



**HAL**  
open science

# Approche Expérimentale et Modélisation Micromécanique du Comportement des Alliages de Zirconium Irradiés

Fabien Onimus

► **To cite this version:**

Fabien Onimus. Approche Expérimentale et Modélisation Micromécanique du Comportement des Alliages de Zirconium Irradiés. Energie électrique. Ecole Centrale Paris, 2003. Français. NNT : . tel-00006513

**HAL Id: tel-00006513**

**<https://theses.hal.science/tel-00006513>**

Submitted on 20 Jul 2004

**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.



**ÉCOLE CENTRALE DES ARTS  
ET MANUFACTURES  
« ÉCOLE CENTRALE PARIS »**

**THÈSE**  
présentée par

**Fabien Onimus**

pour l'obtention du

**GRADE DE DOCTEUR**

**Spécialité : Mécanique et Matériaux**

**Laboratoires d'accueil : Mécanique des Sols, Structures et Matériaux (ECP)  
Analyse Microstructurale des Matériaux (CEA)**

---

**Approche Expérimentale et Modélisation Micromécanique  
du Comportement des Alliages de Zirconium Irradiés**

---

**Soutenue le 8 décembre 2003**

**devant le jury composé de :**

**MM. Clément LEMAIGNAN  
Yves BRECHET  
Xavier FEAUGAS  
Samuel FOREST  
Sylvain LECLERCQ  
Jean-Paul MARDON  
Jean-Luc BÉCHADE  
Claude PRIOUL  
Philippe PILVIN**

**Président  
Rapporteur  
Rapporteur  
Invité  
Invité  
Invité  
Maître de thèse  
Co-directeur de thèse  
Directeur de thèse**

**2003 - 36**



## Remerciements

*Ce mémoire est le résultat de trois années de travail effectuées au sein du Service de Recherches Métallurgiques Appliquées du CEA de Saclay (DEN/DMN) en collaboration avec le laboratoire de Mécanique des Sols, des Structures et des Matériaux de l'Ecole Centrale Paris.*

*Je tiens tout d'abord à exprimer toute ma gratitude à M. Clément Lemaignan pour avoir accepté la présidence du jury, à MM. Yves Bréchet et Xavier Feaugas pour avoir accepté la tâche de rapporter sur mon travail. Tous trois ont été de très bon conseil à différentes étapes clés de la thèse et ont permis d'enrichir considérablement ce travail. Je tiens également à remercier M. Samuel Forest, d'avoir accepté d'être membre de mon jury de thèse. Les discussions que nous avons pu avoir ensemble ont été passionnantes. Je voudrais aussi remercier MM. Sylvain Leclercq et Jean-Paul Mardon pour avoir initié et suivi ce travail. Les échanges entretenus avec les partenaires industriels ont été excellents tout au long de la thèse. J'associe à ces remerciements Laurent Legras, Pol Bouffioux et Laurence Robert pour leur aide et l'intérêt qu'ils ont portés à ce travail. Je remercie de façon plus générale EDF et Framatome-ANP pour avoir financé cette étude, apporté leur concours et mis à notre disposition des matériaux précieux.*

*Cette thèse est bien sûr le fruit d'un travail d'équipe, une équipe au sein de laquelle chacun a su trouver sa place. Je voudrais en particulier adresser un grand merci à Philippe Pilvin, mon directeur de thèse, qui m'a fait toute confiance au long de ce travail, malgré mes faibles connaissances initiales en mécanique. Les discussions, toujours amicales et chaleureuses, que nous avons pu avoir ont permis d'appliquer au mieux la démarche micro-macro aux alliages de Zr irradiés. Merci aussi pour son concours précieux en modélisation numérique. Merci à Claude Prioul qui m'a fait découvrir le monde fabuleux des dislocations, qui a su me transmettre sa passion pour la plasticité et m'a ainsi encouragé à m'engager dans cette thèse. Je voudrais remercier très chaleureusement Jean-Luc Béchade pour son encadrement sans faille, au quotidien, pour avoir toujours été là pour prendre, ensemble, les décisions clés de la thèse. Je voudrais également remercier Isabelle Monnet pour son aide très importante qu'elle m'a apportée durant cette thèse, en particulier pour la mise en place de la méthode en MET. J'ai vivement apprécié son dynamisme tout au long de ce travail. Les réunions de travail de cette fine équipe resteront longtemps de très bons souvenirs.*

*En plus de ce noyau dur, cette thèse a fait intervenir un grand nombre de personnes qui ont réalisé ou contribué à des expériences ou calculs numériques.*

*Je voudrais en particulier remercier Serge Pascal pour la réalisation de l'étude de la canalisation par la méthode des éléments finis au laboratoire MSSMAT.*

*Je remercie Christelle Duguay pour l'organisation de tous les travaux sur matériaux irradiés: essais, lames minces, métrologies. Je remercie Laurent Pasquier pour la réalisation particulièrement délicate des lames minces au télémanipulateur, en prenant en compte les demandes saugrenues d'encoches ou bien de positionnement des lames minces (et ce n'est pas encore fini !). Je remercie Michel Lebreton pour la réalisation des essais mécaniques de pression interne. Je voudrais également remercier Bénédicte Verhaeghe pour son aide concernant la méthode d'analyse des canaux développée par Christian Régnard. Je voudrais également remercier Didier Gilbon pour m'avoir initié aux subtilités du monde industriel et scientifique du zirconium. Subtilités qui augmentent considérablement avec la fluence ! Plus généralement je voudrais remercier l'ensemble du Service d'Etude des Matériaux Irradiés avec lequel j'ai grandement collaboré.*



*Je tiens à remercier Odile Kaitasov (CNRS/CSNSM) pour la réalisation des irradiations aux ions Zr ainsi que Sylvie Poissonnet (DMN/SRMP) pour la réalisation des essais de nano-indentation. Je remercie très chaleureusement Laure Guetaz (CEA-Grenoble) pour la semaine d'expériences que nous avons passée à observer des morceaux de dislocations bouger dans ce matériau irradié. J'associe aussi à ces remerciements le laboratoire LTPCM/INPG de Grenoble pour son accueil pour les essais de traction in situ. Je voudrais aussi remercier Christophe Dépres, Maxime Sauzay, David Rodney, Olivier Fandeur, Lionel Gélébart avec qui j'ai pu discuter de points spécifiques de la thèse.*

*Je souhaiterais maintenant remercier l'ensemble du SRMA, et en particulier son chef de Service Frédéric Ravel, qui m'a accueilli pendant trois ans et qui risque de devoir me supporter encore un certain temps. Je remercie en particulier les membres du GMPM, alias Grogions Mais Pas Méchants, dont Philippe Dubuisson est le plus digne représentant ! Merci Philippe pour ton accueil chaleureux au sein de ce groupe vraiment pas méchant. Je remercie Jacques Pelé (qui va aussi devoir me supporter un certain temps), Thierry Van den Berghe, Joelle Perinet, Marie-Pierre Hugon, Théodore Cozzika, Jean Henry, Sylvie Doriot ainsi que Liliane Dumets. Merci à Roger Maury pour la réalisation des essais mécaniques sur matériau non irradié, et merci à Jacques Pelchat pour sa passion de la métallurgie du zirconium qu'il a su me transmettre. Je remercie également Cédric Pokor pour avoir mis de la bonne humeur dans notre bureau que nous avons partagé pendant plus d'un an. Je remercie Djamel Kaoumi avec qui j'ai partagé mon bureau à la fin de cette thèse. Je remercie aussi l'ensemble des permanents, thésards et techniciens du laboratoire MSSMAT pour son accueil chaleureux toujours renouvelé.*

*Enfin, je voudrais remercier mes amis ainsi que ma famille qui m'ont soutenu pendant ces trois années. Et un grand et tendre Merci à Nathalie ma compagne.*

*A ma famille, à Nath.*

# Table des matières

<b>Introduction</b>	<b>7</b>
Contexte industriel . . . . .	7
Objectifs de l'étude . . . . .	10
Une démarche micromécanique . . . . .	10
<b>1 Etude bibliographique</b>	<b>13</b>
1.1 Le matériau non irradié . . . . .	13
1.1.1 Généralités sur les alliages de zirconium recristallisés . . . . .	13
1.1.1.1 Choix des matériaux de l'étude . . . . .	13
1.1.1.2 Le zirconium en phase $\alpha$ . . . . .	13
1.1.1.3 Composition chimique, microstructure et texture . . . . .	14
1.1.2 Modes de déformation plastique à l'échelle microscopique . . . . .	16
1.1.2.1 Le glissement $\langle a \rangle$ dans les plans prismatiques . . . . .	18
1.1.2.2 Le glissement $\langle a \rangle$ dans les plans pyramidaux de première espèce	23
1.1.2.3 Le glissement $\langle a \rangle$ dans les plans de base . . . . .	24
1.1.2.4 Le glissement pyramidal $\langle c+a \rangle$ . . . . .	25
1.1.3 Comportement mécanique macroscopique à 350°C . . . . .	26
1.1.3.1 Une analyse spécifique du comportement mécanique . . . . .	26
1.1.3.2 Comportement en écrouissage . . . . .	28
1.1.3.3 Comportement en relaxation . . . . .	30
1.1.4 Généralités sur les modélisations micro-mécaniques des alliages de zirco-	
nium non irradiés . . . . .	34
Synthèse concernant le matériau non irradié . . . . .	36
1.2 Les effets de l'irradiation dans les alliages de zirconium . . . . .	38
1.2.1 L'irradiation . . . . .	38
1.2.1.1 A l'origine de l'irradiation neutronique : le réacteur nucléaire .	38
1.2.1.2 Irradiation des métaux : interaction neutrons rapides - matière	38
1.2.1.3 Endommagement du matériau . . . . .	41
1.2.1.4 Evolution de la microstructure sous irradiation . . . . .	41
1.2.2 Microstructure des alliages de Zr après irradiation aux neutrons . . . . .	41
1.2.2.1 Les boucles $\langle a \rangle$ . . . . .	43
1.2.2.2 Les boucles $\langle c \rangle$ . . . . .	47

1.2.3	Effets de l'irradiation sur les propriétés mécaniques . . . . .	47
1.2.4	Mécanismes de déformation plastique dans les alliages de Zr irradiés . .	53
1.2.4.1	Le mécanisme de durcissement d'irradiation . . . . .	53
1.2.4.2	Le mécanisme de canalisation . . . . .	54
1.2.4.3	Durcissement par les boucles <a> dans les alliages de Zr . . . .	56
1.2.4.4	Canalisation dans les alliages de zirconium irradiés . . . . .	57
	Synthèse concernant les effets de l'irradiation sur les alliages de Zr . . . . .	63
1.3	Conclusions de l'étude bibliographique . . . . .	64
<b>2</b>	<b>Etude expérimentale et interprétations</b>	<b>67</b>
2.1	Caractérisation de la microstructure du matériau non irradié . . . . .	68
2.1.1	Alliage de Zr recristallisé non irradié et non déformé . . . . .	68
2.1.2	Alliage de Zr recristallisé non irradié déformé à 380°C . . . . .	68
	Synthèse concernant la caractérisation du matériau non irradié . . . . .	72
2.2	Etude par MET des matériaux irradiés aux neutrons puis déformés à 350°C . .	73
2.2.1	Matériaux et procédure expérimentale . . . . .	73
2.2.1.1	Matériaux étudiés . . . . .	73
2.2.1.2	Essais mécaniques . . . . .	75
2.2.1.3	Méthode d'analyse en Microscopie Electronique en Transmission	77
2.2.2	Résultats . . . . .	79
2.2.2.1	Propriétés mécaniques et métrologies après essais . . . . .	79
2.2.2.2	Observations MET . . . . .	85
2.2.3	Discussion et interprétations . . . . .	103
2.2.3.1	Discussion des résultats des métrologies laser . . . . .	103
2.2.3.2	Discussion des résultats d'essais mécaniques . . . . .	103
2.2.3.3	Discussion des observations MET . . . . .	104
2.2.3.4	Analyse statistique en termes de facteurs de Schmid . . . . .	108
2.2.3.5	Estimation des cissions critiques . . . . .	116
2.2.3.6	Discussion sur les interactions élémentaires dislocation - boucle	117
2.2.3.7	Discussion sur les mécanismes de formation des canaux . . . . .	119
2.2.3.8	Analyse en termes de fraction volumique de canaux . . . . .	125
	Synthèse concernant l'étude expérimentale MET du mécanisme de canalisation	132
2.3	Etude complémentaire sur matériau irradié aux ions . . . . .	133
2.3.1	Irradiation aux ions Zr <sup>+</sup> . . . . .	133
2.3.2	Caractérisation de la microstructure et du durcissement . . . . .	133
2.3.2.1	Microstructure . . . . .	133
2.3.2.2	Durcissement . . . . .	134
2.3.3	Caractérisation des mécanismes par traction in situ MET (à 350°C) . .	136
2.3.3.1	Principe . . . . .	136

2.3.3.2	Résultats . . . . .	137
2.3.3.3	Discussion et interprétations . . . . .	142
	Synthèse concernant les expériences complémentaires sur le matériau irradié aux ions . . . . .	147
2.4	Analyses et interprétations d'une base d'essais sur gaines, en pression interne à 350°C . . . . .	148
2.4.1	La base d'essais mécaniques . . . . .	148
2.4.2	La méthode d'analyse . . . . .	149
2.4.3	Résultats . . . . .	150
2.4.3.1	Comportement en éclatement . . . . .	153
2.4.3.2	Contrainte d'écoulement à 0.005 % et 0.2 % en écrouissage . . . . .	153
2.4.3.3	Etude de la sensibilité à la vitesse . . . . .	155
2.4.3.4	Etude du taux d'écrouissage . . . . .	155
2.4.3.5	Etude des composantes cinématique et isotrope de l'écrouissage . . . . .	159
2.4.3.6	Etude du comportement en relaxation . . . . .	163
2.4.3.7	Analyse des phases de rechargement après relaxation . . . . .	165
2.4.4	Discussion et interprétations . . . . .	167
2.4.4.1	Discussion et interprétations du comportement du matériau non irradié . . . . .	167
2.4.4.2	Discussion et interprétations du comportement du matériau irradié . . . . .	168
	Synthèse concernant l'analyse et l'interprétation du comportement mécanique . . . . .	176
<b>3</b>	<b>Modélisations micromécaniques</b> . . . . .	<b>179</b>
3.1	Modélisation du matériau non irradié à 350°C . . . . .	179
3.1.1	Principe de l'homogénéisation et représentation de la microstructure . . . . .	179
3.1.2	La méthode de changement d'échelle . . . . .	180
3.1.2.1	Approche de Berveiller et Zaoui . . . . .	181
3.1.2.2	Lois heuristiques pour l'écrouissage cinématique non linéaire . . . . .	182
3.1.2.3	Une loi de localisation heuristique . . . . .	183
3.1.3	L'étape d'homogénéisation . . . . .	185
3.1.4	Comportement des phases cristallines . . . . .	185
3.1.5	Synthèse des équations, coefficients et paramètres du modèle . . . . .	187
3.1.5.1	Les équations du modèle . . . . .	188
3.1.5.2	Coefficients et paramètres du modèle . . . . .	189
3.1.6	Identification et résultats du modèle pour le matériau non irradié . . . . .	191
3.1.6.1	Identification . . . . .	191
3.1.6.2	Résultats et discussion . . . . .	194
	Synthèse concernant la modélisation du matériau non irradié . . . . .	203
3.2	Modélisation du comportement du matériau irradié à 350°C . . . . .	204
3.2.1	Mécanismes de déformation du matériau irradié . . . . .	204

3.2.2	Une démarche multi-échelles . . . . .	205
3.2.3	Comportement intra-granulaire . . . . .	206
3.2.3.1	Loi d'écoulement . . . . .	206
3.2.3.2	Prise en compte du durcissement par les boucles <a> . . . . .	206
3.2.3.3	Prise en compte de l'adoucissement local dans les canaux . . . . .	207
3.2.4	Etude par éléments finis du phénomène de canalisation . . . . .	209
3.2.4.1	Configuration étudiée . . . . .	209
3.2.4.2	Loi de comportement de l'inclusion . . . . .	210
3.2.4.3	Loi de comportement du milieu environnant . . . . .	212
3.2.4.4	Résultats . . . . .	212
3.2.4.5	Discussion . . . . .	214
3.2.5	Représentation de la microstructure pour le modèle d'homogénéisation . . . . .	216
3.2.5.1	Schématisation du matériau hétérogène . . . . .	216
3.2.5.2	Relations de moyennes pour les déformations et contraintes . . . . .	218
3.2.5.3	Morphologie des phases . . . . .	219
3.2.5.4	Description des interactions entre les canaux et le milieu environnant . . . . .	219
3.2.5.5	Comportement intra-phase ou intra-canal . . . . .	220
3.2.6	Modèle analytique (pour une phase) en cisaillement pur . . . . .	222
3.2.6.1	Modèle analytique pour le comportement intra-canal . . . . .	222
3.2.6.2	Modèle analytique pour la contrainte macroscopique . . . . .	223
3.2.6.3	Prise en compte de l'augmentation de la fraction volumique de canaux . . . . .	228
3.2.6.4	Prise en compte de la propagation des canaux de grains en grains . . . . .	230
3.2.6.5	Prise en compte de la viscosité dans le modèle analytique . . . . .	234
3.2.7	Modèle numérique 3D . . . . .	236
3.2.7.1	Démarche pour l'auto-équilibrage du problème . . . . .	236
3.2.7.2	Propagation des canaux . . . . .	238
3.2.7.3	Rappel du comportement intra-canal . . . . .	239
3.2.7.4	Etape d'homogénéisation . . . . .	240
3.2.7.5	A l'échelle du VER . . . . .	240
3.2.7.6	Paramètres et coefficients du modèle . . . . .	240
3.2.7.7	Identification des coefficients et paramètres . . . . .	241
3.2.7.8	Résultats et discussion . . . . .	243
	Synthèse concernant la modélisation du matériau irradié . . . . .	253
	<b>Conclusions et perspectives</b> . . . . .	<b>255</b>
	Conclusions . . . . .	255
	Perspectives . . . . .	257

---

<b>A</b>	<b>Méthode en MET</b>	<b>261</b>
A.1	La méthode mise en œuvre . . . . .	261
A.2	Orientation des grains par rapport au repère macroscopique . . . . .	265
A.3	Orientation du canal par rapport à la lame . . . . .	270
<b>B</b>	<b>Facteurs de Schmid</b>	<b>275</b>
<b>C</b>	<b>Irradiation aux ions <math>Zr^{+}</math> et analyse des essais de nano-indentation</b>	<b>279</b>
C.1	Mise en œuvre des irradiations aux ions . . . . .	279
C.2	Préparations des échantillons . . . . .	281
C.3	Caractérisation du durcissement par nano-indentation (à température ambiante)	283
C.3.1	Principe . . . . .	283
C.3.2	Résultats . . . . .	285
C.3.3	Discussion et interprétations . . . . .	285
<b>D</b>	<b>Analyse et simulation des essais de pression interne</b>	<b>291</b>
D.1	Analyse mécanique . . . . .	291
D.2	Simulation des essais de pression interne . . . . .	293
<b>E</b>	<b>Précisions concernant les calculs par éléments finis</b>	<b>295</b>
E.1	Loi de comportement intra-granulaire . . . . .	295
E.2	Loi de comportement de la matrice . . . . .	296
E.3	Artefacts mis en évidence . . . . .	296
<b>F</b>	<b>Tenseur d'Eshelby pour un ellipsoïde</b>	<b>301</b>
<b>G</b>	<b>Une analyse spécifique du comportement mécanique</b>	<b>303</b>
G.1	Contrainte effective et contrainte interne . . . . .	303
G.2	Détermination expérimentale des contraintes interne et effective . . . . .	306
G.3	Activation thermique de la déformation plastique . . . . .	306
G.4	Détermination expérimentale du volume d'activation . . . . .	310
	<b>Références bibliographiques</b>	<b>313</b>



# Introduction

## Contexte industriel

Les alliages de zirconium sont utilisés industriellement pour la production d'énergie nucléaire. En effet, leur transparence aux neutrons thermiques et leur bonne résistance à la corrosion en font un matériau de choix pour leur application comme tube de gaine du combustible des Réacteurs à Eau Pressurisée (REP) (Fig. 1). Le combustible nucléaire se présente sous la forme de petites pastilles cylindriques (d'une hauteur de 13.5 mm pour un diamètre de 8.19 mm) d'oxyde d'uranium ( $\text{UO}_2$ ) (Fig. 3). Celles-ci sont empilées dans les tubes en alliages de zirconium mesurant 4 m de longueur, 9.5 mm de diamètre extérieur et 0.57 mm d'épaisseur constituant ainsi des "crayons combustibles" (Fig. 3). Ces crayons sont assemblés par groupe de 264, auxquels sont ajoutés 24 tubes guidant les barres de contrôle ainsi qu'un tube d'instrumentation, formant un assemblage combustible (Fig. 3). Un cœur de réacteur (REP) contient 157 assemblages combustibles (soit plus de 150 km de gaine) (Fig. 2). Chaque année environ (chaque cycle REP), un tiers des assemblages est renouvelé, les deux autres tiers étant déplacés au sein du cœur, suivant le taux de combustion atteint par les différents assemblages. Un assemblage reste en moyenne 3 à 4 cycles en réacteur (30 à 40 GWj/t).

En fonctionnement nominal, la gaine, plongée dans l'eau du circuit primaire à 320°C et 155 bar (Fig. 2), subit des sollicitations particulièrement agressives de type thermomécanique (fluage, interaction pastille-gaine), chimique (oxydation, hydruration, corrosion sous contrainte par les produits de fission) et neutronique (création de défauts d'irradiation). De plus, lors de transitoires de puissance incidentels ou non, la gaine peut être amenée à subir des contraintes importantes générées par le gonflement rapide des pastilles combustibles. Enfin, après utilisation, les crayons combustibles sont transportés et entreposés, étapes durant lesquelles ils subissent de nouvelles sollicitations thermomécaniques complexes. Or, dans le système de sûreté nucléaire, la gaine constitue la première barrière de confinement des matières radioactives. L'intégrité de celle-ci doit donc être garantie tout au long de sa durée de vie. L'exploitant cherche, d'autre part, à allonger la durée d'utilisation du combustible (augmentation du taux de combustion), tout en garantissant l'intégrité de la gaine, afin de diminuer les coûts de production ainsi que les déchets créés. C'est pour ces raisons qu'une part importante de la recherche mise en œuvre par le CEA, en collaboration avec EDF et Framatome-ANP, concerne la caractérisation et la prédiction du comportement mécanique des alliages de zirconium irradiés.



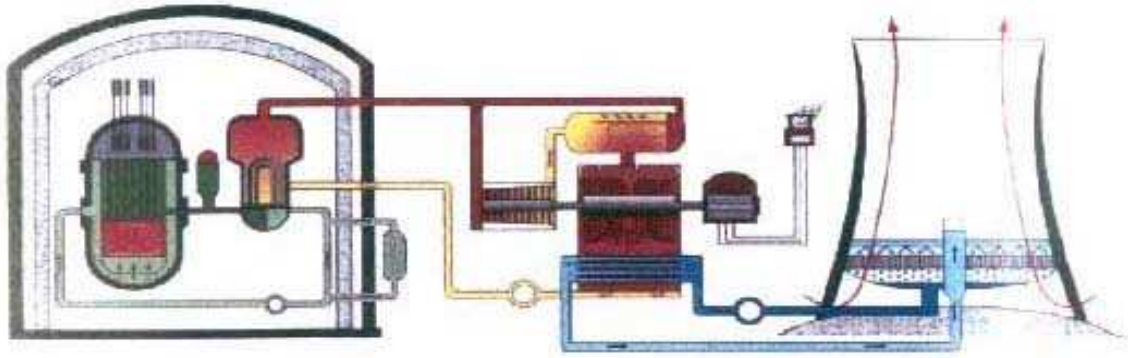


FIG. 1 – *Le Réacteur nucléaire à Eau Pressurisée (REP).*

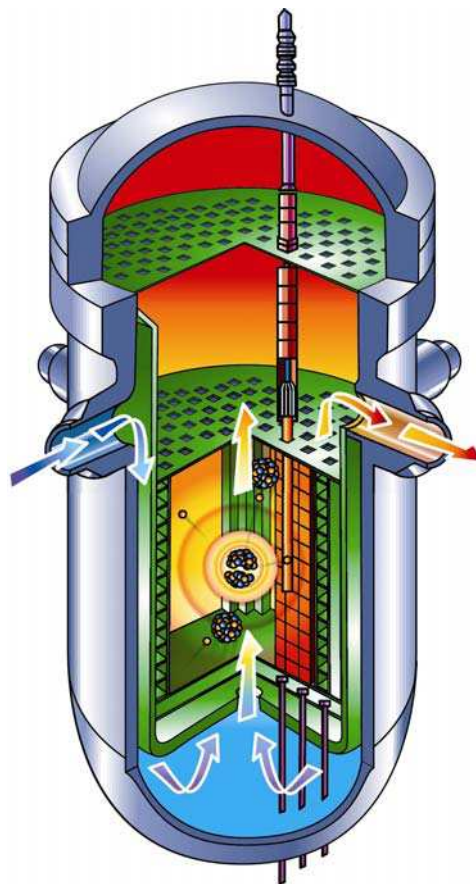


FIG. 2 – *Le cœur du Réacteur à Eau Pressurisée.*

**Pastilles combustibles**



**Tube de gainage en Zircaloy 4 ressorts et bouchons**

Araignée

Crayon de commande

Ressort de maintien

Plaque de tête

Grille supérieure

Tube-guide

Crayon combustible

Grille intermédiaire

Grille inférieure

Plaque de pied

Crayon combustible

Queusot

Bouchon supérieur

Ressort Inconel

Pastille UO<sub>2</sub>

Gaine Zircaloy

Bouchon inférieur

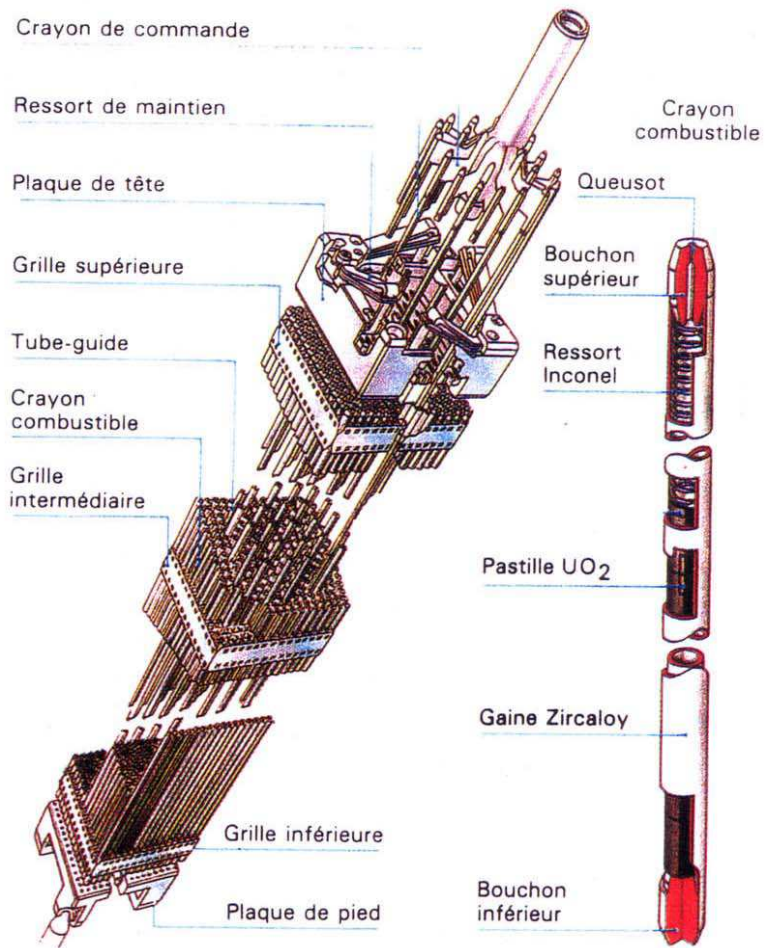


FIG. 3 – Crayon combustible et assemblage.

## Objectifs de l'étude

Afin de disposer d'une description complète du comportement mécanique des alliages de zirconium dans différentes conditions de fonctionnement, de nombreux essais mécaniques (écrouissage, fluage, relaxation suivant différentes directions de sollicitation) sont réalisés sur des alliages de zirconium irradiés en réacteur expérimental (Osiris ou Siloé) ou en réacteur de puissance (REP) sous forme de tôle ou de tube. Des modèles macroscopiques (Schäffler, 1997) ont été identifiés sur cette base d'essais, permettant ainsi la prédiction du comportement dans le domaine d'identification de la base.

Dans le but d'améliorer le caractère prédictif des lois identifiées, une autre approche, dite micromécanique, a été mise en œuvre dans le cas des alliages de zirconium non irradiés (Geyer, 1999), (Brenner, 2001). Cette démarche consiste à caractériser et modéliser les mécanismes physiques de déformation plastique des matériaux et à prédire le comportement macroscopique, en se basant sur les méthodes d'homogénéisation des matériaux hétérogènes. Ces modélisations se sont révélées aptes à prédire le comportement mécanique de différents alliages avec des textures variables, pour des trajets de chargement complexes.

Le comportement mécanique du matériau après irradiation n'a pas fait l'objet, pour l'heure, de modélisation aussi fine, en particulier du fait de la difficulté des expérimentations qui sont limitées aux dispositifs présents en cellules blindées. Ainsi les mécanismes de déformation plastique des alliages de zirconium irradiés sont encore insuffisamment caractérisés et leur compréhension nécessite des développements expérimentaux importants.

Les objectifs de ce travail sont donc de caractériser et de comprendre les mécanismes de déformation plastique des alliages de zirconium après irradiation (en négligeant les possibles effets chimiques comme l'hydruration par exemple) et de proposer une modélisation micromécanique prenant en compte les mécanismes de déformation identifiés ainsi que leur influence sur le comportement macroscopique.

## Une démarche micromécanique

La démarche expérimentale adoptée dans le cadre de cette étude s'inspire principalement de l'approche de Geyer (1999) concernant le matériau non irradié ainsi que de l'approche de Régnard (1998, 2002) concernant le matériau irradié. Ces deux approches se basent sur des études statistiques en Microscopie Electronique en Transmission (MET) de la microstructure observée après déformation, en lien avec le comportement mécanique. Ainsi, dans le cadre de notre travail, l'approche de Geyer a été appliquée au matériau irradié aux neutrons, dans la mesure du possible, et l'approche de Régnard a été poursuivie et approfondie. En complément de cette étude des matériaux irradiés aux neutrons, des essais de traction in situ en MET ont été réalisés sur des matériaux irradiés aux ions  $Zr^+$  dans le but de mieux appréhender les mécanismes de déformation à l'échelle des dislocations. Enfin, fort de cette analyse expérimentale approfondie, une démarche multi-échelles a été mise en œuvre afin de modéliser le comportement mécanique du matériau irradié en prenant en compte les mécanismes physiques identifiés

---

expérimentalement. Ce mémoire de doctorat présente successivement chacun des volets de cette démarche.

En premier lieu, une synthèse bibliographique souligne les principaux résultats d'études précédentes concernant les mécanismes de déformation et le comportement mécanique des matériaux non irradiés et irradiés. Une attention particulière a notamment été portée aux lacunes ainsi qu'aux questions auxquelles notre étude doit répondre afin de pouvoir développer un modèle micromécanique du comportement des alliages de Zr irradiés.

Dans un deuxième temps, l'étude expérimentale ainsi que les interprétations sont présentées. Cette analyse s'articule autour de trois thèmes :

- L'étude statistique en MET de lames minces prélevées dans des matériaux irradiés aux neutrons et déformés lors d'essais mécaniques à 350°C (traction sens travers, pression interne, traction axiale). Les résultats des métrologies et des essais mécaniques sont également utilisés pour interpréter et analyser ce travail.
- L'étude complémentaire des matériaux irradiés aux ions  $Zr^+$  comprenant notamment des essais de nano-indentation et des essais de traction in situ en MET.
- L'analyse approfondie d'une base d'essais mécaniques réalisés à 350°C, en pression interne, sur des matériaux non irradiés et irradiés ainsi que l'interprétation de ces essais en termes de mécanismes de déformation observés en MET.

Enfin, la démarche multi-échelles adoptée pour la modélisation est décrite. Celle-ci consiste en une analyse, à l'échelle des dislocations, des mécanismes d'interaction avec les boucles issues de l'irradiation. Les lois issues de cette analyse sont ensuite introduites dans des simulations par éléments finis au niveau d'un grain en inclusion dans une matrice (2D). Puis la microstructure du matériau irradié est décrite de façon schématique permettant l'étude d'un modèle analytique simplifié. Enfin, un modèle micromécanique numérique 3D est développé sur la base de ces différentes analyses.



# Chapitre 1

## Etude bibliographique

### 1.1 Le matériau non irradié

#### 1.1.1 Généralités sur les alliages de zirconium recristallisés

##### 1.1.1.1 Choix des matériaux de l'étude

Les nouveaux alliages de zirconium développés par Framatome-ANP (M5<sup>TM</sup> en particulier) sont des alliages recristallisés. L'étude a donc porté sur la caractérisation des alliages de zirconium dans cet état métallurgique. Ceci facilite, par ailleurs, les observations en Microscopie Electronique en Transmission (MET). Cependant, compte tenu de la difficulté à se procurer de la matière irradiée et à réaliser des essais mécaniques ainsi que des lames minces sur matériau irradié, nous avons fait le choix d'élargir l'étude à tous les alliages de zirconium recristallisés (Zy-4, M5, M5-0, M4 et Zy-2) en considérant que la composition chimique n'intervient qu'au second ordre sur les propriétés mécaniques en comparaison des effets de l'irradiation. Ce choix est conforté par une analyse de la bibliographie qui met en évidence que les effets de l'irradiation sur les propriétés mécaniques sont tout à fait semblables, quels que soient les alliages recristallisés considérés.

##### 1.1.1.2 Le zirconium en phase $\alpha$

Le zirconium est un métal de structure hexagonale compacte dans sa phase  $\alpha$ , stable à basse température ( $T < 862^\circ\text{C}$ ). Au delà de  $862^\circ\text{C}$ , le matériau subit une transformation de phase à l'état solide conduisant à l'apparition de la phase  $\beta$ , cubique centrée, stable jusqu'à la température de fusion ( $T_f = 1850^\circ\text{C}$ ). Une maille de la structure hexagonale compacte, de base hexagonale dont le volume est triple de la maille élémentaire, est représentée figure 1.1 (a). L'empilement hexagonal compact se décrit par un empilement ABAB... de plans denses (hexagonaux) de sphères dures. Suivant ce modèle, le rapport entre la hauteur  $c$  du prisme hexagonal et le côté  $a$  de l'hexagone est égal à  $c/a = \sqrt{\frac{8}{3}} = 1.633$ . Dans le cas du zirconium- $\alpha$  à  $20^\circ\text{C}$  ce rapport vaut  $c/a = 1.593$ . Le paramètre de maille  $a$  du Zr- $\alpha$  vaut, à  $20^\circ\text{C}$ ,  $a = 0.323$  nm. Dans la suite du document la notation de Miller à quatre indices ( $h, k, i = -h - k, l$ ) sera adoptée pour représenter directions et plans de la structure hexagonale. Quelques directions et

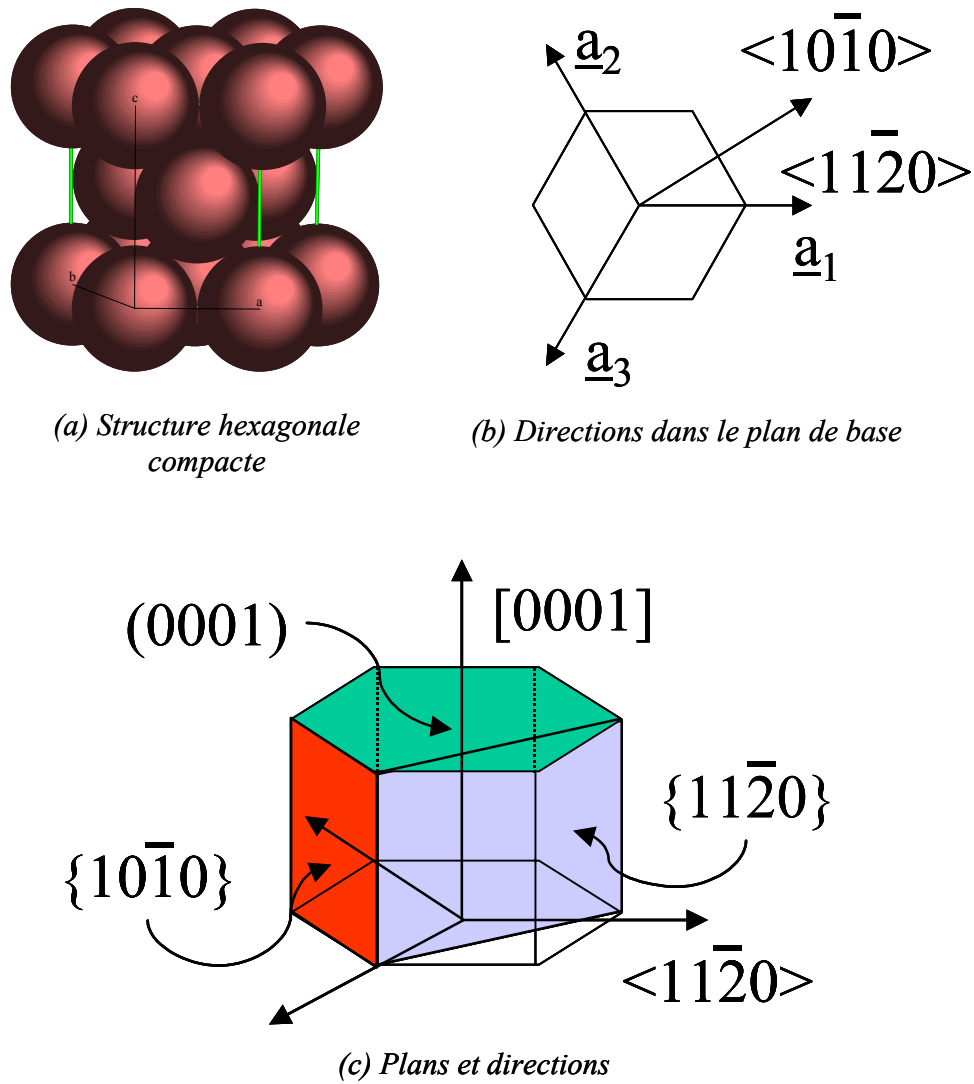


FIG. 1.1 – (a) Structure cristalline hexagonale compacte. (b) Directions dans le plan de base. (c) Plans et directions (notation de Miller à quatre indices).

plans classiques sont représentés sur les figures 1.1 (b) et (c).

### 1.1.1.3 Composition chimique, microstructure et texture

Lors de ce travail de recherche, plusieurs alliages de zirconium recristallisés, de composition chimique différente, ont été étudiés. Les compositions de ces alliages sont rappelées dans le tableau 1.1.

Certains des éléments d'alliage sont en solution solide dans le Zr- $\alpha$ , soit en position interstitielle dans le cas de l'oxygène, soit en position substitutionnelle dans le cas d'atomes de taille atomique plus importante comme l'étain ou le niobium. Dans le cas du Zy-4, le fer et le chrome forment avec le zirconium des phases de Laves  $Zr(Fe,Cr)_2$  de seconde phase ( $\sim 200$  nm) répartis

TAB. 1.1 – Composition chimique des différents alliages de zirconium étudiés.

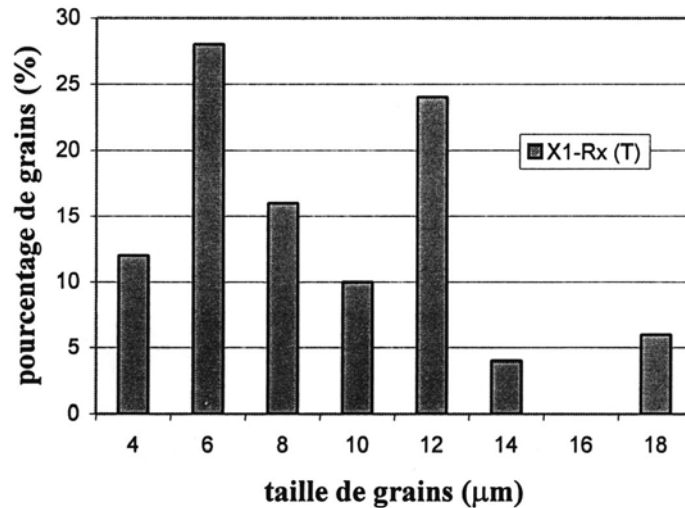
% massique	Sn	Fe	Cr	O	Nb	V	Ni	Zr
Zy-4 norme ASTM	1.2-1.7	0.18-0.24	0.07-0.13	0.1-0.14	-	-	-	bal.
Zy-4 haut étain	1.40	0.20	0.10	0.12	-	-	-	bal.
Zy-4 bas étain	1.26	0.21	0.11	0.12	-	-	-	bal.
M5	0	0.02	0	0.12	1	-	-	bal.
M5-0	0	0.02	0	0.12	1	-	-	bal.
M4	0.6	0.60	0.01	0.10	-	0.32	-	bal.
Zy-2 norme ASTM	1.2-1.7	0.07-0.20	0.05-0.15	0.1-0.14	-	-	0.03-0.08	bal.

de manière aléatoire dans la matrice. Pour le M5 et M5-0, le niobium, en plus d'être présent en solution solide dans le Zr- $\alpha$ , se trouve sous la forme d'une densité relativement importante de petits précipités  $\beta$ -Nb riches en niobium, répartis de façon homogène dans la matrice dans le cas du M5 et alignés suivant la direction de laminage dans le cas du M5-0. Dans le cas de l'alliage M4, le vanadium remplace en partie le chrome du Zy-4 sous forme de phase de Laves Zr(Fe,V)<sub>2</sub>, la teneur en étain ayant été également diminuée dans le cas de cet alliage. De façon générale, les éléments en solution solide ont pour rôle de durcir le matériau alors que les précipités de seconde phase contribuent à la lutte contre la corrosion. On peut également noter que ces matériaux présentent des compositions chimiques relativement proches, avec notamment une teneur en oxygène similaire. Ceci justifie, en partie, de considérer que leurs différences chimiques n'influenceront qu'au second ordre leurs propriétés mécaniques.

Le procédé de mise en forme des tubes ou des tôles étudiés consiste en plusieurs passes de laminage à froid (80% de réduction de section) chacune suivie d'un traitement thermique. Le traitement thermique final conditionne la microstructure de réception du matériau. L'état recristallisé est obtenu par un traitement thermique de 4 à 5 heures à 700°C dans le cas de l'alliage Zy-4, et de 2 heures à 580°C dans le cas des alliages M5 et M5-0. De façon générale, la microstructure après recristallisation est constituée de petits grains équiaxes d'environ 5 à 10  $\mu\text{m}$  (Fig. 1.3 (a)). Un histogramme de taille de grains du Zy-4 recristallisé (X1 Rx) déterminé par Geyer (1999) est présenté figure 1.2. Ces grains contiennent très peu de dislocations ( $\rho \sim 10^{10}$  à  $10^{11} \text{ m}^{-2}$ ) (Geyer, 1999). Les quelques dislocations présentes initialement sont des dislocations rectilignes  $\langle a \rangle$  vis. Des clichés MET de la microstructure initiale sont présentés au chapitre 2 sur les figures 2.1 et 2.2.

Le procédé de mise en forme des tubes, associé à l'anisotropie plastique des cristaux de Zr- $\alpha$ , induit une texture cristallographique particulièrement marquée de la gaine (Tenckhoff, 1988) conduisant à un comportement macroscopique fortement anisotrope. Des analyses de textures cristallographiques par diffraction des rayons X ont été réalisées sur les différents matériaux étudiés (tôle ou tube). Les directions attachées au repère échantillon sont représentées sur les figures 1.3 (b) et (c). Une figure de pôles (0002) typique, obtenue pour une gaine en M5, est représentée sur la figure 1.3 (d). Celle-ci fait apparaître des pics d'intensité à  $\pm 30^\circ$  autour de





*Histogramme des tailles de grains, produit X1 Rx.*

FIG. 1.2 – *Tailles de grains du Zy-4 recristallisé d'après Geyer (1999).*

la direction radiale ( $r$ ) du tube, dans le plan transverse-radial du tube ( $\theta - r$ ), les directions  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  étant majoritairement orientées suivant la direction de laminage comme l'illustre la figure de pôles des plans prismatiques  $\{11\bar{2}0\}$  (Fig. 1.3 (e)). Afin de caractériser l'anisotropie de comportement, des essais mécaniques sont habituellement réalisés suivant le sens long (DL pour la tôle) ou direction axiale ( $z$  pour le tube), suivant le sens travers (DT pour la tôle) ou direction circonférentielle ( $\theta$  pour le tube) ainsi qu'en pression interne (solicitation biaxée telle que  $\Sigma_{\theta\theta}/\Sigma_{zz} \simeq 2$  et  $\Sigma_{rr} \simeq 0$ ) (Fig. 1.3 (b) et (c)).

### 1.1.2 Modes de déformation plastique à l'échelle microscopique

Les métaux de structure hexagonale peuvent se déformer suivant deux mécanismes : le glissement des dislocations et le maillage.

Dans les alliages de zirconium, le maillage n'est rencontré que dans certaines conditions particulières, notamment à basse température. Tenckhoff (1988) et Douglass (1971) indiquent que le maillage est observé lors de traction ou compression de monocristaux sollicités suivant l'axe  $\langle c \rangle$  à des températures inférieures à  $350^\circ\text{C}$ . En effet, ce mode de déformation permet l'accommodation de la déformation suivant l'axe  $\langle c \rangle$  de la maille hexagonale. De façon générale, le maillage n'est plus actif à haute température. Lors de son étude par Microscopie Electronique en Transmission (MET) des mécanismes de déformation, Geyer (1999) n'a observé que très peu de maillage à  $350^\circ\text{C}$  et uniquement à partir de 4% de déformation plastique pour des chargements dans la direction circonférentielle ou bien à partir de 8% de déformation plastique dans la direction axiale. Dans le cadre de notre étude nous nous limiterons à l'analyse des mécanismes de déformation des matériaux non irradiés à une température supérieure ou égale à  $350^\circ\text{C}$  et des déformations plastiques relativement faibles ( $E^p < 2\%$ ). Dans cette gamme de sollicitation il n'y a pas de maillage, seul le glissement des dislocations sera donc considéré.

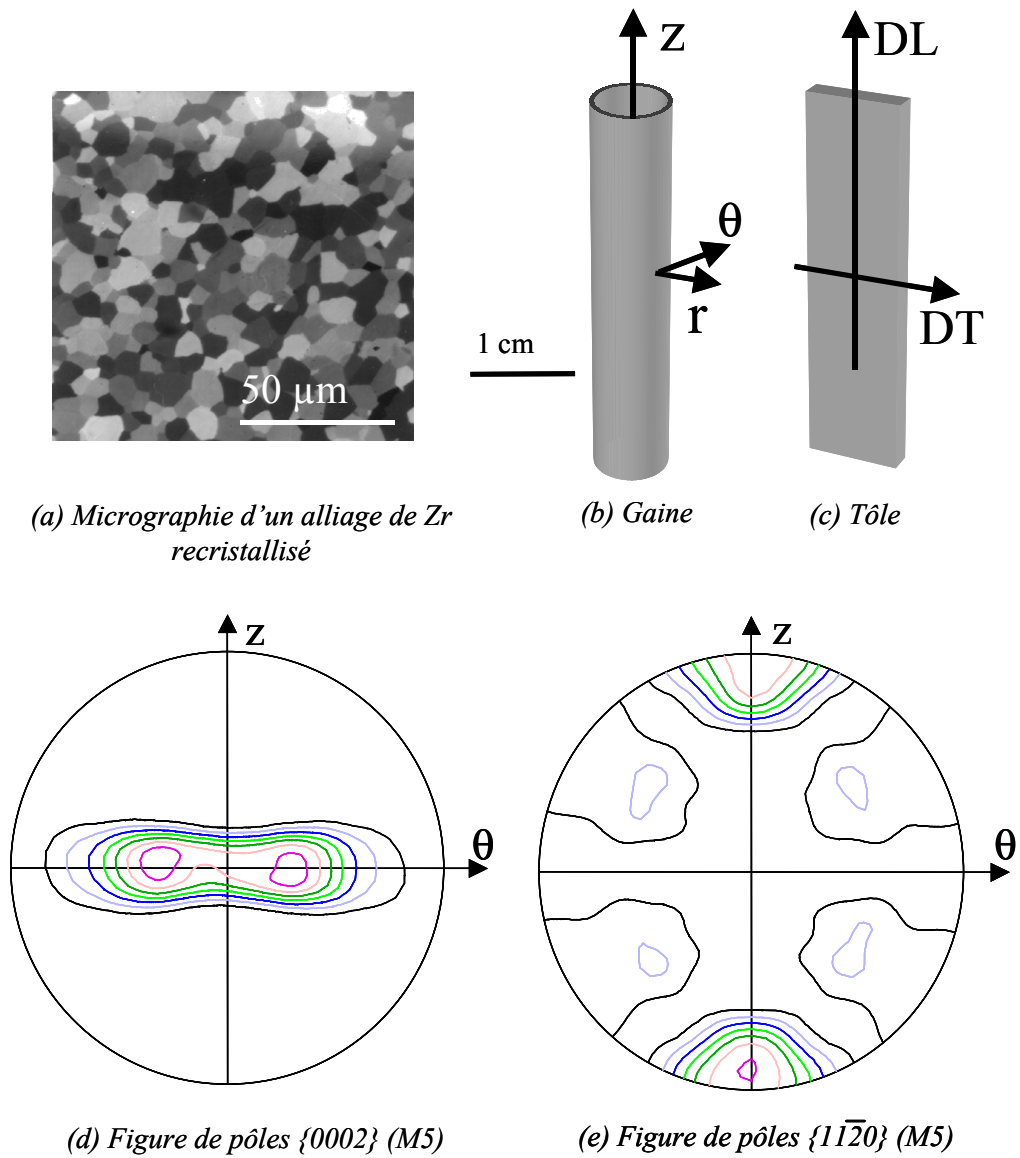


FIG. 1.3 – Microstructure et texture des alliages de zirconium recristallisés.

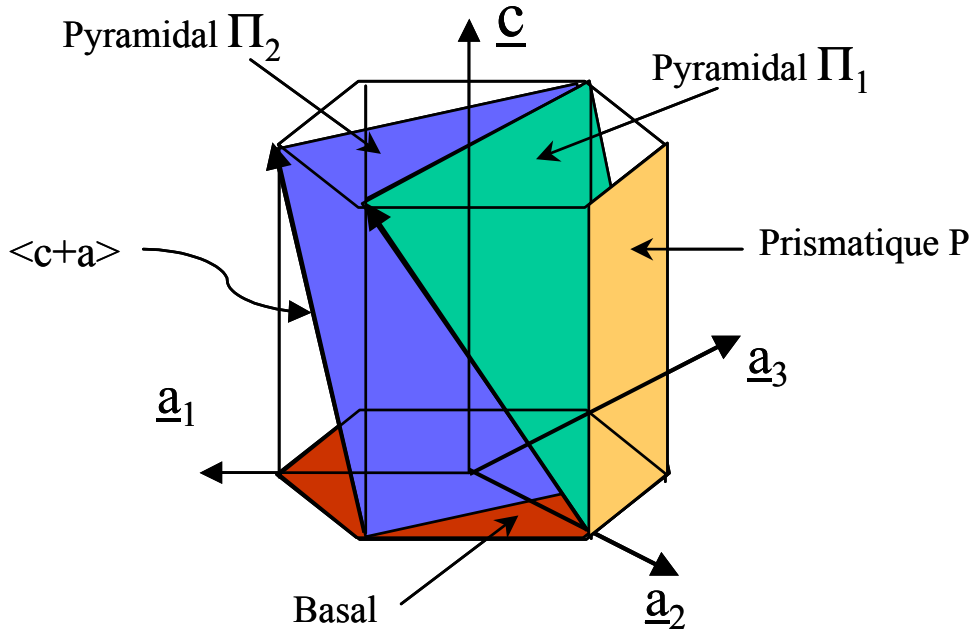


FIG. 1.4 – Systèmes de glissement de la structure hexagonale compacte.

De façon générale, dans les métaux de structure hexagonale, les dislocations peuvent glisser suivant quatre plans ( $P$ ,  $B$ ,  $\pi_1$  et  $\pi_2$ ) et deux directions ( $\langle a \rangle$  et  $\langle c + a \rangle$ ) (Tenckhoff, 1988), conduisant ainsi à cinq familles de systèmes de glissement possibles : basale ( $B \langle a \rangle$ ), prismatique ( $P \langle a \rangle$ ) et trois familles pyramidales ( $\pi_1 \langle a \rangle$ ,  $\pi_1 \langle c + a \rangle$ ,  $\pi_2 \langle c + a \rangle$ ) (Tab. 1.2 et Fig. 1.4).

TAB. 1.2 – Systèmes de glissement des métaux de structure hexagonale compacte.

Plans	Normale $\underline{n}$	Directions $\underline{b}$	Nb de systèmes $(\underline{n}, \underline{b})$
$B$	(0001)	$\langle a \rangle = \frac{1}{3} \langle 11\bar{2}0 \rangle$	3
$P$	$\{10\bar{1}0\}$	$\langle a \rangle = \frac{1}{3} \langle 11\bar{2}0 \rangle$	3
$\pi_1$	$\{10\bar{1}1\}$	$\langle a \rangle = \frac{1}{3} \langle 11\bar{2}0 \rangle$	6
$\pi_1$	$\{10\bar{1}1\}$	$\langle c+a \rangle = \frac{1}{3} \langle 11\bar{2}3 \rangle$	12
$\pi_2$	$\{11\bar{2}2\}$	$\langle c+a \rangle = \frac{1}{3} \langle 11\bar{2}3 \rangle$	6

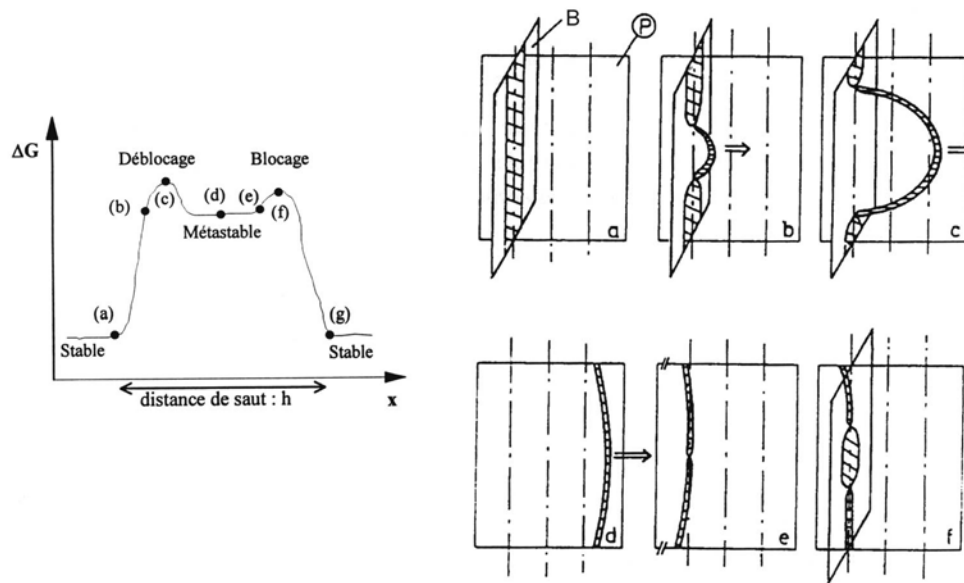
### 1.1.2.1 Le glissement $\langle a \rangle$ dans les plans prismatiques

De nombreux auteurs (Mills, 1968), (Akhtar, 1971), (Conrad, 1981), (Geyer, 1999), (Ferrer, 2000), (Brenner, 2001) ont mis en évidence que le glissement principal dans les alliages de zirconium ainsi que dans les alliages de titane est le glissement prismatic  $P \langle a \rangle$ .

Geyer (1999) et Ferrer (2000) ont en effet observé par MET, pour une déformation à température ambiante, de longues dislocations vis  $\langle a \rangle$  rectilignes. Les traces de glissement observées

en surface (Ferrer, 1999) correspondent systématiquement aux plans prismatiques pour une température inférieure à 200°C ( $E < 5\%$ ) démontrant ainsi que les systèmes activés sont bien des systèmes  $P < a >$ . Le caractère rectiligne des dislocations vis à température ambiante et l'absence de segment coin est le témoignage de vallées de Peierls profondes qui conduisent à une faible mobilité des dislocations vis mais une mobilité importante des dislocations coins. Des observations en MET in situ de monocristaux de Ti- $\alpha$  (Farenc, 1995) font effectivement apparaître une forte anisotropie de vitesse entre les segments de dislocations vis et coins. Ces différentes analyses ont conduit plusieurs auteurs à proposer que le cœur des dislocations vis est étalé dans un autre plan que le plan prismatique, cœur qu'il est nécessaire de recombinaison pour faire glisser la dislocation, induisant ainsi de profondes vallées de Peierls à franchir. Ceci a été par la suite démontré (Legrand, 1985), (Ferrer, 2000) par des simulations à l'échelle atomique du cœur des dislocations vis  $\langle a \rangle$ . Ainsi, Ferrer (2000) a démontré que le cœur de la dislocation vis  $\langle a \rangle$ , qui est étalé dans le plan de base dans le fond des vallées de Peierls, présente une configuration métastable étalée dans le plan prismatique avec des étalements secondaires dans le plan de base (Fig. 1.5) (d'autres auteurs ont néanmoins estimé que les plans d'étalement du cœur des dislocations vis  $\langle a \rangle$  étaient les plans pyramidaux (Naka, 1988)). Par analogie avec le glissement des dislocations vis dans les métaux cubiques centrés, Naka (1988) propose que le franchissement de ces profondes vallées de Peierls se produise grâce au mécanisme de double décrochement comme représenté sur la figure 1.6. Suivant ce modèle, les dislocations vis émettent des segments coins qui se propagent rapidement latéralement le long de la ligne de dislocation permettant ainsi l'avancée progressive de la dislocation vis dans la vallée de Peierls suivante. Geyer et Ferrer soulignent que le franchissement des vallées de Peierls est un mécanisme thermiquement activé, c'est-à-dire que plus la température augmente plus le franchissement est facilité. En effet, Geyer constate qu'à 350°C les dislocations sont plus courbes, témoignant ainsi d'une plus faible friction de réseau qu'à température ambiante. Ce mécanisme de franchissement des vallées de Peierls pilote la cinétique de déformation plastique.

Plusieurs auteurs (Mills, 1968), (Akhtar, 1971), (Conrad, 1981) ont déterminé l'évolution de la cission critique du système prismatique ( $\tau_P$ ) du Zr- $\alpha$  et du Ti- $\alpha$  avec la température et la teneur en oxygène. Expérimentalement, ils ont constaté que la contrainte de cisaillement critique est très sensible à la température, en particulier aux basses températures ( $T < 250^\circ\text{C}$ ) témoignage de l'effet de l'activation thermique sur le franchissement des vallées de Peierls. Cette sensibilité est accrue avec la teneur en éléments interstitiels et en particulier avec la présence d'oxygène (Conrad, 1981). En effet, on constate que l'oxygène en insertion entraîne une augmentation de  $\tau_P$  quelle que soit la température (Fig. 1.7 (a), (b) et 1.8). De plus, aux alentours de 350°C (suivant la vitesse de déformation) apparaît un plateau dans l'évolution de la cission critique avec la température, comme représenté sur la figure 1.7 (b). Ce plateau est généralement attribué, comme le note Prioul (1995), à des phénomènes d'interaction dynamique entre les dislocations vis  $\langle a \rangle$  et l'oxygène en solution solide, en accord avec l'augmentation de l'amplitude du palier quand la teneur en oxygène augmente (Mills, 1968). Cette anomalie dans l'évolution de la cission critique avec la température s'accompagne d'après Prioul (1995) d'une



*Mécanisme de blocage/déblocage :  
diagramme d'énergie en fonction de la distance parcourue par une dislocation  
et schématisation des différentes configurations (d'après Couret et al. 1991).*

FIG. 1.5 – *Étalement du coeur de la dislocation vis  $\langle a \rangle$  et mécanisme de franchissement des vallées de Peierls.*

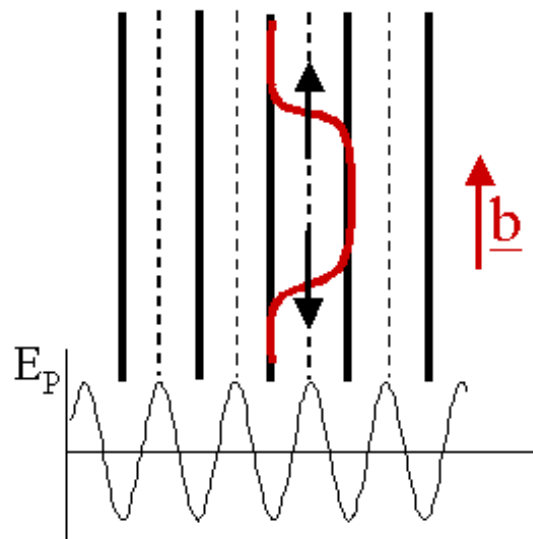


FIG. 1.6 – *Mécanisme de franchissement des vallées de Peierls par double décrochement de segments coins.*

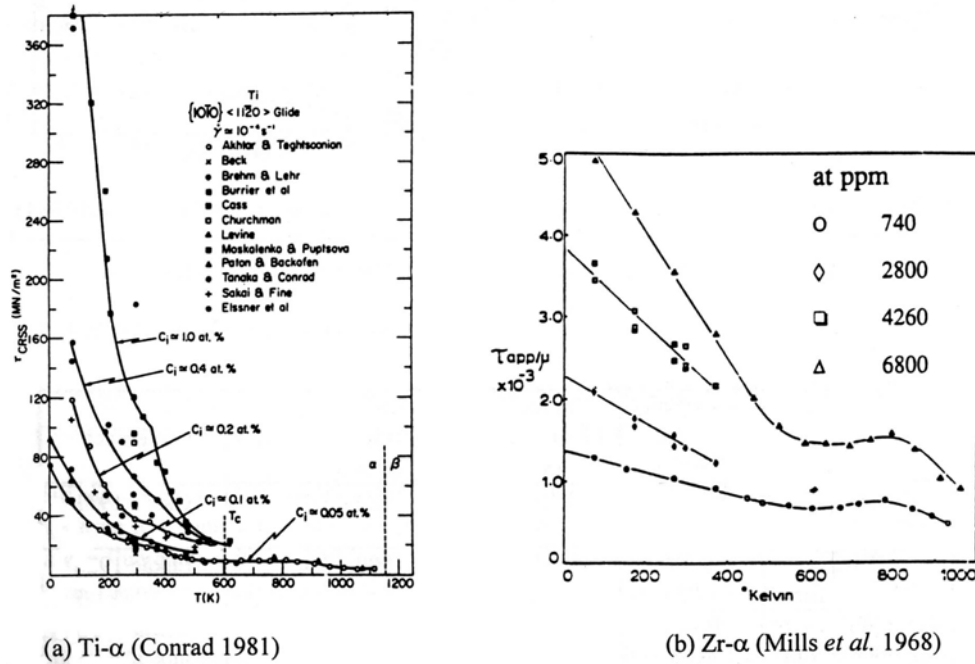


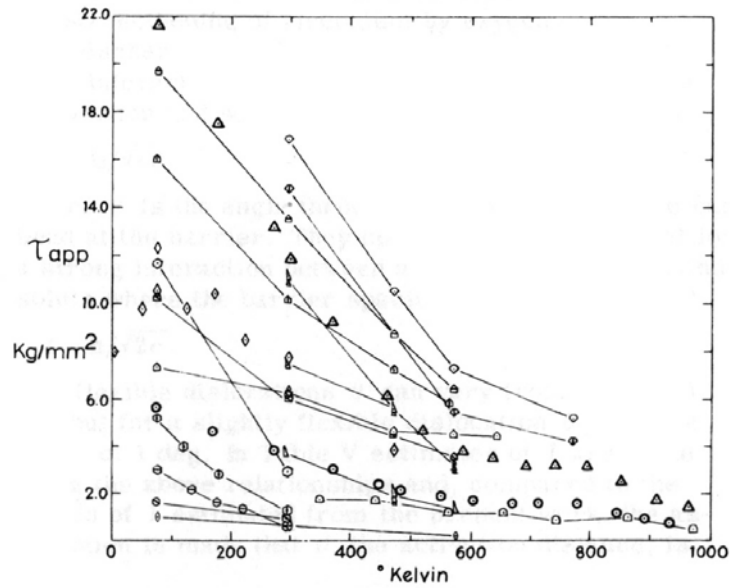
FIG. 1.7 – Cission critique du système prismatique en fonction de la température et de la teneur en oxygène, d'après Conrad (1981) et Mills (1968).

anomalie de sensibilité à la vitesse ( $m$  très faible à  $350^{\circ}\text{C}$ ) (Fig 1.9). D'après les résultats donnés par Mills (1968), représentés sur la figure 1.8, pour un monocristal de zirconium contenant 1200 ppm massique (ce qui correspond à  $0.68\%$  atomique) d'oxygène, on peut estimer que la cission critique du système prismatique à  $350^{\circ}\text{C}$  est de l'ordre de  $\tau_P = 40$  MPa. Compte tenu de la similitude entre le Zr- $\alpha$  et le Ti- $\alpha$  cette valeur peut être comparée à celle donnée par Conrad (1981) pour des monocristaux de Ti- $\alpha$  à  $350^{\circ}\text{C}$  pour une teneur atomique en oxygène de  $0.8\%$  qui est de l'ordre de  $\tau_P = 20$  MPa.

Dans le cadre de la théorie de l'activation thermique de la déformation plastique (Friedel, 1964), (Adda, 1991), il est possible de décrire l'influence de la vitesse de déformation et de la température sur la cission critique ( $\tau_c$  ou  $\tau_{app}$  sur la figure de Mills (1968)). En effet, d'après cette approche, la vitesse de déformation plastique suivant un système de glissement peut s'écrire sous la forme d'une loi thermiquement activée, type Arrhénius, de la forme (Annexe G) :

$$\dot{\gamma} = \dot{\gamma}_0^* \exp\left(-\frac{\Delta H_0 - V(\tau_c - \tau_\mu)}{kT}\right) = \dot{\gamma}_0(T) \exp\left(\frac{V}{kT}(\tau_c - \tau_\mu)\right)$$

où  $\Delta H_0$  est l'énergie d'activation et  $V$  le volume d'activation qui sont des caractéristiques des obstacles qui pilotent la cinétique de déformation plastique.  $\tau_\mu$  est la composante athermique de la cission critique qu'il est donc nécessaire de soustraire ici. Cette approche est particulièrement justifiée dans le cas d'une différence de mobilité importante entre parties vis et parties coin. L'obstacle qui pilote la vitesse de glissement des dislocations est la nucléation d'un double décrochement coins nécessaire au franchissement des vallées de Peierls par la dislocation vis. Mills (1968) a estimé, grâce à des essais de relaxation sur monocristaux de zirconium, que le



Temperature dependence of the flow stress in zirconium polycrystals and single crystals compared to that observed in the present work.

- , stress for first visible sign of slip, Rapperport and Hartley;<sup>6</sup>
  - ⊙, crystal #3
  - ⊕, crystal #6 single-crystal easy-
  - ⊖, crystal #14 glide flow stress
  - ⊗, crystal #16
  - △, 0.13 wt pct O 0.2 pct offset
  - ▽, low oxygen yield strength
  - ⊠, arc-melted single hearth melt
  - ⊡, first getter multihearth melt 0.2 pct offset
  - ⊢, regular multihearth melt yield strength
  - ⊣, annealed crystal bar.
  - ◇, arc-melted and annealed, 0.2 pct offset yield strength, Wessel;<sup>5</sup>
  - ◊, annealed 1 hr 700°C 0.2 pct offset
  - ◈, annealed 24 hr 800°C yield strength
  - ◉, annealed 24 hr 840°C, 0.2 pct offset yield strength, Ramaswami;<sup>26</sup>
  - ⊙, 0.013 wt pct O single-crystal easy-
  - △, 0.12 wt pct O glide flow stress
- } Westlake;<sup>22</sup>
- } Treco;<sup>2</sup>
- } Keeler;<sup>3</sup>
- } Guard and Keeler;<sup>4</sup>
- } this work.

FIG. 1.8 – Evolution de la cission critique avec la température (d'après la synthèse de Mills (1968)).

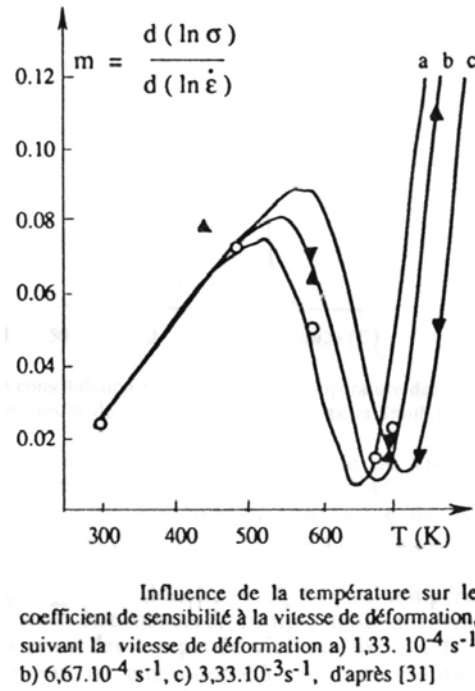


FIG. 1.9 – Evolution du coefficient de sensibilité à la vitesse avec la température (d'après la synthèse de Prioul (1995)).

volume d'activation était de l'ordre de  $200 \text{ à } 300b^3$  à  $350^\circ\text{C}$  pour des monocristaux contenant 1200 ppm massique d'oxygène. Dans cette même étude, Mills estime que l'enthalpie d'activation est comprise entre 1 et 2 eV entre  $20^\circ\text{C}$  et  $300^\circ\text{C}$ . Derap (1980) estime que dans le cas de polycristaux de Zy-4 recristallisés, à une température de  $350^\circ\text{C}$ , le volume d'activation de l'ordre de  $V = 200 \text{ à } 400b^3$  (valeur estimée en corrigeant l'évolution de  $\Sigma_{0,2\%}$  en fonction de la vitesse de déformation par un facteur de Taylor  $M = 4$ , dans l'hypothèse du seul glissement prismatique).

### 1.1.2.2 Le glissement $\langle a \rangle$ dans les plans pyramidaux de première espèce

Le glissement  $\pi_1 \langle a \rangle$  a souvent été mis en évidence dans le titane et dans le zirconium en tant que mode de déviation du glissement prismatique des dislocations vis  $\langle a \rangle$ . Cependant certains auteurs (Régnard, 1995), (Ferrer, 2000), (Geyer, 1999) ont aussi observé du glissement pyramidal simple. En couplant son analyse des traces de glissement (traction sens long) à des observations MET, Ferrer (2000) conclut que, pour une température inférieure à  $200^\circ\text{C}$  le glissement  $\pi_1 \langle a \rangle$  est observé seulement dans quelques cas rares. En revanche, pour une température supérieure à  $200^\circ\text{C}$ , le glissement  $\pi_1 \langle a \rangle$  se manifeste dans de nombreux cas par la présence de glissement dévié sur les lignes en surface, mais aussi par des lignes de glissement simple correspondant au plan  $\pi_1$ . Les dislocations observées en MET étant systématiquement  $\langle a \rangle$ , ceci démontre que le système activé est bien le système  $\pi_1 \langle a \rangle$ . Geyer, quant à lui, montre, grâce à son étude statistique, qu'à  $350^\circ\text{C}$  le glissement  $\pi_1 \langle a \rangle$  s'active de façon



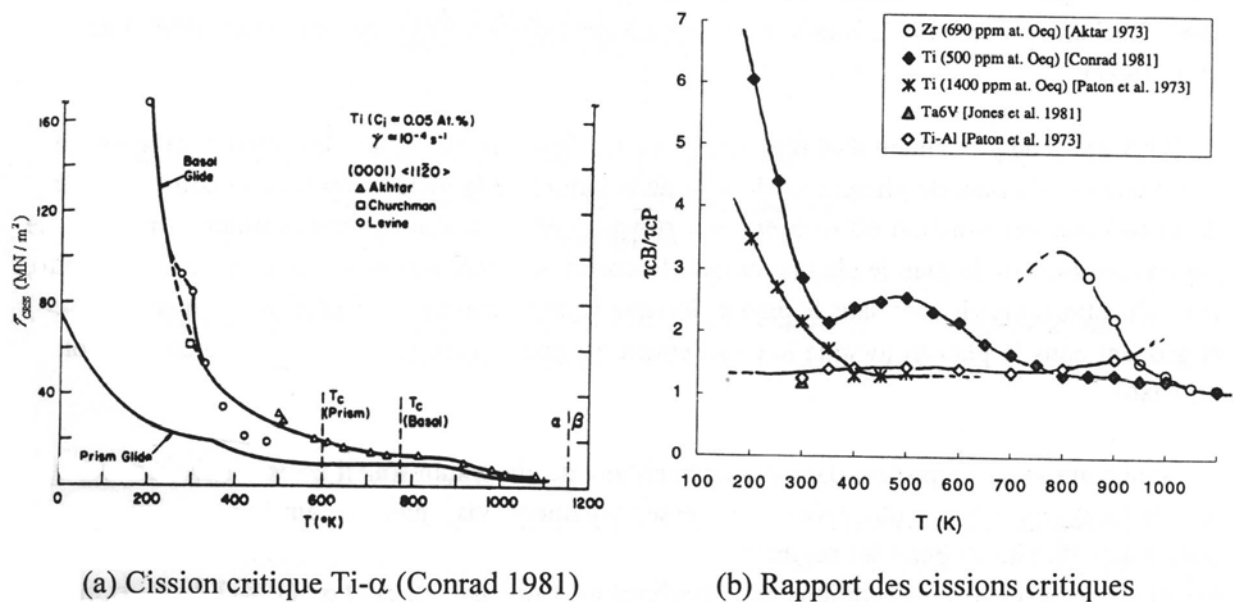


FIG. 1.10 – Cissions critiques du système basal et du système prismatique d'après les données de Conrad (1981) et la synthèse réalisée par Geyer (1999).

très importante dès 1% de déformation plastique en traction axiale et traction circonférentielle. D'après ces observations, il apparaît que le glissement pyramidal s'active plus difficilement que le glissement prismatique. La cission critique du glissement pyramidal  $\langle a \rangle$  est donc supérieure à celle du glissement prismatique ( $\tau_P < \tau_{\pi 1 \langle a \rangle}$ ). De façon générale, d'après Geyer (1999), les volumes d'activation des glissements secondaires semblent plus faibles que celui du glissement prismatique et les énergies d'activation plus élevées que celle du glissement prismatique.

### 1.1.2.3 Le glissement $\langle a \rangle$ dans les plans de base

Dans son analyse des traces de glissement en MEB ainsi que des dislocations en MET, Ferrer (2000) n'observe pas de glissement basal ( $T < 400^\circ\text{C}$  et  $E < 5\%$ ) en traction suivant le sens long. Geyer, quant à lui, grâce à son analyse statistique des dislocations, observe quelques cas de glissement basal à  $350^\circ\text{C}$  dès 1% de déformation plastique, particulièrement suivant la direction circonférentielle. Il apparaît donc, d'après ces deux études, que le glissement basal est un glissement secondaire dans les alliages de zirconium non irradiés.

Geyer présente un graphique (Fig. 1.10 (b)) synthétisant les rapports de cission critique entre les systèmes basal et prismatique obtenus par différents auteurs (Akhtar, 1971), (Akhtar, 1973), (Paton, 1973), (Jones, 1981), (Conrad, 1981). Les données de Paton (1973) pour du titane contenant 1400 ppm atomique d'oxygène indiquent qu'à  $350^\circ\text{C}$  le rapport des cissions critiques basale et prismatique est de l'ordre de  $\tau_B/\tau_P \simeq 1.4$ . Sur le même graphique, Conrad (1981) montre que pour des monocristaux de titane de haute pureté (500 ppm at.) le rapport des cissions critiques est de l'ordre de  $\tau_B/\tau_P \simeq 2$ .

#### 1.1.2.4 Le glissement pyramidal $\langle c+a \rangle$

Suivant Tenckhoff (1988), le système  $\langle c+a \rangle$  est le seul mode de glissement qui permette d'accommoder la déformation suivant l'axe  $\langle c \rangle$ . Cependant, tous les auteurs mettent en évidence la difficulté d'activation de ce système, témoignage d'une cission critique plus élevée que celle des autres systèmes, dans une large gamme de température. Ainsi, Geyer (1999) observe quelques grains comportant des dislocations  $\langle c+a \rangle$  glissant dans le plan pyramidal  $\pi_1$ , dès une déformation de 1% à 350°C en traction circonférentielle. En revanche, en traction axiale, ce système ne s'active que faiblement et pour une déformation plastique d'au moins 4%. Ceci est cohérent avec les observations de Ferrer (2000) qui ne met en évidence aucune dislocation  $\langle c+a \rangle$  en traction sens long jusqu'à une déformation de 3%. Pujol (1994) n'observe pas non plus de dislocations  $\langle c+a \rangle$  en traction sens long dans du zirconium 702  $\alpha$ , mais en observe en traction sens travers entre 20 et 200°C. D'après Akhtar (1973), le volume d'activation du système  $\pi_1 \langle c+a \rangle$  est très faible, de l'ordre de  $8b^3$ , à 500°C pour le Zr- $\alpha$ , ce qui témoignerait d'une forte friction de réseau. Cependant, compte tenu du peu de données disponibles, ces résultats sont à prendre avec précaution. On peut également noter que Geyer (1999) a rarement observé de glissement  $\pi_2 \langle c+a \rangle$ , ce système ne sera donc plus considéré dans la suite.

Cette étude bibliographique nous montre que les cissions critiques du matériau non irradié s'ordonnent de la façon suivante :

$$\tau_{P\langle a \rangle} < \tau_{\pi_1\langle a \rangle} < \tau_{B\langle a \rangle} < \tau_{\pi_1\langle c+a \rangle}$$

On peut également constater le manque de données de base concernant les cissions critiques et volumes d'activation des systèmes secondaires. Le tableau 1.3 rassemble les quelques estimations des cissions critiques et volumes d'activation à 350°C.

TAB. 1.3 – Estimations des cissions critiques et des volumes d'activation.

	$P \langle a \rangle$	$\pi_1 \langle a \rangle$	$B \langle a \rangle$	$\pi_1 \langle c+a \rangle$
$\tau_s$	$\tau_P \sim 20 \text{ à } 40 \text{ MPa}$	$\tau_P < \tau_{\pi_1\langle a \rangle} < \tau_B$	$\tau_B/\tau_P \sim 1.4 \text{ à } 2$	$\tau_B < \tau_{\pi_1\langle a \rangle}$
$V_s$	200 à $400b^3$	$V_{\pi_1\langle a \rangle} < V_P$	$V_B < V_P$	$V_{\pi_1\langle c+a \rangle} \ll V_P$

### 1.1.3 Comportement mécanique macroscopique à 350°C

Le comportement mécanique élasto-visco-plastique des alliages de zirconium non irradiés est essentiellement caractérisé par la dépendance de la contrainte d'écoulement à la direction de sollicitation (anisotropie), par l'évolution de la contrainte d'écoulement avec la déformation plastique (écrouissage), ainsi que par la dépendance de la contrainte à la vitesse de sollicitation et à la température. Afin d'analyser de façon unifiée le comportement élasto-visco-plastique des alliages de zirconium et aussi interpréter ce comportement en terme de mécanismes de déformation, Geyer (1999) a mis en œuvre une analyse spécifique des différents essais mécaniques. Cette méthode originale d'investigation et d'analyse du comportement mécanique, basée en particulier sur les travaux de Dickson (1984) et synthétisée par Feaugas (2003), est présentée dans un premier temps, puis dans un deuxième temps les principaux résultats obtenus par Geyer (1999) concernant le comportement en écrouissage et en relaxation sont synthétisés.

#### 1.1.3.1 Une analyse spécifique du comportement mécanique

L'écrouissage d'un matériau est caractérisé à l'échelle macroscopique par l'évolution de la contrainte d'écoulement avec la déformation plastique. Dans une vision multiaxée et non monotone (Lemaitre,1985) l'écrouissage correspond à l'évolution de la surface de charge avec la déformation plastique (Annexe G). On distingue alors deux composantes dans cette évolution : l'écrouissage isotrope, qui correspond à l'expansion de la surface de charge, caractérisé par la composante de la contrainte notée  $\Sigma_{eff}$  par Geyer ou plus classiquement  $R$ , et l'écrouissage cinématique, qui correspond à la translation de la surface de charge, caractérisé par la composante de la contrainte  $X$  (composante tensorielle en 3D). La contrainte d'écoulement s'écrit alors (en 1D) :

$$\Sigma = \Sigma_{eff} + X$$

Il est possible de mettre en évidence la translation et la dilatation du domaine d'élasticité en effectuant des essais de traction - compression, ou bien, comme dans notre cas, des essais d'écrouissage suivis de décharge, comme représenté sur la figure 1.11. Ces deux composantes de la contrainte d'écoulement peuvent être reliées à deux types de mécanismes microscopiques différents. A l'écrouissage isotrope, on associe les obstacles interagissant à courte distance avec les dislocations. A l'écrouissage cinématique, on associe les obstacles interagissant à longue distance avec les dislocations.

Dans le cas des alliages de zirconium, les obstacles créant des interactions à courte distance sont les vallées de Peierls, les atomes d'oxygène ou bien les dislocations de la forêt. La composante à longue distance (ou cinématique,  $X$ ) peut aussi avoir plusieurs origines :

- soit intra-granulaire associée par exemple à des empilements de dislocations, des amas ou bien des précipités ;
- soit inter-granulaire c'est-à-dire liée aux incompatibilités de déformation entre les grains du polycristal, incompatibilités qui sont particulièrement importantes dans le cas des alliages de zirconium du fait de l'anisotropie de déformation de chacun des grains.

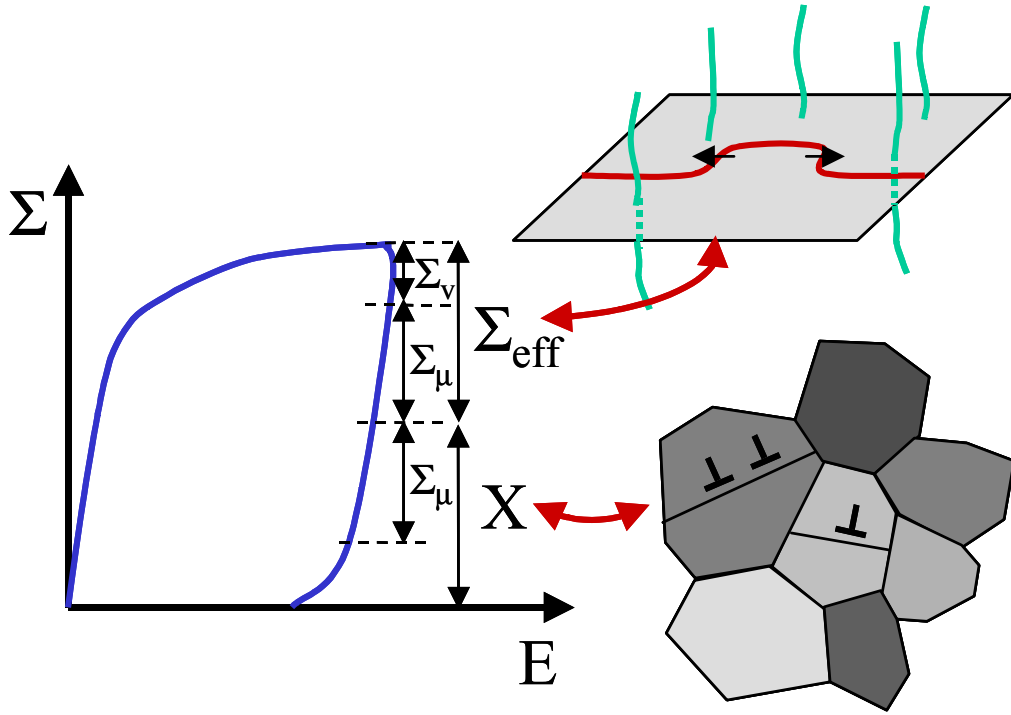


FIG. 1.11 – Effets des différents mécanismes sur le comportement macroscopique.

L'effet sur le comportement macroscopique de ces différents types d'obstacles est illustré sur la figure 1.11.

