical model for the prediction of PSB vacancy concentration, migration and extrusion growth rate per cycle depending on the material and the temperature.

Recently, Sauzay and Liu [9] predicted the initiation of transgranular micro-cracks at the free surface of single crystals, considering the vacancy production and annihilation within PSBs and their diffusion toward the matrix. This work is based on the same assumptions, but dedicated to the context of the initiation of intergranular micro-cracks, which are induced by the impingement of PSBs against the neighboring grain boundaries (GBs). The impingement of PSBs on GBs induce formation of extrusions at the GBs, which are associated with a local stress concentration conducting to the formation of microcracks. Finite element simulations are performed (using Cast3M software) accounting for the thickness of PSBs and grain size, vacancy production, annihilation and diffusion and crystal plasticity. This paper is a first step in the understanding of PSB extrusion through GBs and the associated stress fields for different crystallographic configurations.

4.1.2 Experimental evidence: PSB impingement on the neighbor GBs

Many experimental observations highlight that the GBs are impinged and can be extruded by PSBs [10]–[13]. In function of the misorientation between two adjoining grains, a PSB may transfer or not through the GB [14]–[16]. PSB extrusions through GBs are reported either when

the PSBs transfer (figure 4.1.a) or not (figure 4.2.a.b). PSB extrusion are reported principally for copper [16]–[18], but also for nickel [19], [20], 316L SS [21] and other ductile metals and alloys.

During cyclic deformation of a bicrystal with a high angle GB (except for singular GBs such as symmetric twin boundaries), an accumulation of residual stress will result as the direct transfer of PSBs from one grain to the other seems to be rare. This accumulation will result in an irreversible deformation of the GB and cracks will appear after further cycling [22].

On the contrary, the direct transfer of PSBs is easier through a twin boundary, no deformation of the GB is visible (figure 4.1.b). Concerning low angles GBs, residual stress accumulate at the GB, but with less intensity than for the high angle GB. Such GB withstands more cycles before the apparition of a microcrack [22]. Some well-defined cases of PSB extrusion through GBs and microcrack initiation are presented in [3], [10].

The initiation of intergranular microcracks in polycrystals depends on the intense competition between all types of grain boundaries. The aim of this paper is to predict PSBs extrusion through GBs with a new approach, and clarify what are the influence of crystallographic orientation and material parameters on this phenomenon.

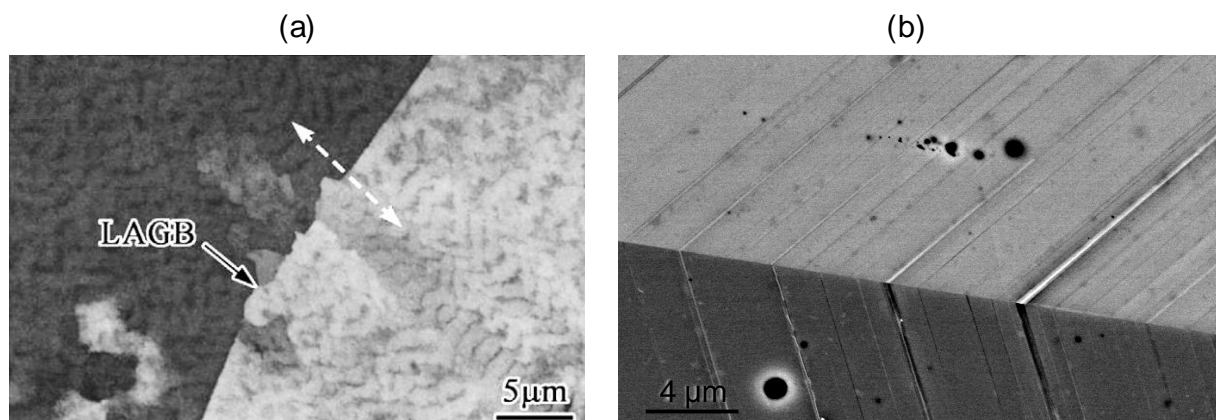


Figure 4.1. (a) ECC picture of PSB extrusion through GB in case of slip transmission in a copper bicrystal, $\Delta\tau/2=32$ MPa, 10^5 cycles [22] (b) PSB transmission through a twin boundary with no visible extrusion, 316L SS polycrystal, $\Delta\varepsilon_p/2=1.1.10^{-3}$, 2000 cycles.

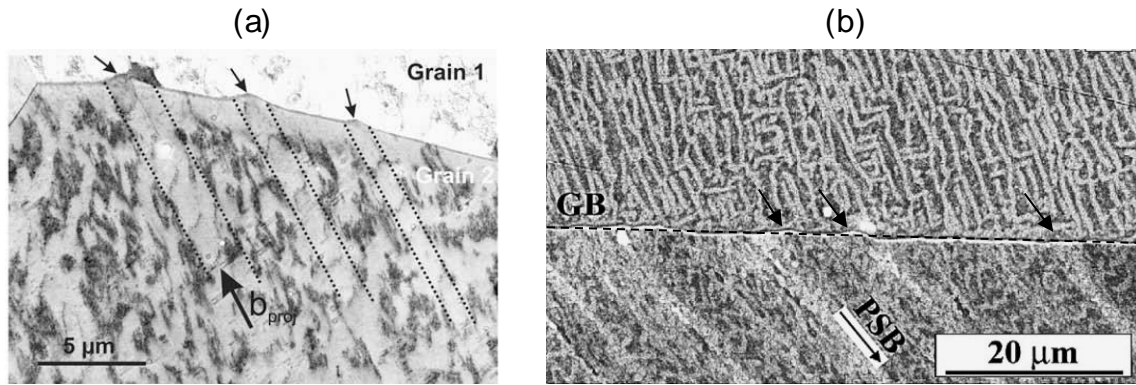


Figure 4.2. ECC pictures of PSB extrusion through GBs in cyclically deformed (a) nickel polycrystal, mean grain size $80 \mu\text{m}$, $\Delta\varepsilon_p/2 = 5.10^{-4}$, 30000 cycles [19]; (b) copper bicrystal with multiple slip system activation in the neighbor grain near the GB due to elastic-plastic mismatch. A labyrinth structure is observed. $\Delta\varepsilon_p/2 = 5.10^{-4}$, 20000 cycles [10]

4.2 HYPOTHESIS OF THE FINITE ELEMENT SIMULATIONS

During cyclic deformation, slip localization in PSBs of grains oriented for single slip conducts to a two-phase microstructure (after saturation of the cyclic hardening). A sketch of a mesh used for the FE simulations is presented in figure 4.3. Elastic-plastic PSBs (in red) are embedded in an elastic grain (grain 1), where dislocation density is very high and almost no plastic activity occurs [20], [23]. Grain 2 (the neighbor grain) is firstly considered as purely elastic. Then, the effect of its crystallographic orientation on the PSB extrusion is considered.

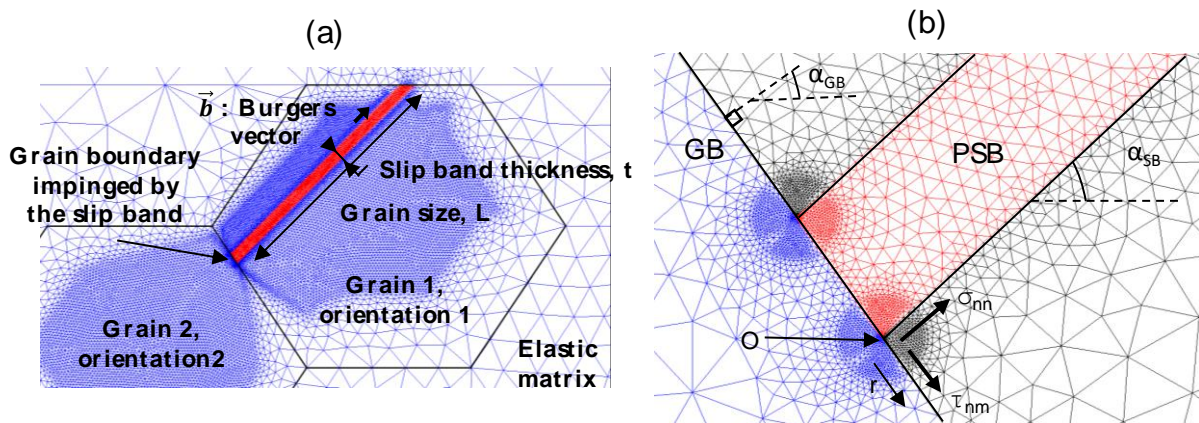


Figure 4.3. (a) Part of a mesh where two grains are embedded in an elastic matrix. Grain 1 (upper part) contains a PSB, which impinges grain 2 (i.e. the neighbor grain, lower part); (b) zoom at the PSB-GB interface where PSB extrusion height, normal stress σ_{nm} and shear stress τ_{nm} fields are predicted and analyzed.

4.2.1 Elastic-plastic constitutive laws

Cubic elasticity and crystal cyclic plasticity behavior are accounted for. All the parameters are adjusted using single crystal data provided by cyclic tests published in literature. Because of the two-phase microstructure, mixture rule of Winter [24] (equation 4.1) is used to link the slip activity within PSBs and the macroscopic behavior through the volume fraction of PSBs. The plastic slip activity is about a hundred times higher in PSBs than in matrix [20], [24], the latter became negligible (equation 4.2). In well-oriented single crystals, matrix represents the ligaments between the PSBs and is generally characterized by a vein-channel dislocation microstructure (vein structure is visible in figure 4.1.a and figure 4.2.a.b).

$$\gamma_{crystal}^p = \gamma_{Matrix}^p \times f_{vMatrix} + \gamma_{PSB}^p \times f_{vPSB} \quad (4.1)$$

$$\gamma_{crystal}^p = \gamma_{PSB}^p \times f_{vPSB} \quad (4.2)$$

with $\gamma_{crystal}^p$ the plastic slip of the hole single crystal, γ_{matrix}^p and γ_{PSB}^p the plastic slip carried by the matrix and by the PSBs, $f_{vMatrix}$ and f_{vPSB} the volume fraction of matrix and PSBs in the crystal. An Armstrong-Fredericks nonlinear kinematic hardening [25] represents accurately the saturated state of single crystal:

$$\delta x_i = C \left(\frac{2}{3} \cdot A \cdot \delta \gamma_i^p - x_i \cdot \delta \gamma_{cum,i}^p \right) \quad (4.3)$$

with i number of the considered slip system (from 1 to 12), x the i^{th} kinematic hardening stress, δx the i^{th} increment of kinematic hardening, $\delta \gamma^p$ the i^{th} increment of plastic slip, $\delta \gamma_{cum}^p$ the i^{th} cumulative plastic slip, C and A two adjusted parameters (at saturation, $x_{i,sat}=2A/3$). Single-slip behavior of PSBs is forced by imposing an ‘infinite’ latent hardening ($q_s=10^6$). Without this numerical artifact, lattice rotations potentially induce the activation of other slip systems, even for single slip orientation.

The flow rule on a slip system is based on the thermally-activated glide of dislocations, through the small scale obstacles. The viscoplastic slip rate on slip system i is expressed by:

$$\dot{\gamma}_i^{vp} = D \cdot \exp\left(-\frac{Q}{K_b \cdot T}\right) \cdot \sinh\left(\frac{V \cdot \tau_i^*}{K_b \cdot T}\right)^{\frac{1}{m}} \quad (4.4)$$

with τ_i^* the effective stress of slip system i , $1/m$ a strain rate sensitivity parameter, D a material parameter proportional to the mobile dislocation density, Q the activation energy, K_b the Boltzmann constant, T the temperature, V the activation volume. However, parameter $1/m$ of

4.2 Hypothesis of the finite element simulations

equation 4.4 is adjusted to avoid any strain rate dependency in the FE computations.

Experimental and adjusted hysteresis loops are presented in figure 4.4 for copper [26], nickel [27] and 316L SS [28]. As the hysteresis loop data of 316L SS oriented for single slip cannot be find in literature, the cyclic stress-strain curve is used to adjust the model parameters [28]. The material constants and the adjusted parameters are listed in table 4.1.

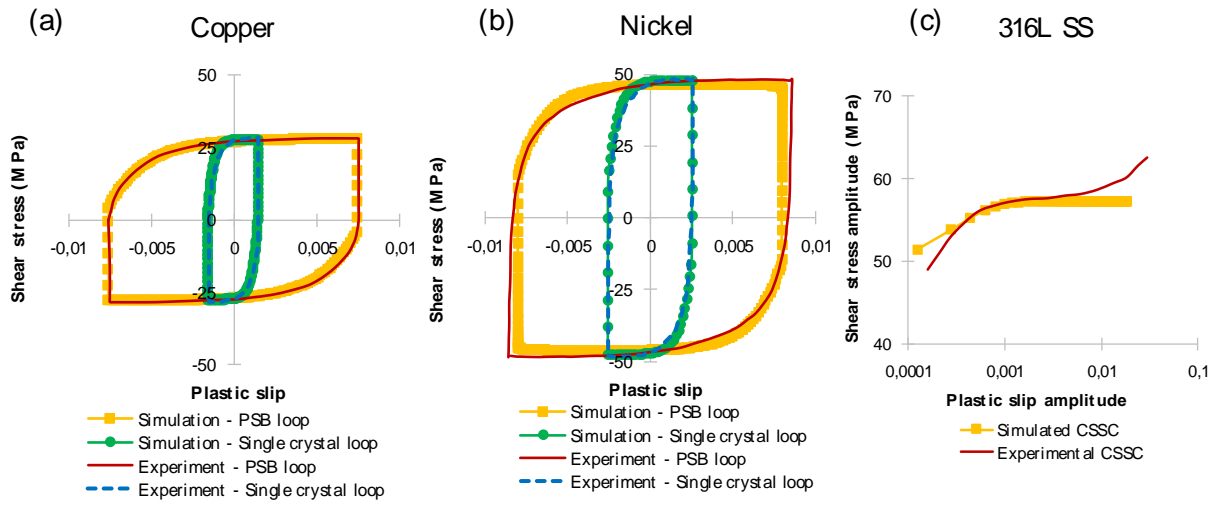


Figure 4.4. Experimental and simulated hysteresis loop behavior of single crystals and of single PSBs through Winter's mixture rule for (a) copper [26] (b) nickel [27] (c) 316L SS [28].

Material	C_{11} (GPa)	C_{12} (GPa)	C_{44} (GPa)	E (GPa)	ν	τ_0 (MPa)	A_{SC} A_{PSB} (MPa)	C_{SC} C_{PSB}	τ_{PSB} (MPa)	$\gamma^{p_{PSB}}$	p (/cycle)
Copper	168.4	121.4	75.4	130	0.35	16	22	15000	28	7.5×10^{-3}	3.1×10^{-7}
							17.8	450			
Nickel	246.5	147.3	124.7	230	0.3	32	25	1700	48	1.10^{-2}	3.1×10^{-7}
							23	600			
316L SS (Fe γ)	197.5	125	122	200	0.33	50	12.5	3500	57	1.10^{-2}	3.1×10^{-7}

Table 4.1. Elastic-plastic parameters and vacancy production term for copper, nickel and 316L SS

where C_{11} C_{12} and C_{44} are the cubic elasticity coefficients (from [29]), E the isotropic Young modulus, ν the isotropic Poisson coefficient, τ_0 the initial critical shear stress, A & C two constants (A_{SC} for single crystal behavior, A_{PSB} for PSB behavior) which are identified using experimental hysteresis loops (equation 4.3), τ_{PSB} is the saturated resolved shear stress of PSBs

(a plateau is obtained, see [26]), γ^p_{PSB} is the maximum plastic slip amplitude carried out by a single PSB and p is the vacancy production term per cycle identified by [8] (see part 4.2.2 below).

4.2.2 Vacancy production & diffusion

Many evidences exist concerning the fact that vacancies are produced during cyclic deformation [7], [8], [30]. Polák [31] performed resistivity measurements on copper single crystals cyclically deformed at 4.2K (temperature at which there is no vacancy diffusion) followed by an annealing at room temperature. The difference of resistivity measured after the room temperature annealing is mainly due to the diffusion of vacancies. Based on this work, a mean vacancy production term per cycle accounting for the vacancy production and annihilation, and diffusion during cyclic loading was established [8] (figure 4.5.b). Vacancy diffusion in copper is constant above room temperature, which induce a constant growth rate of PSBs through the free surface (figure 4.5.c).

A simple sketch of a PSB containing vacancies in supersaturation is presented in figure 4.5.a. During cyclic deformation, vacancy diffusion (at temperature higher than room temperature) toward matrix is accompanied by a reversed movement of atoms (from matrix to PSB). Since the volume of an atom is higher than a vacancy, the volume of PSBs increase and their extrusion is induce.

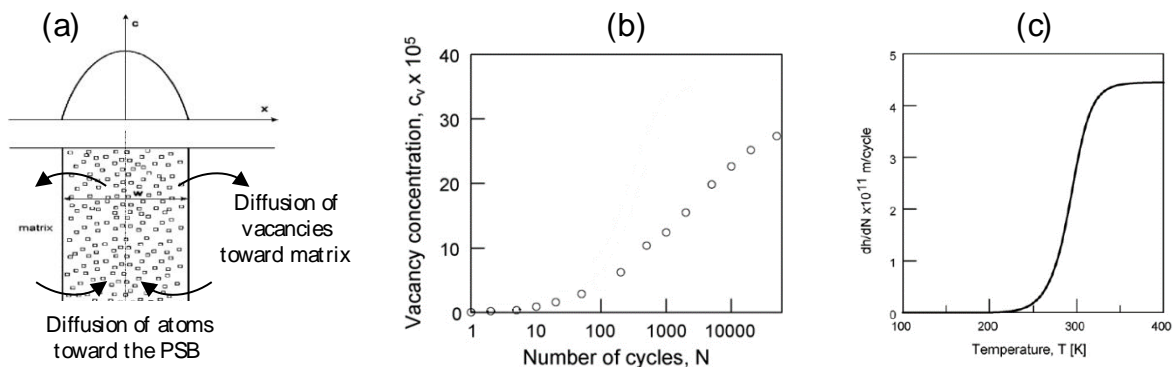


Figure 4.5. (a) Sketch of a PSB supersaturated in vacancies embedded within matrix; (b) vacancy concentration increase during cycling measured in copper single crystal at RT; (c) temperature dependence of PSB free extrusion growth rate without any constraint effect (through vacancy diffusion) [8].

As numerical computation of cyclic deformation is time consuming, realistic numbers of cycles are impossible to simulate (dozens of thousands). Blocks of cycles are applied in order to make

shorter computation time. Blocks are defined as follows:

$$N_{virt} = \frac{N_{real}}{N_{block}} \quad (4.5)$$

N_{block} represents the number of real cycles contained in one virtual cycle. The vacancy production term depends on the real number of cycles applied:

$$\bar{\varepsilon}^* = p \cdot N_{real} = \alpha_{th} \cdot N_{virt} \cdot \Delta T_{cycle} \quad (4.6)$$

where $\bar{\varepsilon}^*$ is the total volumic expansion applied to the PSBs after N_{real} cycles. It is simulated through a thermal dilatation. The vacancy production term per cycle is denoted as p , the thermal expansion coefficient as α_{th} and the temperature increment applied for each virtual cycle as ΔT_{cycle} . The value of N_{block} is choose to have a moderate influence on the accuracy of the predictions (error lower than 10% on stress fields) [32].

The implemented elasticity and plasticity constitutive laws account for finite strains, finite rotations, finite displacements and lattice rotations. All the calculations are performed considering plane strain state. The mesh refinement is validated and the mesh size is small enough to generate only a negligible effect on the results.

To summarize, the assumptions of the finite element modeling are the following:

- elastic-plastic behavior of PSBs, nonlinear kinematic hardening with a constant isotropic stress (PSBs are already created, the plateau behavior is considered).
- elastic or elastic-plastic behavior of the ligaments between PSBs (located in the same grain, named grain 1).
- production, annihilation of vacancies within PSBs and diffusion toward the matrix.
- elastic or elastic-plastic behavior of the neighbor grain (grain 2).
- elastic matrix (isotropic).

The following part presents the FE predictions considering different mechanical behavior assumptions. The results are presented considering these assumptions:

4.3 Prediction of the extrusion of PSBs through the Neighboring GBs in copper: effect of microstructure and crystallographic orientation

- neighbor grain (grain 2) obey to isotropic elasticity, grain 1 obey firstly to isotropic elasticity and then to cubic elasticity;
- grain 1 obey to elasticity (isotropic and cubic) and grain 2 obey to crystal plasticity (single and then multiple slip).

Then, the influence of the (limited) plastic flow of the ligaments between PSBs and the presence of a dislocation free zone along the impinged GB is assessed.

4.3 PREDICTION OF THE EXTRUSION OF PSBs THROUGH THE NEIGHBORING GBs IN COPPER: EFFECT OF MICROSTRUCTURE AND CRYSTALLOGRAPHIC ORIENTATION

In the following parts, all the computations results are provided using copper input parameters, as it is the most (experimentally) studied material in literature. From our knowledge, no other experimental quantitative evaluation of the vacancy production term in PSBs was performed for another material than copper. As all the other material parameters are known for nickel & 316L SS, the predictions are extended to these materials in part 4.3.4. Moreover, triangular 2D elements with three nodes and one integration point (Gauss point) are used.

A comparison of the initial and deformed meshes after 30 000 cycles at a plastic strain amplitude of $\Delta\gamma_{\text{PSB}}^p/2 = 7.5 \cdot 10^{-3}$ is presented in figure 4.6. The PSB thickness is 50 nm and the grain size is 10 μm . The smallest finite element size (at the PSB corners) is three angstroms. The displacements fields are amplified by a factor 15 to show more clearly the PSB extrusion through the GB. The shape of the PSB extrusion is similar to those observed experimentally (figure 4.2.a). Different mechanical fields are also analyzed after the simulations, as the normal σ_{nn} and shear τ_{nm} stresses from the triple point interface PSB - GB - neighbor grain (denoted O in figure 4.6.a) along the GB. In this article, the focus is made on the shape and the height of the PSB extrusion through the impinged GB. The black arrow in figure 4.6.b represents the PSB extrusion height.

4.3 Prediction of the extrusion of PSBs through the Neighboring GBs in copper: effect of microstructure and crystallographic orientation

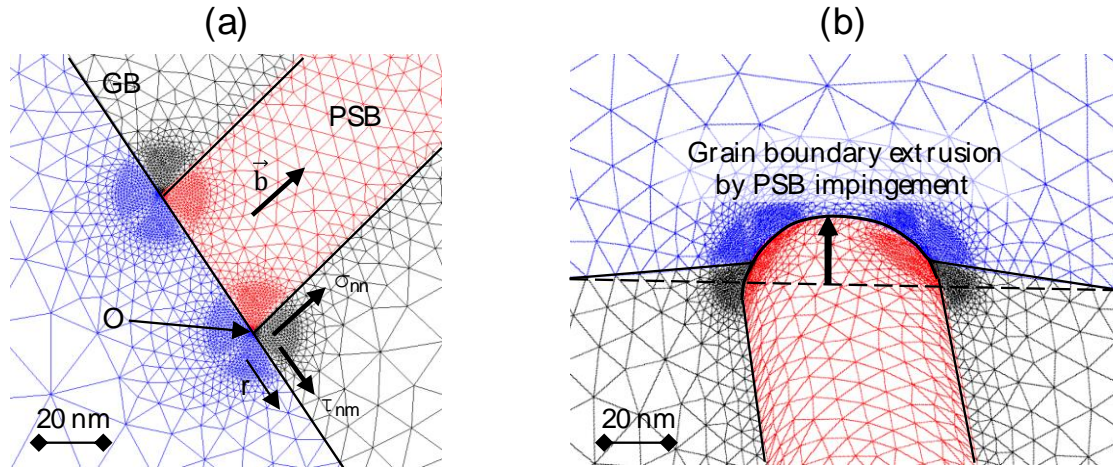


Figure 4.6. (a) Mesh of the PSB-GB interface used for the computation of the GB normal and shear stress fields and (b) Deformed mesh (displacements amplified by a factor 15) of the extrusion of a PSB through a GB after 30000 cycles. The black arrow indicate the height of the PSB extrusion.

4.3.1 Influence of the elastic properties of the grain containing the PSB

4.3.1.1 Grain containing the PSB obeys isotropic elasticity

As a first hypothesis, the neighbor grain -grain 2, which is impinge by the PSB- is considered as purely elastic. The grain size (which is equivalent to the slip band length) is kept constant at 10 μm during all the calculations, only the slip band thickness is variable. Thus, the non-dimensional ratio of PSB thickness to grain size is variable. The characteristic lengths of PSBs used in the calculations are resumed in the table 4.2 [19], [33], [34].

PSB thickness, t (μm)	0.05	0.1	0.2	0.5	1
Grain size, L (μm)	10	10	10	10	10
t/L	5.10^{-3}	1.10^{-2}	2.10^{-2}	5.10^{-2}	1.10^{-1}

Table 4.2. Characteristic PSB lengths used in the calculations

As no internal length is introduced in the constitutive laws (non-local plasticity, gradient plasticity), the basic rule of similitude are applicable to the stress and displacement fields, as described in equations 4.7 and 4.8.

$$\overline{\overline{\sigma_{\omega}(r)}} = \overline{\overline{\sigma}} \left(\frac{r}{\omega} \right) \quad (4.7)$$

4.3 Prediction of the extrusion of PSBs through the Neighboring GBs in copper: effect of microstructure and crystallographic orientation

$$\overline{u_\omega(r)} = \omega \cdot \bar{u} \left(\frac{r}{\omega} \right) \quad (4.8)$$

where ω is the homothetic scale factor, r the position along the GB (figure 4.6.a), $\bar{\sigma}$ the stress tensor, and \bar{u} the displacement vector.

The PSB extrusion height increases continuously during cyclic deformation (figure 4.7). The higher the thickness of a PSB, the higher the PSB extrusion height after a specific number of cycle. After only 2000 cycles, the growth rate of the PSB extrusion height becomes almost constant. This number is in good agreement with the experimental value of Man [33] for 316L SS, focusing on the extrusions of some PSBs through the free surface. So far, it is the only comparison possible due to the lack of experimental data.

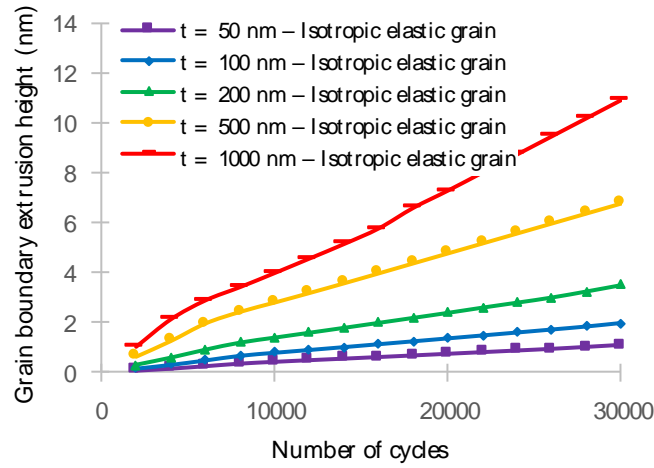


Figure 4.7. Evolution of PSB extrusion height in function of the number of cycles and PSB thickness, copper, $L=10\mu\text{m}$, isotropic elastic neighbor grain

The influence of the characteristic lengths of the PSBs on the PSB extrusion height is plotted after 10000, 20000 and 30000 cycles (figure 4.8.a.b). A power law fits the evolution of the PSB extrusion height in function of the PSB thickness and the grain size. Thus, the following analytical formula of the PSB extrusion height is established:

$$h(N, t, L) = K \cdot p \cdot N \cdot t^\alpha \cdot L^{1-\alpha} \quad (4.9)$$

where h is the PSB extrusion height, N the number of cycles, t the PSB thickness, L the grain size, K an adjusted parameter depending of the neighbor grain elastic-plastic properties, and α the adjusted power exponent. The sum of the PSB thickness and grain size power exponents is equal to one (so the equation is dimensionally correct). The value of the vacancy production rate was quantified by Polák & Sauzay [8], its value is $p = 3.1 \cdot 10^{-7}/\text{cycle}$ in copper. Here,

4.3 Prediction of the extrusion of PSBs through the Neighboring GBs in copper: effect of microstructure and crystallographic orientation

considering isotropic elasticity of the neighbor grain, the analytical description of h is:

$$h(N, t, L) = 0.78 \cdot p \cdot N \cdot t^{0.79} \cdot L^{1-0.79} \quad (4.10)$$

As the PSB thickness power exponent is much more important than for the grain size, the PSB extrusion height is more dependent of the PSB thickness than the grain size.

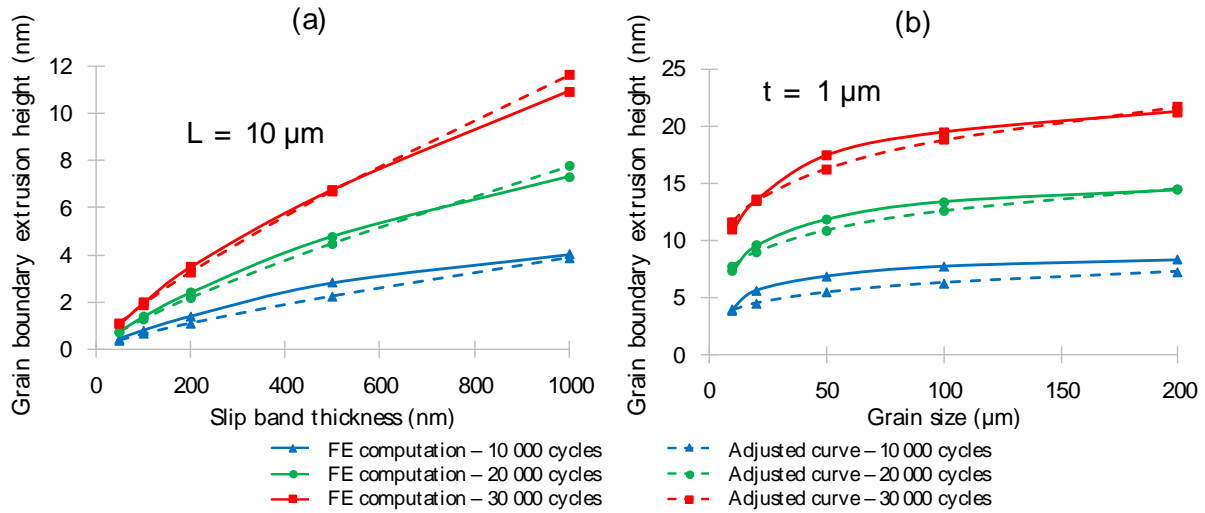


Figure 4.8. PSB extrusion height induced by PSB impingement after 10000, 20000 and 30000 cycles depending on (a) slip band thickness (grain size is kept constant at $10 \mu\text{m}$) and (b) grain size (PSB thickness is kept constant at $1 \mu\text{m}$) for copper. The neighbor grain obeys isotropic elasticity as the grain containing the PSB

The analysis of the associated intergranular stress fields will be presented in an associated paper. For a sack of clarity, they are also introduced in this paper. The normal and shear stresses induced by the impingement of a PSB (same calculations as above) with a thickness of 200 nm and a grain size of $10 \mu\text{m}$ are presented in figure 4.9 following the description made in figure 4.6. The normal and shear stresses increase with the number of cycles. They both present a singularity behavior, as the stress fields near the triple point interface (point O, figure 4.6) increase with the mesh refinement. After a short distance of 5 nm a loss of stress higher than 75% is predicted (with the refinement used here). Normal stress value is more or less twice the shear stress at a given r value (horizontal axis). The associated stresses isovalues are plotted in figure 4.10. The PSB acts like a soft inclusion embedded in a hard matrix, so a stress concentration is visible at the corner of the triple point located on the GB (denoted O in figure 4.6.a): PSB – grain 1 – grain 2 (figure 4.10).

4.3 Prediction of the extrusion of PSBs through the Neighboring GBs in copper: effect of microstructure and crystallographic orientation

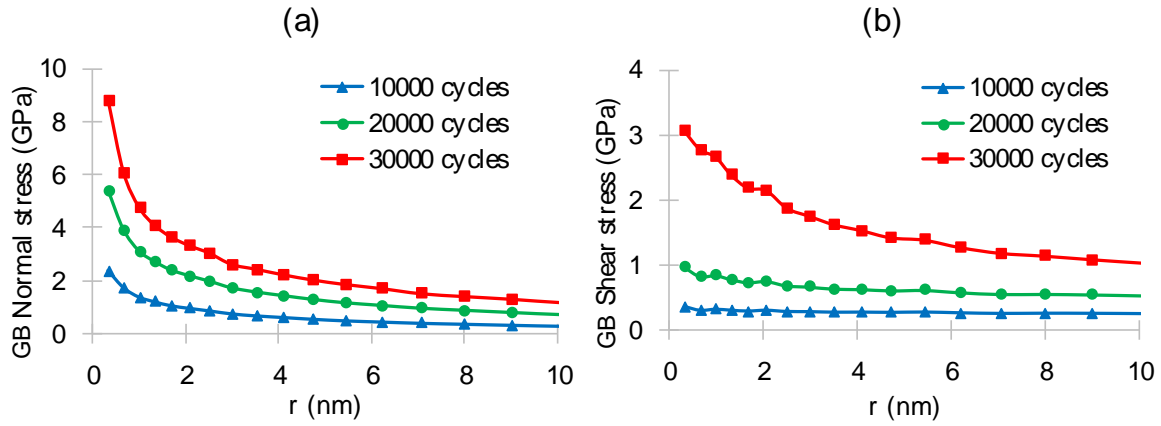


Figure 4.9. (a) GB normal and (b) shear stress fields computed from the PSB-GB interface after 10000, 20000 and 30 000 cycles for copper, $t=200$ nm, $L=10\mu\text{m}$. For stress component definitions: see figure 6.a.

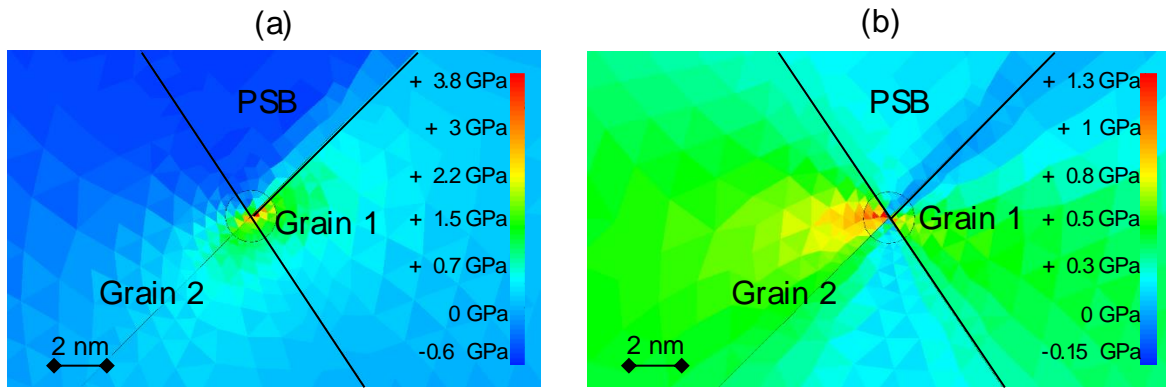


Figure 4.10. Isovalues of (a) normal stress and (b) shear stress fields computed from the PSB-GB interface after 10000 cycles, copper, $t=200$ nm, $L=10\mu\text{m}$.

4.3.1.2 Grain containing the PSB obeys cubic elasticity

The same calculations are performed using cubic (anisotropic) elasticity. Each metal is characterized by an anisotropic coefficient a , calculated by:

$$a = \frac{2 \cdot C_{44}}{C_{11} - C_{12}} \quad (4.11)$$

In the case of an isotropic material, the coefficient a is equal to one. Copper presents a strong anisotropic coefficient ($a_{\text{Cu}} = 3.2$). By considering cubic elasticity in the PSB and in grain 1 (i.e. which contains the PSB), their behavior become dependent of the crystallographic orientation (which is considered as well-oriented).

The PSB extrusion height increase by 11% to 18% when accounting for cubic elasticity in copper. PSBs thicknesses vary between 50 nm and 1000 nm (figure 4.11.a). The same

4.3 Prediction of the extrusion of PSBs through the Neighboring GBs in copper: effect of microstructure and crystallographic orientation

conclusions are drawn for grain sizes varying from 10 μm to 200 μm (figure 4.11.b). The influence of grain size on the PSB extrusion heights through GB become very limited for grain size larger than 100 μm whatever the assumption made concerning the elasticity law of the grain containing the PSB. The analytical expression of PSB extrusion height through GB considering cubic elasticity become:

$$h(N, t, L) = 1.05 \cdot p \cdot N \cdot t^{0.79} \cdot L^{1-0.79} \quad (4.12)$$

The effect of cubic elasticity on the analytical description of the PSB extrusion height only influences the K prefactor, which value is 0.775 and 1.05 respectively for isotropic and cubic elasticity.

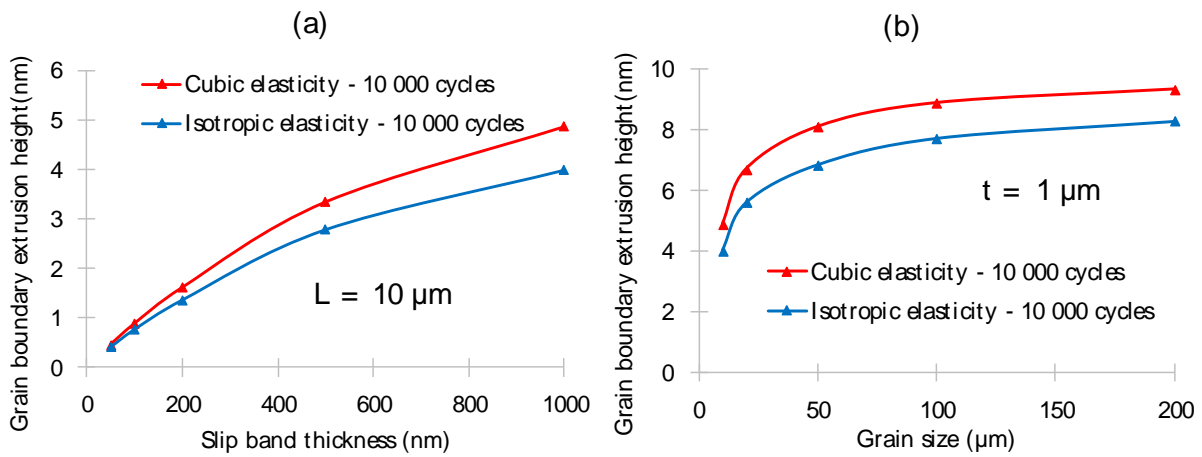


Figure 4.11. Effect of cubic elasticity on the PSB extrusion height through the GB. Influence of (a) slip band thickness (grain size is kept constant at 10 μm) and (b) grain size (PSB thickness is kept constant at 1 μm) after 10000 cycles, copper.

4.3.2 Influence of neighbor grain crystal plasticity

4.3.2.1 Constitutive laws and cyclic plasticity parameters adjustment

As a first approximation, calculations are performed considering meshes of elastic-plastic PSBs embedded in an elastic matrix (isotropic in 4.3.1.1 or cubic elasticity in 4.3.1.2). In order to perform more realistic simulations, the crystallographic orientation of the neighbor grain (grain 2) that is impinged by the PSB is accounted for. Thus, its elastic-plastic behavior is no longer purely isotropic depending on its crystallographic orientation. Crystallographic orientation can be partly described using the standard stereographic triangle (figure 4.12 from [35]). In the case of fcc metals, this triangle can be separated roughly in four zones. Each zone is associated with a specific dislocation microstructure, and thus a specific elastic-plastic behavior:

4.3 Prediction of the extrusion of PSBs through the Neighboring GBs in copper: effect of microstructure and crystallographic orientation

- crystals oriented near the $[\bar{1}49]$ direction (i.e. well-oriented and located in the center of the triangle) leads to the formation of PSBs embedded in a veins-channels dislocation microstructure. Single slip occurs and Schmid factor is close to 0.5.
- crystals oriented along or near the $[011]$ direction conduct to the formation of a wall type dislocation microstructure (PSB can also be seen in this region), with four potentially activated slip systems (with a Schmid factor of 0.408).
- crystals oriented along or near the $[\bar{1}11]$ direction conduct to the formation of a cell type dislocation microstructure, with six potentially activated slip systems (with a Schmid factor of 0.272).
- finally, crystals oriented along or near the $[001]$ direction conduct to the formation of a labyrinth type dislocation microstructure, with eight potentially activated slip system (with a Schmid factor of 0.408).

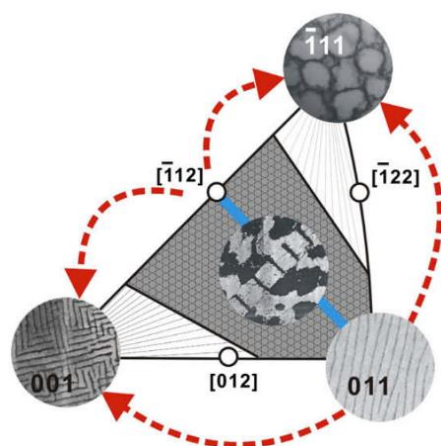


Figure 4.12. Standard stereographic triangle and associated dislocation microstructure for specific crystallographic orientation for copper. Central part of triangle is composed by PSB embedded in veins-channels, $[011]$ region is principally composed by walls, $[001]$ region is principally composed by labyrinth structure, $[111]$ region is defined by dislocations cells. From [35]

Several authors studied copper single crystals presenting such orientations: Gong [36] studied the $[100]$ orientation, Li [37] the $[011]$ orientation and Lepistö [38] the $[\bar{1}11]$ orientation. Same experiments and observations were also performed for nickel [39]–[41], 316L SS [28], [42] and silver [35] single crystals.

Experimental and simulated cyclic stress-strain curves (CSSC) of copper single crystals oriented for single and multiple slip (related to the four main zones described above) are presented in figure 4.13. The saturated shear stress amplitudes are reported for each slip

4.3 Prediction of the extrusion of PSBs through the Neighboring GBs in copper: effect of microstructure and crystallographic orientation

direction and shear strain amplitude. The only exception concerns the $[\bar{1}11]$ orientation for which no saturation is observed, instead the maximum stress is reported. The adjusted parameters for multiple slip are presented in table 4.3 (for single slip see table 4.1). The softer multiple slip behavior is obtained for the $[011]$ orientation, which presents the same saturated shear stress amplitude as for crystals oriented for single slip (i.e. 28 MPa). A plateau of the shear stress is also observed but four slip systems are activated and the Schmid factor is 0.408 (instead of one activated slip system with a Schmid factor close to 0.5). No plateau are measured for the $[001]$ and $[\bar{1}11]$ orientations (plateau is the sign of the PSB formation) for which respectively eight and six slip systems are activated, and the Schmid factors are respectively 0.408 and 0.272.

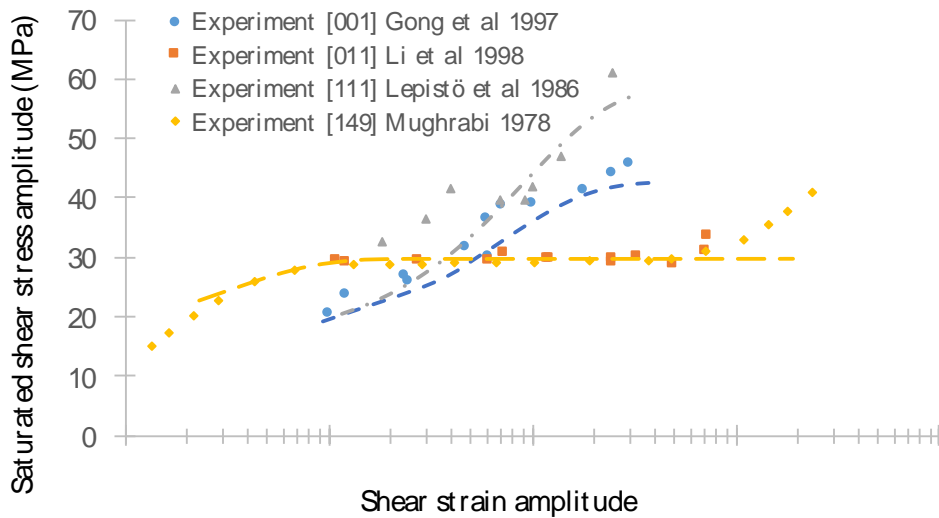


Figure 4.13. CSSC of copper single crystals oriented for single slip and multiple slip. Points: experimental. Dotted lines: simulated after parameter identification, from [26], [36]–[38].

Slip direction	$[001]$	$[011]$	$[\bar{1}11]$
Schmid factor	0.408	0.408	0.272
Activated slip systems	8	4	6
τ_0 (MPa)	16	16	16
A_m (MPa)	40	21	80
C_m	1400	3000	700

Table 4.3. Slip behavior and adjusted parameters for copper for crystals close to $[001]$, $[011]$ and $[\bar{1}11]$ multiple slip orientations.

4.3.2.2 Neighbor grain oriented for single slip with a misorientation from $\pm 5^\circ$ to $\pm 15^\circ$

Well-oriented grains with a slight tilt misorientation varying from $\pm 5^\circ$ to $\pm 15^\circ$ along vector z normal to their free surface contain a mix between PSBs and veins-channels or another dislocation microstructure. An example of a grain presenting a veins-channels dislocation

4.3 Prediction of the extrusion of PSBs through the Neighboring GBs in copper: effect of microstructure and crystallographic orientation

The predictions for the three negative misorientations (-5° , -10° , -15°) with respect to the PSB extrusion height through GB obtained with a purely isotropic elastic neighbor grain display only slight differences between them. Increasing the negative misorientation tends to decrease slightly the PSB extrusion height (whatever the PSB thickness and the grain size, figure 4.15.a.b). A different scenario is predicted for the positive misorientations along Z-axis (vector normal to the sample free surface). The higher the positive misorientation of the neighbor grain, the higher the PSB extrusion height through GB. The effects are less pronounced for low PSBs thicknesses from 50 nm to 200 nm (figure 4.15.a). An increase of the misorientation of $+5^\circ$ induces an average increase of the PSB extrusion height of 5%. For PSBs thicknesses between 500 nm and 1000 nm, the effects are more pronounced. The average increase of the PSB extrusion heights is respectively of 15% and 9% for an additional $+5^\circ$ misorientation.

The effect of grain size on PSB extrusion heights is strongly influenced by the activation of plasticity in the neighboring grain (figure 4.15.b). Now, the influence of grain size on the PSB extrusion height is almost saturated for grain sizes higher than $50\ \mu\text{m}$. This saturation is not observed for pure isotropic elasticity calculations, at least for grain sizes smaller than $200\ \mu\text{m}$. The higher the misorientation, the lower the grain size for which saturation occurs. Power law parameter adjustments are performed for each case. The parameters are provided in table 4.4.

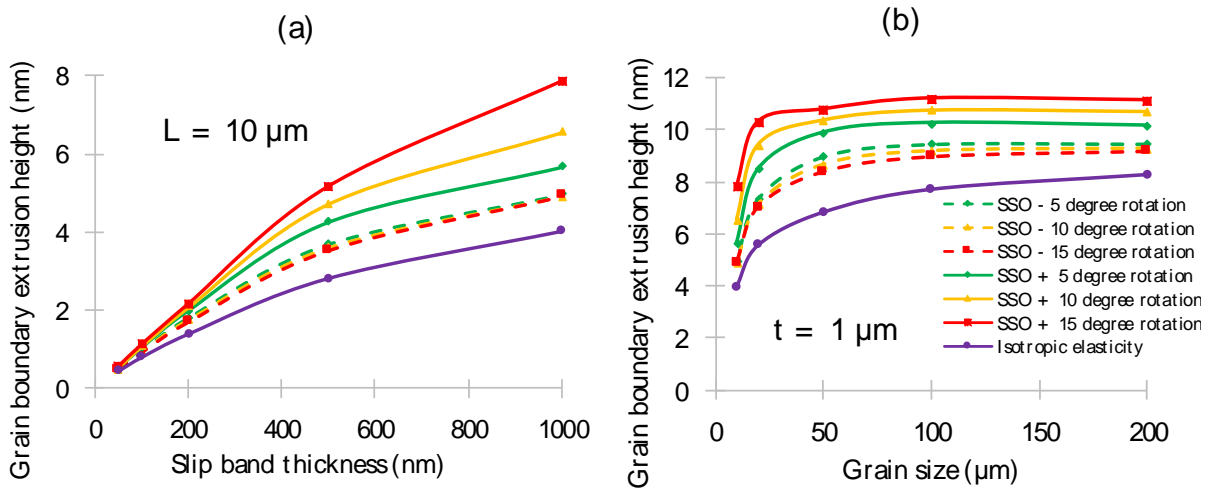


Figure 4.15. Effect of the neighbor grain crystallographic orientation, accounting for isotropic elasticity and crystal plasticity in the neighbor grain. Single slip orientation with a tilt rotation from -15° to $+15^\circ$ with respect to the well-oriented grain containing a PSB. Influence of (a) slip band thickness (grain size is kept constant at $10\ \mu\text{m}$) and (b) grain size (PSB thickness is kept constant) on PSB extrusion height through GB after 10000 cycles, copper.

4.3 Prediction of the extrusion of PSBs through the Neighboring GBs in copper: effect of microstructure and crystallographic orientation

Neighbor grain orientation	K	α
WO + 5°	1.51	0.84
WO + 10°	1.85	0.87
WO + 15°	2.34	0.91
WO - 5°	1.24	0.81
WO - 10°	1.21	0.81
WO - 15°	1.22	0.82

Table 4.4. Power law adjustment for a neighbor grain oriented for single slip with tilt misorientations of $\pm 5^\circ \pm 10^\circ \pm 15^\circ$, well-oriented type A grain including a PSB, elastic isotropy and crystal plasticity (single slip), copper.

Grains obey cubic elasticity and crystal plasticity

The same predictions are performed by accounting for a more realistic elastic behavior at the grain scale. Crystals are assumed to obey cubic elasticity, which is strongly anisotropic in the case of copper ($a \approx 3.2$). The PSB extrusions heights are compared to ones computed for a neighbor grain obeying to pure cubic elasticity (4.3.1.2). The calculations are performed only for positive angle misorientation ($+5^\circ$, $+10^\circ$, $+15^\circ$). Almost no influence (less than 3%) of cubic elasticity on PSB extrusion heights are predicted for PSB thicknesses lower or equal to 500 nm (figure 4.16.a). An average influence of 7% of the cubic elasticity is predicted for a PSB thickness of 1000 nm. These results indicate that misorientations induce variations of the neighbor grain Young modulus (due to the cubic elasticity). The same trends are valid for the grain size effect (figure 4.16.b). Above a grain size of 10 μm , almost no influence of the cubic elasticity on the PSB extrusion height is predicted (less than 3%). A saturation of the PSB extrusion heights is also clearly marked for grain sizes higher than 50 μm . Interestingly, accounting for cubic elasticity and crystal plasticity in the neighbor grain (with a misorientation of $+15^\circ$) conduct to increases of 69% and 24% respectively for grain sizes of 10 μm and 200 μm in comparison with a neighbor grain purely elastic (cubic elasticity) (figure 4.16.b). Power law parameters are resumed in table 4.5 for each configuration.

