



**HAL**  
open science

# Effet de la microstructure obtenue par fabrication additive sur le vieillissement sous irradiation d'alliages I-20CR

Alexis Dujarrier

► **To cite this version:**

Alexis Dujarrier. Effet de la microstructure obtenue par fabrication additive sur le vieillissement sous irradiation d'alliages I-20CR. Science des matériaux [cond-mat.mtrl-sci]. Normandie Université, 2024. Français. NNT : 2024NORMC231 . tel-04836945

**HAL Id: tel-04836945**

**<https://theses.hal.science/tel-04836945v1>**

Submitted on 13 Dec 2024

**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.

# THÈSE

Pour obtenir le diplôme de doctorat

Spécialité **PHYSIQUE**

Préparée au sein de l'**Université de Caen Normandie**

**Effet de la microstructure obtenue par fabrication additive sur le vieillissement sous irradiation d'alliages NI-20CR**

Présentée et soutenue par  
**ALEXIS DUJARRIER**

**Thèse soutenue le 21/10/2024**

devant le jury composé de :

M. ERIC HUG	Professeur des universités - Université de Caen Normandie (UCN)	Président du jury
M. MAMOUR SALL	Chercheur - Université de Caen Normandie (UCN)	Co-encadrant
MME STÉPHANIE JOBLOT-LECLERC	Chercheur au CNRS - Labo. de Physique des 2 Infinis Irène Joliot-Curie	Membre du jury
MME ISABELLE MONNET	Directeur de recherche - CEA	Membre du jury
M. GUY DIRRAS	Professeur des universités - UNIVERSITE PARIS 13 PARIS-NORD	Rapporteur du jury
M. FABIEN ONIMUS	Chercheur au CEA - Université Paris Saclay	Rapporteur du jury

Thèse dirigée par **ISABELLE MONNET** (Centre de recherche sur les ions, les matériaux et la photonique (Caen))





---

## Remerciements

Ce travail de thèse, financé par le LabEx EMC3 (projet MIFASOL) a été réalisé au CIMAP, Centre de recherche sur les Ions, les Matériaux et la Photonique à Caen.

Je tiens tout d'abord à remercier Isabelle Monnet pour m'avoir accueilli au sein du laboratoire lors de mon stage de master, puis de m'avoir fait confiance en me proposant le sujet de cette thèse.

Je remercie Mamour Sall qui a codirigé mes travaux avec Isabelle Monnet, et qui a participé ma formation scientifique au quotidien, au travers de nos discussions et en m'apprenant à utiliser le Microscope Électronique en Transmission et le FIB.

J'adresse mes remerciements à Fabien Onimus et Guy Dirras pour avoir accepté de rapporter ce travail de thèse, ainsi qu'à Stéphanie Jublot-Leclerc, Auriane Etienne et Eric Hug pour avoir accepté de faire partie du jury.

Les différentes expériences d'irradiations n'auraient pas pu être réalisées sans l'ensemble du personnel des différentes installations qui nous ont accueillis, mais en particulier les coordonnateurs et le personnel d'accueil. Je remercie donc Marie Loyer-Prost pour nous avoir conseillé sur les conditions d'irradiation optimales et pour avoir suivi les expérimentations sur la ligne JANNuS-Saclay. Je remercie aussi Stéphanie Jublot-Leclerc et Cédric Baumier pour m'avoir accompagné et m'avoir formé à l'utilisation du MET lors des expériences in-situ à JANNuS-Orsay. Je remercie aussi Herman Rothard et Henning Lebius pour m'avoir aidé à régler le faisceau d'ions lors des irradiations sur la ligne IRRSUD.

Je suis également reconnaissant envers toutes les personnes qui m'ont formé aux différents équipements que j'ai eu l'occasion d'utiliser, à commencer par Marie-Pierre Chauvat qui m'a initié au FIB et au PIPS permettant l'élaboration de lames minces MET. Je remercie aussi Cendrine Folton qui m'a permis d'utiliser les équipements du laboratoire CRISMAT pour découper et polir mes échantillons avant irradiation. Je remercie aussi le GPM et en particulier Auriane Etienne pour m'avoir aidé à déterminer les conditions d'électropolissage des lames minces in-situ et de m'avoir accueilli lors de ces préparations, ainsi que Ronan Henry, qui a usiné les micro-piliers et réalisé les tests de micro-compression. Je souhaite remercier Lydie Mas et Rémy Ribot, doctorants au CRISMAT avec qui nous avons préparé par fabrication additive les échantillons nécessaires pour nos travaux respectifs. Enfin je remercie tous les ingénieurs et techniciens du CIMAP qui m'ont aidé lors des expériences sur les lignes de faisceaux du GANIL.

Merci aussi à toute l'équipe du CIMAP que j'ai côtoyé ces trois dernières années, et en particulier tous les doctorants et post-docs avec qui j'ai pu partager mon bureau mais surtout de nombreux moments.

Enfin, un dernier remerciement à ma famille, et tout particulièrement à Camille pour le soutien que vous m'avez apporté dans les moments difficiles. Sans vous pour m'encourager jour après jour, je ne serais probablement pas arrivé jusque-là. Merci du fond du cœur d'avoir cru en moi.

---

# Sommaire

Introduction .....	6
I. État de l'art.....	10
I.1 - Fabrication additive des métaux.....	11
I.1.1 - Présentation générale.....	11
I.1.2 - Fusion Laser sur Lit de Poudre .....	13
I.1.2.1 - Présentation du processus L-PBF.....	13
I.1.2.2 - Paramètres influençant le processus de fabrication .....	14
I.1.2.3 - Défauts de fabrication.....	15
I.1.2.4 - Croissance des grains et microstructure .....	17
I.2 - Interaction ion-matière.....	20
I.2.1 - Perte d'énergie par excitations électroniques.....	20
I.2.2 - Perte d'énergie par chocs nucléaires.....	22
I.2.3 - Défauts induits par les chocs nucléaires .....	24
I.3 - Les matériaux du nucléaire.....	28
I.3.1 - Généralités sur les matériaux du nucléaire.....	28
I.3.2 - Microstructure des matériaux étudiés.....	30
I.3.2.1 - Superalloys base nickel .....	30
I.3.2.2 - Ni-20Cr.....	31
I.3.3 - Effets des irradiations sur les matériaux.....	35
I.3.3.1 - Superalloys à base nickel.....	35
I.3.3.2 - Ni-20Cr.....	37
II. Dispositifs expérimentaux.....	41
II.1 - Fabrication des échantillons L-PBF.....	42
II.1.1 - Caractérisation antérieure de la poudre.....	42
II.1.2 - Étapes pré-process et stratégies de fabrication.....	42
II.1.3 - Fabrication L-PBF .....	43
II.1.4 - Post-traitements.....	44
II.2 - Conditions d'irradiation .....	45
II.2.1 - Dispositifs d'irradiation .....	45
II.2.1.1 - JANNuS-Saclay.....	45
II.2.1.2 - JANNuS-Orsay.....	45
II.2.1.3 - GANIL.....	46

---

II.2.2 - Simulations des expériences d'irradiation par Iradina.....	47
II.3 - Méthodes de préparation des échantillons .....	49
II.3.1 - Lames minces irradiées <i>in situ</i> à JANNuS-Orsay.....	49
II.3.2 - Échantillons massifs pour irradiation à JANNuS-Saclay et IRRSUD .....	49
II.3.3 - Lames FIB tirées des échantillons massifs .....	49
II.4 - Microscopie Électronique en Transmission.....	52
II.4.1 - Généralités.....	52
II.4.2 - Modes d'imagerie.....	53
II.4.3 - Visualisation des défauts cristallins .....	53
II.4.4 - Mesure de l'épaisseur des lames par CBED.....	54
II.5 - Essais de compression micro-piliers .....	57
II.5.1 - Préparation des micro-piliers au FIB et protocole de compression .....	57
II.5.2 - Analyse des résultats.....	58
III. Évolution de la microstructure du Ni-20Cr sous irradiation.....	61
III.1 - Microstructure du Ni-20Cr non irradié .....	62
III.1.1 - Ni-20Cr L-PBF.....	62
III.1.1.1 - Les bains de fusion et leur microstructure .....	62
III.1.1.2 - Structure dendritique et cellules de dislocations .....	63
III.1.1.3 - Les précipités.....	65
III.1.2 - Effet des traitements thermiques.....	69
III.1.2.1 - Recuit 1000 °C / 2 h.....	69
III.1.2.2 - Recuit à 1100 °C / 10 h .....	70
III.1.3 - Référence.....	71
III.2 - Microstructure du Ni-20Cr irradié.....	73
III.2.1 - Identification de la nature des défauts d'irradiation .....	73
III.2.2 - Cinétique de croissance des boucles de dislocation.....	77
III.2.2.1 - Effet des paramètres de fabrication .....	77
III.2.2.2 - Effet des traitements thermique .....	86
III.2.2.3 - Comparaison avec le matériau de référence .....	88
III.2.2.4 - Discussion sur la cinétique de croissance des boucles de dislocation .....	90
III.2.3 - Évolution des lignes de dislocation et des cellules dendritiques .....	92
III.2.3.1 - Évolution des lignes de dislocations sous irradiation.....	92
III.2.3.2 - Évolution de la densité de lignes de dislocation.....	93
III.2.3.3 - Évolution des cellules de dislocations. ....	94

---

III.2.3.4 - Création de structures de défauts ordonnés lors d'irradiation in situ.....	97
III.2.4 - Effet de l'irradiation sur la précipitation et la ségrégation.....	98
III.2.4.1 - Évolution des précipités interdendritique et intradendritique.....	98
III.2.4.2 - Évolution des joints de grains.....	100
III.2.4.3 - Ordre à courte distance.....	100
III.3 - Synthèse.....	101
III.3.1 - Cinétique de croissance des défauts.....	101
III.3.2 - Autres modification microstructurales.....	101
IV. Évolution des propriétés mécaniques du Ni-20Cr sous irradiation.....	103
IV.1 - Essais de compression micro-piliers.....	104
IV.1.1 - Observations MEB des micro-piliers.....	104
IV.1.1.1 - Avant compression.....	104
IV.1.1.2 - Après compression.....	105
IV.1.2 - Résultats des essais de compression micro-piliers.....	106
IV.2 - Modèle de durcissement par barrières dispersées.....	110
IV.2.1 - Présentation du modèle.....	110
IV.2.2 - Application du modèle de durcissement par barrières dispersées.....	113
IV.2.2.1 - Application au matériau de référence.....	113
IV.2.2.2 - Application au matériau brut.....	113
IV.2.2.3 - Application au matériau recuit irradié.....	114
IV.2.2.4 Application au matériau recuit.....	115
IV.3 - Synthèse.....	116
Conclusions et perspectives.....	118
Bibliographie.....	122
Annexes.....	133
A.1 - Conditions d'observation des défauts.....	134
A.2 - Résultats expérimentaux des mesures de taille et de densité.....	136
A.3 - Résultats expérimentaux de nano-indentation.....	138



---

# Introduction

---

Cette thèse de doctorat s'est déroulée dans le cadre du projet MIFASOL, financé par le LabEx EMC<sup>3</sup> (Laboratoire d'Excellence Energy Materials and Clean Combustion Center), qui porte sur les effets de la Microstructure Induite par Fabrication Additive sur la tenue sous SOLlicitation (irradiation et rupture). Il fait suite au projet NiCroFab également financé par le LabEx EMC3, la thématique de Fabrication Additive (FA), en particulier des métaux, étant fortement soutenue par la région Normandie. Les recherches réalisées dans le cadre du projet NiCroFab ont permis de déterminer une stratégie de construction pour l'alliage Ni-20Cr (nickel allié à 20 % massique de chrome) par Fusion Laser sur Lit de Poudre (L-PBF) et de caractériser sa microstructure et une partie de ses propriétés mécaniques. Le projet MIFASOL permet d'approfondir les connaissances sur ce matériau. Son comportement à rupture est étudié par la thèse de Sélia Benmabrouk, effectuée au laboratoire GPM de Rouen. Les effets de l'irradiation sur sa microstructure et ses propriétés mécaniques font l'objet de ce travail.

La FA regroupe l'ensemble des processus de mise en forme des matériaux permettant l'élaboration rapide d'une pièce par ajout de couches successives de matière en utilisant un modèle 3D. Née dans les années 1980, elle connaît depuis un engouement croissant et peut s'appliquer à une large gamme de matériaux. Le procédé L-PBF, le plus courant pour la FA des métaux, a été utilisé pour cette étude. La FA présente de nombreux intérêts, à commencer par la création rapide de pièces complexes et personnalisées. Il est par exemple possible de réduire les étapes post-fabrication en produisant en une seule pièce un assemblage qui en nécessite plusieurs par métallurgie classique. Ces géométries complexes permettent aussi d'alléger les structures et ainsi de gagner en poids et en matière première utilisée, ce qui réduit les coûts de production et répond aux enjeux écologiques actuels. Cependant, bien que des progrès ne cessent d'être réalisés, ces processus connaissent encore quelques restrictions. Tout d'abord, la taille maximale des pièces qui peut être obtenue est encore limitée, il est aujourd'hui difficile de dépasser les 50 cm<sup>3</sup>. Cela implique également un problème pour la fabrication d'un grand nombre de pièces. De plus, si la FA diminue le nombre d'étapes d'assemblage post-fabrication, il est récurrent de devoir effectuer un traitement thermique pour homogénéiser la microstructure ou de devoir polir la pièce du fait d'une rugosité importante. Enfin, l'emploi de certains matériaux communs et très utilisés comme le cuivre représente encore un challenge. Malgré toutes ces restrictions, la FA auparavant principalement utilisée pour le prototypage est de plus en plus employée par les différentes industries, notamment l'automobile, l'aérospatiale, le médical et le secteur énergétique. En effet, la Westinghouse Electric Company a déjà installé un dispositif de branchement de dé à coudre (Figure I.1) ainsi qu'un filtre de débris en Inconel 718 dans une centrale nucléaire [1,2]. Si la FA est déjà utilisée pour remplacer des pièces obsolètes qui ne sont plus produites, elle est aussi envisagée pour améliorer la conception des pièces et gagner en rendement dans les réacteurs de prochaine génération.



Figure I.1 : Dispositif de branchement de dé à coudre FA en inconel 718 réalisé par Westinghouse Electric Company [3].

Dans ces réacteurs nucléaires, les matériaux sont soumis à des températures et/ou des pressions élevées, un environnement corrosif, ainsi qu'à un flux de neutrons important. L'irradiation aux neutrons entraîne une modification de la microstructure du matériau. Des défauts comme des boucles de dislocation ou des cavités sont créés, un gonflement peut être observé, ou encore une ségrégation des éléments d'alliage aux joints de grains, menant parfois jusqu'à la précipitation de nouvelles phases. Une accélération de la précipitation sous irradiation peut également avoir lieu. Cela induit généralement une fragilisation des matériaux qu'il est nécessaire de connaître et contrôler. Les matériaux utilisés doivent donc posséder de bonnes propriétés mécaniques pour résister à ces conditions extrêmes. Plusieurs familles de matériaux sont considérées selon les emplois envisagés. Les super alliages à base Nickel aux nombreux éléments d'addition font partis des matériaux étudiés puisqu'ils possèdent une bonne résistance en fluage et à la corrosion et sont stables à haute température. Ils sont ainsi notamment utiles pour des applications au niveau du circuit secondaire, par exemple dans les turbines ou les générateurs de vapeur, où les températures sont très élevées et où les doses d'irradiation subies sont moins importantes [4].

L'alliage Ni-20Cr est un matériau modèle qui permet de comprendre plus facilement les mécanismes de vieillissement sous irradiation du fait de sa microstructure plus simple. De plus, le laboratoire CRISMAT qui nous fournit les pièces, possède une expertise sur la FA de cet alliage grâce aux recherches précédentes. Le processus L-PBF est cependant à l'origine d'une microstructure particulière, qui varie selon les stratégies de fabrication. De nombreuses études se sont déjà consacrées à la microstructure de ces matériaux, qui présentent des grains colonnaires rendant le matériau anisotrope, et à leurs propriétés physico-mécaniques. Cependant, peu de recherches ont encore été menées concernant l'effet de l'irradiation sur les matériaux FA. Il est donc nécessaire d'étudier l'évolution de ces matériaux sous irradiation, notamment leurs microstructures et leurs propriétés mécaniques, afin de statuer sur leur utilisation dans les réacteurs nucléaires.

L'objectif de cette thèse est donc d'étudier l'évolution de la microstructure du Ni-20Cr L-PBF sous irradiation. Trois stratégies de fabrication seront étudiées, utilisant des énergies et des vitesses de balayage du laser différentes. Le matériau L-PBF brut de fabrication sera comparé au matériau recuit et à une référence. Pour ce faire, des irradiations aux ions lourds à 450 °C ont été réalisées, sur des échantillons massifs à JANNuS-Saclay, et sur des lames minces observées *in situ* à JANNuS-Orsay. Cependant, d'autres irradiations aux ions Xe de plus haute énergie ont aussi été réalisées au GANIL sur la ligne IRRSUD afin d'obtenir une profondeur d'implantation plus importante permettant l'étude des propriétés mécaniques. L'intérêt d'utiliser les ions lourds plutôt que les neutrons lors des irradiations est d'une part un accès plus simple aux dispositifs d'irradiation, mais surtout le fait que les échantillons peuvent être récupérés et analysés simplement alors qu'une irradiation aux neutrons active et rend radioactifs les échantillons, ce qui limiterait et complexifierait les analyses. L'effet de ces irradiations sur la microstructure sera principalement étudié par Microscopie Électronique en Transmission (MET). Cette technique permet entre autres d'étudier la formation et la croissance des défauts d'irradiation (visualisation, identification et caractérisation) ainsi que les potentiels phénomènes d'amorphisation, de ségrégation ou de gonflement (formation de cavités ou de bulles). Les propriétés mécaniques seront aussi analysées par compression micro-piliers et mises en relation avec la microstructure observée.

Le sujet sera d'abord introduit par un état de l'art concernant les trois points majeurs de l'étude. En premier lieu, la FA, son processus de construction et les paramètres influant sur la qualité des pièces seront abordés. Dans un second temps, les mécanismes d'interactions ion-matière et leurs effets seront expliqués. Un dernier point sera consacré aux matériaux du nucléaire et en particulier les superalliages base nickel et le Ni-20Cr.

Les méthodes et protocoles employés lors des irradiations et des caractérisations seront ensuite détaillés dans une partie expérimentale. Il y sera développé le fonctionnement de la machine de fabrication L-PBF et les stratégies de fabrication employées. Puis les conditions d'irradiations choisies seront décrites. Les méthodes de préparation des lames MET et les principes de la MET ainsi que les conditions d'observations seront ensuite développés. Enfin, la méthode de préparation des micro-piliers et les résultats qu'il est possible d'en tirer seront expliqués.

Les résultats expérimentaux concernant l'évolution de la microstructure du Ni-20Cr sous irradiation seront présentés dans une troisième partie, après avoir présenté les microstructures initiales. Les défauts formés lors de l'irradiation seront identifiés et caractérisés puis leur cinétique de croissance sera étudiée. L'évolution de la structure de dislocation et des cellules dendritiques sera aussi détaillée.

Une dernière partie sera consacrée à l'évolution des propriétés mécaniques sous irradiation. Les résultats des tests de compression micro-piliers y seront présentés et seront mis en relation avec la microstructure observée par MET par le biais du modèle de durcissement par barrières dispersées.

Enfin, une conclusion reviendra sur les différents résultats obtenus et présentera les perspectives envisagées.

---

# I. État de l'art

---

## I.1 - Fabrication additive des métaux

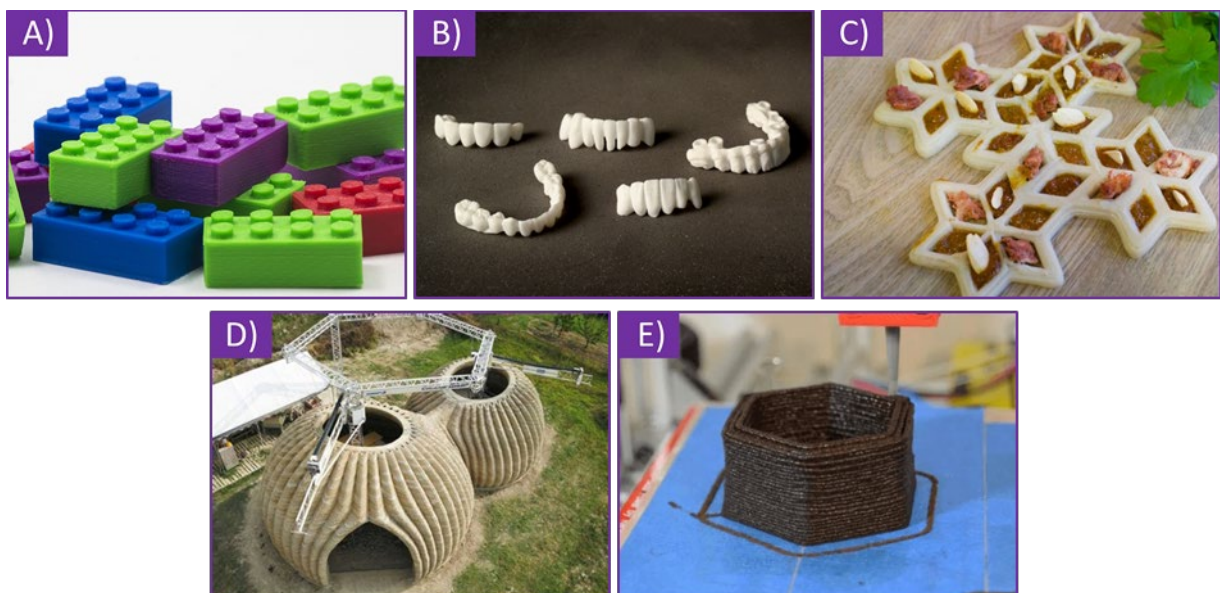
### I.1.1 - Présentation générale

La fabrication additive désigne l'ensemble des procédés de fabrication permettant de créer des pièces en volume par superposition de couches de matière. En 1984, le premier brevet (N° US4575330) exploitant la fabrication additive est déposé par Charles Hull pour son procédé de stéréolithographie, permettant l'obtention de polymères thermodurcissables. Depuis, les avantages reconnus de cette méthode de fabrication ont conduit à un développement rapide de l'élaboration des autres types de matériaux, dont les métaux, les céramiques ou même des composites, comme l'illustre la [Figure I.1](#). Divers procédés d'élaboration sont utilisés pour répondre aux besoins et propriétés de chaque matériau. L'organisme de normalisation ASTM International a regroupé en 2013 les différents procédés en 7 familles, décrites en [Figure I.2](#), selon la matière première et les principes physiques employés [5]. Bien que ces familles regroupent la majeure partie des procédés utilisés, les avancées constantes dans le domaine ont permis la création de techniques ne rentrant pas dans ces catégories.

La fabrication d'une pièce par FA peut être décomposée en 3 étapes clés communes à chacun des procédés :

- Conception du modèle 3D à partir d'un logiciel de CAO (Conception Assistée par Ordinateur).
- Découpe du modèle en couches (« slicing »), contenant chacune les paramètres de fabrication souhaités (épaisseur de couche, vitesse de balayage du laser, chemin du laser, etc.) et les informations nécessaires à la construction.
- Fabrication à partir du modèle précédent par ajout de couches successives de matière.

Selon le procédé utilisé, des étapes de post-traitement peuvent être employées afin d'améliorer l'état de surface et/ou les propriétés mécaniques de la pièce, tels qu'un recuit ou un sablage. L'emploi de supports liants la pièce au plateau, qu'il faut donc retirer après fabrication, est parfois nécessaire.



*Figure I.1 : Exemples de pièces réalisées par FA dans différents matériaux. A) Polymère [6], B) Céramique [7], C) Aliments [8], D) Béton [9] et E) Composite à base de marc de café [10].*

## I. État de l'art

<b>Fusion sur lit de poudre</b>	• Une couche de poudre est déposée sur l'entièreté du plateau de fabrication. Un faisceau laser ou électronique balaye ensuite la poudre pour la fondre, en accord avec le modèle 3D.
<b>Dépôt sous énergie concentrée</b>	• La poudre est déposée par une buse uniquement aux endroits nécessaires et est simultanément fondue par un laser.
<b>Jet de liant</b>	• Une couche de poudre est déposée sur le plateau de fabrication. Un liant est ensuite projeté sous forme de gouttelettes sur la poudre aux endroits spécifiés par le modèle 3D.
<b>Projection de matière</b>	• De la matière fondue est projetée sur un plateau par des buses, ligne par ligne, comme pour une impression par jet d'encre standard. Un faisceau UV permet la solidification.
<b>Photopolymérisation</b>	• Un rayon UV initie une réaction de polymérisation dans une cuve remplie de résine photopolymère, ce qui la solidifie couche par couche.
<b>Laminage de feuille</b>	• Des feuilles de matière sont découpées par laser et collées entre elles à l'aide d'une résine thermodurcissable.
<b>Extrusion de matière</b>	• La matière est extrudée sous forme de filaments et déposée sur la plateau à travers une buse. L'empilement de couches de filament successives forme la pièce.

Figure I.2 : Liste des familles de procédés FA tels que définis par l'ASTM.

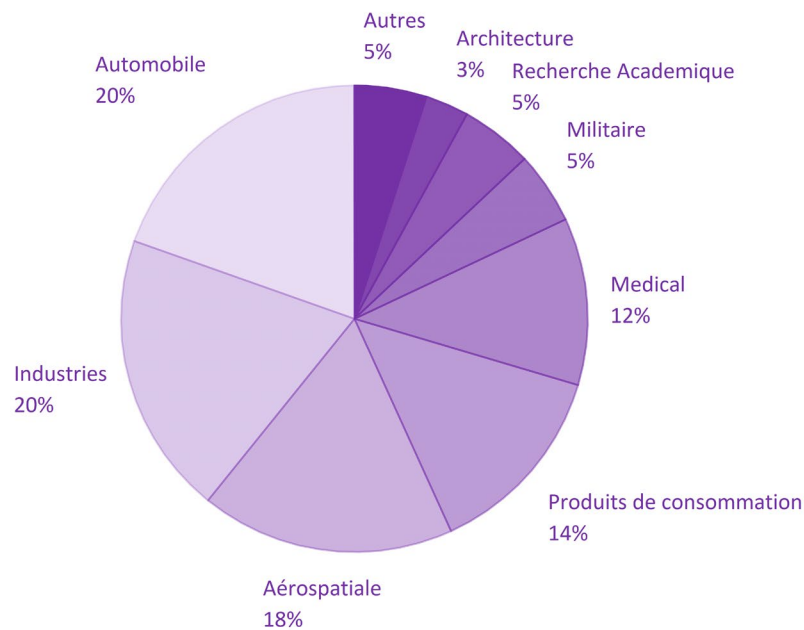


Figure I.3 : Proportion des revenus apportés par l'utilisation de la FA dans les différents secteurs d'activités [11].

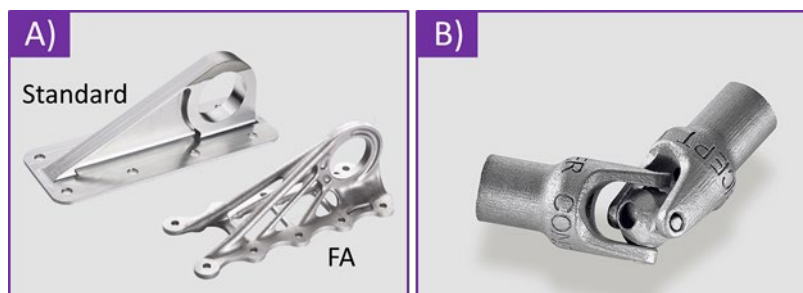


Figure I.4 : Exemple de pièces optimisées par FA. A) Support de cabine de l'Airbus A350 XWB permettant d'alléger la pièce. B) Joint réalisé en une seule fabrication, supprimant les étapes d'assemblage.

Concernant ses applications, la FA a d'abord été utilisée comme un moyen de prototypage rapide, étant donné que seul un modèle 3D est requis pour obtenir une pièce. Par la suite, les avantages qu'offre la FA ont étendu son champ d'utilisation aux grands secteurs d'activités que sont l'aérospatiale, l'automobile ou encore la médecine. Cela est démontré par le rapport Wohlers de 2018 [11], dont est issue la [Figure I.3](#) qui répertorie la proportion des revenus engendrés par l'utilisation de la FA dans ces différents secteurs. La possibilité de créer des pièces complexes permet d'optimiser leur conception pour des besoins spécifiques [12]. Les secteurs tels que l'aérospatiale ou l'automobile tirent parti de cette propriété pour alléger les structures et gagner en performance, comme le montre l'exemple d'un support de cabine de l'Airbus A350 XWB en [Figure I.4.A](#) [13]. De plus, des études tentent de limiter les étapes de post-fabrication, par exemple en construisant une pièce en une seule fabrication, là où il aurait fallu en assembler deux différentes par voie classique, comme pour le joint présenté en [Figure I.4.B](#) [14]. Certains procédés comme le dépôt sous énergie concentrée sont aussi utilisés pour réparer des pièces comme des pales de turbines [15]. La FA autorise en outre un contrôle précis de la porosité des céramiques.

Malgré ces avantages et les progressions constantes dans ce domaine, de nombreux inconvénients à l'utilisation de la FA subsistent et limitent encore sa démocratisation :

- Sélection des matériaux : certains métaux réfractaires comme le tantale ou le tungstène, des céramiques nécessitant une température de frittage élevée ou encore certains matériaux composites courants sont impossibles à fabriquer par FA.
- Taille des pièces : la plupart des procédés FA disposent de volumes de construction restreint ce qui limite la taille maximale des pièces. Pour des productions industrielles de masse, cela implique aussi une vitesse de production plus lente.
- État de surface rugueux et propriétés mécaniques anisotropes et/ou dégradées : étapes de post-traitement parfois requises pour obtenir les propriétés ou l'état de surface requis pour l'application visée.

La base de données Aniwaa a réalisé un sondage en 2019 [16] montrant que les principaux procédés utilisés pour la fabrication additive des métaux sont l'extrusion de matière, le jet de liant, le dépôt sous énergie concentrée et la fusion sur lit de poudre (L-PBF pour Laser Powder Bed Fusion). Ce dernier est le plus courant et a servi à élaborer les échantillons étudiés pour ce travail. Son principe est donc décrit plus spécifiquement dans le paragraphe suivant.

### I.1.2 - Fusion Laser sur Lit de Poudre

#### I.1.2.1 - Présentation du processus L-PBF

Le procédé L-PBF, illustré en [Figure I.5](#), se découpe en trois étapes. Tout d'abord, une couche de poudre d'épaisseur définie préalablement est déposée sur l'entièreté d'un plateau métallique. Ensuite, un laser est orienté à l'aide de miroirs haute fréquence pour fondre la poudre uniquement sur les zones prévues selon le plan de la couche. La matière se solidifie rapidement en formant des bains de fusion, qui sont des zones fondues par un même trait de laser. Enfin, le plateau descend de la hauteur d'une couche et le racleur dépose un nouveau lit de poudre. Ces étapes sont répétées jusqu'à la construction complète de la pièce. Une fois le processus de fabrication terminé, la poudre non fondue est récupérée et tamisée afin de la séparer des gros agrégats formés lors de la fabrication sous l'effet du laser. Elle est ainsi recyclée et réutilisée lors d'une prochaine fabrication.



## I. État de l'art

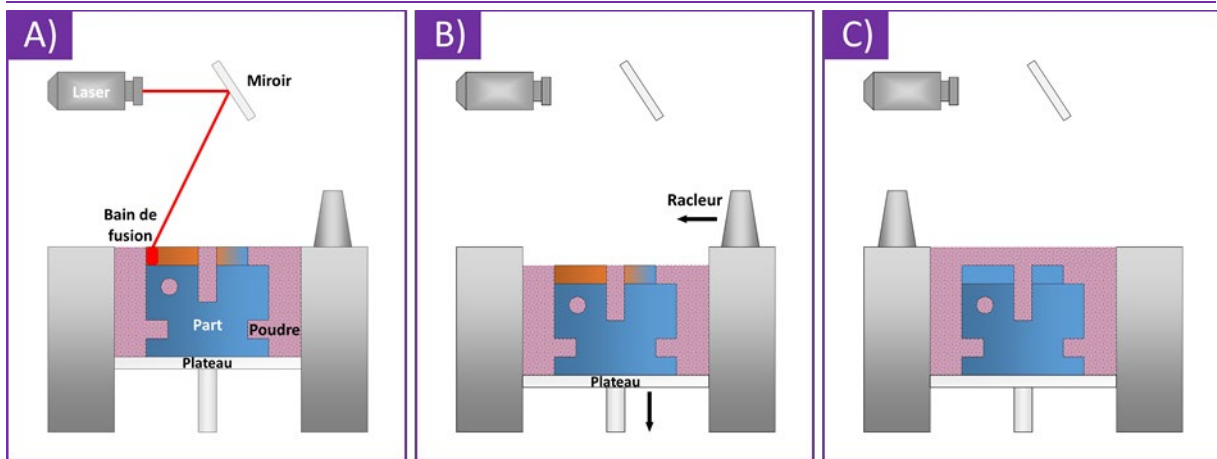


Figure 1.5 : Schéma du processus de fabrication L-PBF en 3 étapes. A) Fusion de la poudre par un laser selon le plan de la couche. B) Descente du plateau. C) Dépôt de la couche de poudre suivante.

### I.1.2.2 - Paramètres influençant le processus de fabrication

Le résultat du processus de fabrication L-PBF dépend de nombreux paramètres définis par l'opérateur, qui influent sur la densité, les propriétés et la microstructure de la pièce. Les principaux facteurs sont la puissance du laser  $P$ , sa vitesse de balayage  $v$ , l'épaisseur de couche  $e$  et la distance entre cordons (traits de lasage)  $h$ , et sont représentés en Figure 1.6. D'après ces paramètres il est possible de déterminer l'énergie volumique déposée par le laser, notée  $E_v$ , telle que :

$$E_v = \frac{P}{v \cdot h \cdot e}$$

Cette grandeur permet de comparer simplement les stratégies de fabrication et les énergies utilisées lors de la fabrication entre différents procédés à l'aide d'une seule valeur. Cependant, ce calcul simplifié ne représente pas l'interaction réelle du laser avec la poudre puisqu'il ne prend pas en compte de nombreux paramètres comme l'absorption du laser par la poudre ou le diamètre du faisceau laser. De plus, le laser pénètre et refond plusieurs couches à chaque passage. Il n'est donc utilisé qu'à titre de comparaison [17]. Des variantes de ce calcul permettent de déterminer les énergies linéique et surfacique, utiles pour déterminer l'énergie nécessaire à la formation des bains de fusion.

En plus de ces paramètres, la stratégie de balayage adoptée influe sur la microstructure finale. Quatre grandes familles de stratégies sont distinguées (Figure 1.7), chacune comprenant des variantes. La méthode bidirectionnelle est la plus rapide mais engendre de nombreuses contraintes résiduelles. Afin de les limiter, les stratégies en bande, en damier et en spirale ont été développées. Entre chaque couche, il est courant d'effectuer une rotation de la direction du laser, le plus souvent de 90° ou 67°. Cela permet de ne pas empiler les bains de fusion les uns au-dessus des autres, afin de réduire la formation de défauts et le risque de fractures liées à la fragilisation entre les couches. Ces stratégies sont utilisées pour construire le volume des pièces. Afin d'améliorer l'état de surface, des stratégies plus douces sont appliquées en bordure, en contour et en surface des pièces.

En plus de la stratégie de fabrication, la matière première, à savoir la poudre utilisée, a aussi un rôle à jouer. Tout d'abord, elle doit posséder une bonne coulabilité, permettant d'obtenir un lit de poudre uniforme. Cela dépend principalement de la morphologie de la poudre, la plus sphérique possible, ainsi que de sa granulométrie, la plus petite possible. Elle doit aussi avoir une bonne absorbance pour la longueur d'onde du laser afin d'être fondue. Par exemple le cuivre n'absorbe pas la longueur d'onde de 1060 nm des lasers habituellement utilisés en L-PBF. Pour élaborer une pièce FA en cuivre, il est donc nécessaire soit d'installer un laser différent de longueur d'onde inférieure ou

égale à 515 nm, soit de se tourner vers un autre procédé, comme la fusion sélective par faisceau d'électrons (SEBM) [18].

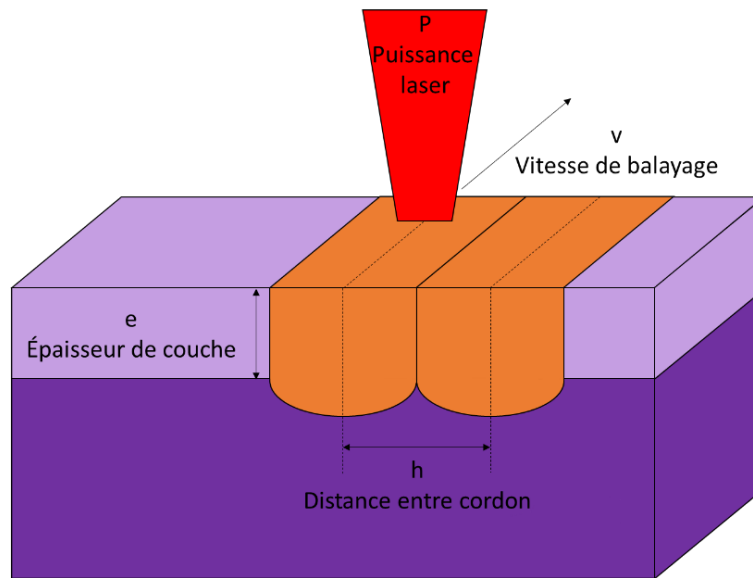


Figure I.6 : Représentation des principaux paramètres de construction en L-PBF.

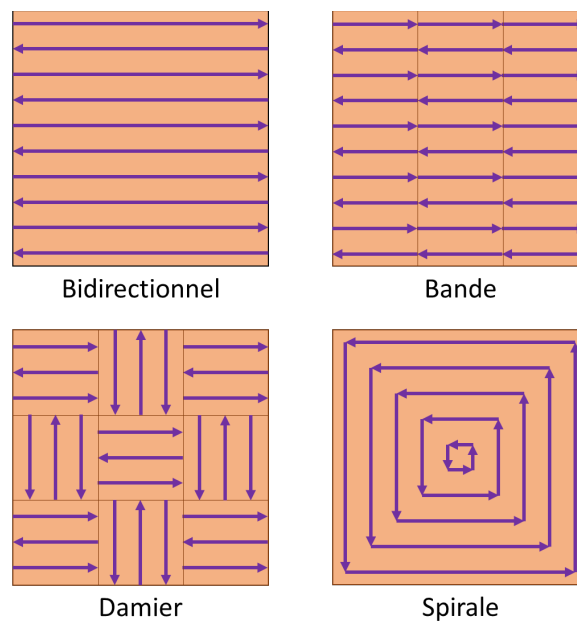


Figure I.7 : Stratégies de balayage du laser les plus courantes en L-PBF.

### I.1.2.3 - Défauts de fabrication

Le processus de fabrication L-PBF peut être à l'origine de plusieurs types de défauts caractéristiques, dont les principaux sont illustrés en Figure I.8 et détaillés ci-dessous.

- Modification de la composition chimique : la déposition d'énergie lors du balayage du laser induit un chauffage intense, pouvant entraîner une décomposition du matériau et/ou la vaporisation de certains éléments d'alliage volatiles. Une diminution de 10 à 15 % de la teneur en aluminium par rapport à la composition de la poudre a par exemple été observée dans un alliage Ti-6Al-4V [19].
- « Balling » : deux types ayant des causes différentes sont identifiés et sont relativement courant. Le premier est dû à une énergie volumique déposée trop faible, ce qui mène à une

mauvaise fonte des particules de poudre. La viscosité du mélange est élevée et le bain de fusion tend à se solidifier sous forme d'ellipses suivant la direction du laser avec une largeur de plusieurs dizaines de microns, au lieu d'être uniforme. Le deuxième est relié à une vitesse de balayage trop grande. De petites particules de poudres sont projetées en surface et se solidifient sous la forme de sphères de quelques microns de diamètre [20]. Ce phénomène empêche un dépôt de poudre uniforme et fragilise la liaison avec la couche suivante [21], pouvant provoquer d'autres conséquences comme la formation de porosités.

- Porosité : plusieurs types de porosités sont distingués. Tout d'abord, si l'énergie volumique est trop faible ou s'il y a un mauvais recouvrement entre les cordons, un manque de fusion est observé, dont la conséquence est la formation de pores irréguliers et allongés dans la direction de balayage et à l'intérieur desquels de la poudre non fondue se retrouve [22,23]. À l'inverse, une porosité sphérique est observée lorsque l'énergie volumique déposée est trop élevée. Cela peut être lié à l'instabilité des bains de fusion qui se forment et s'effondrent régulièrement, ce qui conduit au piégeage de vapeurs (gaz vecteur ou éléments d'alliage). Du gaz peut aussi provenir de pores présents à l'origine dans les particules de poudre. L'effet Keyhole peut aussi intervenir. Il s'agit d'un régime de fabrication intervenant à forte énergie volumique, où le laser pénètre profondément la matière et forme une plume de vapeur métallique, vapeur qui se retrouve piégée lors de la solidification.
- Fissuration et délamination : du fait des forts gradients thermiques entre les bains de fusion ou entre les couches lors de la solidification, des coefficients de dilatation très différents sont obtenus. Il en résulte des contraintes élevées, à l'origine de distorsions et de fissurations. Les fissurations apparaissent en majorité soit au niveau des pores et se prolongent le long des joints de grains [24], soit à l'interface entre deux couches, auquel cas le terme de délamination est utilisé [25].
- Défauts de dimensionnement et de géométries : des différences entre les dimensions nominales et les dimensions réelles d'une pièce sont parfois notées. Le plus fréquent est un rétrécissement qui donne des pièces plus petites que ce qui est attendu, mais un élargissement est aussi possible. Le phénomène de distorsion est quant à lui responsable de la courbure de surfaces censées être planes.
- Rugosité : une rugosité importante des pièces L-PBF est souvent notée. Elle peut provenir du phénomène de « balling » décrit plus tôt ou encore de l'effet de « marche » dû à l'épaisseur de couche et qui se remarque d'autant plus sur les zones courbes.

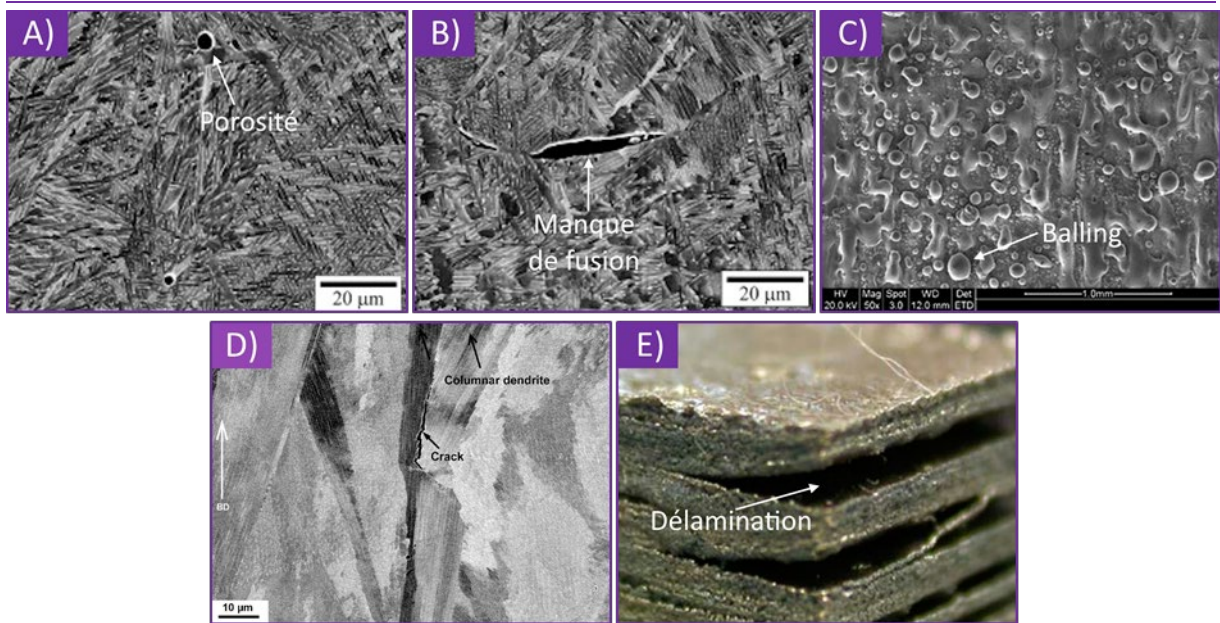


Figure 1.8 : Représentation des principaux défauts rencontrés dans les pièces L-PBF. A) Pores [22], B) Manque de fusion [22], C) « Balling » [21], D) Fissuration [24], E) Délamination [25].

La plupart de ces défauts peuvent être atténués en déterminant les paramètres de construction optimaux, et notamment la vitesse de balayage et la puissance du laser, comme l'indique la carte de stabilité du processus L-PBF du matériau Ti-6Al-4V en Figure 1.9 [26]. Il est aussi possible d'améliorer les propriétés grâce à des post-traitements tels que les traitements thermiques pour éliminer les contraintes résiduelles, ou le polissage pour diminuer la rugosité.

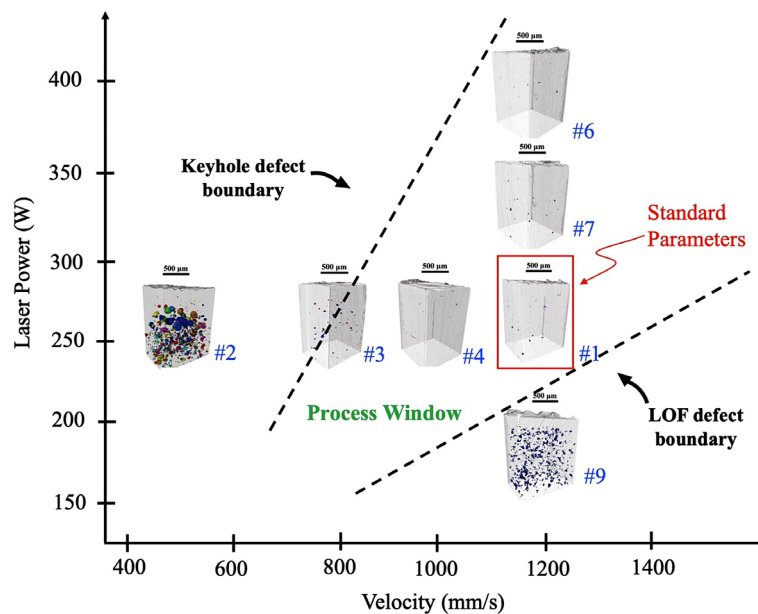


Figure 1.9 : Carte de stabilité du processus L-PBF du matériau Ti-6Al-4V indiquant les paramètres pour lesquels une pièce de bonne qualité est obtenue, ainsi que les limites en dehors desquelles d'importants défauts sont formés [26]. À vitesse élevée et puissance de laser faible, des manques de fusion (ou LOF pour Lack of Fusion) sont retrouvés alors que pour de faibles vitesses et une puissance importante il y a formation de défaut de type Keyhole.,

#### I.1.2.4 - Croissance des grains et microstructure

Dans les métaux, quatre morphologies de croissance différentes sont distinguées, dépendant du gradient thermique  $G$  et de la vitesse de solidification  $R$ . Pour chaque matériau, il est possible de construire une carte de solidification telle que celle de l'Inconel 718 L-PBF en Figure 1.10. En L-PBF,  $G$

## I. État de l'art

est généralement de l'ordre de  $10^6$  K/m [27] et R de l'ordre de 0,1 à 1 m/s [28] mais varie selon les paramètres de fabrication choisis. Pour de telles valeurs, une croissance dendritique colonnaire est la plus fréquente, même si une croissance équiaxe n'est pas impossible.

Les grains sont composés de dendrites faiblement désorientées les unes par rapport aux autres, se propageant selon la direction cristallographique permettant une évacuation de la chaleur la plus rapide possible, (001) dans le cas des matériaux CFC. Le laser pénètre plusieurs couches à chaque passage, refondant et resolidifiant les couches précédentes. Ce processus permet une croissance épitaxiale des dendrites et des grains à travers plusieurs bains de fusion, les couches précédentes servant de substrat. Il n'y a pas de nucléation de nouveaux grains qu'au-delà d'une taille critique. Il en résulte une forte texturation ainsi qu'une anisotropie. De plus, la structure de solidification et la croissance des grains sont directement liées aux bains de fusion et à la manière dont ils permettent de dissiper la chaleur. Les grains croissent toujours dans la direction du gradient thermique, qui est supposé normal à l'interface liquide/solide. Selon les paramètres de construction utilisés, il est possible d'obtenir différentes formes de bains de fusion et donc différentes structures de solidification, colonnaires ou équiaxes. L'exemple donné en Figure 1.11 montre l'évolution du gradient thermique pour deux cas opposés. Dans le cas où la vitesse de balayage est grande, le bain de fusion est très allongé. Le gradient de température est donc parallèle à la direction de construction et les grains seront colonnaires et orientés dans la direction de construction. Dans le cas où la vitesse de balayage est faible, le bain de fusion se solidifie au fur et à mesure que le laser balaye la poudre et garde ainsi une forme moins allongée et plus oblique. Les grains seront donc orientés différemment en fonction de leur position par rapport au bain de fusion.

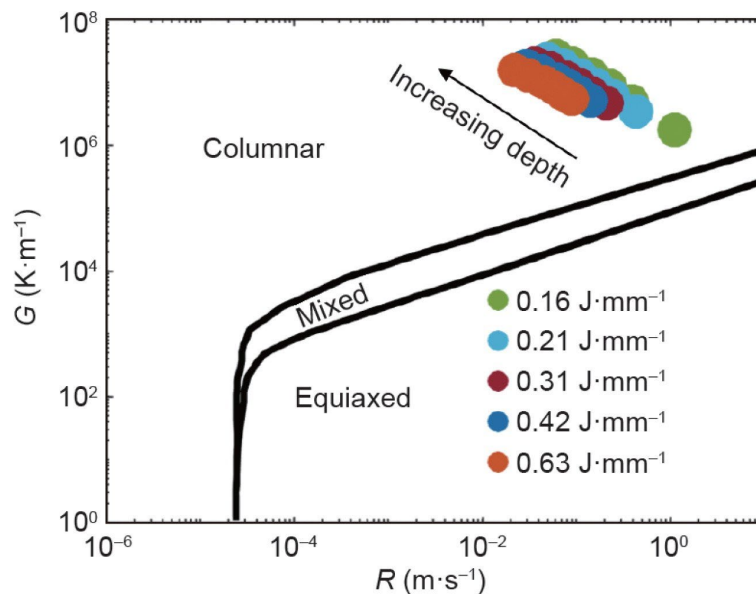


Figure 1.10 : Carte de solidification de l'Inconel 718 L-PBF selon les paramètres  $G$  et  $R$  et pour différentes stratégies de fabrication [29].

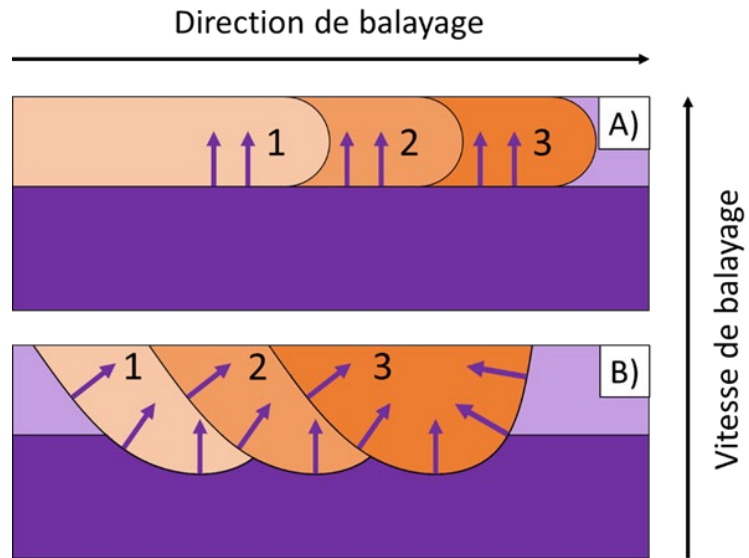


Figure I.11 : Évolution de la direction de solidification (flèches violettes) selon la vitesse de balayage. A) Vitesse élevée donnant des grains colonnaires orientés dans la direction de construction. B) Vitesse faible donnant des grains orientés différemment.

## I.2 - Interaction ion-matière

Dans les centrales nucléaires, les matériaux sont soumis à une irradiation aux neutrons. Cela induit l'activation des matériaux, c'est-à-dire qu'ils deviennent radioactifs. Afin de pouvoir récupérer et analyser facilement les échantillons après irradiation, il est parfois préférable de procéder à une irradiation aux ions, qui permettent d'atteindre des doses élevées beaucoup plus rapidement et sans activer la matière. Dans ce travail de thèse, les effets de l'irradiation sur la microstructure et les propriétés mécaniques du Ni-20Cr ont donc été étudiés à partir d'irradiation aux ions sur différentes installations. Les interactions ion/matière et les défauts d'irradiation communément observés dans les alliages métalliques sont donc brièvement décrits.

Lors d'une irradiation aux ions, les particules pénètrent la matière avec une certaine énergie initiale, qui va décroître au fur et à mesure de leur parcours dans la matière. Si l'échantillon est suffisamment épais, les ions s'arrêtent dans la matière et sont alors dits « implantés ». La perte d'énergie (aussi appelée pouvoir d'arrêt) des ions par unité de longueur parcourue ( $S = -dE/dx$ ) peut être engendrée par deux mécanismes principaux, qui sont les collisions élastiques entre les ions et les noyaux de la cible (perte d'énergie par chocs nucléaires notée  $S_n$ ), ainsi que les collisions inélastiques entre les ions et les électrons de la cible (perte d'énergie par excitations électroniques notée  $S_e$ ). Les autres mécanismes d'interactions possibles comme les réactions nucléaires ne seront pas évoqués, du fait de leur faible section efficace aux énergies utilisées, qui ne permet pas de franchir la barrière coulombienne. Comme le montre la [Figure I.12.A](#), ces deux mécanismes sont régis par la vitesse des particules. Pour mettre en évidence cette relation, l'énergie des particules est divisée par leur unité de masse atomique.

La perte d'énergie électronique est prépondérante à haute énergie ( $10^{-1}$  à  $10^2$  MeV/u) tandis que la perte d'énergie nucléaire intervient à basse énergie ( $10^{-5}$  à  $10^{-2}$  MeV/u). L'exemple donné en [Figure I.12.B](#) montre l'évolution des pouvoirs d'arrêt des ions Xe d'énergie 0,7 MeV/u en fonction de leur pénétration dans le Ni-20Cr. Il est à noter que la majeure partie de l'énergie est perdue par collisions inélastiques et que la perte d'énergie nucléaire ne devient prépondérante qu'en fin de parcours des ions. Ces deux types d'interactions peuvent engendrer la formation de défauts, selon les propriétés du matériau ciblé.

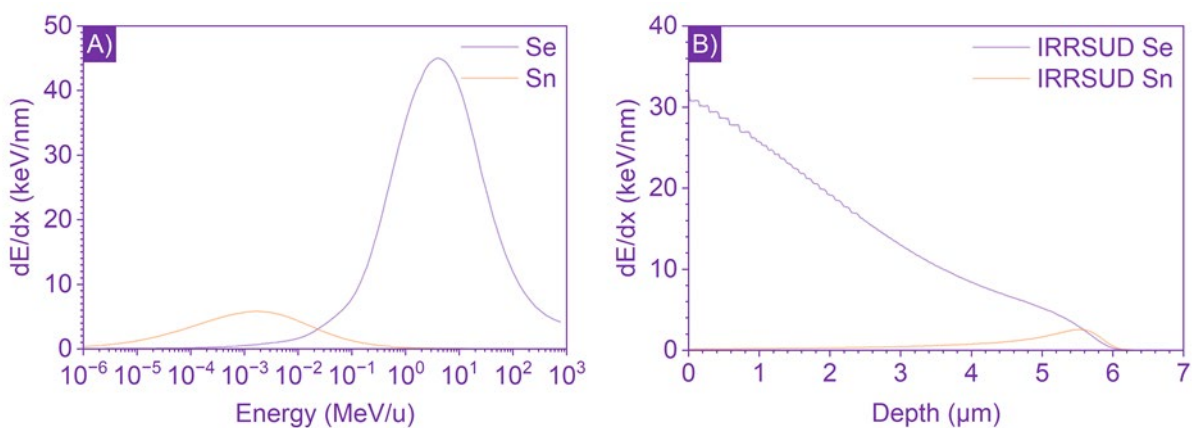


Figure I.12 : A) Évolution des pertes d'énergies par chocs nucléaires ( $S_n$ ) et par excitations électroniques ( $S_e$ ) en fonction de l'énergie d'un ion Xe dans le Ni-20Cr. B) Évolution des pouvoirs d'arrêt des ions Xe d'énergie 0,7 MeV/u en fonction de la profondeur de pénétration dans le Ni-20Cr. Les simulations sont réalisées grâce au logiciel Iradina.

### I.2.1 - Perte d'énergie par excitations électroniques

Les interactions entre projectiles et électrons des atomes cibles entraînent une perte d'énergie cinétique et sont donc qualifiées d'inélastiques. L'énergie  $S_e$  perdue par le projectile dépend de sa vitesse et il existe différents modèles pour la calculer. Trois régimes principaux sont identifiés.

Pour les grandes vitesses, c'est-à-dire lorsque la vitesse du projectile est très supérieure à la vitesse des électrons de la cible, le projectile est complètement « épluché » (il ne lui reste plus un seul électron) et il possède ainsi une charge  $Z_1 e$ . La formule de Bethe [30] se basant sur un modèle d'interaction coulombienne est utilisée pour calculer  $S_e$  telle que :

$$S_e = 4\pi n_2 Z_2 \left( \frac{Z_1 e^2}{4\pi \epsilon_0} \right)^2 \frac{1}{m_e v_1^2} \left[ \text{Ln} \left( \frac{2m_e v_1^2}{I} \right) - \text{Ln}(1 - \beta^2) - \beta \right]$$

Où  $n_2$  est la densité atomique de la cible,  $Z_1$  et  $Z_2$  sont respectivement les numéros atomiques du projectile et de la cible,  $m_e$  est la masse de l'électron,  $I$  est le potentiel moyen d'ionisation,  $\beta$  est la vitesse relative du projectile et  $\epsilon_0$  la permittivité diélectrique du vide.

Dans le cas des vitesses intermédiaires (vitesse du projectile proche de la vitesse des électrons de la cible), les projectiles ne sont pas entièrement épluchés, il leur reste des électrons. Il est alors nécessaire de modifier la formule de Bethe en remplaçant  $Z_1$  par la charge effective  $Z_1^*$ . Plusieurs expressions permettent de déterminer cette valeur, dont la formule empirique proposée par Barkas [31] :

$$\frac{Z_1^*}{Z_1} = 1 - \exp \left( - \frac{125\beta}{Z_1^{2/3}} \right)$$

Cette expression montre que lorsque l'ion pénètre dans la matière avec une forte énergie cinétique son pouvoir d'arrêt va augmenter doucement puis passer par un maximum pour une certaine énergie avant de diminuer rapidement. C'est ce que l'on appelle le pic de Bragg. Ce phénomène permet entre autre de déterminer la profondeur à laquelle la majorité de l'énergie de l'ion sera transférée, ce qui est utile pour certaines applications comme la radiothérapie afin de déposer la dose d'irradiation directement sur la tumeur tout en épargnant les tissus sains. Les ions utilisés dans cette étude ont une énergie inférieure à celle du pic de Bragg, la perte d'énergie électronique sera donc décroissante au fur et à mesure du parcours des ions comme l'indiquait la figure **Figure I.12.B**.

Concernant les faibles vitesses (vitesse du projectile très inférieure à la vitesse des électrons de la cible), le potentiel d'interaction coulombienne est fortement écranté par les électrons de valence de la cible.  $S_e$  est alors exprimé par Lindhard et Scharff [32] en utilisant le modèle d'atome de Thomas-Fermi, où  $v_0$  est la vitesse de Bohr et  $a_0$  est le rayon de Bohr :

$$S_e = Z_1^{1/6} 8\pi e^2 a_0 \frac{Z_1 Z_2}{(Z_1^{2/3} + Z_2^{2/3})^{3/2}} \frac{v_1}{v_0}$$

L'énergie  $S_e$  perdue par les projectiles est transférée à la cible par excitation électronique et ionisation. La formation de défauts est donc un processus indirect qu'il est difficile d'évaluer. Dans les matériaux organiques, cela se traduit par un phénomène de radiolyse (décomposition, réticulation, formation de radicaux, ...). Pour décrire ce processus, un facteur radiochimique  $G$ , propre à chaque type de défaut et matériau, relie le nombre de défauts formés à l'énergie absorbée.

Sous certaines conditions, il est possible de déplacer des atomes hors de leurs positions initiales. Pour cela, il est nécessaire que l'énergie transmise soit localisée, supérieure à l'énergie de seuil de déplacement de l'atome cible et que la durée de vie de l'excitation soit du même ordre de grandeur que la fréquence de vibration du réseau. Ces conditions peuvent être remplies dans des



## I. État de l'art

matériaux isolants ou des semi-conducteurs possédant un gap suffisamment élevé. Aucun modèle ne permet de prédire le nombre de défauts engendrés, mais il est proportionnel à la dose d'énergie électronique déposée  $S_e\phi$ , où  $\phi$  est la fluence d'irradiation, soit le nombre d'ions par unité de surface à avoir traversé le matériau.

Lorsque l'énergie des ions est suffisamment élevée, leur pouvoir d'arrêt électronique peut entraîner un phénomène collectif conduisant à la formation de traces suivant la trajectoire des ions. Ces traces consistent en des cylindres de matière rendue amorphe, ayant subie une transition de phase ou contenant des défauts ponctuels ou étendus suite au passage des particules. Cela s'explique grâce à différents modèles, dont l'explosion coulombienne [33] et la pointe thermique [34]. Dans le modèle de l'explosion coulombienne, l'excitation électronique et l'ionisation des atomes cibles induit une forte densité de charge localisée autour de la trajectoire des particules. Les ions ainsi formés subissent alors des forces de répulsion coulombienne assez importantes pour permettre le déplacement de ces ions. Le modèle de la pointe thermique décrit quant à lui la conversion de l'énergie transférée par la particule incidente en chaleur, par interaction électron-phonon. Cet échauffement local est suffisant pour permettre la fusion de la matière, suivie d'une trempe laissant la zone dans un état amorphe ou modifié.

Dans le cas d'un alliage métallique comme le Ni-20Cr, les électrons sont délocalisés et écrantent rapidement les charges positives des ions formés si on considère le modèle de l'explosion coulombienne et diffusent rapidement la chaleur dans le cas de la pointe thermique. Ainsi, même si le mécanisme de perte d'énergie par excitation électronique est prépondérant, il est rarement à l'origine de la formation de défauts, y compris de traces latentes. Cependant, les excitations électroniques ne constituent pas le seul processus de perte d'énergie et les chocs nucléaires peuvent quant à eux être à l'origine de défauts dans les métaux.

### I.2.2 - Perte d'énergie par chocs nucléaires

Le phénomène de perte d'énergie nucléaire intervient lors d'une collision élastique, c'est-à-dire avec conservation de l'énergie cinétique totale, entre le projectile et un noyau de la cible. L'énergie perdue par le projectile est alors entièrement transmise au noyau. Grâce aux lois de conservation de la quantité de mouvement, il est possible de déterminer l'énergie transmise maximale  $T_{max}$  et l'énergie transmise  $T$  telles que :

$$T_{max} = 4 \frac{m_1 m_2}{(m_1 + m_2)^2} E_1 \quad \text{et} \quad T = T_{max} \sin^2\left(\frac{\theta}{2}\right)$$

Où  $m_1$  et  $m_2$  sont les masses du projectile et de la cible,  $E_1$  l'énergie du projectile et  $\theta$  l'angle de diffusion du projectile [35].