La sensibilité de la contrainte d'écoulement à la vitesse de déformation et à la température est généralement caractérisée par des lois empiriques du type loi de Norton. Geyer, toujours dans un souci d'interpréter le comportement macroscopique en terme de mécanismes microscopiques, propose d'appliquer la théorie de l'activation thermique de la déformation plastique (Friedel, 1964), (Adda, 1991) pour analyser de façon unifiée les essais d'écroutissage, de relaxation et de fluage. Cette approche se base sur l'idée que l'activation thermique contribue, en plus de la contrainte appliquée, au franchissement des obstacles à courte distance. Ainsi, il est possible de distinguer dans la composante isotrope (ou à courte distance  $\Sigma_{eff}$ ) de la contrainte d'écoulement une composante athermique ( $\Sigma_{\mu}$ ), ainsi qu'une composante thermiquement activée (ou visqueuse,  $\Sigma_v$ ) qui est liée à la température et à la vitesse de déformation. Ceci se traduit par la relation :

$$\Sigma_{eff} = \Sigma_{\mu} + \Sigma_v$$

Suivant cette approche, la sensibilité à la vitesse du matériau est caractérisée par un paramètre appelé volume d'activation  $V$  qui relie la contrainte visqueuse à la vitesse de déformation plastique par une loi d'écoulement de la forme (Annexe G) :

$$\dot{E}^p = \dot{E}_0^{p*} \exp \left[ -\frac{\Delta H_0^{app}}{kT} \right] \exp \left[ \frac{V_{app} \Sigma_v}{kT} \right] = \dot{E}_0^p(T) \exp \left[ \frac{V_{app} \Sigma_v}{kT} \right]$$

Dans ce cas,  $V_{app}$  est un volume d'activation apparent déterminé à l'échelle macroscopique. Il est lié au volume d'activation à l'échelle des dislocations qui est caractéristique des obstacles

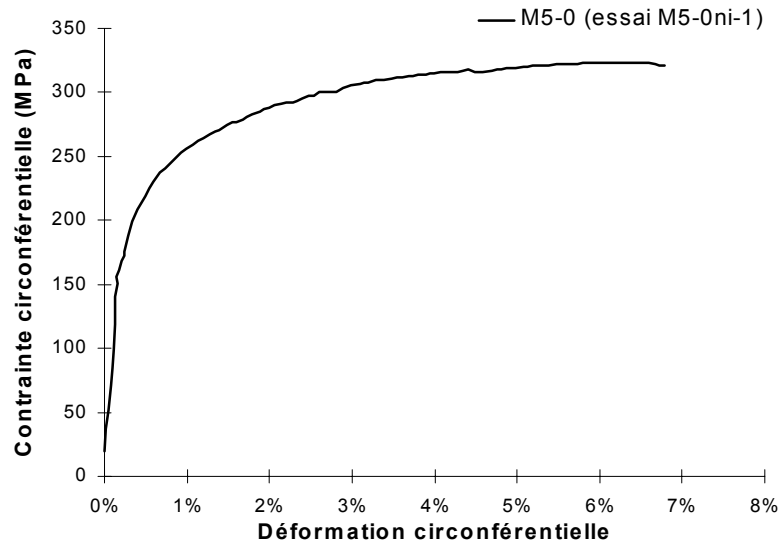


FIG. 1.12 – Essai d'écouissage simple réalisé à  $350^{\circ}\text{C}$  sur une gaine en alliage M5-0 recristallisé pour une sollicitation de pression interne ( $\Sigma_{\theta\theta}, \Sigma_{zz} = \Sigma_{\theta\theta}/2, \Sigma_{rr} \simeq 0$ ).

qui pilotent la cinétique de déformation plastique. Comme il a été rappelé précédemment, dans le cas des alliages de zirconium non irradiés, ces obstacles sont les vallées de Peierls vues par les dislocations vis  $\langle a \rangle$  glissant dans les plans prismatiques.

Afin de déterminer ces différentes composantes de la contrainte d'écoulement ainsi que le volume d'activation, Geyer a réalisé de nombreux essais de charges suivies de décharges multiples ainsi que des essais de relaxation à différents niveaux de déformation plastique.

### 1.1.3.2 Comportement en écouissage

De façon très générale on peut noter que les alliages de zirconium recristallisés à  $350^{\circ}\text{C}$  présentent une résistance, ou une contrainte d'écoulement à 0,2% ( $\Sigma_{0,2\%}$ ), relativement faible (de l'ordre de 150 MPa en traction axiale et traction circconférentielle), ainsi qu'un comportement très ductile avec un allongement réparti (ou uniforme) élevé (de l'ordre de  $A_r \sim 10\%$ ). Un essai d'éclatement en pression interne ( $\Sigma_{\theta\theta}, \Sigma_{zz} \simeq \Sigma_{\theta\theta}/2, \Sigma_{rr} \simeq 0$ ) à  $350^{\circ}\text{C}$  est représenté Fig. 1.12.

Geyer a réalisé, sur du Zy-4 recristallisé (X1 Rx), des essais d'écouissage simples à  $350^{\circ}\text{C}$ , à des vitesses de  $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et de  $2 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ , suivant la direction axiale ainsi que suivant la direction circconférentielle. A partir de ces essais, il a notamment étudié le taux d'écouissage ( $\theta = d\Sigma/dE^p$ ) en fonction de la contrainte ( $\Sigma$ ). Il met en évidence essentiellement deux stades différents dans l'écouissage (Fig. 1.13).

Afin de caractériser l'anisotropie de comportement des alliages de zirconium recristallisés à  $350^{\circ}\text{C}$ , Geyer a déterminé la surface de charge pour une déformation plastique de  $2 \times 10^{-4}$  en balayant, grâce à une machine d'essais mécaniques biaxés, plusieurs rapports de biaxialité ( $\Sigma_{zz}/\Sigma_{\theta\theta}$ ). La surface de charge représentée sur la figure 1.14 met en évidence l'importante anisotropie de comportement du matériau par comparaison au critère de Von Mises. Geyer

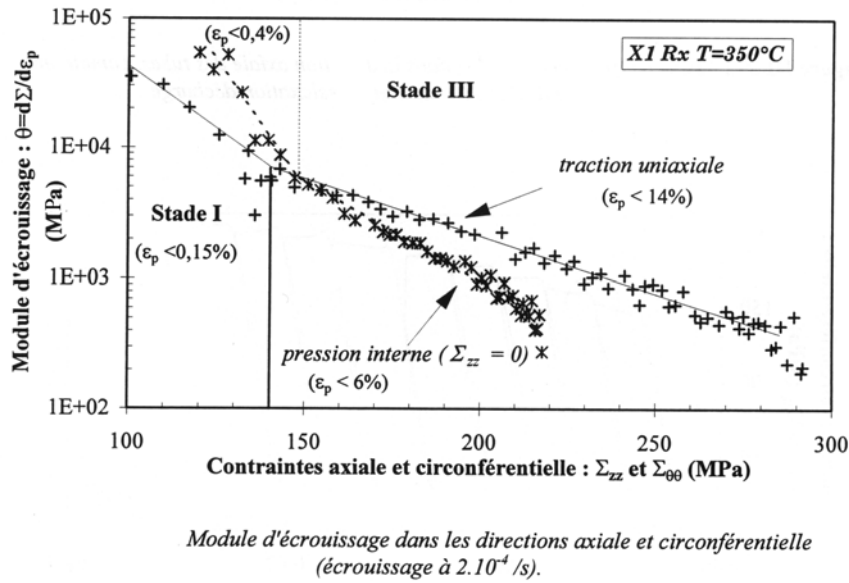
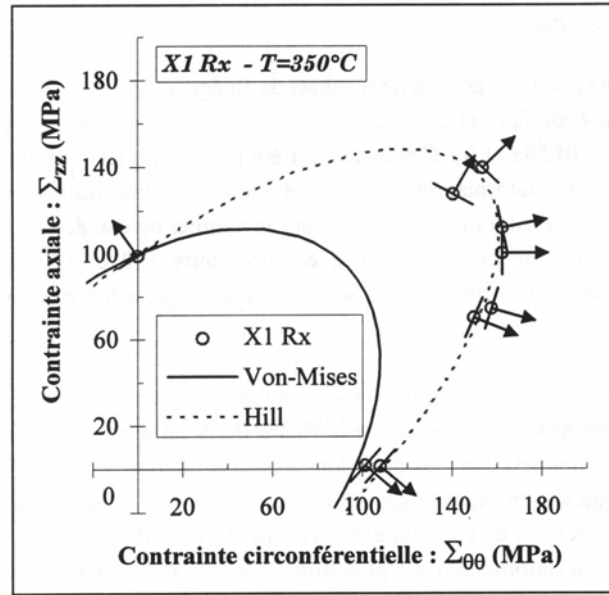


FIG. 1.13 – Evolution du taux d'écroissage avec la contrainte à  $350^{\circ}\text{C}$  pour des sollicitations de traction axiale et de traction circonférentielle (Geyer, 1999).

(1999) et Robinet (1995) ont également réalisé des essais d'écroissage à différentes vitesses ou bien avec sauts de vitesse entre  $10^{-6} \text{ s}^{-1}$  à  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , suivant les directions axiale et circonférentielle (Fig. 1.15). Ces essais mettent en évidence la très faible sensibilité à la vitesse de la contrainte d'écoulement des alliages de zirconium à  $350^{\circ}\text{C}$ , associée à une faible composante visqueuse ( $\Sigma_v$ ) de la contrainte d'écoulement (Fig. 1.16 (a)). Cette faible sensibilité à la vitesse est confirmée par les volumes d'activation élevés (de l'ordre de  $100$  à  $200b^3$ ) mesurés à partir d'essais d'écroissage à différentes vitesses.

Grâce aux essais de charges/décharges pour des niveaux variables de déformation plastique, Geyer (1999) a déterminé l'évolution des composantes  $X$ ,  $\Sigma_{\mu}$ ,  $\Sigma_v$  de la contrainte d'écoulement avec la déformation plastique. Geyer met ainsi en évidence qu'à  $350^{\circ}\text{C}$  la contrainte visqueuse (Fig. 1.16 (c)) augmente avec la déformation plastique ( $E^p \leq 2\%$ ) de  $0$  à  $30 \text{ MPa}$  puis augmente lentement jusqu'à  $40 \text{ MPa}$  pour des déformations plastiques supérieures, du fait, en partie, de la stabilisation de la vitesse de déformation plastique. En revanche, Geyer montre que la contrainte athermique est quasiment constante avec la déformation plastique (Fig. 1.16 (c)) et est comprise entre  $40 \text{ MPa}$  et  $60 \text{ MPa}$ . Ce dernier phénomène peut s'expliquer par le très faible écroissage latent dans les alliages de zirconium. Geyer montre aussi que la contrainte interne augmente de façon importante avec la déformation plastique de  $0$  à  $130 \text{ MPa}$  à  $6\%$  de déformation plastique comme l'illustre la figure 1.16 (b). Cet important écroissage cinématique peut être expliqué par les fortes contraintes internes générées par les incompatibilités de déformation plastique entre les grains d'orientations différentes. L'ensemble de cette analyse montre que l'écroissage est essentiellement attribué à l'augmentation de la contrainte interne, d'origine inter-granulaire.



Surface de charge à 350 °C pour le produit X1 Rx dans l'espace  $(\Sigma_{\theta\theta}, \Sigma_{zz})$

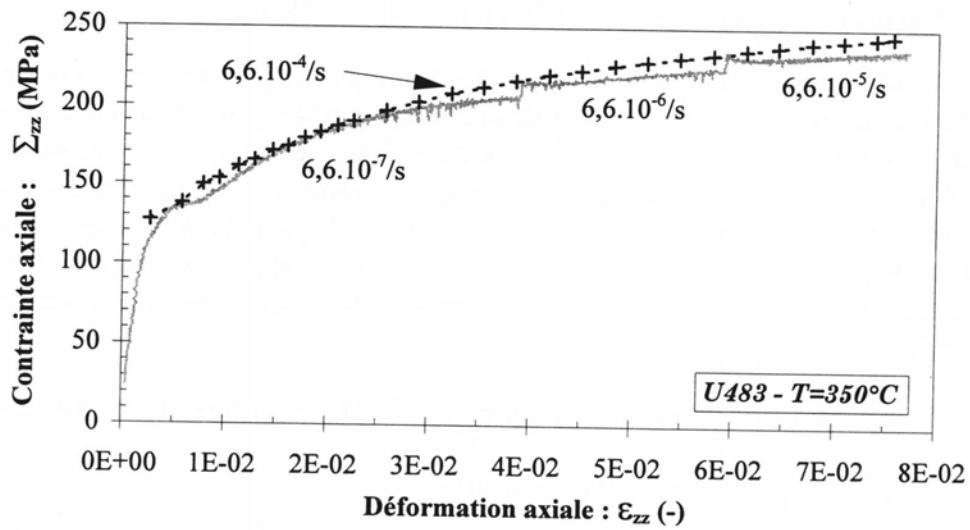
FIG. 1.14 – Surface de charge à  $E_{eq}^p = 0.02 \%$ , à 350 °C.

### 1.1.3.3 Comportement en relaxation

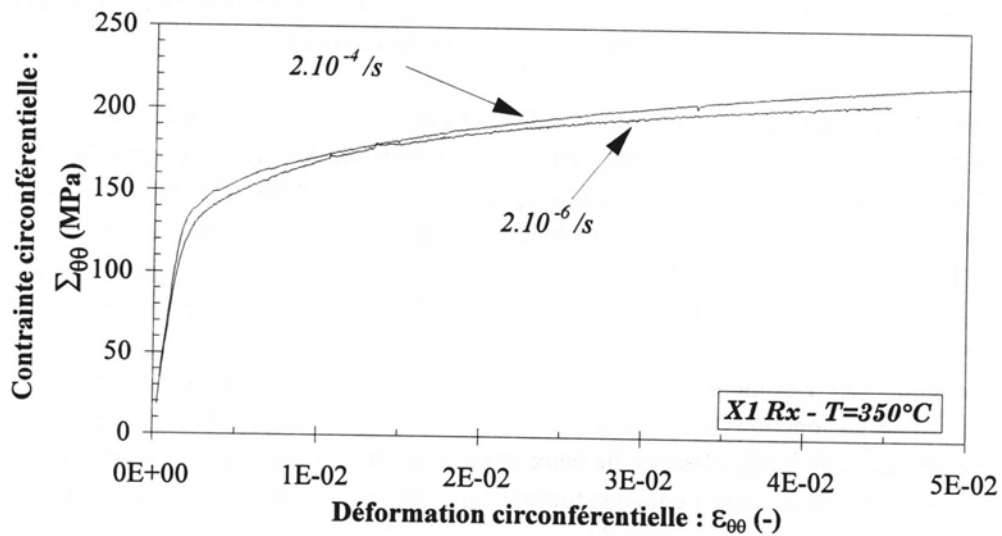
Geyer (1999) a étudié le comportement du Zy-4 recristallisé en relaxation (pendant des durées de 24h) pour différents niveaux de déformation plastique à 350°C suivant la direction axiale ainsi que suivant la direction circonférentielle. Il a ainsi déterminé la contrainte relaxée ( $\Sigma_{relax}$ ) à différents niveaux de déformation plastique ainsi que le volume d'activation ( $V$ ) pour les différentes phases de relaxation. En comparant le comportement en relaxation au comportement en écrouissage, Geyer met en évidence un phénomène particulièrement intéressant pour la compréhension du comportement du matériau non irradié. En effet, Geyer constate qu'à 20°C la contrainte relaxée correspond à la composante visqueuse ( $\Sigma_v$ ) de la contrainte d'écoulement (Fig. 1.17), ce qui est cohérent avec la théorie de l'activation thermique de la déformation plastique (Friedel, 1964), (Adda, 1991). En revanche, à 350°C, Geyer constate que la contrainte relaxée est supérieure à la contrainte visqueuse déterminée lors des phases de décharge (Fig. 1.16 (a)), et d'autre part, celle-ci augmente de la même façon que la contrainte interne aussi déterminée lors des phases de décharge en traction purement circonférentielle, comme illustré sur la figure 1.16 (b).

Geyer interprète la différence entre contrainte relaxée et contrainte visqueuse par le fait qu'à 350°C une partie des contraintes internes intergranulaires est restaurée lors de la phase de relaxation ce qui a pour conséquence d'augmenter la contrainte relaxée. Ainsi, puisque lorsque la déformation plastique augmente les contraintes intergranulaires augmentent, on observe une augmentation de la contrainte relaxée avec la déformation plastique.

Il faut également souligner que l'activation plus importante à plus forte déformation des systèmes secondaires, dont la sensibilité à la vitesse est plus importante que celle du prismatique



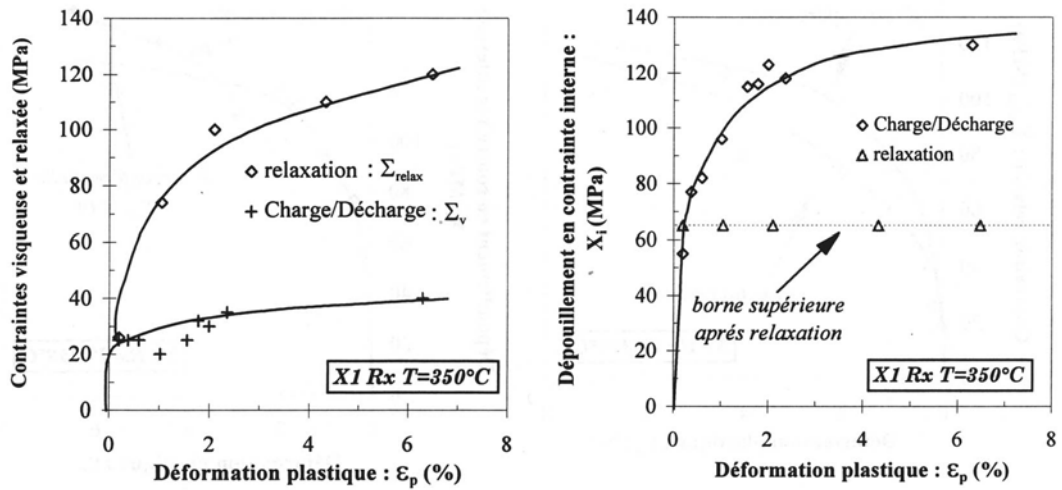
*Sensibilité à la vitesse de déformation dans la direction axiale des tubes à 350 °C, d'après Robinet (1995).*



*Sensibilité à la vitesse de déformation dans la direction circonférentielle des tubes à 350 °C.*

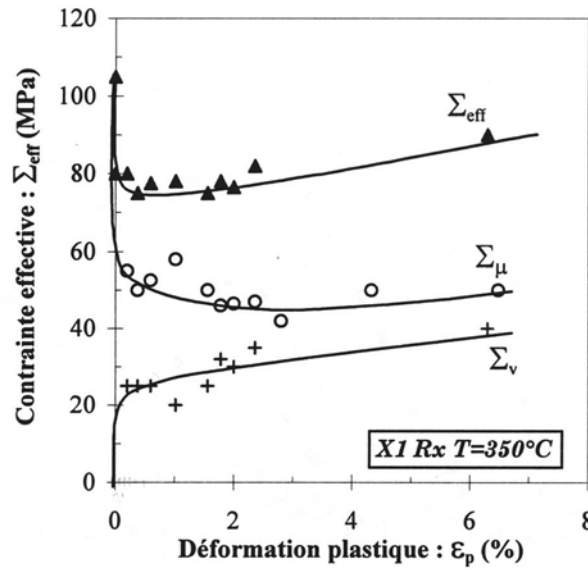
FIG. 1.15 – Etude de la sensibilité à la vitesse à  $350^\circ C$  pour des tractions axiale et circonférentielle (Geyer, 1999).





(a) Contraintes visqueuses (phases de charge/décharge) et contraintes relaxées (phases de charge/relaxation/décharge)

(b) Contraintes internes



(c) Composantes thermiquement activée et athermique de la contrainte effective.

Contraintes interne et effective en fonction de la déformation plastique ; traction dans la direction circonférentielle à 350 °C.

FIG. 1.16 – Evolution des différentes composantes de la contrainte d'écoulement, ainsi que de la contrainte relaxée avec la déformation plastique (Geyer, 1999).

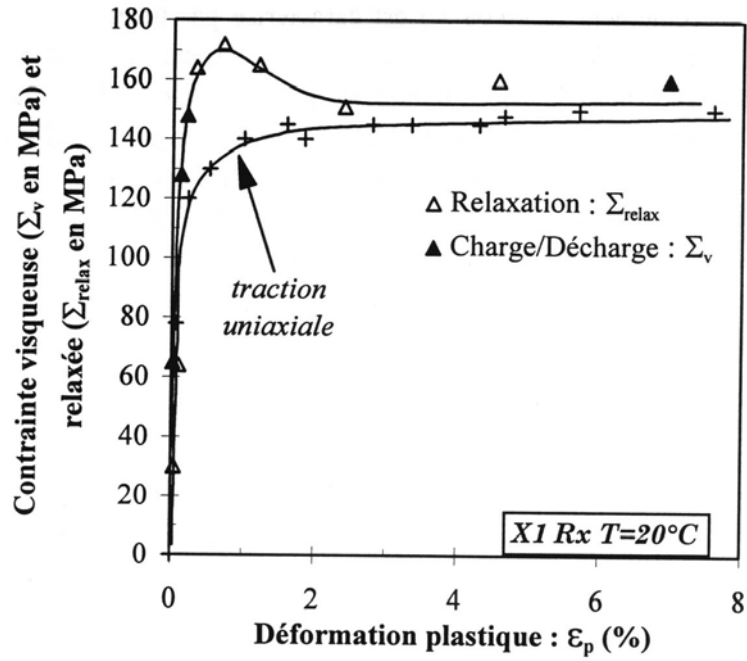


FIG. 1.17 – Contrainte relaxée et contrainte visqueuse à 20°C dans la direction circonférentielle.

(volume d'activation plus faible), peut aussi expliquer, en partie, la diminution du volume d'activation macroscopique avec la déformation et donc de la relaxation plus importante de la contrainte.

### 1.1.4 Généralités sur les modélisations micro-mécaniques des alliages de zirconium non irradiés

Afin de prendre en compte tous les aspects du comportement élasto-visco-plastique des alliages de zirconium dans une modélisation unifiée permettant de simuler les différents trajets de chargement, plusieurs modèles ont été développés. Ainsi, en collaboration avec EDF, un modèle macroscopique "phénoménologique", fondé sur la thermodynamique des processus irréversibles, a été proposé par Delobelle (1996) et appliqué par Schäffler (1997) aux alliages de zirconium irradiés. Cependant, ce type de modélisation est limité par son caractère inductif. En effet, du fait de l'absence de sens physique clair des coefficients du modèle, il n'est pas possible d'extrapoler celui-ci en dehors de la base d'identification, qui est par ailleurs relativement conséquente.

Dans l'objectif de limiter le nombre minimum d'essais à réaliser pour l'identification et de disposer d'un modèle plus prédictif, une autre approche a récemment été développée dans le cas des alliages de zirconium non irradiés (Geyer, 1999), (Brenner, 2001). Cette démarche entend tirer parti de la connaissance acquise, par différentes méthodes physiques (diffraction des rayons X, MET, MEB), de la microstructure et des mécanismes de déformation et modéliser ceux-ci en appliquant les outils de la mécanique des matériaux hétérogènes ainsi que la théorie des dislocations. Ainsi, suivant cette approche, un élément (Volume Elémentaire Représentatif, VER) du matériau n'est plus considéré comme une "boîte noire" homogène, mais comme un matériau hétérogène composé d'un grand nombre de grains cristallins, d'orientation spécifique par rapport à la sollicitation et ne pouvant se déformer que par glissement suivant certains plans particuliers. Les lois de comportement sont alors formulées à l'échelle du grain (de la phase cristalline) et le comportement de l'élément de volume (VER), c'est-à-dire le comportement du Milieu Homogène Equivalent (MHE), est obtenu en effectuant une opération de "moyenne", ou d'homogénéisation, sur le comportement de l'ensemble des constituants. La problématique de l'homogénéisation des matériaux hétérogènes réside donc dans la méthode employée pour effectuer cette opération de "moyenne".

Dans le cas des polycristaux, les méthodes mises en œuvre se fondent sur une approche auto-cohérente qui consiste à considérer successivement chacune des phases cristallines (tous les grains de même orientation) en inclusion dans un Milieu Homogène Equivalent (MHE) dont le comportement correspond à celui du matériau macroscopique recherché. Cependant, afin de déterminer la réponse de la phase cristalline en interaction avec le MHE, il est nécessaire de connaître le comportement du MHE, or c'est justement lui qui est l'inconnue du problème. Il est donc nécessaire de mettre en œuvre une procédure auto-cohérente qui doit faire appel à certaines approximations dans le cas élasto-plastique et qui est particulièrement délicate à mettre rigoureusement en œuvre dans le cas élasto-visco-plastique comme le soulignent Bornert et al. (2000).

Brenner (2001) s'est cependant attaché à traiter celle-ci de la façon la plus rigoureuse possible du point de vue de la formulation mathématique dans le cas des alliages de zirconium non irradiés. En s'appuyant en partie sur les travaux de Masson (1998), Brenner a développé

et identifié un modèle permettant de simuler le comportement des alliages de zirconium pour des sollicitations de fluage thermique, dans un premier temps, à 400°C.

Une autre approche plus pragmatique a été proposée par Pilvin (1990), (1994), (1995) et appliquée par Geyer (1999) au cas des alliages de zirconium non irradiés. Ce modèle revient à traiter les interactions entre les grains du polycristal de façon approchée par l'intermédiaire d'une loi postulée (loi de localisation explicite) qui prend une forme analogue à l'évolution de l'écroutissage cinématique des modèles macroscopiques. Des coefficients permettent le recalage de la loi par rapport à d'autres approches (formulation de Berveiller et Zaoui (1979), calculs par éléments finis) afin de satisfaire l'auto-cohérence du modèle. En revanche, à l'échelle des grains, les lois de comportement sont formulées en terme de densité de dislocations et en accord avec la théorie de l'activation thermique de la déformation, ce qui permet une confrontation avec les données physiques de la littérature ainsi qu'avec les nombreuses observations MET réalisées. Geyer a identifié et validé ce modèle par comparaison aux observations statistiques MET pour une température de 20°C, l'identification à 350°C n'ayant été que partiellement réalisée. Fandeur (2001) a identifié ce modèle sur du Zy-4 détendu non irradié et irradié pour une température d'essais de 350°C dans l'objectif de simuler des essais complémentaires à intégrer dans la base d'identification d'un modèle "phénoménologique" macroscopique du type de celui développé par Delobelle (1995) et Schäffler (1997). Le but n'étant pas le même que dans notre étude, les mécanismes de déformation des matériaux irradiés n'ont pas été étudiés et leur spécificité n'a pas été prise en compte dans la modélisation.

Un des objectifs de notre étude est d'intégrer les mécanismes de déformation plastique à 350°C du matériau irradié, identifiés grâce à l'étude expérimentale MET, dans un modèle micromécanique. De ce point de vue le modèle de Geyer se trouve être particulièrement bien adapté puisqu'il permet la simulation d'essais d'écroutissage et de relaxation. D'autre part, il est facile à mettre en œuvre, rapide en temps de calcul et permet d'introduire de façon explicite et souple les effets de l'irradiation.

Nous reviendrons plus en détail sur la formulation du modèle d'homogénéisation de Geyer (1999) dans le chapitre consacré à la modélisation micromécanique.

## Synthèse concernant le matériau non irradié

Les matériaux étudiés sont différents alliages de zirconium recristallisés (Zy-4, M5, M5-0 et M4) tous alliés à l'oxygène ( $\sim 1200$  ppm) et contenant 1% de niobium dans le cas des alliages M5 et M5-0, de l'étain, du fer et du chrome dans le cas du Zy-4, ainsi que du vanadium dans le cas de l'alliage M4. Ces matériaux sont constitués de petits grains équiaxes (5 à 10  $\mu\text{m}$ ) de Zr- $\alpha$  de structure hexagonale compacte, contenant très peu de dislocations. L'oxygène est en solution solide interstitielle alors que l'étain et le niobium sont en solution solide substitutionnelle. Dans le M5 et le M5-0, le niobium est aussi présent sous forme de précipités  $\beta - \text{Nb}$ , le fer et le chrome étant présents sous forme de phases de Laves  $\text{Zr}(\text{Fe}, \text{Cr})_2$  dans le Zy-4, le vanadium remplaçant en partie le chrome dans le cas de l'alliage M4. Le procédé de mise en forme des tubes conduit à une texture cristallographique très marquée qui confère à la gaine des propriétés mécaniques fortement anisotropes.

Les alliages de zirconium (non irradiés) se déforment principalement par glissement de dislocations  $\langle a \rangle$  dans les plans prismatiques. Lorsqu'elles ont un caractère vis, les forces de Peierls sont importantes, témoignant d'un étalement du cœur hors du plan prismatique. En revanche, les portions coin présentent une forte mobilité, permettant ainsi le franchissement des vallées de Peierls par un mécanisme de double décrochement. Le mécanisme de franchissement des vallées de Peierls, thermiquement activé, est celui qui pilote la cinétique de déformation plastique des alliages de Zr. Ces dislocations interagissent avec l'oxygène en solution solide, donnant lieu à un phénomène de vieillissement dynamique aux alentours de  $350^\circ\text{C}$ . Le glissement  $\pi_1 \langle a \rangle$  est fréquemment observé dans les alliages de Zr, comme mode de déviation du système  $P \langle a \rangle$  mais également en tant que glissement simple. Cependant, ce dernier apparaît surtout à plus haute température ainsi qu'à plus forte déformation plastique. Le glissement  $B \langle a \rangle$  est aussi occasionnellement observé. Le glissement  $\pi_1 \langle c + a \rangle$  est le seul système observé permettant d'accommoder la déformation suivant l'axe  $\langle c \rangle$ , ce qui en fait un mode de déformation particulier. Cependant, celui-ci n'apparaît qu'à forte déformation et pour certaines sollicitations spécifiques, témoignage d'une cission critique élevée. L'activation relative des différents systèmes permet de proposer la hiérarchie suivante pour leurs cissions critiques :

$$\tau_{P \langle a \rangle} < \tau_{\pi_1 \langle a \rangle} < \tau_{B \langle a \rangle} < \tau_{\pi_1 \langle c + a \rangle}$$

On peut retenir de l'analyse de Geyer (1999) plusieurs éléments originaux caractéristiques du comportement mécanique à  $350^\circ\text{C}$  :

- A  $350^\circ\text{C}$  les alliages de Zr présentent une faible résistance à l'écoulement plastique ( $\Sigma_{0,2\%}$  faible), attribuée à la faible cission critique du système prismatique.
- A  $350^\circ\text{C}$ , on constate que la sensibilité à la vitesse est très faible, phénomène associé à un mécanisme de vieillissement dynamique dû à l'interaction des dislocations vis  $P \langle a \rangle$  avec l'oxygène.

La contrainte d'écoulement des alliages de Zr peut se diviser en trois composantes différentes :

- Une composante isotrope visqueuse,  $\Sigma_v$ , qui est essentiellement liée au franchissement

thermiquement activé des vallées de Peierl par les dislocations  $P < a >$ . Celle-ci augmente rapidement en début d'écoulement, puis n'évolue plus avec la déformation.

- Une composante isotrope athermique,  $\Sigma_\mu$ , associée à l'écrouissage dû aux dislocations de la forêt. Cette composante n'évolue quasiment pas avec la déformation plastique.
- Une contrainte interne,  $X$ , associée aux contraintes générées par les incompatibilités de déformation entre grains d'orientations différentes. Celle-ci augmente fortement tout au long de la déformation. L'écrouissage est essentiellement porté par l'augmentation de cette contrainte interne.
- En relaxation, à  $350^\circ\text{C}$ , en plus de la relaxation classique de la composante visqueuse ( $\Sigma_v$ ) de la contrainte d'écoulement, une partie de la contrainte interne ( $X$ ) est également relaxée.

Afin de disposer d'approches de plus en plus prédictives pour la modélisation du comportement mécanique des alliages de Zr, Geyer (1999) et Brenner (2001) ont développé et appliqué des méthodes d'homogénéisation du comportement des matériaux hétérogènes aux alliages de Zr non irradiés. Ces méthodes prennent en compte de façon explicite la nature polycristalline du matériau par l'intermédiaire de la texture ainsi que des systèmes de glissement des grains cristallins. Brenner (2001) s'est attaché à traiter de façon rigoureuse l'étape d'homogénéisation, en se limitant à des sollicitations de fluage thermique. Geyer (1999) a choisi une approche pragmatique, approchée, pour l'étape de changement d'échelle, lui permettant de simuler des sollicitations complexes et d'introduire des lois intra-granulaires basés sur la théorie des dislocations. C'est cette dernière démarche que nous allons appliquer au cas des alliages de zirconium irradiés.

## 1.2 Les effets de l'irradiation dans les alliages de zirconium

### 1.2.1 L'irradiation

#### 1.2.1.1 A l'origine de l'irradiation neutronique : le réacteur nucléaire

Au sein du combustible nucléaire des Réacteurs à Eau Pressurisée (REP) ont lieu des réactions de fission des noyaux de certains isotopes instables d'uranium et de plutonium contenus dans la pastille combustible. Après la capture d'un neutron thermique ( $E = 0.025$  eV), le noyau ( $^{235}\text{U}$ ,  $^{233}\text{U}$ ,  $^{239}\text{Pu}$  ou  $^{241}\text{Pu}$ ) se fractionne en deux noyaux plus légers (par exemple :  $^{235}\text{U} + n \rightarrow ^{91}\text{Kr} + ^{142}\text{Ba} + 3n$ ) en émettant deux ou trois neutrons rapides ( $E > 1$  MeV) (Fig. 1.18). Ces neutrons traversent la gaine en alliage de zirconium, sont ralentis dans l'eau du réacteur, traversent de nouveau une autre gaine pour être capturés par d'autres noyaux instables du combustible, noyaux qui fissionnent à leur tour, entretenant ainsi la réaction en chaîne (Fig. 1.19).

Les neutrons émis par un réacteur nucléaire peuvent être entièrement caractérisés par la donnée du flux de neutrons d'énergie donnée, à un endroit donné et à un instant donné  $\phi(\mathbf{r}, t, E)$ . Cependant, cette quantité globale est rarement connue avec précision, le spectre énergétique neutronique n'étant pas systématiquement mesuré. On se contente donc en général de grandeurs intégrées par rapport à l'énergie, comme le flux total de neutrons  $\phi$  (en  $\text{n.m}^{-2}.\text{s}^{-1}$ ) qui comptabilise le nombre de particules traversant le matériau par unité de surface et de temps. On suppose, en général, ce flux constant pour la durée de l'irradiation ou bien on détermine une moyenne du flux reçu et on prend en compte la position du crayon dans le réacteur pour le calcul du flux local traversant le crayon. L'autre grandeur intégrée est la fluence  $\phi_t$  (en  $\text{n/m}^2$ ) qui correspond au flux intégré sur la durée de l'irradiation. En général, lorsque l'on traite de l'irradiation des matériaux dans les réacteurs nucléaires, on ne considère que le flux de neutrons rapides qui possèdent une énergie supérieure à une énergie de référence, 1 MeV pour les REP.

Le réacteur nucléaire fonctionne par cycle. Un cycle de fonctionnement d'un REP correspond à environ un an d'exploitation, durée que l'exploitant cherche à allonger grâce à l'utilisation de nouveaux alliages de zirconium. A l'issue de ce cycle, un tiers du combustible est renouvelé et les combustibles restant sont déplacés au sein du réacteur. Un cycle en REP ( $\phi = 8 \times 10^{17}$   $\text{n.m}^{-2}.\text{s}^{-1}$  ( $E > 1$  MeV)), correspond à une fluence d'environ  $\phi_t = 22 \times 10^{24}$   $\text{n/m}^2$  ( $E > 1$  MeV).

#### 1.2.1.2 Irradiation des métaux : interaction neutrons rapides - matière

Le neutron étant une particule neutre, il n'interagit avec les atomes que par le biais de l'interaction nucléaire forte. Cette interaction peut donner lieu à la capture du neutron par le noyau, à des réactions nucléaires ou bien à des collisions élastiques au cours desquelles une partie de l'énergie cinétique du neutron incident est transférée à l'atome du métal, l'énergie cinétique du système restant conservée. Dans le cas des alliages de zirconium la création de nouvelles espèces chimiques par interaction nucléaire inélastique est en général très faible, l'évolution de la microstructure du métal est donc essentiellement le fait des collisions élastiques. Nous

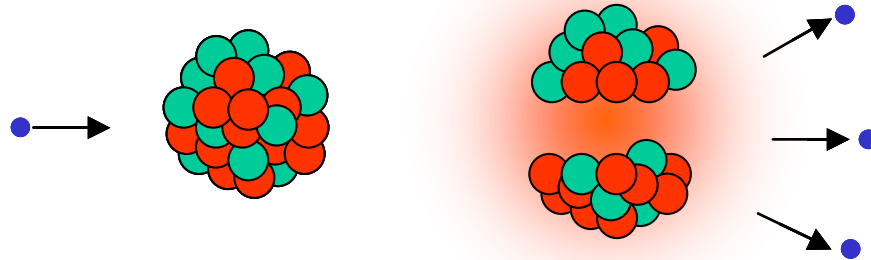


FIG. 1.18 – Réaction de fission nucléaire (par exemple :  $^{235}\text{U} + \text{n} \rightarrow ^{91}\text{Kr} + ^{142}\text{Ba} + 3\text{n}$ ).

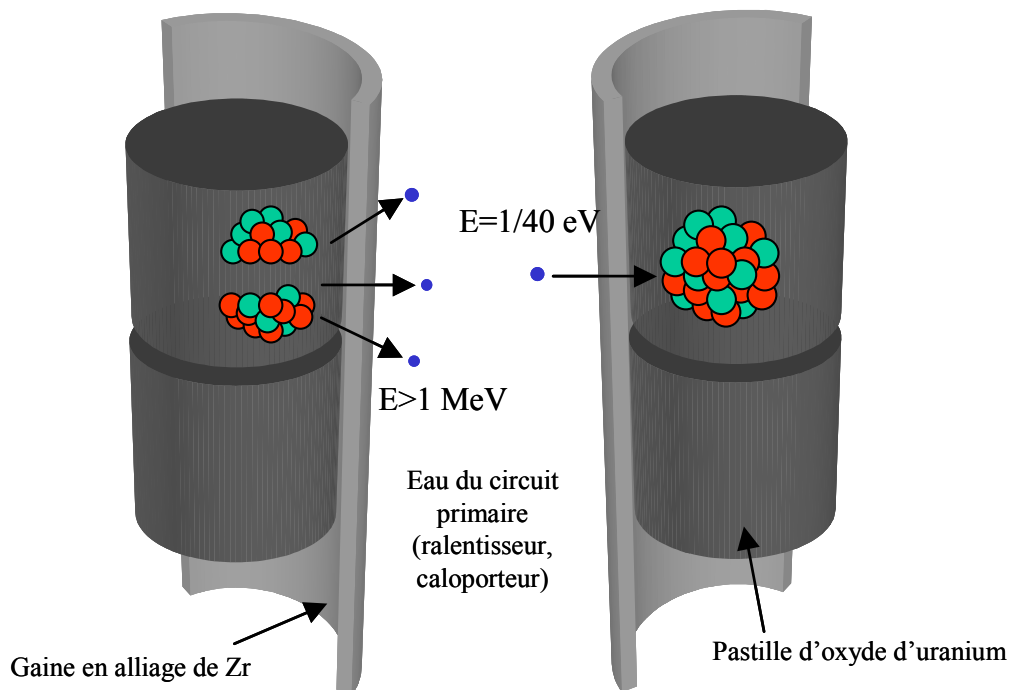


FIG. 1.19 – Principe du fonctionnement du cœur du réacteur.



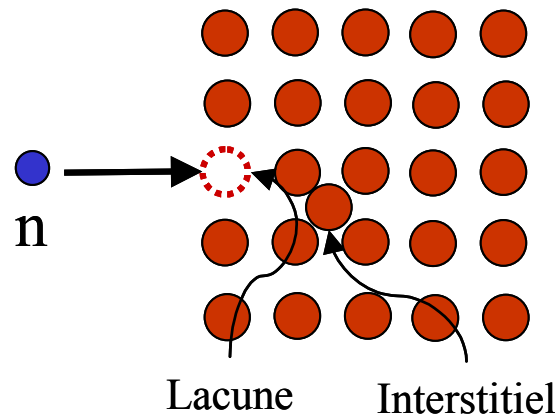


FIG. 1.20 – Création d'une paire lacune-interstitiel par collision élastique d'un neutron rapide avec un atome du cristal.

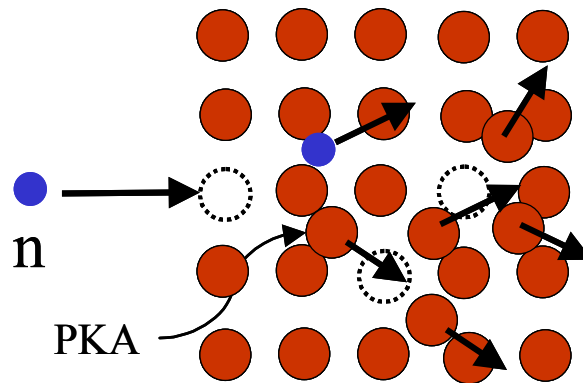


FIG. 1.21 – Collision élastique d'un neutron rapide avec un atome du cristal donnant lieu à une cascade de déplacements.

n'évoquerons donc plus par la suite les collisions inélastiques (Balanzat, 1993).

Lors d'une collision élastique entre un neutron et un atome du cristal, ce dernier peut être éjecté de son site sur plusieurs nanomètres si l'énergie cinétique du projectile est supérieure à une énergie seuil ou énergie de déplacement ( $E_d$ ), créant ainsi une paire lacune - interstitiel dite paire de Frenkel (Fig. 1.20). Une certaine énergie est alors transférée à ce premier atome frappé (Primary Knock on Atom, PKA). Si celle-ci est supérieure à l'énergie seuil  $E_d$ , il pourra à son tour déplacer un autre atome de son site cristallin. Lorsque l'énergie du PKA est suffisante pour que ces collisions aient lieu pour un grand nombre d'atomes, il se produit ce qu'on appelle une cascade de déplacements d'atomes (Fig. 1.21) (Balanzat, 1993).

Lors d'une irradiation aux neutrons des alliages de zirconium, plusieurs centaines d'atomes sont susceptibles d'être déplacés dans chaque cascade, mais à l'intérieur des cascades une grande proportion des lacunes et des interstitiels se recombinent après quelques dizaines de picosecondes. Il ne subsiste donc dans le matériau que quelques petits amas du type bi ou tri-lacunes et quelques dizaines de défauts ponctuels libres de diffuser et s'agglomérer pour former des amas.

### 1.2.1.3 Endommagement du matériau

L'endommagement du matériau lors d'une irradiation est en général caractérisé par le nombre moyen de **déplacements par atome (dpa)**. Pour un cycle de fonctionnement en REP ( $\phi = 8 \times 10^{17} \text{ n.m}^{-2}.\text{s}^{-1}$ ), ce qui constitue environ un an d'irradiation, la fluence est de l'ordre de  $\phi_t = 2 \times 10^{25} \text{ n/m}^2$  et l'endommagement est de l'ordre de 4 dpa. C'est-à-dire qu'en moyenne, durant un cycle de fonctionnement, chaque atome a changé quatre fois de site cristallographique. Pour une irradiation dans le réacteur expérimental OSIRIS (CEA-Saclay) le flux est de l'ordre de  $\phi = 2 \times 10^{18} \text{ n.m}^{-2}.\text{s}^{-1}$ . Pour une fluence de l'ordre de  $\phi_t = 6 \times 10^{24} \text{ n.m}^{-2}$ , ce qui correspond à environ un mois d'irradiation, l'endommagement est de l'ordre de 1 dpa.

### 1.2.1.4 Evolution de la microstructure sous irradiation

Les déplacements d'atomes dus à l'irradiation peuvent avoir différentes conséquences sur la microstructure du matériau. Les précipités peuvent être amorphisés et/ou partiellement dissous par l'irradiation. Il peut aussi apparaître, à l'inverse, une précipitation forcée sous irradiation (Lemaignan, 1994). Cependant, nous ne détaillerons pas ces aspects dans la suite de ce chapitre car nous considérons qu'ils n'ont qu'un effet du second ordre sur les propriétés mécaniques des alliages de zirconium. En revanche, la création sous irradiation d'une très grande densité d'amas de défauts ponctuels constitue une modification majeure de la microstructure qui induit des changements importants sur le comportement mécanique du matériau.

En effet, lors de l'irradiation, un très grand nombre de défauts ponctuels sont créés, et le matériau se trouve alors dans un état de sursaturation en lacunes et en interstitiels. Ces défauts ponctuels, sous l'action de l'agitation thermique, diffusent dans le matériau, se recombinent ou bien s'agglomèrent en formant des amas (Barbu, 1993).

Dans les alliages de zirconium, les amas de défauts ponctuels sont essentiellement des amas plans de lacunes ou d'interstitiels, se présentant sous la forme de disques (Fig. 1.22). Compte tenu de l'élasticité du réseau cristallin un disque de lacunes, par exemple, est identique à une boucle (prismatique) de dislocation de vecteur de Burgers perpendiculaire au plan de la boucle dans le cas d'un réseau cubique simple comme illustré sur les figures 1.23 et 1.24. Par définition une boucle prismatique (Friedel, 1964) est une boucle de dislocation dont le vecteur de Burgers n'est pas contenu dans le plan de la boucle. Dans le cas où le vecteur de Burgers est parfaitement perpendiculaire au plan de la boucle, la boucle est purement coin.

Sous irradiation, ces boucles échangent des défauts ponctuels avec la matrice, conduisant ainsi soit à leur croissance, soit à leur disparition (Fig. 1.25). Au cours de l'irradiation, suivant les conditions de température et de flux, la distribution de population de boucles évolue avec la dose d'irradiation reçue par le matériau.

## 1.2.2 Microstructure des alliages de Zr après irradiation aux neutrons

Il existe plusieurs synthèses exhaustives des effets de l'irradiation dans les alliages de zirconium. On pourra en particulier se référer aux revues de Northwood (1977 et 1979), Lemaignan

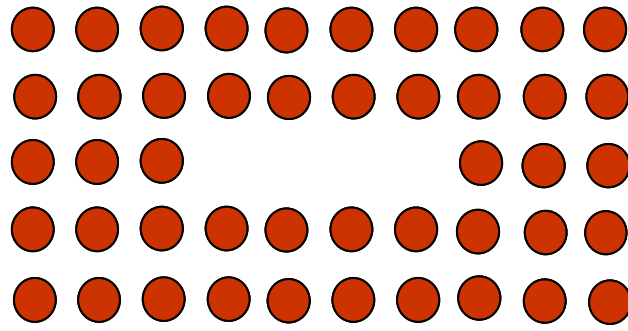


FIG. 1.22 – Amas plan de lacunes.

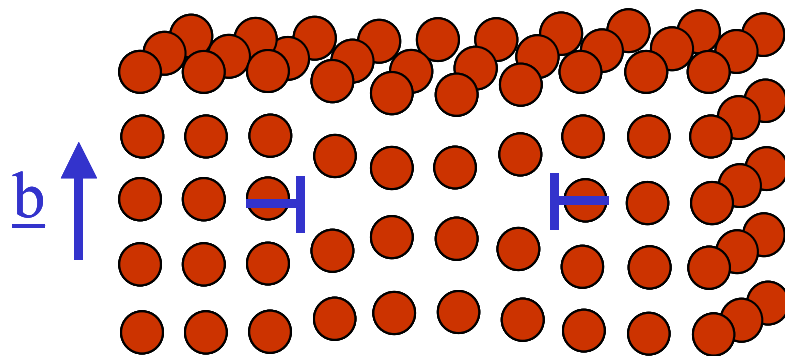


FIG. 1.23 – Formation d'une boucle de dislocation lacunaire.

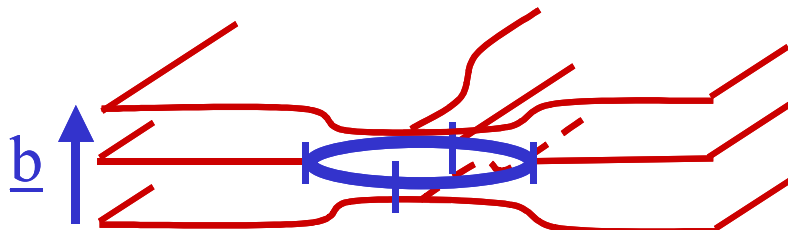


FIG. 1.24 – Boucle de dislocation lacunaire.

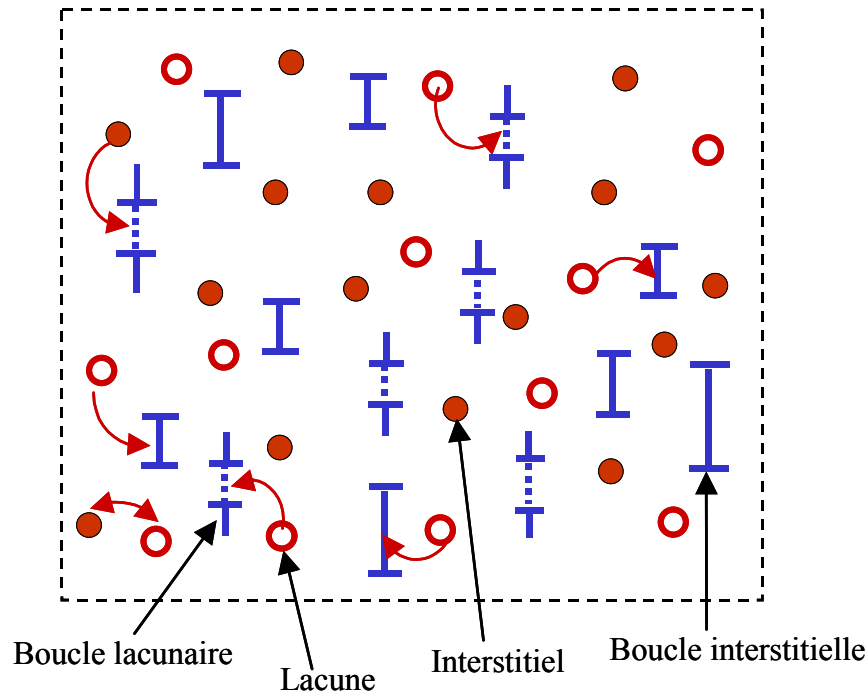


FIG. 1.25 – Evolution des populations de boucles lacunaires et interstitielles dans une matrice sursaturée en défauts ponctuels.

(1994) et Adamson (2000). De façon générale, dans les alliages de zirconium, les amas de défauts ponctuels créés par l'irradiation sont essentiellement de deux types :

- les boucles  $\langle a \rangle$  qui apparaissent dès les premiers stades de l'irradiation
- les boucles  $\langle c \rangle$  qui n'apparaissent qu'à forte fluence.

Les cavités ne sont observées dans les alliages de zirconium que dans quelques cas très rares (Jostsons, 1977).

### 1.2.2.1 Les boucles $\langle a \rangle$

Dans le cas des alliages de zirconium, il est maintenant admis, (après un consensus établi en 1979 au cours d'un "Round Robin" (Northwood, 1979) entre de nombreux laboratoires) que les défauts d'irradiation que l'on peut observer en MET (de taille supérieure à 2 nm) sur des alliages de zirconium (Zr et Zr-2 recristallisés) irradiés ( $\phi_t \leq 5 \times 10^{25}$  n/m<sup>2</sup>), sont essentiellement des boucles lacunaires ou interstitielles de vecteur de Burgers  $\langle a \rangle = 1/3 \langle 11\bar{2}0 \rangle$ . Puisque le vecteur de Burgers de ces boucles correspond à un vecteur du réseau cristallin, celles-ci sont parfaites. Elles peuvent donc glisser sur leur cylindre, défini par leur ligne et leur vecteur de Burgers, ce qui, on le verra par la suite, a des conséquences importantes sur les mécanismes d'interaction dislocation-boucle d'irradiation. Le caractère interstitiel ou lacunaire de ces boucles varie légèrement en fonction de la température d'irradiation, mais les deux types de boucles coexistent néanmoins. Comme le note Lemaignan (1994) et Régnard (2002), cette coexistence est inhabituelle et n'a pas été pour l'heure complètement élucidée. Ces boucles sont situées dans les plans prismatiques. Cependant, l'étude des plans d'habitat, effectuée lors du

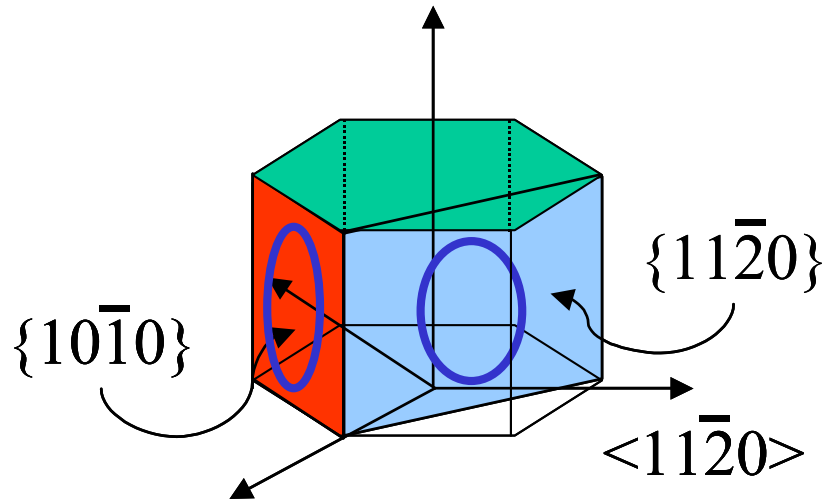


FIG. 1.26 – Plans d'habitat des boucles  $\langle a \rangle$ .

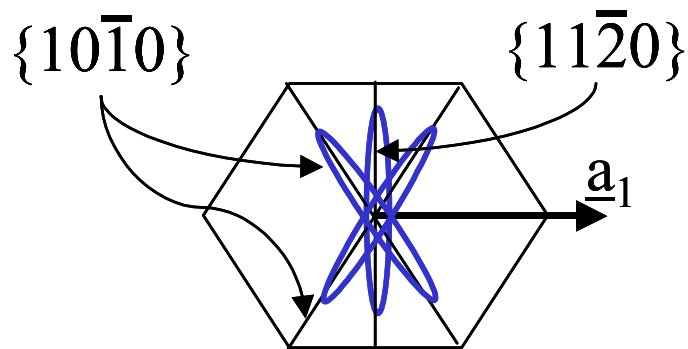


FIG. 1.27 – Plans d'habitat des boucles de vecteur de Burgers  $\underline{a}_1$ .

Round Robin, a mis en évidence que ces boucles ne sont pas rigoureusement dans des plans cristallins, mais se distribuent entre les plans  $\{10\bar{1}0\}$  et  $\{11\bar{2}0\}$ , avec une proportion légèrement plus forte de plans d'habitat proches des plans  $\{10\bar{1}0\}$  (Fig. 1.26 et 1.27). Les normales aux plans d'habitat sont représentées dans le triangle standard sur la figure 1.28. Northwood note aussi que les trois types de vecteurs de Burgers  $\langle a \rangle$  ( $\underline{b} = 1/3 \langle 11\bar{2}0 \rangle$ ) sont présents en proportion égale. Puisque les boucles ne sont pas rigoureusement contenues dans les plans  $\{11\bar{2}0\}$  de normale  $\langle a \rangle$ , ces boucles ne sont pas purement coins. Carpenter (1981) explique le caractère non purement coin des boucles par le résultat d'un équilibre entre une diminution de l'énergie lorsque le caractère vis de la boucle augmente et l'augmentation de l'énergie de ligne lorsque la longueur de la boucle augmente en conséquence.

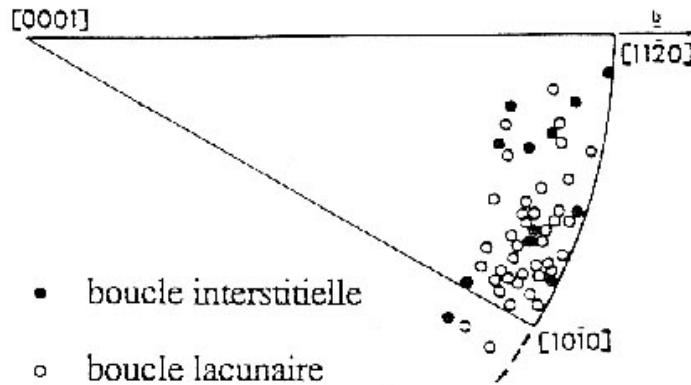


FIG. 1.28 – Distribution de la normale des plans d'habitat des boucles  $\langle a \rangle$  dans la maille hexagonale (Jostsons, 1977).

Ces boucles apparaissent massivement, d'après Northwood (1977), dès une fluence de  $2 \times 10^{23}$  n/m<sup>2</sup> ( $E > 1$  MeV) sous la forme de "black dots" qui sont des petites boucles  $\langle a \rangle$  de diamètre compris entre 2 et 10 nm. Leur densité ( $N$ ) et leur taille ( $d$ ) augmentent avec la fluence, jusqu'à saturer au-delà d'une fluence de  $1 \text{ à } 5 \times 10^{24}$  n/m<sup>2</sup> à des valeurs de l'ordre de  $N = 2 \text{ à } 5 \times 10^{22}$  m<sup>-3</sup> et  $d = 5$  et 10 nm pour les conditions d'irradiation REP ou bien CANDU (Fig. 1.29). Griffiths (1996) a étudié par diffraction des rayons X, l'évolution des largeurs de raies en avec la fluence, largeur de raie qui peut directement être corrélée à la densité de défauts dans les plans correspondants. Il note que la largeur de raie augmente très rapidement jusqu'à une fluence inférieure à  $10^{25}$  n/m<sup>2</sup> puis sature au delà de cette fluence. Ces résultats sont reproduits sur la figure 1.30.

Les conditions de flux et de température ont une influence importante sur la densité ( $N$ ) et la taille ( $d$ ) de ces boucles. De façon générale, les auteurs (Northwood, 1979), (Jostsons, 1977), (Griffiths, 1988) notent qu'une augmentation de la température d'irradiation a pour effet d'augmenter la taille des boucles et de diminuer leur densité alors qu'une augmentation du flux a pour effet d'augmenter leur densité et de diminuer leur taille. Suivant certains auteurs, les boucles  $\langle a \rangle$  semblent s'aligner ou bien se regrouper en rangées parallèles au plan de base. Griffiths (1983) interprète ce phénomène comme étant la conséquence d'une nucléation préférentielle des boucles  $\langle a \rangle$  alignées les unes par rapport aux autres de façon à minimiser leur énergie d'interaction. Plusieurs auteurs ont observé un contraste alterné parallèle aux plans de base dénomé contraste en velours côtelé ("corduroy"). Kelly (1976) a interprété ce contraste comme le résultat de la relaxation de la lame mince sous l'effet du champ de contraintes induit par l'alignement alterné de boucles lacunaires et de boucles interstitielles.

Enfin il est important de remarquer, vis-à-vis de notre étude, qu'un recuit induit en général une réduction de la densité de défauts et une augmentation de la taille des boucles. Par exemple, Northwood (1977) indique qu'un recuit d'une heure à 500°C fait disparaître la plupart

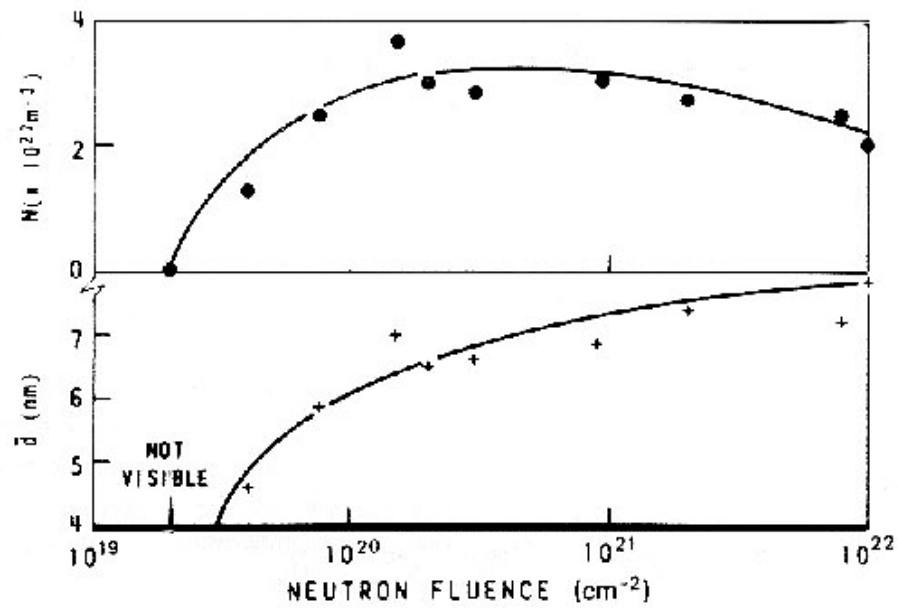


FIG. 1.29 – Evolution de la densité  $N$  et de la taille  $d$  de boucles  $\langle a \rangle$  pour des conditions d'irradiation de type CANDU (Northwood, 1977).

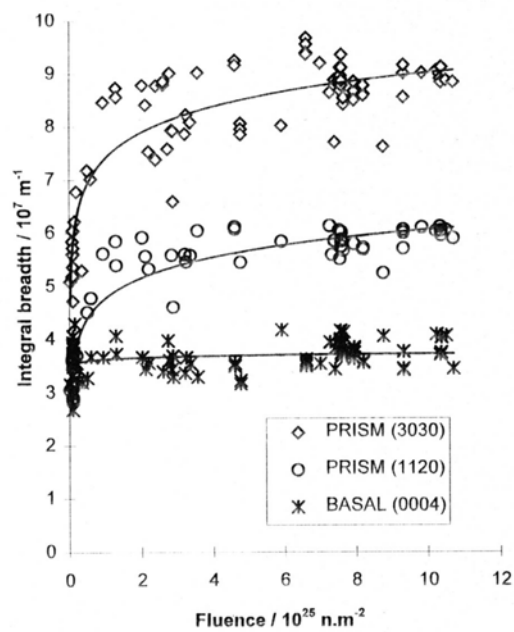


FIG. 1.30 – Evolution de la largeur intégrale en fonction de la fluence pour des tubes en alliage de Zr-2.5%Nb à une température d'irradiation de l'ordre de 250°C à 300°C (CANDU) (Griffiths, 1996).

des boucles de dislocation et laisse seulement de grandes boucles  $\langle a \rangle$  de 30 nm de diamètre. De façon plus générale, on peut noter que la microstructure figée après irradiation étant une microstructure hors d'équilibre, tout recuit réalisé à une température supérieure à la température d'irradiation restaure en partie celle-ci, le recuit étant d'autant plus efficace que l'écart à la température d'irradiation est élevé.

Dans le cadre de notre étude, les irradiations ont toutes été réalisées à une température comprise entre 320°C et 350°C. Afin de se rapprocher des conditions d'exploitation, et sans pour autant recuire la microstructure au cours de l'essai mécanique, ce qui rendrait l'interprétation très complexe, nous avons choisi de ne considérer que des essais mécaniques effectués à une température de 350°C. Les essais réalisés à une température supérieure ne sont donc pas pris en compte.

### 1.2.2.2 Les boucles $\langle c \rangle$

A des doses supérieures à  $3 \times 10^{25}$  n/m<sup>2</sup> on peut observer de grandes boucles lacunaires situées dans les plans de base, de vecteur de Burgers  $\underline{b} = 1/6 \langle 20\bar{2}3 \rangle$  et de diamètre de l'ordre de 100 nm à 300°C (Lemaignan, 1994). Ces boucles correspondent à l'absence d'un disque d'atomes dans le plan de base, elles introduisent donc une faute d'empilement du type ABABBAB. Leur densité ( $N = 3 \times 10^{20}$  m<sup>-3</sup>) est nettement moindre que celle des boucles  $\langle a \rangle$ . Leur germination est associée à la mise en solution du fer présent dans les précipités Zr(Cr,Fe)<sub>2</sub> (De Carlan, 1996), (Simonot, 1999), (Northwood, 1977). L'effet de ces défauts sur les propriétés mécaniques ne semble pas très important, compte tenu de leur faible densité. En effet, la contrainte d'écoulement à 0.2% de déformation plastique, évolue de la même façon que la densité de boucles  $\langle a \rangle$ , mais ne semble pas augmenter de nouveau lors de l'apparition des boucles  $\langle c \rangle$ . On considérera là encore que ces boucles ont un effet du second ordre sur les propriétés mécaniques.

### 1.2.3 Effets de l'irradiation sur les propriétés mécaniques

De façon générale, l'irradiation a principalement pour effet de durcir les matériaux ainsi que de diminuer leur allongement réparti ou leur ductilité apparente. Ces deux effets sont illustrés dans le cas des alliages de Zr par les courbes contrainte - déformation (Fig. 1.31) obtenues lors d'essais de pression interne ( $\Sigma_{\theta\theta}, \Sigma_{zz} = \Sigma_{\theta\theta}/2, \Sigma_{rr} \simeq 0$ ) à 350°C pour du M5-0 non irradié et irradié ( $12 \times 10^{25}$  n/m<sup>2</sup>).

De façon générale, il existe, pour les alliages de zirconium, un grand nombre de données expérimentales (Higgy, 1972), (Rieger, 1974), (Baroch, 1975), (Pettersson, 1979), (Yasuda, 1987), (Morize, 1987) concernant l'évolution de la contrainte d'écoulement à 0.2% de déformation plastique ( $\Sigma_{0.2\%}$ ) ainsi que l'évolution de l'allongement réparti ( $A_r$ ) avec la dose d'irradiation. L'ensemble des auteurs note généralement une évolution très rapide du durcissement d'irradiation ainsi que sa saturation pour des doses assez faibles ( $5 \times 10^{24}$  n/m<sup>2</sup> d'après Morize (1987)). Ce durcissement rapide est à rapprocher de l'évolution de la densité de boucles  $\langle a \rangle$  discuté précédemment. L'ensemble des résultats de Higgy (1972) et Yasuda (1987) sont reportés



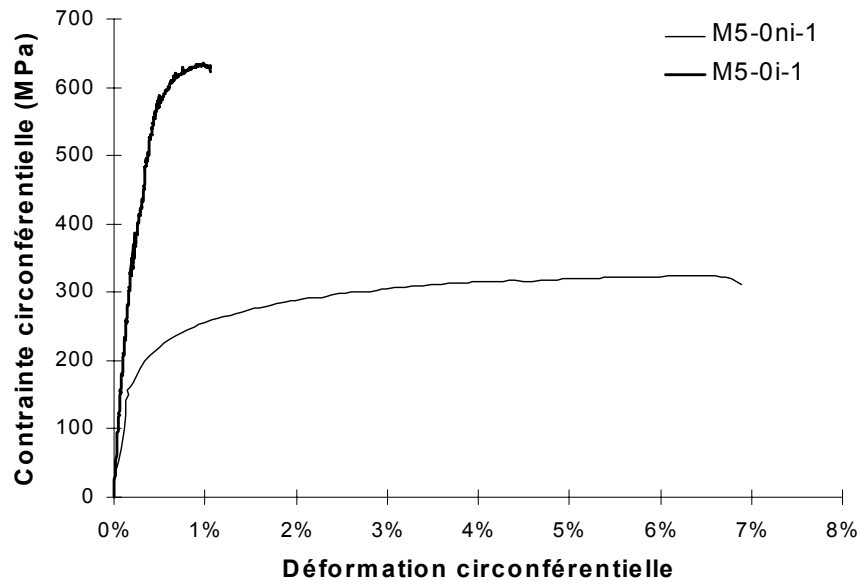


FIG. 1.31 – Essais de pression interne à  $350^{\circ}\text{C}$  pour du Zy-4 recristallisé non irradié et irradié ( $8 \times 10^{24} \text{ n/m}^2$ ).

respectivement sur les graphiques 1.32 et 1.33. Howe (1960) met également en évidence qu'un recuit à une température supérieure à la température d'irradiation a pour effet de diminuer la contrainte d'écoulement à 0.2% de déformation plastique du matériau irradié jusqu'à une valeur proche de celle du matériau non irradié (Fig. 1.34).

Quelques auteurs (Yasuda, 1987), (Cheadle, 1974), notent de légères évolutions du taux d'érouissage ou bien du coefficient de sensibilité à la vitesse. Cependant, il n'apparaît pas de consensus global sur l'effet de l'irradiation sur ces aspects du comportement des alliages de zirconium irradiés. La modification de l'anisotropie de comportement mécanique par l'irradiation n'a aussi été confirmée qu'indirectement par des mesures de dureté Knoop (Nakatsuka, 1987) ou bien en comparant des résultats obtenus en contraintes planes et déformations planes (Rieger, 1974), (Tomalin, 1977).

Les auteurs (Higgy, 1972), (Baroch, 1975), (Yasuda, 1987), (Pettersson, 1979), (Morize, 1987), (Garde, 1989), (Rieger, 1974), (Lee, 1977), (Onchi, 1980a) notent aussi une décroissance très rapide de l'allongement réparti avec la dose d'irradiation. A  $350^{\circ}\text{C}$ , pour les alliages de zirconium recristallisés, celui-ci est de l'ordre de 10% avant irradiation et inférieur à 1% après irradiation. Les résultats de Higgy (1972) et Rieger (1974) sont reportés respectivement sur les figures 1.35 et 1.36.

Plusieurs auteurs (Williams, 1974), (Adamson, 1986), (Fregonese, 2000), (Régnard, 2002) ont mis en évidence que cette perte de ductilité "apparente", ou macroscopique, est liée à une localisation précoce de la déformation dans des bandes de cisaillement, le faciès de rupture restant cependant ductile à cupules. Le matériau ne devient donc pas fragile au sens strict, mais localise toute la déformation dans une zone réduite de l'éprouvette, ce qui induit, à l'échelle de l'éprouvette, un très faible allongement réparti. Une photographie d'une éprouvette de traction

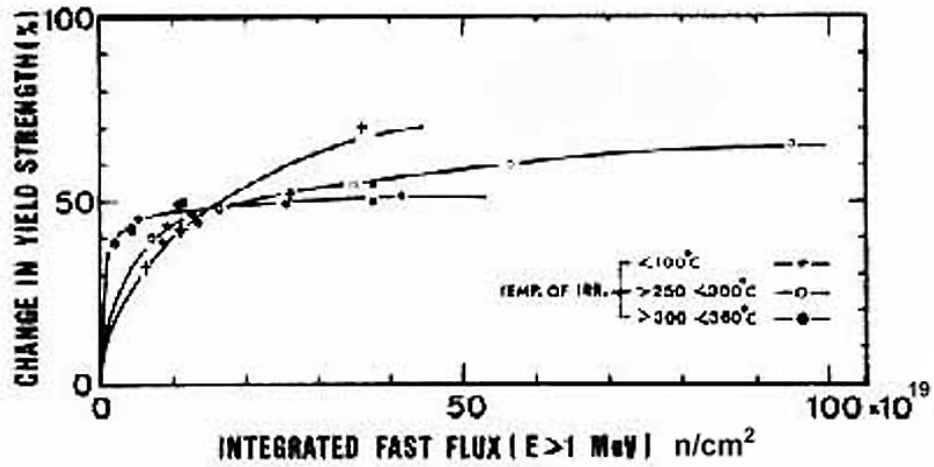
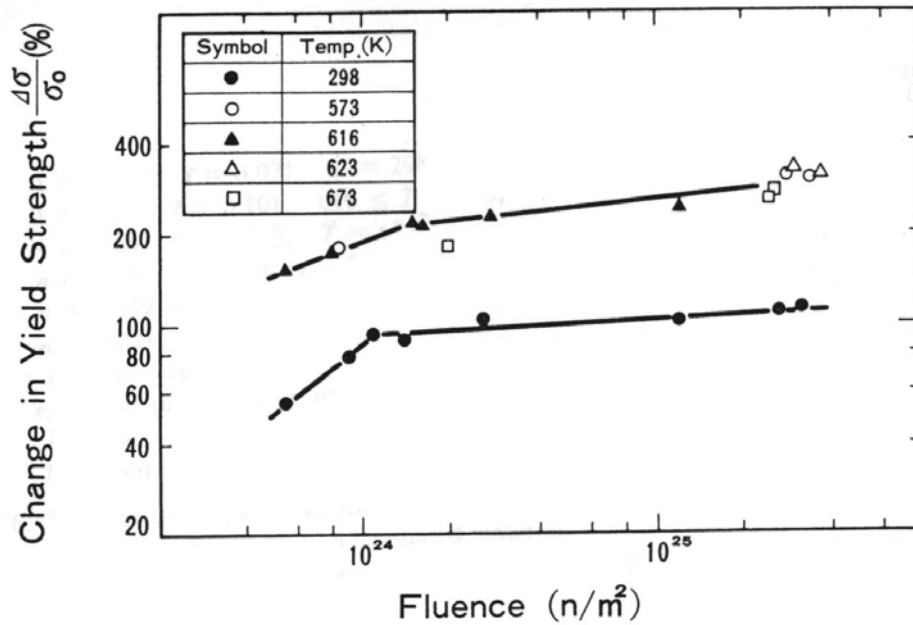
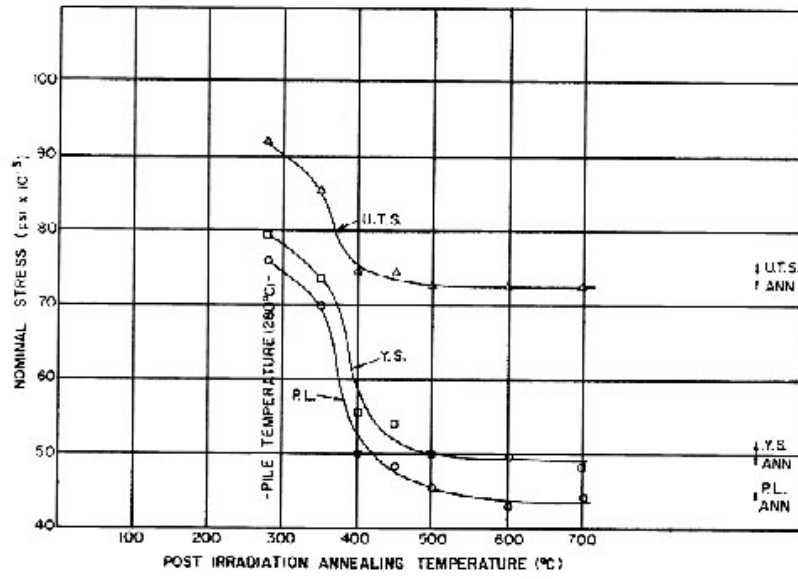


FIG. 1.32 – Durcissement d'irradiation à température ambiante, pour différentes température d'irradiation en fonction de la dose (d'après Higgy (1972)).



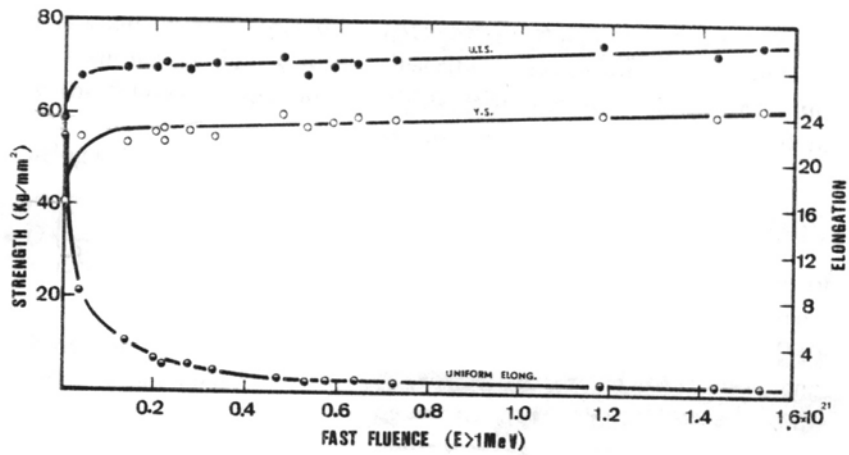
Fluence dependence of yield strength.

FIG. 1.33 – Evolution de la limite d'élasticité avec la fluence, pour différentes températures d'essai (d'après Yasuda (1987)).



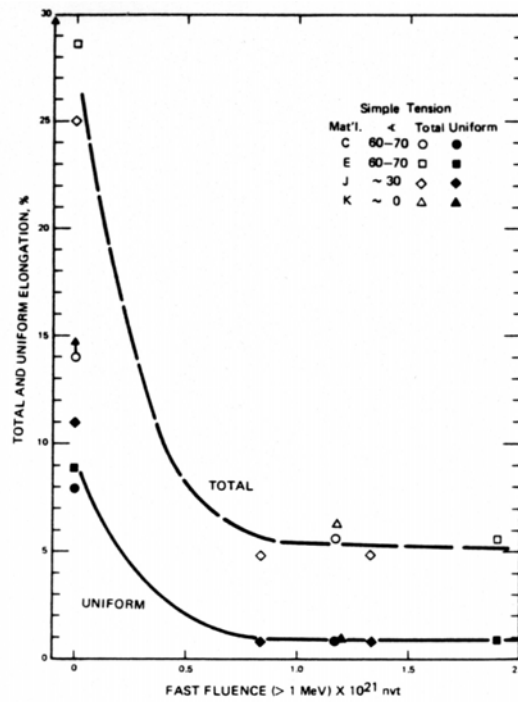
Recovery curves for irradiated annealed Zircaloy-2.

FIG. 1.34 – Evolution de la contrainte d'écoulement à température ambiante du Zy-2 en fonction de la température de recuit, pour une température d'irradiation de 300°C (Howe, 1960).



The effect of fast fluence on the tensile properties of zircaloy-4 at elevated temperature irradiation.

FIG. 1.35 – Evolution de la limite d'élasticité et de l'allongement réparti avec la fluence mesuré à température ambiante, pour une température d'irradiation de 335°C (d'après Higgy (1972)).



Total and uniform elongation as function of fast fluence of Zircaloy-2 with various textures. All tests were made at 250°C at the strain rate of 0.05/min.

FIG. 1.36 – Evolution de l'allongement réparti avec la fluence mesuré à 250°C (d'après Rieger (1974)).

sens travers à 350°C, présentant deux bandes de cisaillement particulièrement marquées, est reproduite sur la figure 1.37. Un faciès de rupture ductile obtenu en MEB par Régnard (1998) du matériau irradié et déformé à 350°C est également représenté sur la figure 1.38.

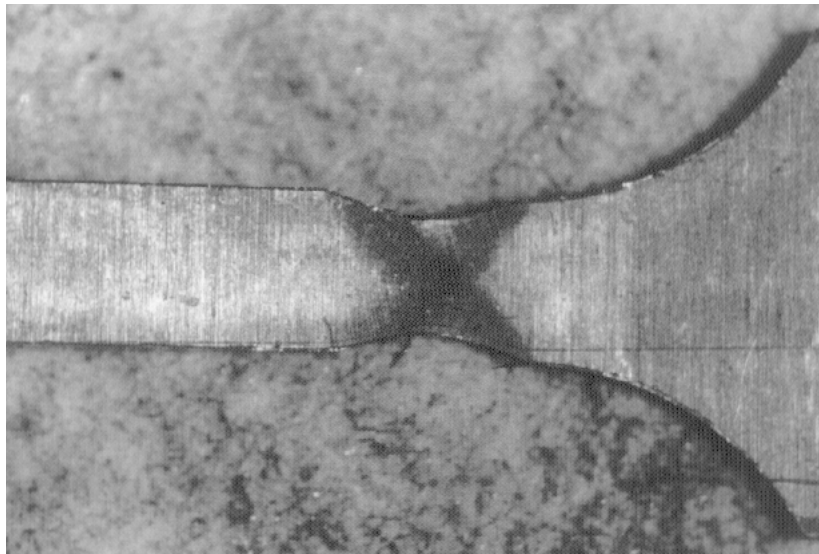


FIG. 1.37 – *Bandes de cisaillement dans une éprouvette de traction sens travers déformée à 350°C (Régnard, 1998).*

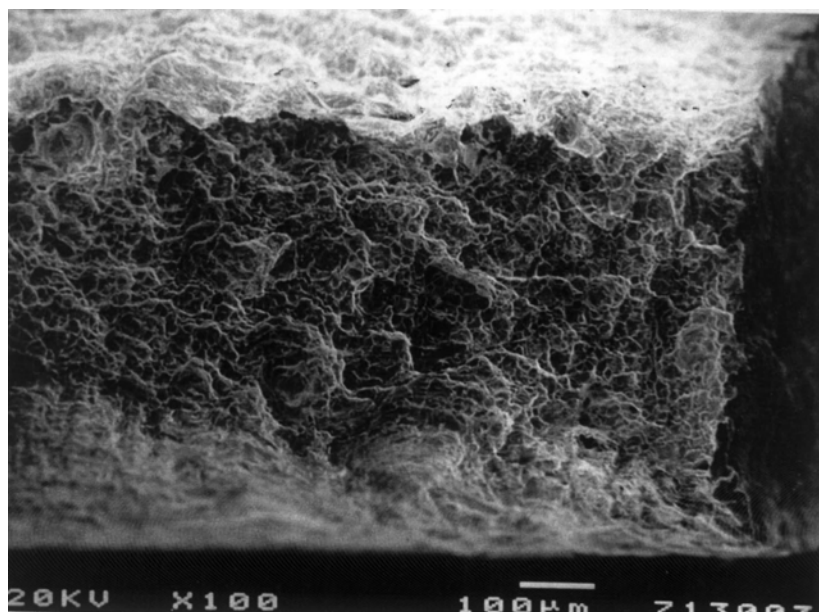


FIG. 1.38 – *Faciès de rupture ductile à cupules observé en MEB d'une éprouvette de Zy-4 recristallisé déformé à 350°C (Régnard, 1998).*

### 1.2.4 Mécanismes de déformation plastique dans les alliages de Zr irradiés

L'irradiation neutronique des métaux conduit à la création d'une très grande densité d'amas de défauts ponctuels qui perturbent fortement le réseau cristallin. Pour les alliages de zirconium comme pour un grand nombre d'autres matériaux, le durcissement observé après irradiation est attribué à la présence de cette grande densité d'amas qui, comme l'indiquent Bement (1970) et Hirsh (1976) dans leurs revues, constituent des obstacles au glissement des dislocations. Cependant, pour une contrainte appliquée suffisante, ces obstacles peuvent, par différents mécanismes, être annihilés ou balayés lors du glissement des dislocations, donnant ainsi lieu à la création de zones préférentielles pour le glissement des dislocations suivantes, conduisant à la localisation de la déformation plastique à l'échelle du grain. Ce mécanisme de canalisation des dislocations a été observé pour un grand nombre de matériaux (Wechsler, 1973), (Hirsh, 1976), (Luft, 1991) et notamment dans les alliages de zirconium (Coleman, 1972), (Pettersson, 1982), (Adamson, 1985), (Onchi, 1980a), (Fregonese, 2000), (Régnard, 2002). Nous décrirons dans un premier temps le mécanisme qui conduit au durcissement d'irradiation dans les matériaux, puis dans un deuxième temps nous détaillerons le mécanisme de canalisation des dislocations. Enfin les données de la littérature concernant les alliages de zirconium seront présentées et analysées de façon critique.

#### 1.2.4.1 Le mécanisme de durcissement d'irradiation

Le modèle classique de durcissement induit par l'irradiation est le modèle de durcissement par une distribution d'obstacles dans le plan de glissement des dislocations (Dispersed Barrier Hardening ou Planar Barrier Model). Ce modèle suppose que les défauts d'irradiation agissent comme des obstacles rigides aux dislocations (Fig. 1.39 et 1.40), points d'ancrage qui peuvent être franchis pour un angle de courbure critique, ou force d'obstacle, de la dislocation à la manière des dislocations de la forêt (Kelly, 1971), (Friedel, 1964). En effet, les dislocations interagissent avec les boucles d'irradiation, soit à courte distance par réaction et création de jonctions attractives, soit à longue distance, par l'intermédiaire des champs de déformation générés par ces deux types de défauts cristallins. Dans ce dernier cas, plusieurs auteurs comme Kroupa (1960), Makin (1964) ou Fleicher (1962) ont estimé la valeur de l'énergie d'interaction élastique d'une boucle de dislocation prismatique avec une dislocation rectiligne. Cependant, comme le discutent Adda *et al.* (1991), dans le cas du durcissement par interaction avec les dislocations de la forêt, c'est le mécanisme de formation de jonctions attractives qui durcit, plus que les interactions élastiques entre dislocations. En poursuivant l'analogie avec le durcissement de la forêt, on peut supposer, comme Foreman (1968), que c'est la formation de jonctions attractives entre dislocations et boucles d'irradiation, et particulièrement les boucles sessiles, qui conduit à l'essentiel du durcissement d'irradiation. Les différentes configurations de jonctions attractives possibles ont été analysées par les auteurs (Foreman, 1968) dans le cas des CFC ce qui a permis de proposer une valeur pour la force d'obstacle effective.