4.3 Prediction of the extrusion of PSBs through the Neighboring GBs in copper: effect of microstructure and crystallographic orientation

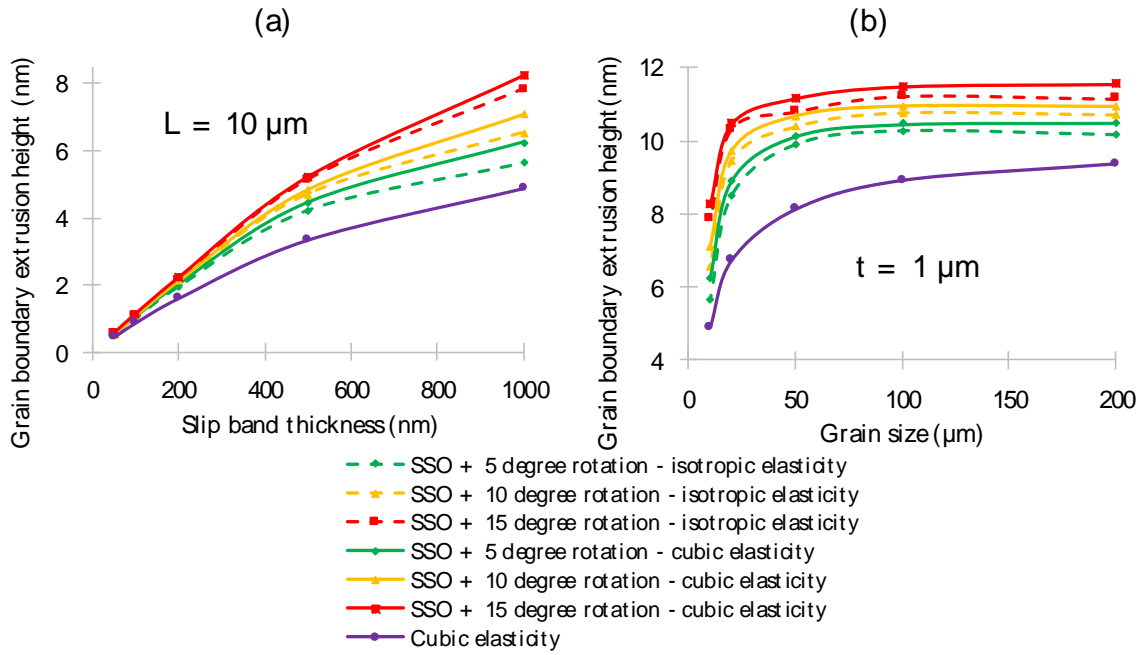


Figure 4.16. Effect of neighbor grain crystallographic orientation, well-oriented with a misorientation varying from $\pm 15^\circ$ with elastic anisotropy. Influence of (a) slip band thickness and (b) grain size on PSB extrusion height after 10000 cycles, copper.

Neighbor grain orientation	K	α
WO + 5°	1.71	0.86
WO + 10°	2.04	0.89
WO + 15°	2.42	0.91

Table 4.5. Power law adjustment for neighbor grains well-oriented with misorientation of $\pm 5^\circ \pm 10^\circ \pm 15^\circ$, elastic anisotropy, copper.

4.3.2.3 Neighbor grain oriented for multiple slip: $[001]$, $[011]$ and $[\bar{1}11]$ crystallographic orientations

Multiple slip occurs in grains located in the periphery and the corners of the stereographic standard triangle (figure 4.12). Calculations are performed accounting for cubic elasticity in grains containing PSBs and neighbor grains (figure 4.3). 3D FE computations are performed using triangular prism elements (PRI6). Plane strain state is still applied. In order to ensure that the PSBs remains in single-slip and that multiple slip systems can be activated in the neighbor grains, latent hardening is set respectively to $q_s = 10^6$ (in PSB) and $q_m = 1.4$ (in neighbor grain) [43].

Predictions of PSB extrusion height induced after 10000 cycles are presented for various multiple slip crystallographic orientations of the neighbor grain, depending on PSB thickness (figure 4.17.a) and grain size (figure 4.17.b). As for the previous predictions, calculations are

4.3 Prediction of the extrusion of PSBs through the Neighboring GBs in copper: effect of microstructure and crystallographic orientation

performed with a constant grain size of $10\ \mu\text{m}$ and with variable PSB thicknesses varying from $50\ \text{nm}$ to $1000\ \text{nm}$. The effect of grain size on the PSB extrusion height is obtained by applying the rule of similitude (equation 4.8). A power law fitting is performed for each neighbor grain crystallographic orientation (equation 4.9). The identified parameters are presented in table 4.6. The power exponents are the same for each neighbor grain orientations ($\alpha=0.81$), the prefactor K is the highest for the $[110]$ orientation of the neighbor grain. The prefactor K is consistent ($K \approx 1.3$) for the $[100]$ and $[\bar{1}11]$ orientations of the neighbor grain.

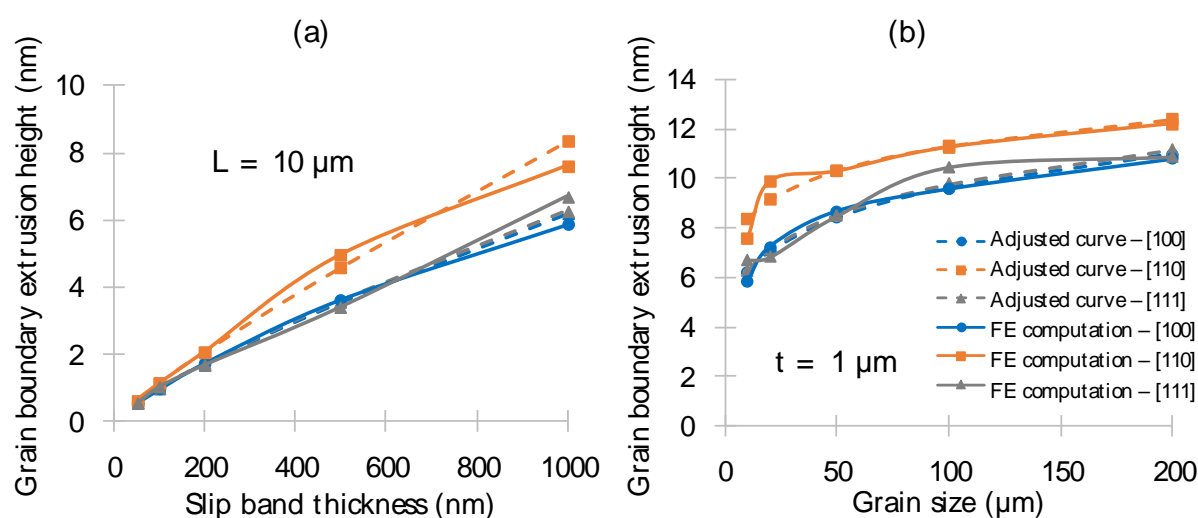


Figure 4.17. Effect of neighbor grain multiple slip orientations. Influence of (a) slip band thickness and (b) grain size on PSB extrusion height after 10000 cycles, copper.

Neighbor grain orientation	K	α
$[100]$	1.29	0.81
$[110]$	1.55	0.81
$[\bar{1}11]$	1.30	0.81

Table 4.6. Adjuster power law parameters for each orientation of the standard triangle attributed to the neighbor grain (grain 2). Copper, cubic elasticity and crystal plasticity in both grains.

To summarize, crystal plasticity of the neighbor grain (grain 2) oriented for single slip (figure 4.16) or multiple slip (figure 4.17) with no hardening associated in the CSSC (orientation $[110]$, figure 4.13) induce the largest PSB extrusions. When a hardening is observed in the CSSC, a competition between number of activated slip systems and the associated hardening occurs.

4.3 Prediction of the extrusion of PSBs through the Neighboring GBs in copper: effect of microstructure and crystallographic orientation

4.3.3 Influence of the plastic flow of the ligaments between PSBs and dislocations free zones (DFZ) near GBs

Influence of the plastic flow of the ligaments between PSBs:

As stated in the pioneering study of Mecke [20], 99% of the plastic activity of well-oriented single crystals is localized within the PSBs (for plastic strain amplitude higher than 10^{-4}). Until this part, the ligament of grains in which PSBs are embedded (in grain 1, figure 4.3) are considered as purely elastic. Following the study of Basinski [23], the matrix is measured as being 10 to 15% harder than the PSBs.

Based on these two assumptions, calculations are performed for copper. Single slip is considered within the matrix (i.e. grain 1 in figure 4.3), plasticity is simulate using an isotropic hardening behavior, elasticity is also supposed isotropic. Parameters of the elastic-plastic matrix are provided in table 4.7.

E (GPa)	ν	A_{Matrix} (MPa)	C_{Matrix}	τ_{Matrix} (MPa)
130	0.33	0	0	32.2

Table 4.7. Elastic-plastic parameters of the matrix (vein structure), copper

The calculations are performed for 30000 cycles, 200 nm and 1000 nm PSB thicknesses, 10 μm grain size. The results are compared to predictions where matrix is supposed isotropic elastic (4.3.1.1) in figure 4.18. Until 10000 cycles, the predicted PSB extrusion height considering crystal plasticity of the matrix are lower than for pure isotropic elastic matrix. A change of PSB extrusion height growth rate is then predicted for number of cycles higher than 10000 cycles. PSB extrusion height growth rate increases from $1.1 \cdot 10^{-4}$ nm/cycle to $2.5 \cdot 10^{-4}$ nm/cycle for 200 nm PSB thickness and from $2.9 \cdot 10^{-4}$ nm/cycle to $7.6 \cdot 10^{-4}$ nm/cycle for 1000 nm PSB thickness. At average, PSB extrusion height value with crystal plasticity of the matrix is twice the value predicted with an isotropic elastic matrix, whatever the thickness of the PSBs.

An analytical formulae accounting for the elastic-plastic behavior of the matrix is established:

$$h(N, t, L) = 0.83 \cdot p \cdot N \cdot t^{0.64} \cdot L^{1-0.64} \quad (4.13)$$

4.3 Prediction of the extrusion of PSBs through the Neighboring GBs in copper: effect of microstructure and crystallographic orientation

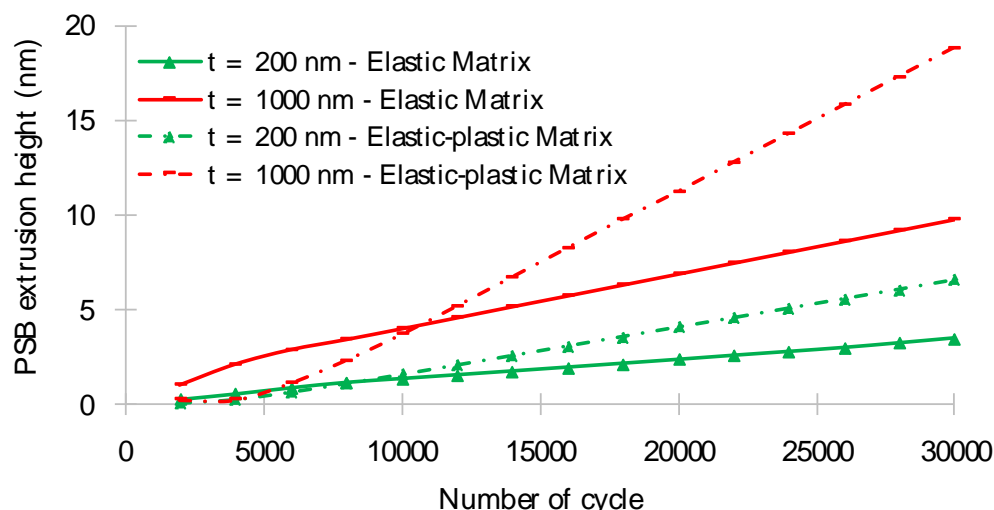


Figure 4.18. Elastic-plastic behavior of parallel ligaments between PSBs. Effect on the PSB extrusion through GB, PSB thickness of 200 nm and 1000 nm, grain size is 10 μm , 30000 cycles, copper.

Influence of dislocation free zones (DFZ) running along GBs:

The formation of dislocation free zones (DFZ) along GBs is a common phenomenon in polycrystals cyclically deformed at low to intermediate plastic strain amplitudes [17], [44]–[46]. Following the observations of Winter et al. [45], the nature of DFZs is really close to that of channels which are embedded between the walls along each PSB with the ladder like structure. Thus, the dislocation density is still high (but low compared to PSB walls) and their elastic-plastic behavior is rather soft. The thicknesses of DFZs ranges generally between 0.5 μm to 2 μm [44]. An example of a DFZ formed along a GB in a copper polycrystal cyclically deformed during 115000 cycles at a plastic strain amplitude of $2.6 \cdot 10^{-4}$ is showed in figure 4.19 (from [17]). The GB is impinged by a PSB (red box), inducing an extrusion height evaluated to be around 180 nm (based on the TEM picture). By exception, this DFZ runs along the GB in the grain containing PSBs. The elastic-plastic parameters of DFZs used in the computations are given in table 4.9

E (GPa)	ν	A_{DFZ} (MPa)	C_{DFZ}	τ_{DFZ} (MPa)
130	0.33	17.8	450	14

Table 4.8. Possible elastic-plastic parameters of a DFZ located along a GB, copper

4.3 Prediction of the extrusion of PSBs through the Neighboring GBs in copper: effect of microstructure and crystallographic orientation

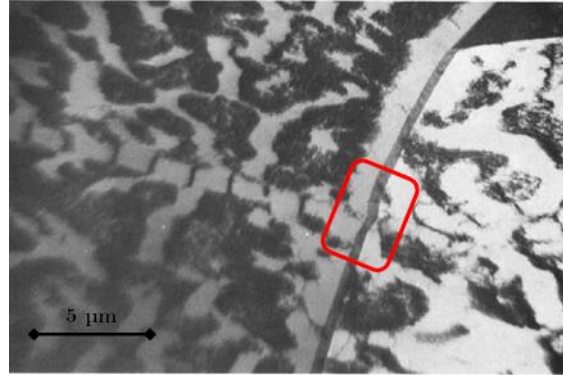
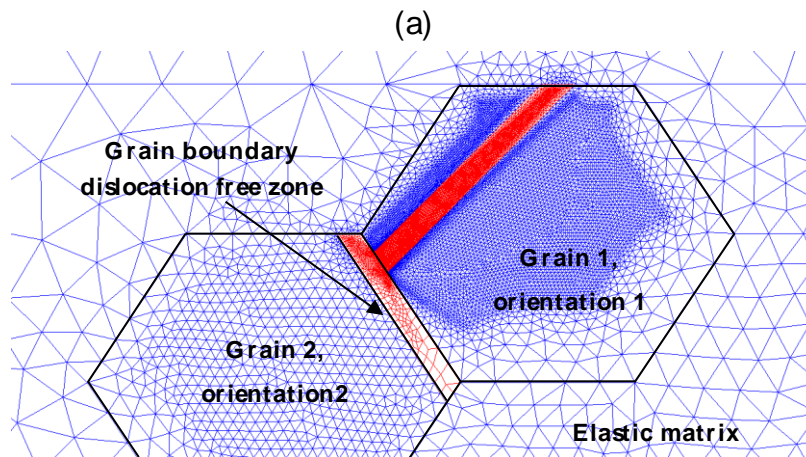


Figure 4.19. GB accompanied by a parallel DFZ of thickness 1 μm . The PSB impinging the DFZ and GB from the left grain induces the formation of an extrusion at the GB. Copper polycrystal, $\Delta\gamma^p/2=2.6.10^{-4}$, $N = 115000$ cycles [17]

A part of a mesh of a grain containing a PSB (thickness is 1000 nm, grain size is 10 μm), which impinges a GB with presence of a 1 μm thickness DFZ is presented in figure 4.20.a. Predictions of PSB extrusion height in function of the number of cycle (from 0 to 30000 cycles) with presence of a DFZ along the GB are compared to predictions with an isotropic elastic neighbor grain (4.3.1.1) in figure 4.20.b.

Below 4000 cycles, the PSB extrusion heights predicted with and without a DFZ along the GB are close. For a higher number of cycles, PSB extrusion growth rate is higher with presence of a DFZ ($6.6.10^{-4}$ nm/cycle) than for pure isotropic elastic neighbor grain without DFZ ($2.9.10^{-4}$ nm/cycle). That is explained by the plastic accommodation of the PSB extrusion allowed by the DFZ. Analytical formulae accounting for presence of a DFZ near the impinged GB is established:

$$h(N, t, L) = 1.35 \cdot p \cdot N \cdot t^{0.77} \cdot L^{1-0.77} \quad (4.14)$$



4.3 Prediction of the extrusion of PSBs through the Neighboring GBs in copper: effect of microstructure and crystallographic orientation

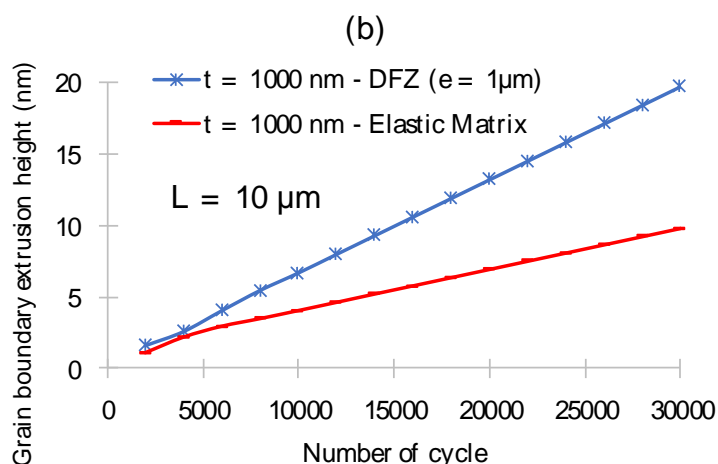


Figure 4.20. (a) Part of a mesh showing a PSB impinging a GB along which runs a DFZ ($1 \mu\text{m}$ thickness), PSB thickness 1000 nm , grain size $10 \mu\text{m}$ (b) prediction of PSB extrusion height in function of the number of cycle for an isotropic elastic neighbor containing (blue line) or not (red line) a DFZ along the GB.

4.3.4 Generalization of the results to nickel & 316L SS

The analytical results are generalized to nickel and 316L SS accounting for their elastic-plastic parameters identified on single crystals experiments (figure 4.4, table 4.1). As in part 4.3.1, predictions are performed considering an elastic-plastic PSB embedded in an elastic matrix. The PSB, the matrix (the remaining part of grain 1 in which the PSB is embedded) and grain 2, which is impinged by the PSB, obey cubic elasticity. Computations are performed for a PSB with $1 \mu\text{m}$ thickness and a grain size of $10 \mu\text{m}$. PSB extrusion heights are compared for copper, nickel and 316L SS (figure 4.21.a.b). Higher PSB extrusion heights are predicted for copper, followed by nickel. PSB extrusion heights are the lowest for 316L SS.

The parameters of the analytical formulas adjusted for each material are provided in table 4.9. Average increases of PSB extrusion heights of respectively 6% and 18% are predicted in copper with respect to nickel and 316L SS.

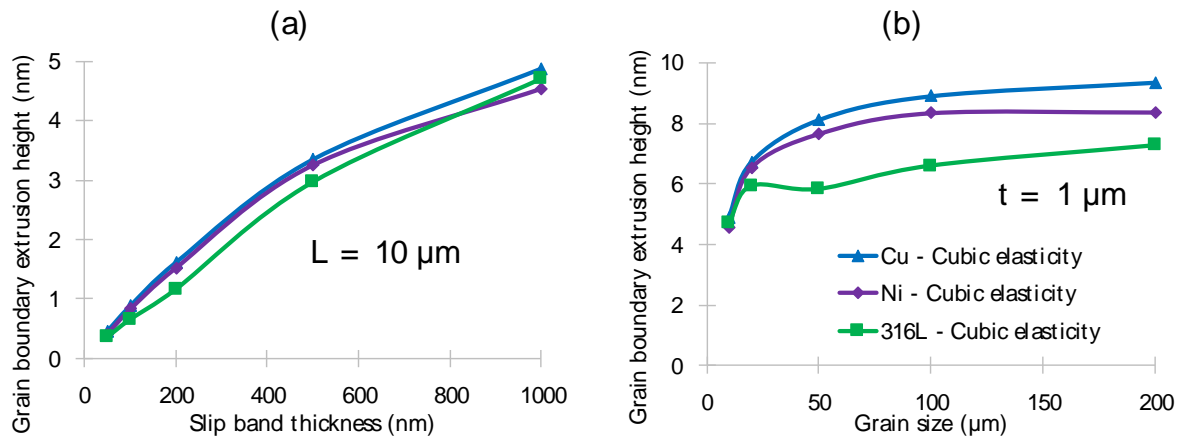


Figure 4.21. Effect of considered material: copper, nickel, and 316L SS. Influence of (a) slip band thickness and (b) grain size on PSB extrusion height after 10000 cycles, $t=200\text{nm}$, $L=10\mu\text{m}$, copper.

Material	K	α
Copper	1.05	0.79
Nickel	1.01	0.80
316L SS	1.15	0.87

Table 4.9. Power law adjustment generalized for copper, nickel and 316L SS

4.4 DISCUSSION

4.4.1 Comparison of the adjusted parameters of the adopted assumptions on the PSB extrusion through GB

Effect of the crystallographic orientation of the neighbor grain obeying to pure cubic elasticity

Increases of the PSB extrusion heights are predicted by accounting for cubic elasticity (part 4.3.1). The neighbor grain is also considered as well-oriented, but purely elastic. The Young modulus of isotropic elastic copper is 130 GPa (polycrystal without texture), whereas the Young modulus accounting for cubic elasticity for well-oriented copper is $E_{\text{Well-oriented}} = 76.5$ GPa [47].

The increase of PSB extrusion height is consistent with the decrease in the Young modulus. Logically, decrease of PSB extrusion heights are expected for harder orientations than for isotropic elasticity (as for $[\bar{1}11]$ for which Young modulus is $E_{[\bar{1}11],\text{Cu}} = 191.2$ GPa). For the two other corners of the SST, $[100]$ and $[110]$, the Young modulus values are lower ($E_{[100],\text{Cu}} = 66.7$ GPa and $E_{[110],\text{Cu}} = 130.3$ GPa).

Effect of the plastic flow in the neighbor grain

The effect of four typical crystallographic orientations of neighbor grain are investigated in

4.3.2.2 and in 4.3.2.3. Firstly, single slip with tilt misorientations of $\pm 5^\circ \pm 10^\circ \pm 15^\circ$ are considered. The GBs are then LABs ones (low angle boundaries). All the investigated misorientations of the neighbor grain conduct to increases of the PSB extrusion height in comparison with pure elasticity (isotropic or cubic). Increasing the misorientation tends to increase the PSB extrusion height. This result indicate that even if Schmid factor of the primary slip system decreases, elastic behavior of neighbor grain also changes (because of the dependence of the cubic elasticity to crystallographic orientation) and facilitate the PSB extrusion. The plastic deformation of the impinged neighbor grain helps to accommodate the PSB extrusion.

Then, the influence of characteristic multiple slip orientation of the neighbor grain oriented following the three corners of the SST is investigated in 4.3.2.3. The highest PSB extrusion height is predicted for a [110] neighbor grain. The $[\bar{1}11]$ and [100] orientations show lower PSB extrusion rate. These results indicate that a competition between activation of slip systems and the hardening behavior occurs. The parameters of the power law expressions are provided in table 4.3 and figure 4.13, for each crystallographic orientation of the neighbor grain. Even if the [110] orientation presents theoretically the lowest number of activated slip systems between the three corner of the SST (four activated slip systems), it leads to the highest PSB extrusion height. Following figure 4.13, crystals oriented along [110] orientation present the same hardening behavior as well-oriented crystals, characterized by a plateau behavior for plastic slip amplitudes ranging roughly between 10^{-4} and 10^{-2} .

Even if crystals oriented along $[\bar{1}11]$ presents theoretically a lower number of activated slip systems and a lower Schmid factor (six activated slip systems, $F_s=0.27$) than the [100] oriented crystals (eight activated slip systems, $F_s=0.408$), they both lead to similar PSB extrusion growth through GBs.

Effect of the plastic flow in the vein matrix ligaments and in the DFZ running along the impinged GBs

As most of the plastic activity is localized within PSBs during the cyclic deformation, the vein matrix in which PSBs are embedded (grain 1, figure 4.20) is generally considered as purely elastic [20], [24]. Its limited plastic flow may nevertheless help accommodate the PSB extrusion growing through the GBs. Predictions of PSB extrusion heights accounting for the elastic-plastic behavior of vein matrix are performed in copper (4.3.3). Elastic-plastic parameters of

the matrix are adjusted following the conclusions drawn by Basinski [23], which measured a critical shear stress into veins which is 10 to 15% higher than in PSBs. The plastic flow of the matrix conducts to an increase of the PSB extrusion after ten thousand cycles of transitory regime. PSB extrusion height is almost doubled after 30000 cycles.

Dislocation free zones (DFZ) are generally observed in polycrystals cyclically deformed from low to intermediate plastic slips amplitudes [17], [44]–[46]. As for the vein matrix plasticity, it conducts to an increase of both the PSB extrusion height and growth rate. Predictions of the PSB extrusion heights with a DFZ near the GB are closed to pure elastic isotropic neighbor grain until 4000 cycles. For higher number of cycles, the presence of a DFZ permits an easier accommodation of the free dilatation in the PSB by allowing plastic deformation. Thus, logically PSB extrusion height is favored in such configuration.

Material effect

Some of the parameters of the FE computation related to copper, nickel and 316L SS differ strongly: elastic constants (C_{11} , C_{12} , C_{44}), critical shear stresses (τ_0) and saturated resolved shear stresses corresponding to plateau behavior (τ_{PSB}). These parameters are given in table 4.1. Although the parameters variations between these three materials:

- the PSB extrusion linearly depends on the product between the vacancy production rate and the number of cycles for these three materials (equation 4.9);
- the same power law expression of the PSB extrusion is found, prefactors K and power law exponents α are only slightly different.

4.4.2 Discussion with respect to microstructure observations

As introduced in part 4.1.2, some authors observed PSB extrusion through impinged GBs. To our knowledge, this phenomenon is not completely understood yet, further experimental and simulation work need to be accomplished. However, this paper is a step in a complete understanding. The observations of PSB extrusions published in literature for copper and nickel are resumed in table 4.10. PSB extrusion heights ($\frac{h}{N}$) are normalized by the number of cycles. The FE predictions are also presented in table 4.10, using the corresponding analytical formula (column named ‘FE prediction’). As showed in part 4.3.3, taking into account the plastic flow of the ligaments separating PSBs (vein-structure, figure 4.3) or the presence of DFZ along GBs (figure 4.20.a) results in an average increase of two in PSB extrusion height, in comparison to

computations with an isotropic elastic neighbor grain (4.3.1.1) for number of cycles greater than 10000. In all the experimental observations of PSB extrusion through GBs, a vein-channel structure is visible in the ligament separating PSBs (figure 4.1.a, figure 4.2.ab, figure 4.14.a and figure 4.19). Therefore, we assume that all the predictions are enhanced by a factor two to account for this effect. Then sixth column of table 4.10 indicates whether a DFZ is present along the impinged GB or not. In the case of the presence of a DFZ, predictions are also enhanced by a factor two (then a factor four is induced in comparison to computations accounting only for isotropic elasticity in the neighbor grain). The tenth column of table 4.10 presents the ‘enhanced’ predictions accounting for (i) the neighbor grain dislocation microstructure (thus its crystallographic orientation) enhanced by the presence (ii) of a vein structure between PSBs and potentially and (iii) with or without presence of a DFZ running along the impinged GB.

The comparison of the ‘enhanced’ predictions and of the experimental measurement for a neighbor grain not containing a DFZ are in excellent agreement. In the case where a DFZ is running along the impinged GBs, a satisfying agreement is found considering all the hypothesis made for these predictions. Anyway, the same order of magnitude is obtained which indicates that our interpretations of the phenomena are suitable. New FE computations will be performed by considering crystal plasticity in the matrix vein and in the neighbor grain and a DFZ running along the impinged GB in order to verify these hypotheses and provide an accurate analytical description (accounting for all these effects).

The measurements made on the experimental observations (included in table 4.1) are analyzed in figure 4.22.a-c. As PSB extrusion are close in copper and nickel, the following results are not discussed with distinguishing the material. The red and blue series concern respectively experiments with presence and absence of a DFZ along the impinged GBs. The PSB extrusion measurements are plotted considering that their evolution follows equation 4.9. These figures represent:

- the PSB extrusion height normalized by the number of cycles, the vacancy production term and the grain size, which is equal to $K.t^\alpha$ (figure 4.22.a);
- the PSB extrusion height normalized by the number of cycles, the vacancy production term and the PSB thickness, which is equal to $K.L^{1-\alpha}$ (figure 4.22.b);
- the PSB extrusion height normalized by the number of cycles, the vacancy production term, the PSB thickness and the grain size, which is equal to K (figure 4.22.c).

As predicted numerically, the PSB thickness power exponents are higher than for the grain size whatever the crystallographic configuration of the neighbor grain (figure 4.22.a). However, based on these experiments, the PSB extrusion height seems to depend linearly on the PSB thickness.

The y-intercepts of figure 4.22.c represent the average experimental K values following equation 4.9 for each specific configuration. The following values are found:

- $K=3,4 \pm 0,5$ for a neighbor grain presenting a vein structure, without formation of a DFZ along the impinged GB;
- $K=13,4 \pm 2$ for a neighbor grain presenting a vein structure, with formation of a DFZ along the impinged GB;
- $K=14,9 \pm 1,5$ for a neighbor grain presenting a labyrinth structure, with formation of a DFZ along the impinged GB.

PSB extrusion shape

The PSB extrusion shape through GB is specific for cyclic deformation. For instance, slip steps are formed during tensile deformation of single crystals or polycrystals [48]–[50]. Almost all the collected experimental observation of PSB extrusion through GB show the same curved extrusion shape (figure 4.2.a.b, figure 4.14.b and figure 4.19). This shape is consistent with the one formed through the free surface of cyclically deformed fcc metals and alloys [33], [51]. A qualitative agreement is found with FE computations (figure 4.6.b).

Microstructure effect

Experimental measurement of PSB extrusion heights show higher values for a neighbor grain presenting a labyrinth microstructure (i.e. close to [100] orientation) than for a neighbor grain containing veins-channels (i.e. close to [110] orientation). This result indicates that even the vein-channel structure is known for being much softer than labyrinth (figure 4.13), a competition may occur with the number of potentially activated slip systems.

Material effect

Predictions presented in 4.3.4 highlighted an increase of PSB extrusion height comparing

copper to nickel and 316L SS. PSB extrusions observed in the literature for copper and nickel are in the same order of magnitude. The only observation for 316L SS is from [21], where no information about dislocation microstructure are available in neighbor grain since the observation is performed with the secondary electron in the SEM instead of ECC or TEM.

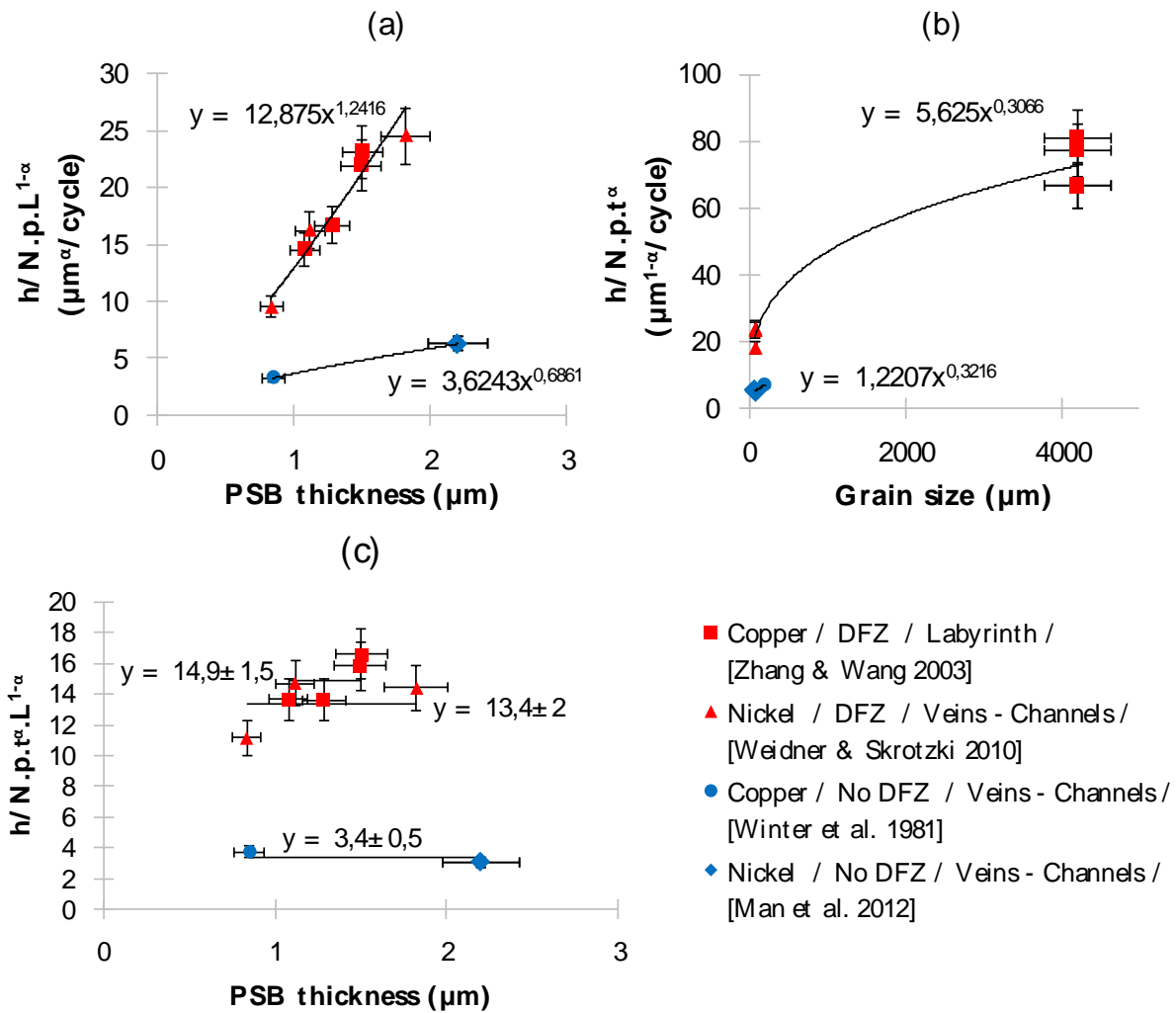


Figure 4.22. Experimental evaluation of PSB extrusion height per cycle normalized by the number of cycles and (a) grain size over power exponent ($1-\alpha$), (b) PSB thickness over power exponent (α), (c) grain size and PSB thickness

Ref.	Mat.	PSB thickness (μm)	Grain size (μm)	Neighbor grain microstructure	Presence of a DFZ	Number of cycles, N	$\frac{h}{N}$ measured value ($10^{-6} \mu\text{m}/\text{cycle}$)	FE prediction ($10^{-6} \mu\text{m}/\text{cycle}$)	FE prediction enhanced ($10^{-6} \mu\text{m}/\text{cycle}$)
[Zhang & Wang 2003]	Copper	1.5	4200	Labyrinth	Yes	2.10^4	33 ± 3.3	3.1	12.4
		1.5					35 ± 3.5	3.1	12.4
		1.1					22 ± 2.2	2.4	9.5
		1.3					25 ± 2.5	2.7	10.9
[Winter et al. 1981]		0.9	200	Veins - Channels	No	$1.15.10^5$	1.8 ± 0.18	1.0	2.0
[Weidner & Skrotzki 2010]	Nickel	1.9	80	Veins - Channels	Yes	3.10^4	18 ± 1.8	1.9	7.4
		1.3					17 ± 1.7	1.3	5.0
		1.0					8.8 ± 0.88	1.0	4.0
[Man et al. 2012]		2.2	80		No	$3.2.10^4$	3.1 ± 0.31	2.1	4.1

Table 4.10. PSB extrusion heights available from experimental observations in copper [10], [17] nickel [12], [19] and 316L SS [21]

4.5 CONCLUSIONS

Extensive FE element calculations of PSB extrusion through GB with various crystallographic and material parameters lead to the following conclusions:

- (i) The PSB extrusion height through GB increase continuously with number of cycles. PSB growth rate is constant after 2000 cycles. Same conclusions were drawn by [33] concerning PSB extrusions through free surface, but extrusion rate was found to become constant after 500 cycles.
- (ii) The PSB extrusion height show a perfect linearity with respect to the vacancy production rate and the number of cycle.
- (iii) The PSB extrusion height increases with increasing PSB thickness and grain size, following a power law evolution. Same conclusions were drawn by Man [52] by AFM measurements of the PSB extrusion height through free surface on 316L SS cyclically deformed, but a linear evolution was measured. The power law exponent for the grain size is in agreement with experimental observations made for polycrystals and bicrystals for which grain size vary by two to three orders of magnitude.
- (iv) PSB extrusion through GB induces a high stress concentration. GB stresses will be

analyzed and discussed in an associated paper.

- (v) Accounting for crystal plasticity in the neighbor grain facilitate PSB extrusion:
 - a. The PSB extrusion height increases considering a neighbor grain well-oriented with $\pm 5^\circ$ - 10° - 15° misorientation. PSB extrusion height is higher with a higher misorientation.
 - b. The PSB extrusion height increases considering a neighbor grain oriented following the three corners of the stereographic standard triangle. Higher PSB extrusion height are predicted for [110] neighbor grain orientation.
- (vi) Plasticity of the vein matrix and DFZ running along GBs induce a high increase of PSB extrusion heights. FE predictions and experimental measurement show a great agreement concerning the effect of a DFZ along GBs.
- (vii) Whatever the nonlinearities source introduced in the FE computations (cubic elasticity, crystal plasticity in neighbor grain with several crystallographic orientations, crystal plasticity in ligaments between PSBs in grain 1, dislocation free zone parallel to the GB), power law parameter exponent adjustment show a very little effect. All these parameters mainly affect the prefactor K.

4.6 ACKNOWLEDGEMENTS

The authors gratefully acknowledge the support of the CEA research project MASNA related to the Generation IV program.

4.7 REFERENCES

- [1] N. Thompson, N. Wadsworth, and N. Louat, "The origin of fatigue fracture in copper," *The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics*, vol. 1, no. 2, pp. 113–126, Feb. 1956.
- [2] D. J. Morrison and J. C. Moosbrugger, "Effects of grain size on cyclic plasticity and fatigue crack initiation in nickel," *International Journal of Fatigue*, vol. 19, no. 93, pp. 51–59, Jun. 1997.
- [3] Z. F. Zhang and Z. G. Wang, "Grain boundary effects on cyclic deformation and fatigue damage," *Progress in Materials Science*, vol. 53, no. 7, pp. 1025–1099, Sep. 2008.
- [4] M. Mineur, P. Villechaise, and J. Mendez, "Influence of the crystalline texture on the fatigue behavior of a 316L austenitic stainless steel," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 286, no. 2, pp. 257–268, Jul. 2000.
- [5] Z. J. Zhang, P. Zhang, L. L. Li, and Z. F. Zhang, "Fatigue cracking at twin boundaries: Effects of crystallographic orientation and stacking fault energy," *Acta Materialia*, vol. 60, no. 6, pp. 3113–3127, Apr. 2012.

- [6] U. Essmann, U. Gosele, and H. Mughrabi, "A Model of Extrusions and Intrusions in Fatigued Metals .1. Point-Defect Production and the Growth of Extrusions - EGMI," *Philos. Mag. A-Phys. Condens. Matter Struct. Defect Mech. Prop.*, vol. 44, no. 2, pp. 405–426, 1981.
- [7] J. Polák, "On the role of point defects in fatigue crack initiation," *Materials Science and Engineering*, vol. 92, pp. 71–80, Aug. 1987.
- [8] J. Polák and M. Sauzay, "Growth of extrusions in localized cyclic plastic straining," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 500, no. 1–2, pp. 122–129, Jan. 2009.
- [9] M. Sauzay and J. Liu, "Simulation of Surface Crack Initiation Induced by Slip Localization and Point Defect Kinetics," *Advanced Materials Research*, vol. 891–892, pp. 542–548, 2014.
- [10] Z. F. Zhang and Z. G. Wang, "Dependence of intergranular fatigue cracking on the interactions of persistent slip bands with grain boundaries," *Acta Materialia*, vol. 51, no. 2, pp. 347–364, Jan. 2003.
- [11] Z. F. Zhang and Z. G. Wang, "Interactions of persistent slip bands with a grain boundary on the common primary slip plane in a copper bicrystal," *Philosophical Magazine Letters*, vol. 80, no. 3, pp. 149–156, Mar. 2000.
- [12] J. Man *et al.*, "Study of cyclic strain localization and fatigue crack initiation using FIB technique," *International Journal of Fatigue*, vol. 39, pp. 44–53, Jun. 2012.
- [13] J. Polák, M. Petrevec, and J. Man, "Dislocation structure and surface relief in fatigued metals," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 400–401, pp. 405–408, Jul. 2005.
- [14] J. Genée, L. Signor, and P. Villechaise, "Slip transfer across grain/twin boundaries in polycrystalline Ni-based superalloys," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 701, pp. 24–33, Jul. 2017.
- [15] Z. F. Zhang, Z. G. Wang, and H. H. Su, "Observations on persistent slip bands transferring through a grain boundary in a copper bicrystal by the electron channelling contrast in scanning electron microscopy technique," *Philosophical Magazine Letters*, vol. 79, no. 5, pp. 233–240, May 1999.
- [16] Z. F. Zhang and Z. G. Wang, "Fatigue-cracking characteristics of a copper bicrystal when slip bands transfer through the grain boundary," 2003.
- [17] A. T. Winter, O. R. Pedersen, and K. V. Rasmussen, "Dislocation microstructures in fatigued copper polycrystals," *Acta Metallurgica*, vol. 29, no. 5, pp. 735–748, May 1981.
- [18] Z. F. Zhang, Z. G. Wang, and Y. M. Hu, "Effect of grain size on grain boundary strengthening of copper bicrystals under cyclic loading," *Materials Science and Technology*, vol. 16, no. 2, pp. 157–162, Feb. 2000.
- [19] A. Weidner and W. Skrotzki, "Cyclic slip activity of PSBs in bulk and surface grains," *International Journal of Fatigue*, vol. 32, no. 5, pp. 851–855, May 2010.

- [20] K. Mecke and C. Blochwitz, "Internal Displacements of Persistent Slip Bands in Cyclically Deformed Nickel Single-Crystals," *Phys. Status Solidi A-Appl. Res.*, vol. 61, no. 1, pp. K5-, 1980.
- [21] J. Hazan, "PhD Thesis," 2019.
- [22] L. L. Li, Z. J. Zhang, P. Zhang, J. B. Yang, and Z. F. Zhang, "Distinct fatigue cracking modes of grain boundaries with coplanar slip systems," *Acta Materialia*, vol. 120, pp. 120–129, Nov. 2016.
- [23] Z. S. Basinski, A. S. Korbel, and S. J. Basinski, "The temperature dependence of the saturation stress and dislocation substructure in fatigued copper single crystals," *Acta Metallurgica*, vol. 28, no. 2, pp. 191–207, Feb. 1980.
- [24] A. T. Winter, "A model for the fatigue of copper at low plastic strain amplitudes," *Philosophical Magazine*, vol. 30, no. 4, pp. 719–738, 1974.
- [25] C. O. Frederick and P. J. Armstrong, "A mathematical representation of the multiaxial Bauschinger effect," *Materials at High Temperatures*, vol. 24, no. 1, pp. 1–26, Jan. 2007.
- [26] H. Mughrabi, "The cyclic hardening and saturation behaviour of copper single crystals," *Materials Science and Engineering*, vol. 33, no. 2, pp. 207–223, May 1978.
- [27] C. Blochwitz and U. Veit, "Plateau Behavior of Fatigued Fcc Single-Crystals," *Cryst. Res. Technol.*, vol. 17, no. 5, pp. 529–551, 1982.
- [28] Y. Li and C. Laird, "Cyclic response and dislocation structures of AISI 316L stainless steel. Part 1: single crystals fatigued at intermediate strain amplitude," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 186, no. 1–2, pp. 65–86, Oct. 1994.
- [29] M. Sauzay, "Cubic elasticity and stress distribution at the free surface of polycrystals," *Acta Materialia*, vol. 55, no. 4, pp. 1193–1202, Feb. 2007.
- [30] S. Brinckmann, R. Sivanesapillai, and A. Hartmaier, "On the formation of vacancies by edge dislocation dipole annihilation in fatigued copper," *International Journal of Fatigue*, vol. 33, no. 10, pp. 1369–1375, Oct. 2011.
- [31] J. Polák, "Resistivity of fatigued copper single crystals," *Materials Science and Engineering*, vol. 89, pp. 35–43, May 1987.
- [32] J. Liu, "Prédictions multi-échelles de l'initiation des microfissures de fatigue," *Thèse de doctorat, Université Paris 6*, Jan. 2013.
- [33] J. Man, K. Obrtlík, and J. Polák, "Study of surface relief evolution in fatigued 316L austenitic stainless steel by AFM," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 351, no. 1–2, pp. 123–132, Jun. 2003.
- [34] U. Essmann and H. Mughrabi, "Annihilation of Dislocations During Glide at Low Temperatures A2 - GEROLD, P. HAASENV.," in *Strength of Metals and Alloys*, G. KOSTORZ, Ed. Pergamon, 1979, pp. 1101–1106.

- [35] P. Li, Z. F. Zhang, X. W. Li, S. X. Li, and Z. G. Wang, "Effect of orientation on the cyclic deformation behavior of silver single crystals: Comparison with the behavior of copper and nickel single crystals," *Acta Materialia*, vol. 57, no. 16, pp. 4845–4854, Sep. 2009.
- [36] B. Gong, Z. Wang, and Z. Wang, "Cyclic deformation behavior and dislocation structures of [001] copper single crystals—I Cyclic stress-strain response and surface feature," *Acta Materialia*, vol. 45, no. 4, pp. 1365–1377, Apr. 1997.
- [37] X. W. Li, Z. G. Wang, G. Y. Li, S. D. Wu, and S. X. Li, "Cyclic stress–strain response and surface deformation features of [011] multiple-slip-oriented copper single crystals," *Acta Materialia*, vol. 46, no. 13, pp. 4497–4505, Aug. 1998.
- [38] T. K. Lepistö, V.-T. Kuokkala, and P. O. Kettunen, "Dislocation arrangements in cyclically deformed copper single crystals," *Materials Science and Engineering*, vol. 81, pp. 457–463, Aug. 1986.
- [39] C. Buque, "Dislocation structures and cyclic behaviour of [011] and [111]-oriented nickel single crystals," *International Journal of Fatigue*, vol. 23, no. 8, pp. 671–678, Sep. 2001.
- [40] M. Hollmann, J. Bretschneider, and C. Holste, "Dislocation Structure and Strain Localisation in Nickel Single Crystals Cyclically Deformed at 77 K," *Crystal Research and Technology*, 2000.
- [41] K. Mecke and C. Blochwitz, "Saturation Dislocation-Structures in Cyclically Deformed Nickel Single-Crystals of Different Orientations," *Cryst. Res. Technol.*, vol. 17, no. 6, pp. 743–758, 1982.
- [42] Gorlier, "Mécanismes de fatigue plastique de l'acier 316L sous formes monocristalline et polycristalline," *Thèse de doctorat, Ecole nationale supérieure des Mines de Saint-Etienne*, Dec. 1984.
- [43] D. Goncalves, "Modélisation polycristalline du comportement élasto-viscoplastique des aciers inoxydables austénitiques 316L(N) sur une large gamme de chargements : application à l'étude du comportement cyclique à température élevée," 2018.
- [44] T. Luoh and C. P. Chang, "Dislocation-free zones in fatigued copper polycrystals," *Acta Materialia*, vol. 44, no. 7, pp. 2683–2695, Jul. 1996.
- [45] J. I. Dickson, S. Turenne, H. Bande, and G. L'Espérance, "The occurrence of dislocation-free zones at grain boundaries and free surfaces during cyclic deformation," *Materials Science and Engineering*, vol. 89, pp. L31–L34, May 1987.
- [46] W. P. Jia, S. X. Li, Z. G. Wang, X. W. Li, and G. Y. Li, "Cyclic deformation behavior of non-isoaxial copper tricrystals and bicrystals," *Acta Materialia*, vol. 47, no. 7, pp. 2165–2176, May 1999.
- [47] H. Huntington, "The Elastic Constants of Crystals," *Solid State Phys.*, vol. 7, pp. 213–351, 1958.
- [48] C. Kahloun, G. Monnet, S. Queyreau, L. T. Le, and P. Franciosi, "A comparison of

collective dislocation motion from single slip quantitative topographic analysis during in-situ AFM room temperature tensile tests on Cu and Fe α crystals,” *International Journal of Plasticity*, vol. 84, pp. 277–298, Sep. 2016.

[49] C. Kahloun, L. T. Le, G. Monnet, M.-H. Chavanne, E. Ait, and P. Franciosi, “Topological analysis of {1 1 0} slip in an α -iron crystal from in situ atomic force microscopy,” *Acta Materialia*, vol. 61, no. 17, pp. 6453–6465, Oct. 2013.

[50] P. Franciosi, L. T. Le, G. Monnet, C. Kahloun, and M.-H. Chavanne, “Investigation of slip system activity in iron at room temperature by SEM and AFM in-situ tensile and compression tests of iron single crystals,” *International Journal of Plasticity*, vol. 65, pp. 226–249, Feb. 2015.

[51] J. Man, P. Klapetek, O. Man, A. Weidner, K. Obrtlík, and J. Polák, “Extrusions and intrusions in fatigued metals. Part 2. AFM and EBSD study of the early growth of extrusions and intrusions in 316L steel fatigued at room temperature,” *Philosophical Magazine*, vol. 89, no. 16, pp. 1337–1372, Jun. 2009.

[52] J. Man, K. Obrtlík, C. Blochwitz, and J. Polák, “Atomic force microscopy of surface relief in individual grains of fatigued 316L austenitic stainless steel,” *Acta Materialia*, vol. 50, no. 15, pp. 3767–3780, Sep. 2002.