Il est alors possible de calculer le pouvoir d'arrêt nucléaire  $S_n$  qui est l'énergie  $E$  perdue par unité de distance  $x$  parcourue, aussi fonction de l'énergie transmise  $T$  et de sa valeur moyenne, de la section efficace de collision  $\sigma(T)$  et de la densité atomique  $N$  de la cible, tel que :

$$S_n = -\left(\frac{dE}{dx}\right)_n = N \int_0^{T_{max}} \sigma(T) T dT$$

Afin de calculer la section efficace de collisions  $\sigma(T)$ , qui est la probabilité d'interaction entre l'ion et la cible, il est nécessaire de prendre en compte le potentiel d'interaction coulombien qui permet de relier l'angle de diffusion  $\theta$  et le paramètre d'impact  $b$  qui est la distance entre la cible et la trajectoire initiale du projectile. Ce potentiel est modifié selon le modèle de Thomas-Fermi pour prendre en compte l'écrantage dû aux nuages électroniques des deux particules :

$$V(r) = \frac{Z_1 Z_2 e^2}{4\pi \epsilon_0 r} \varphi\left(\frac{r}{a}\right)$$

Où  $Z_1$  et  $Z_2$  sont les numéros atomiques des particules,  $\varphi$  est la fonction d'écrantage,  $r$  la distance entre les deux particules et  $a$  le rayon d'écran. Plusieurs expressions ont été proposées pour le rayon d'écran, dont celle de Lindhard [32] :

$$a = \frac{0,8853 a_0}{(Z_1^{2/3} + Z_2^{2/3})^{1/2}} \quad \text{où} \quad a_0 = 0,529 \times 10^{-8} \text{ cm}$$

La fonction d'écran n'est pas définie et son expression dépend de la vitesse du projectile. Lorsque la vitesse du projectile est très faible par rapport aux électrons de la cible, un potentiel de sphères dures est appliqué :  $V(r) = 0$  si  $r > R_0$  ou  $V(r) = \infty$  si  $r < R_0$  (avec  $R_0$  la somme des rayons des deux projectiles). Dans le cas où la vitesse du projectile est très supérieure à la vitesse des électrons de la cible, une interaction coulombienne pure est supposée, c'est-à-dire que  $\varphi = 1$ . Enfin, pour des vitesses intermédiaires, plusieurs fonctions d'écran ont été développées dont celle de Lindhard [32] :

$$\varphi(r/a) = 1 - \frac{r/a}{\sqrt{(r/a)^2 + 3}}$$

Suite au développement de ce potentiel d'interaction, il est possible de retrouver les différentes expressions de la section efficace de collision, qui sont données par Balanzat et Bouffard [35].

Les atomes directement impactés par un projectile sont appelés atomes primaires ou PKA (Primary Knock-on Atom). L'impact peut déplacer l'atome hors de sa position initiale. Si l'énergie transmise  $T$  est inférieure à l'énergie seuil de déplacement  $T_s$  de la cible, l'atome retrouve sa position d'équilibre initiale et l'énergie est dissipée sous forme de chaleur (vibration du réseau d'atome). En revanche, si  $T > T_s$ , l'atome frappé est définitivement éjecté hors de sa position initiale, ce qui forme une lacune, et se repositionne en site interstitiel (création d'une paire de Frenkel). Si  $T \gg T_s$ , le PKA pourra à son tour frapper d'autres atomes et les éjecter, ce qui générera des cascades de déplacements. Cette énergie de seuil de déplacement a été théorisée par Seitz [36], qui lui avait attribué une valeur moyenne de 25 eV. Il a été révélé par la suite que cette valeur varie selon les matériaux et leurs éléments constitutifs, dépendant notamment des énergies de liaison. Suivant le modèle de Norgett-Robinson-Torrens (NRT) [37] basé sur le formalisme de Kinchin-Pease [38], il est possible de calculer le nombre moyen d'atomes déplacés par un PKA d'énergie  $T$  selon les relations :

$$\bar{n}(T) = \begin{cases} 0 & \text{pour } T < T_s \\ 1 & \text{pour } T_s < T < 2,5 T_s \\ 0,8 \frac{\hat{E}}{2T_s} & \text{pour } 2,5 T_s < T \end{cases} \quad \text{où } \hat{E} \text{ est l'énergie disponible pour créer des défauts}$$

En intégrant le produit de cette valeur  $\bar{n}(T)$  par la section efficace de collision  $\sigma(T)$  sur toutes les énergies transmises possibles, la section efficace totale de déplacement  $\sigma_d(E)$  est obtenue. Elle correspond donc à la probabilité pour une particule d'énergie  $E$  d'induire le déplacement d'atomes :

$$\sigma_d(E) = \int_0^{T_m} \bar{n}(T) \sigma(T) dT$$

Grâce à cette section efficace de déplacement, il est possible de calculer le nombre de déplacement par atome (dpa) induit par une irradiation donnée. Il est utilisé pour traduire l'endommagement subit par la cible lors de l'irradiation, ainsi que pour symboliser la dose d'irradiation, et se calcule tel que :

$$dpa = \sigma_d \phi$$

Où  $\phi$  est la fluence, c'est-à-dire le nombre d'ions par unité de surface à avoir traversé l'échantillon lors de l'irradiation.

## I. État de l'art

---

Les logiciels SRIM [39] et Iradina [40] permettent de simuler les effets d'une irradiation sur un matériau donné, en se basant sur une méthode Monte Carlo. Ainsi, les paramètres d'entrée que sont la composition du matériau, sa densité, la particule ou encore son énergie, sont utilisés pour suivre le parcours d'un grand nombre d'ions et prédire de manière probabiliste les interactions ion-matière et obtenir un résultat moyen proche de la réalité. Deux principales méthodes existent pour mener à bien ces simulations: une méthode de calcul rapide (QC) des dommages, basée sur le formalisme de Kinchin-Pease détaillé ci-dessus, ou la méthode « Full Cascade » (FC). La méthode QC permet de simuler entre autre la trajectoire des ions et leurs pertes d'énergies nucléaire et électronique, leur pénétration dans la matière et l'énergie des PKA, à partir de laquelle une estimation du nombre de paires de Frenkel et de dpa est réalisée. La méthode FC permet, en plus de suivre l'ion incident, de simuler l'évolution de chaque atome déplacé, que ce soit par un ion, un PKA ou un autre atome déplacé. La répartition des défauts dans les trois dimensions est donc obtenue. Il a été montré que le mode de calcul FC de SRIM surestime largement le nombre de dpa [41], alors que le mode QC donne des résultats plus proches de ceux attendus selon le modèle NRT décrit ci-dessus. Ces résultats ont été remis en cause par Crocombette et VanWambecke [42], qui approuve l'utilisation du mode QC pour des matériaux purs ou dans le but de comparer les dommages induits par des irradiations aux ions à des irradiations aux neutrons. Cependant, pour les matériaux multi-composants comme les alliages, la méthode FC reste la plus pertinente et la plus juste du point de vue physique.

Le nombre de dpa ne doit cependant pas être confondu avec le nombre de défauts créés. En effet, au cœur des cascades de déplacement, la concentration en défauts ponctuels est très élevée. Ils peuvent ainsi se recombinaison et s'annihiler rapidement pendant la propagation de la cascade. Un autre paramètre jouant sur la recombinaison des défauts est la température. Si la cible est chauffée, la mobilité des défauts augmente ce qui facilite leur recombinaison. Or, ces phénomènes ne sont pas pris en compte lors de la simulation. Seulement une part des dpa amène donc à la formation de défauts ponctuels stables, soit isolés (lacunes et interstitiels) ou sous forme de petits amas de défauts.

### I.2.3 - Défauts induits par les chocs nucléaires

Il a été démontré que dans la plupart des métaux et alliages, les défauts formés sont principalement dus aux chocs nucléaires entre ions et noyaux cibles et que les excitations électronique entraînent rarement la formation de défauts, même si des phénomènes de synergie peuvent intervenir à  $S_e$  élevé, allant d'un désordre à courte distance [43] jusqu'à des transitions de phases displacives, comme dans le titane [44]. Ces collisions induisent tout d'abord la formation de défauts ponctuels sous la forme d'une paire de Frenkel, qui est la combinaison d'une lacune et d'un interstitiel, comme le montre la Figure 1.13. Dans ce cas, l'atome éjecté par la particule incidente se retrouve en site interstitiel.

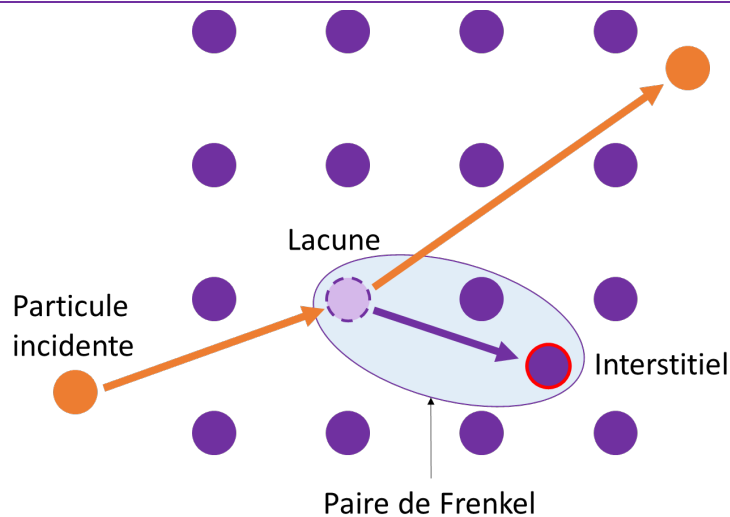


Figure I.13 : Schéma représentant la formation d'une paire de Frenkel après l'impact d'une particule incidente.

La concentration des paires de Frenkel est limitée et sature autour de 1 %, même à basse température où la mobilité des défauts est limitée [45]. Ces défauts migrent alors par diffusion ou par saut et se rapprochent les uns des autres. Ils peuvent alors soit se recombinaison, soit s'éliminer sur des puits de défauts comme les joints de grains, ou encore s'agglomérer et former des défauts étendus. Les boucles de dislocation, dont la taille et densité croissent avec la dose d'irradiation, sont parmi les défauts d'irradiation les plus courants dans les métaux. Dans les matériaux cubiques faces centrées (CFC), ces structures sont souvent des boucles de Frank, qui reposent sur un plan (110) et présentent un vecteur de Burgers  $\vec{b} = \frac{a}{3} \langle 111 \rangle$  avec  $a$  le paramètre de maille, dont le schéma est présenté en Figure I.14. Dans certaines conditions d'irradiation, ces boucles peuvent évoluer et s'assembler pour former un réseau de dislocations [46]. Lorsque la température d'irradiation est suffisamment élevée, la mobilité accrue des atomes rend possible la création de cavités, c'est-à-dire d'aggrégats de lacunes. Ces cavités peuvent être vides ou contenir un gaz, favorisant leur stabilité, auquel cas elles sont appelées bulles. La formation des bulles peut être facilitée en implantant directement un gaz comme de l'hydrogène ou de l'hélium.

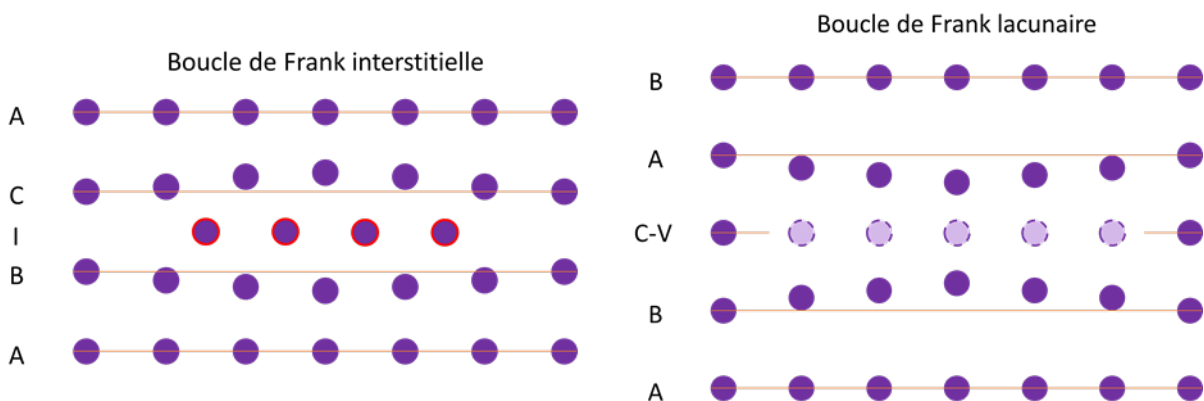


Figure I.14 : Représentation schématique de boucles de Frank interstitielle et lacunaire.

Dans des matériaux impurs comme les alliages, les cascades de déplacements induites par l'irradiation entraînent une ségrégation induite par irradiation. Il s'agit notamment d'une ségrégation des éléments d'alliage, principalement au niveau des joints de grains ou d'autres puits de défauts comme des précipités [47]. Cela est dû soit à un gradient de concentration, soit à un flux de défauts

## I. État de l'art

qui induit un flux d'atomes. Cela peut aussi provoquer la précipitation de nouvelles phases suite à une modification locale de la composition, ou à l'inverse une dissolution des précipités préexistants [48].

L'irradiation engendre parfois des changements de volume ou de forme. Trois grandes modifications sont reconnues. La première est le gonflement c'est-à-dire une augmentation du volume due à la présence de nombreuses cavités ou défauts décrits plus tôt [49]. La seconde est la croissance, une modification de la forme du matériau qui va s'allonger dans une direction donnée en gardant un volume constant. Cela survient uniquement pour des matériaux anisotropes et texturés comme les alliages de zirconium, suite à un agencement particulier des boucles de dislocation [50]. Enfin, la dernière est le fluage d'irradiation, qui correspond à une déformation du matériau sous l'application d'une contrainte constante, et qui peut survenir à une température où le fluage thermique est négligeable [51].

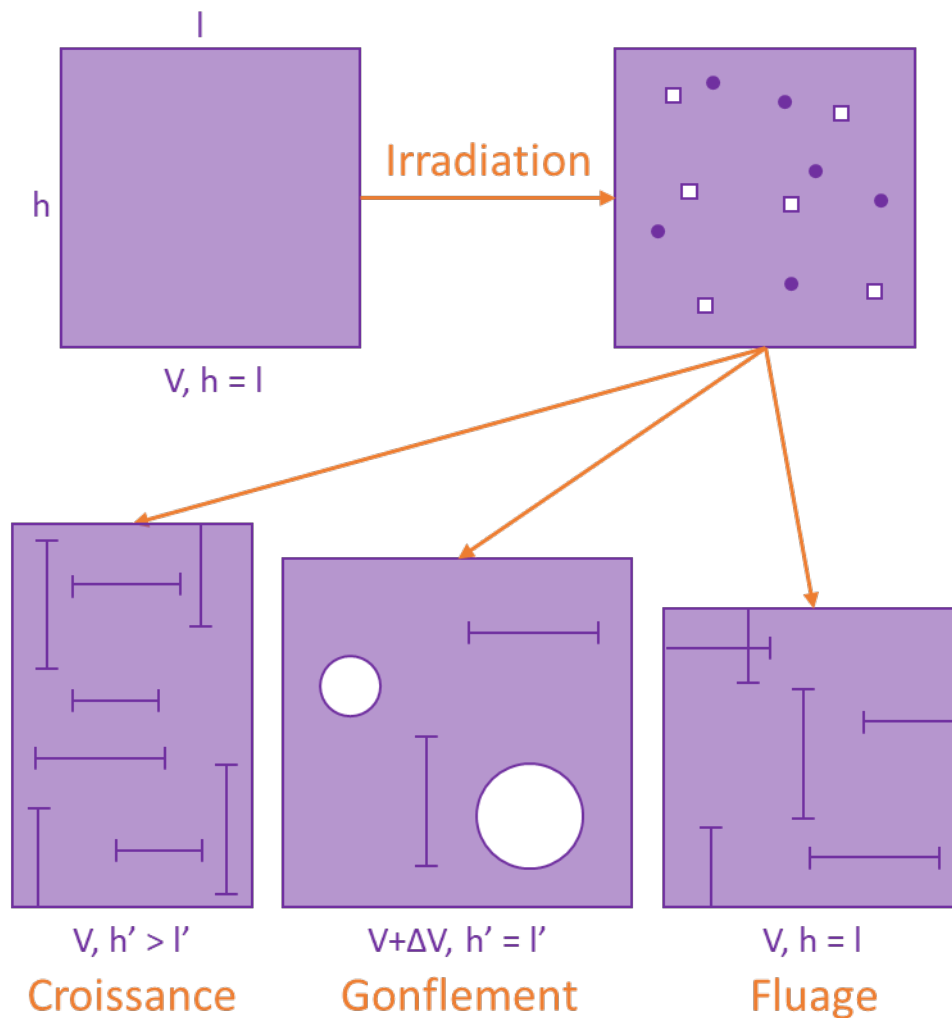


Figure I.15 : Schéma représentant les modifications dimensionnelles qu'il est possible de rencontrer dans les matériaux irradiés.  $h$  et  $l$  représentent respectivement la hauteur et la largeur de l'échantillon, possédant un volume  $V$ . Après irradiation, ces valeurs peuvent évoluer en  $h'$ ,  $l'$  et  $V'$ .

Ainsi, l'irradiation est à l'origine de nombreuses modifications de la microstructure, qui se traduisent par une évolution des propriétés mécaniques. Les nombreux défauts formés agissent comme des obstacles au mouvement des dislocations. Il est ainsi courant de noter un durcissement et une augmentation de la limite d'élasticité [52]. De plus l'irradiation peut augmenter la température de

transition fragile/ductile dans les matériaux qui en présentent une, comme les matériaux cubiques centrés, et rendre le matériau plus fragile, susceptible de se fissurer à cause de la formation de défauts.

### I.3 - Les matériaux du nucléaire

Dans le but de concilier la crise écologique actuelle et la demande énergétique mondiale toujours croissante, il est nécessaire de développer des sources d'énergie « propre », c'est-à-dire n'émettant pas de gaz à effet de serre. Avec les énergies renouvelables comme le solaire et l'éolien, le nucléaire est l'une des solutions envisagées. Les réacteurs nucléaires en fonctionnement sont pour la plupart des réacteurs à eau pressurisée de génération II et III. En 2020, le nucléaire ne représentait que 10 % de l'énergie produite dans le monde. Mais de nombreux projets de réacteurs de génération III sont en cours de construction, notamment en Chine ou en Inde, afin de décarboner leur production d'énergie. Selon l'Agence Internationale de l'Énergie Atomique, la production d'énergie nucléaire pourrait ainsi doubler d'ici 2050 [53]. Ces réacteurs utilisent comme source d'énergie l'uranium enrichi, contenant entre 3 et 5 % d'uranium 235 fissile, qui est une ressource fossile. Afin de limiter la consommation d'uranium et de le rendre plus durable, le développement de nouvelles technologies de réacteurs a été lancé en 2002 par le Forum International Génération IV. Cette IV<sup>ème</sup> génération regroupe six filières à l'étude, qui sont les réacteurs très haute température, à eau supercritique, à sel fondu et trois systèmes à neutrons rapides fonctionnant avec des modérateurs différents (plomb, gaz et sodium). L'utilisation de neutrons rapides permet à l'uranium 238, isotope fertile, de capturer un neutron pour former du plutonium 239 fissible qui se désintègre en uranium 235 par émission d'une particule  $\alpha$ . Cela permettrait ainsi de produire 50 fois plus d'énergie avec la même masse d'uranium et de réduire le volume de déchets. De plus, les anciens déchets que sont l'uranium appauvri issu du procédé d'enrichissement pourraient être utilisés comme combustibles [54].

#### I.3.1 - Généralités sur les matériaux du nucléaire

Dans les centrales nucléaires de génération II et III, de nombreux matériaux différents sont utilisés selon leurs fonctions, comme l'illustre la [Figure I.16 \[55\]](#). Parmi eux, les plus importants sont les alliages de zirconium servant de gaine de combustible, les aciers faiblement alliés de type 16MnD5 constituant la cuve du réacteur, et les aciers inoxydables austénitiques ainsi que des superalliages à base nickel, utilisés comme matériaux de structure au cœur du réacteur et dans le circuit secondaire. Ces matériaux sont soumis à des températures d'environ 300 °C dans un environnement oxydant au cœur des réacteurs et supportent des irradiations provenant majoritairement de neutrons ayant une énergie inférieure à 2 MeV [56]. La dose d'irradiation subie dépend principalement de la distance par rapport au cœur du réacteur (80 dpa pour les structures internes au cœur du réacteur contre seulement 0,05 dpa pour les parois de la cuve en 40 ans). Pour pouvoir être utilisé dans les réacteurs, ces matériaux doivent posséder certaines propriétés indispensables. Ils ne doivent pas être soumis aux modifications de volumes que sont le gonflement, la croissance ou le fluage sous irradiation. Leurs propriétés mécaniques comme la ductilité doivent rester suffisantes et ils ne doivent pas être trop fragilisés. Enfin, ils doivent pouvoir résister à un environnement corrosif, accru par la présence de radicaux dans l'eau, formés par les rayons gamma. L'accumulation de ces conditions extrêmes peut entraîner un phénomène de corrosion sous contrainte assistée par irradiation (IASCC), augmentant les risques de fissuration [57].

Dans les réacteurs de génération IV, les matériaux devront supporter des conditions encore plus difficiles en terme de flux de neutrons, de dose d'irradiation, de contraintes et de températures, qui pourront aller de 500 °C à plus de 1000 °C dans le circuit primaire [58]. La [Figure I.17](#) représente les conditions encourues selon les technologies employées [55]. Pour répondre à ces conditions, plusieurs familles de matériaux sont à l'étude. Par exemple, les aciers austénitiques couramment utilisés dans les réacteurs actuels présentent des signes de gonflement, de fluage sous irradiation et de corrosion à partir de températures supérieures à 325 °C ou des fluences de neutrons importantes et pourraient être moins adaptés pour certaines applications dans les réacteurs de nouvelle génération

[4]. Pour remédier à ce problème, il est possible d'améliorer la résistance au gonflement de ces matériaux, par exemple en utilisant des éléments d'alliage comme le phosphore ou le silicium. Pour les remplacer dans les réacteurs fonctionnant autour de 500 °C, des aciers ferritiques et martensitiques, plus résistants à l'irradiation et au gonflement sont envisagés [59]. Pour les réacteurs devant supporter des températures supérieures à 1000 °C, des matériaux comme le graphite ou des céramiques composites sont étudiées [4]. Néanmoins, ces matériaux ne sont pas adaptés pour des composants comme les échangeurs de chaleurs, nécessitant une bonne conductivité thermique. Pour cette fonction, les superalliages à base nickel demeurent les meilleurs candidats notamment dans les réacteurs de type très haute température et à sel fondu [59]. D'autres catégories de matériaux comme les alliages renforcés par dispersion d'oxydes sont aussi de plus en plus étudiés. Ces oxydes de tailles nanométriques, composés par exemple d'yttrium, augmentent la résistance en fluage et offrent une meilleure tenue en température [60].

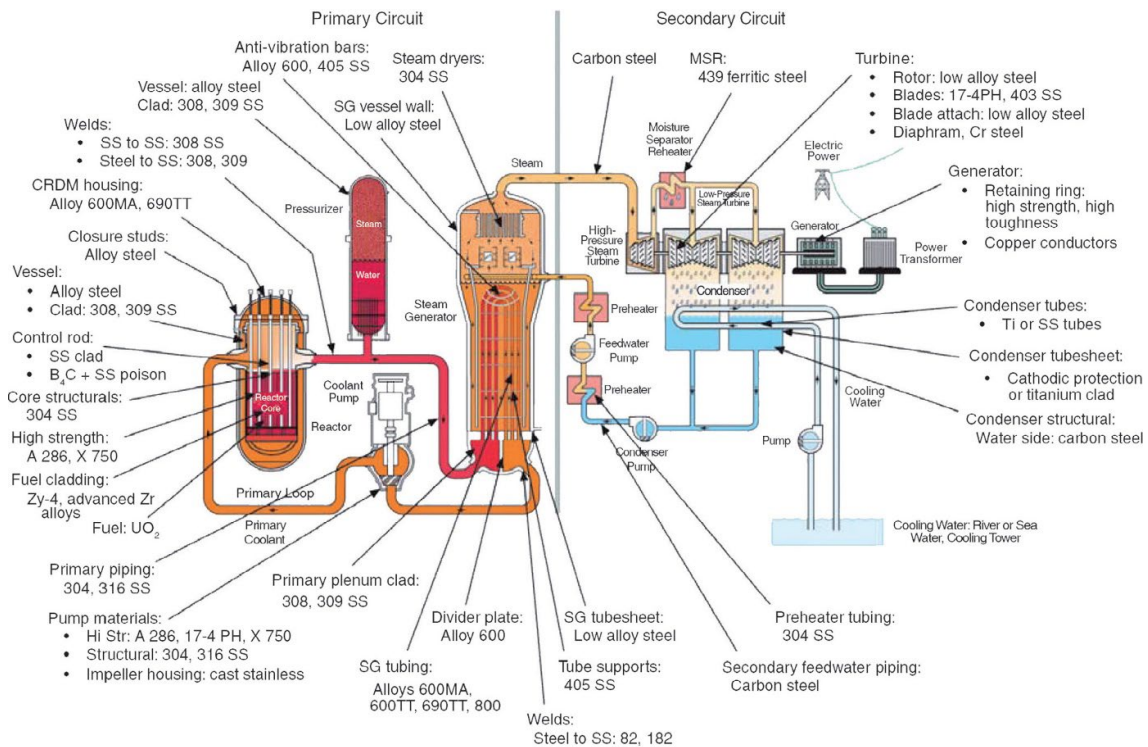


Figure I.16 : Matériaux utilisés dans les réacteurs nucléaires de génération II et III selon leur fonction [55].

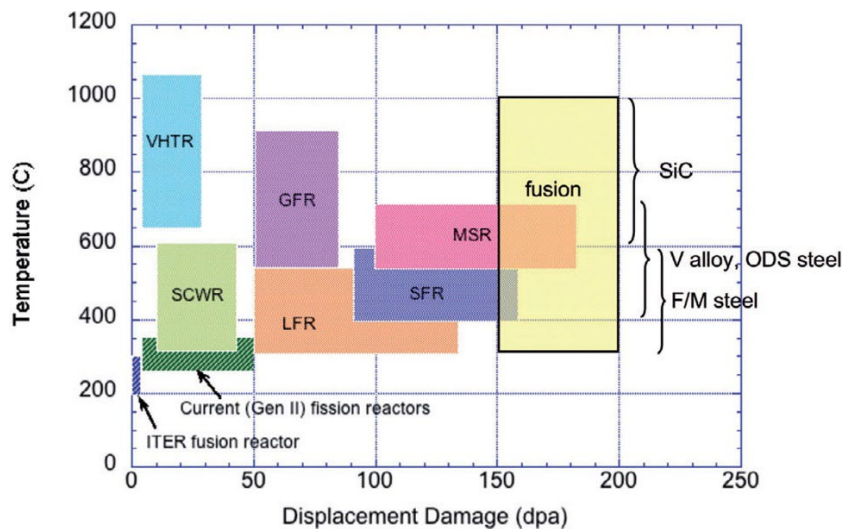


Figure I.17 : Température et dose que doivent supporter les matériaux au cœur des réacteurs selon les technologies [55].



### I.3.2 - Microstructure des matériaux étudiés

Le Ni-20Cr est un matériau modèle des superalliages à base nickel, qui sont susceptibles d'être utilisés dans les réacteurs nucléaires. Cependant, avant de déterminer quels sont les conséquences de l'irradiation sur ces matériaux, il est nécessaire de présenter leurs microstructures non irradiées, conventionnelles et FA.

#### I.3.2.1 - Superalliages base nickel

##### Superalliages à base nickel conventionnels

Les superalliages ont été inventés dans les années 1920 sur la base des aciers austénitiques. Leur constituant principal, le nickel, est allié à de nombreux éléments tels que : Cr, Fe, Al, Cu, Mo, Nb, Ti, etc. Ils sont conçus pour améliorer les propriétés mécaniques et physico-chimiques des alliages simples afin de supporter des conditions d'utilisation et des environnements extrêmes. Ils possèdent entre autres une haute limite d'élasticité, une bonne résistance au fluage, à l'oxydation et à la corrosion et sont stables à haute température, jusqu'à 1000 °C pour certains [61]. Ils sont donc largement utilisés dans des secteurs comme l'aérospatiale, l'aéronautique ou le nucléaire pour des pièces comme des disques ou des aubes de turbines [62].

Ces matériaux peuvent présenter différentes microstructures en fonction du processus de fabrication et des éléments d'alliage utilisés [63]. Cependant, ils possèdent tous une matrice austénitique  $\gamma$  (de structure cristalline CFC) dans laquelle les éléments d'alliages se substituent au Ni, formant une solution solide. À l'intérieur de cette matrice, des précipités intermétalliques sont formés et contrôlés par traitements thermiques, les plus courants étant les précipités  $\gamma'$   $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$  et  $\gamma''$   $\text{Ni}_3\text{Nb}$ , représentant une part variable, entre 30 et 70 % du volume. Ces phases sont en grande partie responsables du durcissement du matériau par rapport aux alliages standards puisque qu'elles font obstacle au mouvement des dislocations. Ainsi, plus la proportion de cette phase sera importante, plus le matériau sera dur et résistera à haute température mais moins il sera malléable et facile à mettre en forme. Il est possible de voir d'autres types de précipités comme des carbures ou des borures, notamment au niveau des joints de grains ce qui réduit les risques de porosité en plus de participer au durcissement. Enfin, des phases secondaires comme des oxydes, des phases de Laves ou des eutectiques  $\gamma/\gamma'$  sont parfois rencontrées dans certains alliages.

##### Superalliages à base nickel L-PBF

Lorsqu'ils sont fabriqués par L-PBF, les superalliages base nickel présentent une structure particulière, composée de bain de fusion, de grains colonnaires, de dendrites et d'un espace interdendritique où des précipités sont formés à intervalle régulier. Outre les caractéristiques et défauts couramment rencontrés dans les matériaux L-PBF, déjà présentés succinctement au chapitre I.1.2, la FA engendre des effets propres aux superalliages à base nickel.

La vitesse de solidification étant beaucoup plus rapide, une microstructure beaucoup plus fine que celle des superalliages conventionnels est obtenue, avec des grains et des précipités plus petits [64]. Un phénomène de micro-ségrégation des éléments d'alliages comme Nb, Mo et C est observé dans l'espace interdendritique. Cela accroît la formation de carbures ou de phases de Laves dans ces zones, et non pas aux joints de grains comme cela a lieu dans les superalliages conventionnels [65]. La solidification rapide affecte la formation des phases durcissantes  $\gamma'$  et  $\gamma''$ , qui bien que fréquentes, ne sont pas toujours observées sur les échantillons bruts de fabrication, ou bien en moindre proportion, les atomes n'ayant pas le temps de diffuser et de s'organiser autrement [66]. Lorsque ces précipités sont formés, ils peuvent présenter une texture particulière. Ainsi les précipités  $\gamma'$ , qui sont cohérents possèdent la même texture que la matrice [67] et les précipités  $\gamma''$  peuvent présenter une texturation

(002) dans la direction de solidification [68]. Il a été démontré que lorsque ces précipités sont présents, leur proportion et leur taille varient en fonction de la hauteur de construction. Ils sont plus gros et représentent une plus grande fraction volumique dans le bas de la pièce que dans la partie supérieure [69,70]. Cela s'explique car le refroidissement est plus rapide dans la partie inférieure de la pièce que dans la partie supérieure.

Concernant les propriétés mécaniques, d'importantes disparités sont notées. Ainsi, pour une même composition (Inconel 718), la dureté de Vickers peut varier entre 410 HV et 250 HV selon les procédés de fabrication et la stratégie de fabrication [71]. Il en va de même pour toutes les autres propriétés. Cela s'explique car les propriétés mécaniques sont largement dépendantes de la microstructure des matériaux, et en particulier des précipités  $\gamma'$  et  $\gamma''$ , qui sont à l'origine des propriétés recherchées dans les superalliages (dureté, résistance en température, etc.). Or, la présence de ces précipités est extrêmement dépendante des paramètres de fabrication choisis. De plus, ces paramètres de fabrication sont encore trop peu renseignés dans les études s'intéressant à la fabrication, ce qui ne permet pas toujours une bonne comparaison. Il est cependant possible de contrôler la taille et la fraction volumique des précipités à l'aide de thermiques post-fabrication adaptés, permettant de modifier la structure initiale selon les besoins.

La Figure I.18 est un exemple de microstructure classique rencontrée dans l'IN738LC [72], comparant les microstructures des matériaux L-PBF brut de fabrication, L-PBF recuit et forgé. Il y est remarqué que le matériau L-PBF brut présente une microstructure homogène composée d'une matrice  $\gamma$  comportant de nombreuses inclusions. Après un recuit à 1120 °C pendant 2 heures, la microstructure du matériau L-PBF recuit se rapproche de celle du matériau forgé et présente la même proportion de précipités  $\gamma'$  et de carbures, mais dont les tailles sont plus petites. Cela démontre bien à quel point le choix des paramètres de fabrication L-PBF et les traitements appliqués peuvent affecter la microstructure du matériau.

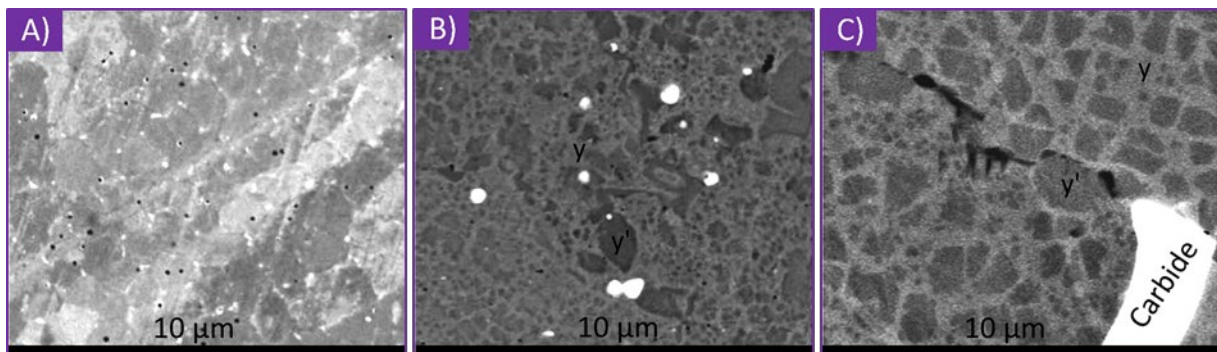


Figure I.18 : Images MEB des microstructures de l'IN738LC préparés par A) L-PBF, B) L-PBF puis recuit, C) Forgé.

### I.3.2.2 - Ni-20Cr

#### Ni-20Cr conventionnel

L'alliage Ni-20Cr est un alliage binaire composé de nickel allié à 20 % en masse de chrome. Il est notamment utilisé pour des applications industrielles à haute température, allant jusqu'à 1200 °C, comme résistance chauffante ou encore comme couche protectrice, du fait de sa haute résistance à la corrosion et à l'oxydation. Il sert aussi à la recherche en tant que modèle pour des alliages plus complexes tels que les superalliages à base nickel comprenant entre 17 % et 23 % de chrome qui possèdent la même matrice, par exemple pour comprendre les mécanismes simples d'oxydation.

Comme le montre le diagramme de phase présenté en Figure I.19 [73], cet alliage est composé d'une solution solide de chrome dans le nickel, stable jusqu'à une température de 1400 °C. Cette phase possède une structure CFC avec un paramètre de maille  $a = 3,55 \text{ \AA}$ .

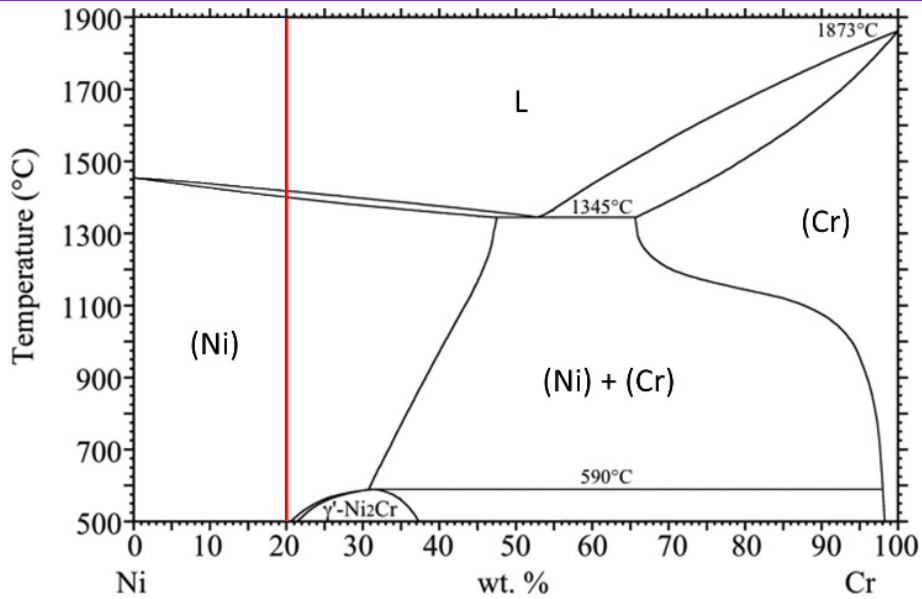


Figure I.19 : Diagramme de phase binaire Ni-Cr [73].

Cependant, la formation d'une phase ordonnée à courte distance (SRO) Ni<sub>2</sub>Cr, aussi appelé état K, a été démontrée par Thomas [74] pour des compositions allant de 20 % à 35 % de chrome lorsque le matériau est chauffé entre 400 °C et 600 °C. Cet ordre à courte distance est aussi repéré dans certains superalliages à base nickel [75]. La taille de ces domaines ne dépasse pas 5 nm. Aussi, ils n'ont jamais été observés directement par MET, la différence de contraste entre la matrice et la phase ordonnée étant trop faible. Seules des mesures de résistivité électrique ou de microdureté ont permis la mise en évidence de cette phase, ainsi que des clichés de diffraction MET dans lesquels des réflexions de surstructure sont parfois observées. Au-delà d'une température critique de 600 °C, cet ordre à courte distance est dissous et il ne reste que la solution solide.

#### Ni-20Cr L-PBF

La microstructure du Ni-20Cr L-PBF a déjà été étudiée dans le cadre de plusieurs travaux, dont la thèse menée par Maxime Lelièvre au laboratoire CRISMAT sur la machine utilisée au cours de ce travail [76], ainsi que les études de Hug et al. [77] et Joshi [78]. Les principaux résultats de ces études sont résumés ci-dessous. Plusieurs caractéristiques microstructurales sont notées selon les échelles d'observation :

- Les bains de fusions
- Les grains colonnaires fortement texturés
- Les cellules dendritiques (ou cellules de dislocation)
- L'espace interdendritique

Tout d'abord, les bains de fusion, représentés en Figure I.20 où ils sont soulignés par des lignes rouges, sont des zones ayant été fondues par un même trait de laser et s'étant solidifiées progressivement. Il est possible de voir des grains croître à travers plusieurs bains de fusion par épitaxie, comme cela est pointé par la flèche violette, expliquant l'obtention de grains de plus de 100  $\mu\text{m}$  de longueur dans la direction de fabrication. Concernant la texturation des grains, celle-ci se révèle faible pour les énergies de 46 J/mm<sup>3</sup> et 60 J/mm<sup>3</sup> et évolue vers une texture de type Goss {110}<001> à partir de 90 J/mm<sup>3</sup>, comme le montre les cartographies EBSD (Electron Backscatter Diffraction) en Figure I.21 [76].

Les grains sont composés de dendrites cellulaires, présentées en Figure I.22, d'une largeur d'environ 500 nm croissant également selon la direction <001>. Entre chaque cellule, un espace

interdendritique de moins de 100 nm est retrouvé. Il présente une forte densité de dislocations, due aux contraintes résiduelles de la fabrication et à la faible désorientation entre chaque dendrite. Des particules de 50 nm de diamètre espacées de 300 nm y sont aussi trouvées. Ces particules ont été identifiées par EDS (Energy Dispersive Spectroscopy) comme étant des nano-précipités ayant une structure cœur/coquille, dont la coquille est enrichie en chrome et en nickel, alors que le cœur est composé de silicium, d'aluminium, de chrome et d'oxygène [79].

La stratégie de fabrication employée impacte la microstructure du matériau et notamment la taille des différentes caractéristiques L-PBF, comme le répertorie le **Tableau I.1**. Ainsi, il est remarqué que plus l'énergie volumique  $E_v$  est grande, plus les bains de fusion, les grains et les cellules le sont aussi. Une augmentation de la texturation est également notée.

*Tableau I.1 : Évolution des principales caractéristiques du Ni-20Cr L-PBF selon  $E_v$ . L : Largeur des bains de fusion, G : Taille des grains, C : Taille des cellules,  $T_H$  : Densité de pole maximale dans le plan horizontal par rapport à la direction de construction, mesurée par EBSD.*

$E_v$ (J/mm <sup>3</sup> )	L (μm) [77]	G (μm) [78]	C (nm) [78]	$T_H$ [76]
60	116	70	470	2,31
90	126	100	560	4,07
120	157	130	630	8,24

Le phénomène d'ordre à courte distance décrit dans la microstructure conventionnelle est aussi mis en évidence dans le matériau FA par analyse DSC (Calorimétrie Différentielle à Balayage), intervenant aux alentours de 530 °C [76].

Enfin, l'effet des traitements thermiques sur la microstructure et les propriétés mécaniques a été étudié. Il a été démontré que des recuits de 2 heures à 700 °C et 1000 °C entraînent une diminution progressive de la limite d'élasticité et une augmentation de la ductilité, liée à une relaxation des contraintes résiduelles. La dissolution des cellules dendritiques et la diminution de la densité de dislocations sont aussi reportée [76], comme illustrée en **Figure I.23**. Cependant, plusieurs caractéristiques telles que les bains de fusion ou la texturation sont encore présentes. En revanche, un recuit à 1100 °C pendant 10 h conduit à la recristallisation de la microstructure et à la perte de toutes les spécificités de la microstructure L-PBF. Aucune de ces modifications n'est remarquée pour un recuit à 500 °C pendant 2 heures. Pour chacun des recuits, une précipitation de particules enrichies en chrome est observée aux joints de grains.

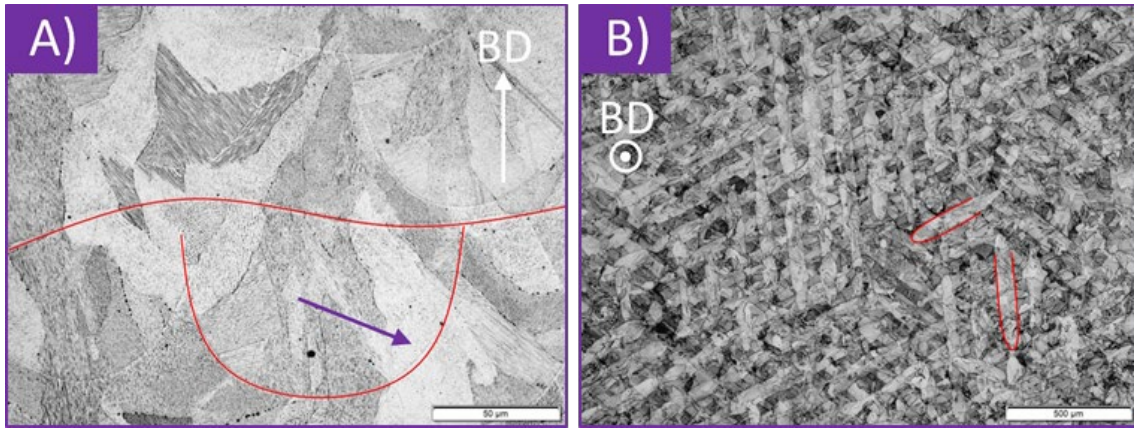


Figure 1.20 : Micrographies MEB des bains de fusion en orientation A) parallèle et B) perpendiculaire à la direction de construction, notée BD (Building Direction) [76]. Les lignes rouges représentées indiquent des démarcations entre les bains de fusion. La flèche violette pointe un grain qui a continué de croître dans la même orientation après avoir traversé un bain de fusion.

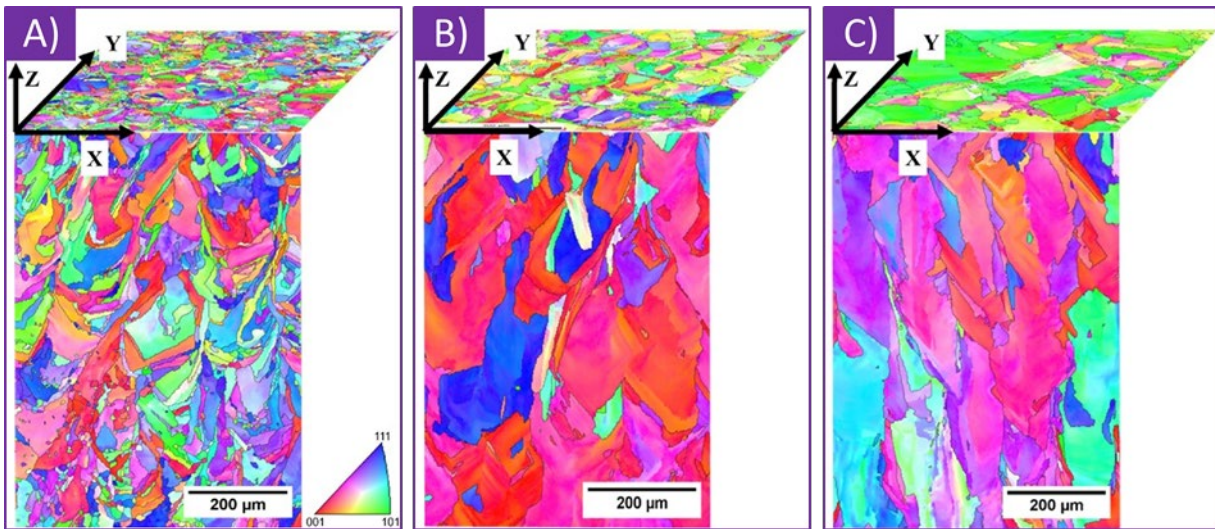


Figure 1.21 : Cartographies EBSD d'échantillons L-PBF préparés à une énergie volumique de A) 60 J/mm<sup>3</sup>, B) 90 J/mm<sup>3</sup> et C) 120 J/mm<sup>3</sup>, représentant l'évolution de la texturation du Ni-20Cr FA [77]. L'axe z représente la direction de construction.

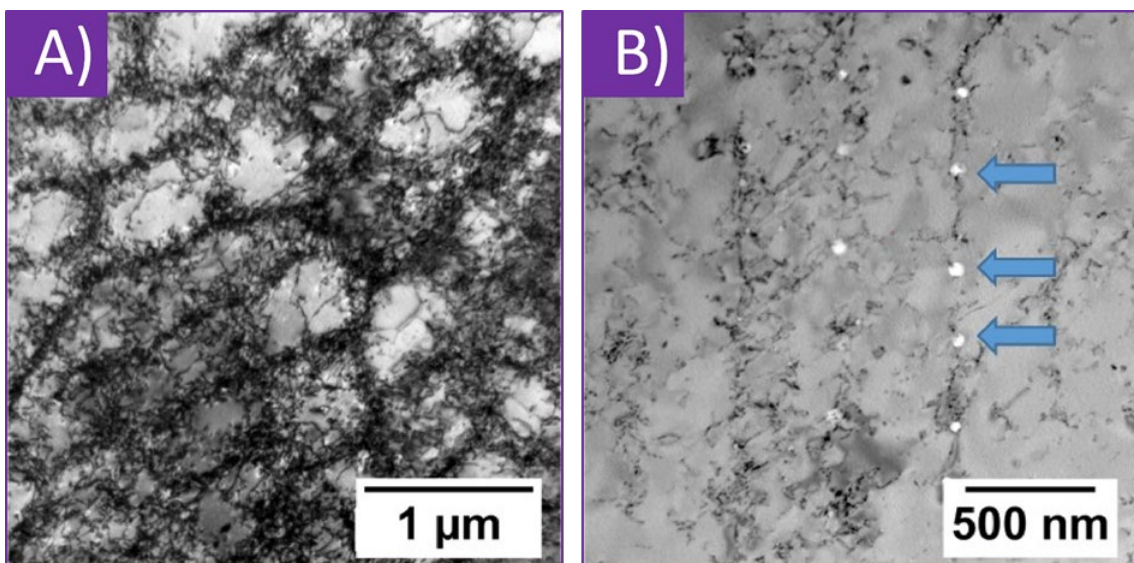


Figure 1.22 : Micrographies MET illustrant A) Les cellules dendritiques perpendiculairement à leur direction de croissance et B) Les précipités formés le long de l'espace interdendritique dans la direction parallèle à leur croissance [76].

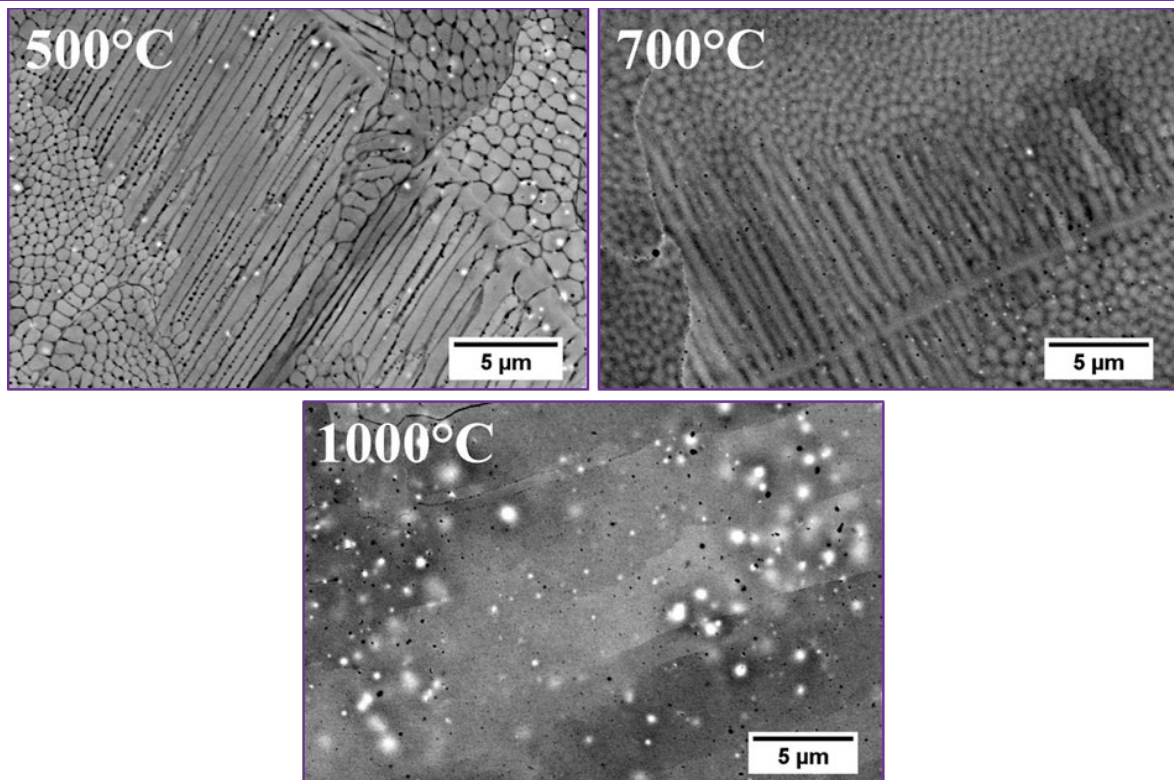


Figure 1.23 : Micrographies MEB montrant la disparition progressives des cellules dendritiques sous l'effet d'un recuit à 500 °C, 700 °C et 1000 °C pendant 2h [76].

### I.3.3 - Effets des irradiations sur les matériaux

Maintenant que les microstructures initiales des matériaux étudiés sont connues, il est possible de se pencher sur les principaux effets que les irradiations peuvent entraîner dans les superalliages à base nickel et dans le Ni-20Cr.

#### I.3.3.1 - Superalliages à base nickel

##### Superalliages à base nickel conventionnels

Les effets de l'irradiation sur les différents superalliages sont bien connus et documentés dans toutes sortes de conditions [80–82], et peuvent mener à des conséquences différentes.

Les défauts d'irradiations répertoriés dans ces matériaux sont principalement des boucles de Frank, des boucles parfaites ou encore des tétraèdres de faute d'empilement (SFT). La nature de ces défauts dépend en grande partie de la température. Lorsqu'elle est comprise entre 450 °C et 500 °C, il s'agit majoritairement de boucles de Frank de type interstitiel [83,84]. Les « black dots », défauts trop petits pour être identifiés, sont également très nombreux. De plus, plus la température est élevée, plus la diffusion augmente et plus les boucles sont grandes, mais plus leur densité diminue [85].

Il a été démontré que la taille et la densité de ces défauts augmentent généralement avec la dose d'irradiation, mais arrivent à saturation au-delà d'une certaine dose [86]. La taille des boucles est généralement comprise entre 10 nm et 20 nm. Les densités mesurées sont beaucoup plus variables, entre  $10^{21} \text{ m}^{-3}$  et  $10^{23} \text{ m}^{-3}$  selon les matériaux et conditions d'irradiation. Cependant cette différence s'explique aussi par les conditions d'observation utilisées en MET et par l'expérimentateur. Lorsque ces boucles atteignent une taille ou une densité critique, il est possible de les voir se déformer et se transformer en boucles parfaites [87]. Un nouveau réseau de dislocations peut également se former à forte dose.

## I. État de l'art

---

En plus des boucles de dislocation, des bulles ou des cavités peuvent être formées, soit lorsque la température d'irradiation est suffisamment élevée, soit lorsque de l'hélium ou de l'hydrogène sont implantés. Ces bulles sont réparties de manière homogène à l'intérieur des grains, mais aussi préférentiellement le long des puits de défauts comme les joints de grains ou à l'interface avec des précipités [88]. De plus, l'implantation semble favoriser la formation de boucles de dislocation, comme cela a été observé dans l'inconel 718 où pour une dose d'irradiation sensiblement égale, la densité de boucles de Frank et multipliée par 2 [89]. Les superalliages sont relativement résistants à la formation de cavités lorsqu'aucune implantation d'hélium n'est réalisée. Cela a notamment été montré pour un alliage Ni-Fe-Cr irradié à 675 °C par des ions Ni d'énergie 4 MeV à une dose de 140 dpa, dans lequel aucune cavité n'a été observée [90]. Dans la plupart des superalliages et pour des conditions similaires, le gonflement est inférieur à ce qui est observé pour les aciers austénitiques [91].

L'irradiation affecte aussi la stabilité des précipités  $\gamma'$  et  $\gamma''$ . En effet, les déplacements d'atomes dus à l'irradiation tendent vers une dissolution des précipités, contrebalancée par une diffusion accrue sous irradiation. Ainsi, il existe une température critique au-dessus de laquelle les précipités sont stables et en dessous de laquelle ils seront progressivement désordonnés en fonction de la dose, pouvant mener jusqu'à leur dissolution complète [86,92].

Concernant les propriétés mécaniques, un durcissement est souvent noté, peu importe les conditions d'irradiation, dû à la formation des défauts qui font obstacles au mouvement des dislocations. Ce durcissement se révèle plus important si le matériau a subi une implantation d'hélium, puisqu'il induit en plus la formation de bulles et donc le gonflement et la fragilisation du matériau [93]. La ségrégation d'éléments d'alliage sous irradiation, notamment au niveau des joints de grains, peut induire la formation de précipités intermétalliques et/ou de carbures supplémentaires, ce qui participe à durcir le matériau et à le fragiliser [90]. Cependant, lorsque l'irradiation entraîne la dissolution des précipités  $\gamma'$  et  $\gamma''$ , un effet adoucissant est remarqué, parfois supérieur à l'effet durcissant de la création de défauts. Un adoucissement de 2 % a par exemple été observé dans l'Inconel 718 irradié à 200 °C par des ions Fe d'énergie 3,5 MeV jusqu'à une dose de 10 dpa entraînant la dissolution des précipités, alors que la même irradiation dans l'Inconel 718 recuit ne présentant pas de précipités mène à un durcissement de 29 % [94].

### Superalliages à base nickel FA

Concernant les superalliages FA, peu d'études se sont pour l'instant intéressées aux effets de l'irradiation. Les premiers résultats indiquent que l'irradiation amène principalement à la formation des mêmes défauts : des boucles de Frank interstitielles et des boucles parfaites, dont la densité et la taille augmentent avec la dose d'irradiation, comme le montre une étude sur l'Inconel 718 irradié par des ions Kr d'énergie 1 MeV à une température de 450 °C et jusqu'à une dose de 3 dpa [95].

Pour ce qui est des propriétés mécaniques, l'Inconel 625 irradié aux ions Ni<sup>+</sup> d'énergie 1,6 MeV à température ambiante présente une dureté accrue de 6 % à 0,1 dpa, avant de chuter de 10 % à 1 dpa, comportement semblable à celui du matériau obtenu par voie classique mais dont les effets sont plus importants [96]. Une autre étude portée sur l'alliage GH3536 note un durcissement de 9 % après irradiation à 1,2 dpa aux ions He d'énergie 1 MeV à 650 °C [97].

Enfin, une différence majeure avec les superalliages conventionnels vient de la structure des cellules dendritiques. Plusieurs études reportent des comportements contraires concernant leur évolution sous irradiation. Ainsi, dans un Inconel 718 irradié par des ions Kr d'énergie 1 MeV à une température de 450 °C et jusqu'à 3 dpa, les cellules restent stables, du fait de la présence de phases secondaires dans l'espace interdendritique [95]. Au contraire, dans un acier austénitique 316L FA, l'irradiation aux ions Kr d'énergie 1 MeV à 450 °C et 2 dpa a grandement diminué la densité de

dislocations au niveau de l'espace interdendritique et semble donc dissoudre les cellules comme le montre la **Figure I.24** [98]. Il est donc possible que l'évolution des propriétés mécaniques sous irradiation des superalliages soit liée à la stabilité de ces cellules de dislocation.

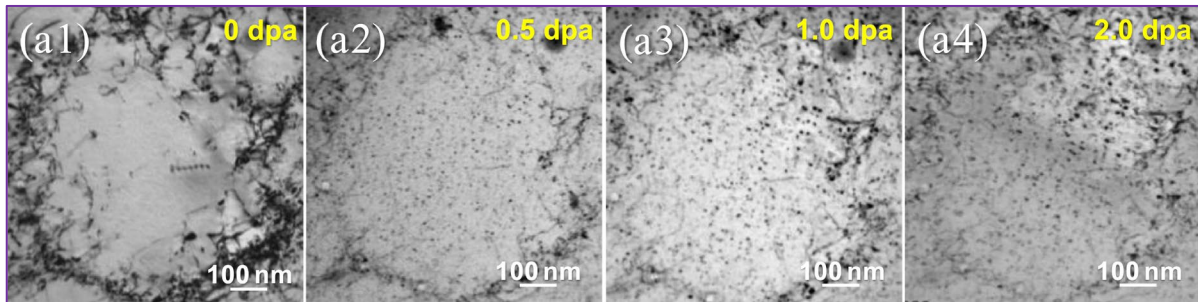


Figure I.24 : Évolution d'une cellule de dislocation dans l'acier austénitique 316L FA en fonction de la dose d'irradiation [98].

#### Synthèse des effets d'irradiation dans les superalliages à base nickel

Ainsi, dans les superalliages à base nickel et selon les conditions de préparation et d'irradiation, différents effets peuvent être observés :

- Formation de boucles de Frank dont la taille (10-20 nm) et la densité ( $10^{21}$ - $10^{23}$  m<sup>-3</sup>) augmentent avec la dose d'irradiation.
- Formation de cavités ou de bulles dans la matrice mais et préférentiellement aux joints de grains
- Dissolution des précipités  $\gamma'$  et  $\gamma''$
- Ségrégation des éléments d'alliages et précipitation aux joints de grains
- Durcissement fréquent dans le cas où les précipités sont stables sous irradiation.
- Adoucissement éventuel si les précipités sont dissous.

Dans le matériau FA, l'irradiation induit la formation des mêmes défauts, mais selon les conditions d'irradiation, les cellules dendritiques peuvent être stables ou non, affectant différemment les propriétés mécaniques.

#### I.3.3.2 - Ni-20Cr

Aucune recherche ne s'est pour l'instant intéressée aux effets de l'irradiation sur le Ni-20Cr FA et seules quelques-unes se sont portées sur le matériau conventionnel. Dans le Ni-17Cr, l'irradiation à température ambiante aux ions W d'énergie 80 keV et à une fluence de  $2 \times 10^{11}$  ions/cm<sup>2</sup> induit la formation de défauts ayant une taille moyenne de 3,5 nm. Ces défauts ont été identifiés comme étant principalement des boucles de Frank lacunaires, même si des boucles parfaites, représentant environ 5% des défauts, ont aussi été observées. Cela correspond aux mêmes défauts que ceux observés dans les superalliages à base nickel, mais de taille inférieure. Si l'irradiation a lieu à 500 °C, les défauts formés sont de nature identique, mais 15 % moins nombreux et plus petits (2,9 nm) [99].

Une autre étude réalisée sur le Ni-18Cr a permis d'approfondir la caractérisation des défauts formés après irradiation aux protons d'énergie 2 MeV à 400 °C et 500 °C et pour une dose de 1,6 dpa. À 400 °C, des boucles ayant un diamètre moyen de 4,7 nm et une densité de  $6,14 \times 10^{22}$  m<sup>-3</sup> sont observées. À 500 °C, leur diamètre augmente à 5,6 nm mais leur densité diminue à  $3,27 \times 10^{22}$  m<sup>-3</sup>. La **Figure I.25** présente ces boucles de dislocations observées en MET en utilisant la méthode de la « trainée de diffusion » permettant d'imager les fautes d'empilement. Cependant, un autre type de défaut qui n'avait pas été noté jusque-là est observé : la présence de cavités. Leur taille et leur densité évoluent avec la température de la même manière que les boucles de dislocation : un diamètre allant



## I. État de l'art

---

de 24,2 à 37,7 nm et une densité passant de  $1,4 \times 10^{20} \text{ m}^{-3}$  à  $3,3 \times 10^{19} \text{ m}^{-3}$ , pour des températures respectives de 400 °C et 500 °C [100].

La formation de boucles de Frank interstitielles a aussi été prédite par des simulations en dynamique moléculaire, via la production de paires de Frenkel qui évoluent jusqu'à former ces boucles de Frank stables. Elles apparaissent en densité plus importante et sont de taille plus petite dans le Ni-20Cr que dans le nickel pur. Les défauts ponctuels peuvent également s'agréger pour former des tétraèdres de faute d'empilement (SFT). Les lacunes semblent quant à elles immobiles à 300 °C [101]. Cette simulation confirme les observations expérimentales précédentes.

Enfin, il a été démontré par mesure de résistivité électrique que l'irradiation aux neutrons thermiques à 100 °C du Ni-20Cr affecte la formation de SRO, sans avoir besoin de chauffer à 500 °C. Pour un échantillon ne présentant pas de SRO à l'état initial, l'irradiation promeut sa formation, alors que pour un échantillon présentant de l'ordre à courte distance à l'origine, la même irradiation entraîne la dissolution du SRO [102]. Dans les deux cas l'irradiation conduit à un durcissement semblable du matériau, comme le montre l'évolution de la limite d'élasticité en Figure I.26, où cette dernière est doublée à température ambiante, peu importe la présence ou non de SRO [103].

Ces différentes études se rejoignent donc sur la formation de boucles de Frank interstitielles, comme dans les superalliages à base nickel, dont la densité est équivalente mais dont la taille est plus petite. La formation de cavité a aussi été remarquée dans certains cas pour des températures d'irradiation de 400 et 500 °C, mais n'est pas systématique. Comme dans la plupart des métaux, l'irradiation induit un durcissement. Enfin, la formation de SRO dépend en grande partie de l'état initial du matériau et de la température d'irradiation. Comme les mêmes défauts formés dans les superalliages conventionnels et FA sont identiques, il est probable que les défauts d'irradiation qui seront formés dans le Ni-20Cr FA seront semblables à ceux observés dans le Ni-20Cr conventionnel.