Suivant ce modèle de durcissement, et toujours en poursuivant l'analogie avec le franchissement des dislocations de la forêt, on peut définir la limite d'élasticité comme la cission nécessaire

pour déplacer une dislocation à travers le cristal sur une distance supérieure à plusieurs fois l'espacement moyen des défauts d'irradiation (Adda, 1991). Le calcul de cette cission critique doit donc faire intervenir deux aspects : la force exercée par les obstacles ou angle critique pour le franchissement, caractérisé par la force d'obstacle ( $\alpha_i$ ), ainsi que la distribution des défauts que la dislocation rencontre lors de son mouvement à travers le cristal.

Dans l'hypothèse d'une tension de ligne identique pour les parties vis et les parties coins ( $T \simeq \frac{1}{2}\mu b^2$  où  $\mu$  est le module de cisaillement,  $b$  le vecteur de Burgers des dislocations mobiles) on peut montrer (Kelly, 1971) que la cission critique à appliquer pour le franchissement d'un obstacle de force  $\alpha_i$  est inversement proportionnelle à la distance moyenne  $l$  entre obstacles le long de la ligne de dislocation (Fig. 1.40) :

$$\tau_c = \alpha_i \mu b \frac{1}{l}$$

En appliquant un raisonnement du même type que celui utilisé pour calculer la densité de points d'intersection entre les dislocations de la forêt et le plan de glissement d'une dislocation, on peut montrer (dans l'hypothèse d'un réseau carré d'obstacles) que la cission critique à appliquer pour franchir la distribution d'obstacles est de la forme (Fig. 1.40) :

$$\tau_c = \alpha_i \mu b \sqrt{Nd}$$

où  $N$  est la densité de boucles  $\langle a \rangle$  et  $d$  le diamètre moyen des boucles. Suivant ce modèle, la force d'obstacle est nécessairement telle que  $\alpha_i \leq 1$  (Bement, 1970), (Kelly, 1971), (Hirsh, 1976). Si l'aspect aléatoire de la distribution d'obstacles est pris en compte, Foreman (1968) a montré, par simulation numérique, que dans le cas d'obstacles forts, la force d'obstacle effective est telle que  $\alpha_i \leq 0.8$ . Plus récemment des modélisations par dynamique des dislocations ont permis de mieux préciser les lois de durcissement d'irradiation dans le cas des matériaux CFC (Khraishi, 2001), (Diaz de La Rubbia, 2000), (Sun, 2000).

Il faut noter qu'un autre mécanisme de durcissement d'irradiation, le mécanisme de blocage de sources induit par les cascades, est aussi proposé dans la littérature par Singh *et al.* (1997). Ceux-ci suggèrent que les petits amas de défauts ponctuels (invisibles en MET) créés dans les cascades puissent jouer un rôle important dans le durcissement par blocage des sources, étant donné qu'ils peuvent glisser sur de longues distances et être piégés par les champs de contraintes des dislocations, formant ainsi des nuages de défauts qui, à la manière des atmosphères de Cottrell, ancrent les dislocations.

#### 1.2.4.2 Le mécanisme de canalisation

Le modèle standard de "durcissement par barrières dispersées" considère les boucles d'irradiation comme des obstacles rigides qui sont franchis lorsque la dislocation atteint une courbure critique. Or, il est constaté expérimentalement, pour un grand nombre de matériaux (Wechsler, 1973), (Hirsh, 1976), (Luft, 1991), (Bement, 1970), que, suite à la déformation plastique, les matériaux irradiés présentent des bandes au sein desquelles les défauts d'irradiation ont été balayés. Ainsi, les boucles ne sont pas des obstacles rigides mais peuvent être annihilées ou bien

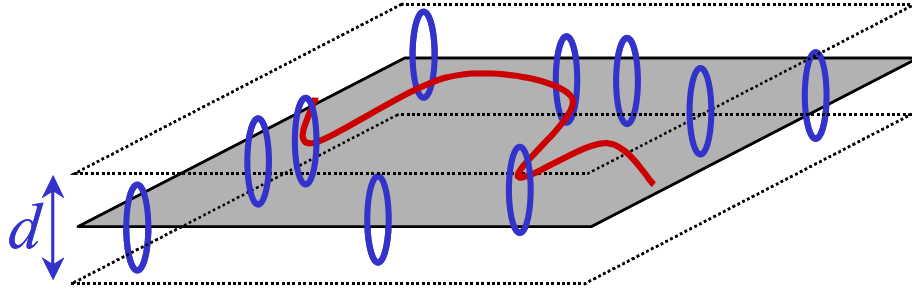


FIG. 1.39 – Ancre d'une dislocation par les boucles coupant son plan de glissement.

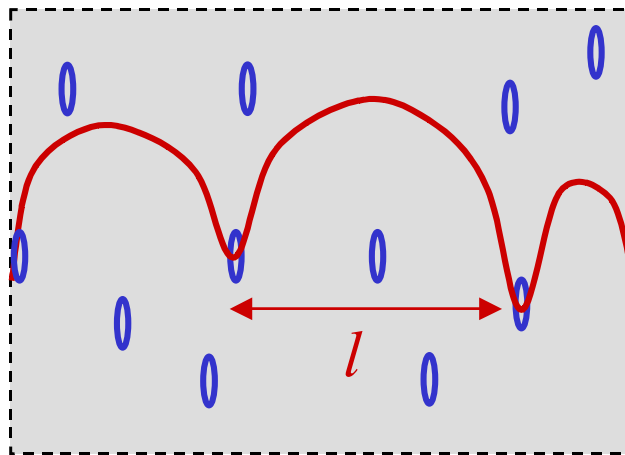
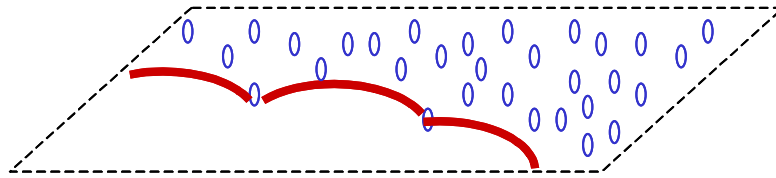


FIG. 1.40 – Dislocation ancrée par les boucles.



FIG. 1.41 – *Balayage des boucles par la première dislocation.*

trainées par les dislocations lors de leur glissement dans le cas d'une cisssion appliquée suffisante (Fig. 1.41). Wechsler (1973) et Hirsh (1976) ont synthétisé les différents mécanismes possibles d'annihilation des boucles par les dislocations en particulier dans les matériaux CFC. L'annihilation progressive des boucles dans des bandes lors du glissement des dislocations conduit à un adoucissement local et ainsi à la création d'une zone préférentielle pour le glissement des dislocations suivantes. Le glissement des dislocations se trouve alors canalisé dans une portion du grain, le reste du grain ne se déformant pas plastiquement (Fig. 1.42). Plusieurs auteurs (Sharp, 1972), (Mori, 1969) estiment que la déformation locale dans les canaux est de l'ordre de 100%. De plus, la corrélation établie par Sharp (1972) entre les canaux sans défauts d'irradiation et les marches importantes et très localisées observées en surface pour des monocristaux de cuivre irradiés démontre bien que l'essentielle de la déformation plastique du cristal est concentrée dans les canaux. Certains auteurs (Luft, 1991), (Régnard, 2001) attribuent l'élargissement progressif des canaux aux mécanismes de glissement dévié et d'annihilation progressive des boucles présentes sur les bords du canal. L'arrêt de l'élargissement et l'apparition de nouveaux canaux dans le grain sont généralement attribués (Sharp, 1967), (Wechsler, 1973), (Luft, 1991) à un écrouissage progressif à l'intérieur du canal ou bien au développement de contraintes internes d'origine géométrique entre le canal déformé et la matrice non déformée.

Il n'existe pas à proprement parlé de modélisation micromécanique de la canalisation prenant en compte tous les aspects du processus. On pourra tout de même se référer aux simulations par dynamique des dislocations de Bréchet (1993), Sun (2000), Khraishi (2001) et De la Rubbia (2000). L'approche de Rodney (2001) sera aussi exploitée dans le chapitre concernant la modélisation micromécanique de la canalisation. On peut aussi noter la récente publication de Odette (2002) qui a déterminé, par éléments finis, l'effet de la canalisation sur le comportement en striction d'aciers irradiés.

### 1.2.4.3 Durcissement par les boucles $\langle a \rangle$ dans les alliages de Zr

Dans le cas des alliages de zirconium, on peut noter que la contrainte d'écoulement à 0.2% (Fig. 1.32, 1.33, 1.35) évolue avec la fluence de la même façon que la densité de boucles  $\langle a \rangle$  déterminée par Microscopie Electronique en Transmission (MET) (Fig. 1.29). Cette observation est confirmée par les résultats d'Adamson et Bell (1985) qui, grâce à des recuits suivis d'essais dureté sur du Zy-2, ont pu mettre en évidence une forte corrélation entre l'évolution de la densité de boucles  $\langle a \rangle$  de diamètre inférieur à 10 nm, observées en MET, et la valeur de dureté. Les évolutions de la dureté et de la densité de boucles  $\langle a \rangle$  avec la température de

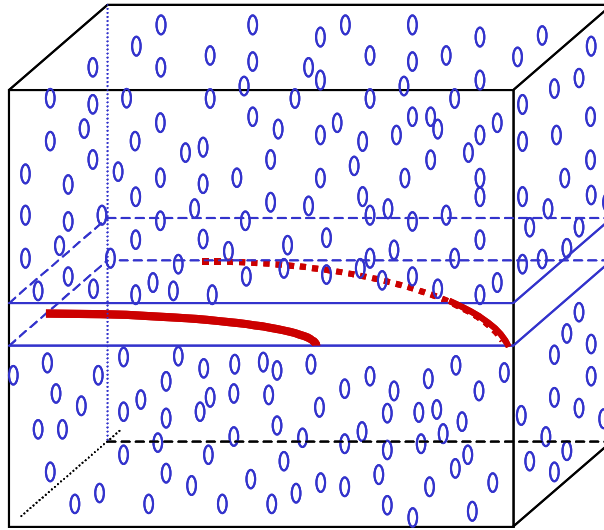


FIG. 1.42 – Représentation schématique de la formation des canaux.

recuit (pendant 1 heure) sont reportés figure 1.43. De même Griffiths (1996 et 2002) (Fig. 1.30) a mis en évidence une corrélation entre la largeur de raies de diffraction des plans prismatiques (qui peut elle-même être reliée à la densité de boucles  $\langle a \rangle$  dans les plans prismatiques comme nous l'avons évoqué précédemment) avec la contrainte d'écoulement à 0.2% de déformation plastique. Adamson (2000) et Lemaignan (1994) estiment donc que la forte corrélation qui existe entre l'évolution de la dureté ou bien de la contrainte d'écoulement pour 0.2% de déformation plastique et l'évolution de la densité et la taille de boucles  $\langle a \rangle$  conforte l'hypothèse que ce sont bien les boucles  $\langle a \rangle$ , et non par exemple des obstacles invisibles en MET, qui sont responsables du durcissement d'irradiation.

Cependant, compte tenu de l'analyse de Singh (1997), il est légitime de se demander si le mécanisme de durcissement par barrières dispersées est bien le mécanisme de durcissement dans les alliages de Zr irradiés. Cette question sera discutée plus loin, à la lumière des résultats expérimentaux. D'autre part, on peut constater, à la lecture de la bibliographie, que le modèle de durcissement par barrières dispersées n'a pas été appliqué dans le cas des alliages de zirconium et que d'autre part les interactions dislocations - boucles d'irradiation n'ont pas été systématiquement étudiées. Seul Carpenter (1976) a envisagé le cas de l'interaction d'une dislocation  $\langle a \rangle$  coin glissant dans un plan prismatique avec des boucles  $\langle a \rangle$  dans les plans prismatiques. Fregonese (2000) et Régnard (2002) ont aussi discuté la nature des jonctions créées entre boucle et dislocation.

#### 1.2.4.4 Canalisation dans les alliages de zirconium irradiés

Il existe globalement assez peu d'études des modes de déformation des alliages de zirconium irradiés et, comme le souligne Régnard (1998), l'identification des plans de glissement a donné lieu à très peu de publications. Parmi les plus anciennes, on note un article de Coleman (1972) qui présente des clichés de microstructure de tôles en Zy-4 irradié pour une fluence de  $10^{24}$  n/m<sup>2</sup>,

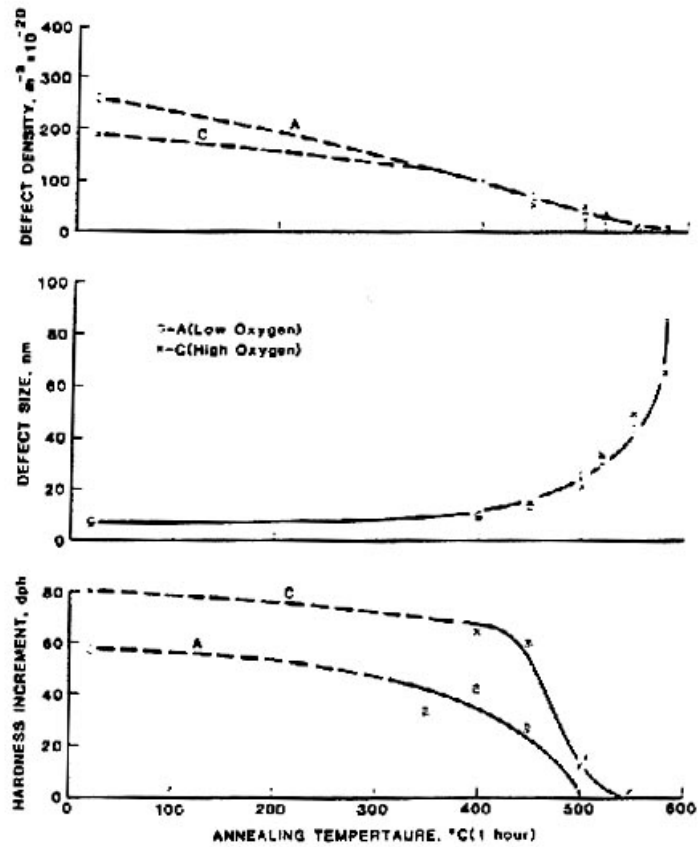


FIG. 2. Properties of Zircaloy Irradiated to  $6.5 \times 10^{24}$  n/m<sup>2</sup> (E > 1 MeV).

FIG. 1.43 – Evolution de la densité, de la taille des boucles et de l'incrément de dureté (à température ambiante) dû à l'irradiation, avec la température de recuit (Adamson, 1985).

sollicité en traction axiale à 300°C. Quelques micrographies, montrant des canaux clairs dus au balayage des défauts d'irradiation, sont présentées. Cependant, les systèmes de glissement mis en jeu ne sont pas mentionnés. Ces mêmes auteurs observent, à proximité de la zone de striction, des canaux très larges ainsi que des enchevêtrements de dislocations. Dans la zone de striction, les défauts d'irradiation ont entièrement été nettoyés et des cellules et des enchevêtrements de dislocations ont été formés. Le faciès de rupture est de type ductile à cupules.

Peu après, Williams (1974) a également montré des canaux dans une tôle en Zy-2 présentant une forte texture normale (axes  $\langle c \rangle$  majoritairement orientés suivant la direction normale au plan de la tôle), irradié à  $5 \times 10^{24}$  n/m<sup>2</sup> et  $1.5 \times 10^{25}$  n/m<sup>2</sup> et déformé en traction sens travers et sens longitudinal à 250°C. Les canaux sont supposés être produits par glissement dans les plans prismatiques, sans qu'une analyse n'ait cependant été faite. Les auteurs observent le cisaillement des joints de grain par les canaux, mettant ainsi en évidence que le cisaillement plastique dans les canaux est de l'ordre de 100%. Les mêmes auteurs suggèrent que le mode de rupture de ces éprouvettes est le résultat de la propagation et de la jonction des canaux à travers l'ensemble de l'éprouvette. Ainsi, la faible ductilité macroscopique mesurée serait le résultat de la forte localisation de la déformation plastique dans des bandes de cisaillement, le comportement en rupture du matériau restant de nature ductile.

Onchi (1977), (1980a), (1980b) présente aussi des observations de canaux dans du Zy-2 présentant une forte texture normale (Onchi, 1980b), faiblement irradié ( $3.2 \times 10^{23}$  n/m<sup>2</sup>) à une température de 150°C et déformé à des températures comprises entre 20°C et 400°C. Pour des faibles niveaux de déformation (0.5% à 20°C et 0.12% à 300°C) les observations mettent en évidence des canaux tout à fait semblables aux canaux observés par Coleman (1972) ou Williams (1974), de largeur comprise entre 40 nm et 100 nm. Là aussi les canaux sont supposés correspondre aux plans prismatiques, sans identification précise. A plus forte déformation, l'auteur observe des structures de dislocations et des enchevêtrements. Comme Williams (1974), Onchi interprète la décroissance de l'allongement réparti par l'irradiation comme la conséquence d'une localisation précoce de la déformation plastique elle-même associée à la création des canaux.

Bell et Adamson (1982) observent aussi ces canaux dans du Zy-2 irradié à 323°C jusqu'à  $2.2 \times 10^{25}$  n/m<sup>2</sup> et tractionné suivant la direction transverse à 250°C. Ils observent en plus des marches de cisaillement sur certains joints de grains. Les mêmes auteurs (Adamson, 1985) mettent en évidence que la teneur en oxygène exerce une influence sur l'activation des différents systèmes de glissement dans les alliages de zirconium irradiés. A partir de Zy-2 recristallisé, ils font varier la teneur en oxygène de 44 à 1500 ppm. Ces différents matériaux ont été irradiés à 327°C jusqu'à des fluences comprises entre 3 et  $6 \times 10^{25}$  n/m<sup>2</sup> ( $E > 1$  MeV). Des essais de traction ont été réalisés sur des éprouvettes de 1 mm × 3 mm × 25 mm à des températures de 320°C et 250°C et à une vitesse de  $8.6 \times 10^{-4}$  s<sup>-1</sup> sur une tôle dans le sens travers. Adamson observe des canaux correspondant aux plans (0001), (10 $\bar{1}$ 1) et (11 $\bar{2}$ 2) pour le matériau à faible teneur en oxygène. En revanche, pour le matériau à forte teneur en oxygène, teneur proche de celle du Zy-4, Adamson observe des canaux correspondant à des plans prismatiques (10 $\bar{1}$ 0)

avec quelques canaux ( $10\bar{1}1$ ) et ( $11\bar{2}2$ ), mais aucun canal correspondant au plan de base (0001). De façon à confirmer que les mécanismes élémentaires de la déformation du Zy-4 recristallisé n'étaient pas affectés par le mode de sollicitation, c'est-à-dire une sollicitation en contraintes planes, en déformations planes ou bien sollicitation biaxiale de pression interne sur tube, Adamson *et al.* (1986) ont mené des observations en microscopie électronique en transmission sur des lames minces prélevées dans ces trois types d'éprouvettes, après sollicitation. Ils ont pu observer uniquement des canaux correspondant à du glissement prismatique ( $10\bar{1}0$ ) dans le cas des trois types de sollicitations. Le détail des observations n'est cependant pas présenté.

Pettersson (1982) a également étudié des lames minces de Zy-2 irradié à  $1.3 \times 10^{25}$  n/m<sup>2</sup> ( $E > 1$  MeV) à 270°C et testé dans une sollicitation en pression interne à 290°C et à une vitesse de déformation diamétrale de  $2 \times 10^{-4}$  s<sup>-1</sup>. Il a pu déterminer que les canaux observés correspondaient à la trace du plan de base, mettant ainsi en évidence que l'irradiation avait pour effet de modifier l'activation relative des différents systèmes de glissement.

Fregonese (2000) et Régnard (1998 et 2002) ont poursuivi ce type d'étude en effectuant des essais de traction sens travers interrompus ou bien menés jusqu'à rupture sur du Zy-4 irradié à  $6 \times 10^{24}$  n/m<sup>2</sup> et déformé à 350°C et en observant la microstructure correspondante. Ils ont ainsi pu montrer que les canaux correspondaient majoritairement à des systèmes basaux, mais ils ont aussi mis en évidence dans un certain nombre de cas l'activation de systèmes pyramidaux de première espèce et de systèmes prismatiques. Régnard a regroupé l'ensemble de ses analyses de traces de canaux (réalisées grâce à l'utilisation de la projection stéréographique) pour les 46 grains comportant des canaux, sans distinction d'éprouvette, de position de prélèvement et de valeur d'allongement (Tab. 1.4).

TAB. 1.4 – Statistique des systèmes de glissement observés dans 46 grains (d'après Régnard 1998).

Systèmes	B<a>	B<a> très	$\pi_1$ <a>	$\pi_1$ <a>	P	Ambigu	Ambigu
	sûr	probable	sûr	probable	probable	B ou $\pi_1$	$\pi_1$ ou P
Nombre de grains	22	4	8	3	1	2	8
Proportion	46 %	8 %	17 %	6 %	2 %	4 %	17 %

- Le système est considéré comme sûr quand la trace du canal est en quasi-coïncidence avec le seul système de glissement sur la projection stéréographique, les autres systèmes étant relativement loin de cette trace.
- Le système est considéré comme très probable ou probable quand un autre système que le système supposé est proche de la trace mais avec un facteur de Schmid moins favorable.
- Le résultat est ambigu quand deux systèmes ont à la fois leurs traces proches de celles des canaux et des facteurs de Schmid comparables.

Cette analyse, plus approfondie et plus quantitative que les études précédentes, peut néanmoins être soumise à quelques remarques. D'une part, tous les résultats ont été regroupés,

sans distinction d'éprouvette, de position de prélèvement et de valeur d'allongement, ce qui est discutable compte tenu de l'évolution des mécanismes de plasticité avec la déformation plastique. D'autre part, le critère appliqué en termes de facteur de Schmid pour distinguer les systèmes probables suppose des cisssions critiques équivalentes, ce qui n'est pas le cas comme le démontre d'ailleurs Régnard. Ceci a donc pour effet de surestimer le nombre de grains activés par glissement pyramidal et prismatique. Régnard indique aussi à plusieurs reprises que seul un très faible nombre de grains par lame contiennent des canaux, une quantification précise de la proportion de grains contenant des canaux par lame n'ayant cependant pas été réalisée.

Grâce au calcul des facteurs de Schmid pour les différents grains contenant des canaux, Régnard constate que lorsque les facteurs de Schmid du système basal et d'un autre système sont proches, voire même un peu en défaveur du glissement basal, c'est ce dernier qui est activé. L'irradiation semble donc avoir pour effet de rapprocher les cisssions critiques des différents modes de glissement. Elle a même pour effet de favoriser le glissement basal, alors que, dans les alliages de zirconium non irradiés, c'est le glissement prismatique qui est de loin le plus facilement activable, même avec un facteur de Schmid parfois peu favorable, du fait de sa cisssion critique relativement basse. Régnard conclut donc que les boucles d'irradiation présentes dans les plans prismatiques ont plus d'effet sur l'augmentation de la cisssion critique des plans prismatiques que sur celle des plans de base. Fregonese (2000) et Régnard (2002) expliquent cet effet par une canalisation facilitée suivant le système basal par rapport aux systèmes prismatiques. En effet, une dislocation  $\langle a \rangle$  glissant suivant le plan de base a la possibilité de traîner simultanément les trois familles de boucles  $\langle a \rangle$  suivant leur cylindre puisque les trois vecteurs  $\langle a \rangle$  appartiennent au plan de base. En revanche, dans le cas d'une dislocation  $\langle a \rangle$  glissant dans un plan prismatique, seule la famille de boucle de même vecteur de Burgers a la possibilité d'être traînée par la dislocation, les deux autres types de boucles constituant ainsi des obstacles forts. Les différentes configurations seront envisagées de manière plus détaillée lors de la discussion des résultats expérimentaux. Régnard (1998) estime que la largeur initiale des canaux est de l'ordre de deux fois le diamètre des boucles  $\langle a \rangle$  puisqu'une dislocation peut annihiler toutes les boucles qui croisent son plan de glissement, situées aussi bien au dessus qu'au dessous du plan de glissement. L'élargissement du canal se produit, soit par glissement dévié (Régnard, 1998) des dislocations vis  $\langle a \rangle$  du canal dans les plans prismatiques, soit par croissance progressive des crans créés sur les dislocations par incorporation des boucles présentes sur les bords du canal. Régnard et al. (2002) estiment aussi que la largeur des canaux ne croît plus au delà d'une dizaine de diamètres de boucle. Fregonese (2000) et Régnard (1998 et 2002) ont aussi étudié des lames minces prélevées dans la bande de cisaillement. Comme Coleman (1972) et Onchi (1980a et b), ils ont mis en évidence l'arrangement en cellules des dislocations ainsi que le nettoyage presque total des défauts d'irradiation. Cette forte localisation de la plasticité dans les bandes de cisaillement permet d'expliquer que le faciès de rupture soit ductile bien que l'allongement réparti soit atteint pour une très faible déformation.

Les résultats de Régnard semblent en accord avec ceux de Pettersson (1982) qui avait observé des canaux basaux pour des essais de pression interne, mais sont en revanche en désaccord avec

les résultats d'Adamson qui, pour du Zy-2 irradié et sollicité dans des conditions tout à fait similaires aux conditions de Régnard, observe des canaux prismatiques, mais pas de canal basal pour des teneurs en oxygène (1400 ppm pour 1200 ppm) semblables à celles du Zy-4 observé par Régnard. **Cette revue met en évidence qu'il n'existe pas actuellement de consensus concernant la nature des systèmes activés dans les alliages de zirconium irradiés.**

Il faut également noter que, pour une déformation interrompue avant le maximum de charge, Régnard (1998) n'observe que très peu de grains présentant des canaux (5 grains pour toute une lame étudiée). D'autre part, celui-ci indique (1998 et 2002) que, pour certaines lames minces prélevées en dehors de la bande de cisaillement macroscopique (après le maximum de charge), il n'observe pas de canaux. Ces observations, également rapportées par Onchi à 300°C (1980a et b) et par Williams (1974), soulèvent des questions importantes, puisqu'en principe, par analogie au matériau non irradié, en dehors de la bande de cisaillement, la déformation plastique devrait être égale à l'allongement réparti, estimée à 0.4% par Régnard (1998). Le mécanisme de déformation plastique par canalisation devrait donc pouvoir être observé même en dehors de la bande de cisaillement. Ainsi, soit il existe d'autres mécanismes de déformation plastique qui ne donnent pas lieu à la canalisation, soit la déformation plastique en dehors de la bande de cisaillement est nulle ou extrêmement faible, comme le suggèrent Williams et Adamson (1974). En effet, ces auteurs ont pu montrer, après rupture d'une éprouvette de traction sens travers en Zy-2 irradiée à  $2.2 \times 10^{25}$  n/m<sup>2</sup> et testée à 250°C, par une mesure du profil de l'aire de la section sollicitée de l'éprouvette, que la section n'avait quasiment pas varié à l'extérieur de la bande de cisaillement, démontrant ainsi que la déformation plastique n'a lieu que dans la bande de cisaillement. Il faut cependant souligner, que dans le cas d'un "allongement uniforme" de 0.3% comme indiqué dans la publication, la variation de largeur pour l'ensemble de l'éprouvette serait de l'ordre de 5  $\mu$ m ce qui est vraisemblablement en dessous de la précision des moyens d'investigation des auteurs. En d'autres termes leurs mesures ne permettent pas de conclure que la déformation plastique se localise à l'échelle de l'éprouvette dès les premiers instants de la déformation. Ce point sera discuté en détail en regard des résultats expérimentaux de notre étude.

Par ailleurs, l'hypothèse d'un autre mécanisme de déformation plastique qui ne donnerait pas lieu à la canalisation est aussi à envisager sérieusement. En effet, dans le cas des matériaux non irradiés, en microscopie électronique en transmission, l'activité plastique se manifeste par une augmentation de la densité de dislocations. Cependant, dans le cas des alliages de zirconium irradiés, il n'est pas possible de visualiser les dislocations car le contraste des boucles d'irradiation qui ont même vecteur de Burgers que les dislocations, se superpose à celui des dislocations. De ce fait, la seule manifestation observable en MET de la déformation plastique dans les alliages de zirconium est la présence de canaux. Il est donc légitime de se demander s'il n'existe pas un autre mécanisme de déformation plastique plus classique, qui ne donnerait pas lieu à un balayage des boucles, qui n'a pas pu être mis en évidence à l'aide de cette technique. Ce point sera également discuté lors de la présentation des résultats expérimentaux.

## Synthèse concernant les effets de l'irradiation sur les alliages de Zr

*L'irradiation neutronique correspond à un flux de neutrons rapides qui traversent le matériau et l'endommagent en déplaçant les atomes de leur site cristallin. Cet endommagement est caractérisé par le nombre moyen de déplacements par atomes. Les défauts ponctuels créés dans des cascades de déplacement diffusent et forment des amas dont les caractéristiques dépendent fortement de la dose, du flux et de la température d'irradiation.*

*Du point de vue des propriétés mécaniques, l'effet majeur de l'irradiation dans les alliages de zirconium est de créer une très grande densité de petites boucles de dislocation  $\langle a \rangle$  parfaites (et donc glissiles sur leur cylindre) contenues dans les plans prismatiques. Leur diamètre varie de 5 à 10 nm et leur densité augmente très rapidement en début d'irradiation pour saturer à une densité de l'ordre de  $2$  à  $5 \times 10^{22} \text{ m}^{-3}$ , dès une dose de  $1$  à  $5 \times 10^{24} \text{ n/m}^2$ . Un recuit après irradiation augmente la taille des boucles et diminue leur densité jusqu'à les faire disparaître au delà de  $500^\circ\text{C}$ . Dans le cadre de notre étude nous nous intéressons aux propriétés mécaniques à des températures inférieures ou égales à la température d'irradiation afin de ne pas recuire la microstructure d'irradiation au cours de l'essai.*

*L'irradiation conduit à un fort durcissement du matériau qui sature dès une fluence de l'ordre de  $5 \times 10^{24} \text{ n/m}^2$ , ainsi qu'à une diminution très importante de son allongement réparti. La perte de ductilité apparente observée est liée à une localisation de la déformation précoce, à l'échelle de l'éprouvette, dans des bandes de cisaillement, la rupture du matériau restant de type ductile à cupules.*

*Le durcissement d'irradiation dans les alliages de zirconium est attribué à la forte densité de boucles  $\langle a \rangle$  qui font obstacles au glissement des dislocations à la manière des dislocations de la forêt, par création de jonctions attractives. Dans le cas des alliages de zirconium, le mécanisme de blocage des sources n'a pas été considéré dans la littérature.*

*Les boucles  $\langle a \rangle$  créées par l'irradiation, qui font obstacles aux dislocations, peuvent être annihilées par les dislocations, pour une contrainte appliquée suffisante, donnant ainsi lieu à la création d'une zone sans défaut d'irradiation. Les dislocations suivantes peuvent à leur tour glisser facilement dans cette zone adoucie. C'est le mécanisme de canalisation des dislocations. Plusieurs auteurs ont observé des canaux dans les alliages de zirconium. Pour certains, ils correspondent majoritairement à la trace du plan de base, alors que pour d'autres ils correspondent à la trace des plans prismatiques. Régnard (1998 et 2002) et Fregonese (2000) ont mis en œuvre une démarche quantitative pour caractériser le mécanisme de canalisation des dislocations. Celle-ci s'appuie sur l'analyse des traces de glissement pour un grand nombre de grains ainsi que sur le calcul des différents facteurs de Schmid. Notre étude s'appuie sur cette démarche ainsi que sur les résultats de ces travaux.*



### 1.3 Conclusions de l'étude bibliographique

Les mécanismes de déformation plastique des alliages de zirconium non irradiés ont été caractérisés en détail par de nombreux auteurs (Geyer, 1999), (Ferrer, 2000), (Pujol, 1994). Le comportement mécanique (Geyer, 1999), (Ferrer, 2000) a également été étudié de façon approfondie et interprété en termes de mécanismes de déformation à l'échelle des grains et des dislocations. Des modélisations micromécaniques (Geyer, 1999), (Brenner, 2001) du comportement des alliages de Zr non irradiés ont aussi été mises en œuvre avec succès. Celles-ci se sont révélées capables de prendre en compte les mécanismes de déformation et de reproduire correctement les essais macroscopiques ainsi que les observations MET. Dans le cadre de notre étude, nous considérerons donc que le comportement du matériau non irradié est suffisamment bien compris et caractérisé et nous prendrons comme acquis les résultats obtenus notamment dans la thèse de Geyer. L'étude portera donc essentiellement sur la caractérisation et la modélisation du comportement du matériau irradié, en se basant sur la démarche de Geyer. Néanmoins, dans le cadre de l'étude de Geyer (1999), seule une identification partielle du modèle a été réalisée à la température de 350°C. Cette identification ne permet pas de rendre compte, par exemple, de la relaxation de la contrainte interne observée expérimentalement. Il s'agira donc, dans le cadre de notre étude, de proposer une nouvelle identification du comportement du matériau non irradié à 350°C, étape préliminaire à l'identification du modèle pour le matériau irradié.

D'autre part, il faut également insister sur le fait que cette étude s'intéresse essentiellement aux mécanismes physiques de la déformation plastique des alliages de zirconium irradiés et non pas à la formulation de la méthode d'homogénéisation qui est considérée ici comme un outil pour relier l'échelle macroscopique des essais mécaniques à l'échelle microscopique de l'étude en MET. Nous ne chercherons donc pas à développer une méthode d'homogénéisation, rigoureuse du point de vue mécanique mais nous adopterons la démarche pragmatique déjà utilisée pour le matériau non irradié par Geyer et bien adaptée à notre étude.

La microstructure des alliages de zirconium irradiés a été caractérisée en détail par de nombreux auteurs (Northwood, 1979) dans le cadre d'un "round robin" international. Notre étude ne s'attachera donc pas à déterminer les densité, taille, nature et plan d'habitat des boucles, mais se concentrera sur la microstructure observée après déformation. On vérifiera cependant que les microstructures des matériaux étudiés correspondent bien aux microstructures habituellement observées.

Un grand nombre de questions essentielles concernant les mécanismes de déformation plastique des alliages de Zr sont pour l'heure sans réponse, du fait, en particulier, des difficultés pour réaliser des expérimentations sur matériau irradié. L'ensemble de ces questions sont synthétisées ci-dessous :

- Le durcissement est probablement dû à la grande densité de boucles  $\langle a \rangle$  qui font obstacle au glissement des dislocations à la manière des dislocations de la forêt. Cependant plusieurs auteurs (Singh, 1997) ont émis la possibilité d'un autre mécanisme de durcissement du type "blocage des sources". Il est donc important de déterminer, dans la mesure du possible, le mécanisme de durcissement des alliages de Zr irradiés.

- Plusieurs analyses ont mis en évidence des canaux dans les alliages de zirconium irradiés et déformés. Cependant, le faible nombre d'observations rapportées dans la littérature, ainsi que les artefacts possibles, liés à une localisation facilitée par des géométries d'éprouvettes particulières, peut faire douter, dans un premier temps, de la pertinence de ce mécanisme. Une étape essentielle est donc de vérifier que ce mécanisme de déformation se produit bien dans les alliages de Zr irradiés, quelles que soient la sollicitation (traction sens travers, pression interne, traction axiale) et la géométrie des éprouvettes et, d'autre part, que ce mécanisme peut, à lui seul, rendre compte de la déformation plastique macroscopique observée. En effet, compte tenu du faible nombre, voire même de l'absence, de canaux constatée par Régnard (1998), Onchi (1980a et b) et Williams (1974) dans certaines lames minces prélevées en dehors de la bande de cisaillement, il est légitime de se demander si c'est bien la canalisation qui est responsable de la déformation plastique avant l'apparition de la bande de cisaillement ou bien, comme le suggère Williams (1974), si la déformation n'est pas hétérogène à l'échelle de l'éprouvette dès le début de la déformation plastique. En effet, on peut envisager un autre mécanisme que la canalisation qui ne donnerait pas lieu à l'annihilation des défauts d'irradiation et donc qui ne serait pas observable en MET, du fait de la très grande densité de défauts d'irradiation. Il est donc important, de s'assurer, dans la mesure du possible, que la canalisation est bien le principal vecteur de la plasticité dans les alliages de zirconium irradiés. D'autre part, il est absolument indispensable de s'assurer qu'il existe bien une phase de déformation homogène à l'échelle de l'éprouvette, afin de pouvoir appliquer les méthodes classiques d'analyse des essais mécaniques.
- Il n'existe pas actuellement de consensus concernant la nature des systèmes activés dans les alliages de Zr irradiés et déformés à 350°C. Il est donc essentiel de caractériser précisément les systèmes de glissement activés et, de façon plus générale, d'étudier le mécanisme de canalisation des dislocations dans l'objectif de la modélisation. Il est notamment nécessaire de déterminer précisément la proportion de grains comportant des canaux, en relation avec les valeurs de facteurs de Schmid. Il semble également pertinent de caractériser, dans la mesure du possible, le nombre de canaux par grain ainsi que leur largeur.
- Il existe très peu d'études fines des différentes caractéristiques du comportement mécanique du matériau irradié. De plus, le comportement mécanique du matériau irradié est rarement interprété en termes de mécanismes de déformation observés à l'échelle microscopique. Un des objectifs de cette étude est donc d'analyser le comportement mécanique de façon détaillée, afin d'interpréter celui-ci en termes de mécanismes de déformation observés en MET. Il est notamment essentiel de comprendre l'effet du mécanisme de canalisation des dislocations sur le comportement macroscopique.
- Seuls quelques rares auteurs ont tenté de modéliser les mécanismes de déformation plastique des matériaux irradiés. Dans chacun des cas ces modèles ne prennent en compte que certains aspects de ces mécanismes. De plus, on a constaté qu'il n'existe pas à l'heure actuelle de modèle micromécanique prenant en compte la canalisation des dislocations. Une part de notre travail consiste donc à développer une approche capable de prendre

en compte le mécanisme de canalisation des dislocations dans un modèle d'homogénéisation. Néanmoins, une caractérisation fine du mécanisme de canalisation des dislocations s'avère être un préalable nécessaire à la mise en place d'un modèle micromécanique.

## Chapitre 2

# Etude expérimentale et interprétations

Afin d'identifier les mécanismes de déformation plastique des matériaux irradiés une démarche expérimentale spécifique a été développée. Celle-ci consiste d'une part à caractériser par Microscopie Electronique en Transmisssion (MET), après essai mécanique, la microstructure du matériau irradié aux neutrons, réaliser d'autre part des expériences complémentaires de nano-indentation et de traction in situ sur matériau irradié aux ions zirconium et enfin analyser de façon fine une base d'essais mécaniques et interpréter celle-ci en termes de mécanismes identifiés en MET.

Pour chacune de ces trois parties, il a été choisi de présenter successivement, de façon synthétique, les matériaux étudiés, les résultats, puis les interprétations et discussions des résultats. Il faut néanmoins souligner que l'ordre chronologique suivant lequel l'investigation expérimentale s'est déroulée ne correspond pas à cette présentation synthétique. Or c'est précisément ce cheminement progressif qui constitue un des intérêts de la démarche. En effet, chacune des expériences réalisées ou bien des lames minces prélevées ont eu pour but de répondre à une question précise posée par l'étude bibliographique ou bien par les résultats des lames minces précédentes confrontées aux analyses du comportement mécanique.

Ainsi, à titre d'illustration, on peut noter que suite aux observations MET des lames minces prélevées en traction sens travers et en pression interne, qui mettent en évidence uniquement des canaux suivant les plans de base, il nous est apparu que nécessairement, compte tenu de la texture, en traction axiale d'autres systèmes de glissement doivent s'activer afin de rendre compte des propriétés mécaniques macroscopiques. Ceci a été vérifié grâce au prélèvement de lames minces dans des éprouvettes déformées suivant la direction axiale. De la même manière, les observations MET n'avaient pas initialement mis en évidence de propagation de canaux de grains en grains. Or, d'après l'interprétation en termes de contrainte interne du comportement mécanique développée, la saturation de la contrainte d'écoulement avec la déformation plastique ne pouvait être expliquée que si les canaux se propagent de grains en grains. Une analyse nous a montré que le mode de prélèvement des lames minces ne permettait sans doute pas de visualiser la propagation des canaux. Nous avons eu alors l'opportunité d'observer d'autres lames minces

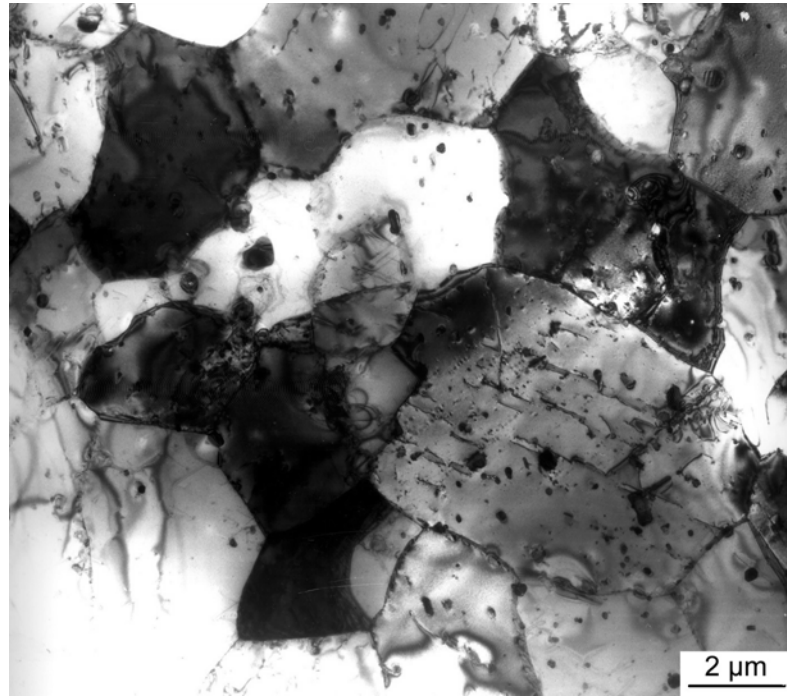


FIG. 2.1 – Vue générale en MET de grains d'un alliage de zirconium recrystallisé ( $M_4$ ).

prélevées de façon plus favorables. Celles-ci ont effectivement mis en évidence un grand nombre de cas de propagation de canaux.

## 2.1 Caractérisation de la microstructure du matériau non irradié

### 2.1.1 Alliage de Zr recrystallisé non irradié et non déformé

Avant d'étudier de façon précise les mécanismes de déformation des alliages de zirconium irradiés, la microstructure d'un alliage de zirconium recrystallisé non irradié, dénomé  $M_4$ , similaire au Zy-4 recrystallisé, a été caractérisée par MET. La composition chimique de l'alliage considéré est donnée dans le tableau 1.1. La micrographie de la figure 2.1 représente une vue générale de la microstructure du matériau. Celui-ci est composé de grains équiaxes, de dimensions allant de 5 à 10  $\mu\text{m}$ , contenant des précipités de phases de Laves  $\text{Zr}(\text{Fe},\text{V})_2$ . Sa microstructure de dislocations est caractérisée par une faible densité de dislocations rectilignes  $\langle a \rangle$ , de caractère vis, comme l'illustre les figures 2.2 (a) et (b).

### 2.1.2 Alliage de Zr recrystallisé non irradié déformé à 380°C

Un essai d'écroissage-relaxation en pression interne a été réalisé sur ce matériau. L'essai a été conduit à une température de 380°C et une vitesse de déformation de  $3 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  pour la phase d'écroissage. Au delà d'une déformation de  $E_{\theta\theta} = 1\%$  la déformation a été maintenue constante de façon à enregistrer la relaxation de la contrainte ( $\Sigma_{\theta\theta}$ ) au cours du temps. Des

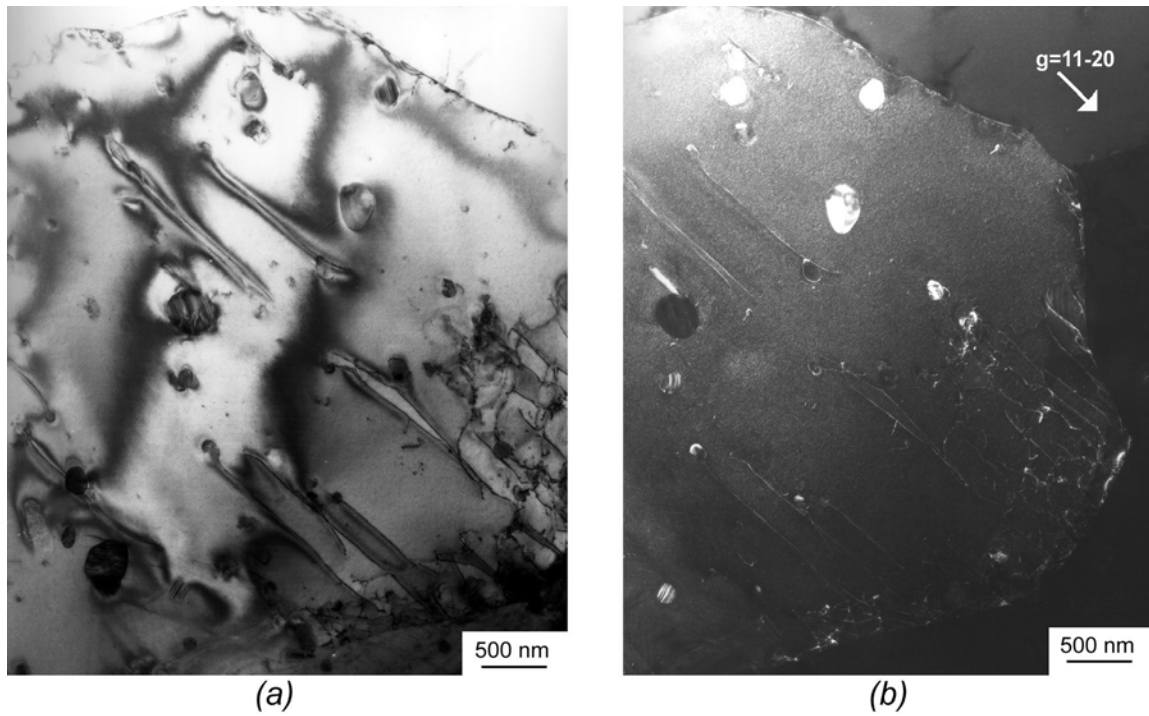


FIG. 2.2 – Clichés MET de dislocations vis  $\langle a \rangle$  au coeur d'un grain ((a) champ clair, (b) faisceau faible) (M4).

lames minces ont été prélevées dans le fût de l'éprouvette après essai. On observe une densité de dislocations beaucoup plus importante que dans le cas du matériau non déformé, d'autre part les dislocations sont plus courbées que dans le cas du matériau non déformé (Fig. 2.3).

Pour des grains orientés de telle façon que le vecteur de diffraction  $\underline{g} = 0002$  soit accessible (plan prismatique proche du plan de la lame), nous avons pu vérifier que les dislocations présentes dans ces grains étaient essentiellement des dislocations  $\langle a \rangle$  (extinction des dislocations  $\underline{b} = \langle a \rangle$  pour  $\underline{g} = 0002$  car  $\underline{g} \cdot \underline{b} = 0$ ) comme illustré sur les clichés de la figures 2.4.

Le grain observé sur le cliché 2.3 (b) est orienté de telle façon que les trois vecteurs de diffraction  $\underline{g} = \langle 10\bar{1}0 \rangle$  soient accessibles (plan de base proche du plan de la lame). Ainsi, en se plaçant successivement en condition de deux ondes suivant les différents vecteurs de diffraction  $\underline{g} = \langle 10\bar{1}0 \rangle$  on voit disparaître successivement chacune des trois familles de dislocations  $\langle a \rangle$  (Fig. 2.5). Les dislocations invisibles dans ces conditions ont un vecteur de diffraction perpendiculaire au vecteur de diffraction (critère d'extinction  $\underline{g} \cdot \underline{b} = 0$ ). Or on constate que systématiquement la ligne de dislocation est parallèle au vecteur de Burgers identifié, indiquant ainsi que les dislocations sont des dislocations vis  $\langle a \rangle$ , conformément aux résultats de Geyer (1999) à 350°C.



FIG. 2.3 – Vue générale d'un grain après une déformation de 1% ( $M_4$ ).

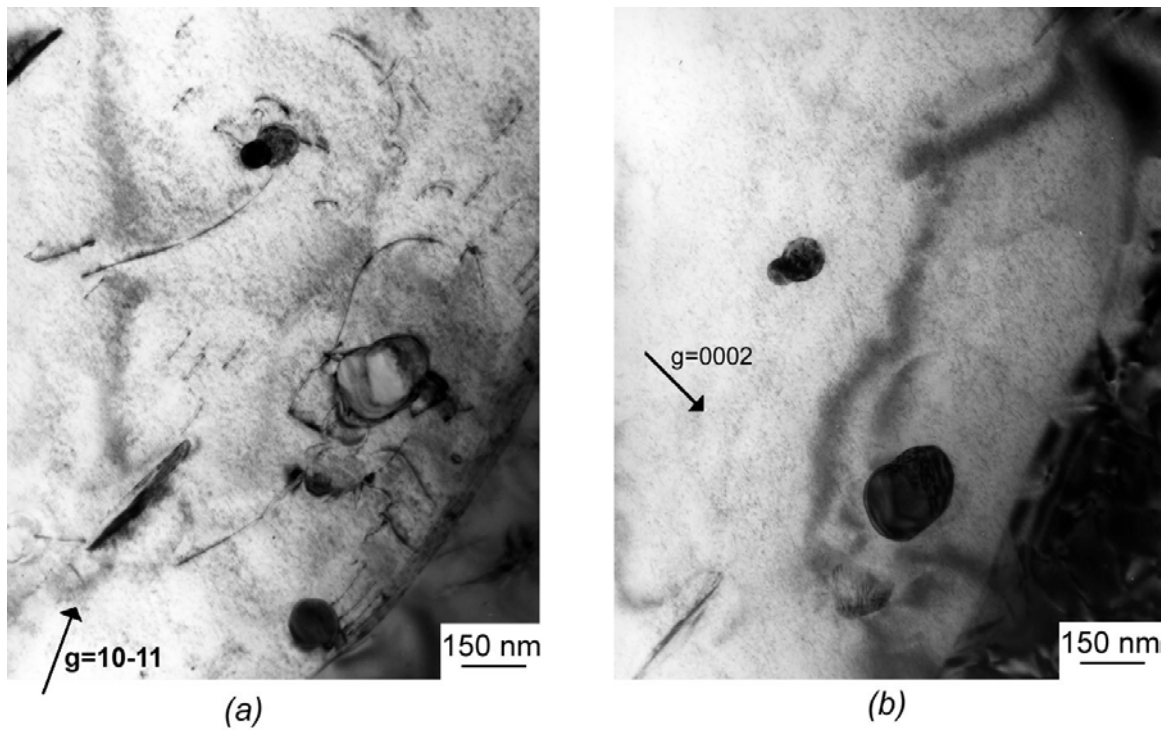


FIG. 2.4 – Mise en évidence de dislocations  $\langle a \rangle$  dans un grain dont l'axe  $\langle c \rangle$  est proche du plan de la lame ((a) condition de 2 ondes quelconque, condition de 2 ondes  $g=0002$ ).

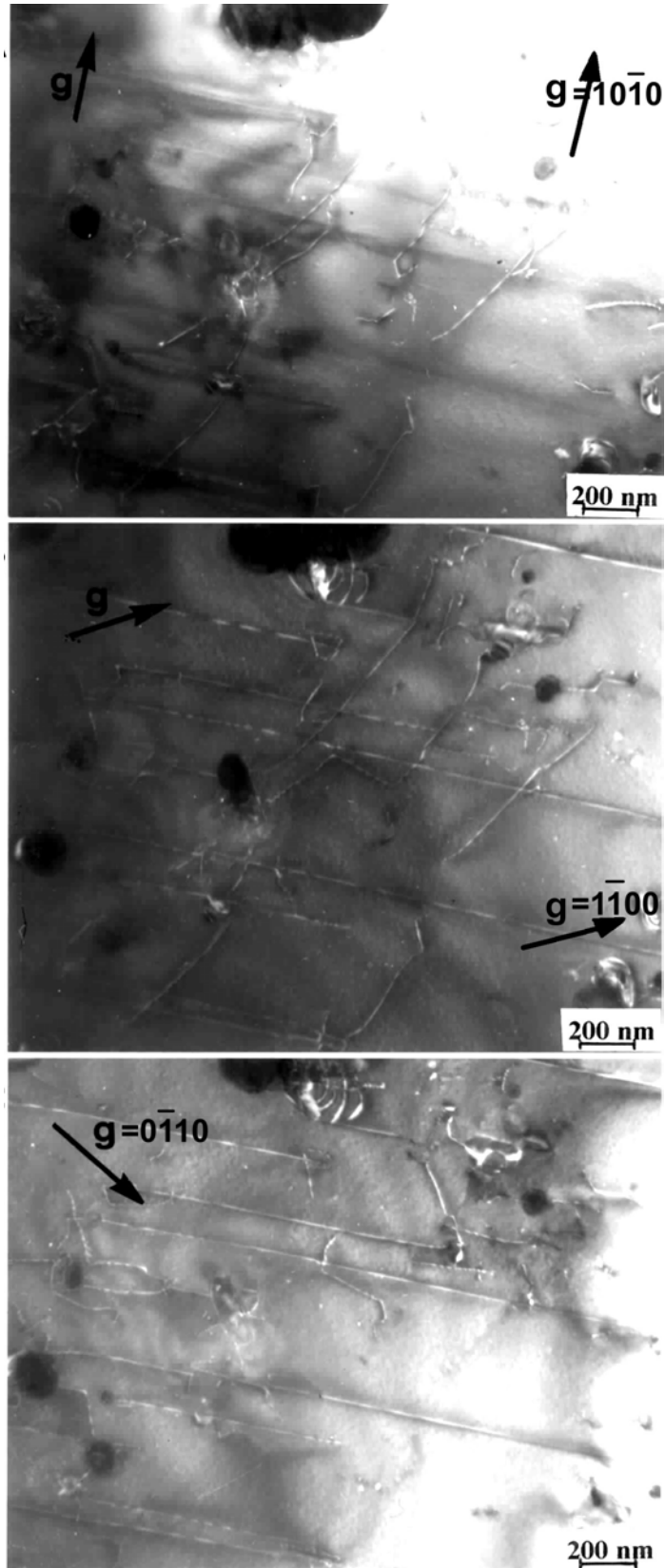


FIG. 2.5 – Identification en faisceau faible du vecteur de Burgers  $\langle a \rangle$  des dislocations.



## Synthèse concernant la caractérisation du matériau non irradié

*Une caractérisation préliminaire de la microstructure nous a permis de vérifier qu'à l'état de réception, le matériau est constitué de grains équiaxes de dimension de 5 à 10  $\mu\text{m}$  contenant peu de dislocations, celles-ci étant  $\langle a \rangle$ , vis et rectilignes. Après déformation à une température de 380°C pour une sollicitation de pression interne (écrouissage-relaxation) jusqu'à 1% de déformation, nous avons pu vérifier que la densité de dislocations avait notablement augmenté, certaines dislocations étant plus courbées et enchevêtrées. Une analyse sommaire des vecteurs de Burgers a mis en évidence que les dislocations étaient essentiellement de nature  $\langle a \rangle$  pour ce niveau de déformation et ce type de sollicitation, conformément aux résultats de Geyer (1999) à une température voisine. Les mécanismes de déformation des alliages de zirconium recristallisés, non irradiés, ayant déjà été étudiés en détail par de nombreux auteurs (Tenckhoff, 1988), (Pujol, 1994), (Geyer, 1999), (Ferrer, 2000), (Brenner, 2001), nous nous sommes plus spécifiquement intéressé aux mécanismes de déformation des matériaux irradiés.*

## 2.2 Etude par MET des matériaux irradiés aux neutrons puis déformés à 350°C

### 2.2.1 Matériaux et procédure expérimentale

#### 2.2.1.1 Matériaux étudiés

Les essais mécaniques exploités dans cette étude ont été réalisés, en cellules blindées (au CEA de Grenoble ainsi qu'au CEA de Saclay), sur cinq éprouvettes irradiées, A, B, C, D et E, prélevées dans trois alliages de zirconium recristallisés différents : Zy-4 "haut Sn", Zy-4 "bas Sn" et M5-0. Les compositions chimiques de ces matériaux sont données dans le tableau 1.1.

Les éprouvettes de traction sens travers A et B ont été prélevées dans deux tôles en Zy-4 "haut Sn" recristallisé. L'éprouvette A a été prélevée dans une tôle d'épaisseur 1 mm dans le plan DT-DL alors que l'éprouvette B a été prélevée dans une tôle d'épaisseur 10 mm dans le plan DT-DN (Fig. 2.7 (a) et (b)). Dans le cas de la tôle de 10 mm d'épaisseur (éprouvette B), la taille moyenne des grains est plus importante que dans les autres matériaux étudiés, de l'ordre de 20 à 25  $\mu\text{m}$ , pour 5 à 10  $\mu\text{m}$  dans le cas des matériaux classiques. Les textures de ces deux matériaux sont typiques des tôles recristallisées en alliage de Zr, comme l'illustre les figures de pôles  $\{0002\}$  et  $\{10\bar{1}0\}$  de la tôle de 1 mm d'épaisseur (resp. Fig. 2.6 (a) et (b)). Les axes  $\langle c \rangle$  sont contenus dans le plan DT-DN, inclinés par rapport à la direction DN d'un angle proche de 30°. Les éprouvettes de traction A et B ont une longueur utile de 12.5 mm pour une largeur de 2.5 mm. Les échantillons ont été irradiés dans le réacteur expérimental Siloé (CEA-Grenoble) jusqu'à une fluence de  $0.6 \times 10^{25}$  n/m<sup>2</sup> ( $E > 1$  MeV) à une température de 280°C. Ces deux éprouvettes ont préalablement été étudiées par Régnard (1998).

Les éprouvettes C et E ont été prélevées dans une gaine en alliage M5-0 irradiée en réacteur de puissance à eau pressurisée (REP) à une température de 350°C et jusqu'à une dose de  $12 \times 10^{25}$  n/m<sup>2</sup> ( $E > 1$  MeV) (6 cycles REP). La texture de ce matériau est également typique des gaines en alliage de Zr recristallisé (Fig. 2.6 (e) et (f)). Après irradiation, un tronçon de longueur de 120 mm a été prélevé dans la gaine (éprouvette C), bouché à une extrémité à l'aide d'un raccord auto-serrant type "Swagelock" (Fig. 2.8). L'autre extrémité a été raccordée à un circuit hydraulique haute pression grâce à un raccord du même type afin de réaliser un essai d'éclatement. Une seconde section de 60 mm a été prélevée et usinée de façon à réaliser une éprouvette de traction axiale bi-langouette (éprouvette E) (Fig. 2.10).

L'éprouvette D consiste en un tronçon de gaine en Zy-4 recristallisée. La texture de cette gaine est aussi typique des gaines recristallisées comme illustré par les figures de pôles  $\{0002\}$  et  $\{10\bar{1}0\}$  (respectivement Fig. 2.6 (c) et (d)). Un tronçon de 90 mm de long a été soudé à ses extrémités et irradié dans le réacteur expérimental Osiris (CEA-Saclay) à 350°C jusqu'à une fluence de  $0.4 \times 10^{25}$  n/m<sup>2</sup> ( $E > 1$  MeV). Enfin un des bouchons a été découpé et l'éprouvette a été raccordée à un circuit hydraulique haute pression grâce à un raccord auto-serrant afin de réaliser un essai de pression interne interrompu avant éclatement (Fig. 2.9). Les caractéristiques des éprouvettes étudiées ainsi que les conditions d'irradiation sont rappelées dans le Tableau 2.1.

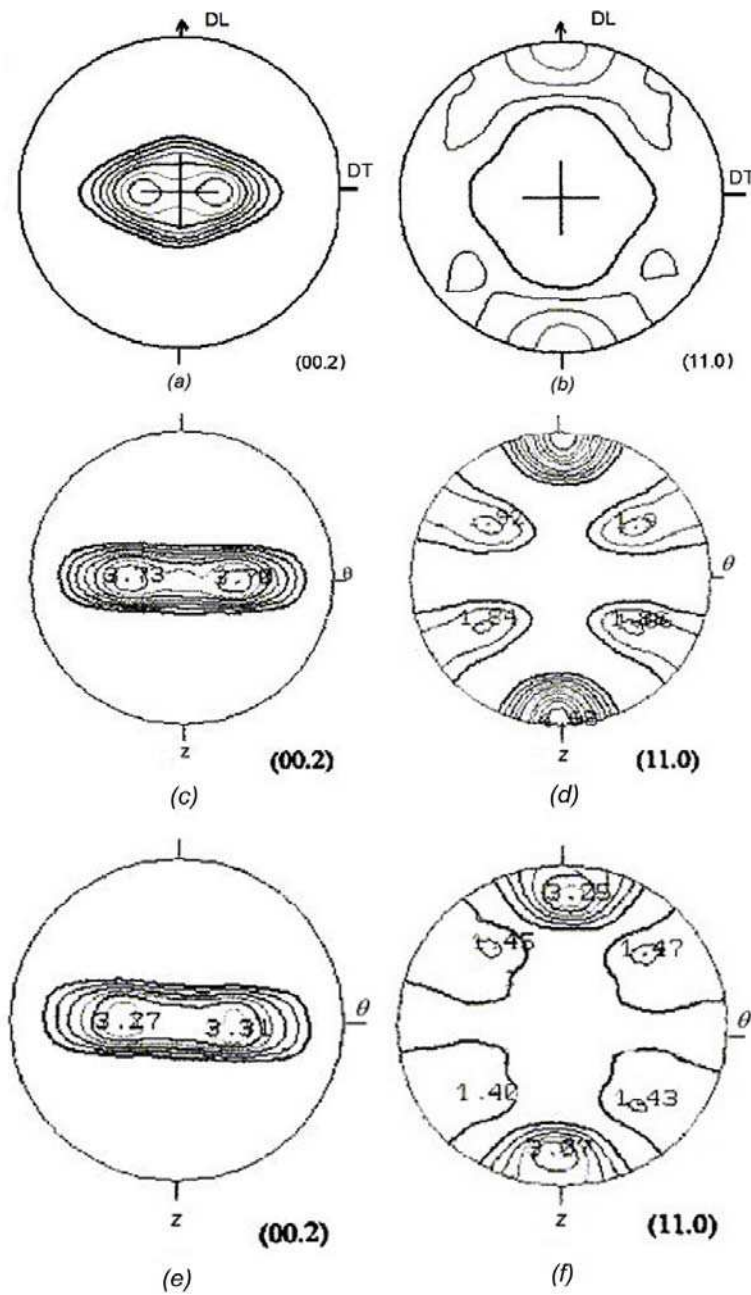


FIG. 2.6 – Textures des trois matériaux étudiés : (a) et (b) figures de pôles (0002) et  $(11\bar{2}0)$  de la tôle de 1 mm en Zy-4 recristallisé (A), (c) et (d) figures de pôles (0002) et  $(11\bar{2}0)$  des tubes de gainage en Zy-4 recristallisé (D), (e) et (f) figures de pôles (0002) et  $(11\bar{2}0)$  des tubes de gainage en alliage M5-0 (C et E).

TAB. 2.1 – Matériaux et conditions d’irradiation des différentes éprouvettes.

Éprouvettes	Matériaux	Réacteur	Fluence (n/m <sup>2</sup> )	Température d’irradiation
A	Zy-4, tôle 1 mm	Siloé	$0.6 \times 10^{25}$	280°C
B	Zy-4, tôle 10 mm	Siloé	$0.6 \times 10^{25}$	280°C
C, E	M5-0, gaine	REP	$12 \times 10^{25}$	350°C
D	Zy-4, gaine	Osiris	$0.4 \times 10^{25}$	350°C

### 2.2.1.2 Essais mécaniques

Des essais de traction sens travers ont été réalisés sur les éprouvettes A et B, à une température de 350°C et à une vitesse de déformation voisine de  $1.6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  (essai à vitesse de déplacement de traverse imposée). Dans le cas de l’éprouvette A, l’essai a été interrompu avant l’allongement réparti à une déformation plastique de  $E^p \simeq 0.4\%$ . L’éprouvette ne présentait pas de manifestation macroscopique de localisation comme des bandes de cisaillement ou bien de la striction. Dans le cas de l’éprouvette B, l’essai a été conduit jusqu’à rupture. La localisation de la déformation à l’échelle de l’éprouvette s’est produit par apparition d’une bande de cisaillement très marquée. L’allongement réparti déterminé sur la courbe contrainte - déformation correspond à une déformation plastique macroscopique de  $E^p \simeq 0.36\%$ . Le faciès de rupture était de type ductile, à cupules. Aucune métrologie n’a été réalisée après essai sur ces deux éprouvettes. De plus, lors de ces essais, le pilotage est réalisé sur le déplacement de la traverse, la déformation au niveau de l’éprouvette n’étant pas mesurée. Une courbe contrainte - déformation typique de ces essais, donnée par Régnard (1998), est reproduite sur la figure 2.12.

Sur les éprouvettes C et D, des essais de pression interne ont été réalisés à une température de 350°C et à une vitesse de déformation de  $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Dans le cas de l’éprouvette C, l’essai a été mené jusqu’à éclatement du tube, alors que dans le cas de l’éprouvette D, l’essai a été interrompu pour une déformation plastique circonférentielle de  $E_{\theta\theta}^p = 0.2\%$ . Lors de ces essais le pilotage a été réalisé sur la déformation circonférentielle  $E_{\theta\theta}$  mesurée à tout instant par une extensométrie précise (précision de  $\pm 2 \mu\text{m}$ ). De plus, du fait de la géométrie de ces éprouvettes, il est possible de réaliser, avant et après essai, des métrologies par une méthode d’ombroscopie laser permettant une mesure très précise (précision de  $\pm 2 \mu\text{m}$ ) du profil des éprouvettes C et D pour différentes génératrices. Des photographies des éprouvettes C et D après essais sont présentées sur les figures 2.8 et 2.9. Les courbes contrainte - déformation ( $\Sigma_{\theta\theta} - E_{\theta\theta}$ ) des deux essais réalisés sur les éprouvettes C et D sont représentés sur les Figures 2.13 et 2.15.

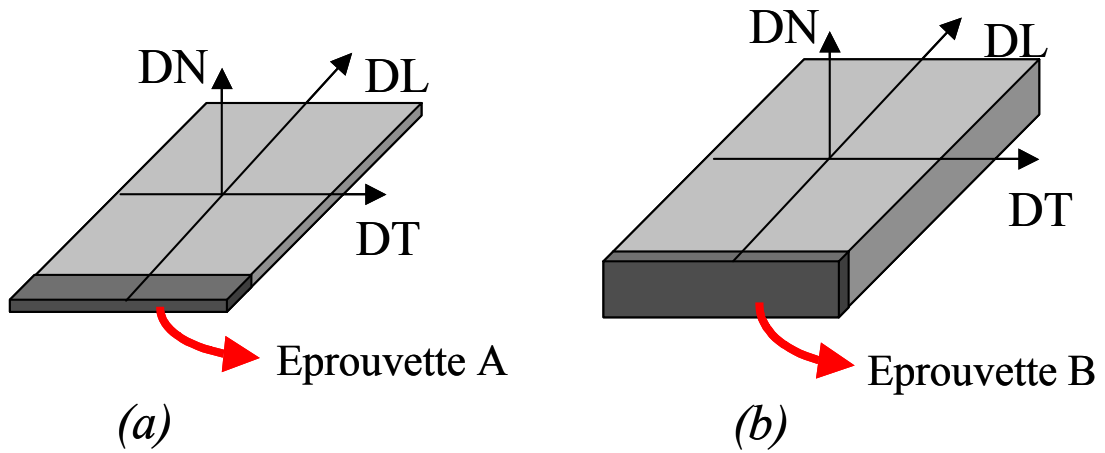


FIG. 2.7 – Prélèvements de l'éprouvette A (a) dans la tôle d'épaisseur 1 mm et de l'éprouvette B (b) dans la tôle d'épaisseur 10 mm.



FIG. 2.8 – Eprouvette C après éclatement.



FIG. 2.9 – Eprouvette D après essai mécanique.

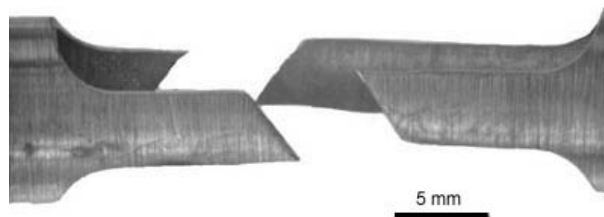


FIG. 2.10 – Eprouvette E après rupture.

Sur l'éprouvette E, un essai de traction axiale a été réalisé à une température de 350°C et à une vitesse de déformation estimée à  $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Cet essai est piloté sur le déplacement de la traverse, la déformation au niveau de l'éprouvette n'étant pas mesurée. L'essai a été conduit jusqu'à rupture de l'éprouvette. Une photographie de l'éprouvette E après rupture est reportée sur la figure 2.10. La largeur des jambes de l'éprouvette après essai a été déterminée en différentes positions de l'éprouvette par des méthodes conventionnelles peu précises en comparaisons de la technique d'ombroscopie laser utilisée sur les tubes. On suppose donc que la déformation plastique en dehors de la zone de striction est proche de l'allongement réparti déterminé sur la courbe contrainte - déformation ( $\Sigma_{zz} - E_{zz}$ ) (Fig. 2.17) qui est de  $E_{zz}^p = 1.6\%$ .

Les conditions des cinq essais mécaniques sont rappelées dans le Tableau 2.2.

TAB. 2.2 – Conditions d'essais.

Eprouvettes	Essais mécaniques	Température d'essai	Vitesse de déformation
A, B	Traction sens travers	350°C	$1.6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$
C, D	Pression interne	350°C	$3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$
E	Traction axiale	350°C	$3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$

Dans le cas des essais de traction sens travers et de traction axiale, la force ( $F$ ) et le déplacement ( $\Delta l$ ) sont enregistrés, permettant de calculer la contrainte ( $\Sigma = F/S_0$ ) et la déformation ( $E = \Delta l/l_0$ ). Dans le cas de l'essai d'éclatement, la pression interne ( $P$ ) et la variation du diamètre extérieur ( $\Delta\phi_{ext}$  moyenné sur 4 génératrices) sont enregistrées. La contrainte ( $\Sigma_{\theta\theta}$ ) et la déformation ( $E_{\theta\theta}$ ) sont calculées en appliquant l'approximation classique des tubes minces ( $\Sigma_{\theta\theta} \simeq P\phi_m/2e$  avec  $\phi_m = (\phi_{ext} - \phi_{int})/2$  et  $E_{\theta\theta} \simeq \Delta\phi_{ext}/\phi_m$ ) (Annexe D). Il faut aussi souligner que cet essai mécanique conduit à un état de contrainte biaxé (deux contraintes principales non nulles) tel que  $\Sigma_{zz} \simeq \Sigma_{\theta\theta}/2$  et  $\Sigma_{rr} \simeq 0$ . A partir des courbes contrainte - déformation obtenues lors de ces essais nous avons notamment déterminé des données conventionnelles comme la contrainte d'écoulement à 0.2% de déformation plastique. De plus, de façon à déterminer une valeur de contrainte se rapprochant au plus de la "vraie" limite d'élasticité, nous avons estimé la contrainte d'écoulement pour une déformation plastique très faible de  $0.005\% \pm 0.001\%$ . Cette mesure nécessite une bonne sensibilité de l'extensométrie ainsi qu'une optimisation de la fréquence d'acquisition.

### 2.2.1.3 Méthode d'analyse en Microscopie Electronique en Transmission

Les lames minces prélevées sur matériau irradié sont préparées en cellule blindée par télémanipulateur pour la phase de polissage mécanique, puis en boîte à gants pour la phase de polissage électrolytique au Service d'Etude des Matériaux Irradiés. Les lames sont ensuite transférées au Service de Recherches Métallurgique Appliquées, vers le MET dont la colonne

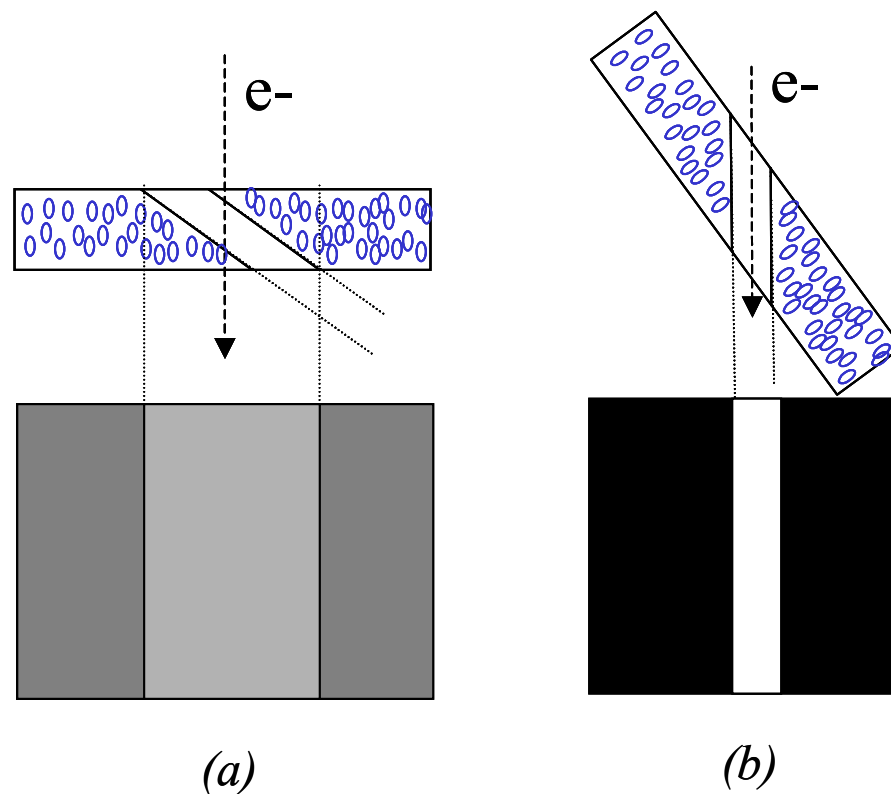


FIG. 2.11 – Pour un canal incliné par rapport à la lame, à tilt nul le contraste canal-matrice est faible (a), on visualise bien le canal (contraste canal-matrice important) lorsque le plan de canalisation contient le faisceau d'électron (b).

blindée garantit une bonne radio-protection à l'opérateur. Dans le but de relier l'activation des différents systèmes de glissement à la direction de sollicitation, un méplat, correspondant à la direction transverse dans le cas des éprouvettes A et B, et à la direction axiale pour les éprouvettes C, D et E, a été réalisé sur les lames minces. Les analyses MET ont été réalisées sur un microscope Philips EM430 dont la tension accélératrice est de 300 kV, rendant possible l'étude de zones épaisses. De plus, le porte-objet double tilt utilisé dans cette étude permet l'analyse d'un domaine angulaire relativement large ( $\pm 45^\circ$ ,  $\pm 30^\circ$ ). La microstructure a été étudiée en utilisant des techniques de MET conventionnelles. Pour chaque lame mince, tous les grains de zones choisies arbitrairement ont été analysés en déterminant leur orientation par rapport au repère de l'échantillon en relevant l'orientation de différents axes de zones. Pour chaque grain il a été déterminé s'il y avait ou non présence de canaux en balayant tout le domaine angulaire accessible ( $\pm 45^\circ$ ,  $\pm 30^\circ$ ). Le plan de canalisation, le nombre ainsi que la largeur des canaux ont systématiquement été déterminés. La méthode d'indexation du plan de canalisation (Annexe A) consiste d'une part à analyser la trace des canaux sur la projection stéréographique de chacun des grains et d'autre part à relever les angles de tilt correspondant au meilleur contraste entre le canal et la matrice. Cette situation correspond en effet au cas où le plan de canalisation contient le faisceau d'électrons comme illustré sur la figure 2.11.

Cette méthode croisée, utilisant deux techniques successives, permet de déterminer sans

ambiguïté le plan de canalisation, en particulier dans le cas de la canalisation basale. Cependant, du fait des limitations angulaires du porte-objet double tilt et du fait de la forte texture du matériau, dans certains cas (en particulier pour les éprouvettes A, C et D), il n'est pas possible de tourner le grain de façon à ce que le plan de base contienne le faisceau d'électrons (Annexe A). On ne peut alors être certain qu'il n'y ait pas de canal basal dans ces grains. Néanmoins, dans le cas de l'éprouvette B, les canaux basaux sont très bien orientés par rapport à la lame pour être visualisés pour des tilts nuls ( $0^\circ$ ,  $0^\circ$ ), compte tenu de la texture du matériau. Cette éprouvette permet donc de valider les résultats obtenus pour les autres éprouvettes.

## 2.2.2 Résultats

### 2.2.2.1 Propriétés mécaniques et métrologies après essais

Une courbe contrainte - déformation (typique) obtenue en traction sens travers à 350°C, donnée par Régnard (1998) est reportée sur la figure 2.12. Les courbes contrainte - déformation des deux essais de pression interne sont reproduites sur les figures 2.13, 2.15 et comparées aux mêmes matériaux non irradiés (M5-0 et Zy-4 recristallisé). Ces mêmes essais sont également représentés en fonction la déformation plastique circonférentielle, sur les figures 2.14 et 2.16. La courbe contrainte - déformation de l'essai de traction axiale est reportée sur la figure 2.17. Dans le cas de l'essai de traction axiale à 350°C, malgré l'absence d'extensométrie, nous avons estimé la contrainte d'écoulement pour un niveau de déformation plastique de  $E_{zz}^p=0.005\%$  donné par le déplacement de la traverse. L'essai réalisé sur M5-0 irradié est comparé aux résultats d'un essai sur du Zy-4 recristallisé non irradié (Fig. 2.18) représenté en fonction de la déformation plastique.

Les données de Régnard (1998) ne permettent pas d'estimer la contrainte d'écoulement à 0.005% dans le cas des éprouvettes A et B. Les valeurs données par Régnard (1998) pour la contrainte à 0.2% de déformation plastique sont reportées dans le tableau 2.3. Ces résultats sont comparés à ceux obtenus à partir d'un essai réalisé sur une gaine en Zy-4 recristallisé non irradié, sollicitée par Geyer (1999) suivant la direction circonférentielle pure sur une machine d'essai biaxée pilotée à l'aide d'extensomètres précis. La courbe donnant la contrainte circonférentielle en fonction de la déformation plastique circonférentielle ( $\Sigma_{\theta\theta} - E_{\theta\theta}^p$ ) est reportée sur la figure 2.19. L'ensemble des valeurs de contrainte à 0.005% et 0.2% de déformation plastique sont données dans le tableau 2.3.

Les profils des diamètres extérieurs des éprouvettes C (seulement une moitié de l'éprouvette a été mesurée dans ce cas) et D, obtenus par ombroscopie laser avant et après essai mécanique sont représentés respectivement sur les figures 2.20 et 2.21. Ces profils mettent en évidence que les éprouvettes C et D sont déformées de façon homogène (suivant la circonférence) sur une partie importante du fût. Les déformations plastiques mesurées par ombroscopie laser correspondent à la déformation plastique mesurée sur les courbes contrainte - déformation. Dans le cas de l'éprouvette C, la déformation plastique mesurée dans la zone de déformation plastique



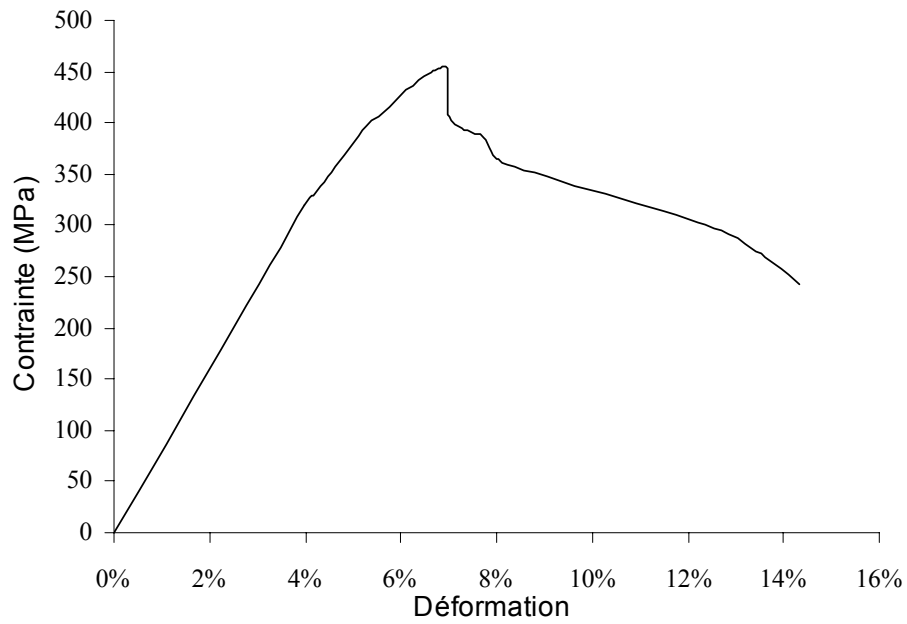


FIG. 2.12 – Courbe contrainte - déformation typique d'un essai de traction sens travers sur un alliage de Zr irradié, mené jusqu'à rupture à une température de 350°C (d'après Régnard (1998)).

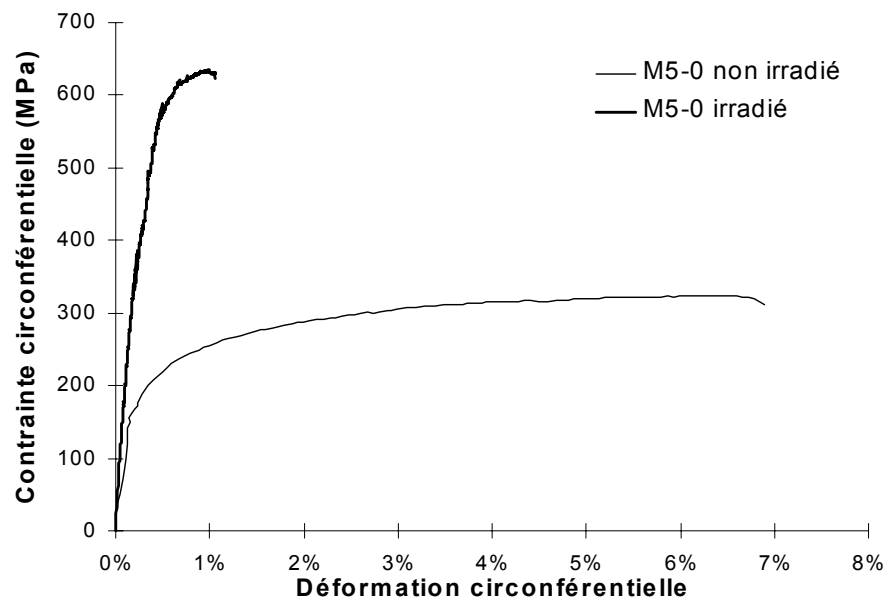


FIG. 2.13 – Essais d'éclatement à 350°C réalisés sur l'éprouvette C ainsi que sur une gaine en M5-0 non irradiée.

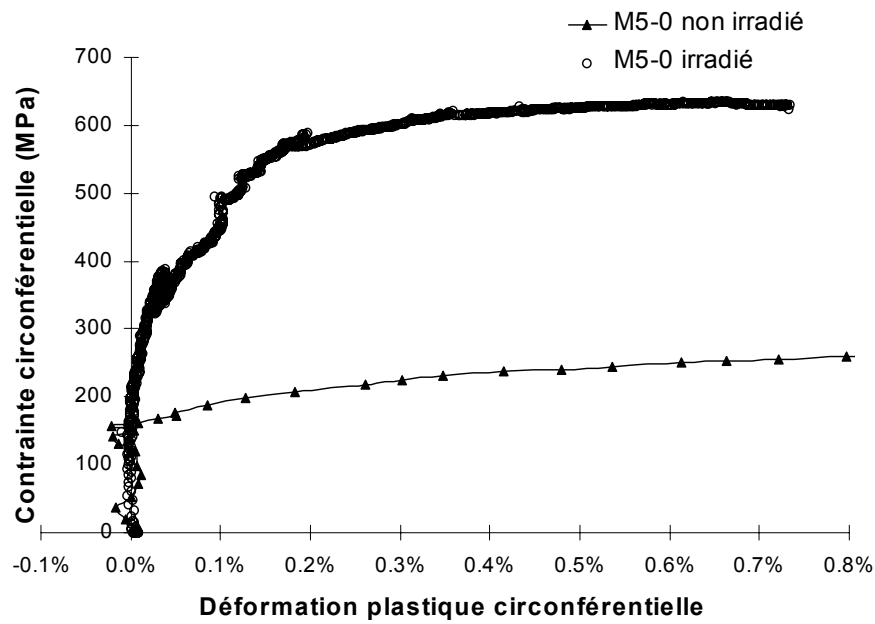


FIG. 2.14 – Essais d'éclatement à 350°C réalisés sur l'éprouvette C ainsi que sur une gaine en M5-0 non irradiée.