[53] H. Mughrabi, “Cyclic Slip Irreversibilities and the Evolution of Fatigue Damage,” *Metall. Mater. Trans. B-Proc. Metall. Mater. Proc. Sci.*, vol. 40, no. 4, pp. 431–453, Aug. 2009.

[54] J. Man *et al.*, “AFM and SEM-FEG study on fundamental mechanisms leading to fatigue crack initiation,” *International Journal of Fatigue*, vol. 76, pp. 11–18, Jul. 2015.

Chapitre 5. PREDICTION OF THE EFFECT OF PSB IMPINGEMENT ON GRAIN BOUNDARIES IN DUCTILE METALS: PART II – GB STRESS FIELDS ANALYSIS

J.Hazan^{*1,2}, M.Sauzay¹, S. Vincent³

1. DEN-Service de Recherches Métallurgiques Appliquées, CEA, Université Paris-Saclay, F-91191, Gif-sur-Yvette, France

2. Sorbonne Université, Institut de Formation Doctorale, IFD, 75005, Paris, France

3. DEN-Service de Technologie des Composants et des Procédés, CEA, F-13108, Saint-Paul-lez-Durance, France

Abstract: PSB-GB micro-crack initiation is a major issue in the understanding of the damage mechanisms and the lifetime prediction of ductile metals and alloys subjected to low cycle fatigue. This phenomenon is generally modeled considering the piling-up of dislocations at grain boundaries, which conduct to a drastic underestimation of the number of cycles to initiate micro-cracks. Finite element simulations of the cyclic deformation of small aggregates for various fcc metals and alloys are performed. Calculations account for (i) the finite thickness of PSBs, (ii) cubic elasticity and crystal plasticity applied to fcc structure, (iii) slip localization in PSBs and (iv) production, annihilation of vacancies within PSBs and their diffusion toward the surrounding matrix, inducing a free dilatation increasing cycle by cycle. GB stress fields induced by the impingement of PSBs are predicted. The influences of the local microstructure and of the crystallographic orientation are evaluated. Results are finally compared to experimental observations.

5.1 INTRODUCTION

The cyclic deformation of fcc metals often leads to the creation of slip bands within slabs of grains which remain. These slip bands are called persistent slip bands (PSBs) since they reappear at the same position after polishing the samples and recycling [1]. PSBs cross the

* Corresponding author
E-mail address: jerome.hazan@cea.fr

grains and are characterized by their specific extrusion shape through the free surface [2] and the grain boundaries (GBs) [3]. Along lifetime, a large number of surface microcracks can nucleate. Microcracks can nucleate either along PSB-matrix interface (transgranular), at PSB-GB interface (intergranular) or along twin boundaries.

The main interest of this work is to increase the understanding of intergranular micro-crack initiation, which is induced by the impingement of PSBs against neighboring GBs. PSB impingement induces formation of an extrusion, associated with a stress concentration, increasing over lifetime until the formation of a microcrack. Many parameters as grain size [4], grain boundary structure [5], environment [6], material [7] and cycling conditions [6] modify the distribution between the three main microcrack initiation mechanisms. An example of microcracks initiated along GBs, which are impinged by PSBs are shown in figure 5.1. The very early fatigue damage induced by the impingement of PSBs against GBs is generally characterized by the formation of small crack nucleus next to each PSB (see figure 5.1.a). After further cycling, the coalescence of these nucleus occurs to form a larger and longer microcrack (see figure 5.1.b) [8]. It should be noticed that after the formation and the coalescence of the cracks nucleus, the GB local stresses are relaxed and PSB extrusions through GBs become more visible (white arrows in figure 5.1.b).

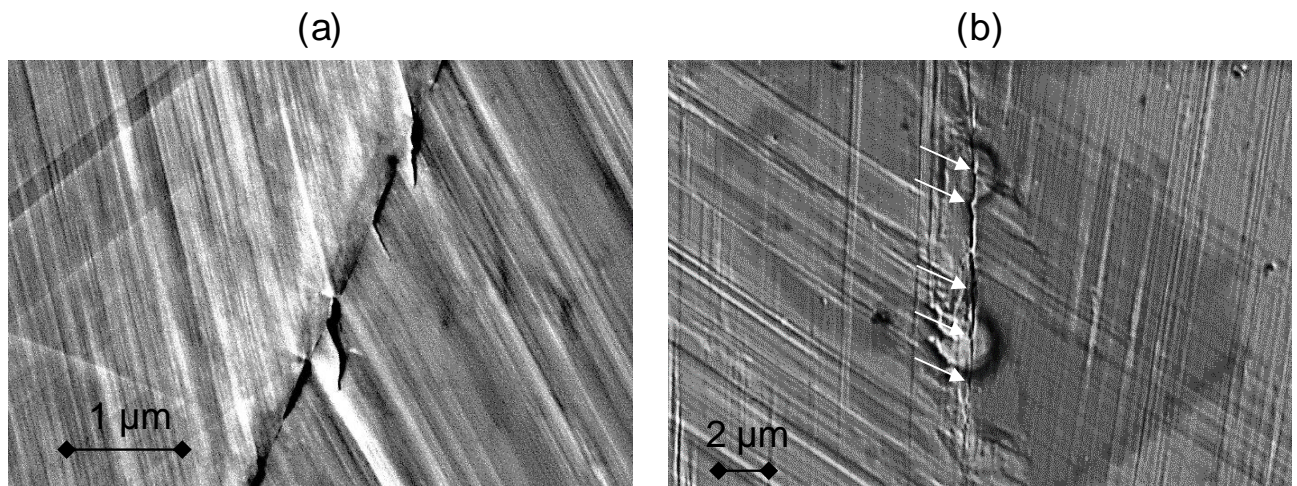


Figure 5.1. GB micro-cracks induced by PSBs impingement in 316L SS cyclically deformed at room temperature

(a) $\Delta\varepsilon_p/2 = 0.0014$, 2000 cycles, grain size $300\ \mu\text{m}$, PSB thickness $\approx 500\ \text{nm}$

(b) $\Delta\varepsilon_p/2 = 0.0011$, 2000 cycles, grain size $200\ \mu\text{m}$ (through PSB length), PSB thickness $\approx 500\ \text{nm}$, where GB extrusions become visible after GB stress relaxation induced by crack formation [8]

This work is motivated by some pioneering studies:

- Tanaka & Mura [9] considered that the GBs are damaged by the irreversible piling-up of dislocation, inducing both formation of an extrusion and an intrusion. Cracks are initiated once a critical quantity of stored energy at the GBs is reached.
- Liu et al. [10] observed PSB-GB cracks and quantified the effects of some geometric and crystallographic parameters on this phenomenon. For instance the misorientation of the fractured boundaries, the crystallographic orientations of grains containing PSBs and the GBs planes.
- More recently, Sangid et al. [11]–[13] developed a model based on dislocation pile-up at GBs combined to molecular dynamics calculations, accounting for dislocation absorption and nucleation at the GBs, grain size and crystallographic orientation.

These studies are based on the assumption that the initiation of intergranular micro-cracks is caused by the impingement of dislocation pile-ups on GBs. In fact, it often leads to a wide overestimation of the GBs stress fields and an underestimation of the number of cycles to initiate micro-cracks. Contrary to pile-ups, the PSBs display finite thicknesses, varying from one hundred nanometer to a few micrometers depending principally on the considered material [8], [14], [15]. By computing GB stress fields induced by pile-ups and slip bands of finite thicknesses during tensile, Sauzay et al. [16], [17] proved that pile-ups are overestimating the stress fields. Recently, Sauzay and Liu [2] computed the stress fields and the initiation of transgranular microcracks at the free surface of single crystals, considering vacancy production and annihilation within PSBs and diffusion toward the matrix. Our work is based on similar assumptions. Finite element simulations are performed accounting for the finite thickness of PSBs and their variability, their free dilatation and crystalline plasticity. This paper is the expected complement of the previous one [3], which focuses on the PSB extrusion formed through GBs by their impingement.

5.2 HYPOTHESIS OF THE FINITE ELEMENT SIMULATIONS

The assumptions of the finite element calculations are fully described in [3]. For the sake of clarity, they are summarized below:

- As a first hypothesis, only one PSB impinging a GB is considered (figure 5.2). Then, the effect of multiple PSBs impinging a GB is assessed.

5.2 Hypothesis of the finite element simulations

- Plastic slip localization in PSBs is considered. The PSB elastic-plastic loop is assumed to be saturated (as PSBs are already created, their plastic slip amplitude remains constant on average). Armstrong-Fredericks' non-linear kinematic hardening is applied to the primary slip system [18]. The grain in which the PSB is embedded is considered as purely elastic.
- The neighbor grain, impinged by the PSB (grain 2) is firstly considered as purely elastic (see 5.3.1). Then, its elastic-plastic behavior is accounted for (see 5.3.2).
- Vacancy production and annihilation in PSBs and diffusion toward matrix is considered following experiments of [19]. Mean vacancy production term per cycle is evaluated by [20].
- Blocks of simulated cycles are performed in order to predict realistic number of cycles in a reasonable time [3], [21].
- Calculations are performed in 2D, except when indicated, imposing a plane strain state.
- Parameters are adjusted for copper, nickel and 316L SS in table 5.1.

Material	C_{11} (GPa)	C_{12} (GPa)	C_{44} (GPa)	E (GPa)	ν	τ_0 (MPa)	A_{SC} A_{PSB} (MPa)	C_{SC} C_{PSB}	τ_{PSB} (MPa)	$\gamma^{p_{PSB}}$	p (/cycle)
Copper	168.4	121.4	75.4	130	0.35	16	22	15000	28	7.5×10^{-3}	3.1×10^{-7}
							17.8 25	450 1700			
Nickel	246.5	147.3	124.7	230	0.3	32	23	600	48	1.10^{-2}	3.1×10^{-7}
316L SS (Fe Y)	197.5	125	122	200	0.33	50	12.5	3500	57	1.10^{-2}	3.1×10^{-7}

Table 5.1. Elastic-plastic parameters and vacancy production term for copper, nickel and 316L SS

where:

- C_{11} , C_{12} and C_{44} are the cubic elasticity coefficients, E and ν are respectively the isotropic Young modulus and the Poisson coefficient for a polycrystal without texture [19], [22].
- A & C two constants which are adjusted using experimental hysteresis loops (A_{SC} for single crystal behavior, A_{PSB} for PSB behavior). Reader can refer to part 4.2.1 for details.
- τ_0 the initial critical shear stress and τ_{PSB} is the saturated resolved shear stress of PSBs (corresponding to the plateau behavior of PSBs [23]).
- $\gamma^{p_{PSB}}$ is the average PSB plastic slip amplitude and p is the vacancy production term per

5.3 Prediction of GB stress fields induced by PSB impingement: effect of microstructure and crystallographic orientation

cycle evaluated experimentally by [20].

Single slip behavior of PSBs is forced by imposing an ‘infinite’ latent hardening ($q_s=10^6$). Without this numerical artifact, lattice rotations potentially induce the activation of other slip systems, even for single slip orientation.

A part of a mesh used for FE calculations is presented in figure 5.2.a (low magnification) and in figure 5.2.b (high magnification). The grain size and the PSB thickness are introduced in the figure 5.2.a. The figure 5.2.b defines the microstructural parameters which are studied, namely the angle between GB normal and stress axis (α_{GB}), and the angle between PSB and stress axis (α_{SB}). The angle Θ between the grain boundary and the slip band is deduced by $\Theta = 90 - \alpha_{SB} + \alpha_{GB}$. The mechanical fields are computed along the GB, which is impinged by the PSB. A focus is made on the triple point PSB - grain 1 - grain 2 (named ‘O’ in figure 5.2), where a stress concentration occurs (which is partly responsible for the initiation of microcracks).

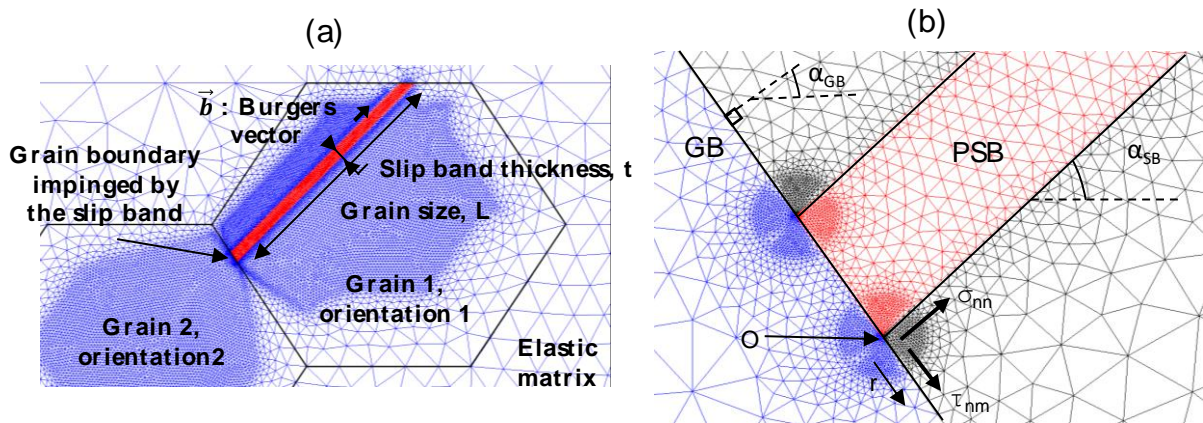


Figure 5.2. (a) Part of a mesh where two grains are embedded in an elastic matrix. Grain 1 (upper) contains a PSB, impinges grain 2 (i.e. the neighbor grain); (b) zoom at the PSB-GB interface where normal stress σ_{nn} and shear stress τ_{nm} are predicted and analyzed along PSB-GB distance r .

5.3 PREDICTION OF GB STRESS FIELDS INDUCED BY PSB IMPINGEMENT: EFFECT OF MICROSTRUCTURE AND CRYSTALLOGRAPHIC ORIENTATION

The FE computations are performed for copper, as it is experimentally the most studied material in literature on the microcrack initiation point of view. From our knowledge, no other experimental quantitative evaluation of vacancy production within PSBs during cycling has

5.3 Prediction of GB stress fields induced by PSB impingement: effect of microstructure and crystallographic orientation

been performed for another material than copper [19], [20]. As all other material parameters are known for nickel & 316L stainless steel, results are extended to these materials in part 5.3.5.

5.3.1 Influence of elastic properties

5.3.1.1 Grains obey isotropic elasticity

As a first hypothesis, the neighbor grain which is impinge by the PSB (denoted as grain 2) and the grain in which the PSB is embedded (denoted as grain 1) are considered as purely isotropic elastic. The matrix in which these two grains are embedded obeys isotropic elastic as the polycrystal is assumed to be untextured. Calculations are performed for a constant grain size of 10 μm (which is assumed to be the slip band length) and with a variable slip band thickness. The characteristic lengths of the PSBs used in the calculation are provided in table 5.2. The only parameter that has an influence on the results is the non-dimensional ratio of PSB thickness to grain size. Even if the PSB thicknesses found in literature for copper are in the order of 1000 nm [24], [25], lower PSB thicknesses are also investigate to generalized results for other materials, presenting a lower stacking fault energy (which generally conducts to a decrease of the PSB thickness).

PSB thickness, t (μm)	0.05	0.1	0.2	0.5	1
Grain size, L (μm)	10	10	10	10	10
t/L	5.10^{-3}	1.10^{-2}	2.10^{-2}	5.10^{-2}	1.10^{-1}

Table 5.2. PSB characteristic lengths used in the FE computations

As no internal length is introduced in the calculations, the similitude law is valid for the stresses and the displacements fields, as described in equations 5.1 and 5.2.

$$\overline{\overline{\sigma_{\omega}(r)}} = \overline{\overline{\sigma}} \left(\frac{r}{\omega} \right) \quad (5.1)$$

$$\overline{\overline{u_{\omega}(r)}} = \omega \cdot \overline{\overline{u}} \left(\frac{r}{\omega} \right) \quad (5.2)$$

where ω is the homothetic scale factor, r the position along grain boundary (figure 5.2.b), $\overline{\overline{\sigma}}$ the stress tensor, and $\overline{\overline{u}}$ the displacement vector.

An analytical formula describing the GB normal stress fields is proposed based on our

5.3 Prediction of GB stress fields induced by PSB impingement: effect of microstructure and crystallographic orientation

numerical results:

$$\sigma_{nn}(r) = A \cdot p \cdot N \cdot \mu \cdot \left(\frac{t}{r}\right)^{1-\lambda} \quad (5.3)$$

where σ_{nn} is the normal stress, r the distance to the PSB/GB interface (point O in figure 5.2.b), A a prefactor depending on the elastic-plastic behaviors of the PSB, the grain 1 and the grain 2, p the vacancy production rate per cycle, N the number of cycles, μ the shear modulus, t the slip band thickness and $(1-\lambda)$ the power exponent corresponding to the predicted singularity.

The parameters A and λ are adjusted using the results of the previous FE computations (part 4.3). Equation 5.3 can be rewritten as:

$$\sigma_{nn}(r) = 1.07 \cdot p \cdot N \cdot \mu \cdot \left(\frac{t}{r}\right)^{0.42} \quad (5.4)$$

Adjustment of all parameters is performed at zero macroscopic stress ($\Sigma_{\infty} = 0$). Normal and shear stress fields computed after 10 000, 20 000 and 30 000 cycles along the GB at the PSB-grain1-grain2 interface are plotted respectively in figure 5.3.a and figure 5.3.b. PSB thickness is 200 nm and grain size is 10 μm . We focus on the most intense triple point, denoted “O” in figure 5.2. The predicted stress fields increase continuously with increasing the number of cycles (figure 5.3.a). Maximum stress is higher (without reaching any saturation) when the mesh is refined close to the triple point interface O, which means that the stress field is singular. The predicted shear stress fields are very low below 20 000 cycles, and become more important at 30 000 cycles (figure 5.3.b). At a distance of 5 nm to the PSB/GB interface, a decrease of 80% of the normal stress is predicted (figure 5.3.a). The corresponding normal and shear stresses isovalues are plotted in figure 5.3 after 10 000 cycles. The short range of the stress field is clearly visible. The influence of the PSB thickness on the PSB-GB normal stresses is presented in figure 5.5. The higher the PSB thickness, the higher the stress fields induced close at the GB close to the PSB interface.

5.3 Prediction of GB stress fields induced by PSB impingement: effect of microstructure and crystallographic orientation

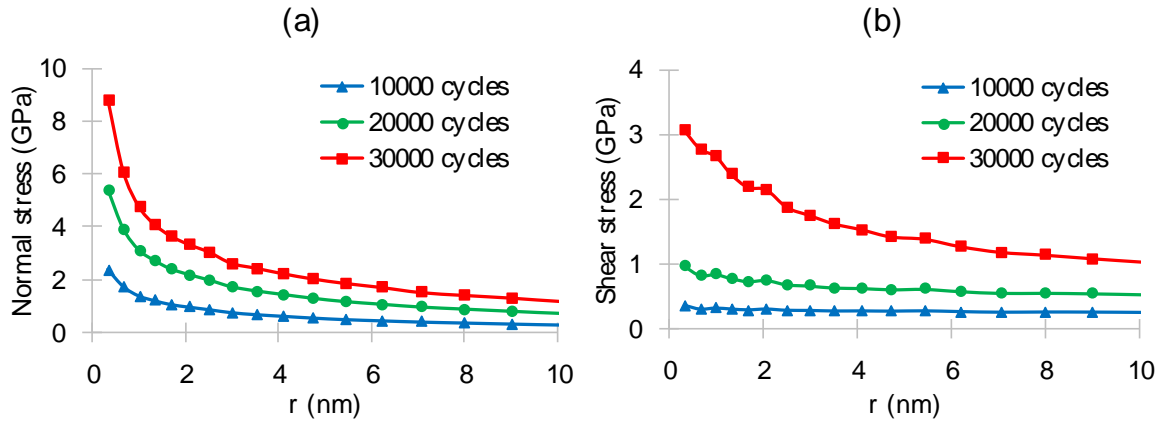


Figure 5.3. (a) Normal and (b) shear stresses predicted at the GB-PSB interface, $t = 200 \text{ nm}$, $L = 10 \text{ }\mu\text{m}$, $\alpha_{SB} = 45^\circ$, $\alpha_{GB} = 34^\circ$, isotropic elastic grains, copper

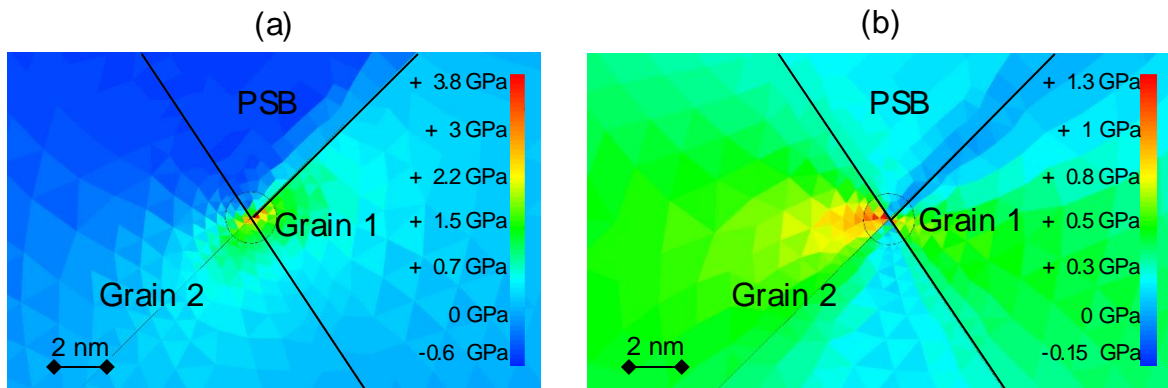


Figure 5.4. Isovalues of (a) normal and (b) shear stresses computed at PSB-grain1-grain2 interface after 10 000 cycles, $t = 200 \text{ nm}$, $L = 10 \text{ }\mu\text{m}$, $\alpha_{SB} = 45^\circ$, $\alpha_{GB} = 34^\circ$, isotropic elastic grains, copper

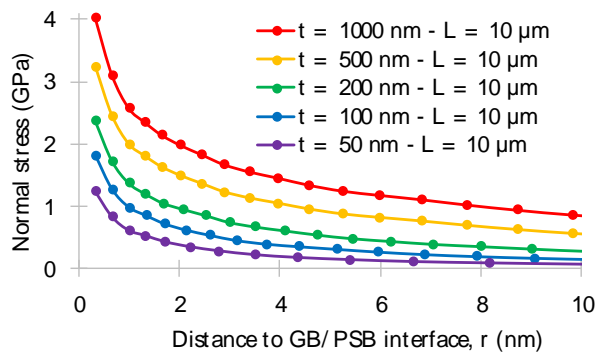


Figure 5.5. Influence of PSBs thickness on PSB-GB normal stresses predicted after 10 000 cycles, $L = 10 \text{ }\mu\text{m}$, $\alpha_{SB} = 45^\circ$, $\alpha_{GB} = 34^\circ$, isotropic elastic grains, copper

5.3.1.2 Grains obey cubic elasticity

Same calculations are performed considering cubic (anisotropic) elasticity. Each material can be characterized by an anisotropy coefficient a , calculated by:

5.3 Prediction of GB stress fields induced by PSB impingement: effect of microstructure and crystallographic orientation

$$a = \frac{2 \cdot C_{44}}{C_{11} - C_{12}} \quad (5.5)$$

In the case of an isotropic material, the coefficient a is equal to one. Copper presents a high anisotropy coefficient ($a_{Cu} = 3.2$). By considering cubic elasticity in the PSB, the elastic ligament of grain 1 (part of grain 1 in which PSB is embedded) and the grain 2 (which is impinged by the PSB), the predictions become more or less dependent of the crystallographic orientations of grain 2.

The effect of four main crystallographic orientations of the standard triangle are investigate on cubic elasticity of grain 2. Elastic ligaments of grain 1 and the PSB are oriented for single slip (i.e. $[\bar{1}49]$), Schmid factor is about 0.5. Then, the influence of grain 2 crystallographic orientation on the GB normal stress fields after 10 000 cycles can be discussed based on figure 5.6. The FE predictions are performed for a PSB with a thickness of 200 nm and a grain size of 10 μm and are compared to isotropic elastic predictions (figure 5.3). The crystallographic orientation of grain 2 slightly affects the FE predictions. Still, predictions follows the Young Modulus for each crystal orientation (table 5.3). The higher the Young Modulus of the neighbor grain, the higher the normal stress predicted at the PSB/GB interface (figure 5.6). Moreover, adjusted parameters of power law describing PSB/GB normal stresses are given in table 5.4. Stress fields predicted for the $[100]$ orientation are the lowest ($A=1.09$), all the other orientations present the same stress singularity ($A=1.11$).

E_{100} (GPa)	E_{111} (GPa)	E_{110} (GPa)	$E_{\bar{1}49}$ (GPa)	$E_{\text{isotropic}}$ (GPa)
67	191	130	76	130

Table 5.3. Calculated Young modulus of copper crystals for different tension-compression axes

5.3 Prediction of GB stress fields induced by PSB impingement: effect of microstructure and crystallographic orientation

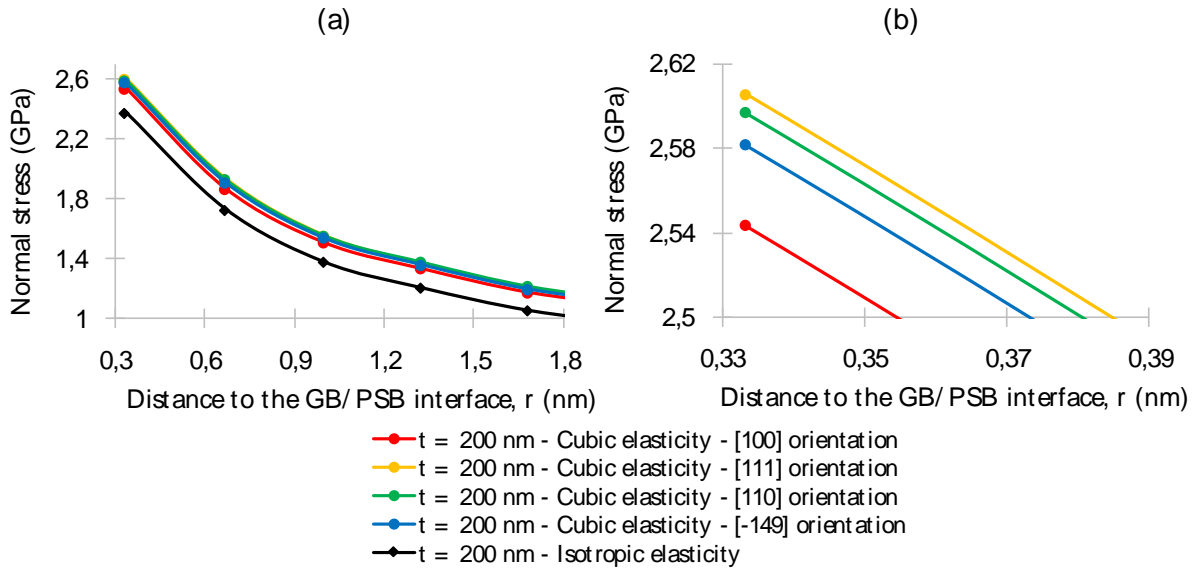


Figure 5.6. Influence of cubic elasticity on the GB normal stress fields, $t = 200 \text{ nm}$, $L = 10 \text{ }\mu\text{m}$, $\alpha_{SB} = 45^\circ$, $\alpha_{GB} = 34^\circ$, 10000 cycles, copper.

Neighbor grain orientation	A	(1- λ)
Isotropic elasticity	1.07	0.42
[100]	1.09	0.42
[110] / [111] / $[\bar{1}49]$	1.11	0.42

Table 5.4. Power law adjustment of the parameters of the analytical formula (equation 5.3) describing the normal stress fields as a function of the neighbor grain crystallographic orientation, accounting for cubic elasticity, copper

5.3.2 Influence of neighbor grain crystal plasticity

Neighbor grain oriented for single slip with small tilt angles:

More realistic simulations are performed accounting for crystal plasticity in the neighbor grain. Grains oriented for single-slip with a slight misorientation varying from $\pm 5^\circ$ to $\pm 15^\circ$ contain a mix of PSBs and walls or another dislocation microstructure. The behavior of such grains is modeled assuming for a homogeneous mechanical behavior in grain 2. It should be noticed that it differs from the localized plastic slip in PSBs from grain 1. Their elastic-plastic behavior is modeled using single crystal experiments. The identified parameters are presented in table 5.1. Increasing crystalline misorientation conducts to a decrease of the Schmid factor of the primary slip system. However, as latent hardening is infinite ($q_s=10^6$), the activation of other slip systems is numerically avoided.

5.3 Prediction of GB stress fields induced by PSB impingement: effect of microstructure and crystallographic orientation

Computations are performed assuming cubic elasticity in grain 1 and grain 2 (figure 5.2). Plasticity is accounted for in the PSB and in the impinged grain. The results are compared to the predictions of part 5.3.1.2 for a cubic elastic neighbor grain.

Predictions of normal stresses at the PSB/GB interface for a neighbor grain well-oriented with misorientation of $+5^\circ$ to $+15^\circ$, with a PSB thickness of $1 \mu\text{m}$ and a grain size of $10 \mu\text{m}$ are presented in figure 5.7.a (at low magnification) and figure 5.7.b (at high magnification). Accounting for the neighbor grain crystal plasticity increases the predicted GB stress fields. Only slight effects of the misorientation of the neighbor grain are predicted, whereas GB extrusion induced by the impingement of the PSB are more affected (see [3]). With increasing misorientation, GB extrusion height increases also. table 5.5 display the values of the adjusted parameters of the power law (equation 5.3) for various tilt angles.

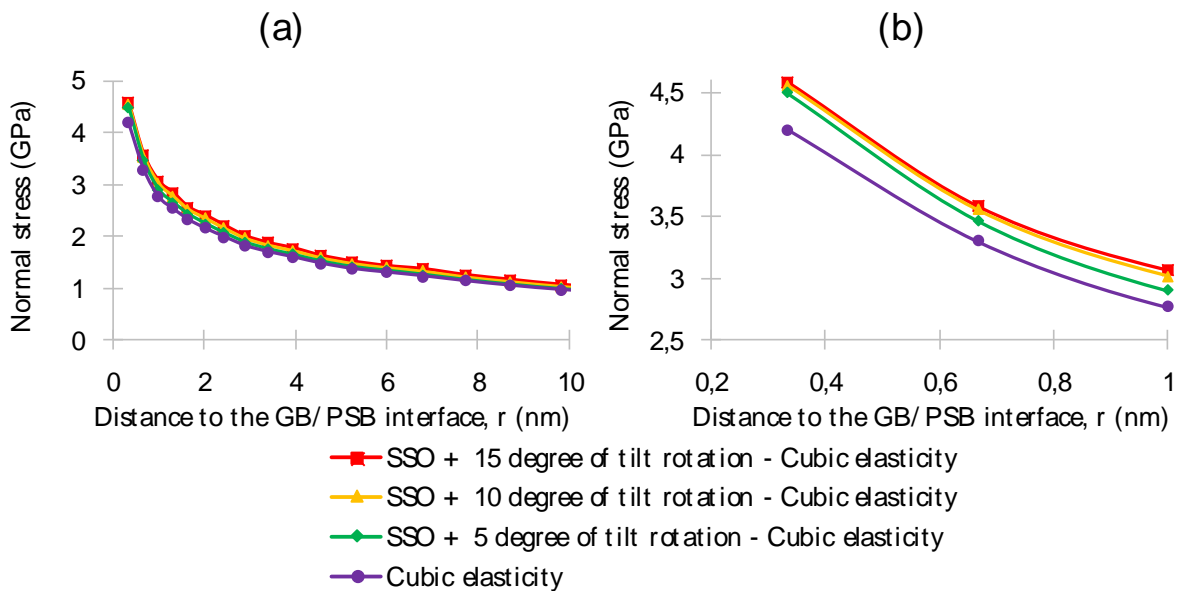


Figure 5.7. Influence of the tilt misorientation of grain 2 oriented for single slip on normal stress field predicted at the GB-PSB interface (a) low magnification (b) high magnification, $t = 1000 \text{ nm}$, $L = 10 \mu\text{m}$, $\alpha_{SB} = 45^\circ$, $\alpha_{GB} = 34^\circ$, 10000 cycles, copper.

Neighbor grain orientation	A	$(1-\lambda)$
WO + 5°	1.11	0.42
WO + 10°	1.11	0.42
WO + 15°	1.12	0.42

Table 5.5. Adjusted power law parameters for grain 2 (figure 5.2) oriented for single slip with tilt misorientations of $+5^\circ+10^\circ+15^\circ$ after 10000 cycles, copper.

5.3 Prediction of GB stress fields induced by PSB impingement: effect of microstructure and crystallographic orientation

Neighbor grain oriented for multiple slip:

Neighbor grains oriented for multiple slip orientations are now considered. The crystallographic orientations defining the three corners of the standard triangle are investigated:

- [001] orientation, 8 activated slip systems, $F_S = 0.408$;
- [110] orientation, 4 activated slip systems, $F_S = 0.408$;
- $[\bar{1}11]$ orientation, 6 activated slip systems, $F_S = 0.272$.

For each orientation corresponds a specific dislocation microstructure: [001] orientation conduct to formation of labyrinth like microstructure, [110] orientation conduct to walls and $[\bar{1}11]$ conduct to the formation of well-defined cells. Adjusted parameters for each orientation are presented in [3].

3D FE computations are performed using triangular prism elements (PRI6). Plane strain state is still applied. In order to ensure that the PSBs remains in single-slip and that multiple slip systems can be activated in the neighbor grains, latent hardening is set respectively to $q_s = 10^6$ (in PSB) and $q_m = 1.4$ (in neighbor grain) [26].

Predictions of normal and shear stress fields at the PSB/GB interface for the three multiple slip orientations of the neighbor grain are presented in figure 5.8. FE computations are performed for a PSB thickness of 200 nm and a grain size of 10 μm . Accounting for the neighbor grain crystal plasticity with multiple slip conduct to severe decreases of the predicted GB stress fields. Predictions of PSB extrusions through GB on a neighbor grain oriented for multiple slip conduct to large increases of GB extrusion height [3]. Therefore, an increase of GB extrusion is associated with a decrease of GB stress fields. Plasticity of the neighbor grain allow an accommodation of the PSB extrusion, and thus logically increases the number of cycles to initiate PSB-GB microcracks.

5.3 Prediction of GB stress fields induced by PSB impingement: effect of microstructure and crystallographic orientation

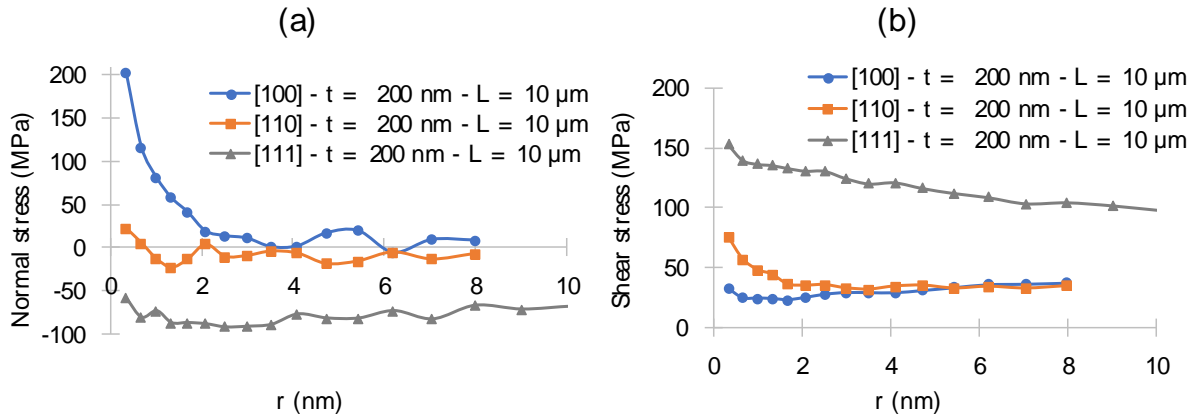


Figure 5.8. Effect of neighbor grain multiple slip orientation on (a) normal and (b) shear stress fields predicted at PSB-GB interface, $t = 200$ nm, $L = 10$ μ m, 10000 cycles, copper.

5.3.3 Effect of PSB plane and GB orientation

All previous predictions correspond to the same microstructure configuration: the angles α_{GB} and α_{SB} are fixed respectively to 34° and 45° (figure 5.2.b).

Further calculations are performed in order to evaluate the dependency of the predicted stress fields with respect to PSB plane and GB orientations. As described in part 5.2, computations are performed in 2D framework, imposing a plane strain state. Thus, the FE computations are based on a strong hypothesis: The angles of the GB and of the PSB below the free surface are assumed perpendicular to the free surface.

figure 5.9.a-c and figure 5.9.d-f present respectively the variations of the normal stress fields along GBs for various GB angles, α_{GB} , (α_{SB} is kept constant at 45°) and for various PSB angles, α_{SB} , (α_{GB} is kept constant at 34°). The PSB thickness is 500 nm and the grain size is 50 μ m. The normal stresses extrapolated (from Gauss points) at the triple points nodes GB-grain1-grain2 (point 'O' in figure 5.2) are removed in each calculation as they are the points presenting the highest numerical errors. As explained, GB normal stresses are singular. Thus, the value of the GB normal stress at a zero distance to the PSB interface ($r = 0$) is theoretically infinite, which has no physical meaning.

It should be noted that the normal stress field central part of each PSB is of compression (figure 5.9). Except the computations for $\alpha_{GB} = -25^\circ$, $\alpha_{SB} = 45^\circ$, $\Theta = 20^\circ$ (figure 5.9.a), all the predicted normal stress fields on both sides of the PSBs are of tensile. A thermal dilatation (coupled to a saturated plastic strain amplitude) is imposed to the PSBs (part 5.2). Thus, the part of grain 2

5.3 Prediction of GB stress fields induced by PSB impingement: effect of microstructure and crystallographic orientation

in front of the PSB is under compression, and the part on both sides are under tensile.

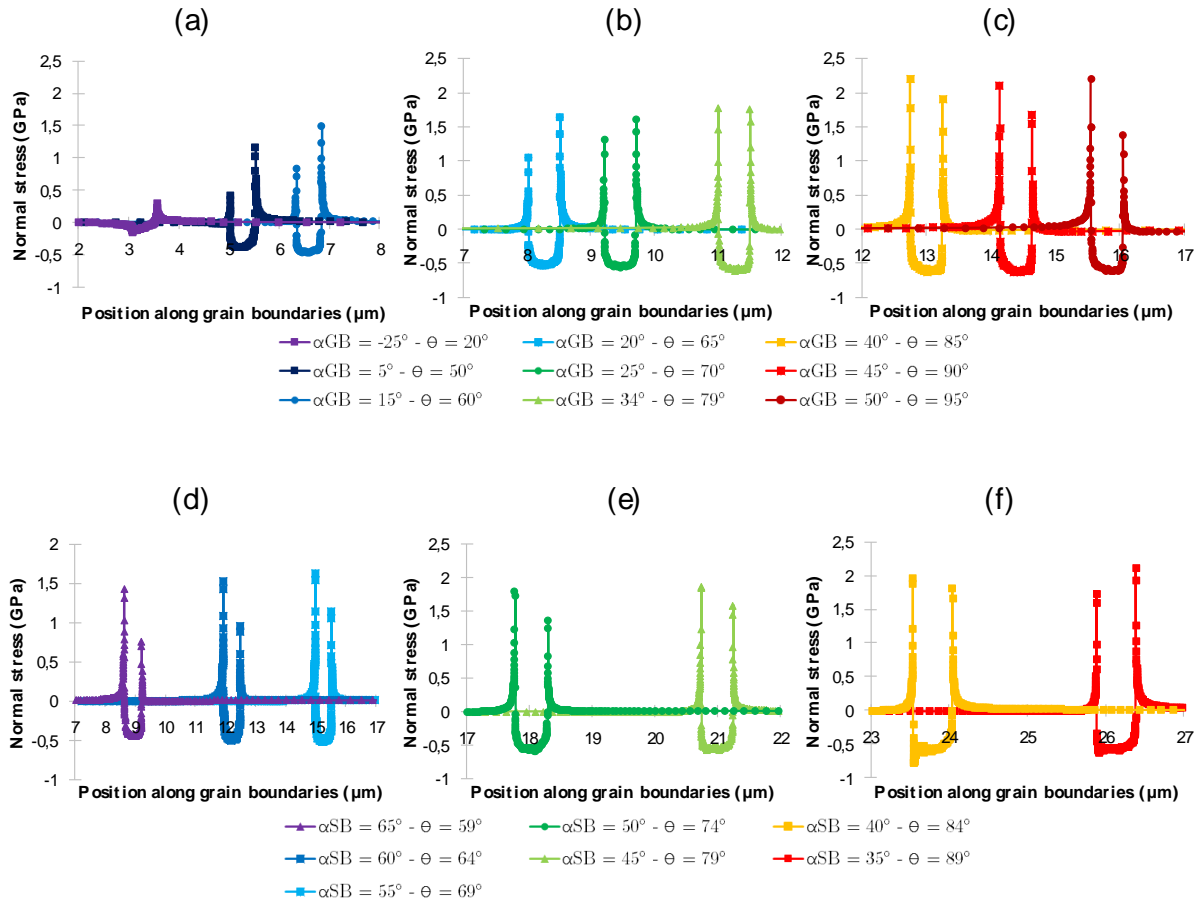


Figure 5.9. Effect of (a-c) the angle between the GB surface trace and the tensile axis (α_{GB}) for $\alpha_{SB} = 45^\circ$ and (d-f) the angle between the PSB plane and the tensile axis (α_{SB}) for $\alpha_{GB} = 33^\circ$ on GB normal stress fields predicted along GBs impinged by PSBs, $t = 500$ nm, $L = 50$ μ m, 10000 cycles, copper.

The adjustment of the power law parameters is performed for each curve. The parameters are provided in table 5.6. Whatever the crystallographic configuration, the power exponent is found constant ($1-\lambda=0.42$). figure 5.10.a presents the influence of the angles α_{GB} and α_{SB} on the prefactor A . The highest the prefactor A , the highest the stress singularity, thus the formation of a microcrack is more probable. It should nevertheless be noticed that the validity of a stress criterion on a certain GB length is not a sufficient condition to predict the formation of a microcrack [27], [28]. The balance energy equation should be fulfilled too. The influence of Θ -the angle between the GB and the PSB- on the prefactor A is presented in figure 5.10.b. A single curve is obtained, which indicate that Θ is the only influent parameter. In other word for a fixed value of the angle Θ , whatever the angles α_{SB} and α_{GB} , the same stress prefactor A is find (table 5.6). The only difference is concerning the triple point interface, which present the

5.3 Prediction of GB stress fields induced by PSB impingement: effect of microstructure and crystallographic orientation

maximum stress field (thus, where crack will more probably nucleate. See figure 5.9). The maximum stress is found for an angle Θ ranging between 70 and 80°.

α_{GB} (°)	α_{SB} (°)	Θ (°)	A	(1- λ)
-25	45	20	0.21	0.42
5	45	50	0.77	0.42
15	45	60	0.94	0.42
20	45	65	1.01	0.42
25	45	70	1.02	0.42
34	45	79	1.04	0.42
40	45	85	0.86	0.42
45	45	90	0.72	0.42
50	45	95	0.57	0.42
75	45	120	0.13	0.42
34	35	89	0.75	0.42
34	40	84	0.98	0.42
34	45	79	1.04	0.42
34	50	74	1.04	0.42
34	55	69	1.03	0.42
34	60	64	1.00	0.42
34	65	59	0.96	0.42

Table 5.6. Effects of (i) the angle between the grain boundary and the stress axis (α_{GB}), and (ii) the angle between the PSB trace and the stress axis (α_{SB}) on adjusted parameters of normal stress fields along GBs

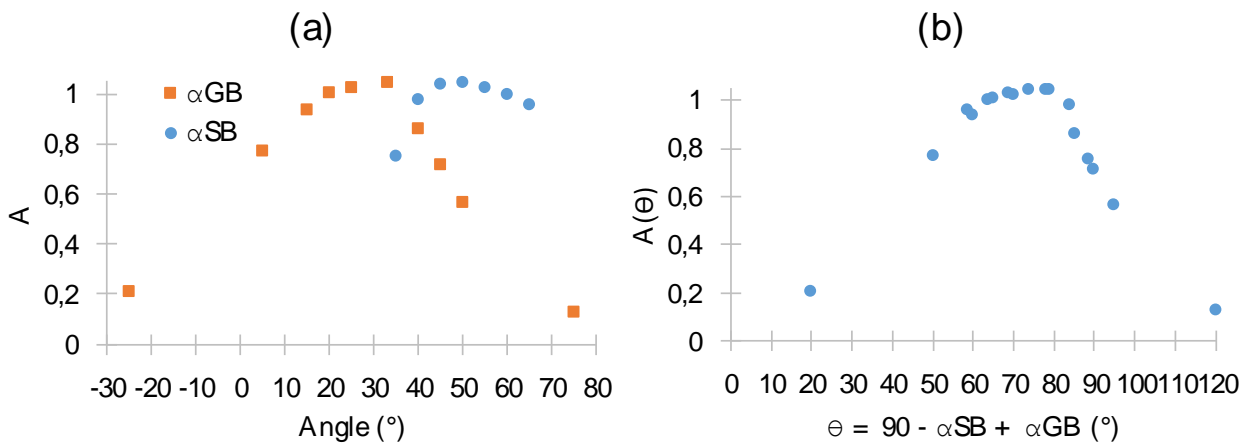


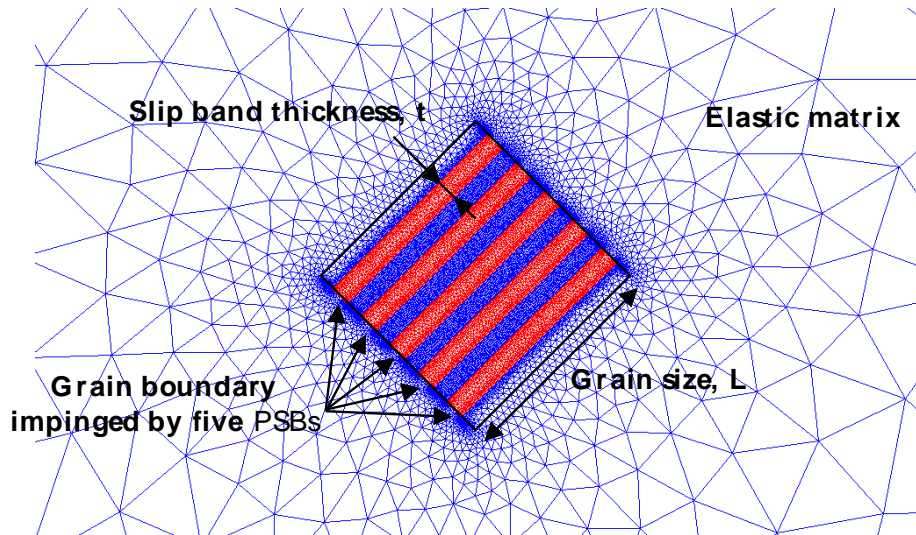
Figure 5.10. (a) Influence of the angles α_{GB} (α_{SB} is kept constant at 45°) and α_{SB} (α_{GB} is kept constant at 34°) on the normal stress prefactor A and (b) influence of the Θ angle on the normal stress prefactor A.

5.3.4 Influence of the number of PSBs on the grain boundary stress fields

All the previous predictions are performed assuming a single PSB impinging a GB (figure 5.2.a). In reality, even at a low number of cycles several parallel PSBs are always observed in the same grain. In order to evaluate the influence of this assumption on the predicted stress

5.3 Prediction of GB stress fields induced by PSB impingement: effect of microstructure and crystallographic orientation

fields, a FE computation with five parallel PSBs embedded in the same grain is performed. Each PSB has a thickness of $1\ \mu\text{m}$, the inter-band spacing is $1\ \mu\text{m}$, $\alpha_{\text{SB}} = \alpha_{\text{GB}} = 45^\circ$ ($\Theta = 90^\circ$), the grain size is equals to $10\ \mu\text{m}$. In order to ensure that each PSB has the same length (equivalent to the grain size), a square grain is meshed (mesh presented in figure 5.11, constructed by Bertrand Sicaud).



*Figure 5.11. Part of a mesh showing a grain embedded in an elastic matrix. The grain contains five parallel PSBs, which impinge the GB with elastic matrix, $t = 1\ \mu\text{m}$, $L = 10\ \mu\text{m}$, $\alpha_{\text{SB}} = 45^\circ$, $\alpha_{\text{GB}} = 45^\circ$, $\Theta = 90^\circ$, copper.
Mesh built by Bertrand Sicaud.*

The calculation is performed for 10 000 cycles considering isotropic elasticity (part 5.3.1.1). figure 5.12 presents the GB normal stress profile along the impinged GB. As explained in part 5.3.3, each stress value extrapolate from the Gauss points at the triple points nodes PSB-grain1-matrix are removed due to the numerical error which is maximal at these points (GB normal stress is theoretically infinite at $r = 0$ because GB stress fields are singular). The maximum normal stress fields predicted for each PSB interface are plotted in figure 5.13. The first and the last PSB present a higher maximum normal stress value than the three middle PSBs. The GB normal stress fields are 30% lower for the three middle PSBs. The GB normal stress fields are almost identical for these three middle PSBs. The relative difference between them is lower than 3%. It should be noticed that the maximum normal stress value is strongly mesh dependent. However, the mesh size at each PSB-GB interface is the same for the five PSBs, allowing us analyzing the maximum normal stresses.

The GB normal stress at a distance $r = 3.1\ \text{\AA}$ (which is the smallest element size in the mesh)

5.3 Prediction of GB stress fields induced by PSB impingement: effect of microstructure and crystallographic orientation

from the PSB/GB interface is calculate according to equation 5.4 in order to verify if the stress value predicted for a single PSB agree with the one computed for PSB 3 (figure 5.12). Using $p = 3.1 \cdot 10^{-7}$, $N = 10\ 000$, $\mu = 48.15$ GPa, $t = 1\ \mu\text{m}$ and $r = 3.1 \cdot 10^{-10}$ m, a value of $\sigma_{nn} = 4.75$ GPa is obtained. This value corresponds to an angle $\theta = 79^\circ$. Here the prediction is carried out for $\theta = 90^\circ$. A decrease of 31% of A is predicted in part 5.3.3 (figure 5.10.b) from $\theta = 79^\circ$ to $\theta = 90^\circ$. The A value is respectively of 1.04 and 0.72. Thus, the corrected normal stress value accounting from the angle θ is $\sigma_{nn} = 3.3$ GPa. This value is very close to predictions deduced for the three middle PSBs (inducing an average difference of only 5%). Therefore, calculations made on meshes containing one PSB permits to obtain large gains on calculation times, and very interestingly the predictions are almost identical to those obtained for meshes containing numerous PSBs (except the first and the last PSB).