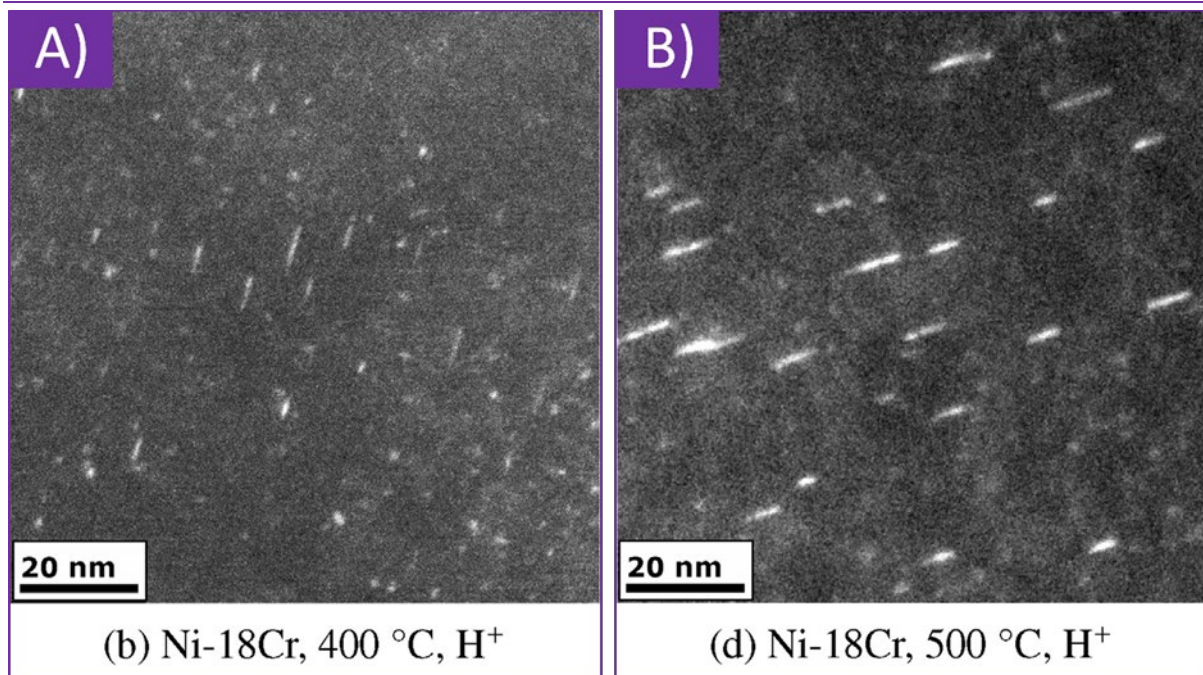


Figure I.25 : Images MET en champ sombre des boucles de Frank selon la méthode de la « trainée de diffusion », observées dans le Ni-18Cr irradié par des protons à une dose de 1,6 dpa et pour des températures de A) 400 °C et B) 500 °C [100].

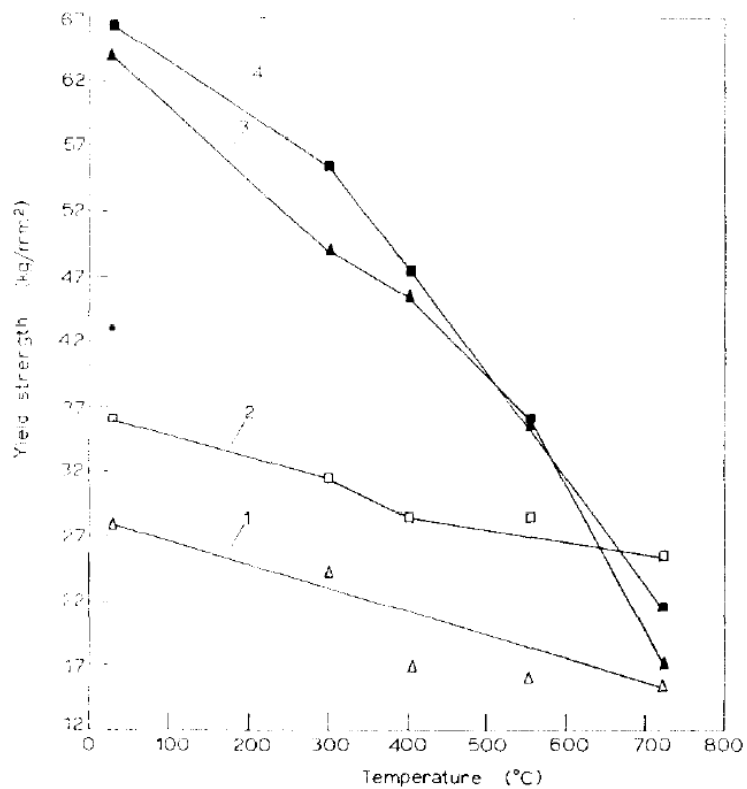


Figure I.26 : Évolution de la limite d'élasticité en fonction de la température de test pour des échantillons 1) trempé ne présentant pas de SRO avant irradiation, 2) recuit présentant du SRO avant irradiation, 3) trempé puis irradié et 4) recuit puis irradié [103].



---

## II. Dispositifs expérimentaux

---

## II.1 - Fabrication des échantillons L-PBF

### II.1.1 - Caractérisation antérieure de la poudre

La thèse de Maxime Lelièvre [76], menée au laboratoire CRISMAT, a permis de mettre au point les stratégies et le procédé employés pour fabriquer les échantillons, à partir d'une poudre Ni-20Cr commerciale préparée par atomisation gazeuse et fournie par Höganäs AB Company (Höganäs, Suède). Sa composition chimique nominale, en **Tableau II.1**, montre la présence d'impuretés en fer et silicium. Une analyse par Spectrométrie d'Émission Optique à Plasma à Couplage Inductif (ICP-OES) a détecté la présence d'aluminium, qui n'était pas indiquée par le fournisseur. Une Analyse Instrumentale des Gaz (IGA) a également permis de révéler la présence de traces d'oxygène, à hauteur de 264 ppm.

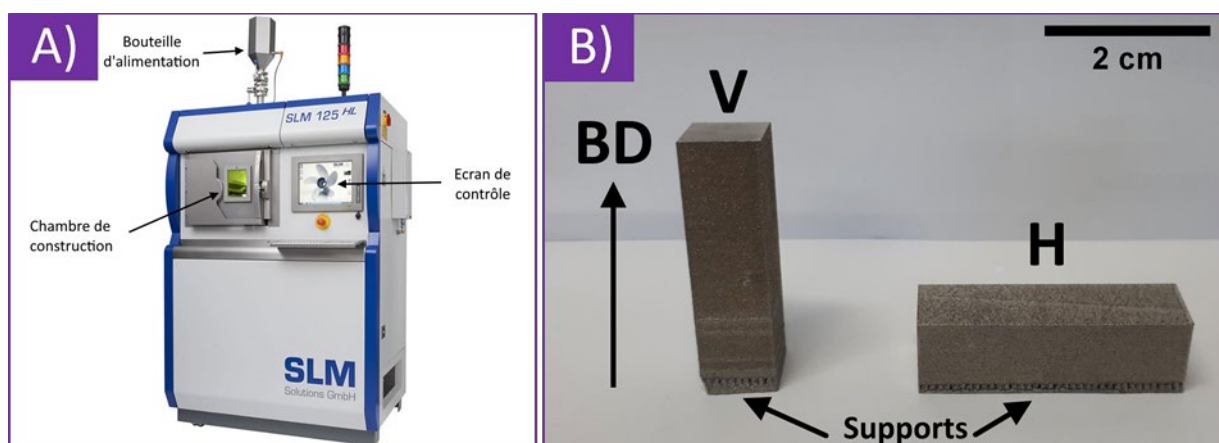
*Tableau II.1 : Composition chimique en % de la poudre Ni-20Cr fournie par Höganäs AB.*

Analyse	Ni	Cr	Fe	Si	Mn	Al	C
Höganäs	Bal.	18-21	0,1	1	0,05	/	0,05
ICP-OES [76]	Bal.	19,9	0,0222	0,035	<0,0002	0,047	Non détecté

Une analyse DRX a aussi démontré qu'une seule phase CFC correspondant à la solution solide de chrome dans le nickel est visible, possédant un paramètre de maille  $a = 3,55 \text{ \AA}$ . La densité apparente de cette poudre a été mesurée avec un pycnomètre à  $\rho = 8,483 \text{ g/cm}^3$ . Concernant la taille des particules, la distribution en taille donne un diamètre médian  $D_{50} = 35 \text{ \mu m}$  [76].

### II.1.2 - Étapes pré-process et stratégies de fabrication

Les échantillons étudiés lors de cette thèse ont été fabriqués par L-PBF à l'aide d'une machine SLM 125HL provenant de Nikon SLM Solutions AG (Lubeck, Allemagne) et appartenant au laboratoire CRISMAT, représentée en **Figure II.1.A**. Les pièces ont été conçues par CAO sous la forme de barreaux à base circulaire de 1,5 cm de diamètre ou à base carrée de 1 cm de côté et 5 cm de longueur, dont un exemple est donné en **Figure II.1.B**. Le logiciel Magics de Materialise NV (Leuven, Belgique) est utilisé pour procéder à la mise en place du plateau, ce qui consiste à disposer les pièces de la façon souhaitée (ici simplement verticalement ou horizontalement). Elles sont reliées au plateau par 4 mm de supports, générés automatiquement par le logiciel, ayant pour fonction de stabiliser la pièce lors de la construction, de dissiper la chaleur et permettre de détacher les pièces du plateau après construction.



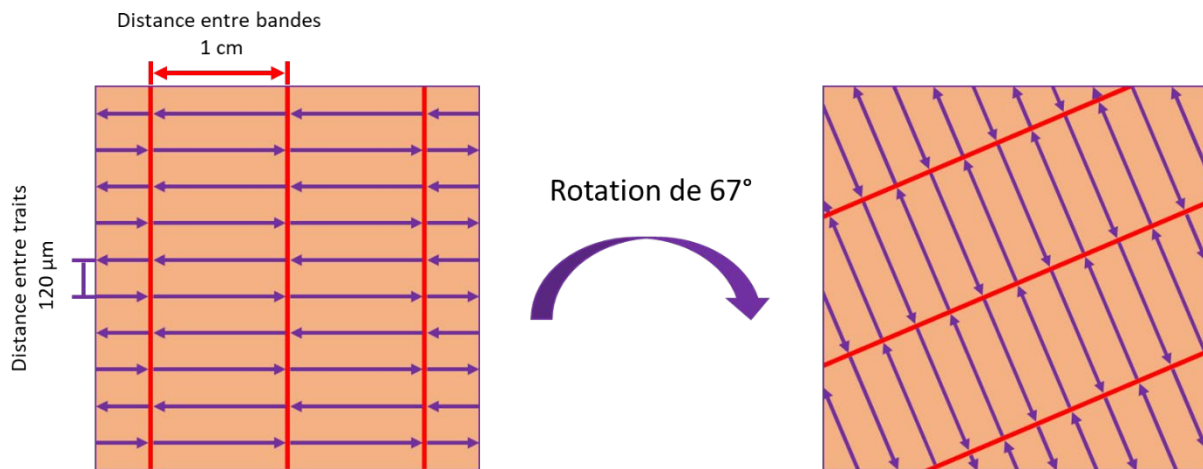
*Figure II.1 : A) Machine de fabrication L-PBF SLM 125 HL de Nikon SLM Solutions AG. B) Échantillons bruts de fabrication vertical (V) et horizontal (H). Les restes de supports sont encore visibles sous les pièces.*

Ensuite, la stratégie de construction est définie, toujours à l'aide du logiciel Magics. Maxime Lelièvre a mis au point et optimisé trois stratégies de fabrication différentes [76] permettant d'obtenir des pièces de bonne qualité, avec une densité relative de plus de 99 % par rapport à la poudre de

départ. Les seuls paramètres variables, indiqués en **Tableau II.1**, sont la puissance et la vitesse du laser. Pour chacune, la même stratégie de lasage présentée en **Figure II.2** est utilisée. Un motif en bandes de 1 cm de longueur a été choisi. À l'intérieur de ces bandes, le laser alterne sa direction en laissant une distance entre chaque trait de 120 µm. Entre chaque couche de 30 µm d'épaisseur, la direction de balayage du laser est pivotée de 67° afin que les bains de fusions ne soient pas superposés et limiter les risques de fractures.

*Tableau II.2 : Liste des paramètres variables (puissance du laser P et vitesse de balayage V) des trois stratégies de fabrication mises au point et énergie volumique  $E_v$  correspondante.*

$E_v$ (J/mm <sup>3</sup> )	P (W)	V (mm/s)
60	150	700
90	300	900
120	300	700



*Figure II.2 : Schéma de la stratégie de lasage en bande employée. La distance entre bandes et entre les traits de lasages sont indiqués.*

En fonction de ces paramètres, le logiciel procède alors au découpage du modèle en couches, chacune contenant toutes les informations nécessaires et renvoie un fichier au format propriétaire .slm. Ce fichier est alors transféré à la machine de FA pour construire la pièce.

### II.1.3- Fabrication L-PBF

La poudre est conservée dans des bouteilles hermétiques sous atmosphère neutre (argon), à moins de 300 ppm d'oxygène pour limiter son oxydation. Avant chaque construction, la poudre est tamisée pour délier les grains et filtrer ceux dont le diamètre est supérieur à 100 µm, provenant soit de la préparation de la poudre, ou d'agrégats formés lors des précédentes fabrications. Une fois tamisée, la bouteille est placée au-dessus d'une goulotte, permettant à la poudre de s'écouler sous l'effet de la gravité et d'alimenter le racleur à l'aide d'un barillet. Le plateau en Inconel 718, servant de support aux pièces, est introduit dans la chambre puis est chauffé à 200 °C afin de limiter au mieux l'apparition de contraintes résiduelles dans la pièce. Cette chambre permet un volume de construction maximal cubique de 125 mm de côté. Elle est placée sous atmosphère neutre d'argon à une pression de 12 mbar et moins de 300 ppm d'oxygène. Un laser à fibre ytterbium de longueur d'onde 1070 nm et de puissance maximale de 400 W est utilisé pour fondre la poudre. Pour de telles puissances, le laser pénètre la matière sur plus de 100 µm, soit au moins 3 couches. Son diamètre au point focal est de 60 µm. Il est orienté à l'aide de miroirs galvanométriques permettant un balayage rapide de 0,1 à 10 m/s. Un flux d'argon d'une vitesse de 7 m/s permet d'évacuer les agrégats de poudre formés et éjectés par le balayage du laser. Des photos sont prises entre chaque couche afin de vérifier que le recouvrement

## II. Dispositifs expérimentaux

et la fonte de la poudre s'effectuent correctement. Si besoin, plusieurs dépôts peuvent être réalisés jusqu'à l'obtention d'une couche homogène.

Une fois la pièce fabriquée, la chambre est dépoutrée à l'aide d'un pinceau, c'est-à-dire que la poudre déposée qui n'a pas été fondue est récupérée pour être recyclée lors d'une prochaine fabrication. Le plateau est ensuite retiré et les supports découpés à l'aide d'une tronçonneuse. Le plateau est alors rectifié pour éliminer le restant de support et retrouver une surface parfaitement plane avant la prochaine utilisation. Les restes de supports présents sur les pièces sont éliminés par polissage mécanique.

### II.1.4- Post-traitements

Certains échantillons ont par la suite subi des traitements thermiques afin de déterminer si cela avait un impact sur les effets d'irradiation. Pour cela, un four tubulaire de la marque Carbolite Gero Ltd a été utilisé, permettant d'atteindre un vide inférieur à  $5 \times 10^{-6}$  mbar. Deux conditions de recuits ont été examinées. Le premier est un recuit à 1000 °C pendant 2 h, permettant de relaxer les contraintes résiduelles importantes issues de la FA. Il s'agit en outre d'un recuit caractéristique de l'industrie aérospatiale. Le deuxième est un recuit à 1100 °C pendant 10 h durant lequel le matériau débute sa recristallisation, ce qui permet de déconstruire la microstructure L-PBF.

La liste de tous les échantillons étudiés est donnée en [Tableau II.3](#). Ils sont identifiés par leur énergie volumique, suivi de la lettre V (vertical) ou H (horizontal) correspondant à leur orientation par rapport à la direction de construction.

*Tableau II.3 : Liste des échantillons examinés.*

Nom	Traitements
60V	Brut
90V	Brut
120V	Brut
60H	Brut
90H	Brut
120H	Brut
90V	Recuit 1000 °C / 2 h
90V	Recuit 1100 °C / 10 h
Référence	Brut

## II.2 - Conditions d'irradiation

### II.2.1 - Dispositifs d'irradiation

Les irradiations des échantillons ont été menées sur trois sites du réseau d'accélérateurs de la fédération EMIR&A (Étude des Matériaux sous Irradiation) [104] : JANNuS-Saclay, JANNuS-Orsay et GANIL. Chaque site possède ses spécificités et permet des études différentes. La plupart des expériences ont été réalisées à 450 °C afin d'obtenir des boucles suffisamment grosses pour être caractérisées.

#### II.2.1.1 - JANNuS-Saclay

L'installation JANNuS-Saclay (Joint Accelerator for Nano-Science and Nuclear Simulations) [105] est composée de trois lignes de faisceaux, comme illustré en Figure II.3, ce qui permet des irradiations simultanées avec des énergies et/ou des ions différents. La ligne Pandore, équipée d'un accélérateur électrostatique asymétrique de 2,5 MeV est entre autre utilisé pour l'implantation de plusieurs isotopes d'ions H et He. Les expériences ont été menées sur la ligne Epiméthée, équipée d'un accélérateur Pelletron de 3 MV couplé à une source ECR (Résonance Cyclotron Électronique), permettant d'obtenir une large variété d'ions multichargés ayant une énergie allant jusqu'à 36 MeV. Les échantillons sont collés au support à la laque d'argent afin d'assurer un bon contact thermique avec la plaque chauffante et sont placés dans une enceinte sous vide à environ  $10^{-7}$  mbar, en incidence normale par rapport au faisceau d'ions. Deux expériences d'irradiation y ont été menées : l'une sur des échantillons L-PBF bruts irradiés par des ions Fe d'énergie 5 MeV, et l'autre sur des échantillons L-PBF recuits ainsi que sur le matériau de référence irradiés par des ions Ni d'énergie 5 MeV. Dans les deux cas, un flux de  $2,8 \times 10^{11}$  ions/cm<sup>2</sup>/s a permis d'atteindre des fluences de  $3,0 \times 10^{14}$  et  $3 \times 10^{15}$  ions/cm<sup>2</sup>. L'utilisation d'ions différents pour ces deux expériences relève d'une contrainte imposée par le planning de fonctionnement de l'accélérateur, mais les simulations réalisées ci-dessous en Figure II.7 montrent que cela n'influe que très peu sur la dose d'irradiation (le nombre de dpa) et sur la profondeur d'implantation.

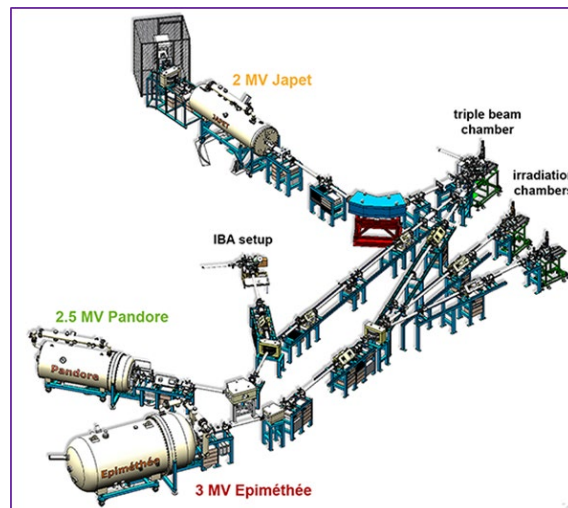


Figure II.3 : Schéma de l'installation JANNuS-Saclay [106].

#### II.2.1.2 - JANNuS-Orsay

Dans le but de mesurer précisément la cinétique de croissance des défauts formés, des irradiations ont été opérées sur la ligne ARAMIS de la plateforme JANNuS-Orsay [105]. Cette ligne est composée d'un accélérateur de type Tandem de 2 MV, permettant l'accélération de nombreux éléments chimiques à des énergies comprises entre 100 keV et 11 MeV. Elle est couplée à un MET FEI



## II. Dispositifs expérimentaux

Tecnai G2 fonctionnant à 200 keV permettant de réaliser des observations *in situ* et ainsi suivre la création et l'évolution des défauts en direct, même à très faible dose. Le dispositif expérimental utilisé est présenté en [Figure II.4](#). L'angle d'incidence du faisceau est de  $22^\circ$  par rapport au porte échantillon du microscope, mais pour maximiser le flux, l'échantillon est incliné légèrement dans la direction du faisceau afin d'obtenir un angle d'environ  $37^\circ$ . Les échantillons ont été irradiés par des ions Ni d'énergie 2 MeV jusqu'à une fluence finale de  $2 \times 10^{14}$  ions/cm<sup>2</sup> et  $4 \times 10^{14}$  ions/cm<sup>2</sup> pour la plupart et  $3 \times 10^{15}$  ions/cm<sup>2</sup> au maximum. Les observations *in situ* se sont révélées peu précises, suite à un problème d'instabilité du faisceau d'électrons durant l'irradiation qui entraînait une dérive constante. Des pauses régulières ont donc été effectuées à différentes doses, permettant en plus d'ajuster les conditions d'imagerie. Les images sont donc prises en mode « faisceau faible », si possible selon un vecteur de diffraction  $g(200)$  proche de la position d'irradiation. Il arrive aussi que la zone observée soit déformée au cours de l'irradiation, en particulier si elle est trop fine ou si elle se trouve près d'une zone fragilisée, par exemple par une fissure. Cela empêche de poursuivre le suivi sur cette zone et il est alors nécessaire de continuer les observations ailleurs, ce qui empêche un suivi complet de l'échantillon.

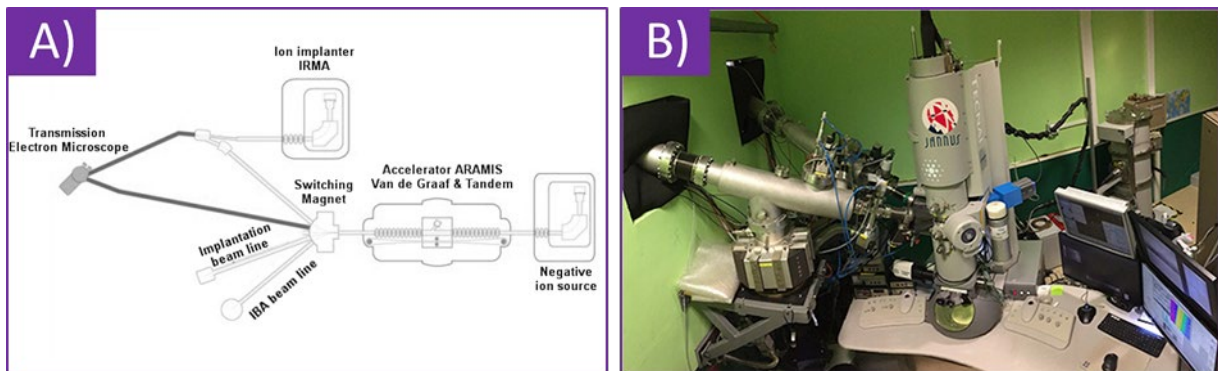


Figure II.4 : Dispositif expérimental utilisé à JANNuS-Orsay. A) Schéma de la ligne d'irradiation [107]. B) Pièce d'expérimentation comprenant l'arrivée du faisceau sur la gauche à l'intérieur du microscope [108].

### II.2.1.3 - GANIL

Afin de tester les propriétés mécaniques, une profondeur d'irradiation plus importante est nécessaire. C'est pourquoi des irradiations ont été réalisées au Grand Accélérateur National d'Ions Lourds (GANIL), dont l'installation est représentée en [Figure II.5.A](#). Le GANIL dispose de sources ECR produisant une large variété d'ions multichargés allant du carbone à l'uranium. En sortie de sources, les ions, dont l'énergie est de l'ordre de quelques keV, sont accélérés grâce à des cyclotrons injecteurs jusqu'à une énergie maximale de 1 MeV/u. Ce faisceau peut être utilisé tel quel sur la ligne IRRSUD ou être accéléré à plus haute énergie grâce aux cyclotrons à secteurs séparés CSS1 et CSS2. À l'issue du CSS1, les ions possèdent une énergie allant de 4 à 13 MeV/u selon les éléments et l'état de charge. Ils sont ensuite envoyés à travers un éplucheur arrachant encore plus d'électrons aux ions. À la sortie de l'éplucheur ils sont soit dirigés sur la ligne SME (Sortie Moyenne Énergie), soit envoyés dans le CSS2, accélérant les ions à des énergies de 24 à 95 MeV/u. Pour cette thèse, les irradiations ont été réalisées sur la ligne IRRSUD ([Figure II.5.B](#)), avec des ions Xe d'énergie 92 MeV, soit 0,7 MeV/u et à un flux moyen de  $7 \times 10^9$  ions/cm<sup>2</sup>/s pour atteindre une fluence maximale de  $1 \times 10^{15}$  ions/cm<sup>2</sup>.

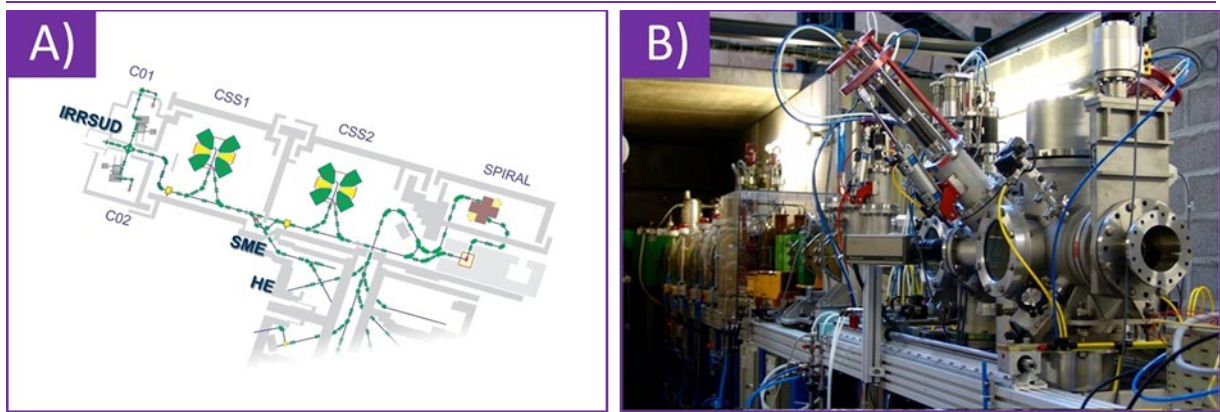


Figure II.5 : A) Schéma de l'installation du GANIL. B) Ligne IRRSUD utilisée pour les irradiations.

### II.2.2 - Simulations des expériences d'irradiation par Iradina

Les pouvoirs d'arrêts nucléaire et électronique des ions pour chaque expérience sont calculés à l'aide du logiciel Iradina en fonction de la profondeur dans le matériau et sont présentés en Figure II.6. Dans chaque cas la perte d'énergie électronique  $S_e$  est prépondérante par rapport à la perte d'énergie nucléaire  $S_n$  lorsque la particule rentre dans le matériau. Cependant, il a été expliqué auparavant que le  $S_e$  ne provoque pas de formation de défauts dans les métaux où les électrons sont délocalisés et son effet est donc négligé. Plus la particule s'enfonce dans le matériau, plus son énergie diminue, favorisant les collisions balistiques et la formation de défauts ponctuels. De plus, proche de la surface, l'énergie par unité de masse atomique des particules est plus faible lors des irradiations sur la ligne JANNuS-Saclay que sur la ligne IRRSUD, donc la perte d'énergie nucléaire  $S_n$  y est plus élevée. Ainsi, en surface, il faudra une fluence moins importante sur la ligne JANNuS-Saclay pour atteindre un nombre de dpa donné que sur la ligne IRRSUD. Ce rapport s'inverse au pic de dommage, où  $S_n$  est plus grand sur IRRSUD que sur JANNuS-Saclay car l'ion Xe est plus lourd.

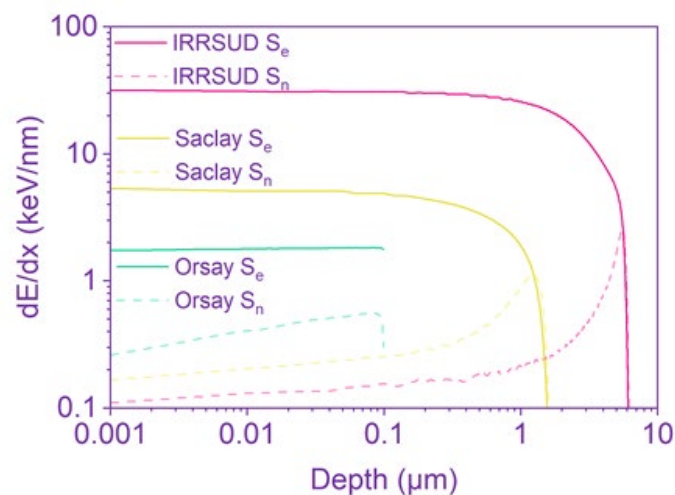


Figure II.6 : Évolution des pouvoirs d'arrêt en fonction de la profondeur de pénétration des ions dans la matière pour les différentes expériences d'irradiation réalisées.

Les simulations de l'endommagement du Ni-20Cr sous irradiation ont quant à elles été calculées en mode « Full Cascade », également à l'aide du logiciel Iradina, développé par l'université Friedrich-Schiller d'Iéna [109] et modifié par le CEA qui a créé une interface utilisateur [42]. Cette méthode suit la trajectoire des projectiles, mais aussi de tous autres atomes déplacés, par un ion, un PKA ou un autre atome, et détermine la distribution des lacunes formées pour en déduire le nombre de dpa. Des énergies seuil de déplacement de 33 eV et 40 eV ont été utilisées pour le Ni et le Cr

## II. Dispositifs expérimentaux

respectivement [110]. Les simulations de chaque expérience sont données en Figure II.7. Étant donné que les irradiations de JANNuS-Orsay ont été effectuées sur des lames minces, la simulation n'est réalisée que sur 60 nm, épaisseur moyenne des lames minces. La dose en dpa est déterminée comme étant la moyenne de l'endommagement sur cette épaisseur, soit 0,23 dpa, 0,46 dpa et 3,0 dpa pour des fluences respectives de  $2 \times 10^{14}$  ions/cm<sup>2</sup>,  $4 \times 10^{14}$  ions/cm<sup>2</sup> et  $3 \times 10^{15}$  ions/cm<sup>2</sup>. Du fait de la fine épaisseur des lames, la plupart des ions les traversent sans être implantés. Concernant les irradiations menées à JANNuS-Saclay et sur IRRSUD, les ions parcourent le matériaux en produisant relativement peu de dpa au début, étant donné que la perte d'énergie électronique prédomine. À la fin de leur parcours, leur faible énergie favorise la perte d'énergie nucléaire ce qui conduit à un pic de dommage au-delà duquel les ions s'arrêtent rapidement. Pour les irradiations de JANNuS-Saclay à une fluence de  $3 \times 10^{15}$  ions/cm<sup>2</sup>, ce pic de dommage est situé à une profondeur de 1,25  $\mu\text{m}$  et correspond à une dose de 8,3 dpa dans le cas de l'irradiation aux ions Fe, et à une profondeur de 1,57  $\mu\text{m}$  pour une dose 8,0 dpa dans le cas de l'irradiation aux ions Ni. Dans le cas des irradiations sur IRRSUD, comme les ions ont une énergie plus importante, le pic d'endommagement apparaît à une profondeur de 5,52  $\mu\text{m}$ , correspondant à une dose de 6,4 dpa pour une fluence de  $1 \times 10^{15}$  ions/cm<sup>2</sup>. La dose d'irradiation est aussi plus homogène que pour les échantillons irradiés à JANNuS-Saclay.

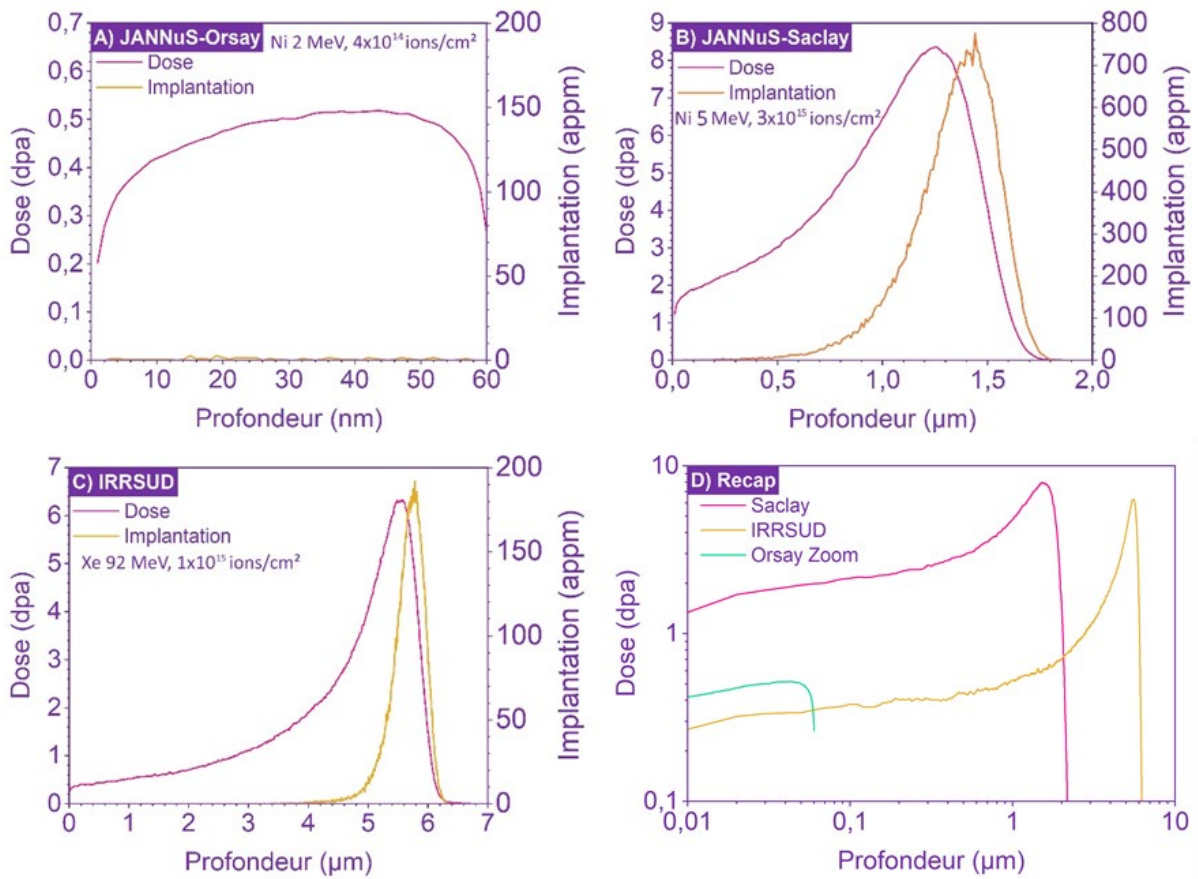


Figure II.7 : Profils de dommages et d'implantation des ions calculés par Iradina pour les différentes irradiations réalisées. A) Irradiation à JANNuS-Orsay aux ions Ni 2 MeV sur lames minces observées par MET in situ. B) Irradiation à JANNuS-Saclay aux ions Ni 5 MeV sur des échantillons massifs. C) Irradiation sur IRRSUD aux ions Xe 92 MeV sur des échantillons massifs. D) Comparaison des profils de d'endommagement des différentes irradiations.

## II.3 - Méthodes de préparation des échantillons

Selon les expériences à réaliser, les échantillons ont pu subir différentes méthodes de préparation qui sont décrites ici.

### II.3.1 - Lames minces irradiées *in situ* à JANNuS-Orsay

Pour préparer les lames minces irradiées *in situ* à JANNuS-Orsay, des tranches de 1 mm d'épaisseur ont été découpées à partir des échantillons massifs. Elles sont polies mécaniquement pour atteindre une épaisseur de 100  $\mu\text{m}$  à l'aide de papier abrasif SiC jusqu'à un grain de 1200. Des disques de 3 mm de diamètre sont poinçonnés puis électropolés à l'aide d'un Tenupol 5 de Struers (Copenhague, Danemark) jusqu'à la formation d'un trou. Les conditions utilisées sont une tension de 24 V et une température de  $-40\text{ }^\circ\text{C}$ , avec pour électrolyte un mélange de 10 % d'acide perchlorique dans du méthanol.

### II.3.2 - Échantillons massifs pour irradiation à JANNuS-Saclay et IRRSUD

Deux types d'échantillons massifs ont été utilisés pour les irradiations sur JANNuS-Saclay et IRRSUD, mais leurs méthodes de préparation n'influent pas sur les résultats. Certains échantillons ont été irradiés sous la forme de cubes de 3 mm de côté dont la face irradiée a été préalablement électropolie au Lectropol de Struers pendant 20 s sous une tension de 20 V, à une température de  $-30\text{ }^\circ\text{C}$  et en utilisant un électrolyte préparé selon la recette de la solution A2 de Struers. Les autres ont été préparés sous forme de disque de 3 mm électropolés une face en protégeant la seconde à l'aide d'un vernis isolant à l'aide du Tenupol 5 de Struers. Ce polissage est réalisé dans les mêmes conditions que pour les lames minces mais en imposant une durée de 15 secondes afin de ne pas trop amincir et percer la lame.

### II.3.3 - Lames FIB tirées des échantillons massifs

Après irradiation, des sections transverses sont extraites des échantillons massifs irradiés à JANNuS-Saclay ou IRRSUD à l'aide d'un FIB (Focused Ion Beam) Helios Nanolab 660 system de Thermofisher Scientific (Waltham, États-Unis), selon la méthode « lift-out » [111]. Cette méthode permet entre autre de sélectionner précisément une zone d'intérêt (comme les bords de fusion ou les dendrites dans le cas présent), mais aussi de réaliser simplement des sections transverses, utiles pour observer les effets d'irradiation en profondeur. Il s'agit d'usiner une lame à l'aide d'un faisceau d'ion Ga d'énergie 30 keV permettant d'éjecter la matière localement, puis de souder cette lame à une grille en cuivre. Cette méthode de préparation est divisée en plusieurs étapes, illustrées en [Figure II.8](#) :

1. La zone d'intérêt est protégée par une couche de platine déposée par Dépôt Chimique en Phase Vapeur (CVD) au-dessus de la zone d'intérêt afin de la protéger du faisceau d'ions lors de la préparation pour qu'il ne l'altère pas. Dans ce protocole, une épaisseur de 1,5  $\mu\text{m}$  est déposée car il est nécessaire de garder une couche de platine importante permettant le nettoyage au PIPS (Precision Ion Polishing System).
2. Le faisceau ionique est utilisé pour éjecter la matière autour de la zone d'intérêt.
3. Le fond de la lame et le côté gauche sont coupés, laissant la lame rattachée uniquement par un pont à droite.
4. Un micromanipulateur est soudé à la lame par un dépôt de platine puis le dernier pont la rattachant à l'échantillon est coupé
5. La lame est soudée à une grille en cuivre
6. La lame est amincie jusqu'à une épaisseur de 100 nm environ en plusieurs étapes, en réduisant progressivement le courant de 2,5 nA à 80 pA afin de limiter les dégâts produits par le faisceau d'ions et en réduisant la largeur de la lame pour limiter les contraintes

## II. Dispositifs expérimentaux

### 7. Un nettoyage à plus faible énergie (2 kV puis 1 kV) permet de limiter la création de défauts

Cependant, la préparation FIB reste malgré tout à l'origine de nombreux défauts, comme l'amorphisation des surfaces [112]. Dans le Ni-20Cr, cela se traduit aussi par la formation de « black dots » semblables à ceux produits par irradiation. La simulation Iradina en Figure II.9 montre que les ions Ga s'implantent jusqu'à une profondeur de 15 nm. Pour éliminer ces défauts, plusieurs méthodes ont été mises au point, comme l'électropolissage flash ou le polissage par faisceau ionique d'ion Ar de faible énergie, notamment adapté pour les matériaux irradiés [113,114]. Après la préparation FIB, les lames minces sont donc nettoyées au PIPS II de Gatan Inc. (Pleasanton, États-Unis). Le faisceau d'ions Ar d'énergie 300 eV est incliné à  $\pm 8^\circ$  par rapport à la surface de la lame, elle-même refroidie à  $-100^\circ\text{C}$ . Le mode double modulation permet de n'activer le faisceau que lorsque la lame, tournant à une vitesse de 1 RPM, se situe face aux canons ( $\pm 10^\circ$ ). Comme le montre la simulation en Figure II.9, les ions Ar ne s'implantent qu'à une profondeur de 2 nm et sont à l'origine de très peu de défauts étant donné leur très faible énergie. Un tel nettoyage durant 20 minutes permet d'amincir la lame de 40 nm, 20 nm sur chaque face, et donc de supprimer les défauts issus de la préparation FIB. La Figure II.10 permet de s'assurer de l'efficacité du nettoyage puisque plus aucun « black dot », représentés par les points blancs avant nettoyage, n'est visible après nettoyage, seuls restent les lignes de dislocations. Malgré toutes les précautions prises, il n'est cependant pas rare de perdre les 100 ou 200 premiers nanomètres irradiés en surface car il n'est pas possible de suivre le nettoyage *in situ*. Il est donc nécessaire de préparer plusieurs lames pour un résultat idéal.

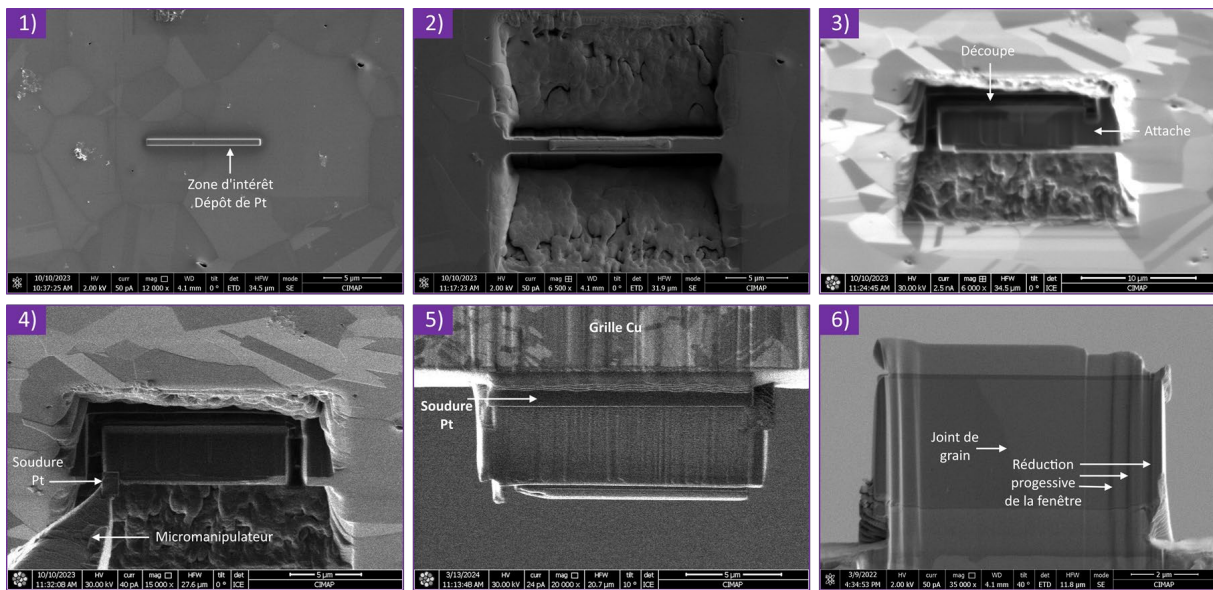


Figure II.8 : Images MEB représentant les différentes étapes de la préparation des lames MET au FIB.

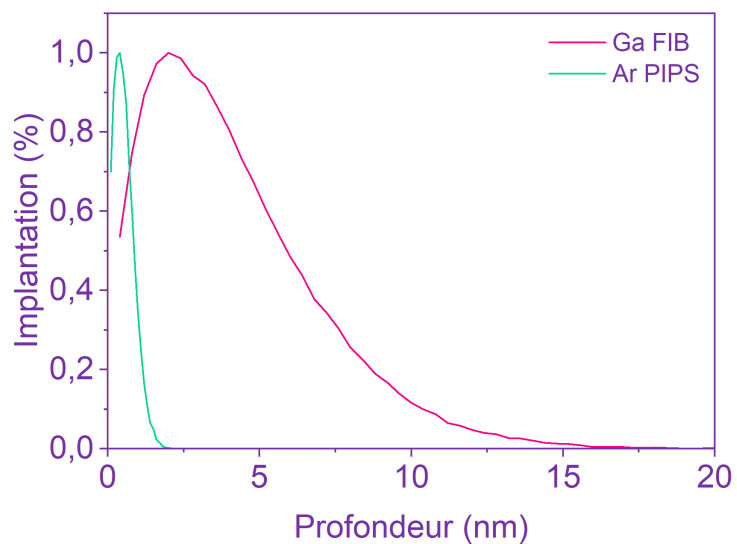


Figure II.9 : Simulation Iradina montrant la profondeur d'implantation des ions Ga après la préparation FIB et des ions Ar après préparation PIPS.

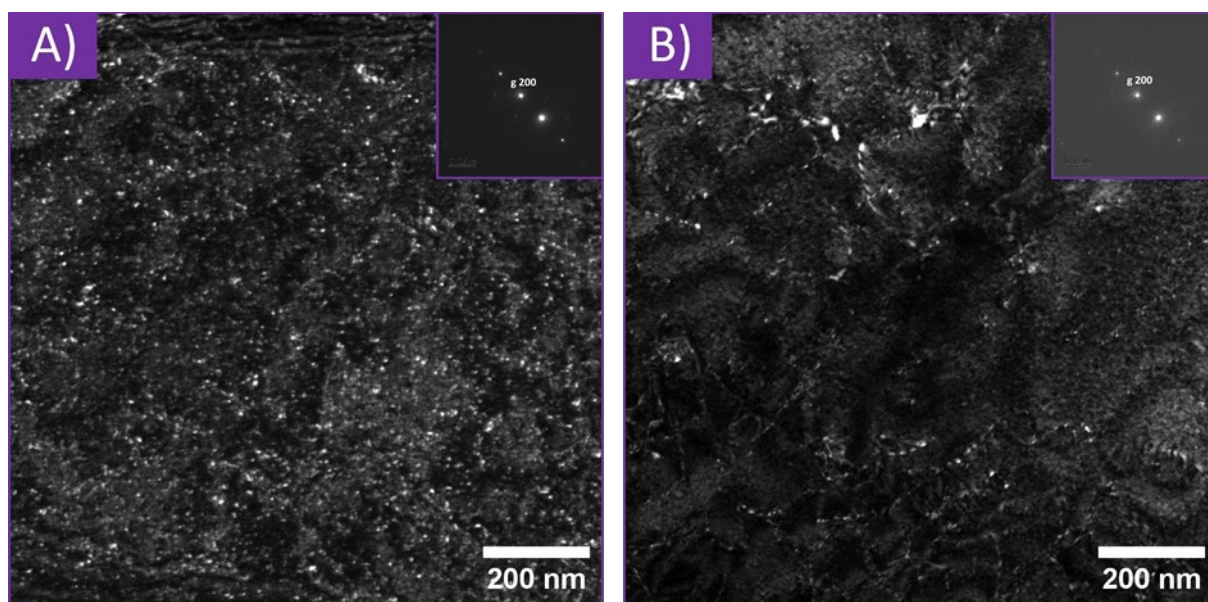


Figure II.10 : Image MET en champ sombre à faisceau faible (WBDF) d'un échantillon de référence non irradié. A) Après préparation FIB. B) Après nettoyage PIPS.

## II.4 - Microscopie Électronique en Transmission

### II.4.1 - Généralités

La Microscopie Électronique en Transmission (MET) est une technique d'analyse permettant d'obtenir des informations sur la microstructure, la cristallographie ou encore la composition chimique d'un échantillon. Un faisceau d'électrons est formé à l'aide d'un canon puis est focalisé à l'aide de lentilles électromagnétiques. Lorsqu'il traverse l'échantillon, différents types d'interactions peuvent avoir lieu (Figure II.11). Ainsi, plusieurs signaux peuvent être récupérés, comme les photons X, permettant une analyse chimique, les électrons secondaires utilisés pour la Microscopie Électronique à Balayage (MEB), ou encore les électrons rétrodiffusés et Auger. Si l'échantillon est suffisamment fin (moins de 100 nm), une grande partie des électrons sont transmis, soit directement sans interaction avec la matière, soit après diffraction lorsque les plans atomiques sont en condition de Bragg par rapport au faisceau. Enfin les électrons peuvent aussi être diffusés inélastiquement, après une perte d'énergie liée à l'excitation d'un électron d'un atome de l'échantillon. Cette perte d'énergie peut être analysée par Spectroscopie de Perte d'Énergie des Électrons (EELS) pour remonter à la composition chimique de l'échantillon ou à son épaisseur.

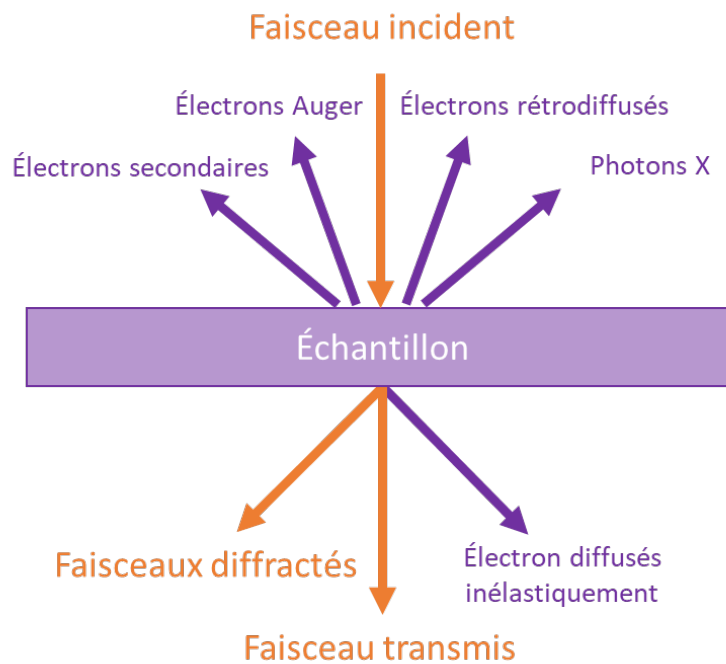


Figure II.11 : Processus d'interactions électrons-matières.

En MET, la formation d'image se fait à partir des faisceaux diffractés et/ou transmis, selon le positionnement de la lentille image par rapport à la lentille objectif. Deux modes sont distingués : le mode diffraction, qui permet de déterminer la structure cristalline de l'échantillon à l'aide de clichés de diffraction et de sélectionner les faisceaux participant à la formation de l'image, et le mode image, permettant d'obtenir une projection 2D du volume de la lame. Le courant traversant la lentille intermédiaire est ajusté pour passer d'un mode l'un à l'autre en modifiant son plan objet. S'il correspond au plan focal de la lentille objectif, il s'agit du mode diffraction, et s'il correspond au plan image de la lentille objectif, il s'agit du mode image. Grâce à la longueur d'onde très faible des électrons, la résolution de ces microscopes peut descendre en dessous l'angström, mais peut être limitée par les aberrations sphériques et chromatiques des lentilles.

## II.4.2 - Modes d'imagerie

Après avoir traversé l'échantillon, les électrons peuvent voir l'amplitude ou la phase de leur fonction d'onde modifiées. En mode image, ces modifications se traduisent par l'apparition de contrastes. Tout d'abord, les contrastes d'amplitudes comme les contrastes de masse et d'épaisseur donnent une indication sur l'épaisseur de la lame ou les éléments en présence. Les contrastes de phase proviennent d'interférence entre plusieurs faisceaux et informent sur la structure cristalline et les paramètres de mailles, notamment via les moirés ou les contrastes de Fresnel, permettant par exemple d'identifier des cavités, des bulles ou des précipités.

Il est possible de mettre en évidence d'autres contrastes en sélectionnant les faisceaux qui participent à la formation de l'image, via l'insertion d'un diaphragme objectif. Si seul le faisceau transmis est sélectionné, l'image formée est dite en champ clair. Les zones ne diffractant pas (amorphes, désorientées ou phases différentes) apparaissent en clair et les zones qui diffractent sont sombres. Si à l'inverse un faisceau diffracté est sélectionné, l'image est dite en champ sombre. Toutes les zones diffractant ce faisceau sont affichées en clair et les zones ne diffractant pas apparaissent en sombre. La position du diaphragme objectif dans les deux cas est schématisée en Figure II.12. Ce mode d'imagerie permet de mettre en évidence les grains, les phases en présence, les domaines maclés, etc. Il fait appel au contraste de diffraction, un type de contraste d'amplitude. Si plusieurs faisceaux sont sélectionnés, il est possible de voir apparaître des contrastes de phases, qui vont jouer sur l'interférence entre les ondes des électrons. C'est le principe utilisé pour former les images haute résolution qui permettent d'observer des rangées de colonnes atomiques.

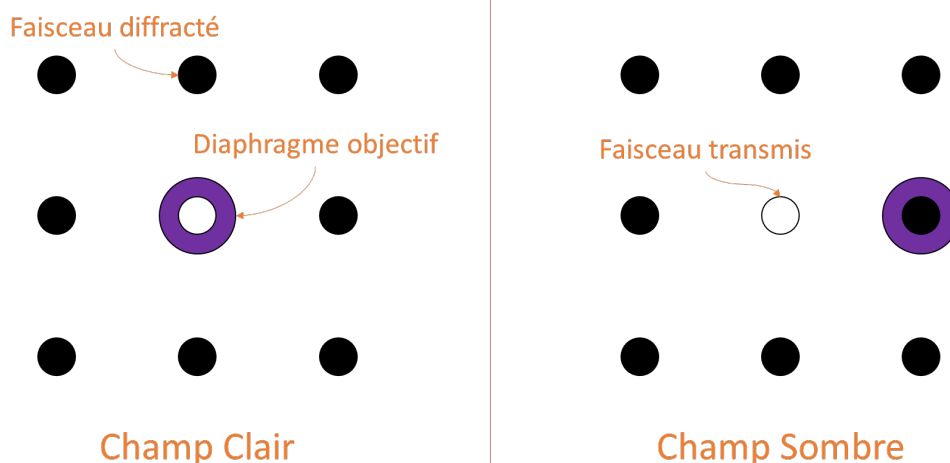


Figure II.12 : Sélection des faisceaux permettant d'obtenir une image champ clair ou champ sombre.

## II.4.3 - Visualisation des défauts cristallins

Pour visualiser les défauts cristallins, il est cependant nécessaire de se placer en mode « deux ondes », en orientant la lame de façon à ce que seuls le faisceau transmis et une réflexion  $hkl$  soient fortement excités, puis de sélectionner l'une des deux. Ainsi, si l'échantillon est incliné en condition de Bragg, la matrice apparaît en clair en champ sombre comme en champ clair. Autour des défauts comme les dislocations, un champ de déformation modifie localement l'agencement des plans atomiques et donc les conditions de diffraction. Le faisceau n'est donc plus diffracté au niveau du cœur de la dislocation, et cette dernière apparaît donc en sombre, permettant de la mettre en évidence par rapport à la matrice parfaite.

Afin d'obtenir une meilleure résolution de ces défauts, il est intéressant de se placer en condition d'imagerie dite en « champ sombre à faisceau faible » (WBDF). À partir du mode « deux



## II. Dispositifs expérimentaux

ondes », il est nécessaire d'exciter une réflexion d'ordre supérieur, c'est-à-dire d'avoir un paramètre de déviation  $s$  (écart de la réflexion  $g$  par rapport à la sphère d'Ewald) important et faire en sorte que la réflexion  $g$  soit très faiblement excitée. Cette condition s'obtient en ramenant le faisceau  $g$  sur l'axe optique, comme schématisé en Figure II.13. L'ordre 3 (réflexion  $3g$ ) est couramment utilisé. Choisir un ordre supérieur permet d'affiner les défauts, en localisant plus précisément leur champ de déformation. Ainsi les conditions de diffraction sont modifiées : la matrice parfaite ne diffracte quasiment plus et apparaît donc sombre alors que les défauts apparaissent en clair.

Dans ces modes d'imagerie, le contraste des défauts est dû à deux composantes, à savoir  $\vec{g} \cdot \vec{b}$  et  $\vec{g} \cdot \vec{b} \wedge \vec{u}$ , avec  $\vec{g}$  la réflexion choisie,  $\vec{b}$  le vecteur de Burgers et  $\vec{u}$  la direction de la dislocation. Lorsque ces deux produits sont égaux à 0, aucun contraste n'est observé et les défauts sont invisibles. Il est ainsi possible de prédire selon quelles réflexions  $g$  chaque type de défaut pourra être observé. Les conditions d'observations des principaux défauts rencontrés dans les matériaux sont indiqués en Annexe A.1.

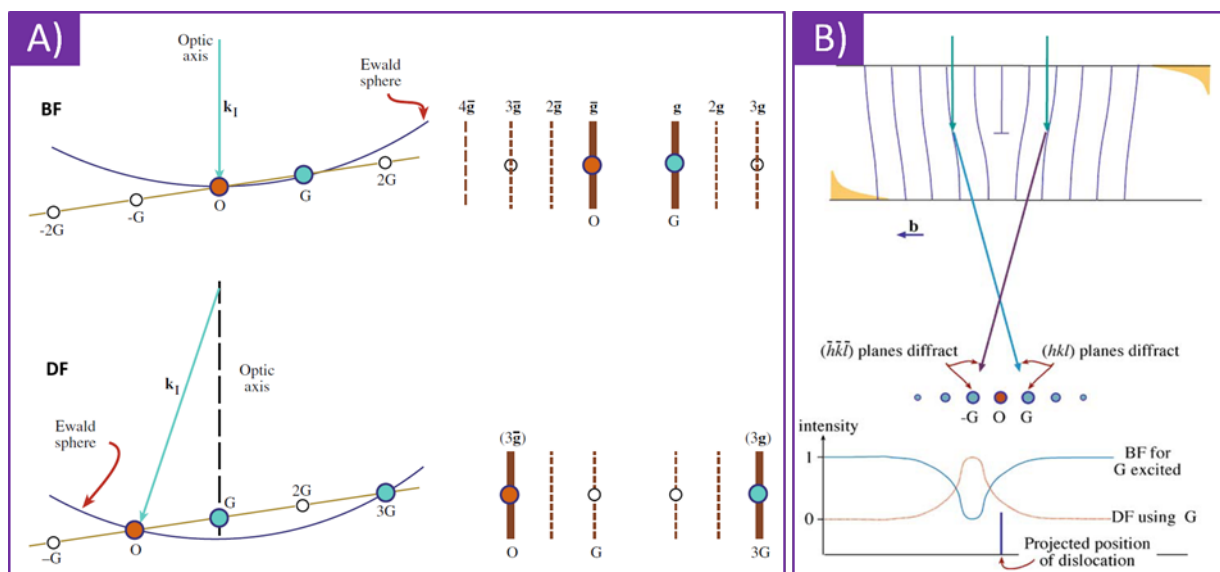


Figure II.13 : A) Schéma représentant les conditions nécessaires pour réaliser des images WBDF. B) Représentation du champ de déformation autour d'une dislocation coin et intensité du faisceau d'électron correspondant autour du défaut [115].

### II.4.4 - Mesure de l'épaisseur des lames par CBED

Le CBED (Convergent Beam Electron Diffraction) est une technique de diffraction permettant d'obtenir des informations sur un point précis de la lame, contrairement à la diffraction SAD (Selected Area Diffraction) qui prend en compte des zones de plusieurs centaines de nanomètres. Il donne par exemple des informations sur le volume 3D de la lame grâce à la visualisation des zones de Laue d'ordres supérieurs (HOLZ), ou permet de mesurer les facteurs de structure et la densité de charge. Le faisceau convergent est obtenu en augmentant la force de la lentille condenseur 2, c'est-à-dire le courant qui la traverse. Des disques correspondant chacun à une tâche de diffraction sont observés. Si la lame est suffisamment épaisse, des franges d'interférences apparaissent à l'intérieur des disques, causées par des phénomènes dynamiques comme la double diffraction. La distance entre ces franges est reliée à l'épaisseur de la lame, selon le formalisme de Kossel-Möllenbelt.

En condition « deux ondes », deux disques sont observés, l'un correspondant au faisceau transmis, et l'autre à la réflexion  $g$  choisie. Une frange sombre est située au milieu du disque transmis et une lumineuse au centre du disque diffracté. La distance entre ces franges est assimilée à l'angle de diffraction  $2\theta_b$  des plans  $hkl$  de la réflexion  $g$ . En calculant également les distances  $\Delta\theta_i$  entre la frange lumineuse centrale et chaque frange sombre du disque  $hkl$ , il est possible de calculer l'épaisseur de la

lampe au niveau du point de convergence. La **Figure II.14** montre un exemple de cliché CBED et les distances évoquées. Les franges sombres du disque  $hkl$  ne sont pas en condition exacte de diffraction et possèdent donc un paramètre de déviation  $s$  non nul. Il est possible de calculer cette valeur telle que :

$$s = \lambda \frac{\Delta\theta}{2\theta d^2}$$

Avec  $d$  la distance interréticulaire des plans  $hkl$  et  $\lambda$  la longueur d'onde des électrons. Cette valeur est reliée à l'épaisseur traversée  $t$  par la relation :

$$\frac{s^2}{nk^2} = -\frac{1}{\xi^2 nk^2} + \frac{1}{t^2}$$

Où  $\xi$  est la distance d'extinction caractéristique du matériau et  $n_k$  un entier. Ainsi, en traçant  $s^2/n_k^2 = f(1/n_k^2)$ , une droite est obtenue, d'ordonnée à l'origine :

$$b = 1/t^2 \text{ soit } t = \sqrt{\frac{1}{b}}$$

Pour calculer l'épaisseur  $t$  de la lame, il faut donc que les franges soient bien définies. De nombreuses interférences, par exemple avec les lignes de Kikuchi, peuvent cependant tordre les franges, ou les rendre mal définies. Les mesures ont été réalisées en mode « deux ondes » en excitant une réflexion  $g(220)$ . Cela implique d'incliner la lame d'un angle  $\gamma$ , comme schématisé en **Figure III.16**. Il faut alors corriger la valeur de l'épaisseur  $t$  mesurée par la relation suivante pour calculer l'épaisseur réelle de la lame  $t_0$  :

$$t_0 = t \cos \gamma$$

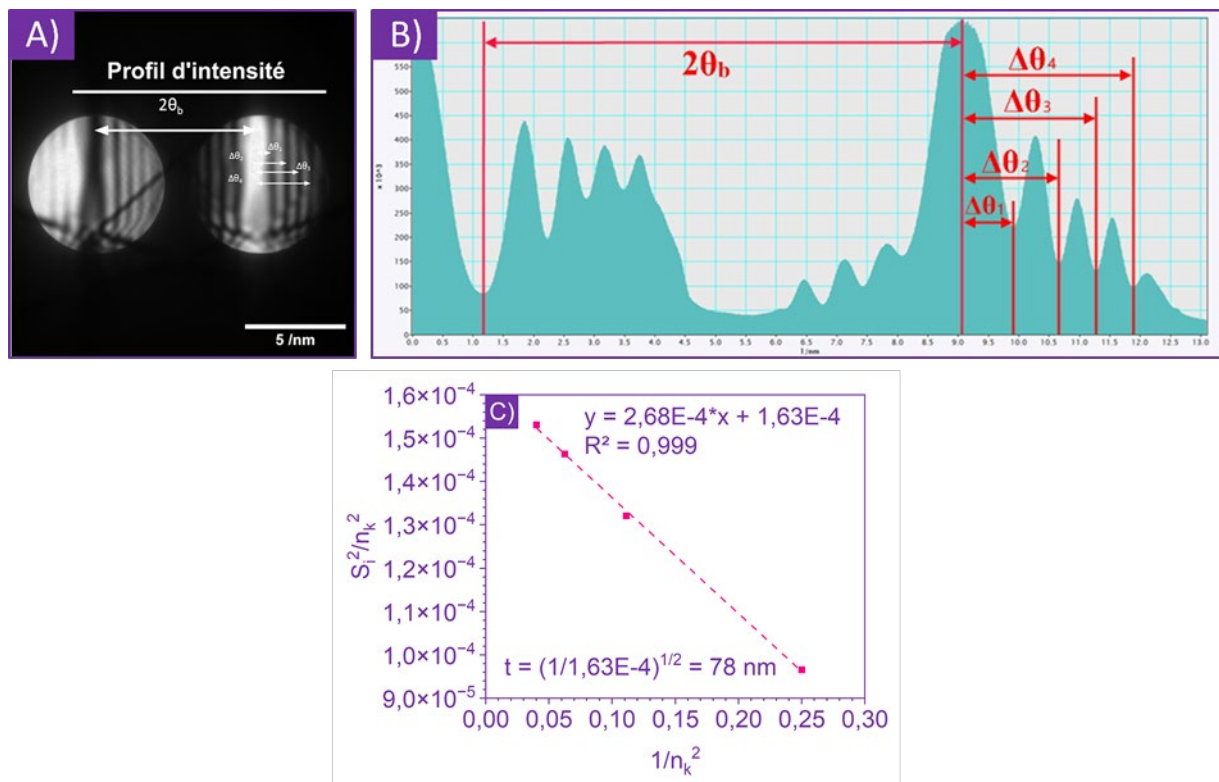


Figure II.14 : A) Exemple de cliché CBED d'une lame. B) Profil d'intensité de la zone indiquée sur le cliché. C) Courbe  $s^2/n_k^2 = f(1/n_k^2)$  correspondant au cliché CBED, donnant une épaisseur de lame  $t = 78 \text{ nm}$  avant correction.