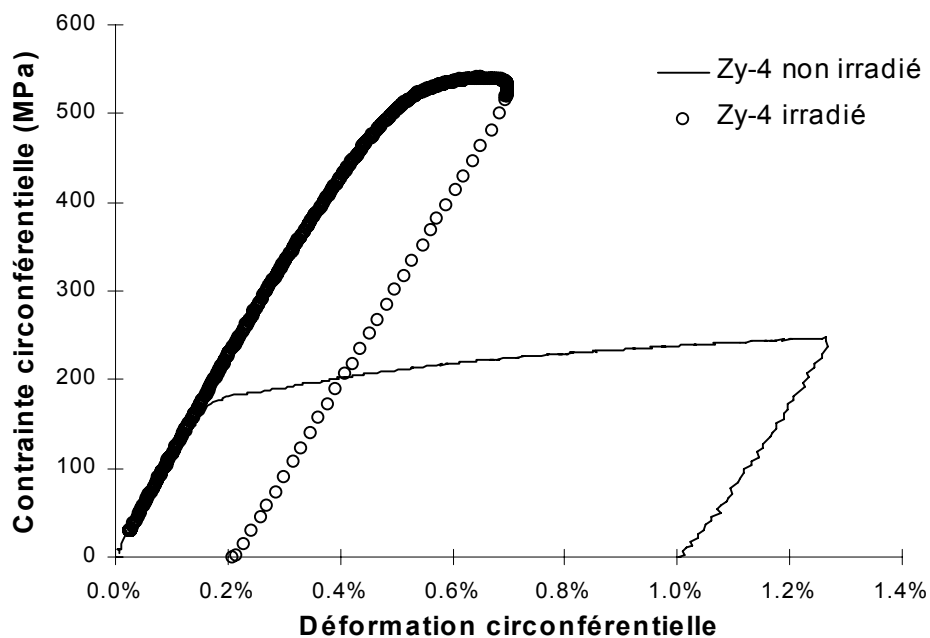


FIG. 2.15 – Essais d'écroutissage interrompu en pression interne réalisés à 350°C sur l'éprouvette D ainsi que sur une éprouvette non irradiée de Zy-4 recristallisé.

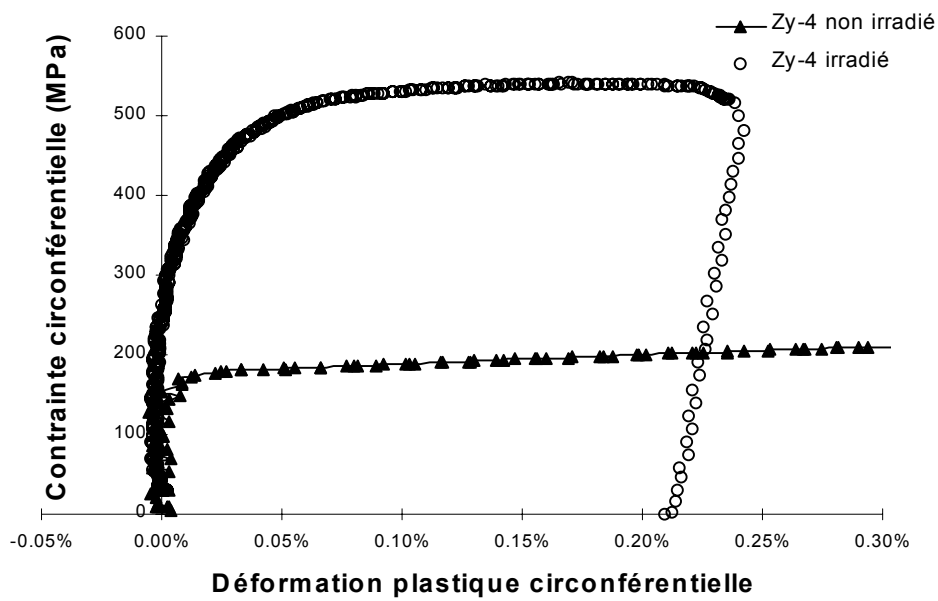


FIG. 2.16 – Essais de pression interne réalisés à 350°C sur des éprouvettes en Zy-4 recristallisé non irradié et irradié (éprouvette D).

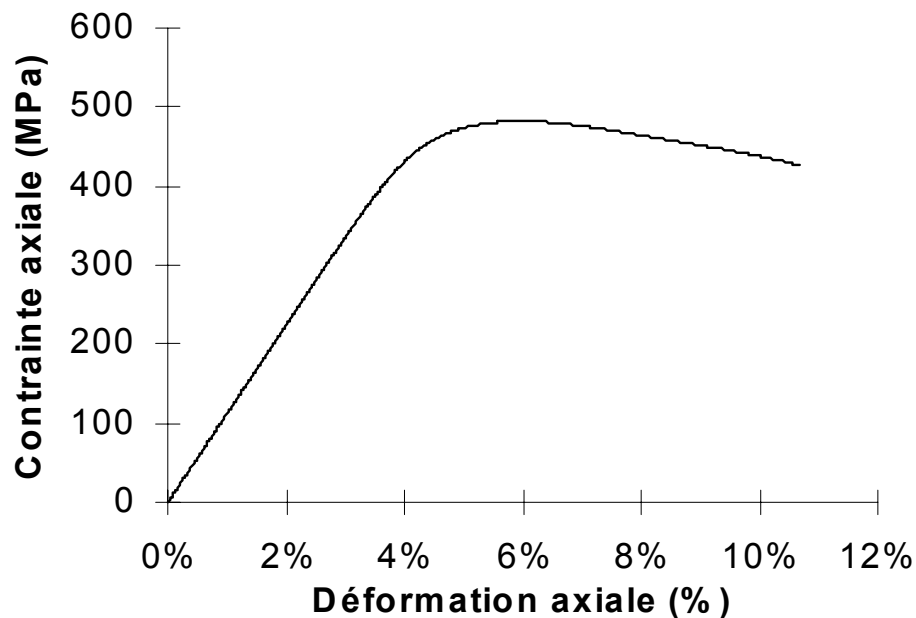


FIG. 2.17 – Essai de traction axiale réalisé à 350°C sur l'éprouvette E et conduit jusqu'à rupture.

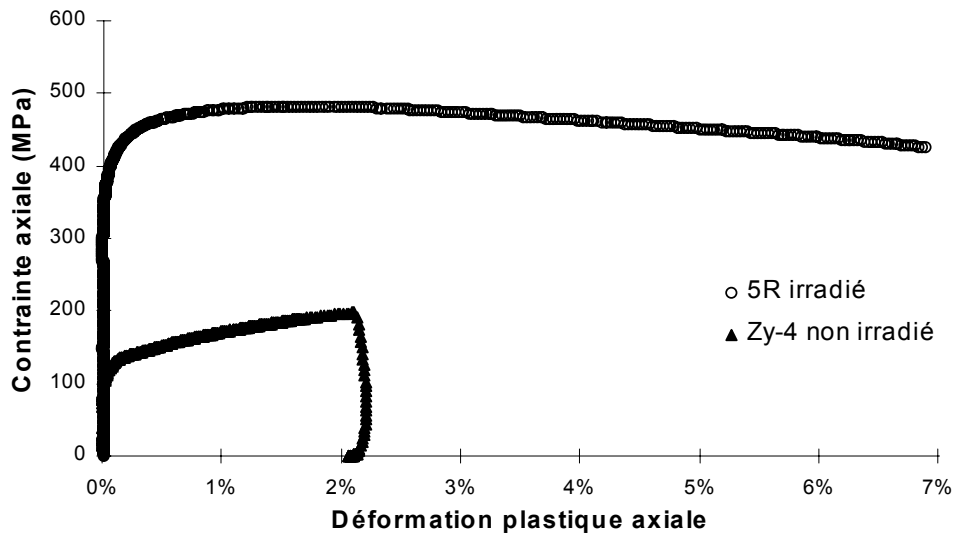


FIG. 2.18 – Essais de traction axiale réalisés à 350°C sur l'éprouvette E (M5-0) irradiée et sur une éprouvette en Zy-4 recristallisée non irradié.

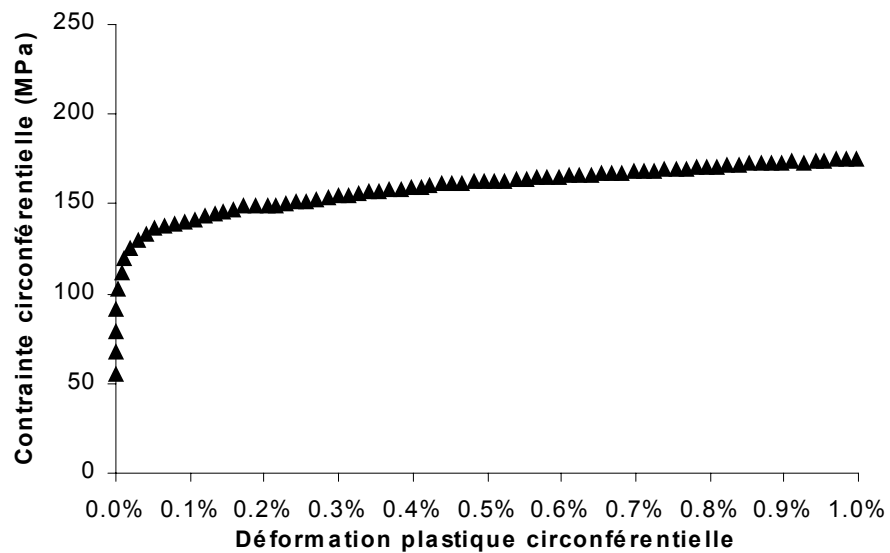


FIG. 2.19 – Essai de traction circonferentielle pure à 350°C sur Zy-4 recristallisé non irradié réalisé par Geyer (1999).

TAB. 2.3 – Contrainte d'écoulement pour 0.005% et 0.2% de déformation plastique pour les différents matériaux.

Essai	Eprouvette	Matériau	$\Sigma_{0.005\%}$	$\Sigma_{0.2\%}$
Traction sens travers	Non irradié	Zy-4	-	150 MPa
	A, irradié	Zy-4	-	420 MPa
	B, irradié	Zy-4	-	394 MPa
Pression interne	Non irradié	M5-0	150 MPa	210 MPa
	C, irradié	M5-0	220 MPa	575 MPa
Pression interne	Non irradié	Zy-4	150 MPa	200 MPa
	D, irradié	Zy-4	270 MPa	540 MPa
Traction axiale	Non irradié	Zy-4	100 MPa	140 MPa
	E, irradié	M5-0	350 MPa	440 MPa

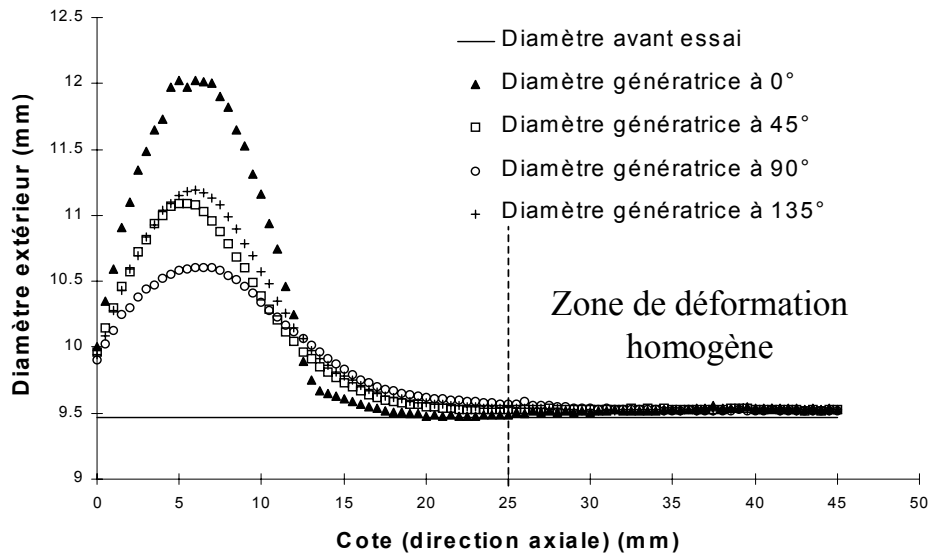


FIG. 2.20 – Demi-profil du diamètre extérieur de l'éprouvette C pour différentes génératrices.

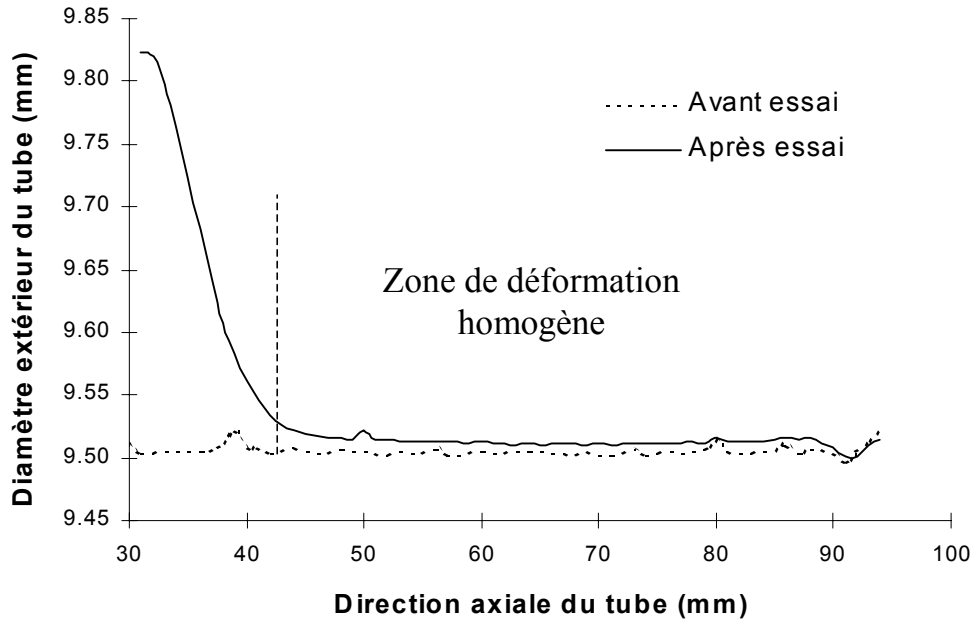


FIG. 2.21 – Profil du diamètre extérieur moyen de l'éprouvette D avant et après essai.

homogène est de  $E^p = 0.5\%$  conformément à la valeur de l'allongement réparti (déformation plastique à la contrainte maximum). Dans le cas de l'éprouvette D, celle-ci est de  $E^p = 0.2\%$  conformément à la valeur mesurée sur la courbe contrainte - déformation. En effet, puisque les extensomètres sont positionnés au centre de l'éprouvette, et puisque dans les deux cas, le gonflement ou l'éclatement n'est pas apparu au centre de l'éprouvette mais à proximité des extrémités des éprouvettes, la déformation mesurée par l'extensomètre correspond bien à la déformation de la zone déformée de façon homogène.

### 2.2.2.2 Observations MET

#### Microstructure observée après irradiation

Pour les cinq éprouvettes étudiées, la microstructure après irradiation se caractérise essentiellement par la présence d'une grande densité de petites boucles  $\langle a \rangle$  qui donnent un aspect "gris" au matériau irradié. Sur la figure 2.22 on vérifie que les boucles induites par l'irradiation sont bien des boucles  $\langle a \rangle$ , celles-ci étant invisibles lorsque le vecteur de diffraction est  $g = 0002$ . Afin d'estimer la taille des boucles, une zone très fine d'une lame mince prélevée dans l'éprouvette D a été étudiée (Fig. 2.23). On peut observer sur ce cliché de petites boucles alignées parallèlement au plan de base. Sur la gauche du cliché, on distingue un hydrure qui suit l'orientation du plan de base. Le diamètre moyen des boucles a été estimé à 8 nm.

Les observations en zones plus épaisses sont rendues particulièrement délicates par la grande densité de boucles dont les contrastes se superposent, conduisant, comme l'illustre le cliché 2.24 de la microstructure de l'éprouvette A, à un contraste global ne permettant pas de résoudre individuellement les boucles. De surcroît, les boucles étant parfaites, il n'est pas possible d'imager

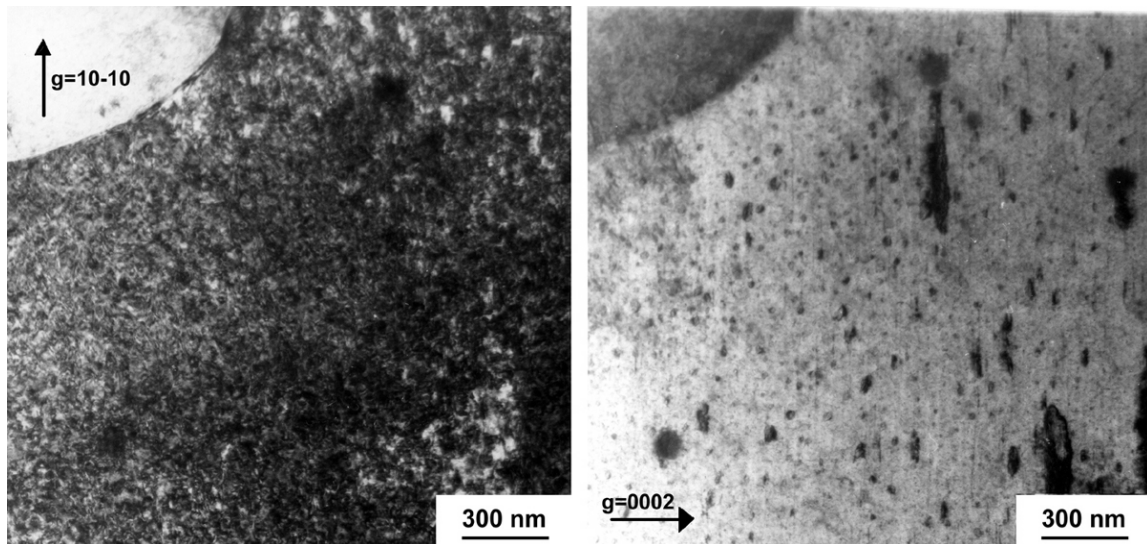


FIG. 2.22 – Microstructure d'irradiation observée en condition de deux ondes, pour deux vecteurs de diffraction différents :  $g=10\bar{1}0$  et  $g=0002$ . Dans ce dernier cas les boucles  $\langle a \rangle$  ne sont plus visibles.

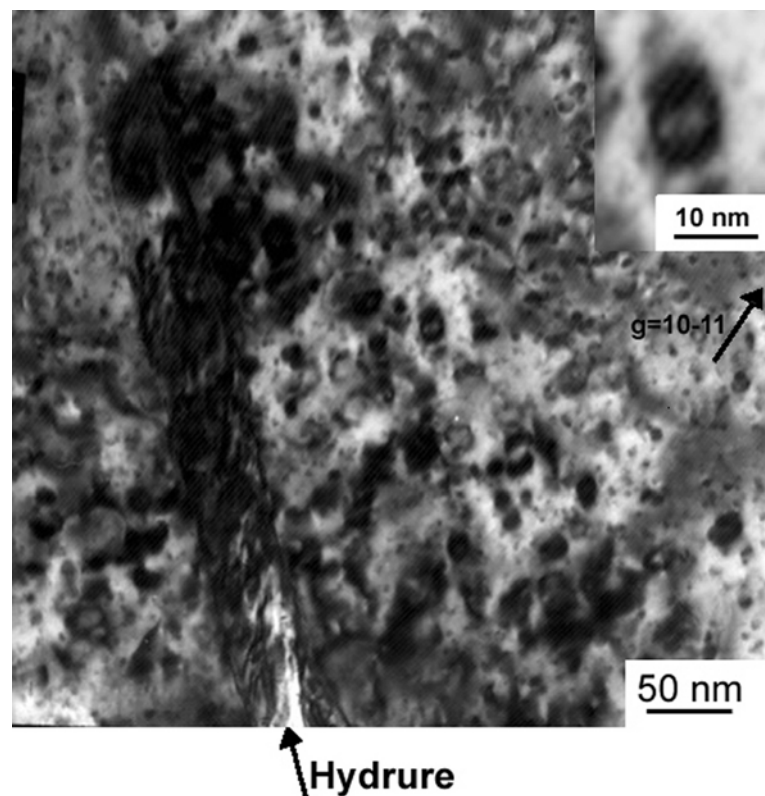


FIG. 2.23 – Boucles créées par l'irradiation observées (en condition de deux ondes  $g=10\bar{1}0$ ) dans une zone très fine d'une lame mince prélevée dans l'éprouvette D.

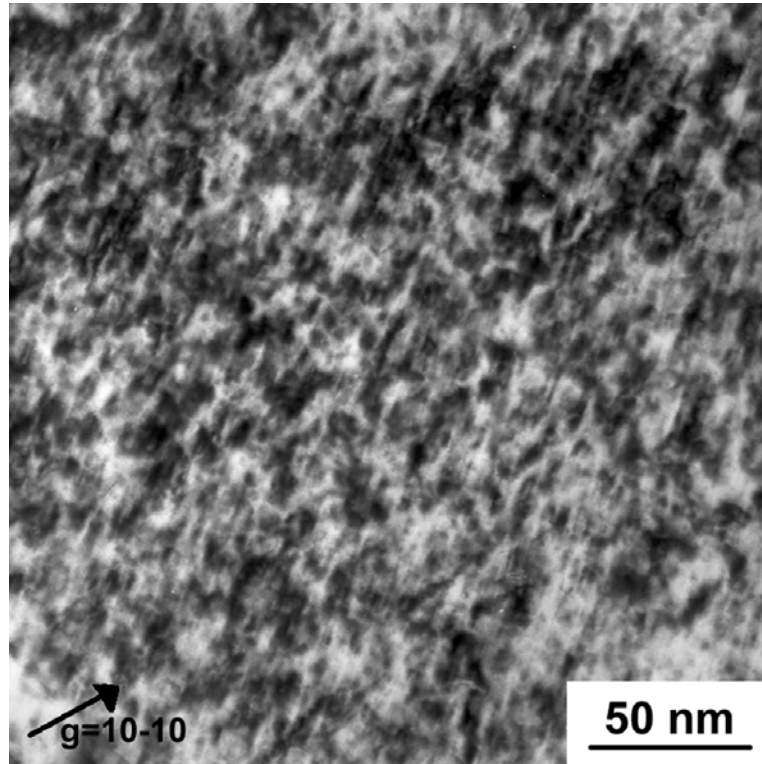


FIG. 2.24 – Boucles d’irradiation observées (en condition de deux ondes,  $g=10\bar{1}0$ ) dans une zone d’épaisseur standard ( $\sim 200$  nm) d’une lame mince prélevée dans l’éprouvette A.

les fautes d’empilement comme, par exemple, dans le cas des aciers austénitiques. En conséquence, une détermination précise et statistique de la densité de boucles étant délicate à mettre en œuvre par MET dans le cas des alliages de zirconium, cette détermination n’a pas été réalisée dans le cadre de notre étude. Nous nous sommes donc basés sur les données de la littérature pour estimer l’ordre de grandeur de la densité de boucles. En effet, d’après Northwood (1977), la densité de boucles  $\langle a \rangle$  sature à une valeur de l’ordre  $N = 2$  à  $5 \times 10^{22} \text{ m}^{-3}$  pour des doses de  $1$  à  $5 \times 10^{24} \text{ n/m}^2$ . Dans notre cas, tous les matériaux étudiés présentent donc une microstructure saturée en boucles  $\langle a \rangle$ , avec une densité de l’ordre de  $N = 2$  à  $5 \times 10^{22} \text{ m}^{-3}$ .

Dans le cas des éprouvettes fortement irradiées (éprouvettes C et E) nous avons pu mettre en évidence des boucles à composante  $\langle c \rangle$  (Fig. 2.25). Ces observations sont en accord avec les résultats de la littérature (Lemaignan, 1994) où il est indiqué que celle-ci apparaissent dès une dose de  $3 \times 10^{25} \text{ n/m}^2$  à cette température. Le cliché 2.24 met également en évidence la difficulté à visualiser l’éventuelle présence de lignes de dislocations. En effet, les boucles d’irradiation ayant le même vecteur de Burgers que les dislocations  $\langle a \rangle$ , il n’est pas possible de dissocier les contrastes créés par ces différents défauts.

Les dislocations n’étant pas visualisables, même après déformation, c’est la manifestation de leur glissement, par l’intermédiaire du balayage des boucles et de l’apparition des canaux, qui a été caractérisée lors de cette étude. Il faut cependant noter qu’il est possible qu’une part de l’activité plastique ne donne pas lieu au balayage des défauts d’irradiation et donc n’entraîne pas la création de canaux. Cette part d’activité plastique ne pourra donc être caractérisée



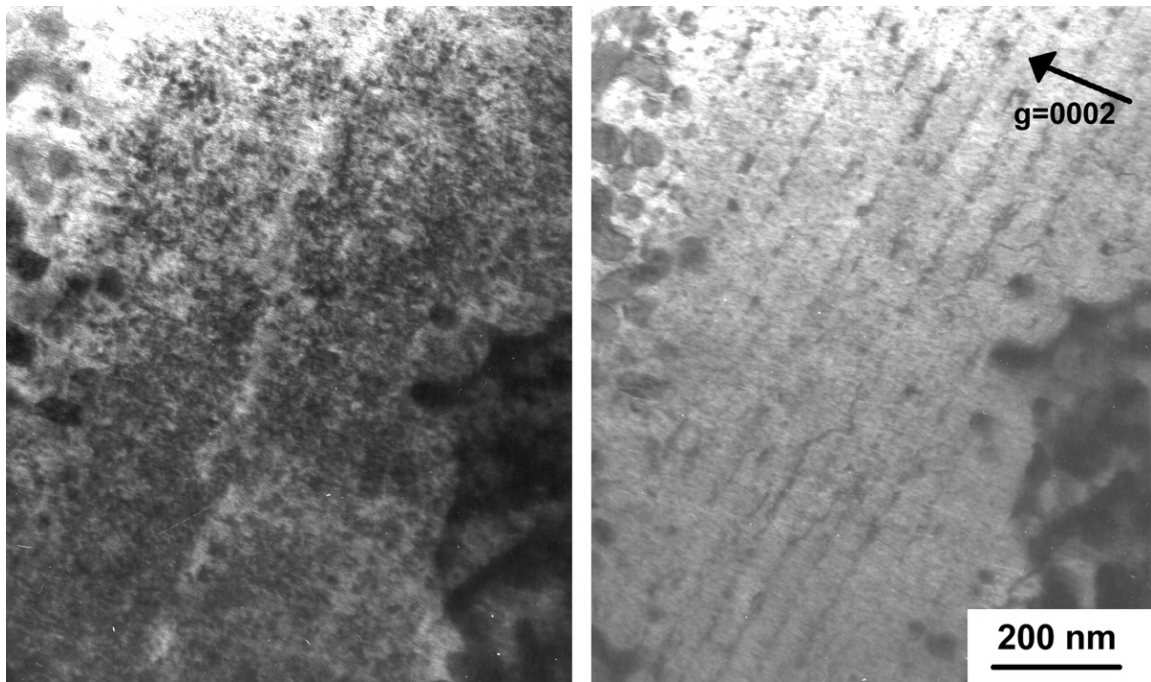


FIG. 2.25 – Boucles de dislocations à composante  $\langle c \rangle$ , observées sur la tranche en condition de deux ondes ( $g=0002$ ) dans l'éprouvette C. On note également la présence d'un canal basal qui semble interagir avec une boucle  $\langle c \rangle$ .

par cette technique expérimentale. Néanmoins, comme il sera discuté plus loin, cette part de l'activité plastique est vraisemblablement faible.

### Eprouvettes déformées en traction sens travers (A,B)

La lame mince prélevée dans l'éprouvette A a révélé la présence d'un grand nombre de canaux dans lesquels les défauts d'irradiation ont été balayés (Fig. 2.28). Dans cette lame, 52 grains ont été étudiés dans différentes zones choisies au hasard. En appliquant la méthode évoquée précédemment, il a été montré que 21 grains sur 52 contiennent des canaux correspondant aux plans de base. Aucun autre type de canal n'a été mis en évidence.

Le nombre de canaux par grain ainsi que la largeur moyenne des canaux ont été estimés de façon approchée. Ces données sont représentées sous la forme d'histogrammes (Fig. 2.26, 2.27). Il faut noter que les critères de visibilité des canaux sont relativement subjectifs, le nombre de canaux présents dans chaque grain est donc entaché d'une certaine incertitude qui est traduite sur les intervalles choisis pour les histogrammes.

Il a ainsi été déterminé que, pour ce type de chargement et ce niveau de déformation plastique ( $E^p = 0.4\%$ ), chaque grain contient en moyenne trois canaux, la largeur des canaux étant toujours inférieure à 100 nm et en moyenne de l'ordre de 60 nm ( $\pm 10$  nm).

Une vue générale d'une des plages de grains étudiés dans la lame mince prélevée dans l'éprouvette A est présentée sur les figures 2.29 et 2.30. L'ensemble des grains étudiés est représenté sous forme de figures de pôles (0002) en indiquant les grains comportant des canaux

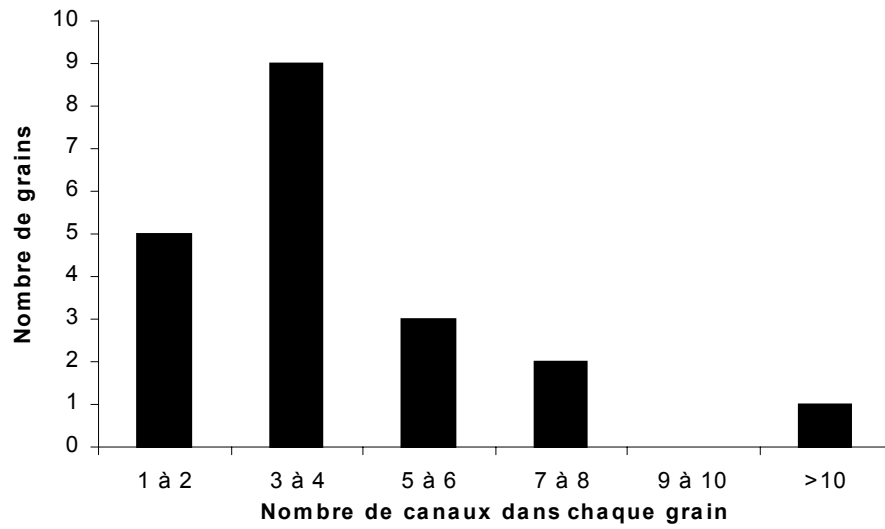


FIG. 2.26 – *Distribution du nombre de canaux par grain (épreuve A).*

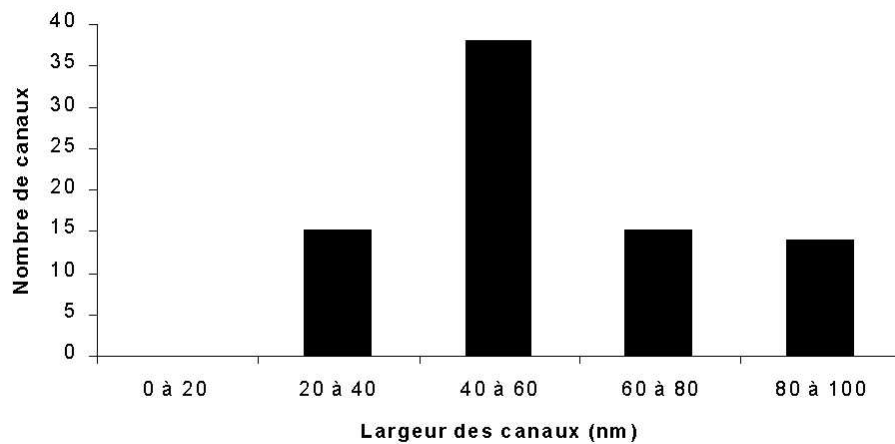


FIG. 2.27 – *Distribution de la largeur des canaux observés (épreuve A).*

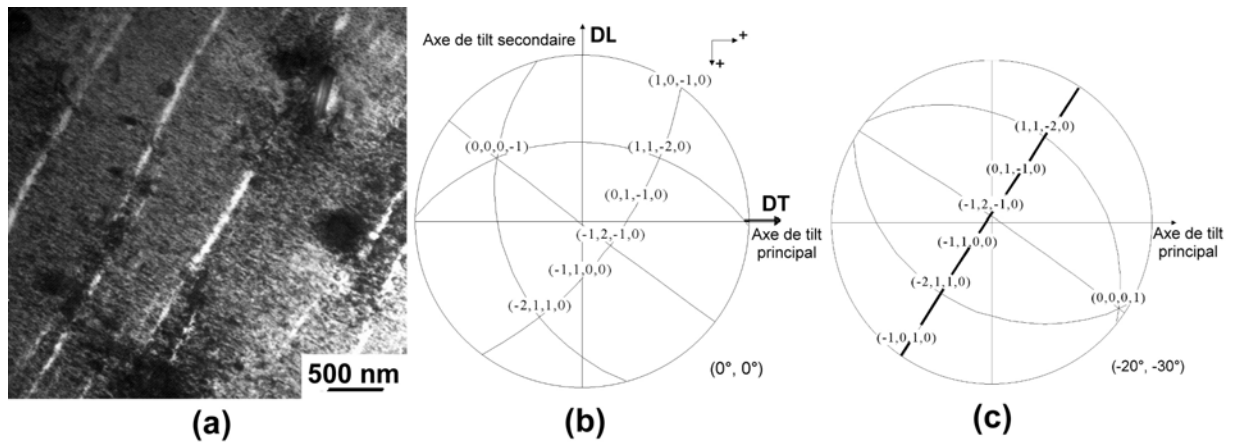


FIG. 2.28 – (a) Cliché MET d'un grain de l'éprouvette A contenant des canaux basaux, (b) projection stéréographique du grain à tilts nuls, (c) projection stéréographique du grain correspondant à l'orientation du cliché.



FIG. 2.29 – Une des plages de grains étudiés dans l'éprouvette A.

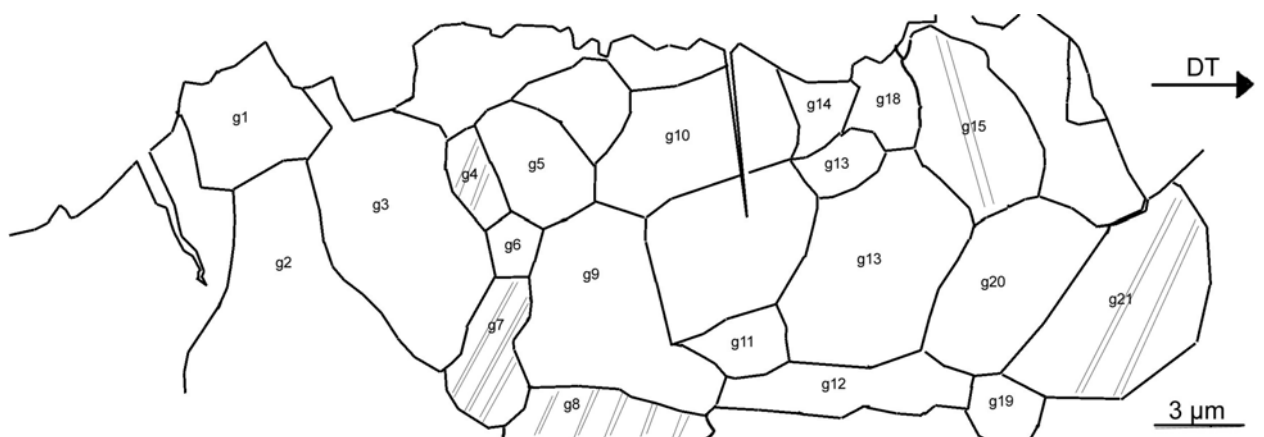


FIG. 2.30 – Contours des grains d'une des plages étudiées dans l'éprouvette A. Les canaux sont indiqués en pointillés.

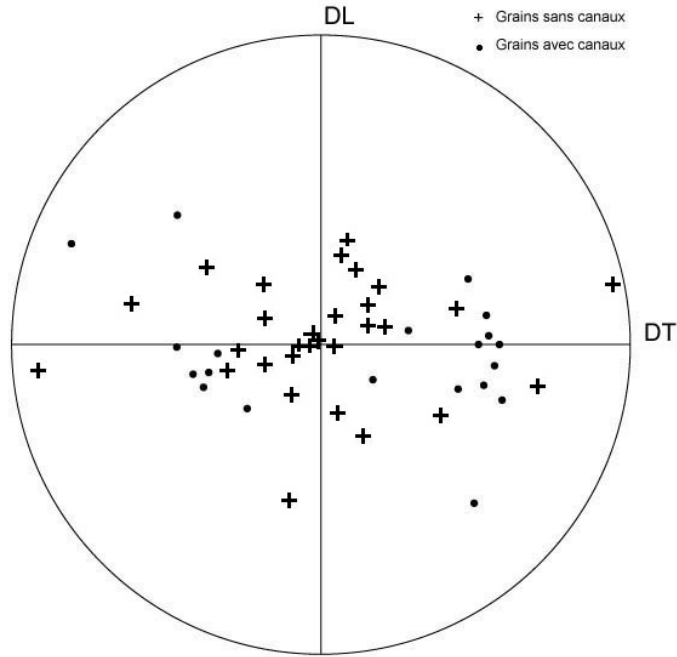


FIG. 2.31 – Figure de pôle  $(0002)$  des 52 grains étudiés dans l'éprouvette A.

B (ronds) et les grains sans canal (croix) (Fig. 2.31). Cette figure démontre, d'une part, que la collection de grains étudiée est représentative de la texture du matériau. D'autre part, on note que les grains dont l'axe  $\langle c \rangle$  est proche de la normale à la tôle ne contiennent pas de canaux B. Les grains comportant des canaux B présentent un axe  $\langle c \rangle$  autour de  $45^\circ$  de la direction de traction (DT).

Dans le cas de l'éprouvette B, usinée dans l'épaisseur de la tôle, dans le plan DT-DN, deux lames minces ont été prélevées dans la longueur utile, mais loin de la zone de striction. D'après la courbe contrainte-déformation, l'allongement uniforme est de 0.36%. Les deux lames minces présentent un grand nombre de canaux comme dans le cas de l'éprouvette A. Il a été déterminé que, sur 29 grains étudiés, 17 contiennent des canaux basaux. Là encore, aucun autre type de canal n'a été observé. Il a aussi été déterminé qu'en moyenne les grains contiennent cinq canaux et que la largeur des canaux est systématiquement comprise entre 50 et 100 nm ( $\pm 40$  nm) (Fig. 2.32, 2.33). Une figure de pôles  $\{0002\}$  des grains étudiés de l'éprouvette B, représentée dans le plan d'observation DT-DN, est donnée sur la figure 2.35. On note que les grains dont l'axe  $\langle c \rangle$  est proche du plan DN-DL ne contiennent pas de canaux B. En revanche, ceux dont l'axe  $\langle c \rangle$  est proche de  $45^\circ$  de la direction de traction DT, contiennent des canaux B.

Du fait de la forte texture du matériau, ce type d'éprouvette est particulièrement adapté à l'étude de la canalisation basale. En effet, puisque l'éprouvette a été prélevée dans le plan DT-DN, les axes  $\langle c \rangle$  de la majorité des grains sont contenus dans le plan des lames minces prélevées dans cette éprouvette. En conséquence, à tilt nul ( $0^\circ$ ,  $0^\circ$ ), les canaux basaux sont dans de bonnes conditions de visualisation. Ceci permet de valider les résultats obtenus pour

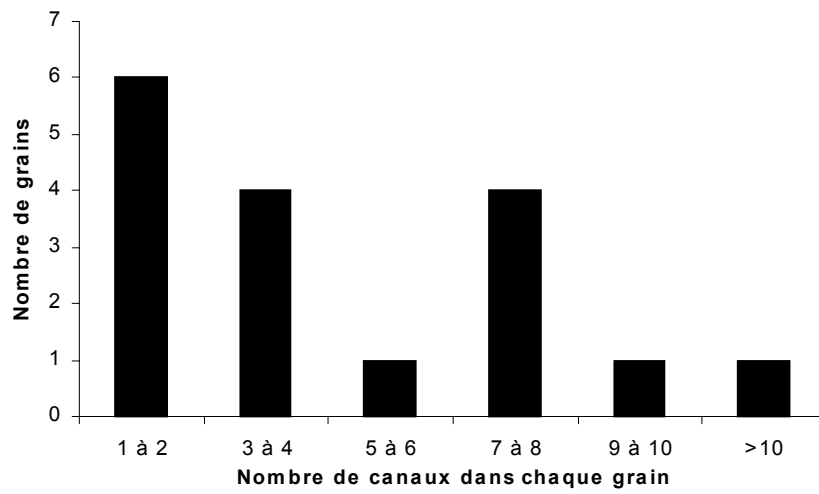


FIG. 2.32 – *Distribution du nombre de canaux par grain (éprouvette B).*

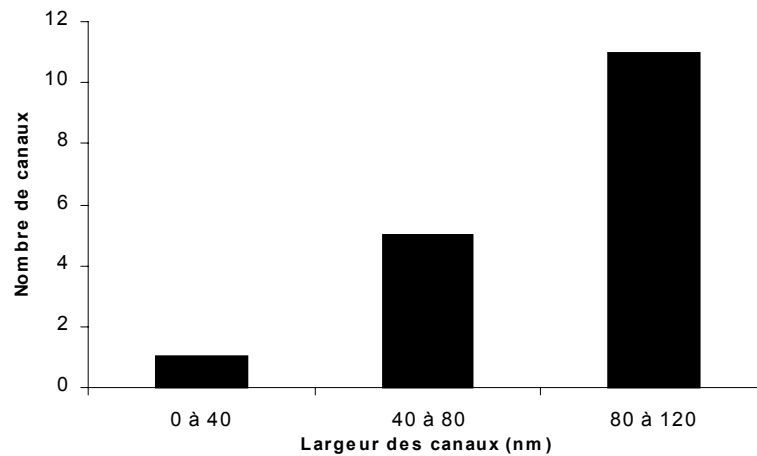


FIG. 2.33 – *Distribution de la largeur des canaux observés (éprouvette A).*

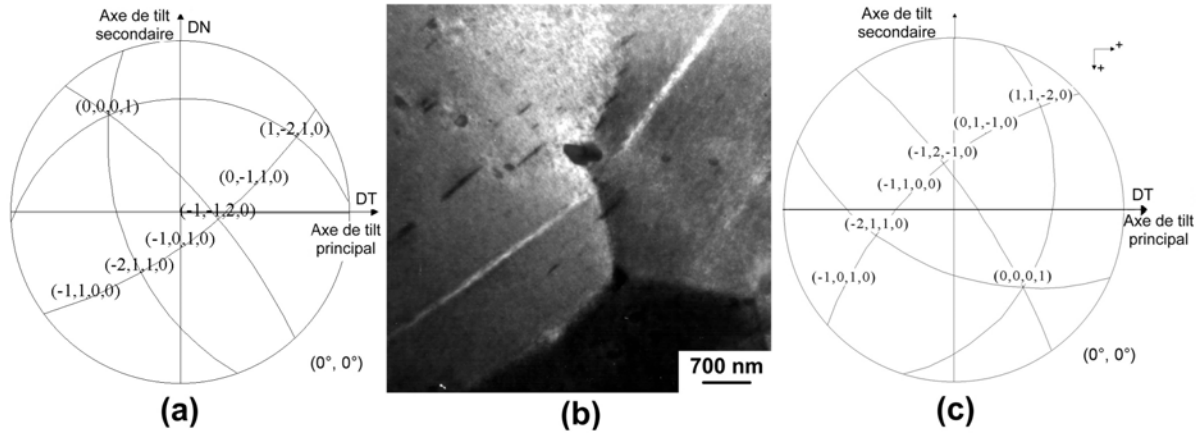


FIG. 2.34 – (a) Projection stéréographique du grain de gauche à tilts nuls, (b) canaux basaux se propageant de grain en grain dans l'éprouvette B, (c) projection stéréographique du grain de droite à tilts nuls.

les autres types d'éprouvettes concernant la proportion de grains contenant des canaux dans le plan de base.

Ce type de prélèvement a également permis de mettre en évidence que les canaux se propagent de grain en grain comme illustré sur le cliché 2.34. Ainsi, pour 11 grains sur 17 nous avons pu observer des canaux liés aux canaux du grain adjacent. En revanche, dans le cas des autres éprouvettes (A, C et D) nous n'avons pu observer que deux grains dont les canaux se connectent sur un total de 64 grains étudiés contenant des canaux dans les plans de base.

### Eprouvettes déformées en pression interne (C,D)

Dans le cas de l'éprouvette C, deux lames minces ont été prélevées dans la zone de déformation plastique homogène ( $E_{\theta\theta}^p = 0.5\%$  d'après la mesure par ombroscopie laser). Les deux lames minces étudiées présentent des microstructures semblables. Il a été déterminé que 28 grains sur 47 contiennent des canaux basaux. Les figures 2.40 et 2.41 représentent la distribution du nombre de grains en fonction du nombre de canaux dans chacun de ces grains ainsi que la distribution de largeur des canaux. Il a été estimé qu'en moyenne chaque grain contient de l'ordre de quatre canaux et que la largeur des canaux est systématiquement inférieure à 100 nm et en moyenne de l'ordre de 40 nm ( $\pm 20$  nm). Les figures 2.37, 2.38 montrent une des plages de grains étudiée de l'éprouvette C, les traits en grisés sur la figure 2.38 indiquent schématiquement les canaux.

On peut constater sur la figure 2.38 que les traces des canaux observés présentent en moyenne la même orientation. En effet, compte tenu de la texture du matériau et du mode de prélèvement des lames minces dans la gaine, les traces des plans de base sur la lame sont parallèles à la direction axiale ( $z$ ) du tube. Un cliché MET de canaux observés dans l'éprouvette C est présenté sur la figure 2.36. Nous avons également représenté sur une figure de pôles (0002) (Fig. 2.39) l'ensemble des grains observés en distinguant si ceux-ci comportent ou non

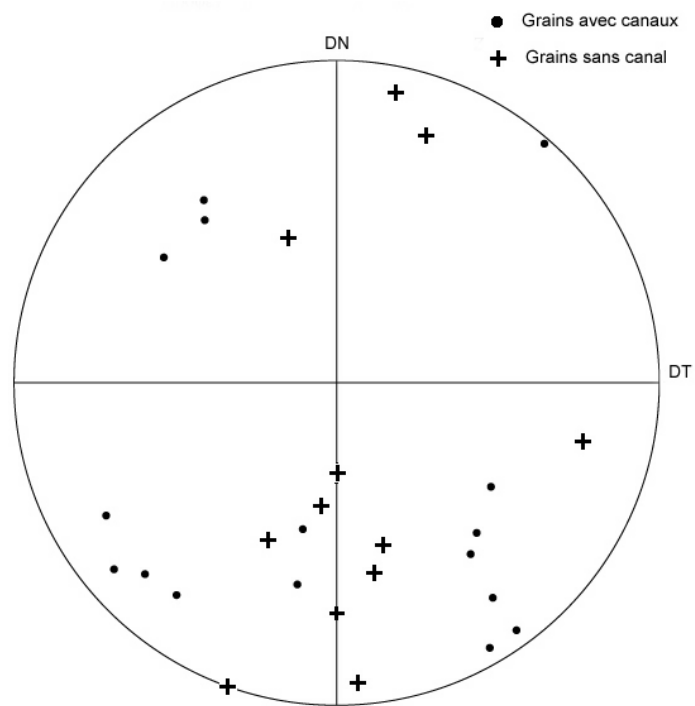


FIG. 2.35 – Figure de pôle (0002) des grains étudiés dans l'éprouvette B. La figure de pôle est donnée dans le plan d'observation DT-DN.

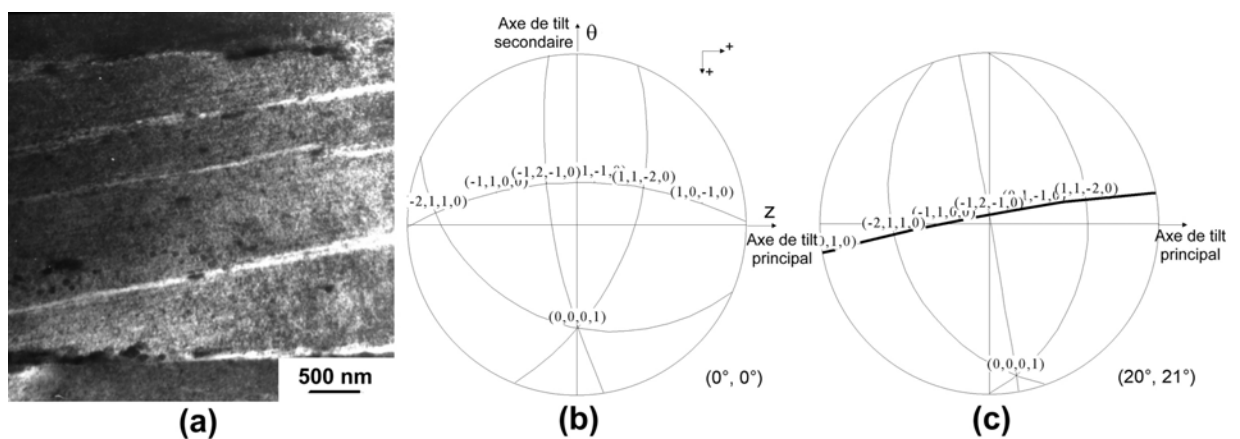


FIG. 2.36 – (a) Canaux basaux dans l'éprouvette C, (b) projection stéréographique du grain à tilts nuls, (c) projection stéréographique du grain correspondant à l'orientation du cliché.

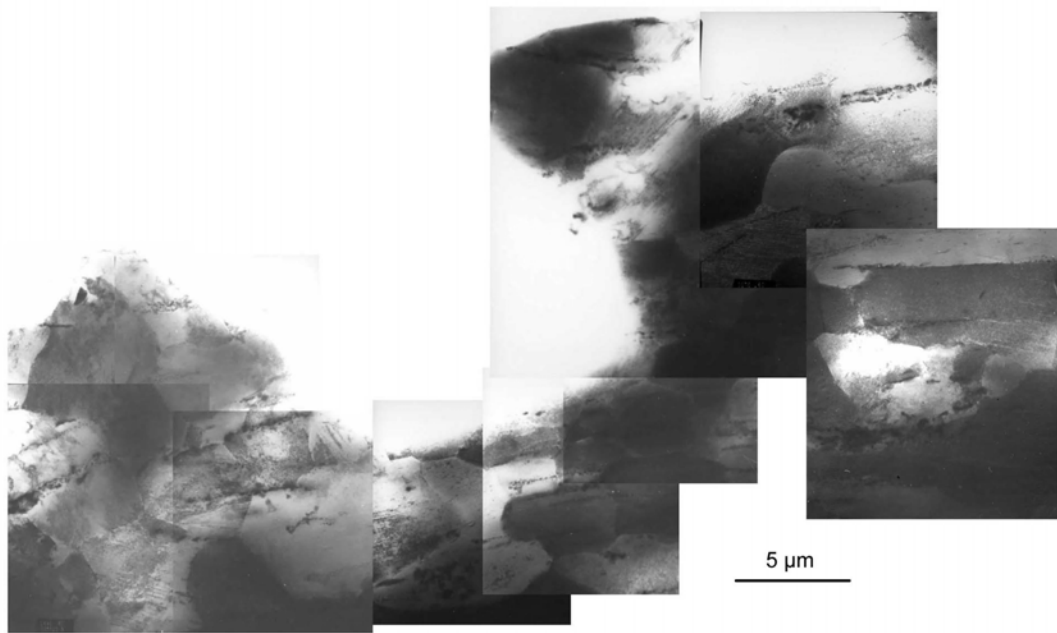


FIG. 2.37 – Une des plages de grains étudiés dans l'éprouvette C.

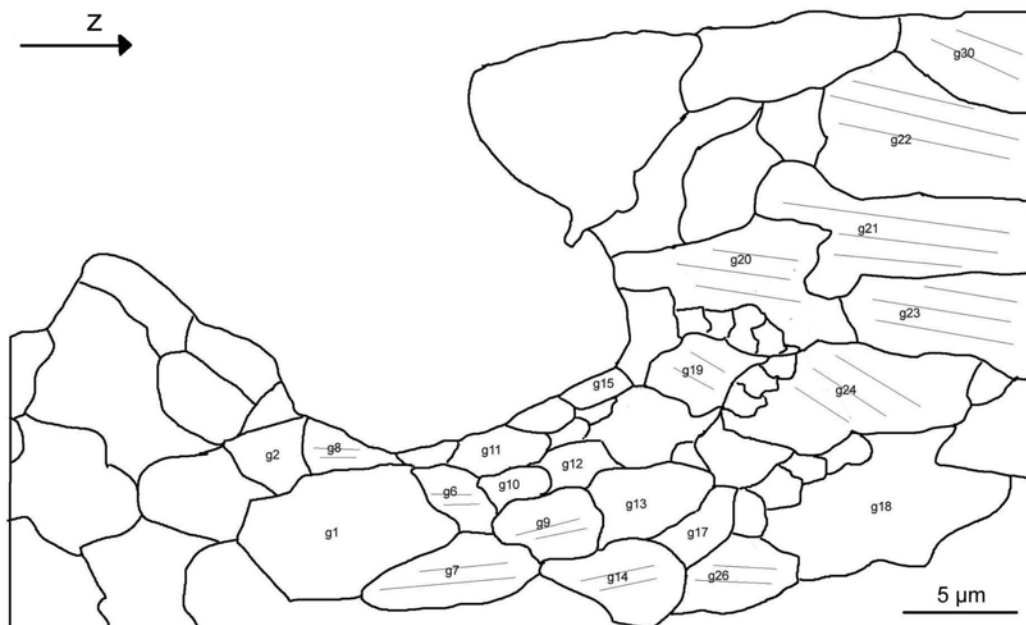


FIG. 2.38 – Contours des grains d'une des plages étudiée dans l'éprouvette C. Les canaux sont indiqués en pointillés.



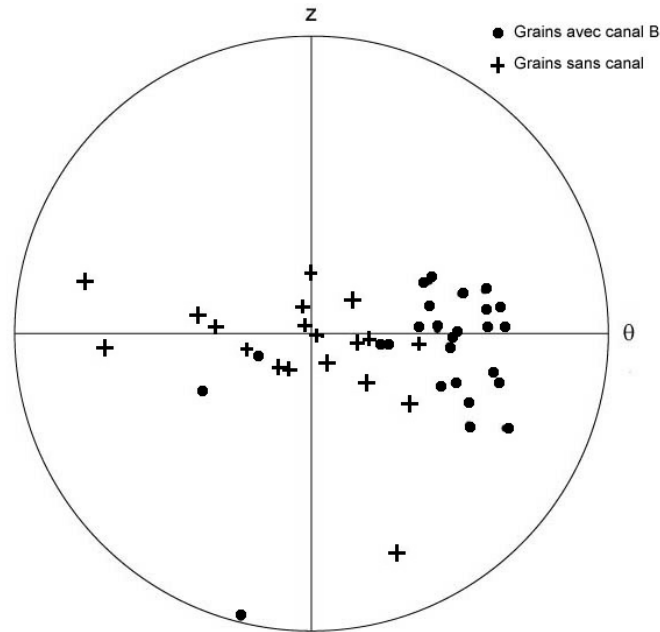


FIG. 2.39 – Figure de pôle (0002) des 46 grains étudiés dans l'éprouvette C.

des canaux. On peut d'une part constater que les grains étudiés sont représentatifs de la texture du matériau et que d'autre part les grains dont l'axe  $\langle c \rangle$  est proche de la direction radiale ne contiennent pas de canal B, ceux comportant des canaux B ayant un axe  $\langle c \rangle$  autour de  $45^\circ$  de la direction radiale.

Dans le cas de l'éprouvette D, trois lames minces ont été prélevées dans la zone de déformation plastique homogène ( $E_{\theta\theta}^p = 0.2\%$  d'après la mesure par ombroscopie laser). Sur 33 grains étudiés, il a été déterminé que 15 grains contiennent des canaux basaux (Fig. 2.43). Là encore aucun autre type de canal n'a été observé. L'ensemble des grains étudiés est représenté sous forme de figure de pôles  $\{0002\}$  (Fig. 2.42). On peut également noter que les grains dont l'axe  $\langle c \rangle$  est proche de la direction radiale ne contiennent pas de canaux B. Il a été déterminé qu'en moyenne les grains contiennent deux à trois canaux et que la largeur des canaux est toujours inférieure à 80 nm et en moyenne de l'ordre de 40 nm ( $\pm 20$  nm). Des histogrammes de nombre de canaux par grain et de largeur des canaux sont présentés sur les figures 2.44 et 2.45.

### Eprouvette déformée en traction axiale (E)

Deux lames minces ont été prélevées dans la longueur utile de l'éprouvette E mais suffisamment loin de la zone de striction. Sur ces deux lames minces, il a pu être observé de nombreux grains contenant des canaux prismatiques et pyramidaux. Nous avons ainsi déterminé que sur 41 grains étudiés, 20 contiennent des canaux prismatiques et pyramidaux. Aucun canal basal n'a été observé. Il a été constaté que les canaux prismatiques et pyramidaux sont particulièrement difficiles à visualiser. Ceux-ci ne sont correctement observés que lorsque le plan de canalisation contient rigoureusement le faisceau d'électrons. Cependant, même dans ces bonnes conditions,

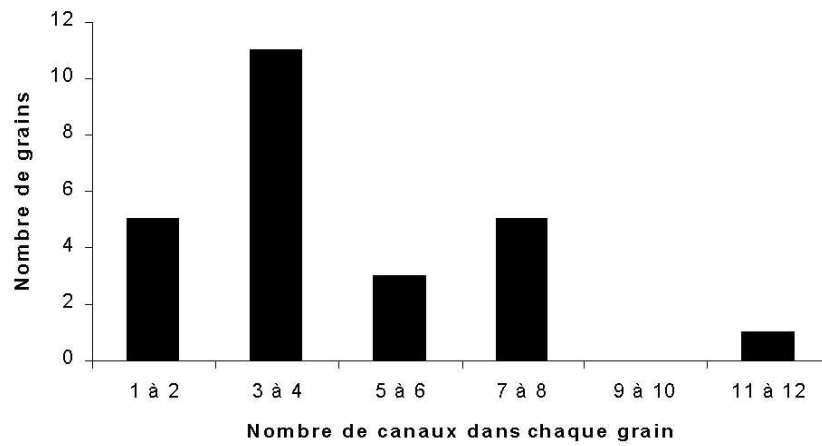


FIG. 2.40 – *Distribution du nombre de canaux par grain (épreuve C).*

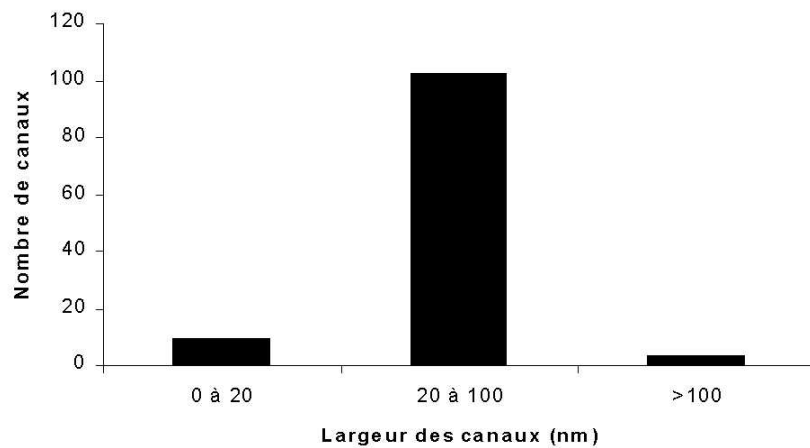


FIG. 2.41 – *Distribution de la largeur des canaux observés (épreuve C).*

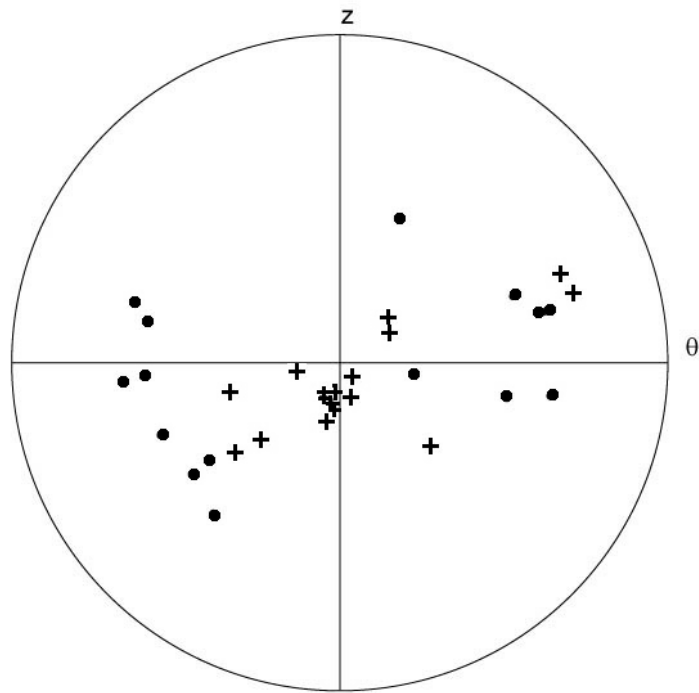


FIG. 2.42 – Figure de pôles (0002) des grains présentant des canaux (ronds) et des grains ne présentant pas de canal (croix) observés dans l'éprouvette D.

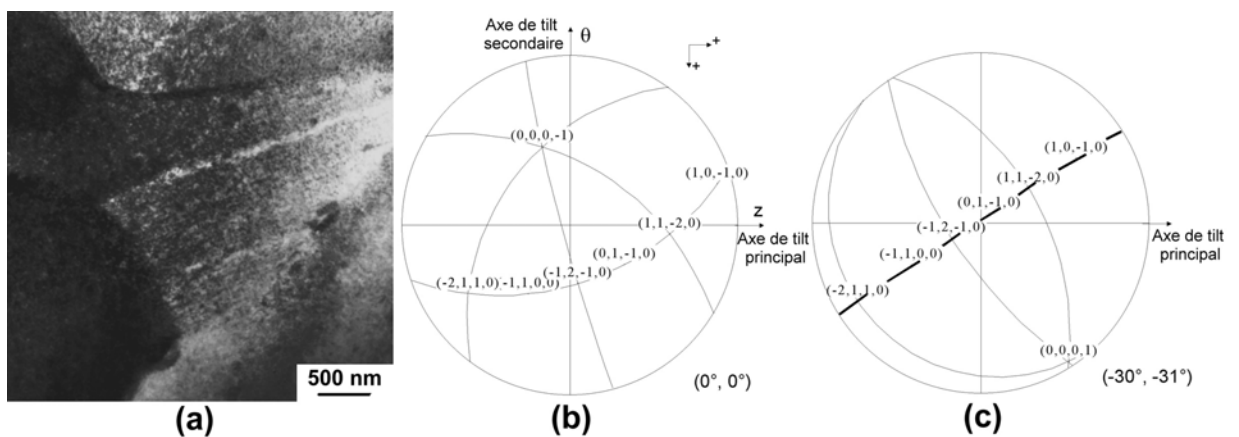


FIG. 2.43 – (a) Canaux basaux observés dans l'éprouvette D, (b) projection stéréographique du grain à tilts nuls, (c) projection stéréographique correspondant à l'orientation du cliché.

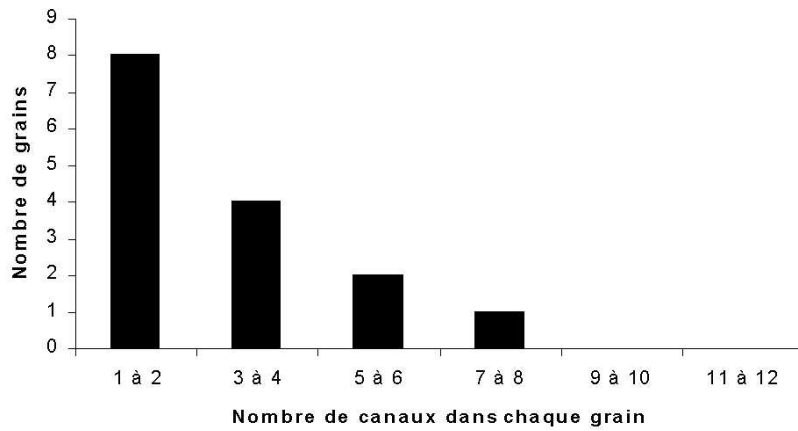


FIG. 2.44 – *Histogramme représentant le nombre de grains en fonction du nombre de canaux par grain pour l'éprouvette D.*

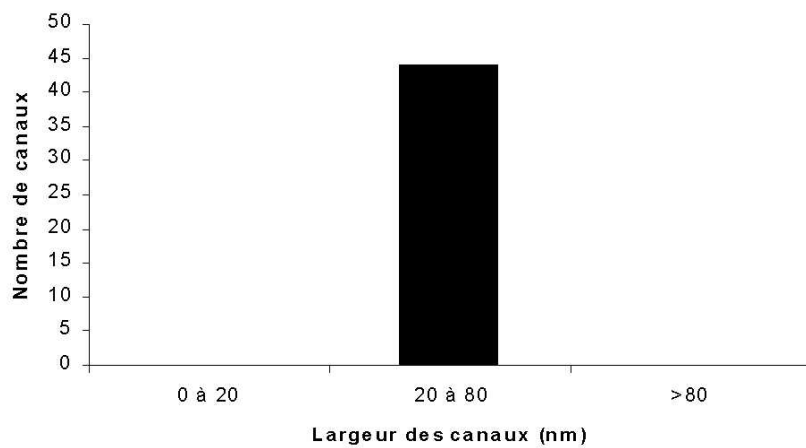


FIG. 2.45 – *Histogramme représentant le nombre de canaux en fonction de leur largeur (éprouvette D).*

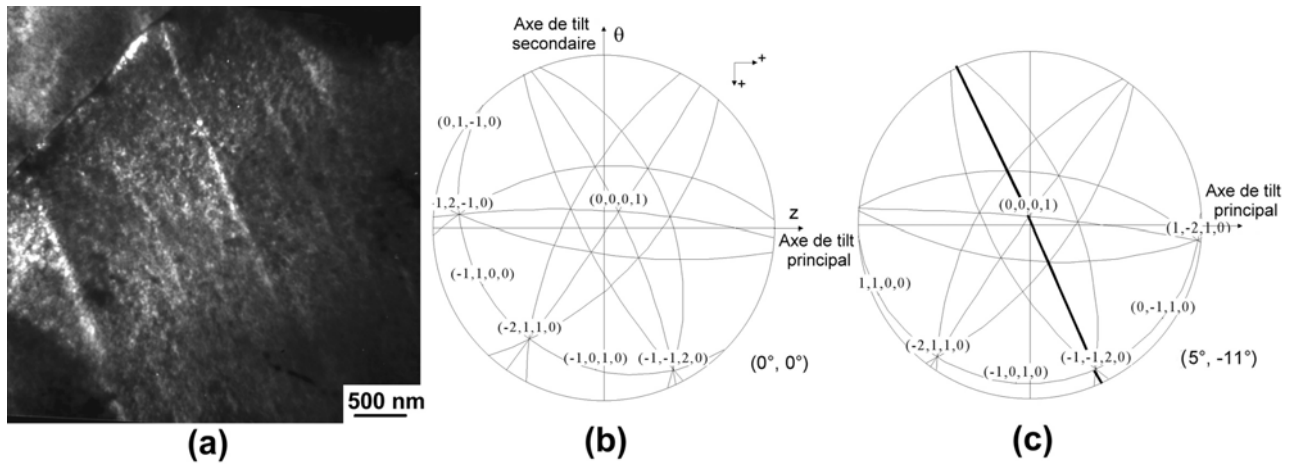


FIG. 2.46 – (a) Canaux prismatiques dans l'éprouvette E, (b) projection stéréographique du grain à tilts nuls, (c) projection stéréographique du grain correspondant à l'orientation du cliché.

ces canaux ne sont pas aussi nets que les canaux basaux, suggérant ainsi que les défauts d'irradiation n'ont pas été entièrement annihilés. De plus, puisque les plans prismatiques et les plans pyramidaux sont proches, il n'est pas toujours possible d'identifier sans ambiguïté le plan de canalisation. Nous avons tout de même pu estimer que 14 grains sur 41 contiennent des canaux prismatiques et que 4 grains sur 41 contiennent des canaux pyramidaux. Dans deux cas il n'a pas été possible de trancher entre ces deux types de plan. Il a d'autre part été estimé que, pour cette éprouvette, les grains contiennent en moyenne 5 canaux et que leur largeur est de l'ordre de 50 nm (Fig. 2.49 et 2.50), ceux-ci étant par ailleurs mal définis. Des canaux pyramidaux sont présentés sur le cliché MET 2.47 et des canaux prismatiques sont présentés sur le cliché 2.46. L'ensemble des grains étudiés est représenté sous forme de figure de pôles (0002) en indiquant les grains comportant des canaux et les grains sans canal (Fig. 2.48). Les résultats de l'ensemble de cette étude sont synthétisés dans le tableau 2.4.

TAB. 2.4 – Résultats des observations MET pour les différentes éprouvettes.

Eprouvette	$E^P$	Grains étudiés	Grains avec des canaux	Plan de canalisation	Nombre moyen de canaux par grain	Largeur moyenne	Largeur maximale
A	0.4%	52	21	B	$3 \pm 1$	$60 \pm 10$ nm	100 nm
B	0.36%	29	17	B	$5 \pm 1$	$80 \pm 40$ nm	100 nm
C	0.5%	47	28	B	$4 \pm 1$	$40 \pm 20$ nm	100 nm
D	0.2%	33	15	B	$3 \pm 1$	$40 \pm 20$ nm	80 nm
E	1.6%	41	20	P et $\pi 1$	$5 \pm 1$	$40 \pm 20$ nm	50 nm

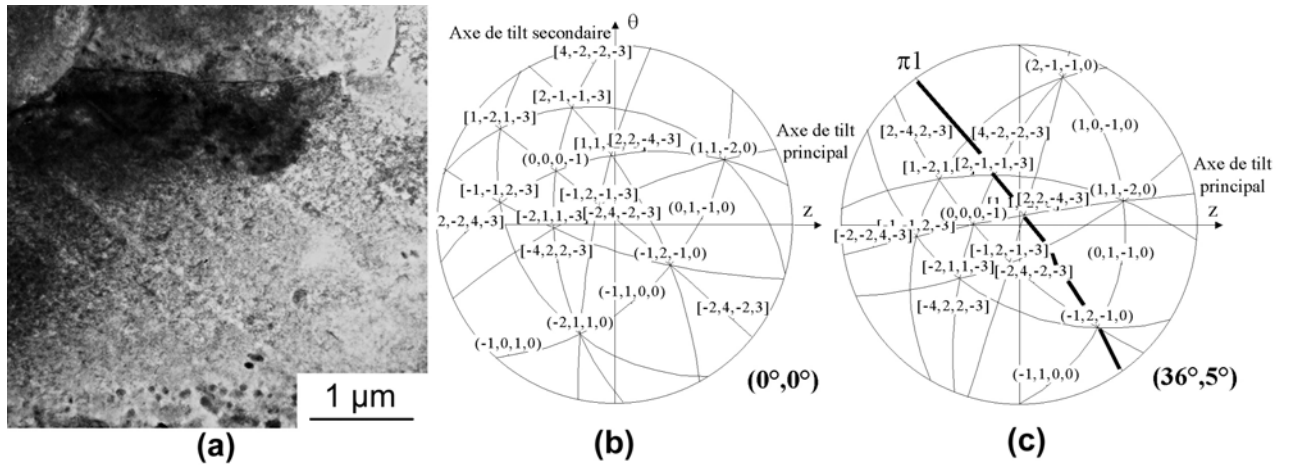


FIG. 2.47 – (a) Cliché MET de canaux pyramidaux observés dans l'éprouvette E, (b) projection stéréographique du grain à tilts nuls, (c) projection stéréographique correspondant à l'orientation du cliché.

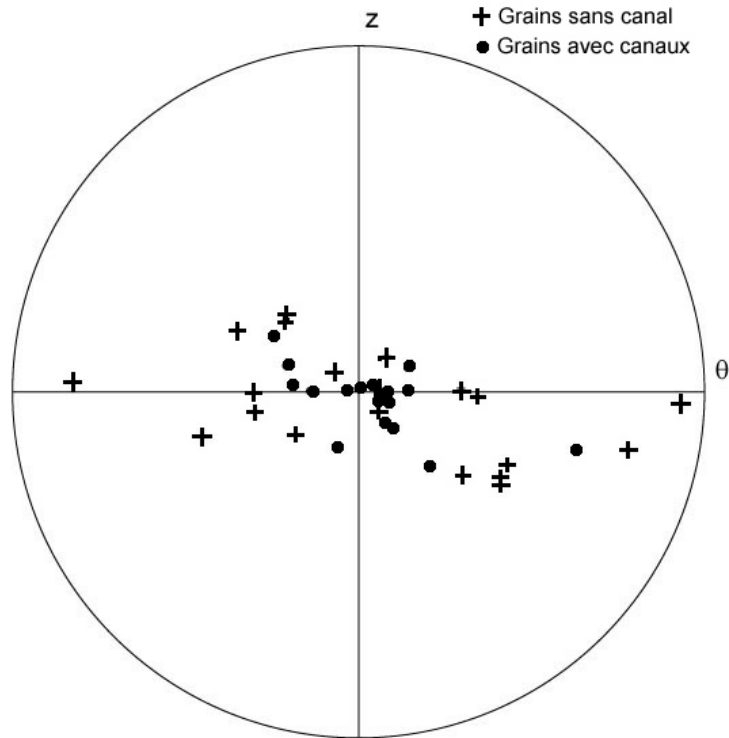


FIG. 2.48 – Figure de pôle (0002) des grains étudiés sur l'éprouvette E. Grains avec canaux (ronds), grains sans canal (croix).

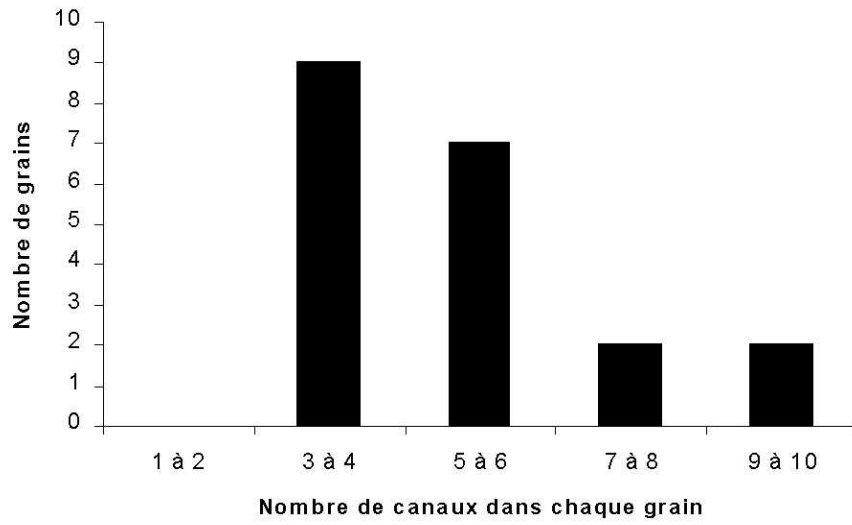


FIG. 2.49 – Nombre de canaux par grain (épreuve E).

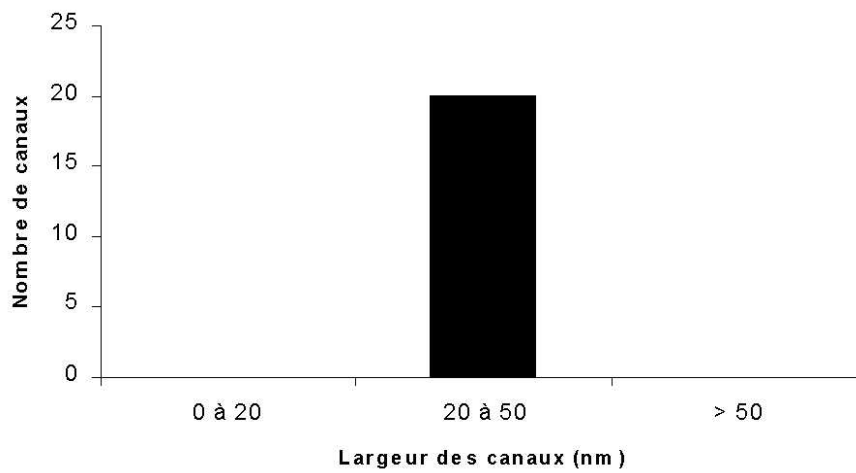


FIG. 2.50 – Largeur des canaux (épreuve E).

### 2.2.3 Discussion et interprétations

#### 2.2.3.1 Discussion des résultats des métrologies laser

Les résultats des métrologies par ombroscopie laser réalisées avant et après essai sur les éprouvettes de pression interne (C et D) (Fig. 2.20, 2.21) ont mis en évidence que la déformation est homogène pour les différentes génératrices suivant la circonférence de l'éprouvette (dans une partie de l'éprouvette). Ceci indique que **l'éprouvette est capable de se déformer de façon homogène avant d'atteindre la pression maximale**. Ce résultat est particulièrement important puisque Williams et Adamson (1974) avaient précédemment estimé que la déformation plastique est localisée à l'échelle de l'éprouvette dès le début de la déformation plastique. Cependant, les méthodes classiques de mesures utilisées par ces auteurs ne leur permettaient vraisemblablement pas de mesurer, sur la section des éprouvettes de traction, des déformations aussi faibles que  $E^p = 0.5\%$ . En revanche, les mesures précises réalisées dans le cadre de notre étude démontrent qu'il y a bien une faible déformation plastique homogène avant que celle-ci ne se localise de façon précoce à l'échelle de l'éprouvette dans des bandes de cisaillement pour les éprouvettes de traction ou bien sous forme d'un très important gonflement local dans le cas des éprouvettes de pression interne.

Dans le cas de l'essai interrompu avant la pression maximale (éprouvette D) on constate que l'éprouvette présente un gonflement. Ceci est surprenant, mais pourrait être attribué à un gradient de température dans l'enceinte du four ou bien à une pré-déformation lors du sertissage des "Swagelocks" qui aurait créé une zone adoucie. De façon plus générale, on peut expliquer ce phénomène par la grande facilité du matériau à localiser la déformation plastique du fait du très faible taux d'écrouissage observé au delà d'un certain niveau de déformation plastique.

Malgré le phénomène de gonflement dans une partie de l'éprouvette, les courbes contrainte-déformation enregistrées à la position des extensomètres sont valables et correspondent bien au comportement intrinsèque du matériau à cette position. En effet, puisque la pression appliquée est identique dans toute l'éprouvette, la contrainte à la position des extensomètres mesurant la déformation ( $E_{\theta\theta} \simeq \Delta\phi_{ext}/\phi_m$ ) est directement liée à la pression déterminée par le capteur de pression ( $\Sigma_{\theta\theta} \simeq P\phi_m/2e$ ).

#### 2.2.3.2 Discussion des résultats d'essais mécaniques

Les caractéristiques mécaniques rapportées sur le tableau 2.3 sont en accord avec les données de la littérature. En effet, pour toutes les conditions de sollicitation, on observe un important durcissement lié à l'irradiation. L'augmentation de contrainte d'écoulement à 0.005% de déformation plastique peut être directement attribuée au durcissement induit par la forte densité de boucles  $\langle a \rangle$  qui doivent être franchies et annihilées afin qu'une déformation plastique macroscopique se produise. L'augmentation de la contrainte d'écoulement à 0.2% de déformation plastique est en accord avec les résultats rapportés dans la littérature (Higgy, 1972), (Baroch, 1975), (Yasuda, 1987). Cependant, l'interprétation de ce phénomène en terme de mécanisme de déformation n'est pas immédiate. En effet, pour une déformation plastique de 0.2% nous



avons observé des canaux dans l'éprouvette D. Puisque les défauts d'irradiation sont déjà annihilés dans les canaux à ce stade de la déformation et n'agissent donc plus comme obstacles au glissement des dislocations, il est surprenant que la contrainte d'écoulement macroscopique demeure élevée. Ce phénomène sera interprété dans le paragraphe suivant.

### 2.2.3.3 Discussion des observations MET

#### Microstructure d'irradiation

La microstructure d'irradiation des matériaux étudiés est conforme aux résultats de la littérature. Celle-ci est essentiellement constituée d'une grande densité de petite boucles  $\langle a \rangle$ . Le diamètre des boucles est de l'ordre de 8 nm. La densité des boucles n'a pas été estimée expérimentalement, mais celle-ci est vraisemblablement de l'ordre de  $N = 2 \text{ à } 5 \times 10^{22} \text{ m}^{-3}$  compte tenu des résultats de la littérature (Northwood, 1977). Des boucles  $\langle c \rangle$  ont été observées pour les matériaux irradiés à des doses supérieures à  $3 \times 10^{25} \text{ n/m}^2$ , en accord avec les données de Lemaignan (1994).

#### Comparaison avec les résultats de la littérature

Les observations MET de canaux confirment bien les résultats de Coleman (1972), Williams (1974), Onchi (1980a), Bell (1982), Adamson (1985), Fregonese (2000) et Régnard (1998 et 2002) concernant l'importance du mécanisme de canalisation lors de la déformation plastique des alliages de zirconium irradiés.

Les observations de canaux basaux pour une sollicitation de traction en sens travers sont en accord avec les résultats de Fregonese (2000) et Régnard (2002) qui ont majoritairement observé ce type de canalisation dans le même type d'éprouvette. Il faut noter que ces mêmes auteurs ont également observé des canaux pyramidaux sur des éprouvettes plus fortement déformées, canaux qui n'ont pas été observés pour les niveaux de déformation étudiés dans notre cas. Nos résultats semblent en revanche en désaccord avec les observations réalisées par Adamson (1985) pour le même type d'éprouvettes (même type de texture, même type de matériau, même irradiation et mêmes conditions d'essai). En effet, celui-ci n'a observé que des canaux prismatiques et pyramidaux pour du Zy-2 recristallisé contenant 1400 ppm d'oxygène tractionné suivant le sens travers. Ces différences n'ont pas pu pour l'heure être élucidées.

Nos observations de canaux basaux pour les essais de pression interne sont en accord avec les observations de Pettersson (1982) qui a aussi observé des canaux basaux pour une sollicitation de pression interne à 290°C sur des gaines de Zy-2 recristallisé irradié.

#### Confrontation des observations avec les métrologies et lien avec la déformation plastique

Notre analyse apporte, de plus, de nouveaux éléments originaux qui ne sont pas rapportés dans la littérature. En effet, nous avons montré que dans la zone de prélèvement des lames minces des éprouvettes de pression interne, la déformation plastique est bien homogène suivant

les différentes génératrices (d'une circonférence) sur la quasi-totalité du fût des éprouvettes. Or dans ces mêmes lames minces il a été observé des canaux B, manifestation de la localisation de la déformation plastique à l'échelle du grain. **Ainsi, notre étude démontre que bien qu'à l'échelle macroscopique la déformation soit homogène, à l'échelle du grain, la déformation est hétérogène.**

L'absence de canaux constatée par Régnard (1998), Onchi (1980a) et Williams (1974) dans certaines lames minces prélevées en dehors de la bande de cisaillement, ainsi que l'impossibilité de distinguer les dislocations en dehors des canaux, nous a conduit à envisager l'existence d'un autre mécanisme de déformation plastique qui ne donnerait pas lieu au balayage des défauts d'irradiation et qui ne serait donc pas observable en MET. Cependant, notre étude montre que les lames minces prélevées dans la zone de déformation plastique homogène des éprouvettes contiennent systématiquement des canaux. D'autre part ces canaux sont observés dans une proportion de grains suffisante pour être responsables de la totalité de la déformation plastique. De plus, les observations de canaux prismatiques et pyramidaux pour les lames minces prélevées en traction axiale démontrent que pour tous les systèmes de glissement, la déformation plastique conduit à un phénomène de canalisation. Cette analyse conforte donc bien l'hypothèse qu'une **plasticité importante se manifeste toujours par la canalisation des dislocations**, (pour les alliages de zirconium recristallisés, contenant une très grande densité de petites boucles d'irradiation et pour des essais mécaniques à 350°C). Ceci n'exclut pas qu'une faible activité plastique ne se manifeste pas par de la canalisation.