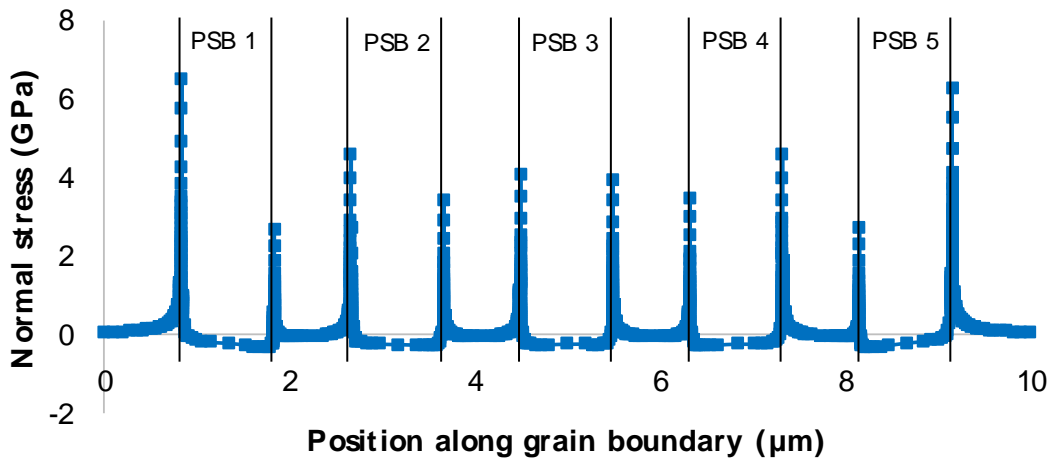


Figure 5.12. GB Normal stress profiles along the same GB impinged by five parallel PSBs after 10000 cycles, $t = 1\ \mu\text{m}$, $L = 10\ \mu\text{m}$, $\alpha_{SB} = 45^\circ$, $\alpha_{GB} = 45^\circ$, $\theta = 90^\circ$, copper

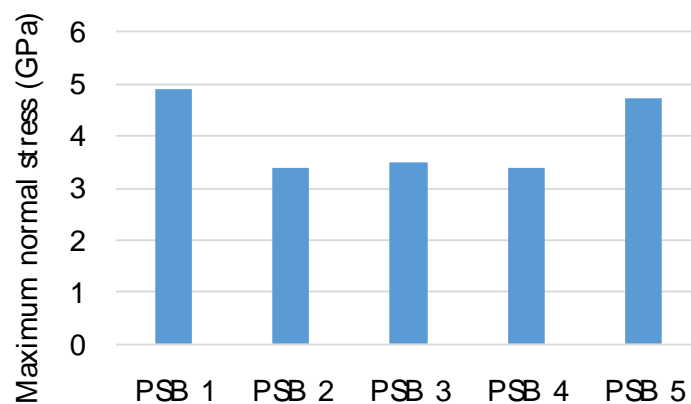


Figure 5.13. Maximum normal stresses after 10000 cycles induced by each PSB impinging the GB, $t = 1\ \mu\text{m}$, $L = 10\ \mu\text{m}$, $\alpha_{SB} = 45^\circ$, $\alpha_{GB} = 45^\circ$, $\theta = 90^\circ$, copper

5.3 Prediction of GB stress fields induced by PSB impingement: effect of microstructure and crystallographic orientation

5.3.5 Generalization of results for nickel & 316L SS

The results are generalized to nickel and to 316L stainless steel, accounting for their elastic-plastic parameters identified on single crystals experiments (table 5.1, for details see [3]). As explained in part 5.3.1.2, predictions are performed assuming cubic elasticity in the PSB, in the remaining elastic ligament of grain 1 and grain 2 which is impinged by the PSB (figure 5.2).

GB normal stress fields are compared in copper, nickel and 316L SS after 10 000 cycles for a PSB with a thickness of 1000 nm and a grain size of 10 μm (figure 5.14). The highest normal stress field is predicted for nickel, followed by 316L SS and finally copper. Table 5.7 provides the parameters of equation 5.3 adjusted for each material. The prefactor A differs when considering nickel, copper, or 316L SS. Interestingly, the singularity power exponent $(1-\lambda)$ is not dependent on the material. Thus, the analytical expression remains valid (equation 5.3), provided suitable prefactor A and the shear modulus are used (Table 5.7).

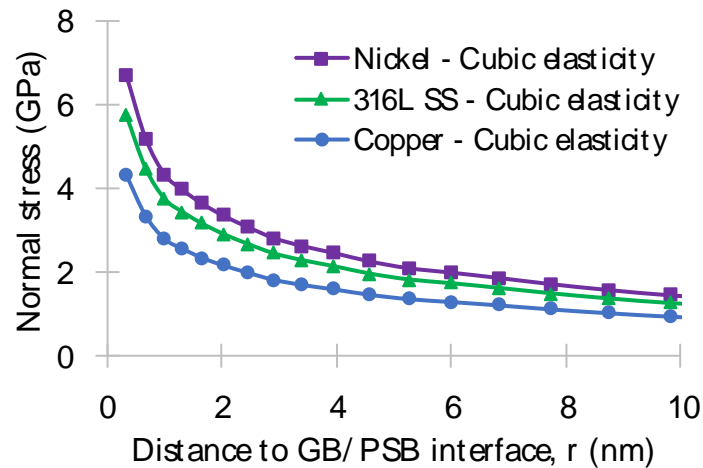


Figure 5.14. Material effect through the cubic elasticity coefficients (copper, nickel, and 316L SS) on the normal stress field predicted at PSB-GB interface, $t = 1000 \text{ nm}$, $L = 10 \mu\text{m}$, $\alpha_{SB} = 45^\circ$, $\alpha_{GB} = 34^\circ$, 10000 cycles.

Material	A	$(1-\lambda)$	μ (GPa)
Nickel	0.87	0.42	88.5
Copper	1.07	0.42	48.1
316L SS	0.89	0.42	75.2

Table 5.7. Power law adjustment generalized for copper, nickel and 316L SS

5.4 DISCUSSION: INFLUENCE OF THE DIFFERENT ASSUMPTIONS ON GB STRESS FIELDS

Effect of the number of cycles and vacancy production rate:

An increase of the normal stress at the PSB/GB interface is logically predicted with increasing number of cycles (figure 5.3). This result is consistent with experimental observations [29], who detected and quantified the continuous formation of microcracks along lifetime.

Influence of the PSB characteristic length:

Concerning PSBs characteristic lengths, the higher the PSB thickness, the higher the normal stress induced at the PSB/GB interface. Conversely, grain size do not present any influence on the FE predictions. GB extrusions induced by the impingement of PSB are found as being dependent of the grain size (cf. [3]). However, GB extrusions are found much more dependent of PSB thickness than grain size.

Effect of the angles between the tensile axis and GB or PSB planes:

The effects of microstructural parameters on PSB/GB stress fields are predicted in part 5.3.3. The effects of (i) the angle between the normal vector of the GB trace and the tension-compressions axis (α_{GB}) (ii) the angle between the PSB trace and the tension-compressions axis (α_{SB}) and (iii) the angle between the traces of the GB and the PSB (Θ) are investigated and analyzed through the proposed analytical formula (equation 5.4) describing the GB normal stress field. These angles only modify the prefactor A of equation 5.4. The prefactor A is maximized for an angle α_{GB} of 34° with an angle α_{SB} of 45° ($\Theta = 79^\circ$). Moreover, as a master curve is obtained for Θ , which indicates that this angle rules the magnitude of the prefactor of the GB stress singularity $A(\Theta)$.

A compressive normal stress field is predicted at the center of each PSB (figure 5.9). On both side of the PSBs, the normal stress is of tensile (opening). This result is consistent with experimental observations presented in figure 5.1.a.b. In fact, when the early PSB-GB damage is observed, crack nucleus are detected. The only part of the cracked GB which remain is the one located in front of each PSB, which is under compression.

The experimental study of Liu [10], on copper polycrystal with a mean grain size of $100\ \mu\text{m}$, cyclically deformed at a plastic strain amplitude of $5 \cdot 10^{-4}$, highlights the most favorable crystallographic configurations to initiate microcracks. The observations are realized after

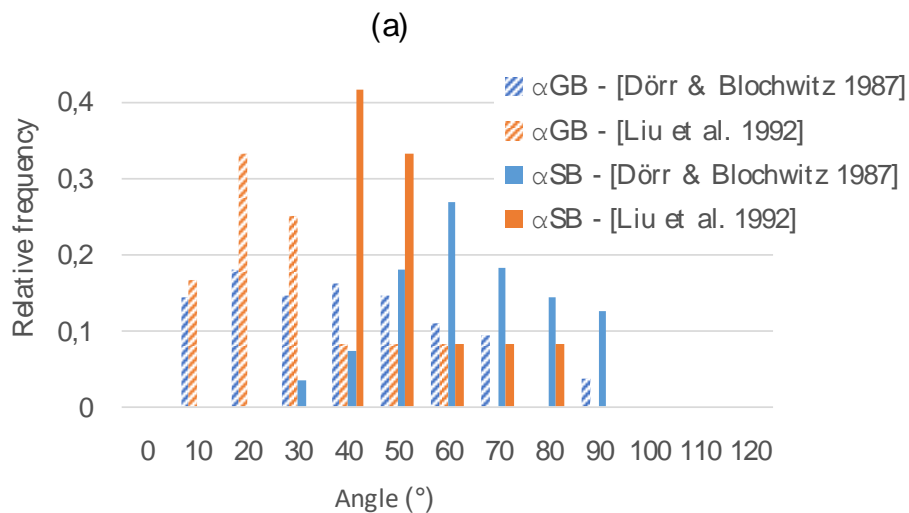
5.4 Discussion: Influence of the different assumptions on GB stress fields

20 000 cycles ($\approx 25\%$ of the lifetime). Their results are adapted using our own notations (figure 5.2.b). As their observations concern twelve crystallographic sites where microcracks initiate, results need to be prudently analyzed. The microstructural configurations leading the GB microcrack initiation are the following:

- The angle between the GB normal vector and the tension-compression axis (α_{GB}) between 20° and 30° (figure 5.15.a);
- The angle between the PSB trace on the free surface and the tension-compression axis (α_{SB}) between 40° and 50° (figure 5.15.a);
- Finally, the master angle Θ , which represents the angle between the traces of the GB and the PSB $\Theta = 90 - \alpha_{SB} + \alpha_{GB}$ (figure 5.2.b) between 70° and 80° (figure 5.15.b).

A comparable experimental investigation is performed by Dörr & Blochwitz [30] on nickel polycrystals presenting a mean grain size between $100\ \mu\text{m}$ and $200\ \mu\text{m}$, cyclically deformed at plastic strain amplitudes between $0.75 \cdot 10^{-4}$ and $3 \cdot 10^{-4}$ leading to lifetimes between 10^4 and 10^5 cycles. The observations are performed after a relative loss of 90% of the saturated stress amplitude (thus the specimens are close to the end of life). A large number of GB crack initiation sites are observed and carefully characterized, leading to a much more relevant statistical analysis than the Liu one [10].

Even if the studies of Liu [10] and Dörr & Blochwitz [30] are not performed at the same number of cycles and not consider the same quantity of microcracks, a good coherence is found between them. The results of Liu et al. [10] and Dörr & Blochwitz [30] are qualitatively and quantitatively in accordance with the FE predictions presented in figure 5.10.



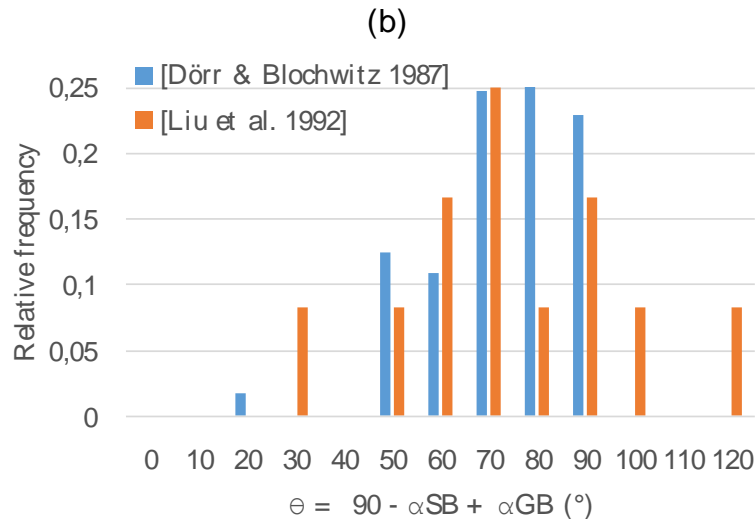


Figure 5.15. Relative frequency of crack initiation in function of (a) angle between grain boundary normal and tensile axis (α_{GB}) and angle between PSB trace and tensile axis (α_{SB}) (b) angle between PSB and GB planes (Θ). Deduced from [10], [30]

Another interesting comparison should be done between the FE predictions and the experimental study from Li et al. [31], who cyclically deformed specifically oriented copper bicrystals separated by coherent twin boundaries. The bicrystals are machined in order that twin boundaries formed the following angle with respect to the tensile axis α_{GB} : 0° , 30° , 45° , 60° , 90° . Cyclic tests are conducted imposing a constant shear stress amplitude of 32 MPa (which leads approximatively to a total strain of 10^{-2}), and imposing a zero mean stress value until formation of cracks is observed. Two main crack initiation behavior are highlighted:

- No crack is observed at either parallel or normal twin boundaries to the tension-compression axis. Cracks are initiated along the PSBs, and propagated inside the crystal through the twin boundaries.
- Tilted twin boundaries presenting orientations α_{GB} equal to 30° , 45° and 60° are fractured due to the formations of parallel PSBs. This correspond to the mechanisms highlighted in [8], chapter 3.

The highest number of cycles to initiate cracks are measured for the parallel twin boundaries ($>5 \cdot 10^4$ cycles) followed by the twin boundaries perpendicular to it ($\approx 3 \cdot 10^4$ cycles). Inversely, the tilted twin boundaries present the lowest numbers of cycles to initiate cracks ($\approx 3 \cdot 10^4$ cycles). Even if our FE predictions are not treating the case of twin boundaries, the same dependency of the GB orientation to the tensile axis seems relevant. Moreover, in that specific case, it should

be notice that the Θ angle is no longer the master parameter.

Steels submitted to high temperature creep present cavitation at the interface between precipitate and GBs [32]. The GB normal vector with respect to the tensile axis (equivalent to α_{GB}) is one of the most influent parameter, which affects strongly the probability of cavity formation. The higher cavitation probability is find for angle between 0° and 15° , all other orientations are represented with the same probability. This phenomenon is observed experimentally [32] and predicted by FE simulations [33] with a fair agreement. Hence, the influence of the GB orientation on the damage probability is very different in the case of alloys with GB precipitate and subjected to a high temperature creep loading. Also, its indicate that damage mechanisms are very different.

As introduced in part 5.1, the main difference between the models of the pioneering work of Tanaka & Mura [9], Liu et al. [10] and Sangid et al. [11]–[13] is that dislocations pile-up are considered instead of considering PSBs and their finite thickness. For instance, Liu et al. [10] followed the analytical model of Smith & Barnby [34] who calculated the dependence of the angle ϕ between a pile-up and a GB on the intergranular stress concentration: $F(\phi) = 0,25 \cdot (5 + 2 \cos \phi - 3 \cos^2 \phi)$. The maximum stress is found for an angle $\phi = 70.5^\circ$. A comparison between the theoretical dependence of $F(\phi)$ (from [34]) and the predicted $A(\Theta)$ (figure 5.10.b) is presented in figure 5.16.a. Both prefactors are normalized by their maximum in order to be quantitatively comparable. The same angles provide the maximum normal stress, which is induce either by a pile-up ($\phi=70.5^\circ$) or by a PSB (Θ between 70° and 80°). The main difference is concerning the minimum values, pile-up are much less affected by very low or very high ϕ angles than PSBs. Therefore, the probability of crack formation at very low or very high angles (ϕ or Θ) is much higher in the case of a pile-up than for a PSB (despite that the stress is not a sufficient condition to predict microcrack formation [27]).

Finally, an analytical description of the dependence of the stress prefactor A on the angle between PSB and GB is proposed:

$$A(\theta) = \frac{1}{4}(3 + 7 \cos \theta - 10 \cos^2 \theta) \quad (5.6)$$

Comparison between FE predictions and equation 5.6 is presented in Figure 5.16.b. Thus, the analytical description of the GB normal stress field induce by the impingement of a PSB become:

$$\sigma_{NN} = \frac{1}{4} (3 + 7 \cos \Theta - 10 \cos^2 \Theta) \cdot p \cdot N \cdot \mu \cdot \left(\frac{t}{r}\right)^{1-\lambda} \quad (5.7)$$

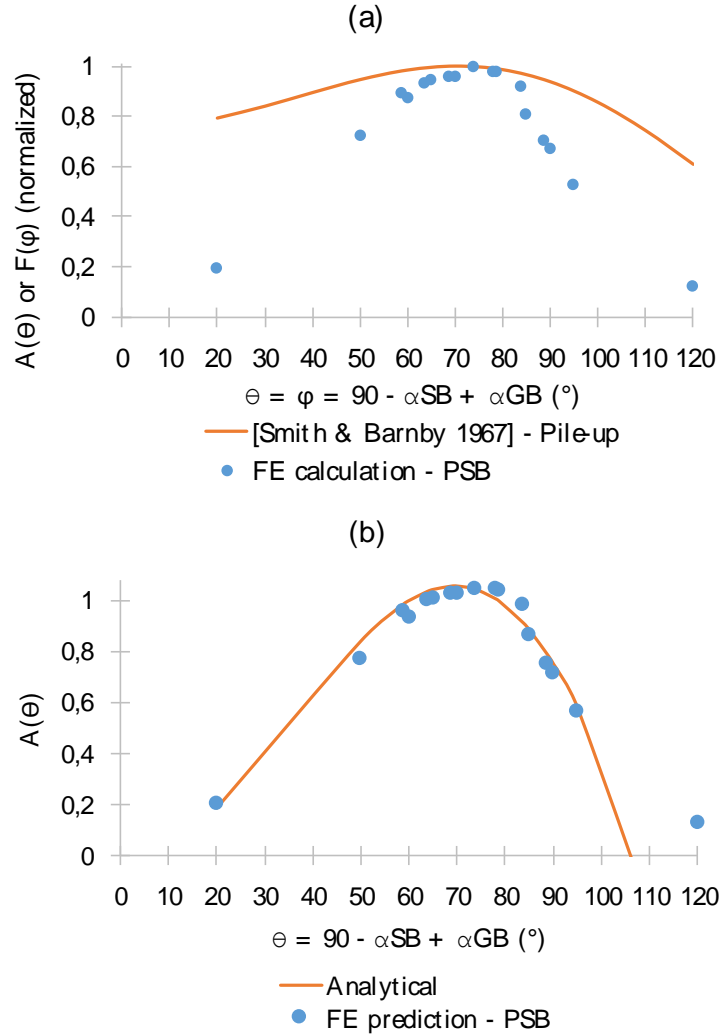


Figure 5.16. (a) Comparison of the GB normal stress prefactor A (for PSBs) with stress prefactor F (for pile-up) in function of the angle Θ ; (b) Comparison of the predicted GB normal stress prefactor A with analytical description proposed in equation 5.7

Effect of material:

Finally, FE predictions are generalized for copper, nickel and 316L SS in part 5.3.5. Assumptions of the calculation are identical to those of part 4.3.1.2 (i.e. all grains obey to cubic elasticity). The following parameters differ between these materials: elastic constants (C_{11} , C_{12} , C_{44}), critical shear stress (τ_0) and saturated resolved shear stress corresponding to plateau behavior (τ_{PSB}). These parameters are resumed in table 5.1.

FE predictions follows the variation of elastic constants. As nickel is the harder material, the highest stresses are predicted for it, followed by 316L SS. The elastic constants of copper are much softer and PSB/GB stress fields are the less important.

Moreover, the analytical description of PSB/GB normal stresses are identical for these three materials. The only difference are for the prefactor A , which present a slight variation and the shear modulus μ (dependent on the considered material). By considering that the vacancy production term identified by [20] on copper -using experiments of [19]- is identical in the case of nickel and 316L SS, the analytical description are valid and can be used.

5.5 CONCLUSIONS

The extensive FE element calculations described in this paper allow a better understanding of the crystallographic and the materials parameters on GB stress fields induces by the impingement of PSBs:

- (i) The GB stress fields induced by the impingement of PSBs increase continuously with the number of cycles. A linear regime is reach after 10 000 cycles, thus the predictions do not need to be extended to higher lifetime and can be extrapolate.
- (ii) GB stress fields increase with increasing PSB thickness. Very limited effect of grain size are find for a classic range (between 10 μ m and 100 μ m). A power law analytical description of GB stress fields along the GB is established depending on the elastic behavior, the vacancy production term, the number of cycles, the PSB thickness. The solution depends on two variable which are identified : a linear prefactor A and a power exponent $(1-\lambda)$ as also found in previous studies of [16], [17].
- (iii) The GB normal stress fields are compressive in front of the PSB-GB interface. On both side, tensile are predicted. This result is in agreement with experimental observation of the early GB fatigue damage where the remaining part of the cracked GBs are the part under compression.
- (iv) Accounting of the multiple-slip crystal plasticity in the neighbor induce a drastic decrease of the GB normal stress fields.
- (v) The predicted normal stress fields are maximum for an angle of 33° between the GB trace and the stress axis (α_{GB}) and for an angle of 45° between the PSB and the stress axis (α_{SB}). Then angle between the GB trace and the PSB (Θ) is the driving

parameter. The maximum normal stress is predicted for an angle θ ranging between 70° and 80° . These results present a great agreement with experiment of Liu et al. [10] and Dörr & Blochwitz [30], respectively for copper and nickel polycrystals.

- (vi) The highest normal stresses are also predicted for angle θ between 70° and 80° following theoretical development of Smith & Barnby [34] concerning dislocation pile-ups. Interestingly, normal stress fields for pile-ups are less affected by lower and higher θ angle than the interval between 70° and 80° . Therefore, the probability of microcrack initiation for these angles is more important in tensile than in cyclic deformation.
- (vii) When more than one PSB are simulated, the stress fields are different along GB. For a grain containing five PSBs, the first and the last present a maximum stress 17% higher than for a single PSB. The three middle PSBs present almost the same maximal stress as for the case of a single PSB. Thus, predictions with one PSB offer an interesting solution due to large gain in simulation time.
- (viii) GB normal stress fields depends closely on the considered material. The highest stress fields are predicted for nickel, followed by 316L SS and copper. Analytical formulation is extended to the three considered materials.
- (ix) Whatever the considered material, crystallographic orientation and elasticity behavior of the impinged grain, the same power law analytical formulation is found. Interestingly, all investigated cases present the same linear dependence to the number of cycle, the vacancy production term and the shear modulus. Finally, except for a neighbor grain oriented for multiple-slip, the power law exponent $(1-\lambda)$ is constant for every investigated cases ($1-\lambda=0.42$).

5.6 ACKNOWLEDGEMENTS

The authors gratefully acknowledge the support of the CEA research project MASNA related to the Generation IV program. The authors would like to thank Bertrand Sicaud for the construction of part of the meshes used in this paper (effect of the PSB angle and effect of the number of PSBs).

5.7 REFERENCES

- [1] N. Thompson, N. Wadsworth, and N. Louat, “The origin of fatigue fracture in copper,” *The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics*, vol. 1, no. 2, pp. 113–126, Feb. 1956.
- [2] M. Sauzay and J. Liu, “Simulation of Surface Crack Initiation Induced by Slip Localization and Point Defect Kinetics,” *Advanced Materials Research*, vol. 891–892, pp. 542–548, 2014.
- [3] J. Hazan, M. Sauzay, and S. Vincent, “Prediction of PSB impingement on grain boundaries in ductile metals: Part I - Extrusion analysis,” 2019.
- [4] D. J. Morrison and J. C. Moosbrugger, “Effects of grain size on cyclic plasticity and fatigue crack initiation in nickel,” *International Journal of Fatigue*, vol. 19, no. 93, pp. 51–59, Jun. 1997.
- [5] Z. F. Zhang and Z. G. Wang, “Grain boundary effects on cyclic deformation and fatigue damage,” *Progress in Materials Science*, vol. 53, no. 7, pp. 1025–1099, Sep. 2008.
- [6] M. Mineur, P. Villechaise, and J. Mendez, “Influence of the crystalline texture on the fatigue behavior of a 316L austenitic stainless steel,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 286, no. 2, pp. 257–268, Jul. 2000.
- [7] Z. J. Zhang, P. Zhang, L. L. Li, and Z. F. Zhang, “Fatigue cracking at twin boundaries: Effects of crystallographic orientation and stacking fault energy,” *Acta Materialia*, vol. 60, no. 6, pp. 3113–3127, Apr. 2012.
- [8] J. Hazan, “PhD Thesis,” 2019.
- [9] K. Tanaka and T. Mura, “A Dislocation Model for Fatigue Crack Initiation,” *J. Appl. Mech*, vol. 48, no. 1, pp. 97–103, Mar. 1981.
- [10] W. Liu, M. Bayerlein, H. Mughrabi, A. Day, and P. N. Quested, “Crystallographic features of intergranular crack initiation in fatigued copper polycrystals,” *Acta Metallurgica et Materialia*, vol. 40, no. 7, pp. 1763–1771, Jul. 1992.
- [11] M. D. Sangid, H. J. Maier, and H. Sehitoglu, “A physically based fatigue model for prediction of crack initiation from persistent slip bands in polycrystals,” *Acta Materialia*, vol. 59, no. 1, pp. 328–341, Jan. 2011.
- [12] M. D. Sangid, H. J. Maier, and H. Sehitoglu, “The role of grain boundaries on fatigue crack initiation – An energy approach,” *International Journal of Plasticity*, vol. 27, no. 5, pp. 801–821, May 2011.
- [13] M. D. Sangid, H. J. Maier, and H. Sehitoglu, “An energy-based microstructure model to account for fatigue scatter in polycrystals,” *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, vol. 59, no. 3, pp. 595–609, Mar. 2011.
- [14] J. Man, M. Valtr, A. Weidner, M. Petrevec, K. Obrtlík, and J. Polák, “AFM study of

surface relief evolution in 316L steel fatigued at low and high temperatures,” *Procedia Engineering*, vol. 2, no. 1, pp. 1625–1633, Apr. 2010.

[15] J. Man, K. Obrtlík, and J. Polák, “Study of surface relief evolution in fatigued 316L austenitic stainless steel by AFM,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 351, no. 1–2, pp. 123–132, Jun. 2003.

[16] M. Sauzay and K. Vor, “Influence of plastic slip localization on grain boundary stress fields and microcrack nucleation,” *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 110, pp. 330–349, Sep. 2013.

[17] M. Sauzay and M. O. Moussa, “Prediction of grain boundary stress fields and microcrack initiation induced by slip band impingement,” *Int J Fract*, vol. 184, no. 1–2, pp. 215–240, Nov. 2013.

[18] C. O. Frederick and P. J. Armstrong, “A mathematical representation of the multiaxial Bauschinger effect,” *Materials at High Temperatures*, vol. 24, no. 1, pp. 1–26, Jan. 2007.

[19] J. Polák, “Resistivity of fatigued copper single crystals,” *Materials Science and Engineering*, vol. 89, pp. 35–43, May 1987.

[20] J. Polák and M. Sauzay, “Growth of extrusions in localized cyclic plastic straining,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 500, no. 1–2, pp. 122–129, Jan. 2009.

[21] J. Liu, “Prédictions multi-échelles de l’initiation des microfissures de fatigue,” *Thèse de doctorat, Université Paris 6*, Jan. 2013.

[22] M. Sauzay, “Cubic elasticity and stress distribution at the free surface of polycrystals,” *Acta Materialia*, vol. 55, no. 4, pp. 1193–1202, Feb. 2007.

[23] H. Mughrabi, “The cyclic hardening and saturation behaviour of copper single crystals,” *Materials Science and Engineering*, vol. 33, no. 2, pp. 207–223, May 1978.

[24] F. Ackermann, L. P. Kubin, J. Lepinoux, and H. Mughrabi, “The dependence of dislocation microstructure on plastic strain amplitude in cyclically strained copper single crystals,” *Acta Metallurgica*, vol. 32, no. 5, pp. 715–725, May 1984.

[25] M. Bayerlein and H. Mughrabi, “The formation of wither tongue- or ribbon-like extrusions in fatigued copper polycrystals,” *Acta Metallurgica et Materialia*, vol. 39, no. 7, pp. 1645–1650, Jul. 1991.

[26] D. Goncalves, “Modélisation polycristalline du comportement élasto-viscoplastique des aciers inoxydables austénitiques 316L(N) sur une large gamme de chargements : application à l’étude du comportement cyclique à température élevée,” 2018.

[27] D. Leguillon, “Strength or toughness? A criterion for crack onset at a notch,” *European Journal of Mechanics - A/Solids*, vol. 21, no. 1, pp. 61–72, Jan. 2002.

[28] D. Leguillon, “A criterion for crack nucleation at a notch in homogeneous materials,” *Comptes Rendus de l’Académie des Sciences - Series IIB - Mechanics*, vol. 329, no. 2, pp. 97–

102, Feb. 2001.

[29] A. Bataille and T. Magnin, “Surface damage accumulation in low-cycle fatigue: Physical analysis and numerical modelling,” *Acta Metallurgica et Materialia*, vol. 42, no. 11, pp. 3817–3825, Nov. 1994.

[30] G. Dörr and C. Blochwitz, “Microcracks in fatigued FCC polycrystals by interaction between persistent slip bands and grain boundaries,” *Cryst. Res. Technol.*, vol. 22, no. 1, pp. 113–121, Jan. 1987.

[31] L. L. Li, Z. J. Zhang, P. Zhang, Z. G. Wang, and Z. F. Zhang, “Controllable fatigue cracking mechanisms of copper bicrystals with a coherent twin boundary,” *Nature Communications*, vol. 5, p. 3536, Mar. 2014.

[32] K. Shiozawa and J. R. Weertman, “Studies of nucleation mechanisms and the role of residual stresses in the grain boundary cavitation of a superalloy,” *Acta Metallurgica*, vol. 31, no. 7, pp. 993–1004, Jul. 1983.

[33] L. Huang, “Micromechanical simulation and experimental investigation of the creep damage of stainless austenitic steels,” 2017.

[34] E. Smith and J. T. Barnby, “Nucleation of Grain-Boundary Cavities during High-Temperature Creep,” *Metal Science Journal*, vol. 1, no. 1, pp. 1–4, Jan. 1967.

Chapitre 6. PREDICTION OF THE EFFECT OF PSB IMPINGEMENT ON GRAIN BOUNDARIES IN DUCTILE METALS: PART III - MICROCRACK INITIATION

J.Hazan^{*1,2}, M.Sauzay¹, S. Vincent³

1. DEN-Service de Recherches Métallurgiques Appliquées, CEA, Université Paris-Saclay, F-91191, Gif-sur-Yvette, France

2. Sorbonne Université, Institut de Formation Doctorale, IFD, 75005, Paris, France

3. DEN-Service de Technologie des Composants et des Procédés, CEA, F-13108, Saint-Paul Les Durance, France

Abstract: The extrusion of PSBs through free surfaces or neighboring grain boundaries occurs during cyclic deformation. It potentially conducts to transgranular and intergranular microcrack initiation. Intergranular initiation induced by PSB impingement of GBs is largely observed and documented for low-cycle fatigue. Prediction of microcrack initiation has been mainly performed based on the concept of dislocation pile-ups against GBs. That leads to unrealistic very low number of cycles to crack initiation. TEM observations clearly show that PSBs are not pile-ups, but are much thicker with a thickness from 100 nm to a few microns. Two fracture models based on FE calculations considering finite thickness of PSBs and vacancy production annihilation and diffusion toward the matrix are proposed and compared.

6.1 INTRODUCTION

The cyclic deformation of ductile metals and alloys often conducts to the rapid formation of persistent slip bands (PSBs) within grains [1], [2]. Since they are formed, PSBs cross the grains from one grain boundary (GB) to the opposite one and contain almost all the macroscopic plastic strain [3]. After further cycling, the PSB extrusion occurs, and become responsible of the formation of microcracks through the free surface [4], along twin boundaries [5] and along

* Corresponding author
E-mail address : jerome.hazan@cea.fr

impinged grain boundaries (GBs) [6]–[8]. This paper is dedicated to the comprehension of microcrack initiation along impinged GBs, and follows previous papers that focus on the analysis of GB extrusion [9] (chapitre 4) and GB stress fields [10] (chapitre 5) induced by the PSB impingement on GBs.

During cyclic deformation, stress singularities are predicted at the interfaces between PSBs and GBs [10] (chapitre 5). Following the classical theories of brittle materials, fracture occurs when the critical fracture stress or the critical fracture energy are reached. In presence of a stress singularity, the critical fracture stress is always reached close to the PSB-GB interface, whatever the applied load. This condition is then naturally not sufficient. The theoretical work of Leguillon [11] (i.e. the theory of matching expansions) proposed the requirement of two conditions: a critical fracture stress and a critical fracture energy.

Using Griffith energy [12] in the energy condition allows fracture predictions with singular stress fields showing a power exponent of 0.5 (LEFM and pile-ups). This avoid the spontaneous formation of a crack without validation of the energy conditions. For stress fields with weak power exponent (lower to 0.5), both critical stress and critical fracture energy conditions need to be validate over a minimal distance, and thus conduct theoretically to the spontaneous formation of a crack of finite length ($a_c > 0$).

In the continuum mechanics framework, we focus on two main methods to predict interface fracture in case of weak stress fields ($1-\lambda < 0.5$): cohesive zone modeling (CZM) [13] and the coupled criterion developed by Leguillon and others [11]. Both approaches are Finite Fracture Mechanics. A critical stress and a fracture energy over a minimal distance are needed and conducts to the brutal formation of a microcrack of a finite length a_c . However, the CZM approach presents a main difference with the coupled criterion. A non-linear behavior of the interface is assumed with CZM computations, a damage indicator can be computed (even before fracture). The coupled criterion requires only the use of the two critical fracture parameters, and do not consider any damage indicator. For a given load, a crack of finite length is initiated or not.

Quantitative evaluation of the two critical conditions is generally performed by atomistic calculations, available for a large number of materials and type of interfaces [14]–[17]. However, based on early work of Ferrante et al. [24], Rice & Wang [19] developed the UBER model which permit a quantitative evaluation of the critical stress of an interface:

$$\sigma_{c,GB} = \frac{1}{e} \sqrt{\frac{\gamma_{fract,GB} \cdot Y_{GB}}{d_{GB}}} \quad (6.1)$$

where $\sigma_{c,GB}$ is the critical stress of the GB, e the Euler number, Y_{GB} the Young modulus of the GB, d_{GB} the thickness of the GB and $\gamma_{fract,GB}$ the fracture energy (Griffith) of the GB defined by:

$$\gamma_{fract,GB} = 2 \cdot \gamma_{surf} - \gamma_{GB} \quad (6.2)$$

where γ_{surf} is the metal surface energy, which is environment dependent, and γ_{GB} , is the GB energy. Atomistic computations of the metal-carbide interfaces failure performed by Barbé et al. [18] highlighted a difference of only 15% between the critical fracture stress predicted by discrete ab-initio calculations (which have stronger physical basis and are most costly than empirical atomic potentials ones [15], [16]) and the UBER model. The application of the UBER model seems to be valid at least based on these DFT results (concerning coherent interfaces) and allows an accurate quantification of the critical fracture stress provided by the application of a simple relation, avoiding extensive computation time associated the full process of deformation and fracture with atomistic simulations.

Finally, continuum mechanics coupled with CZM or with the coupled criterion offers a great opportunity to assess the intergranular microcrack initiation question at the scale of a crystalline aggregate, which is actually inaccessible to atomistic calculations at a reasonable cost. These two approaches are described in part 6.2. Results obtained with both approaches are compared in part 6.3 then finally discussed in part 6.4.

6.2 HYPOTHESIS OF THE FINITE ELEMENT SIMULATIONS

6.2.1 Elastic-plastic constitutive laws

The same assumptions and parameters are used in the finite element computations whatever the considered fracture prediction approach: CZM or coupled criterion. These assumptions are fully described in [9] (chapitre 4). They are summarized below for the sake of clarity:

- 2D calculations are performed assuming a plane strain state.
- Slip localization occurs within PSBs. The shear strain localized within PSBs is considered as saturated (PSBs have been already built, and their plastic strain amplitude is constant). Then, an Armstrong-Fredericks non-linear kinematic hardening allowing a

6.2 Hypothesis of the finite element simulations

fair simulation of the stabilized hysteresis loops of single crystals is used [20]. The vein matrix structure surrounding PSBs (figure 6.1) is considered as purely elastic. A part of a mesh is presented in the figure 4.3 where grain 1 contains one isolated PSB, which impinges grain 2.

- Grain 2 (the neighbor grain) impinged by the PSB is considered as purely isotropic elastic (figure 6.1).
- Vacancy production and annihilation within PSBs and vacancy diffusion toward the matrix is considered following experiments of Polák [21]. The vacancy production term per cycle was evaluated in a copper PSB by Polák & Sauzay [22]. The net production of vacancies within PSBs conduct to their extrusion. A temperature of 300K is considered to be high enough to lead to a net increase of the PSB volume (defined as $p=3.1 \cdot 10^{-7}$) at each cycle [22].
- Crystal plasticity parameters are adjusted using saturated experimental curves of single crystals for copper, nickel and 316L SS (presented in table 6.1), from [9] (chapitre 4).

Computations are performed using the software Cast3M.

Material	C_{11} (GPa)	C_{12} (GPa)	C_{44} (GPa)	E (GPa)	ν	τ_0 (MPa)	A_{PSB} (MPa)	C_{PSB}	τ_{PSB} (MPa)	$\gamma^{p_{PSB}}$	p (/cycle)
Copper	168.4	121.4	75.4	130	0.35	16	17.8	450	28	7.5×10^{-3}	3.1×10^{-7}
Nickel	246.5	147.3	124.7	230	0.3	32	23	600	48	1.10^{-2}	3.1×10^{-7}
316L SS (Fe γ)	197.5	125	122	200	0.33	50	12.5	3500	57	1.10^{-2}	3.1×10^{-7}

Table 6.1. Elastic-plastic parameters and vacancy production rate for copper, nickel and 316L SS.

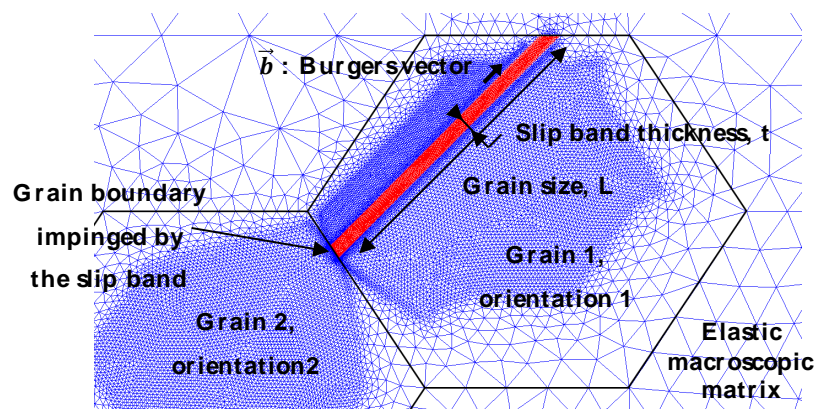


Figure 6.1. Part of a 2D mesh where two grains are embedded in an elastic matrix. Grain 1 (upper) contains a PSB (in red), which impinge grain 2 (the neighbor grain).

6.2.2 Cohesive zone modeling approach of fracture

As FE calculations are performed in two dimensions (part 6.2.1), unidimensional cohesive elements are inserted perpendicularly to the GB, separating grain 1 and grain 2. A part of a mesh where a cohesive zone is introduced, replacing the GB, is presented in figure 6.2. Once the elements are inserted in the place of the GB, a constitutive law linking the GB normal stress to the normal displacement between each CZM element is introduced. The cohesive law is named 'hinte.eso', it is implemented in Cast3M software. An example of a stress-opening curve is presented in figure 6.3. For the sake of simplicity, pure mode I damage is assumed. The effect of the shear stress on the critical tensile stress is not considered in this paper.

The input parameters of Hinte CZM law are the following:

- $\gamma_{fract,GB}$, the critical fracture energy of the GB.
- NN, which determine the ductile or fragile character of the GB. The higher this parameter, the more fragile is the GB (thus the higher is $\sigma_{c,GB}$ and the smaller is $\delta_{c,GB}$).
- K_n , the tensile stiffness, calculate by Y_{GB}/d_{GB} .

The GB normal stress of the cohesive zone is calculate by:

$$\sigma_{nn} = K_n \left\{ 1 - \left[\frac{NN}{NN + 1} \left(\frac{\frac{1}{2} \cdot K_n \cdot \delta_{n,GB}^2}{\gamma_{fract,GB}} \right) \right]^{NN} \right\} \delta_n \quad (6.3)$$

As the PSB extrusion on GBs increases during the cyclic deformation [9] (chapitre 4), the associated PSB-GB stress field also increases [10] (chapitre 5) until the critical stress, $\sigma_{c,GB}$ is reached (red dot in figure 6.3). A few number of integration points can reach the critical stress and still no fracture occurs. After further cycling, when both the energy and the stress conditions are fulfilled, the stress decreases brutally and the normal opening of the CZM δ_n reaches the critical opening $\delta_{c,GB}$ (black dotted line in figure 6.3) over a finite distance a_c .

The shape of the CZM cohesion curve (figure 6.3) is discussed in literature as being possibly an influent parameter. Different shapes are proposed: rectangular [24], bi-linear, trapezoidal [25], parabolic as it is the case in this study and parabolic with a tail in the descending part of the cohesion curve [26]. A parabolic shape is choose due to a good likeness to stress-opening curves predicted by atomistic simulations. The influence of the CZM curve is not studied in this paper.

6.2 Hypothesis of the finite element simulations

The input parameters of the CZM constitutive law are adjusted using atomistic simulations carried out for some materials and GBs types. In fact, GB critical fracture stress and critical fracture energy depend on (i) the misorientation angle between two grains (3 degrees of freedom) and (ii) the GB plane (2 degrees of freedom), see [27] for details. Each couple of these parameters conduct to a specific critical fracture stress and critical fracture energy.

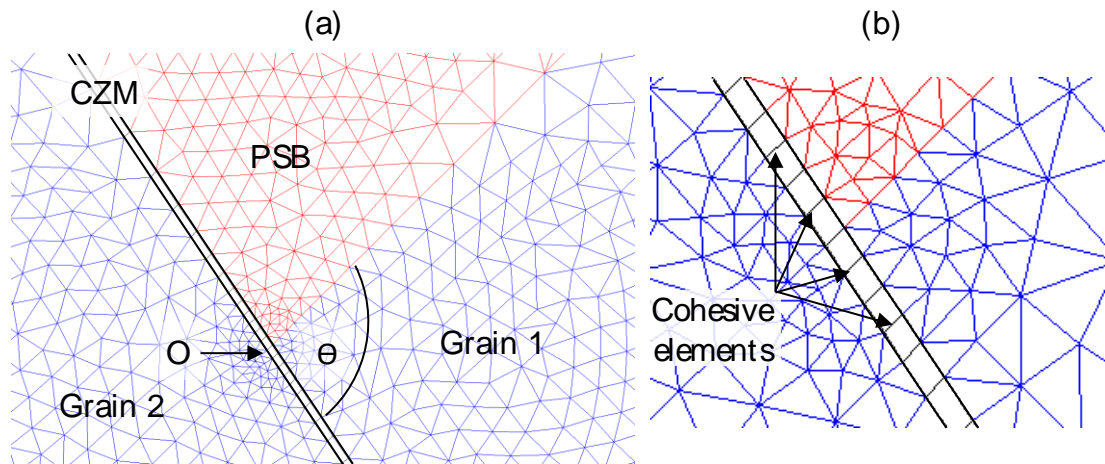


Figure 6.2. Part of a mesh where CZM finite elements are inserted along the GB (between the black lines). The GB is impinged by a PSB (in red). Grain 1 contains one PSB, grain 2 is the elastic neighbor grain (a) low magnification (b) high magnification

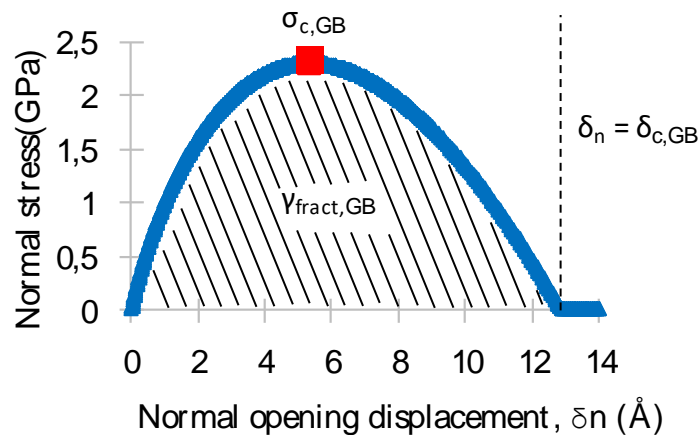


Figure 6.3. Stress opening curve of a GB modeled using a CZM (hinte.eso, Cast3m). The two necessary conditions to initiate a microcrack are: the critical stress $\sigma_{c,GB}$ (red dot) and the fracture energy $\gamma_{fract,GB}$ (the surface area below the curve). A complete interface separation is predicted when the opening displacement δ equals the critical value $\delta_{c,GB}$. Here, $Y_{GB}=130\text{GPa}$, $d_{GB}=2.7\text{\AA}$, $\gamma_{fract,GB} = 2 \text{ J.m}^{-2}$, $\sigma_{c,GB} = 2,3 \text{ GPa}$ and $\delta_{c,GB} = 12.8 \text{ nm}$

6.2.3 Coupled criterion approach of fracture

Contrary to CZM calculations, the coupled criterion does not provide a direct solution of the fracture prediction based on one incremental FE computation. A crack of finite length (noted a_i in figure 6.4, with $i=1,N$) is artificially introduced and a mesh refinement is performed near the crack tip. The FE computations are performed as described in part 6.2.1 (see [10] for details) for different pre-introduced crack lengths. A post-treatment procedure (G_THETA, Cast3M) is then applied to compute the J-integral around each crack. The J-integral is validate as being independent of the path around the crack. The quantification of the J-integral for a specific crack length permits to quantify the energy released rate in function of the number of cycles (and the crack length). Predictions are performed for various PSB thicknesses, angles between the PSB and the GB, and materials to be as generic as possible. For each configuration, FE computations are performed using distinct meshes with various pre-introduced crack lengths. These calculations are coupled with the critical fracture stress criterion using GB stress fields predictions induce by PSB impingement made with perfect meshes where no cracks are introduced [10]. The critical fracture stress condition is defined by:

$$|\sigma_{nn}(r)| = \sigma_{c,GB}; \quad r \in]0, a_c] \quad (6.4)$$

The energy balance equation is defined as:

$$W(a_c) = \int_0^{a_c} J(a_c). da = \gamma_{fract,GB} \cdot a_c \quad (6.5)$$

Finally, the crack length and the number of cycles for which both conditions are fulfilled are deduced analytically.

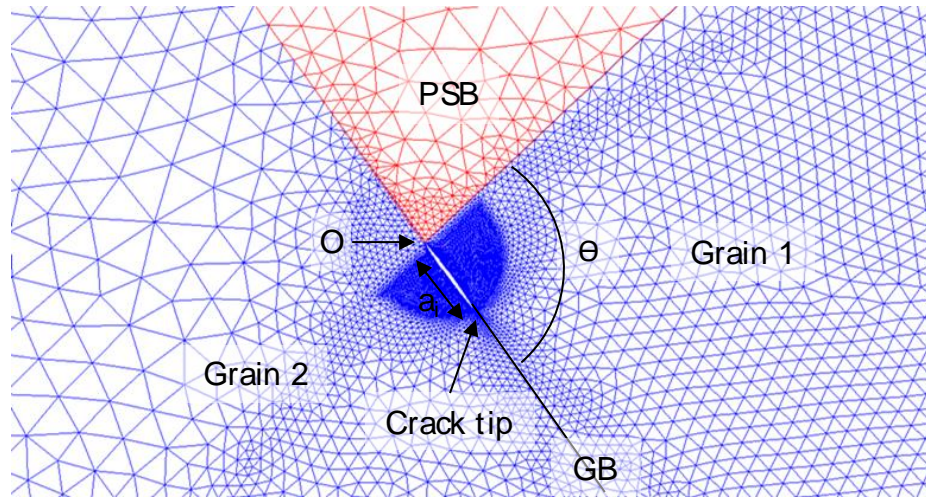


Figure 6.4. Part of a mesh used for the FE calculations in order to predict the energy released rate, conducting to the formation of a crack with a length $a = 5 \text{ nm}$. The PSB thickness is $t = 1000 \text{ nm}$ and grain size is $L = 10 \text{ }\mu\text{m}$.

Interestingly, the coupled criterion may lead to analytical formula at the end of the full process, even requiring many Fracture Mechanics computations. However strong hypothesis are assumed in comparison to the assumptions when a CZM approach is used. CZM are closer to atomistic simulations as the interface obey a non-linear behavior (part 6.3.1). Moreover, the shape of the CZM curve (figure 6.3) is rather close to GB stress-opening curve predicted by sophisticated atomistic calculations. The advantage of the coupled criterion is the easy generalization of results thanks to its possible final analytical formulation. Then, a physical discussion of the role of each material parameter (material, GB properties, loading) on the initiation of GB microcracks is possible. A large number of FE computations up to GB fracture would be required to obtain an analytical expression of the number of cycles to GB microcrack initiation using CZM computations. The influence of each parameter needs to be evaluated on the solution and some non-physical constant should be used (by performing a polynomial or any other fitting of the predicted results on numerous parameters).

Another main difference between CZM and the coupled criterion concern the GB stress fields. The predicted GB stress field with CZM computations is lower or equal to the critical fracture stress ($\sigma_{c,GB}$). Thus, the GB stress fields computed using CZM are bounded in contrary to the singular stress fields introduced in the coupled criterion.