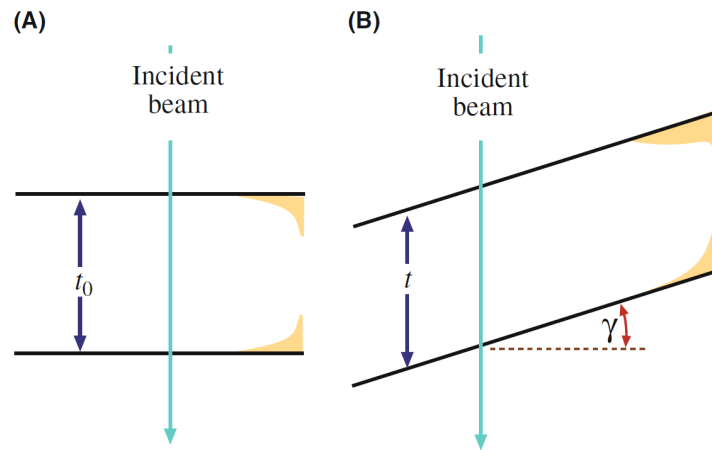


Figure II.15 : Schéma représentant l'épaisseur traversée par le faisceau d'électron [115]. A) La lame est perpendiculaire au faisceau. B) La lame est inclinée d'un angle  $\gamma$ .

## II.5 - Essais de compression micro-piliers

Afin d'étudier les propriétés mécaniques des matériaux irradiés, il est nécessaire d'utiliser des techniques adaptées, ne sondant que la zone irradiée, qui s'étend sur 6  $\mu\text{m}$  de profondeur au maximum pour les échantillons irradiés sur la ligne IRRSUD. La compression micro-piliers est une technique dérivée de la nano-indentation, développée par Uchic et al. [116], suite aux avancées permises par le FIB concernant l'usinage des échantillons. Les micro-piliers sont comprimés à l'aide d'un nano-indenteur équipé d'une pointe plate. Il est ainsi possible de mesurer la déformation du pilier en fonction de la contrainte appliquée et ainsi remonter aux propriétés mécaniques telles que la limite d'élasticité, la pression critique résolue ou le module d'Young. Le principal avantage de la compression micro-pilier par rapport à la nano-indentation est que la contrainte uni-axiale est appliquée à un grain unique dont le volume est connu, ce qui évite l'effet du champ de contrainte généré par nano-indentation et rend les résultats plus simples à interpréter.

### II.5.1 - Préparation des micro-piliers au FIB et protocole de compression

Les micro-piliers ont été usinés à l'aide d'un FIB XB540 de Carl Zeiss (Oberkochen, Allemagne), selon la méthode des « anneaux multiples ». Elle consiste à pulvériser la matière pour créer des anneaux concentriques de plus en plus profonds, tout en laissant un pilier intact au centre. De même que pour la préparation des lames, le courant est progressivement diminué, de 7 nA en périphérie jusqu'à 50 pA en bord du pilier, pour limiter les dommages causés par le faisceau d'ions, qui peuvent influencer sur les résultats [117]. Cet effet est ici jugé négligeable devant celui de l'irradiation. Plusieurs paramètres peuvent impacter les résultats des tests de compressions micro-piliers :

- Rapport hauteur/largeur  $\delta$  : Ce rapport d'aspect doit être compris entre 2 et 3 pour obtenir un résultat fiable. Au-delà, le pilier peut s'écrouler sur lui-même du fait de sa faible section. En dessous, le substrat est aussi sondé, faussant ici les résultats puisqu'il n'est pas irradié. Dans le cas présent, les piliers testés sont de 2  $\mu\text{m}$  de diamètre et de 4  $\mu\text{m}$  de profondeur, soit  $\delta = 2$ .
- Effet de taille et de diamètre : Plus les piliers sont petits, plus la densité de sources de dislocation à l'intérieur est faible [118], ce qui a pour conséquence de durcir le pilier. Il est donc important de comparer des piliers de dimensions identiques. Cet effet est notamment visible pour des piliers de 1  $\mu\text{m}$  de diamètre ou moins. La limite d'élasticité mesurée par compression micro-pilier est donc souvent plus élevée que celle mesurée dans les échantillons massifs par nano-indentation ou par microdureté.
- Angle de conicité : Il s'agit de l'angle entre la surface et la base du pilier, correspondant donc à une variation du diamètre du pilier. Si cet angle est supérieur à 3°, la contrainte se propagera difficilement le long du pilier et les effets plastiques se concentreront en surface du pilier, qui ne sera pas sondé dans sa totalité.

Les micro-piliers sont usinés parallèlement à la direction de fabrication. Dans cette direction, la longueur des grains est de 164  $\mu\text{m}$  en moyenne pour les échantillons L-PBF, ce qui permet de limiter le risque que le pilier contienne plusieurs grains. L'orientation du pilier a une grande importance sur les résultats du test. Des cartographies EBSD sont réalisées pour choisir une orientation proche de (110). L'un des piliers usinés est représenté en Figure II.16. Les piliers sont sollicités à l'aide d'un cône tronqué, dit « flat punch », de rayon 5  $\mu\text{m}$  ayant une vitesse de déformation constante de 0,001  $\text{s}^{-1}$ . L'essai est stoppé lorsque que la déformation atteint 20 %.

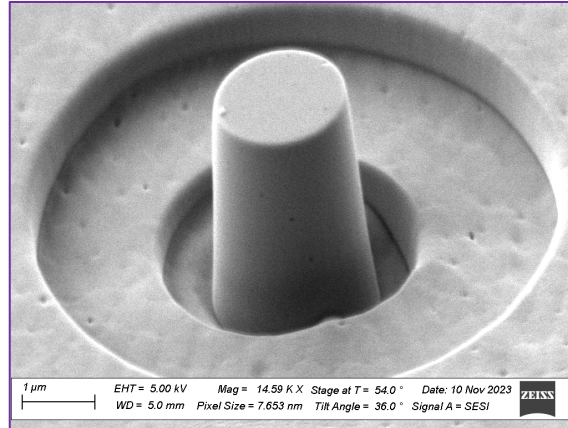


Figure II.16 : Micrographie MEB d'un pilier avant compression.

### II.5.2 - Analyse des résultats

Lors des essais, la force appliquée sur la pointe et son déplacement sont mesurés. Il est alors possible de convertir ces données pour tracer les courbes contrainte/déformation, afin de se défaire des effets dimensionnels des piliers et de pouvoir comparer les essais entre eux. La déformation  $\varepsilon$  et la contrainte  $\sigma$  sont calculées telles que :

$$\varepsilon = \frac{h}{h_0} \text{ et } \sigma = \frac{F}{S}$$

Avec  $h_0$  la hauteur initiale du pilier,  $h$  le déplacement du sommet du pilier,  $F$  la force appliquée et  $S$  la surface du pilier.

À partir de cette courbe déformation/contrainte, la limite d'élasticité  $\sigma_e$  est déterminée. Il s'agit de la contrainte à partir de laquelle une déformation plastique causée par le mouvement irréversible des dislocations est constatée. Dans le cas des essais réalisés, cette valeur est approximée à la contrainte pour laquelle une déformation plastique résiduelle de 0,2 % est mesurée. Elle est calculée en mesurant la pente de la courbe de déformation/contrainte pour des valeurs de déformation comprises entre 0 et 0,1 %. Cette droite est décalée à une valeur de déformation de 0,2 % puis extrapolée jusqu'à l'interception avec la courbe d'essai. Le module d'élasticité est quant à lui déterminé à partir de la courbe de décharge, permettant d'obtenir un résultat indépendant de l'angle de contact et d'autres effets pouvant intervenir lors de la charge [119].

La limite d'élasticité est une propriété qui dépend de la direction de sollicitation et de la densité d'atome selon cette direction. Pour un test de compression ou de traction classique, cela importe peu car des grains de toutes les orientations sont sondés et la limite d'élasticité mesurée correspond à une moyenne. Dans le cas d'un essai de compression micro-pilier, un seul grain est sondé. Pour s'affranchir de l'effet de la direction de sollicitation, la cission résolue  $\tau$  est calculée. Lorsqu'elle dépasse une valeur critique notée  $\tau_{CRSS}$ , la déformation plastique débute. Le mouvement des dislocations s'effectue le long de plans de glissement (PG) et directions de glissement (DG) spécifiques, dépendant de la structure cristalline du matériau et de son orientation par rapport à la direction de sollicitation. La  $\tau_{CRSS}$  est calculée telle que :

$$\tau_{CRSS} = \sigma_e (\cos \Phi \cos \lambda) = \sigma_e m$$

Où  $\sigma_e$  est la limite d'élasticité,  $\Phi$  est l'angle entre la direction de compression et la normale au PG,  $\lambda$  est l'angle entre la direction de compression et la DG, et  $m = (\cos \Phi \cos \lambda)$  est le facteur de Schmid, variant entre 0 et 0,5. Ces grandeurs sont représentées en Figure II.17.

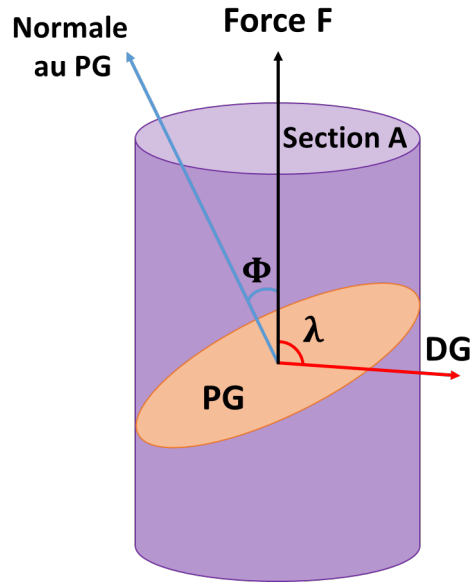


Figure II.17 : Schéma illustrant les grandeurs permettant le calcul de la cisssion résolue.

Ce cisaillement ne peut intervenir que dans les plans et directions dans lesquels la densité atomique est la plus forte. Dans le cas des matériaux CFC, il s'agit des systèmes de type  $(111)[\bar{1}10]$ , au nombre de 12. Le système activé est celui ayant le facteur de Schmid le plus élevé. Si plusieurs systèmes possèdent le même facteur de Schmid, il est possible d'observer un glissement multiple, où plusieurs systèmes sont activés. Pour les matériaux les plus durs, le système actif peut se bloquer. Si la sollicitation perdure, un système secondaire possédant un facteur de Schmid plus faible peut cependant être activé à son tour. Pour réaliser les tests, il est donc nécessaire de bien choisir la direction de compression permettant d'avoir le facteur de Schmid le plus élevé possible.

Comme il a été précisé, la  $\tau_{CRSS}$  est en théorie indépendante de la direction de sollicitation. Cependant, en FA, les grains sont composés de dendrites de 500 nm de largeur. Selon l'orientation du grain, il est possible d'observer plus ou moins de ces joints de sous grains. Cela explique le choix d'une direction de sollicitation constante  $\langle 110 \rangle$ . Selon cette direction, le [Tableau II.4](#) montre que jusqu'à quatre systèmes de glissement peuvent être actifs sous cette direction. Il est donc possible d'observer un phénomène de glissement multiple.

Tableau II.4 : Facteurs de Schmid de chaque système de glissement pour les matériaux CFC selon la direction de sollicitation  $\langle 110 \rangle$ .

PG	$\cos \Phi$	DG	$\cos \lambda$	m
(111)	$2/\sqrt{6}$	$[0\bar{1}1]$	1/2	$1/\sqrt{6}$
(111)	$2/\sqrt{6}$	$[10\bar{1}]$	1/2	$1/\sqrt{6}$
(111)	$2/\sqrt{6}$	$[\bar{1}10]$	0	0
$(\bar{1}\bar{1}1)$	0	$[0\bar{1}1]$	1/2	0
$(\bar{1}\bar{1}1)$	0	$[\bar{1}0\bar{1}]$	1/2	0
$(\bar{1}\bar{1}1)$	0	$[110]$	1	0
$(1\bar{1}\bar{1})$	0	$[011]$	1/2	0
$(1\bar{1}\bar{1})$	0	$[10\bar{1}]$	1/2	0
$(1\bar{1}\bar{1})$	0	$[\bar{1}\bar{1}0]$	1	0
$(11\bar{1})$	$2/\sqrt{6}$	$[011]$	1/2	$1/\sqrt{6}$
$(11\bar{1})$	$2/\sqrt{6}$	$[101]$	1/2	$1/\sqrt{6}$
$(11\bar{1})$	$2/\sqrt{6}$	$[\bar{1}10]$	0	0



---

# III. Évolution de la microstructure du Ni- 20Cr sous irradiation

---



## III.1 - Microstructure du Ni-20Cr non irradié

Avant de présenter les effets induits par l'irradiation dans le Ni-20Cr, il est nécessaire de connaître l'état initial de ce matériau. Pour cela, les microstructures du L-PBF brut de fabrication, du L-PBF recuit et de la référence sont décrites.

### III.1.1 - Ni-20Cr L-PBF

Le laboratoire CRISMAT, qui dispose de la machine de FA, a auparavant travaillé sur l'optimisation des paramètres de fabrication du Ni-20Cr et sur la description des microstructures résultantes, notamment grâce au travail de thèse de Maxime Lelièvre [76]. Les conclusions, déjà détaillées en partie I.3.2, montrent que les trois stratégies de fabrication étudiées ici (60, 90 et 120 J/mm<sup>3</sup>) présentent des microstructures semblables et possèdent des caractéristiques identiques, propres au procédé L-PBF, dont les principales sont les suivantes :

- Des bords de fusion, issus de la solidification de la matière suite à la fonte de la poudre par le balayage du laser.
- Des grains plus ou moins colonnaires selon l'énergie volumique de fabrication, croissant par épitaxie à travers les bords de fusion grâce aux fontes successives.
- Des dendrites cellulaires à l'intérieur des grains, croissant dans la direction  $\langle 001 \rangle$ , et faiblement désorientées les unes par rapport aux autres.
- Un espace interdendritique présentant une forte densité de dislocations séparant les dendrites sous forme de cellules, à l'intérieur duquel des précipités sont formés.

Ainsi, la microstructure des différents échantillons est relativement proche et les différences se jouent principalement sur une augmentation de la texturation et de la taille des bords de fusion, des grains et des dendrites avec l'énergie volumique. Étant donné que les échantillons sont similaires et que la caractérisation des différentes microstructures initiales a déjà été réalisée, seul le Ni-20Cr L-PBF fabriqué à 90 J/mm<sup>3</sup> est présenté.

#### III.1.1.1 - Les bords de fusion et leur microstructure

La première caractéristique visible de la fabrication additive est la présence de bords de fusion, qui proviennent de la solidification de la matière après le balayage du laser. Les cartographies EBSD de d'un échantillon 90 J/mm<sup>3</sup>, données en Figure III.1, permettent de visualiser ces bords de fusion. Dans le plan perpendiculaire à la direction de fabrication, ils se présentent sous la forme de bandes d'une largeur  $L$  de 130  $\mu\text{m}$  allongées dans la direction de balayage du laser (DL), mises en évidence par les lignes pointillées. Une grande disparité de la taille des grains est observée selon leur position par rapport au bord de fusion. En effet, au cœur de ces bords, les grains sont de taille importante, environ 120  $\mu\text{m}$  de long et 90  $\mu\text{m}$  de large, et texturés avec une orientation préférentielle proche de  $\langle 110 \rangle$ , comme en témoigne la densité maximale de pôle de 5,19 dans cette direction. À l'interface entre ces bords, des grains beaucoup plus fins d'une dizaine de micromètres voir moins sont observés, dont l'orientation est plus diversifiée. Dans le plan parallèle à la direction de fabrication, une forte texturation (densité de pôle maximale de 7,94) est aussi observée. Les grains présentent une structure colonnaire dans la direction de construction dont la longueur dépasse les 100  $\mu\text{m}$ , signe qu'une croissance épitaxiale a bien lieu au travers de plusieurs couches de 30  $\mu\text{m}$  d'épaisseur. Les micrographies MEB montrent en revanche des légères variations de l'orientation au sein d'un même grain.

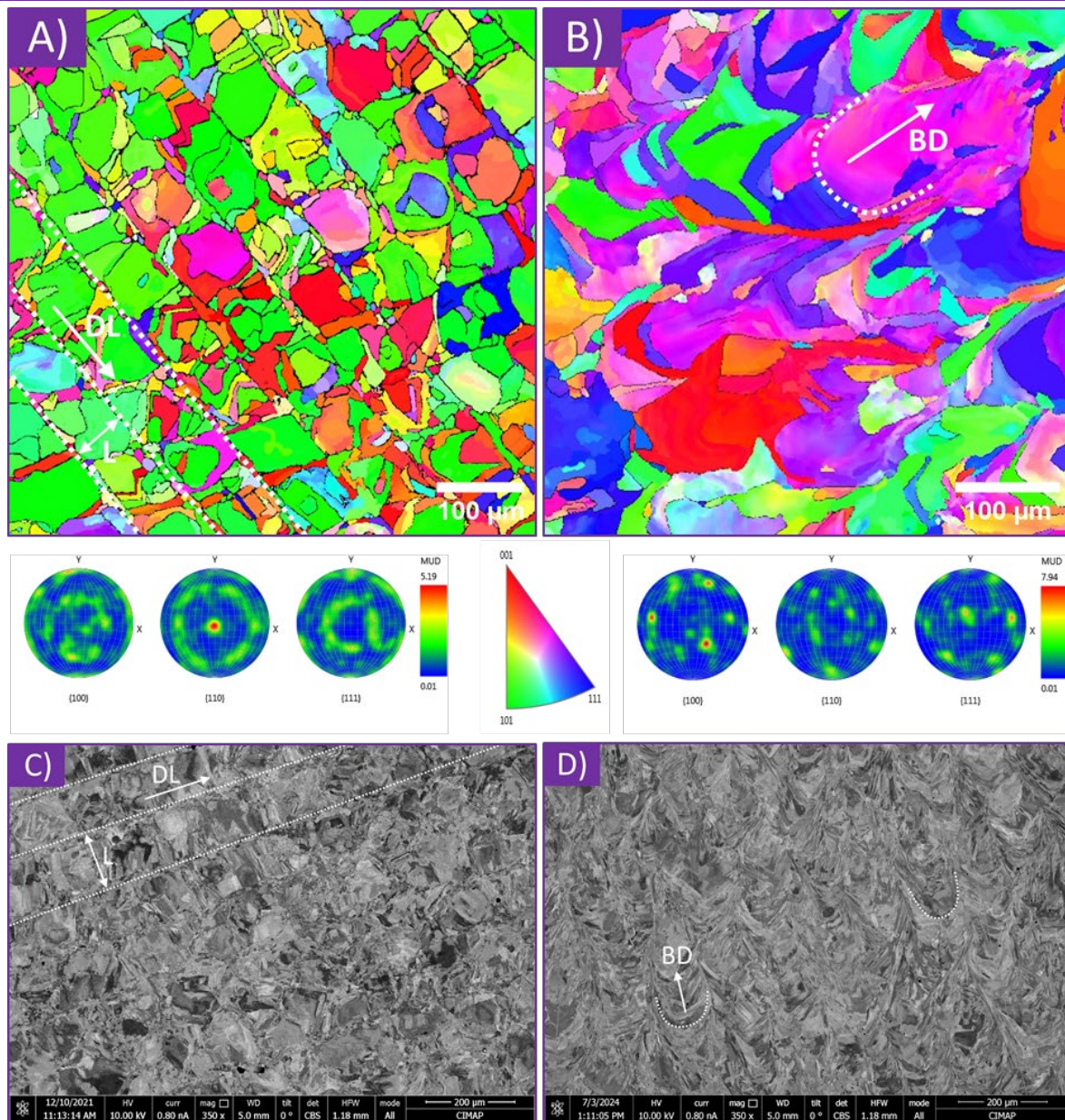


Figure III.1 : Cartographie EBSD d'un échantillon Ni-20Cr L-PBF  $90 \text{ J/mm}^3$  selon A) le plan perpendiculaire et B) le plan parallèle à la BD. Les lignes pointillées délimitent les bords de fusion, d'une largeur  $L$ . DL indique la direction de balayage du laser et BD la direction de fabrication. Les micrographies MEB C) et D) représentent les mêmes caractéristiques selon le plan perpendiculaire et le plan parallèle à la BD respectivement.

### III.1.1.2 - Structure dendritique et cellules de dislocations

En L-PBF, les grains sont composés de dendrites croissant dans la direction  $\langle 001 \rangle$  pour les matériaux CFC, permettant une dissipation rapide de la chaleur. À l'intérieur des bords de fusion et des grains, leur direction de croissance GD est inclinée en moyenne de  $39^\circ$  par rapport à la BD, ce qui correspond bien à une structure de type Goss  $\{110\}\langle 001 \rangle$  décrite en partie I.3.2. La largeur des dendrites est estimée à  $554 \pm 26 \text{ nm}$  grâce à une analyse d'images MEB telle que la Figure III.2. La faible différence de contraste entre les dendrites d'un même grain est le signe d'une faible désorientation entre elles puisque l'imagerie en électrons rétrodiffusés est sensible à l'orientation cristallographique. La présence de précipités sombres de forme sphérique y est aussi remarquée, exclusivement dans l'espace interdendritique. Les particules blanches sont des oxydes visibles uniquement en surface, qui se forment rapidement sous contact avec l'air après le polissage, et ne sont pas caractéristiques du matériau.

### III. - Évolution de la microstructure du Ni-20Cr sous irradiation

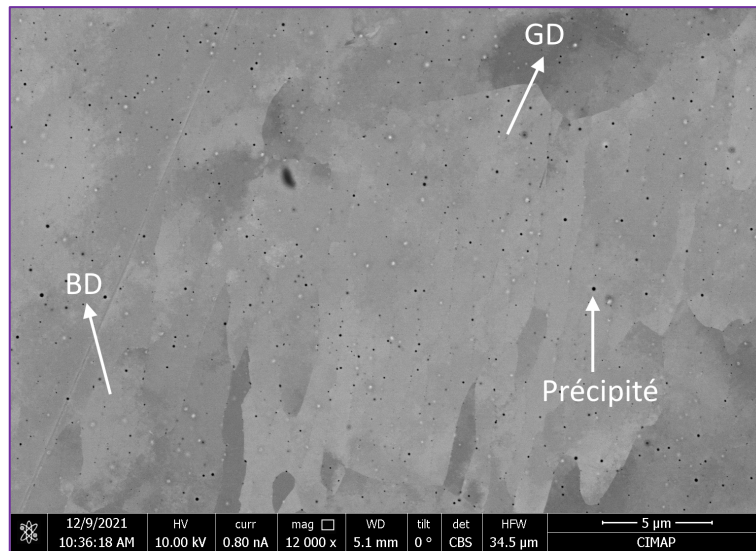


Figure III.2 : Micrographie MEB représentant les dendrites séparées par un espace interdendritique où des précipités sont formés. Leur direction de croissance est notée GD et la direction de construction est notée BD.

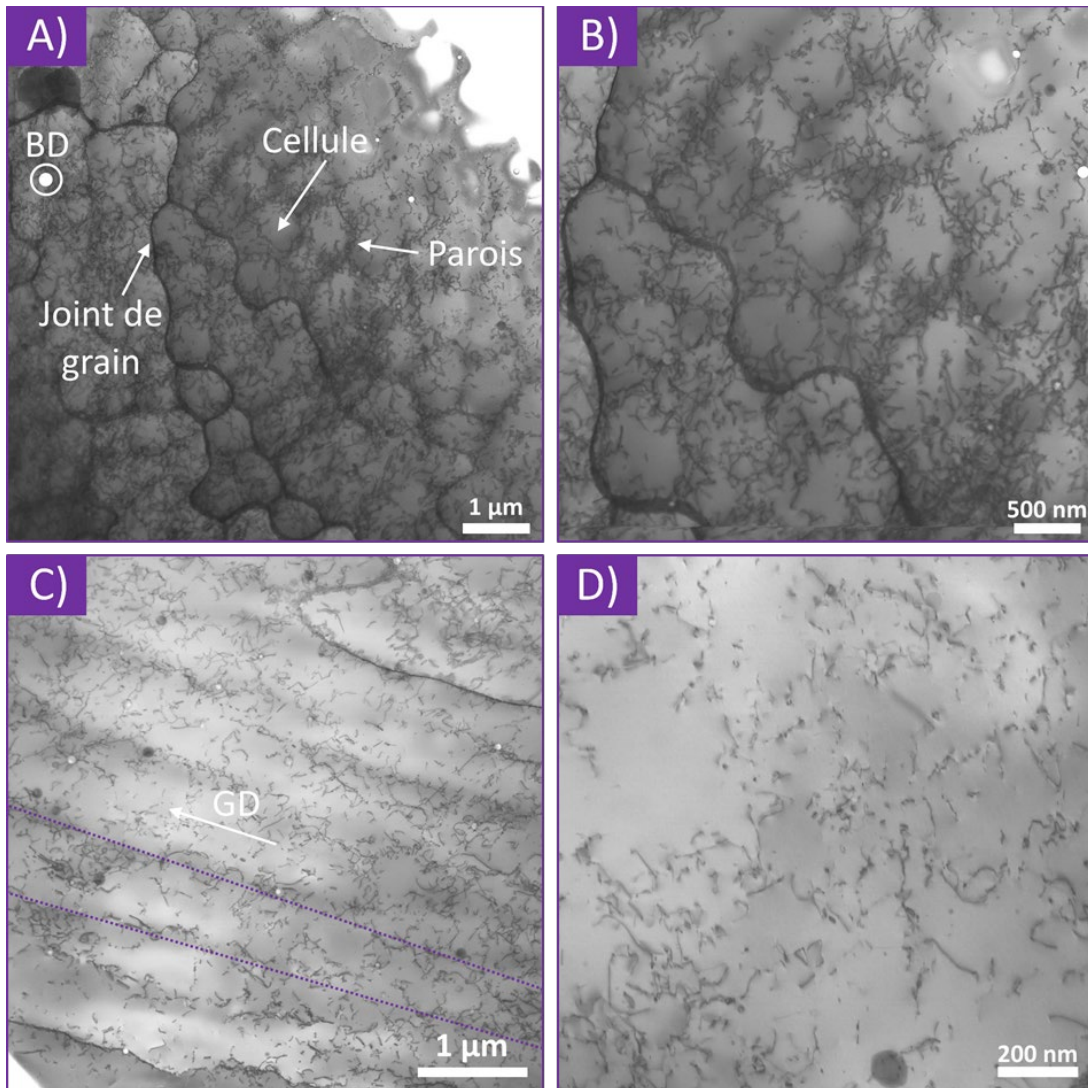


Figure III.3 : Micrographies STEM (Scanning Transmission Electron Microscopy) en axe de zone  $\langle 110 \rangle$  d'un échantillon 90V non irradié. A) et B) Cellules de dislocations observées lorsque l'échantillon est perpendiculaire à la GD des dendrites. C) Dendrites allongées observées lorsque l'échantillon est parallèle à la GD des dendrites. D) Structure de dislocations non ordonnée observée lorsque l'échantillon n'est orienté ni perpendiculairement ni parallèlement à la GD des dendrites.

Ces mêmes dendrites ont ensuite été visualisées par MET afin d'obtenir plus de détails sur leur structure et sont représentées en [Figure III.3](#). Les clichés pris dans l'orientation perpendiculaires à la BD mettent en évidence leur structure cellulaire. Leurs parois, d'une épaisseur moyenne de 81 nm, sont composées de lignes de dislocation dont la densité est importante, alors qu'elle est beaucoup plus faible à l'intérieur de ces cellules. Selon l'orientation parallèle à la BD, les mêmes parois sont observées mais cette fois-ci dans la longueur des dendrites, le long desquelles des alignements de précipités sont aussi retrouvés. Comme ces dendrites ne sont pas parfaitement alignées avec la BD, elles sont parfois dans une orientation ni parallèle ni perpendiculaire à la surface de l'échantillon, et ne sont pas discernables par MET. Les dislocations semblent alors réparties aléatoirement à l'intérieur des grains.

La densité de lignes de dislocation a été mesurée à partir des images de Microscopie Électronique en Transmission à Balayage (STEM) en condition d'axe de zone [001] selon la méthode de Bailey et Hirsch [120]. Selon cette orientation, seul  $\frac{2}{3}$  des lignes de dislocation sont visibles. La densité de dislocations mesurée doit donc être corrigée par ce facteur. Il est supposé que les lignes de dislocation sont orientées aléatoirement, ce qui permet de calculer leur densité telle que :

$$\rho = \frac{4/\pi R_v}{At}$$

Où  $R_v$  est la longueur projetée totale des lignes de dislocation,  $A$  est l'aire analysée et  $t$  est l'épaisseur de la lame.  $R_v$  est mesurée par traitement d'image à l'aide du logiciel ImageJ [121]. Les épaisseurs des lames sont mesurées par CBED selon la méthode expliquée en partie II.4.4. Cette analyse donne une densité de dislocations moyenne de  $3,4 \pm 0,5 \times 10^{14}$  m/m<sup>3</sup>. Ces dislocations sont principalement retrouvées dans l'espace interdendritique entre les cellules, où la densité de dislocations s'élève à  $1,1 \pm 0,2 \times 10^{15}$  m/m<sup>3</sup>, alors qu'à l'intérieur des cellules, elle n'est que de  $1,6 \pm 0,6 \times 10^{14}$  m/m<sup>3</sup>.

### III.1.1.3 - Les précipités

Sur les micrographies déjà présentées, la présence de deux types de précipités dans l'espace interdendritique est notée. Le premier type de précipité interdendritique est présent sur chaque lame, peu importe la méthode de préparation. En revanche le second type n'est présent que sur les lames électropolies. Cependant, sur les lames les plus minces et en défocalisant légèrement le faisceau électronique, un troisième type de précipités apparait par contraste de Fresnel à l'intérieur des dendrites, et est donc nommé intradendritique. Ces trois types de précipités sont illustrés en [Figure III.4](#).

Les précipités interdendritiques de Type 1 et de Type 2 sont alignés le long de la GD des dendrites et sont espacés plus ou moins régulièrement entre 200 et 400 nm. Les précipités intradendritiques sont quant à eux répartis de manière homogène à l'intérieur des cellules dendritiques. La taille et la densité de ces précipités sur les lames électropolies sont indiqués en [Tableau III.1](#). Ces valeurs sont identiques quelle que soit l'énergie volumique de fabrication. Dans le cas d'une lame FIB, seuls les précipités interdendritique de type 1 sont observés et leur densité est de  $1,6 \pm 0,6 \times 10^{15}$  m<sup>-3</sup>, ce qui correspond à la somme des deux types de précipités interdendritiques présents dans les lames électropolies. Il peut donc être supposé qu'il n'y a qu'un seul type de précipité interdendritique mais que la méthode de préparation par électropolissage est à l'origine de la formation du second type. Concernant les précipités intradendritiques, comme il est nécessaire d'être défocalisé pour observer les précipités intradendritiques, leur taille est surestimée. En revanche, leur nombre est 2 fois plus important que celui des précipités interdendritiques et ils ne doivent donc pas être négligés.



Tableau III.1 : Taille et densité des précipités les lames électropolies.

Type de précipité	Taille (nm)	Densité (m <sup>-3</sup> )
Interdendritique Type 1	49±18	9,9±0,6x10 <sup>14</sup>
Interdendritique Type 2	65±22	4,7±0,4x10 <sup>14</sup>
Intradendritique	4,9±1,7	2,3±0,3x10 <sup>15</sup>

Les compositions chimiques des deux types de précipités interdendritiques ont été analysées par EDS ( *Figure III.5*). Les résultats montrent que les précipités interdendritiques de Type 1 sont uniquement composés d'oxydes de silicium et d'aluminium, sans aucune trace de nickel ou de chrome. Ce type de précipités est bien connu dans les matériaux L-PBF et est formé suite au refroidissement rapide et à la solidification hors équilibre de la matière [122]. Le silicium et l'aluminium ayant une plus grande affinité avec l'oxygène que le chrome ou le nickel, ils réagissent avec l'oxygène présent dans la poudre ou dans l'atmosphère de la chambre de construction [123].

Les précipités interdendritiques de Type 2 semblent quant à eux posséder une structure cœur/coquille, dont la coquille mesure environ 10 nm d'épaisseur et est enrichie en nickel alors que le cœur est composé de chrome, de silicium, d'aluminium et d'oxygène. De plus, leur taille moyenne est aussi de 16 nm supérieure à celle des précipités de Type 1. Il a déjà été démontré que l'électrolyte utilisé lors de la préparation influe sur la cinétique d'électropolissage. Par exemple, l'acide perchlorique utilisé pour préparer nos échantillons est connu pour agir plus lentement au niveau des joints de grains que sur la matrice [124]. Il est donc possible que les précipités de Type 2 soient en fait les mêmes que ceux de type 1, mais positionnés en surface de la lame, alors que les Type 1 sont au cœur des lames. Comme le polissage est plus lent autour des précipités se situant dans l'espace interdendritique, ils restent entourés d'une couche de matrice Ni-20Cr qui constitue la coquille, expliquant un enrichissement en Ni et Cr, autour d'un cœur dont la composition resterait inchangée : un oxyde de silicium et d'aluminium. De plus, tous les éléments voient leur signal augmenter ce qui ne peut s'expliquer que par une épaisseur plus importante au niveau du précipité. Les précipités intradendritiques étant quant à eux invisibles en STEM, ils n'ont pas pu être analysés par EDS ou EELS et leur nature reste sujette à débat.

III. - Évolution de la microstructure du Ni-20Cr sous irradiation

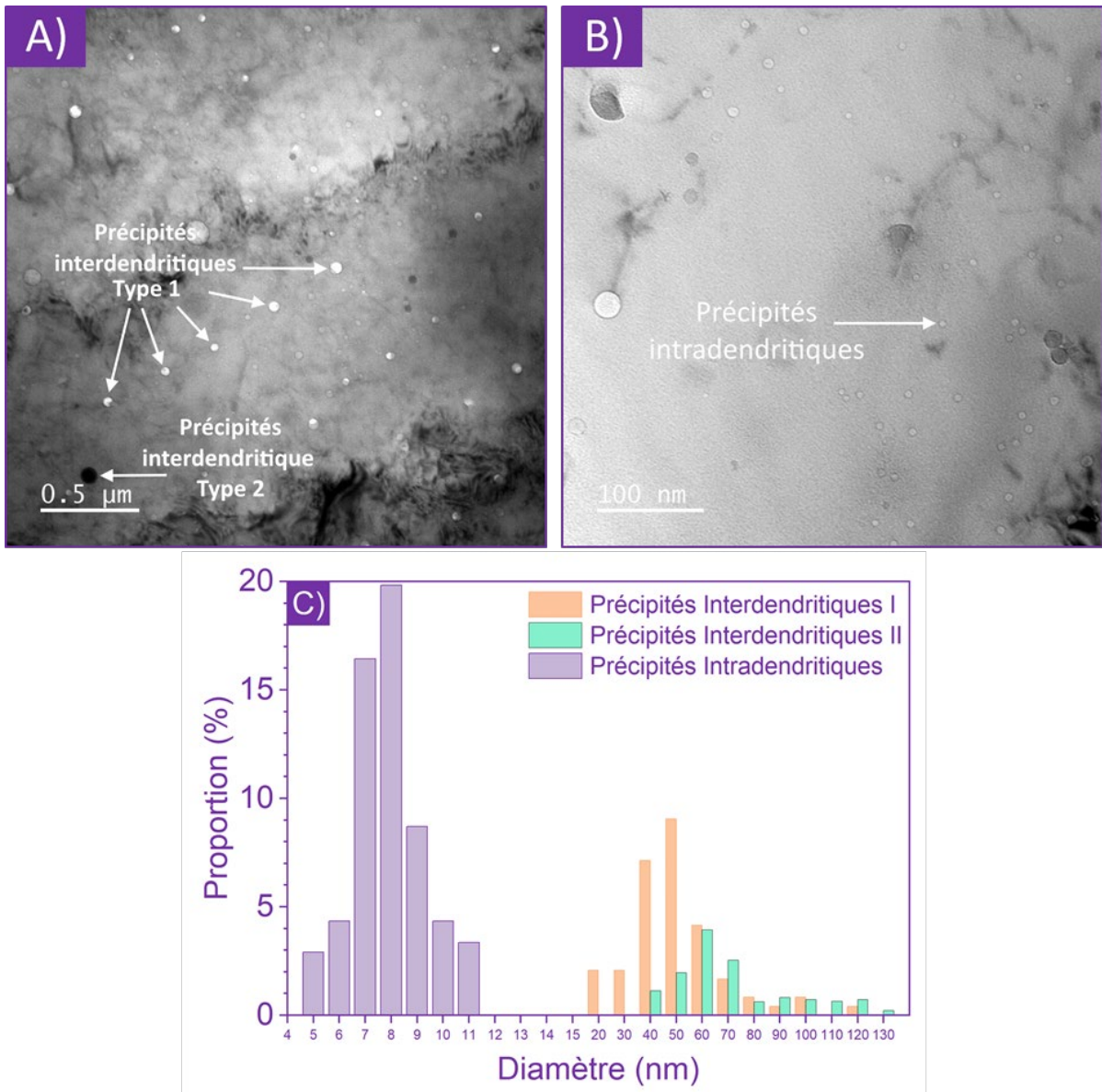


Figure III.4 : Images MET sous focalisées d'une lame mince électrolyse 90H non irradiée mettant en évidence A) les précipités interdendritiques de type 1 et 2, B) les précipités intradendritiques. C) Répartition en taille des différentes populations de précipités sur les lames électrolyses.

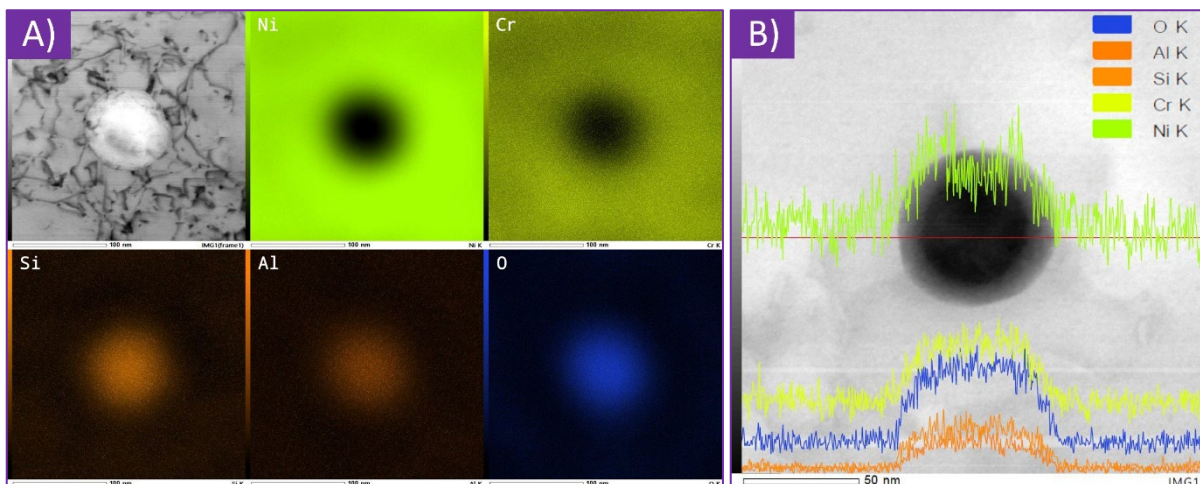


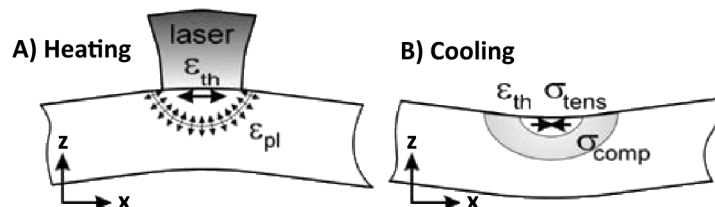
Figure III.5 : Analyse EDS des précipités interdendritiques sur une lame mince électrolyse d'un échantillon 90H non irradié. A) Précipités interdendritiques de Type 1. B) Précipités interdendritiques de Type 2.

## III.1.2 - Effet des traitements thermiques

La FA est connue pour être à l'origine de contraintes résiduelles importantes dans les matériaux, suite au refroidissement rapide et à de forts gradients de température imposés par la méthode de fabrication [125]. L'explication avancée pour ce phénomène, représentée en **Figure III.6**, est liée au gradient thermique et à la dilatation thermique. Lors de la fonte de la poudre par le laser, la dilatation thermique de la poudre est restreinte par la matière environnante solide, ce qui induit des forces de compression [126]. Inversement, lors du refroidissement, la matière en surface tend à réduire son volume, ce qui est empêché par la matière plus froide en dessous, et des forces de traction apparaissent. Ces forces, lorsque qu'elles dépassent la limite d'élasticité du matériau, entraînent sa déformation plastique. Bien que ces contraintes puissent être limitées en jouant sur les paramètres de fabrication, elles restent toujours non négligeables. Ces contraintes ont des conséquences sur le matériau à plusieurs échelles, y compris nanométrique. Il s'agit entre autre de la raison de la formation des cellules de dislocation autour des dendrites. Il est donc courant de procéder à des traitements post-fabrication permettant d'améliorer les performances des matériaux FA et de retrouver une microstructure et des propriétés mécaniques proches de celles des matériaux conventionnels. Des études sur des superalliages à base nickel FA et recuits dans différentes conditions ont démontré que ces traitements modifient entre autres la structure des cellules dendritiques, diminuant drastiquement la densité de dislocations [127,128]. Voilà pourquoi les deux conditions de recuits suivantes ont été étudiées :

- Recuit à 1000 °C pendant 2 heures, permettant la relaxation des contraintes résiduelles.
- Recuit à 1100 °C pendant 10 heures, au cours duquel la recristallisation du matériau débute.

Étant donné que peu de différences sont notées entre les microstructures des échantillons bruts de fabrication, l'effet du recuit n'est étudié que sur les échantillons 90 J/mm<sup>3</sup>.



*Figure III.6 : Mécanismes à l'origine des contraintes résiduelles en tension ( $\sigma_{tens}$ ) ou en compression ( $\sigma_{comp}$ ) par L-PBF lors des étapes A) de fonte de la poudre par le laser et B) de refroidissement du bain de fusion [129], induites par des déformations thermiques ( $\epsilon_{th}$ ) ou plastiques ( $\epsilon_{pl}$ )*

## III.1.2.1 - Recuit 1000 °C / 2 h

Après recuit à 1000 °C / 2 h, les caractéristiques microstructurales de la FA sont pour la plupart effacées. Ainsi, les bains de fusion disparaissent et les cellules de dislocation présentes dans le Ni-20Cr FA brut de fabrication sont dissoutes, comme le montre la **Figure III.7**. Des structures de la taille des anciennes cellules dendritiques sont parfois visibles, mais leurs parois ne sont plus constituées de dislocations enchevêtrées et ressemblent davantage à des vrais joints de grains. De plus, la majeure partie des lignes de dislocations ont aussi disparu, donnant une densité de  $5,4 \pm 0,7 \times 10^{13} \text{ m}^{-3}$ , soit une diminution de 84 % par rapport au matériau brut de fabrication. Cela est attendu puisque la température de recuit est au-dessus de la température de restauration du matériau, qui estimée à  $0,4 T_{fusion}$ , soit environ 600 °C. Les dislocations restantes se sont assemblées pour former des empilements plus stables, comme ceux présentés dans l'encart en **Figure III.7.B**.



### III. - Évolution de la microstructure du Ni-20Cr sous irradiation

Concernant les précipités interdendritiques, leur densité a chuté, tout comme leur taille, et seuls les plus gros sont encore présents. Certains échantillons ont été recuits directement sous forme de lames minces. Dans ce cas, il est toujours possible de voir des précipités interdendritiques de Type 2, dont les compositions n'ont pas changé. Leur forme reste en majorité sphérique mais certains précipités de type 2 ont subi une élongation, suite à la diffusion de la coquille composée de nickel et de chrome. Quant aux précipités intradendritiques qui étaient répartis homogènement à l'intérieur des cellules, ils ne sont plus visibles et semblent avoir été entièrement dissous dans la matrice après le traitement thermique.

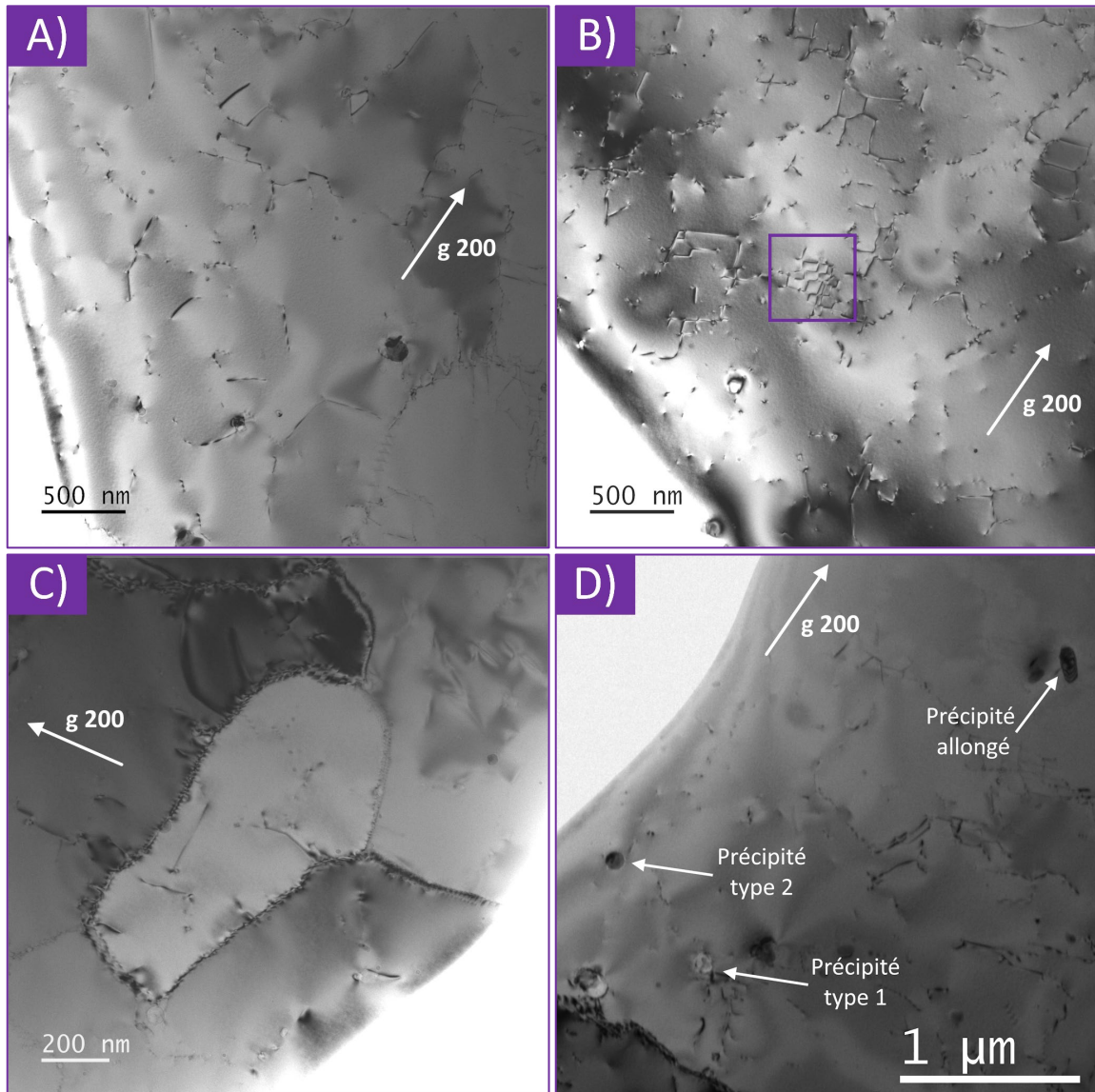


Figure III.7 : Micrographies MET en champ clair d'un échantillon 90V recuit à 1000°C/2h . A) Microstructure générale. B) Agencement de dislocations typique observé dans les matériaux recuits. C) Ancienne cellule de dislocation encore visible. D) Évolution des précipités interdendritiques.

#### III.1.2.2 - Recuit à 1100 °C / 10 h

Après le recuit à 1100 °C / 10 h, les modifications déjà observées pour le recuit à 1000 °C pendant 2 h sont exacerbées, comme le montre la Figure III.8. Les grains ont débuté leur recristallisation et plus aucun reste de cellule dendritique n'est visible. Les dislocations ont poursuivi leur réorganisation mais leur densité reste stable par rapport au matériau recuit à 1000 °C pendant 2 h, autour de  $5,1 \pm 0,5 \times 10^{13} \text{ m}^{-3}$ . Quant aux précipités, les changements déjà notés sont confirmés. La

densité des précipités interdendritiques est drastiquement réduite, et difficile à mesurer précisément étant donné que seul un ou deux sont visibles sur les lames FIB. Cependant, une baisse de plus de 90 % peut être avancée. Leur diamètre moyen diminue aussi jusqu'à 31 nm. Aucun tétraèdre de faute d'empilement n'a été observé dans les matériaux recuits.

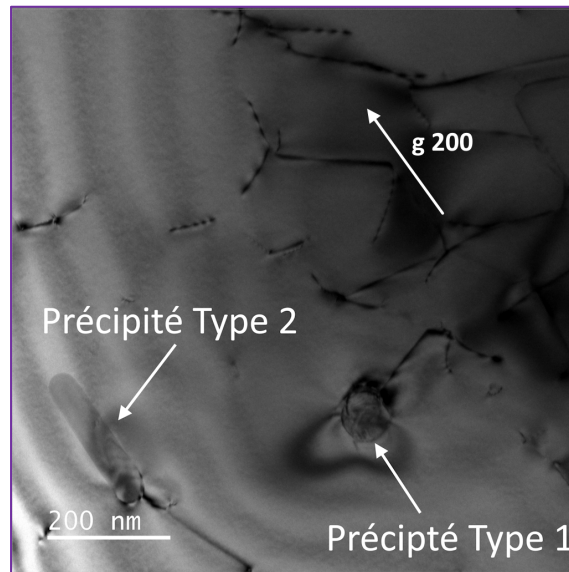


Figure III.8 : Micrographie MET en champ clair d'un échantillon 90V recuit à 1100 °C / 10 h, montrant l'évolution des précipités interdendritiques.

### III.1.3 - Référence

Afin de déterminer l'impact du procédé de fabrication et des traitements thermiques appliqués, le matériau L-PBF est comparé à un échantillon Ni-20Cr de référence. Il s'agit d'une barre recuite fournie par Goodfellow Cambridge TId (Huntingdon, Royaume-Uni). La composition chimique de ce matériau, donnée par le fournisseur et indiquée en [Tableau III.2](#), montre une présence importante de Si.

Tableau III.2 : Composition chimique en % du matériau de référence selon le fournisseur.

Ni	Cr	Fe	Si	Mn	Al
Bal.	18-20	0.02	1.5	0.02	0.01

Ce matériau est composé de grains équiaxes, d'une taille moyenne de 10  $\mu\text{m}$ , beaucoup plus petits que les grains L-PBF, et ne présentant pas d'orientation préférentielle, comme l'indique la cartographie EBSD en [Figure III.9.A](#) et la densité de pole maximale de 1,95. La microstructure présente une seule phase homogène, comme le montre la [Figure III.9](#). Seuls quelques défauts comme des dislocations, dont la densité s'élève à  $6,8 \pm 1,1 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$ , soit légèrement plus que dans les échantillons recuits, et des tétraèdres de faute d'empilement sont observés.

III. - Évolution de la microstructure du Ni-20Cr sous irradiation

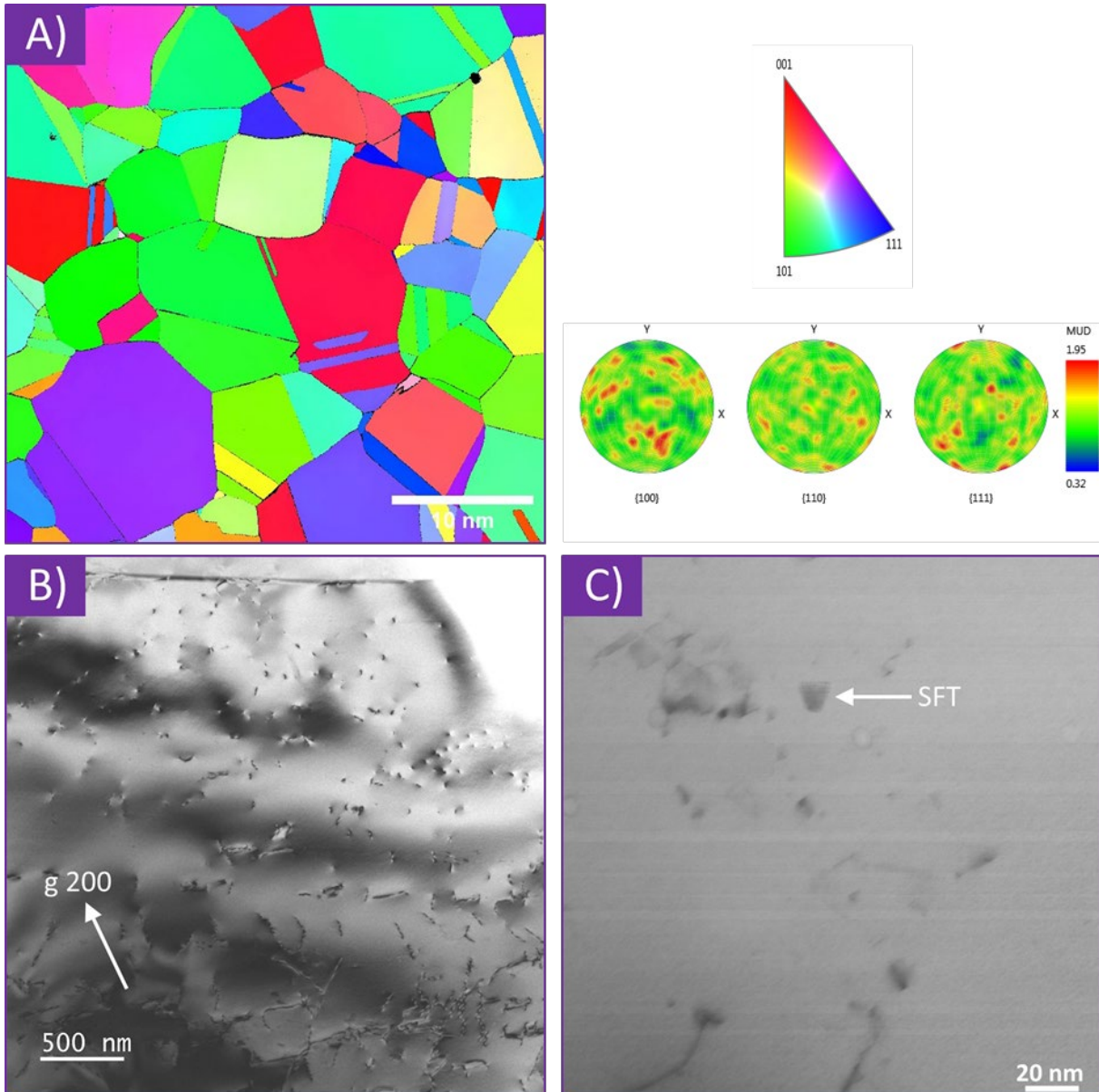


Figure III.9 : Microstructure de la référence. A) Cartographie EBSD. B) Image MET en champ clair présentant sa microstructure. C) Image STEM standard en axe de zone [001] montrant la présence d'un tétraèdre de faute d'empilement.

## III.2 - Microstructure du Ni-20Cr irradié

Afin de caractériser l'évolution de la microstructure du Ni-20Cr sous irradiation, plusieurs échantillons ont été utilisés, dont la liste et les doses finales d'irradiation sont répertoriées en [Tableau III.3](#). Il est rappelé que les irradiations ont toutes eu lieu à une température de 450 °C, le temps de faisceau limité n'ayant pas permis d'étudier l'effet de la température sur la réponse du matériau à l'irradiation. Les doses indiquées pour les échantillons irradiés à JANNuS-Saclay et IRRSUD correspondent à la dose au pic de dommage alors que la dose indiquée pour les échantillons irradiés à JANNuS-Orsay correspond à la moyenne sur l'épaisseur de la lame. La température choisie est supérieure à celle des réacteurs actuels mais permet d'obtenir des défauts plus gros et plus visible qu'à température ambiante. De plus, comme les futurs réacteurs fonctionneront à plus haute température, ce choix reste pertinent.

*Tableau III.3 : Liste des échantillons irradiés et doses associées pour les différentes expériences d'irradiation.*

Matériaux	Saclay - Dose (dpa)	Orsay - Dose (dpa)	IRRSUD – Dose (dpa)
60H	Ions Fe : 0,8 – 8,3	0,23 – 3	-
60V	Ions Fe : 0,8 – 8,3	0,23	-
90H	Ions Fe : 0,8 – 8,3	0,23	0,005 – 6,4
90V	Ions Fe : 0,8 – 8,3	0,23	6,4
120H	Ions Fe : 0,8 – 8,3	0,46	-
120V	Ions Fe : 0,8 – 8,3	0,46	-
Recuit 1000°C /2h	Ions Ni : 0,8 – 8,0	0,46	6,4
Recuit 1100°C/10h	Ions Ni : 0,8 – 8,0	0,46	-
Référence	Ions Ni : 0,8 – 8,0	0,46 – 3	6,4

Tout d'abord, la nature des défauts d'irradiation créés sera identifiée grâce au critère d'invisibilité MET. Puis, la cinétique de croissance de ces défauts en fonction de la dose d'irradiation sera mesurée. Ensuite, l'impact de l'irradiation sur la structure de dislocations préexistantes sera discuté. Enfin, l'évolution de la précipitation et de la ségrégation sera évoquée.

### III.2.1 - Identification de la nature des défauts d'irradiation

Suite aux expériences d'irradiation réalisées, les défauts formés ont été identifiés. La [Figure III.10](#) montre l'exemple d'un échantillon 90V irradié où les défauts induits par l'irradiation sont visibles sous la forme de petites boucles de dislocations, dont la taille est de quelques nanomètres. Selon le critère d'invisibilité au MET, un défaut est invisible lorsque  $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$  et  $\vec{g} \cdot \vec{b} \wedge \vec{u} = 0$  où  $\vec{g}$  est le vecteur de diffraction utilisé pour former l'image,  $\vec{b}$  le vecteur de Burgers de la dislocation et  $\vec{u}$  sa direction. En identifiant deux réflexions  $\vec{g}_1$  et  $\vec{g}_2$  pour lesquelles un défaut est invisible, il est alors possible de calculer le vecteur de Burgers par le produit vectoriel  $\vec{b} = \vec{g}_1 \wedge \vec{g}_2$ . Le [Tableau III.4](#) récapitule les valeurs  $\vec{g} \cdot \vec{b}$  des principaux types de défauts dans les matériaux CFC selon les réflexions courantes. Si deux orientations où le défaut est rendu invisible ne sont pas trouvées, il est possible de se référer à ce tableau afin d'identifier la nature du défaut par élimination. Par exemple si une boucle est observée selon toutes les directions présentées dans le [Tableau III.4](#) et qu'elle n'est invisible que pour l'orientation  $g(002)$  alors il s'agit nécessairement d'une boucle de Frank dont le vecteur de Burgers est  $\vec{b} = a/2 [110]$ .

### III. - Évolution de la microstructure du Ni-20Cr sous irradiation

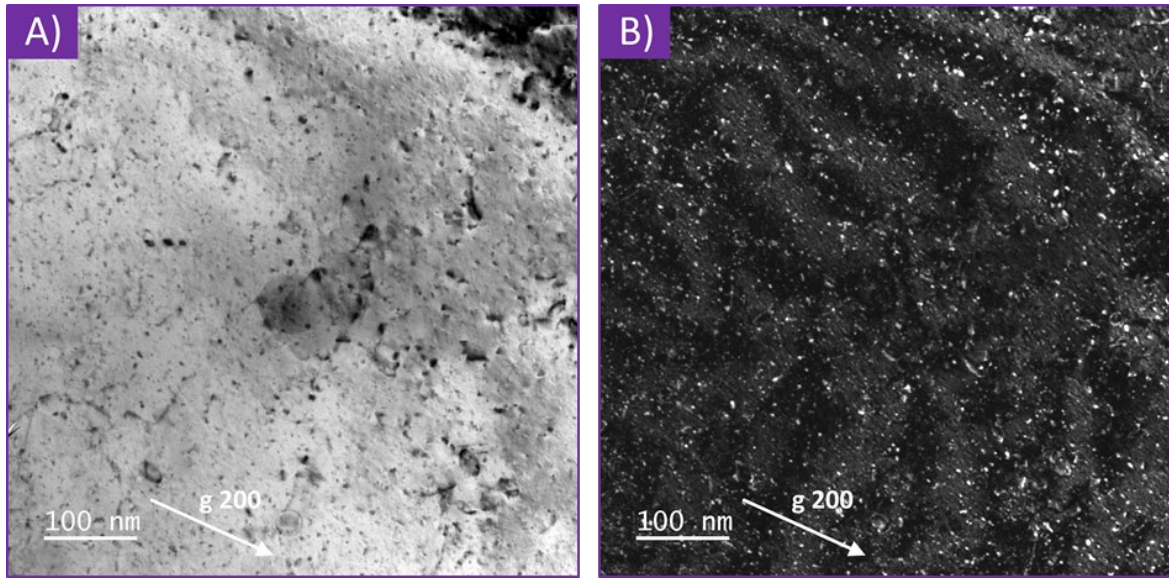


Figure III.10 : Micrographies TEM d'un échantillon 90V irradié in situ une dose de 0,2 dpa. A) Image en champ clair. B) Image WBDF.

Tableau III.4 : Calcul du produit scalaire  $\vec{g} \cdot \vec{b}$  pour les défauts et les vecteurs de diffraction les plus communs pour les matériaux CFC.

		$\vec{g}$								
		(002)	(111)	(11 $\bar{1}$ )	(0 $\bar{2}2$ )	( $\bar{2}02$ )	( $\bar{2}20$ )	(202)	(13 $\bar{1}$ )	(311)
Frank	$\frac{1}{3} [111]$	2/3	1	1/3	0	0	0	4/3	1	5/3
	$\frac{1}{3} [\bar{1}11]$	2/3	1/3	1/3	0	4/3	4/3	0	1/3	1/3
	$\frac{1}{3} [1\bar{1}1]$	2/3	1/3	1/3	4/3	0	4/3	4/3	1	1
	$\frac{1}{3} [11\bar{1}]$	2/3	1/3	1	4/3	4/3	0	0	5/3	1
Parfaites	$\frac{1}{2} [110]$	0	1	1	1	1	0	1	2	2
	$\frac{1}{2} [101]$	1	1	0	1	0	1	2	0	2
	$\frac{1}{2} [011]$	1	1	0	0	1	1	1	1	1
	$\frac{1}{2} [\bar{1}10]$	0	0	0	1	1	2	1	1	1
	$\frac{1}{2} [\bar{1}01]$	1	0	1	1	2	1	0	1	1
	$\frac{1}{2} [0\bar{1}1]$	1	0	1	2	1	1	1	2	0
Shockley	$\frac{1}{6} [11\bar{2}]$	2/3	0	2/3	1	1	0	1/3	1	1/3
	$\frac{1}{6} [1\bar{2}1]$	1/3	0	1/3	1	0	1	2/3	1	1/3
	$\frac{1}{6} [\bar{2}11]$	1/3	0	1/3	0	1	1	1/3	0	2/3
	$\frac{1}{6} [112]$	2/3	2/3	0	1/3	1/3	0	1	1/3	1
	$\frac{1}{6} [121]$	1/3	2/3	1/3	1/3	0	1/3	2/3	1	1
	$\frac{1}{6} [211]$	1/3	2/3	1/3	0	1/3	1/3	1	2/3	4/3
	$\frac{1}{6} [\bar{1}12]$	2/3	1/3	1/3	1/3	1	2/3	1/3	0	0
	$\frac{1}{6} [1\bar{1}2]$	2/3	1/3	1/3	1	1/3	2/3	1	2/3	2/3
	$\frac{1}{6} [\bar{1}21]$	1/3	1/3	0	1/3	2/3	1	0	2/3	0
	$\frac{1}{6} [12\bar{1}]$	1/3	1/3	2/3	1	2/3	1/3	0	4/3	2/3
	$\frac{1}{6} [2\bar{1}1]$	1/3	1/3	0	2/3	1/3	1	1	1/3	1
	$\frac{1}{6} [21\bar{1}]$	1/3	1/3	2/3	2/3	1	1/3	1/3	1	1

Ainsi, un échantillon 90V irradié sur la ligne IRRSUD à une dose de 0,005 dpa a été observé selon ces différentes orientations. Cette dose très faible a été choisie car les défauts étendus sont suffisamment espacés pour ne pas être confondus après les changements d'orientations successifs. L'exemple d'une zone analysée est donné en [Figure III.11](#). Chacun d'entre eux est identifié par un numéro noté sur les images lorsqu'il est visible et leurs vecteurs de Burgers sont déterminés en [Tableau III.5](#). Cette analyse réalisée sur une dizaine de zones identiques montre que 93 % des défauts formés sont des boucles de Frank et 6 % sont des boucles parfaites. Deux défauts ont été identifiés comme étant des dislocations partielles de Shockley. En dehors de ce dernier cas, les résultats sont conformes avec ceux de la littérature présentés au chapitre [I.3.2](#). Les dislocations partielles de Shockley ne sont cependant pas des défauts habituellement formés par irradiation et leur identification pourraient être lié à une mauvaise indexation des boucles. En effet, lorsque  $\vec{g} \cdot \vec{b} < 1/3$ , le contraste du défaut peut être insuffisant pour qu'il soit distingué. De plus il est possible que ces défauts aient été confondus avec d'autres défauts proches.