La lame A de notre étude avait déjà été analysée par Régnard (1998). Dans cette lame, celui-ci n'avait pu mettre en évidence que 5 grains comportant des canaux basaux (notés B par la suite). L'écart, en termes de nombre de grains comportant des canaux, entre les résultats de Régnard (1998) et nos observations de l'éprouvette A, s'explique par la difficulté de visualisation des canaux, du fait de leur morphologie (faible largeur par rapport à l'épaisseur de la lame) et de la forte texture du matériau. En effet, comme on le discute de façon détaillée dans l'annexe A, l'observation des canaux nécessite de tilter la lame de façon très importante suivant les deux axes de tilt (en particulier pour les éprouvettes A, C et D). Or pour ces angles de tilt élevés, l'épaisseur de la lame traversée par les électrons devient importante, diminuant ainsi les zones observables en transmission. Dans notre cas, l'utilisation d'une tension d'accélération de 300 kV facilite nettement l'observation de zones épaisses. Régnard par contre ne disposait que d'une tension d'accélération de 120 kV, ce qui pourrait expliquer un nombre de grains observables moins important, ainsi que des limitations angulaires plus restrictives. D'autre part, il est apparu que les canaux n'étant pas aisés à visualiser, il est nécessaire d'étudier chaque grain indépendamment pour toutes les orientations possibles du porte-objet, ce qui rend particulièrement délicate et fastidieuse l'étude statistique d'une seule lame.

Régnard (1998) a aussi mis en évidence, en traction sens travers, des canaux correspondant aux plans pyramidaux dans une proportion non négligeable (23%). Cependant, ces canaux ont systématiquement été observés dans des éprouvettes déformées au delà de l'allongement réparti. Ainsi, il est probable que ces nouveaux systèmes de glissement s'activent pour une déformation

plastique supérieure à l’allongement réparti en traction sens travers.

### Confrontation des observations avec le comportement macroscopique

Les observations des éprouvettes C et D ont mis en évidence que, pour une déformation plastique homogène de  $E^p = 0.5\%$ , l’éprouvette C contient des canaux, et que, pour une déformation plastique homogène de  $E^p = 0.2\%$ , l’éprouvette D contient également des canaux (Fig. 2.51). D’après les observations de l’éprouvette D, en supposant que, pour une déformation plastique de  $E^p = 0.2\%$ , l’éprouvette C contenait déjà des canaux, il peut sembler surprenant que la présence de canaux n’ait pas conduit à une décroissance de la contrainte macroscopique. En effet, puisque le mécanisme de canalisation consiste en un balayage des défauts d’irradiation, celui-ci devrait induire une diminution de la contrainte d’écoulement locale dans le canal, or cette décroissance de la contrainte d’écoulement n’est pas observée à l’échelle macroscopique entre 0.2 et 0.5% de déformation plastique. Ce phénomène peut s’expliquer par le fait que **la forte localisation de la déformation dans les canaux conduit à d’importantes incompatibilités de déformation entre les canaux et les grains environnants, ce qui a pour effet de générer de fortes contraintes internes. Ces contraintes internes viennent alors compenser, à l’échelle macroscopique, l’adoucissement local qui se produit dans les canaux.** Cette analyse permet également d’interpréter le durcissement observé pour une déformation plastique de 0.2%, comme le résultat des fortes contraintes internes créées par la localisation de la déformation plastique dans les canaux. Cette interprétation sera discutée à nouveau et précisée lors de l’étude du comportement mécanique. Des modèles analytique et numérique seront proposés pour rendre compte de ce phénomène dans une approche micromécanique.

### Influence de la direction de sollicitation

Les observations MET des éprouvettes A, B, C et D démontrent qu’à 350°C, **pour des sollicitations de traction sens travers et de pression interne (pour des déformations plastiques inférieures ou égales à l’allongement réparti), la déformation plastique se manifeste exclusivement par la canalisation basale.** Dans le cas des matériaux non irradiés, il a été établi par de nombreux auteurs (Rapperport,1959), (Akhtar, 1971), (Tenckhoff, 1988), (Régnerd, 1995), (Geyer, 1999), (Ferrer, 2000), (Brenner 2001) que la déformation plastique se produit essentiellement par glissement des dislocations  $\langle a \rangle$  dans les plans prismatiques pour des sollicitations de traction axiale et même pour des sollicitations de traction sens travers et pression interne. Ceci est le témoignage de la faible cission critique du système prismatique par rapport aux autres systèmes de glissement. La modification importante dans l’activation des systèmes de glissement avec l’irradiation peut être attribuée à une modification dans la hiérarchie des cissions critiques, phénomène qui peut être expliqué par des différences dans la nature des jonctions créées entre les boucles d’irradiation et les dislocations glissant dans les différents plans. Ces mécanismes induisent ainsi une canalisation facilitée suivant le plan de base.

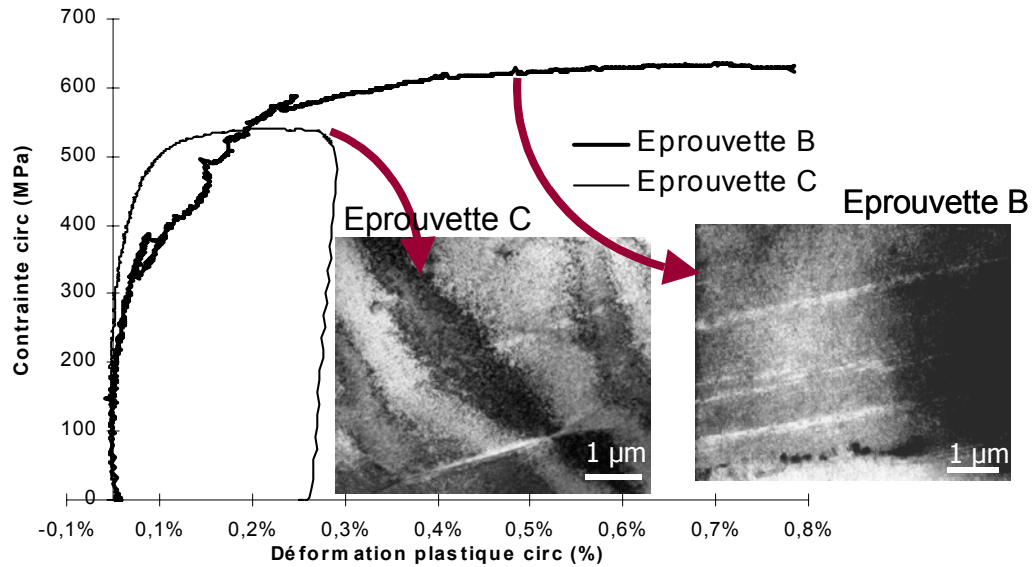


FIG. 2.51 – Confrontation entre les observations MET réalisées et le comportement macroscopique des matériaux testés pour les éprouvettes B et C.

Néanmoins, nous avons pu mettre en évidence qu'en traction axiale la déformation plastique se manifeste par la présence de canaux prismatiques et pyramidaux, aucun canal basal n'ayant été observé. Cette différence importante dans les mécanismes de déformation pour ces directions de sollicitation variées s'explique par la forte texture du matériau. En effet, les alliages de zirconium sous forme de tube ou de tôle présentent une forte texture caractérisée par une orientation majoritaire des axes  $\langle c \rangle$  des grains dans le plan DT - DN (plan  $r - \theta$ ) et inclinés à  $30^\circ$  par rapport à la direction DN ( $r$ ). Ainsi, dans le cas d'une traction axiale, une grande majorité des grains présente une très faible cission résolue suivant les plans de base (facteurs de Schmid B quasi nuls). Afin d'accommoder la déformation plastique, d'autres systèmes de glissement que le glissement basal, comme les systèmes prismatiques et pyramidaux, doivent donc s'activer pour les essais de traction axiale sur matériau irradié, ce qui a été vérifié par les observations MET réalisées sur l'éprouvette E. Il faut de plus noter que comme la valeur de limite d'élasticité ( $\Sigma_{0.005\%}$ ) en traction axiale est plus importante que pour les autres sollicitations, ceci ne remet pas en cause le phénomène d'inversion des cissions critiques par rapport au matériau non irradié.

### Le phénomène de propagation des canaux

Les observations menées sur les lames minces prélevées dans l'éprouvette B ont mis en évidence, dans de nombreux cas, que les canaux B se propagent de grains en grains, alors que pour les autres éprouvettes (A, C, D) ce phénomène n'a été observé que pour deux grains sur 64 grains comportant des canaux B. Ceci peut s'expliquer par la spécificité du prélèvement des lames minces dans l'éprouvette B par rapport à la texture du matériau. En effet, compte tenu de la forte texture, pour des essais de traction sens travers, la meilleure orientation pour

le glissement basal est obtenue lorsque la direction de cisaillement est contenue dans le plan DT-DN et inclinée à  $45^\circ$  de la direction normale à la tôle, comme le montre d'ailleurs la figure de pôles  $\{0002\}$  des grains observés dans l'éprouvette B (Fig. 2.35). Si on considère que la propagation des canaux se produit préférentiellement suivant la direction de cisaillement, alors la propagation des canaux doit avoir lieu dans le plan DT-DN (Fig. 2.52 (a)). Les lames minces de l'éprouvette B prélevée dans l'épaisseur de la tôle épaisse dans le plan DT-DN permettent donc la visualisation de la propagation des canaux, ce qui a bien été vérifié expérimentalement, alors que les lames prélevées dans le plan DT-DL (éprouvettes A, C, D) ne permettent pas l'observation de la propagation des canaux de grains en grains (Fig. 2.52 (b)). Les observations réalisées sur les lames minces de l'éprouvette B démontrent donc que **les canaux basaux se propagent de grains en grains suivant la direction de cisaillement**. Le phénomène de propagation des canaux apparaît vraisemblablement lorsque la concentration de contrainte aux joints de grain (et la contrainte interne qui lui est associée), liée à la forte localisation de la déformation plastique dans les canaux, devient trop importante. Ceci permet d'expliquer qu'au delà d'un certain seuil, la contrainte macroscopique cesse d'augmenter.

### Influence du matériau et de la dose

On peut également noter, a posteriori, que le choix pragmatique que nous avons fait au commencement de notre étude de s'intéresser à tout alliage de zirconium recristallisé ainsi qu'à toute dose d'irradiation se trouve être justifié. On a pu effectivement mettre en évidence que les mécanismes de déformation sont semblables dans les cinq éprouvettes étudiées lors de notre étude. Ainsi, on peut conclure que la composition chimique de l'alliage (Zy-4 ou M5-0) n'a pas d'influence majeure, au premier ordre, sur les mécanismes de déformation et que d'autre part la dose d'irradiation ( $0.4 \times 10^{25}$  n/m<sup>2</sup> ou  $12 \times 10^{25}$  n/m<sup>2</sup>) n'a pas non plus d'influence majeure, très certainement du fait de la saturation rapide de la densité de boucles <a>.

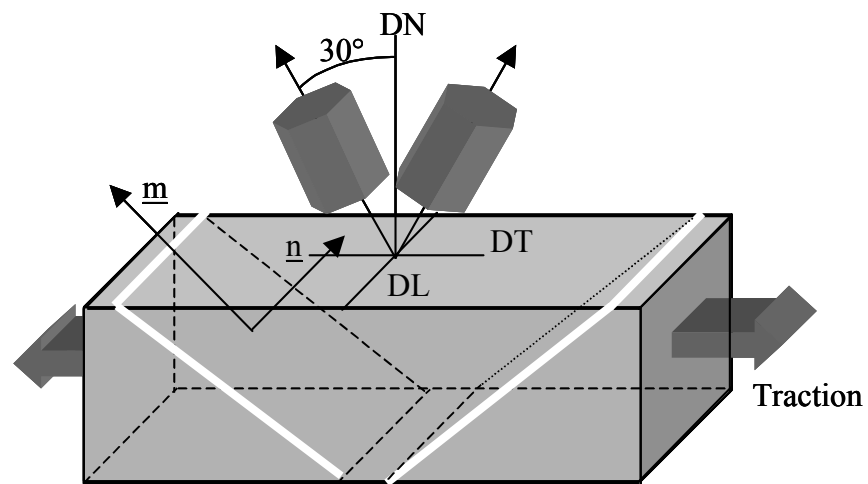
#### 2.2.3.4 Analyse statistique en termes de facteurs de Schmid

Afin de comparer quantitativement les modifications des cissions critiques induites par l'irradiation, les facteurs de Schmid des différents systèmes de glissement pour tous les grains étudiés ont été calculés, l'orientation de chacun des grains par rapport au repère macroscopique ayant été préalablement déterminé. Dans le cas d'une sollicitation de traction simple, le facteur de Schmid est défini par :

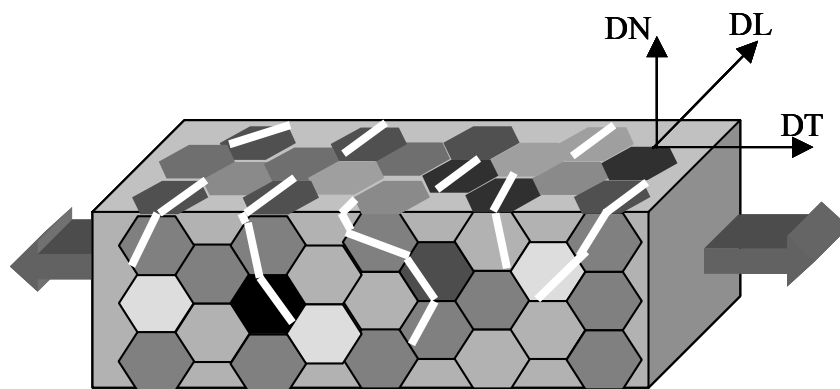
$$\mathcal{F}_s = \frac{\tau_s}{\Sigma}$$

avec  $\tau_s$  la cission critique et  $\Sigma$  la contrainte macroscopique.

La généralisation de la notion de facteur de Schmid au cas d'une sollicitation biaxée revient à diviser la cission résolue par deux fois la contrainte de cisaillement maximum associée à l'état de contrainte biaxé (Annexe B). Dans le cas des essais de pression interne et dans l'approximation des tubes minces ( $\Sigma_{rr} \simeq 0$ ,  $\Sigma_{zz} \simeq \Sigma_{\theta\theta}/2$ ), le facteur de Schmid du système  $s$  est défini par :



(a) Orientation majoritaire des canaux B



(b) Propagation des canaux B dans l'éprouvette de traction sens travers

FIG. 2.52 – Schéma explicatif de la visualisation de la propagation des canaux.

$$\mathcal{F}_s = \frac{\tau_s}{\Sigma_{\theta\theta}}$$

La cission résolue  $\tau_s$  suivant le système  $s$  est calculée grâce à la formule suivante :

$$\tau_s = \underline{\underline{\Sigma}} : \underline{\underline{\mu}}_s$$

où  $\underline{\underline{\Sigma}}$  est la contrainte macroscopique appliquée et  $\underline{\underline{\mu}}_s$  le tenseur d'orientation (dans le repère macroscopique) du système  $s$  défini par la normale au plan de glissement  $\underline{n}_s$  et par la direction de glissement  $\underline{l}_s$ . Le tenseur d'orientation s'écrit :

$$\underline{\underline{\mu}}_s = \frac{1}{2}(\underline{l}_s \otimes \underline{n}_s + \underline{n}_s \otimes \underline{l}_s)$$

Dans le cas de la traction sens travers et de la pression interne, seuls des canaux basaux sont observés. Le facteur de Schmid maximum du système basal a donc été calculé en supposant que les canaux sont créés par glissement des dislocations suivant ce système, l'analyse des vecteurs de Burgers des dislocations n'étant pas possible (contraste des dislocations toujours superposé au contraste des boucles d'irradiation). Parmi les grains étudiés pour les différentes sollicitations, plusieurs catégories ont été distinguées :

- Catégorie (1) : grains contenant des canaux suivant les plans de base dans le cas des essais de traction sens travers et de pression interne
- Catégorie (2) : grains ne contenant pas de canal (en traction sens travers et pression interne) mais dont l'orientation est telle qu'il est possible d'incliner la lame mince de façon à ce que le plan de base du grain contienne le faisceau d'électrons. Pour ces grains, nous sommes donc assurés qu'il n'y a pas de canal.
- Catégorie (3) : grains sans canal observé (en traction sens travers et pression interne). Cependant l'orientation de ces grains est telle qu'il n'est pas possible d'incliner le plan de base de façon à ce que celui-ci contienne le faisceau d'électrons. Il n'est donc pas certain qu'il n'y ait pas de canal basal dans ces grains.
- Catégorie (4) : grains sans canal prismatique dans le cas de la traction sens travers de la pression interne.
- Catégorie (5) : grains sans canal basal dans le cas de la traction axiale.
- Catégorie (6) : grains contenant des canaux prismatiques dans le cas de la traction axiale.
- Catégorie (7) : grains contenant des canaux pyramidaux dans le cas de la traction axiale.

Le nombre de grains de chacune des trois premières catégories pour les quatre éprouvettes A, B, C et D est représenté en fonction du facteur de Schmid maximum du système basal sur les figures 2.53, 2.54, 2.55, 2.56. Le nombre de grain de la catégorie (4) est aussi représenté en fonction du facteur de Schmid maximum du système prismatique sous la forme d'histogrammes (Fig. 2.57, 2.58, 2.59 et 2.60).

Dans le cas de la traction axiale, le nombre de grains appartenant à la catégorie (5) est représenté en fonction du facteur de Schmid maximum du système basal sur la figure 2.61. Dans le cas des canaux prismatiques et pyramidaux, les systèmes activés ne correspondent pas,

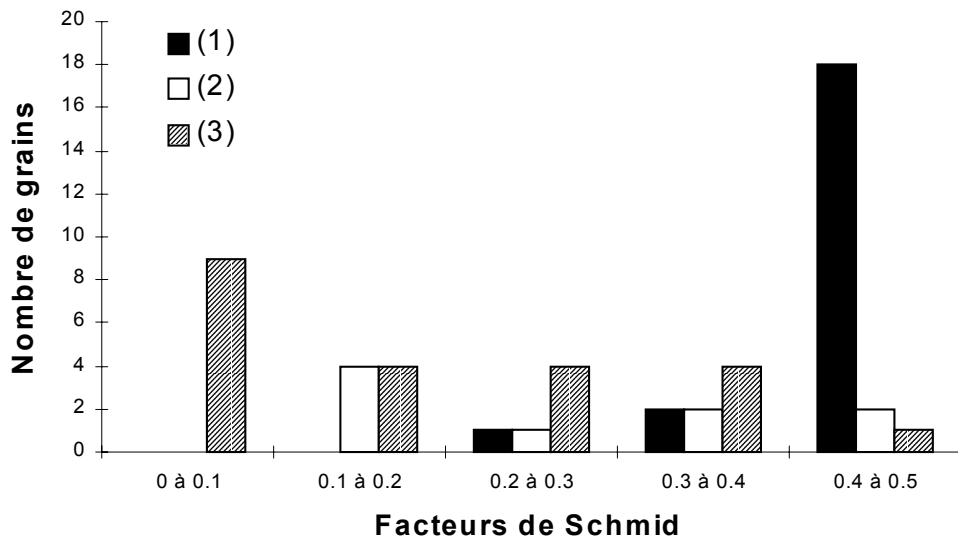


FIG. 2.53 – Facteurs de Schmid maximal des systèmes basaux (éprouvette A), (1) grains avec canaux B, (2) grains sans canal (plan de base accessible), (3) grains sans canal (plan de base inaccessible).

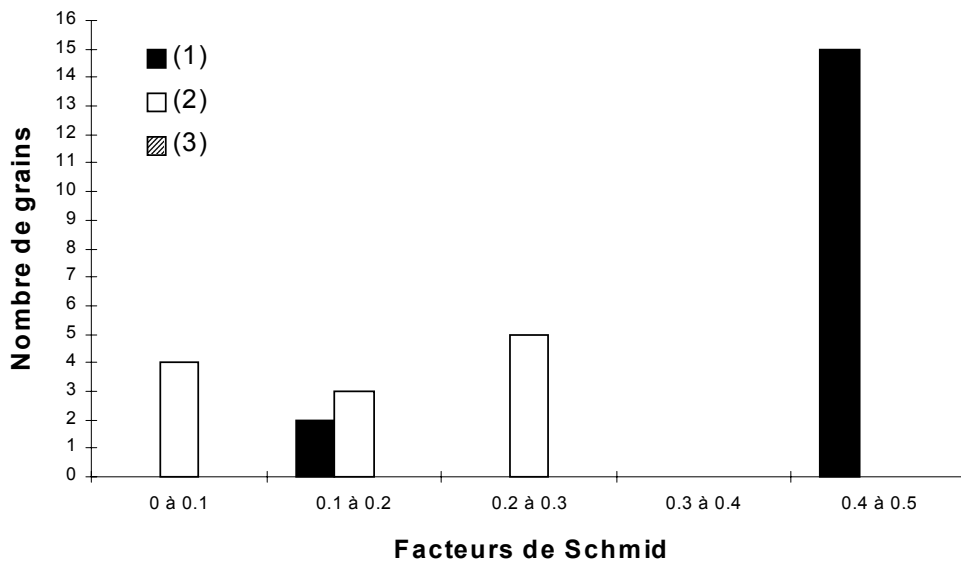


FIG. 2.54 – Facteurs de Schmid maximal des systèmes basaux (éprouvette B), (1) grains avec canaux B, (2) grains sans canal (plan de base accessible), (3) grains sans canal (plan de base inaccessible).



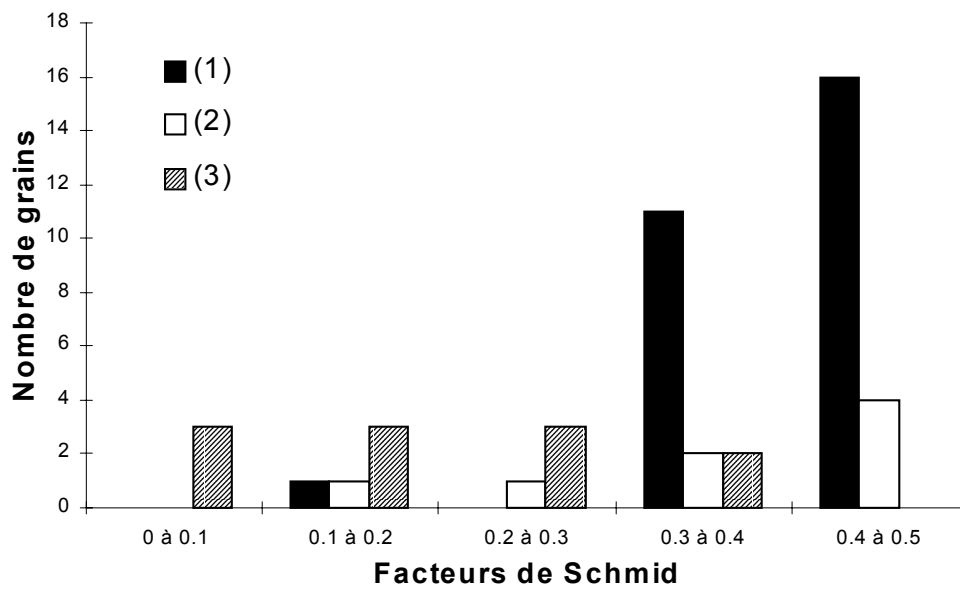


FIG. 2.55 – Facteurs de Schmid maximal des systèmes basaux (éprouvette C), (1) grains avec canaux B, (2) grains sans canal (plan de base accessible), (3) grains sans canal (plan de base inaccessible).

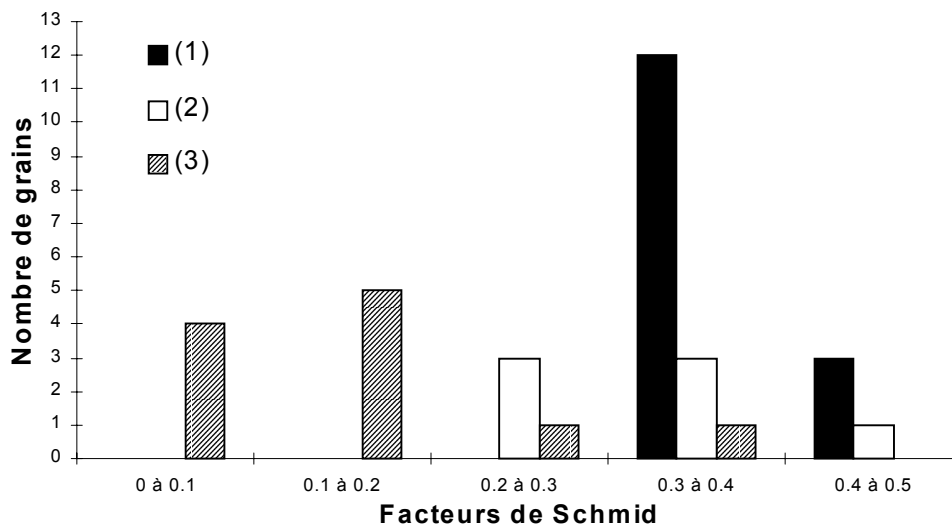


FIG. 2.56 – Facteurs de Schmid maximal des systèmes basaux (éprouvette D), (1) grains avec canaux B, (2) grains sans canal (plan de base accessible), (3) grains sans canal (plan de base inaccessible).

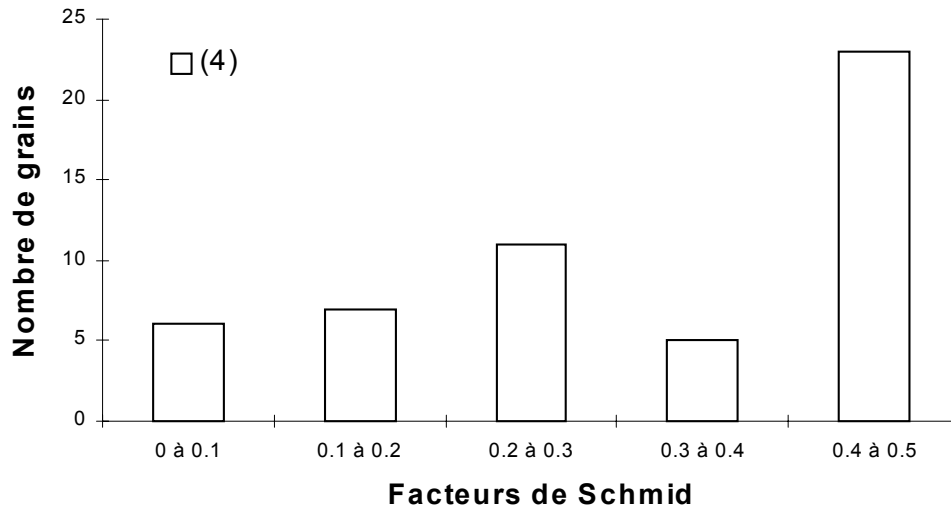


FIG. 2.57 – Facteurs de Schmid maximal des systèmes prismatiques (éprouvette A), (4) grains sans canal prismatique.

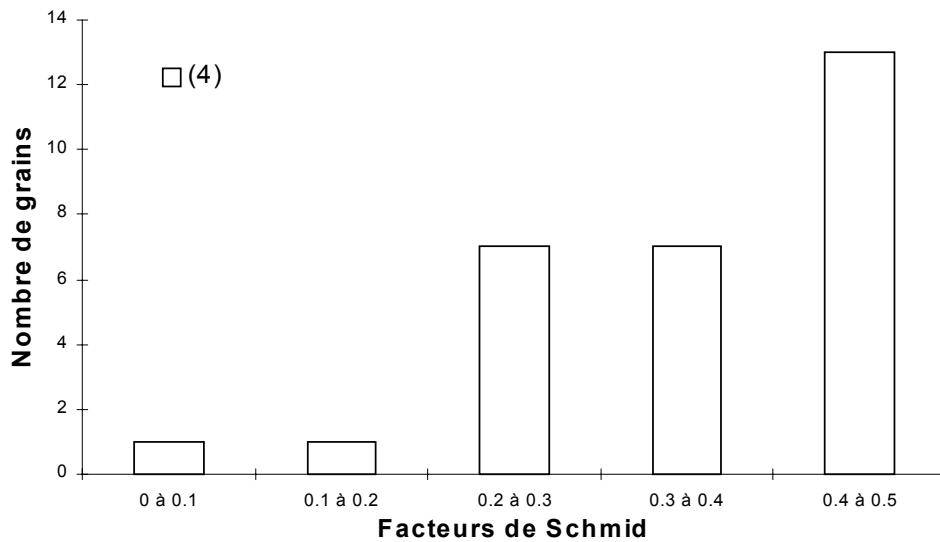


FIG. 2.58 – Facteurs de Schmid maximal des systèmes prismatiques (éprouvette B), (4) grains sans canal prismatique.

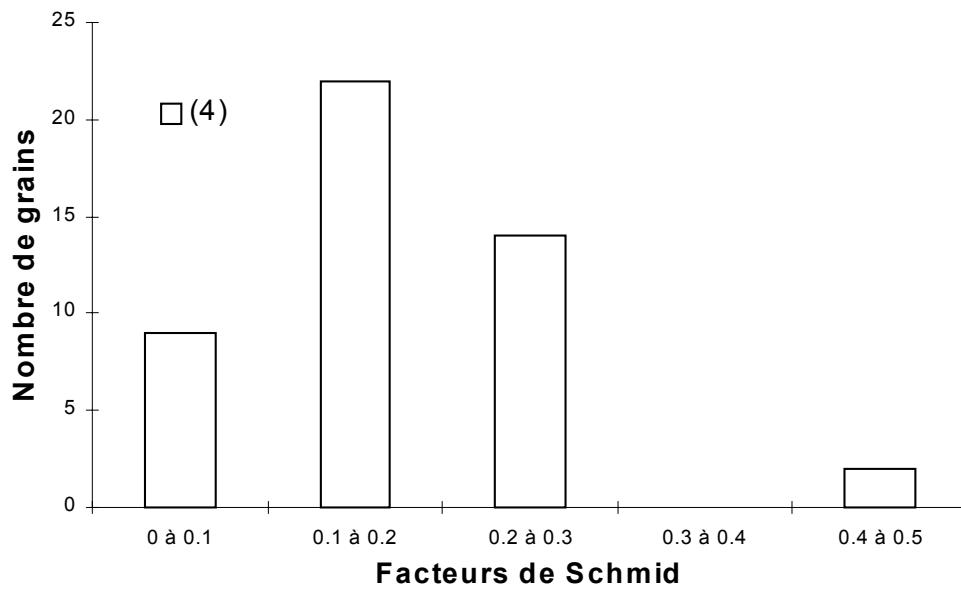


FIG. 2.59 – *Facteurs de Schmid maximal des systèmes prismatiques (éprouvette C), (4) grains sans canal prismatique.*

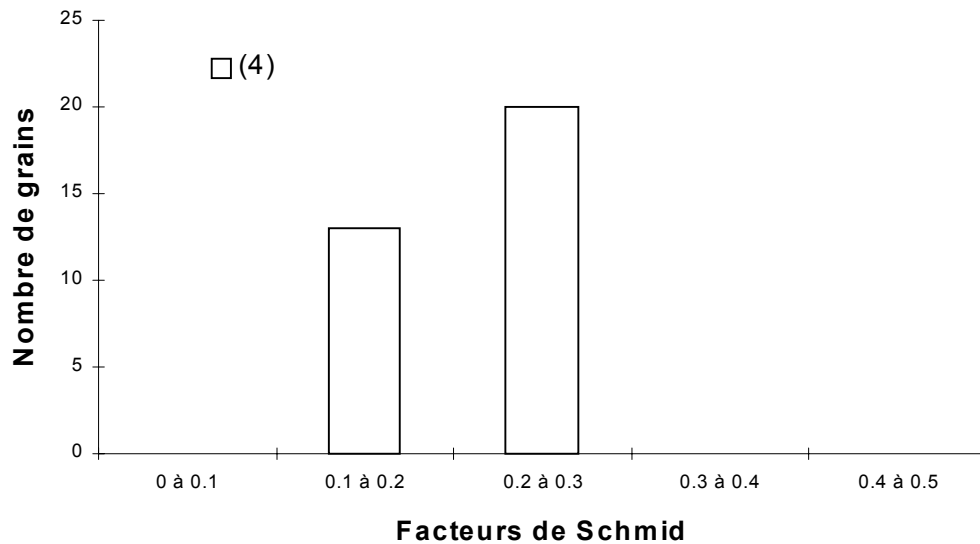


FIG. 2.60 – *Facteurs de Schmid maximal des systèmes prismatiques (éprouvette D), (4) grains sans canal prismatique.*

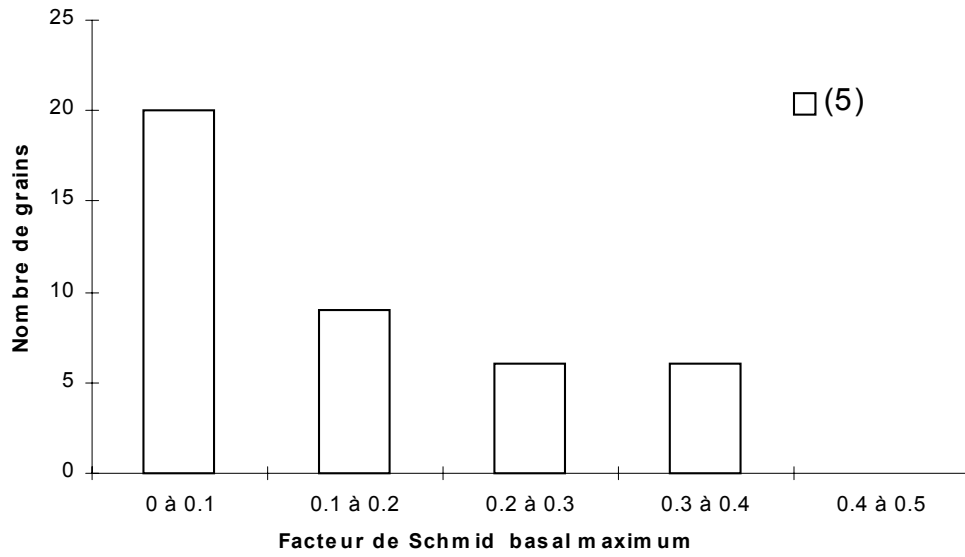


FIG. 2.61 – Facteurs de Schmid maximal des systèmes basaux (éprouvette E), (5) grains sans canal B.

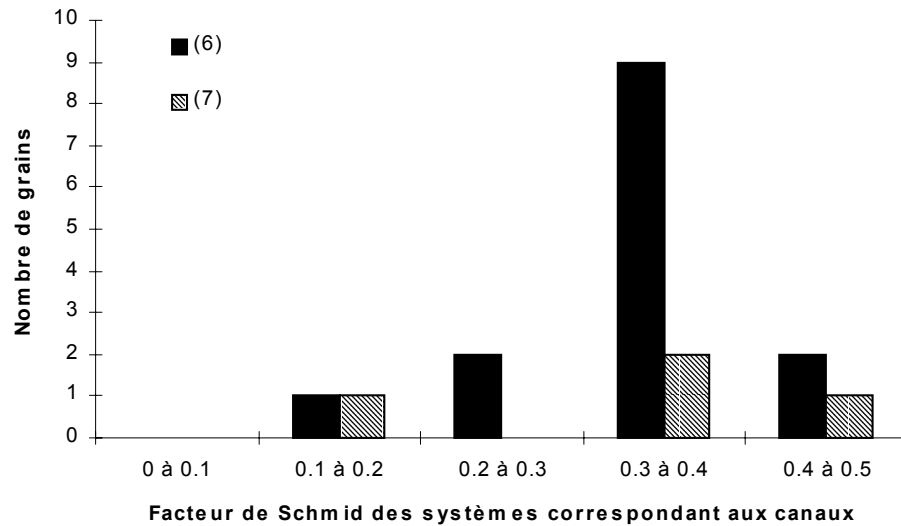


FIG. 2.62 – Grains comportant des canaux prismatiques (6) et pyramidaux (7) en fonction des facteurs de Schmid des systèmes correspondant (éprouvette E).

dans de nombreux cas, au facteur de Schmid maximum. Cette observation est surprenante et ne semble pas pouvoir être expliquée par des artefacts expérimentaux. On peut envisager que des mécanismes d'interaction spécifiques entre boucles et dislocations dans les plans prismatiques et pyramidaux puissent expliquer ce phénomène particulier. Du fait de ces difficultés, il a été choisi de tracer uniquement le nombre de grains contenant des canaux prismatiques (catégorie (6)) et pyramidaux (catégorie (7)) en fonction des facteurs de Schmid du plan de canalisation identifié (Fig. 2.62).

L'analyse en terme de facteur de Schmid du système basal pour les éprouvettes A, B, C et D, met en évidence une corrélation importante entre une orientation favorable des grains pour le glissement basal et la présence de canaux basaux. Ceci confirme que la canalisation est bien liée au glissement des dislocations. En revanche, l'analyse en terme de facteur de Schmid prismatique (noté P dans la suite) montre que, même pour les grains bien orientés vis-à-vis du glissement prismatique (facteur de Schmid P élevé), aucun canal prismatique n'est observé. Plus précisément, il est constaté que pour les essais de traction sens travers, les grains dont le facteur de Schmid basal est de  $\mathcal{F}_B = 0.5$  présentent des canaux B, alors que les grains dont le facteur de Schmid du système prismatique est aussi de  $\mathcal{F}_P = 0.5$  ne présentent pas de canaux P. Ceci démontre d'emblée que la cission critique du système basal est inférieure à la cission critique du système prismatique dans le cas du matériau irradié (ainsi que pyramidal si on applique le même raisonnement) ( $\tau_B < \tau_P$  et  $\tau_B < \tau_{\pi 1}$ ). La hiérarchie des cissions critiques a donc été inversée par l'irradiation.

### 2.2.3.5 Estimation des cissions critiques

A partir de cette analyse, il est possible d'estimer les cissions critiques des différents systèmes de glissement, en supposant, en première approximation, que la contrainte appliquée sur chacun des grains est égale à la contrainte macroscopique ( $\underline{\underline{\sigma}}_g = \underline{\underline{\Sigma}}$ ). Il faut souligner que cette approximation néglige les contraintes internes générées par les incompatibilités de déformation entre les grains ainsi que les contraintes internes liés aux canaux. Néanmoins, il est vraisemblable qu'au premier ordre ce soit bien l'orientation des grains par rapport à la sollicitation qui pilote l'apparition de la plasticité, les contraintes internes n'ayant sans doute qu'un effet du second ordre.

De façon à caractériser au mieux la limite d'élasticité, nous avons estimé la contrainte pour un niveau de déformation plastique de 0.005% pour la pression interne et la traction axiale. En revanche, dans le cas de l'essai de traction sens travers, les données disponibles ne permettent pas de déterminer ce faible niveau de déformation plastique. Il a ainsi été estimé qu'en pression interne (éprouvette D par exemple), pour une déformation plastique circonférentielle de  $E_{\theta\theta}^p = 0.005\%$ , la contrainte d'écoulement est de  $\Sigma_{\theta\theta} = 270$  MPa. Les observations MET ont montré que les grains bien orientés vis-à-vis du glissement basal ( $0.3 \leq \mathcal{F}_B \leq 0.5$ ) présentent des canaux basaux. Compte tenu de la définition du facteur de Schmid pour une sollicitation de pression interne, la cission critique du système basal est donc comprise entre  $81 \text{ MPa} \leq \tau_B \leq 135 \text{ MPa}$ .

Dans le cas de la traction axiale (éprouvette E), il a été estimé que la contrainte d'écoulement à  $E_{zz}^p = 0.005\%$  est de  $\Sigma_{zz} = 350$  MPa. Or les observations MET ont mis en évidence que les grains bien orientés vis-à-vis du glissement prismatique ( $0.3 \leq \mathcal{F}_P \leq 0.5$ ) contiennent des canaux prismatiques, ce qui implique que la cission critique du système prismatique est de l'ordre de  $105 \text{ MPa} \leq \tau_P \leq 175 \text{ MPa}$ .

Il est possible de mettre en œuvre le même type d'analyse pour le matériau non irradié, en considérant que seuls les systèmes prismatiques s'activent au début de l'écoulement ( $E^p = 0.005\%$ ) pour les trois types de sollicitations. Dans le cas de la pression interne, on peut estimer d'après les histogrammes de facteurs de Schmid (Fig. 2.59 et 2.60), qui sont aussi variables pour le matériau non irradié, que les systèmes dont les facteurs de Schmid sont compris entre  $0.1 \leq \mathcal{F}_P \leq 0.3$  s'activent au début de l'écoulement. En pression interne la contrainte d'écoulement mesurée à  $E_{\theta\theta}^p = 0.005\%$  est de  $\Sigma_{\theta\theta} = 150$  MPa, la cission critique du système prismatique vérifie donc l'encadrement suivant :  $15 \text{ MPa} \leq \tau_P \leq 45 \text{ MPa}$ . En revanche, en traction sens travers, les grains sont mieux orientés pour le glissement prismatique, d'après les histogrammes 2.57 et 2.58, les systèmes qui s'activent les premiers ont donc des facteurs de Schmid tels que  $0.3 \leq \mathcal{F}_P \leq 0.5$ . La contrainte d'écoulement mesurée à  $E_{\theta\theta}^p = 0.005\%$  est de  $\Sigma_{\theta\theta} = 100$  MPa, la cission critique du système prismatique vérifie donc l'encadrement suivant :  $30 \text{ MPa} \leq \tau_P \leq 50 \text{ MPa}$ . L'encadrement le plus large estimé pour la cission critique du système prismatique est donc de  $15 \text{ MPa} \leq \tau_P \leq 50 \text{ MPa}$ . Ces différentes estimations obtenues pour du Zy-4 recristallisé polycristallin non irradié et irradié sont rappelées dans le tableau 2.5 et comparées aux valeurs proposées dans la littérature pour les monocristaux non irradiés de Zr- $\alpha$ . **Ces calculs confirment d'une part que les cissions critiques des systèmes B et P sont augmentées par l'irradiation et que, d'autre part, la cission critique du système prismatique est plus affectée par l'irradiation que la cission critique du système basal.**

TAB. 2.5 – Estimation des cissions critiques basale et prismatique à 350°C, pour les matériaux non irradié et irradié. \*Estimation d'après Mills (1968) et Conrad (1981).

	$\tau_P$ (MPa)	$\tau_B$ (MPa)	
Monocristaux non irradiés*	$20 \leq \tau_P \leq 40$	$28 \leq \tau_B \leq 80$	avec $\tau_B > \tau_P$ ( $1.4 \leq \tau_B/\tau_P \leq 2$ )
Polycristaux non irradiés	$15 \leq \tau_P \leq 50$	-	avec $\tau_B > \tau_P$
Polycristaux irradiés	$105 \leq \tau_P \leq 175$	$80 \leq \tau_B \leq 135$	avec $\tau_B < \tau_P$

### 2.2.3.6 Discussion sur les interactions élémentaires dislocation - boucle

Les boucles <a> créées par l'irradiation agissent comme des obstacles au glissement des dislocations, à la manière des dislocations de la forêt, en créant des jonctions attractives, qui constituent des points d'ancrage pour les dislocations. Dans le cas des alliages de zirconium, la

création de jonction entre boucle  $\langle a \rangle$  et dislocation  $\langle a \rangle$  est toujours énergétiquement favorable. En effet, lorsque deux vecteurs de Burgers  $\langle a \rangle$  ( $\underline{a}_1$  et  $\underline{a}_2$ ) réagissent, la jonction créée possède un vecteur de Burgers  $-\underline{a}_3$  ( $\underline{a}_1 + \underline{a}_2 = -\underline{a}_3$ ). Puisque  $a_3^2 = a^2 < a_1^2 + a_2^2 = 2a^2$ , la création d'une jonction conduit toujours à une diminution de l'énergie de tension de ligne ( $T = \frac{1}{2}\mu b^2$ ). Ces points d'ancrage ne sont cependant pas systématiquement rigides. En effet les boucles  $\langle a \rangle$  étant parfaites, elles ont la possibilité de glisser sur leur cylindre. Ainsi, pour certaines configurations, les boucles vont pouvoir être entraînées par la dislocation et progressivement détruites, conduisant ainsi à la formation de canaux, comme l'ont décrit Wechsler (1973) et Hirsch (1976) dans le cas des matériaux CFC en particulier.

Dans le cas des alliages de Zr irradiés, nous avons montré que, d'une part, le mécanisme de déformation est le mécanisme de canalisation des dislocations et que, d'autre part, c'est le système basal qui s'active préférentiellement, les systèmes prismatiques et pyramidaux n'étant activés que lorsque la direction de sollicitation ne permet pas l'activation du système basal. La canalisation basale est donc plus facile que la canalisation suivant les autres plans. Fregonese et al. (2000) et Régnard et al. (2002) ont expliqué ce phénomène par le fait que, dans la structure hexagonale compacte, les trois vecteurs de Burgers  $\langle a \rangle$  sont contenus dans le plan de base. En effet, si une dislocation  $\langle a \rangle$  qui glisse dans le plan de base rencontre une boucle  $\langle a \rangle$ , alors la jonction créée aura un vecteur de Burgers d'un autre vecteur  $\langle a \rangle$  qui est, lui aussi, contenu dans le plan de base, ce qui signifie que la jonction est glissile permettant ainsi une canalisation facilitée. En revanche, si la dislocation  $\langle a \rangle$  glisse dans le plan prismatique, la jonction créée a un vecteur de Burgers  $\langle a \rangle$  qui n'est, dans deux cas sur trois, pas contenu dans le plan de glissement de la dislocation. La jonction créée est alors sessile, ce qui limite le phénomène de canalisation dans les plans prismatiques.

Dans le cadre de notre étude nous avons étudié en détail chacune des interactions possibles entre dislocations et boucles :

- Dans le cas d'une interaction entre une dislocation glissant dans le plan de base, de vecteur de Burgers  $\underline{a}_1$ , de caractère principalement vis, et d'une boucle de vecteur de Burgers  $\underline{a}_1$ , contenue dans un plan proche d'un plan prismatique (ici le plan prismatique correspondant au vecteur  $\underline{a}_3$ ) (Fig. 2.63), la boucle est incorporée à la dislocation en créant un cran hélicoïdal. Le cran hélicoïdal peut alors glisser latéralement sur son cylindre suivant la direction du vecteur de Burgers  $\underline{a}_1$ , en étant entraîné par la dislocation. Le sens du cran hélicoïdal dépend de l'orientation relative du sens des lignes de dislocations par rapport au vecteurs de Burgers.
- Dans le cas d'une interaction entre une dislocation glissant dans le plan de base, de vecteur de Burgers  $\underline{a}_1$ , de caractère principalement vis, et d'une boucle de vecteur de Burgers  $\underline{a}_3$  (ou  $\underline{a}_2$ ), contenue dans un plan proche d'un plan prismatique (ici le plan prismatique correspondant au vecteur  $\underline{a}_1$ ) (Fig. 2.64), des jonctions sont créées à l'intersection entre la boucle et la dislocation. Les jonctions ont des vecteurs de Burgers  $-\underline{a}_2$  ( $\underline{a}_1 + \underline{a}_3 = -\underline{a}_2$ ), vecteur qui appartient au plan de base et qui permet donc le glissement des jonctions dans ce plan. Comme précédemment, la boucle glisse sur son cylindre suivant la direction

- $\underline{a}_3$ , entraînée par la dislocation, sans que les jonctions empêchent son glissement.
- Si c'est une dislocation de vecteur de Burgers  $\underline{a}_1$ , glissant dans le plan prismatique qui rencontre une boucle de vecteur de Burgers  $\underline{a}_1$ , contenue dans un plan proche d'un plan prismatique (ici le plan prismatique correspondant au vecteur  $\underline{a}_3$ ) (Fig. 2.65), alors la boucle est incorporée à la dislocation en créant un cran hélicoïdal, cran qui peut glisser sur son cylindre dans la direction  $\underline{a}_1$  poussé latéralement par la dislocation. Le mécanisme de balayage est donc possible dans ce cas.
  - En revanche, si la dislocation de vecteur de Burgers  $\underline{a}_1$ , glissant dans le plan prismatique rencontre une boucle de vecteur de Burgers  $\underline{a}_3$  (ou  $\underline{a}_2$ ) (Fig. 2.66), la jonction créée, qui se réduit à un point, a un vecteur de Burgers  $-\underline{a}_2$  qui n'est pas contenu dans le plan de glissement de la dislocation. La jonction créée est alors sessile (le point d'intersection est astreint à rester à l'intersection entre les deux plans ainsi que sur le cylindre de glissement de la boucle) et de surcroît, le cylindre de glissement de la boucle n'est pas orienté de façon favorable pour le balayage par la dislocation. Néanmoins, pour une contrainte appliquée suffisante, la jonction sessile peut être franchie suivant le mécanisme de contournement d'Orowan, la boucle n'étant cependant pas balayée (Fig. 2.67).

Ceci implique que dans deux cas sur trois, l'interaction entre les dislocations glissant dans le plan prismatique et les boucles ne conduit pas au balayage des boucles. La canalisation est ainsi plus difficile suivant les plans prismatiques que suivant le plan de base, comme il a été observé en MET. En outre, le fait que les canaux prismatiques et pyramidaux n'apparaissent pas complètement éclaircis peut justement s'expliquer par la difficulté à balayer les boucles pour ces systèmes de glissement.

### 2.2.3.7 Discussion sur les mécanismes de formation des canaux

La formation des canaux basaux se produit donc vraisemblablement grâce à un mécanisme d'entraînement des boucles  $\langle a \rangle$ , ainsi que de leurs jonctions glissiles, par les dislocations basales. Néanmoins, la friction de réseau du système prismatique (correspondant à la cission critique du matériau non irradié), bien inférieure à celle du système basale ( $\tau_P < \tau_B$  dans le cas non irradié), impose que les dislocations glissent initialement suivant les plans prismatiques, celles-ci déviant ensuite dans le plan basal à leur rencontre des boucles  $\langle a \rangle$ . Mais, dès qu'un segment de dislocation ne rencontre plus de boucle, celui-ci dévie vraisemblablement de nouveau dans le plan prismatique. Ce phénomène de double glissement dévié serait à l'origine de l'élargissement des canaux basaux (Fig. 2.68).

Les boucles ainsi entraînées par les dislocations suivant le plan de base, peuvent être alors soit poussées vers les bords du grain, ou bien rencontrer d'autres boucles de vecteurs de Burgers identiques ou opposés et être ainsi incorporées ou bien annihilées. Si on considère par exemple une boucle traînée par une dislocation qui rencontre une autre boucle de même vecteur de Burgers (Fig. 2.69), alors cette dernière est incorporée à la première boucle, laissant éventuellement quelques débris (lacunes ou interstitiels) sur son passage. De même, lorsque deux crans hélicoïdaux de sens opposés qui glissent chacun sur leur cylindre latéralement le long d'une ligne de



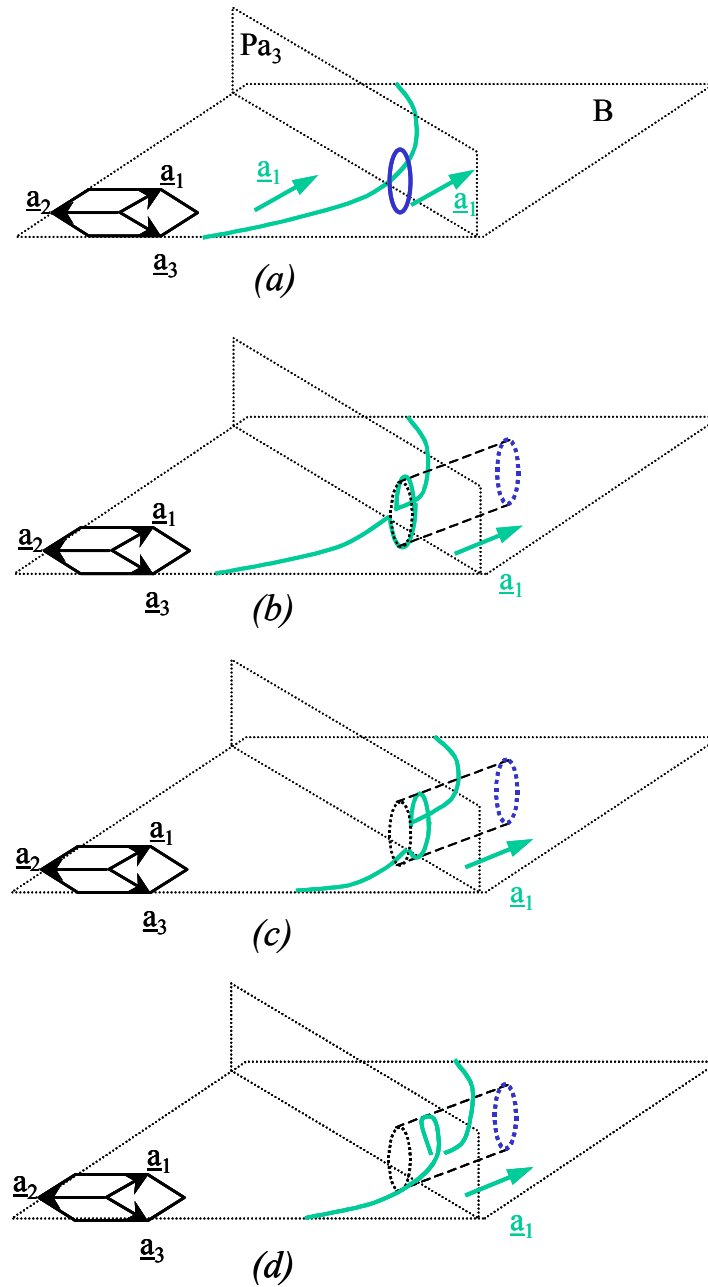


FIG. 2.63 – Interaction d'une dislocation de vecteur de Burgers  $\underline{a}_1$  glissant dans le plan de base et une boucle de vecteur de Burgers  $\underline{a}_1$ .

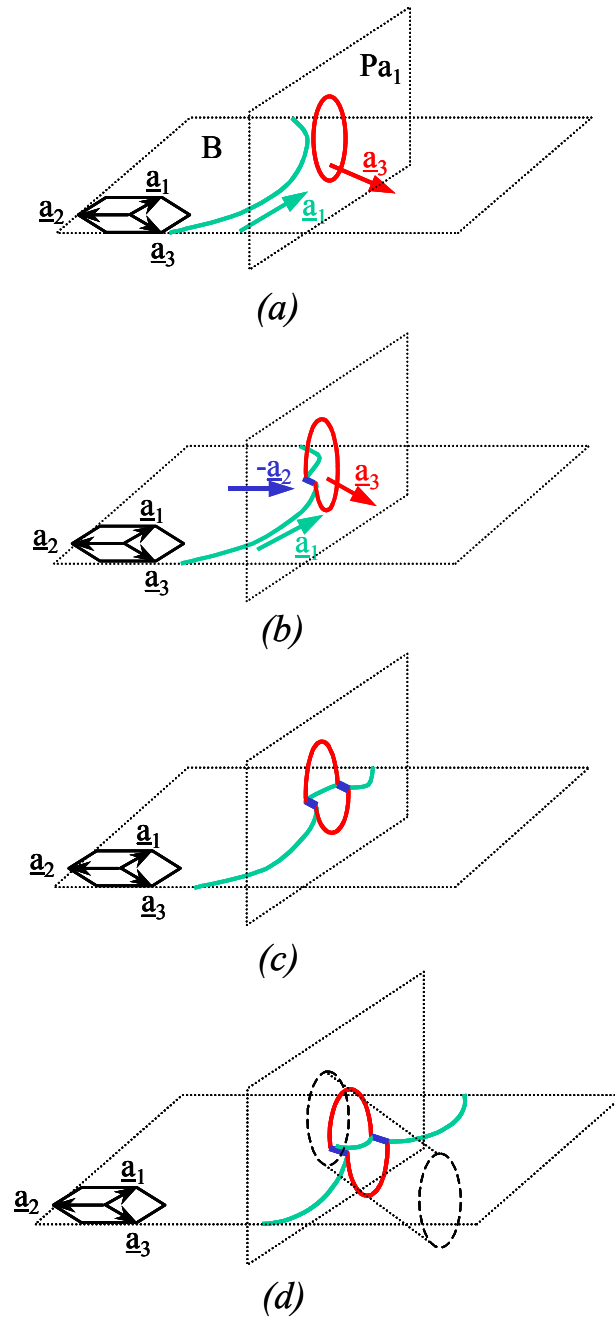


FIG. 2.64 – Interaction d'une dislocation de vecteur de Burgers  $\underline{a}_1$  glissant dans le plan de base et une boucle de vecteur de Burgers  $\underline{a}_3$ .

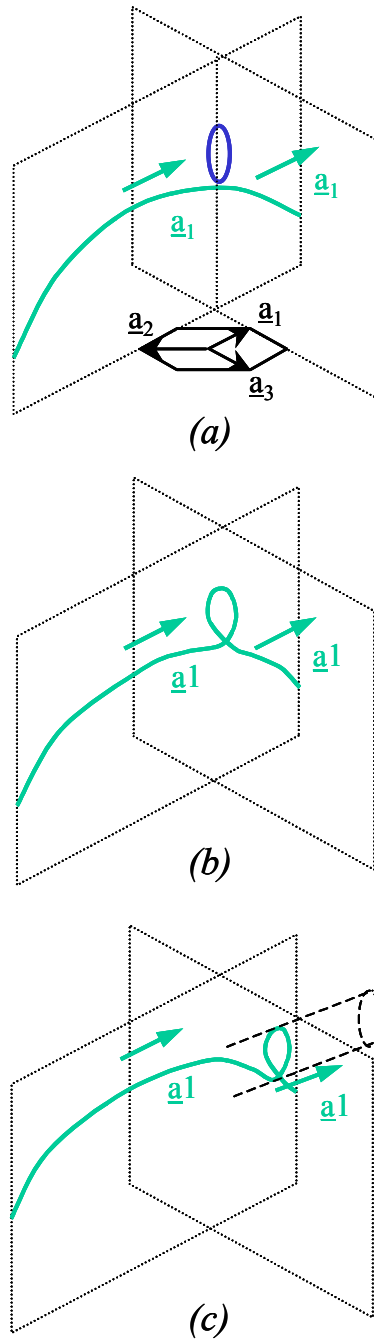


FIG. 2.65 – Interaction d'une dislocation de vecteur de Burgers  $\underline{a}_1$  glissant dans un plan prismatique  $(Pa_1)$  et une boucle de vecteur de Burgers  $\underline{a}_1$ .

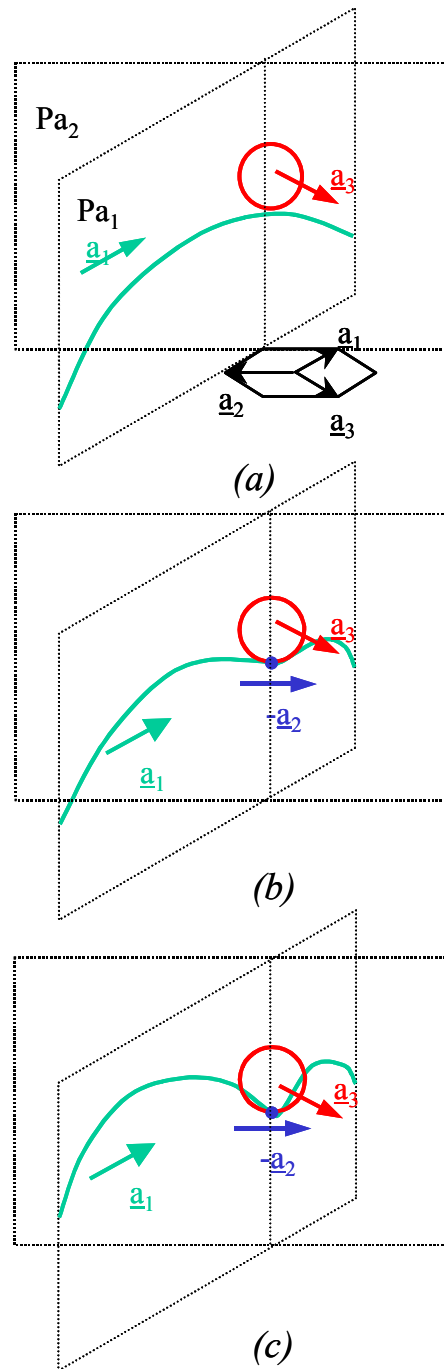


FIG. 2.66 – Interaction d'une dislocation de vecteur de Burgers  $\underline{a}_1$  glissant dans un plan prismatique ( $Pa_1$ ) et une boucle de vecteur de Burgers  $\underline{a}_3$ .

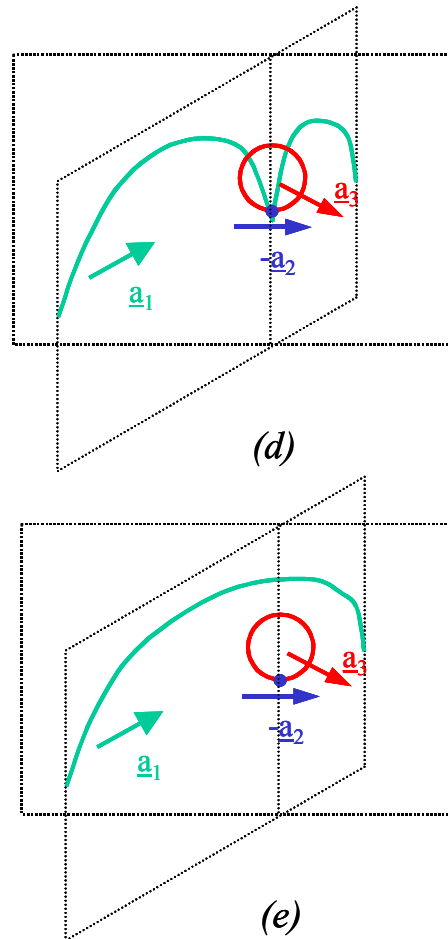


FIG. 2.67 – *Franchissement par le mécanisme d’Orowan de la jonction sessile créée par l’interaction d’une dislocation de vecteur de Burgers  $\underline{a}_1$  glissant dans un plan prismatique  $(Pa_1)$  et une boucle de vecteur de Burgers  $\underline{a}_3$ .*

dislocation glissant dans le plan de base (Fig. 2.70), ceux-ci vont pouvoir s'annihiler entre eux, par un mécanisme analogue au mécanisme inverse de double glissement dévié, reconstituant une ligne de dislocation sans cran. On peut ainsi envisager de multiples mécanismes mettant en jeu plusieurs dislocations ainsi que plusieurs boucles permettant la destruction progressive des boucles dans le canal basal. Il faut également noter que la répulsion élastique des boucles par les dislocations peut jouer un rôle dans le phénomène de "nettoyage" des canaux.

Dans le cas des canaux prismatiques et pyramidaux on peut envisager que seules les boucles correspondant au système de glissement (même vecteur de Burgers que les dislocations glissiles) soient annihilées par le mécanisme d'incorporation d'un cran hélicoïdal. Ceci expliquerait ainsi que les canaux prismatiques et pyramidaux ne semblent pas tout à fait nettoyés. Il est également possible que le mécanisme assez complexe décrit par Carpenter (1976) puisse permettre l'annihilation des trois types de boucles  $\langle a \rangle$  par un seul système de glissement. Carpenter (1976) note aussi que le fait que des boucles interstitielles et lacunaires soient simultanément présentes puisse permettre leur annihilation mutuelle sous l'effet de fortes contraintes locales dues aux dislocations glissiles.

### 2.2.3.8 Analyse en termes de fraction volumique de canaux

L'estimation, pour chacune des éprouvettes étudiées, de la largeur moyenne et du nombre moyen de canaux permet de calculer, de façon approximative, la fraction volumique de canaux dans le matériau. En effet, en supposant, par simplicité, des grains cubiques de côté  $d_g$ , et en considérant que les canaux traversent l'ensemble du grain (Fig. A.20), la fraction volumique des  $n_{ch}$  de largeur  $d_{ch}$  est donnée par :

$$f_{ch} = n_{ch} \frac{d_{ch} d_g^2}{d_g^3} = n_{ch} \frac{d_{ch}}{d_g}$$

La fraction volumique moyenne de canaux s'écrit donc :

$$\langle f_{ch} \rangle = \left\langle n_{ch} \frac{d_{ch}}{d_g} \right\rangle \simeq \langle n_{ch} \rangle \frac{\langle d_{ch} \rangle}{\langle d_g \rangle}$$

Les valeurs  $\langle n_{ch} \rangle$  et  $\langle d_{ch} \rangle$  sont données par les histogrammes issus de l'analyse expérimentale. La taille moyenne des grains est prise égale à  $\langle d_g \rangle = 8 \mu\text{m}$  pour les éprouvettes A, C et D, et égale à  $\langle d_g \rangle = 25 \mu\text{m}$  pour l'éprouvette B. Il est ainsi possible de tracer pour chacune des éprouvettes étudiées l'évolution de la fraction volumique de canaux en fonction de la déformation plastique macroscopique (Fig. 2.72). Compte tenu de l'incertitude sur la détermination de la largeur des canaux et du nombre de canaux, on constate que les fractions volumiques sont du même ordre de grandeur dans le cas des quatre éprouvettes étudiées et cela malgré les différences de tailles de grains. En effet, on remarque que, dans le cas de l'éprouvette B, les canaux sont plus larges mais les grains sont également plus gros, la fraction volumique est donc équivalente à celle déterminée pour les autres éprouvettes. Ce phénomène suggère que la fraction volumique de canaux pour un niveau donné de déformation plastique soit peu dépendante de la taille de grain. De plus, comme pour une déformation plastique macroscopique nulle le matériau ne comporte aucun canal, on peut déduire qu'il y a augmentation du nombre

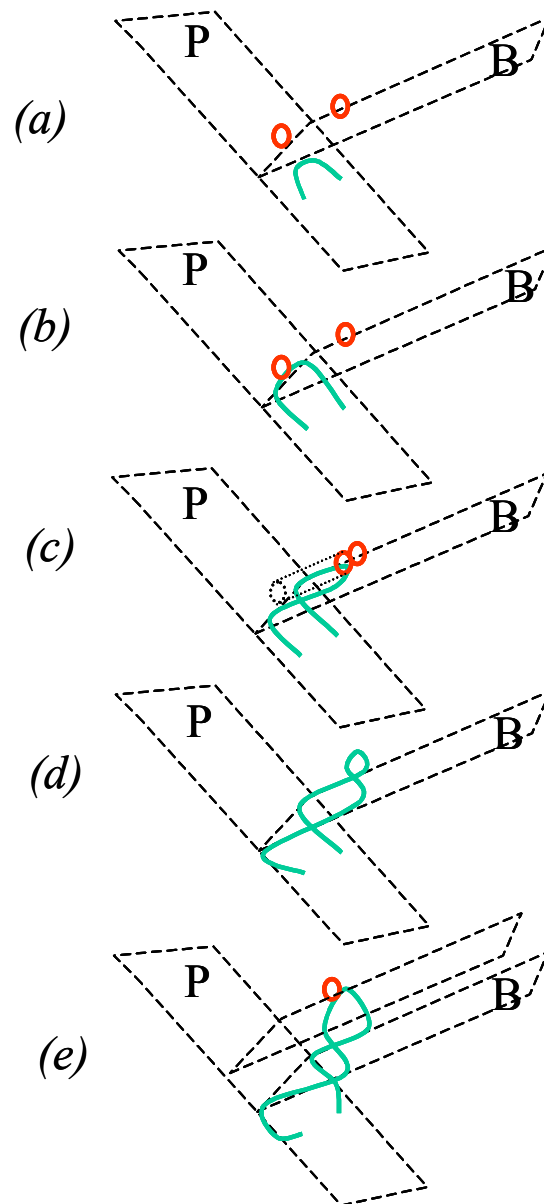


FIG. 2.68 – Mécanisme de double glissement dévié des dislocations conduisant à l'élargissement des canaux basaux. (a) Une source s'active dans le plan prismatique, (b) la dislocation rencontre une boucle  $\langle a \rangle$ , (c) la dislocation dévie dans le plan de base en entraînant la boucle, (d) la boucle est annihilée par une autre boucle de vecteur de Burgers opposé, (e) la dislocation re-dévie dans le plan prismatique jusqu'à rencontrer une autre boucle.

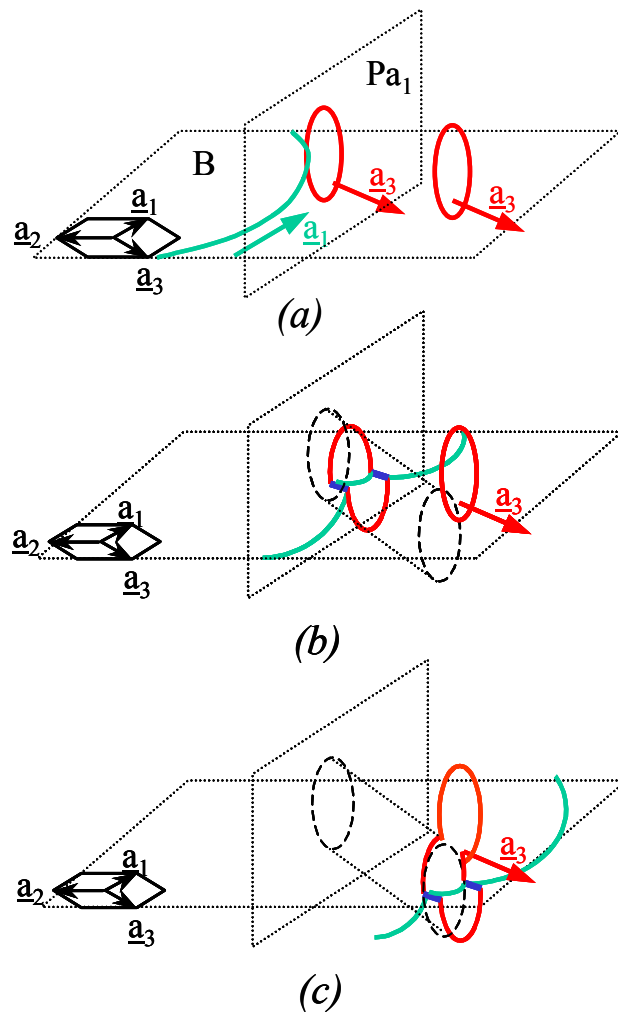


FIG. 2.69 – Incorporation par une boucle, traînée par une dislocation, d'une autre boucle de même vecteur de Burgers.



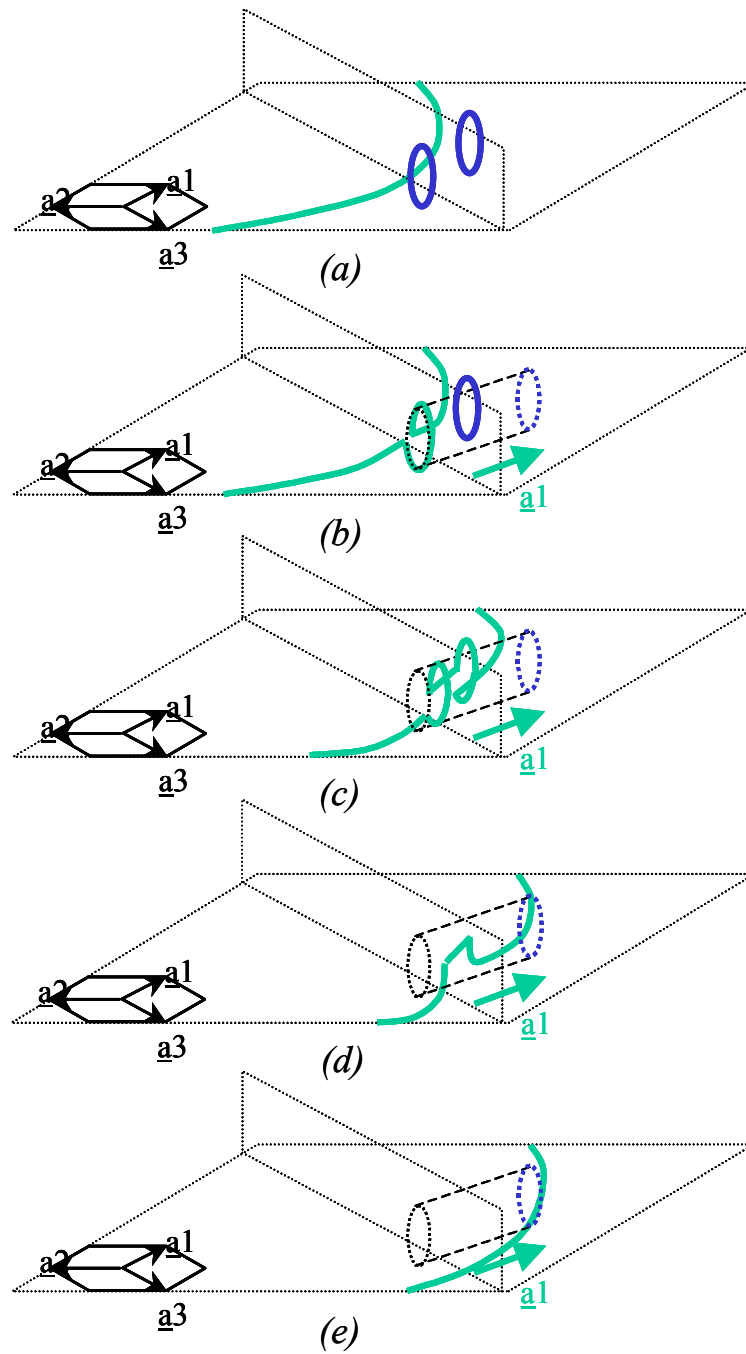


FIG. 2.70 – Annihilation de deux crans hélicoïdaux de sens opposés le long d'une ligne de dislocation glissant dans le plan de base.

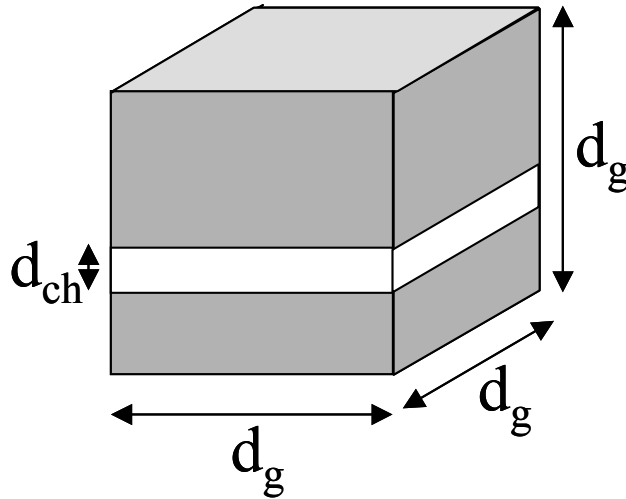


FIG. 2.71 – Définition de la fraction volumique de canaux pour des grains supposés cubiques.

de canaux avec la déformation plastique et d'autre part que le taux d'augmentation du nombre de canaux semble progressivement diminuer.

Cette analyse est confirmée par l'étude expérimentale de Mori et Meshii (1969) dans le cas de monocristaux d'aluminium trempés dans lesquels une grande densité de boucles lacunaires est créée. Ces auteurs ont en effet mis en évidence, par des observations MET, la présence de canaux dus au balayage des boucles lacunaires, la largeur moyenne des canaux dans leur cas étant de  $1 \mu\text{m}$ . Ils ont observé l'apparition de bandes de glissement en surface du monocristal, bandes de largeur moyenne de  $1 \mu\text{m}$  qui correspondent à l'émergence des canaux en surface. Le nombre de bandes de glissement et leur largeur ont été déterminés grâce à l'utilisation de répliques et de différentes techniques de microscopie. Les auteurs donnent notamment l'évolution du nombre de bandes de glissement, de largeur  $1 \mu\text{m}$ , par unité de longueur (le long du monocristal) avec le cisaillement macroscopique. On constate que les données de Mori et Meshii (Fig. 2.73), suivent une évolution semblable à celle observée dans le cadre de notre étude.

Afin d'analyser, de façon plus précise, l'évolution de la fraction volumique de canaux pour chacune des orientations cristallines, nous avons calculé, pour chacun des 161 grains étudiés en MET, pour les quatre éprouvettes de l'étude statistique (A, B, C et D), la fraction volumique moyenne de canaux basaux du grain correspondant ( $f_{ch} \simeq n_{ch}d_{ch} / \langle d_g \rangle$ ,  $d_{ch}$  étant la largeur moyenne des canaux pour un grain donné) en prenant une taille de grain moyenne de  $\langle d_g \rangle = 8 \mu\text{m}$  pour les éprouvettes A, C et D, et de  $d_g = 25 \mu\text{m}$  pour l'éprouvette B. La fraction volumique de canaux basaux pour chacun des grains a été représentée en fonction du facteur de Schmid basal maximum (Fig. 2.74). Ce graphique permet de confirmer que pour les grains dont le facteur de Schmid est inférieur à 0.3, la fraction volumique de canaux est nulle. Lorsque le facteur de Schmid est compris entre 0.3 et 0.4, la fraction volumique de canaux est en moyenne de 2%, et comprise entre 0 et 3%. Quand le facteur de Schmid est compris entre 0.4 et 0.5, la fraction volumique de canaux semble un peu plus élevée, de l'ordre de 3% en moyenne et toujours comprise entre 0 et 10%. Néanmoins, on ne parvient pas à distinguer de façon nette

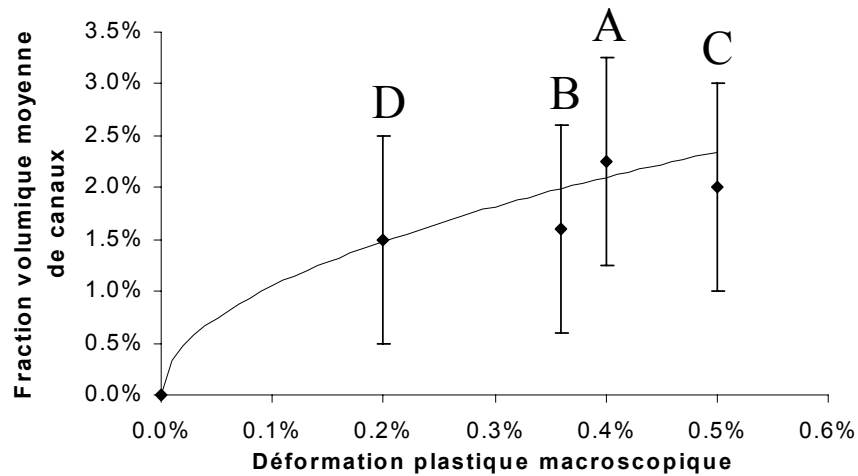


FIG. 2.72 – Evolution de la fraction volumique moyenne de canaux (par rapport au volume des grains contenant des canaux) avec la déformation plastique macroscopique.

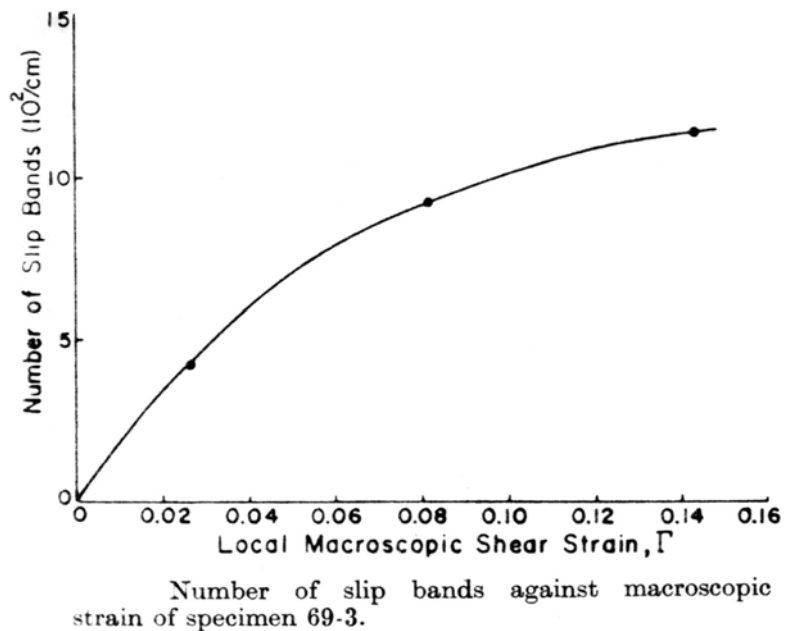


FIG. 2.73 – Evolution du nombre de bandes de glissement par unité de longueur, le long du monocristal en fonction de la déformation plastique macroscopique (Mori, 1969).

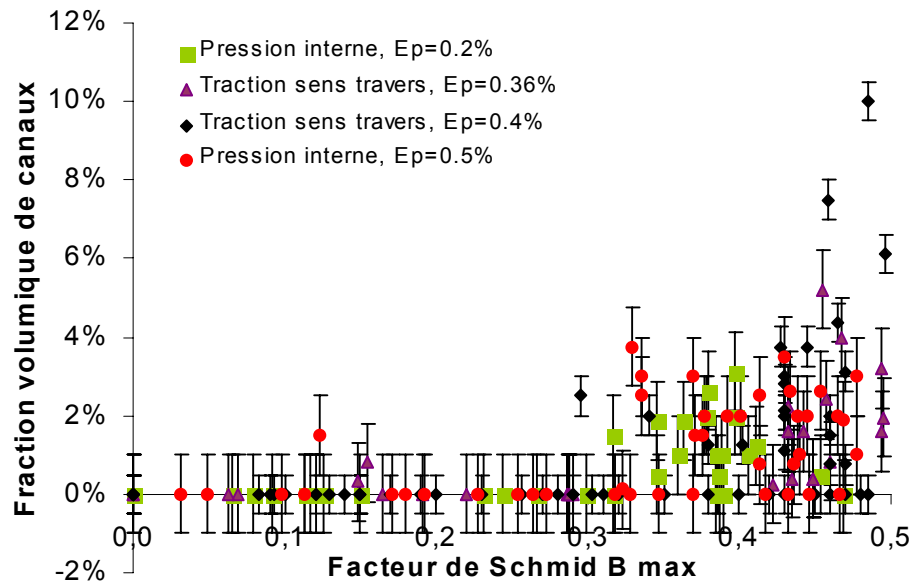


FIG. 2.74 – Fraction volumique de canaux basaux en fonction du facteur de Schmid maximal basal pour l'ensemble de tous les grains étudiés des éprouvettes A, B, C et D.

une évolution avec le niveau de déformation plastique macroscopique.

L'augmentation de la fraction volumique de canaux avec la déformation plastique peut être vraisemblablement attribuée d'une part à un écrouissage qui se produit à l'intérieur du canal du fait d'une accumulation de débris issus des interactions avec les boucles et d'autre part à l'augmentation des contraintes internes liées aux incompatibilités de déformation entre les grains qui imposent que la fraction volumique de canaux augmente afin de mieux répartir la déformation plastique.

## Synthèse concernant l'étude expérimentale MET du mécanisme de canalisation

L'étude expérimentale MET a montré que pour tous les trajets de chargement investigués, on observe des canaux après déformation plastique à 350°C pour les alliages de zirconium irradiés aux neutrons. La canalisation semble, de plus, être le seul vecteur de la déformation plastique. Des métrologies précises ont également démontré que, bien qu'à l'échelle du grain la déformation soit localisée dans les canaux, à l'échelle de l'éprouvette la déformation reste homogène jusqu'à la contrainte maximum. L'étude statistique MET de la canalisation des dislocations a démontré que dans le cas de la traction sens travers et de la pression interne à 350°C, pour une déformation plastique inférieure ou égale à l'allongement réparti, seule la canalisation basale est observée. Néanmoins, du fait de la forte texture du matériau, la canalisation prismatique et pyramidale apparaît pour des essais de traction axiale, la canalisation basale n'étant plus observée du fait de l'orientation très défavorable de ce système pour cette sollicitation. Ces observations mènent à la conclusion que l'irradiation modifie l'activation des systèmes de glissement, modification qui est associée à une augmentation des cissions critiques ainsi qu'à un changement de la hiérarchie des cissions critiques ( $\tau_B < \tau_P$ ). Les mesures de la contrainte d'écoulement à 0.005% de déformation plastique ont été utilisées pour estimer les cissions critiques basale et prismatique ( $105 \text{ MPa} \leq \tau_P \leq 175 \text{ MPa}$  et  $80 \text{ MPa} \leq \tau_B \leq 135 \text{ MPa}$ ). L'analyse expérimentale a également démontré que la fraction volumique de canaux augmente avec la déformation macroscopique et que pour les grains dont le facteur de Schmid du système basal est supérieur à 0.3, la fraction volumique de canaux est de l'ordre de 2%.