6.3 FINITE FRACTURE MECHANICS PREDICTION OF GB MICROCRACK INITIATION

6.3.1 Cohesive zone modeling

FE computations are performed for a copper aggregate in which a PSB is embedded. Grain size is 200 μm and PSB thickness is 1 μm . GB constitutive law is provided by a CZM (figure 6.2). The angles between the PSB and the stress axis (α_{SB}) and between the GB and the stress axis (α_{GB}) are respectively fixed at $\alpha_{\text{SB}} = 45^\circ$ and $\alpha_{\text{GB}} = 34^\circ$, inducing an angle $\Theta = 79^\circ$ between the GB and the PSB (figure 6.2.a). The grain 2 and the remaining ligaments of grain 1 obey isotropic elasticity. The parameters of the CZM are adjusted in order to obtain a critical fracture stress $\sigma_{\text{c,GB}} = 2.3 \text{ GPa}$ and a critical fracture energy of $\gamma_{\text{fract,GB}} = 2 \text{ J.m}^{-2}$ (described in figure 6.3 for another set of parameters). These values are low but still realistic for GBs in copper (at least it is the good order of magnitude). The FE computations are performed up to the formation of a GB microcrack (along the CZ elements). A microcrack is initiated when the computed GB normal stress reaches zero value, which corresponds to the validation of both stress and energy conditions as δ_{n} increase up to $\delta_{\text{c,GB}}$ (figure 6.3).

Numerous FE computations are performed to ensure that the simulation results are independent of both mesh size and of time step. The convergence results for various mesh sizes and time steps are presented in table 6.2. A decrease of the mesh size conducts to a decrease of the number of cycles to initiate a microcrack (figure 6.6). A stabilization of the results is reached for a mesh size of 0.8 nanometer associated to a time step of 0.0005 s. By dividing the time step by two and a half (0.0002 s), we ensure that predictions are stabilized in terms of number of cycles to crack initiation, N_{i} , as the FE uncertainty is low (difference of 1% between a time step of 0.0005 s and of 0.0002 s).

Therefore, it means that predictions of N_{i} are independent of both mesh size and time step. In that case, the number of cycles to initiate a microcrack (N_{i}) ranges between 22845 and 22853 cycles. The GB normal stress fields are plotted in figure 6.5 for an increasing number of cycles (mesh size is 0.8 nanometer near the triple point interface PSB-grain1-grain2 (point O in figure 6.2.a) and the time step is 0.0005 s). The black line highlights the level of the critical stress, which is the upper bound as expected. After 22500 cycles, as the number of cycles continue to increase, the GB normal stress fields (near the interface between the PSB and grain 1) decrease due to the damage increase. At 23100 cycles, a very short crack is formed. A few cycles later (at 23175 cycles), the GB CZ mesh is fully open on a distance of 12 nm (10 nodes are fully damaged).

6.3 Finite fracture mechanics prediction of GB microcrack initiation

However, it should be noted that crack length seems to be dependent of the mesh size. Simulations results highlight that the smallest crack length is equal to the mesh size (figure 6.5 where two nodes are fractured).

Mesh size near the triple point O: PSB-grain1-grain2 (figure 6.2.a) (nm)	Time step (s)	N_i (cycles)	a_c (nm)
14	0.0005	> 30000	X (calculation stopped)
7	0.0005	$24750 < N_i < 25500$	≤ 7
3-4	0.0005	$23250 < N_i < 24000$	≤ 17
1-2	0.0005	$23100 < N_i < 23175$	≤ 3
0.8	0.0005	$23025 < N_i < 23100$	≤ 0.8
0.8	0.0002	$22845 < N_i < 22853$	≤ 0.8

Table 6.2. Mesh size and time step influence on CZM computations on the number of cycles to initiate a GB microcrack and the corresponding critical microcrack length at initiation

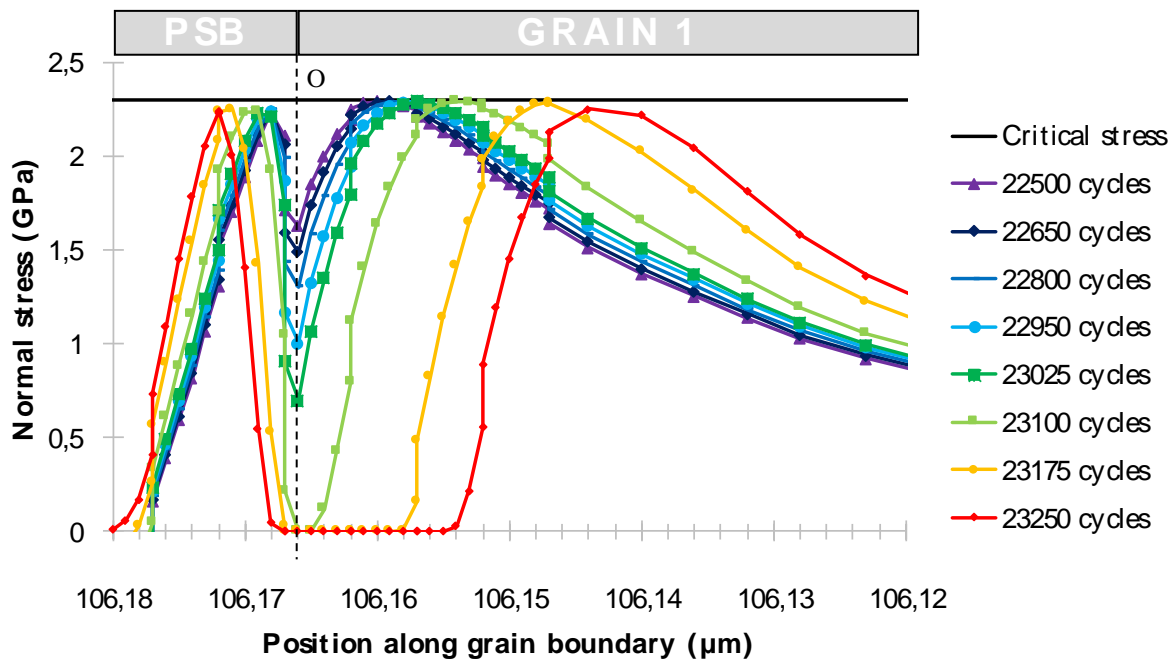


Figure 6.5. Prediction of the normal stress along the GB in function of the number of cycles for a mesh size of 0.8 nm and a time step of 0.0005 s, $t = 1 \mu\text{m}$, $L = 200 \mu\text{m}$, $\alpha_{SB} = 45^\circ$, $\alpha_{GB} = 34^\circ$, copper. The GB behavior is modelled by a 1D CZM, with a non-linear constitutive law accounting for the normal displacement and stress only.

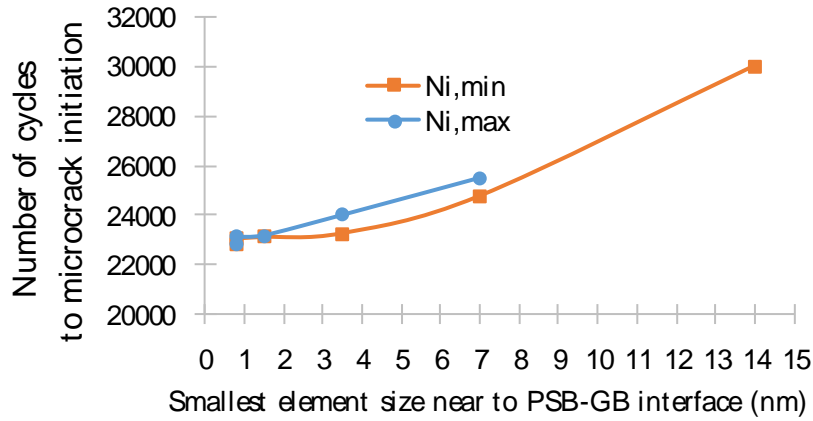


Figure 6.6. Mesh size dependence of the number of cycles to GB microcrack initiation using a CZM constitutive law

6.3.2 Coupled criterion

As introduced in part 6.2, the coupled criterion cannot provide directly a number of cycles to initiate a microcrack and/or a critical crack length, with one computation. The application of the coupled criterion requires more calculations (with an easy numerical convergence), with the great advantage of obtaining direct analytical expressions of both N_i and a_c . The FE computations are carried out for various crack lengths (manually introduced in the meshes, 6.2.3), various PSB thicknesses and Θ angles between PSBs and GB for copper, nickel and 316L SS. The input material parameters are provided in table 6.1. The lengths of the pre-introduced cracks range between one and five nanometers (with a step of one nm). The G_THETA post-treatment routine implemented in the software Cast3M compute the J-integral (energy released rate [28]).

An example of the J-integral dependence with respect to the crack length, a_i , and the number of cycles for five pre-introduced cracks (five different meshes and five different FE computations) is presented in figure 6.8 for a copper aggregate with a grain size of $10 \mu\text{m}$, in which a PSB is embedded (PSB thickness is equal to 1000 nm). The angle between the PSB and the impinged GB is $\Theta = 79^\circ$. Logically, the value of the J-integral increases with increasing the crack length and the number of cycles. By combining all the calculations and conditions (PSB thickness, crack length, material), an analytical formula of the J-integral can be proposed:

$$J(\theta, a_i) = C(\theta) \cdot \mu \cdot t \cdot (p \cdot N)^2 \cdot \left(\frac{a_i}{t}\right)^{2\lambda-1} \quad (6.6)$$

where:

- $J(\theta, a_i)$ is the energy released rate;
- C is a constant depending on the angle θ (the angle between the PSB and the GB);
- p is the vacancy production term per cycle (see [22]);
- N is the number of cycles;
- μ is the shear stress modulus;
- t is the slip band thickness;
- a_i is the length of the pre-initiated crack;
- $2\lambda-1$ is the power exponent based on the theory of matching expansion (see [11]).

It should be noted that equation 6.6 is proportional to:

- the square of the number of cycles;
- the square of the vacancy production rate;
- the shear modulus.

The value of λ was previously adjusted based on the computed GB normal stress fields without pre-introduced cracks [10] (chapitre 5, part 5.3.1.1, equation 5.4). The description of the GB normal stress induced by the PSB impingement was found to be correctly described by:

$$\sigma_{nn}(\theta, r) = A(\theta) \cdot \mu \cdot p \cdot N \cdot \left(\frac{t}{r}\right)^{1-\lambda} \quad (6.7)$$

The values of A depend on the adopted assumptions concerning the constitutive laws of the grain 1 (vein matrix structure) and the grain 2 (impinged grain): isotropic or cubic elasticity, crystal plasticity, microstructure and crystallographic orientation of grain 2 [10] (chapitre 5). Therefore, the driving force of the GB normal stress field highlighted in chapitre 5 (p.N) is the same concerning the energy released rate, but elevated to the square (equation 6.6).

Table 6.3 displays the values of the prefactor A and of the stress singularity exponent $1-\lambda$, for an angle θ (angle between PSB and GB plane) of 79 degrees, accounting for isotropic elasticity in grain 2. The dependence of A for copper toward the angle θ obeys the following relationship:

6.3 Finite fracture mechanics prediction of GB microcrack initiation

$$A(\theta) = \frac{1}{4}(3 + 7 \cos \theta - 10 \cos^2 \theta) \quad (6.8)$$

The table value of the $A(\Theta)$ prefactors computed in copper can be extended to nickel and 316L SS, by applying the same relative variation.

Material	θ (°)	$A(\theta)$	Power exponent $1-\lambda$
Copper		1.07	0.42
Nickel	79	0.87	0.42
316L SS		0.89	0.42

Table 6.3. Values of the GB normal stress prefactors $A(\theta)$ for copper, nickel, and 316L SS. From [10] (chapitre 5).

The numerical values of $C(\theta)$ are also computed by the FE method using meshes in which a short crack are introduced. An analytical formula describing the influence of C in function of θ is proposed in equation 6.9. A comparison of the FE predictions and the analytical description proposed in equation 6.9 is presented in figure 6.7.

$$C(\theta) = \frac{1}{3}(4 + 4 \cos \theta - 11 \cos^2 \theta) \quad (6.9)$$

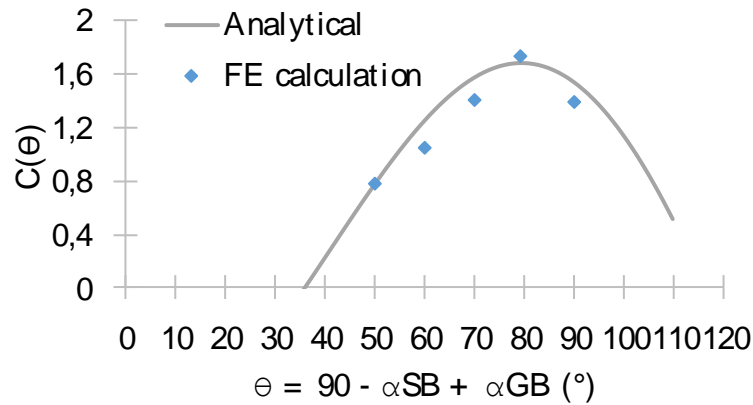


Figure 6.7. Dependence of C with respect to the angle θ (angle between PSB and GB) for copper.

The comparison between the FE predictions and the adjusted curves using equation 6.6 is shown in figure 6.9 (copper). Comparison of FE predictions and analytical solution (equation 6.6) for a constant PSB thickness of 200 nm, with increasing number of cycles are presented in figure 6.9.a. The same comparison is presented for a variable PSB thickness at a fixed number of cycles (13000 cycles) in figure 6.9.a. The constant C is then identified for the three studied materials, accounting for the generally observed PSB thicknesses in literature [29]–[31] which ranges between 200 nm and 1 μm . The J-integral predictions for 316L SS and nickel are

6.3 Finite fracture mechanics prediction of GB microcrack initiation

presented in figure 6.10. The adjusted values of the $C(\Theta)$ prefactor for copper, nickel and 316L SS are presented in table 6.4.

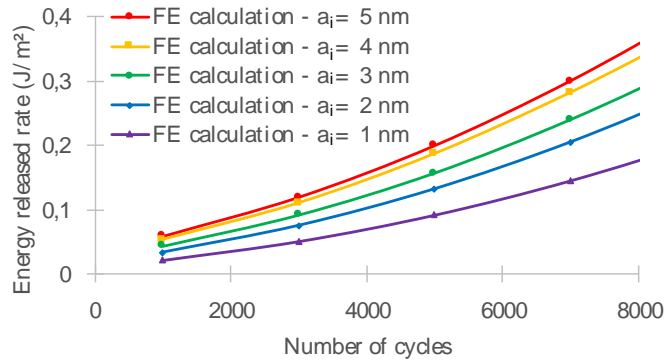


Figure 6.8. Predicted energy released rates for various pre-introduced crack lengths in function of the number of the number of cycles, $t = 1000 \text{ nm}$, $L = 10 \text{ }\mu\text{m}$, $\Theta = 79^\circ$, copper.

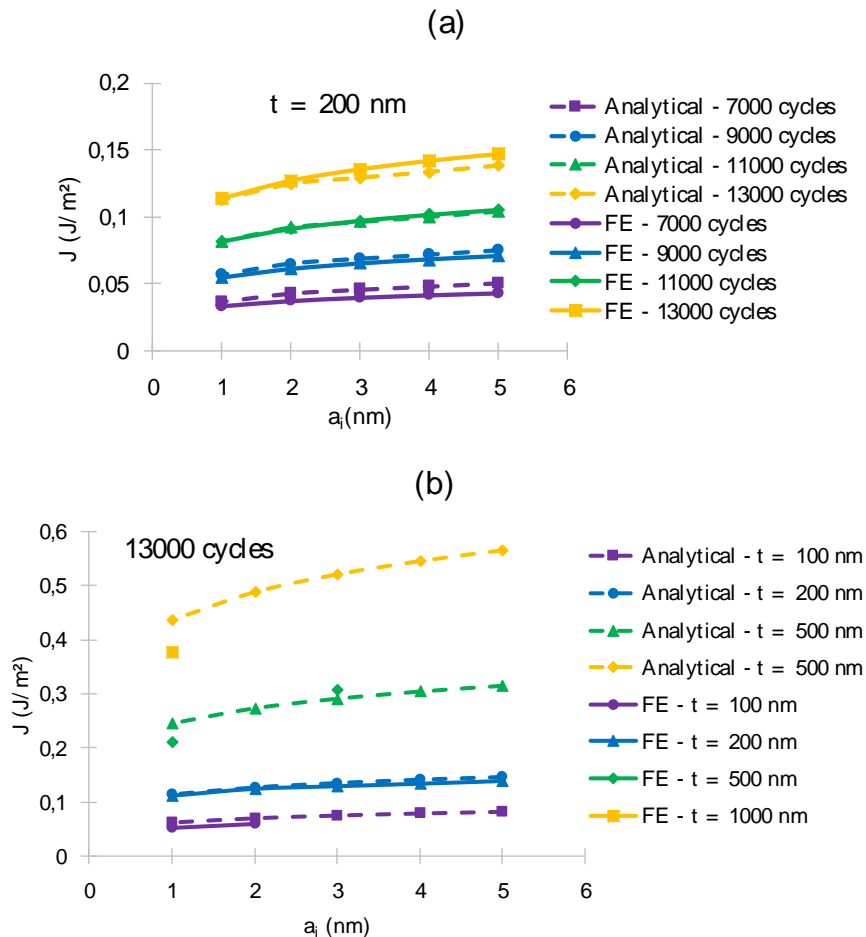


Figure 6.9. Comparison between the energy-released rates computed by FE and the close-form expression (equation 6.6) (a) in function of the number of cycles and the pre-introduced crack lengths (a_i) for a PSB thickness of $t = 200 \text{ nm}$ (b) in function of the PSB thickness and the pre-introduced crack lengths at 13000 cycles, $\Theta = 79^\circ$, copper.

6.3 Finite fracture mechanics prediction of GB microcrack initiation

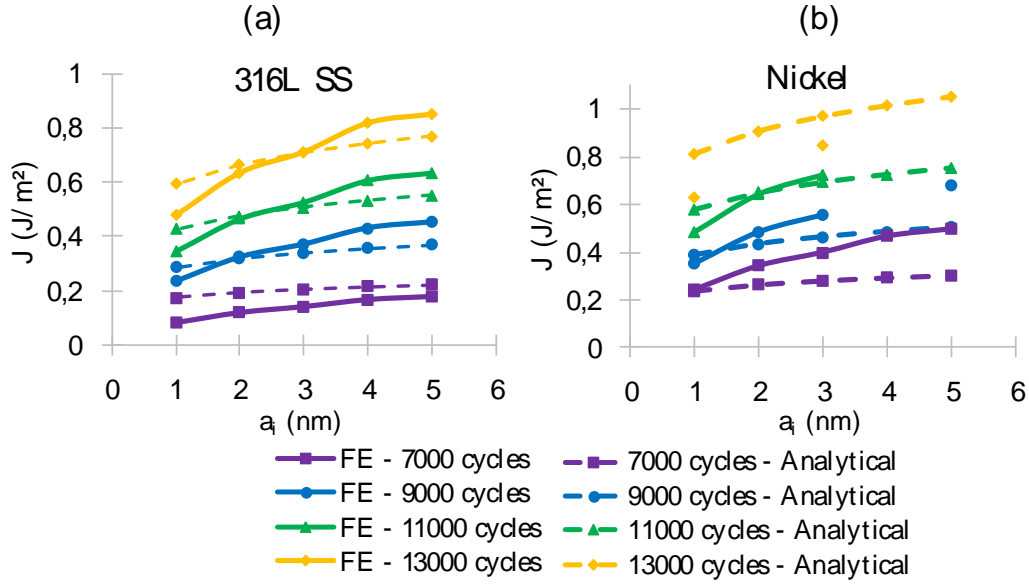


Figure 6.10. Comparison between the energy-released rates computed by FE and the close-form expression (equation 6.6) for (a) 316L SS and (b) nickel. $t = 1000 \text{ nm}$, $L = 10 \text{ } \mu\text{m}$, $\Theta = 79^\circ$.

Material	$C (\Theta=79^\circ)$	μ (GPa)	Power exponent $2\lambda-1$
Copper	1.69	48.15	0.16
Nickel	1.71	88.46	0.16
316L SS	1.55	71.43	0.16

Table 6.4. Prefactor close-form expression describing the dependence of the crack length on the energy released rate in function of the number of cycles for copper, nickel and 316L SS, $\Theta = 79^\circ$.

The fracture energy conducting to initiation of a microcrack is calculated by integrating the J-integral on the length of the microcrack, leading to the critical length a_c [11]. A microcrack is spontaneously produced when equations 6.4 (the stress condition) and 6.5 (the energy condition) are fulfilled.

Therefore, equations 6.4 and 6.5 become:

$$W(a_c) = \int_0^{a_c} J(a_c) \cdot da = \int_0^{a_c} C(\Theta) \cdot p^2 \cdot N_i^2 \cdot \mu \cdot t \cdot \left(\frac{a_c}{t}\right)^{2\lambda-1} \cdot da \quad (6.10)$$

$$= \gamma_{fract,GB} \cdot a_c$$

$$\gamma_{fract,GB} \cdot a_c = \frac{C(\Theta) \cdot p^2 \cdot N_i^2 \cdot \mu \cdot t^{-2\lambda+2} \cdot a_c^{2\lambda}}{2\lambda} \quad (6.11)$$

$$\sigma_{c,GB} = A(\Theta) \cdot p \cdot N_i \cdot \mu \cdot \left(\frac{t}{a_c}\right)^{1-\lambda} \quad (6.12)$$

The combination of equations 6.11 and 6.12 allow us to provide a close form expression for both the number of cycles to initiate a GB microcrack N_i , and of the GB microcrack length:

$$N_i = \frac{A(\Theta)^{1-2\lambda} \cdot 2\lambda^{1-\lambda} \gamma_{fract,GB}^{1-\lambda}}{C(\Theta)^{1-\lambda}} \frac{1}{\mu^\lambda \cdot \sigma_{c,GB}^{1-2\lambda}} \frac{1}{p} \frac{1}{t^{1-\lambda}} \quad (6.13)$$

$$a_c = \frac{2 \cdot A(\Theta)^2 \cdot \lambda \cdot \mu \gamma_{fract,GB}}{C(\Theta) \cdot \sigma_{c,GB}^2} \quad (6.14)$$

Finally, these analytical expressions allow a discussion of the influence of metal, microstructure and GB features. For this purpose, equation 6.13 is splitted to four distinct ratios:

- The first depends exclusively on the adjusted parameters, $A(\Theta)$ and λ based on the normal stress fields ([10], chapitre 5) and $C(\Theta)$ using the energy released rate close form expression based on FE computations.
- The second ratio depends on (i) the material (γ_{surf} and μ), (ii) GB fracture parameters (γ_{GB} and $\sigma_{c,GB}$) and (iii) the mechanical test environment value (γ_{surf}) may be affected by physisorption or even chemisorption.
- The third ratio linearly depends on the inverse of the vacancy production rate.
- The fourth ratio depends on the considered material. More precisely, the PSB thickness is directly linked to the material stacking fault energy and SRO (short range order) in some alloys.

Similarly, the critical crack length, a_c , which close form expression is given in equation 6.14 depends on:

- $A(\Theta)$, $C(\Theta)$ and λ which are identified on the FE predictions, for a specific material properties.
- μ and $\gamma_{fract,GB}$ (through γ_{surf}) which depends on the material and the environment.
- $\gamma_{fract,GB}$ (through γ_{GB}) and $\sigma_{c,GB}$ which are influenced by the GB type (misorientation and plane).

Therefore, the critical crack length, a_c , depends neither on the PSB thickness nor the grain size. It is material and GB dependent.

6.4 DISCUSSIONS

A comparison between FE predictions including CZM (6.3.1) and with the coupled criterion (6.3.2) is carried out in order to validate the concept of Finite Fracture Mechanics for PSB-GB microcracks induced by fatigue. In part 6.3.1, the initiation of a GB microcrack is predicted using a CZM, which allow the GB to obey a non-linear constitutive law. The FE mesh include a PSB with a thickness t equal to $1\ \mu\text{m}$, embedded in a grain of $200\ \mu\text{m}$. Using the analytical expressions established in part 6.3.2 based on the coupled criterion (equations 6.13 and 6.14), enable a direct comparison of the number of cycles to initiate a GB microcrack. The predictions provided by both CZM and the coupled criterion are compared in table 6.5. The numbers of cycles agree very well. They differ by less than 6%.

Therefore, this result is a proof that the coupled criterion, which is generally used to predict crack initiation in non-metallic interfaces [32] can also be applied at a lower scale for metallic GBs microcrack initiation. Even though the coupled criterion needs more calculations to establish analytical formulae for both the number of cycles to GB microcrack initiation and critical crack length, these formulae do not content any fitting parameter.

Henninger et al. [35] also found a perfect correlation between the coupled criterion and a square shaped CZM cohesion curve (from Dugdale [24]) in the case of a notched brittle material submitted to tensile. To our knowledge, the influence of the shape of the CZM cohesion curve on crack initiation is still open question. As stated before, the parabolic shape of the CZM cohesion curve, used in the FE computation, is close to the shape of the cohesion curves computed by atomistic simulations for metallic interfaces (GBs, precipitate, carbide). Therefore, the CZM result may be the closest to the real behavior. However, a comparison of different cohesion curve shapes for a CZM would permit to bring new elements for this question.

Method	N_i (cycles)	a_c (nm)
CZM	$22845 < N_i < 22853$	0.8
Coupled criterion	24194	14.3

Table 6.5. Comparison between predictions of GB microcrack initiation during fatigue obtained by CZM and the coupled criterion, $t = 1000\ \text{nm}$, $L = 200\ \mu\text{m}$, copper.

It should be noted that both CZM and coupled criterion predicted the same location of crack initiation. It is in the most intense triple point interface between PSB, grain1 and grain2 (point O in figure 6.2). The same phenomenon is observed experimentally. Depending on the

orientation of the grain boundary and of the PSBs toward the stress axis, one side of the PSB or the other can be the preferred spot for a crack initiation. Figure 6.11 shows an example of a GB impinged by several PSBs in a 316L SS polycrystal cyclically deformed. Crack nucleus seem to form in each left side of the PSB-GB interface. As showed in [10], PSBs-GB stress fields are independent of the number of PSBs. Therefore, prediction of multiple short crack formation (crack nucleus) would surely be in agreement with experimental observations considering (i) the short length of the crack nucleus predicted in table 6.5 and (ii) the independence of GB stress fields on the number of PSBs. After further cycling, the crack nucleus will probably coalesce and conduct to the fracture of the whole GB length [36].

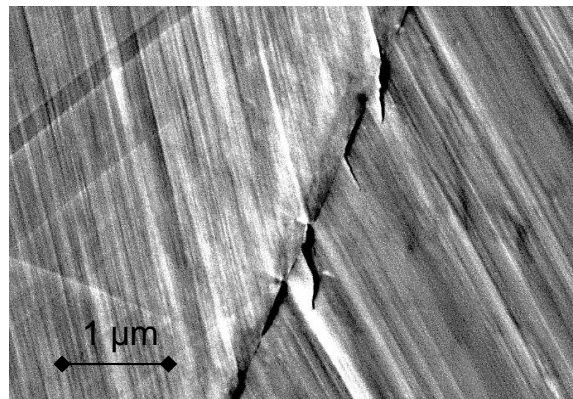


Figure 6.11. GB micro-cracks induced by PSBs impingement in 316L SS cyclically deformed for 2000 cycles under air, at room temperature, at an almost constant plastic strain amplitude of $\Delta\epsilon_p/2=0.0014$

The independence of the crack length on the PSB thickness found in equation 6.14 is similar to the case of slip bands formed during tensile in irradiated materials (called clear bands) [37]. Almost the same analytical description was found, the only difference between PSB-GB damage induced by tensile and induced by fatigue is the driving force of which stress fields are proportional. In fact, in the case of tensile, the stress fields are proportional to $(f.\Sigma_0 - \tau_0)^2$, with f the Schmid factor, Σ_0 the macroscopic tensile stress and τ_0 the critical shear stress of a clear band (its behavior can be considered as elastic perfectly plastic, see [37] for details). Whereas in the case of cyclic deformation, the stress fields are proportional to $(p^2.N^2)$. Interestingly, crack length appears in both cases as a material constant, despite the strong difference between a clear band which can accommodate dozen of percent of plastic shear strain and a PSB which can accommodate a plastic shear strain of only one percent (depending on the considered material).

Another interesting difference that should be noted is the different values of singularity exponent. Singularity exponent $(1-\lambda)$ predicted in the case of tensile appear to be much lower

than for cyclic deformation (respectively 0.27 for tensile and 0.42 for cyclic deformation). A much higher stress singularity is associated with a much shorter range of the stress. This result was confirmed in [10] where the normal stress field induced by five PSBs were predicted. Except for the first and the last PSBs for which maximal stress is higher, the three middle PSBs presented almost exactly the same maximal stress inducing that no screening phenomenon occurs during fatigue. The opposite conclusions were drawn by Ould Moussa & Sauzay [38] when multiple slip bands are considered during tensile, a strong screening phenomenon occurs during tensile. Multiple microcracks formation highlighted in figure 6.11 during fatigue support strongly these hypotheses.

6.5 CONCLUSIONS

FE predictions of the initiation of PSB-GB microcrack obtained by CZM and by the coupled criterion are in excellent agreement. The great advantage of the coupled criterion is the direct establishment of analytical formulas which depend exclusively on physical parameters. Extensive calculations using CZM would permit to obtain also analytical expressions of N_i and a_c , but an adjustment of a polynomial equation is associated with the evaluation of constants with potentially no physical basis.

Thanks to usage of the coupled criterion, following conclusions can be drawn:

- N_i and a_c can be predicted for multiple materials, grain boundary type and environment;
- The number of cycles to initiate microcracks depend directly on the PSB thickness (which is linked on the SFE), the material, the environment and the GB characteristics;
- In contrary, the crack length do not depend on PSB thickness, but exclusively on the material, the GB type and the environment;
- An evaluation of the vacancy production term p for other materials than copper would allow a higher accuracy in predictions.

6.6 ACKNOWLEDGEMENTS

The authors gratefully acknowledge the support of the CEA research project MASNA related to the Generation IV reactor Astrid.

6.7 REFERENCES

- [1] N. Thompson, N. Wadsworth, and N. Louat, "The origin of fatigue fracture in copper," *The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics*, vol. 1, no. 2, pp. 113–126, Feb. 1956.
- [2] J. Man, K. Obrtlík, and J. Polák, "Study of surface relief evolution in fatigued 316L austenitic stainless steel by AFM," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 351, no. 1–2, pp. 123–132, Jun. 2003.
- [3] K. Mecke and C. Blochwitz, "Internal Displacements of Persistent Slip Bands in Cyclically Deformed Nickel Single-Crystals," *Phys. Status Solidi A-Appl. Res.*, vol. 61, no. 1, pp. K5-, 1980.
- [4] J. Man *et al.*, "Study of cyclic strain localization and fatigue crack initiation using FIB technique," *International Journal of Fatigue*, vol. 39, pp. 44–53, Jun. 2012.
- [5] Z. J. Zhang, P. Zhang, L. L. Li, and Z. F. Zhang, "Fatigue cracking at twin boundaries: Effects of crystallographic orientation and stacking fault energy," *Acta Materialia*, vol. 60, no. 6, pp. 3113–3127, Apr. 2012.
- [6] Z. F. Zhang and Z. G. Wang, "Dependence of intergranular fatigue cracking on the interactions of persistent slip bands with grain boundaries," *Acta Materialia*, vol. 51, no. 2, pp. 347–364, Jan. 2003.
- [7] D. J. Morrison and J. C. Moosbrugger, "Effects of grain size on cyclic plasticity and fatigue crack initiation in nickel," *International Journal of Fatigue*, vol. 19, no. 93, pp. 51–59, Jun. 1997.
- [8] P. Villechaise, L. Sabatier, and J. C. Girard, "On slip band features and crack initiation in fatigued 316L austenitic stainless steel: Part 1: Analysis by electron back-scattered diffraction and atomic force microscopy," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 323, no. 1–2, pp. 377–385, Jan. 2002.
- [9] J. Hazan, M. Sauzay, and S. Vincent, "Prediction of PSB impingement on grain boundaries in ductile metals: Part I - Extrusion analysis," 2019.
- [10] J. Hazan, M. Sauzay, and S. Vincent, "Prediction of PSB impingement on grain boundaries in ductile metals: Part II - Stress fields analysis," 2019.
- [11] D. Leguillon, "Strength or toughness? A criterion for crack onset at a notch," *European Journal of Mechanics - A/Solids*, vol. 21, no. 1, pp. 61–72, Jan. 2002.
- [12] A. A. Griffith, "VI. The phenomena of rupture and flow in solids," *Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical or Physical Character*, vol. 221, no. 582–593, pp. 163–198, Jan. 1921.
- [13] E. D. Reedy, "Cohesive zone finite element analysis of crack initiation from a butt joint's interface corner," *International Journal of Solids and Structures*, vol. 51, no. 25, pp. 4336–4344, Dec. 2014.

- [14] D. E. Spearot and D. L. McDowell, "Atomistic Modeling of Grain Boundaries and Dislocation Processes in Metallic Polycrystalline Materials," *J. Eng. Mater. Technol.*, vol. 131, no. 4, pp. 041204-041204–9, Aug. 2009.
- [15] V. Yamakov, E. Saether, D. R. Phillips, and E. H. Glaessgen, "Molecular-dynamics simulation-based cohesive zone representation of intergranular fracture processes in aluminum," *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, vol. 54, no. 9, pp. 1899–1928, Sep. 2006.
- [16] M. Tschopp, S. Coleman, and D. L. McDowell, "Symmetric and asymmetric tilt grain boundary structure and energy in Cu and Al (and transferability to other fcc metals)," *Integrating Materials and Manufacturing Innovation*, vol. 4, Dec. 2015.
- [17] E. A. Holm, D. L. Olmsted, and S. M. Foiles, "Comparing grain boundary energies in face-centered cubic metals: Al, Au, Cu and Ni," *Scripta Materialia*, vol. 63, no. 9, pp. 905–908, Nov. 2010.
- [18] J. Ferrante, J. R. Smith, and J. H. Rose, "Universal Binding Energy Relations in Metallic Adhesion," *Tribology Series*, vol. 7, pp. 19–30, Jan. 1981.
- [19] J. R. Rice and J.-S. Wang, "Embrittlement of interfaces by solute segregation," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 107, pp. 23–40, Jan. 1989.
- [20] E. Barbe, C.-C. Fu, and M. Sauzay, "Fracture of coherent interfaces between an fcc metal matrix and the Cr₂₃C₆ carbide precipitate from first principles," *Phys. Rev. Mater.*, vol. 2, no. 2, p. 023605, Feb. 2018.
- [21] C. O. Frederick and P. J. Armstrong, "A mathematical representation of the multiaxial Bauschinger effect," *Materials at High Temperatures*, vol. 24, no. 1, pp. 1–26, Jan. 2007.
- [22] J. Polák, "Resistivity of fatigued copper single crystals," *Materials Science and Engineering*, vol. 89, pp. 35–43, May 1987.
- [23] J. Polák and M. Sauzay, "Growth of extrusions in localized cyclic plastic straining," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 500, no. 1–2, pp. 122–129, Jan. 2009.
- [24] D. S. Dugdale, "Yielding of steel sheets containing slits," *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, vol. 8, no. 2, pp. 100–104, May 1960.
- [25] V. Tvergaard and J. W. Hutchinson, "The influence of plasticity on mixed mode interface toughness," *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, vol. 41, no. 6, pp. 1119–1135, Jun. 1993.
- [26] V. Tvergaard, "Effect of fibre debonding in a whisker-reinforced metal," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 125, no. 2, pp. 203–213, Jun. 1990.
- [27] M. A. Tschopp and D. L. McDowell, "Asymmetric tilt grain boundary structure and energy in copper and aluminium," *Philosophical Magazine*, vol. 87, no. 25, pp. 3871–3892, Sep. 2007.

- [28] J. R. Rice, “A Path Independent Integral and the Approximate Analysis of Strain Concentration by Notches and Cracks,” *Journal of Applied Mechanics*, vol. 35, no. 2, pp. 379–386, Jun. 1968.
- [29] J. Man, M. Valtr, A. Weidner, M. Petrenec, K. Obrtlík, and J. Polák, “AFM study of surface relief evolution in 316L steel fatigued at low and high temperatures,” *Procedia Engineering*, vol. 2, no. 1, pp. 1625–1633, Apr. 2010.
- [30] A. Weidner *et al.*, “Half-cycle slip activity of persistent slip bands at different stages of fatigue life of polycrystalline nickel,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 492, no. 1–2, pp. 118–127, Sep. 2008.
- [31] Z. S. Basinski and S. J. Basinski, “Copper single crystal PSB morphology between 4.2 and 350 K,” *Acta Metallurgica*, vol. 37, no. 12, pp. 3263–3273, Dec. 1989.
- [32] D. Leguillon, G. Marion, R. Harry, and F. Lécuyer, “The onset of delamination at stress-free edges in angle-ply laminates — analysis of two criteria,” *Composites Science and Technology*, vol. 61, no. 3, pp. 377–382, Feb. 2001.
- [33] C. Henninger, D. Leguillon, and E. Martin, “Crack initiation at a V-notch—comparison between a brittle fracture criterion and the Dugdale cohesive model,” *Comptes Rendus Mécanique*, vol. 335, no. 7, pp. 388–393, Jul. 2007.
- [34] M. Mineur, P. Villechaise, and J. Mendez, “Influence of the crystalline texture on the fatigue behavior of a 316L austenitic stainless steel,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 286, no. 2, pp. 257–268, Jul. 2000.
- [35] M. Sauzay and M. O. Moussa, “Prediction of grain boundary stress fields and microcrack initiation induced by slip band impingement,” *Int J Fract*, vol. 184, no. 1–2, pp. 215–240, Nov. 2013.
- [36] M. Ould Moussa and M. Sauzay, “Introduction to the effect of the screening phenomenon of slip bands within grain microstructure,” *Procedia Structural Integrity*, vol. 2, pp. 1692–1699, 2016.

Chapitre 7. COMPARAISONS ENTRE PREDICTIONS ET OBSERVATIONS EXPERIMENTALES DE L'INITIATION DE MICROFISSURES INTERGRANULAIRES

Ce dernier chapitre porte sur les comparaisons entre les prédictions du modèle développé et les expériences.

Pour cela, de multiples comparaisons à des observations expérimentales issues des travaux du troisième chapitre d'une part et publiées dans la littérature d'autre part sont réalisées. Les nombres de cycles à initiation mesurés et prédits, pour des matériaux sollicités dans conditions différentes permettent de mieux appréhender l'influence de chaque paramètre.

Des comparaisons entre les observations expérimentales, les prédictions du modèle développé et celles du modèle de référence de Tanaka et Mura sont ensuite proposées. Les avantages et inconvénients des deux approches sont discutés. Des voies d'amélioration du modèle sont suggérées au travers de la prise en compte de la taille de grains et de l'amplitude de déformation plastique.

This last chapter provides comparisons between the predictions of the developed model and experiments.

To this end, numerous comparisons with experimental observations from our own experimental work (chapter 3) and the many published ones are carried out. The number of cycles to GB microcrack initiation measured and predicted for materials subjected to different conditions allows an enhanced understanding of the influence of each parameter.

Comparisons between the experimental observations, the predictions of the developed model and of the reference one of Tanaka and Mura are proposed. The advantages and disadvantages of both approaches are discussed. Ways of improving the model are suggested, by accounting for grain size and plastic strain amplitude.

Chapitre 7. COMPARAISONS ENTRE PREDICTIONS ET OBSERVATIONS EXPERIMENTALES DE L'INITIATION DE MICROFISSURES INTERGRANULAIRES

250

7.1	<i>Modélisation avancée de l'initiation des microfissures intergranulaires</i>	253
7.1.1	Rappels sur les effets du matériau, de la taille de grains, de l'environnement et du chargement sur l'initiation des fissures courtes intergranulaires	253
7.1.2	Formules analytiques d'initiation des fissures courtes intergranulaires	255
7.1.3	Influence de la taille de grains sur les champs de contraintes BGP joints de grains et sur le nombre de cycles à initiation	256
7.1.4	Prédiction de l'effet de la transmission directe des BGPs au travers des joints de grains	259
7.2	<i>Apport des calculs atomistiques pour la rupture intergranulaire</i>	263
7.3	<i>Comparaisons entre observations et prédictions de l'initiation du dommage intergranulaire</i>	268
7.3.1	Comparaisons des nombres de cycles à initiation	268
7.3.1.1	Comparaisons entre prédictions et observations des fissures intergranulaires du matériau de l'étude	268
7.3.1.2	Comparaisons entre prédictions et observations de la littérature pour le nickel, le cuivre et l'acier 316L	270
7.3.1.3	Comparaisons avec les prédictions du modèle de [Tanaka et Mura 1981]	272
7.3.1.4	Probabilités d'apparition d'une fissure intergranulaire pour l'acier 316L, le nickel et le cuivre	275
7.3.2	Retour sur les joints de grains déformés par l'impact de BGPs, présentés dans le chapitre 4	277
7.3.3	Effets des paramètres microstructuraux sur les nombres de cycles à initiation	279
7.4	<i>Discussion</i>	284
7.5	<i>Conclusions</i>	286
7.6	<i>Références</i>	288

7.1 Modélisation avancée de l'initiation des microfissures intergranulaires

Le septième et dernier chapitre du manuscrit présente des comparaisons entre prédictions et expériences.

Dans un premier temps, les équations relatives au modèle de prédiction du nombre de cycles à initiation développé dans les chapitre 5 et chapitre 6 sont rappelées. Ensuite, des rappels du chapitre 1 sont réalisés concernant l'influence des paramètres expérimentaux sur l'initiation des microfissures. Ensuite, une modélisation avancée de l'initiation intergranulaire est proposée. La prise en compte des effets de taille de grain et de la transmission directe des BGP's au travers des grains faiblement désorientés est réalisée.

En vue de l'application des formules analytiques du modèle, des encadrements des paramètres de rupture spécifiques au nickel, au cuivre et à l'acier 316L sont proposés à partir d'une revue des calculs atomistiques sur le sujet.

Dans la seconde partie du chapitre, des comparaisons sont réalisées entre les prédictions du modèle développé et les observations microscopiques présentées dans le chapitre 3, ainsi que d'autres publiées dans la littérature. Des comparaisons sont réalisées avec des études expérimentales statistiques dont les propriétés microstructurales et cristallographiques de chaque cas d'initiation ne sont pas connues en tirant aléatoirement les paramètres. D'autres comparaisons tenant compte des propriétés microstructurales et cristallographiques de chaque cas d'initiation sont ensuite proposées. Les prédictions du modèle sont confrontées aux prédictions du modèle de [Tanaka et Mura 1981], pionnier en la matière et utilisé de manière très répandue dans la littérature.

Sur la base des multiples comparaisons réalisées, un premier bilan est dressé sur les capacités de prédiction du modèle et des pistes d'amélioration sont proposées.

The seventh and last chapter of the manuscript presents comparisons between predictions and experiments.

First, the equations of the model for predicting the number cycles to crack initiation, developed in chapters 5 and 6 are recalled. Then, reminders from chapter 1 are made concerning the influence of experimental parameters on microcracks initiation. An advanced modeling of the intergranular initiation is proposed, by accounting to the effects of grain size and of the direct

transmission of PSBs through slightly misoriented GBs.

In order to apply the analytical formulas of the model, a review of the specific fracture parameters for nickel, copper and 316L steel was proposed based on the atomic calculations published on the subject.

In the second part of the chapter, comparisons are made between the predictions of the developed model and the microscopic observations presented in chapter 3, as well as for others published in the literature. Comparisons are made with statistical experimental studies, where microstructural and crystallographic properties of each initiation case are not known, by randomly drawing the parameters. Further comparisons accounting for the microstructural and crystallographic properties of each initiation case are then proposed. The model predictions are compared to the predictions of one of the most used model in literature, the [Tanaka and Mura 1981] one, which is pioneering in this field.

On the basis of the multiple comparisons made, a first assessment is made of the model's predictive capabilities and suggestions for its improvement are proposed.

7.1 MODELISATION AVANCEE DE L'INITIATION DES MICROFISSURES INTERGRANULAIRES

7.1.1 *Rappels sur les effets du matériau, de la taille de grains, de l'environnement et du chargement sur l'initiation des fissures courtes intergranulaires*

Une vaste étude bibliographique de l'initiation des microfissures de fatigue a été présentée dans le chapitre 1. L'influence de nombreux paramètres d'essais et microstructuraux sur les mécanismes d'initiation des microfissures ont été présentés et analysés pour le nickel, le cuivre et l'acier 316L. Ces paramètres sont succinctement rappelés dans les paragraphes ci-dessous.

- Effet du matériau :

Des cas d'initiation intergranulaire induits par l'impact de BGPs ont été rapportés dans la littérature pour un large ensemble de métaux et alliages ductiles de structure cfc : aluminium, nickel, cuivre, aciers 316, argent et laitons. Les mécanismes de déformation de ces métaux sont différents de par leurs énergies de fautes d'empilement différentes (très haute pour l'aluminium qui favorise le glissement dévié et très basse pour le laiton qui favorise le glissement planaire).

Néanmoins, des mécanismes similaires d'endommagement intergranulaires, induits par fatigue, sont reportés pour ces matériaux.

Les équations 6.13 et 6.14 tiennent compte explicitement du matériau considéré au travers : (i) des constantes A et C (identifiées pour le nickel, le cuivre et l'acier 316L) ; (ii) des énergies de surface γ_{surf} et des joints de grains γ_{GB} (qui permettent de calculer $\gamma_{\text{fract}} = 2 \gamma_{\text{surf}} - \gamma_{\text{GB}}$) ainsi que de la contrainte critique σ_{crit} dépendant du module d'Young et de l'épaisseur du joint de grain (équation 6.1) ; (iii) de l'épaisseur des BGP (qui croît généralement avec l'énergie de faute d'empilement du matériau).

- Effet de la taille de grains :

Une variation de la taille de grains engendre potentiellement de fortes variations des mécanismes d'endommagement et du nombre de cycles à initiation de fissures intergranulaires. Il est généralement accepté qu'une augmentation de la taille de grains engendre une augmentation de la portion d'amorçage intergranulaire (partie 1.4.2.2). En effet, plus la taille de grains est importante, plus la probabilité de rencontrer un grain favorablement orienté pour la formation de BGPs diminue. A l'inverse, les champs de contraintes intergranulaires induits par les incompatibilités élastoplastiques entre gros grains mal orientés augmentent. En l'état, les équations 6.13 et 6.14 ne tiennent pas compte explicitement de la taille de grains.

- Effet de l'environnement :

Certains effets d'environnement d'essais ont été rapportés en partie 1.4.2.3. Des essais sous air ont été comparés à des essais sous vide (assimilé aux environnements inertes). Une augmentation générale de la proportion d'amorçage le long des joints de grains est observée en environnement inerte pour des polycristaux de cuivre et d'acier 316L. Des augmentations du nombre de cycles à initiation de microfissures ont été rapportés pour des aciers 316L sollicités sous vide. Néanmoins, les mécanismes sous-jacents peuvent présenter de fortes différences en fonction du matériau considéré (une couche de passivation est présente sur les aciers austénitiques inoxydables).

Ces effets peuvent être directement pris en compte dans les prédictions, en ajustant les énergies de surface γ_{surf} du matériau considéré (donc les énergies de rupture γ_{fract}), qui dépendent directement de l'environnement dans lequel se situe le matériau. La chimisorption de l'oxygène contenue dans l'air en surface des métaux favorise la formation d'oxydes [Peraldi et al. 2005],

et conduit alors à une diminution de l'énergie de rupture des joints de grains. Les augmentations des nombres de cycles à initiation mesurées sous vide présentent un accord qualitatif avec l'équation 6.13 (en considérant la plus haute énergie de rupture sous vide que sous air).

- Effet de l'amplitude du chargement :

Une prépondérance de l'amorçage intergranulaire a été décrite en partie 1.4.2.1 dans le cas d'essais réalisés à des fortes amplitudes de déformation plastique. Le modèle développé ne tient pas explicitement compte du niveau macroscopique de déformation plastique imposé. La raison est que les essais sur monocristaux ont montré une multiplication de la fraction volumique de BGPs en présence d'une augmentation de la déformation plastique. Cette multiplicité induit qu'une BGP est capable d'accommoder une quantité définie de glissement plastique. Les calculs présentés dans les chapitre 4, chapitre 5 et chapitre 6 tiennent compte de ce phénomène et sont calibrés afin que chaque BGP ne subisse que le niveau de glissement plastique maximal mesuré expérimentalement.

De ce fait, une augmentation de l'amplitude de déformation plastique induit une augmentation de la fraction volumique de BGPs à l'échelle du polycristal. Ceci implique naturellement une augmentation de probabilité de rencontrer des BGPs favorablement orientés qui impactent des joints fortement désorientés (les plus à même de rompre suite à l'impact de BGPs [Li et al. 2016]).

7.1.2 Formules analytiques d'initiation des fissures courtes intergranulaires

Des formules physiques et génériques du nombre de cycles à initiation des microfissures et des longueurs de microfissures associées ont été proposées à partir de l'application du critère couplé développé par [Leguillon 2002]. La mise en œuvre du critère couplé engendre une initiation de rupture brutale -voir quasi-instantanée à partir d'un milieu ne présentant aucun défaut.

Les formules analytiques suivantes ont été déterminées :

$$N_i = \frac{A(\theta)^{1-2\lambda} \cdot 2\lambda^{1-\lambda}}{C(\theta)^{1-\lambda}} \frac{\gamma_{fract,GB}^{1-\lambda}}{\mu^\lambda \cdot \sigma_{c,GB}^{1-2\lambda}} \frac{1}{p} \frac{1}{t^{1-\lambda}} \quad (7.1)$$

$$a_c = \frac{2 \cdot A(\theta)^2 \cdot \lambda \mu \gamma_{fract,GB}}{C(\theta) \sigma_{c,GB}^2} \quad (7.2)$$

où N_i est le nombre de cycle à initiation, $A(\theta)$ et $C(\theta)$ des constantes qui dépendent du comportement élastoplastique du grain voisin et de l'angle θ entre BGP et joint de grain, λ

l'exposant issu du raccordement des champs asymptotiques, $\gamma_{\text{fract,GB}}$ l'énergie de rupture du joint de grains (calculée à partir de l'énergie de surface du matériau γ_{surf} et de l'énergie du joint de grains γ_{GB}), μ le module de cisaillement du matériau, $\sigma_{c,GB}$ la contrainte critique du joint de grains, p le terme de production de lacunes par cycle et t l'épaisseur de la BGP.

7.1.3 Influence de la taille de grains sur les champs de contraintes BGP joints de grains et sur le nombre de cycles à initiation

La mise en œuvre du double critère réalisée au chapitre 6 (partie 6.3.2) a permis l'identification des paramètres des formules analytiques du nombre de cycles à initiation et de la taille de microfissures créées le long de joints de grains impactés par des BGPs (rappelées dans la partie 7.1.2). Cependant, ces développements ne tiennent pas compte des effets de taille de grains sur les champs de contraintes intergranulaires car ceux-ci sont très limités pour des tailles de grains de l'ordre de 10 μm à 100 μm .