Par la suite, les images seront prises selon le vecteur de diffraction  $g(200)$ , selon lequel toutes les boucles de Frank sont visibles. Pour cette orientation, seulement  $2/3$  des boucles parfaites sont visibles et il est donc nécessaire de corriger la densité mesurée par ce facteur. La méthode du contraste intérieur-extérieur [130] permet en plus de déterminer la nature lacunaire ou interstitielle des défauts, en connaissant leurs vecteurs de Burgers et en observant la différence de taille du défaut entre les vecteurs de diffraction  $g$  et  $\bar{g}$ . Dans ce cas, la taille des défauts était trop petite pour mesurer une différence de taille significative. Cependant, plusieurs études ont montré que l'irradiation aux ions à une température entre 450 °C et 500 °C d'alliages à base nickel ou d'aciers austénitiques mène principalement à la formation de boucles de nature interstitielle [83,84].

*Tableau III.5 : Récapitulatif de la visibilité des boucles identifiées sur les micrographies présentées en Figure III.11. Le type de défaut et le vecteur de Burgers correspondant sont déterminés à partir du Tableau III.5.*

N°	$\vec{g}$						Type	$\vec{b}$
	(002)	(111)	(0 $\bar{2}2$ )	( $\bar{2}02$ )	( $\bar{2}20$ )	(202)		
1	V	I	V	V	I	V	Shockley	$1/6 [11\bar{2}]$
2	V	V	V	V	I	I	Frank	$1/3 [11\bar{1}]$
3	V	I	V	V	V	V	Parfaite	$1/2 [0\bar{1}1]$
4	V	V	V	V	I	I	Frank	$1/3 [11\bar{1}]$
5	V	V	I	V	V	I	Frank	$1/3 [\bar{1}11]$
6	V	V	I	V	V	I	Frank	$1/3 [\bar{1}11]$
7	V	V	I	I	I	V	Frank	$1/3 [111]$
8	V	V	I	I	I	V	Frank	$1/3 [111]$
9	V	V	V	V	I	I	Frank	$1/3 [11\bar{1}]$
10	V	V	V	I	V	V	Non identifiable	
11	V	V	V		V			
12								
13	V	I	I					
14								
15								

III. - Évolution de la microstructure du Ni-20Cr sous irradiation

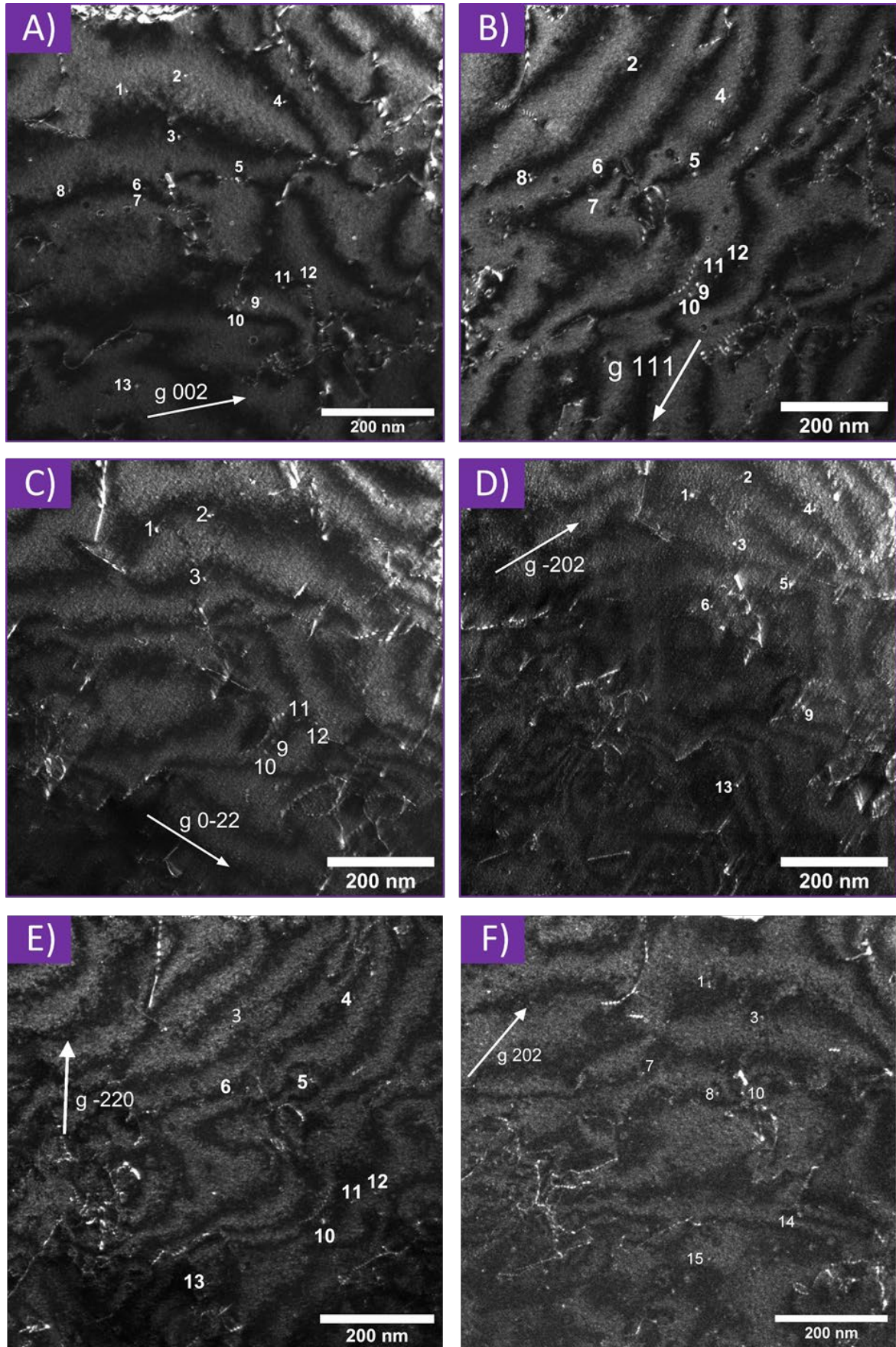


Figure III.11 : Micrographie TEM WBDF d'un échantillon 90V irradié sur IRRSUD à une dose de 0,005 dpa, prises avec les vecteurs de diffractions A)  $g(002)$ , B)  $g(111)$ , C)  $g(0\bar{2}2)$ , D)  $g(\bar{2}02)$ , E)  $g(\bar{2}20)$  et F)  $g(202)$ . Chaque numéro identifie une boucle donnée et est annoté lorsque cette dernière est visible.

### III.2.2 - Cinétique de croissance des boucles de dislocation

Après avoir déterminé la nature des défauts étendus, il est possible de suivre leur nucléation et leur évolution en fonction de la dose d'irradiation et en particulier leur cinétique de croissance. Pour ce faire, les lames minces irradiées sur la ligne JANNuS-Orsay observées *in situ* par MET ont été particulièrement utiles. Elles permettent entre autres d'obtenir des images MET à très faible dose d'irradiation et de suivre l'évolution d'une zone donnée en fonction de la dose subie. Les échantillons massifs irradiés sur la lignes de JANNuS-Saclay ont quant à eux servis à déterminer le comportement sous irradiation pour des doses plus fortes et sur lesquels il est possible de suivre les effets en fonction de la profondeur dans le matériau grâce à des lames FIB prises en sections transverses.

#### III.2.2.1 - Effet des paramètres de fabrication

Si les microstructures initiales des échantillons bruts de fabrication sont semblables, des différences sont notées au niveau de la taille des grains et des cellules dendritiques. Il est donc important de vérifier si l'énergie volumique de fabrication impacte également la réponse du matériau sous irradiation.

##### Lames minces observées *in situ* lors de l'irradiation sur la ligne JANNuS-Orsay

Les micrographies en **Figure III.12** montrent l'évolution de chaque échantillon pour des doses de 0,01 dpa, 0,1 dpa et 0,2 dpa. Pour certains échantillons comme le 120V, les zones observées ont évolué au cours de l'irradiation à cause d'une déformation progressive de la lame sous l'effet du faisceau d'ions et de la température, faisant varier localement les conditions d'observation des défauts et empêchant leur analyse. Ce phénomène intervient en particulier lorsque la zone choisie est proche d'un point de fragilisation comme une fracture apparue suite à la préparation de la lame ou si la lame est trop fine. Des images MET sont prises en champ clair et en WBDF en utilisant le vecteur de diffraction  $g(002)$ , selon lequel le critère d'invisibilité explicité plus tôt démontre que toutes les boucles de Frank ainsi que  $\frac{2}{3}$  des boucles parfaites sont visibles. Tous les échantillons suivent un comportement identique, à savoir une augmentation de la taille et de la densité des défauts avec la dose d'irradiation. Le nombre de défauts visibles dépend de l'épaisseur des échantillons, qui a été mesurée par CBED après irradiation à la position exacte où les images *in situ* ont été prises et est indiquée sur les images pour faciliter la comparaison. Les boucles sont réparties de manière homogène et aucune différence de comportement n'est observée au niveau des joints de grains ou au bord des précipités, si ce n'est quelques boucles à l'interface de ces deux caractéristiques.

Seul un échantillon 60H a été irradié jusqu'à une dose de 3 dpa, puis a été observé *ex situ* en STEM. Il présente une microstructure différente, comme l'illustre la **Figure III.13**. Dans ce cas, des défauts semblables à des lignes de dislocations d'une centaine de nanomètres sont observés, plus ou moins orientés dans la même direction. Il semble ainsi que la poursuite de l'irradiation *in situ* des lames minces à des doses plus élevées engendre de nouveaux effets qui n'ont pas été remarqués sur les échantillons irradiés jusqu'à 0,4 dpa, mais qui ne sont a priori pas liés à la stratégie de fabrication. De plus, quelques boucles parfaites sont clairement observées, dont la formation peut être liée à la dose d'irradiation ou bien à la formation des lignes de défauts.

Suite à une analyse d'images réalisées sur environ 300 boucles par échantillon et par dose, les résultats montrés en **Figure III.14** sont obtenus. Les incertitudes présentées sont estimées comme étant l'écart type des différentes mesures. Il y est confirmé que peu importe l'énergie de fabrication ou l'orientation du matériau, les boucles de dislocations suivent la même évolution au moins jusqu'à une dose de 0,2 dpa. Ainsi, chaque échantillon voit la formation de boucles de dislocation d'une taille moyenne de 1,7 nm pour une dose de 0,006 dpa, la plus faible étudiée. La taille de ces boucles croît légèrement jusqu'à 2,0 nm pour une dose de 0,46 dpa. La densité des boucles augmente quant à elle

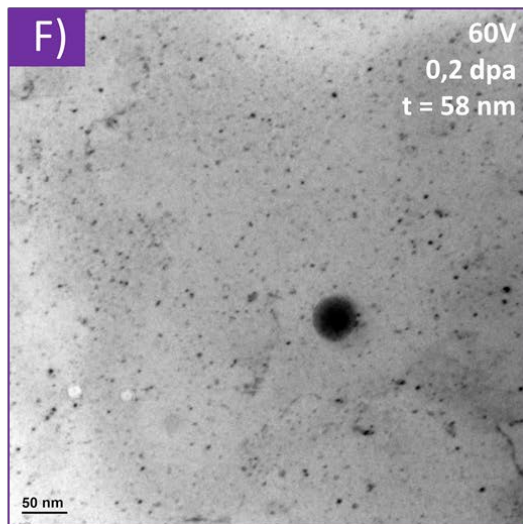
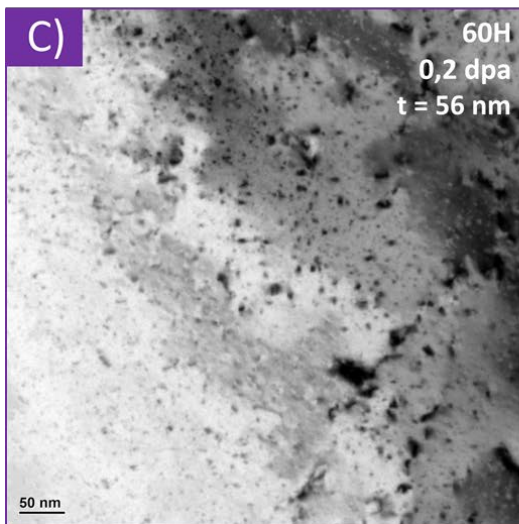
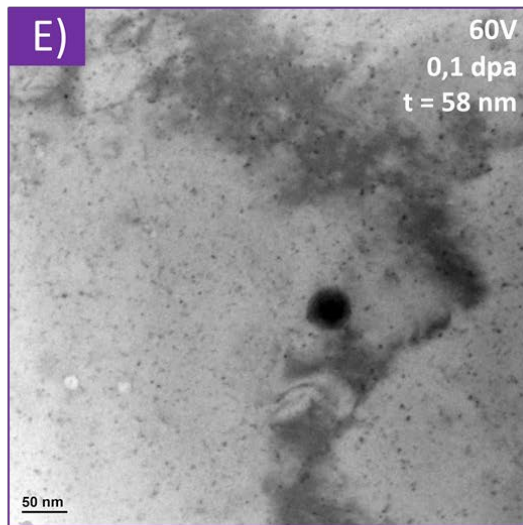
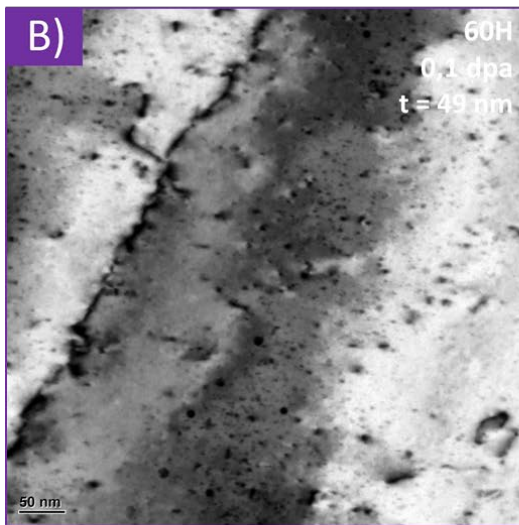
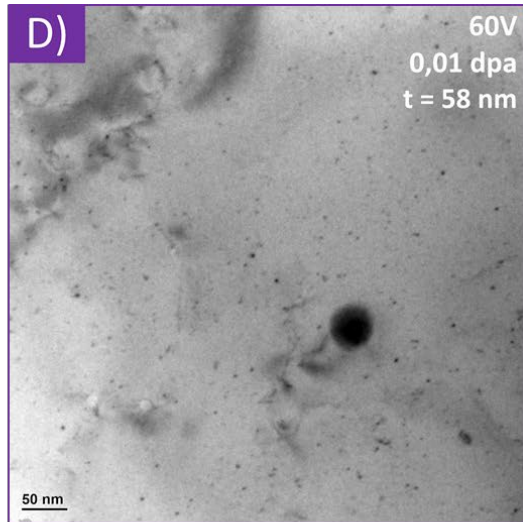
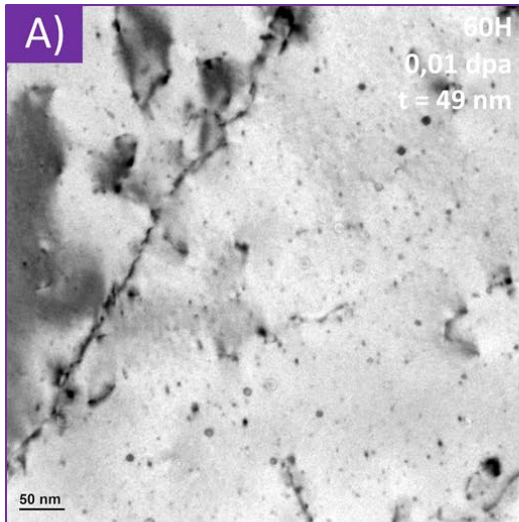


### III. - Évolution de la microstructure du Ni-20Cr sous irradiation

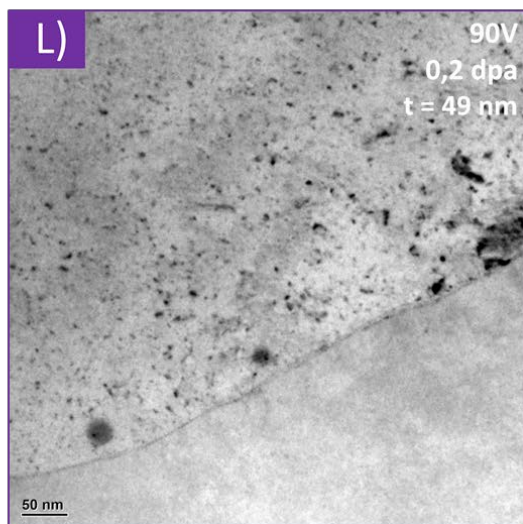
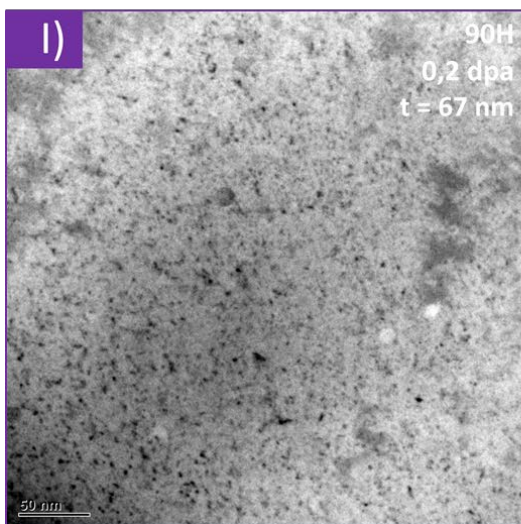
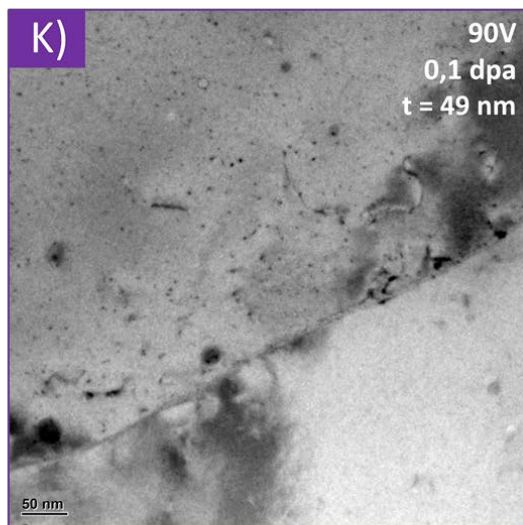
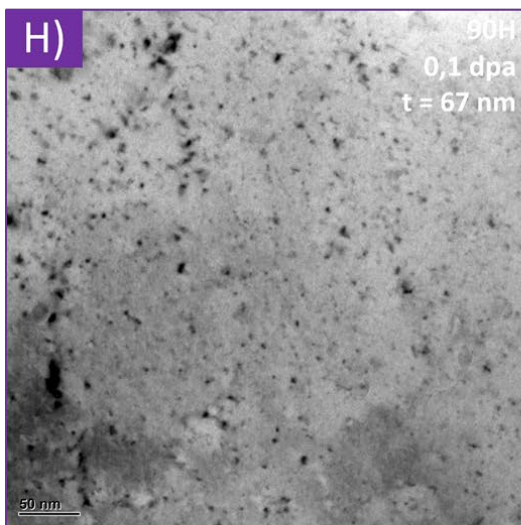
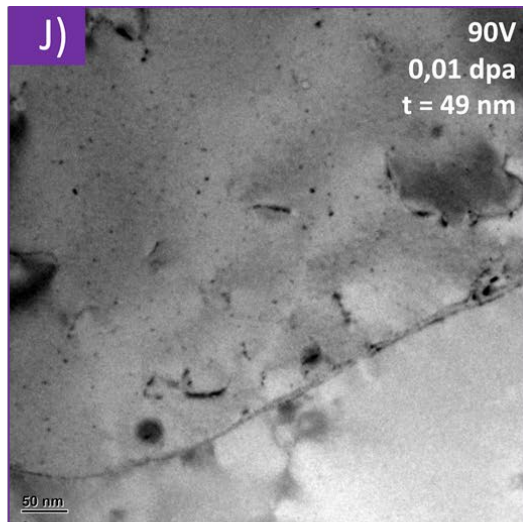
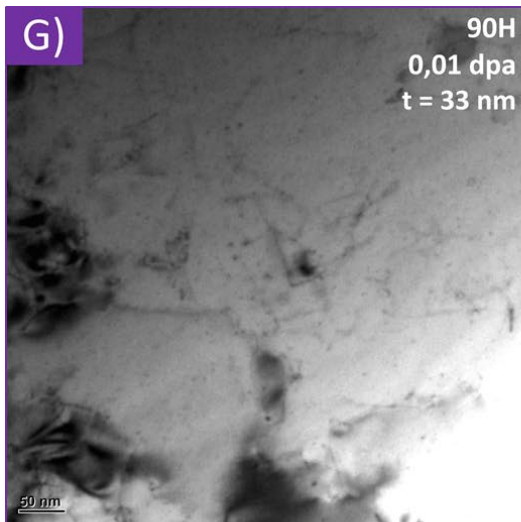
---

linéairement de  $2,1 \times 10^{22}$  boucles/m<sup>3</sup> à  $9,3 \times 10^{22}$  boucles/m<sup>3</sup> pour des doses respectives de 0,006 dpa et 0,1 dpa. Au-delà, la densité de boucles semble commencer à saturer. Pour ces doses, aucune boucle parfaite n'est observée, seulement des boucles de Frank.

Dans le cas de l'échantillon 60H irradié à une dose de 3 dpa, la taille des boucles de Frank évolue très peu, augmentant jusqu'à 2,1 nm. Les boucles parfaites sont plus grosses, avec une taille moyenne de 12 nm. Une baisse importante de la densité de boucles de dislocation est notée, passant à  $6,1 \times 10^{22}$  boucles/m<sup>3</sup>, qui est attribuée à la formation des lignes de défauts.



III. - Évolution de la microstructure du Ni-20Cr sous irradiation



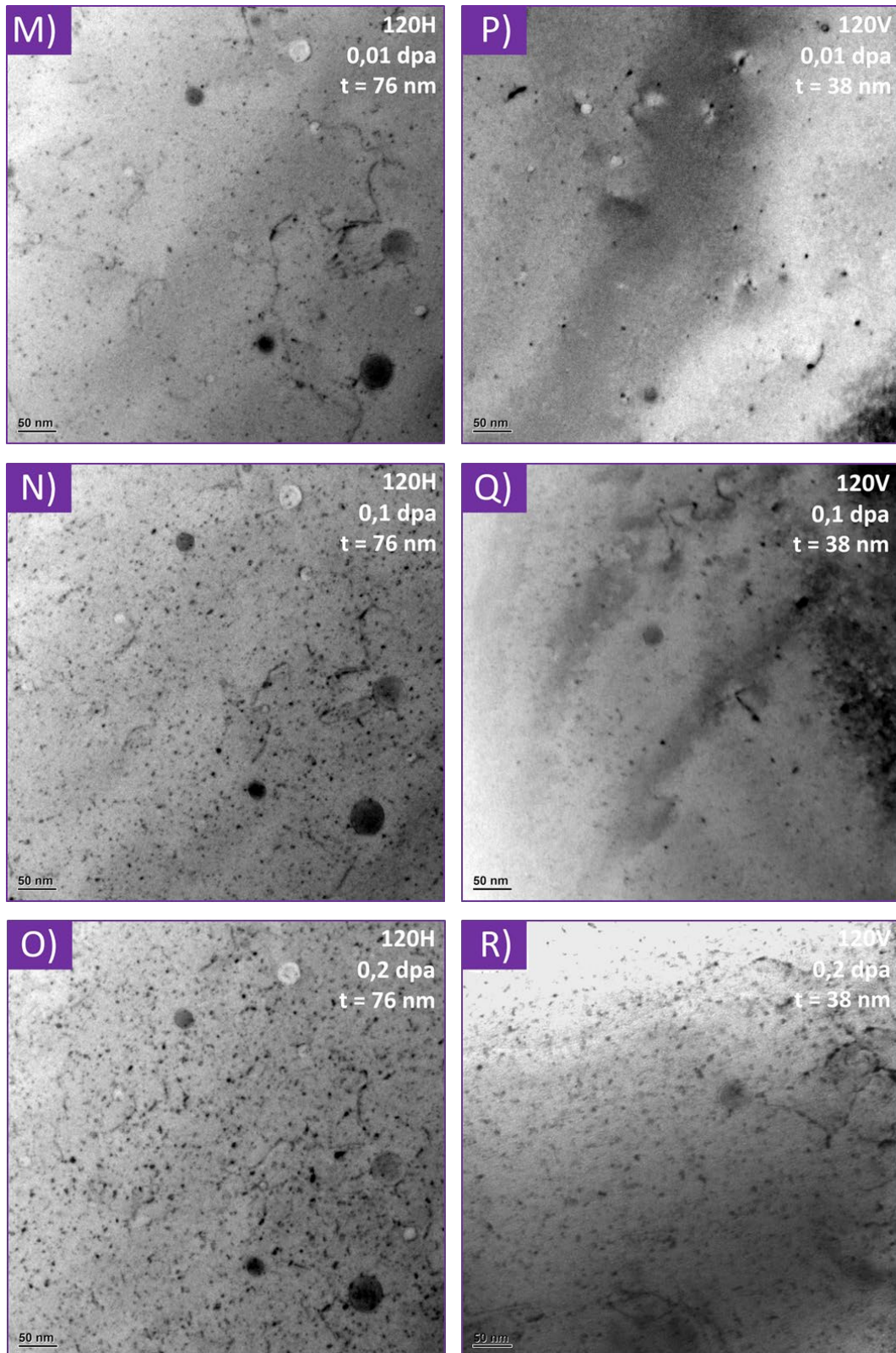


Figure III.12 : Micrographie MET in situ en mode deux ondes  $g$  200 montrant l'évolution de la microstructure du Ni-20Cr L-PBF. A), B) et C) représentent l'échantillon 60H, D), E) et F) l'échantillon 60V, G), H) et I) l'échantillon 90H, J), K) et L) l'échantillon 90V, M), N) et O) l'échantillon 120H, P), Q) et R) l'échantillon 120V. Les images A), D), G), J), M) et P) sont prises à une dose d'irradiation de 0,01 dpa. Les images B), E), H), K), N) et Q) sont prises à une dose de 0,1 dpa. Les images C), F), I), L), O) et R) sont prises à une dose de 0,2 dpa.  $t$  correspond à l'épaisseur des lames.

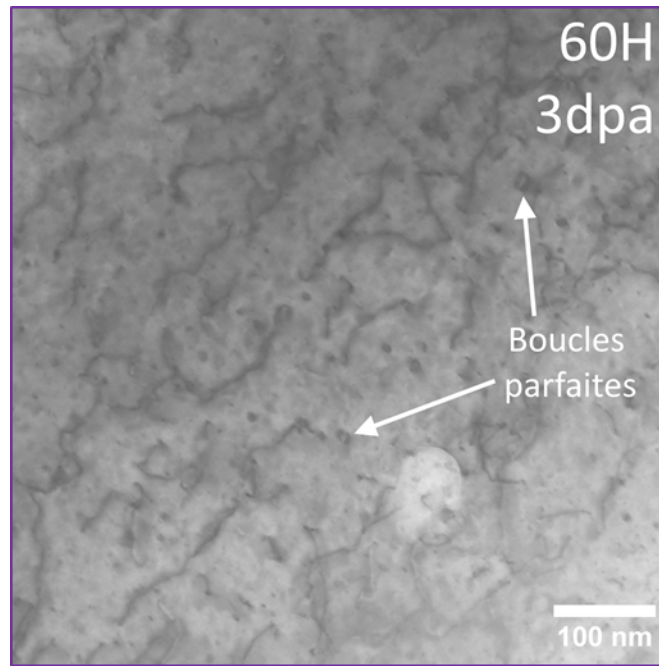


Figure III.13 : Image STEM en axe de zone [001] d'un échantillon 60H irradié in situ jusqu'à une dose de 3 dpa.

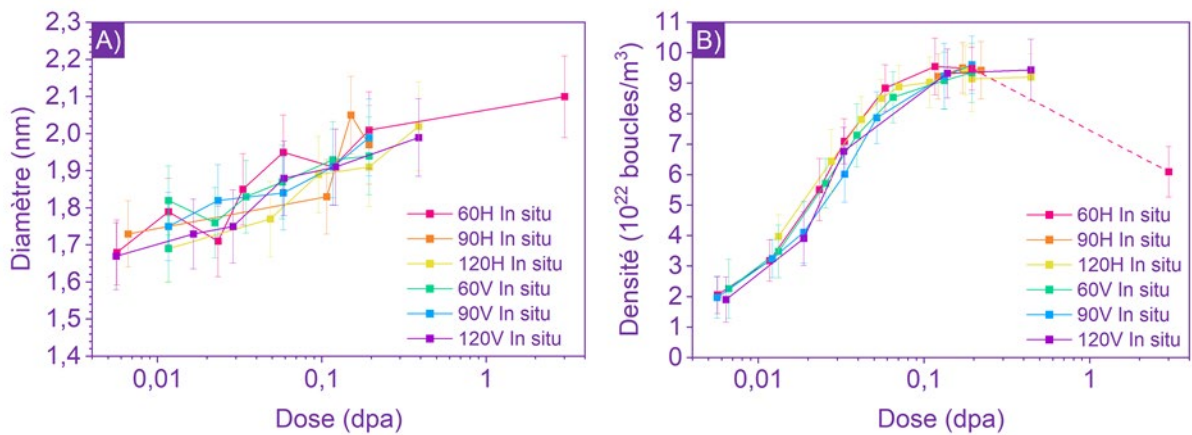


Figure III.14 : Évolution en fonction de la dose d'irradiation de A) la taille et B) la densité des boucles de dislocation dans les lames minces irradiées sur la ligne JANNuS-Orsay aux ions Ni d'énergie 2 MeV pour chaque type d'échantillon.

#### Échantillons massifs irradiés sur la ligne JANNuS-Saclay

En plus des irradiations à faibles doses réalisées sur les lames minces, les mêmes analyses ont été effectuées sur les échantillons massifs, à partir desquels des lames FIB sont extraites, afin de vérifier si les matériaux suivent un comportement semblable lorsqu'ils sont irradiés à plus forte dose. L'intérêt de ces échantillons réside dans le fait de pouvoir sélectionner précisément la zone d'intérêt et de suivre les effets d'irradiation sur une large gamme de dose, puisqu'elle évolue en fonction de la profondeur, comme l'illustre la Figure III.15. Il est possible d'y voir une augmentation nette de la taille et de la densité des boucles de dislocation lorsque la dose augmente. Il est aussi remarqué la zone la plus endommagée se situe à une profondeur de 1,2  $\mu\text{m}$ , comme la simulation IRADINA le prévoit, et qu'au-delà de 1,5  $\mu\text{m}$  de profondeur, plus aucun défaut n'est distingué.

Les micrographies STEM, bien que moins résolues donnent une meilleure définition des boucles, puisque l'image résultante est une moyenne de plusieurs vecteurs de diffraction récoltés par le détecteur. Elles sont donc préférées pour réaliser le suivi de la taille des boucles. Le résultat est donc plus précis qu'avec les clichés MET utilisés pour les expériences *in situ*, qui ne permettaient pas l'emploi de cette technique. Les clichés présentés sont pris en axe de zone [001], permettant d'observer toutes

les boucles de Frank et  $\frac{2}{3}$  des boucles parfaites. Ces boucles sont supposées circulaires dans leur plan d'habitat. Selon cette orientation, la nature des boucles et leurs vecteurs de Burgers  $\vec{b}$  sont discriminables selon leurs inclinaisons par rapport aux vecteurs de diffraction  $\vec{g}$  dans ce plan, comme le montre le schéma en **Figure III.16**.

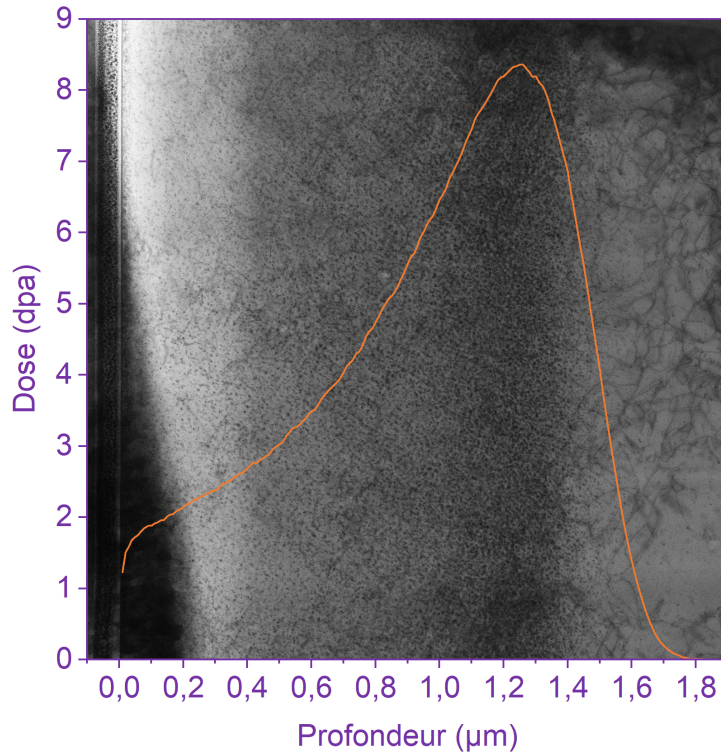


Figure III.15 : Micrographie STEM d'une section transverse d'un échantillon 120V, superposée à la dose d'irradiation attendue selon la simulation Iradina pour une irradiation aux ions Fe d'énergie 5 MeV jusqu'à une dose de 8,3 dpa au pic.

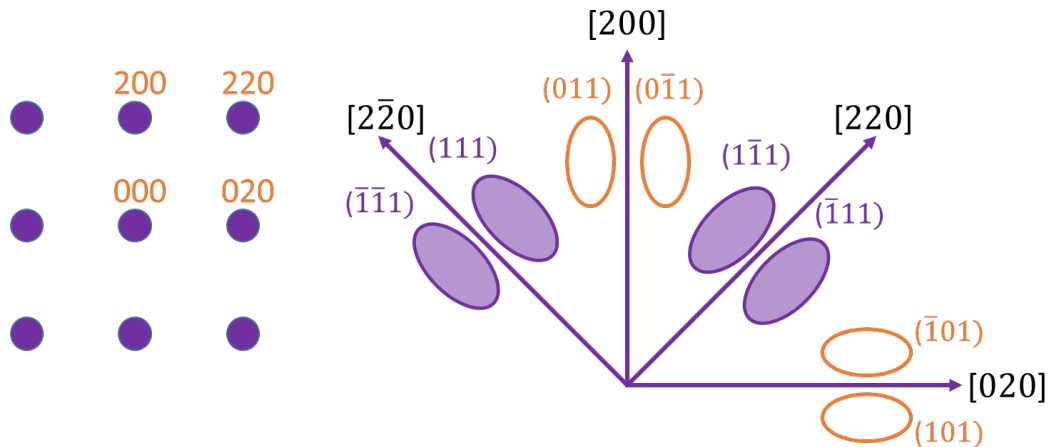


Figure III.16 : Forme et inclinaison des boucles de dislocation en STEM en condition d'axe de zone [001]. Les boucles orange sont parfaites et les violettes sont des boucles de Frank.

Étant donné qu'une fois encore, aucune différence n'a été observée entre les différents échantillons, seules les micrographies des échantillons 90V sont présentées en **Figure III.17**. Sur ces clichés, des boucles de Frank grossissant progressivement en fonction de la dose d'irradiation sont observées. Les résultats des différents échantillons sont répertoriés en **Figure III.18**. Le diamètre des boucles augmente linéairement en fonction de la dose d'irradiation, de 1,5 nm pour une dose de 0,2 dpa jusqu'à 4,2 nm pour une dose de 8,3 dpa. L'histogramme en **Figure III.19** montre l'évolution de la

### III. - Évolution de la microstructure du Ni-20Cr sous irradiation

distribution en taille des boucles pour des doses d'irradiation de 0,4 dpa et 8 dpa. Pour une dose de 0,4 dpa, la taille des boucles est majoritairement comprise entre 1 et 2 nm. Pour une dose de 8 dpa, deux types de populations sont observées. La première montre une forte augmentation du diamètre des boucles autour de 7 nm. Cette évolution est nuancée par la seconde population de plus petite taille comme le démontre le pic autour de 2-3 nm. La densité de boucles de dislocation semble quant à elle stagner autour  $9,6 \pm 0,5 \times 10^{22}$  boucles/m<sup>3</sup>, ce qui est cohérent avec les résultats obtenus via les irradiations *in situ*. En revanche, aucune baisse de densité ni alignements des défauts ne sont observés pour des doses d'irradiation de 3 dpa ou plus, contrairement à ce qui est noté pour l'échantillon 60H irradié *in situ*. Ce phénomène semble donc lié à la faible épaisseur des lames minces lors des irradiations *in situ* et sera expliqué par la suite.

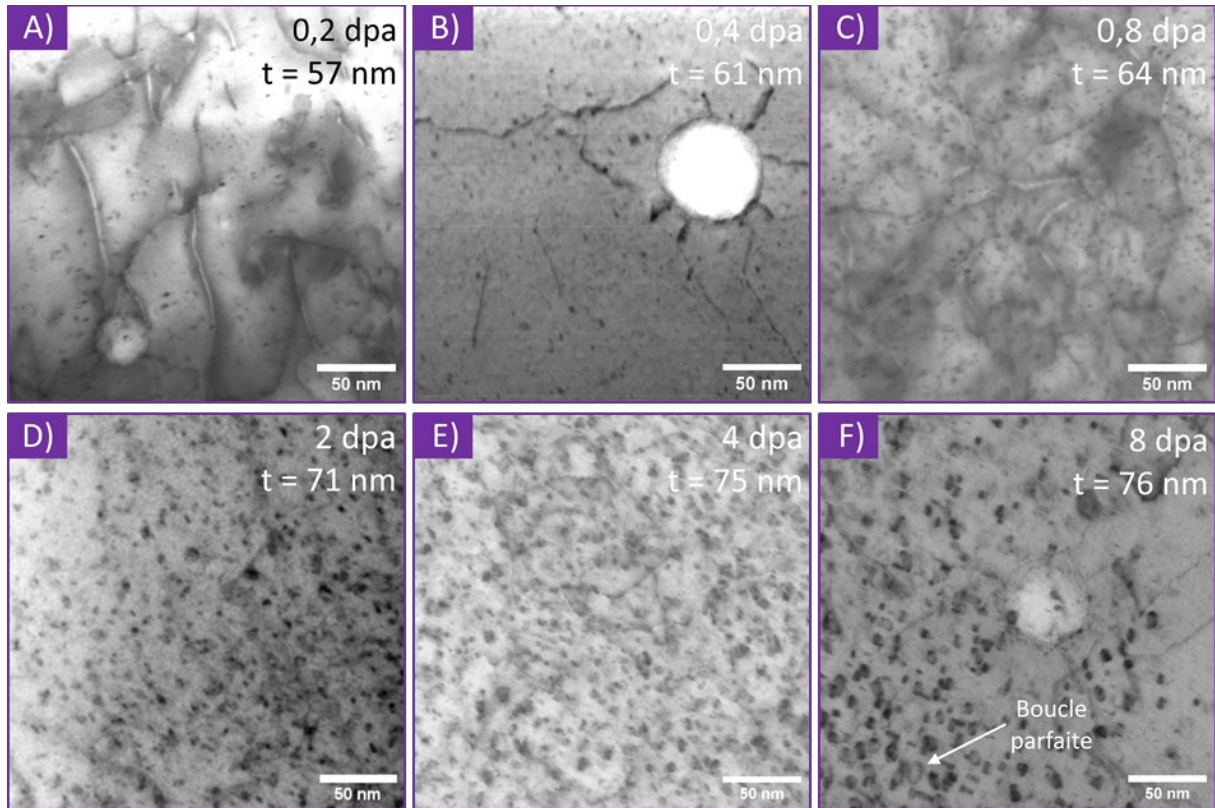


Figure III.17 : Micrographies STEM en axe de zone [001] A), B) et C) d'un échantillon 90V irradié à une dose au pic de dommage de 0,8 dpa et D), E), F) d'un échantillon 90V irradié à une dose au pic de dommage de 8,3 dpa. Les doses indiquées sur les images sont celles correspondant à la profondeur à laquelle sont pris les clichés.

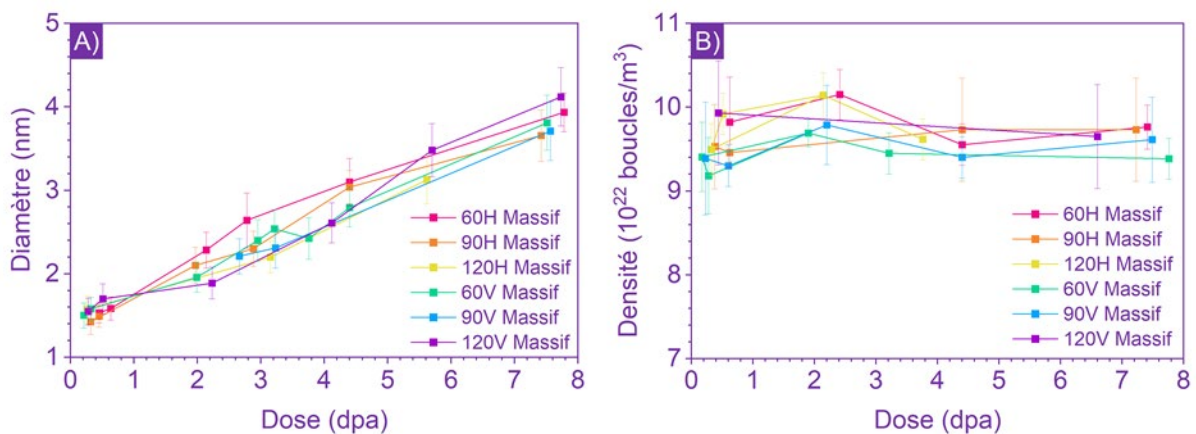


Figure III.18 : Évolution de A) la taille et de B) la densité des boucles de dislocation dans les échantillons massifs irradiés sur la ligne JANNuS-Saclay aux ions Fe d'énergie 5 MeV pour chaque type d'échantillon.

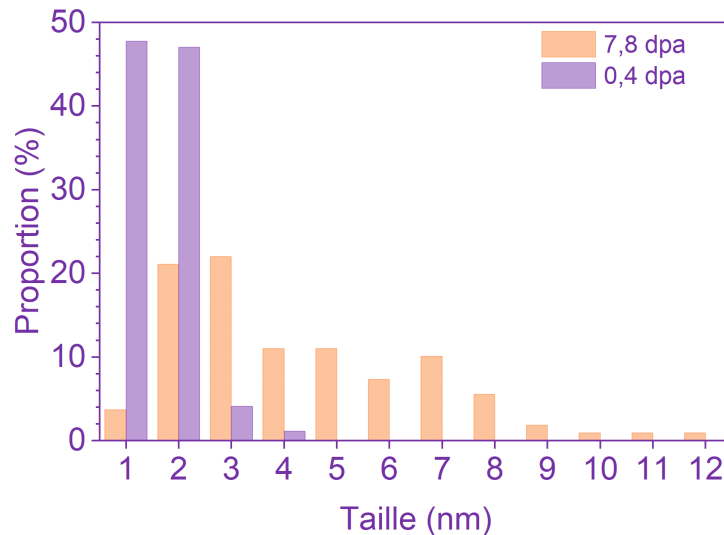


Figure III.19 : Histogramme de la taille des boucles pour un échantillon 90V irradié à des doses de 0,4 dpa et 7,8 dpa.

À partir d'une dose de 6 dpa environ, des boucles parfaites sont également visibles, comme celle indiquée en Figure III.17F. Leur présence reste cependant marginale, autour de 8 % des boucles au pic de dommage, en prenant en compte le fait que seulement  $\frac{2}{3}$  d'entre elles soient visibles. Les mécanismes de défautements des boucles de Frank sont déjà connus. Le mécanisme le plus courant nécessite que l'énergie de la boucle de Frank soit supérieure à l'énergie d'une boucle parfaite de taille identique. Cette différence d'énergie est calculée selon la relation suivante [131] :

$$\Delta E = \pi R^2 \gamma - \frac{R \mu a^2}{24} \left( \frac{2 - \nu}{1 - \nu} \right) \ln \left( \frac{2R}{R_0} \right) > 0$$

Où  $R$  est le rayon de la boucle de Frank,  $\gamma$  est l'énergie de faute d'empilement du Ni-20Cr, estimé à  $110 \text{ mJ/m}^2$  [132],  $\mu$  est le module de cisaillement ( $81,3 \text{ GPa}$  [76]),  $a$  est le paramètre de maille ( $0,355 \text{ nm}$ ),  $\nu$  est le coefficient de poisson ( $0,301$ ) et  $R_0$  est le rayon de cœur des dislocations, équivalent à  $2b$ , soit  $R_0 = a\sqrt{2} = 0,502 \text{ nm}$ . Le rayon critique calculé vaut ainsi  $11 \text{ nm}$ , soit un diamètre de  $22 \text{ nm}$ . Or, aucune boucle aussi grande n'a été observée, ce qui suppose un mécanisme de défautement différent. Étant donné la forte densité de boucles de Frank, il est possible d'envisager l'interaction entre plusieurs d'entre elles, selon les réactions illustrées en Figure III.20 [133].

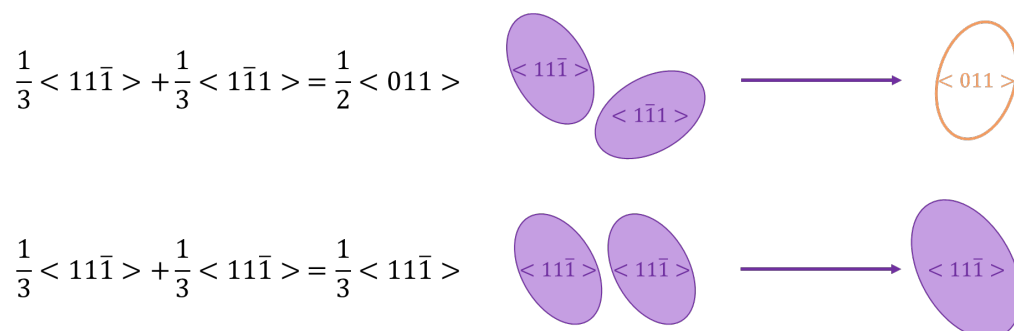


Figure III.20 : Réactions possibles entre les boucles de Frank amenant à leur défautement ou à leur agrandissement.

Ainsi, deux boucles de Frank habitant des plans différents peuvent interagir pour former une boucle parfaite, alors que deux boucles de Frank possédant le même vecteur de Burgers fusionnent pour former une plus grosse boucle.



### III. - Évolution de la microstructure du Ni-20Cr sous irradiation

#### Comparaison des irradiations *in situ* sur lames minces et sur échantillons massifs

Si les échantillons *in situ* et massifs sont comparés, il est remarqué que la taille des boucles mesurée sur les échantillons *in situ* est plus grande que celle mesurée sur les échantillons massifs. Afin de déterminer la cause de cette observation, des images STEM des échantillons *in situ* sont réalisées post-irradiation, permettant de les comparer avec les images *in situ* prises au dernier stade d'irradiation. Il est ainsi déterminé que les mesures de taille *in situ* mènent à une surestimation moyenne de 16,8 %. Cette différence s'explique car les méthodes de mesure sont différentes. Pour les échantillons massifs, les images utilisées pour les mesures de tailles des boucles sont prises en STEM en axe de zone [001]. Cela permet d'obtenir des contrastes tranchés et des boucles bien définies. Dans le cas des échantillons irradiés *in situ*, les micrographies sont prises en mode faisceaux faibles. Les contrastes sont donc moins précis. La taille des défauts va aussi dépendre du vecteur de diffraction, qui est  $g(200)$  pour chaque image, mais aussi de l'erreur d'excitation  $s$ , qui est plus difficile à quantifier. De plus, les images ont été prises à 450 °C et une dérive de l'échantillon même faible, peut participer à la surestimation de la taille des boucles. En supposant cette erreur constante en fonction de la dose d'irradiation, l'évolution de la taille des boucles après correction est donnée en Figure III.21. Cette évolution semble alors cohérente avec les résultats mesurés sur les échantillons massifs jusqu'à une dose de 0,2 dpa. La taille mesurée pour une dose de 3 dpa semble bien inférieure à celle mesurée sur les échantillons massifs pour une dose équivalente mais cela peut s'expliquer par la formation des alignements de défauts, qui modifient la cinétique de croissance des boucles de dislocation. Par la suite, les tailles mesurées sur les échantillons *in situ* seront corrigés par ce facteur de 16,8 %.

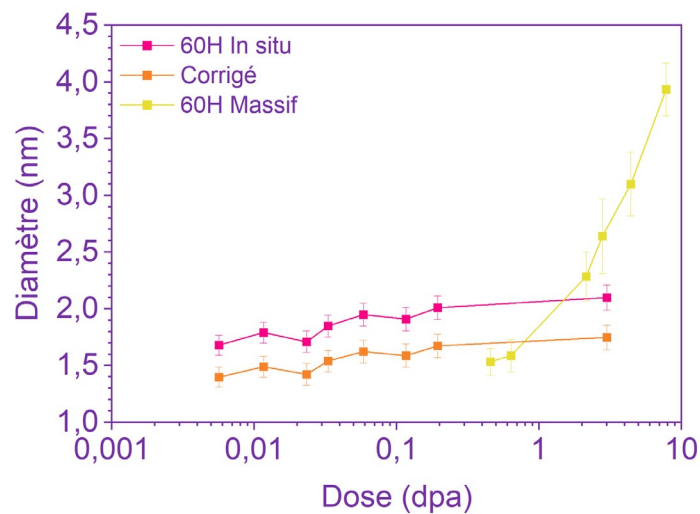


Figure III.21 : Évolution de la taille des boucles de dislocation en fonction de la dose d'irradiation dans un échantillon 60H après prise en compte de la surestimation liée à la méthode de mesure pour les expériences *in situ*.

#### III.2.2.2 - Effet des traitements thermique

Après avoir étudié la cinétique de croissance des défauts dans le Ni-20Cr L-PBF brut, la même analyse a été réalisée sur les échantillons recuits, qui sont eux susceptibles de répondre autrement étant donné leurs microstructures différentes. La Figure III.22 représente la microstructure des lames minces irradiées et observées *in situ* (JANNuS-Orsay), tandis que la Figure III.23 représente la microstructure observée dans les échantillons massifs irradiés sur la ligne JANNuS-Saclay. En Figure III.22.B, le reste d'une paroi cellulaire ayant résisté au recuit est observé. Celle-ci reste stable sous irradiation et sa présence ne semble pas avoir d'effet sur la formation des boucles, qui continuent d'apparaître à proximité. Comme pour les échantillons bruts de fabrication, les mêmes boucles de Frank sont formées de manière homogène dans la matrice. Des boucles parfaites sont là encore observées dans les échantillons massifs pour les plus fortes doses (à partir de 6 dpa environ) mais

représentent une proportion plus faible, seulement 5%. Les résultats concernant l'évolution de la densité et de la taille des défauts sont indiqués en Figure III.24, auxquels les résultats de l'échantillon 60H brut déjà mesurés sont ajoutés à titre de comparaison.

Concernant l'évolution de la taille des boucles, un comportement identique à celui des échantillons bruts de fabrication est retrouvé. Pour les lames minces observées *in situ*, une augmentation progressive selon la dose d'irradiation, de 1,4 nm à 0,01 dpa, jusqu'à 1,7 nm à 0,46 dpa est notée. Pour les échantillons massifs irradiés à plus forte dose, le diamètre des boucles de Frank augmente linéairement, de 1,5 nm à 4,3 nm en moyenne pour des doses respectives de 0,2 et 8 dpa.

Quant à la densité de boucles de Frank, les deux échantillons recuits montrent un comportement semblable mais différent des échantillons bruts de fabrication. D'après les échantillons irradiés *in situ*, le taux de nucléation de boucles (la pente avant d'arriver à saturation) est grandement affecté. Il passe en effet de  $161 \times 10^{22} \text{ dpa}^{-1}$  pour les échantillons bruts de fabrication à  $334 \times 10^{22} \text{ dpa}^{-1}$  et  $369 \times 10^{22} \text{ dpa}^{-1}$  pour les échantillons recuits à  $1000^\circ\text{C} / 2 \text{ h}$  et à  $1100^\circ\text{C} / 10 \text{ h}$  respectivement, soit plus du double. Cependant, leurs densités arrivent à saturation plus rapidement, pour une dose de 0,05 dpa contre 0,1 dpa dans les échantillons recuits. Les valeurs à saturation sont de  $11,7 \pm 0,4 \times 10^{22} \text{ boucles/m}^3$  et  $13,2 \pm 0,6 \times 10^{22} \text{ boucles/m}^3$  pour les échantillons recuits à  $1000^\circ\text{C} / 2 \text{ h}$  et  $1100^\circ\text{C} / 10 \text{ h}$  respectivement. Ces résultats sont confirmés par les irradiations à plus forte dose menées sur les échantillons massifs, où les densités de défauts dans les échantillons recuits à  $1000^\circ\text{C} / 2 \text{ h}$  et  $1100^\circ\text{C} / 10 \text{ h}$  saturent respectivement à  $11,9 \pm 0,3 \times 10^{22} \text{ boucles/m}^3$  et  $12,9 \pm 0,4 \times 10^{22} \text{ boucles/m}^3$ .

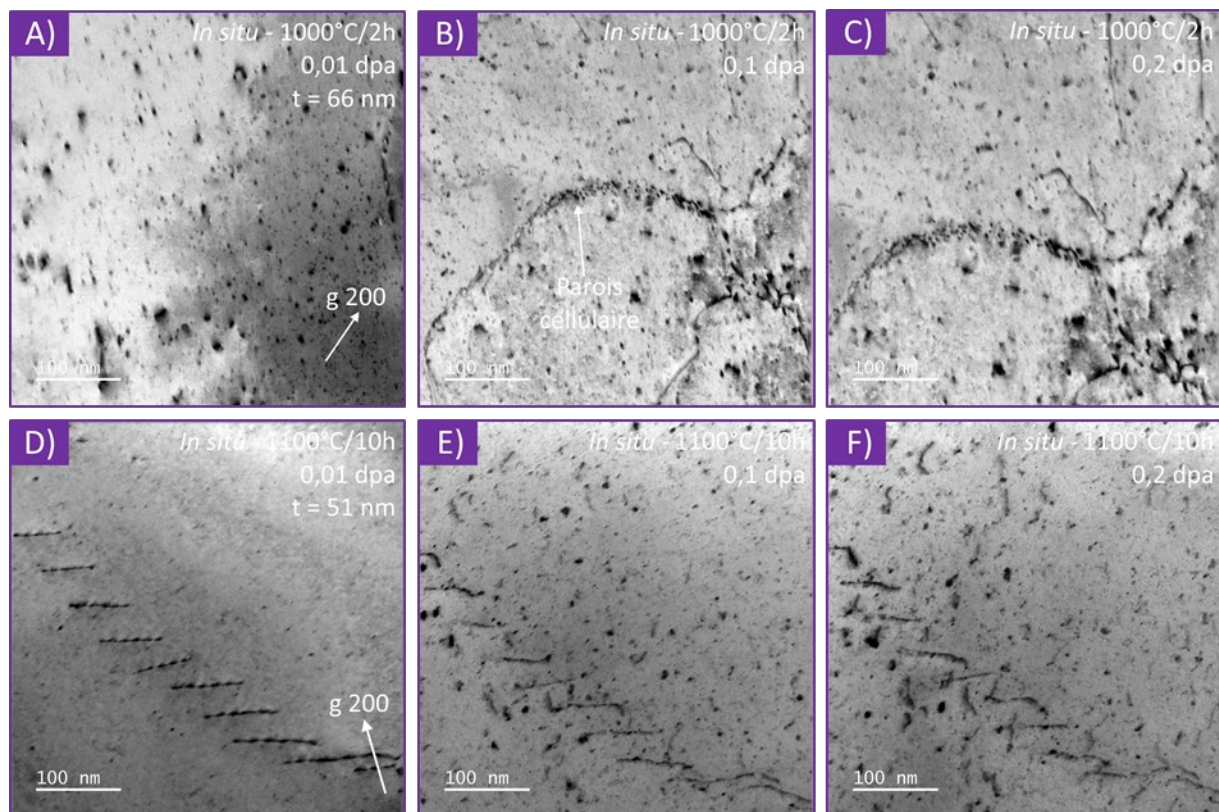


Figure III.22 : Micrographies MET prises lors des irradiation *in situ* à JANNuS-Orsay. A), B) et C) Échantillon recuit à  $1000^\circ\text{C}/2\text{h}$  pour des doses respectives de 0,01, 0,1 et 0,2 dpa. D), E) et F) Échantillon recuit à  $1100^\circ\text{C}/10\text{h}$  pour des doses respectives de 0,01, 0,1 et 0,2 dpa.

### III. - Évolution de la microstructure du Ni-20Cr sous irradiation

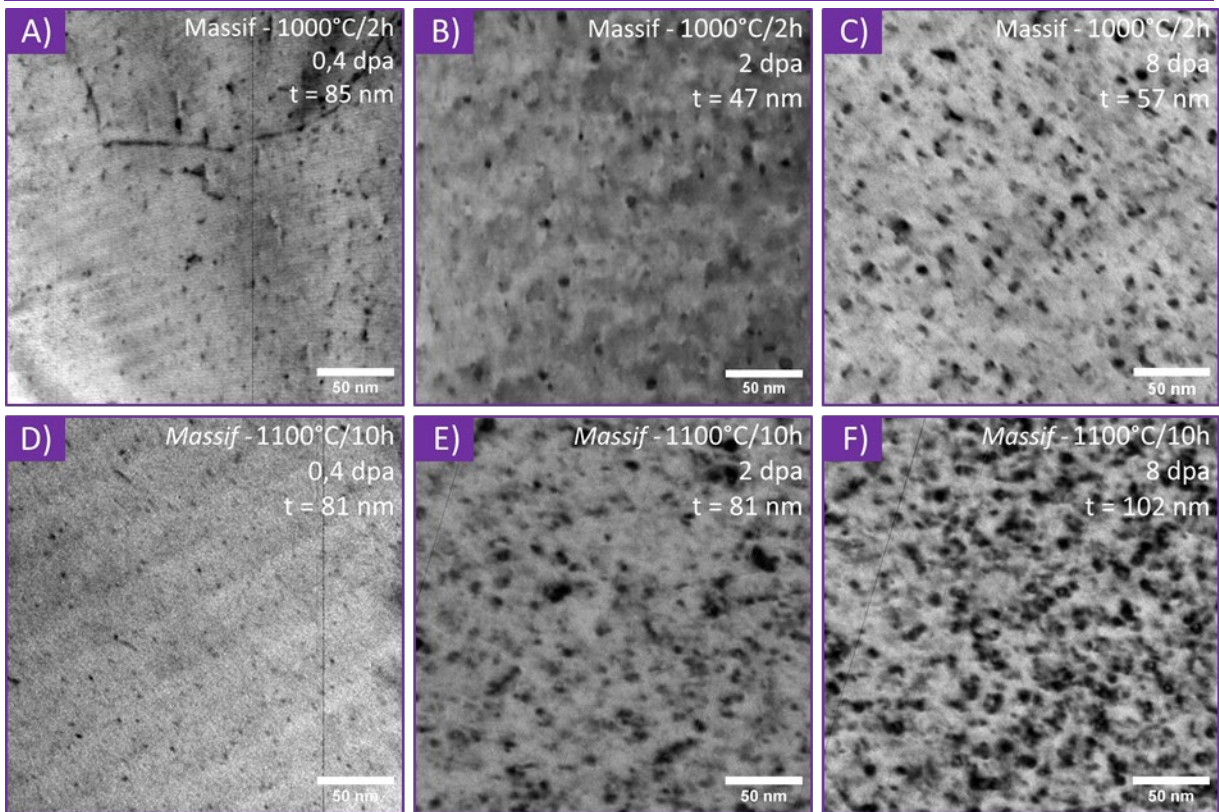


Figure III.23 : Micrographies STEM en axe de zone [001] après irradiation d'échantillons massifs à JANNuS-Saclay. A), B) et C) Échantillon recuit à 1000°C/2h irradiés à des doses respectives de 0,4, 2 et 8 dpa. D), E) et F) Échantillon recuit à 1100°C/10h irradiés à des doses respectives de 0,4, 2 et 8 dpa.

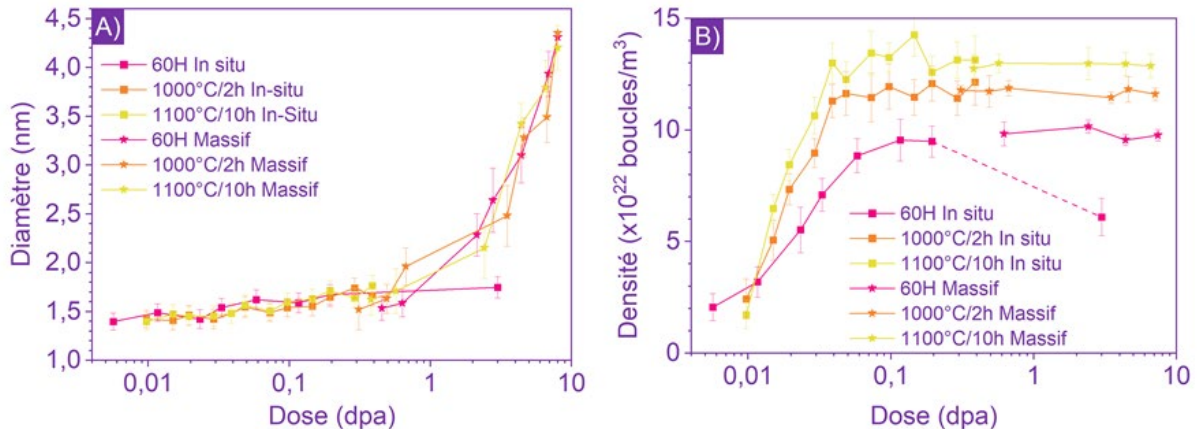


Figure III.24 : Évolution de A) la taille des boucles de dislocation et B) leur densité en fonction de la dose d'irradiation subie pour les échantillons recuit à 1000°C/2h, recuit à 1100°C/10h. Les résultats de l'échantillon 60H sont à nouveaux reportés pour servir de point de comparaison.

#### III.2.2.3 - Comparaison avec le matériau de référence

Pour terminer cette étude sur la cinétique de croissance des boucles de dislocations dans le Ni-20Cr, il est nécessaire de comparer les matériaux L-PBF bruts de fabrication et recuits avec le matériau de référence. L'évolution de la microstructure de l'échantillon de référence lors des irradiations *in situ* est représentée en Figure III.25. Il y est remarqué la formation de défauts identiques à ceux créés dans les échantillons FA, à savoir de petites boucles de Frank dont la taille évolue peu mais dont la densité augmente très rapidement. Cependant, à partir d'une dose de 0,5 dpa, les défauts commencent à s'aligner pour former des structures semblables à des lignes de dislocation, comme cela a été noté dans l'échantillon 60H irradié à une dose de 3 dpa, mais dont le commencement du

processus n'avait pas pu être observé *in situ*. La formation de ces structures sera expliquée dans la partie III.2.3.4. La Figure III.26, représentant l'évolution de la microstructure des échantillons de référence massifs irradiés sur la ligne JANNuS-Saclay, montre que ces irradiations entraînent un plus fort grossissement des boucles que les irradiations *in situ*, comme cela avait été remarqué pour les échantillons bruts de fabrication.