Les modifications des valeurs de cissions critiques ont été interprétées en termes de jonctions entre dislocations et boucles. Il a notamment pu être démontré que les jonctions créées entre boucles et dislocations glissant dans le plan de base sont systématiquement glissiles, alors que lorsque les dislocations glissent dans les plans prismatiques, dans deux cas sur trois les jonctions sont sessiles. Une analyse de l'évolution de la contrainte d'écoulement confrontée aux observations MET a suggérée que la forte localisation de la déformation dans les canaux conduit à d'importantes incompatibilités de déformation entre les canaux et les grains environnants, ce qui a pour effet de générer de fortes contraintes internes, contraintes internes qui viennent compenser, à l'échelle macroscopique, l'adoucissement local qui se produit dans les canaux. L'étude des lames minces issues des éprouvettes de traction sens travers prélevées dans l'épaisseur d'une tôle épaisse ont permis de démontrer que les canaux basaux se propagent de grains en grains suivant la direction de cisaillement. La propagation des canaux apparaît vraisemblablement lorsque la concentration de contrainte aux joints de grain (et la contrainte interne qui lui est associée), liée à la forte localisation de la déformation plastique dans les canaux, devient trop importante. Ceci explique qu'au delà d'un certain seuil, la contrainte macroscopique cesse d'augmenter.

## 2.3 Etude complémentaire sur matériau irradié aux ions

Afin d'obtenir des informations complémentaires concernant les mécanismes de déformation plastique des alliages de Zr irradiés (interactions élémentaires dislocation-boucle), des essais de traction in situ en MET ont été réalisés sur du Zy-4 irradié aux ions zirconium ( $Zr^+$ ) (au Laboratoire de Thermodynamique et Physico-Chimie Métallurgiques de l'INPG et avec le CEA de Grenoble). La microstructure, ainsi que le durcissement induit par l'irradiation aux ions, ont aussi été préalablement caractérisés.

### 2.3.1 Irradiation aux ions $Zr^+$

Les ions, de la même manière que les neutrons, lorsqu'ils traversent le matériau à vitesse rapide déplacent les atomes du réseau cristallin par collisions élastiques et créent des cascades de déplacement d'atomes. Comme pour les neutrons, les défauts ponctuels créés dans les cascades diffusent et forment des amas qui évoluent au cours de l'irradiation. Pour des paramètres d'irradiation adaptés, il est possible de reproduire une microstructure d'irradiation semblable à celle obtenue à l'issue d'une irradiation en réacteur nucléaire. Ces irradiations sont relativement souples à réaliser et ne conduisent pas à l'activation du matériau. Elles sont donc souvent utilisées pour simuler l'irradiation neutronique. Cependant, elles ne permettent l'endommagement que d'une très faible épaisseur, de l'ordre de 500 nm, dans le cas de l'accélérateur utilisé. Ces dispositifs sont néanmoins bien adaptés aux expériences qui nous intéressent, consistant à irradier des lames minces puis à tractionner celles-ci dans un microscope électronique en transmission en visualisant in situ les mécanismes de déformation plastique.

Afin de ne pas introduire d'autres éléments chimiques dans le matériau et ne créer que des défauts ponctuels, il a été choisi d'irradier du Zy-4 recristallisé avec des ions zirconium ( $Zr^+$ ). La mise en œuvre des irradiations aux ions ainsi que la préparation des éprouvettes sont détaillées dans l'annexe C. Les principales caractéristiques de l'irradiation sont rappelées dans le tableau 2.6.

TAB. 2.6 – Conditions pour l'irradiation aux ions  $Zr^+$ .

Matériau	Température d'irradiation	Flux ions.m <sup>-2</sup> .s <sup>-1</sup>	Energie des ions $Zr^+$	Dose dpa NRT	Epaisseur irradiée
Tôle en Zy-4 Rx	350°C	10 <sup>15</sup>	0.6 et 1 MeV	0.4 et 1 dpa	500 nm

### 2.3.2 Caractérisation de la microstructure et du durcissement

#### 2.3.2.1 Microstructure

Les clichés MET 2.75 et 2.76 représentent des microstructures caractéristiques du matériau irradié à 0.4 dpa. Sur le cliché 2.75 pris à fort grandissement, on distingue nettement une

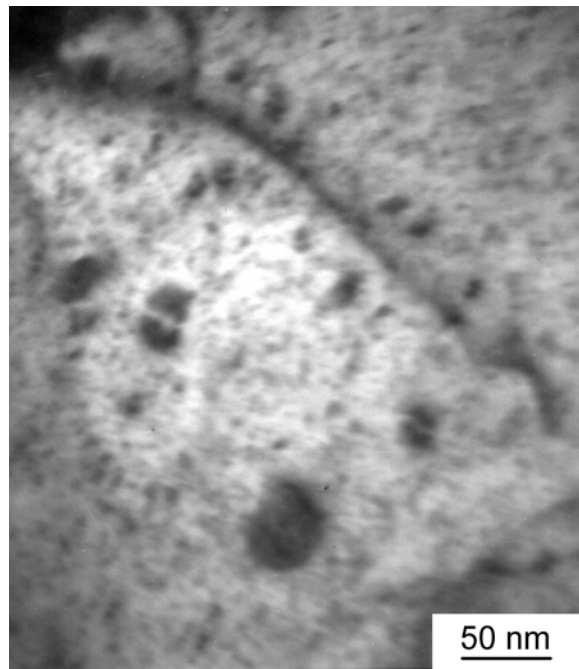


FIG. 2.75 – Cliché MET à fort grandissement d'une ligne de dislocation et de boucles créées par l'irradiation (0.4 dpa).

ligne de dislocation, des points noirs (black dots) qui correspondent à des petites boucles et des boucles de taille plus importante qui présentent un contraste en "grain de café" caractéristique. Le diamètre des boucles a été grossièrement estimé à  $6 \text{ nm} \pm 2 \text{ nm}$ .

Le cliché 2.77 illustre une microstructure d'irradiation du matériau irradié à 1 dpa. On constate que la densité de boucles est notablement plus importante que dans le cas du matériau irradié à 0.4 dpa.

### 2.3.2.2 Durcissement

Afin de caractériser le niveau de durcissement induit par l'irradiation aux ions et ainsi relier cette étude complémentaire aux analyses précédentes, des essais de nano-indentation ont été réalisés. Ces essais consistent à appliquer une pointe en diamant de forme pyramidale (Berkovitch) sur une surface plane du matériau et enregistrer l'effort appliqué ainsi que l'enfoncement de l'indenteur au cours de l'essai. La dureté, qui correspond au rapport entre la force appliquée et l'aire de contact projetée sur la surface plane, est ensuite calculée grâce à un dépouillement spécifique (Annexe C). Cette technique expérimentale a été appliquée au Zy-4 recristallisé non irradié et irradié aux ions  $\text{Zr}^+$  jusqu'à une dose de 0.4 et 1 dpa. La méthode adoptée a été développée dans le cadre de la thèse de Robertson (1998). Celle-ci consiste à réaliser plusieurs séries d'indentation sur la face polie (polissage en cuvette dans notre cas) et irradier de petits disques (3 mm de diamètre) et ainsi estimer la valeur moyenne de dureté correspondante. Le dispositif utilisé est celui du Service de Recherches en Métallurgie Physique du CEA-Saclay, dispositif qui ne permet que la réalisation d'essais à température ambiante.

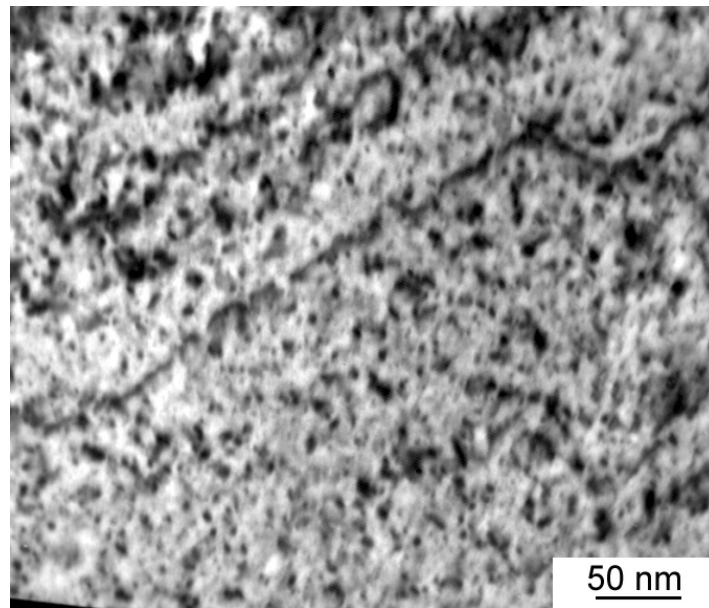


FIG. 2.76 – Microstructure d'irradiation du Zr-4 irradié jusqu'à 0.4 dpa avec des ions  $Zr^+$  à  $350^\circ C$ .

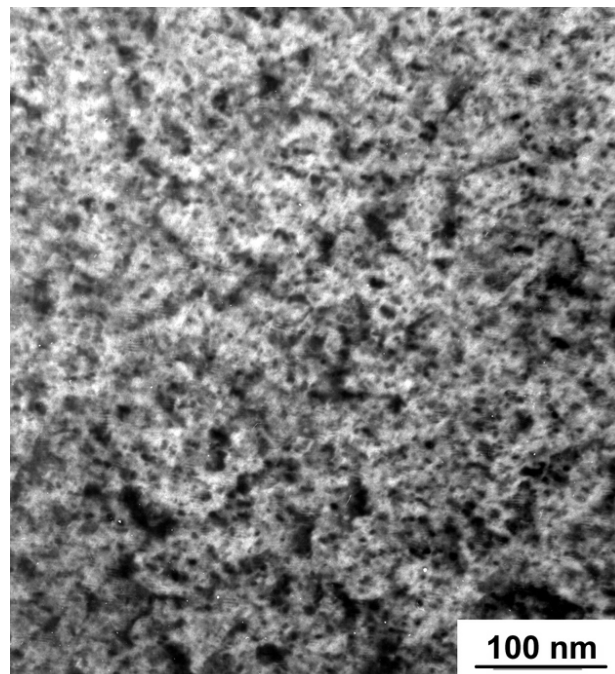


FIG. 2.77 – Microstructure d'irradiation du Zr-4 irradié jusqu'à 1 dpa avec des ions  $Zr^+$  à  $350^\circ C$ .



Les résultats de ces essais, présentés en détail dans l'annexe C, ont permis de vérifier que l'irradiation aux ions induit bien un durcissement, durcissement qui est du même ordre que celui mesuré lors d'essais mécaniques macroscopiques réalisés à température ambiante.

### 2.3.3 Caractérisation des mécanismes par traction in situ MET (à 350°C)

L'irradiation aux ions conduit bien d'une part à une microstructure similaire à la microstructure obtenue après irradiation aux neutrons, mais également à un durcissement du même ordre de grandeur. Les mécanismes d'interaction entre dislocations et boucles sont donc vraisemblablement identiques. Grâce aux essais de traction in situ en MET, les mécanismes élémentaires d'interaction, ainsi que leur cinétique ont été étudiés.

#### 2.3.3.1 Principe

Les expériences de traction in situ en MET consistent à appliquer une force à un micro-échantillon présentant un trou dont les bords sont observables en MET. Les mécanismes élémentaires de déformation plastique des matériaux peuvent alors être directement visualisés, in situ, à l'échelle des dislocations. Ces expériences sont très intéressantes dans le cas de notre étude puisqu'elles permettent de mieux appréhender l'effet d'une grande densité de petites boucles d'irradiation sur les mécanismes de déformation plastique des alliages de zirconium.

Le porte-objet utilisé (Fig. 2.78) a été mis au point au CEA de Grenoble. Celui-ci est essentiellement simple tilt ( $\pm 30^\circ$ ), une rotation de  $\pm 6^\circ$  étant permise autour de l'axe de tilt secondaire afin de pouvoir se placer dans de bonnes conditions de diffraction. Le porte-objet est de plus muni d'une platine chauffante. Afin de se rapprocher des essais réalisés sur éprouvettes massives, les essais de traction in situ ont été réalisés à une température de 350°C. Le dispositif de pilotage de l'essai de traction in situ est monté sur un microscope JEOL 300 kV. Des éprouvettes de Zy-4 recristallisé prélevées suivant le sens travers ainsi que suivant le sens long d'une tôle, non irradiées et irradiées à des doses de 0.4 et 1 dpa ont été tractionnées. Dans chacun des cas, des grains spécifiques situés dans la zone de plus forte contrainte sont choisis. Dès lors que le glissement des segments de dislocations présents dans ces grains est observé, la force globale appliquée sur l'échantillon est maintenue constante et le mouvement des segments de dislocations est enregistré en temps réel grâce à une caméra et un magnétoscope. Lorsqu'il n'est plus observé de mouvement de dislocations, la force est de nouveau augmentée. L'essai est interrompu avant rupture de l'éprouvette afin de pouvoir observer les lames après essai. Compte tenu des limitations angulaires du porte-objet, l'orientation des grains étudiés n'est pas systématiquement connue avec précision. Néanmoins, après essais, les lames ont été de nouveau étudiées sur un microscope électronique en transmission conventionnel (Philips EM430), permettant une détermination de l'orientation des grains ainsi que l'indexation des traces de glissement des dislocations. La microstructure observée a ainsi été comparée à la microstructure des éprouvettes massives après essai.

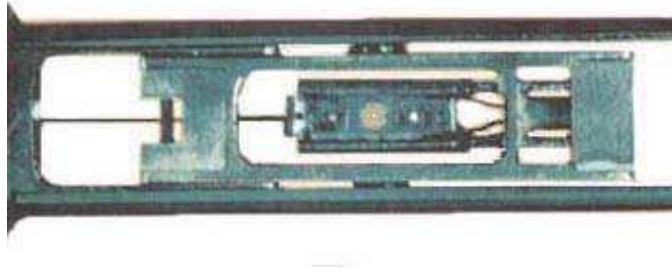
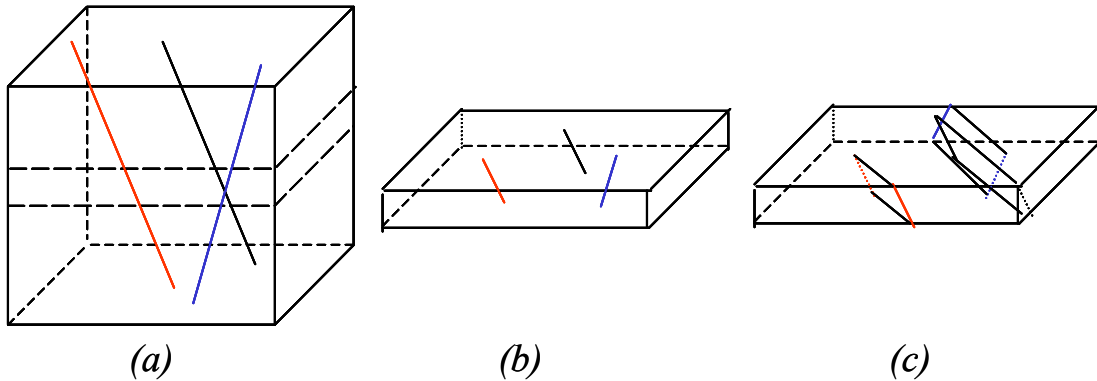
FIG. 2.78 – Photographie du porte-objet de traction *in situ* MET.

FIG. 2.79 – Dans le cas des éprouvettes de traction *in situ*, une coupe est réalisée (b) dans la microstructure initiale (a). Sous l'action de la sollicitation les segments de dislocations glissent dans l'épaisseur de la lame (c).

### 2.3.3.2 Résultats

En premier lieu, il a été constaté que, pour toutes les éprouvettes étudiées, la microstructure de déformation des lames minces déformées présente certaines spécificités par rapport aux lames minces prélevées sur éprouvette massive. En effet, dans le cas de l'essai de traction *in situ*, une coupe est réalisée dans la microstructure initiale lors de la réalisation des lames minces (Fig. 2.79 (a) et (b)). Ce sont alors les morceaux de dislocations initialement présentes dans lame qui glissent dans l'épaisseur de la lame, sous l'effet de la sollicitation (Fig. 2.79 (c)). En revanche, dans le cas du matériau massif non irradié, les dislocations initialement présentes (Fig. 2.80 (a)) glissent dans les grains en formant de longues lignes circulaires dont les dimensions sont du même ordre que les dimensions du grain (Fig. 2.80 (b)). La lame mince prélevée dans l'éprouvette massive correspond à une coupe de la microstructure de déformation (Fig. 2.80 (c)). Les segments de dislocations observés dans ces deux cas ont donc une histoire très différente, ce qui explique les spécificités des observations de traction *in situ*.

Ces différences conduisent notamment à l'observation de paires de longues traces rectilignes caractérisées par un contraste sombre laissé par le glissement des dislocations dans les éprouvettes de traction *in situ* (Fig. 2.83). D'après Hirsch (1977), ces lignes (Fig. 2.81 (b)) correspondent à la création d'une marche sur la surface supérieure et la surface inférieure de la

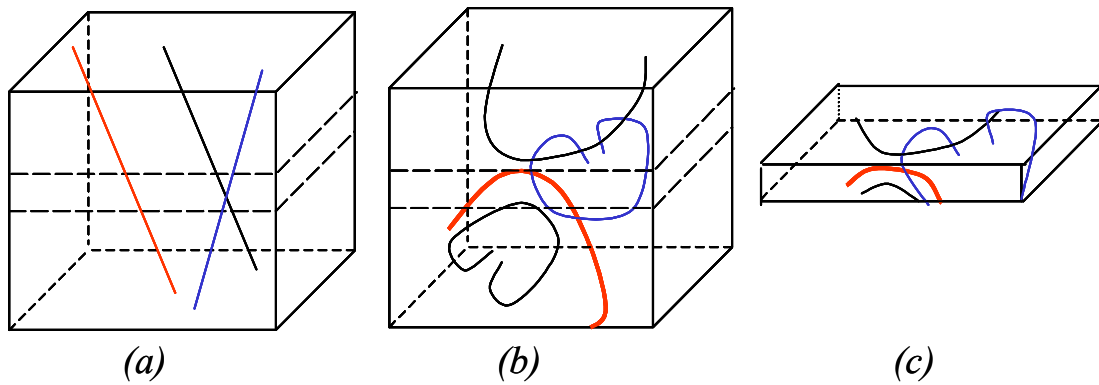


FIG. 2.80 – Dans le cas d'une éprouvette massive, les dislocations initialement présentes (a) glissent dans les grains du cristal (b). La lame mince (c) correspond à une coupe de cette microstructure.

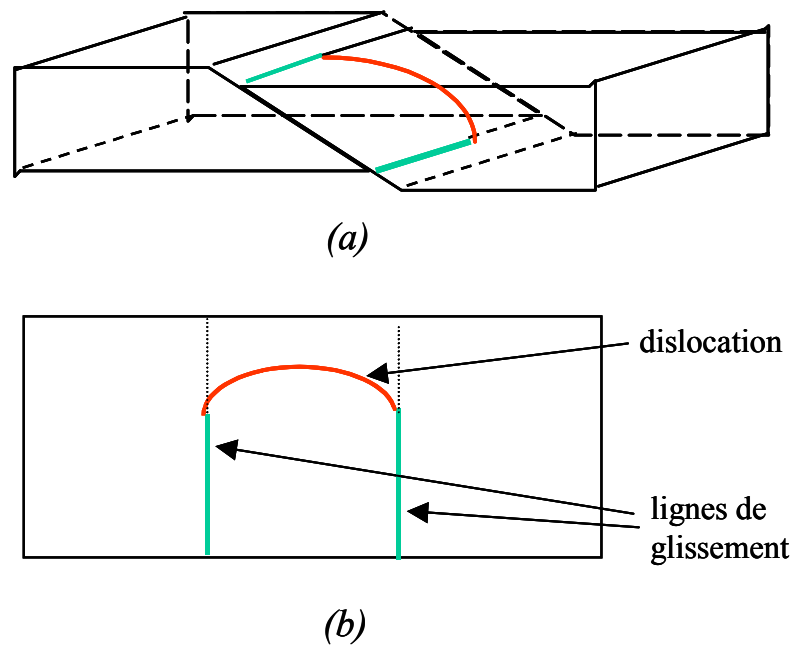


FIG. 2.81 – (a) Marches en surface créées par le glissement d'un segment de dislocation dans l'épaisseur de la lame, (b) image projetée résultante.

lame (Fig. 2.81 (a)), marches qui génèrent le cisaillement des fines couches d'oxyde présentes sur chaque surface. La résistance de la couche d'oxyde crée un champ de déformation qui donne lieu à un contraste du même type que celui des dislocations qui lui ont donné naissance (même vecteur de Burgers). Comme les traces laissées en surface correspondent à l'intersection du plan de glissement et de la surface de la lame, il est possible de déterminer les systèmes activés par l'indexation des traces de glissement sur la projection stéréographique après essai.

### **Observations in situ des mécanismes de déformation du Zy-4 non irradié**

Dans un premier temps, une éprouvette non irradiée prélevée dans le sens travers de la tôle a été tractionnée. Pour un grain dont la normale au plan de base est proche de la normale au plan de la lame, l'apparition très rapide de lignes de glissement en surface a été enregistrée (Fig. 2.82). Ces lignes de glissement sont créées par des segments de dislocations  $\langle a \rangle$  coins glissant dans les plans prismatiques. Le caractère coin est ici favorisé énergétiquement, compte tenu de la faible longueur des segments de dislocation. En effet, ces segments sont très courts puisque les plans prismatiques sont quasiment perpendiculaires au plan de la lame. Par ailleurs, ceux-ci se déplacent très rapidement dans l'épaisseur de la lame, prouvant ainsi la grande rapidité des parties coins des dislocations  $\langle a \rangle$  dans les plans prismatiques. Ce phénomène avait été observé en MET in situ par Farenc (1995) dans le cas du titane. Les lignes de glissement et les segments coins sont visualisés sur le cliché MET (Fig. 2.83) pris après essai. Des dislocations glissant dans un autre grain dans un plan prismatique incliné par rapport à la surface ont aussi été observées. Un cliché de ces dislocations, issu des films enregistrés lors des essais, est représenté sur la figure 2.84. La cinétique de glissement de ces dislocations présente un caractère visqueux (vitesse lente, aspect fluide du mouvement). Le glissement visqueux de ces dislocations courbes, majoritairement vis, peut vraisemblablement être attribué au mécanisme de double décrochement qui est thermiquement activé. Après essai, les lames ont été de nouveau étudiées de façon plus globale. Il a notamment été vérifié que les systèmes activés correspondaient bien aux systèmes prismatiques.

### **Observations in situ des mécanismes de déformation du Zy-4 irradié à 0.4 dpa**

Trois éprouvettes, prélevées dans le sens travers de la tôle et irradiées à 0.4 dpa, ont été tractionnées. Il a été observé que sous l'effet de la sollicitation, les dislocations  $\langle a \rangle$  glissent dans les plans prismatiques et pyramidaux (analyse après essai) et interagissent avec les boucles d'irradiation en s'ancrant puis en les franchissant et en les détruisant dans certains cas, comme présenté sur les clichés 2.85. Le mode de glissement des dislocations dans ce matériau irradié correspond bien au modèle de durcissement par un champ de barrières dispersées décrit par de nombreux auteurs (Foreman, 1968). En revanche, aucune localisation de la déformation n'a été mise en évidence pour ces doses d'irradiation.

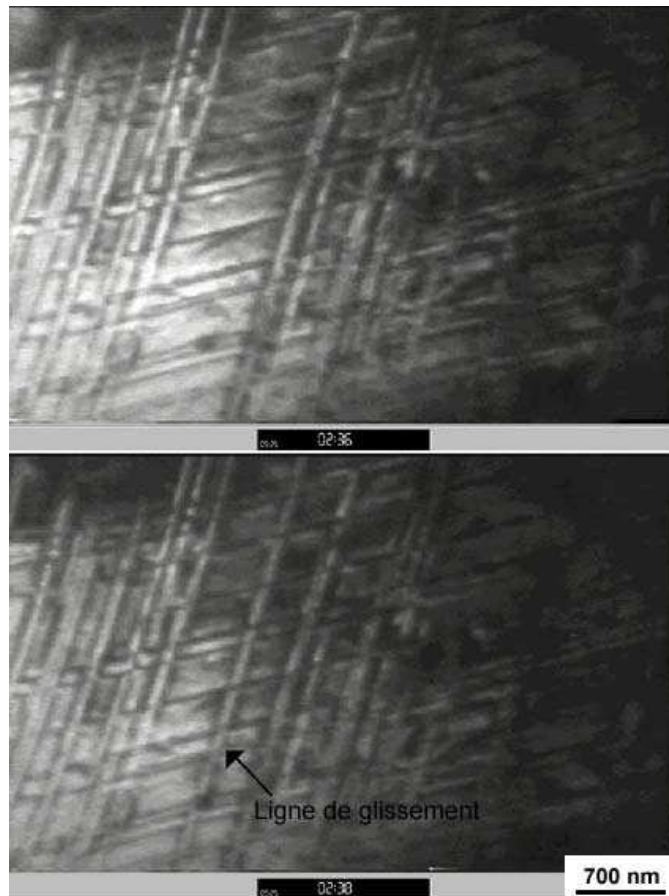


FIG. 2.82 – Apparition de lignes de glissement en surface lors de la traction *in situ* d'une éprouvette de Zy-4 non irradié.

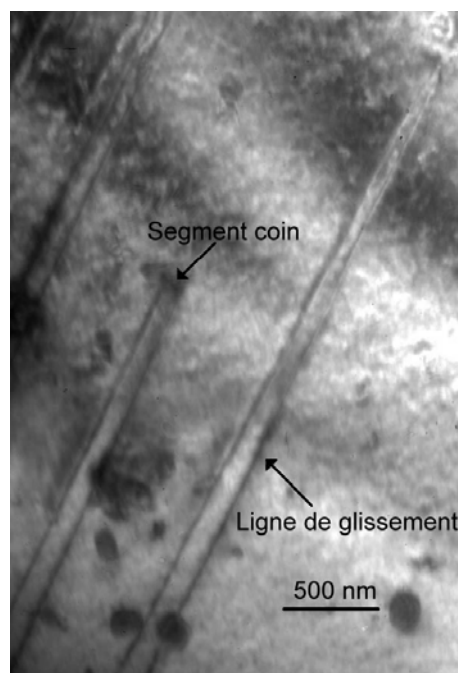


FIG. 2.83 – Lignes de glissement et segment de dislocation coin.



FIG. 2.84 – *Dislocations courbées glissant dans le matériau non irradié.*

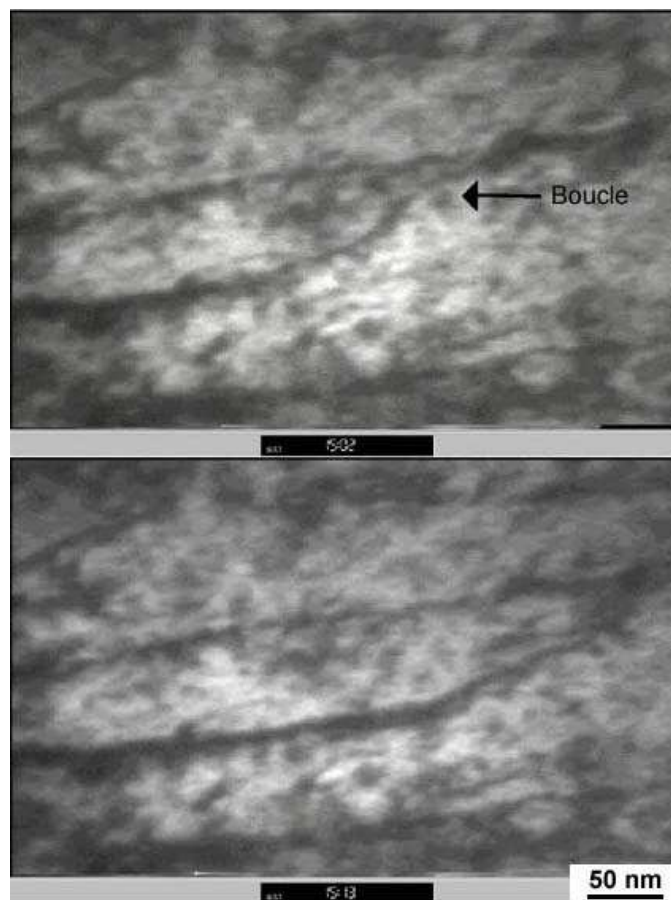


FIG. 2.85 – *Annihilation d'une boucle d'irradiation lors du glissement d'une dislocation.*

### Observations in situ des mécanismes de déformation du Zy-4 irradié à 1 dpa

Trois éprouvettes (2 sens travers, 1 sens long), irradiées à 1 dpa, ont été également tractionnées. Pour chacune de ces éprouvettes, il a été observé des segments de dislocations  $\langle a \rangle$  glissant dans les plans prismatiques et pyramidaux qui éclaircissaient progressivement des zones des grains. Trois clichés issus des films (Fig. 2.86) montrent l'éclaircissement d'une zone par glissement d'une dislocation inclinée par rapport à la normale à la lame qui laisse des traces rectilignes en surface. Ces analyses ont été confirmées par les observations après essai de bandes claires contenant moins de boucles d'irradiation (contraste clair semblable aux canaux) les traces de glissement correspondantes étant prismatiques (Fig. 2.87). Aucune trace de glissement correspondant au plan basal n'a été observée après essais. D'autre part, tout mouvement de dislocations observé lors de ces essais conduisait au balayage de boucles. On peut également noter que les lignes en surface, observées après essai, sont très sinueuses (Fig. 2.88), beaucoup plus que dans le cas du matériau non irradié, ce qui témoigne de la présence de crans sur les dislocations ou bien de glissement dévié des dislocations.

#### 2.3.3.3 Discussion et interprétations

Les observations réalisées sur Zy-4 non irradié sont en accord avec les observations en traction in situ de Farenc (1995) sur le titane ainsi qu'avec les mécanismes de déformation du matériau massif (Geyer, 1999).

Les observations réalisées sur Zy-4 irradié à 0.4 dpa mettent en évidence que les dislocations, lors de leur glissement dans les plans prismatiques et pyramidaux, s'ancrent sur les boucles à la manière des dislocations de la forêt et les franchissent ou les détruisent pour venir s'ancrer sur les boucles suivantes. Ce mode de glissement correspond au modèle de durcissement par un champ d'obstacles et non au modèle de blocage des sources (Singh, 1997) qui suppose une cinétique de glissement plus soudaine lorsque les sources se débloquent de leur nuage de petits amas et qui suppose de plus que les boucles ne bloquent pas les dislocations de façon importante. Ces observations plaident donc en faveur du mécanisme de durcissement classique du type durcissement par un champ d'obstacles dans le cas où le matériau est massif, en faisant l'hypothèse que la transposition est possible. Le fait qu'aucune localisation de la déformation n'ait été observée peut, d'une part, s'expliquer par la faible densité d'obstacles pour cette dose, et d'autre part, comme on le discute au paragraphe suivant, par des artefacts liés à la fine épaisseur tractionnée. Les mécanismes d'interaction élémentaire entre dislocation et boucle n'ont pu être clairement identifiés du fait de la petite dimension des boucles. Néanmoins, les films ont mis en évidence que, dans certains cas, les dislocations franchissent les obstacles sans les détruire alors que, dans d'autres cas, les boucles sont clairement annihilées par les dislocations (Fig. 2.85). Ceci s'explique par le fait que seuls les systèmes de glissement activés sont les systèmes prismatiques et pyramidaux, l'annihilation se produit donc uniquement lorsque la dislocation et la boucle ont même vecteur de Burgers.

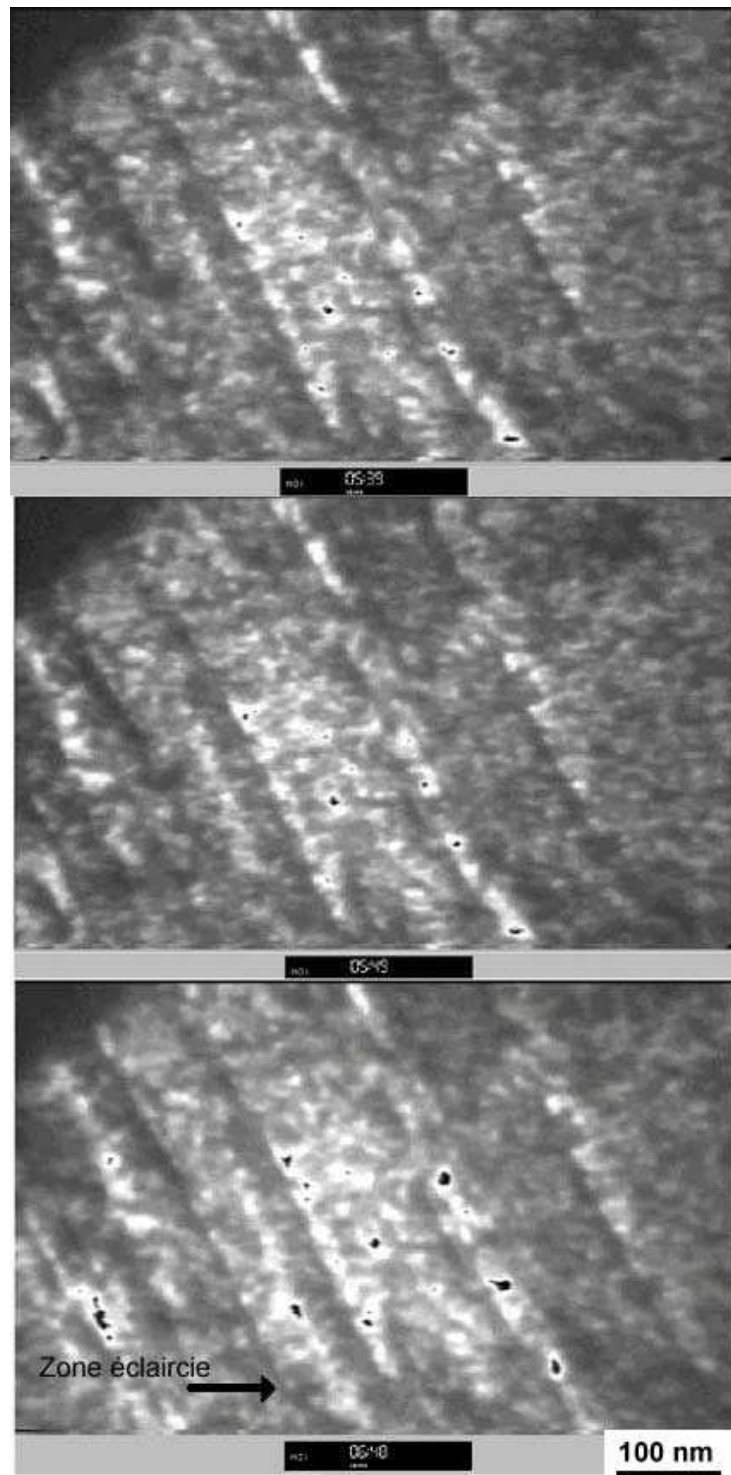


FIG. 2.86 – *Eclaircissement d'une zone, correspondant aux plans prismatiques ou pyramidaux, par balayage des boucles d'irradiation lors du glissement d'une dislocation.*



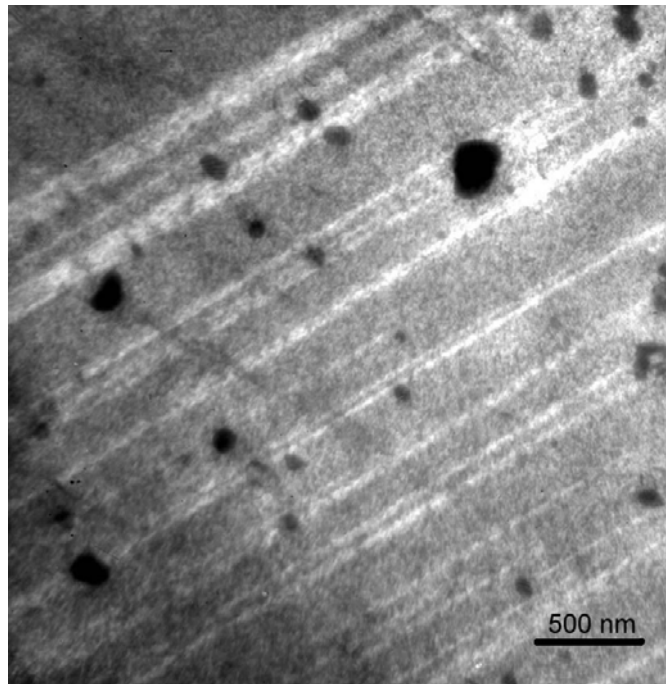


FIG. 2.87 – *Traces claires suivant les plans prismatiques ou pyramidaux dans lesquelles les boucles ont été balayées.*

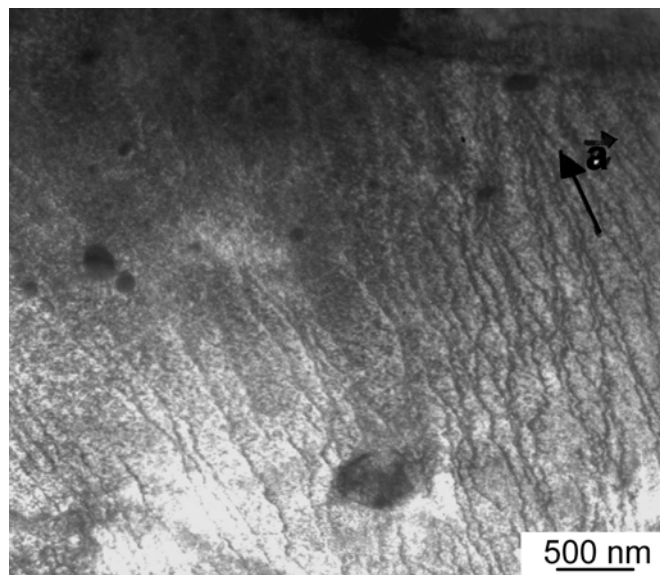


FIG. 2.88 – *Lignes de glissement sinueuses en surfaces observées en MET.*

Dans le cas du matériau irradié à 1 dpa, le balayage des boucles a pu être clairement visualisé in situ (Fig. 2.86) et après essai (Fig. 2.87), balayage qui conduit à l'éclaircissement de zones dans la lame mince. Ces zones sont dues au balayage des défauts d'irradiation par un segment de dislocation glissant dans l'épaisseur de la lame (Fig. 2.79 (c)). Les mécanismes élémentaires d'interaction entre les boucles et les dislocations glissant dans les plans prismatiques et pyramidaux (pour les sollicitations de traction sens travers et traction axiale) sont donc vraisemblablement identiques à ceux qui se produisent dans le matériau massif pour le cas de la traction axiale. Mais, alors que dans le cas du matériau irradié aux neutrons (à une fluence de  $0.6 \times 10^{25}$  n/m<sup>2</sup> qui est équivalent à une dose de 1 dpa) déformée (en massif) en traction sens travers (éprouvettes A et B), on avait mis en évidence exclusivement des canaux correspondant aux plans de base, les essais de traction in situ suivant la direction sens travers ne conduisent qu'à l'activation des systèmes prismatiques et pyramidaux. Ces observations peuvent être, en partie, expliquées par les différences entre la déformation d'une tranche d'un grain dans une éprouvette de traction in situ et la déformation d'un grain du matériau massif.

En effet, la canalisation des dislocations implique qu'un faible nombre de sources soient actives et que celles-ci émettent un grand nombre de dislocations qui restent confinées dans le canal en élargissant progressivement celui-ci par glissement dévié (largeur maximale de 100 nm) (Fig. 2.89 (b)). Or, dans le cas de la traction in situ (lame mince d'épaisseur de 200 nm), seuls les segments présents dans l'épaisseur de la lame (aux joints ou dans le grain), glissent en balayant les boucles (Fig. 2.90 (c)), sans qu'il se produise de canalisation des dislocations, les dislocations n'étant pas émises par une seule source. On visualise donc bien le balayage des boucles sans pour autant qu'il y ait de localisation de la déformation dans les canaux. D'autre part, il est possible que la canalisation basale soit le résultat d'un comportement collectif des dislocations qui nécessite la présence de source émettant de longues lignes de dislocations (Fig. 2.89), ce qui ne peut se produire dans les éprouvettes de traction in situ. Dans le matériau sous forme de lame mince, on retrouverait ainsi l'activation prismatique et pyramidale conduisant au balayage seulement d'une partie des boucles.

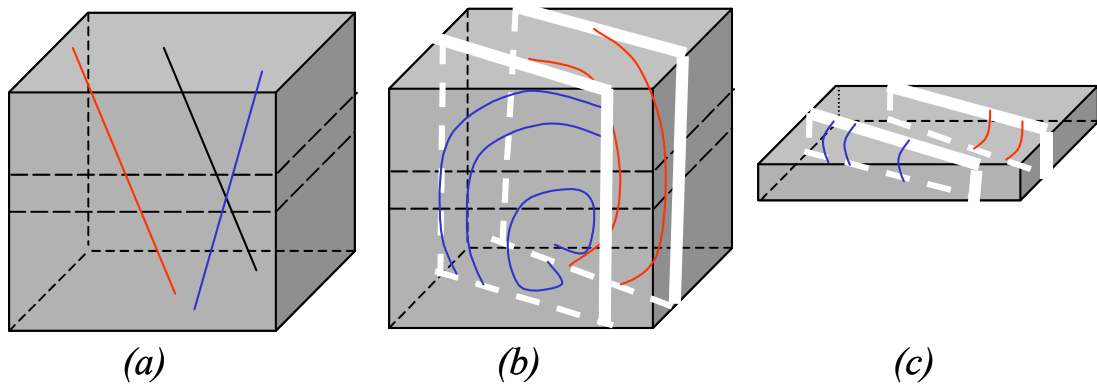


FIG. 2.89 – Sur une éprouvette massive, les sources initialement présentes (a) s'activent en multipliant les dislocations qui balayent progressivement des zones du grain (b), zones qui s'élargissent du fait du mécanisme de canalisation des dislocations. Une lame mince prélevée dans cette microstructure (c) permet la visualisation de bandes claires.

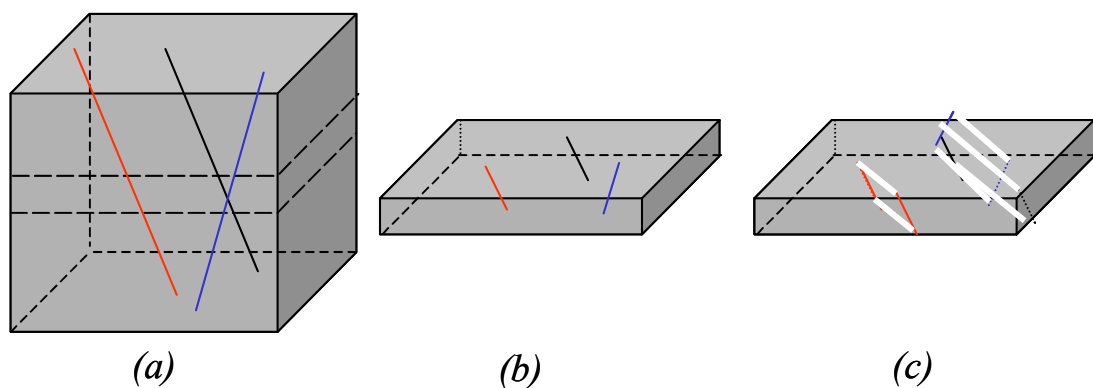


FIG. 2.90 – Le prélèvement d'éprouvettes *in situ* revient au même que de réaliser une lame mince (b) dans la microstructure initiale irradiée (a). Sous sollicitation, les segments de dislocation glissent en balayant les défauts d'irradiation dans leur plan de glissement, sans qu'il y ait à proprement parler de canalisation des dislocations.

**Synthèse concernant les expériences sur le matériau irradié aux ions**

*L'irradiation aux ions  $Zr^+$  conduit à une microstructure semblable à celle observée sur le matériau irradié aux neutrons. Les essais de nano-indentation réalisés à température ambiante ont permis de vérifier que l'irradiation aux ions  $Zr^+$  conduit bien à un durcissement, durcissement du même ordre que le durcissement mesuré par des essais de dureté classique ou bien de traction axiale à température ambiante sur des alliages de zirconium irradiés aux neutrons.*

*Les essais de traction in situ réalisés sur du Zy-4 recristallisé irradié aux ions  $Zr^+$  jusqu'à une dose de 0.4 dpa, ont permis de constater que le mécanisme de déformation plastique des alliages de zirconium irradiés n'était pas un phénomène brutal, comme le supposerait le mécanisme de blocage des sources, mais un mécanisme au cours duquel les dislocations glissent en franchissant et en balayant les boucles. Il semble donc, au vu de la cinétique de déformation, que le mécanisme de durcissement est lié au franchissement d'un champ d'obstacles dans le plan de glissement des dislocations. Pour le matériau irradié à une dose de 1 dpa, ces essais nous ont permis de visualiser in situ le balayage des boucles d'irradiation. Cependant, il est apparu que, pour les éprouvettes prélevées suivant la direction transverse, les systèmes activés étaient les systèmes prismatiques et pyramidaux alors que sur matériau massif, seul s'active le système basal. Ceci peut sans doute s'expliquer par les différences dans le mode de déformation des matériaux sous forme de lame mince, différences qui favoriseraient le glissement prismatique et pyramidal au détriment du système basal. Aucun mécanisme clair permettant d'expliquer ces deux comportements n'a cependant pu être proposé.*

## 2.4 Analyses et interprétations d'une base d'essais sur gaines, en pression interne à 350°C

Afin d'interpréter le comportement mécanique macroscopique en termes de mécanismes à l'échelle microscopique, une analyse spécifique des essais mécaniques a été mise en œuvre. Celle-ci permet d'estimer des quantités qui peuvent être associées aux mécanismes microscopiques de déformation.

### 2.4.1 La base d'essais mécaniques

Dans le cadre d'actions de recherche tripartite CEA-EdF-Framatome, liées au Projet Alliages de Zirconium, de nombreux essais mécaniques sont réalisés sur les alliages de zirconium irradiés. Le but de ces essais est, d'une part, de caractériser les propriétés mécaniques après irradiation de ces matériaux et, d'autre part, d'identifier des lois macroscopiques phénoménologiques afin de garantir leur tenue mécanique pour différentes sollicitations.

Le CEA-Saclay dispose de plusieurs types de machines d'essais mécaniques installées en cellules blindées (au Service d'Etude des Matériaux Irradiés). Cependant, parmi celles-ci, seule la machine d'essais de pression interne est munie d'une extensométrie précise au niveau de l'éprouvette, permettant une acquisition fine et un pilotage sur la déformation circonférentielle de l'éprouvette. La géométrie de ces éprouvettes permet également la réalisation de métrologies précises par ombroscopie laser avant et après essais. Dans le cadre de cette étude du comportement mécanique, il a donc été choisi de s'intéresser exclusivement aux essais réalisés en pression interne. De plus, puisque les observations MET ont été réalisées sur des matériaux déformés à une température de 350°C, seul le comportement mécanique à 350°C a été étudié. Par ailleurs, en complément à l'étude statistique MET, d'autres lames minces ont été prélevées dans 4 des 5 éprouvettes irradiées étudiées, afin de confirmer dans chacun des cas la présence de canaux basaux.

La base d'essais analysée est constituée d'essais de pression interne réalisés à 350°C sur des gaines en différents alliages de Zr recristallisés (Zy-4 recristallisé, M5 et M5-0) non irradiés et irradiés. Les essais sur matériaux non irradiés ont été réalisés au Service de Recherches Métallurgiques Appliquées. Les trajets de chargement étudiés pour cette sollicitation spécifique sont de quatre types :

- Type 1 : essai d'érouissage mené jusqu'à éclatement.
- Type 2 : essai d'érouissage suivi d'une relaxation débutant à un certain niveau de déformation plastique ( $E^p$ ), puis suivi d'une décharge.
- Type 3 : essai d'érouissage suivi d'une relaxation débutant à un certain niveau de déformation plastique ( $E^p$ ), puis suivi d'une décharge et enfin d'un rechargement mené jusqu'à éclatement.
- Type 4 : essai de charge suivi d'une décharge à un certain niveau de déformation plastique ( $E^p$ ).

Les conditions des essais de la base étudiée, sur des alliages de composition différente mais

tous recristallisés, sont données dans le tableau 2.7.

TAB. 2.7 – Base d'essais mécaniques étudiés (\* prélèvement de lames minces)

Matériau	Fluence n/m <sup>2</sup>	Type d'essai	Vitesse de déformation	Nom de l'essai
Zy-4 Rx	0	Type 4, $E^p = 1$ %	$3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	Zy-4ni-1
M5-0	0	Type 1	$3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	M5-0ni-1
M5	0	Type 3, $E^p=0.5$ %	$2.5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	M5ni-1
M5	0	Type 3, $E^p=0.5$ %	$2.5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	M5ni-2
M5	0	Type 3, $E^p=0.5$ %	$2.5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	M5ni-3
M5	0	Type 3, $E^p=0.5$ %	$2.5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	M5ni-4
M5	0	Type 4, $E^p=1.2$ %	$2.5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	M5ni-5
M5	0	Type 4, $E^p=2$ %	$2.5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	M5ni-6
M5	0	Type 1	$1.7 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$	M5ni-7
M5	0	Type 1	$2.5 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$	M5ni-8
Zy-4 Rx* (D)	$0.4 \times 10^{25}$	Type 4 à $E^p=0.2$ %	$3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	Zy-4i-1
M5-0* (C)	$12 \times 10^{25}$	Type 1	$3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	M5-0i-1
M5*	$3.7 \times 10^{25}$	Type 3, $E^p=0.25$ %	$3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	M5i-1
M5	$3.7 \times 10^{25}$	Type 3, $E^p=0.3$ %	$3 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$	M5i-2
M5*	$2.3 \times 10^{25}$	Type 2, $E^p=0.3$ %	$3 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$	M5i-3

### 2.4.2 La méthode d'analyse

La méthode mise en œuvre consiste à caractériser de façon unifiée le comportement élasto-visco-plastique, en écrouissage et en relaxation, des alliages de zirconium irradiés en comparant systématiquement les résultats au comportement du matériau non irradié. Cette démarche s'inspire de celle adoptée par Geyer (1999) pour l'étude du comportement du matériau non irradié. Les résultats de cette analyse sont ensuite interprétés en termes de mécanismes de déformation plastique observés en MET. Une des originalités de la démarche, par rapport aux analyses classiques réalisées sur matériaux irradiés, consiste à étudier en détail l'évolution de la contrainte d'écoulement pour des niveaux de déformation plastique très faibles, grâce à l'emploi d'une extensométrie très précise.

Afin de comparer les résultats d'essais mécaniques en écrouissage aux caractéristiques conventionnelles données dans la littérature, l'évolution avec la fluence de la contrainte d'écoulement à 0.2% ( $\Sigma_{0.2\%} = \Sigma_{\theta\theta}(E_{\theta\theta}^p = 0.2 \text{ \%})$ ) a été étudiée à 350°C. Dans le but de mieux caractériser les limites d'élasticité des différents matériaux, la contrainte d'écoulement à 0.005 % ( $\Sigma_{0.005\%} = \Sigma_{\theta\theta}(E_{\theta\theta}^p = 0.005 \text{ \%})$ ) a également été déterminée. La sensibilité à la vitesse en écrouissage a été caractérisée et analysée en termes de volume d'activation apparent ( $V_{app}$ ) et de contrainte visqueuse ( $\Sigma_v$ ) pour le matériau irradié ainsi que pour le matériau non irradié.

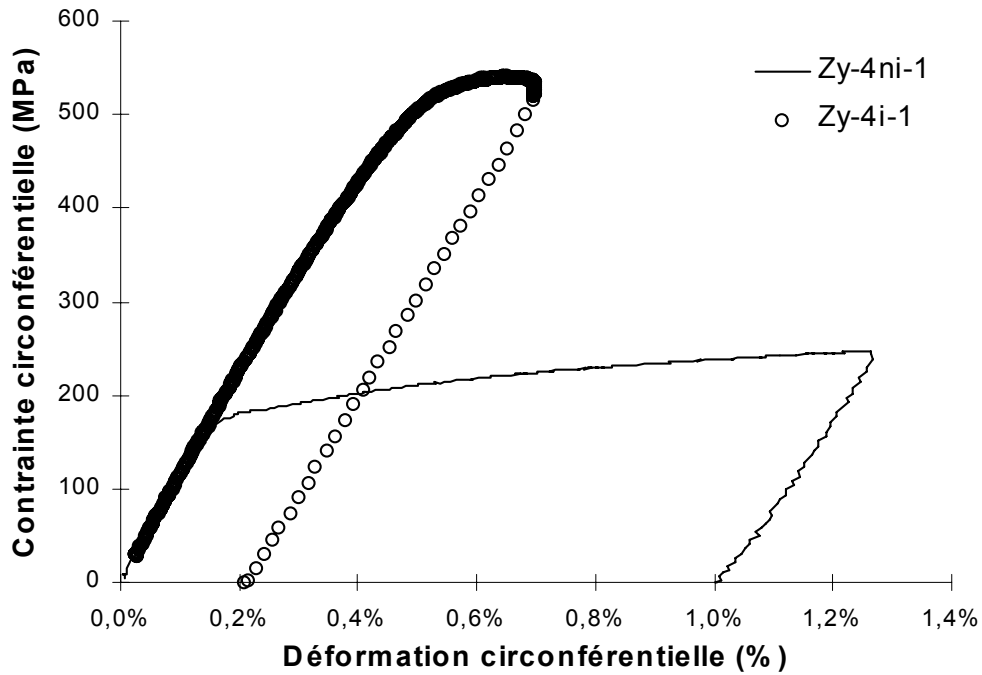


FIG. 2.91 – Essais de charge suivis de décharge réalisés sur Zy-4 recristallisé non irradié et irradié (essais Zy-4ni-1, Zy-4i-1).

Enfin, une analyse approfondie de l'évolution du taux d'érouissage ( $d\Sigma/dE^p$ ) avec la déformation plastique et la contrainte a été réalisée. L'analyse des essais de charge-décharge a permis de compléter cette étude du comportement en érouissage en estimant les différentes composantes de la contrainte d'écoulement : contraintes effectives visqueuse ( $\Sigma_v$ ) et athermique ( $\Sigma_\mu$ ) ainsi que la contrainte interne ( $X$ ). Le comportement en relaxation a également été analysé en termes de volume d'activation ( $V_{app}$ ) ainsi qu'en termes de contrainte relaxée ( $\Sigma_{relax}$ ). Cette dernière est comparée à la contrainte visqueuse ( $\Sigma_v$ ). Les essais pour lesquels la phase de relaxation a été suivie d'une phase d'éclatement sont également discutés.

### 2.4.3 Résultats

Des lames minces ont été prélevées sur 4 des 5 éprouvettes irradiées testées (Zy-4i-1 (éprouvette D), M5-0i-1 (éprouvette C), M5i-1, M5i-3). Les observations de ces lames ont systématiquement confirmé la présence d'un grand nombre de canaux basaux, aussi bien après érouissage (Zy-4i-1 et M5-0i-1) qu'après relaxation (M5i-3) ou bien après rechargement suivant une phase de relaxation (M5i-1). L'ensemble des analyses précédentes concernant les mécanismes de déformation peut donc s'appliquer à cette base d'essais.

Les courbes représentant la contrainte circonférentielle en fonction de la déformation circonférentielle de l'ensemble des différents essais de la base étudiée sont données sur les figures 2.91, 2.92, 2.93, 2.94, 2.95 et 2.96.

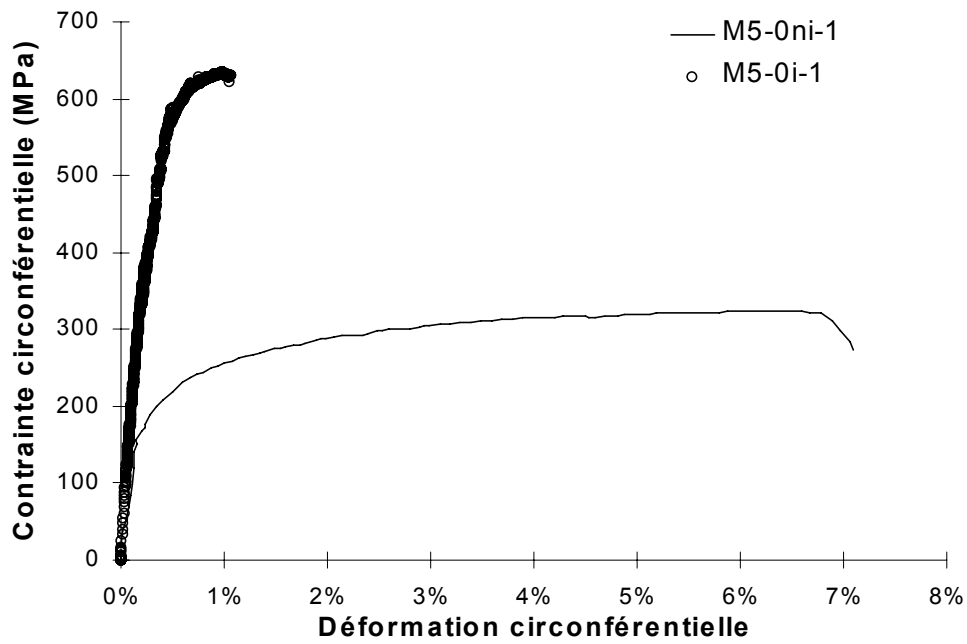


FIG. 2.92 – Essais d'éclatement à 350°C réalisés sur M5-0 non irradié et irradié à  $12 \times 10^{25}$  n/m<sup>2</sup> (essais M5-0ni-1 et M5-0i-1).

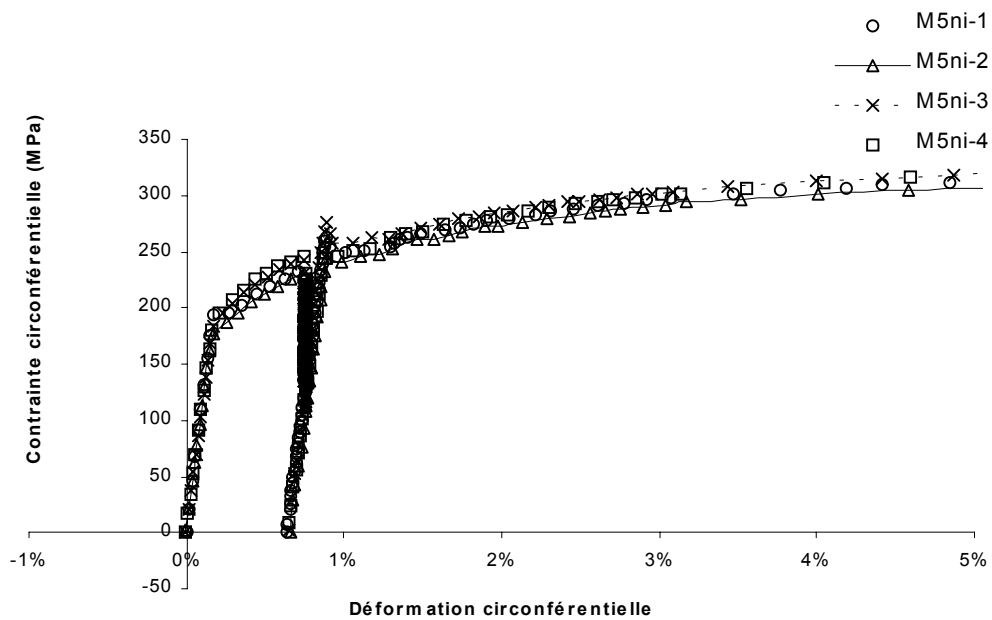


FIG. 2.93 – Essais d'écroutissage suivis d'une relaxation puis d'un éclatement réalisés à 350°C sur M5 non irradié (essais M5ni-1, M5ni-2, M5ni-3, M5ni-4).



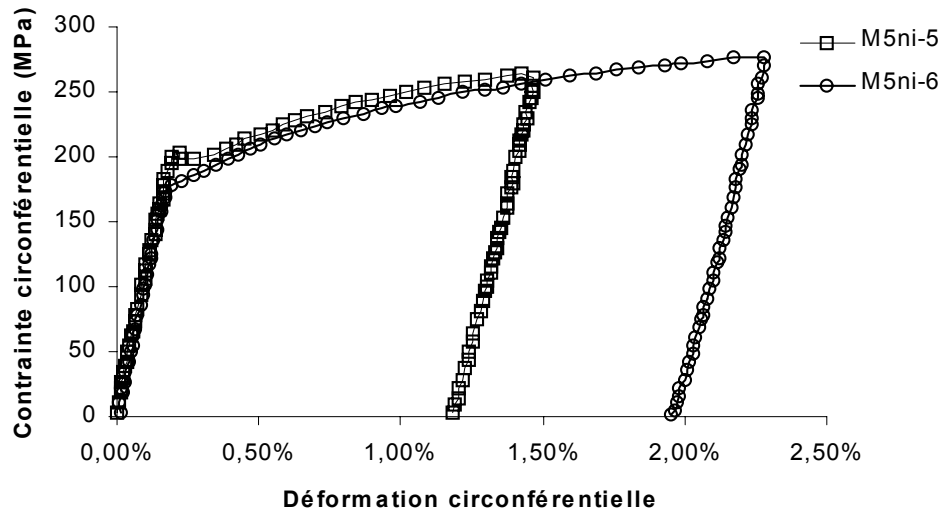


FIG. 2.94 – Essais de charge-décharge sur M5 non irradié (M5ni-5, M5ni-6).

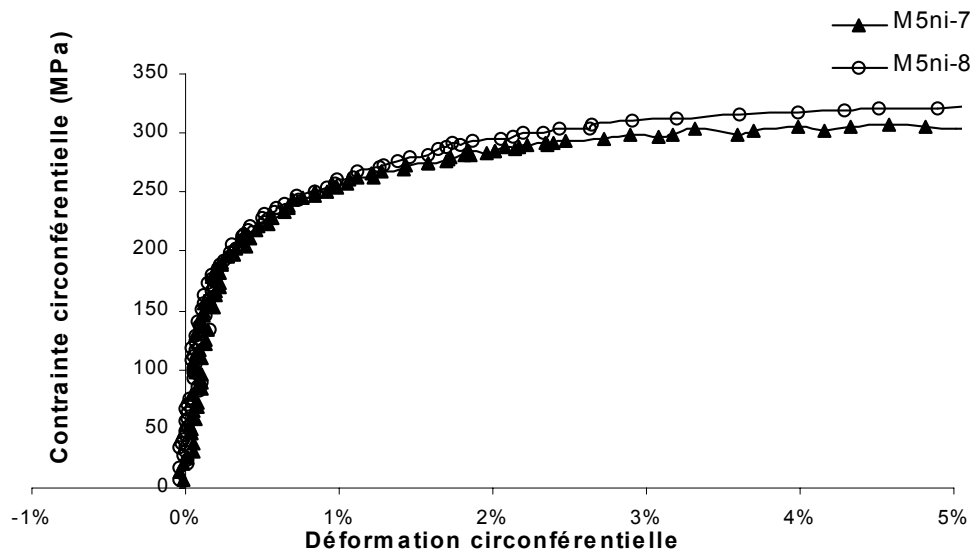


FIG. 2.95 – Essais d'éclatement réalisés à 350° C sur M5 non irradié (essais M5ni-7, M5ni-8).

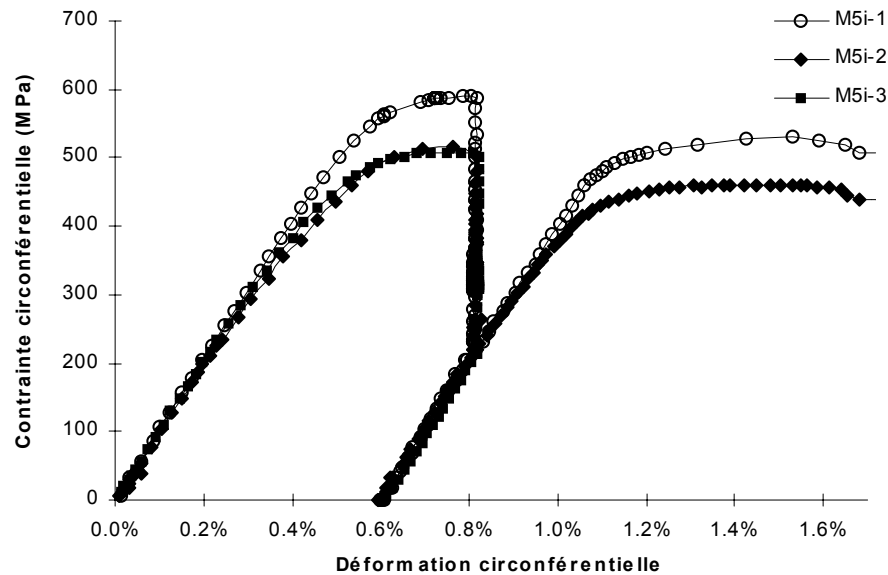


FIG. 2.96 – Essais de relaxation suivis d'éclatement en pression interne, à 350°C, sur M5 irradié.

#### 2.4.3.1 Comportement en éclatement

L'analyse du comportement du matériau (Fig. 2.92) déformé jusqu'à éclatement confirme que l'irradiation conduit à la fois à une augmentation de la contrainte d'écoulement ainsi qu'à une diminution très importante de l'allongement réparti comme indiqué dans la littérature.

#### 2.4.3.2 Contrainte d'écoulement à 0.005 % et 0.2 % en écrouissage

L'ensemble des valeurs de contrainte d'écoulement à 0.005 et 0.2 % de déformation plastique sont rapportées dans le tableau 2.8.

Dans le cas des essais réalisés à des vitesses de déformation de l'ordre de  $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , la contrainte d'écoulement à 0.2 % de déformation plastique a été tracée en fonction de la fluence pour les différents matériaux (Fig. 2.97). On peut noter, en accord avec les données de la littérature, l'augmentation très rapide ainsi que la saturation avec la fluence, de la contrainte d'écoulement à 0.2 % de déformation plastique ( $\Sigma_{0.2\%}$ ) quel que soit l'alliage de zirconium recristallisé considéré. On constate de plus que les contraintes d'écoulement à 0.2 % de déformation plastique de ces trois alliages sont du même ordre de grandeur aussi bien à l'état non irradié qu'à l'état irradié, ce qui justifie le choix de s'intéresser indifféremment à ces trois matériaux. L'évolution de la contrainte à 0.005% de déformation plastique ( $\Sigma_{0.005\%}$ ) avec la fluence est de la même forme que celle correspondant à une déformation plastique de 0.2% ( $\Sigma_{0.2\%}$ ).

TAB. 2.8 – Contrainte d'écoulement pour 0.005% et 0.2% de déformation plastique pour les différents matériaux.

Essai	Vitesse ( $s^{-1}$ )	$\Sigma_{0.005\%}$ (MPa)	$\Sigma_{0.2\%}$ (MPa)
Zy4ni-1	$3 \times 10^{-4}$	150	200
M5-0ni-1	$3 \times 10^{-4}$	150	210
M5ni-1	$2.5 \times 10^{-4}$	175	202
M5ni-2	$2.5 \times 10^{-4}$	170	200
M5ni-3	$2.5 \times 10^{-4}$	170	215
M5ni-4	$2.5 \times 10^{-4}$	160	215
M5ni-5	$2.5 \times 10^{-4}$	190	205
M5ni-6	$2.5 \times 10^{-4}$	170	197
M5ni-7	$1.7 \times 10^{-5}$	170	210
M5ni-8	$2.5 \times 10^{-6}$	160	210
Zy4i-1	$3 \times 10^{-4}$	270	540
M5-0i-1	$3 \times 10^{-4}$	220	575
M5i-1	$3 \times 10^{-4}$	300	587
M5i-2	$3 \times 10^{-6}$	310	505
M5i-3	$3 \times 10^{-6}$	210	513

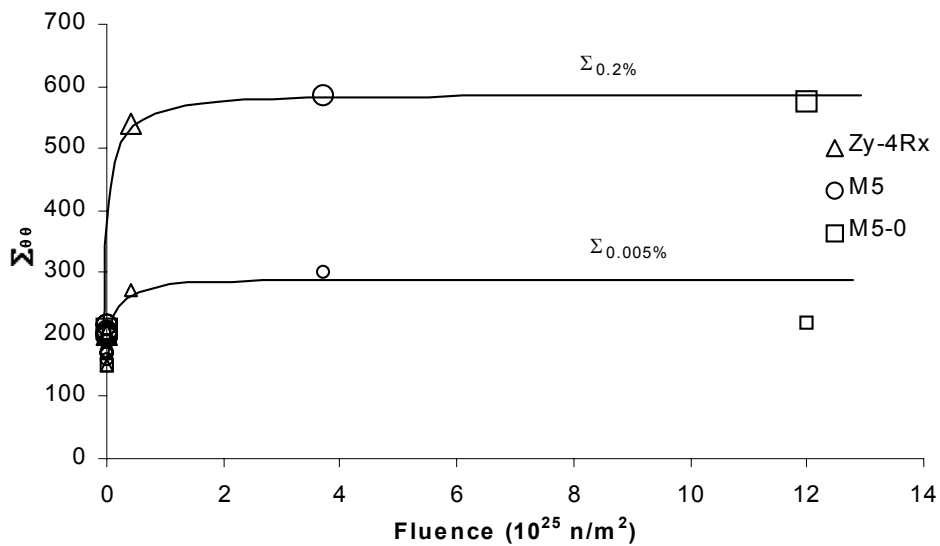


FIG. 2.97 – Evolution de  $\Sigma_{0.2\%}$  et  $\Sigma_{0.005\%}$  avec la fluence pour des essais de pression interne réalisés à  $350^\circ\text{C}$  (à une vitesse de déformation de  $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  sur du Zy-4 Rx, M5 et M5-0).

### 2.4.3.3 Etude de la sensibilité à la vitesse

Les essais réalisés à différentes vitesses de déformation sur l'alliage M5 (essais M5ni-1 à M5ni-6 et M5i-1 à M5i-3) permettent de caractériser la sensibilité à la vitesse, en écrouissage, de la contrainte d'écoulement du matériau à l'état non irradié ainsi qu'à l'état irradié. On constate sur la figure 2.98 que, pour des vitesses de déformation allant de  $2 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$  à  $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , la contrainte d'écoulement du matériau non irradié reste inchangée (on estime que  $\Delta\Sigma$  est de l'ordre de la dispersion expérimentale, c'est-à-dire de l'ordre de 5 MPa). En revanche, dans le cas du matériau irradié, on constate qu'une augmentation de la vitesse de déformation de  $2 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$  à  $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  conduit à une augmentation importante de la contrainte d'écoulement, de l'ordre de  $\Delta\Sigma \simeq 80 \text{ MPa}$ . Ces résultats démontrent que l'irradiation a pour effet d'augmenter la sensibilité à la vitesse du matériau en écrouissage, sensibilité à la vitesse qui est particulièrement faible à 350°C dans le cas des alliages de zirconium recristallisés non irradiés.

Il est possible de caractériser la sensibilité à la vitesse par l'estimation d'un volume d'activation apparent déterminé en pression interne (Annexe G) grâce à la relation suivante :

$$V_{app} = \frac{kT}{\Sigma_2 - \Sigma_1} \ln \left[ \frac{\dot{E}_2^p}{\dot{E}_1^p} \right]$$

En considérant que l'augmentation de vitesse de  $2 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$  à  $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  conduit à une augmentation de contrainte d'écoulement du matériau non irradié de l'ordre de la dispersion expérimentale ( $\Delta\Sigma \simeq 5 \text{ MPa}$ ), alors le volume d'activation apparent est très important (de l'ordre de  $V_{app} \simeq 200b^3$ ), en accord avec l'analyse de Geyer (1999) pour du Zy-4 recristallisé à 350°C pour des sollicitations de traction axiale et de traction circonférentielle. En revanche, dans le cas du matériau irradié, la différence de contrainte d'écoulement est de l'ordre de 80 MPa, ce qui conduit à une estimation du volume d'activation apparent de l'ordre de  $V_{app} \simeq 14b^3$ . Dans les deux cas précédents, il est possible d'estimer la contrainte visqueuse  $\Sigma_v$  en considérant que celle-ci correspond à l'écart entre la contrainte d'écoulement pour une vitesse de déformation donnée et la contrainte d'écoulement pour une vitesse de déformation très faible, de l'ordre de  $\dot{E}_0^p \simeq 10^{-9} \text{ s}^{-1}$  (vitesse de déformation plastique atteinte en fin de relaxation d'après la figure 2.108).

$$\Sigma_v = \frac{kT}{V_{app}} \ln \left[ \frac{\dot{E}^p}{\dot{E}_0^p} \right]$$

Dans le cas du matériau non irradié, la contrainte visqueuse pour une vitesse de déformation de  $\dot{E}^p = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  est de l'ordre de  $\Sigma_v \simeq 15 \text{ MPa}$ , en revanche, dans le cas du matériau irradié, la contrainte visqueuse pour une vitesse de déformation de  $\dot{E}^p = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  est de l'ordre de  $\Sigma_v \simeq 200 \text{ MPa}$ .

### 2.4.3.4 Etude du taux d'écrouissage

Les valeurs de contrainte d'écoulement, rapportées dans le tableau 2.8, montrent que l'écart entre les valeurs de contrainte d'écoulement à 0.2 % et à 0.005 % de déformation plastique est

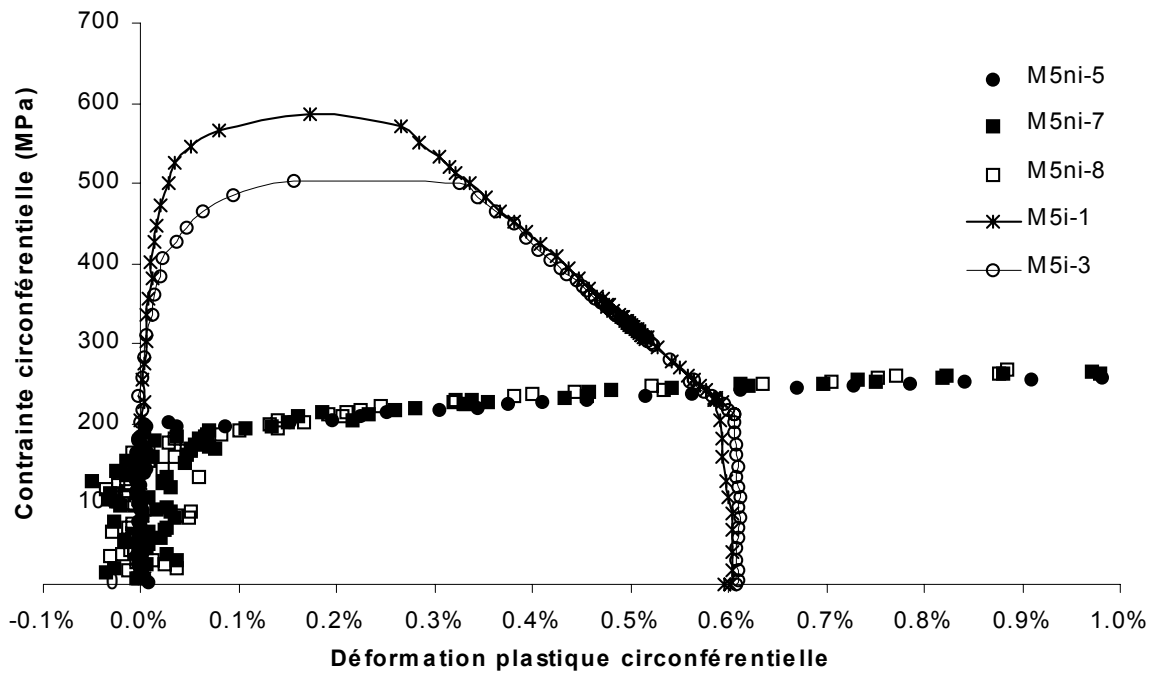


FIG. 2.98 – Essais d'écrouissage et écrouissage relaxation en pression interne à 350°C pour différentes vitesses de déformation sur M5 non irradié et irradié.

faible dans le cas des matériaux non irradiés, alors que celui-ci est particulièrement élevé dans le cas des matériaux irradiés. Ceci démontre que l'écrouissage est plus important dans le cas du matériau irradié que dans le cas du matériau non irradié, comme illustré sur les figures 2.98 et 2.99. En effet, on constate sur ces figures que, dans le cas du matériau non irradié, une fois la limite d'élasticité franchie, la contrainte augmente avec une pente constante et relativement faible dans cet intervalle de déformation plastique, alors que dans le cas du matériau irradié, le seuil de la plasticité est moins net, la pente d'écrouissage est initialement très forte, puis diminue progressivement jusqu'à être nulle dès une déformation plastique inférieure à 0.3 %.

Afin de mieux caractériser les différences d'écrouissage entre l'état irradié et l'état non irradié, l'évolution du taux d'écrouissage ( $d\Sigma/dE^p$ ) a été étudié suivant différentes méthodes. Dans un premier temps le logarithme du taux d'écrouissage a été représenté en fonction de la contrainte circonférentielle pour le matériau irradié et le matériau non irradié suivant la méthode appliquée par Geyer (1999) (Fig. 2.100 et 2.101). On note sur ces deux graphiques qu'au début de la déformation plastique le taux d'écrouissage du matériau irradié ( $d\Sigma/dE^p \sim 1000$  GPa) est de deux ordres de grandeur supérieur à celui du matériau non irradié ( $d\Sigma/dE^p \sim 10$  GPa). Cependant, on observe qu'alors que le taux d'écrouissage du matériau non irradié décroît relativement lentement, celui du matériau irradié décroît de façon très rapide jusqu'à atteindre une valeur du même ordre de grandeur ( $d\Sigma/dE^p \sim 10$  GPa) que celui du matériau non irradié.

Dans un deuxième temps la représentation de Kocks (Estrin 1996) a été adoptée. Celle-ci est néanmoins appliquée ici de façon phénoménologique, sans référence à un modèle précis en termes de dislocations. Cette représentation consiste à tracer l'évolution du taux d'écrouissage avec

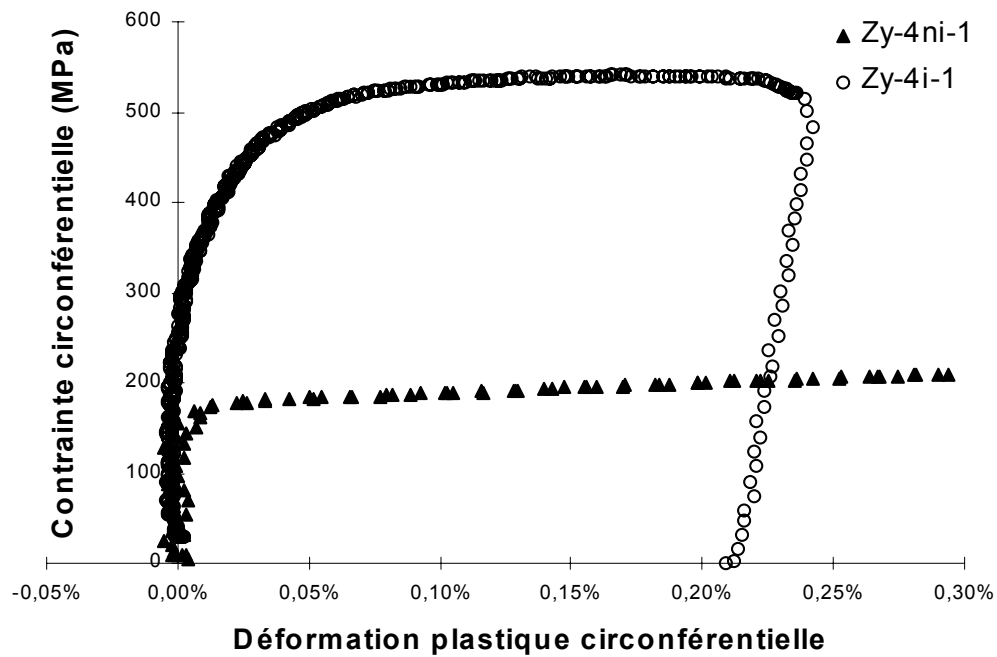


FIG. 2.99 – Evolution de la contrainte avec la déformation plastique pour des essais de pression interne sur Zy-4 non irradié et irradié.

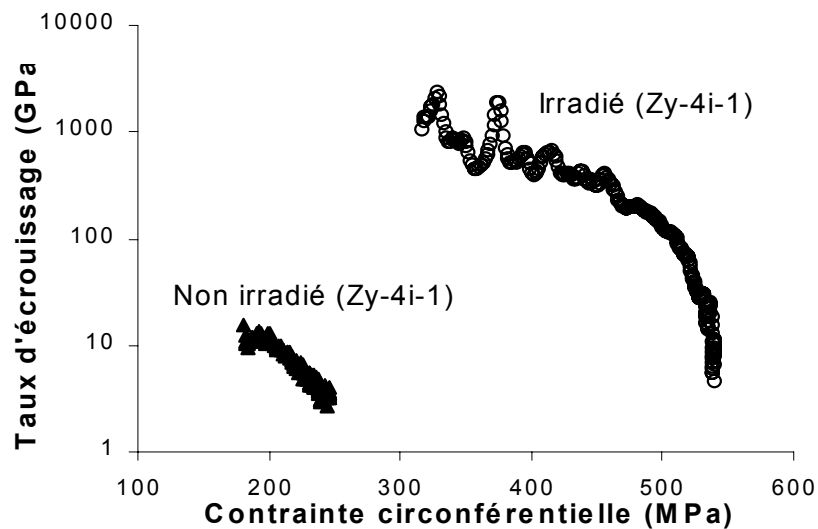


FIG. 2.100 – Evolution du taux d'écrouissage en fonction de la contrainte circonférentielle pour du Zy-4 recristallisé irradié et non irradié (Zy-4i-1 et Zy-4ni-1).

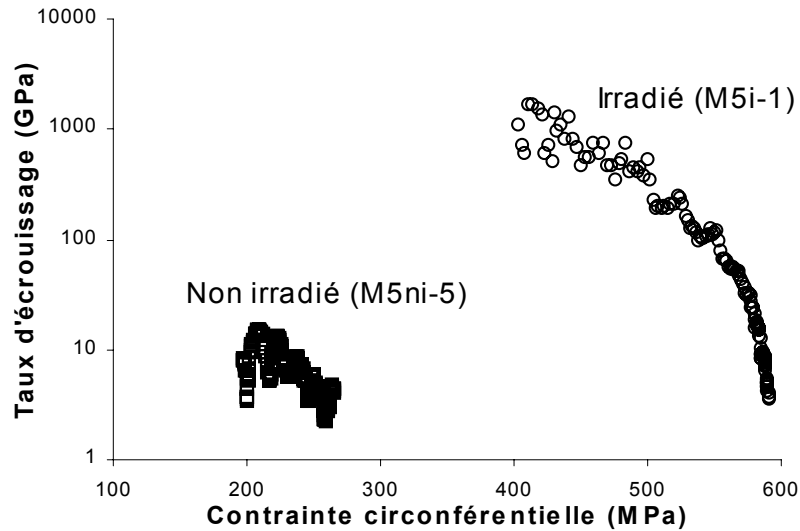


FIG. 2.101 – Evolution du taux d'érouissage en fonction de la contrainte circonférentielle pour du Zy-4 recristallisé irradié et non irradié (M5i-1 et M5ni-5).

la contrainte ( $\Sigma - \Sigma_{0.005\%}$ ) (Fig. 2.102 et 2.103). Dans un tel diagramme, il est généralement possible d'identifier une phase linéaire caractérisée par l'ordonnée à l'origine, notée  $\Theta_2$  par Estrin, car attribuée à l'érouissage secondaire, et la pente  $\Theta_2/\Sigma_S$ ,  $\Sigma_S$  correspondant à la contrainte (moins la contrainte initiale) pour un taux d'érouissage nul. Cette évolution est équivalente à la loi empirique de Palm-Voce (Estrin, 1996) de la forme :

$$\Sigma(E_p) - \Sigma_{0.005\%} = \Sigma_S \left[ 1 - \exp\left(-\frac{\Theta_2}{\Sigma_S} E_p\right) \right]$$

La pente de la droite  $\Theta_2/\Sigma_S$  est liée à la vitesse de saturation de la contrainte avec la déformation plastique. Les figures 2.102 et 2.103 mettent en évidence que les pentes et les ordonnées à l'origine sont très différentes dans le cas non irradié et dans le cas irradié. Les valeurs identifiées sont données dans le tableau 2.9.

TAB. 2.9 – Coefficients de la loi de Palm-Voce identifiés sur le matériau non irradié et le matériau irradié grâce au diagramme de Kocks.