Toutefois, nos prédictions des nombre de cycles à initiation seront comparées à des mesures expérimentales réalisées sur des polycristaux et des bicristaux dans la partie 7.3.1. Les différences de tailles de grains entre polycristaux et bicristaux peuvent atteindre plusieurs ordres de grandeur, par exemple de 10 μm à 1 cm (soit 3 ordres de grandeur). Dans ce cadre, un raffinement des formules analytiques développées en partie 5.3.1.1 est proposée.

Pour rappel, la description analytique du champ de contrainte normale à un joint de grain impacté par une BGP, établie dans la partie 5.3.1, est la suivante :

$$\sigma_{nn}(\theta, r) = A(\theta) \cdot p \cdot N \cdot \mu \cdot \left(\frac{t}{r}\right)^{1-\lambda} \quad (7.3)$$

avec σ_{nn} le champ de contrainte normale au joint de grains impacté, A un facteur qui dépend de l'orientation cristallographique du joint impacté et de l'angle Θ entre la trace des plans de la BGP et du joint de grains, p le taux de production de lacunes par cycle, N le nombre de cycles réels, μ le module de cisaillement élastique, t l'épaisseur de la BGP et r la distance à l'interface BGP-grain1-grain2 le long du joint de grains d'intérêt (point O sur la figure 5.2.b).

Dans le cas d'un grain voisin élastique isotrope (grain 2 sur la figure 5.2) et d'un calcul réalisé pour un angle Θ entre la BGP et le joint de grain impacté de 79° , le préfacteur A vaut 0,79 et l'exposant $1-\lambda$ vaut 0,42 (équation 7.3).

Des calculs EFs ont été réalisés pour des épaisseurs de BGPs, t , fixées à 1 μm , pour des tailles

7.1 Modélisation avancée de l'initiation des microfissures intergranulaires

de grains de 10 μm et de 800 μm . Ces calculs ont été réalisés en adoptant de nouveau les hypothèses simples de la partie 5.3.1.1 (isotropie élastique). Les champs de contraintes normaux obtenus après 10000 cycles sont présentés dans la figure 7.1. Une augmentation du champ de contrainte normal est prédite lors de l'augmentation de la taille de grains de 10 μm à 800 μm , soit d'un facteur 80. Cette différence est caractéristique vis-à-vis des tôles K87 et N32 par exemple.

Un nouveau terme introduisant une dépendance du champ de contrainte normal à la taille de grains est proposé :

$$\sigma_{nn}(\theta, r) = \tilde{A}(\theta) \cdot p \cdot N \cdot \mu \cdot \left(\frac{t}{r}\right)^{1-\lambda} \cdot \left(\frac{L}{t}\right)^\beta \quad (7.4)$$

avec \tilde{A} le préfacteur du champ de contrainte normal, L la taille de grain et β l'exposant de la fonction puissance associé au ratio L/t.

L'ajustement des paramètres \tilde{A} , $1-\lambda$ et β , pour un angle $\Theta=79^\circ$, mène à l'expression suivante :

$$\sigma_{nn} = 0,67 \cdot p \cdot N \cdot \mu \cdot \left(\frac{t}{r}\right)^{0,42} \cdot \left(\frac{L}{t}\right)^{0,06} \quad (7.5)$$

L'exposant $(1-\lambda)$ n'est pas modifié par la prise en compte de la taille de grains. Seul le préfacteur $A(\Theta)$ doit être remplacé par $\tilde{A}(\Theta)$.

La définition de l'intégrale de contour induit une proportionnalité entre C et A^2 [Rice 1968]. Le lien entre le préfacteur $A(\Theta)$, ne tenant pas compte de la taille de grains, et le préfacteur $\tilde{A}(\Theta)$, tenant compte de la taille de grains est défini par :

$$A(\theta) = \tilde{A}(\theta) \cdot \left(\frac{L}{t}\right)^\beta \quad (7.6)$$

Dès lors, le passage de $A(\Theta)$ à $\tilde{A}(\Theta)$ engendre la modification du préfacteur C (préfacteur du taux de restitution d'énergie, équation 6.6) suivante :

$$\tilde{C}(\theta) = C(\theta) \cdot \left(\frac{\tilde{A}}{A}\right)^2 \cdot \left(\frac{L}{t}\right)^{2\beta} \quad (7.7)$$

Ainsi, l'équation 7.1 se transforme en :

7.1 Modélisation avancée de l'initiation des microfissures intergranulaires

$$N_i = \frac{\tilde{A}(\Theta)^{1-2\lambda} \cdot 2\lambda^{1-\lambda}}{\tilde{C}(\Theta)^{1-\lambda}} \frac{\gamma_{fract,GB}^{1-\lambda}}{\mu^\lambda \cdot \sigma_{c,GB}^{1-2\lambda}} \frac{1}{p} \frac{1}{t^{1-\lambda}} \quad (7.8)$$

avec $\tilde{A}(\Theta)$ et $\tilde{C}(\Theta)$ les préfacteurs dépendant de l'angle Θ (équations 7.6 et 7.7).

Concernant la longueur de fissure initiée (équation 7.2), celle-ci se transforme en :

$$a_c = \frac{2 \cdot \tilde{A}(\Theta)^2 \cdot \lambda}{\tilde{C}(\Theta)} \frac{\mu \gamma_{fract,GB}}{\sigma_{c,GB}^2} \quad (7.9)$$

La faible valeur de l'exposant β (identifiable dans l'équation 7.5) engendre une faible dépendance du champ de contrainte normale à la taille de grains, L . Néanmoins, le passage de tailles de grains de l'ordre de la dizaine de micromètre (cas d'un polycristal à taille de grains standard) à des tailles de l'ordre du centimètre (cas d'un bicristal) engendre potentiellement des variations conséquentes du nombre de cycles à initiation d'une microfissure intergranulaire.

A titre d'exemple, le passage d'une taille de grain de $10 \mu\text{m}$ à une taille de grain de 6 mm (tous paramètres constants par ailleurs) engendre une diminution de 28% du nombre de cycles à initiation.

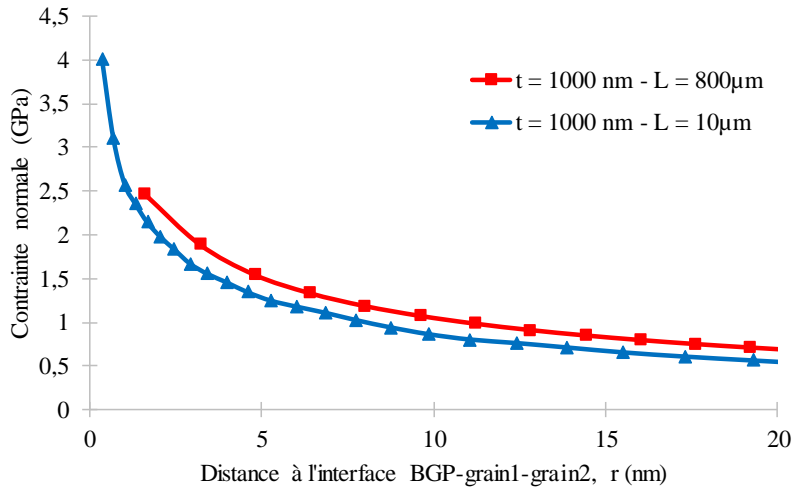


Figure 7.1. Comparaison des champs de contrainte normale pour deux calculs à largeur de BGP constante ($t = 1000 \text{ nm}$) et à taille de grain variable ($L = 10 \mu\text{m}$ et $L = 800 \mu\text{m}$). Grain impacté élastique isotrope, $\alpha_{SB} = 45^\circ$, $\alpha_{GB} = 34^\circ$, 10000 cycles, cuivre.

Comparison of GB normal stress fields for two FE computations with a constant PSB thickness ($t = 1000 \text{ nm}$) and a variable grain size ($L = 10 \mu\text{m}$ and $L = 800 \mu\text{m}$). Isotropic elastic neighbor grain, $\alpha_{SB} = 45^\circ$, $\alpha_{GB} = 34^\circ$, 10000 cycles, copper.

7.1.4 Prédiction de l'effet de la transmission directe des BGP au travers des joints de grains

L'ensemble des calculs EF réalisés dans les chapitres 4, 5 et 6 ont été réalisés en considérant un blocage total des BGP aux joints de grains impactés. Ces configurations sont celles qui engendrent théoriquement les plus fortes probabilités d'initiation de fissures intergranulaires [Zhang et Wang 2003].

Une transmission des BGP au travers des joints de grain est possible dans les joints de grains peu ou très peu désorientés (figure 7.2.a) [Zhang et Wang 2003 ; Li et al. 2016]. Ainsi, les systèmes primaires des deux grains ne présentent potentiellement que quelques degrés d'écart. Une configuration très courante dans le cuivre ou dans les aciers austénitiques concerne les joints de macles symétriques, pour lesquels une transmission parfaite du glissement est généralement observée (figure 7.2.b).

A l'opposé, se trouvent les joints de grains fortement désorientés pour lesquels une faible probabilité de transmission des BGP est généralement associée. Néanmoins, lorsque les deux grains situés de part et d'autre de ces joints présentent deux systèmes faiblement désorientés, une transmission partielle reste possible (figure 7.3). [Zhang et Wang 2003 : 2] ont étudié un bicristal de cuivre séparé par un joint de grain fortement désorienté ($46,2^\circ$ autour de l'axe [111]). Le joint de grain étudié présente un indice Σ_{19b} . De plus, les systèmes primaires des deux grains sont désorientés de $13,8^\circ$. Dans cet exemple, une accumulation de dislocations, portée par les BGP, est visualisée en ECC (electron contrast channeling) proche du joint de grains impacté (figure 7.3.a). La transmission d'une partie du glissement engendre un allongement notable du nombre de cycles à initiation d'une fissure intergranulaire [Zhang et Wang 2003].

7.1 Modélisation avancée de l'initiation des microfissures intergranulaires

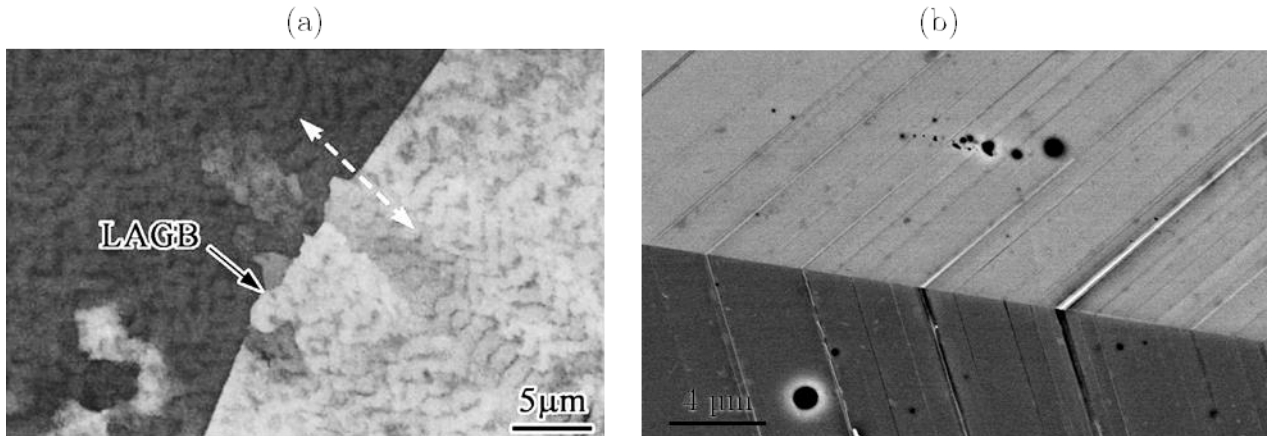


Figure 7.2. Clichés en microscopie électronique à balayage de cas de transmission du glissement au travers (a) d'un joint de grains faiblement désorienté dans un bicristal de cuivre [Li et al. 2016] et (b) au travers d'un joint de macle dans un polycristal d'acier 316L, $\Delta\epsilon_p/2=1,1.10^{-3}$, 2000 cycles. Aucune initiation de fissure par l'impact des BGP contre ces joints n'est observée dans ces deux cas.

SEM pictures of PSB transmission through (a) a low angle grain boundary in a copper bicrystal, $\Delta\tau/2=32$ MPa, 10^5 cycles and (b) through a symmetric twin boundary in a 316L SS polycrystal, $\Delta\epsilon_p/2=1.1.10^{-3}$, 2000 cycles. No crack initiation induced by the impingement of PSBs against these GBs is observed.

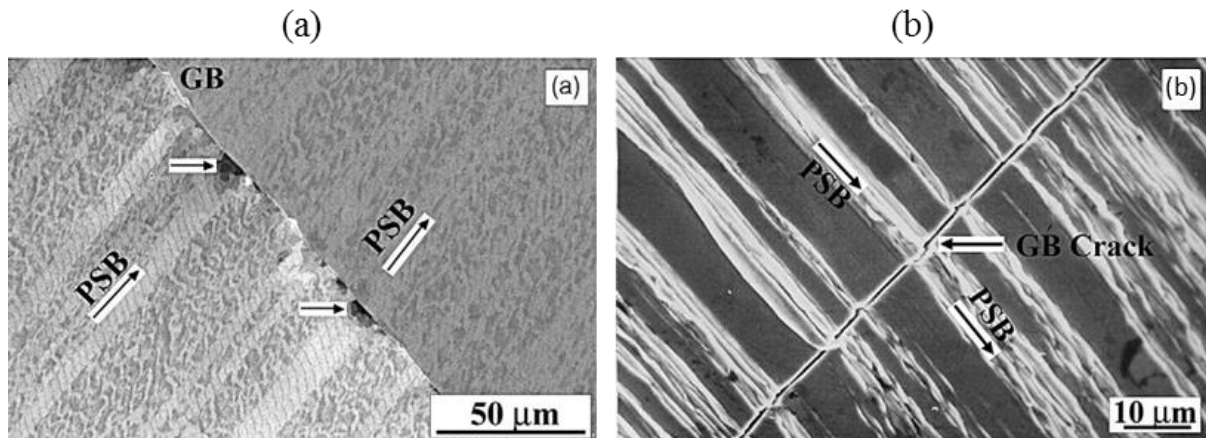


Figure 7.3 Clichés (a) en ECC et (b) en électrons secondaires pris par microscopie électronique à balayage d'un cas de transmission partielle du glissement au travers d'un joint de grains fortement désorienté d'indice Σ_{19b} , dans un bicristal de cuivre [Zhang et Wang 2003].

(a) ECC and (b) secondary electron SEM pictures (in the case) of a partial transmission of PSBs through a high angle grain boundary, GB index Σ_{19b} , copper bicrystal [Zhang and Wang 2003].

Un calculs EF a été réalisé sur un cas de transmission d'une BGP au travers d'un joint de grains dans un agrégat cristallin de cuivre. Ces types de calculs nous permettent de vérifier si les hypothèses adoptées dans notre modélisation permet de prédire les conséquences d'une transmission totale d'une BGP au travers d'un joint de grains, en accord avec nos observations

(Figure 7.2.b) et celles de la littérature (Figure 7.3.a.b)

Des BGP d'épaisseur 1000 nm, ont été insérées dans deux grains voisins de taille 50 μm (figure 7.4.a). Le joint de grains ainsi que les deux BGPs sont orientés à 45° par rapport à l'axe de traction-compression (figure 7.4.b). L'ensemble des paramètres numériques sont identiques à ceux utilisés dans le chapitre 4 (sous partie 4.3.1.1). Les deux BGPs, les deux grains auxquelles elles appartiennent et la matrice environnant obéissent à l'élasticité isotrope. Les coefficients de cette élasticité isotrope sont ceux d'un polycristal sans texture. Les deux BGPs se déforment en glissement simple. Un écrouissage latent infini est imposé aux BGPs ($q_s=10^6$) afin d'empêcher numériquement toute activation d'un autre système que le primaire, en accord avec les observations largement rapportées concernant l'activation limitée du glissement secondaire.

Les champs de contraintes normaux engendrés par l'impact des deux BGPs, en vis-à-vis, sur le joint de grains sont présentés sur la figure 7.5 après 10000 cycles. Ces résultats sont comparés à ceux obtenus pour une BGP arrêtée sur un joint de grains, toujours considéré comme élastique isotrope (partie 4.3.1.1). Aucune concentration de contrainte n'est induite le long du joint de grains dans un cas d'une transmission d'une BGP au travers du joint (figure 7.5.a). A l'inverse, dans le cas d'une BGP arrêtée sur un joint de grains, une forte concentration de contrainte a été mise en évidence (figure 7.5.a, issue du chapitre 5). Ce résultat est en accord avec les observations expérimentales des cas de transmission parfaite du glissement au travers de différents types de joints de grains (principalement les joints faiblement désorientés, LABs). La prédiction de l'initiation de microfissure intergranulaire dans les cas de la transmission des BGPs au travers des joints de grains sera donc fortement influencée par la baisse drastique des champs de contraintes. Les nombres de cycles à initiation attendus sont donc largement supérieurs. Les observations du groupe de Shenyang confirment que pour des désorientations situées entre 3° et 5°, l'initiation des fissures n'a pas lieu le long du joint de grains faiblement désorienté [Zhang et Wang 2003]. Les fissures sont initiées à l'intérieur des cristaux, le long des BGPs.

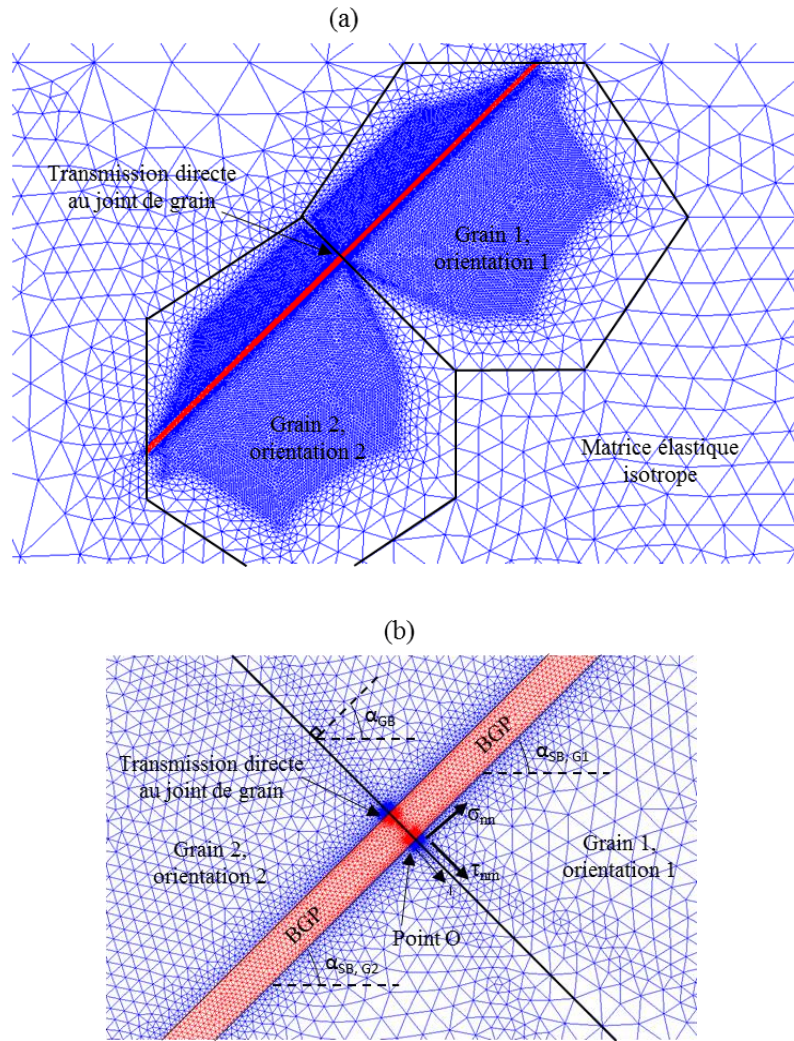


Figure 7.4. Maillages EF d'un cas de transmission directe d'une BGP au travers du joint de grain impacté. (a) visualisation des deux grains contenant chacun une BGP en vis-à-vis une de l'autre et coplanaire. Les directions de glissement sont aussi les mêmes.

(b) grossissement autour du joint de grain au voisinage deux BGPs situées en vis-à-vis $t = 1000 \text{ nm}$, $L = 50 \text{ }\mu\text{m}$, $\alpha_{SB, G1} = \alpha_{SB, G2} = 45^\circ$, $\alpha_{GB} = 45^\circ$, cuivre.

 FE meshes of a PSB transfer through a GB, (a) view of the two grains containing two PSBs facing each other (b) magnification of the view on the impact zone of the two PSBs on the common GB $t = 1000 \text{ nm}$, $L = 50 \text{ }\mu\text{m}$, $\alpha_{SB, G1} = \alpha_{SB, G2} = 45^\circ$, $\alpha_{GB} = 45^\circ$, copper.

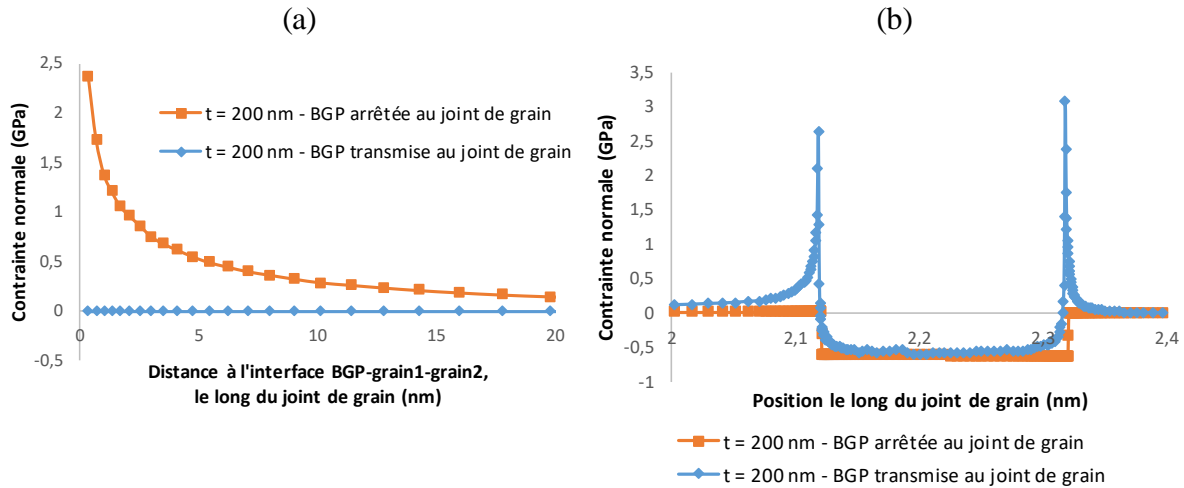


Figure 7.5. Comparaison des champs de contraintes normales induits par l'impact d'une BGP arrêtée à un joint de grain (grain voisin élastique isotrope) et induits par la transmission directe d'une BGP au travers d'un joint de grain (a) champ induit proche de l'interface BGP-grain1-grain2 (b) champ induit le long du joint de grain

Comparison of the GB normal stress fields induced by the impingement of a PSB arrested at the GB (isotropic elastic neighbor grain) and of a PSB which is transferred through the GB (a) close field near the PSB-grain1-grain2 interface (b) stress field along the whole GB

7.2 APPOINT DES CALCULS ATOMISTIQUES POUR LA RUPTURE INTERGRANULAIRE

Les principales données d'entrées nécessaires aux prédictions des nombres de cycles à initiation de microfissures intergranulaires (équation 7.1) sont issues de calculs atomistiques (ab-initio et dynamique moléculaire). En effet, seule la quantification expérimentale des énergies de surface γ_{surf} des métaux est possible (à travers la mesure d'angle de mouillage entre une goutte d'un liquide dont l'énergie de surface est connue et le substrat à caractériser [Tyson et Miller 1977]). La quantification des énergies des joints de grains γ_{GB} et des contraintes critiques $\sigma_{\text{c,GB}}$ ne peuvent être réalisées que par simulation. Néanmoins, les études publiées ne présentent pas nécessairement les énergies de rupture $\gamma_{\text{fract,GB}}$ et les contraintes critiques $\sigma_{\text{c,GB}}$.

- Contrainte critique :

La prédiction de la contrainte critique d'un joint de grains donné nécessite d'atteindre la décohésion totale de ce dernier (ce qui est potentiellement chronophage). Pour cela, de nombreuses études ne proposent pas de quantification directe des contraintes critiques. Néanmoins, les données issues de la littérature peuvent être combinés en utilisant le modèle UBER (partie 6.2.2) issu des travaux de [Rice et Wang 1989] :

7.2 Apport des calculs atomistiques pour la rupture intergranulaire

$$\sigma_{c,GB} = \frac{1}{e} \sqrt{\frac{\gamma_{fract,GB} \cdot Y_{GB}}{d_{GB}}} \quad (7.10)$$

où $\sigma_{c,GB}$ est la contrainte critique du joint de grains (figure 6.3), e est le nombre d'Euler, $\gamma_{fract,GB}$ l'énergie de rupture de l'interface (équation 6.2), Y_{GB} le module de Young du joint de grain et d_{GB} l'épaisseur du joint de grain.

Les études de [Barbe et al. 2018] sur des interfaces métal-précipités et de [Van Brutzel et al. 2019] sur des joints de grains d'alliages tertiaires $NiCr_2O_4$ et $FeCr_2O_4$ ont respectivement mis en avant des écarts de $\pm 15\%$ et $\pm 5\%$ entre les contraintes critiques issues des prédictions atomistiques et celles calculées par le modèle UBER. L'utilisation du modèle UBER dans le cadre des applications numériques proposées dans ce chapitre est donc licite.

- Energie de surface :

Les énergies de surface calculées par DFT par [Vitos et al. 1998] pour le nickel, le cuivre et le fer α (bcc) sont mentionnées pour différentes orientations cristallographiques dans le tableau 7.1. Les données concernant le fer α , de structure bcc, sont données pour information.

Matériau	Orientation	γ_{surf} (J/m ²)	Référence
Nickel	(111)	2,01	[Vitos et al. 1998]
	(100)	2,43	
	(110)	2,37	
Cuivre	(111)	1,95	
	(100)	2,17	
	(110)	2,24	
Fer α (bcc)	(111)	2,73	
	(100)	2,22	
	(110)	2,43	

Tableau 7.1. Valeurs d'énergies de surface pour le nickel, le cuivre et l'acier 316L

Surface energies from literature for nickel, copper and bcc iron

- Energies, modules de Young et épaisseurs des joints de grains :

Les énergies de 388 joints de grains généraux et spécifiques de différents métaux cfc ont été calculés par dynamique moléculaire par [Holm et al. 2010]. Une formule permettant de faire la transition entre l'énergie d'un joint de grain donné du matériau A à un joint de grains (de même type) du matériau B a été proposée :

$$\gamma_{GB,A} = \gamma_{GB,B} \frac{a_{0,A} \cdot C_{44,A}}{a_{0,B} \cdot C_{44,B}} \quad (7.11)$$

7.2 Apport des calculs atomistiques pour la rupture intergranulaire

avec $\gamma_{GB,A}$ l'énergie du joint de grains du matériau A, $a_{0,A}$ le paramètre de maille du matériau A, $C_{44,A}$ le module de cisaillement élastique du matériau A.

[Barbé 2018] a réalisé des calculs d'énergies sur des joints de grains spécifiques de type $\Sigma 9$ (joints tilt symétriques d'axe de rotation [110] ou [100]). Ces joints sont largement observés dans les polycristaux cfc. Bien que la proportion de ces joints soit uniquement de quelques pourcents dans les aciers 316L étudiés dans nos travaux de thèse, ils restent le troisième type de joint de grains représentés après les joints $\Sigma 3$ et les joints généraux (figure 2.5).

Le tableau 7.3 présente les valeurs extrêmes d'énergies de joint de grains pour le nickel et le cuivre issues des travaux de [Holm et al. 2010] et [Barbé 2018]. L'application de l'équation 7.11 permet d'étendre les valeurs d'énergie de joints du nickel et du cuivre à l'acier 316L à partir des paramètres a_0 et C_{44} relatifs à chaque métal (tableau 7.2).

Ainsi, un encadrement des valeurs minimales et maximales d'énergies de joints de grains généraux et spécifiques (hors joints de macles) de nickel, de cuivre et d'acier 316L (assimilé au fer austénitique) est proposé dans le tableau 7.3.

Matériau	a_0 (Å) / Référence	C_{44} (GPa) / Référence	$a_0.C_{44}$ (Å.GPa)
Nickel	3,52 / [Holm et al. 2010]	119,2 / [Holm et al. 2010]	42
Cuivre	3,62 / [Holm et al. 2010]	76,2 / [Holm et al. 2010]	27,5
Fer γ	3,59 / [Déprés 2004]	122 / [Huntington 1958]	43,8

Tableau 7.2. Valeurs du paramètre de maille et du module de cisaillement pour le nickel, le cuivre et le fer austénitique

Computed values of the lattice constant and shear modulus for nickel, copper and fcc iron

Matériau	$\gamma_{GB,min}$ (J/m ²)	$\gamma_{GB,max}$ (J/m ²)	Référence
Nickel	0,41	1,41	[Holm et al. 2010]
	0,43	1,7	[Barbé 2018]
Cuivre	0,26	1,04	[Holm et al. 2010]
Fer γ	0,41	1,65	Application équation 7.11

Tableau 7.3. Valeurs d'énergies de joints de grains pour le nickel, le cuivre et l'acier 316L

Computed GB energies for nickel, copper and fcc iron

Par ailleurs, les épaisseurs et les modules de Young des joints de grains interviennent dans le calcul des contraintes critiques préconisé par le modèle UBER (équation 6.1). Les épaisseurs de joints de grains peuvent être mesurées par plusieurs méthodes (distance des premiers voisins [Barbé 2018], longueur de la zone de variation d'énergie entre intérieur des grains et joint de

7.2 Apport des calculs atomistiques pour la rupture intergranulaire

grains [Sicaud et al. 2019]). Cependant, aucune définition n'est clairement retenue dans la littérature. Des mesures ont été effectuées sur les schémas de différents joints de grains de cuivre et d'aluminium simulés par [Tschopp et McDowell 2007] et mettent en avant des épaisseurs variant de $d_{GB}=2\text{\AA}$ à $d_{GB}=7\text{\AA}$. Cet intervalle sera utilisé pour l'ensemble des matériaux considérés.

Les études expérimentales de [Shen et al. 1995] et numériques de [Latapie et Farkas 2003] réalisées sur des polycristaux à grains de tailles nanométriques mettent en avant des diminutions de modules de Young par rapport aux polycristaux à tailles de grains standards. Une diminution extrême de la taille de grains engendre une augmentation significative de la fraction volumique des joints de grains. Une loi des mélanges a été proposée afin de quantifier le module de Young des joints de grains, à partir du module d'Young connu (sur polycristaux à tailles de grains standards) et de la fraction volumique de joints de grains. Les prédictions ont permis d'établir que le module d'Young d'un joint de grains vaut entre 45% et 100% du module d'Young d'un grain. Cet encadrement sera utilisé pour l'ensemble des matériaux considérés.

- Synthèse des valeurs d'énergie à rupture et de contrainte critique :

Les énergies de rupture et les contraintes critiques d'un large panel d'interfaces simulées à l'échelle atomistique sont présentées dans le tableau 7.4.

Ces simulations couplées à l'application des équations 6.2 et 6.1 (modèle UBER) à partir de l'ensembles des données présentées ci-dessus permettent de générer des encadrements des valeurs extrêmes de $\gamma_{\text{fract,GB}}$ et $\sigma_{c,GB}$ pour le nickel, le cuivre et l'acier 316L (tableau 7.5). Ainsi, les prédictions des nombres de cycles à initiation intergranulaire proposées dans la suite du chapitre sont censées tenir compte de tous les types de joints de grains généraux et spécifiques (hors les joints de macles), et être les plus génériques possibles.

En effet, une faible valeur de $\gamma_{\text{fract,GB}}$ couplée à une faible valeur de $\sigma_{c,GB}$ ⁶ permet de minimiser le nombre de cycles à initiation d'une fissure intergranulaire (équation 7.1). A l'inverse, le nombre de cycles à initiation sera maximisé pour les fortes valeurs de $\gamma_{\text{fract,GB}}$ et $\sigma_{c,GB}$.

⁶ Bien que σ_{crit} soit au dénominateur, le fait d'être élevé à la puissance $1-2\lambda$ inverse son influence

7.2 Apport des calculs atomistiques pour la rupture intergranulaire

Matériau	Type de joint de grain	$\gamma_{\text{fract,GB}}$ (J/m ²)	$\sigma_{\text{c,GB}}$ (GPa)	Référence	Méthode
Nickel	Interface cohérente	4,2	14,4	[Barbé 2018]	DFT
	$\Sigma 3$ (macle)	3,6	11,0		
	$\Sigma 3 + 0,42\%$ carbone	4,0	11,8		
	$\Sigma 3 + 4,16\%$ carbone	4,2	13,0		
	$\Sigma 3$ avec carbure Fe ₃ C	3,9	7,2		
	$\Sigma 9$ avec carbure Fe ₃ C	3,5	6,1		
	$\Sigma 9$	2,64	10,0		
	$\Sigma 101$	3,9	14,0	[Sicaud et al. 2019]	DM
	$\Sigma 5$	3,9	20,0		
	Interface cohérente	5,1	12,3	[Barbé 2018]	DFT
$\Sigma 3$	4,6	10,7			
$\Sigma 3$ avec carbure	4,4	7,5			
NiCr ₂ O ₄ / FeCr ₂ O ₄	$\Sigma 5$	2,8 / 2,6	16,9 / 14,1	[Van Brutzel et al. 2019]	DM
	$\Sigma 13$	3,2 / 2,1	13,9 / 9		
	$\Sigma 17$	4,1 / 2,9	16,3 / 13,8		
	$\Sigma 25$	3,3 / 1,8	16,7 / 10,8		
	$\Sigma 29$	3,2 / 1,8	14,6 / 12,3		
	$\Sigma 41$	3,5 / 1,4	17,1 / 11,5		

Tableau 7.4. Valeurs d'énergies de fracture et de contraintes critiques calculées pour différents joints de grains et publiées dans la littérature

GB fracture critical energies and fracture critical stresses computed for different GBs, published in literature

Matériau	$\gamma_{\text{fract,GB min}}$ (J/m ²)	$\gamma_{\text{fract,GB max}}$ (J/m ²)	$\sigma_{\text{c,GB min}}$ (GPa)	$\sigma_{\text{c,GB max}}$ (GPa)
Nickel	2,3	4,5	6,0	23,3
Cuivre	2,9	4,2	5,7	19,3
Acier 316L	2,8	5,1	6,8	25,5

Tableau 7.5. Valeurs d'énergies de fracture et de contraintes critiques pour des joints de grains généraux et spécifiques de nickel, cuivre et acier 316L calculées avec le modèle UBER

GB fracture critical energies and fracture critical stresses for general and specific GBs calculate for nickel, copper, and 316L SS with UBER model

7.3 COMPARAISONS ENTRE OBSERVATIONS ET PREDICTIONS DE L'INITIATION DU DOMMAGE INTERGRANULAIRE

7.3.1 Comparaisons des nombres de cycles à initiation

7.3.1.1 Comparaisons entre prédictions et observations des fissures intergranulaires du matériau de l'étude

Trois cas d'initiations de microfissures le long de joints de grains ont été mis en avant au chapitre 3. Ces fissures ont été détectées suite à des sollicitations cycliques réalisées sous air, à température ambiante à des niveaux de déformations correspondants au domaine oligocyclique. Les conditions détaillées des essais et des nombres de cycles à interruption sont résumées dans le tableau 3.1.

Une fissure avait été détectée suite à un arrêt de l'essai à 1000 cycles dans l'éprouvette K87-136 et deux fissures avaient été détectées pour des nombres de cycles situés entre 1000 et 2000 pour l'éprouvette K87-114. Les configurations cristallographiques détaillées relatives à ces cas d'initiations sont résumées dans le tableau 3.3. Sur les trois fissures intergranulaire détectées, une seule présente des caractéristiques proches de celles adoptées dans les calculs présentés dans les chapitre 4, chapitre 5 et chapitre 6 :

- Le grain contenant la/les BGP est un grain de type A (i.e. dont les vecteurs n et m du système primaire sont contenus dans le plan de la surface libre, figure 1.11) ;
- Le grain contenant la/les BGP présente un facteur de Schmid proche de 0,5 et est donc orienté pour le glissement simple.

Les comparaisons des nombres de cycles à initiation entre les observations expérimentales de la partie 3.4.2 et les simulations numériques sont présentées dans le tableau 7.6. Les encadrements des énergies de rupture et de contraintes critiques relatifs à l'acier 316L ont été utilisées pour ces prédictions (tableau 7.5).

L'ensemble des nombres de cycles à initiation prédits sont supérieurs à ceux observés expérimentalement. Les principales différences entre nos calculs et ces essais interrompus pouvant expliquer ces écarts sont :

- La prise en compte de l'impact d'une seule BGP contre le joint de grain (5.3.4) ;
- La prise en compte des BGP situées uniquement d'un seul côté du joint de grain ;
- La présence de grains anormalement gros ;

7.3 Comparaisons entre observations et prédictions de l'initiation du dommage intergranulaire

- L'environnement (air) dans lequel sont réalisées les essais. Les paramètres γ_{surf} et γ_{GB} sont issus de simulations atomistiques réalisées sous environnement de vide parfait.

Eprouvette	$\Delta\varepsilon_p/2$	t (μm)	L (μm)	Longueur de fissure (μm)	Type de grain	Angle α_{SB} ($^\circ$)	N_i expérimental	N_i prédit		
K87-136	$1,1 \cdot 10^{-3}$		200	11	Mixte	44	≤ 1000			
			160		Mixte	36				
			300		A	39				
K87-114	$1,4 \cdot 10^{-3}$	0,45 - 1	12	0,5	B	64	$\leq N_i \leq 2000$	8200		
			50					B	70	$< N_i < 18100$
			60					$\sim B$	90	$\leq N_i \leq 2000$

Tableau 7.6. Comparaisons des nombres de cycles à initiation observés et prédits pour l'acier 316L

Comparison of measured and predicted number of cycles to microcrack initiation in 316L SS

Néanmoins, les comparaisons entre nos observations et nos prédictions s'avèrent riches en enseignements :

- Celles-ci valident (tout comme de nombreuses observations issues de la littérature) la présence d'extrusions de BGPs au travers des joints de grains rompus. Ces extrusions sont difficilement détectables avant la rupture des joints (conditions de préparation et d'observation spécifiques). Dès lors qu'une fissure intergranulaire est initiée, la dilatation libre des BGPs est aisée et celles-ci deviennent rapidement détectables en surface (Figure 3.9.a et Figure 3.10.c) ;
- La formation d'embryons de fissure est également commune à nos observations et prédictions. Les cas d'initiations induits par l'impact de BGPs montrent la formation de petits embryons, situés d'un côté spécifique des BGPs (Figure 3.9.a, Figure 3.10.c et Figure 3.11.d). Les prédictions d'initiation de fissures considèrent également la formation d'embryons de quelques nanomètres (partie 6.3). En fonction de l'angle entre les BGPs et le joint de grain impacté, les prédictions montrent que ces embryons peuvent se former d'un côté préférentiel, ou des deux côtés (Figure 5.9).

7.3.1.2 Comparaisons entre prédictions et observations de la littérature pour le nickel, le cuivre et l'acier 316L

Des comparaisons entre observations issues de la littérature et prédictions des nombres de cycles à initiation sont présentées dans le tableau 7.7. Les paramètres d'entrée du modèle sont ceux établis suite à la revue des simulations atomistiques présentée dans la partie 7.2. Les données expérimentales du tableau 7.7 sont relatives à des études réalisées sur des polycristaux de nickel, de cuivre et d'acier 316L, ainsi que sur des bicristaux de cuivre.

Certaines expériences ont été réalisées de manière systématique afin de générer des statistiques significatives, ce qui permet de moyenniser les paramètres microstructuraux qui varient entre les différents cas d'initiation. Certains cas d'initiation concernent des événements uniques (comme pour nos travaux) et sont donc à comparer de manière plus précautionneuse aux prédictions. Pour cela, les nombres de fissures détectées sont indiqués dans le tableau 7.7.

- Nickel :

Les nombres de cycles à initiation mesurés par [Blochwitz et Richter 1999] sur des polycristaux de nickel présentent des accords qualitatifs avec les prédictions. Etant donné qu'aucune borne inférieure n'est présente, il est impossible de réaliser de comparaisons quantitatives.

Les nombres de cycles à initiation mesurés par [Morrison et Moosbrugger 1997] présentent des similitudes et des différences avec les prédictions :

- Les observations et les prédictions sont en accord pour les essais réalisés à la plus faible amplitude de déformation plastique ($2,5 \cdot 10^{-4}$), quelle que soit la taille de grains (avec cependant l'absence de borne inférieure).
- Les nombres de cycles à initiations relatifs aux essais réalisés à la plus forte amplitude de déformation plastique ($2,5 \cdot 10^{-3}$) pour les faibles et fortes tailles de grains sont plus faibles que ceux prédits numériquement.

Le nombre de cycles à initiation relatif à l'essai de [Dörr et Blochwitz 1987] sur un polycristal de nickel est légèrement inférieur à celui prédit. Néanmoins, une nouvelle fois les prédictions sont du bon ordre de grandeur pour un essai à faible amplitude de déformation plastique ($3 \cdot 10^{-4}$).

7.3 Comparaisons entre observations et prédictions de l'initiation du dommage intergranulaire

▪ Cuivre :

L'ensemble des nombres de cycles à initiation relatifs aux essais réalisés sur des polycristaux de cuivre sont inférieures à ceux prédits numériquement. L'ensemble des expériences ont été réalisées sur des polycristaux à forte taille de grains et pour des niveaux de déformation plastiques moyens à forts. Néanmoins, les écarts entre mesures et prédictions ne dépassent pas un ordre de grandeur.

De manière étonnante, les nombres de cycles à initiation relatifs aux essais réalisés sur des bicristaux de cuivre sont du même ordre de grandeur à ceux réalisés sur des polycristaux à faible tailles de grains. L'ensemble des expériences réalisées sur des polycristaux mettent en avant des diminutions des nombres de cycles à initiation lors d'essais avec des tailles de grains plus élevées : [Liang et Laird 1989 ; Morrison et Moosbrugger 1997] ainsi que nos travaux en comparaison des observations publiées dans la littérature par [Blochwitz et Richter 1999 ; Mineur 2000].

▪ Acier 316L :

Les nombres de cycles à initiation mesurés par [Mineur 2000] et [Blochwitz et Richter 1999] sur des aciers 316L polycristallins sont en accord qualitatif et quantitatif avec les prédictions :

- Des nombres de cycles à initiation plus élevés ont été mesurés lors des essais en environnement inerte par rapport aux essais réalisés sous air [Mineur 2000]. Les prédictions sont réalisées avec des données issues de calculs atomistiques réalisés sous environnement inerte (en ne considérant que le métal pur). La chimisorption de l'oxygène contenu dans l'air en surface des métaux conduit généralement à la diminution de leur énergie de surface, donc à une diminution de l'énergie de rupture. Les prédictions réalisées sous environnement air (O_2) engendreraient alors des nombres de cycles à initiation plus faibles que sous environnement inerte.
- Les nombres de cycles mesurés pour un environnement inerte ($5000 < N_i < 10000$) par [Mineur 2000] sont en accord avec ceux prédits ($8200 < N_i < 18100$).
- Les nombres de cycles à initiations mesurés par [Blochwitz et Richter 1999] ne présentent pas de borne inférieur. Les prédictions sont en bon accord avec les bornes supérieures mesurées.

7.3 Comparaisons entre observations et prédictions de l'initiation du dommage intergranulaire

7.3.1.3 Comparaisons avec les prédictions du modèle de [Tanaka et Mura 1981]

Comme indiqué en partie 5.1, le modèle pionnier pour la prédiction de l'initiation intergranulaire est celui proposé par [Tanaka et Mura 1981]. Ce modèle repose sur l'hypothèse d'un empilement irréversible de dislocations (pile-up) le long du joint de grains, croissant avec la déformation cyclique. L'épinglement de chaque dislocation sur un joint de grains engendre un accroissement de l'énergie emmagasinée. Une fissure s'initie lorsque cette énergie vaut l'énergie de rupture du joint de grains considéré. Le nombre de cycles à initiation est défini par :

$$N_i = \frac{8 \cdot \mu \cdot \gamma_{fract,GB}}{(1 - \nu) \cdot \pi \cdot d} \frac{1}{(\Delta\tau_{PSB} - \Delta\tau_0)^2} \quad (7.12)$$

avec μ le module de cisaillement isotrope, γ_{fract} l'énergie de rupture du joint de grains, ν le coefficient de Poisson, d la longueur du pile-up (qui est égale à la moitié de la taille de grain), $\Delta\tau_{PSB}$ la variation de cisaillement résolu et $\Delta\tau_0$ la contrainte critique de mobilité des dislocations.

Les nombres de cycles à initiations prédits par le modèle de [Tanaka et Mura 1981] sont comparés aux observations expérimentales (reprises du tableau 7.7) ainsi qu'aux prédictions du modèle développé pour le nickel, le cuivre et l'acier 316L. Les encadrements d'énergie de rupture établis dans le tableau 7.5 sont utilisés.

Les nombres de cycles à initiation prédits par le modèle de [Tanaka et Mura 1981] sont très inférieurs aux nombres de cycles observés et prédits par notre modèle. La non prise en compte de l'épaisseur fini des BGP en est la raison principale. Un constat identique a été réalisé par [Sauzay et Moussa 2013] concernant la contrainte macroscopique à initiation d'une fissure le long d'un joint de grains dans le cas d'un acier irradié déformé en traction. L'épaisseur finie des bandes claires formées lors de la traction sur cet acier irradié engendrait des fortes diminutions des champs de contraintes intergranulaires, et augmentait dès lors la contrainte macroscopique à initiation des fissures intergranulaires.

Néanmoins, le cas du polycristal de nickel à très forte taille de grains sollicité à forte amplitude de déformation plastique ($290 \mu\text{m}$ à $\Delta\varepsilon_p/2=2,5 \cdot 10^{-3}$ de [Morrison et Moosbrugger 1997]) présente un accord intéressant avec le modèle de [Tanaka et Mura 1981]. La très faible durée de vie de ces échantillons due à une très forte activité plastique dès les premiers cycles pourrait rendre applicable leur approche.

7.3 Comparaisons entre observations et prédictions de l'initiation du dommage intergranulaire

L'avantage du modèle de [Tanaka et Mura 1981] par rapport au notre réside dans la prise en compte de la taille de grains (au travers de la longueur du pile-up). Selon leur modèle, le nombre de cycles à initiation est linéairement dépendant de la taille de grains. Cela explique les durées de vies égales à un cycle dans le cas des bicristaux de cuivre qui présentent des tailles de grains millimétriques.

A l'inverse, l'avantage de notre modèle réside dans la prise en compte :

- De l'épaisseur des BGP ;
- Du critère énergétique et en contrainte ;
- De l'orientation entre la BGP et le joint de grains ;
- De la production, l'annihilation et la diffusion des lacunes dans les BGP vers la matrice.

7.3 Comparaisons entre observations et prédictions de l'initiation du dommage intergranulaire

Matériau	Environnement	$\Delta\epsilon_p/2$	t (μm)	L (μm)	Longueur de fissure (μm)	Nombre de fissures	Ni expérimental (cycles)	Ni prédit (cycles)	Ni prédits [Tanaka et Mura 1981] (cycles)	Référence
Ni polycristal	Air	5.10^{-4}	1 – 2	26	< 26	21	< 36781 (Nr)	4600 < Ni < 10100	240 < Ni < 469	[Blochwitz et Richter 1999]
	Air	3.10^{-4}		26		484	< 60000			
	Air	$2,5.10^{-4}$		24	25	< 145000 (66% Nr)				
	Air	$2,5.10^{-3}$		290	150	X	< 400 (8% Nr)	21 < Ni < 42	[Morrison et Moosbrugger 1997]	
	Air	$2,5.10^{-4}$		290	25		< 12000 (27% Nr)			
	Air	$2,5.10^{-3}$		24	25	< 1700 (27% Nr)	259 < Ni < 508			
	Air	3.10^{-4}		150	100-150	1	12000 < Ni < 18000	42 < Ni < 81	[Dörr et Blochwitz 1987]	
Cu polycristal	Air	1.10^{-3}	1 – 2	100	< 100	12	< 10000 (25%Nr)	23800	71 < Ni < 102	[Liu et al. 1992]
	Air	2.10^{-3}		400	5	1	< 7000	< Ni <	18 < Ni < 26	[Figueroa et Laird 1983]
	Air			400	5	1	500 < Ni < 1000			
	Air			400	5	1	1500 < Ni < 3500	45100		
Cu bicristal	Air	5.10^{-4}	10 – 20	6000	X	1	< 50000	9000	≈ 1	[Zhang et Wang 2003]
	Air	2.10^{-3}		6000		1	< 10000	17200		[Zhang et al. 1999a]
	Air	5.10^{-4}		6000		1	< 20000		[Zhang et Wang 2008]	
	Air	2.10^{-3}		6000		1	< 20000		[Zhang et al. 1999b]	
	Air	$1,35.10^{-3}$		6000		1	< 10000			
316L polycristal	Air	2.10^{-3}	0,45 – 1	30	< 30	≈ 100	< 5000 (20%Nr)	8200 < Ni < 18100	1089 < Ni < 1983	[Mineur 2000]
	Vide			30		5000 < Ni < 10000 (15%Nr)				
	Air	1.10^{-3}		47	< 47	93	< 10000 (20%Nr)	695 < Ni < 1266	[Blochwitz et Richter 1999]	
	Air	$2,5.10^{-4}$		47	< 40000 (20%Nr)					

Tableau 7.7. Comparaisons des nombres de cycles à initiation mesurés expérimentalement et prédits par le modèle développé et celui de [Tanaka et Mura 1981] pour le nickel, le cuivre et l'acier 316L

Comparison of number of cycles to microcrack initiation measured and predicted by the developed model and with [Tanaka et Mura 1981] model for nickel, copper and 316L SS

7.3 Comparaisons entre observations et prédictions de l'initiation du dommage intergranulaire

7.3.1.4 Probabilités d'apparition d'une fissure intergranulaire pour l'acier 316L, le nickel et le cuivre

A partir des plages de variations des différents paramètres d'entrée du modèle établi ($A_{(\Theta)}$, $C_{(\Theta)}$, t , γ_{fract} , σ_{crit}) pour chaque matériau étudié (nickel, cuivre et acier 316L), des densités de joints de grains fissurés en fonction du nombre de cycles sont déterminées et comparées pour chaque matériau. Pour cela, mille tirages aléatoires ont été réalisés. Chaque tirage admet les variations des paramètres précédemment établies. Les plages de variation de chaque paramètre sont résumées dans le tableau 7.8.