Suite à l'analyse de la cinétique de croissance des défauts, les résultats en Figure III.27 sont obtenus. Concernant la taille des boucles, un comportement identique aux échantillons bruts de fabrication et aux échantillons recuits est observé. Concernant l'évolution de la densité de boucles de dislocation, le taux de nucléation mesuré sur les échantillons irradiés *in situ* est de  $349 \times 10^{22} \text{ dpa}^{-1}$ , soit un taux semblable à ceux des échantillons recuits et toujours deux fois plus élevé que pour les échantillons bruts de fabrication. L'échantillon de référence observé *in situ* voit sa densité de boucles continuer d'augmenter jusqu'à  $19,1 \pm 0,5 \times 10^{22} \text{ boucles/m}^3$  pour une dose de 0,5 dpa. Si l'irradiation est poursuivie à plus forte dose, la densité de boucles chute brutalement suite à la formation des alignements de défauts décrits plus tôt, pour se stabiliser autour de  $12,2 \pm 0,6 \times 10^{22} \text{ boucles/m}^3$  à partir de 1,6 dpa. Pour les échantillons de référence massifs, la densité mesurée reste stable à  $14,7 \pm 0,5 \times 10^{22} \text{ boucles/m}^3$ , soit entre la valeur maximale trouvée pour l'échantillon *in situ* à une dose de 0,5 dpa et la valeur observée après la chute de la densité à plus forte dose. La valeur mesurée dans les échantillons massifs semble plus représentative des effets que l'irradiation peut induire dans le matériau de référence puisqu'aucun phénomène parasite n'est relevé. Ainsi, la densité de boucles de Frank à saturation dans l'échantillon massif de référence est plus élevée de 53 % par rapport aux échantillons L-PBF bruts de fabrication et de 31 % par rapport aux échantillons recuits.

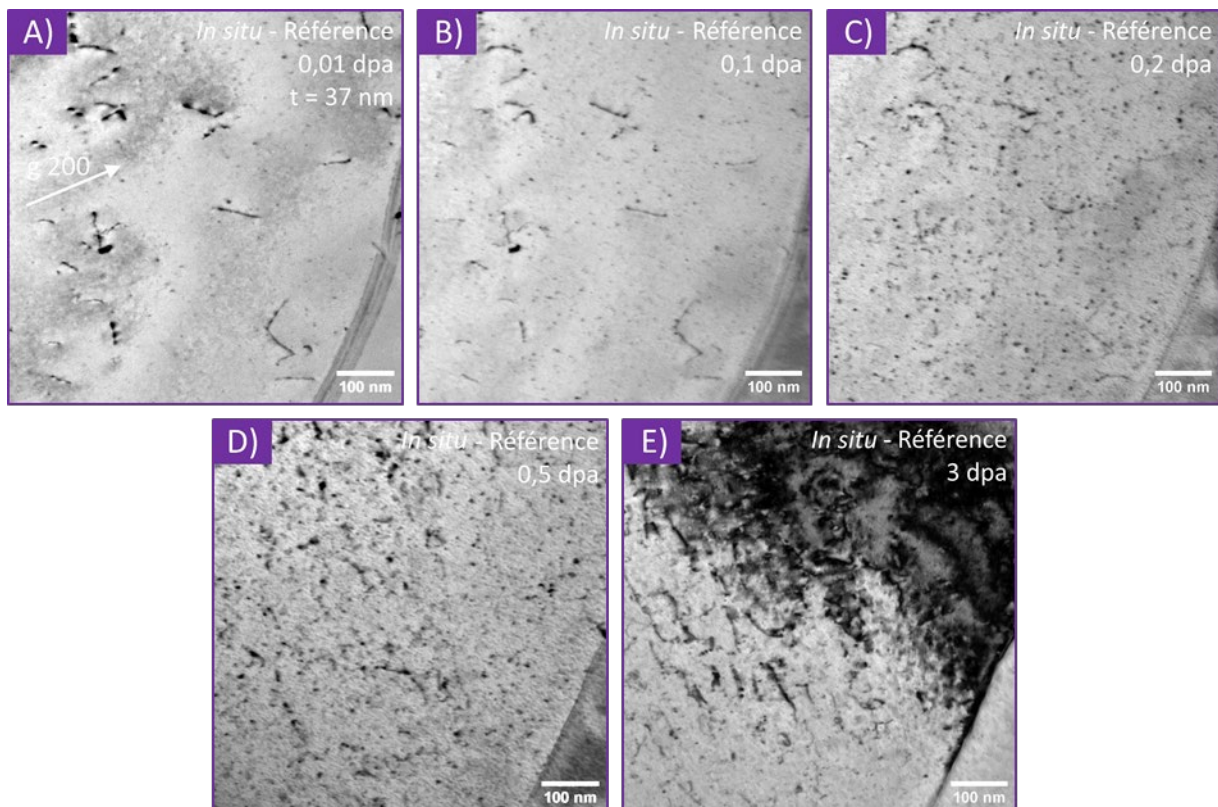


Figure III.25 : Micrographies MET de l'échantillon de référence prises lors des irradiation *in situ* à des doses de A) 0,01 dpa, B) 0,1 dpa, C) 0,2 dpa, D) 0,5 dpa et E) 3 dpa.

### III. - Évolution de la microstructure du Ni-20Cr sous irradiation

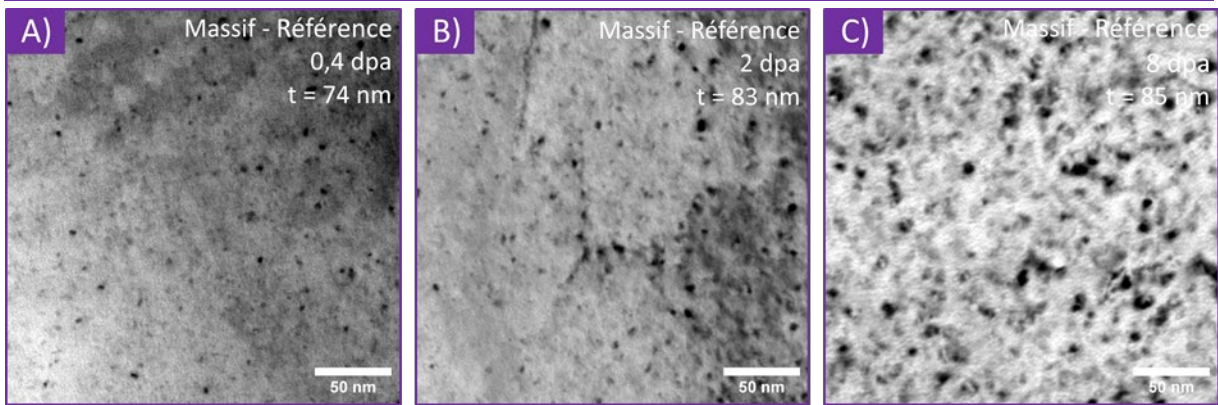


Figure III.26 : Micrographies STEM en axe de zone [001] après irradiation d'échantillons de référence massifs à JANNuS-Saclay pour des dose de A) 0,4 dpa, B) 2 dpa et C) 8 dpa.

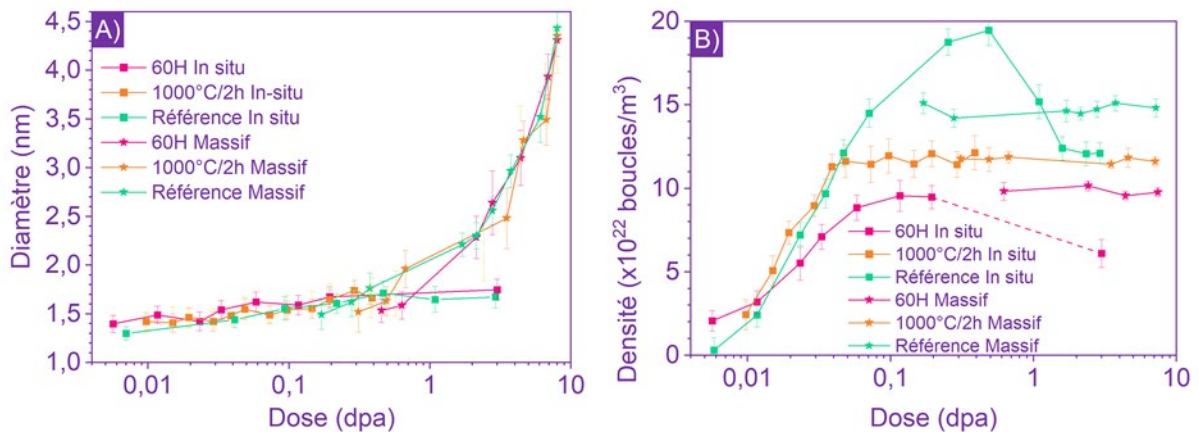


Figure III.27 : Évolution de A) la taille des boucles de Frank et B) de leur densité en fonction de la dose d'irradiation subie pour les échantillons de référence, comparés aux échantillons bruts de fabrication et recuit à 1000°C/2h.

#### III.2.2.4 - Discussion sur la cinétique de croissance des boucles de dislocation

Suite à l'étude de la cinétique de croissance des boucles de dislocations dans le Ni-20Cr, plusieurs conclusions sont tirées concernant l'impact de la stratégie de fabrication L-PBF et la différence de comportement avec les échantillons recuits et la référence.

##### Effet de la stratégie de fabrication L-PBF

Tout d'abord, les trois énergies volumiques de fabrication étudiées n'ont aucun d'impact sur la réponse du matériau à l'irradiation. Dans tous les cas, les mêmes défauts sont créés, identifiés comme étant en grande majorité des boucles de Frank. Une faible proportion de ces boucles se défaute pour devenir des boucles parfaites lorsque la dose d'irradiation dépasse 6 dpa.

Pour chaque stratégie de fabrication, la taille et la densité de ces boucles évoluent de la même manière selon la dose d'irradiation. Étant donné que les microstructures initiales sont relativement proches (les principales différences sont uniquement liées à la taille des grains et des cellules dendritiques ou à la texture du matériau) et qu'aucun effet n'a été noté au voisinage des joints grains, les boucles étant réparties de manière homogène, il est compréhensible que les comportements soient identiques pour toutes les stratégies de fabrication étudiées.

La saturation de la densité de défauts à très faible dose est un phénomène régulièrement observé dans les alliages métalliques irradiés. Cela est dû au fait qu'à faible dose, les défauts ponctuels sont plus stables sous forme de boucles de dislocation [134]. En revanche, passé un certain seuil, ici  $9,6 \times 10^{22}$  boucles/m<sup>3</sup>, les agrégats de défauts ponctuels sont suffisamment proches des boucles de

dislocation pour interagir et fusionner avec et participer à leur croissance. Il s'agit d'une transition entre un régime de nucléation et un régime de croissance des boucles, qui a lieu autour d'une dose de 0,08 dpa dans le cas des matériaux bruts de fabrication, comme cela est indiqué en Figure III.28. Une étude moins poussée de la cinétique de croissances des boucles de dislocations a aussi été réalisée sur les échantillons irradiés sur la ligne IRRSUD, dont les résultats sont indiqués en Annexe A.2, montrant que les défauts suivent une évolution semblable à celle observée dans les échantillons irradiés sur les lignes JANNuS-Orsay et JANNuS-Saclay.

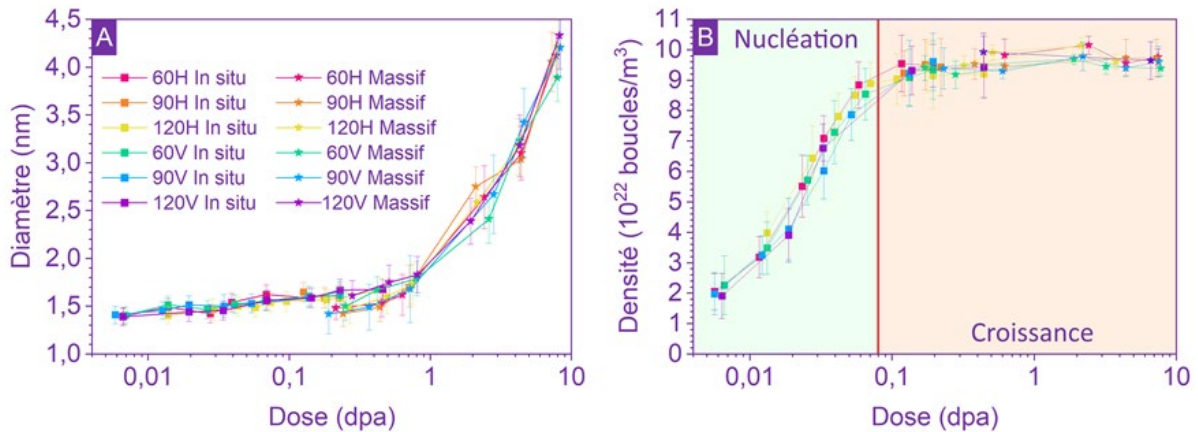


Figure III.28 : Évolution de A) la taille et B) la densité des boucles de dislocations dans les matériaux L-PBF bruts de fabrication irradié in situ et à JANNuS-Orsay et sous forme d'échantillon massifs à JANNuS-Saclay. La transition entre le régime de nucléation et de croissance des boucles pour une dose de 0,08 dpa est indiquée par la ligne rouge.

#### Comparaison avec les matériaux L-PBF recuits et de référence

Suite aux comparaisons réalisées avec les échantillons de références et L-PBF recuits, il est remarqué que la taille des défauts évolue de manière identique pour chaque type d'échantillon. Cependant, des divergences sont reportées à propos de l'évolution de la densité des boucles de dislocation. Tout d'abord, dans le régime de nucléation des boucles, un taux de nucléation sensiblement égal (entre  $339 \times 10^{22} \text{ dpa}^{-1}$  et  $364 \times 10^{22} \text{ dpa}^{-1}$ ) est mesuré pour les échantillons recuits et de référence, deux fois supérieur à celui des échantillons bruts de fabrication ( $161 \times 10^{22} \text{ dpa}^{-1}$ ). Ce comportement peut être expliqué par la forte densité de puits de défauts présents dans les matériaux bruts de fabrication (lignes de dislocations préexistantes, cellules dendritiques, précipités interdendritiques et intradendritiques), qui sont beaucoup moins nombreux dans les matériaux recuits et de référence. Ainsi, une grande partie des défauts ponctuels créés dans les échantillons L-PBF bruts de fabrication s'annihile sur ces puits, expliquant la nucléation plus lente des défauts étendus que sont les boucles de dislocations. Ce même comportement a déjà pu être observé par plusieurs études dans des matériaux L-PBF [98,135].

En revanche, la transition entre régime de nucléation et de croissance intervient plus rapidement dans le cas des échantillons recuits, pour une dose de 0,4 dpa contre 0,8 pour les échantillon L-PBF bruts de fabrication. Cette transition est plus difficile à interpréter dans le cas du matériau de référence, où un pic de densité de boucles de dislocation est observé dans les échantillons irradiés *in situ*, mais qui n'est pas relevé dans les échantillons massifs irradiés à JANNuS-Saclay. Une explication possible est la diminution progressive de la densité des puits de défauts dans les échantillons bruts de fabrication, et en particulier des lignes de dislocations préexistantes, comme cela sera montré dans la partie III.2.3. Comme la densité de puits de défauts diminue avec la dose d'irradiation, les défauts ponctuels vont moins s'annihiler à leur contact et cela leur permet de continuer de former des boucles de dislocation à des doses plus grandes que dans le cas des matériaux de référence et recuits.

### III. - Évolution de la microstructure du Ni-20Cr sous irradiation

---

Enfin, des hausses de la densité de boucles de dislocation à saturation de 31 % pour les échantillons recuits et de 53 % pour la référence sont notées par rapport aux échantillons bruts de fabrication. Cela s'explique également par la plus grande présence de puits de défauts dans les échantillons L-PBF bruts de fabrication.

Concernant les lames minces observées *in situ* ayant subi une dose d'irradiation supérieure à 0,5 dpa, comme l'échantillon de référence et le 60H brut, une baisse significative de la densité de boucles est notée. En se référant à la [Figure III.13](#) et à la [Figure III.25](#), il est possible de voir que des alignement de défauts semblables à des lignes dislocations sont formés pouvant justifier ce comportement. La formation de ces structures est expliquée au paragraphe [III.2.3.4](#).

#### III.2.3 - Évolution des lignes de dislocation et des cellules dendritiques

Lors des expériences d'irradiation *in situ*, des interactions entre les défauts d'irradiation et les dislocations préexistantes ont été observées, ce qui a amené à une étude approfondie de la modification des structures de dislocation sous irradiation dans le matériau brut.

##### III.2.3.1 - Évolution des lignes de dislocations sous irradiation

Les lames minces irradiées et observées *in situ* sont des échantillons particulièrement intéressants pour cette étude puisqu'il est possible de suivre l'évolution d'une même dislocation en fonction de la dose d'irradiation comme le montre l'exemple donné en [Figure III.29](#). Initialement, la dislocation notée 1 s'étend sur plus de 200 nm et est ancrée sur un précipité, comme cela est annoté en [Figure III.29A](#). En poursuivant l'irradiation à 0,1 dpa, le haut de la dislocation est déformé, elle se tord mais reste ancrée au précipité, tandis que le bas de la dislocation semble déjà rompu, se désagrégant en formant des « black dots », défauts non identifiés. L'augmentation de la dose d'irradiation confirme le processus en cours, à savoir la disparition progressive des lignes de dislocation suivies. Certains bouts de dislocations encore préservés semblent ancrés au niveau de boucles de Frank formées durant l'irradiation. Il semble que ces boucles interagissent avec la dislocation pour la casser en plusieurs parties. La même évolution peut être notée sur la dislocation 2.

L'effet des lignes de dislocation préexistantes dans un matériau a déjà été étudié lors d'irradiation *in situ* et il est connu que les dislocations peuvent se déplacer et/ou se déformer sous irradiations [136]. De plus, certaines études montrent qu'au voisinage des lignes de dislocations, la densité et la taille des boucles créées sont plus faibles, puisque les lignes de dislocation agissent comme des puits de défauts sur lesquelles les boucles vont s'annihiler [137,138], même si ce comportement n'a pas été observé dans ce cas.

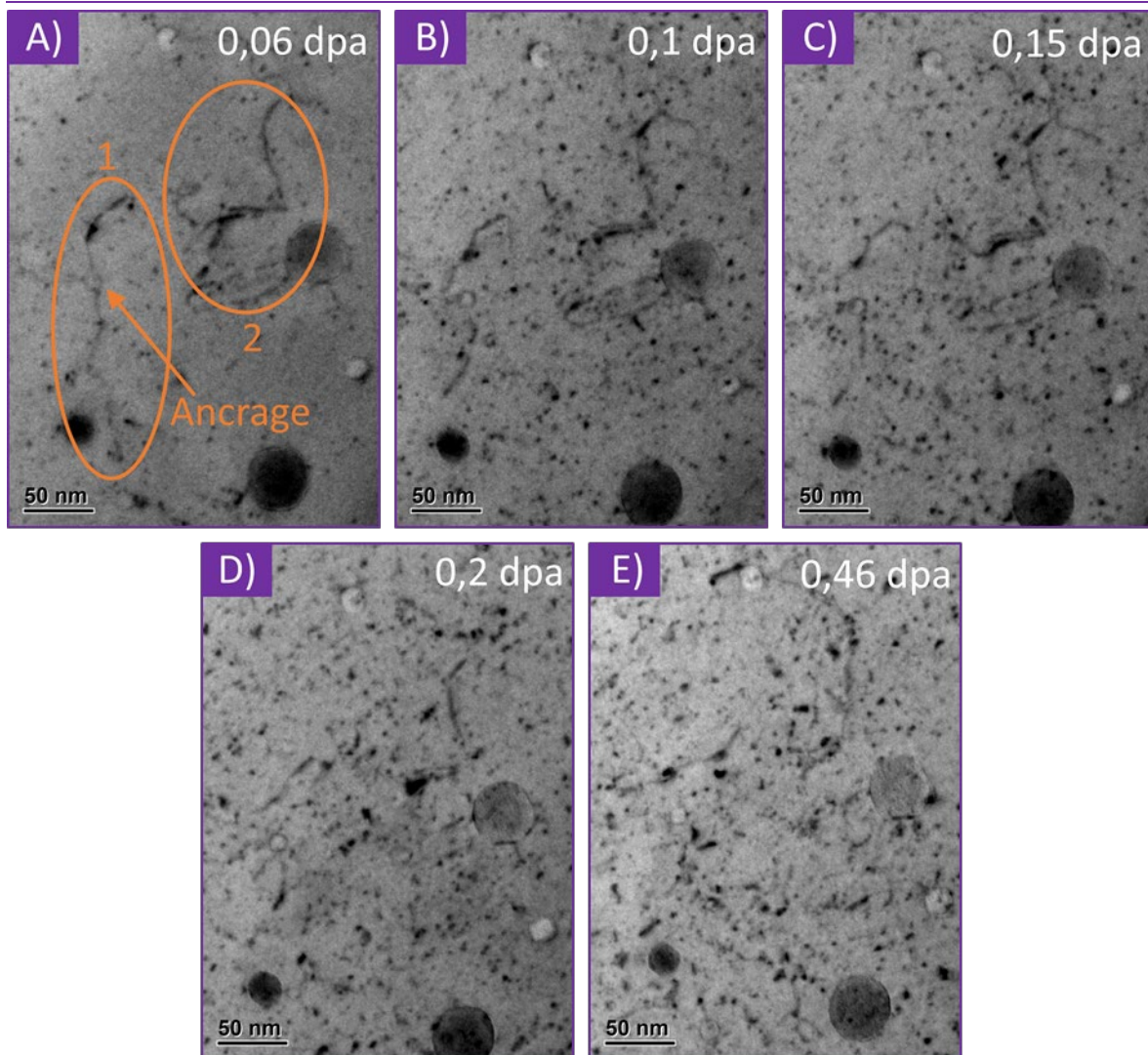


Figure III.29 : Évolution d'une dislocation sous irradiation dans un échantillon 120H irradié *in situ*.

### III.2.3.2 - Évolution de la densité de lignes de dislocation

En plus du suivi spécifique de certaines dislocations durant les irradiations *in situ*, l'évolution globale de la densité de lignes de dislocation préexistantes a été mesurée sur les lames FIB tirées des échantillons massifs irradiés à JANNuS-Saclay, suivant la même procédure que pour les échantillons non irradiés. Comme les mesures doivent s'effectuer sur des zones relativement grandes afin de compter assez de dislocations pour avoir des statistiques pertinentes, seule une mesure est réalisée par lame, sur toute sa profondeur, bien que la dose d'irradiation évolue progressivement. La **Figure III.30** rend compte de la différence observée au sein d'un même échantillon entre la partie irradiée et la partie non-irradiée. Les valeurs mesurées suite aux différentes observations réalisées dans chaque échantillon sont répertoriées dans le **Tableau III.6**. Dans le cas du matériau brut, une faible irradiation de 0,8 dpa au pic de dommage suffit à faire drastiquement chuter la densité de ligne de dislocation de 72 %. En poursuivant l'irradiation jusqu'à 8 dpa, la densité de dislocations diminue encore légèrement pour atteindre une baisse totale de 83 %. Ainsi, il semble que la majeure partie des dislocations disparaissent pour des doses inférieures à 0,8 dpa et que le processus ralentisse fortement au-delà de cette dose. Il est par ailleurs possible que les densités de lignes de dislocation mesurées soit sous-évaluées car leur visualisation est gênée par le nombre important de défauts d'irradiation formés, notamment à forte dose d'irradiation. Cependant, ces résultats restent en accord avec les observations réalisées sur les lames minces observées *in situ* montrant la disparition progressive des dislocations.



### III. - Évolution de la microstructure du Ni-20Cr sous irradiation

En revanche, que ce soit dans les matériaux recuits ou de référence, pour lesquels la densité initiale de lignes de dislocation est faible, l'irradiation n'a pas d'impact et cette densité reste constante.

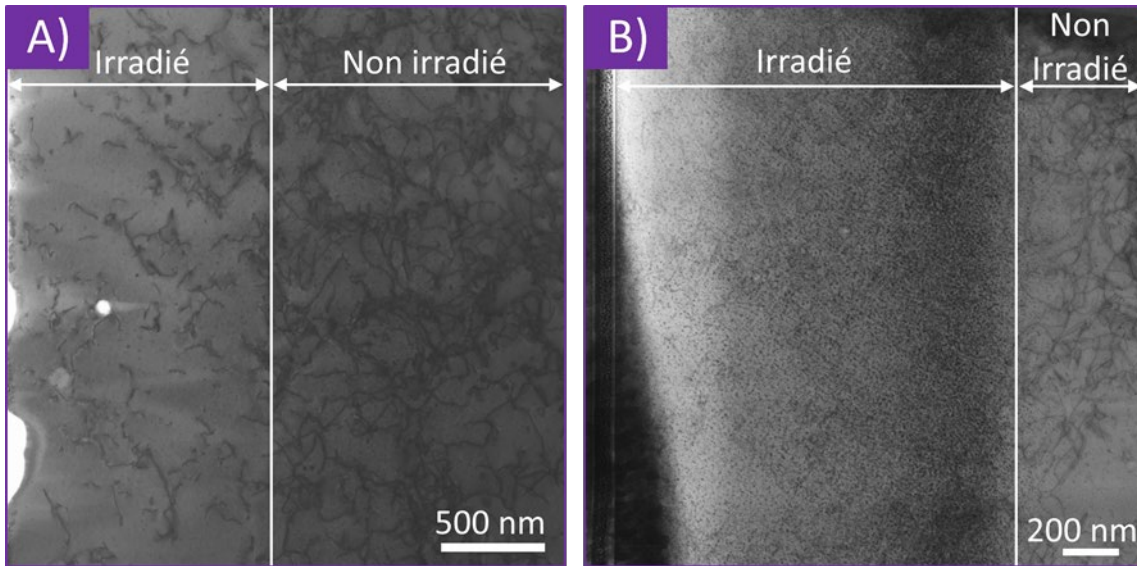


Figure III.30 : Micrographie STEM en axe de zone [001] d'échantillons 90V irradiés à une dose de A) 0,8 dpa au pic de dommage et B) 8,3 dpa au pic de dommage.

Tableau III.6 : Évolution de la densité de dislocations en fonction de la dose d'irradiation dans les différents échantillons.

Échantillon	Densité ( $m/m^3$ )
90V	$3,4 \pm 0,5 \times 10^{14}$
90V – 0,8 dpa	$8,8 \pm 0,7 \times 10^{13}$
90V – 8,3 dpa	$5,0 \pm 0,5 \times 10^{13}$
90V recuit 1000°C	$5,4 \pm 0,5 \times 10^{13}$
90V recuit 1000°C – 0,8 dpa	$4,5 \pm 0,5 \times 10^{13}$
90V recuit 1000°C – 8,3 dpa	$4,5 \pm 0,5 \times 10^{13}$
Référence	$7,8 \pm 0,5 \times 10^{13}$
Référence – 0,8 dpa	$7,7 \pm 0,6 \times 10^{13}$
Référence – 8,3 dpa	$8,0 \pm 0,7 \times 10^{13}$

L'irradiation n'a habituellement pas pour conséquence de modifier significativement la densité de lignes de dislocation préexistantes, ces dernières étant relativement stables. Des diminutions négligeables sont parfois notées, expliquées par la montée des dislocations sous irradiation, phénomène lié à l'absorption de défauts ponctuels créés et permettant le mouvement des dislocations jusqu'en surface [139]. Cependant, cela ne peut pas expliquer la baisse importante observée dans le cas du matériau L-PBF brut de fabrication. Pour mieux comprendre ce phénomène, il est nécessaire de déterminer quelles sont les structures et les lignes de dislocations qui disparaissent et celles qui persistent.

#### III.2.3.3 - Évolution des cellules de dislocations.

En se référant à la microstructure de départ, les principales caractéristiques susceptibles d'expliquer la baisse de la densité de lignes de dislocation sont les cellules de dislocation, dont les parois sont composées d'une forte densité de lignes de dislocation enchevêtrées. Ainsi, le suivi de ces cellules des dislocations sous irradiation a été entrepris, mais s'est révélé complexe. Bien qu'elles n'aient pas pu être suivies *in situ* lors de l'irradiation puisque les conditions imposées par le dispositif expérimental ne permettaient pas leur observation, certaines cellules de dislocation ont pu être imagées après les irradiations. Après une dose d'irradiation de 0,23 dpa, les images STEM prises en axe de zone [001] en Figure III.31 montrent une dissolution progressive des cellules de dislocation. La densité de lignes de

dislocation composant les parois des cellules est fortement réduite, ce qui se traduit par une diminution de l'épaisseur de ces parois autour de 30 nm, contre 81 nm avant irradiation, signe que les dislocations qui ont été annihilées suite à l'irradiation pourraient être celles composant les cellules de dislocations. De plus, certains pans entiers des parois de cellules disparaissent parfois, rendant difficile la démarcation entre les cellules.

Après une dose d'irradiation de 0,46 dpa, les images MET en [Figure III.32](#) démontrent que le phénomène de dissolution des cellules de dislocation déjà débuté pour une dose de 0,23 dpa progresse encore. Les cellules sont démarquées uniquement par une ou deux lignes de dislocation lorsqu'elles sont encore visibles, et l'épaisseur des parois est donc difficile à estimer. La [Figure III.32.B](#) confirme qu'aucune différence de comportement n'est observée au niveau des parois des cellules de dislocation en terme de cinétique de croissance, puisque les boucles de dislocation  $\gamma$  sont identiques à celles à l'intérieur des cellules.

Sur les échantillons massifs irradiés sur la ligne JANNuS-Saclay, les cellules de dislocations n'ont pas pu être observées, malgré le fait que lors de la préparation FIB, les dendrites étaient encore observées en surfaces. Cela peut s'expliquer car sur les lames minces observés *in situ*, il a été remarqué que ces cellules disparaissent progressivement, même pour des doses faibles de 0,2 dpa. Il est donc possible qu'à plus forte dose d'irradiation, les cellules soient entièrement dissoutes, comme c'est le cas dans les échantillons recuits. De plus, la largeur des lames FIB d'environ 6  $\mu\text{m}$  limite le nombre de cellules potentiellement visibles.

L'évolution de ces cellules de dislocation sous irradiation est soumise à controverse. En effet, dans l'inconel 718 FA, les cellules semblent stables sous irradiation *in situ* à 450 °C aux ions Kr d'énergie 1 MeV jusqu'à une dose de 3 dpa [95]. Dans l'acier 316L FA également irradié aux ions Kr d'énergie 1 MeV à 400 °C jusqu'à une dose de 5,5 dpa, Shang et al. [135] observent aussi une relative stabilité de ces structures, mais notent un léger déplacement des dislocations entraînant un élargissement des parois cellulaires. Cependant, Colette [140] et Li et al. [98] ont remarqué une dissolution progressive de ces cellules dans un acier austénitique 316L irradié *in situ* à respectivement 280 °C et 450 °C, même pour des doses inférieures à 0,5 dpa. Il est donc possible que la stabilité de ces structures dépende des paramètres de fabrication L-PBF. Deux principaux mécanismes sont avancés pour expliquer ce phénomène : la diffusion assistée par irradiation et le fluage d'irradiation.

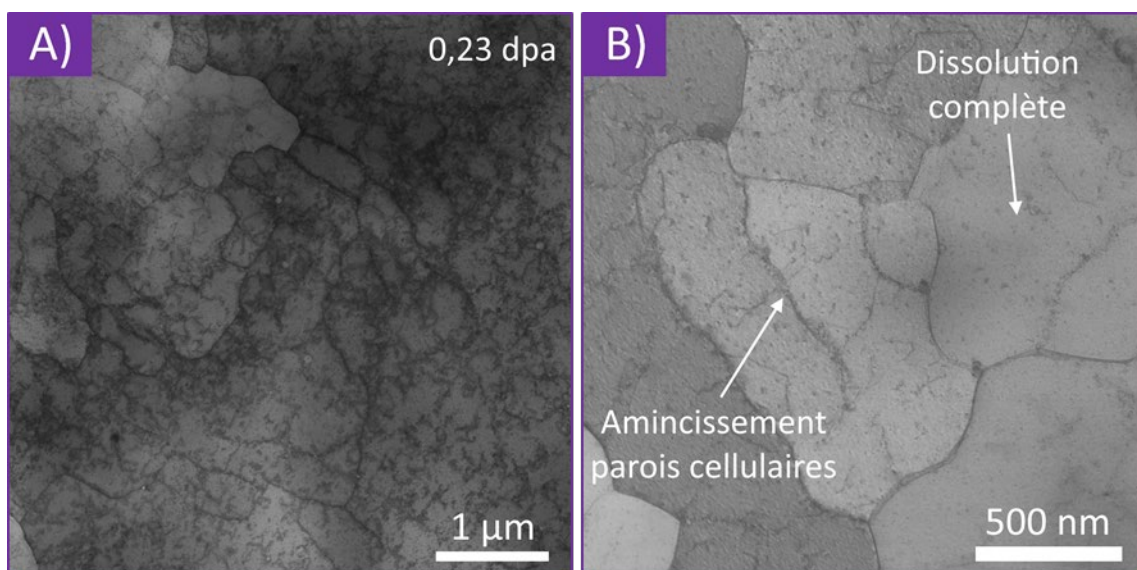


Figure III.31 : Micrographies STEM d'un échantillon 60H irradié *in situ* à une dose de 0,2 dpa.

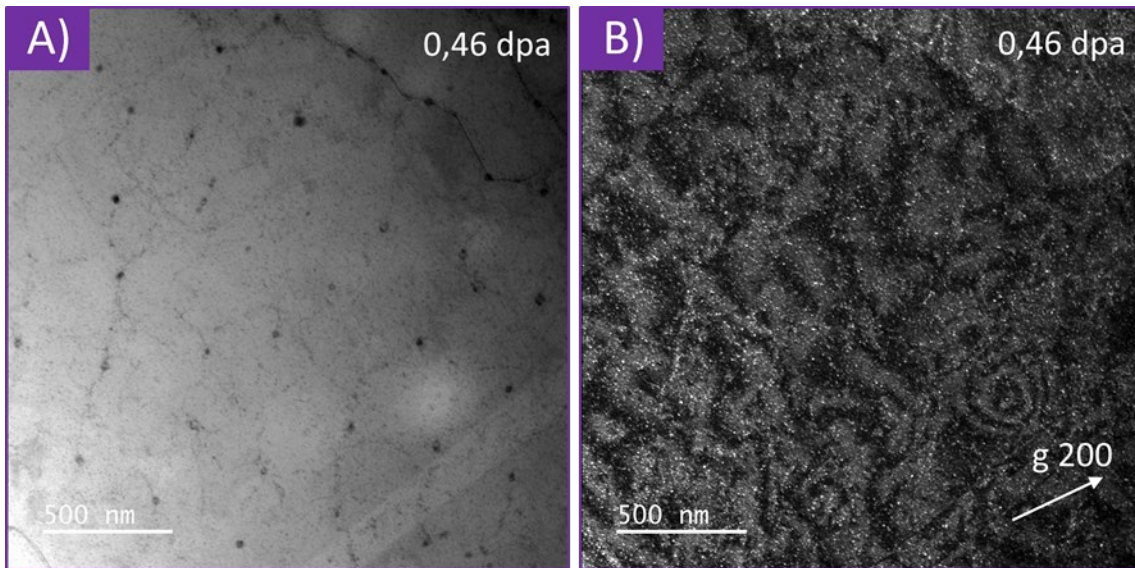


Figure III.32 : Micrographies MET A) en champ clair et B) WBDF d'un échantillon 120H montrant les traces des cellules de dislocation après irradiation à une dose de 0,46 dpa,

### Fluage d'irradiation

La seconde hypothèse pouvant expliquer la dissolution des cellules de dislocation est le fluage d'irradiation. Ce phénomène explique que l'application d'une contrainte constante sous irradiation induit un fluage beaucoup plus important que celui attendu sous fluage thermique. Il est notamment prépondérant à basse température, où le fluage thermique est faible. Plus la température d'irradiation augmente, moins l'impact du fluage d'irradiation est important, jusqu'à devenir négligeable pour  $T > 0,5 T_f$ . Les expériences d'irradiation ont été réalisées à 450 °C, soit  $T = 0,32 T_f$ , où le fluage d'irradiation est susceptible de jouer un rôle important. De manière générale, la loi de fluage permet d'exprimer la vitesse de déformation  $\dot{\epsilon}$  en fonction de la contrainte  $\sigma$  appliquée telle que :

$$\dot{\epsilon} = A \varphi \sigma^n \exp\left(-\frac{Q}{kT}\right)$$

Avec  $A$  une constante dépendant du matériau,  $\varphi$  le flux d'irradiation,  $n$  un exposant dont la valeur est principalement liée à la contrainte appliquée et qui vaut généralement 1 lorsqu'elle est inférieure à la limite d'élasticité,  $Q$  l'énergie d'activation,  $k$  la constante de Boltzmann et  $T$  la température.

Plusieurs mécanismes permettent de comprendre le fluage d'irradiation, basés sur la génération et la mobilité des défauts ponctuels sous irradiation ou sur le glissement des dislocations. Dans le cas présent, la dissolution des cellules de dislocations pourrait être expliquée par le phénomène de glissement des dislocations assisté par la montée. Les dislocations coins montent pour diminuer le nombre d'obstacles que les lignes de dislocations rencontrent et ainsi favoriser leur glissement. La montée des dislocations peut être liée à différents processus dont le modèle de fluage d'interstitiels, qui suppose que les dislocations se courbent sous l'effet de la contrainte jusqu'à une position d'équilibre. La dislocation va ensuite monter par absorption d'interstitiels jusqu'à une nouvelle position d'équilibre où le même processus sera répété [141] jusqu'à atteindre la surface. Selon ce mécanisme, la vitesse de déformation peut être redéfinie telle que :

$$\dot{\epsilon} = \rho_m b v$$

Où  $\rho_m$  est la densité de dislocations mobiles,  $b$  est leur vecteur de Burgers et  $v$  leur vitesse de déplacement moyenne [142].

Comme les matériaux L-PBF gardent d'importantes contraintes résiduelles suite à leur fabrication, la contribution de ce mécanisme est envisageable. Il est possible d'estimer ces contraintes résiduelles à l'aide de la diffraction des rayons X ou des neutrons, en fonction du décalage des pics de diffraction par rapport à une référence [143,144]. Dans le cas de l'inconel 718 L-PBF, une étude a permis de montrer que selon la stratégie de fabrication employée, les contraintes résiduelles varient entre 600 et 190 MPa, ce qui est suffisamment important pour entraîner un fluage d'irradiation. Le terme fluage est ici un abus de langage puisque la contrainte appliquée n'est pas constante, mais diminue au fur à mesure jusqu'à atteindre un point d'équilibre. Le mécanisme de montée des dislocations paraît aussi pertinent puisqu'il explique la courbure de certaines dislocations qui a pu être observée lors des expériences d'irradiation *in situ*.

La diffusion assistée par irradiation et le fluage d'irradiation sont deux phénomènes qui ocurrent tous les deux en même temps et il est difficile de déterminer lequel est prépondérant et permet la dissolution des cellules de dislocation.

#### III.2.3.4 - Création de structures de défauts ordonnés lors d'irradiation *in situ*

En plus de la disparition progressive des lignes de dislocation sous irradiation, un phénomène contraire est remarqué à plus forte dose d'irradiation dans les lames minces irradiées *in situ*. En effet, pour une dose de 3 dpa, des structures semblables à des dislocations sont formées, toutes alignées plus ou moins dans la direction  $\langle 100 \rangle$ , comme cela est montré en Figure III.33. L'espacement entre ces lignes est compris entre 20 et 40 nm. La dose pour laquelle ce réseau commence à apparaître dans les échantillons bruts de fabrication n'est pas connue car aucune image n'a été prise *in situ* au-delà d'une dose de 0,4 dpa. Cependant, ces mêmes alignements sont observés dans les échantillons de références à partir d'une dose de 0,5 dpa, et il est donc probable qu'ils apparaissent pour une dose relativement proche dans les échantillons bruts. La formation de telles structures a déjà été reportée plusieurs fois, par exemple par Kaoumi et Adamson [145] dans deux aciers ferritiques/martensitiques de structure cristalline cubique centrée (CC), dans lesquels ces défauts sont alignés dans la direction  $\langle 110 \rangle$ , mais aussi par Xu et al. [146] dans un acier austénitique, orientés dans la direction  $\langle 100 \rangle$ . Le mécanisme de formation de ces défauts est lié à l'auto-alignement des boucles de Frank initiales. Celles-ci sont à l'origine sessiles et possèdent un vecteur de Burgers  $\vec{b} = a/3 \langle 111 \rangle$ . Lorsque leur densité devient trop élevée, ces défauts changent de nature, se défont pour devenir des boucles parfaites glissiles de vecteur de Burgers  $\vec{b} = a/2 \langle 110 \rangle$ . Elles s'agglomèrent ensuite pour former de courts segments qui vont s'agrandir au fur à mesure jusqu'à former des alignements [146]. Du fait de la modification de leur vecteur de Burgers, ces alignements ne sont pas toujours observables en mode faisceau faible en utilisant le vecteur de diffraction  $g(200)$ . La raison avancée pour la formation de ces défauts est la minimisation des interactions élastiques qui existent entre elles étant donné leur proximité [147]. La formation de ces défauts explique aussi la baisse de la densité de boucles de Frank qui est observée conjointement, puisqu'elles se défont pour former ces structures qui deviennent des puits de défauts. Cependant, ces alignements ne sont pas observés dans les échantillons massifs irradiés sur la ligne JANNuS-Saclay, même à plus forte dose d'irradiation. Il semble donc que la formation de ces alignements soit aussi liée à la fine épaisseur des lames MET, induisant une contrainte interne supplémentaire.

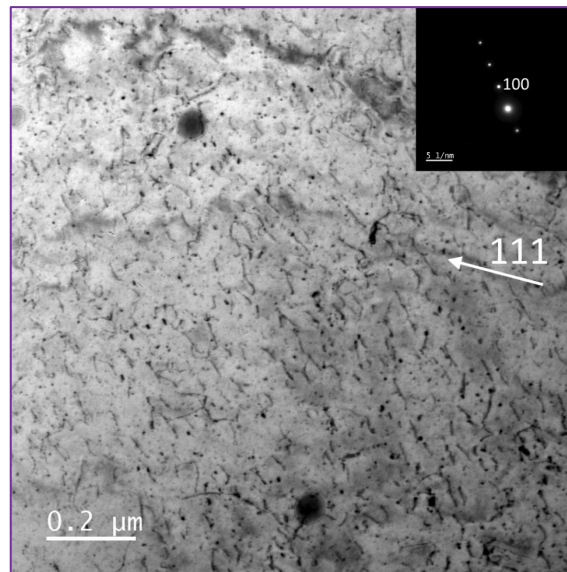


Figure III.33 : Image MET en mode deux ondes  $g_{111}$ , en champ clair d'un échantillon 60H irradié jusqu'à une dose de 3 dpa.

#### III.2.4 - Effet de l'irradiation sur la précipitation et la ségrégation

L'irradiation est connue pour induire un phénomène de ségrégation des éléments d'alliage, ici le chrome mais aussi le silicium et l'aluminium, notamment aux joints de grains [47], pouvant dans certains cas entraîner de la précipitation, fragilisant le matériau [148]. Il est donc important de surveiller l'évolution des précipités déjà présents, des joints de grains et la potentielle création de précipités, d'autant plus que la formation de SRO est connue pour intervenir autour de la température d'irradiation.

##### III.2.4.1 - Évolution des précipités interdendritique et intradendritique

Suite à l'irradiation, la densité et la taille des précipités interdendritiques de Type 1 sont à nouveau mesurées. Elles restent constantes, respectivement à  $1,1 \times 10^{15} \text{ m}^{-3}$  et 48 nm. Tout comme les dislocations, il s'agit de puits de défauts importants qui peuvent modifier localement la cinétique de croissance des boucles de dislocation. Sur la Figure III.34, il est remarqué que bien que quelques boucles de dislocation semblent ancrées à l'interface de ces précipités, leur densité et leur taille à cet endroit sont identiques à celles présentes dans la matrice. Jusqu'à des doses inférieures à 0,4 dpa, très peu d'évolutions sont notées. Cependant, au fur et à mesure de l'irradiation, certains précipités se facettent, c'est-à-dire qu'à l'origine sphérique, des arêtes bien définies sont formées. C'est un phénomène connu et couramment observé sous irradiation, y compris dans des matériaux comme le nickel, pour des cavités dont le diamètre est supérieur à la dizaine de nanomètres [149]. Il intervient normalement sur des plans particuliers d'index cristallographiques bas, tels que (100) et (111) dans le cas des CFC. Ce phénomène est plus rare dans le cas des précipités. Enfin, de nombreuses analyses EDS telle que celle présentée en Figure III.34.C n'ont pas permis de mettre en évidence de ségrégation élémentaire au niveau de ces précipités, que ce soit à l'intérieur ou à l'interface avec la matrice, comme cela est souvent rencontré.

Les précipités intradendritiques sont encore présents dans les échantillons L-PBF bruts de fabrication après irradiation à une dose de 3 dpa comme le montre la Figure III.34.D, signe de leur stabilité sous irradiation, alors qu'ils sont dissous par un recuit à 1000 °C / 2h avant irradiation. Cela est aussi cohérent avec le fait que le recuit entraîne une dissolution partielle des précipités interdendritiques alors qu'ils restent identiques après irradiation. La diffusion sous irradiation n'est pas suffisamment importante pour impacter les précipités.

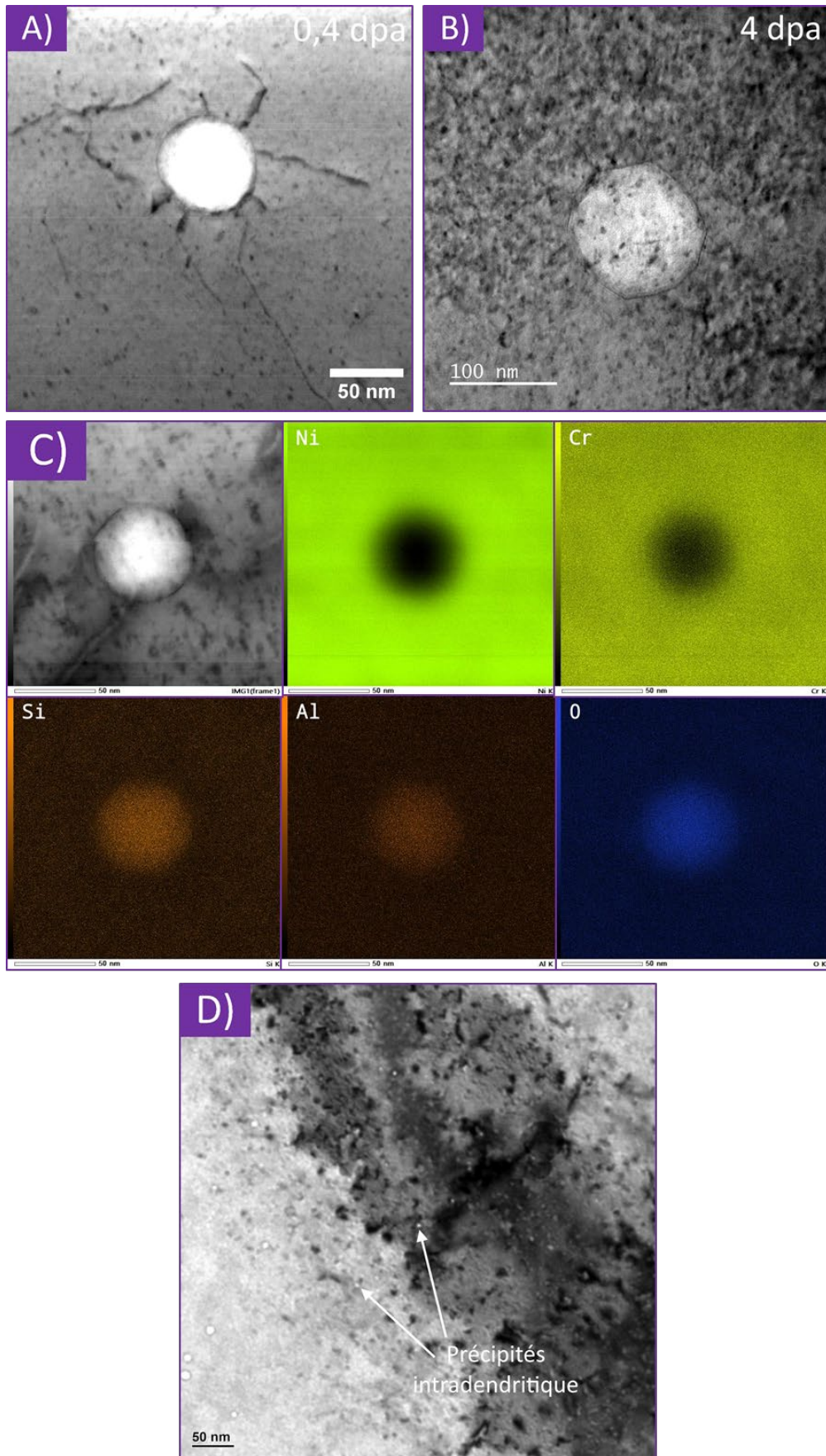


Figure III.34 : Micrographies de A) un précipité irradié à 0,4 dpa et B) un précipité irradié à 4 dpa. C) représente l'analyse EDS d'un autre précipité irradié à une dose de 3 dpa. D) Micrographie MET d'un échantillon 60H irradié à une dose de 4 dpa présentant des précipités intradendritiques.

### III. - Évolution de la microstructure du Ni-20Cr sous irradiation

#### III.2.4.2 - Évolution des joints de grains

Tout comme les précipités, l'évolution de la composition chimique des joints de grains sous irradiation a été suivi par analyse EDS. La Figure III.35 ne permet de mettre en évidence aucune ségrégation. Il semble donc que l'irradiation n'influe pas sur les joints de grains et ne les fragilise pas.

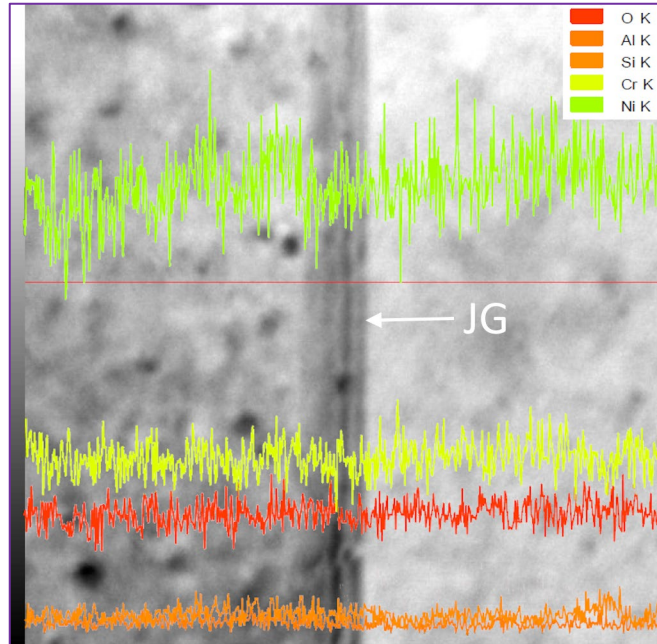


Figure III.35 : Analyse EDS d'un joint de grain (JG) dans un échantillon 90H après irradiation à une dose de 3 dpa.

#### III.2.4.3 - Ordre à courte distance

D'après les études de Astrahantzev sur la formation d'ordre à courte distance (SRO) sous irradiation dans le Ni-20Cr [102,103], l'irradiation à 100 °C par des neutrons thermiques permet la formation de SRO, mise en évidence par mesure de résistivité électrique. Cet ordre à courte distance n'est formé en temps normal que pour des températures de recuit entre 500 et 600 °C. Or, il a précédemment été supposé que la diffusion assistée par irradiation permet d'atteindre des coefficients de diffusion semblables à ceux d'une diffusion thermique à 700 °C, expliquant le phénomène de dissolution des cellules dendritiques. Or, à cette température, le SRO n'est pas stable, et comme aucune preuve de sa présence n'a pu être établie, il est supposé que le SRO n'est pas formé.

De plus, le SRO agit comme obstacle au mouvement des dislocations. S'il avait été précipité, les dislocations auraient pu être fortement ancrées à leur niveau, et sous l'effet du fluage observé, certaines d'entre elles devraient montrer des signes importants de contraintes, ce qui n'a pas été observé lors des expériences *in situ*.

## III.3 - Synthèse

### III.3.1 - Cinétique de croissance des défauts

Les observations MET ont permis de tirer de nombreuses conclusions concernant l'évolution de la microstructure du Ni-20Cr sous irradiation. Tout d'abord, l'irradiation induit la formation de défauts identiques dans chacun des échantillons étudiés (L-PBF bruts de fabrication, L-PBF recuits et référence), identifiés comme étant en grande majorité des boucles de Frank. Des boucles parfaites sont aussi identifiées lorsque la dose d'irradiation est supérieure à 6 dpa, dans de faibles proportions variant entre 5 et 8 % au niveau du pic de dommage selon les échantillons. Toutes ces boucles de dislocation sont réparties de manière homogène, que ce soit au cœur de la matrice ou aux abords des puits de défauts que sont les joints de grains, les précipités ou les cellules de dislocations dans le cas des échantillons L-PBF.

Tous les échantillons L-PBF bruts de fabrication subissent la même évolution de leur microstructure, quelle que soit la stratégie de fabrication employée (énergie volumique déposée de 60 J/mm<sup>3</sup>, 90 J/mm<sup>3</sup> ou 120 J/mm<sup>3</sup>), ce qui pouvait être attendu étant donné que les microstructures initiales sont proches. Dans tous les cas, la cinétique de croissance des boucles est identique. La densité de défauts augmente rapidement jusqu'à 9,6x10<sup>22</sup> m<sup>-3</sup> pour une dose de 0,08 dpa, puis arrive à saturation. En poursuivant l'irradiation à plus forte dose, seule la taille des boucles continue de croître de façon linéaire jusqu'à un diamètre moyen de 4,2 nm pour une dose de 8,3 dpa. Il s'agit d'une transition entre un régime de nucléation et un régime de croissance des boucles, phénomène rencontré dans de nombreux matériaux. Cependant, deux types de populations sont distinguées à forte dose, une part dont la taille reste faible, autour de 2 nm à 3 nm, et une seconde dont la taille moyenne est de 7 nm.

Dans le cas des échantillons recuits et de référence, la taille de boucles évolue de manière identique aux échantillons L-PBF bruts de fabrication. En revanche, le taux de nucléation des boucles est deux fois plus important, ce qui s'explique par une plus faible densité de puits de défauts (disparition des cellules de dislocations et diminution du nombre de précipités). De plus, cette même cause justifie que la densité de boucles de dislocation soit plus élevée dans les échantillons recuits et de référence que dans les échantillons bruts de fabrication (+ 31 % et + 53 % de boucles respectivement). Enfin la transition entre régime de nucléation et régime de croissance intervient à plus faible dose pour les échantillons de L-PBF recuits que dans les échantillons L-PBF bruts de fabrication (0,04 dpa contre 0,08 dpa). Cela s'explique par une diminution progressive de la densité de puits de défauts dans le matériau brut de fabrication, lié à la dissolution des cellules de dislocation, ce qui permet de former de nouveaux défauts pour des doses plus élevées.

### III.3.2 - Autres modification microstructurales

En plus de la formation et de la croissance des boucles, d'autres modifications microstructurales ont été observées au sein des échantillons L-PBF bruts de fabrication. En effet ces matériaux présentent une forte densité de lignes de dislocation, qui disparaissent sous irradiation, ce qui n'est pas remarqué dans le cas des matériaux recuits et de référence, qui présentent beaucoup moins de lignes de dislocation initiales. Ces dislocations ont été identifiées comme étant principalement celles composant les cellules de dislocation, formées suite aux fortes contraintes résiduelles imposées par le processus de fabrication. Ces contraintes sont probablement relaxées par un phénomène combiné de fluage d'irradiation et de diffusion assistée par irradiation, entraînant la dissolution progressive des cellules. Pour une dose de 0,23 dpa, l'épaisseur des parois des cellules est déjà réduite à 35 nm, contre 81 nm avant irradiation, et certains pans de parois semblent avoir entièrement disparu. Pour une dose de 0,46 dpa, les cellules semblent presque totalement dissoutes.



### III. - Évolution de la microstructure du Ni-20Cr sous irradiation

---

Dans le cas des irradiations *in situ*, une dose d'irradiation supérieure à 0,5 dpa entraîne la formation de structures de défauts ordonnés, ressemblant à des lignes de dislocation. Il s'agit en fait de boucles de Frank, qui se défautent et s'alignent les unes par rapport aux autres dans la direction  $\langle 110 \rangle$  afin de minimiser les interactions élastiques qui existent entre elles étant donné leur proximité. Il semble aussi que la faible épaisseur des lames minces *in situ* ait pour effet d'augmenter ces contraintes puisque ce phénomène n'est pas observé dans les échantillons massifs.

En revanche, d'autres effets couramment rencontrés dans les matériaux irradiés n'ont pas ici été remarqué, que ce soit la formation de cavités, qui aurait pu intervenir pour une température d'irradiation de 450 °C, une ségrégation élémentaire au niveau des joints de grains ou des précipités, ou encore la précipitation de SRO.

---

IV. Évolution des  
propriétés mécaniques  
du Ni-20Cr sous  
irradiation

---

## IV.1 - Essais de compression micro-piliers

Les modifications microstructurales induites par l'irradiation ont un fort impact sur les propriétés mécaniques, qu'il est intéressant de mesurer. Cependant, l'irradiation aux ions n'affecte que les premiers microns en surface des échantillons. L'évaluation des propriétés mécaniques des matériaux irradiés dans cette étude nécessite donc d'adapter les techniques usuelles pour ne sonder que la partie irradiée. Deux techniques ont ici été employées : la nano-indentation et la compression micro-pilier.

Les essais de nano-indentation ont été réalisés sur les échantillons irradiés sur la ligne JANNuS-Saclay, pour des doses d'irradiation de 0,8 et 8,3 dpa, et à des profondeurs d'indentation de 200 nm, 1  $\mu\text{m}$  et 2  $\mu\text{m}$ . Ces essais sont rapides et nécessitent peu de préparation. Toutes sortes de conditions d'irradiation peuvent donc être testées. Ils n'ont malheureusement pas permis de parvenir à une conclusion satisfaisante étant donné la forte dispersion entre les essais sur un même échantillon et des résultats contradictoires selon les énergies de fabrication et les profondeurs d'indentation, malgré une évolution identique de la microstructure pour toutes les stratégies de fabrication. Ils sont donc présentés uniquement en [Annexe A.3](#). Il est possible que les écarts observés soient causés par une orientation de grains différentes, puisqu'il n'était pas possible de la déterminer lors des tests. Or, cela peut avoir une grande importance en FA, étant donné la présence des dendrites et de sous-joints de grains, et la plupart des études de nano-indentation sur les matériaux L-PBF sont réalisées avec des dispositifs permettant une caractérisation EBSD [150].

Les essais de compressions micro-piliers permettent quant à eux de solliciter en contrainte uniaxiale un grain unique, et donc de comprendre plus facilement les mécanismes de déformation qui ont lieu. Cependant, ces tests prennent plus de temps puisqu'il est nécessaire d'usiner au FIB de nombreux piliers. Pour cette raison, ces tests n'ont pu être menés que sur un nombre limité d'échantillons. Il a été décidé d'étudier les matériaux L-PBF bruts de fabrication, recuits à 1000°C/2h et de référence, avant et après irradiation à une dose de 6,4 dpa sur la ligne IRRSUD, donnant une profondeur d'implantation de 5,8  $\mu\text{m}$ . Ainsi seuls les effets du traitement thermique et de la technique de fabrication ont été étudiés pour une irradiation donnée, et l'effet de la dose d'irradiation ou de la stratégie de fabrication n'est pas pris en compte.

### IV.1.1 - Observations MEB des micro-piliers

Les essais de compression micro-piliers sont réalisés selon le protocole décrit en partie [II.5.1](#). Il est rappelé que tous ces échantillons ont été testés selon la même direction de compression afin que l'orientation des dendrites n'influe pas sur les résultats. La direction de compression choisie est proche de la direction  $\langle 110 \rangle$  afin de maximiser le facteur de Schmid  $m$  et car elle correspond à l'orientation préférentielle des grains dans le matériau L-PBF.

#### IV.1.1.1 - Avant compression

Des observations MEB avant compression sont réalisées pour s'assurer de l'état des piliers. Elles permettent entre autres de s'assurer que le pilier ne contient qu'un seul grain et qu'aucun défaut visible sur le pilier n'entraînera une erreur de mesure significative. La [Figure IV.1](#) représente quelques piliers après usinage et les principaux défauts qu'il est possible de rencontrer. Ces derniers sont souvent dus à l'état de surface initial de l'échantillon, comme les piqûres liées à la préparation par électropolissage, ou à l'usinage FIB qui peut laisser des traces d'ions ou redéposer de la matière en surface du pilier. Si la plupart de ces défauts sont négligeables et n'engendrent pas de conséquences, une redéposition trop importante peut empêcher le contact entre la pointe et le pilier et ainsi fausser les résultats. Dans ce cas, le pilier est écarté.

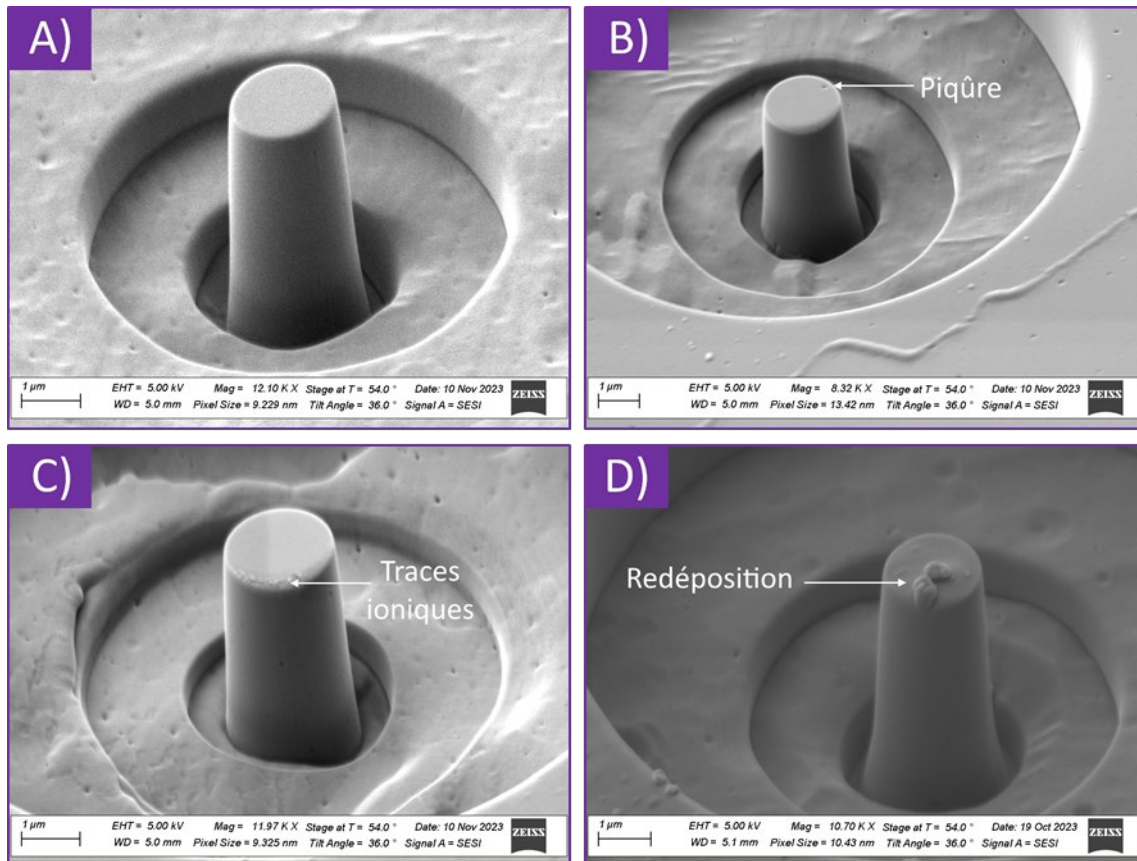


Figure IV.1 : Micrographie MEB de micro-piliers avant compression montrant quelques défauts parfois rencontrés. A) Pilier intact, B) Défaut de piqûre lié à la préparation par électropolissage. C) Trace du faisceau d'ions laissé par la préparation FIB. D) Redéposition de matière suite à la pulvérisation entraînée par le faisceau d'ions.