Essai	$\Theta_2/\Sigma_S$	$\Theta_2$
Zy-4ni-1	160	$1.8 \times 10^4$
M5ni-5	137	$1.3 \times 10^4$
Zy-4i-1	3920	$1.0 \times 10^6$
M5i-1	4340	$1.2 \times 10^6$

Cette analyse démontre, d'une part, que le taux d'érouissage initial  $\Theta_2$  est beaucoup plus élevé dans le cas irradié que dans le cas non irradié (de l'ordre de 50 à 100 fois plus élevé) et

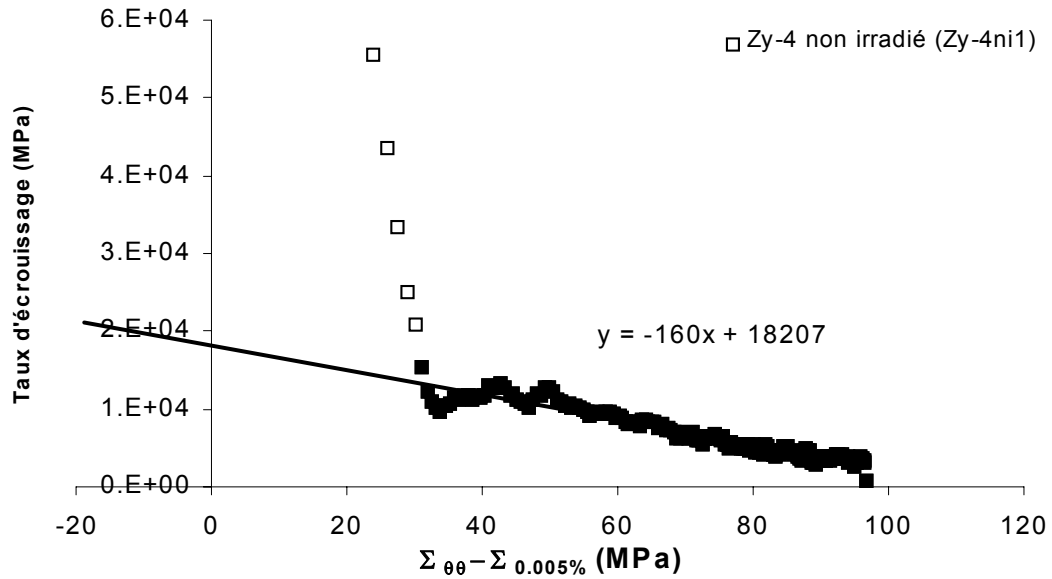


FIG. 2.102 – Diagramme de Kocks représentant l'évolution du taux d'érouissage du matériau non irradié (essai Zy-4ni-1).

que, d'autre part, le taux d'érouissage sature beaucoup plus rapidement dans le cas irradié que dans le cas non irradié (25 à 30 fois plus rapidement).

#### 2.4.3.5 Etude des composantes cinématique et isotrope de l'érouissage

Afin de déterminer les différentes composantes de la contrainte d'écoulement,  $X$ ,  $\Sigma_v$  et  $\Sigma_\mu$ , pour le matériau non irradié et irradié (Annexe G), des essais de charge suivis de décharge en pression interne à 350°C ont été réalisés sur des éprouvettes en Zy-4 recristallisé non irradié et irradié (éprouvette D) ainsi que sur des éprouvettes en M5 non irradié. La méthode d'obtention des contraintes interne et effective consiste à tracer l'évolution de la contrainte lors de la décharge en fonction de la déformation plastique. En dilatant de façon adaptée l'axe des abscisses, on est, dans certains cas, en mesure de mettre en évidence successivement :

- Un écart à la linéarité en début de décharge correspondant à une phase visqueuse liée à diminution rapide de la vitesse de déformation plastique. Celle-ci est caractérisée par la partie visqueuse  $\Sigma_v$  de la contrainte effective.
- Une phase linéaire correspondant au domaine d'élasticité, qui s'étend sur  $2\Sigma_\mu$ , où  $\Sigma_\mu$  est la partie athermique de la contrainte effective.
- Une phase non linéaire (visco-plastique) qui est liée à la plastification en "retour" caractéristique de l'effet Bauschinger ou érouissage cinématique qui est caractérisé par la contrainte interne  $X$ .

Les trois essais de charge-décharge réalisés sur Zy-4 et M5 non irradiés (vitesse de mise en charge  $2.5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , vitesse de décharge  $2.5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ) ont été analysés suivant cette méthode (Fig. 2.104, 2.105 et 2.106). Les fréquences d'acquisition ainsi que le calibre n'ayant pas



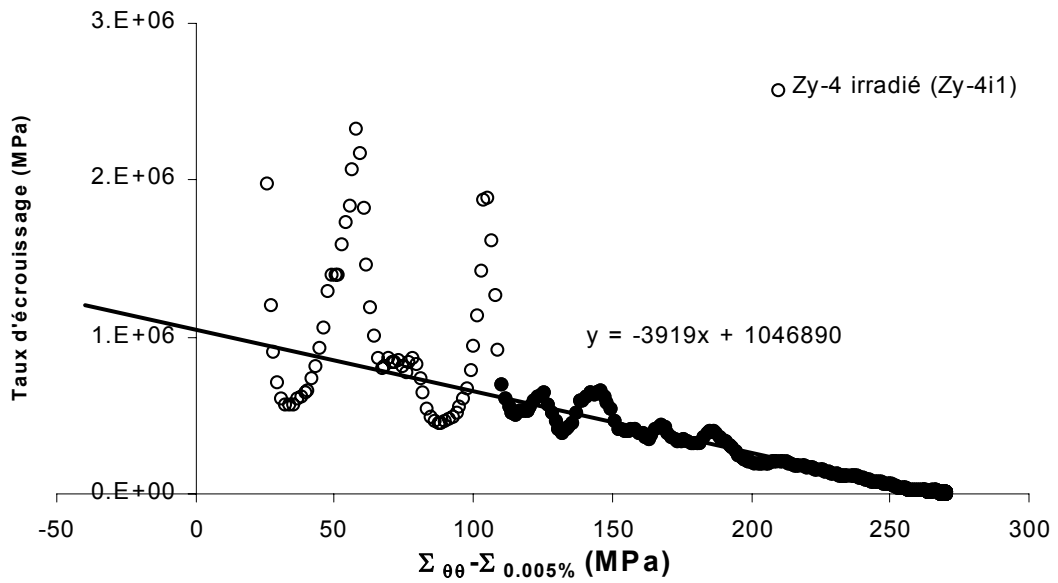


FIG. 2.103 – Diagramme de Kocks représentant l'évolution du taux d'érouissage avec la contrainte pour le matériau irradié (essai Zy-4i-1).

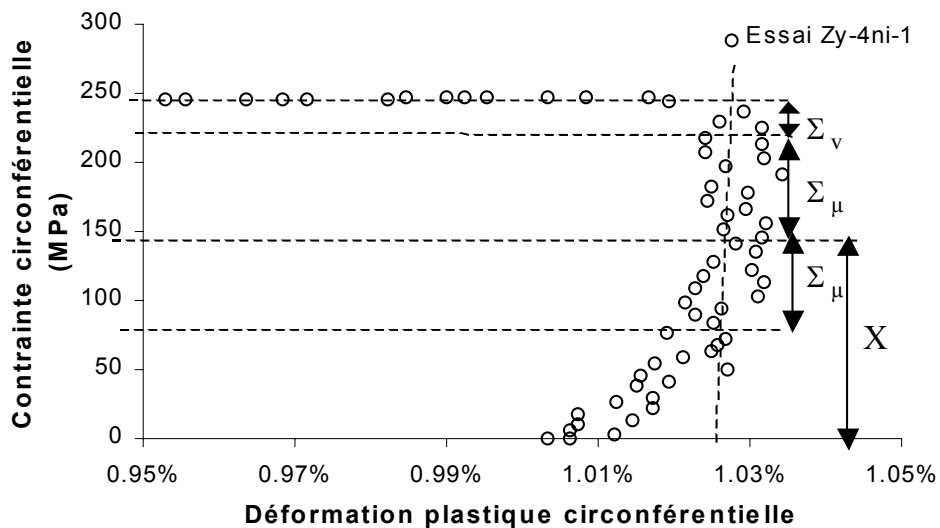


FIG. 2.104 – Phase de décharge de l'essai Zy-4ni-1.

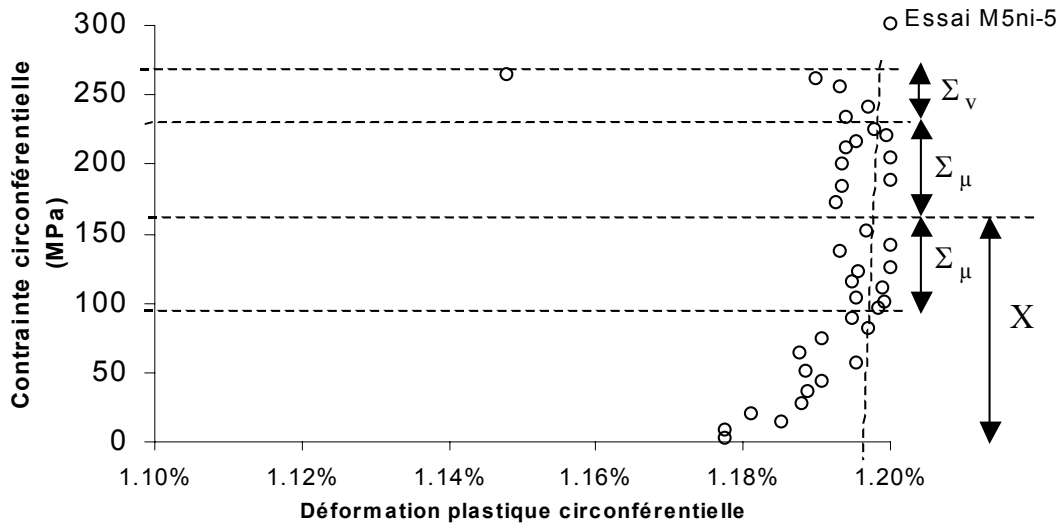


FIG. 2.105 – Phase de décharge de l'essai M5ni-5.

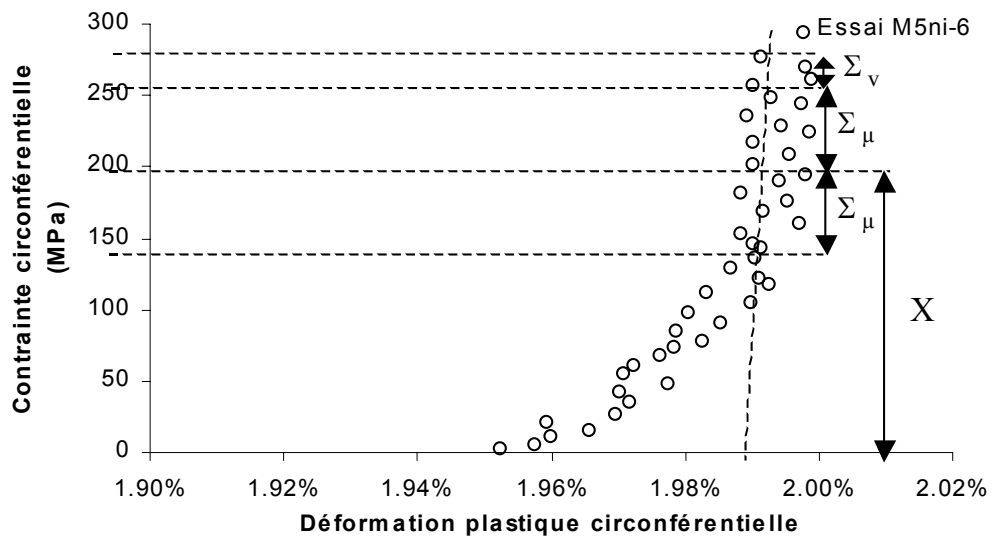


FIG. 2.106 – Phase de décharge de l'essai M5ni-6.

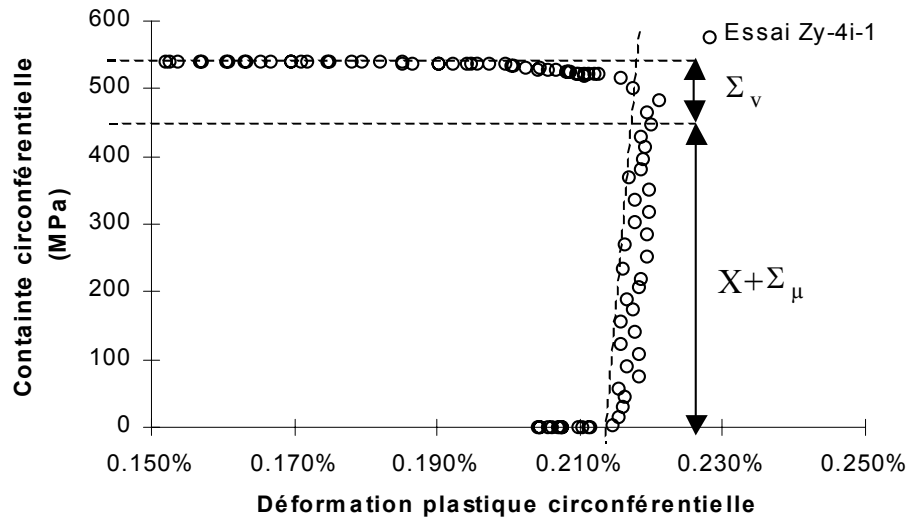


FIG. 2.107 – Phase de décharge de l'essai réalisé sur l'éprouvette D à 350°C en pression interne.

systématiquement été optimisés, les valeurs sont déterminées avec une incertitude importante. Malgré cela, on est en mesure de distinguer dans chaque cas une première phase non linéaire assez courte ( $\Sigma_v$  de l'ordre de 20 MPa), la phase de plastification "en retour" est très nette pour ces trois essais permettant ainsi de déterminer  $\Sigma_\mu$  et  $X$ .

Dans le cas de l'essai réalisé sur Zy-4 irradié (vitesse de mise en charge de  $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , vitesse de décharge de  $3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ) (Fig. 2.107) on ne distingue pas d'écart à la linéarité en fin de la décharge ce qui suppose, d'après cette méthode de dépouillement, que la contrainte athermique est supérieure ou égale à la contrainte interne ( $\Sigma_\mu \geq X$ ). De plus, on a  $\Sigma_\mu + X = 450$  MPa, ce qui implique que  $X \leq 225$  MPa et  $\Sigma_\mu \geq 225$  MPa. Sur la courte phase non linéaire en début de décharge, on peut aussi estimer que la contrainte visqueuse est égale à  $\Sigma_v = 70 \pm 20$  MPa. L'ensemble des valeurs déterminées lors des phases de décharge sont données dans le tableau 2.10.

TAB. 2.10 – Différentes composantes de la contrainte d'écoulement déterminées par les essais de charge-décharge.

Essai	$E^p$	$\Sigma_v$ (MPa)	$\Sigma_\mu$ (MPa)	$X$ (MPa)
Zy-4ni-1	1 %	20±10	50±20	150±20
M5ni-5	1.2 %	20±10	70±20	160±20
M5ni-6	2 %	20±10	50±20	190±20
Zy-4i-1	0.2 %	70±20	$\Sigma_\mu \geq 225$	$X \leq 225$

Cette analyse des essais de charge-décharge permet de mettre en évidence qu'à l'échelle macroscopique, la contrainte effective du matériau irradié est supérieure à celle du matériau

non irradié, les composantes visqueuse et athermique de la contrainte effective étant toutes deux supérieures à celles mesurées sur matériau non irradié. En revanche, seule une borne supérieure pour la contrainte interne a pu être déterminée dans le cas du matériau irradié.

#### 2.4.3.6 Etude du comportement en relaxation

Les phases de relaxation (d'une durée de 70 heures) des essais réalisés sur M5 non irradié et irradié (M5ni-1 à M5ni-4 et M5i-1 à M5i-3) ont été analysées en termes de contrainte relaxée ( $\Sigma_{relax}$ ) qui correspond à la différence entre la contrainte en début de relaxation et la contrainte en fin de relaxation, et de volume d'activation apparent (en pression interne  $V_{app}$ ) (Annexe G). La méthode pour la détermination du volume d'activation apparent consiste, en premier lieu, à tracer dans un diagramme semi-logarithmique (Fig. 2.108) l'évolution de la vitesse de déformation plastique ( $\dot{E}_{\theta\theta}^p$ ) avec la contrainte ( $\Sigma_{\theta\theta}$ ). Pour une loi d'écoulement de la forme suivante :

$$\dot{E}_{\theta\theta}^p = \dot{E}_0^p \exp\left(\frac{V_{app}\Sigma_v}{kT}\right)$$

et en supposant de plus que la contrainte athermique  $\Sigma_\mu$  et la contrainte interne  $X$  restent constantes lors de la phase de relaxation, alors l'évolution de la vitesse de déformation plastique avec la contrainte prend une forme linéaire, la pente de la droite étant proportionnelle au volume d'activation apparent (défini ici en pression interne) :

$$\ln\left(\dot{E}_{\theta\theta}^p\right) = \frac{V_{app}}{kT}\Sigma_{\theta\theta} + cst$$

Une autre méthode, équivalente à la précédente, a également été mise en œuvre consistant à identifier directement sur le signal expérimental (Fig. 2.109) une loi intégrée donnant l'évolution de la contrainte en fonction du temps de la forme :

$$\Sigma_{\theta\theta}(t) = \Sigma_{\theta\theta}(0) - \frac{kT}{V_{app}} \ln[1 + At]$$

où  $\Sigma_{\theta\theta}(0)$  correspond à la contrainte initiale,  $A$  est un coefficient qui dépend entre autre du volume d'activation apparent. Les deux méthodes conduisent aux mêmes résultats (Tableau 2.11) pour l'ensemble des essais de relaxation de la base.

Dans le cas du matériau irradié, la contrainte relaxée est environ trois fois plus importante que dans le cas du matériau non irradié, le volume d'activation étant lui deux à trois fois plus faible que dans le cas du matériau non irradié. Ainsi, bien que l'irradiation conduise à une augmentation de la contrainte d'écoulement du matériau, la contrainte relaxée par le matériau augmente de façon importante avec l'irradiation, phénomène associé à une diminution du volume d'activation apparent.

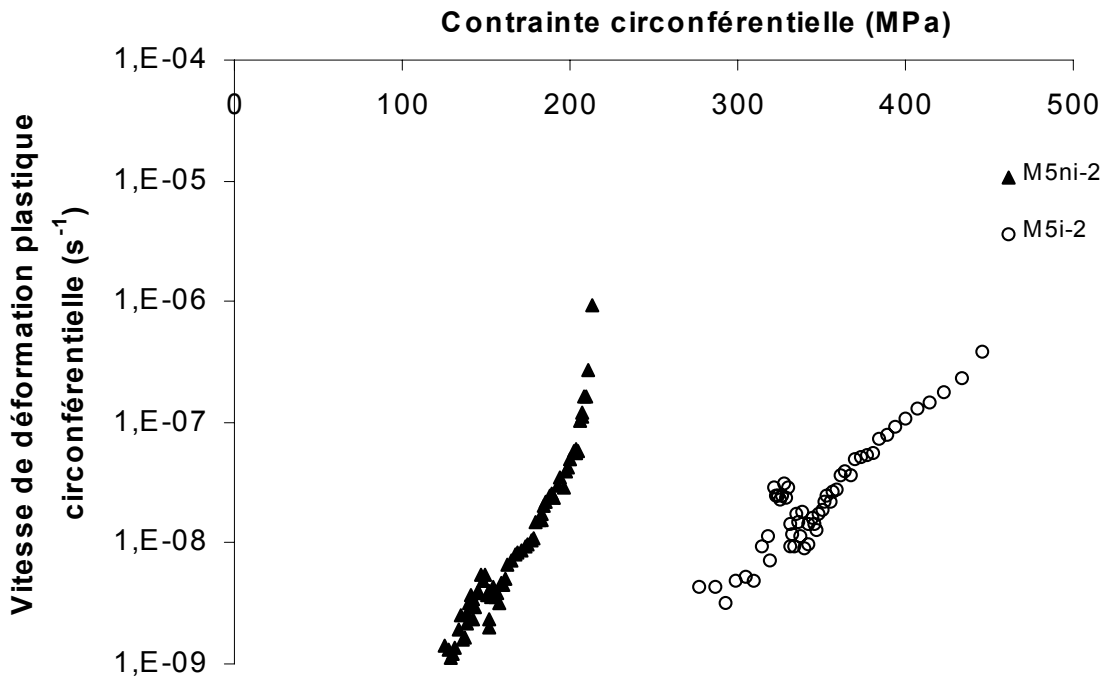


FIG. 2.108 – Evolution de la vitesse de déformation plastique avec la contrainte lors d'essais de relaxation réalisés sur M5 irradié et non irradié à  $350^{\circ}C$ .

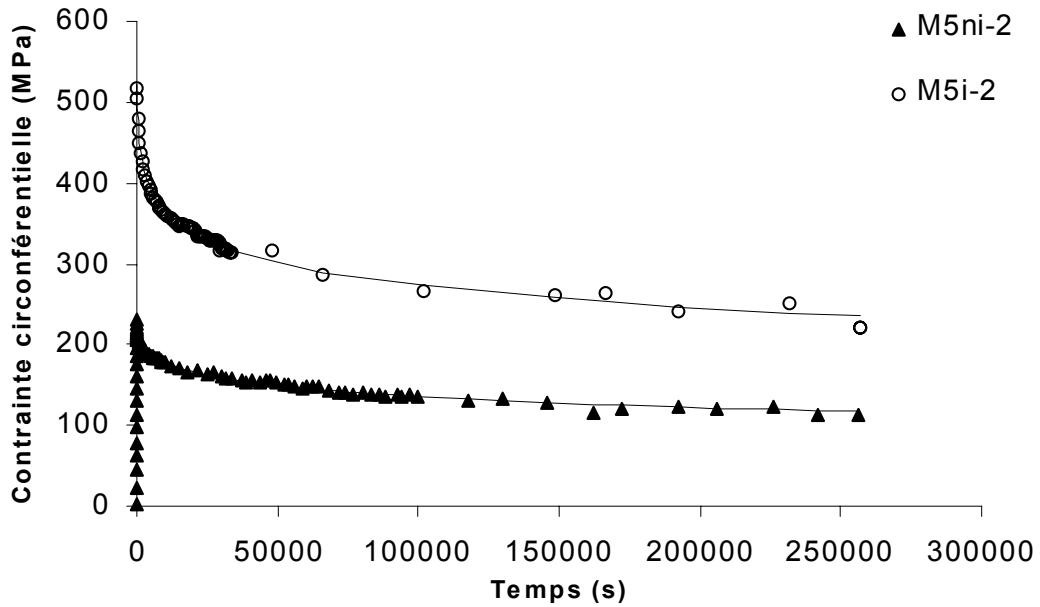


FIG. 2.109 – Evolution de la contrainte en fonction du temps lors de la relaxation sur M5 irradié et M5 non irradié.

TAB. 2.11 – Contrainte relaxée et volume d'activation apparent déterminés sur les phases de relaxation.

Nom d'essai	Vitesse de mise en charge (s <sup>-1</sup> )	$E^p$ initiale (%)	$\Sigma_{relax}$ (MPa)	$V_{app}$
M5ni-1	$2.5 \times 10^{-4}$	0.5 %	104	$17b^3$
M5ni-2	$2.5 \times 10^{-4}$	0.5 %	118	$13b^3$
M5ni-3	$2.5 \times 10^{-4}$	0.5 %	109	$18b^3$
M5ni-4	$2.5 \times 10^{-4}$	0.5 %	114	$18b^3$
M5i-1	$3 \times 10^{-4}$	0.25 %	341	$7b^3$
M5i-2	$3 \times 10^{-6}$	0.3 %	296	$6b^3$
M5i-3	$3 \times 10^{-6}$	0.3 %	288	$5b^3$

### 2.4.3.7 Analyse des phases de rechargement après relaxation

Lors du rechargement après relaxation, on constate que, dans le cas du matériau non irradié (Fig. 2.110), la contrainte d'écoulement reprend une valeur correspondant à l'essai d'écrouissage non interrompu, alors que dans le cas du matériau irradié (Fig. 2.111), la contrainte d'écoulement est nettement plus faible que la contrainte d'écoulement avant relaxation. Afin de caractériser de façon quantitative cette diminution de contrainte, l'écart entre les valeurs de contrainte d'écoulement avant relaxation et après rechargement (en négligeant le crochet) ( $\Delta\Sigma = \Sigma_{\text{après recharge}} - \Sigma_{\text{avant relax}}$ ) ont été estimées (Tab. 2.12).

TAB. 2.12 – Caractérisation de la phase de rechargement.

Nom d'essai	Vitesse de mise en charge (s <sup>-1</sup> )	$\Sigma_{\text{avant relax}}$ (MPa)	$\Sigma_{\text{après recharge}}$ (MPa)	$\Delta\Sigma$ (MPa)
M5ni-1	$2.5 \times 10^{-4}$	232	248	+16
M5ni-2	$2.5 \times 10^{-4}$	231	240	+9
M5ni-3	$2.5 \times 10^{-4}$	243	258	+15
M5ni-4	$2.5 \times 10^{-4}$	245	245	0
M5i-1	$3 \times 10^{-4}$	587	470	-117
M5i-2	$3 \times 10^{-6}$	516	410	-106

Alors que dans le cas du matériau non irradié l'écart de contrainte d'écoulement ( $\Delta\Sigma$ ) est faible et positif, dans le cas du matériau irradié celui-ci est élevé et négatif, de l'ordre de  $\Delta\Sigma \simeq -100$  MPa. Ce phénomène semble donc particulièrement important dans le cas du matériau irradié.

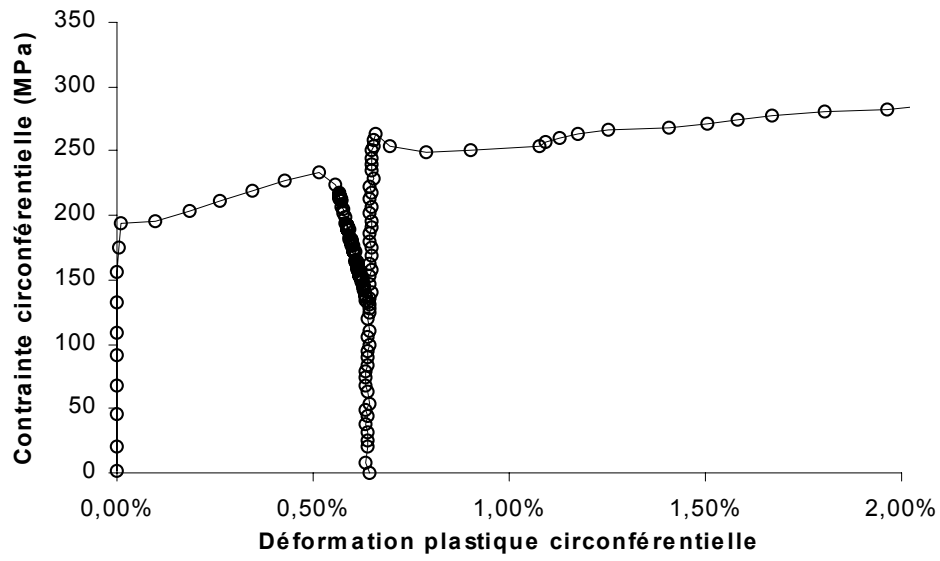


FIG. 2.110 – Essai d'écroutissage-relaxation suivi d'un éclatement après relaxation (M5ni-1).

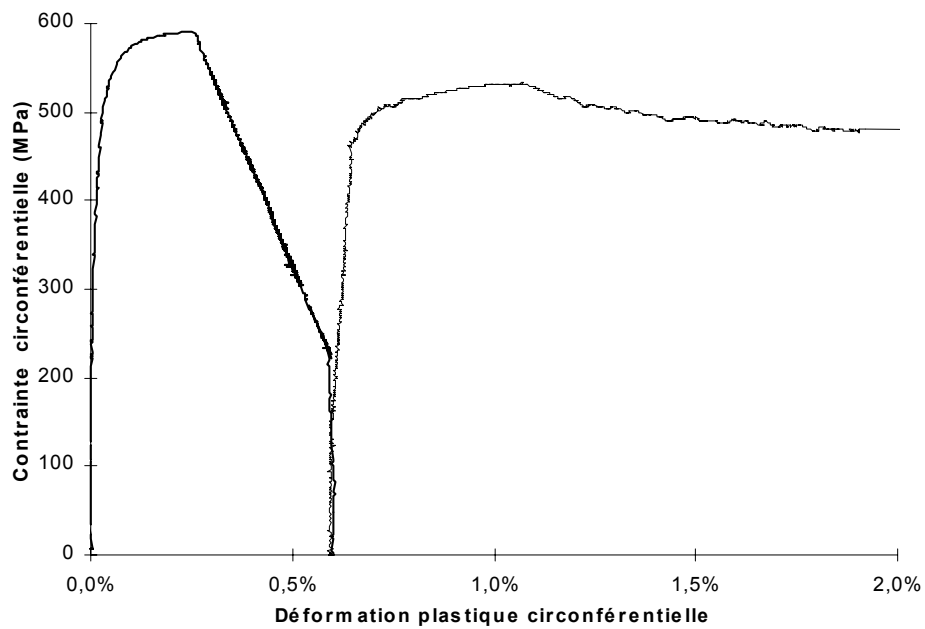


FIG. 2.111 – Essai M5i-1 d'écroutissage-relaxation suivi d'un éclatement.

## 2.4.4 Discussion et interprétations

### 2.4.4.1 Discussion et interprétations du comportement du matériau non irradié

Les résultats d'essais montrent que, de façon générale, le comportement des matériaux non irradiés étudiés (Zy-4 recristallisé, M5 et M5-0) en pression interne à 350°C est semblable au comportement mis en évidence par Geyer (1999) dans le cas du Zy-4 recristallisé à 350°C en traction axiale et traction circonférentielle. D'autre part, l'étude préliminaire en MET du matériau non irradié a permis de vérifier que le mécanisme de déformation en pression interne est le même que celui observé par Geyer, c'est-à-dire principalement le glissement des dislocations  $\langle a \rangle$  dans les plans prismatiques. Les interprétations du comportement en termes de mécanismes proposées par Geyer s'appliquent donc dans le cas de notre étude du matériau non irradié.

Ainsi, il a été vérifié que le matériau présente une très faible sensibilité à la vitesse à 350°C ( $V_{app} \simeq 200b^3$ ,  $\Sigma_v \simeq 15$  MPa pour une vitesse de mise en charge de  $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ), faible sensibilité qui peut être associée au mécanisme de vieillissement dynamique dû à l'interaction des atomes d'oxygène en solution solide avec les dislocations vis  $P < a >$ . La valeur de contrainte visqueuse estimée en écrouissage et en décharge est du même ordre de grandeur que la valeur obtenue par Geyer ( $\Sigma_v \simeq 20 \pm 10$  MPa pour une vitesse de mise en charge de  $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ) et de plus celle-ci évolue peu entre 1 et 2 % de déformation plastique (Fig. 2.112). Cette composante de la contrainte est essentiellement associée au franchissement thermiquement activé des vallées de Peierls par les dislocations vis  $P < a >$ .

L'analyse des phases de décharge a également permis de confirmer que la contrainte effective athermique déterminée en pression interne est faible ( $\Sigma_\mu \simeq 50$  à 70 MPa) et évolue peu entre 1 et 2 % de déformation plastique. Cette composante est associée à la partie athermique de la contrainte effective. Le fait que cette composante augmente peu avec la déformation plastique alors que la densité de dislocations augmente démontre que l'écrouissage latent est faible dans le cas des alliages de Zr. En considérant que la limite d'élasticité initiale ( $\Sigma_{0.005\%}$ ) est principalement liée à la partie athermique de la contrainte effective, on peut tracer l'évolution de la contrainte athermique avec la déformation plastique (Fig. 2.112).

Cette étude permet également de vérifier que la contrainte interne, associée aux contraintes générées par les incompatibilités de déformation entre les grains augmente de façon notable entre 1 et 2 % de déformation plastique ( $X = 150$  MPa pour  $E^p = 1$  % et  $X = 190$  MPa pour  $E^p = 2$  %), cette composante étant nulle pour une déformation plastique nulle. Puisque seule cette composante de la contrainte augmente avec la déformation plastique, alors l'écrouissage est essentiellement porté par l'augmentation de la contrainte interne (Fig. 2.112). Ces évolutions sont semblables à celles mises en évidence par Geyer (1999).

Il a été également mis en évidence que la contrainte relaxée est notablement plus importante que la contrainte visqueuse ( $\Sigma_{relax} = 104$  à 120 MPa pour  $\Sigma_v = 20 \pm 10$  MPa). Ceci démontre qu'à 350°C, en plus de la relaxation classique de la composante visqueuse ( $\Sigma_v$ ) de la contrainte d'écoulement, une partie de la contrainte interne ( $X$ ) doit également être relaxée. Ceci est aussi attesté par la différence entre les volumes d'activation apparents identifiés en écrouissage



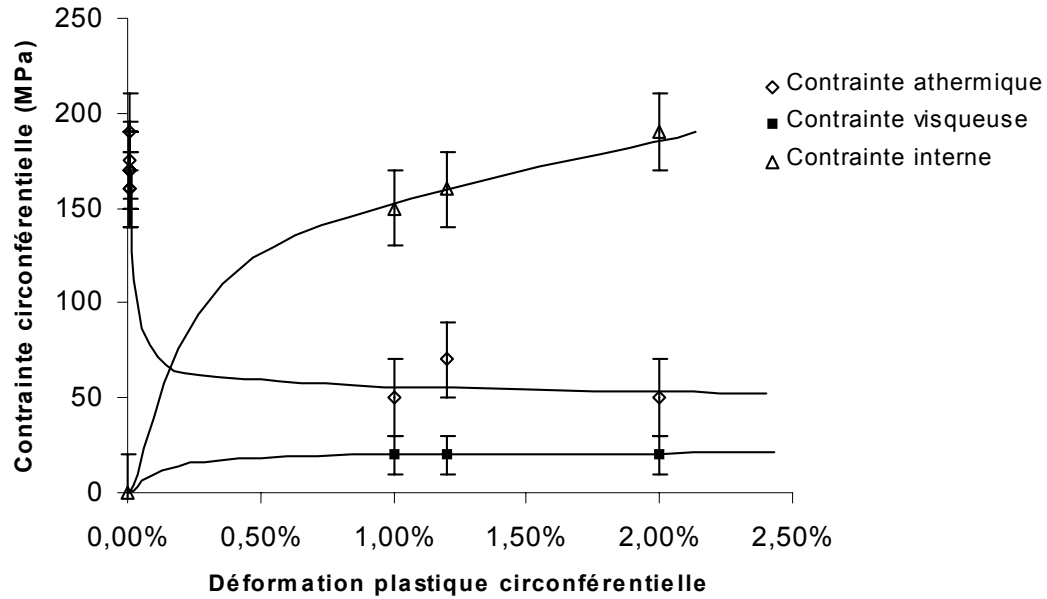


FIG. 2.112 – Evolution avec la déformation plastique de la contrainte interne, de la contrainte effective athermique ainsi que de la contrainte visqueuse, en pression interne à 350°C (essais Zy-4ni-1, M5ni-5 et M5ni-6).

( $V_{app} \simeq 200b^3$ ) et les volumes d'activations déterminés en relaxation ( $V_{app} = 13$  à  $18b^3$ ). Cette valeur de volume d'activation est cohérente avec les volumes d'activation identifiés par Geyer sur la fin de la relaxation.

#### 2.4.4.2 Discussion et interprétations du comportement du matériau irradié

Dans le cas du matériau irradié, il n'a pas été possible de déterminer expérimentalement les différentes composantes de la contrainte d'écoulement ( $\Sigma_\mu$ ,  $X$  en particulier) comme dans le cas du matériau non irradié. En effet, la fin de la décharge réalisée sur Zy-4 irradié à une déformation plastique de  $E^p = 0.2$  % ne présente pas d'écoulement plastique en retour. Seule une borne inférieure pour la contrainte athermique et une borne supérieure pour la contrainte interne ont donc pu être déterminées ( $\Sigma_\mu \geq 225$  MPa et  $X \leq 225$  MPa pour  $E^p = 0.2$  %). Néanmoins, si on considère les résultats des métrologies ainsi que les observations MET, on peut proposer certaines hypothèses qui permettent d'interpréter de façon cohérente l'ensemble des caractéristiques du comportement mécanique du matériau irradié.

#### Rappels sur les observations MET

L'étude statistique MET a démontré que le mécanisme de déformation plastique des alliages de Zr irradiés aux neutrons et déformés en pression interne (et en traction sens travers) à 350°C est le mécanisme de canalisation des dislocations, canalisation qui se produit exclusivement par glissement basal pour ces sollicitations. En effet, l'irradiation conduit à la création

d'une grande densité de petites boucles  $\langle a \rangle$  qui agissent comme des obstacles au glissement des dislocations. Néanmoins, les boucles sont glissiles sur leur cylindre et les jonctions entre boucles et dislocations glissant dans le plan de base sont également glissiles, les dislocations peuvent donc entraîner les boucles lors de leur glissement. Les boucles ainsi entraînées peuvent être balayées vers les bords du grain, ou bien annihilées si elles rencontrent une boucle de vecteur de Burgers opposé. Une zone sans obstacle est alors créée, zone dans laquelle les dislocations suivantes glissent préférentiellement, ce qui conduit à un phénomène de canalisation des dislocations dans une portion du grain. Le glissement dévié des dislocations permet l'élargissement de ce canal, la largeur de celui-ci restant cependant toujours inférieure à 100 nm. Notre analyse expérimentale montre que ce mécanisme semble être le vecteur essentiel de la plasticité, la déformation plastique en dehors des canaux étant vraisemblablement très faible. Il y a donc localisation de la déformation à l'échelle du grain dans les canaux. Les métrologies précises ont également démontré que, bien qu'à l'échelle du grain la déformation soit localisée dans les canaux, à l'échelle de l'éprouvette la déformation reste homogène. Cette analyse peut être généralisée à l'échelle du polycristal, qui se déforme de façon homogène alors que dans les grains la déformation est localisée dans les canaux basaux.

### Interprétation de la contrainte d'écoulement

De plus, pour une déformation plastique homogène de  $E^p = 0.2\%$  (éprouvette D) et de  $E^p = 0.5\%$  (éprouvette C) des canaux basaux ont été observés (Fig. 2.51). Si dans le cas de l'éprouvette C des canaux basaux étaient déjà présents à  $E^p = 0.2\%$ , alors la contrainte d'écoulement locale dans les canaux devrait être du même ordre que celle du matériau non irradié (Fig. 2.113) (plus précisément, la contrainte d'écoulement devrait être du même ordre que la contrainte effective  $\Sigma_{eff}$ , excepté que dans ce cas, seul le système basal est activé et qu'éventuellement un écrouissage intra-canal peut avoir lieu). Or, à l'échelle macroscopique, on constate que la contrainte reste élevée pour  $E^p = 0.2\%$  et continue d'augmenter jusqu'à  $E^p = 0.5\%$ . Ceci s'explique par le fait que **la forte localisation de la déformation dans les canaux conduit à d'importantes incompatibilités de déformation entre les canaux et les grains environnants, ce qui a pour effet de générer de fortes contraintes internes, contraintes internes qui viennent compenser, à l'échelle du polycristal, l'adoucissement local qui se produit dans les canaux (Fig. 2.114)**. Comme à l'échelle du polycristal le comportement ne présente pas d'adoucissement, la déformation ne se localise pas à l'échelle de l'éprouvette et reste homogène, dans un premier temps, bien que dans les grains il y ait déjà des canaux, expliquant ainsi les résultats des métrologies laser.

Cette analyse des observations MET, confrontées au comportement mécanique macroscopique, suggère donc que la contrainte interne ( $X$ ) du matériau irradié est très élevée, beaucoup plus élevée que dans le cas du matériau non irradié, ce qui expliquerait, en partie, la valeur élevée de la contrainte d'écoulement du matériau irradié par rapport au matériau non irradié (Fig. 2.114). Ainsi le durcissement d'irradiation mesuré à 0.2 % de déformation plastique ne serait pas lié à l'ancrage des dislocations par les boucles puisque les boucles ont été balayées

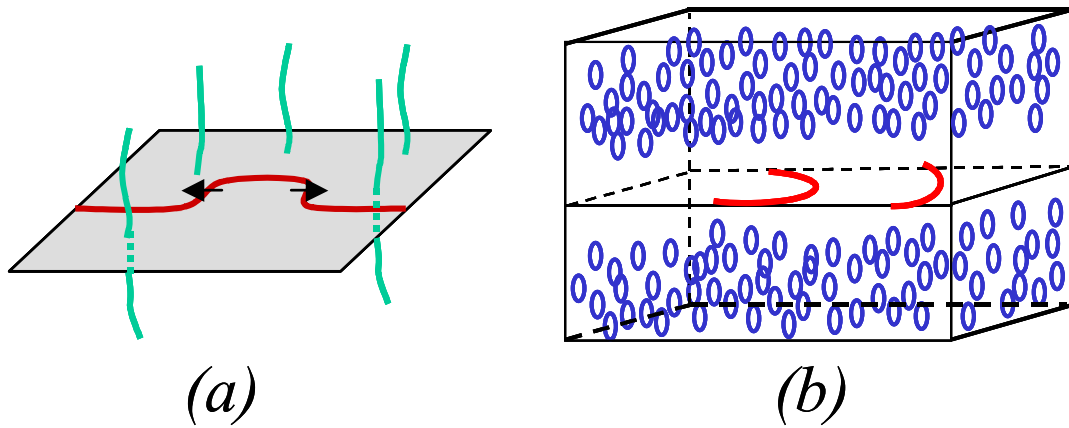


FIG. 2.113 – (a) Dans le cas du matériau non irradié, la contrainte effective est associée aux vallées de Peierls ainsi qu'aux dislocations de la forêt. (b) Dans le cas du matériau irradié, puisqu'il n'y a plus de boucles dans les canaux, la contrainte effective est également due aux vallées de Peierls et aux autres dislocations ou débris éventuellement présents.

dans les canaux, mais serait, en partie, dû à la contrainte interne générée par la localisation de la déformation dans les canaux.

Il faut toutefois souligner que toute la contrainte d'écoulement n'est pas uniquement portée par la contrainte interne puisque l'essai de décharge démontre que la contrainte effective athermique est supérieure ou égale à 225 MPa ( $\Sigma_{\mu} \geq 225$  MPa). Cette valeur est élevée en comparaison du matériau non irradié ( $\Sigma_{\mu} \simeq 50$  MPa), ce qui démontre qu'il y a bien de l'écrouissage intra-canal qui contribue également à générer une contrainte d'écoulement élevée. D'autre part la contrainte interne reste d'une valeur limitée puisque, toujours d'après l'essai de décharge, celle-ci est inférieure ou égale à 225 MPa ( $X \leq 225$  MPa pour  $E^p = 0.2$  %).

On peut également noter que les contraintes internes n'ont qu'un effet du second ordre sur l'apparition des canaux dans les grains puisque d'après l'analyse en termes de facteurs de Schmid (le calcul des facteurs de Schmid négligeant justement les contraintes internes intergranulaires), c'est principalement l'orientation des grains vis-à-vis de la sollicitation qui détermine la présence ou non de canaux dans les grains.

### Interprétation du taux d'écrouissage

Cette interprétation en termes de contrainte interne permet également d'expliquer le très fort taux d'écrouissage observé en début d'écoulement plastique. En effet, puisque toute la déformation plastique est localisée dans une fraction du grain, quand la déformation plastique macroscopique est faible ( $E^p \leq 1\%$ ), la déformation plastique locale dans le canal est très importante. Les contraintes internes générées par la résistance de la matrice élastique augmentent donc très rapidement quand la déformation plastique macroscopique augmente lentement. Néanmoins, lorsque la concentration de contrainte aux joints de grain, et la contrainte interne qui lui est associée, devient trop importante, il a été montré que les canaux se propagent aux grains

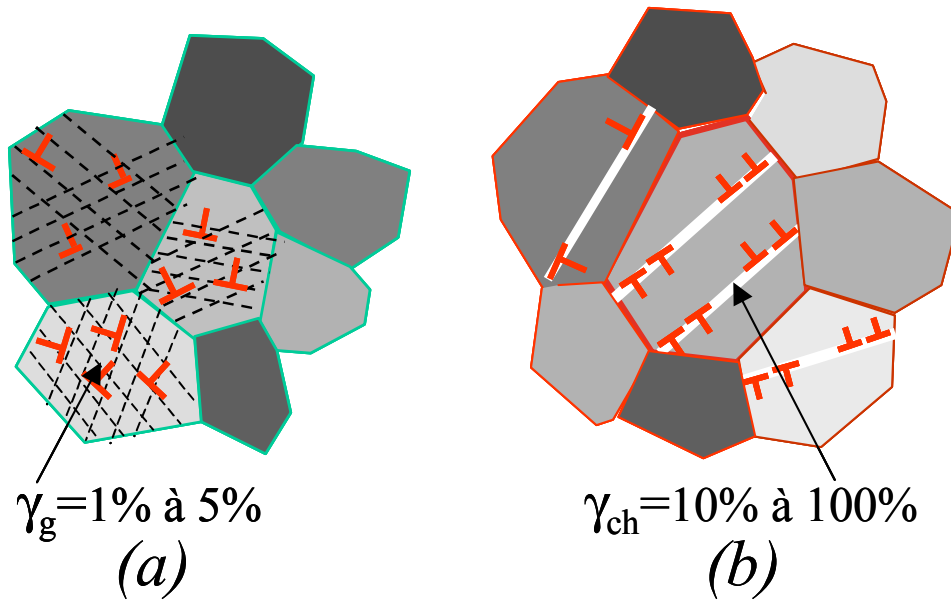


FIG. 2.114 – (a) Dans le cas du matériau non irradié, la déformation plastique est répartie de façon homogène au sein des grains, la contrainte interne ( $X$ ) est principalement due aux incompatibilités de déformation entre les grains. (b) Dans le cas du matériau irradié, la déformation plastique est fortement localisée dans les canaux, la contrainte interne est due aux incompatibilités de déformation entre canaux et grains environnants.

voisins suivant la direction de cisaillement, expliquant ainsi qu'au delà d'un certain seuil, la contrainte macroscopique cesse d'augmenter. Ceci se traduit par une diminution progressive du taux d'érouissage, la cinétique de cette décroissance étant nettement plus rapide que celle du matériau non irradié. Là encore, ceci s'explique par le fait que la déformation locale dans les canaux est beaucoup plus importante que dans le cas du matériau non irradié. La multiplication des canaux peut aussi contribuer à une diminution progressive du taux d'érouissage, liée à la saturation de la contrainte interne.

Il est possible de formaliser les différences observées dans la représentation de Kocks entre le matériau irradié et le matériau non irradié en considérant que, dans les deux cas, l'érouissage est essentiellement porté par l'augmentation de la contrainte interne  $X$  liée aux incompatibilités de déformation entre grains ( $\Sigma_{eff} \simeq \Sigma_0 = cst$ ,  $d\Sigma/dE^p \simeq dX/dE^p$  et  $X = \Sigma - \Sigma_0$ ). D'autre part, si on considère que l'accommodation plastique se produit avec la même cinétique à l'échelle locale (dans les grains pour le matériau non irradié ou bien dans les canaux pour le matériau irradié) (même  $\varepsilon_{sat}^p$ ), mais que dans le cas du matériau irradié seule une fraction volumique  $f_{ch}$  du matériau se déforme (l'indice  $g$  correspondant aux grains et l'indice  $ch$  correspondant aux canaux, "channels"), alors on peut établir une relation entre les pentes et les ordonnées à l'origine déterminées dans le diagramme de Kocks pour le matériau irradié et le matériau non irradié.

Pour le matériau non irradié, on sait que le comportement vérifie la loi de Palm-Voce de la forme (où  $E_{sat}^p = X_S/\Theta_2$ ) :

$$X = \Sigma - \Sigma_0 = X_S^{ni} \left[ 1 - \exp \left( -\frac{E^p}{E_{sat}^p} \right) \right]$$

ce qu'on peut réécrire en considérant que la déformation dans les grains est proportionnelle à la déformation macroscopique ( $\varepsilon_g^p = kE^p$  et en définissant  $\varepsilon_{sat}^p = kE_{sat}^p$ ) :

$$X = X_S^{ni} \left[ 1 - \exp \left( -\frac{\varepsilon_g^p}{\varepsilon_{sat}^p} \right) \right]$$

qui implique :

$$\frac{dX}{dE^p} = k \left( \frac{X_S^{ni}}{\varepsilon_{sat}^p} - \frac{1}{\varepsilon_{sat}^p} X \right)$$

Dans le cas du matériau irradié, seule une fraction  $f_{ch}$  du matériau se déforme, on a donc  $\varepsilon_g^p = f_{ch}\varepsilon_{ch}^p$ , mais on considère qu'à l'échelle locale (dans les canaux pour le matériau irradié) la cinétique d'accommodation plastique est identique à celle du matériau non irradié (même  $\varepsilon_{sat}^p$ ). L'évolution de la contrainte interne prend donc la forme suivante :

$$X = X_S^i \left[ 1 - \exp \left( -\frac{\varepsilon_{ch}^p}{\varepsilon_{sat}^p} \right) \right] = X_S^i \left[ 1 - \exp \left( -\frac{\varepsilon_g^p}{f_{ch}\varepsilon_{sat}^p} \right) \right]$$

On obtient alors la relation :

$$\frac{dX}{dE^p} = k \left( \frac{X_S^i}{f_{ch}\varepsilon_{sat}^p} - \frac{1}{f_{ch}\varepsilon_{sat}^p} X \right)$$

Cette analyse démontre que les rapports entre pentes et ordonnées à l'origine dans un diagramme de Kocks, du matériau irradié et du matériau non irradié sont liés par la fraction volumique de canaux. En effet, on sait que la pente dans le cas du matériau irradié est de 25 à 30 fois plus importante que dans le cas du matériau non irradié, ce qui démontre, d'après l'analyse précédente, que la fraction volumique de canaux est de l'ordre de 3 à 4%. D'autre part, l'ordonnée à l'origine est de 50 à 100 fois plus importante dans le cas du matériau irradié que dans le cas du matériau non irradié. Ceci démontre que la contrainte interne à saturation du matériau irradié est de 1.5 à 4 fois plus importante que celle du matériau non irradié.

### Interprétation de la relaxation

Il a été mis en évidence que la contrainte relaxée ( $\Sigma_{relax} = 341$  MPa,  $V_{app} = 7b^3$  (en relaxation),  $\dot{E}_{\theta\theta} = 3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ) est plus importante que la contrainte visqueuse ( $\dot{E}_{\theta\theta} = 3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , en écrouissage  $\Sigma_v \simeq 200$  MPa,  $V_{app} = 14b^3$ , et en décharge  $\Sigma_v = 70 \pm 10$  MPa) ce qui montre qu'une partie de la contrainte interne est restaurée lors de la relaxation. Ainsi, le fait que le matériau irradié relaxe de façon beaucoup plus importante sa contrainte que le matériau non irradié peut s'expliquer, en partie, par la relaxation de la contrainte interne qui est très importante dans le cas du matériau irradié. L'importante restauration de la contrainte interne lors de la relaxation permettrait ainsi d'expliquer que, lors du rechargement après relaxation, on constate que la contrainte d'écoulement est nettement plus faible que la contrainte d'écoulement avant relaxation ( $\Delta\Sigma = -117$  MPa). Le phénomène de restauration de la contrainte

étant si important pour le matériau irradié, il est vraisemblable que celui-ci soit aussi actif lors des essais d'érouissage à vitesse lente ( $3 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ ). Ainsi, l'importante sensibilité à la vitesse estimée en érouissage à différentes vitesses ( $V_{app} = 14b^3$ ) pourrait s'expliquer par le fait que lors de l'érouissage à vitesse lente la contrainte interne se restaure, ce qui justifie que la contrainte visqueuse déterminée en érouissage ( $\Sigma_v \simeq 200 \text{ MPa}$ ,  $\dot{E}_{\theta\theta} = 3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ) est supérieure à la contrainte visqueuse estimée en décharge ( $\Sigma_v = 70 \pm 10 \text{ MPa}$ ,  $\dot{E}_{\theta\theta} = 3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ). Ce phénomène n'est pas observé sur matériau non irradié peut-être du fait d'une contrainte interne trop faible.

Ces dernières interprétations sont confortées par l'observation MET de canaux basaux dans des lames minces prélevées dans la zone de déformation homogène des éprouvettes des essais de relaxation (M5i-3) et de relaxation suivie d'un éclatement (M5i-1). Les canaux observés après relaxation (M5i-3) ou bien après le rechargement suite à la relaxation (M5i-1) sont identiques aux canaux observés lors de l'étude statistique MET (Essais Zy-4i-1 et M5-0i-1). Les canaux sont vraisemblablement créés lors de l'érouissage et évoluent peu lors de la relaxation. Aucune autre modification de la microstructure de canaux ou de boucles n'a été mise en évidence après relaxation. Néanmoins, il est vraisemblable qu'il existe à l'échelle microscopique un mécanisme non mis en évidence qui permette cette restauration de la contrainte interne. Il est effectivement possible que les dislocations empilées aux joints de grains dans les canaux puissent se réarranger ou bien se restaurer, par activation d'autres systèmes ou par monté, afin de diminuer la contrainte en tête d'empilement.

L'ensemble de cette analyse doit encore être nuancée car le fait que le système basal soit activé à la place du système prismatique peut contribuer de façon notable à augmenter la contrainte d'écoulement ainsi que la sensibilité à la vitesse. En effet, on sait que pour le matériau non irradié la cission critique du système basal est plus élevée que la cission critique du système prismatique, en conséquence, bien qu'il n'y ait plus de défaut d'irradiation dans les canaux, la contrainte d'écoulement locale est plus importante que dans le cas de l'activation du système prismatique. D'autre part, la sensibilité à la vitesse du système basal est plus grande que celle du système prismatique d'après Geyer (1999), ce qui devrait conduire à une contrainte visqueuse plus importante que celle résultant de l'activation du système prismatique (expliquant également un volume d'activation déterminé en érouissage plus faible pour le matériau irradié  $V_{app} = 14b^3$  que pour le matériau non irradié  $V_{app} \simeq 200b^3$ ). Ces deux phénomènes contribuent ainsi à augmenter la contrainte d'écoulement du matériau irradié. La sensibilité à la vitesse plus importante du système basal contribue aussi à une relaxation plus importante de la contrainte dans le cas irradié que dans le cas non irradié. Le fait que la déformation soit localisée dans les canaux conduit aussi à une vitesse de déformation plastique locale importante, ce peut contribuer à augmenter la contrainte visqueuse et donc également la contrainte relaxée. Il faut également rappeler qu'il est probable qu'un érouissage ait lieu à l'intérieur du canal du fait de nombreux débris présents dans le canal, ce qui contribue à augmenter la contrainte effective du matériau irradié comme on l'a constaté expérimentalement. Les débris et les crans présents à l'intérieur du canal pourrait également contribuer à freiner les dislocations dans leur glissement

et augmenter la viscosité du matériau (Rodney, 2001).

Néanmoins, l'hypothèse d'une contrainte interne élevée dans le cas du matériau irradié permet d'expliquer la plupart des caractéristiques du comportement mécanique, en accord avec les observations MET et les métrologies laser. Cette hypothèse semble donc particulièrement intéressante pour mieux comprendre et modéliser les différents aspects du comportement des alliages de zirconium irradiés.

### **Chronologie des différents mécanismes lors d'un essai mécanique**

En intégrant cette analyse dans un cadre plus général prenant aussi en compte les mécanismes observés au delà de l'allongement réparti (en traction sens travers), par Régnard (1998) notamment, il est possible de préciser la chronologie des différents mécanismes de déformation des éprouvettes irradiées (en pression interne et en traction sens travers à 350°C) (Fig. 3.35) :

- Les premiers canaux basaux apparaissent vraisemblablement pour une très faible déformation plastique dans les grains bien orientés.
- Du fait de la faible fraction volumique de canaux, la contrainte interne augmente de façon importante, conduisant à un taux d'écrouissage très élevé.
- Le nombre de canaux augmente dans les grains de façon à mieux répartir la déformation plastique ce qui contribue à diminuer le taux d'écrouissage.
- Des canaux apparaissent dans les grains moins bien orientés.
- Lorsque la contrainte interne devient trop élevée, les canaux se propagent de grains en grains, conduisant ainsi à une diminution rapide du taux d'écrouissage.
- Quand le taux d'écrouissage devient trop faible, la déformation se localise dans une partie de l'éprouvette conduisant à l'apparition d'un gonflement local important dans le cas de l'essai de pression interne, ou bien de bandes de cisaillement dans le cas des éprouvettes de traction sens travers.
- Toute la déformation plastique se produit alors dans la zone de localisation macroscopique, conduisant à un balayage très important des défauts d'irradiation ainsi qu'à l'apparition des systèmes de glissement prismatiques et pyramidaux, comme observé par Régnard (1998).
- Dans cette zone macroscopique on retrouve la microstructure du matériau non irradié fortement déformé. Régnard (1998) observe des cellules ainsi que des sous joints caractéristiques d'un matériau non irradié déformé à une déformation plastique de l'ordre de 30 %. Les défauts d'irradiation ont alors presque intégralement disparus.
- L'allongement à rupture mesuré au niveau de la zone de gonflement pour des éprouvettes de pression interne, ou bien au niveau de la bande de cisaillement pour les éprouvettes de traction sens travers, est très important, de l'ordre de 10 à 30 %, ce qui correspond à la ductilité du matériau non irradié, expliquant ainsi le faciès de rupture ductile à cupules observé en MEB par Régnard (1998).

Il faut toutefois souligner que, bien que l'interprétation du comportement mécanique en termes de contrainte interne permette de rendre compte de la plupart des observations expé-

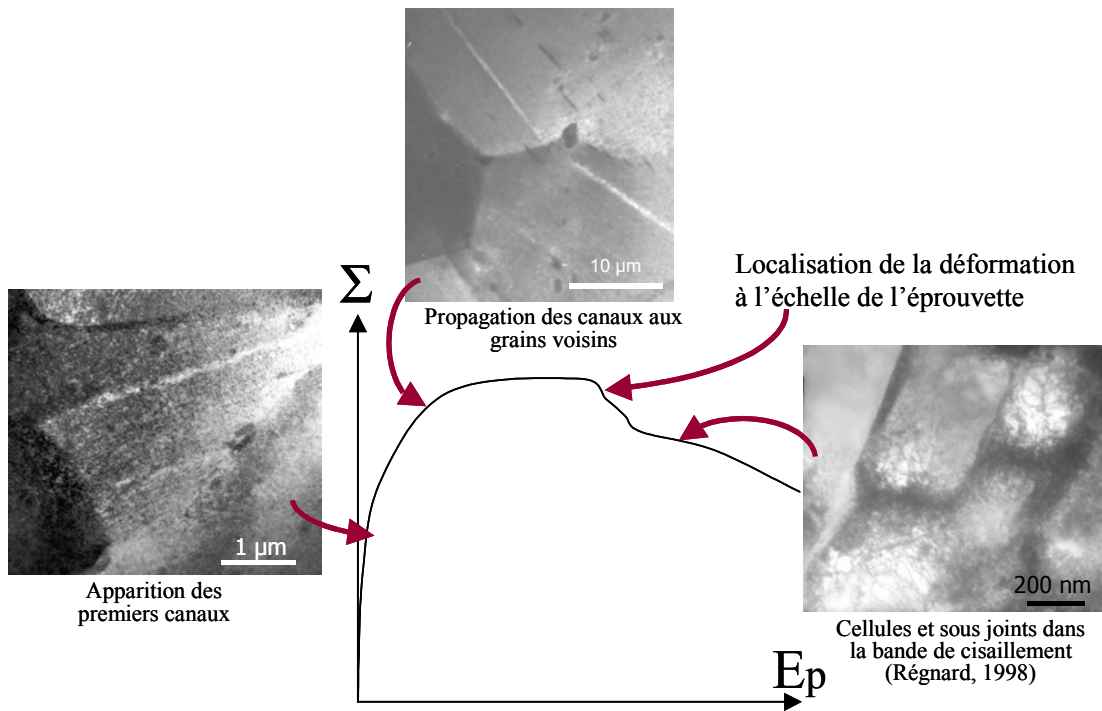


FIG. 2.115 – Représentation schématique de la chronologie des différents mécanismes pour des sollicitations de traction sens travers et de pression interne à 350°C

riminentales, elle n'en conserve pas moins un statut d'hypothèse puisque la contrainte interne n'a pu être mesurée expérimentalement dans le cadre de cette étude (dispositifs expérimentaux présents en cellule non adaptés, conditions peut-être défavorables pour l'essai de décharge). Il sera nécessaire de valider cette hypothèse lors de travaux futurs, par exemple par la réalisation d'essais de traction-compression, ou bien par des essais de charge-décharge adaptés qui permettraient de mettre en évidence une phase non linéaire en fin de décharge (par exemple sur des matériaux fortement irradiés qui semblent présenter un allongement réparti plus important que le Zy-4 faiblement irradié de notre étude). Dans la suite de ce travail, une modélisation micro-mécanique fondée sur cette interprétation du comportement du matériau irradié, qui constitue alors une hypothèse de travail, est présentée et validée par confrontation avec les résultats d'essais mécaniques.



## Synthèse concernant l'analyse et l'interprétation du comportement mécanique

*L'analyse des essais d'éclatement met en évidence que l'irradiation conduit à une augmentation de la contrainte d'écoulement ainsi qu'à une diminution importante de l'allongement réparti. Les évolutions avec la dose de la contrainte d'écoulement à 0.005 % et à 0.2 % présentent une augmentation rapide et une saturation pour des doses faibles conformément aux résultats de la littérature. Les valeurs des contraintes d'écoulement des trois matériaux étudiés (Zy-4 recristallisé, M5 et M5-0) à l'état non irradié et irradié sont similaires ce qui justifie de s'intéresser indifféremment à ces trois nuances.*

*L'analyse de la sensibilité à la vitesse de la contrainte d'écoulement en écrouissage montre que le matériau non irradié est très peu sensible à la vitesse, le volume d'activation correspondant est de l'ordre de  $200b^3$  et la contrainte visqueuse de l'ordre de 15 MPa. En revanche, après irradiation le matériau irradié présente une sensibilité à la vitesse importante, le volume d'activation étant de l'ordre de  $14b^3$  et la contrainte visqueuse de l'ordre de 200 MPa.*

*L'analyse des courbes contrainte - déformation plastique met en évidence que l'écrouissage est beaucoup plus important pour le matériau irradié que pour le matériau non irradié.*

*L'étude de l'évolution du taux d'écrouissage avec la contrainte suivant la méthode de Kocks met en évidence que le matériau irradié présente un taux d'écrouissage initial beaucoup plus élevé que celui du matériau non irradié ( $\Theta_2$  de l'ordre de  $10^4$  MPa pour le matériau non irradié et  $10^6$  MPa pour le matériau irradié). D'autre part, cette analyse montre que le taux d'écrouissage diminue beaucoup plus rapidement dans le cas du matériau irradié que dans le cas du matériau non irradié, témoignage d'une saturation plus rapide de la contrainte d'écoulement.*

*L'analyse des phases de décharge met en évidence qu'à l'échelle macroscopique, la contrainte effective du matériau irradié est nettement supérieure à celle du matériau non irradié, les parties visqueuse et athermique de la contrainte effective étant toutes deux supérieures à celles mesurées sur matériau non irradié. La valeur de contrainte visqueuse déterminée en décharge diffère de celle obtenue pour des écrouissages à différentes vitesses. Seule une borne supérieure a été estimée pour la contrainte interne pour ce faible niveau de déformation plastique.*

*L'analyse du comportement en relaxation met en évidence que le matériau irradié relaxe beaucoup plus la contrainte que le matériau non irradié. La contrainte relaxée dans le cas du matériau irradié est environ trois fois plus importante que dans le cas du matériau non irradié. Les volumes d'activation identifiés sur ces phases de relaxation sont de l'ordre de deux à trois fois plus faibles dans le cas du matériau irradié que dans le cas du matériau non irradié.*

*Lors d'un rechargement après relaxation, alors que pour le matériau non irradié la contrainte d'écoulement rejoint la courbe contrainte-déformation d'un essai d'écrouissage non interrompu par la relaxation, dans le cas du matériau irradié, la contrainte d'écoulement reste inférieure à la contrainte d'écoulement avant relaxation.*

*Les observations MET ont permis de vérifier que le matériau non irradié se déforme principalement par glissement des dislocations  $\langle a \rangle$  dans les plans prismatiques, la déformation des grains se produisant de façon homogène. L'analyse du comportement mécanique a démontré*

qu'à 350°C le matériau non irradié présente une faible sensibilité à la vitesse, associée à une faible contrainte visqueuse, elle-même essentiellement liée au franchissement thermiquement activé des vallées de Peierls par les dislocations vis  $P < a >$ . Cette faible sensibilité à la vitesse est attribuée au mécanisme de vieillissement dynamique dû à l'interaction des dislocations vis  $P < a >$  avec l'oxygène. L'analyse du comportement mécanique a également permis de vérifier que la contrainte effective athermique évolue peu avec la déformation plastique, témoignage du faible écrouissage latent dans les alliages de Zr. En revanche, il a été démontré que la contrainte interne, associée aux incompatibilités de déformation entre grains, augmente de façon importante avec la déformation plastique, l'écrouissage macroscopique étant donc essentiellement porté par l'augmentation de cette dernière. Il a de plus été vérifié qu'en relaxation à 350°C, en plus de la relaxation de la contrainte visqueuse, une partie de la contrainte interne est également restaurée.

L'analyse statistique MET des alliages de Zr irradiés aux neutrons puis déformés en pression interne (et traction sens travers) à 350°C a démontré que le mécanisme de déformation plastique est le mécanisme de canalisation des dislocations par glissement suivant les plans de base. Ce mécanisme consiste, en premier lieu, en un balayage des boucles  $< a >$  issues de l'irradiation par les dislocations glissant dans les plans de base. Dès lors que les obstacles sont balayés dans une partie du grain, les dislocations suivantes glissent préférentiellement dans cette zone conduisant ainsi à un phénomène de canalisation des dislocations et donc de localisation de la déformation plastique à l'échelle du grain. Néanmoins, bien qu'à l'échelle du grain la déformation soit localisée, à l'échelle du polycristal la déformation reste homogène. De plus la contrainte d'écoulement du polycristal continue d'augmenter alors que des canaux, dans lesquels les obstacles ont été balayés, sont déjà présents dans le matériau. Ceci suggère que la forte localisation de la déformation dans les canaux génère de fortes contraintes internes, contraintes internes qui viennent compenser, à l'échelle du polycristal, l'adoucissement local qui se produit dans les canaux. Ce phénomène permet d'expliquer la plupart des caractéristiques du comportement mécanique, en accord avec les observations MET et les métrologies laser :

- Le fait que les contraintes internes compensent l'adoucissement local dans les canaux permet d'expliquer qu'à l'échelle du polycristal le comportement reste consolidant, la déformation macroscopique restant ainsi homogène.
- La valeur élevée de la contrainte d'écoulement du matériau irradié, alors que des canaux sont déjà observés, s'explique par la présence d'une contrainte interne élevée.
- Le taux d'écrouissage élevé en début d'écoulement s'explique par le fait que toute la déformation plastique soit localisée dans une faible fraction volumique du matériau, induisant ainsi une augmentation rapide de la contrainte interne.
- La décroissance rapide du taux d'écrouissage avec la déformation s'explique par la multiplication des canaux ainsi que par la propagation des canaux aux grains voisins, ce qui a pour effet de diminuer la vitesse d'augmentation des contraintes internes.
- La valeur élevée de la contrainte relaxée dans le cas du matériau irradié peut être, en partie, associée à la relaxation de la contrainte interne qui est importante dans le cas du

*matériau irradié.*

- *La restauration d'une partie importante de la contrainte interne lors de la phase de relaxation permet d'expliquer que la contrainte d'écoulement mesurée lors d'un rechargement après relaxation soit nettement inférieure à la contrainte d'écoulement avant relaxation.*
- *Une partie de la sensibilité à la vitesse observée en écrouissage peut être attribuée à la restauration de la contrainte interne lors de l'écrouissage à vitesse lente.*

*Cette analyse est cependant à nuancer car le fait que seul le glissement basal s'active au lieu du glissement prismatique peut également contribuer à augmenter la contrainte d'écoulement ainsi que la sensibilité à la vitesse du matériau irradié. D'autre part, le fait que la déformation plastique soit localisée contribue aussi à augmenter la contrainte visqueuse. En outre, il est vraisemblable qu'un écrouissage au sein du canal ait lieu expliquant ainsi en partie l'importante contrainte effective mise en évidence expérimentalement. Néanmoins, le fait que l'interprétation du comportement en termes de contrainte interne permette d'expliquer l'ensemble des observations expérimentales de façon cohérente, conforte pleinement cette analyse, analyse sur laquelle s'appuie la modélisation micromécanique du comportement du matériau irradié présentée dans la suite de cette étude.*

## Chapitre 3

# Modélisations micromécaniques

Un des objectifs de ce travail est d'intégrer les mécanismes de déformation plastique des alliages de Zr irradiés, identifiés et caractérisés lors de l'étude expérimentale, dans un modèle micromécanique initialement développé pour le matériau non irradié (Geyer, 1999). Compte tenu de la spécificité des mécanismes de déformation du matériau irradié, une nouvelle approche a été développée sur la base du modèle initial. De plus, afin de mieux rendre compte de certains aspects du comportement du matériau non irradié à 350°C, le modèle initial a été modifié et identifié sur la base d'essais de pression interne réalisés à 350°C sur des éprouvettes en alliage M5.

### 3.1 Modélisation du matériau non irradié à 350°C

En premier lieu, le principe de l'homogénéisation des polycristaux est rappelé, puis le modèle micromécanique développé par Geyer (1999) est présenté et identifié sur une base d'essais mécaniques.

#### 3.1.1 Principe de l'homogénéisation et représentation de la microstructure

Le principe de l'approche micromécanique consiste à intégrer les connaissances acquises sur la microstructure et les mécanismes de déformation des matériaux dans des modèles de comportement afin de les rendre plus prédictifs. Dans le cas des alliages de zirconium non irradiés, la microstructure d'un élément de volume du matériau (Volume Élémentaire Représentatif, VER) est constituée d'un grand nombre de grains équiaxes de structure cristalline hexagonale compacte et d'orientations variées (caractérisées par la texture cristallographique du matériau). Ces grains se déforment par cisaillement suivant certains plans cristallins grâce au glissement des dislocations.

L'objectif des méthodes d'homogénéisation des polycristaux est de déterminer, en connaissant le comportement individuel des grains, le comportement d'un Milieu Homogène Equivalent (MHE) au comportement du polycristal (Figure 3.1). Compte tenu du très grand nombre de grains contenus dans le VER, une description schématique et statistique de la microstructure est adoptée. Les grains ne sont pas considérés individuellement, ceux-ci sont remplacés par la

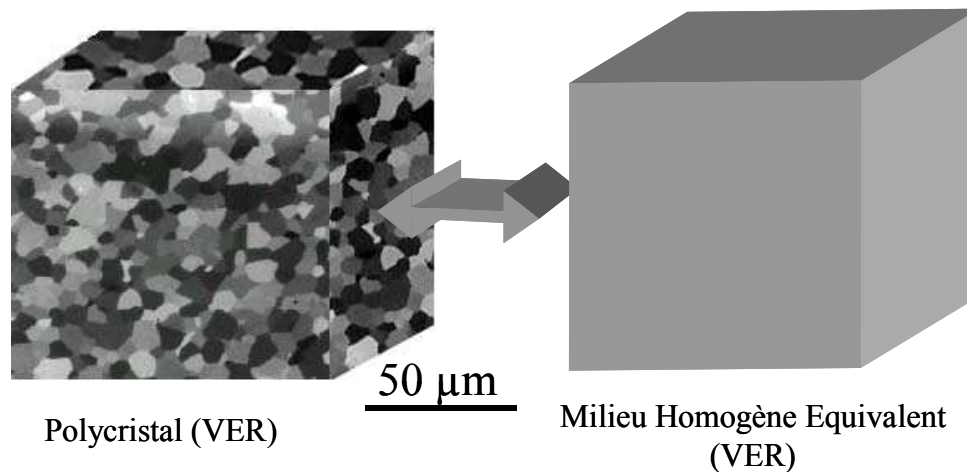


FIG. 3.1 – Principe de l'homogénéisation des polycristaux.

notion de "phase cristalline" (désignée par l'indice  $g$ ) qui regroupe l'ensemble de tous les grains de même orientation cristallographique, caractérisée par les trois angles d'Euler  $(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$  et la fraction volumique de grains correspondante  $(f_g)$  (Fig. 3.2). Dans cette description, les grains de même orientation sont indiscernables et n'ont pas de position géométrique particulière au sein du polycristal. De plus, la phase cristalline est considérée comme homogène, les hétérogénéités de dimensions inférieures à celle-ci étant négligées. Les champs de contrainte et de déformation dans chaque phase cristalline sont donc estimés en moyenne ( $\underline{\underline{\sigma}}_g = \langle \underline{\underline{\sigma}} \rangle_g$ ,  $\underline{\underline{\varepsilon}}_g = \langle \underline{\underline{\varepsilon}} \rangle_g$ ). Certaines approches, comme celle de Brenner (2001), permettent néanmoins de tenir compte de façon statistique de l'hétérogénéité intra-phase.

Afin de décrire les interactions entre les grains du polycristal, une approche statistique du type "champ moyen" est adoptée. Celle-ci consiste à considérer que, compte tenu du grand nombre de grains dans le VER, les effets de voisinage sur un grain unique peuvent être vus en moyenne comme équivalents aux interactions mécaniques que subirait la phase cristalline correspondante (tous les grains de même orientation) en inclusion dans un milieu homogène dont le comportement est celui du Milieu Homogène Equivalent. Pour les polycristaux constitués de grains équiaxes distribués aléatoirement, l'inclusion représentative est de forme sphérique. Cependant, afin de déterminer la réponse de la phase cristalline en interaction avec le MHE, il est nécessaire de connaître le comportement du MHE, or c'est justement lui qui est l'inconnue du problème. La formalisation de ce schéma auto-cohérent aboutit à une équation implicite dont la résolution nécessite la mise en place d'une procédure spécifique (Fig. 3.2), procédure qui est particulièrement complexe dans le cas d'un comportement élasto-visco-plastique, comme le soulignent Bornert et al. (2001).

### 3.1.2 La méthode de changement d'échelle

Afin de contourner ces difficultés, Cailletaud et Pilvin (1990, 1994) ont proposé une approche pragmatique de l'homogénéisation en élasto-visco-plasticité qui s'inspire à la fois du modèle de

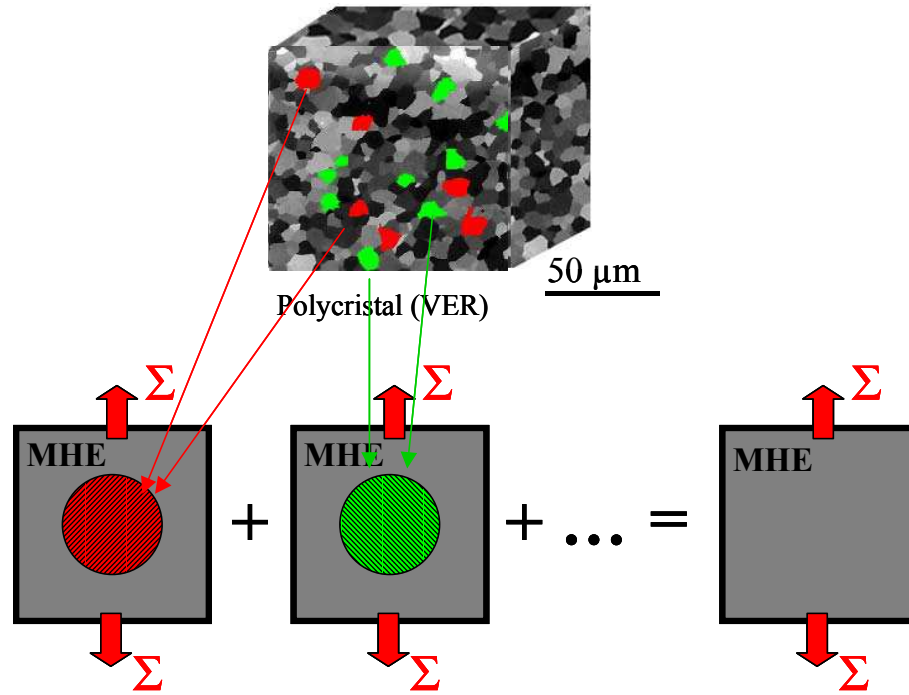


FIG. 3.2 – Principe du schéma auto-cohérent.

Berveiller et Zaoui (1979) pour le traitement de l'interaction élasto-plastique entre la phase en inclusion et le MHE ainsi que des lois heuristiques qui décrivent l'écrouissage cinématique non linéaire des modèles phénoménologiques élasto-visco-plastiques. Cette approche est de plus conçue pour être applicable à des textures quelconques et des chargements complexes.

### 3.1.2.1 Approche de Berveiller et Zaoui

En s'appuyant sur les travaux d'Eshelby (1957), Kröner (1961) et Hill (1965), Berveiller et Zaoui (1979) ont résolu de manière approchée le schéma auto-cohérent en élasto-plasticité dans le cas particulier des chargements radiaux monotones, pour un comportement isotrope et pour une inclusion sphérique. Ils ont montré que, dans ce cas particulier, il existait une relation explicite entre la contrainte macroscopique ( $\underline{\underline{\Sigma}}$ ) et la contrainte dans l'inclusion ( $\underline{\underline{\sigma}}_g$ ) (loi de localisation) (Fig. 3.3), relation qui prend la forme suivante :

$$\underline{\underline{\sigma}}_g = \underline{\underline{\Sigma}} - 2\mu(1 - \beta)\alpha(\underline{\underline{E}}^p, \underline{\underline{\Sigma}})(\underline{\underline{\varepsilon}}_g^p - \underline{\underline{E}}^p)$$

$$\text{avec } \beta = \frac{2}{15} \frac{4 - 5\nu}{1 - \nu}$$

où la fonction  $\alpha(\underline{\underline{E}}^p, \underline{\underline{\Sigma}})$  s'écrit :

$$\frac{1}{\alpha} \cong 1 + \frac{3}{2} \mu \frac{\|\underline{\underline{E}}^p\|}{J_2(\underline{\underline{\Sigma}})}$$

$$\text{avec } \|\underline{\underline{E}}^p\| = \sqrt{\frac{2}{3} \underline{\underline{E}}^p : \underline{\underline{E}}^p}$$

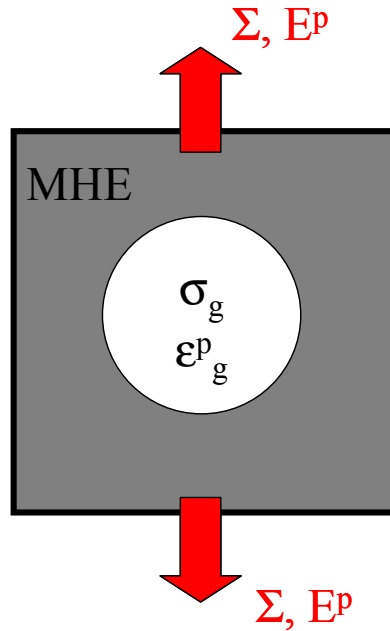


FIG. 3.3 – Phase cristalline en inclusion dans le Milieu Homogène Equivalent.

$$\text{et} \quad J_2(\underline{\underline{\Sigma}}) = \sqrt{\frac{3}{2} \text{dev}(\underline{\underline{\Sigma}}) : \text{dev}(\underline{\underline{\Sigma}})}$$

où  $\text{dev}(\underline{\underline{\Sigma}})$  est le déviateur de  $\underline{\underline{\Sigma}}$ .

La fonction  $\alpha(\underline{\underline{E}}^p, \underline{\underline{\Sigma}})$  rend compte, de manière approchée, de l'accommodation plastique isotrope de la matrice autour de l'inclusion lors de l'écoulement plastique. En effet, pour une déformation plastique faible ( $\|\underline{\underline{E}}^p\| \simeq 0$ ), la valeur de la fonction  $\alpha$  est voisine de 1. On retrouve alors la loi de localisation de Kröner pour laquelle l'accommodation de la matrice est élastique :

$$\underline{\underline{\sigma}}_g = \underline{\underline{\Sigma}} - 2\mu(1 - \beta)(\underline{\underline{\varepsilon}}_g^p - \underline{\underline{E}}^p)$$

Cette situation correspond au cas où seuls quelques grains bien orientés se sont déformés plastiquement, la plupart des autres grains se déformant élastiquement.

En revanche, pour des déformations plastiques importantes ( $\mu\|\underline{\underline{E}}^p\| \gg J_2(\underline{\underline{\Sigma}})$ ), la valeur de la fonction  $\alpha$  tend vers 0, le comportement du polycristal se rapproche alors du modèle statique en contrainte homogène :

$$\underline{\underline{\sigma}}_g = \underline{\underline{\Sigma}}$$

Cette situation correspond au cas où tous les grains se déforment plastiquement.

### 3.1.2.2 Lois heuristiques pour l'écrouissage cinématique non linéaire

A l'échelle macroscopique, l'analyse du comportement mécanique des matériaux met en évidence deux composantes à l'écrouissage : l'écrouissage isotrope (dilatation de la surface de charge) et l'écrouissage cinématique (translation de la surface de charge) (Lemaitre, 1985). Les modèles phénoménologiques élasto-visco-plastiques, dont l'objectif est de décrire le comportement macroscopique des matériaux sans s'attacher aux mécanismes de déformation plastique,

prennent en compte l'écroissage cinématique par l'intermédiaire d'un tenseur d'ordre deux  $\underline{\underline{X}}$ . Dans le cas d'un grand nombre de matériaux, l'écroissage cinématique suit une évolution non linéaire avec la déformation plastique. Son évolution est prise en compte par l'introduction d'une variable interne tensorielle  $\underline{\underline{\alpha}}$  analogue à la déformation plastique mais qui évolue de façon non linéaire avec la déformation plastique. La contrainte cinématique s'écrit alors :

$$\underline{\underline{X}} = \frac{2}{3} C \underline{\underline{\alpha}}$$

où  $C$  est un coefficient dont l'ordre de grandeur est voisin de  $\mu$ .

La loi généralement adoptée pour l'évolution non linéaire de la variable interne  $\underline{\underline{\alpha}}$  est de la forme (Lemaitre, 1985) :

$$\dot{\underline{\underline{\alpha}}} = \dot{\underline{\underline{E}}}^p - D \underline{\underline{\alpha}} \left\| \dot{\underline{\underline{E}}}^p \right\|$$

Dans le cas des alliages de Zr, on a montré que l'écroissage est essentiellement porté par l'augmentation de la contrainte interne ou écroissage cinématique qui est associé aux incompatibilités de déformation entre grains. On a de plus mis en évidence qu'une loi de type Palm-Voce permettait de bien décrire l'évolution de l'écroissage avec la déformation. Or la loi de Palm-Voce correspond, pour une sollicitation monotone, à la forme intégrée (en 1D) de la loi d'écroissage cinématique non linéaire présentée. Il semble donc que, dans le cas des alliages de Zr, la loi présentée soit particulièrement bien adaptée pour décrire l'écroissage cinématique lié aux incompatibilités de déformation entre grains.

### 3.1.2.3 Une loi de localisation heuristique

Le principe de l'approche de Ph. Pilvin consiste à généraliser, de façon heuristique, l'approche de Berveiller et Zaoui au cas de l'élasto-visco-plasticité pour des textures quelconques et des chargements complexes en remplaçant la déformation plastique ( $\underline{\underline{\varepsilon}}^p$ ) dans la loi de localisation de Kröner par une variable interne tensorielle ( $\underline{\underline{\beta}}$ ) analogue à la déformation plastique mais qui évolue de façon non linéaire avec la déformation plastique. La loi de localisation heuristique s'écrit alors :

$$\underline{\underline{\sigma}}_g = \underline{\underline{\Sigma}} - 2\mu(1 - \beta)(\underline{\underline{\beta}} - \underline{\underline{B}})$$

avec  $\underline{\underline{B}} = \sum_{g \in G} f_g \underline{\underline{\beta}}_g$ , garantissant ainsi l'auto-équilibre du problème ( $\langle \underline{\underline{\sigma}}_g \rangle_G = \underline{\underline{\Sigma}}$ ).