La variation du paramètre Θ (angle entre le joint de grains et la BGP) est de 0 à 120° avec une équiprobabilité de tirage. Les paramètres $A_{(\Theta)}$ et $C_{(\Theta)}$ sont respectivement calculés à partir des équations 5.6 et 6.9 (établies pour le cuivre). Les épaisseurs de BGP sont considérées comme équiprobables dans une gamme de 1 à 2,2 μm et de 1 à 2 μm respectivement pour le nickel et le cuivre. Les mesures par AFM de [Man et al. 2002] d'épaisseurs de BGPs formées dans 110 grains d'un polycrystal d'acier 316L déformé cycliquement ont permis de déterminer leurs probabilités d'apparition. Ainsi, la variable t n'est plus équiprobable dans ce cas, elle est indexée sur les statistiques établies par [Man et al. 2002] (avec un maximum de tirages pour des épaisseurs de t comprises entre 0,35 et 0,45 μm , qui représente 31% des cas). Les plages de variations de γ_{fract} et σ_{crit} sont également équiprobables et dépendent du matériau considéré (partie 7.2).

Matériau	Θ (°)	$A(\Theta)$	$C(\Theta)$	t (μm)	$\gamma_{\text{fract,GB}}$ (J/m^2)	$\sigma_{\text{c,GB}}$ (GPa)
Nickel	0-120	équation 5.6	équation 6.9	1 – 2,2	2,3 – 4,5	6,0 – 23,3
Cuivre				1 – 2	2,9 – 4,2	5,7 – 19,3
316L				0,15 – 1,15	2,8 – 5,1	6,8 – 25,5

Tableau 7.8. Plage de variation des paramètres d'entrée du modèle pour le nickel, le cuivre et l'acier 316L basée sur la littérature

Variation range of the developed model input parameters for nickel, copper and 316L SS based on literature

La figure 7.6 présente les probabilités de formation d'une fissure intergranulaire induite par l'impact d'une BGP pour les trois matériaux considérés dans notre étude. Les trois courbes présentent des allures similaires. Tel qu'observé expérimentalement (tableau 7.7), les premières fissures s'initient dans le nickel, puis l'acier 316L et enfin le cuivre.

7.3 Comparaisons entre observations et prédictions de l'initiation du dommage intergranulaire

L'aspect général des courbes correspond aux observations de [Bataille et Magnin 1994] réalisées sur un acier 316L polycristallin sollicité à différents niveaux de déformations. Néanmoins, il s'agit là d'une observation purement qualitative car l'étude de [Bataille et Magnin 1994] ne s'est pas focalisée sur l'initiation des fissures intergranulaires. Tous les types de fissures ont été considérés et aucune distinction n'est faite dans la présentation des résultats. Les fissures de type I ont une longueur inférieure à une taille de grain, les types II ont une longueur de quelques grains et les types III sont des fissures longues. Les observations sont présentées pour deux amplitudes de déformation plastique différentes dans la figure 7.7.

Des observations réalisées sur des polycristaux de nickel et d'acier 316L ont été présentées en figure 1.20 [Blochwitz et Richter 1999]. Des essais ont été menés sur ces deux matériaux jusqu'à atteindre une chute de 5% de l'amplitude de contrainte stabilisée (donc proche de la durée de vie). Des densités de fissures de $29,4.\text{mm}^{-2}$ et de $21,6.\text{mm}^{-2}$ avaient été mesurées pour les éprouvettes en acier 316L sollicitées respectivement à des amplitudes de déformation plastique de $\Delta\varepsilon_p/2 = 2,5.10^{-4}$ et $\Delta\varepsilon_p/2 = 1.10^{-3}$. Des densités de fissures de $80,7.\text{mm}^{-2}$ et de $50.\text{mm}^{-2}$ avaient été mesurées pour les éprouvettes de nickel sollicitées respectivement à des amplitudes de déformation plastique de $\Delta\varepsilon_p/2 = 3.10^{-4}$ et $\Delta\varepsilon_p/2 = 5.10^{-4}$. Ces tendances sont en parfait accord avec le modèle développé. Tout au cours de la durée de vie d'éprouvettes de nickel et d'acier 316L, les densités d'amorces de fissures intergranulaires sont plus élevées pour le nickel que pour l'acier 316L.

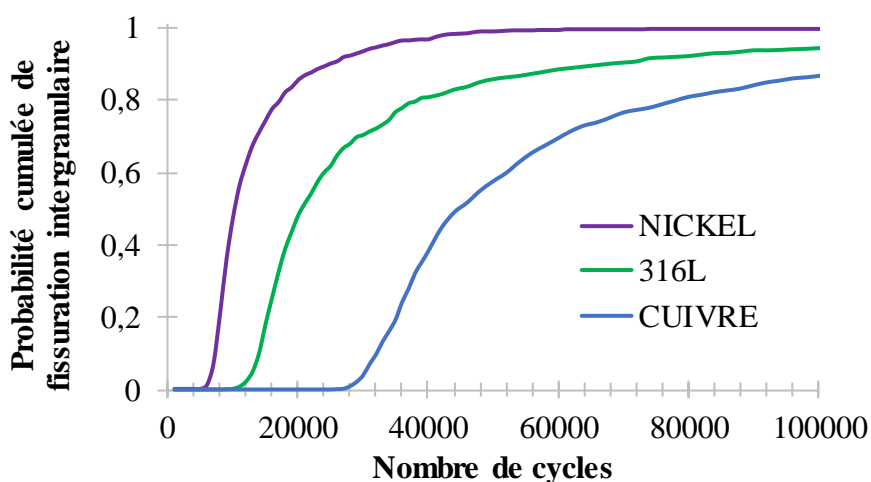


Figure 7.6. Courbes de probabilités cumulées de formation de fissures intergranulaires pour le nickel, le cuivre et l'acier 316L à partir de mille tirages aléatoires des paramètres du modèle

Cumulated probabilities of GB microcrack initiation for nickel, copper and 316L SS obtained from a thousand random draws of the model input parameters

7.3 Comparaisons entre observations et prédictions de l'initiation du dommage intergranulaire

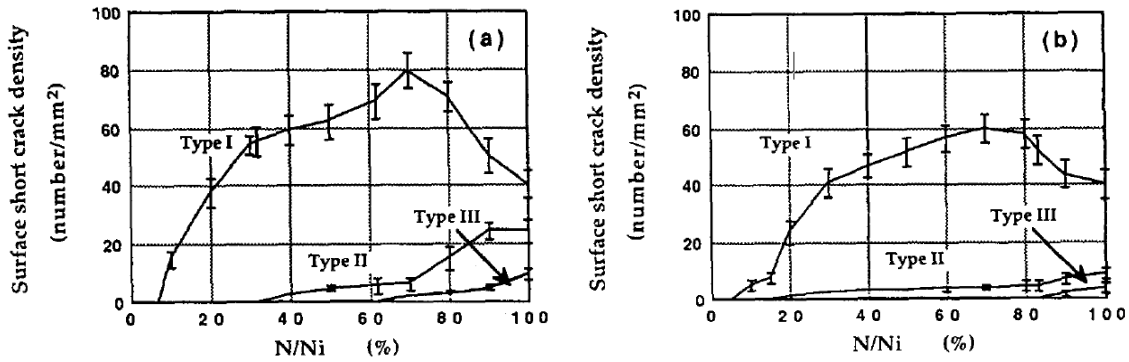


Figure 7.7. Evolution du type de fissure en fonction de la durée de vie pour des essais cycliques sous air d'un acier 316L : (a) à $\Delta\epsilon_p/2 = 4.10^{-3} Ni = 7500$ cycles, (b) et à $\Delta\epsilon_p/2 = 4.10^{-4} Ni = 268000$ cycles [Bataille et Magnin 1994]

Evolution of surface crack type in function of the lifetime during cyclic tests of a 316L SS under air. (a) à $\Delta\epsilon_p/2 = 4.10^{-3} Ni = 7500$ cycles, (b) et à $\Delta\epsilon_p/2 = 4.10^{-4} Ni = 268000$ cycles [Bataille and Magnin 1994]

7.3.2 Retour sur les joints de grains déformés par l'impact de BGPs, présentés dans le chapitre 4

Certains des cas d'initiation issus de la littérature présentés en partie 7.3.1 ne présentent pas de borne inférieure (en terme de nombre de cycles à initiation). Les comparaisons rigoureuses entre simulations et expériences sont donc plus délicates. Il est simplement connu que des microfissures ont été observées à 5000 cycles par exemple.

A l'inverse, de nombreuses observations sont disponibles pour des configurations sur lesquelles aucune fissure ne s'est initiée. Néanmoins, des signes de l'effet des BGPs restent visibles, caractérisés par des extrusions le long des joints de grains impactés par ces BGPs. Ces études représentent une borne inférieure pertinente, pour les observations présentées dans la partie 7.3.1.

Différents cas de joints de grains déformés par l'extrusion de BGPs ont été présentés en partie 4.4.2 pour le cuivre et le nickel. La figure 4.22 présente les hauteurs d'extrusions de ces joints de grains en fonction du nombre de cycles, de l'épaisseur des BGPs, et de la structure de dislocation du grain voisin impacté par les BGPs.

L'ensemble de ces configurations sont comparées aux prédictions du nombre de cycles à initiation dans le tableau 7.9. Les prédictions présentées tiennent compte du matériau, de l'épaisseur de BGP et des encadrements de contraintes critiques σ_{crit} et énergies de fracture des

7.3 Comparaisons entre observations et prédictions de l'initiation du dommage intergranulaire

jointes γ_{fract} de joints de grains généraux et spécifiques (tableau 7.5).

- Nickel :

Si nous considérons des grains voisins élastiques dans le nickel, notre modèle prédit des nombres de cycles à initiation inférieurs à ceux pour lesquels les observations ont été réalisées dans les études de [Weidner et Skrotzki 2010] et [Man et al. 2012], sans qu'aucune fissure ne soit observée. Le point commun entre les microstructures observées lors de ces expériences est la présence de structures de type veines-canaux dans les grains impactés par les BGP. Les structures veines-canaux sont généralement formées dans les grains orientés pour le glissement simple. Les travaux présentés dans la partie 4.3.2 ont permis de mettre en évidence une plus grande accommodation de l'extrusion engendrée par l'impact des BGPs le long des joints de grains du fait de la plasticité dans le grain voisin. De plus, la présence d'une zone « tampon », pauvre en dislocations (DFZ) est visible dans les clichés de l'étude de [Weidner et Skrotzki 2010]. Une plus grande accommodation de la dilatation libre des BGPs a été mise en avant dans la partie 4.3.3 pour ces configurations, ce qui induit potentiellement un allongement de la durée de vie.

- Cuivre :

Le dommage intergranulaire induit par l'extrusion d'une BGP au travers d'un joint de grains dans l'étude de [Winter et al. 1981] est surestimé par le modèle développé. Ce joint présente certes une forte extrusion induite par l'impact d'une BGP après 100000 cycles, mais aucun signe de fissuration n'est visible. Les prédictions sous-estiment au minimum d'un facteur deux à trois le nombre de cycles à initiation. Néanmoins, la présence d'une zone pauvre en dislocation le long du joint de grains impacté (figure 4.19) dénommée « dislocation free zone » (DFZ) engendre une amplification de l'extrusion de la BGP (partie 4.3.3). Cette amplification est cependant accompagnée d'une nette diminution du champ de contrainte intergranulaire induit, ce qui conduit logiquement à un rallongement du nombre de cycles à initiation.

L'ensemble des prédictions relatives aux essais sur bicristaux de [Zhang et Wang 2003] sont en accord avec les prédictions du modèle. Les nombres de cycles à initiation prédits sont plus élevés que les nombres de cycles auxquels les observations ont été réalisées.

7.3 Comparaisons entre observations et prédictions de l'initiation du dommage intergranulaire

▪ Acier 316L :

La seule observation d'un joint de grains déformé par l'impact d'une BGP et non rompu dans le cas de l'acier 316L est celle présentée brièvement en partie 3.3. Des observations réalisées après 3000 cycles ont mis en avant une déformation d'un joint de grain induit par l'extrusion d'une BGP. Les prédictions du modèle sont en accord avec cette observation et proposent qu'une fissure s'initie pour cette configuration entre 11000 et 17300 cycles.

Matériau	Environnement	$\Delta\epsilon_p/2$	t (μm)	L (μm)	Microstructure grain voisin	Présence de DFZ	Nombres de cycles à observations (sans fissure)	Ni prédit (cycles)	Référence
Nickel	Air	5.10^{-4}	1,9	80	Veines - Canaux	Oui	30000	4700 <Ni< 7700	[Weidner et Skrotzki 2010]
	Air		1,3					5600 <Ni< 9100	
	Air		1,0			Non		6200 <Ni< 10100	
	Air	5.10^{-4}	2,2	80	Veines - Canaux		32000	4500 <Ni< 7300	[Man et al. 2012]
Cuivre	Air	$\approx 5,6.10^{-4}$	0,9	200	Veines - Canaux	Non	100000	33200 <Ni< 47000	[Winter et al. 1981]
	Air		1,5					26800 <Ni< 38100	
	Air	5.10^{-4}	1,5	6000	Labyrinthe	Oui	20000	26800 <Ni< 38100	[Zhang et Wang 2003]
	Air		1,1					30500 <Ni< 43300	
	Air		1,3					28500 <Ni< 40400	
316L	Air	$1,1.10^{-3}$	0,5	200	X	X	3000	11000 <Ni< 17300	chapitre 3

Tableau 7.9. Comparaisons entre configurations non-fissurées expérimentales et prédictions des nombres de cycles à initiation

Comparison between experimental observations of PSB extrusion through GBs without any microcrack, and predicted number of cycles to microcrack initiation

7.3.3 Effets des paramètres microstructuraux sur les nombres de cycles à initiation

Certaines études détaillées sur les configurations cristallographiques et microstructurales des sites d'initiations de microfissures intergranulaires ont été présentées en partie 5.4. L'influence des angles entre BGPs et joints de grains ont été étudiées vis-à-vis de la probabilité de formation de microfissures intergranulaires à un nombre de cycles donné.

Comparaison à l'étude de [Liu et al. 1992] :

L'étude de [Liu et al. 1992] a permis de détailler les configurations cristallographiques mis en jeux dans l'initiation de douze fissures intergranulaires dans le cas d'un polycristal de cuivre présentant une taille de grains moyenne de 100 μm , sollicité cycliquement à température ambiante à une amplitude de déformation plastique de $\Delta\epsilon_p/2 = 5.10^{-4}$. Les observations ont été

7.3 Comparaisons entre observations et prédictions de l'initiation du dommage intergranulaire

réalisées à 20000 cycles, soit environ 25% de la durée de vie.

Les notations adoptées par les auteurs ont été adaptées à celles adoptées dans les chapitre 4, chapitre 5 et chapitre 6. Le tableau 7.10 caractérise les configurations cristallographiques des sites d'amorçage ainsi que nos prédictions des nombres de cycles à initiation (équation 7.1) tenant comptes de ces configurations microstructurales. Un excellent accord est obtenu entre le nombre de cycles auquel l'essai a été interrompu et les prédictions du modèle. Toutes les prédictions engendrent des nombres de cycles inférieurs à 20000 cycles. Néanmoins, les prédictions pour des faibles et fortes valeurs de Θ n'ont pu être réalisées car les valeurs de $A(\Theta)$ ou $C(\Theta)$ deviendraient négatives, ce qui engendrerait un nombre de cycles à initiation négatif. Lorsque la valeur de l'angle Θ est comprise dans un intervalle de 70° et 80° , les nombres de cycles à initiation prédits sont les plus faibles. Lorsque la valeur de l'angle Θ s'éloigne de cet intervalle, les nombres de cycles à initiation augmentent (figures 5.10 et 6.7). Parmi les douze amorces de fissures étudiées, le plus faible nombre de cycles à initiation est compris entre 4900 et 10700, tandis que le plus fort est compris entre 8800 et 19400.

α_{SB} ($^\circ$)	α_{GB} ($^\circ$)	Θ ($^\circ$)	$A(\Theta)$	$C(\Theta)$	Ni
48	13	55	0,931	0,892	6000 < Ni < 13200
39	23	74	1,042	1,422	4900 < Ni < 10700
45	38	83	0,926	1,441	4900 < Ni < 10800
46	19	63	1,029	1,183	5300 < Ni < 11600
31	5	64	1,037	1,213	5200 < Ni < 11400
31	28	87	0,835	1,393	5100 < Ni < 11200
35	11	66	1,048	1,269	5100 < Ni < 11200
43	46	93	0,652	1,254	5500 < Ni < 12100
51	19	58	0,975	1,010	5700 < Ni < 12500
71	6	25	0,283	-0,470	X
37	58	111	-0,198	0,385	X
68	22	44	0,715	0,395	8800 < Ni < 19400

Tableau 7.10. Configurations cristallographiques des sites d'initiation de microfissures intergranulaires dans un polycristal de cuivre à taille de grain moyenne 100 μm . Observations réalisées par [Liu et al. 1992] au bout de 20000 cycles à $\Delta\varepsilon_p/2 = 5.10^{-4}$. Prédiction des nombres de cycles à initiation tenant compte des orientations entre BGPs (au travers du système primaire) et joints de grains.

Crystallographic configurations of crack initiation sites in a copper polycrystal, and predicted number of cycles to crack initiation accounting for the angles between PSBs and GBs. Observations of [Liu et al. 1992] after 20000 cycles under $\Delta\varepsilon_p/2 = 5.10^{-4}$

7.3 Comparaisons entre observations et prédictions de l'initiation du dommage intergranulaire

Comparaison à l'étude de [Dörr et Blochwitz 1987] :

La seconde étude présentée en partie 5.4 est celle de [Dörr et Blochwitz 1987] réalisée sur différents polycristaux de nickel à tailles de grains moyennes comprises entre 100 et 200 μm , déformés cycliquement à température ambiante, sous air, à des amplitudes de déformation plastiques comprises entre $0,75 \cdot 10^{-4}$ et $3 \cdot 10^{-4}$. Les essais ont été interrompus après des chutes de 90% des amplitudes de contraintes par rapport à la contrainte de saturation. Ces arrêts sont donc théoriquement très proche de la durée de vie. Les nombres de cycles des observations microstructurales sont compris entre 10^4 et 10^5 respectivement pour les fortes et faibles amplitudes de déformations plastiques imposées.

Etant donné que les configurations cristallographiques et microstructurales exactes des sites d'initiation ne sont pas renseignées dans cette étude, des tirages aléatoires sur plusieurs milliers de configurations ont été réalisés :

- Epaisseur de BGP entre 1 μm et 2,2 μm (Tableau 7.8) ;
- Energie de fracture entre 2,3 J/m^2 et 4,5 J/m^2 (Tableau 7.8) ;
- Contrainte critique entre 6 GPa et 23 GPa (Tableau 7.8) ;
- Angle Θ entre 0° et 120° .

La figure 7.8.a présente les prédictions des nombres de cycles à initiation minimum, maximum et à partir des tirages aléatoires décrits ci-dessus en fonction des angles Θ (également tirés aléatoirement). Une forte variabilité est prédite à partir de l'ensemble des tirages. Les plus faibles nombres de cycles à initiation sont situés autour de 6000 et les plus forts autour de 48000 (ce qui représente un facteur huit).

La figure 7.8.b présente les probabilités d'initiation de fissure intergranulaire pour des nombres de cycles de 10^4 et 10^5 (qui sont les mêmes auxquels les auteurs ont interrompus leurs essais). La faible variation des nombres de cycles à initiation pour des angles Θ situés autour de 70° (figure 7.8.a) engendre logiquement des probabilités extrêmement proches pour ces mêmes angles. Lorsque le nombre de cycles à initiation passe de 10^4 à 10^5 , un élargissement de la plage de Θ pour laquelle des joints de grains sont fissurés est prédit. Un maximum de microfissures ont été détectées expérimentalement pour des angles Θ compris entre 60 et 100 degrés (figure 5.15), ce qui est en excellent accord avec les prédictions réalisées. A noter qu'aucune distinction n'avait été réalisée entre fissures initiées avant 10^4 cycles et fissures initiées avant 10^5 cycles

7.3 Comparaisons entre observations et prédictions de l'initiation du dommage intergranulaire

d'un point de vue expérimental.

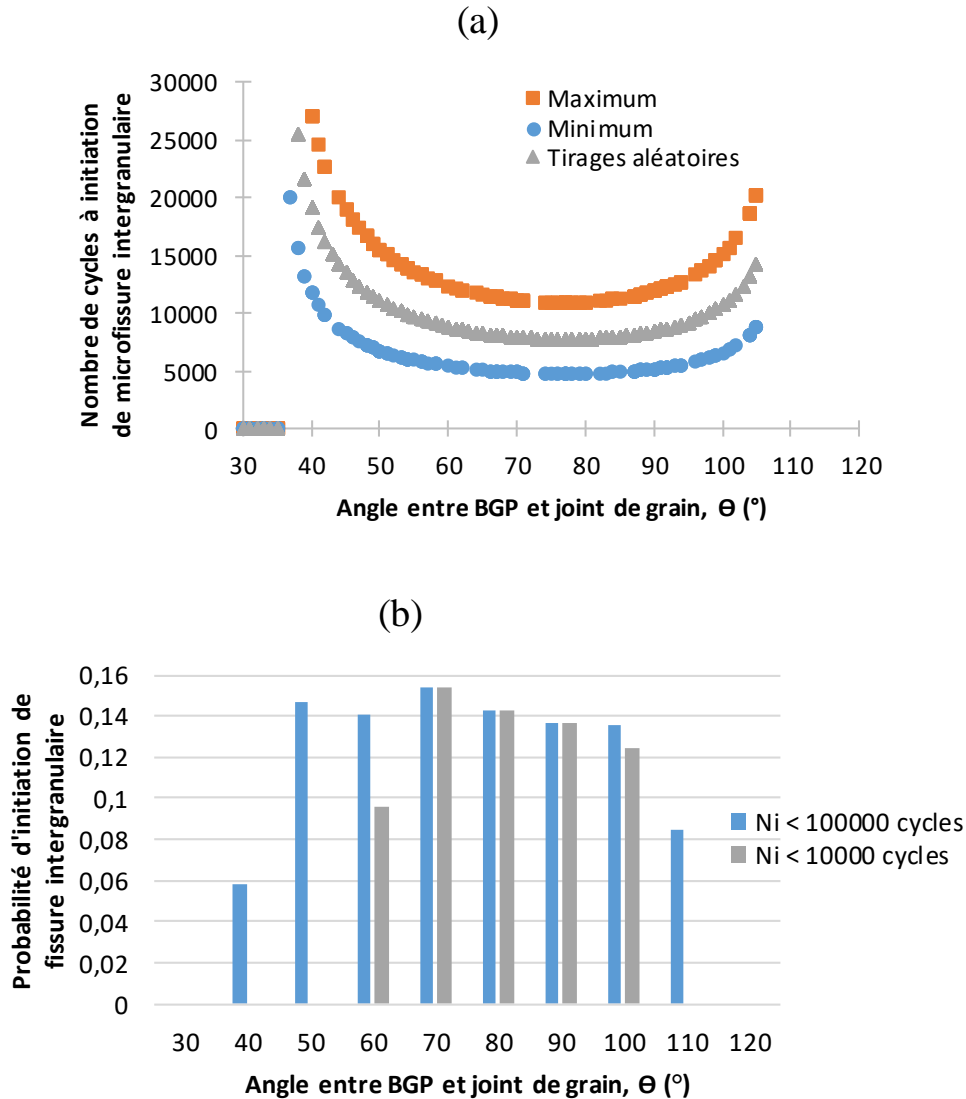


Figure 7.8. (a) Nombres de cycles à initiation prédits à partir de tirages aléatoires de configurations cristallographiques et microstructurales, et des propriétés des joints de grains pour le nickel en fonction de l'angle θ . (b) Probabilité d'initiation de fissure intergranulaire pour des nombres de cycles de 10^4 et 10^5 à partir de tirages aléatoires en fonction de l'angle θ .

(a) Predicted number of cycles to microcrack initiation from random draws of crystallographic and microstructural configurations and GB properties in nickel in function of the angle θ ; (b) Probability densities of microcrack initiation between 10^4 and 10^5 cycles from random draws of input parameters in function of the angle θ

7.3 Comparaisons entre observations et prédictions de l'initiation du dommage intergranulaire

Comparaison à l'étude de [Marx et al. 2018] :

Des essais de déformation cyclique sous air et à température ambiante ont été réalisés par [Marx et al. 2018] sur un polycrystal de nickel avec une taille de grains moyenne de 400 μm . Une amplitude de déformation plastique de $\Delta\varepsilon_p/2=10^{-3}$ a été imposée durant 850 000 cycles (ce qui est proche de la durée de vie).

Une analyse fine de la surface au MEB a mis en avant 25 cas d'initiation intergranulaire, dont 18 correspondent à des joints de macles et 7 à des joints de grains d'autres types. Ces observations expérimentales sont comparées aux prédictions du modèle à partir d'une étude bibliographique spécifique au nickel. Celle-ci a permis de déterminer des encadrements (i) des épaisseurs de BGPs et (ii) des contraintes critiques et énergies de fracture des joints généraux et spécifiques. Les configurations cristallographiques recensées par [Marx et al. 2018] ainsi que les nombres de cycles à initiation prédits sont résumés dans le tableau 7.11.

Les indices A et B permettent de distinguer les grains de part et d'autre des joints fissurés. Les colonnes représentent :

- Les angles entre systèmes primaires et la direction de traction (α_{SB} , à défaut d'avoir des clichés MEB de la surface permettant une mesure directe de l'angle que forment les BGPs avec la direction de traction) ;
- Les angles entre joints de grains et la direction de traction (α_{GB}) ;
- Les angles entre systèmes primaires et les joints de grains (Θ) ;
- Les préfacteurs $A(\Theta)$ et $C(\Theta)$, relatifs au développement asymptotique du champ de contrainte normal et de l'expression du taux d'énergie libérée ;
- L'encadrement des nombres de cycles à initiation, tenant compte des valeurs pour le grain A et le grain B (à défaut de savoir lequel a porté les BGPs ayant endommagé le joint).

L'ensemble des nombres de cycles à initiation prédits sont très inférieurs aux nombres de cycles très élevés pour lequel les observations des fissures ont été réalisées. Néanmoins, ces chiffres restent cohérents et du bon ordre de grandeur en comparaison des travaux de la partie 7.3.1.2.

$\alpha_{SB, A}$ (°)	$\alpha_{SB, B}$ (°)	α_{GB} (°)	Θ_A (°)	Θ_B (°)	$A(\Theta_A)$	$C(\Theta_A)$	$C(\Theta_B)$	$A(\Theta_B)$	Ni (cycles)
29,5	50,5	30,5	91	70	0,58	1,32	1,38	0,86	4900 < Ni < 12000
71,0	68,9	73,4	92	94	0,55	1,29	1,22	0,49	5400 < Ni < 12800
61,2	68,9	61,4	90	83	0,60	1,34	1,46	0,76	4900 < Ni < 12000
33,5	53,0	29,5	86	67	0,70	1,43	1,30	0,85	5000 < Ni < 11400
75,6	53,0	40,5	55	78	0,76	0,90	1,47	0,82	4800 < Ni < 13600
56,7	53,0	71,5	105	109	0,11	0,76	0,54	-0,05	8700 < Ni < 26000
35,7	78,7	47,1	101	58	0,25	0,94	1,04	0,80	5600 < Ni < 16000

Tableau 7.11. Nombres de cycles à initiation intergranulaires prédits pour un polycrystal de nickel en fonction des angles entres systèmes primaires et joints de grains [Marx et al. 2018]

Number of cycles to GB microcrack initiation predicted in function of the angle between PSB (through primary slip system) and GB. [Marx et al. 2018]

7.4 DISCUSSION

Le modèle développé tient exclusivement compte de paramètres physiques dont les valeurs sont largement présentes dans la littérature (pour les métaux purs et les alliages les plus communs). Les prédictions obtenues avec ce modèle présentent un accord convenable avec les observations expérimentales disponibles pour certaines conditions. L'accord entre expériences et simulations est très bon dans le cas de polycristaux à tailles de grains standard, sollicités à des amplitudes de déformations moyennes à faibles.

Notons que l'ensemble des comparaisons proposées sont à interpréter avec précaution étant donné que dans la plupart des cas, les bornes inférieures et supérieures des nombres de cycles à initiation du point de vue expérimental ne sont pas disponibles dans la littérature. L'étude bibliographique présentée dans le chapitre 1 a permis de mettre en lumière l'existence de certains paramètres ayant une influence majeure sur l'initiation intergranulaire. Les quatre principaux paramètres sont le matériau et sa taille de grains, l'environnement et l'amplitude de déformation plastique. Le modèle proposé tient compte du matériau considéré au travers des épaisseurs caractéristiques des BGP (qui dépend de l'énergie de faute d'empilement, et de la SRO), des énergies de surface et des paramètres de fracture des joints de grains. L'environnement est également pris en compte dans le modèle proposé au travers des énergies de surface qui sont influencées par l'environnement dans lequel les essais sont réalisés. Pour le moment, le modèle proposé ne tient pas compte de la taille de grains et de l'amplitude de déformation plastique. Ces paramètres sont pourtant bien identifiés comme pouvant affecter l'initiation intergranulaire (parties 1.4.2.1 et 1.4.2.2).

Pour aller plus loin dans la précision des prédictions, ces deux paramètres sont nécessairement à introduire dans les modélisations. L'influence de ces deux paramètres sur le nombre de cycles à initiation semble néanmoins commune. En effet, un accroissement de la taille de grains engendre un accroissement des contraintes internes dues aux incompatibilités élastoplastiques entre gros grains mal orientés [Liang et Laird 1989 ; Höppel et al. 2017]. Une augmentation de l'amplitude de déformation plastique engendre une augmentation du nombre de grains pour lequel le plateau de formation des BGPs est atteint (partie 1.3.2, [Sauzay 2006]). Ainsi, bien que ces deux paramètres n'aient pas exactement la même influence, ils engendrent tous deux un accroissement des contraintes dans les grains et permettent à plus de grains de former des BGPs. Ainsi, lorsque le nombre de BGPs augmente, la probabilité de rencontrer une configuration favorable à l'initiation intergranulaire augmente nécessairement. Par exemple, les impacts de BGPs contre un joint de grains issues de l'activation de deux systèmes de glissement différents. Cette configuration a été observée dans le cadre des essais interrompus présentés dans la partie 3.4.2. Le scénario qui semble probable est la transmission partielle de l'un des deux systèmes, combiné au blocage de l'autre (figure 3.8 et figure 3.10). Ainsi, les contraintes internes issues de la transmission partielles (au travers des dislocations résiduelles) combinées à l'impact d'un autre système de glissement pourrait engendrer un accroissement des champs de contraintes intergranulaires et favoriser la formation de fissures.

Comme mentionné dans la partie 4.3, aucune autre évaluation quantitative du terme de production de lacunes n'a été effectuée depuis les travaux de [Polák et Sauzay 2009]. La reproduction de ces expériences sur d'autres métaux et alliages ainsi qu'un élargissement des conditions expérimentales permettraient alors un renseignement plus précis des valeurs de ce paramètre. L'expression analytique du nombre de cycles à initiation est inversement dépendant du terme de production de lacunes par cycle p (équation 7.1). Il est important de noter que p est le seul paramètre élevé à une puissance égale à un. Tous les autres paramètres sont élevés à des puissances inférieures, ce qui fait potentiellement de p le paramètre principal s'il présentait des variations importantes en fonction du matériau ou des conditions expérimentales imposées.

Enfin, un approfondissement de la compréhension des mécanismes associés à la plasticité dans les grains impactés par les BGPs est nécessaire. Une compétition a été mise en avant entre nombre de systèmes de glissement activés et contrainte de cisaillement résolue à saturation dans la partie 4.3.2 (qui traite de l'extrusion des BGPs au travers des joints de grains). L'activation de la plasticité engendre une plus forte extrusion des BGPs le long des joints de grains, associée à des champs de contraintes plus faibles qui sont la conséquence d'une accommodation

plastique de la dilatation libre des BGPs.

7.5 CONCLUSIONS

Les formules analytiques développées dans le chapitre 6 combinées à un travail bibliographique portant sur les paramètres d'entrée ont permis de réaliser de multiples comparaisons avec les résultats et observations expérimentales réalisées dans le cadre de ces travaux de thèse ou également disponibles dans la littérature :

- Les nombres de cycles à initiation de microfissure intergranulaire mesurés sur un acier 316L à forte taille de grains (chapitre 3) sont inférieurs à ceux prédits par le modèle. La plupart des fissures intergranulaires observées sont plus complexes que les hypothèses de calcul admises. Des évolutions de celles-ci seront proposées.
- Les nombres de cycles à initiation de microfissure intergranulaire publiés dans la littérature pour le nickel, le cuivre et l'acier 316L présentent des accords tout à fait convenables avec les prédictions pour des matériaux à tailles de grains standard et pour des amplitudes de déformations imposées faibles à moyennes.
- Les prédictions et les expériences en présence d'une transmission du glissement au travers des joints de grains montrent généralement un accroissement du nombre de cycles à initiation. Cela s'explique par la baisse très importante des champs de contraintes associés.
- La prise en compte des propriétés cristallographiques et microstructurales des configurations locales d'initiation intergranulaire sur les nombres de cycles à initiation permet d'accroître fortement la précision des prédictions et offre un excellent accord. Des facteurs huit ont été mis en avant entre nombres de cycles à initiation à partir de la variabilité des paramètres d'entrée du modèle.

The analytical formulas developed in the sixth chapter, combined with a bibliographic review on GB input parameters have made possible to make multiple comparisons with numerous experimental results and observations. The latest were carried out as part of this thesis work, and others are also available in literature:

- The number of cycles to GB microcrack initiation measured on 316L SS with large grain size steel (chapter 3) are lower than those predicted by the developed model. Most of the intergranular cracks observed present more complex configurations than for our simple assumptions. Improvement of the assumptions will be proposed.
- The number of cycles to intergranular microcrack initiation published in literature for nickel, copper and 316L steel show a fair agreement with our predictions. They concern materials with standard grain sizes, cyclically deformed at low to medium plastic strain amplitudes.
- Predictions and experiments in the presence of slip transmission through grain boundaries generally show an increase of the number of cycles to initiate GB microcracks. This result is explained by the very significant decrease of the GB stress fields, in presence of a slip transmission.
- Accounting of the crystallographic and microstructural properties of the GB initiation sites observed experimentally greatly increases the accuracy of predictions and offers an excellent agreement in the number of cycles to initiate GB microcracks. The variability of the model input parameters induce a dispersion of a factor eight between numbers of cycles to microcrack initiation.

7.6 REFERENCES**Barbe et al. 2018**

BARBE E. et FU C.-C. et SAUZAY M., « Fracture of coherent interfaces between an fcc metal matrix and the Cr₂₃C₆ carbide precipitate from first principles », *Phys. Rev. Mater.*, 2, 2, p. 023605.

Barbé 2018

BARBE E., « Simulation multi-échelle du comportement mécanique des carbures et des interfaces carbure-métal à partir des premiers principes », *Thèse de doctorat, Université Paris-Sorbonne*.

Bataille, Magnin 1994

BATAILLE A. et MAGNIN T., « Surface damage accumulation in low-cycle fatigue: Physical analysis and numerical modelling », *Acta Metallurgica et Materialia*, 42, 11, pp. 3817-3825.

Blochwitz, Richter 1999

BLOCHWITZ C. et RICHTER R., « Plastic strain amplitude dependent surface path of microstructurally short fatigue cracks in face-centred cubic metals », *Materials Science and Engineering: A*, 267, 1, pp. 120-129.

Déprés 2004

DEPRES C., « Modélisation physique des stades précurseurs de l'endommagement en fatigue dans l'acier inoxydable austénitique 316L ».

Dörr, Blochwitz 1987

DÖRR G. et BLOCHWITZ C., « Microcracks in fatigued FCC polycrystals by interaction between persistent slip bands and grain boundaries », *Cryst. Res. Technol.*, 22, 1, pp. 113-121.

Figuroa, Laird 1983

FIGUEROA J. C. et LAIRD C., « Crack initiation mechanisms in copper polycrystals cycled under constant strain amplitudes and in step tests », *Materials Science and Engineering*, 60, 1, pp. 45-58.

Holm et al. 2010

HOLM E. A. et OLMSTED D. L. et FOILES S. M., « Comparing grain boundary energies in face-centered cubic metals: Al, Au, Cu and Ni », *Scripta Materialia*, 63, 9, pp. 905-908.

Höppel et al. 2017

HÖPPEL H. W. et GOIK P. et KRECHEL C. et GÖKEN M., « Ex and in situ investigations on the role of persistent slip bands and grain boundaries in fatigue crack initiation », *Journal of Materials Research*, 32, 23, pp. 4276-4286.

Huntington 1958

HUNTINGTON H., « The Elastic Constants of Crystals », *Solid State Phys.*, 7, pp. 213-351.

Latapie, Farkas 2003

LATAPIE A. et FARKAS D., « Effect of grain size on the elastic properties of nanocrystalline α -iron », *Scripta Materialia*, 48, 5, pp. 611-615.

Leguillon 2002

LEGUILLON D., « Strength or toughness? A criterion for crack onset at a notch », *European Journal of Mechanics - A/Solids*, 21, 1, pp. 61-72.

Li et al. 2016

LI L. L. et ZHANG Z. J. et ZHANG P. et YANG J. B. et ZHANG Z. F., « Distinct fatigue cracking modes of grain boundaries with coplanar slip systems », *Acta Materialia*, 120, pp. 120-129.

Liang, Laird 1989

LIANG F.-L. et LAIRD C., « Control of intergranular fatigue cracking by slip homogeneity in copper I: Effect of grain size », *Materials Science and Engineering: A*, 117, pp. 95-102.

Liu et al. 1992

LIU W. et BAYERLEIN M. et MUGHRABI H. et DAY A. et QUESTED P. N., « Crystallographic features of intergranular crack initiation in fatigued copper polycrystals », *Acta Metallurgica et Materialia*, 40, 7, pp. 1763-1771.

Man et al. 2002

MAN J. et OBRTLÍK K. et BLOCHWITZ C. et POLÁK J., « Atomic force microscopy of surface relief in individual grains of fatigued 316L austenitic stainless steel », *Acta Materialia*, 50, 15, pp. 3767-3780.

Man et al. 2012

MAN J. et VYSTAVĚL T. et WEIDNER A. et KUBĚNA I. et PETRENEC M. et KRUMML T. et POLÁK J., « Study of cyclic strain localization and fatigue crack initiation using FIB technique »,

International Journal of Fatigue, 39, pp. 44-53.

Marx et al. 2018

MARX M. et SCHÄFER F. et WEILER P. et RAUBER J. et MOTZ C., « Fatigue crack initiation at grain boundaries due to grain boundary resistance against crack transfer and local stresses », *MS & T 2018 Conference (Ohio - USA)*.

Mineur 2000

MINEUR M., « Conditions locales d'amorçage des fissures de fatigue dans un acier inoxydable de type 316L : aspects cristallographiques (EBSD) », *Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure de mécanique et d'aérotechnique*.

Morrison, Moosbrugger 1997

MORRISON D. J. et MOOSBRUGGER J. C., « Effects of grain size on cyclic plasticity and fatigue crack initiation in nickel », *International Journal of Fatigue*, 19, 93, pp. 51-59.

Peraldi et al. 2005

PERALDI R. et MONCEAU D. et PIERAGGI B., « The nickel, model material for the high temperature oxidation studies: first steps towards predictive modelling », *Rev. Met. Paris*, 102, 2, pp. 135-146.

Polák, Sauzay 2009

POLÁK J. et SAUZAY M., « Growth of extrusions in localized cyclic plastic straining », *Materials Science and Engineering: A*, 500, 1-2, pp. 122-129.

Rice 1968

RICE J. R., « A Path Independent Integral and the Approximate Analysis of Strain Concentration by Notches and Cracks », *Journal of Applied Mechanics*, 35, 2, pp. 379-386.

Rice, Wang 1989

RICE J. R. et WANG J.-S., « Embrittlement of interfaces by solute segregation », *Materials Science and Engineering: A*, 107, pp. 23-40.

Sauzay 2006

SAUZAY M., « Effet de l'anisotropie élastique cristalline sur la distribution des facteurs de Schmid à la surface des polycristaux », *Comptes Rendus Mécanique*, 334, 6, pp. 353-361.

Sauzay, Moussa 2013

SAUZAY M. et MOUSSA M. O., « Prediction of grain boundary stress fields and microcrack initiation induced by slip band impingement », *Int J Fract*, 184, 1-2, pp. 215-240.

Shen et al. 1995

SHEN T. D. et KOCH C. C. et TSUI T. Y. et PHARR G. M., « On the elastic moduli of nanocrystalline Fe, Cu, Ni, and Cu–Ni alloys prepared by mechanical milling/alloying », *Journal of Materials Research*, 10, 11, pp. 2892-2896.

Sicaud et al. 2019

SICAUD B. et SAUZAY M. et VAN BRUTZEL L., *Oral presentation, Intergranular and Interphase Boundaries in Materials Conference, Paris, 2019.*

Tanaka, Mura 1981

TANAKA K. et MURA T., « A Dislocation Model for Fatigue Crack Initiation », *J. Appl. Mech*, 48, 1, pp. 97-103.

Tschopp, McDowell 2007

TSCHOPP M. A. et MCDOWELL D. L., « Asymmetric tilt grain boundary structure and energy in copper and aluminium », *Philosophical Magazine*, 87, 25, pp. 3871-3892.

Tyson, Miller 1977

TYSON W. R. et MILLER W. A., « Surface free energies of solid metals: Estimation from liquid surface tension measurements », *Surface Science*, 62, 1, pp. 267-276.

Van Brutzel et al. 2019

VAN BRUTZEL L. et CHARTIER A. et SICAUD B. et SAUZAY M., « Mechanical behavior of (Ni, Fe)Cr₂O₄ spinel grain boundaries studied by molecular dynamics simulations », *J. Chem. Phys.*, 151, 1, p. 014701.

Vitos et al. 1998

VITOS L. et RUBAN A. V. et SKRIVER H. L. et KOLLAR J., « The surface energy of metals », *Surface Science*, 411, 1, pp. 186-202.

Weidner, Skrotzki 2010

WEIDNER A. et SKROTZKI W., « Cyclic slip activity of PSBs in bulk and surface grains », *International Journal of Fatigue*, 32, 5, pp. 851-855.

Winter et al. 1981

WINTER A. T. et PEDERSEN O. R. et RASMUSSEN K. V., « Dislocation microstructures in fatigued copper polycrystals », *Acta Metallurgica*, 29, 5, pp. 735-748.

Zhang et al. 1999a

ZHANG Z. F. et WANG Z. G. et HU Y. M., « Cyclic deformation behavior and intergranular fatigue cracking of a copper bicrystal with a parallel grain boundary », *Materials Science and Engineering: A*, 272, 2, pp. 410-417.

Zhang et al. 1999b

ZHANG Z. F. et WANG Z. G. et HU Y. M., « Fatigue crack initiation and fracture behavior of a copper bicrystal with a perpendicular grain boundary », *Materials Science and Engineering: A*, 269, 1-2, pp. 136-141.

Zhang, Wang 2003

ZHANG Z. F. et WANG Z. G., « Dependence of intergranular fatigue cracking on the interactions of persistent slip bands with grain boundaries », *Acta Materialia*, 51, 2, pp. 347-364.

Zhang, Wang 2008

ZHANG Z. F. et WANG Z. G., « Grain boundary effects on cyclic deformation and fatigue damage », *Progress in Materials Science*, 53, 7, pp. 1025-1099.

Chapitre 8. CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

Notre étude a permis d'établir des conclusions relatives (i) au phénomène de localisation du glissement sous forme de bandes de glissement persistantes (BGPs), (ii) au dommage induit par l'activité élastoplastique des BGPs, (iii) et la durée de vie finale d'éprouvettes sollicitées cycliquement à différentes tailles de grains et épaisseurs.

En premier lieu, une étude bibliographique a permis d'établir un lien fort entre formation des bandes de glissement en surface et localisation du glissement à cœur d'une large gamme de métaux et alliages à énergies de faute d'empilement variables. Une structure de BGPs en échelle est visible pour l'ensemble des métaux purs, de hautes à basses énergies de faute d'empilement. La formation de ces BGPs est également possible (avec ou sans structure en échelle) dans les alliages et dépend fortement du caractère dévié ou planaire du glissement des dislocations. Cette propriété dépend intimement de la composition chimique, qui influence elle-même l'énergie de faute d'empilement et l'ordre à courte distance. Lors de la déformation cyclique, l'activité élastoplastique des BGPs est la source de l'endommagement précoce de fatigue. Cet endommagement se manifeste sous l'initiation de trois différents types de microfissures :

- Le long des BGPs formées dans les grains (initiation transgranulaire) ;
- Le long des joints de grains impactés par des BGPs (initiation intergranulaire) ;
- Le long de BGPs formées parallèlement à des joints de macles.

L'influence de la taille de grains, de l'amplitude de déformation plastique ainsi que d'autres conditions expérimentales a été établi sur les différents types de mécanismes d'initiation. Sous air, à température ambiante, sur matériaux à tailles de grains standards, les essais à forte amplitude de déformation engendrent principalement une initiation intergranulaire. Pour les amplitudes moyennes et faibles, des initiations transgranulaires (le long des BGPs) et le long des joints de macles sont observées.

Ensuite, l'influence de la taille de grains sur la durée de vie a été établie pour différents métaux et alliages à structure cfc. Les résultats de durée de vie ont été analysés tant par rapport à l'amplitude de contrainte que par rapport à l'amplitude de déformation plastique. La durée de vie des métaux à très forte énergie de faute d'empilement n'est pas sujet à une dépendance par rapport à la taille de grains. Plus l'énergie de faute d'empilement des métaux diminue, plus

ceux-ci sont sensibles à l'effet de la taille de grains. Plus la taille de grains est élevée, plus la CSSC sera décalée vers des valeurs basses.

Les courbes de Wöhler sont très sensibles à la présence d'impuretés et aux variations de compositions des métaux et alliages. A l'inverse, les courbes de Manson-Coffin ne présentent que peu de sensibilité.

Les effets isolés puis combinés de la taille de grains et de l'épaisseur des éprouvettes sur le comportement cyclique et la durée de vie d'un acier 316L ont ensuite été étudiés. Une campagne expérimentale spécifique à la problématique de la tenue en fatigue des modules de l'échangeur de chaleur sodium-gaz (ECSG) a été menée. Deux matériaux ont été comparés, une tôle brute de laminage à faible taille de grains et un bloc composé de tôles soudées par SD-CIC qui présente une forte taille de grains. Des essais à rupture ont été réalisés sur les deux matériaux, en utilisant deux géométries d'éprouvettes différentes :

- Des éprouvettes plates et minces, d'épaisseur 1 mm (ce qui correspond à l'épaisseur des murs entre fluides caloporteur et réfrigérant des modules de l'ECSG) ;
- Des éprouvettes cylindriques, d'épaisseur 8 mm (éprouvettes standard de fatigue).

Les résultats des essais réalisés sur des éprouvettes fines et épaisses, prélevées dans les deux matériaux, ont été comparées aux essais publiés dans la littérature. Ces comparaisons ont permis une compréhension de l'influence de ces paramètres sur les durées de vies mesurées. Pour les fortes amplitudes de contraintes/déformations, l'épaisseur des éprouvettes est le paramètre qui pilote la durée de vie (très peu d'effet de taille de grains sont observés). Pour les essais à faibles amplitudes de contraintes/déformations, la taille de grains est le paramètre prépondérant (très peu d'effet d'épaisseur des éprouvettes sont observés).

Des essais interrompus par des séances d'observations au MEB-FEG ont permis d'appréhender les mécanismes d'endommagement dans des éprouvettes fines d'acier 316L à gros grains. Des essais à une amplitude de déformation plastique de 10^{-3} ont mis en évidence une formation de BGPs dès 100 cycles. Après 1000 à 2000 cycles, soit après environ seulement 1,5% de la durée de vie d'une éprouvette d'épaisseur 8 mm, plusieurs microfissures ont été détectées en surface libre. Deux mécanismes principaux ont été observés :

- Des microfissures situées le long de joints de macles. Ces microfissures se sont initiées suite à la formation de BGPs parallèles et accolées aux plans de ces joints. L'épaisseur

des BGPs est du même ordre de grandeur que celles situées au centre des grains mais leur hauteur d'extrusion (observée suite à une découpe au FIB à travers la surface) est supérieure. La longueur des microfissures formées en surface est du même ordre de grandeur que la taille de grains. Les découpes réalisées au FIB ont révélées une faible profondeur des fissures formées (quelques centaines de nanomètres) devant leur longueur en surface.

- Des microfissures initiées le long de joints de grains impactés par des BGPs. Ces microfissures se caractérisent par la formation d'embryons de fissures de très courtes longueurs. Ces embryons de fissures sont juxtaposés aux zones d'impact des BGPs le long des joints de grains concernés. Ces fissures ont été observées pour des joints de différents indices CSL, dont des joints d'indice Σ_3 , qui sont généralement des joints de macles (une découpe FIB aurait été nécessaire pour s'en assurer). La formation de ces embryons de fissure entraîne une relaxation élastique des contraintes engendrées par l'impact des BGPs, et rend possible l'observation d'extrusions en surface. Une coalescence des embryons de fissure est supposée avec la poursuite de la déformation cyclique.

Aucune fissure transgranulaire n'a été observée après 2000 cycles. Seule une intrusion peu profonde (de 50 nm à 100 nm) a été révélée. Ces résultats sont en accord et en désaccord avec certaines études publiées dans la littérature sur des aciers 316L à taille de grains standard.

Des calculs par éléments finis cristallins ont été conduits afin d'approfondir notre compréhension du phénomène d'extrusion des BGPs au travers des joints de grains impactés. Ce phénomène est une manifestation précoce de l'endommagement intergranulaire. La formation des extrusions de BGPs au travers des joints de grains peut avoir lieu dès la formation des BGPs. Les prédictions de hauteur d'extrusion des BGPs au travers des joints de grains impactés croissent linéairement avec le nombre de cycles dès 2000 cycles.

L'influence de nombreux paramètres sur la hauteur d'extrusion des BGPs au travers des joints de grains a été évalué :

- Orientation cristalline, épaisseur des BGPs et taille de grains (équivalent à la longueur des BGPs).