#### IV.1.1.2 - Après compression

Après les essais de compressions, des micrographies MEB des piliers sont à nouveau réalisées, permettant de vérifier le bon déroulement des tests et de relier les structures finales aux données mesurées. Cela apporte des informations complémentaires sur les mécanismes de déformation plastique. Un exemple de piliers après tests est donné en Figure IV.2, sur laquelle les plans de glissement sont visibles sous la forme d'ellipses. Pour la plupart des essais, ils sont répartis sur toute la hauteur des piliers, preuve que la sollicitation a bien affecté les piliers en entier et que l'angle de conicité est suffisamment faible. Les images étant prises à un angle de  $52^\circ$  par rapport à la surface du pilier, une correction est effectuée pour mesurer l'angle des plans de glissement par rapport à la direction de compression  $\langle 110 \rangle$ . Cet angle est évalué entre  $33^\circ$  et  $39^\circ$  selon les images, confirmant que les systèmes actifs sont bien de type  $(111)[110]$ , pour lesquels un angle de  $35^\circ$  est attendu. Au sein d'un même échantillon, les piliers peuvent subir un glissement simple ou double (un ou deux systèmes de glissement activés). En effet, si la direction de compression est exactement  $\langle 110 \rangle$ , 4 systèmes de glissement sont actifs, chacun ayant un facteur de Schmid  $m = 0,408$ . Mais pour réaliser les essais, la direction de compression est ajustée afin d'obtenir  $m$  le plus élevé possible et faciliter le cisaillement. Par conséquent, les facteurs de Schmid des 4 systèmes actifs varient légèrement et le nombre de systèmes activés peut différer selon les essais, en fonction de modifications locales de l'orientation des piliers. C'est pourquoi certains piliers subissent un glissement simple et d'autres un glissement multiple, même s'ils ne sont espacés que d'une dizaine de micromètres. Cela n'influence pas les résultats de limite d'élasticité et de cisaillement critique résolue puisque que seule la déformation élastique est prise en compte pour ces mesures.

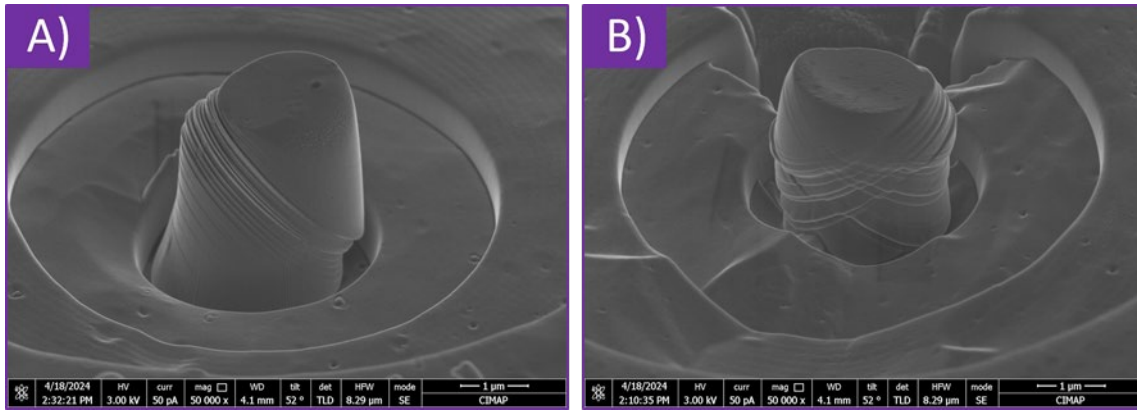


Figure IV.2 : Micrographie MEB de micro-piliers après compression. A) Micro-pilier subissant un glissement simple. B) Micro-pilier subissant un glissement multiple.

### IV.1.2 - Résultats des essais de compression micro-piliers

Suite aux essais de compression, les courbes de déformation/contrainte obtenues pour chaque essai et échantillon sont illustrées en Figure IV.3. Pour chacune de ces courbes, un régime linéaire correspondant à une déformation élastique est d'abord observé à faible déformation. Au-delà, des chutes de charges interviennent fréquemment, accompagnées par un saut de contrainte. Cela s'explique par une déformation plastique liée à l'activation d'un nouveau plan de glissement, tels que ceux observés sur les images MEB précédentes. Des dislocations sont créées dans ce plan et se mettent en mouvement instantanément, entraînant une forte diminution de la hauteur du pilier et une perte momentanée de contact avec la pointe. Après ce saut de contrainte, la contrainte augmente subitement afin de débloquer de nouvelles sources de dislocations permettant la poursuite de la déformation plastique [151].

À partir de ces courbes, les valeurs de limite d'élasticité  $\sigma_e$ , de module d'Young  $E$  et de cisson résolue limite  $\tau_{CRSS}$  sont calculées, répertoriées en Tableau IV.1 et illustrées en Figure IV.4. Pour rappel, les valeurs mesurées sont fortement dépendantes de la taille des micro-piliers. C'est pourquoi tous les piliers possèdent les mêmes dimensions, à savoir un diamètre de 2 µm et une hauteur de 4 µm. Il a en particulier été démontré que dans le Ni L-PBF, la limite d'élasticité évaluée sur des piliers de diamètre inférieure à 4 µm est grandement supérieure à celle mesurée lors d'un essai de compression classique sur un échantillon de 5 mm de hauteur et de diamètre 2,5 mm [152]. Cela est ici vérifié par le fait que la limite d'élasticité du Ni-20Cr élaboré à 90 J/mm<sup>3</sup> a été évaluée à 482 MPa par Lelièvre [76] alors que celle mesurée dans les micro-piliers est de 655±52 MPa, soit une augmentation de 36%. De même, le module d'élasticité du matériau 90 J/mm<sup>3</sup>, estimé à 179 GPa par Maxime Lelièvre [76] est ici mesuré à 200±24 GPa. Les facteurs de Schmid ne sont pas indiqués pour les échantillons de référence car les piliers ont été usinés dans des grains différents, étant donné leur petite taille, de 10 µm en moyenne. Leurs coefficients varient entre 0,40 et 0,49.

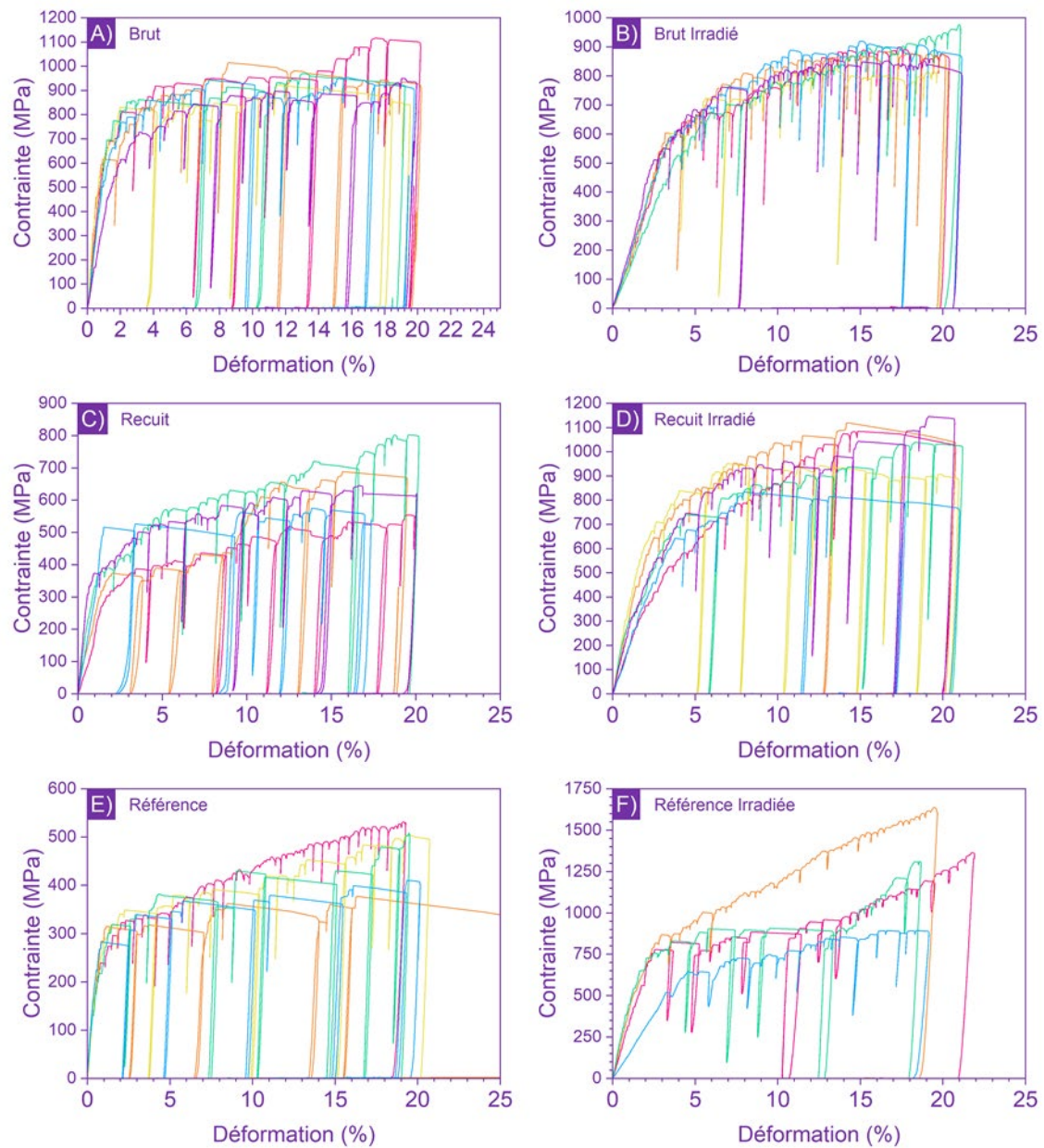


Figure IV.3 : Courbes de déformation/contrainte des échantillons A) Brut, B) Brut irradié, C) Recuit, D) Recuit irradié. E) Référence et F) Référence irradiée.

Tableau IV.1 : Résultats des essais de compression micro-piliers.

Échantillon	$\sigma_e$ (MPa)	$m$	$\tau_{CRSS}$ (MPa)	$E$ (GPa)
90V	$655 \pm 52$	0,44	$288 \pm 30$	$200 \pm 24$
90V irradié	$488 \pm 66$	0,48	$234 \pm 32$	$159 \pm 27$
90V recuit	$387 \pm 57$	0,49	$184 \pm 32$	$164 \pm 12$
90V recuit irradié	$555 \pm 95$	0,44	$245 \pm 46$	$172 \pm 19$
Référence	$284 \pm 34$	-	$142 \pm 21$	$215 \pm 33$
Référence irradié	$540 \pm 30$	-	$223 \pm 38$	$171 \pm 35$

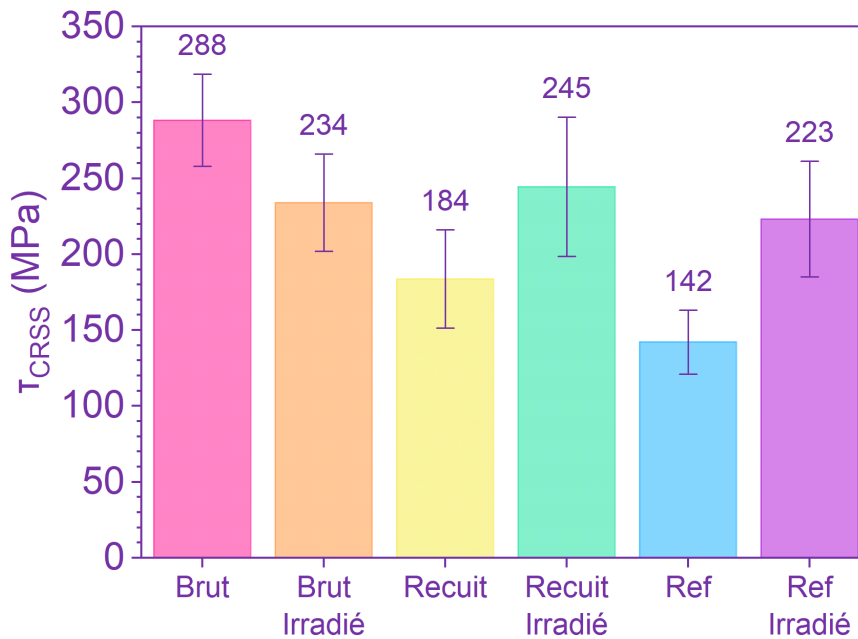


Figure IV.4 : Cission critique résolue des différents échantillons.

Les essais de compressions micro-piliers permettent de mesurer la cission résolue critique  $\tau_{CRSS}$  et la limite d'élasticité du matériau, ainsi que sa déformation plastique. Dans les métaux, la déformation plastique est due au mouvement irréversible des dislocations sous l'application d'une contrainte. Le déplacement des dislocations dans la matière peut être plus ou moins aisé selon les obstacles qu'elles rencontrent et plus il est difficile, plus le matériau sera dur.

Dans les matériaux L-PBF irradiés, plusieurs obstacles peuvent limiter la capacité de mouvement des dislocations :

- Les lignes dislocations préexistantes
- Les cellules dendritiques
- Les boucles de Frank
- Les précipités

#### Référence

Dans le cas du matériau de référence, les observations MET ont permis de déterminer que l'irradiation induit seulement la formation de boucles de Frank. Il s'agit donc de défauts supplémentaires, que les dislocations vont rencontrer lors de leur glissement et qui leurs feront obstacle. Pour les déplacer, il faudra donc appliquer une contrainte plus grande. Cela signifie une augmentation de la dureté du matériau, qui se traduit ici par une hausse de  $\tau_{CRSS}$  de 57 % après irradiation.

#### Effet du recuit

Le seul recuit du matériau L-PBF brut de fabrication a un fort impact sur la  $\tau_{CRSS}$ . En effet, Il a été expliqué en partie 1.1.2 que le processus de fabrication L-PBF est à l'origine d'importantes contraintes résiduelles dans le matériau, liées à un refroidissement rapide. Le recuit permet de relâcher ces contraintes, mais aussi de dissoudre les cellules dendritiques et de diminuer la densité de dislocations. Le recuit réduit également la taille et la densité des précipités. Toutes ces composantes étant auparavant des obstacles au mouvement des dislocations, cela explique la diminution de  $\tau_{CRSS}$  de 34 % par rapport au matériau brut de fabrication.

## L-PBF Recuit irradié

De même que pour la référence, l'irradiation du matériau recuit induit la formation de boucles de Frank et n'a pas d'autre effet (pas d'évolution de la microstructure de dislocations initiale ni des précipités). Dans ce cas une plus faible augmentation de  $\tau_{CRSS}$  de 29 % est notée après irradiation, qui peut s'expliquer car moins de boucles de dislocations sont formées dans le matériau recuit que dans le matériau de référence.

## L-PBF brut de fabrication irradié

Contrairement au durcissement qui est souvent observé dans les métaux standard, les effets de l'irradiation sur les propriétés mécaniques des matériaux L-PBF sont soumis à controverse. En effet, de nombreuses études se sont penchées sur l'évolution des propriétés mécaniques des matériaux L-PBF sous irradiation, comme il a été montré au chapitre 1.3.3. Les conclusions montraient que selon les paramètres de fabrication, les conditions et les doses d'irradiation, aussi bien un durcissement qu'un adoucissement pouvaient être induit. Cependant, ces conclusions ont rarement été reliées à la microstructure des matériaux. Concernant le Ni-20Cr L-PBF brut de fabrication, l'irradiation a entraîné une diminution de  $\tau_{CRSS}$  de 19 %. D'après les observations MET réalisées, plusieurs effets antagonistes peuvent être avancés. Tout d'abord, l'irradiation a produit les mêmes défauts que dans le matériau recuit, à savoir des boucles de Frank dont la taille est identique et la densité, bien que plus importante, reste relativement proche. Cette composante durcissante peut donc être estimée du même ordre de grandeur.

Cependant, comme le recuit seul à 1000 °C, l'irradiation a également induit la dissolution des cellules dendritiques et la disparition de nombreuses lignes de dislocations, mais à plus faible température (450 °C). Ce phénomène a été attribué au fluage d'irradiation, puisque le matériau est soumis aux contraintes résiduelles issues de la fabrication, ainsi qu'à une diffusion assistée par irradiation entraînant la restauration du matériau. Il en résulte alors un adoucissement semblable à celui obtenu pour le matériau recuit.

Le résultat final étant la somme des différentes composantes, il est supposé que l'effet adoucissant est plus grand que l'effet durcissant des boucles de Frank. Cela est appuyé par les observations faites dans le cas du matériau recuit, pour lequel le recuit entraîne une baisse de  $\tau_{CRSS}$  plus importante que la hausse causée par l'irradiation. Cela dit, il est tout à fait possible qu'en poursuivant l'irradiation à plus forte dose, le rapport s'inverse et que l'effet durcissant des boucles de dislocation prédomine. Cela a déjà été reporté dans le cas de l'alliage 316L [153]. Les mêmes conclusions sont tirées de l'évolution du module d'élasticité, qui est réduit de 21 % après irradiation pour le matériau brut alors qu'il augmente légèrement pour le matériau recuit.

Dans cette explication concernant l'évolution sous irradiation de  $\tau_{CRSS}$ , la formation de SRO a volontairement été éludée. Elle pourrait induire un effet durcissant dû à la précipitation de Ni<sub>2</sub>Cr. Cependant, les conclusions de la partie III.2.4.3 ne montrent aucun signe de formation de SRO. Au contraire, l'irradiation induit la dissolution des cellules dendritiques, phénomène intervenant normalement pour des températures de recuit de 700 °C où le SRO n'est pas stable. Cette potentielle contribution au durcissement n'est donc pas prise en compte.



## IV.2 - Modèle de durcissement par barrières dispersées

Les raisons des différents comportements observés dans les échantillons étudiés ont pu être expliqués simplement dans le paragraphe précédent. Pour les évaluer, deux modèles ont été proposés afin de quantifier les évolutions de la dureté en fonction des défauts créés : le durcissement par blocage de sources [154,155] et le durcissement par barrière dispersées [156]. Le modèle de durcissement par blocage des sources suppose que les défauts créés par irradiation peuvent glisser jusqu'au niveau des sources de Frank et Read, à l'origine de la formation des dislocations permettant la déformation plastique du matériau. Ils empêchent alors la production de nouvelles dislocations ce qui entraîne le durcissement. Ce modèle ne sera pas discuté ici étant donné qu'il n'a pas encore fait ses preuves sur des études expérimentales. Pour ce qui est du modèle de durcissement par barrières dispersées, les défauts formés agissent en tant qu'obstacles au mouvement des dislocations glissiles. Ils sont considérés comme des points d'ancrage que les dislocations vont devoir surmonter, selon un dérivé du mécanisme d'Orowan [157].

### IV.2.1 - Présentation du modèle

Dans le modèle de durcissement par barrières dispersées, dont le schéma est présenté en **Figure IV.5**, une dislocation se retrouve ancrée entre deux défauts espacés d'une distance  $L$ , créant une jonction plus ou moins forte entre eux. Sous l'application d'une cisssion  $\tau$ , la dislocation s'allonge et se courbe pour atteindre une position d'équilibre correspondant à un rayon de courbure  $R$  tel que :

$$R = \frac{T}{b\tau} = \frac{\mu b}{2\tau}$$

Où  $b$  est le vecteur de Burgers de la dislocation et la tension de la ligne de dislocation  $T \approx 0,5\mu b^2$ , avec  $\mu$  le module de cisaillement.

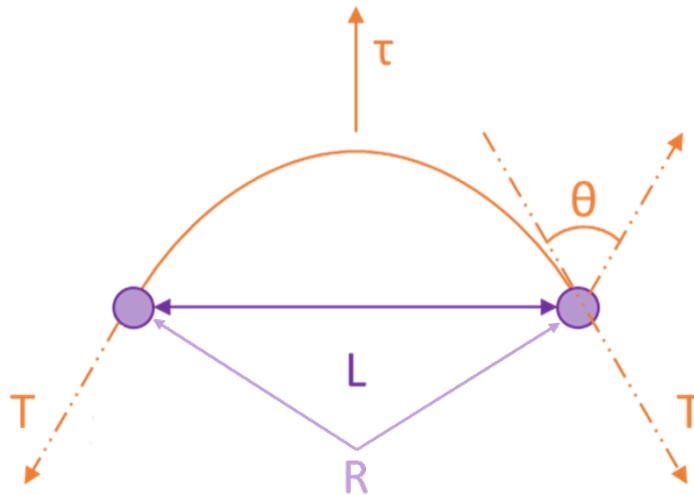


Figure IV.5 : Représentation schématique du mécanisme d'Orowan.

Plus la cisssion appliquée est grande, plus le rayon de courbure diminue. Lorsque le rayon de courbure atteint une valeur critique notée  $R_c$ , la dislocation se désancre et franchit l'obstacle pour continuer son glissement. Le rayon de courbure critique est calculé en fonction de l'angle critique  $\theta_c$  tel que :

$$R_c = \frac{L}{2 \cos(\theta_c/2)}$$

Ce rayon de courbure est obtenu pour une cission critique  $\tau_c$  telle que :

$$\tau_c = \frac{\mu b}{L} \cos\left(\frac{\theta_c}{2}\right) = \frac{\alpha \mu b}{L} \text{ avec } \alpha = \cos\left(\frac{\theta_c}{2}\right)$$

Où  $\alpha$  est la force d'obstacle, qui rend compte de la capacité du défaut en présence à bloquer le mouvement des dislocations. Elle dépend donc principalement de la nature du défaut et de sa taille. Le **Tableau IV.2** donne les valeurs des forces d'obstacles des défauts rencontrés dans les aciers austénitiques irradiés [52], puisque aucune étude ne s'est encore portée sur le Ni-20Cr. Ainsi, les cavités et gros précipités, tels que les précipités interdendritiques du matériau FA, présentent une force d'obstacle importante de 0,8, du fait de leur incohérence avec la matrice. Les dislocations et boucles parfaites ont en revanche une force d'obstacle plus faible, puisqu'elles sont glissiles et se déplaceront aussi sous l'application d'une contrainte, souvent approximée autour de 0,2 [52]. Monnet [158] a cependant montré que la force d'obstacle d'une forêt de dislocation dépend en partie de la densité de dislocation, et est estimé à 0,23 pour une densité à saturation de l'ordre de  $10^{15} \text{ m}^{-2}$ . Enfin, les boucles de Frank sont quant à elles sessiles et leur force d'obstacle augmente avec leur tailles, entre 0,2 et 0,4 pour des aciers austénitiques, comme l'a montré l'étude de Tan et Busby [159]. Pour une dose d'irradiation au pic de dommage de 6,3 dpa, la taille moyenne des boucles sur toute la lame est de 2 nm. Pour cette taille, Tan et Busby estiment la force d'obstacle des boucles de Frank à 0,23.

*Tableau IV.2 : Force d'obstacle des défauts rencontrés dans le Ni-20Cr irradié. Les valeurs indiquées sont celles observées dans les aciers austénitiques.*

Obstacle	Force $\alpha$
Boucles de Frank	0,2-0,4
Boucles Parfaites	0,2
Dislocations	0,1-0,3
Cavités / Précipités incohérents	0,8

La distance moyenne entre deux points d'ancrage  $L$  est déterminée à partir de la densité volumique  $\rho$  de défauts ayant un diamètre  $d$ , tel que :  $L = \sqrt{\rho d}$ . La cission critique s'exprime alors :

$$\Delta\tau_{\text{défaut}} = \alpha_{\text{défaut}} \mu b \sqrt{\rho_{\text{défaut}} d_{\text{défaut}}}$$

La contrainte critique associée permettant le mouvement de la dislocation est calculée en multipliant la cission critique par le facteur de Taylor  $M$ , qui est une généralisation du facteur de Schmid dans le cas d'un polycristal, prenant en compte les différentes orientations possibles des grains sollicités ainsi que l'effet durcissant des joints de grains. Il est aussi impacté par la texturation éventuelle du matériau.

$$\Delta\sigma_{\text{défaut}} = M \alpha_{\text{défaut}} \mu b \sqrt{\rho_{\text{défaut}} d_{\text{défaut}}}$$

De plus, l'irradiation induit la formation de défauts dont la densité et la taille évoluent en fonction de la profondeur, comme cela a été montré auparavant. Pour prendre en compte cet effet, il est possible de diviser un volume  $V$  d'échantillon irradié en plusieurs zones de volumes  $V_i$  possédant chacun sa densité  $\rho_i$  et sa taille de défaut  $d_i$  [160] :

$$\Delta\sigma_{\text{défaut}} = M \alpha_{\text{défaut}} \mu b \sqrt{\sum_i \frac{V_i}{V} \rho_i d_i}$$

Enfin, si plusieurs types de défauts sont formés, il est possible d'additionner les effets de chacun pour obtenir le résultat total. Si les obstacles sont de force et de densité équivalentes, le

#### IV. Évolution des propriétés mécaniques du Ni-20Cr sous irradiation

---

résultat sera la somme quadratique des composantes. À contrario, si elles sont d'ordre différents, une addition linéaire est préférée. Dans le cas présent, les densités de dislocation et de boucles de Frank étant très différents, une sommation linéaire a été utilisée.

### IV.2.2 - Application du modèle de durcissement par barrières dispersées.

Pour appliquer le modèle de durcissement par barrières dispersées, il est rappelé que les défauts formés par irradiation dans le Ni-20Cr sont principalement des boucles de Frank, bien que quelques boucles parfaites soient également visibles pour une dose de 6,3 dpa. L'autre effet important est la diminution de la densité de lignes de dislocations. Ces deux composantes ont des effets contraires : la formation de boucles entraîne le durcissement du matériau alors que la baisse de la densité de dislocations a tendance à l'adoucir.

Ces deux types de défauts étant d'ordre différent,  $\Delta\sigma$  sera donnée par l'addition linéaire des deux composantes. Pour les expériences réalisées, la densité de défauts est constante sur toute la profondeur irradiée de l'échantillon, puisque la dose est suffisante pour atteindre leur saturation, et seule leur taille varie. Le résultat sera donc calculé en utilisant les moyennes de la taille et de la densité de défauts sur toute la profondeur de la lame, tel que :

$$\Delta\sigma = M\mu b \left( \alpha_{FL}\sqrt{\rho_{FL}d_{FL}} + \alpha_D(\sqrt{\rho_D} - \sqrt{\rho_{D0}}) \right)$$

Où  $\alpha_{FL}$  est la force d'obstacle des boucles de Frank,  $\alpha_D$  est la force d'obstacle des dislocations,  $\rho_{FL}$  et  $d_{FL}$  sont respectivement la densité et la taille moyenne des boucles de Frank,  $\rho_D$  et  $\rho_{D0}$  sont respectivement la densité de lignes de dislocations après et avant irradiation en  $m/m^3$ .

Dans le cas d'un matériau CFC classique non texturé, le facteur de Taylor  $M$ , est estimé autour de 3,06. Cependant, cela ne correspond pas à la microstructure du matériau Ni-20Cr L-PBF étudié, les grains étant allongés dans la direction du gradient thermique et composés de dendrites croissant dans cette même direction. De plus, les essais de compression micro-piliers réalisés n'ont lieu qu'au sein d'un seul et même grain, où la déformation plastique ne sera pas affectée par la présence de joints de grains. Dans ce cas spécifique, il est préférable de comparer directement les valeurs de cisssion critiques, qui ne prennent pas en compte les effets des joints de grains et ne nécessitent pas l'utilisation du facteur de Taylor qui est inconnu pour ce matériau. Ainsi, les valeurs de cisssion critique résolue  $\tau_{CRSS}$  mesurées lors des essais de compression micro-piliers seront comparées avec les valeurs de cisssion critiques  $\tau_{DBD}$  résultant du modèle suivant :

$$\Delta\tau_{DBD} = \mu b \left( \alpha_{FL}\sqrt{\rho_{FL}d_{FL}} + \alpha_D(\sqrt{\rho_D} - \sqrt{\rho_{D0}}) \right)$$

Avec le module de cisaillement du Ni-20Cr L-PBF  $\mu = 81,3$  GPa,  $\alpha_{FL} = 0,23$ ,  $\alpha_D = 0,2$  et le vecteur de Burgers des lignes de dislocation parfaites  $\vec{b} = a\sqrt{2}/2 = 0,251$  nm.

#### IV.2.2.1 - Application au matériau de référence

Dans le cas du matériau de référence, une irradiation à une dose de 6,3 dpa entraîne uniquement la formation de boucles de Frank, dont la densité est  $\rho_{FL} = 14,7 \times 10^{22} m^{-3}$  et la taille moyenne est  $d_{FL} = 1,9$  nm. La densité de lignes de dislocation n'est pas affectée et n'est donc pas prise en compte. Ainsi, l'application du modèle des barrières dispersées prévoit une augmentation  $\Delta\tau_{DBD} = 78$  MPa, ce qui est en accord avec l'évolution de la cisssion critique résolue mesurée expérimentalement  $\Delta\tau_{CRSS} = 81$  MPa.

#### IV.2.2.2 - Application au matériau brut

Dans le cas du matériau brut de fabrication irradié à une dose de 6,3 dpa, les densités et tailles des défauts ont été mesurées précédemment par analyses MET. La densité de boucles de Frank à saturation est  $\rho_{FL} = 9,6 \times 10^{22} m^{-3}$  et leur taille moyenne est  $d_{FL} = 1,9$  nm. La densité de lignes de dislocation initiale est  $\rho_{D0} = 3,4 \times 10^{14} m/m^3$ , diminuant jusqu'à  $\rho_D = 5,0 \times 10^{13} m/m^3$  après irradiation. L'application du modèle présenté ci-dessus donne les résultats suivants :

#### IV. Évolution des propriétés mécaniques du Ni-20Cr sous irradiation

---

- Contribution durcissante des boucles de Frank  $\Delta\tau_{FL} = 63$  MPa.
- Contribution adoucissante de la diminution de la densité de dislocations  $\Delta\tau_D = -69$  MPa.

Ainsi, le modèle de durcissement par barrières dispersées donne une diminution théorique de la cission critique  $\Delta\tau_{DBD} = -6$  MPa. Or, les essais de compressions micro-piliers ont montré que de cette irradiation résulte une diminution de la cission critique résolue  $\Delta\tau_{CRSS} = -54$  MPa, soit une différence de 48 MPa .

Il est supposé que cette différence peut être liée à la disparition progressive des cellules de dislocation qui a été observée. En effet, Kuhlmann-Wilsdorf a démontré que ces dernières jouent un rôle important dans le durcissement des matériaux, ceux présentant des cellules de dislocations voyant leur cission critique augmenter par rapport au même matériau exempte de cellules [161]. Cette variation est calculée par la relation :

$$\tau_{cellules} = \frac{K\mu b}{D}$$

Où  $K = 10$  est une constante empirique et  $D$  est le diamètre des cellules. Or il se trouve que les cellules disparaissent progressivement sous l'effet de l'irradiation. Les parois de ces cellules sont amincies, leur épaisseur passe de 81 nm à 35 nm environ pour une dose d'irradiation de 0,23 dpa. Au-delà d'une dose de 0,46 dpa, les parois sont difficilement observables, et leur épaisseur est difficile à déterminer. Cela revient à une augmentation du diamètre des cellules, passant alors de  $D_0 = 554$  nm à  $D = 602$  nm pour une dose de 0,23 dpa, pouvant aller jusqu'à  $D = 632$  nm si les parois disparaissent entièrement. La composante liée à la taille des cellules est ainsi calculée telle que :

$$\Delta\tau_{cellules} = K\mu b \left( \frac{1}{D} - \frac{1}{D_0} \right) \text{ soit } -45 < \Delta\tau_{cellules} < -29 \text{ MPa}$$

En ajoutant cette composante au modèle calculé précédemment, il est obtenu une diminution théorique de la cission critique  $\Delta\tau_{DBD}$  comprise entre -35 et -51 MPa. Dans le cas où les cellules dendritiques sont entièrement dissoutes, qui est le plus probable étant donné qu'elles n'ont pas été observées sur les lames FIB tirées des échantillons massifs irradiés à JANNuS-Saclay, le résultat correspond bien avec la valeur expérimentale mesurée par compression micro-pilier  $\Delta\tau_{CRSS} = -54$  MPa.

##### IV.2.2.3 - Application au matériau recuit irradié

Le cas du matériau recuit s'avère plus simple. En effet, les contraintes résiduelles issues de la fabrication additive sont déjà évacuées sous l'effet du recuit et les cellules de dislocations sont donc déjà dissoutes avant irradiation et n'évoluent plus. Seuls les effets des boucles de Frank et des dislocations sont pris en compte. Ainsi, pour la même irradiation à une dose de 6,3 dpa, la densité des boucles de Frank mesurée est  $\rho_{FL} = 7,5 \times 10^{22} \text{ m}^{-3}$ , pour une taille moyenne  $d_{FL} = 2,04$  nm. La densité de dislocations est relativement stable, passant de  $\rho_{D0} = 5,4 \times 10^{13} \text{ m}^{-3}$  à  $\rho_D = 4,9 \times 10^{13} \text{ m}^{-3}$ , écart compris dans l'incertitude de mesure. Cette faible différence est attendue puisque le recuit a déjà permis de relaxer les contraintes résiduelles de fabrication. En utilisant le modèle de durcissement par barrières dispersées simple, les résultats suivants sont calculés :

- Effet durcissant des boucles de Frank  $\Delta\tau_{FL} = 69$  MPa
- Effet adoucissant de la diminution des lignes de dislocation  $\Delta\tau_D = -9$  MPa

Cela représente un durcissement total  $\Delta\tau_{DBD} = 60$  MPa, ce qui est en accord avec les expériences de compression micro-piliers qui ont permis de mesurer un  $\Delta\tau_{CRSS} = 61$  MPa. Cela confirme la pertinence du modèle utilisé dans le cas d'un matériau classique ainsi que l'apparition d'un phénomène supplémentaire pour le cas du matériau L-PBF brut de fabrication.

## IV.2.2.4 Application au matériau recuit

Il est possible d'appliquer le même modèle pour évaluer l'effet du recuit seul du matériau brut de fabrication. Dans ce cas, le recuit à 1000 °C pendant 2 heures entraîne une forte diminution de la densité de dislocations, semblable à celle provoquée par l'irradiation, puisqu'elle passe de  $\rho_{D0} = 3,4 \times 10^{14} \text{ m}^{-3}$  à  $\rho_D = 5,4 \times 10^{13} \text{ m}^{-3}$ . Là aussi, l'épaisseur des parois des cellules est affectée, mais de manière encore plus significative que sous irradiation, puisqu'elles sont à peine discernable. Ainsi, si l'épaisseur de ces parois est estimée à 2 nm après recuit, cela correspond à une taille des cellules passant de  $D_0 = 554 \text{ nm}$  à  $D = 632 \text{ nm}$ . Enfin, le recuit affecte aussi la densité et la taille des précipités. Tous les précipités intradendritiques, d'une taille  $t_{P\text{Intra}0} < 5 \text{ nm}$  et de densité  $\rho_{P\text{Intra}0} = 2,3 \times 10^{15} \text{ m}^{-3}$  sont dissous. Quant aux précipités interdendritiques, ils passent d'une taille  $t_{P\text{Inter}0} = 57 \text{ nm}$  à une taille  $t_{P\text{Inter}} = 37 \text{ nm}$  et d'une densité  $\rho_{P\text{Inter}0} = 1,6 \times 10^{15} \text{ m}^{-3}$  à une densité  $\rho_{P\text{Inter}} = 1,3 \times 10^{14} \text{ m}^{-3}$ . Il est rappelé que la force d'obstacle des précipités est estimé à  $\alpha_P = 1$ . L'application du modèle de durcissement par barrières dispersées donne les contributions suivantes :

- Effet de la diminution de la densité de dislocations  $\Delta\tau_D = -69 \text{ MPa}$
- Effet des cellules de dislocation  $\Delta\tau_{\text{cellules}} = -45 \text{ MPa}$
- Effet des précipités  $\Delta\tau_P = -0,2 \text{ MPa}$

D'après le modèle, le recuit a donc pour conséquence une baisse de la cission critique évaluée à  $\Delta\tau_{DBD} = -114 \text{ MPa}$ . Cette valeur est très proche du résultat obtenu lors des essais de compression micro-piliers, mesuré à  $\Delta\tau_{\text{CRSS}} = -104 \text{ MPa}$ . Dans ce cas, l'association du modèle de durcissement par barrières dispersées et de l'effet Kuhlmann-Wilsdorf sur la taille des cellules donne une bonne estimation.

### IV.3 - Synthèse

L'évolution des propriétés mécaniques sous irradiation du Ni-20Cr L-PBF a pu être caractérisée. La **Figure IV.6** résume ces résultats, représentant variation de la cission critique calculée d'après le modèle de durcissement par barrière dispersée  $\Delta\tau_{DBD}$  et la part de chaque contribution, associée aux mesures de cission critique résolue  $\Delta\tau_{CRSS}$  mesurées par compression micro-piliers. Dans le cas de l'échantillon de référence et le 90V recuit, le modèle utilisé permet une très bonne estimation de la variation de la cission critique grâce aux modifications induites par irradiation. Il permet aussi de bien simuler l'effet du recuit du matériau brut de fabrication. Dans le cas de l'échantillon 90V brut de fabrication irradié, la pertinence des résultats dépend avant tout de la mesure de l'épaisseur des parois dendritique, qui permet de mesurer l'importance de l'effet des cellules d'après Kuhlmann-Wilsdorf. Au minimum, si l'épaisseur des parois est prise égale à 35 nm comme cela est mesurée sur les échantillon irradié à JANNuS-Orsay à une dose de 0,23 dpa, alors  $\Delta\tau_{DBD\_min} = -35$  MPa. Cependant, si une dissolution complète des cellules est envisagée, comme les observations MET des lames minces irradiés à JANNuS-Orsay à une dose de 0,46 dpa et des échantillons massifs irradiés à JANNuS-Saclay tendent à le prouver, alors  $\Delta\tau_{DBD\_max} = -51$  MPa, ce qui correspond bien à la valeur mesurée par compression micro-pilier qui donne  $\Delta\tau_{CRSS} = -54$  MPa. Il en est conclu que le modèle de durcissement par barrières dispersées associé à l'effet à l'effet Kuhlmann-Wilsdorf permet de bien rendre compte de l'évolution de la cission critique résolue du Ni-20Cr L-PBF sous irradiation.

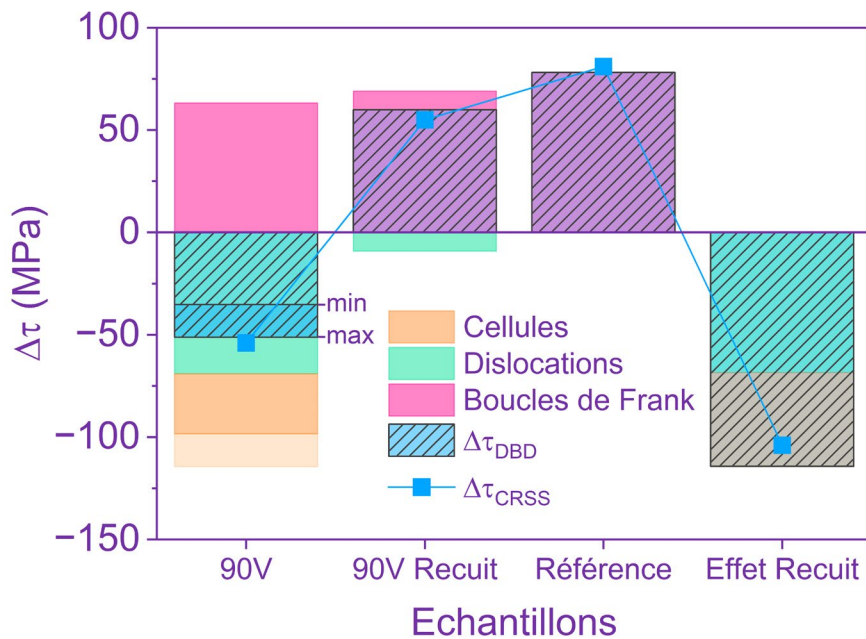


Figure IV.6 : Évolution de la valeur de la cission critique après irradiation selon le modèle de durcissement par barrières dispersées et de la cission critique résolue mesurée par compression micro-piliers. L'impact de chaque contribution est représenté pour mieux exprimer leur importance.

Ainsi, les tests de compression micro-piliers et l'utilisation du modèle de durcissement par barrières dispersées ont permis de tirer les conclusions suivantes :

- L'irradiation induit un adoucissement du matériau L-PBF, contrairement à ce qui est généralement observé dans les matériaux standards, comme la référence ou le matériau recuit à 1000 °C pendant 2 heures, du fait de la création de défauts.
- La FA permet de retarder l'effet durcissant de l'irradiation, suite à une première phase d'adoucissement liée à la relaxation des contraintes résiduelles de fabrication (dissolution

progressive des cellules de dislocation et disparition des lignes de dislocation) intervenant à faible dose.

- Le recuit du matériau brut de fabrication à 1000°C/2h entraîne également une relaxation des contraintes résiduelles semblable à celle induite lors de l'irradiation
- Le modèle de durcissement par barrière dispersées permet de reproduire correctement l'évolution de la dureté du matériau recuit sous irradiation puisque seule la création de boucles de dislocation a un impact.
- Après irradiation à 6,3 dpa, les différents matériaux étudiés possèdent des cissions critiques résolues proches les unes des autres, évaluées par compression micro-pilier à 234 MPa, 245 MPa et 223 MPa pour les échantillons 90V brut, 90V recuit et de référence respectivement.
- Cette étude n'a pas permis d'étudier l'effet de la dose d'irradiation. Cependant, il a été montré que l'irradiation entraîne la dissolution des cellules dendritiques, même pour une faible dose de 0,23 dpa, qui a été désigné responsable de l'adoucissement du matériau. Il peut ainsi être supposé que pour une faible dose d'irradiation, un adoucissement plus important pourrait être observé. En poursuivant l'irradiation à plus forte dose, le grossissement des défauts pourrait mener jusqu'à un durcissement du matériau FA brut, mais des essais sur des échantillons irradiés à différentes doses doivent être menés pour vérifier cette hypothèse.



---

# Conclusions et perspectives

---

Étant donné les nombreux avantages qu'offre l'utilisation de la FA, avec entre autres sa rapidité et une optimisation de la conception des pièces, ses domaines d'application sont voués à s'étendre. L'intérêt de son utilisation dans le domaine nucléaire n'est d'ailleurs plus à prouver puisqu'elle a déjà permis de remplacer des pièces obsolètes dans des réacteurs. Cependant, le comportement et la résistance de ces pièces à l'irradiation porte encore à débat et semble dépendre de nombreux paramètres, comme le choix du matériau et de la stratégie de fabrication. Ces travaux avaient donc pour objectif de déterminer si l'utilisation de la FA pouvait avoir un impact sur le comportement sous irradiation de l'alliage Ni-20Cr, au niveau de sa microstructure et de ses propriétés mécaniques. C'est pourquoi trois stratégies de fabrication ainsi que l'effet de recuits ont été étudiés puis comparés à un matériau de référence.

Concernant l'évolution de la microstructure du Ni-20Cr sous irradiation à 450 °C aux ions lourds, plusieurs conclusions ont pu être tirées :

- Dans tous les échantillons, les défauts formés ont été identifiés comme étant principalement des boucles de Frank mais des boucles parfaites sont également présentes pour les plus fortes doses. Elles sont réparties de manière homogène dans la matrice.
- La stratégie de fabrication FA n'a pas d'influence sur la nucléation et la croissance des défauts dans le domaine d'irradiation étudié (température de 450 °C pour une dose maximale de 8,3 dpa).
- Les matériaux recuits et de référence présentent une plus grande densité de boucles de dislocation (31 % et 53 % en plus respectivement) et leur nucléation est deux fois plus rapide, étant donné un plus grand nombre de puits de défauts dans le matériau L-PBF brut de fabrication (lignes de dislocation préexistantes, précipités intradendritiques et interdendritiques).
- Une faible dose d'irradiation permet de relâcher les contraintes résiduelles issues du processus de fabrication grâce au fluage d'irradiation et à la diffusion sous irradiation, ce qui a pour conséquence de dissoudre progressivement les cellules de dislocation.
- Pour les irradiation *in situ*, des structures ordonnées semblables à des dislocations sont formées lorsque la dose dépasse 0,5 dpa, afin de minimiser les interactions élastiques entre les boucles intensifiées par la faible épaisseur des lames.

Des essais de compression micro-piliers ont permis de relier l'évolution de la microstructure aux propriétés mécaniques sous irradiation aux ions lourds à une dose de 6,3 dpa. Ainsi, il a été déterminé :

- Les échantillons L-PBF bruts de fabrication possèdent une cission critique résolue supérieure à celle des échantillons recuit et de référence, étant donné la présence de nombreux obstacles (lignes de dislocation et cellules dendritiques).
- Dans le cas des échantillons recuit et de référence, l'irradiation aux ions entraîne une augmentation de la cission critique résolue, suite à la formation des boucles de dislocation, plus importante dans le cas du matériau de référence puisque plus de défauts sont formés.
- Le matériau L-PBF brut de fabrication voit sa cission critique résolue diminuer après irradiation puisque l'augmentation causée par la formation des mêmes défauts est contrebalancée par la dissolution des cellules dendritiques et la baisse de la densité de ligne de dislocation.
- Ces évolutions sont vérifiées par le modèle de durcissement par barrières dispersées.

Ces travaux ont donc permis de comprendre quels sont les effets de l'irradiation sur la microstructure et les propriétés mécaniques du Ni-20Cr L-PBF. Il semble ainsi que le matériau FA ne présente pas de contre-indication à son utilisation dans le domaine nucléaire. En effet, si le matériau

brut de fabrication est considéré, les défauts sont créés moins rapidement et sont moins nombreux que dans le matériau de référence. Le principal inconvénient vient du fait que les cellules de dislocation composant le matériau sont dissoutes durant l'irradiation, ce qui modifie de façon importante ses propriétés mécaniques en cours d'utilisation. Cependant, après recuit à 1000°C, les cellules de dislocation sont déjà dissoutes et l'irradiation induit seulement la formation de boucles de dislocation, tout comme dans le matériau de référence, la cission critique résolue augmente dans des proportions semblables.

Cependant, pour une utilisation au sein d'un réacteur nucléaire, les pièces seront aussi soumises à la corrosion et au phénomène de corrosion sous contrainte assisté par irradiation. Il serait donc intéressant d'étudier cet aspect. Dans cet objectif, des échantillons ont été irradiés sur la ligne IRRSUD et seront soumis prochainement à des tests de corrosion.

Il serait également intéressant d'irradier les échantillons à des doses plus importantes pour vérifier si la croissance des défauts arrive à saturation. En effet, la densité de dislocations semble saturer dans chaque échantillon, y compris les FA. Cependant, leur taille continue de croître. Une irradiation à plus forte dose pourrait aussi permettre de diminuer encore le nombre de puits de défauts dans les échantillons FA. Cela pourrait alors se traduire par une nouvelle augmentation de la densité de boucles de dislocation, qui pourrait alors saturer au m.

Enfin, une étude en température permettrait de déterminer la gamme de température pour laquelle une formation de SRO est observée sous irradiation. Cette phase durcissante serait susceptible d'avoir un impact important sur les effets de l'irradiation, notamment en agissant comme phase durcissante et comme puit de défauts.

Enfin, l'étude sur le Ni-20Cr a permis d'identifier et d'étudier les mécanismes simples de réponse à l'irradiation dans les matériaux FA. Il serait donc intéressant de répéter cette étude sur un superalliage à base nickel, susceptible d'être utilisé dans les centrales nucléaires. L'interprétation serait plus difficile, car une modification des phases en présences pourrait intervenir, et le durcissement pourrait les affecter différemment. Cependant les mécanismes identifiés dans cette étude seront très certainement mis en jeu dans les superalliages, même si d'autres contributions seront à prendre en compte.



---

# Bibliographie

- [1] W.E. Company, Westinghouse Installs First-of-a-Kind 3D-printed Fuel Component Inside Commercial Nuclear Reactor, (n.d.). <https://info.westinghousenuclear.com/news/westinghouse-installs-first-of-a-kind-3d-printed-fuel-component-inside-commercial-nuclear-reactor> (accessed January 15, 2024).
- [2] W.E. Company, Westinghouse Creates and Installs Industry’s First 3D-Printed Fuel Debris Filter for Nuclear Power Plants, (n.d.). <https://info.westinghousenuclear.com/news/westinghouse-creates-and-installs-industrys-first-3d-printed-fuel-debris-filter-for-nuclear-power-plants> (accessed January 15, 2024).
- [3] Westinghouse unveils “industry first” with 3D-printed component : Corporate - World Nuclear News, (n.d.). <https://www.world-nuclear-news.org/Articles/Westinghouse-3D-printed-component-installed-in-ind> (accessed July 18, 2024).
- [4] K.L. Murty, I. Charit, Structural materials for Gen-IV nuclear reactors: Challenges and opportunities, *Journal of Nuclear Materials* 383 (2008) 189–195. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2008.08.044>.
- [5] ASTM, Terminology for Additive Manufacturing Technologies, ASTM International, n.d. <https://doi.org/10.1520/F2792-12A>.
- [6] Ultimate Materials Guide - Tips for 3D Printing with ABS, (n.d.). <https://www.simplify3d.com/resources/materials-guide/abs/> (accessed January 16, 2024).
- [7] M. P, How to take advantage of the benefits of ceramic additive manufacturing: Experts give their advice!, *3Dnatives* (2021). <https://www.3dnatives.com/en/benefits-of-additive-ceramic-manufacturing-experts-advice150220214/> (accessed January 15, 2024).
- [8] A. Miller, The future is Foodini: An interview with Natural Machines, *3D Printing Industry* (2016). <https://3dprintingindustry.com/news/interview-foodini-working-title-87581/> (accessed January 16, 2024).
- [9] A. Chiusoli, 3D printed house TECLA - Eco-housing, *3D Printers | WASP* (2021). <https://www.3dwasp.com/en/3d-printed-house-tecla/> (accessed January 16, 2024).
- [10] M.L. Rivera, S.S. Bae, S.E. Hudson, Designing a Sustainable Material for 3D Printing with Spent Coffee Grounds, in: *Proceedings of the 2023 ACM Designing Interactive Systems Conference*, ACM, Pittsburgh PA USA, 2023: pp. 294–311. <https://doi.org/10.1145/3563657.3595983>.
- [11] Wohlers Report 2018, Wohlers Associates (n.d.). <https://wohlersassociates.com/product/wohlers-report-2018/> (accessed January 29, 2024).
- [12] T.D. Ngo, A. Kashani, G. Imbalzano, K.T.Q. Nguyen, D. Hui, Additive manufacturing (3D printing): A review of materials, methods, applications and challenges, *Composites Part B: Engineering* 143 (2018) 172–196. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2018.02.012>.
- [13] D. Dimitrov, E. Uheida, G. Oosthuizen, D. Blaine, R. Laubscher, A. Sterzing, P. Blau, W. Gerber, O.F.R.A. Damm, Manufacturing of high added value titanium components. A South African perspective, *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.* 430 (2018) 012009. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/430/1/012009>.
- [14] Metal Additive Manufacturing: Component design for successful commercial production, *Metal AM Magazine* (2015). <https://www.metal-am.com/articles/metal-additive-manufacturing-component-design-for-successful-commercial-production/> (accessed January 17, 2024).

- 
- [15] A. Saboori, A. Aversa, G. Marchese, S. Biamino, M. Lombardi, P. Fino, Application of Directed Energy Deposition-Based Additive Manufacturing in Repair, *Applied Sciences* 9 (2019) 3316. <https://doi.org/10.3390/app9163316>.
- [16] Metal 3D printers in 2023: a comprehensive guide, Aniwa (n.d.). <https://www.aniwaa.com/buyers-guide/3d-printers/best-metal-3d-printer/> (accessed January 15, 2024).
- [17] S. Chowdhury, N. Yadaiah, C. Prakash, S. Ramakrishna, S. Dixit, L.R. Gupta, D. Buddhi, Laser powder bed fusion: a state-of-the-art review of the technology, materials, properties & defects, and numerical modelling, *Journal of Materials Research and Technology* 20 (2022) 2109–2172. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.07.121>.
- [18] Q. Jiang, P. Zhang, Z. Yu, H. Shi, D. Wu, H. Yan, X. Ye, Q. Lu, Y. Tian, A Review on Additive Manufacturing of Pure Copper, *Coatings* 11 (2021) 740. <https://doi.org/10.3390/coatings11060740>.
- [19] S.M. Gaytan, L.E. Murr, F. Medina, E. Martinez, M.I. Lopez, R.B. Wicker, Advanced metal powder based manufacturing of complex components by electron beam melting, *Materials Technology* 24 (2009) 180–190. <https://doi.org/10.1179/106678509X12475882446133>.
- [20] D. Gu, Y. Shen, Balling phenomena in direct laser sintering of stainless steel powder: Metallurgical mechanisms and control methods, *Materials & Design* 30 (2009) 2903–2910. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2009.01.013>.
- [21] R. Li, J. Liu, Y. Shi, L. Wang, W. Jiang, Balling behavior of stainless steel and nickel powder during selective laser melting process, *Int J Adv Manuf Technol* 59 (2012) 1025–1035. <https://doi.org/10.1007/s00170-011-3566-1>.
- [22] S. Tamas-Williams, H. Zhao, F. Léonard, F. Derguti, I. Todd, P.B. Prangnell, XCT analysis of the influence of melt strategies on defect population in Ti–6Al–4V components manufactured by Selective Electron Beam Melting, *Materials Characterization* 102 (2015) 47–61. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2015.02.008>.
- [23] J. Wang, R. Zhu, Y. Liu, L. Zhang, Understanding melt pool characteristics in laser powder bed fusion: An overview of single- and multi-track melt pools for process optimization, *Advanced Powder Materials* 2 (2023) 100137. <https://doi.org/10.1016/j.apmate.2023.100137>.
- [24] W. Stopyra, K. Gruber, I. Smolina, T. Kurzynowski, B. Kuźnicka, Laser powder bed fusion of AA7075 alloy: Influence of process parameters on porosity and hot cracking, *Additive Manufacturing* 35 (2020) 101270. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101270>.
- [25] W.J. Sames, F.A. List, S. Pannala, R.R. Dehoff, S.S. Babu, The metallurgy and processing science of metal additive manufacturing, *International Materials Reviews* 61 (2016) 315–360. <https://doi.org/10.1080/09506608.2015.1116649>.
- [26] J.V. Gordon, S.P. Narra, R.W. Cunningham, H. Liu, H. Chen, R.M. Suter, J.L. Beuth, A.D. Rollett, Defect structure process maps for laser powder bed fusion additive manufacturing, *Additive Manufacturing* 36 (2020) 101552. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101552>.
- [27] P.A. Hooper, Melt pool temperature and cooling rates in laser powder bed fusion, *Additive Manufacturing* 22 (2018) 548–559. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2018.05.032>.
- [28] P. Tao, H. Li, B. Huang, Q. Hu, S. Gong, Q. Xu, The crystal growth, intercellular spacing and microsegregation of selective laser melted Inconel 718 superalloy, *Vacuum* 159 (2019) 382–390. <https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2018.10.074>.
- [29] P. Promopattum, S.-C. Yao, P.C. Pistorius, A.D. Rollett, A Comprehensive Comparison of the Analytical and Numerical Prediction of the Thermal History and Solidification Microstructure of Inconel 718 Products Made by Laser Powder-Bed Fusion, *Engineering* 3 (2017) 685–694. <https://doi.org/10.1016/J.ENG.2017.05.023>.
-

- [30] U. Fano, Penetration of Protons, Alpha Particles, and Mesons, *Annual Review of Nuclear and Particle Science* 13 (1963) 1–66. <https://doi.org/10.1146/annurev.ns.13.120163.000245>.
- [31] W.H. Barkas, *Nuclear research emulsions. II. Particle behavior and emulsion applications*, Academic Press, Inc., New York, 1973. <https://www.osti.gov/biblio/4438471> (accessed March 21, 2024).
- [32] J. Lindhard, M. Scharff, Energy Dissipation by Ions in the keV Region, *Phys. Rev.* 124 (1961) 128–130. <https://doi.org/10.1103/PhysRev.124.128>.
- [33] R.L. Fleischer, P.B. Price, R.M. Walker, Ion Explosion Spike Mechanism for Formation of Charged-Particle Tracks in Solids, *Journal of Applied Physics* 36 (1965) 3645–3652. <https://doi.org/10.1063/1.1703059>.
- [34] Z.G. Wang, C. Dufour, E. Paumier, M. Toulemonde, The Se sensitivity of metals under swift-heavy-ion irradiation: a transient thermal process, *J. Phys.: Condens. Matter* 6 (1994) 6733. <https://doi.org/10.1088/0953-8984/6/34/006>.
- [35] E. Balanzat, S. Bouffard, Basic Phenomena of the Particle-Matter Interaction, *Solid State Phenomena* 30–31 (1992) 7–74. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/SSP.30-31.7>.
- [36] F. Seitz, On the disordering of solids by action of fast massive particles, *Discuss. Faraday Soc.* 5 (1949) 271–282. <https://doi.org/10.1039/DF9490500271>.
- [37] M.J. Norgett, M.T. Robinson, I.M. Torrens, A proposed method of calculating displacement dose rates, *Nuclear Engineering and Design* 33 (1975) 50–54. [https://doi.org/10.1016/0029-5493\(75\)90035-7](https://doi.org/10.1016/0029-5493(75)90035-7).
- [38] G.H. Kinchin, R.S. Pease, The Displacement of Atoms in Solids by Radiation, *Rep. Prog. Phys.* 18 (1955) 1. <https://doi.org/10.1088/0034-4885/18/1/301>.
- [39] James Ziegler - SRIM & TRIM, (n.d.). <http://www.srim.org/> (accessed August 20, 2024).
- [40] iradina, Nano (n.d.). <https://www.nano.uni-jena.de/en/25/iradina> (accessed August 20, 2024).
- [41] R.E. Stoller, M.B. Toloczko, G.S. Was, A.G. Certain, S. Dwaraknath, F.A. Garner, On the use of SRIM for computing radiation damage exposure, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* 310 (2013) 75–80. <https://doi.org/10.1016/j.nimb.2013.05.008>.
- [42] J.-P. Crocombette, C. Van Wambeke, Quick calculation of damage for ion irradiation: implementation in Iradina and comparisons to SRIM, *EPJ Nuclear Sci. Technol.* 5 (2019) 7. <https://doi.org/10.1051/epjn/2019003>.
- [43] A. Dunlop, D.R. Lesueur, Irradiation of Metallic Targets with High-Energy Heavy Ions: High Electronic Excitation Induced Effects, *Materials Science Forum* 97–99 (1992) 553–576. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.97-99.553>.
- [44] A. Dunlop, D. Lesueur, P. Legrand, H. Dammak, J. Dural, Effects induced by high electronic excitations in pure metals: A detailed study in iron, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* 90 (1994) 330–338. [https://doi.org/10.1016/0168-583X\(94\)95566-2](https://doi.org/10.1016/0168-583X(94)95566-2).
- [45] A. Barbu, G. Martin, Radiation Effects in Metals and Alloys, *Solid State Phenomena* 30–31 (1992) 179–228. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/SSP.30-31.179>.
- [46] D. Walgraef, N.M. Ghoniem, Spatial instabilities and dislocation-loop ordering in irradiated materials, *Phys. Rev. B* 39 (1989) 8867–8872. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.39.8867>.
- [47] A.J. Ardell, P. Bellon, Radiation-induced solute segregation in metallic alloys, *Current Opinion in Solid State and Materials Science* 20 (2016) 115–139. <https://doi.org/10.1016/j.cossms.2015.11.001>.
- [48] Z. Jiao, G.S. Was, Novel features of radiation-induced segregation and radiation-induced precipitation in austenitic stainless steels, *Acta Materialia* 59 (2011) 1220–1238. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2010.10.055>.

- [49] L.K. Mansur, Void Swelling in Metals and Alloys Under Irradiation: An Assessment of the Theory, *Nuclear Technology* 40 (1978) 5–34. <https://doi.org/10.13182/NT78-2>.
- [50] R.A. Holt, Mechanisms of irradiation growth of alpha-zirconium alloys, *Journal of Nuclear Materials* 159 (1988) 310–338. [https://doi.org/10.1016/0022-3115\(88\)90099-2](https://doi.org/10.1016/0022-3115(88)90099-2).
- [51] J.R. Matthews, M.W. Finnis, Irradiation creep models — an overview, *Journal of Nuclear Materials* 159 (1988) 257–285. [https://doi.org/10.1016/0022-3115\(88\)90097-9](https://doi.org/10.1016/0022-3115(88)90097-9).
- [52] G.E. Lucas, The evolution of mechanical property change in irradiated austenitic stainless steels, *Journal of Nuclear Materials* 206 (1993) 287–305. [https://doi.org/10.1016/0022-3115\(93\)90129-M](https://doi.org/10.1016/0022-3115(93)90129-M).
- [53] Nucléaire : l'AIEA revoit à la hausse ses projections d'ici à 2050 | Connaissances des énergies, (2021). <https://www.connaissancedesenergies.org/nucleaire-laiea-revoit-la-hausse-ses-projections-dici-2050-220218> (accessed February 12, 2024).
- [54] T. Abram, S. Ion, Generation-IV nuclear power: A review of the state of the science, *Energy Policy* 36 (2008) 4323–4330. <https://doi.org/10.1016/j.enpol.2008.09.059>.
- [55] S.J. Zinkle, J.T. Busby, Structural materials for fission & fusion energy, *Materials Today* 12 (2009) 12–19. [https://doi.org/10.1016/S1369-7021\(09\)70294-9](https://doi.org/10.1016/S1369-7021(09)70294-9).
- [56] S.J. Zinkle, G.S. Was, Materials challenges in nuclear energy, *Acta Materialia* 61 (2013) 735–758. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.11.004>.
- [57] P. Scott, A review of irradiation assisted stress corrosion cracking, *Journal of Nuclear Materials* 211 (1994) 101–122. [https://doi.org/10.1016/0022-3115\(94\)90360-3](https://doi.org/10.1016/0022-3115(94)90360-3).
- [58] G. Locatelli, M. Mancini, N. Todeschini, Generation IV nuclear reactors: Current status and future prospects, *Energy Policy* 61 (2013) 1503–1520. <https://doi.org/10.1016/j.enpol.2013.06.101>.
- [59] I. Chant, K.L. Murty, Structural materials issues for the next generation fission reactors, *JOM* 62 (2010) 67–74. <https://doi.org/10.1007/s11837-010-0142-3>.
- [60] P. Yvon, F. Carré, Structural materials challenges for advanced reactor systems, *Journal of Nuclear Materials* 385 (2009) 217–222. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2008.11.026>.
- [61] Superalliages, *Techniques de l'Ingénieur* (n.d.). <https://www-techniques-ingenieur-fr.ezproxy.normandie-univ.fr/base-documentaire/materiaux-th11/materiaux-metalliques-avances-42660210/superalliages-m4770/> (accessed July 15, 2024).
- [62] I.A. Choudhury, M.A. El-Baradie, Machinability of nickel-base super alloys: a general review, *Journal of Materials Processing Technology* 77 (1998) 278–284. [https://doi.org/10.1016/S0924-0136\(97\)00429-9](https://doi.org/10.1016/S0924-0136(97)00429-9).
- [63] S.K. Selvaraj, G. Sundaramali, S. Jithin Dev, R. Srii Swathish, R. Karthikeyan, K.E. Vijay Vishaal, V. Paramasivam, Recent Advancements in the Field of Ni-Based Superalloys, *Advances in Materials Science and Engineering 2021* (2021) e9723450. <https://doi.org/10.1155/2021/9723450>.
- [64] E. Hosseini, V.A. Popovich, A review of mechanical properties of additively manufactured Inconel 718, *Additive Manufacturing* 30 (2019) 100877. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2019.100877>.
- [65] S. Sanchez, P. Smith, Z. Xu, G. Gaspard, C.J. Hyde, W.W. Wits, I.A. Ashcroft, H. Chen, A.T. Clare, Powder Bed Fusion of nickel-based superalloys: A review, *International Journal of Machine Tools and Manufacture* 165 (2021) 103729. <https://doi.org/10.1016/j.ijmachtools.2021.103729>.
- [66] R. Jiang, A. Mostafaei, Z. Wu, A. Choi, P.-W. Guan, M. Chmielus, A.D. Rollett, Effect of heat treatment on microstructural evolution and hardness homogeneity in laser powder bed fusion of alloy 718, *Additive Manufacturing* 35 (2020) 101282. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101282>.
- [67] J. Xu, F. Schulz, R.L. Peng, E. Hryha, J. Moverare, Effect of heat treatment on the microstructure characteristics and microhardness of a novel  $\psi'$  nickel-based superalloy by laser powder bed fusion, *Results in Materials* 12 (2021) 100232. <https://doi.org/10.1016/j.rinma.2021.100232>.



- [68] K.N. Amato, S.M. Gaytan, L.E. Murr, E. Martinez, P.W. Shindo, J. Hernandez, S. Collins, F. Medina, Microstructures and mechanical behavior of Inconel 718 fabricated by selective laser melting, *Acta Materialia* 60 (2012) 2229–2239. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2011.12.032>.
- [69] W.M. Tucho, P. Cuvillier, A. Sjolyst-Kverneland, V. Hansen, Microstructure and hardness studies of Inconel 718 manufactured by selective laser melting before and after solution heat treatment, *Materials Science and Engineering: A* 689 (2017) 220–232. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.02.062>.
- [70] B. Lim, H. Chen, Z. Chen, N. Haghdadi, X. Liao, S. Primig, S.S. Babu, A.J. Breen, S.P. Ringer, Microstructure-property gradients in Ni-based superalloy (Inconel 738) additively manufactured via electron beam powder bed fusion, *Additive Manufacturing* 46 (2021) 102121. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2021.102121>.
- [71] L. Zhou, A. Mehta, B. McWilliams, K. Cho, Y. Sohn, Microstructure, precipitates and mechanical properties of powder bed fused inconel 718 before and after heat treatment, *Journal of Materials Science & Technology* 35 (2019) 1153–1164. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2018.12.006>.
- [72] K. Kunze, T. Etter, J. Grässlin, V. Shklover, Texture, anisotropy in microstructure and mechanical properties of IN738LC alloy processed by selective laser melting (SLM), *Materials Science and Engineering: A* 620 (2015) 213–222. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.10.003>.
- [73] P. Nash, The Cr–Ni (Chromium-Nickel) system, *Bulletin of Alloy Phase Diagrams* 7 (1986) 466–476. <https://doi.org/10.1007/BF02867812>.
- [74] H. Thomas, Über Widerstandslegierungen, *Z. Physik* 129 (1951) 219–232. <https://doi.org/10.1007/BF01333398>.
- [75] A. Marucco, B. Nath, Effects of ordering on the properties of Ni-Cr alloys, *J Mater Sci* 23 (1988) 2107–2114. <https://doi.org/10.1007/BF01115776>.
- [76] M. Lelievre, Elaboration de l’alliage Ni 20 wt. % Cr par fusion sélective laser : effet des paramètres de fabrication sur la microstructure, le comportement mécanique en traction et la stabilité thermique, thesis, Normandie, 2021. <http://www.theses.fr/2021NORMC239> (accessed January 9, 2023).
- [77] E. Hug, M. Lelièvre, C. Folton, A. Ribet, M. Martinez-Celis, C. Keller, Additive manufacturing of a Ni-20 wt%Cr binary alloy by laser powder bed fusion: Impact of the microstructure on the mechanical properties, *Materials Science and Engineering: A* 834 (2022) 142625. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2022.142625>.
- [78] S.S. Joshi, C. Keller, E. Hug, W. Lefebvre, Quantifying microstructural contribution to yield stress and strain hardening of Ni20Cr alloy manufactured by laser powder bed fusion with different volumetric energy densities, *Journal of Alloys and Compounds* 968 (2023) 172241. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2023.172241>.
- [79] S.S. Joshi, Investigation of the link between mechanical properties and microstructure of Ni20Cr alloy manufactured by laser powder bed fusion, phdthesis, Normandie Université, 2023. <https://theses.hal.science/tel-04375363> (accessed July 9, 2024).
- [80] T.S. Byun, K. Farrell, Tensile properties of Inconel 718 after low temperature neutron irradiation, *Journal of Nuclear Materials* 318 (2003) 292–299. [https://doi.org/10.1016/S0022-3115\(03\)00006-0](https://doi.org/10.1016/S0022-3115(03)00006-0).
- [81] P. Changizian, Z. Yao, C. Lu, F. Long, M.R. Daymond, Radiation effect on nano-indentation properties and deformation mechanisms of a Ni-based superalloy X-750, *Journal of Nuclear Materials* 515 (2019) 1–13. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2018.11.040>.
- [82] H.K. Zhang, Z. Yao, M.A. Kirk, M.R. Daymond, Stability of Ni<sub>3</sub>(Al, Ti) Gamma Prime Precipitates in a Nickel-Based Superalloy Inconel X-750 Under Heavy Ion Irradiation, *Metall Mater Trans A* 45 (2014) 3422–3428. <https://doi.org/10.1007/s11661-014-2309-y>.

- [83] K. Urban, M. Wilkens, Growth of Defect Clusters in Thin Nickel Foils during Electron Irradiation. II. Temperature Dependence of the Growth Rate of Interstitial Loops, *Physica Status Solidi (a)* 6 (1971) 173–185. <https://doi.org/10.1002/pssa.2210060120>.
- [84] M. Loyer-Prost, A.-H. Puichaud, C. Flament, E. Rouesne, J.-L. Béchade, Impact of intragranular misorientation on void swelling and inter-granular cavities after ion irradiation in standard and additive manufacturing 316L austenitic steels, *Journal of Nuclear Materials* 573 (2023) 154102. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2022.154102>.
- [85] C. Clement, Y. Zhao, P. Warren, X. Liu, S. Xue, D.W. Gandy, J.P. Wharry, Comparison of ion irradiation effects in PM-HIP and forged alloy 625, *Journal of Nuclear Materials* 558 (2022) 153390. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2021.153390>.
- [86] C. Sun, M. Kirk, M. Li, K. Hattar, Y. Wang, O. Anderoglu, J. Valdez, B.P. Uberuaga, R. Dickerson, S.A. Maloy, Microstructure, chemistry and mechanical properties of Ni-based superalloy Rene N4 under irradiation at room temperature, *Acta Materialia* 95 (2015) 357–365. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2015.04.061>.
- [87] D. Chen, K. Murakami, K. Dohi, K. Nishida, Z. Li, N. Sekimura, The effects of loop size on the unfauling of Frank loops in heavy ion irradiation, *Journal of Nuclear Materials* 529 (2020) 151942. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2019.151942>.
- [88] C.D. Judge, N. Gauquelin, L. Walters, M. Wright, J.I. Cole, J. Madden, G.A. Botton, M. Griffiths, Intergranular fracture in irradiated Inconel X-750 containing very high concentrations of helium and hydrogen, *Journal of Nuclear Materials* 457 (2015) 165–172. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2014.10.008>.
- [89] N. Hashimoto, J.D. Hunn, T.S. Byun, L.K. Mansur, Microstructural analysis of ion-irradiation-induced hardening in inconel 718, *Journal of Nuclear Materials* 318 (2003) 300–306. [https://doi.org/10.1016/S0022-3115\(03\)00013-8](https://doi.org/10.1016/S0022-3115(03)00013-8).
- [90] A.F. Rowcliffe, L.K. Mansur, D.T. Hoelzer, R.K. Nanstad, Perspectives on radiation effects in nickel-base alloys for applications in advanced reactors, *Journal of Nuclear Materials* 392 (2009) 341–352. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2009.03.023>.
- [91] R.W. Powell, D.T. Peterson, M.K. Zimmerschied, J.F. Bates, Swelling of several commercial alloys following high fluence neutron irradiation, *Journal of Nuclear Materials* 104 (1981) 969–973. [https://doi.org/10.1016/0022-3115\(82\)90725-5](https://doi.org/10.1016/0022-3115(82)90725-5).
- [92] Q. Wang, C.D. Judge, C. Howard, M. Mattucci, H. Rajakumar, T. Skippon, M.R. Daymond, G. Bickel, Characterization of microstructure and microhardness of Neutron irradiated Inconel X-750, *Journal of Nuclear Materials* 563 (2022) 153644. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2022.153644>.
- [93] C.D. Judge, V. Bhakhri, Z. Jiao, R.J. Klassen, G. Was, G.A. Botton, M. Griffiths, The effects of proton irradiation on the microstructural and mechanical property evolution of inconel X-750 with high concentrations of helium, *Journal of Nuclear Materials* 492 (2017) 213–226. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2017.04.045>.
- [94] J.D. Hunn, E.H. Lee, T.S. Byun, L.K. Mansur, Ion-irradiation-induced hardening in Inconel 718, *Journal of Nuclear Materials* 296 (2001) 203–209. [https://doi.org/10.1016/S0022-3115\(01\)00519-0](https://doi.org/10.1016/S0022-3115(01)00519-0).
- [95] E. Aydogan, O. El-Atwani, B. Erdem, W.-Y. Chen, M. Li, A. Devaraj, B. Koc, S.A. Maloy, In-situ radiation response of additively manufactured modified Inconel 718 alloys, *Additive Manufacturing* 51 (2022) 102601. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2022.102601>.
- [96] I. Cieřlik, M. Duchna, T. Płociński, E. Wyszowska, A. Azarov, M. Zieniuk, Ion irradiation effect on the microstructure of Inconel 625 obtained by Selective Laser Melting and by the metallurgical process, *Surface and Coatings Technology* 396 (2020) 125952. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2020.125952>.

- [97] Z. Zhu, H. Huang, S. Min, J. Hou, W. Ji, Characterization of microstructure and hardening of SLM nickel-based alloy irradiated by He ions, *Journal of Nuclear Materials* 566 (2022) 153794. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2022.153794>.
- [98] S. Li, J. Hu, W.-Y. Chen, J. Yu, M. Li, Y. Wang, Evolution of cellular dislocation structures and defects in additively manufactured austenitic stainless steel under ion irradiation, *Scripta Materialia* 178 (2020) 245–250. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2019.11.036>.
- [99] T.M. Robinson, M.L. Jenkins, Heavy-ion irradiation of nickel and nickel alloys, *Philosophical Magazine A* 43 (1981) 999–1015. <https://doi.org/10.1080/01418618108239507>.
- [100] S.A. Briggs, C.M. Barr, J. Pakarinen, M. Mamivand, K. Hattar, D.D. Morgan, M. Taheri, K. Sridharan, Observations of defect structure evolution in proton and Ni ion irradiated Ni-Cr binary alloys, *Journal of Nuclear Materials* 479 (2016) 48–58. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2016.06.046>.
- [101] D.S. Aidhy, C. Lu, K. Jin, H. Bei, Y. Zhang, L. Wang, W.J. Weber, Point defect evolution in Ni, NiFe and NiCr alloys from atomistic simulations and irradiation experiments, *Acta Materialia* 99 (2015) 69–76. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2015.08.007>.
- [102] S.M. Astrahantzev, Yu.I. Konnov, Structural transformation in nickel-chromium alloy (80 Ni/20 Cr) under irradiation, *Journal of Nuclear Materials* 10 (1963) 15–22. [https://doi.org/10.1016/0022-3115\(63\)90113-2](https://doi.org/10.1016/0022-3115(63)90113-2).
- [103] S.M. Astrahantzev, Yu.I. Konnov, Structural transformation in a nickel-chromium alloy (80 Ni/20 Cr) under irradiation, II, *Journal of Nuclear Materials* 20 (1966) 323–327. [https://doi.org/10.1016/0022-3115\(66\)90045-6](https://doi.org/10.1016/0022-3115(66)90045-6).
- [104] Emira, French national federation of facilities, EMIRA (n.d.). <https://emira.in2p3.fr/> (accessed August 20, 2024).
- [105] A. Gentils, C. Cabet, Investigating radiation damage in nuclear energy materials using JANNuS multiple ion beams, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* 447 (2019) 107–112. <https://doi.org/10.1016/j.nimb.2019.03.039>.
- [106] JANNuS-Saclay - JANNuS, (n.d.). <https://jannus.in2p3.fr/jannus-saclay/> (accessed April 4, 2024).
- [107] A. Bhattacharya, Ion irradiation effects on high purity bcc Fe and model FeCr alloys, These de doctorat, Paris 11, 2014. <https://www.theses.fr/2014PA112398> (accessed February 14, 2024).
- [108] JANNuS-Orsay - JANNuS, (n.d.). <https://jannus.in2p3.fr/jannus-orsay/> (accessed February 14, 2024).
- [109] C. Borschel, C. Ronning, Ion beam irradiation of nanostructures – A 3D Monte Carlo simulation code, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* 269 (2011) 2133–2138. <https://doi.org/10.1016/j.nimb.2011.07.004>.
- [110] A.Yu. Konobeyev, U. Fischer, Yu.A. Korovin, S.P. Simakov, Evaluation of effective threshold displacement energies and other data required for the calculation of advanced atomic displacement cross-sections, *Nuclear Energy and Technology* 3 (2017) 169–175. <https://doi.org/10.1016/j.nucet.2017.08.007>.
- [111] R.M. Langford, C. Clinton, In situ lift-out using a FIB-SEM system, *Micron* 35 (2004) 607–611. <https://doi.org/10.1016/j.micron.2004.03.002>.
- [112] N.I. Kato, Reducing focused ion beam damage to transmission electron microscopy samples, *Journal of Electron Microscopy* 53 (2004) 451–458. <https://doi.org/10.1093/jmicro/dfh080>.
- [113] A. Aitkaliyeva, J.W. Madden, B.D. Miller, J.I. Cole, J. Gan, Comparison of preparation techniques for nuclear materials for transmission electron microscopy (TEM), *Journal of Nuclear Materials* 459 (2015) 241–246. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2015.01.042>.

- [114] H.-H. Jin, C. Shin, J. Kwon, Fabrication of a TEM sample of ion-irradiated material using focused ion beam microprocessing and low-energy Ar ion milling, *Journal of Electron Microscopy* 59 (2010) 463–468. <https://doi.org/10.1093/jmicro/dfq020>.
- [115] D.B. Williams, C.B. Carter, *Transmission Electron Microscopy*, Springer US, Boston, MA, 2009. <https://doi.org/10.1007/978-0-387-76501-3>.
- [116] M.D. Uchic, P.A. Shade, D.M. Dimiduk, Plasticity of Micrometer-Scale Single Crystals in Compression, *Annual Review of Materials Research* 39 (2009) 361–386. <https://doi.org/10.1146/annurev-matsci-082908-145422>.
- [117] S. Shim, H. Bei, M.K. Miller, G.M. Pharr, E.P. George, Effects of focused ion beam milling on the compressive behavior of directionally solidified micropillars and the nanoindentation response of an electropolished surface, *Acta Materialia* 57 (2009) 503–510. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2008.09.033>.
- [118] S. Shahbeyk, G.Z. Voyiadjis, V. Habibi, S.H. Astaneh, M. Yaghoobi, Review of Size Effects during Micropillar Compression Test: Experiments and Atomistic Simulations, *Crystals* 9 (2019) 591. <https://doi.org/10.3390/cryst9110591>.
- [119] C.C. Tasan, J.P.M. Hoefnagels, M.G.D. Geers, A Micropillar Compression Methodology for Ductile Damage Quantification, *Metall Mater Trans A* 43 (2012) 796–801. <https://doi.org/10.1007/s11661-011-1021-4>.
- [120] J.E. Bailey, P.B. Hirsch, The dislocation distribution, flow stress, and stored energy in cold-worked polycrystalline silver, *The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics* 5 (1960) 485–497. <https://doi.org/10.1080/14786436008238300>.
- [121] J. Schindelin, I. Arganda-Carreras, E. Frise, V. Kaynig, M. Longair, T. Pietzsch, S. Preibisch, C. Rueden, S. Saalfeld, B. Schmid, J.-Y. Tinevez, D.J. White, V. Hartenstein, K. Eliceiri, P. Tomancak, A. Cardona, Fiji – an Open Source platform for biological image analysis, *Nature Methods* 9 (2012) 10.1038/nmeth.2019. <https://doi.org/10.1038/nmeth.2019>.
- [122] T. DebRoy, H.L. Wei, J.S. Zuback, T. Mukherjee, J.W. Elmer, J.O. Milewski, A.M. Beese, A. Wilson-Heid, A. De, W. Zhang, Additive manufacturing of metallic components – Process, structure and properties, *Progress in Materials Science* 92 (2018) 112–224. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2017.10.001>.
- [123] P. Deng, M. Karadge, R.B. Rebak, V.K. Gupta, B.C. Prorok, X. Lou, The origin and formation of oxygen inclusions in austenitic stainless steels manufactured by laser powder bed fusion, *Additive Manufacturing* 35 (2020) 101334. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101334>.
- [124] B.J. Kestel, Improved methods and novel techniques for jet electropolishing of TEM (transmission electron microscope) foils, Argonne National Lab. (ANL), Argonne, IL (United States), 1990. <https://www.osti.gov/biblio/6966004> (accessed May 18, 2024).
- [125] K. Carpenter, A. Tabei, On Residual Stress Development, Prevention, and Compensation in Metal Additive Manufacturing, *Materials* 13 (2020) 255. <https://doi.org/10.3390/ma13020255>.
- [126] C. Li, Z.Y. Liu, X.Y. Fang, Y.B. Guo, Residual Stress in Metal Additive Manufacturing, *Procedia CIRP* 71 (2018) 348–353. <https://doi.org/10.1016/j.procir.2018.05.039>.
- [127] D. Tomus, Y. Tian, P.A. Rometsch, M. Heilmaier, X. Wu, Influence of post heat treatments on anisotropy of mechanical behaviour and microstructure of Hastelloy-X parts produced by selective laser melting, *Materials Science and Engineering: A* 667 (2016) 42–53. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.04.086>.
- [128] C. Li, R. White, X.Y. Fang, M. Weaver, Y.B. Guo, Microstructure evolution characteristics of Inconel 625 alloy from selective laser melting to heat treatment, *Materials Science and Engineering: A* 705 (2017) 20–31. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.08.058>.

- [129] P. Mercelis, J. Kruth, Residual stresses in selective laser sintering and selective laser melting, *Rapid Prototyping Journal* 12 (2006) 254–265. <https://doi.org/10.1108/13552540610707013>.
- [130] M.L. Jenkins, Characterisation of radiation-damage microstructures by TEM, *Journal of Nuclear Materials* 216 (1994) 124–156. [https://doi.org/10.1016/0022-3115\(94\)90010-8](https://doi.org/10.1016/0022-3115(94)90010-8).
- [131] C. Chen, J. Zhang, J. Song, Comprehensive study of vacancy frank loop unfaulting: atomistic simulations and predictive model, *Acta Materialia* 208 (2021) 116745. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2021.116745>.
- [132] C.B. Carter, S.M. Holmes, The stacking-fault energy of nickel, *The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics* 35 (1977) 1161–1172. <https://doi.org/10.1080/14786437708232942>.
- [133] Z. Zhu, W. Ji, H. Huang, In-situ TEM investigation on the evolution of He bubbles and dislocation loops in Ni-based alloy irradiated by H<sub>2</sub><sup>+</sup> & He<sup>+</sup> dual-beam ions, *Journal of Materials Science & Technology* 138 (2023) 36–49. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2022.07.054>.
- [134] Yu.N. Osetsky, M. Victoria, A. Serra, S.I. Golubov, V. Priego, Computer simulation of vacancy and interstitial clusters in bcc and fcc metals, *Journal of Nuclear Materials* 251 (1997) 34–48. [https://doi.org/10.1016/S0022-3115\(97\)00255-9](https://doi.org/10.1016/S0022-3115(97)00255-9).
- [135] Z. Shang, C. Fan, S. Xue, J. Ding, J. Li, T. Voisin, Y.M. Wang, H. Wang, X. Zhang, Response of solidification cellular structures in additively manufactured 316 stainless steel to heavy ion irradiation: an in situ study, *Materials Research Letters* 7 (2019) 290–297. <https://doi.org/10.1080/21663831.2019.1604442>.
- [136] K. Pei, G. Ran, Y. Li, Z. Cao, D. Cui, R. Zhang, G. Yang, In-situ TEM study of loop evolution in FeCrAl alloy under Fe<sup>+</sup> irradiation: Effects of temperatures, dislocations and precipitates, *Nuclear Analysis 1* (2022) 100001. <https://doi.org/10.1016/j.nucana.2022.100001>.
- [137] Y. Luo, Y. Dong, X. Wang, H. Peng, D. Yan, T. Hu, S. Zhang, Q. Li, D. Wang, C. Xiao, In-situ TEM study of the effect of pre-existing dislocation on loop evolution in 508-III steel during Fe<sup>+</sup> irradiation, *Journal of Nuclear Materials* 559 (2022) 153420. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2021.153420>.
- [138] Z. Ma, G. Ran, X. Qiu, Y. Li, Y. Ding, R. Zhang, J. Huang, Y. Zhang, X. Huang, In-situ TEM investigation of dislocation loop evolution in Al-forming austenitic stainless steels during Fe<sup>+</sup> irradiation: Effects of irradiation dose and pre-existing dislocations, *Journal of Nuclear Materials* 563 (2022) 153645. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2022.153645>.
- [139] G.F. Bouobda Moladje, L. Thuinet, C.S. Becquart, A. Legris, A phase field model for dislocation climb under irradiation: Formalism and applications to pure bcc iron and ferritic alloys, *International Journal of Plasticity* 134 (2020) 102810. <https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2020.102810>.
- [140] R.A. Collette, Impact of cellular dislocation structures produced by additive manufacturing on neutron irradiation damage evolution in stainless steel 316L, (2021). <https://repository.mines.edu/handle/11124/176434> (accessed June 5, 2024).
- [141] P. Lapouge, Etude expérimentale du fluage d’irradiation dans les métaux et alliages grâce au couplage de la technologie MEMS et d’irradiations aux particules chargées, (n.d.).
- [142] N. Khiara, Experimental and numerical study of irradiation creep in metallic materials, (n.d.).
- [143] A.S. Wu, D.W. Brown, M. Kumar, G.F. Gallegos, W.E. King, An Experimental Investigation into Additive Manufacturing-Induced Residual Stresses in 316L Stainless Steel, *Metall Mater Trans A* 45 (2014) 6260–6270. <https://doi.org/10.1007/s11661-014-2549-x>.
- [144] M. Strantzla, R.K. Ganeriwala, B. Clausen, T.Q. Phan, L.E. Levine, D. Pagan, W.E. King, N.E. Hodge, D.W. Brown, Coupled experimental and computational study of residual stresses in additively manufactured Ti-6Al-4V components, *Materials Letters* 231 (2018) 221–224. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2018.07.141>.

- [145] D. Kaoumi, J. Adamson, Self-ordered defect structures in two model F/M steels under in situ ion irradiation, *Journal of Nuclear Materials* 448 (2014) 233–238. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2014.01.048>.
- [146] C. Xu, W.-Y. Chen, Y. Chen, Y. Yang, Microstructural evolution of NF709 austenitic stainless steel under in-situ ion irradiations at room temperature, 300, 400, 500 and 600 °C, *Journal of Nuclear Materials* 509 (2018) 644–653. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2018.07.044>.
- [147] M. Wen, N.M. Ghoniem \*, B.N. Singh, Dislocation decoration and raft formation in irradiated materials, *Philosophical Magazine* 85 (2005) 2561–2580. <https://doi.org/10.1080/14786430500154281>.
- [148] G.R. Odette, G.E. Lucas, Embrittlement of nuclear reactor pressure vessels, *JOM* 53 (2001) 18–22. <https://doi.org/10.1007/s11837-001-0081-0>.
- [149] K. Niwase, T. Ezawa, F.E. Fujita, H. Kusanagi, H. Takaku, Morphology of micro-cavities in nickel during Helium bombardment and post-irradiation annealing, *Radiation Effects* 106 (1988) 65–76. <https://doi.org/10.1080/00337578808013729>.
- [150] M.J. Uddin, E. Ramirez-Cedillo, R.A. Mirshams, H.R. Siller, Nanoindentation and electron backscatter diffraction mapping in laser powder bed fusion of stainless steel 316L, *Materials Characterization* 174 (2021) 111047. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2021.111047>.
- [151] J.R. Greer, W.C. Oliver, W.D. Nix, Size dependence of mechanical properties of gold at the micron scale in the absence of strain gradients, *Acta Materialia* 53 (2005) 1821–1830. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2004.12.031>.
- [152] S.-H. Li, Y. Zhao, K.B. Lau, P. Wang, R. Upadrista, Micropillar compression investigation on the mechanical behavior of Ni manufactured using laser powder bed fusion, *Materials Science and Engineering: A* 879 (2023) 145269. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2023.145269>.
- [153] W.-Y. Chen, Y. Chen, P. Baldo, J. Hlavenka, D. Harbaruk, In-situ and ex-situ characterization of ion-irradiated AM materials, 2023. <https://doi.org/10.2172/1992453>.
- [154] T.H. Blewitt, R.R. Coltman, R.E. Jamison, J.K. Redman, Radiation hardening of copper single crystals, *Journal of Nuclear Materials* 2 (1960) 277–298. [https://doi.org/10.1016/0022-3115\(60\)90001-5](https://doi.org/10.1016/0022-3115(60)90001-5).
- [155] B.N. Singh, A.J.E. Foreman, H. Trinkaus, Radiation hardening revisited: role of intracascade clustering, *Journal of Nuclear Materials* 249 (1997) 103–115. [https://doi.org/10.1016/S0022-3115\(97\)00231-6](https://doi.org/10.1016/S0022-3115(97)00231-6).
- [156] M.J. Makin, J.V. Sharp, A Model of “Lattice” Hardening in Irradiated Copper Crystals with the External Characteristics of “Source” Hardening, *Physica Status Solidi (b)* 9 (1965) 109–118. <https://doi.org/10.1002/pssb.19650090114>.
- [157] E.A. Little, Neutron-irradiation hardening in irons and ferritic steels, *International Metals Reviews* 21 (1976) 25–60. <https://doi.org/10.1179/imtr.1976.21.1.25>.
- [158] G. Monnet, Multiscale modeling of irradiation hardening: Application to important nuclear materials, *Journal of Nuclear Materials* 508 (2018) 609–627. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2018.06.020>.
- [159] L. Tan, J.T. Busby, Formulating the strength factor  $\alpha$  for improved predictability of radiation hardening, *Journal of Nuclear Materials* 465 (2015) 724–730. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2015.07.009>.
- [160] D. Chen, K. Murakami, K. Dohi, K. Nishida, N. Soneda, Z. Li, L. Liu, N. Sekimura, Depth distribution of Frank loop defects formed in ion-irradiated stainless steel and its dependence on Si addition, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* 365 (2015) 503–508. <https://doi.org/10.1016/j.nimb.2015.08.029>.
- [161] D. Kuhlmann-Wilsdorf, N. Hansen, Geometrically necessary, incidental and subgrain boundaries, *Scripta Metallurgica et Materialia* 25 (1991) 1557–1562. [https://doi.org/10.1016/0956-716X\(91\)90451-6](https://doi.org/10.1016/0956-716X(91)90451-6).

- [162] A.G. Jackson, Handbook of Crystallography, Springer, New York, NY, 1991.  
<https://doi.org/10.1007/978-1-4612-3052-6>.

---

# Annexes

---



## A.1 - Conditions d'observation des défauts

Si une boucle de Frank peut être rendue invisible via une réflexion  $g$ , d'autres types de défauts peuvent posséder des conditions partiellement identiques. Par exemple, si la réflexion  $g(220)$  est utilisée, un défaut rendu invisible peut être soit une boucle de Frank de vecteur de Burgers  $\vec{b} = \frac{1}{3}[1\bar{1}1]$ , soit une dislocation partielle de Shockley de vecteur  $\vec{b} = \frac{1}{6}[1\bar{1}2]$ , puisque les deux produits  $\vec{g} \cdot \vec{b}$  sont nuls. Il est ainsi nécessaire de vérifier d'autres réflexions pour lesquelles le défaut s'éteint. Si deux réflexions permettent d'éteindre un défaut, alors le produit vectoriel de ces deux réflexions permet de trouver le vecteur de Burgers du défaut et donc sa nature. Le **Tableau IV.3** donne les valeurs de  $\vec{g} \cdot \vec{b}$  pour les principaux type de défauts dans un réseau CFC, selon Jackson [162].

Tableau IV.3 : Valeurs des produits  $\vec{g} \cdot \vec{b}$  des principaux défauts rencontrés dans les matériaux CFC, donnant leurs conditions de visibilité en MET [162].

Table 13.4.  $g \cdot b$  for FCC Lattice.

Plane	$\pm[110]$	$\pm[1\bar{1}0]$	$\pm[101]$	$\pm[10\bar{1}]$	$\pm[011]$	$\pm[01\bar{1}]$	Plane	$\pm[110]$	$\pm[1\bar{1}0]$	$\pm[101]$	$\pm[10\bar{1}]$	$\pm[011]$	$\pm[01\bar{1}]$
111	$\pm 1$	0	$\pm 1$	0	$\pm 1$	0	111	$\mp 1$	0	$\mp 1$	0	$\mp 1$	0
$\bar{1}\bar{1}\bar{1}$	0	$\mp 1$	0	$\mp 1$	$\pm 1$	0	$1\bar{1}\bar{1}$	0	$\pm 1$	0	$\pm 1$	$\mp 1$	0
$1\bar{1}\bar{1}$	0	$\pm 1$	$\pm 1$	0	0	$\mp 1$	$\bar{1}\bar{1}\bar{1}$	0	$\mp 1$	$\mp 1$	0	0	$\pm 1$
$11\bar{1}$	$\pm 1$	0	0	$\pm 1$	0	$\mp 1$	$\bar{1}\bar{1}1$	$\mp 1$	0	0	$\mp 1$	0	$\mp 1$
200	$\pm 1$	$\pm 1$	$\pm 1$	$\pm 1$	0	0	$\bar{2}00$	$\mp 1$	$\mp 1$	$\mp 1$	$\mp 1$	0	0
020	$\pm 1$	$\mp 1$	0	0	$\pm 1$	$\pm 1$	020	$\mp 1$	$\pm 1$	0	0	$\mp 1$	$\mp 1$
002	0	0	$\pm 1$	$\mp 1$	$\pm 1$	$\pm 1$	002	0	0	$\mp 1$	$\pm 1$	$\mp 1$	$\mp 1$
220	$\pm 2$	0	$\pm 1$	$\pm 1$	$\pm 1$	$\pm 1$	$\bar{2}\bar{2}0$	$\mp 2$	0	$\mp 1$	$\mp 1$	$\mp 1$	$\mp 1$
$\bar{2}\bar{2}0$	0	$\pm 2$	$\pm 1$	$\pm 1$	$\mp 1$	$\mp 1$	$\bar{2}20$	0	$\mp 2$	$\mp 1$	$\mp 1$	$\pm 1$	$\pm 1$
202	$\pm 1$	$\pm 1$	$\pm 2$	0	$\pm 1$	$\mp 1$	$\bar{2}0\bar{2}$	$\mp 1$	$\mp 1$	$\mp 2$	0	$\mp 1$	$\pm 1$
$20\bar{2}$	$\pm 1$	$\pm 1$	0	$\pm 2$	$\mp 1$	$\pm 1$	$\bar{2}02$	$\pm 1$	$\pm 1$	0	$\pm 2$	$\mp 1$	$\pm 1$
022	$\pm 1$	$\mp 1$	$\pm 1$	$\mp 1$	$\pm 2$	0	022	$\mp 1$	$\pm 1$	$\mp 1$	$\pm 1$	$\mp 2$	0
$02\bar{2}$	$\pm 1$	$\mp 1$	$\mp 1$	$\pm 1$	0	$\pm 2$	022	$\mp 1$	$\pm 1$	$\pm 1$	$\mp 1$	0	$\mp 2$

Table 13.5. FCC Imperfect Dislocations; Values of  $g \cdot b$  for Various Planes and for  $b = 1/6\langle 110 \rangle$ .

Plane	$\frac{1}{6}[110]$	$\frac{1}{6}[101]$	$\frac{1}{6}[011]$	$\frac{1}{6}[1\bar{1}0]$	$\frac{1}{6}[1\bar{1}0]$	$\frac{1}{6}[01\bar{1}]$
2 0 0	1/3	1/3	0	1/3	1/3	0
0 2 0	1/3	0	1/3	0	-1/3	1/3
0 0 2	0	1/3	1/3	-1/3	0	-1/3
2 2 0	2/3	1/3	1/3	1/3	0	1/3
2 0 2	1/3	2/3	1/3	0	1/3	-1/3
0 2 2	1/3	1/3	2/3	-1/3	-1/3	0
1 1 1	1/3	1/3	1/3	0	0	0
1 1 $\bar{1}$	1/3	0	0	1/3	0	1/3
1 $\bar{1}$ 1	0	1/3	0	0	1/3	-1/3
$\bar{1}$ 1 1	0	0	1/3	-1/3	-1/3	0
1 $\bar{1}$ $\bar{1}$	0	0	-1/3	1/3	1/3	0
1 1 3	1/3	2/3	2/3	-1/3	0	-1/3
1 3 1	2/3	1/3	2/3	0	-1/3	1/3
1 3 1	2/3	1/3	2/3	0	-1/3	1/3
3 1 1	2/3	2/3	1/3	1/3	1/3	0
1 1 $\bar{3}$	1/3	-1/3	-1/3	2/3	0	2/3
1 $\bar{3}$ 1	-1/3	1/3	-1/3	0	2/3	-2/3
$\bar{3}$ 1 1	-1/3	-1/3	1/3	-2/3	-2/3	0
1 $\bar{1}$ 3	0	2/3	1/3	-1/3	1/3	-2/3
1 3 $\bar{1}$	2/3	0	1/3	1/3	-1/3	2/3
3 1 $\bar{1}$	2/3	1/3	0	2/3	1/3	1/3
3 $\bar{1}$ 1	1/3	2/3	0	1/3	2/3	-1/3
1 $\bar{1}$ $\bar{3}$	0	-1/3	-2/3	2/3	1/3	1/3
1 $\bar{3}$ $\bar{1}$	-1/3	0	-2/3	1/3	2/3	-1/3

Table 13.6. FCC Imperfect Dislocations; Values of  $g \cdot b$  for Various Planes and for  $b = 1/3\langle 111 \rangle$ .

Plane	$\frac{1}{3}[111]$	$\frac{1}{3}[1\bar{1}\bar{1}]$	$\frac{1}{3}[1\bar{1}1]$	$\frac{1}{3}[\bar{1}11]$	$\frac{1}{3}[1\bar{1}\bar{1}]$	$\frac{1}{3}[\bar{1}\bar{1}1]$	$\frac{1}{3}[\bar{1}\bar{1}1]$
200	2/3	2/3	2/3	-2/3	2/3	-2/3	-2/3
020	2/3	2/3	-2/3	2/3	-2/3	2/3	-2/3
002	2/3	-2/3	2/3	2/3	-2/3	-2/3	2/3
220	4/3	4/3	0	0	0	0	-4/3
202	4/3	0	4/3	0	0	-4/3	0
022	4/3	0	0	4/3	-4/3	0	0
111	1	1/3	1/3	1/3	-1/3	-1/3	-1/3
$1\bar{1}\bar{1}$	1/3	1	-1/3	-1/3	1/3	1/3	-1
$1\bar{1}1$	1/3	-1/3	1	-1/3	1/3	-1	1/3
$\bar{1}\bar{1}1$	1/3	-1/3	-1/3	1	-1	1/3	1/3
$1\bar{1}\bar{1}$	-1/3	1/3	1/3	-1	1	-1/3	-1/3
113	5/3	-1/3	1	1	-1	-1	1/3
131	5/3	1	-1/3	1	-1	1/3	-1
131	5/3	1	-1/3	1	-1	1/3	-1
311	5/3	1	1	-1/3	1/3	-1	-1
$1\bar{1}\bar{3}$	-1/3	5/3	-1	-1	1	1	-5/3
$1\bar{3}1$	-1/3	-1	5/3	-1	1	-5/3	1
$\bar{3}11$	-1/3	-1	-1	5/3	-5/3	1	1
$1\bar{1}3$	1	-1	5/3	1/3	-1/3	-5/3	1
$13\bar{1}$	1	5/3	-1	1/3	-1/3	1	-5/3
$31\bar{1}$	1	5/3	1/3	-1	1	-1/3	-5/3
$3\bar{1}1$	1	1/3	5/3	-1	1	-5/3	-1/3
$1\bar{1}\bar{3}$	-1	1	-1/3	-5/3	5/3	1/3	-1
$1\bar{3}\bar{1}$	-1	-1/3	1	-5/3	5/3	-1	1/3

**Table 13.7. FCC Imperfect Dislocations; Values of  $g \cdot b$  for Various Planes and for  $b = 1/6\langle 112 \rangle$ .**

Plane:	$\frac{1}{6}[112]$	$\frac{1}{6}[121]$	$\frac{1}{6}[211]$	$\frac{1}{6}[\bar{1}1\bar{2}]$	$\frac{1}{6}[\bar{1}\bar{2}1]$	$\frac{1}{6}[\bar{2}1\bar{1}]$	$\frac{1}{6}[1\bar{1}2]$	$\frac{1}{6}[1\bar{2}\bar{1}]$	$\frac{1}{6}[\bar{2}\bar{1}\bar{1}]$	$\frac{1}{6}[1\bar{1}\bar{2}]$	$\frac{1}{6}[12\bar{1}]$	$\frac{1}{6}[\bar{1}21]$	$\frac{1}{6}[2\bar{1}1]$	$\frac{1}{6}[\bar{1}\bar{1}2]$	$\frac{1}{6}[\bar{1}2\bar{1}]$	$\frac{1}{6}[2\bar{1}\bar{1}]$	
200	1/3	1/3	2/3	1/3	1/3	-2/3	1/3	1/3	-2/3	-2/3	1/3	1/3	2/3	2/3	-1/3	-1/3	2/3
020	1/3	2/3	1/3	1/3	-2/3	1/3	-1/3	-2/3	1/3	-1/3	-1/3	2/3	1/3	-1/3	-1/3	2/3	-1/3
002	2/3	1/3	1/3	-2/3	1/3	1/3	-2/3	-1/3	-1/3	1/3	2/3	-1/3	-1/3	1/3	2/3	-1/3	-1/3
220	2/3	1	1	2/3	-1/3	-1/3	0	-1/3	-1/3	-1	0	1	1	1/3	-2/3	1/3	1/3
202	1	2/3	1	-1/3	2/3	-1/3	-1/3	0	-1	-1/3	1	0	1/3	1	1/3	-2/3	1/3
022	1	1	2/3	-1/3	-1/3	2/3	-1	-1	0	0	1/3	1/3	0	0	1/3	1/3	-2/3
111	2/3	2/3	2/3	0	0	0	-1/3	-1/3	-1/3	-1/3	1/3	1/3	1/3	1/3	0	0	0
$\bar{1}\bar{1}0$	-1/3	-1/3	0	1/3	1/3	-2/3	2/3	2/3	-1/3	-1/3	0	0	1/3	1/3	-1/3	-1/3	2/3
$\bar{1}\bar{1}0$	-1/3	0	-1/3	1/3	-2/3	1/3	0	-1/3	2/3	0	-2/3	1/3	0	-2/3	-1/3	2/3	-1/3
$\bar{1}\bar{1}1$	0	-1/3	-1/3	-2/3	1/3	1/3	-1/3	0	0	2/3	1/3	-2/3	-2/3	0	2/3	-1/3	-1/3
$\bar{1}\bar{1}0$	-2/3	-2/3	-2/3	0	0	0	1/3	1/3	1/3	1/3	-1/3	-1/3	-1/3	-1/3	0	0	0
$\bar{1}\bar{1}0$	-1/3	0	-1/3	1/3	-2/3	1/3	0	-1/3	2/3	0	-2/3	1/3	0	-2/3	-1/3	2/3	-1/3
113	4/3	1	1	-2/3	1/3	1/3	-1	-2/3	-2/3	0	1	0	0	2/3	2/3	-1/3	-1/3
131	1	4/3	1	1/3	-2/3	1/3	-2/3	-1	0	-2/3	0	1	2/3	0	-1/3	2/3	-1/3
311	1	1	4/3	1/3	1/3	-2/3	0	0	-1	2/3	2/3	1	1	-1/3	-1/3	2/3	2/3
110	-2/3	0	0	4/3	-2/3	-2/3	1	1/3	1/3	-1	-1	1	1	-1/3	-4/3	2/3	2/3
$\bar{1}\bar{3}1$	0	-2/3	0	-2/3	4/3	-2/3	1/3	1	-1	1/3	1	-1	-1/3	1	2/3	-4/3	2/3
$\bar{3}\bar{1}1$	0	0	-2/3	-2/3	-2/3	4/3	-1	-1	1	1	-1/3	-1/3	-1	-1	2/3	2/3	-4/3
$\bar{1}\bar{1}3$	1	1/3	2/3	-1	1	0	-2/3	0	-1	1/3	4/3	-2/3	-1/3	1	1	-1	0
130	1/3	1	2/3	1	-1	0	0	-2/3	1/3	-1	-2/3	4/3	1	-1/3	-1	1	0
310	1/3	2/3	1	1	0	-1	2/3	1/3	-2/3	-4/3	0	1	4/3	2/3	-1	0	1
$3\bar{1}\bar{1}$	2/3	1/3	1	0	1	-1	1/3	2/3	-4/3	-2/3	1	0	2/3	4/3	0	-1	1
$\bar{1}\bar{1}0$	-1	-2/3	-1/3	1	0	-1	4/3	1	0	-2/3	-2/3	1/3	2/3	0	-1	0	1
$\bar{1}\bar{3}0$	-2/3	-1	-1/3	0	1	-1	1	4/3	-2/3	0	1/3	-2/3	0	2/3	0	-1	1
$\bar{3}\bar{1}0$	-2/3	-1/3	-1	0	-1	1	-1/3	-2/3	4/3	2/3	-1	0	-2/3	-4/3	0	1	-1
$\bar{3}\bar{1}1$	-1/3	-2/3	-1	-1	0	1	-2/3	-1/3	2/3	4/3	0	-1	-4/3	-2/3	1	0	-1
$\bar{1}\bar{1}3$	2/3	0	0	-4/3	2/3	2/3	-1	-1/3	-1/3	1	1	-1	-1	1/3	4/3	-2/3	-2/3
$\bar{1}\bar{3}0$	0	2/3	0	2/3	-4/3	2/3	-1/3	-1	1	-1/3	-1	1	1/3	-1	-2/3	4/3	-2/3
$3\bar{1}0$	0	0	2/3	2/3	2/3	-4/3	1	1	-1	-1	1/3	1/3	1	1	-2/3	-2/3	4/3

Cette table permet de déterminer les réflexions à observer pour caractériser chaque défaut. En voici un récapitulatif :

- Défaut rendu invisible par une réflexion type  $g(200)$  : dislocation ou boucle parfaite
- Défaut rendu invisible par une réflexion type  $g(111)$  mais pas par une  $g(200)$  : dislocation partielle de Shockley
- Défaut rendu invisible par au moins deux réflexions type  $g(220)$  : boucle de Frank

## A.2 - Résultats expérimentaux des mesures de taille et de densité

Les analyses d'images réalisées sur les différents échantillons irradiés ont permis de mesurer l'évolution de la taille et de la densité des boucles de dislocation en fonction de la dose d'irradiation. Les valeurs moyennes ont déjà été présentées en partie III.2.2. Ces résultats sont tirés des distributions en taille, dont un exemple avait été montré en Figure III.19, et qui sont présentées ici en Figure IV.7 et Figure IV.8. Les mesures des échantillons *in situ* sont pris avant la correction suite à la surestimation de 17 % due à la méthode d'observation.

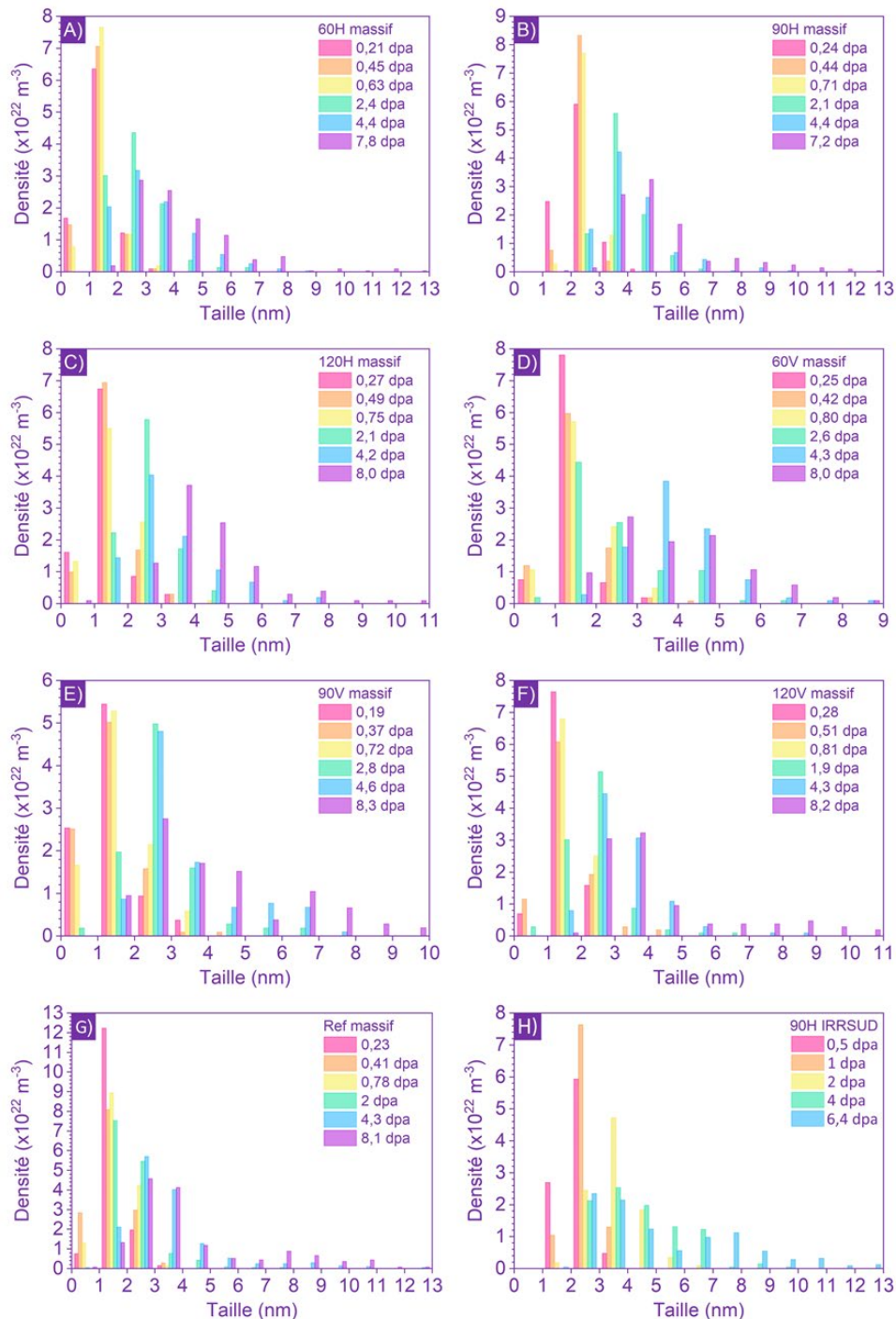


Figure IV.7 : A) à G) Distributions en taille des boucles de dislocation mesurées pour les différents échantillons massifs irradiés sur la ligne JANNUS-Saclay en fonction de la dose d'irradiation. H) Distribution en taille des boucles de dislocation mesurée pour l'échantillon 90V irradié sur la ligne IRRSUD.

## A.2 - Résultats expérimentaux des mesures de taille et de densité

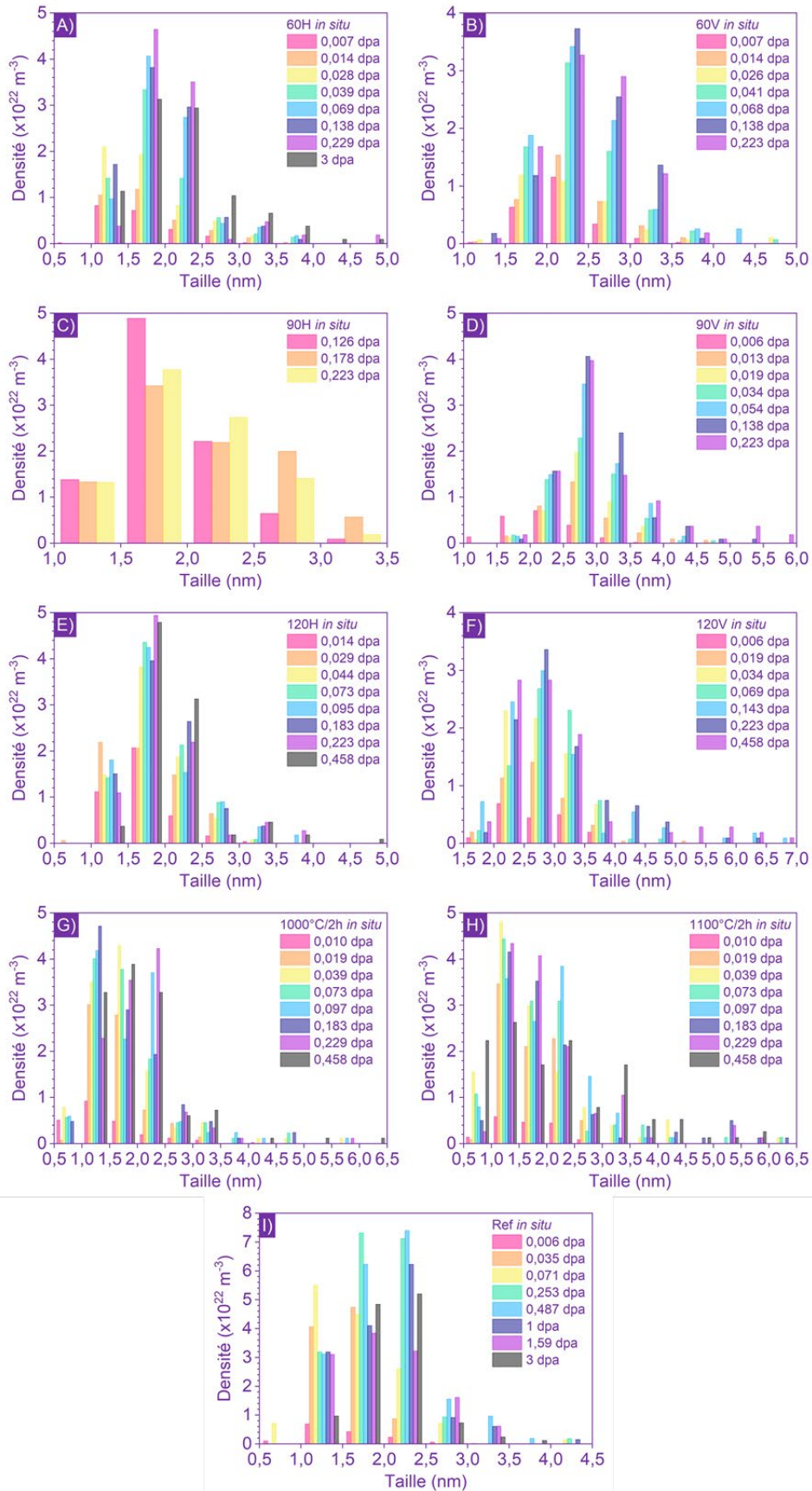


Figure IV.8 : Distribution en taille des boucles de dislocation des lames minces irradiées sur la ligne JANNuS-Orsay en fonction de la dose d'irradiation.

### A.3 - Résultats expérimentaux de nano-indentation

Des essais de nano-indentation ont été réalisés sur les échantillons 60H, 60V, 120H et 120V non irradiés et irradiés sur la ligne JANNuS-Saclay à des doses de 0,8 et 8,3 dpa pour une profondeur d'implantation de 1,5  $\mu\text{m}$ . Ces essais ont été réalisés à l'aide d'une pointe Berkovich pour des profondeurs d'indentation de 200 nm, 1  $\mu\text{m}$  et 2  $\mu\text{m}$ . Pour chaque échantillon, 16 mesures ont été réalisées, formant un quadrillage 4x4 indents, espacés de 20  $\mu\text{m}$  chacun, sans prendre en compte l'orientation cristallographique des grains. Les courbes de duretés représentées en Figure IV.9 permettent de calculer les valeurs de duretés de chaque échantillon, données en Figure IV.10. Elles sont calculées comme étant les moyennes de la dureté mesurée pour des profondeurs entre 100-150 nm pour les indents de 200 nm, entre 450-550 nm pour les indents de 1  $\mu\text{m}$  et entre 900-1100 nm pour les indents de 2  $\mu\text{m}$ .

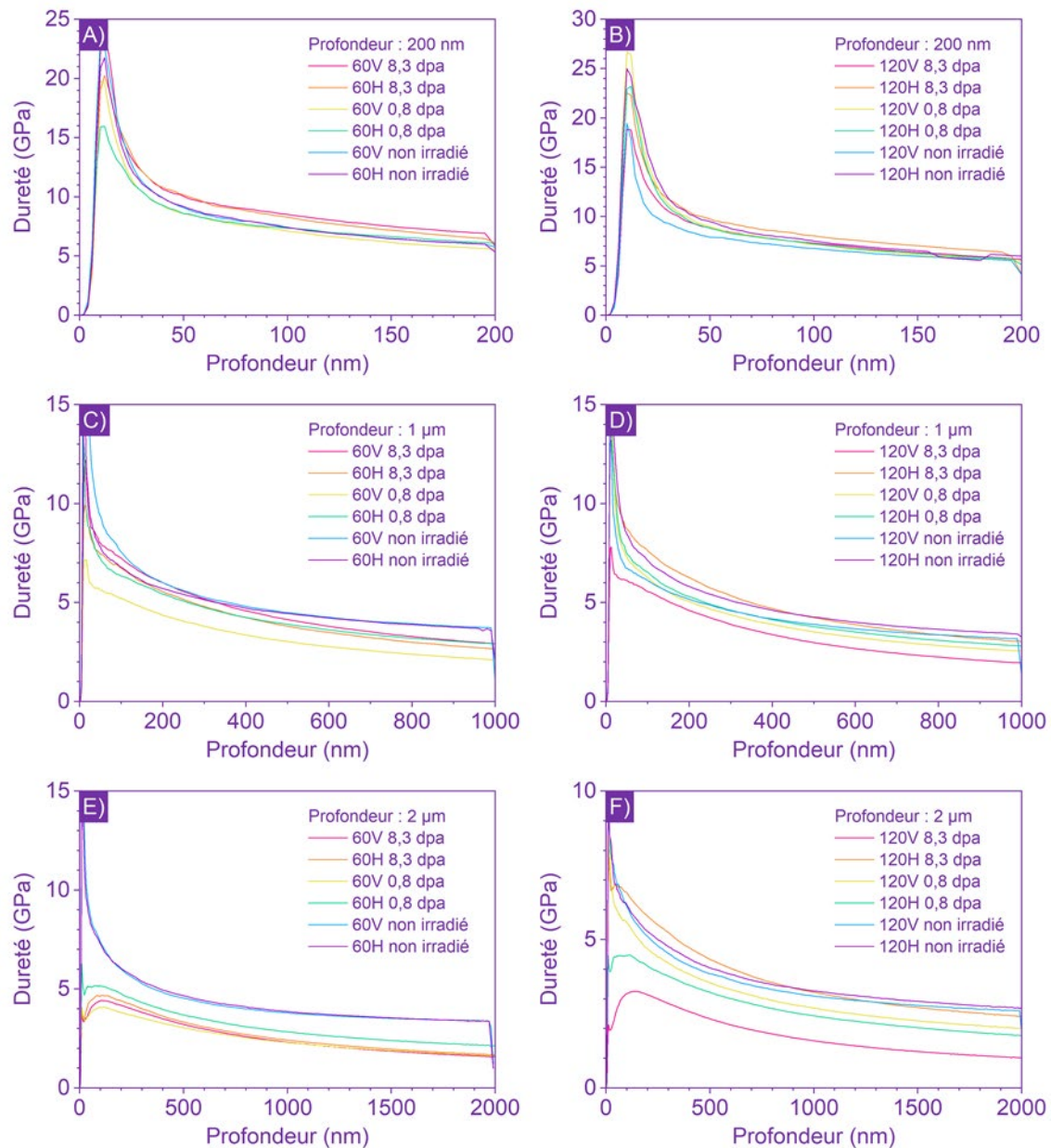


Figure IV.9 : Courbes de dureté obtenues par nano-indentation pour des échantillons A), E), C) L-PBF 60 J/mm<sup>3</sup> pour des profondeurs d'indentations respectives de 200 nm, 1  $\mu\text{m}$  et 2  $\mu\text{m}$ , et B), D), F) L-PBF 120 J/mm<sup>3</sup> pour des profondeurs d'indentations respectives de 200 nm, 1  $\mu\text{m}$  et 2  $\mu\text{m}$ .

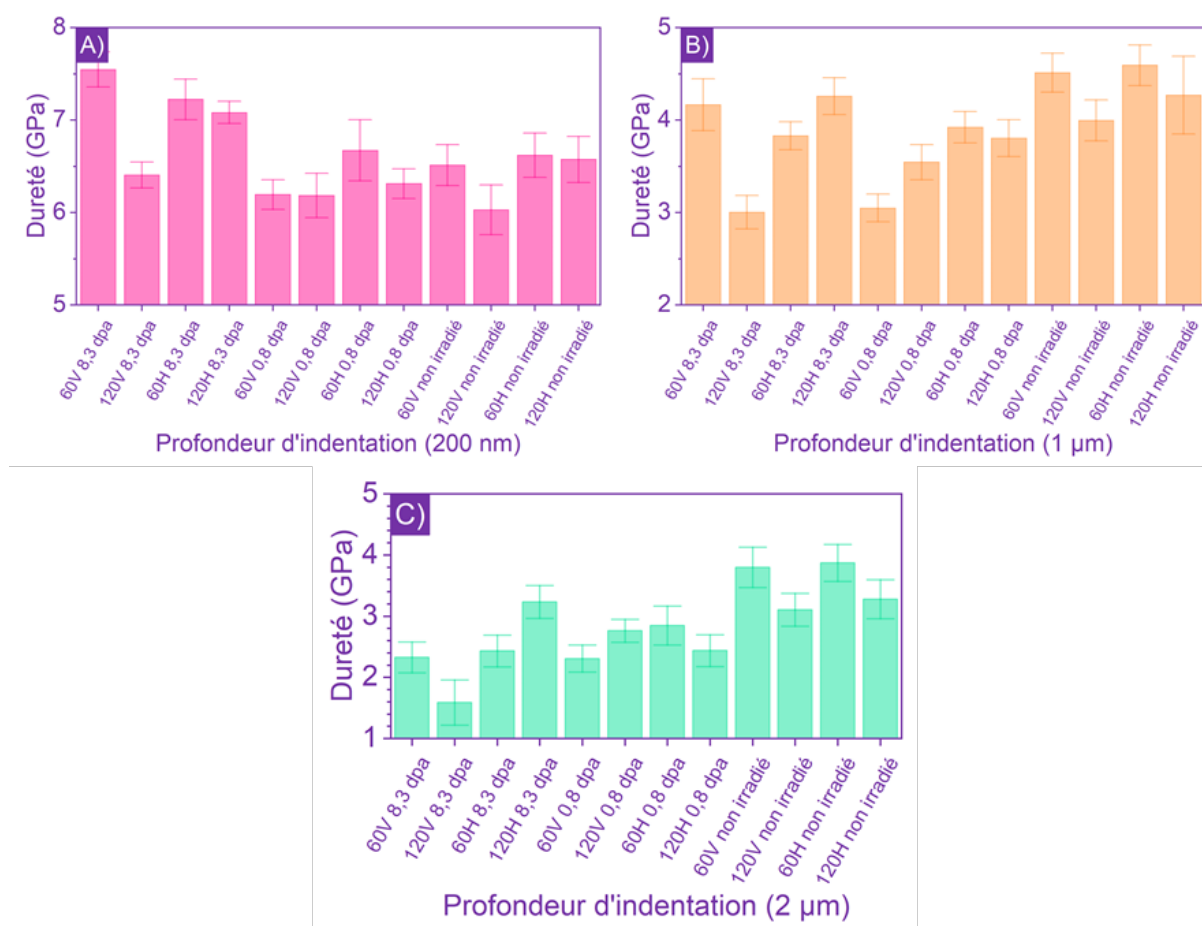


Figure IV.10 : Dureté calculée à partir des essais de nano-indentation pour des profondeurs d'indentation de A) 200 nm, B) 1 µm et C) 2 µm.

Ces résultats n'ont pas permis de tirer de conclusions satisfaisantes. Dans le cas des échantillons  $60 \text{ J/mm}^3$  indentés à une profondeur de 200 nm, une faible irradiation semble d'abord adoucir légèrement le matériau d'environ 3 %, qui pourrait être expliqué par une rapide dissolution des cellules dendritiques. Lorsque l'irradiation est poursuivie jusqu'à 8,3 dpa, un durcissement est alors observé, expliqué par la création des défauts sur le même principe que le modèle de durcissement par barrières dispersées. Cependant, ce schéma n'est pas répété pour les échantillons  $120 \text{ J/mm}^3$  ni pour des indents plus profonds, où les échantillons non irradiés sont parfois plus durs, parfois moins durs que les échantillons irradiés, et où les échantillons fortement irradiés peuvent avoir la dureté la plus faible.

Toutes ces variations ne peuvent s'expliquer par un effet de l'irradiation car des comportements contraires sont observés. C'est pourquoi ces résultats n'ont pas été plus exploités et que les échantillons  $90 \text{ J/mm}^3$  n'ont pas tous été sondés. Les variations observées peuvent être liées à l'orientation des grains, qui ne pouvait pas être contrôlée lors de l'analyse, et qui est d'une grande importance dans le cas des matériaux L-PBF, puisque l'orientation des dendrites et des cellules dendritiques joue un rôle majeur. C'est pourquoi les essais de compression micro-piliers, permettant de sélectionner l'orientation des grains par EBSD, ont été préférés.

---

---





## Résumé

La fabrication additive (FA) des métaux est une technologie de pointe qui permet une mise en œuvre rapide et l'optimisation de la conception de pièces complexes. Elle est désormais utilisée dans de nombreux secteurs industriels, dont le nucléaire. L'un des processus de fabrication les plus courants est la fusion laser sur lit de poudre, qui est à l'origine d'une microstructure particulière qui pourrait influencer sur la réponse du matériau à l'irradiation.

L'objectif de ce travail de thèse a donc été d'étudier l'effet de l'irradiation aux ions lourds sur la microstructure du Ni-20Cr FA par Microscopie Électronique en Transmission (MET), ainsi que son impact sur ses propriétés mécaniques, afin de déterminer si l'usage de la FA pourrait s'appliquer au domaine nucléaire. Pour cela, trois stratégies de fabrication additive ainsi que l'effet d'un recuit ont été étudiés et ont été comparés à un matériau de référence. Différentes expériences d'irradiation aux ions lourds ont été réalisées, sur des échantillons massifs mais aussi sur des lames minces observées par MET *in situ*. Les expériences *in situ* permettent notamment de mesurer la cinétique de croissance des défauts à faible dose et de suivre l'évolution de certaines caractéristiques.

Il est ainsi mis en évidence que dans tous les échantillons, l'irradiation induit la formation de boucles de Frank et de boucles parfaites. La stratégie de fabrication n'a pas d'influence sur l'évolution microstructurale des échantillons FA. Cependant, les cellules dendritiques, caractéristiques de la FA, sont dissoutes par irradiation. De plus, une densité plus faible de boucles de dislocation est mesurée dans le cas des échantillons FA que pour les échantillons recuits et de référence, qui présentent eux une évolution similaire. Cela est expliqué par une densité de puits de défauts plus importante dans le matériau FA brut. L'évolution microstructurale observée est liée aux propriétés mécaniques, qui sont mesurées par compression micro-pilier. Il est démontré que les matériaux recuits et de référence voient leur cission critique résolue augmenter à cause de la création des boucles de dislocation, alors que le matériau FA voit une diminution suite à la dissolution des cellules de dislocation, plus important que la composante durcissante. Ces évolutions sont confirmées par l'application du modèle de durcissement par barrières dispersées.

## Abstract

Additive Manufacturing (AM) of metals is an advanced technology that enables rapid implementation and design optimization of complex parts. It is now used in many industrial sectors, including nuclear. One of the most common processes in AM is Laser Powder Bed Fusion, which results in a particular microstructure that could influence the material's response to irradiation.

The objective of this thesis was to study the effect of heavy ion irradiation on the microstructure of AM Ni-20Cr using Transmission Electron Microscopy (TEM), as well as its impact on its mechanical properties, to determine whether AM could be used for nuclear applications. For this purpose, three additive manufacturing strategies and the effect of annealing were studied and compared to a reference material. Various heavy ion irradiation experiments were conducted, on bulk samples as well as on thin foils observed via *in situ* TEM. *In situ* experiments allow measuring the defect growth kinetics at low doses and tracking the evolution of certain characteristics.

It is thus demonstrated that in all samples, irradiation induces the formation of Frank loops and perfect loops. The manufacturing strategy does not influence the microstructure evolution of AM samples. However, the dendritic cells, characteristic of AM, are dissolved under irradiation. Additionally, a lower density of dislocation loops is measured in the AM samples compared to the annealed and reference samples that show a similar evolution. This is explained by a higher density of defect sinks in the as built AM material. The observed microstructural evolution is linked to the mechanical properties, which are measured by micropillar compression. It is shown that the annealed and reference materials experience an increase in their critical resolved shear stress due to the creation of dislocation loops, whereas the AM material show a decrease due to the dissolution of dislocation cells, superior to the hardening component. These changes are confirmed by the application of the dispersed barrier-hardening model.