- Comportement élastoplastique du grain voisin impacté. Prise en compte (i) du glissement simple avec des désorientations de $\pm 5^\circ$, $\pm 10^\circ$ et $\pm 15^\circ$ et (ii) du glissement multiple avec un grain voisin orienté selon [100], [110] et [111]. Une compétition entre contrainte à saturation et nombre de systèmes activés influence les hauteurs d'extrusion des BGP à travers les joints de grains. Les plus fortes hauteur d'extrusion à travers les joints de grains sont prédites pour un grain voisin orienté en glissement simple avec une désorientation de 15° , et pour un grain voisin orienté en glissement multiple suivant [110]. Ces deux configurations présentent les plus faibles contraintes à saturation, ainsi qu'un même plateau de la courbe d'érouissage cyclique pour les grains en glissement simple.
- La prise en compte (i) de zones pauvres en dislocations et parallèles aux joints de grains (dislocation free zones, DFZ) et (ii) du comportement élastoplastique contenu dans les ligaments cristallins (structure de dislocation de veines) qui séparent les BGP engendrent des augmentations importantes des hauteurs d'extrusions prédites à travers les joints de grains impactés par ces BGP.
- La prise en compte du matériau considéré. A configuration équivalente (épaisseur de BGP, taille de grains, orientation cristallographique du grain impacté), le cuivre présente les plus fortes hauteurs d'extrusion induites par l'impact de BGP contre des joints de grains. Le nickel puis l'acier 316L présente des hauteurs d'extrusion plus faibles, en se basant sur un grain voisin élastique isotrope.

Une formule analytique de la hauteur d'extrusion des BGP au travers des joints de grains en puissance a été identifiée. Pour toutes ces microstructures étudiées, l'épaisseur des BGP présentent une influence beaucoup plus importante que la taille de grains. Aussi, les hauteurs d'extrusions des BGP dépendent linéairement du terme de production de lacunes et du nombre de cycles. L'orientation cristallographique du grain voisin impacté influence principalement un préfacteur K, qui varie d'un facteur 3 au maximum. L'ensemble des simulations réalisées ont permis une compréhension des extrusions de BGP au travers de joints observées expérimentalement. En effet, des observations expérimentales issues de la littérature ont été rassemblées et des mesures des hauteurs d'extrusion ont été réalisées sur les clichés. L'analyse des résultats expérimentaux couplée aux prédictions montre que :

- Les expériences et les simulations sont en accord sur la plus forte influence de l'épaisseur des BGP que sur celle la taille de grains ;
- La présence de zones pauvres en dislocations (DFZ) parallèles aux joints de grains

impactés engendre un fort accroissement des hauteurs d'extrusion des BGP ;

- La structure de dislocation du grain voisin affecte l'extrusion des BGP à travers les joints. De plus fortes hauteurs d'extrusions des BGP sont observées pour un grain voisin présentant une structure de type labyrinthe en comparaison d'une structure de type veine-canaux. La différence principale entre ces deux structures est le nombre de systèmes de glissement activés. L'activation de huit systèmes de glissement permet la formation de labyrinthes, tandis qu'un système activé permet la formation d'une structure de veines-canaux.

Les champs de contraintes le long des joints de grains, au voisinage des zones d'impact des BGP ont ensuite été analysés. Les champs de contrainte s'intensifient avec le nombre de cycles, et en dépendent linéairement à partir de 10000 cycles. A l'inverse d'une bande de glissement formée lors d'une traction monotone, les champs de contraintes proches des interfaces BGP-joints de grains croissent avec l'épaisseur des BGP. Une évolution en puissance $(1-\lambda)$ du champ de contrainte normal le long du joint de grain a été identifiée. Les champs de contraintes normaux dépendent linéairement du taux de production de lacunes et du nombre de cycles, tout comme pour les hauteurs d'extrusion des BGP prédites.

La prise en compte du glissement multiple dans le grain voisin engendre une baisse très importante des champs de contraintes le long des joints de grains impactés. De plus, une forte dépendance à l'angle entre la BGP et le joint de grain impacté, Θ , a été prédite. Cette dépendance est en accord avec les mesures expérimentales de [Dörr et Blochwitz 1987] pour le nickel et [Liu et al. 1992] pour le cuivre. De manière intéressante, une dépendance proche aux champs de contraintes induits par des empilements de dislocations (pile-up) suivant le modèle de [Smith et Barnby 1967] a été trouvée. Un champ de contrainte normal maximal est prédit pour un angle Θ compris entre 70° et 80° . Contrairement aux pile-up, les champs de contrainte normaux induits par l'impact des BGP contre des joints de grains sont très faibles pour les petites et les grandes valeurs de l'angle Θ , des baisses de près de 90% ont été prédites. Pour les pile-up, une variation de seulement 20% entre valeurs maximales et minimales est obtenue par le modèle [Smith et Barnby 1967].

Des prédictions ont été réalisées en considérant une seule ou plusieurs BGP. De faibles écarts sur les champs normaux de contraintes intergranulaires ont été prédits. Ces résultats confortent le caractère singulier des champs induits par l'impact de BGP contre les joints de grains, de par leur courte portée. Enfin, une forte dépendance au matériau et plus spécifiquement au

module élastique a été prédite. Ainsi, les champs normaux de contraintes relatifs au nickel sont les plus importants, suivis par l'acier 316L et le cuivre.

Quelles que soient les hypothèses adoptées, une puissance $(1-\lambda)$ identique a été identifiée pour toutes les simulations. Seul le préfacteur A est impacté par la modification du comportement élastoplastique du grain impacté par la BGP et son orientation cristallographique.

L'ensemble de ces prédictions et les formules analytiques dérivées ont permis la prédiction de l'initiation de microfissures intergranulaires. A cette fin, deux méthodes de prédiction ont été appliquées et leurs résultats ont été comparés. Les prédictions ont été réalisées d'une part avec un modèle de zone cohésive (CZM) et d'autre part avec le critère couplé développé par [Leguillon 2002]. Les prédictions réalisées à partir du modèle de zone cohésive ont permis une estimation directe du nombre de cycles à initiation pour une microstructure donnée. L'application du critère couplé a nécessité la réalisation de calculs en insérant des pré-fissures de différentes longueurs et en calculant les intégrales J associées (intégrales de contour). Ces calculs ont mis en avant une dépendance du taux d'énergie libérée en fonction de l'épaisseur des BGPs, de la longueur de fissure, et du nombre de cycles à la puissance $(2\lambda-1)$.

Un accord raisonnable a été trouvé entre CZM et prédictions réalisées avec le critère couplé en terme de nombres de cycles à initiation. Le critère couplé prévoit une apparition brutale d'une fissure de longueur donnée.

Des formules analytiques ont été déduites et permettent de prédire le nombre de cycles à initiation de microfissure intergranulaire à partir :

- Du matériau considéré ;
- De la largeur des BGPs et de la taille de grains ;
- De l'angle entre BGP et joint de grains ;
- Des propriétés de fracture des joints de grains (contrainte critique et énergie de rupture), souvent évaluées grâce à des calculs atomistiques ;
- Du taux de production de lacunes par cycle.

Les nombre de cycles à initiation prédits par le critère couplé sont enfin comparés à de nombreuses observations : issues de la littérature et réalisées par nous-même lors des essais interrompus. Ces observations sont aussi confrontés aux prédictions du modèle pionnier de [Tanaka et Mura 1982]. Une revue bibliographique des propriétés atomistiques des joints de

grains dans le nickel, le cuivre et l'acier 316 a été nécessaire. Des encadrements des valeurs extrêmes d'énergies de rupture et de contraintes critiques ont été déduits pour ces trois matériaux.

Une évolution du modèle visant à la prise en compte de la taille de grains a été proposée. Une augmentation de la taille de grains engendre des augmentations des champs de contraintes et donc de l'énergie stockée, une diminution du nombre de cycles à initiation est attendue. Néanmoins, les effets de taille de grains demeurent limités même en comparant des polycristaux à des bicristaux, dont les tailles varient potentiellement de plusieurs ordres de grandeur : de l'ordre de la dizaine de micromètres au centimètre.

Les comparaisons aux données expérimentales mettent en évidence un accord raisonnable concernant le matériau et l'angle entre la BGP et le joint de grains. La transmission directe des BGPs au travers des joints faiblement désorientés, ainsi que des joints de macles est largement observée expérimentalement. Une simulation incorporant la transmission parfaite d'une BGP au travers d'un joint de grains a permis de prédire une très forte baisse du champ de contrainte normale le long du joint de grains. Ce résultat explique la rareté des fissures intergranulaires sur les joints en présence d'une transmission directe des BGPs. Un accord entre observations de la littérature et prédiction du modèle a été obtenu dans les cas de transmission :

- Le long de joints de macles, où il est très rare d'observer une initiation de fissure ;
- Le long de joints de grains faiblement désorientés, où les observations montrent un allongement notable des nombres de cycles à initiation.

Enfin, les prédictions de densités de microfissures intergranulaires mettent en avant que l'angle entre BGPs et joints de grains est prépondérant. En dehors des angles compris entre 60° et 90° , les nombres de cycles à initiation augmentent très fortement, ce qui diminue leur probabilité de fissuration. Ceci est en accord avec les nombreuses observations de la littérature.

En conclusion, le modèle proposé permet une estimation réaliste du nombre de cycles à initiation de microfissures intergranulaire. L'avantage du modèle proposé est qu'aucun paramètre ajusté n'a été utilisé et que l'ensemble des paramètres du modèle ont une signification physique. Dès lors, une modification d'une propriété d'un matériau ne nécessiterait pas de refaire toute une série d'identification sur des expériences, comme dans le cas d'une modélisation purement phénoménologique.

Néanmoins, certains points d'amélioration de nos simulations sont à envisager. En premier lieu, une quantification précise du terme de production de lacunes pour d'autres matériaux que le cuivre est nécessaire. En effet, l'ensemble des prédictions réalisées sont basées sur le terme de production de lacunes identifié par [Polák et Sauzay 2009] pour le cuivre grâce à des mesures de résistivités.

L'étude bibliographique réalisée a permis de révéler différentes structures de dislocations associées avec la localisation du glissement sous forme de BGPs en fonction du matériau considéré. L'ensemble des calculs réalisés considèrent la formation d'une structure en échelle des BGPs. Néanmoins, la formation de bandes planaires est visible dans certains aciers 316 (ou dans des laitons). Cet effet n'est pas pris en compte dans les modélisations actuelles.

D'autre part, des prédictions devront être réalisées en utilisant d'autres formes de modèles de zone cohésive. Bien que le modèle utilisé présente une forme de la courbe contrainte ouverture très proche de celle prédite lors des calculs atomistiques, l'influence de ce paramètre sur la prédiction du nombre de cycles à initiation n'a pas été réalisée.

Un élargissement des prédictions aux cas de l'initiation des microfissures transgranulaire et le long des joints de macles est nécessaire. Ces prédictions permettront la construction d'un modèle de prédiction élargi tenant compte de la compétition observée expérimentalement entre les trois types d'initiations.

Notre étude s'est focalisée sur la prédiction de l'endommagement intergranulaire par fatigue précoce. Celui-ci se manifeste sous la forme d'extrusions des joints de grains ou d'initiation de fissures de quelques nanomètres de longueur. Néanmoins, l'objectif à plus long terme est la prédiction de la durée de vie d'éprouvettes sollicitées cycliquement. Pour cela, deux étapes principales sont à franchir à partir des fondations actuelles pour la prédiction de la durée de vie d'essais dans le domaine oligocyclique (LCF) :

- Passage d'une fissure de l'ordre de 10 nm (mode mixte) à une fissure de 200/500 μm (soit le passage du mode mixte au mode I) ;
- Passage d'une fissure de 200/500 μm à la durée de vie finale (mode I principalement).

En effet, notre étude couplée à celles de [Taira et al. 1979 ; Bataille et Magnin 1994 ; Mineur et al. 2000] a permis d'établir que des fissures s'initient très tôt dans la durée de vie des éprouvettes, et que peu d'entre elles se propageront. La majeure partie de la durée de vie est

donc vouée à la propagation de ces fissures.

Néanmoins, dans le domaine des longues durées de vies (HCF), le schéma est différent. Peu de fissures sont initiées, de manière beaucoup plus tardive. La probabilité de les voir se propager est beaucoup plus grandes. La majeure partie de la durée de vie est vouée à l'initiation des fissures.

Our study made possible the establishment of conclusions related to (i) the phenomenon of localization of the slip in the form of persistent slip bands (PSBs), (ii) the damage induced by the elastoplastic activity of the PSBs and (iii) the lifetime of specimens cyclically deformed with different grain sizes and thicknesses.

Firstly, a bibliographic review permits to establish a strong link between the formation of surface slip bands and the localization of slip in the bulk of a wide range of metals and alloys with variable stacking fault energies. PSBs with a ladder like structure are visible for all pure metals, from high to low stacking fault energies. PSB formation is also possible (with or without a ladder structure) in alloys and depends strongly on the dislocation slip character (planar or wavy). This property depends intimately on the chemical composition, which also influences the stacking fault energy and the short range order. During cyclic deformation, the elastoplastic activity of PSBs is the source of early fatigue damage. Early damage takes place in the form of microcrack initiation, which is of three types:

- Along the PSBs formed in the grains (transgranular initiation);
- Along grain boundaries impinged by PSBs (intergranular initiation);
- Along PSBs formed parallel to twin boundaries.

The influence of grain size, plastic deformation amplitude and other experimental conditions has been established on the different types of initiation mechanisms. Under air, at room temperature, on materials with standard grain sizes, tests with high deformation amplitude mainly generate an intergranular initiation. For medium and low amplitudes, transgranular initiations (along the PSBs) and along the twin boundaries are observed.

Then, the influence of grain size on lifetime was established for different metals and alloys. The results were analyzed in terms of stress and plastic strain amplitudes. The service life of metals with very high stacking fault energies is not subjected to a grain size dependence. The lower the stacking fault energy, the higher the sensitivity to grain size. The larger the grain size, the more the CSSC curve is decreased to low values.

Wöhler curves are very sensitive to the presence of impurities and variations in the composition of metals and alloys. On the other hand, the Manson-Coffin curves present little sensitivity.

The isolated and then combined effects of grain size and specimen thickness were then studied over the lifetime of a 316L stainless steel. Experiments specific to the problem of fatigue resistance of the ECSG modules was carried out. Two materials were compared, a raw sheet with a small grain size and a block composed of these sheets welded by HIP which has a large grain size. Cyclic tests until failure were performed on both materials, using two different specimen geometries:

- Thin and flat specimens, 1 mm thickness (which corresponds to the wall thickness between fluids of the ECSG modules);
- Cylindrical specimens, 8 mm thickness (standard fatigue specimens).

Comparison of the tests performed on thin and thick specimens from both materials with the tests published in literature has provided an understanding of the influence of these parameters on the measured lifetimes. For high stress and strain amplitudes, the thickness of the specimens is the parameter that controls lifetime (only very limited grain size influence is observed). For tests with low stress and strain amplitudes, grain size is the most important parameter (only very limited specimen thickness influence is observed).

Tests interrupted by SEM-FEG observations have increased our understanding of damage mechanisms in thin coarse-grained 316L steel specimens. Tests at a plastic amplitude of 10^{-3} have shown a formation of PSBs after 100 cycles. After 1000 to 2000 cycles, which represent about 1.5% of the lifetime for an 8 mm thick specimen, microcracks were detected. Two main mechanisms were observed:

- Microcracks located along twin boundaries. These microcracks were initiated following the formation of PSBs parallel to the twin planes. The thickness of the PSBs formed along twins is of the same order of magnitude as those located in the centre of the grains

but their extrusion height (observed following a FIB cut across the surface) is higher. The length of the microcracks formed on the surface is of the same order of magnitude as the grain size. The FIB cuts revealed a shallow depth of the cracks formed (a few hundred nanometers) in front of their length.

- Microcracks initiated along grain boundaries impinged by PSBs. These microcracks are characterized by the formation of very short crack nucleus. These cracks nucleus are juxtaposed to the impact zones of PSBs along the grain boundaries. These cracks were observed for grain boundaries with different CSL indices, including Σ_3 index, which are generally found for twin boundaries (a FIB cut would have been necessary to ensure this). Formation of crack nucleus leads to an elastic relaxation of the stresses caused by the impact of PSBs and makes it possible to observe extrusions on the surface. A coalescence of the crack nucleus occurs with the continuation of cyclic deformation.

No transgranular cracks were observed after 2000 cycles. Only a shallow intrusion (50 nm to 100 nm) was revealed. These results are in agreement and disagree with some studies published in literature on 316L steels with standard grain size.

Crystalline finite element calculations were conducted to deepen our understanding of the phenomenon of PSB extrusion through impinged grain boundaries. This phenomenon is an early manifestation of the intergranular damage. Extrusions are formed through the grain boundaries as soon as the PSBs are formed. The prediction of the extrusions height formed along the grain boundaries increases linearly with the number of cycles from 2000 cycles.

The influence of many parameters on the extrusion height has been established:

- Crystallographic orientation, PSB thickness and grain size (equivalent to PSB length).
- Elastic-plastic behaviour of the neighbouring grain impinged by accounting to (i) single slip with misorientations of $\pm 5^\circ$ - 10° - 15° and (ii) multiple slip with a neighbouring grain oriented along to [100], [110] and [111]. A competition between saturation stress and number of activated slip systems influences the extrusion heights of PSBs at grain boundaries. The highest extrusion height are predicted for a neighbouring grain oriented according to [110], which has four activated slip systems and a resolved shear stress equivalent to that of the PSB formation plateau for well oriented grains ($\tau_{\text{PSB}} = 28$ MPa for copper).

- Accounting of (i) poor dislocations areas, parallel to the grain boundaries (called dislocation free zones, DFZ) and (ii) elastoplastic behaviour contained in the matrix ligaments that separate the PSBs results in significant increases in predicted extrusion heights.
- The considered material. For an equivalent configuration (PSB thickness, grain size, crystallographic orientation of the impinged grain), copper presents the highest extrusion heights. Nickel and then 316L steel present lower extrusion heights, by accounting for a purely isotropic elastic neighbor grain.

A power analytical formula of the PSB extrusion height has been identified. For all the studied microstructures, the PSB thickness has a greater influence than the grain size. Also, the PSB extrusion heights linearly depend on the vacancy production rate and the number of cycles. The crystallographic orientation of the neighbor impinged grain mainly influences a prefactor K , which varies by a maximum factor of 3. All the performed simulations allowed an understanding of the experimentally observed PSB extrusions case through GBs. Indeed, experimental observations from literature were collected and measurements of PSB extrusion heights were made on the figures. The analysis of the experimental results coupled with the predictions shows that:

- Experiments and simulations agree on the stronger influence of PSB thickness than grain size;
- The presence of poor dislocation free zones (DFZ) parallel to the impinged grain boundary leads to a significant increase of the PSB extrusion heights;
- The dislocation structure of the neighbor grain affects the PSB extrusion through the GB. Higher PSB extrusion heights are observed for a neighbor grain with a labyrinth-like structure, compared to a vein-channel structure. The main difference between these two structures is the number of activated slip systems. The activation of eight slip systems allows the formation of labyrinths, while the activation of only one slip system allows the formation of a vein-channel structure.

Stress fields near the PSB impact areas along the grain boundaries were then analyzed. The stress fields intensify with the number of cycles, and become linear from 10 000 cycles. Unlike slip bands formed during tensile, the stress fields near the PSB-joined grain interfaces increase

with the thickness of the PSBs. A power law evolution with an exponent $(1-\lambda)$ has been identified. A strong dependence of the angle Θ between the PSB and the impinged grain boundary has been established. This dependence is consistent with the experimental measurements of [Dörr et Blochwitz 1987] for nickel and [Liu et al. 1992] for copper. Interestingly, a close dependence on pile-up induced stress fields following the model of [Smith et Barnby 1967] was found. A maximum normal stress field is predicted for an angle Θ between 70° and 80° . Unlike pile-ups, the normal stress fields induced by the impact of PSBs against grain boundaries are very small for low and high values of the angle Θ , decreases of nearly 90% have been predicted. For pile-ups, a variation of only 20% between maximum and minimum values is predicted by the model of [Smith et Barnby 1967].

Predictions were made by considering one or more PSBs. Small variations of the normal stress fields were predicted. These results confirm the singularity of the fields induced by the impact of PSBs against grain boundaries due to their short range. Finally, a strong dependence on the material and more specifically on the elastic modulus was predicted. Thus, the normal stress fields for nickel are the most important, followed by 316L steel and copper. These predictions are in contrast to the extrusion height results predicted for a PSB with a 1000 nm thickness and a grain size of 10 μm . Indeed, a higher intergranular extrusion is associated with a lower stress singularity.

All these predictions and the analytical formulas identified made it possible to predict the initiation of intergranular microcracks. For that, two damage prediction methods were compared. Predictions were made using a cohesive zone model (CZM) and the coupled criterion developed by [Leguillon 2002]. The predictions made from the cohesive zone model allowed a direct estimation of the number of cycles to initiate a microcrack for a given configuration. The application of the coupled criterion required calculations by inserting pre-cracks of different lengths and calculating the associated J integrals (contour integrals in an elastic medium). Energy calculations have highlighted power dependencies with an exponent $(2\lambda-1)$.

A reasonable agreement was reached between CZM and predictions made with the coupled criterion. Analytical formulas have been identified to predict the number of cycles with intergranular microcrack initiation from:

- The considered material;
- The width of the PSB and the grain size;

- The angle between the PSB and the grain boundary;
- Atomic properties of grain boundaries (critical stress and fracture energy);
- The vacancy production term per cycles.

The model for predicting the number of initiation cycles is finally compared to many experiments (from the literature and our observations during interrupted tests) and to the pioneering model of [Tanaka et Mura 1982]. To this end, a bibliographic review of the atomistic properties of grain boundaries in nickel, copper and 316 steels was carried out. Extreme values of fracture energies and critical stresses have been proposed for these three materials.

Then, an evolution of the model accounting for grain size was proposed. An increase in grain size leads to increases in stress and energy fields and therefore a decrease in the number of cycles to initiate microcracks.

Comparisons to experimental data show a reasonable agreement when accounting for the material, the angle Θ between the PSB and the grain boundary. Some cases of transmission of PSBs through the grain boundaries are observed experimentally. To do this, a simulation considering the transmission of a PSB through a grain boundary predicted a significant decrease in the normal stress field along the grain joint.

Predictions of intergranular microcrack densities highlight the preponderance of the angle between BGPs and grain boundary. Outside the angles between 60° and 90° , the number of initiation cycles increases very strongly, which reduces their probability of cracking.

The proposed model allows a realistic estimation of the number of cycles to initiate intergranular microcrack. The advantage of the proposed model is that no adjusted parameters were used and that all model parameters have physical significance. Therefore, a modification of a property of the material does not require a whole series of identification on experiments as it can be the case in a purely phenomenological modelling approach.

Nevertheless, some improvement points of our simulations should be considered. First, a precise quantification of the vacancy production term for materials other than copper is required. Indeed, all the predictions made are based on the vacancy production term identified by [Polák et Sauzay 2009] for copper.

The bibliographic study carried out revealed different dislocation structures associated with the location of the slip in the form of PSBs depending on the considered material. All the calculations performed consider the formation of a ladder structure within PSBs. Nevertheless, the formation of planar bands is visible in some 316 steels. This effect is not taken into account in current modelling.

On the other hand, predictions will have to be made using other forms of cohesive zone models. Although the model used has a shape of the opening stress curve very close to that predicted in atomic calculations, the influence of this parameter on the prediction of the number of initiation cycles has not been realized.

An expansion of the predictions of microcrack initiation in the transgranular case and along the macular joints is necessary to construct a model to predict the density of cracks of each type during cyclic deformation.

Our study focuses on the prediction of early fatigue damage in the form of grain joint extrusions or initiation of cracks a few nanometres long. Nevertheless, the long-term objective is to predict the lifetime of specimens. To do this, two main steps must be taken from the current foundations for predicting the lifetime of tests in the oligocyclic domain (LCF):

- Change from a crack of a few nanometers (mode II) to a crack of 200/500 μm (the change from mode II to mode I);
- Passage from a 200/500 μm crack to the final service life (mainly mode I).

Indeed, our study coupled with those of [Taira et al. 1979 ; Dörr et Blochwitz 1987 ; Bataille et Magnin 1994 ; Mineur et al. 2000] established that cracks are initiated very early in the life of the specimens, and that few of them will spread. Most of the service life is therefore devoted to the propagation of these cracks.

However, in the field of long life expectancy (HCF), the pattern is different. Few cracks are initiated, much later. The probability of their spread is much greater. Most of the lifetime is devoted to crack initiation.

Chapitre 9. ANNEXES

9.1 PLANS DES EPROUVETTES

Eprouvettes fines plates (Eprouvettes « Alexandre ») :

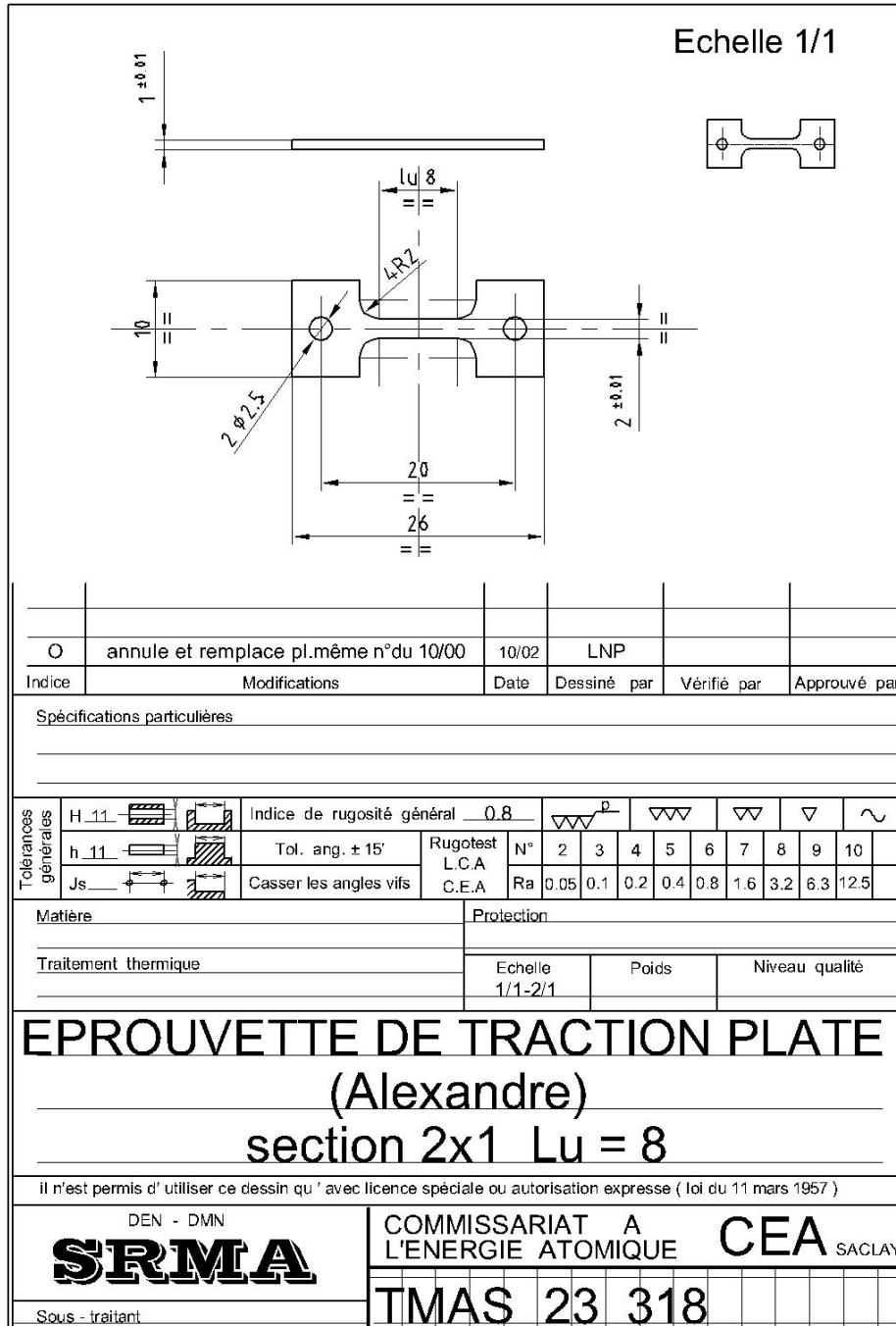


Figure 9.1. Plan des éprouvettes fines (dénommées Alexandre) d'épaisseur 1 mm

Scale drawing of thin plate samples (e = 1 mm)

Eprouvettes cylindriques épaisses (type FFL4) :

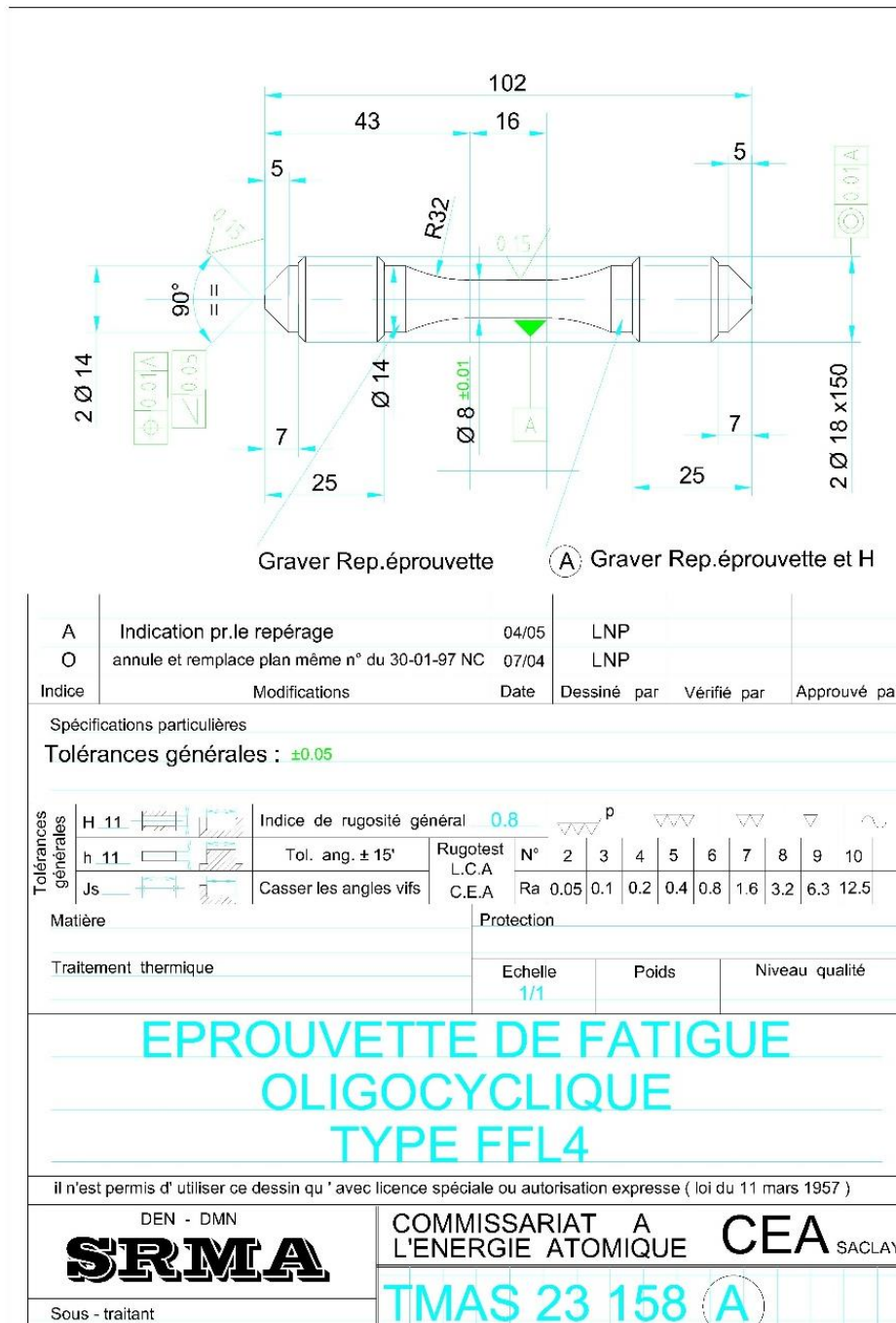


Figure 9.2. Plan des éprouvettes cylindriques épaisses de diamètre 8 mm utilisées dans cette étude

Scale drawing of thick cylindrical samples ($e = 8$ mm)

Eprouvettes cylindriques épaisses (type FFL3) :

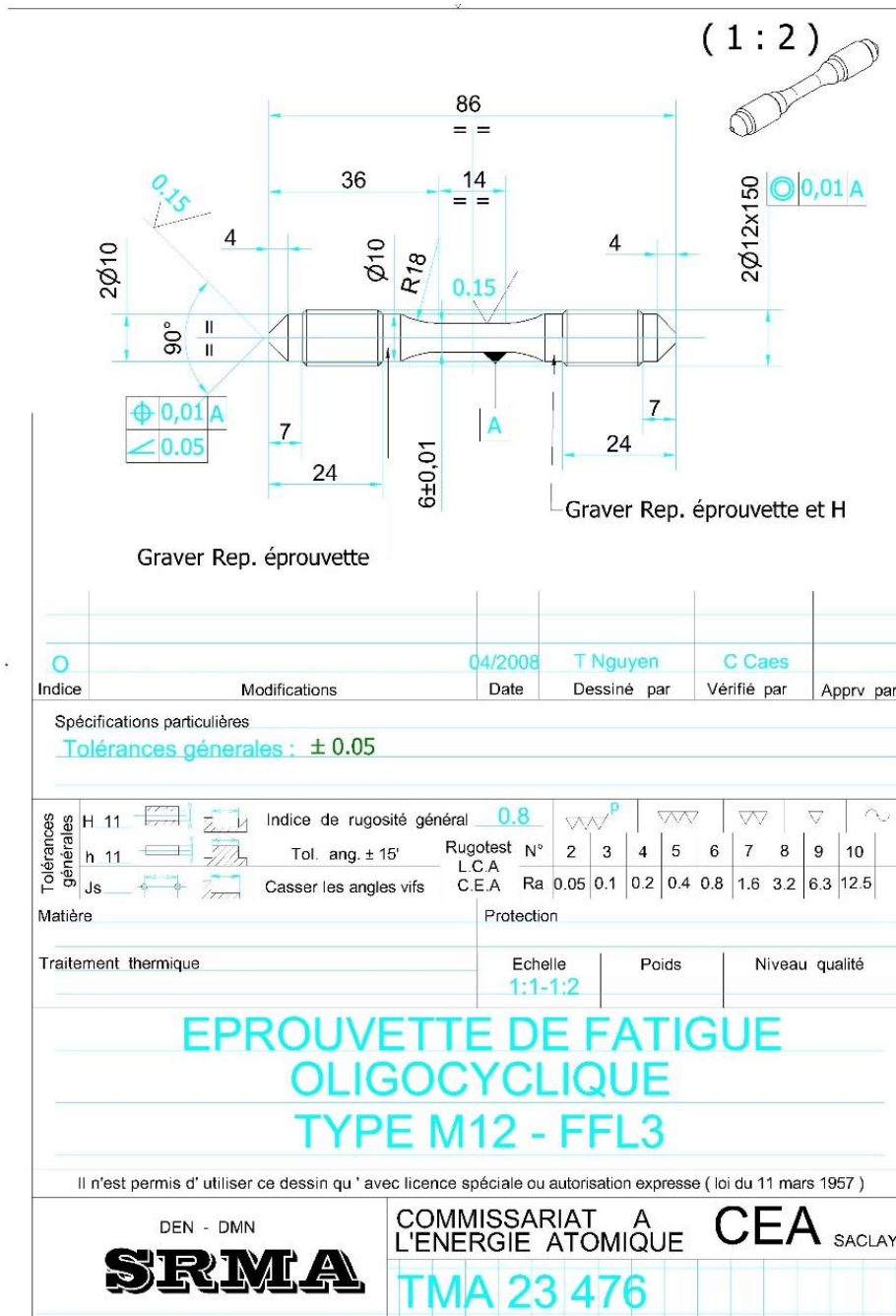


Figure 9.3 Plan des éprouvettes cylindriques épaisses de diamètre 6 mm utilisées dans cette étude

Scale drawing of thick cylindrical samples (e = 6 mm)

9.2 DONNEES BRUTES DES ESSAIS CYCLIQUES

Les données relatives aux essais cycliques réalisés à température ambiante en déformation imposée sur les deux nuances étudiées (se référer au chapitre 2) pour des éprouvettes fines plates et des éprouvettes épaisses cylindriques sont présentées.

Le tableau 9.1 présente les données relatives aux essais sur éprouvettes fines (e = 1 mm) réalisés sur la nuance à gros grains (K87).

Le tableau 9.2 présente les données relatives aux essais sur éprouvettes épaisses (e = 6 mm ou e = 8 mm) réalisés sur la nuance à gros grains (K87).

Le tableau 9.3 présente les données relatives aux essais sur éprouvettes fines (e = 1 mm) réalisés sur la nuance à petits grains (N32).

Matériau	Numéro d'éprouvette	$\Delta\varepsilon_{tot}/2$ (%)	Géométrie d'éprouvette	Module de Young mesuré (GPa)	Module de Young 'annexe' (GPa)	Module de Young théorique (GPa)	$\Delta\varepsilon_{tot}/2$ corrigé (%)	$\Delta\varepsilon_p/2$	$\Delta\sigma/2$ à N_{50} (MPa)	Nombre de cycles à rupture	Fréquence d'essai (Hz)	$\dot{\varepsilon}_{tot}$ (s ⁻¹)	$\dot{\varepsilon}_p$ (s ⁻¹)	Déformation plastique cumulée, p
K87	123	0,8	Plate (e=1mm)	128	359	200	0,71	5,38.10 ⁻³	336,6	730	0,5	1,60.10 ⁻²	1,08.10 ⁻²	15,7
K87	134	0,8	Plate (e=1mm)	100	201	200	0,64	4,87.10 ⁻³	314,1	900	0,5	1,60.10 ⁻²	9,73.10 ⁻³	17,5
K87	133	0,8	Plate (e=1mm)	116	274	200	0,68	5,21.10 ⁻³	322,9	786	0,5	1,60.10 ⁻²	1,04.10 ⁻²	16,4
K87	137	0,8	Plate (e=1mm)	108	237	200	0,67	5,07.10 ⁻³	318,1	778	0,5	1,60.10 ⁻²	1,01.10 ⁻²	15,8
K87	153	0,58	Plate (e=1mm)	112	253	200	0,47	3,37.10 ⁻³	271,3	2271	0,8	1,86.10 ⁻²	1,08.10 ⁻²	30,6
K87	156	0,58	Plate (e=1mm)	113	260	200	0,48	3,45.10 ⁻³	265,3	1823	0,8	1,86.10 ⁻²	1,10.10 ⁻²	25,2
K87	161	0,58	Plate (e=1mm)	100	200	200	0,45	3,15.10 ⁻³	265,2	1870	0,8	1,86.10 ⁻²	1,01.10 ⁻²	23,5
K87	121	0,4	Plate (e=1mm)	142	488	200	0,35	2,19.10 ⁻³	257,3	6803	1,9	3,04.10 ⁻²	1,66.10 ⁻²	59,5
K87	129	0,4	Plate (e=1mm)	116	279	200	0,31	1,88.10 ⁻³	246,6	14240	1,9	3,04.10 ⁻²	1,43.10 ⁻²	107,2
K87	128	0,4	Plate (e=1mm)	123	320	200	0,32	2,00.10 ⁻³	245,9	6547	1,9	3,04.10 ⁻²	1,52.10 ⁻²	52,4
K87	140	0,4	Plate (e=1mm)	141	479	200	0,35	2,19.10 ⁻³	255,9	6243	1,9	3,04.10 ⁻²	1,66.10 ⁻²	54,6
K87	116	0,3	Plate (e=1mm)	132	385	200	0,24	1,31.10 ⁻³	222,8	24235	4	4,80.10 ⁻²	2,09.10 ⁻²	126,8

9.2 Données brutes des essais cycliques

K87	141	0,3	Plate (e=1mm)	142	485	200	0,25	1,36.10 ⁻³	231,7	15718	4	4,80.10 ⁻²	2,18.10 ⁻²	85,7
K87	113	0,3	Plate (e=1mm)	137	430	200	0,25	1,31.10 ⁻³	230,3	10226	4	4,80.10 ⁻²	2,10.10 ⁻²	53,7
K87	115	0,3	Plate (e=1mm)	117	280	200	0,22	1,06.10 ⁻³	226,8	14054	4	4,80.10 ⁻²	1,69.10 ⁻²	59,4
K87	117	0,3	Plate (e=1mm)	143	504	200	0,25	1,34.10 ⁻³	237,3	10000	1	1,20.10 ⁻²	5,37.10 ⁻³	53,7
K87	142	0,25	Plate (e=1mm)	129	365	200	0,19	7,80.10 ⁻⁴	222,3	27615	8	8,00.10 ⁻²	2,50.10 ⁻²	86,2
K87	135	0,25	Plate (e=1mm)	101	204	200	0,15	4,87.10 ⁻⁴	203,4	73786	8	8,00.10 ⁻²	1,56.10 ⁻²	143,8
K87	143	0,25	Plate (e=1mm)	146	538	200	0,21	1,00.10 ⁻³	218,7	19238	8	8,00.10 ⁻²	3,20.10 ⁻²	76,9
K87	131	0,25	Plate (e=1mm)	147	550	200	0,21	8,68.10 ⁻⁴	239,4	7434	8	8,00.10 ⁻²	2,78.10 ⁻²	25,8
K87	138	0,25	Plate (e=1mm)	117	284	200	0,18	6,92.10 ⁻⁴	212,1	48964	8	8,00.10 ⁻²	2,21.10 ⁻²	135,5
K87	150	0,25	Plate (e=1mm)	84	146	200	0,12	2,63.10 ⁻⁴	189,0	165278	6	6,00.10 ⁻²	6,32.10 ⁻³	174,2
K87	151	0,25	Plate (e=1mm)	104	218	200	0,16	5,94.10 ⁻⁴	198,8	179676	6	6,00.10 ⁻²	1,42.10 ⁻²	426,6
K87	152	0,25	Plate (e=1mm)	101	204	200	0,16	5,92.10 ⁻⁴	192,8	148704	6	6,00.10 ⁻²	1,42.10 ⁻²	352,3
K87	154	0,25	Plate (e=1mm)	109	238	200	0,16	6,31.10 ⁻⁴	203,1	102989	6	6,00.10 ⁻²	1,51.10 ⁻²	260,0
K87	155	0,25	Plate (e=1mm)	123	317	200	0,18	6,93.10 ⁻⁴	221,6	36500	6	6,00.10 ⁻²	1,66.10 ⁻²	101,2
K87	157	0,25	Plate (e=1mm)	124	327	200	0,18	7,83.10 ⁻⁴	213,1	46213	6	6,00.10 ⁻²	1,88.10 ⁻²	144,8
K87	158	0,25	Plate (e=1mm)	122	315	200	0,19	8,58.10 ⁻⁴	200,9	23687	6	6,00.10 ⁻²	2,06.10 ⁻²	81,3
K87	159	0,25	Plate (e=1mm)	118	287	200	0,18	7,63.10 ⁻⁴	204,6	26973	6	6,00.10 ⁻²	1,83.10 ⁻²	82,3
K87	111	0,2	Plate (e=1mm)	117	280	200	0,13	2,93.10 ⁻⁴	199,2	221300	10	8,00.10 ⁻²	1,17.10 ⁻²	259,4
K87	119	0,2	Plate (e=1mm)	143	500	200	0,16	5,42.10 ⁻⁴	208,3	43173	10	8,00.10 ⁻²	2,17.10 ⁻²	93,6
K87	112	0,2	Plate (e=1mm)	134	408	200	0,15	4,33.10 ⁻⁴	210,3	65438	10	8,00.10 ⁻²	1,73.10 ⁻²	113,2
K87	109	0,2	Plate (e=1mm)	147	553	200	0,16	5,48.10 ⁻⁴	213,3	43159	10	8,00.10 ⁻²	2,19.10 ⁻²	94,7
K87	139	0,2	Plate (e=1mm)	155	683	200	0,17	6,28.10 ⁻⁴	212,2	31037	10	8,00.10 ⁻²	2,51.10 ⁻²	78,0

Tableau 9.1. Données d'essais réalisés sur éprouvettes fines ($e = 1 \text{ mm}$) à forte taille de grains

9.2 Données brutes des essais cycliques

Matériau	Numéro d'éprouvette	$\Delta\varepsilon_{tot}/2$ (%)	Géométrie d'éprouvette	Module de Young mesuré (GPa)	Module de Young 'annexe' (GPa)	Module de Young théorique (GPa)	$\Delta\varepsilon_{tot}/2$ corrigé (%)	$\Delta\varepsilon_p/2$	$\Delta\sigma/2$ à N_{50} (MPa)	Nombre de cycles à rupture	Fréquence d'essai (Hz)	$\dot{\varepsilon}_{tot}$ (s^{-1})	$\dot{\varepsilon}_p$ (s^{-1})	Déformation plastique cumulée, p
K87	FO1647	0,66	Cylindrique (e=6mm)	200	200	200	0,66	4,92.10 ⁻³	336,6	1767	0,5	1,32.10 ⁻²	9,83.10 ⁻³	34,8
K87	FO1649	0,66	Cylindrique (e=6mm)	200	200	200	0,66	4,88.10 ⁻³	343,5	1705	0,5	1,32.10 ⁻²	9,77.10 ⁻³	33,3
K87	FO1650	0,66	Cylindrique (e=6mm)	200	200	200	0,66	4,88.10 ⁻³	343,5	1996	0,5	1,32.10 ⁻²	9,77.10 ⁻³	39,0
K87	147	0,25	Cylindrique (e=8mm)	193	5870	200	0,25	1,43.10 ⁻³	207,1	90000	3	3,00.10 ⁻²	1,72.10 ⁻²	514,6
K87	149	0,25	Cylindrique (e=8mm)	193	5356	200	0,25	1,44.10 ⁻³	204,6	70707	3	3,00.10 ⁻²	1,73.10 ⁻²	406,9
K87	145	0,15	Cylindrique (e=8mm)	200	200	200	0,15	4,30.10 ⁻⁴	203,2	> 1100000	5,5	3,30.10 ⁻²	9,46.10 ⁻³	> 1892,0
K87	146	0,15	Cylindrique (e=8mm)	200	200	200	0,15	3,00.10 ⁻⁴	225,1	> 5000000	5,5	3,30.10 ⁻²	6,60.10 ⁻³	> 6000,0

Tableau 9.2. Données d'essais réalisés sur éprouvettes épaisses ($e = 6$ mm et $e = 8$ mm) à forte taille de grains

9.2 Données brutes des essais cycliques

Matériau	Numéro d'éprouvette	$\Delta\varepsilon_{tot}/2$ (%)	Géométrie d'éprouvette	Module de Young mesuré (GPa)	Module de Young 'annexe' (GPa)	Module de Young théorique (GPa)	$\Delta\varepsilon_{tot}/2$ corrigé (%)	$\Delta\varepsilon_p/2$	$\Delta\sigma/2$ à N_{50} (MPa)	Nombre de cycles à rupture	Fréquence d'essai (Hz)	$\dot{\varepsilon}_{tot}$ (s^{-1})	$\dot{\varepsilon}_p$ (s^{-1})	Déformation plastique cumulée, p
N32	74	0,8	Plate (e=1mm)	92	171	200	0,62	4,69.10-3	304,9	> 10386	0,5	1,60.10-2	9,38.10-3	194,8
N32	81	0,8	Plate (e=1mm)	91	168	200	0,58	3,98.10-3	366,6	1402	0,5	1,60.10-2	7,96.10-3	22,3
N32	73	0,8	Plate (e=1mm)	118	288	200	0,66	4,64.10-3	396,6	311	0,5	1,60.10-2	9,28.10-3	5,8
N32	83	0,6	Plate (e=1mm)	121	307	200	0,49	3,09.10-3	352,3	1747	0,8	1,92.10-2	9,89.10-3	21,6
N32	64	0,6	Plate (e=1mm)	116	279	200	0,48	3,05.10-3	343,2	1454	0,8	1,92.10-2	9,77.10-3	17,7
N32	50	0,6	Plate (e=1mm)	121	304	200	0,49	3,26.10-3	331,1	2243	0,8	1,92.10-2	1,04.10-2	29,2
N32	63	0,4	Plate (e=1mm)	115	270	200	0,29	1,50.10-3	287,6	23713	1,9	3,04.10-2	1,14.10-2	141,9
N32	54	0,3	Plate (e=1mm)	116	274	200	0,21	7,55.10-4	259,5	80335	4	4,80.10-2	1,21.10-2	242,6
N32	57	0,3	Plate (e=1mm)	112	252	200	0,20	6,62.10-4	260,9	118781	5	6,00.10-2	1,32.10-2	314,3
N32	61	0,3	Plate (e=1mm)	101	206	200	0,18	5,87.10-4	244,8	115174	5	6,00.10-2	1,17.10-2	270,3
N32	56	0,3	Plate (e=1mm)	141	481	200	0,24	9,18.10-4	294,2	15617	4	4,80.10-2	1,47.10-2	57,3
N32	52	0,3	Plate (e=1mm)	130	374	200	0,23	9,07.10-4	272,8	24872	4	4,80.10-2	1,45.10-2	90,3
N32	70	0,3	Plate (e=1mm)	93	174	200	0,17	5,49.10-4	228,1	268529	4	4,80.10-2	8,79.10-3	590,0
N32	71	0,3	Plate (e=1mm)	101	203	200	0,19	7,20.10-4	229,8	350863	4	4,80.10-2	1,15.10-2	1010,7
N32	77	0,3	Plate (e=1mm)	111	251	200	0,21	9,36.10-4	229,8	135419	4	4,80.10-2	1,50.10-2	506,8
N32	49	0,3	Plate (e=1mm)	93	173	200	0,16	4,14.10-4	240,1	> 1000000	4	4,80.10-2	6,63.10-3	1658,0
N32	78	0,3	Plate (e=1mm)	95	183	200	0,16	3,89.10-4	249,2	> 1971000	4	4,80.10-2	6,22.10-3	3064,5
N32	58	0,25	Plate (e=1mm)	120	299	200	0,17	4,54.10-4	245,1	196562	8,3	8,30.10-2	1,51.10-2	357,0
N32	67	0,25	Plate (e=1mm)	91	168	200	0,12	1,19.10-4	217,3	> 2225000	8	8,00.10-2	3,79.10-3	1067,1
N32	65	0,23	Plate (e=1mm)	107	231	200	0,13	2,37.10-4	221,0	> 3000000	8	7,36.10-2	7,60.10-3	2848,6
N32	53	0,2	Plate (e=1mm)	132	392	200	0,14	1,22.10-4	248,7	> 4000000	9,6	7,68.10-2	4,68.10-3	1949,8

Tableau 9.3. Données d'essais réalisés sur éprouvettes fines ($e = 1 \text{ mm}$) à faible taille de grains