La loi adoptée pour l'évolution de la variable interne  $\underline{\underline{\beta}}$  est de la même forme que celle choisie pour l'écroissage cinématique non linéaire des modèles phénoménologiques, mais appliquée ici à l'échelle de la phase cristalline (Pilvin, 1990) :

$$\dot{\underline{\underline{\beta}}}_g = \dot{\underline{\underline{\varepsilon}}}_g^p - D \underline{\underline{\beta}}_g \left\| \dot{\underline{\underline{\varepsilon}}}_g^p \right\|$$

On remarque que dans le cas d'une sollicitation 1D monotone, cette équation s'intègre, conduisant à une évolution de  $\beta_g$  avec la déformation plastique  $\varepsilon_g^p$  de la forme :

$$\beta_g = \frac{1}{D} [1 - \exp(-D\varepsilon_g^p)]$$



Grâce à l'introduction de cette variable interne supplémentaire qui évolue de façon non linéaire avec la déformation plastique, la loi de localisation explicite postulée présente le même type d'évolution que la loi de Berveiller-Zaoui. En effet, pour une déformation plastique nulle ou très faible ( $\|\underline{\underline{\varepsilon}}^p\| \simeq 0$ ), on a  $\underline{\underline{\beta}} \simeq \underline{\underline{\varepsilon}}^p$ , on retrouve alors la loi de localisation de Kröner pour laquelle l'accommodation de la matrice est élastique ( $\underline{\underline{\sigma}}_g = \underline{\underline{\Sigma}} - 2\mu(1 - \beta)(\underline{\underline{\varepsilon}}_g^p - \underline{\underline{E}}^p)$ ). En revanche, pour des déformations plastiques importantes ( $\|\underline{\underline{\varepsilon}}^p\| \gg 1/D$ ), la variable interne  $\underline{\underline{\beta}}_g$  sature dans tous les grains à une même valeur ( $1/D$ ), ce qui implique que  $\underline{\underline{\beta}} \simeq \underline{\underline{B}} \forall g$ . La loi de localisation correspond alors au modèle statique en contrainte homogène ( $\underline{\underline{\sigma}} = \underline{\underline{\Sigma}}$ ).

Afin que la loi de localisation postulée se rapproche le plus possible de la loi de localisation de Berveiller-Zaoui, Pilvin propose d'identifier le paramètre  $D$ , caractéristique de la cinétique de l'accommodation plastique inter-granulaire, sur une simulation réalisée avec la loi de Berveiller-Zaoui, mais en se plaçant dans le cas d'un essai d'écroutissage monotone et d'une texture isotrope afin de satisfaire les hypothèses du modèle. Les valeurs de contrainte et de déformation plastique sont alors déterminées pour dix orientations différentes à l'aide de chacune des deux lois de localisation et l'écart en contrainte et en déformation est minimisé. On s'assure ainsi que les conditions "d'auto-cohérence" du modèle sont assez bien satisfaites. Il est également possible de recalculer le paramètre  $D$  sur des simulations par éléments finis (Pilvin, 1995 et 1997), néanmoins, cette démarche ne sera pas mise en œuvre dans le cadre de notre étude.

Afin de mieux satisfaire les conditions d'auto-cohérence, notamment pour des déformations plastiques supérieures à 1 %, Pilvin a proposé, par analogie avec les modèles phénoménologiques, d'ajouter un second terme à la loi d'évolution de la variable  $\underline{\underline{\beta}}_g$ , caractérisé par un second coefficient  $\delta$  :

$$\dot{\underline{\underline{\beta}}}_g = \dot{\underline{\underline{\varepsilon}}}_g^p - D(\underline{\underline{\beta}}_g - \delta \underline{\underline{\varepsilon}}_g^p) \|\dot{\underline{\underline{\varepsilon}}}_g^p\|$$

Par ailleurs, Geyer a mis expérimentalement en évidence sur du Zy-4 recristallisé qu'à 350°C le matériau relaxe une part de la contrainte interne lors d'essais de relaxation. Cependant, le modèle initial ne prend pas en compte ce phénomène. En poursuivant l'analogie avec les modèles phénoménologiques, on choisit de prendre en compte le phénomène de relaxation de la contrainte interne en introduisant un terme de restauration statique de la variable  $\underline{\underline{\beta}}_g$  dans la loi d'évolution, comme proposé par Besson et al. (2001). Il aurait également été possible d'introduire un terme de restauration statique à l'échelle intra-granulaire, par exemple au niveau de la loi d'évolution de la densité de dislocation ou bien en ajoutant un terme de contrainte interne intra-granulaire, contrainte intra-granulaire qui pourrait se restaurer. La loi d'évolution de  $\underline{\underline{\beta}}_g$  choisie ici s'écrit alors :

$$\dot{\underline{\underline{\beta}}}_g = \dot{\underline{\underline{\varepsilon}}}_g^p - D(\underline{\underline{\beta}}_g - \delta \underline{\underline{\varepsilon}}_g^p) \|\dot{\underline{\underline{\varepsilon}}}_g^p\| - M \left( \left\| \frac{\underline{\underline{\beta}}_g}{\underline{\underline{\varepsilon}}_g^p} \right\| \right)^m \underline{\underline{\beta}}_g$$

avec

$$\|\underline{\underline{a}}\| = \sqrt{\frac{2}{3} \underline{\underline{a}} : \underline{\underline{a}}}$$

Les quatre paramètres ( $D, \delta, M, m$ ) de la loi de localisation ne sont pas des coefficients caractéristiques du comportement intrinsèque du matériau mais sont liés aux interactions mé-

caniques entre les grains. Néanmoins, ces paramètres sont identifiés simultanément aux autres coefficients du modèle.

### 3.1.3 L'étape d'homogénéisation

L'étape d'homogénéisation consiste à déduire les valeurs des grandeurs macroscopiques à partir de la connaissance des grandeurs microscopiques correspondantes. On peut montrer que, si l'on applique des conditions limites en déformation homogène sur le contour du VER (conditions aux limites équivalentes aux conditions en contrainte homogène sur le contour quand la dimension de la phase est très inférieure à la dimension du VER), on a :

$$\underline{\underline{E}} = \sum_{g \in G} f_g \underline{\underline{\varepsilon}}_g$$

Dans le cas où l'élasticité est homogène (car isotrope, hypothèse justifiée pour les alliages de Zr), cette expression conduit à la relation de moyenne suivante :

$$\underline{\underline{E}}^P = \sum_{g \in G} f_g \underline{\underline{\varepsilon}}_g^P$$

### 3.1.4 Comportement des phases cristallines

Du point de vue mécanique, chaque phase est considérée comme un milieu continu dont le comportement tient compte de la structure hexagonale et des différents systèmes de glissement. Les variables associées au comportement de chaque phase sont les contraintes et déformations moyennées sur l'ensemble des grains ayant la même orientation :  $\underline{\underline{\sigma}}_g$ ,  $\underline{\underline{\varepsilon}}_g$ ,  $\underline{\underline{\varepsilon}}_g^P$ . Les systèmes de glissement sont définis par leur normale au plan de glissement  $\underline{n}_s$  ainsi que par la direction de glissement  $\underline{l}_s$ . La direction de glissement est elle-même liée au vecteur de Burgers du système par :

$$\underline{l}_s = \frac{\underline{b}_s}{\|\underline{b}_s\|}$$

Le couple  $(\underline{n}_s, \underline{l}_s)$  permet de définir le tenseur d'orientation du système considéré  $\underline{\underline{\mu}}_s$  par :

$$\underline{\underline{\mu}}_s = \frac{1}{2}(\underline{l}_s \otimes \underline{n}_s + \underline{n}_s \otimes \underline{l}_s)$$

Les systèmes de glissement pris en compte dans le modèle sont :

- 3 systèmes prismatiques P<a> :  $\{10\bar{1}0\}\langle 11\bar{2}0 \rangle$
- 3 systèmes basaux B<a> :  $\{0001\}\langle 11\bar{2}0 \rangle$
- 6 systèmes pyramidaux de première espèce  $\pi_1\langle a \rangle$  :  $\{10\bar{1}1\}\langle 11\bar{2}0 \rangle$
- 12 systèmes pyramidaux de première espèce  $\pi_1\langle c+a \rangle$  :  $\{10\bar{1}1\}\langle 1\bar{2}13 \rangle$ .

Les systèmes pyramidaux de deuxième espèce  $\pi_2\langle c+a \rangle$  n'ayant été que très rarement observés par Geyer (1999), il n'a pas été jugé nécessaire de les intégrer au modèle.

Les phases ont un comportement élasto-visco-plastique, cependant, comme on considère l'élasticité homogène et isotrope, la composante élastique peut être traitée à l'échelle du VER.

Seule la déformation visco-plastique est traitée à l'échelle des grains. La déformation plastique des grains est le résultat de cisaillements plastiques du cristal suivant les différents systèmes par glissement des dislocations. La vitesse de déformation plastique du grain s'écrit donc comme la résultante des vitesses de cisaillement plastique suivant les différents systèmes de glissement :

$$\dot{\underline{\underline{\epsilon}}}_g^p = \sum_{s \in S} \dot{\gamma}_s \underline{\underline{\mu}}_s$$

Chaque système de glissement vérifie la loi de Schmid et Boas, c'est-à-dire qu'il y a glissement suivant le système  $(\underline{n}_s, \underline{l}_s)$  si la cission résolue suivant le système considéré est supérieure ou égale à la cission critique du système  $|\tau_s| \geq \tau_\mu^s$  où  $\tau_\mu^s$  est la cission critique du système. On calcule la cission résolue en projetant la contrainte appliquée sur le système considéré :

$$\tau_s = (\underline{\underline{\sigma}} \cdot \underline{n}_s) \cdot \underline{l}_s = \underline{\underline{\sigma}} : \underline{\underline{\mu}}_s$$

où  $\underline{\underline{\mu}}_s$  est le tenseur d'orientation du système considéré pour le grain choisi.

La vitesse de déformation plastique est liée à la contrainte appliquée par la loi d'écoulement. Dans le cadre de la théorie de l'activation thermique de la déformation (visco)plastique, on peut montrer que la loi d'écoulement s'écrit (Annexe G) :

$$\dot{\gamma}_s = \dot{\gamma}_0 \sinh\left(\frac{V_s [\tau_s^v]^+}{kT}\right) \text{sgn}(\tau_s) \quad \text{où } [x]^+ = \max(x, 0)$$

Le coefficient  $V_s$  est le volume d'activation du système considéré et le coefficient  $\dot{\gamma}_0$  est ici choisi constant par simplicité. On peut en effet montrer que celui-ci prend une forme complexe dans le cadre de la théorie de l'activation thermique de la déformation appliquée aux matériaux de forte friction de réseau pour les dislocations vis (Louchet, 1976). La variable  $\tau_s^v$  correspond quant à elle à la partie visqueuse ou thermiquement activée de la contrainte de cisaillement appliquée qui est égale à la différence entre la cission et la cission critique (athermique) :

$$\tau_s^v = |\tau_s| - \tau_\mu^s$$

La cission critique (athermique) du système est liée aux densités de dislocations sur les différents systèmes de glissement par la loi d'écrouissage :

$$\tau_\mu^s = \tau_0^s + \alpha_s \mu b \sqrt{\sum_{r \in S} \rho_r}$$

Par souci de simplification, on ne considère pas dans ce modèle de matrice d'écrouissage, on choisit de plus une force d'obstacle  $\alpha_s$  identique pour tous les systèmes ( $\alpha_s = \alpha \forall s$ ).

La loi d'évolution de la densité de dislocations avec la déformation plastique se met sous la forme d'une loi d'évolution de population avec un premier terme qui correspond à la multiplication des dislocations et un second terme qui correspond à l'annihilation des dislocations :

$$\dot{\rho}_s = \frac{|\dot{\gamma}_s|}{b} \left[ \frac{1}{\lambda_s} - 2y_s \rho_s \right]$$

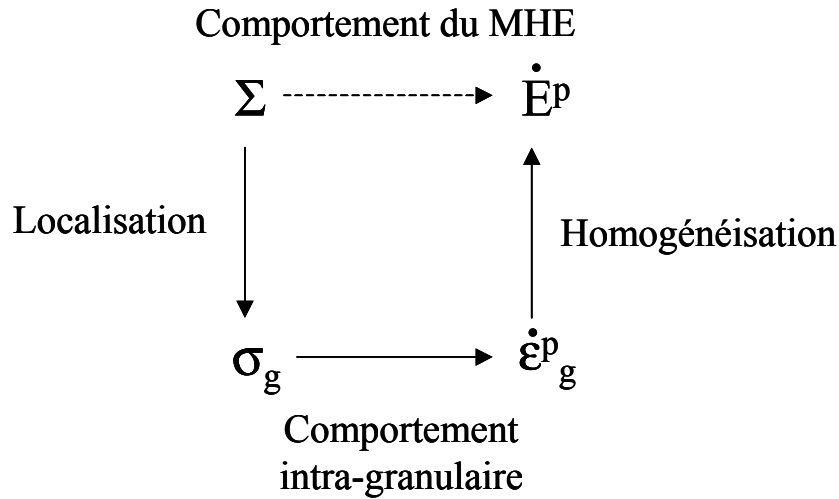


FIG. 3.4 – Les différentes étapes d'une simulation.

Par souci de simplicité, on choisit ici de considérer que le libre parcours moyen des dislocations,  $\lambda_s$ , est constant et identique pour tous les systèmes de glissement ( $\lambda_s = \lambda \forall s$ ). On choisit également une distance de recombinaison  $y_s$  identique pour tous les systèmes ( $y_s = y \forall s$ ). Pour plus de détail concernant la justification des lois intra-cristallines on pourra consulter la thèse de Geyer (1999).

### 3.1.5 Synthèse des équations, coefficients et paramètres du modèle

Pour simuler un essai mécanique, les lois d'évolution des différentes variables internes de chacune des phases ( $\underline{\underline{\varepsilon}}_g^p, \underline{\underline{\beta}}_g, \rho_g^s$ ), sont intégrées grâce à un algorithme Runge-Kutta inclus dans le logiciel SiDoLo (Simulation et iDentification de Lois de comportement). Pour chaque pas de temps, le calcul a lieu suivant trois étapes successives (Fig. 3.4) :

- L'étape de localisation qui consiste, à partir de la donnée du chargement en contrainte  $\underline{\underline{\Sigma}}$ , à calculer pour chacune des phases la contrainte locale  $\underline{\underline{\sigma}}_g$ . Si le chargement est donné en déformation, les composantes de la contrainte sont calculées grâce à la loi de Hooke.
- L'étape du calcul de l'évolution des variables internes à l'échelle des phases ( $\underline{\underline{\varepsilon}}_g^p, \underline{\underline{\beta}}_g, \rho_g^s$ ) grâce aux lois de comportement intra-phases, ou intra-granulaires. Les variables internes sont actualisées au pas de temps suivant grâce à l'intégration des équations différentielles.
- L'étape d'homogénéisation qui consiste à calculer les grandeurs observables macroscopiques, en particulier la déformation plastique  $\underline{\underline{E}}^p$ , grâce à la connaissance de l'ensemble des variables internes.

### 3.1.5.1 Les équations du modèle

L'ensemble des équations du modèle peuvent se synthétiser sous la forme suivante :

A l'échelle du VER :

$$\underline{\underline{\Sigma}} = \mathcal{C}(\underline{\underline{E}} - \underline{\underline{E}}^p)$$

$$\mathcal{C} = 2\mu \left\{ \mathcal{I} - \frac{\nu}{1-2\nu} \underline{\underline{1}} \otimes \underline{\underline{1}} \right\}$$

Localisation :

$$\underline{\underline{\sigma}}_g = \underline{\underline{\Sigma}} - 2\mu(1-\beta)(\underline{\underline{\beta}}_g - \underline{\underline{B}})$$

avec

$$\underline{\underline{B}} = \sum_{g \in G} f_g \underline{\underline{\beta}}_g$$

permettant de garantir que :

$$\underline{\underline{\Sigma}} = \sum_{g \in G} f_g \underline{\underline{\sigma}}_g$$

$$\dot{\underline{\underline{\beta}}}_g = \dot{\underline{\underline{\varepsilon}}}_g^p - D(\underline{\underline{\beta}}_g - \delta_{\underline{\underline{\varepsilon}}}_g^p) \|\dot{\underline{\underline{\varepsilon}}}_g^p\| - M \left( \left\| \underline{\underline{\beta}}_g \right\| \right)^m \underline{\underline{\beta}}_g$$

Comportement intra-granulaire :

$$\underline{\underline{\mu}}_s = \frac{1}{2} (\underline{\underline{l}}_s \otimes \underline{\underline{n}}_s + \underline{\underline{n}}_s \otimes \underline{\underline{l}}_s)$$

$$\tau_s = \underline{\underline{\sigma}}_g : \underline{\underline{\mu}}_s$$

$$\tau_\mu^s = \tau_0^s + \alpha \mu b \sqrt{\sum_{r \in S} \rho_r}$$

$$\tau_s^v = |\tau_s| - \tau_\mu^s$$

$$\dot{\gamma}_s = \dot{\gamma}_0 \sinh \left( \frac{V_s [\tau_s^v]^+}{kT} \right) \text{sgn}(\tau_s) ; \quad \text{avec } [x]^+ = \max(x, 0)$$

$$\dot{\underline{\underline{\varepsilon}}}_g^p = \sum_{s \in S} \dot{\gamma}_s \underline{\underline{\mu}}_s$$

$$\dot{\rho}_s = \frac{|\dot{\gamma}_s|}{b} \left[ \frac{1}{\lambda} - 2y\rho_s \right]$$

Homogénéisation :

$$\underline{\underline{E}}^p = \sum_{g \in G} f_g \underline{\underline{\varepsilon}}_g^p$$

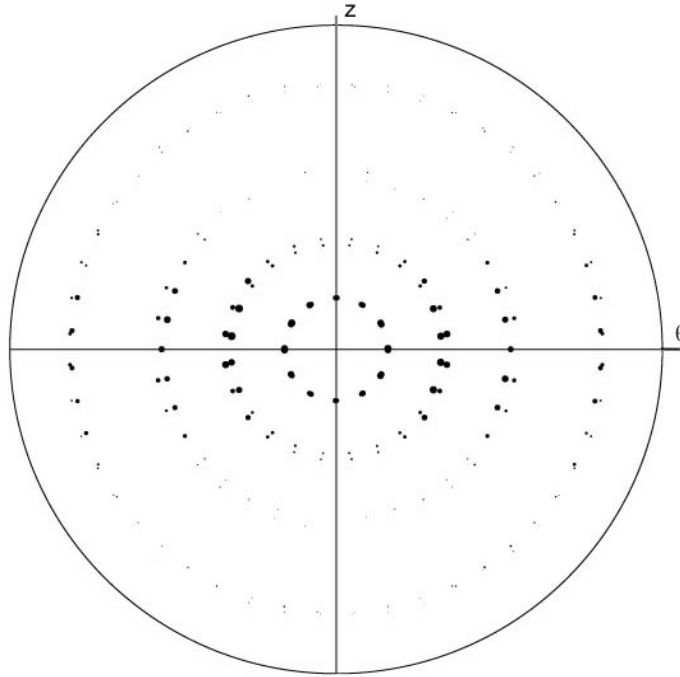


FIG. 3.5 – *Figure de pôles (0002) de la texture cristallographique de 240 orientations utilisée dans le modèle polycristallin. L'aire de chaque point est proportionnelle à la fraction volumique.*

### 3.1.5.2 Coefficients et paramètres du modèle

La texture cristallographique du matériau est prise en compte explicitement sous la forme d'un fichier d'orientations cristallines contenant les trois angles d'Euler ainsi que la fraction volumique de chacune des orientations cristallines  $(\varphi_1, \phi, \varphi_2, f_g)$ . Dans notre cas le fichier utilisé contient 240 orientations, les fractions volumiques des différentes phases sont choisies de façon à reproduire une texture représentative du matériau étudié (Fig. 3.5). La géométrie de la maille cristalline est prise en compte explicitement dans le modèle par l'intermédiaire des paramètres :  $a = 0.323$  nm et  $c/a = 1.593$ .

Les différents coefficients et paramètres du modèle à ajuster sont :

- Les coefficients caractéristiques de l'élasticité isotrope :  $Y$  et  $\nu$ . Les multiples données de la littérature montrent que pour des gaines en Zy-4 recristallisé à une température de 350°C, les coefficients caractéristiques de l'élasticité vérifient les encadrements  $70000 \text{ MPa} \leq Y \leq 90000 \text{ MPa}$  et  $0.35 \leq \nu \leq 0.45$  (Geyer, 1999), (Brenner, 2001), (Northwood, 1974), (Schwenk, 1978), (Catlin, 1977). Ces deux coefficients sont identifiés indépendamment des autres coefficients sur la partie élastique pour différentes directions de sollicitation.
- Les cissions critiques des différents systèmes de glissement :  $\tau_0^P, \tau_0^B, \tau_0^{\pi a}, \tau_0^{\pi c}$ . L'étude bibliographique a permis de mettre en évidence que les cissions critiques vérifient l'inégalité suivante :  $\tau_0^P < \tau_0^{\pi a} < \tau_0^B < \tau_0^{\pi c}$ . De plus, l'analyse des données de la littérature obtenues sur monocristaux montre que la cission critique du système prismatique vérifie l'encadrement suivant  $20 \text{ MPa} \leq \tau_0^P \leq 40 \text{ MPa}$  et que le rapport entre la cission critique du système

basal par la cission critique du système prismatique est de l'ordre de  $\tau_0^B/\tau_0^P \simeq 1.4$  à 2.

- L'étude bibliographique a montré que le volume d'activation du système prismatique à 350°C était très important, de l'ordre de  $V_P \simeq 200$  à  $400b^3$ . D'autre part, il semble que les systèmes de glissement secondaires présentent une plus grande sensibilité à la vitesse que le système prismatique à 350°C, c'est-à-dire un volume d'activation plus faible :  $V_P > V_B$ ,  $V_P > V_{\pi a}$ ,  $V_P > V_{\pi c}$ . Par souci de simplicité et pour faciliter l'identification, on choisit de prendre égaux les volumes d'activation des systèmes secondaires  $V_B = V_{\pi a} = V_{\pi c} = V_{2nd}$ .
- Pour simplifier, on choisit de considérer tous les coefficients caractéristiques des interactions entre les dislocations des différents systèmes ( $\alpha_s$ ) identiques :  $\alpha_s = \alpha$ ,  $\forall s$ . D'après les modèles d'interaction entre dislocations, on a nécessairement  $0 \leq \alpha \leq 1$ . De plus, de nombreux auteurs ont estimé la valeur du coefficient  $\alpha$  pour les matériaux CFC. Mughrabi (1993) par exemple donne pour le coefficient  $\alpha$  une valeur de l'ordre de 0.2 à 0.4.
- On estime expérimentalement que le nombre de dislocations initiales observées par grain est de l'ordre de 1 à 20 (Geyer estime que si le grain contient plus de 20 dislocations, alors celui-ci s'est déformé), ce qui correspond à une densité initiale comprise entre  $10^{10} \text{ m}^{-2}$  et  $10^{11} \text{ m}^{-2}$ .
- Par souci de simplicité, on choisit de considérer que les coefficients de la loi d'évolution de la densité de dislocations sont identiques pour tous les systèmes :  $\lambda_s = \lambda \forall s$ ,  $y_s = y \forall s$ . Dans les alliages de Zr recristallisé, Geyer (1999) estime que le libre parcours moyen des dislocations  $\lambda$  est inférieur à la taille des grains et supérieur à la distance entre dislocations dans les joints de grains ( $0.1 \mu\text{m} \leq \lambda \leq 8 \mu\text{m}$ ). Le rayon de capture des dislocations de signes opposées est compris entre  $1 \text{ nm} \leq y \leq 50 \text{ nm}$ . Afin d'estimer les coefficients  $\lambda$  et  $y$  on choisit d'étudier la forme intégrée de l'équation d'évolution de la densité de dislocations en glissement simple et une vitesse de déformation constante. On constate que dans ce cas l'évolution de la densité de dislocations avec le cisaillement plastique du système considéré prend la forme d'une loi en exponentielle saturante :

$$\rho_s = \rho_\infty - (\rho_\infty - \rho_0) \exp\left(-\frac{2y}{b}\gamma_s\right)$$

avec

$$\rho_\infty = \frac{1}{2y\lambda}$$

Geyer note qu'expérimentalement, la densité de dislocations d'une microstructure homogène obtenue après un fort écrouissage est de l'ordre de  $10^{14} \text{ m}^{-2}$ , les densités de dislocations supérieures à  $10^{15} \text{ m}^{-2}$  étant généralement associées à la présence de structure de dislocations hétérogène. Cette analyse impose une borne inférieure au produit  $2y\lambda > 10^{-15} \text{ m}^2$ .

- Le coefficient  $\dot{\gamma}_0$  de la loi d'écoulement est pris identique pour tous les systèmes. Ce coefficient est un facteur de normalisation homogène à une vitesse de déformation. Celui-ci correspond à la vitesse de déformation plastique (à l'échelle du grain) atteinte lorsque toute la contrainte visqueuse est relaxée. Expérimentalement, on constate que la vitesse de déformation plastique macroscopique après 70 heures de relaxation est de l'ordre de  $E^{\dot{p}} \simeq 10^{-9} \text{ s}^{-1}$ . Le coefficient  $\dot{\gamma}_0$  à l'échelle du grain a donc une valeur de l'ordre de

$10^{-9} \text{ s}^{-1}$  à  $10^{-10} \text{ s}^{-1}$ . L'ordre de grandeur de  $\dot{\gamma}_0$  peut être également obtenu grâce aux résultats de la théorie de l'activation thermique de la déformation plastique (Friedel, 1964) qui indiquent que  $\dot{\gamma}_0 = \dot{\gamma}_0^* \exp\left(-\frac{\Delta H_0}{kT}\right)$  avec  $\dot{\gamma}_0^* = \rho_m b \nu_D \Lambda$  et  $\nu_D = 10^{-13} \text{ s}^{-1}$ ,  $\rho_m \simeq 10^{11} \text{ m}^{-2}$ ,  $b = 3.23 \times 10^{-10} \text{ m}$ ,  $\Lambda \simeq 1/\sqrt{\rho_{tot}} \simeq 10^{-6} \text{ m}$ . On retrouve bien le bon ordre de grandeur pour  $\dot{\gamma}_0$  pour une énergie d'activation de l'ordre de  $\Delta H_0 \simeq 2 \text{ eV}$ .

- Les paramètres de la loi de localisation heuristique :  $D$ ,  $\delta$ ,  $M$  et  $m$ . Les coefficients  $D$  et  $\delta$  sont identifiés sur une simulation avec la loi de localisation de Berveiller-Zaoui en écrouissage sur une texture isotrope. Pilvin a montré que le coefficient  $D$  était de l'ordre de  $0 \leq D \leq 1000$ , le cas  $D = 0$  correspondant à la loi de Kröner, c'est-à-dire d'une matrice purement élastique. Le coefficient  $\delta$  est positif et vérifie  $\delta < 1$ . Les coefficients  $M$  et  $m$  sont essentiellement identifiés sur les essais de relaxation, tout en cherchant à reproduire au mieux la faible sensibilité à la vitesse en écrouissage.

L'ensemble des coefficients du modèle sont synthétisés dans le tableau 3.1.

TAB. 3.1 – Synthèse des 13 coefficients et 4 paramètres du modèle.

Elasticité :	$Y$	$\nu$	-	-
Loi d'écoulement :	$\dot{\gamma}_0$	-	-	-
Cissions critiques :	$\tau_0^P$	$\tau_0^B$	$\tau_0^{\pi a}$	$\tau_0^{\pi c}$
Volumes d'activation :	$V_P$	$V_{2nd}$	-	-
Ecrouissage intra-granulaire :	$\alpha$	$\rho_0$	$\lambda$	$y$
Loi de localisation heuristique :	$D$	$\delta$	$M$	$m$

### 3.1.6 Identification et résultats du modèle pour le matériau non irradié

#### 3.1.6.1 Identification

Le modèle comprend 13 coefficients et quatre paramètres pour la loi de localisation. Il est donc nécessaire d'établir une stratégie spécifique pour l'identification de l'ensemble des paramètres. Afin de simplifier l'étape d'identification, on sélectionne trois essais particuliers de la base. Un essai d'écrouissage à une vitesse de  $2 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$  (M5ni-8), un essai d'écrouissage à une vitesse de  $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  (M5ni-5) et un essai d'écrouissage à  $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  suivi d'une relaxation (M5ni-1a). On pourra ensuite valider les coefficients obtenus sur les autres essais de la base. Le principe de la simulation des essais mécaniques en pression interne est précisé dans l'annexe D. Néanmoins, afin de s'assurer que l'anisotropie de comportement est bien respectée, deux essais réalisés par Geyer sur une machine biaxée sont intégrés à la base d'identification :

- Un essai de traction axiale en écrouissage, sur gaine en Zy-4 recristallisé, mené jusqu'à une déformation de 2% à une vitesse de  $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  à une température de 350°C.
- Un essai de traction circonférentielle pure en écrouissage, sur gaine en Zy-4 recristallisé, mené jusqu'à une déformation de 2% à une vitesse de  $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  à une température de 350°C.



En premier lieu, les coefficients  $Y$  et  $\nu$  sont identifiés sur la partie élastique pour les différentes directions de sollicitation. Les valeurs obtenues sont :  $Y = 80000$  MPa et  $\nu = 0.4$ . Ceux-ci sont ensuite figés lors de l'identification par le logiciel SiDoLo. Compte tenu des observations expérimentales, une valeur de  $\rho_0 = 10^{11} \text{ m}^{-2}$  pour la densité de dislocations initiale, a été choisie. De plus le coefficient  $\dot{\gamma}_0$  a été figé à une valeur de  $10^{-10} \text{ s}^{-1}$ .

La procédure d'identification des 9 autres coefficients ainsi que des 4 paramètres consiste à définir une fonction coût correspondant à la somme des écarts entre les simulations des différents essais et les données expérimentales. Grâce à un algorithme d'optimisation du logiciel SiDoLo, on minimise cette fonction coût en faisant varier les coefficients. En plus des cinq essais de cette base, on simule systématiquement (pour chaque jeu de coefficients) un essai d'écroutissage sur une texture isotrope avec la loi de localisation de Berveiller-Zaoui. Les écarts entre les contraintes et les déformations entre les deux modèles, dans dix grains d'orientation différente, sont également minimisés en faisant varier les coefficients. Malgré cette procédure automatique, on constate que, compte tenu du nombre important de coefficients, il est nécessaire d'initier plusieurs fois de suite le processus d'identification en faisant varier de façon plus importante certains des coefficients. Les valeurs initialement choisies pour les coefficients ont en effet une influence sur le jeu de coefficients optimisés (minima locaux).

Un jeu de coefficients permettant à la fois de bien décrire la base expérimentale mais également en accord avec les encadrements et les inégalités issues de l'étude bibliographique est présenté dans les trois tableaux 3.2, 3.3 et 3.4. Néanmoins, il faut garder à l'esprit que ce jeu convenable de coefficients n'est pas unique.

TAB. 3.2 – Cissions critiques et volumes d'activation identifiés.

	$P\langle a \rangle$	$\pi_1\langle a \rangle$	$B\langle a \rangle$	$\pi_1\langle c+a \rangle$
$\tau_0$ (MPa)	20	30	40	70
$V$ ( $b^3$ )	180	60		

TAB. 3.3 – Coefficients identifiés pour l'écroutissage intra-granulaire.

$\alpha$	$\lambda$	$y$
0.2	$0.5 \mu\text{m}$	$5 \text{ nm}$

TAB. 3.4 – Paramètres identifiés pour la loi de localisation.

$D$	$\delta$	$M$	$m$
250	0.2	0.16	1

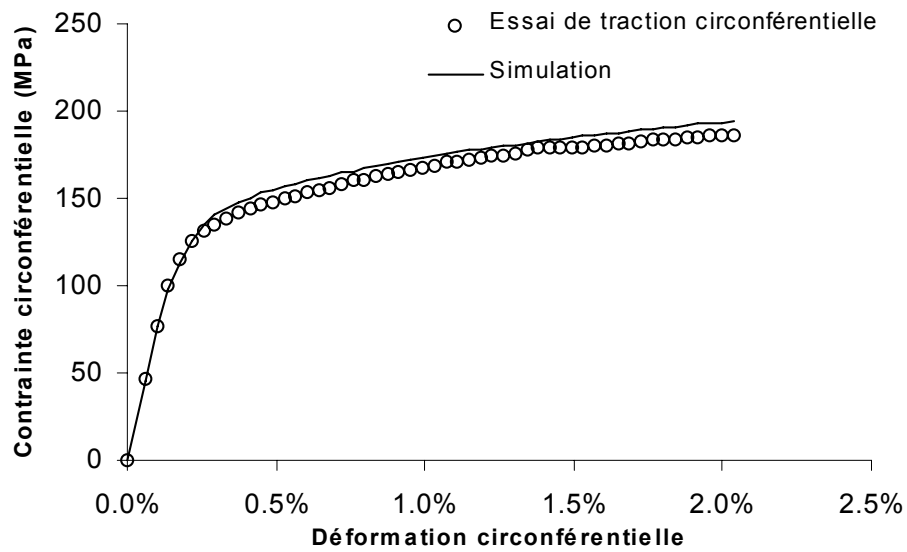


FIG. 3.6 – Essai de traction circconférentielle pure (pression interne avec reprise de l'effet de fond) réalisé par Geyer à 350°C et une vitesse de  $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  sur une gaine en Zy-4 recristallisé.

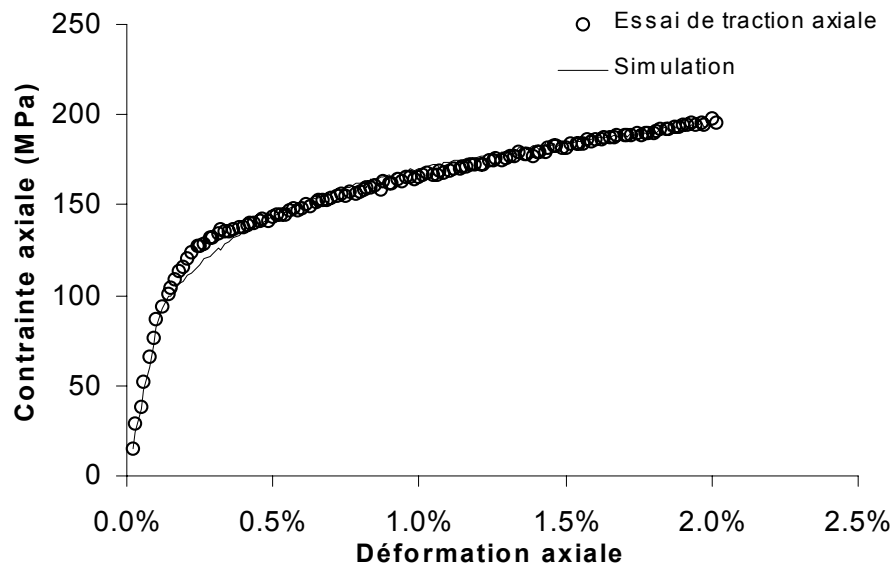


FIG. 3.7 – Essai de traction axiale réalisé par Geyer sur une machine biaxée à 350°C et une vitesse de déformation de  $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  sur une gaine en Zy-4 recristallisé.

### 3.1.6.2 Résultats et discussion

L'ensemble des cinq essais sélectionnés dans la base d'identification sont comparés aux simulations du modèle avec le jeu de coefficients précédent sur les figures 3.6, 3.7, 3.10, 3.11, 3.8 et 3.9. Les autres essais de la base qui n'ont pas été utilisés lors de l'identification sont aussi simulés avec ce modèle et comparés aux résultats expérimentaux sur les figures 3.12, 3.13, 3.14, 3.15 et 3.16.

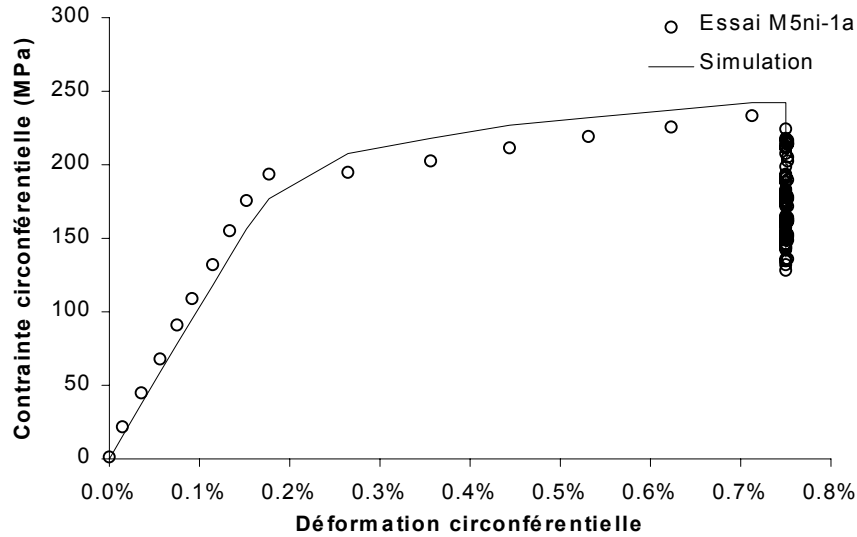


FIG. 3.8 – Essai d'érouissage-relaxation réalisé sur une gaine en alliage M5 à une température de  $350^{\circ}\text{C}$  et une vitesse de mise en charge de  $2,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

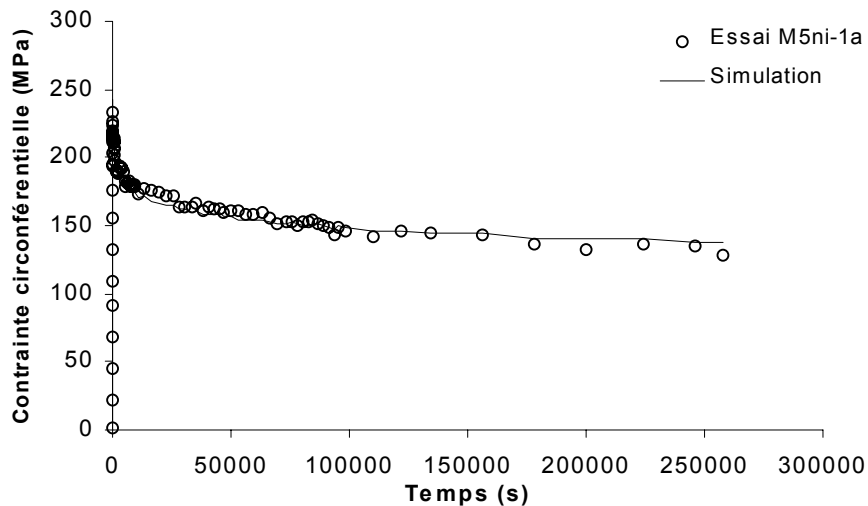


FIG. 3.9 – Essai d'érouissage-relaxation réalisé sur une gaine en alliage M5 à une température de  $350^{\circ}\text{C}$  et une vitesse de mise en charge de  $2,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

L'identification proposée permet de décrire de façon satisfaisante à la fois l'anisotropie de

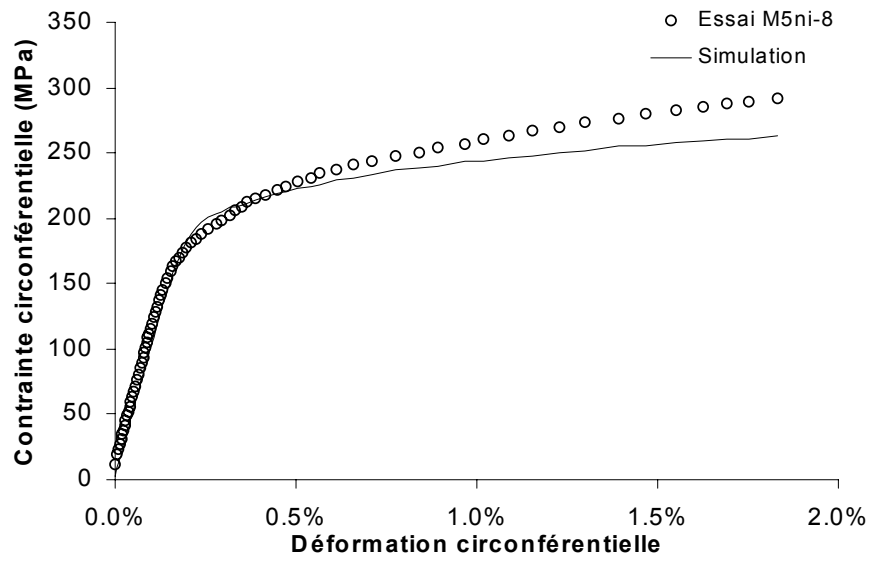


FIG. 3.10 – Essai de pression interne réalisé à 350°C sur une gaine en alliage M5, à une vitesse de  $2.5 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ .

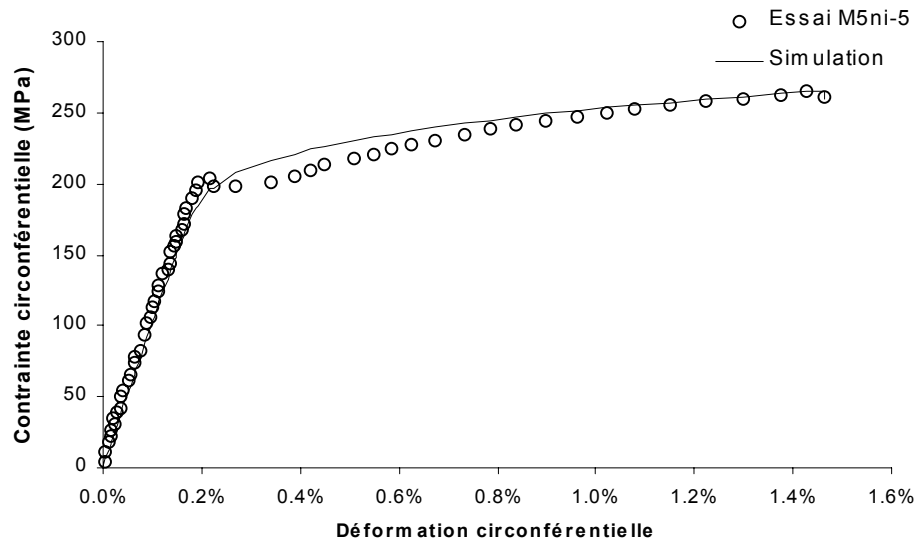


FIG. 3.11 – Essai de pression interne réalisé sur alliage M5 à 350°C et une vitesse de  $2.5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

comportement, la faible sensibilité à la vitesse en écrouissage ainsi que la relaxation. L'introduction du terme de restauration statique de la variable interne  $\underline{\beta}_{\underline{g}}$  rendant compte du phénomène de relaxation de la contrainte interne inter-granulaire, permet de bien décrire la relaxation tout en garantissant une relativement faible sensibilité à la vitesse en écrouissage. On constate en effet que sans le terme de restauration statique de  $\underline{\beta}_{\underline{g}}$ , les contraintes dans les dix grains d'orientations différentes évoluent de façon parallèle (Fig. 3.17), ce qui prouve que la contrainte interne, qui est liée à l'écart de contrainte entre les différents grains, ne diminue pas avec le temps. En revanche, avec le terme de restauration de  $\underline{\beta}_{\underline{g}}$ , l'écart entre les contraintes des différents grains diminue avec le temps (Fig. 3.18), démontrant ainsi qu'une part de la contrainte interne inter-granulaire est relaxée. Néanmoins, malgré ce terme supplémentaire dans la loi d'évolution de  $\underline{\beta}_{\underline{g}}$ , un faible écart est toujours observé entre les essais d'écrouissage réalisés à vitesse lente et les simulations, le modèle surestimant toujours la sensibilité à la vitesse. Cette difficulté pourrait être en partie attribuée au phénomène de vieillissement dynamique, délicat à intégrer dans toute sa complexité dans les modèles de comportement.

L'amélioration notable apportée par l'introduction de ce nouveau terme dans l'évolution de  $\underline{\beta}_{\underline{g}}$ , s'accompagne néanmoins de l'introduction de deux nouveaux paramètres,  $m$  et  $M$ , qu'il n'est pas possible d'identifier sur le modèle de Berveiller-Zaoui valable uniquement pour une sollicitation d'écrouissage. Ces paramètres ajustables sont donc identifiés sur le comportement macroscopique contrairement aux paramètres  $D$  et  $\delta$ .

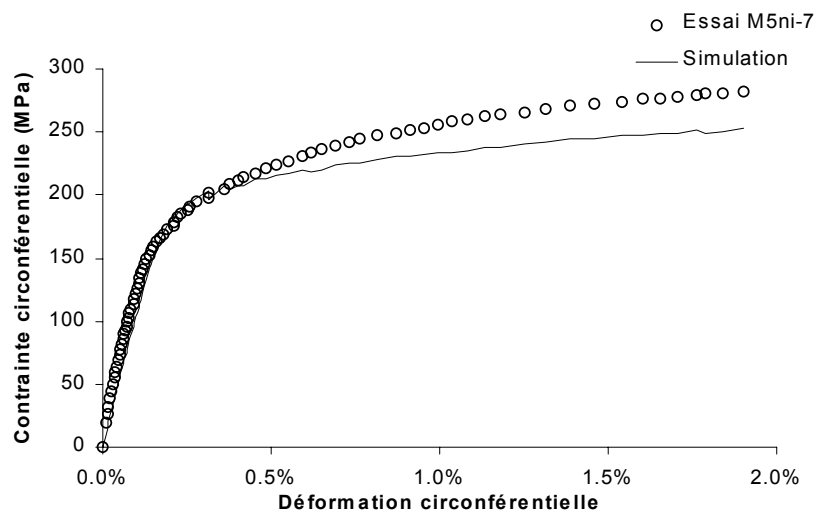


FIG. 3.12 – Essai de pression interne réalisé à  $350^{\circ}\text{C}$  sur une gaine en alliage M5, à une vitesse de  $2.5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ .

Les coefficients  $\alpha, \lambda, y$  décrivent également de façon acceptable l'évolution de la densité de dislocations ( $\rho_s$ ) ainsi que l'évolution de la cission critique ( $\tau_{\mu}^s$ ) (Fig. 3.19 et 3.20). On note en effet une saturation de la densité de dislocations à une valeur de l'ordre de  $\rho_{\infty} \sim 10^{14} \text{ m}^{-2}$  conformément aux observations MET et d'autre part, la cission critique  $\tau_{\mu}^s$  augmente faiblement.

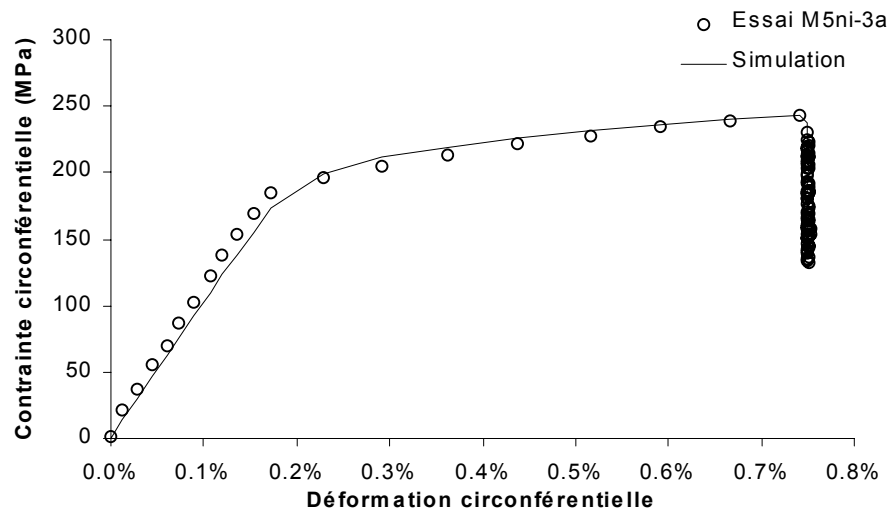


FIG. 3.13 – Essai d'érouissage-relaxation réalisé sur une gaine en alliage M5 à une température de 350°C et une vitesse de mise en charge de  $2.5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

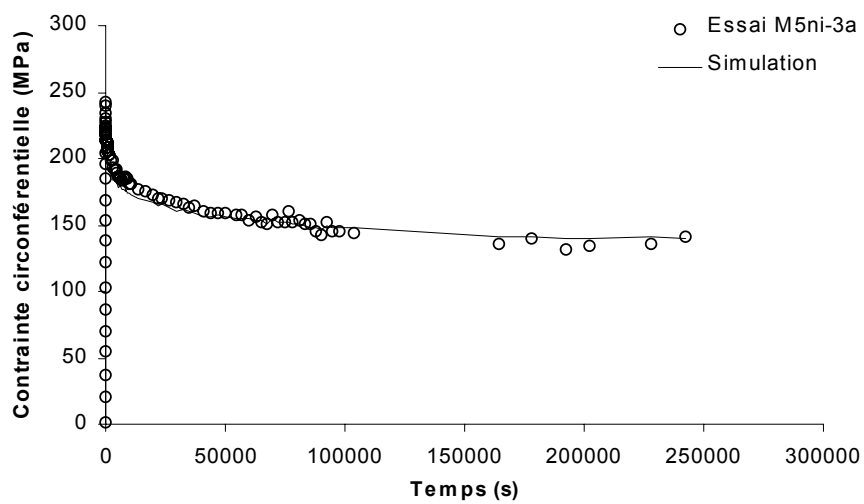


FIG. 3.14 – Essai d'érouissage-relaxation réalisé sur une gaine en alliage M5 à une température de 350°C et une vitesse de mise en charge de  $2.5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

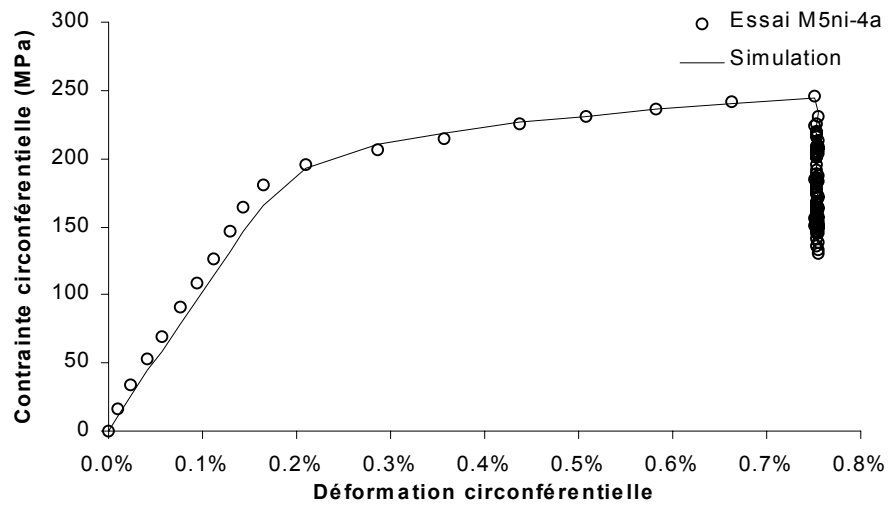


FIG. 3.15 – Essai d'érouissage-relaxation réalisé sur une gaine en alliage M5 à une température de  $350^{\circ}\text{C}$  et une vitesse de mise en charge de  $2.5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

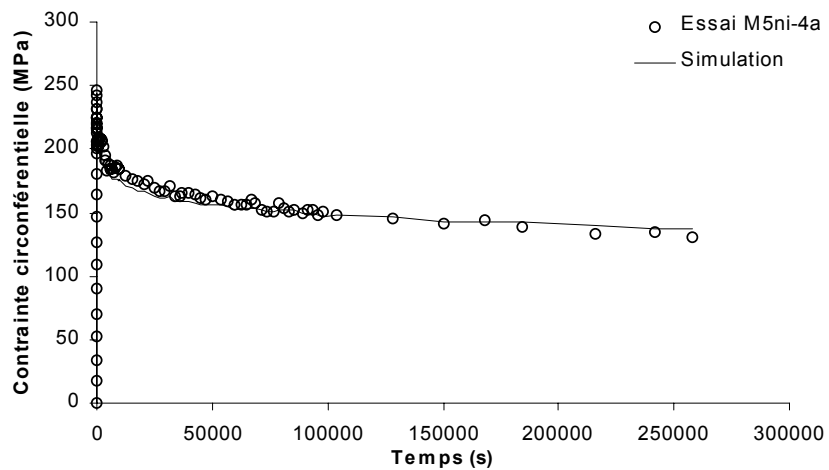


FIG. 3.16 – Essai d'érouissage-relaxation réalisé sur une gaine en alliage M5 à une température de  $350^{\circ}\text{C}$  et une vitesse de mise en charge de  $2.5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

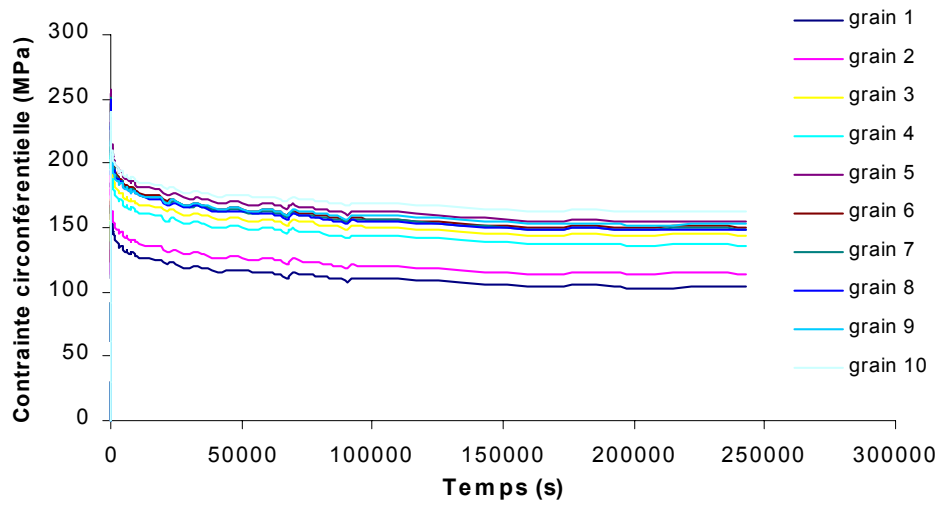


FIG. 3.17 – Evolution de la contrainte dans 10 grains d'orientation différentes lors de la phase de relaxation sans le terme de restauration statique de  $\beta_{\underline{g}}$  (essai M5ni-3).

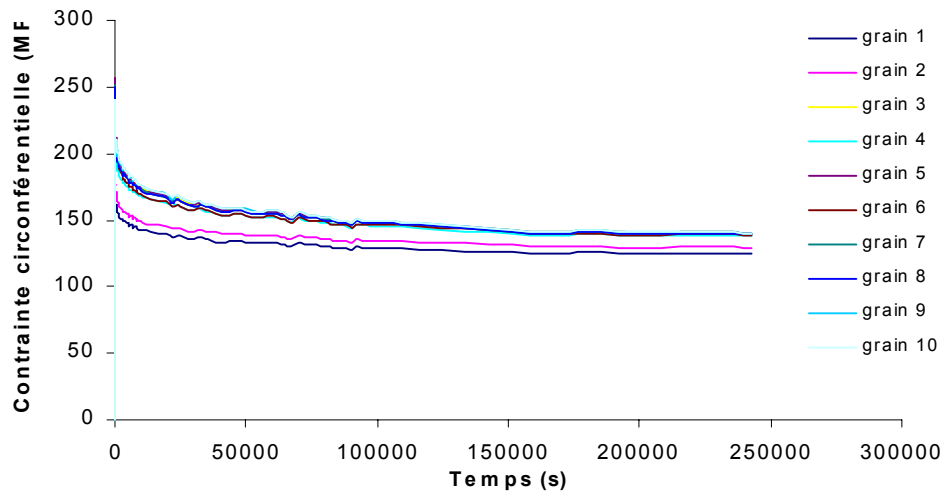


FIG. 3.18 – Evolution de la contrainte dans 10 grains d'orientation différentes lors de la phase de relaxation avec le terme de restauration statique de  $\beta_{\underline{g}}$  (essai M5ni-3).



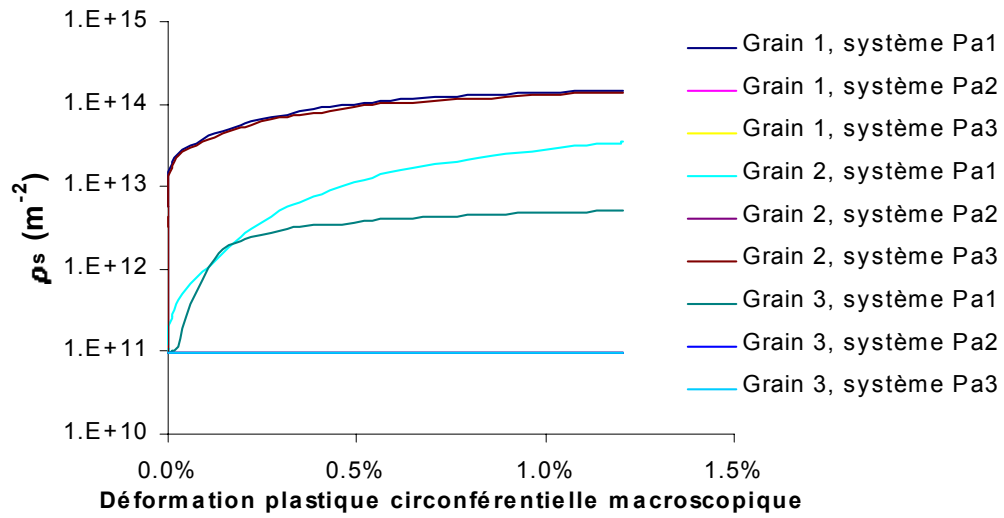


FIG. 3.19 – Evolution de la densité de dislocations  $P\langle a \rangle$  pour chacun des systèmes prismatiques de trois grains bien orientés pour le glissement prismatique (essai M5ni-5).

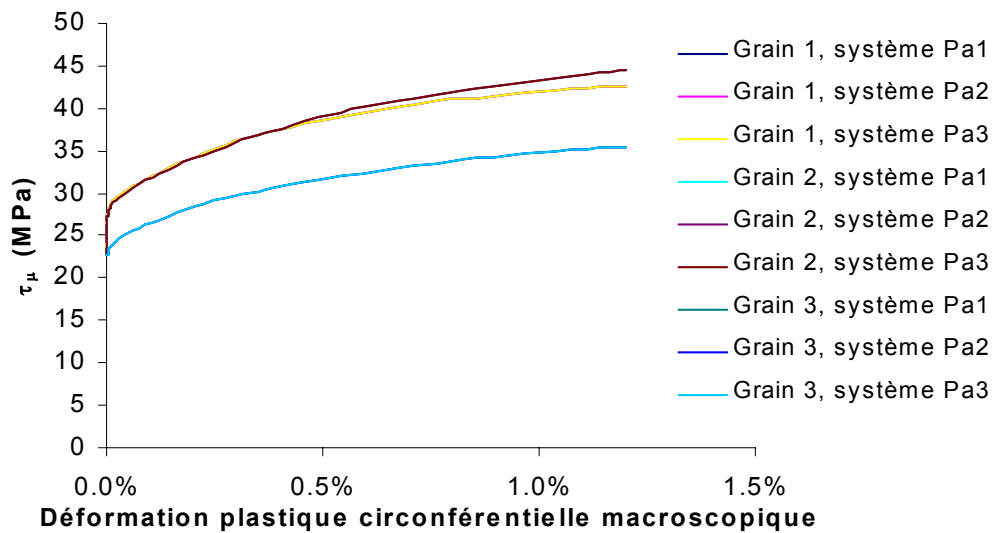


FIG. 3.20 – Evolution de la cission critique  $P\langle a \rangle$  pour chacun des systèmes prismatiques de trois grains bien orientés pour le glissement prismatique (essai M5ni-5).

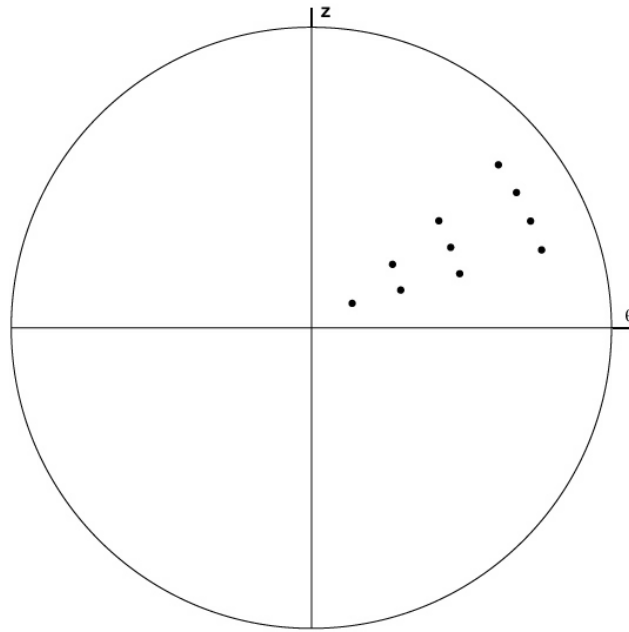


FIG. 3.21 – *Figure de pôles (0002) des dix grains d'orientations différentes choisis parmi la texture isotrope de 240 orientations.*

On vérifie, d'autre part, que les paramètres de la loi de localisation identifiés conduisent à une description des hétérogénéités intergranulaires compatibles, en traction monotone, à vitesse "rapide", avec la loi de Berveiller-Zaoui grâce à un recalage adaptés des paramètres  $D$  et  $\delta$  (Fig. 3.22 et 3.23). La figure de pôles (0002) des dix grains d'orientations différentes choisis parmi les 240 orientations de la texture isotrope est représentée sur la figure 3.21.

Le modèle, modifié pour intégrer la relaxation de la contrainte interne inter-granulaire et identifié sur le comportement de l'alliage M5, permet une bonne description du comportement macroscopique du matériau, en accord avec les mécanismes physiques de déformation, les résultats de la littérature ainsi que les différentes analyses expérimentales réalisées. Ce travail permet ainsi de compléter l'étude de Geyer concernant la modélisation du comportement du matériau non irradié à 350°C.

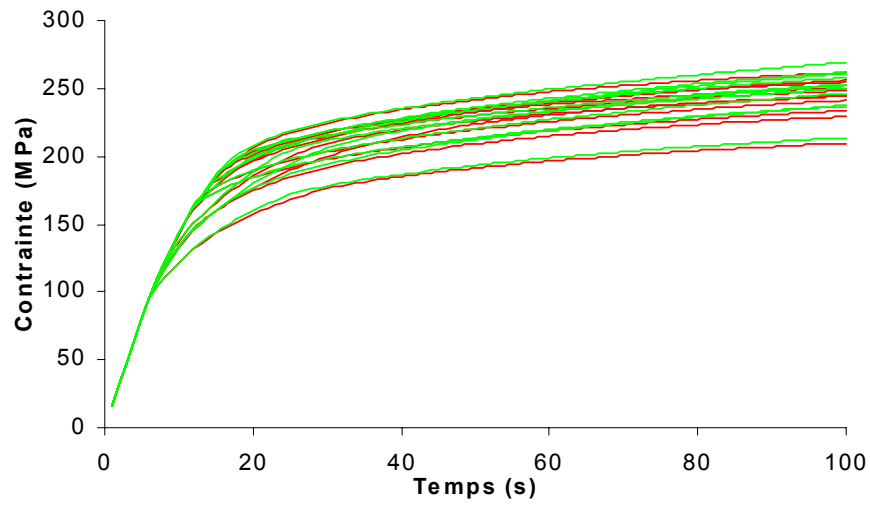


FIG. 3.22 – Evolution de la contrainte ( $\sigma_{g22}$ ) dans dix grains d'orientation différente pour un essai de traction ( $\Sigma_{22}$ ) réalisé sur un matériau de texture isotrope.

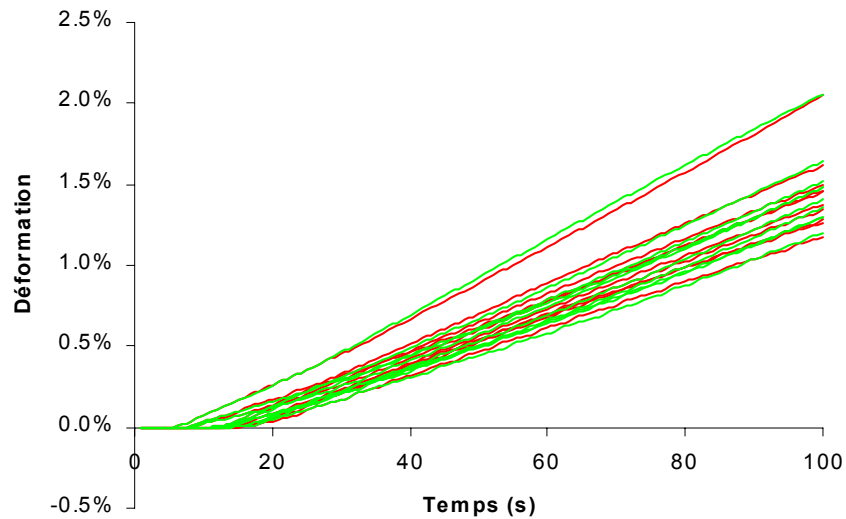


FIG. 3.23 – Evolution de la déformation plastique  $\varepsilon_{g22}$  de dix grains d'orientation différente pour un essai de traction ( $\Sigma_{22}$ ) réalisé sur un matériau de texture isotrope.

### Synthèse concernant la modélisation du matériau non irradié

*Le principe de l'approche micromécanique consiste à intégrer les connaissances acquises sur la microstructure et les mécanismes de déformation des matériaux dans des modèles de comportement de plus en plus prédictifs. Dans le cas des alliages de Zr non irradiés, la microstructure d'un élément de volume du matériau est constituée d'un grand nombre de grains cristallins d'orientation variée. Ces grains se déforment par cisaillement suivant certains plans grâce au glissement des dislocations. L'objectif des méthodes d'homogénéisation des polycristaux est de déterminer, en connaissant le comportement individuel des grains, le comportement du milieu homogène équivalent au polycristal. Le modèle polycristallin utilisé dans cette étude a été développé par Geyer (1999) en se basant sur l'approche de Pilvin (1990, 1994, 1995, 1997). Compte tenu des difficultés rencontrées pour mettre rigoureusement en œuvre un modèle d'homogénéisation pour le comportement élasto-visco-plastique, Pilvin a pris le parti pragmatique de postuler une loi de localisation heuristique qui permet, grâce au recalage de paramètres, une description des hétérogénéités intergranulaires compatibles en traction monotone avec le modèle de Berveiller-Zaoui. Cette approche a été appliquée avec succès par Geyer au comportement du Zy-4 recristallisé non irradié à 20°C. En revanche, à 350°C, le modèle a été partiellement identifié et celui-ci ne permettait pas une bonne description de l'ensemble du comportement du matériau et notamment de la faible sensibilité à la vitesse en écrouissage ainsi que de la relaxation consécutive de la contrainte.*

*Préalablement au développement d'un modèle pour le matériau irradié, le modèle développé par Geyer a été ré-étudié. Afin de rendre compte du phénomène de restauration de la contrainte interne intergranulaire mis en évidence par Geyer, certaines lois ont été modifiées afin de prendre ce phénomène en compte de façon phénoménologique. Ce modèle a ensuite été identifié à 350°C sur le comportement de gaines en alliage M5 sollicitées en pression interne ainsi que sur des gaines en Zy-4 recristallisé sollicitées en traction axiale et traction purement circonférentielle. Ce modèle permet de bien rendre compte à la fois de l'anisotropie de comportement du matériau, de sa sensibilité à la vitesse ainsi que du comportement en relaxation, tout en garantissant une bonne adéquation avec le modèle autocohérent de Berveiller et Zaoui. Ce travail permet ainsi de compléter l'étude de Geyer concernant la modélisation du comportement du matériau non irradié à 350°C.*

## 3.2 Modélisation du comportement du matériau irradié à 350°C

Afin de développer un modèle micromécanique adapté au matériau irradié, il est nécessaire de prendre en compte les mécanismes de déformation spécifiques identifiés expérimentalement. L'ensemble des observations et analyses réalisées sur le matériau irradié sont synthétisées dans le paragraphe suivant.

### 3.2.1 Mécanismes de déformation du matériau irradié

L'étude expérimentale, complétée par la synthèse bibliographique, a montré que l'irradiation conduit principalement à la création d'une grande densité de petites boucles, lacunaires et interstitielles, de vecteur de Burgers  $\langle a \rangle$  dans les plans prismatiques.

L'étude bibliographique a montré que deux mécanismes différents pouvaient être envisagés pour expliquer le durcissement lié à la présence de cette grande densité de boucles : un mécanisme dit de blocage des sources et un mécanisme analogue au durcissement par les dislocations de la forêt. Néanmoins, les essais de traction *in situ* ont mis en évidence que les boucles  $\langle a \rangle$ , créées par l'irradiation aux ions  $Zr^+$  agissent comme des obstacles au glissement des dislocations dans les plans prismatiques, à la manière des dislocations de la forêt.

L'analyse statistique MET des alliages de Zr irradiés aux neutrons puis déformés en pression interne (et traction sens travers) à 350°C a démontré que le mécanisme de déformation plastique est le mécanisme de canalisation des dislocations par glissement suivant les plans de base. En effet, les boucles étant glissiles sur leur cylindre et les jonctions entre boucles et dislocations glissant dans le plan de base étant également glissiles, les dislocations peuvent entraîner les boucles lors de leur glissement. Les boucles ainsi entraînées sont sans doute balayées vers les bords du grain, ou bien annihilées si elles rencontrent une boucle de vecteur de Burgers opposé. Une zone sans obstacle est alors créée, zone dans laquelle les dislocations suivantes peuvent glisser librement conduisant à un phénomène de canalisation des dislocations dans une portion du grain. Le glissement dévié des dislocations permet l'élargissement de ce canal, la largeur de celui-ci restant cependant toujours inférieure à 100 nm, supérieure à 20 nm et en moyenne de l'ordre de 40 à 80 nm, d'après l'analyse expérimentale. Le nombre de canaux par grains est toujours inférieur à 10 et en moyenne de l'ordre de 3 à 5. L'analyse expérimentale montre que ce mécanisme semble être le vecteur essentiel de la plasticité, la déformation plastique en dehors des canaux étant vraisemblablement très faible. Il y a donc localisation de la déformation à l'échelle du grain dans les canaux.

Les métrologies précises ont également démontré que bien qu'à l'échelle du grain la déformation soit localisée dans les canaux basaux, à l'échelle de l'éprouvette la déformation reste homogène.

L'analyse des essais mécaniques de pression interne et l'interprétation en termes de mécanismes de déformation suggèrent que la forte localisation de la déformation dans les canaux génère de fortes contraintes internes, contraintes internes qui viennent compenser, à l'échelle du polycristal, l'adoucissement local qui se produit dans les canaux. Néanmoins, lorsque la

concentration de contrainte aux joints de grains, et la contrainte interne qui lui est associée, deviennent trop importante, il a été montré par l'étude MET que les canaux se propagent aux grains voisins suivant la direction de cisaillement, expliquant ainsi qu'au delà d'un certain seuil, la contrainte macroscopique cesse d'augmenter. Cette analyse en termes de contrainte interne permet d'expliquer la plupart des caractéristiques du comportement mécanique, en accord avec les observations MET et les métrologies.

Le modèle micromécanique adapté au matériau irradié doit alors, d'une part, être capable de prendre en compte le durcissement induit par la présence de la grande densité de boucles  $\langle a \rangle$  et, d'autre part, prendre en compte le mécanisme de canalisation des dislocations ainsi que ses conséquences sur le comportement macroscopique. Néanmoins, puisque le modèle polycristallin initial considère uniquement les moyennes des champs mécaniques dans les phases cristallines (tous les grains de même orientation), une nouvelle approche doit être développée pour prendre en compte le phénomène de localisation de la déformation à l'échelle du grain.

Il faut également souligner que les essais de pression interne étant les seuls essais instrumentés par des extensomètres positionnés au niveau de l'éprouvette (pour l'étude du matériau irradié), seule cette sollicitation sera modélisée. Puisque, dans ce cas, seule de la canalisation basale est observée, la canalisation prismatique ou bien pyramidale ne sera pas modélisée.

### 3.2.2 Une démarche multi-échelles

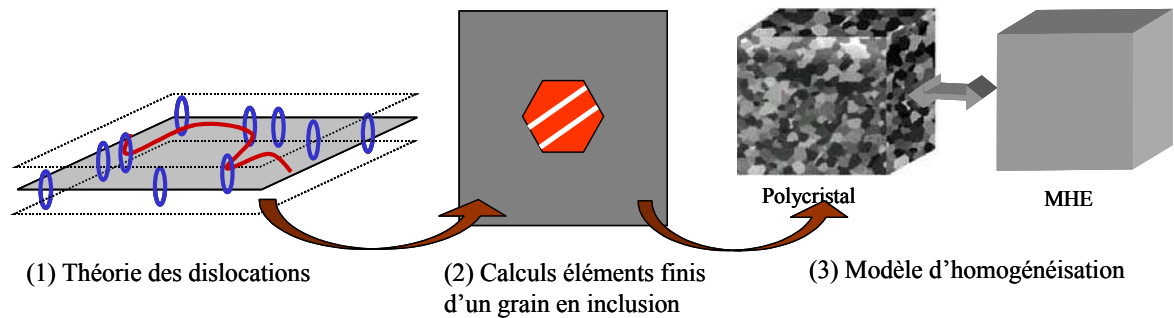


FIG. 3.24 – Démarche multi-échelles adoptée pour le développement d'un modèle micromécanique prenant en compte les effets de l'irradiation.

Afin de prendre en compte, dans un modèle d'homogénéisation, les mécanismes spécifiques de déformation du matériau irradié, il est nécessaire d'analyser et modéliser l'impact de l'irradiation à la fois à l'échelle des dislocations (Fig. 3.24 (1)), à l'échelle du grain (Fig. 3.24 (2)), mais également à l'échelle du polycristal (Fig. 3.24 (3)). La démarche multi-échelles adoptée s'articule autour de cinq étapes principales :

1. Formulation des lois de comportement, à l'échelle du grain, basée sur la théorie des dislocations.
2. Analyse de l'influence de ces lois sur la répartition de la déformation plastique au sein d'un grain en inclusion dans une matrice, grâce à des simulations par éléments finis.

3. Description statistique et schématique de la microstructure du matériau irradié pour le modèle d'homogénéisation.
4. Etude d'un modèle analytique, basé sur la description schématique de la microstructure, permettant à la fois une analyse qualitative des phénomènes ainsi que l'introduction simple de nouveaux mécanismes.
5. Formulation 3D numérique du modèle d'homogénéisation.

### 3.2.3 Comportement intra-granulaire

#### 3.2.3.1 Loi d'écoulement

La plasticité du matériau irradié est due au glissement des dislocations. Les lois de comportement à l'échelle du grain doivent donc être formulées en accord avec la théorie des dislocations. Celles-ci doivent intégrer les lois de comportement présentées précédemment pour le matériau non irradié.

Chaque système de glissement vérifie la loi de Schmid et Boas et la cission résolue  $\tau_s$  est calculée en projetant la contrainte appliquée  $\underline{\underline{\sigma}}$  sur les systèmes de glissement :

$$\tau_s = \underline{\underline{\sigma}} : \underline{\underline{\mu}}_s$$

La contrainte visqueuse est calculée grâce à la relation :

$$\tau_s^v = |\tau_s| - \tau_\mu^s$$

La loi d'écoulement s'écrit comme pour le matériau non irradié sous la forme suivante (Annexe G) :

$$\dot{\gamma}_s = \dot{\gamma}_0 \sinh\left(\frac{V_s [\tau_s^v]^+}{kT}\right) \text{sgn}(\tau_s) \quad \text{où } [x]^+ = \max(x, 0)$$

#### 3.2.3.2 Prise en compte du durcissement par les boucles <a>

La grande densité de boucles présentes au sein des grains bloque initialement les dislocations à la manière des dislocations de la forêt par création de jonctions attractives (Fig. 3.25).

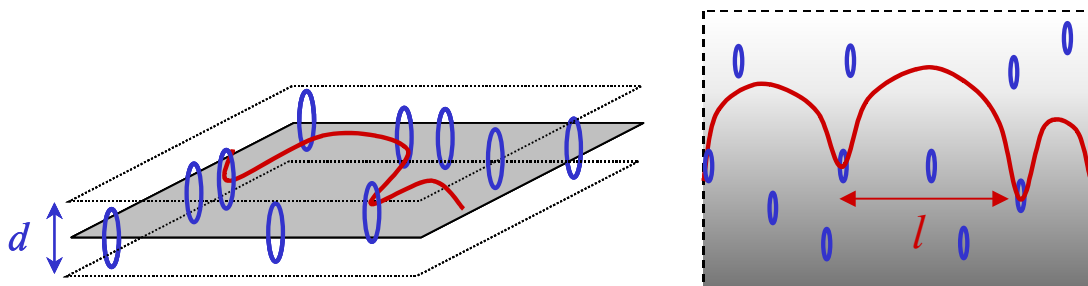


FIG. 3.25 – Ancrage des dislocations par les boucles créées par l'irradiation.

Comme dans le cas du durcissement par les dislocations de forêt, on peut montrer, en suivant certaines hypothèses (Kelly, 1971), que l'augmentation de la cission critique est proportionnelle à la racine carrée de la densité des obstacles :

$$\Delta\tau_c = \alpha_i \mu b \sqrt{Nd}$$

où  $\mu$  est le module de cisaillement,  $b$  la norme du vecteur de Burgers des dislocations,  $N$  la densité de boucles et  $d$  leur diamètre moyen. Le coefficient  $\alpha_i$  caractérise la force de la jonction créée entre les dislocations et les boucles. Dans le cas de l'interaction entre les boucles <a> et les dislocations glissant dans le plan de base, ce coefficient est vraisemblablement faible puisque les jonctions créées sont systématiquement glissiles et les boucles peuvent glisser sur leur cylindre. Ce coefficient  $\alpha_i$  englobe également des effets statistiques de distribution des obstacles ainsi que les aspects géométriques spécifiques de l'interaction considérée. Dans une première approche, on peut considérer que ce coefficient est proche du coefficient d'interaction des dislocations basales entre elles  $\alpha_i \simeq \alpha_B$ . Ce coefficient sera par la suite identifié à partir des essais macroscopiques. Il est également possible de définir une force d'obstacle plus élevée dans le cas de l'interaction entre les dislocations glissant dans les plans prismatiques et les boucles.

Cette contribution au durcissement est vraisemblablement de nature athermique comme dans le cas de l'interaction d'une dislocation avec les dislocations de la forêt. En effet, Mughrabi et al. (1993) indiquent que l'énergie des jonctions attractives est de plusieurs ordres de grandeur supérieure à l'énergie apportée par l'activation thermique. Le durcissement lié aux jonctions entre dislocations et boucles est donc pris en compte au niveau de la cission critique athermique  $\tau_\mu^s$ . Les dislocations de la forêt et les boucles étant des obstacles de même nature (même force, même distance d'action), la cission critique du système  $s$  s'écrit comme la racine carrée de la somme de ces deux densités d'obstacles, en distinguant leur force respective  $\alpha$  pour les dislocations et  $\alpha_i$  pour les boucles :

$$\tau_\mu^s = \tau_0^s + \mu b \sqrt{\alpha^2 \sum_{r \in S} \rho_r + \alpha_i^2 Nd}$$

Les paramètres de la loi d'écoulement ( $\dot{\gamma}_0, V_B$ ) ne sont vraisemblablement pas modifiés par l'irradiation, le mécanisme qui pilote la cinétique de déformation reste le mécanisme de franchissement des vallées de Peierls.

La loi d'évolution de la densité de dislocations avec la déformation plastique prend la même forme que dans le cas du matériau non irradié :

$$\dot{\rho}_s = \frac{|\dot{\gamma}_s|}{b} \left[ \frac{1}{\lambda} - 2y\rho_s \right]$$

### 3.2.3.3 Prise en compte de l'adoucissement local dans les canaux

Afin de rendre compte de l'adoucissement qui se produit dans le canal basal du fait du balayage des boucles par les dislocations, on s'inspire de l'approche de Rodney (2001) et Pokor (2002) en considérant qu'il existe une distance critique  $H/2$  entre le centre de la boucle et



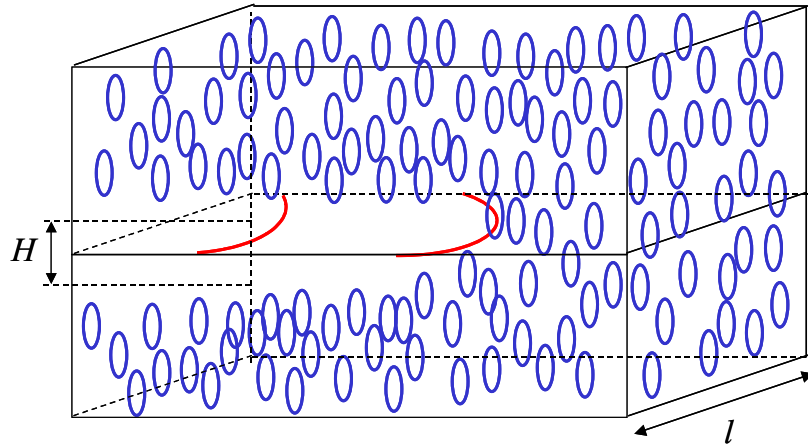


FIG. 3.26 – Création d'un canal par balayage des défauts d'irradiation.

la dislocation en deçà de laquelle la boucle est capturée par la dislocation. Cette distance de capture est de l'ordre de la taille de la boucle ( $H/2 \simeq d/2$ ). Considérons une dislocation de longueur  $l$  qui balaye l'aire  $l\bar{v}dt$  pendant le temps  $dt$ . Si toutes les boucles d'irradiation situées à une distance  $\frac{H}{2}$  du plan de glissement de la dislocation sont annihilées par celle-ci pendant le temps  $dt$ , et considérant que la densité de boucles par unité de volume est  $N$ , alors, le nombre de boucles annihilées pendant le temps  $dt$  par une dislocation est  $NHl\bar{v}dt$ . Ce mécanisme est représenté schématiquement sur la figure 3.26.

Si on considère maintenant qu'il y a une densité de dislocations  $\rho$  dans le matériau, comme représenté sur le schéma 3.27, compte tenu de la définition de la densité des dislocations (toutes les dislocations contenues dans le volume  $V$  ayant une longueur  $l$ ), alors le nombre de dislocations dans le volume  $V$  est de  $\rho V/l$ . Si toutes les dislocations de longueur  $l$  présentes dans le volume  $V$  annihilent les boucles ( $NHl\bar{v}dt$  boucles annihilées par dislocation), alors au total, le nombre de défauts annihilés dans le volume  $V$  sera de  $NHl\bar{v}dt\rho V/l = NH\bar{v}dt\rho V$ .

Ainsi, le nombre de boucles annihilées pendant  $dt$  dans un volume unitaire est de  $NH\bar{v}dt\rho$ . On peut donc écrire une équation d'évolution pour la densité de défauts d'irradiation sous la forme :

$$\dot{N} = -\rho NH\bar{v}$$

Or la vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}$  dans le canal basal est donnée par la relation d'Orowan :

$$\dot{\gamma} = \rho b\bar{v}$$

L'équation d'évolution de la densité de boucles prend alors la forme :

$$\dot{N} = -\frac{H}{b}N\dot{\gamma}$$

Comme pour la sollicitation de pression interne (ou traction sens travers) seule la canalisation basale est observée, cette loi d'annihilation des boucles ne s'applique qu'aux systèmes basaux. On généralise ainsi cette loi pour les trois systèmes de glissement basaux en écrivant

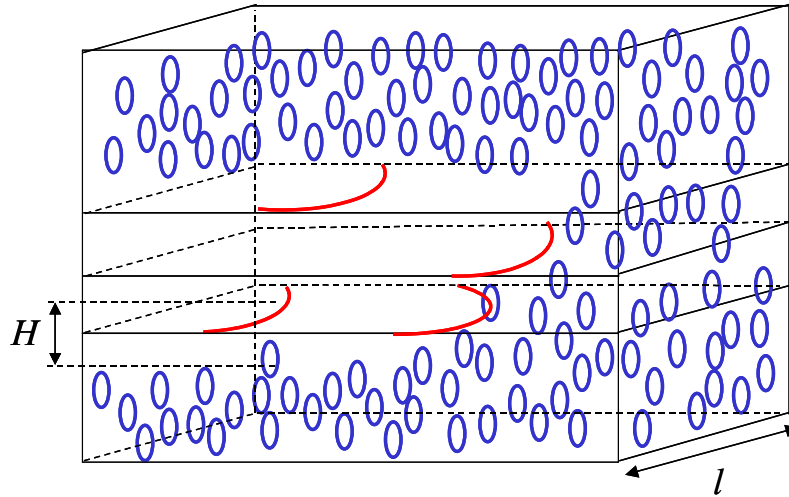


FIG. 3.27 – Schéma représentant le balayage des boucles par des dislocations glissant dans le canal.

que la densité de boucles diminue avec la somme des glissements cumulés des trois systèmes basaux :

$$\dot{N} = -\frac{H}{b} N \sum_{s \in B} |\dot{\gamma}_s|$$

### 3.2.4 Etude par éléments finis du phénomène de canalisation

Afin d'analyser l'influence de ces lois de comportement sur la répartition de la déformation plastique dans les grains et ainsi s'assurer que celles-ci permettent bien de reproduire le phénomène de canalisation, une étude complémentaire, se basant sur des simulations par éléments finis, a été réalisée en collaboration avec S. Pascal, dans le cadre d'un travail post-doctoral.

#### 3.2.4.1 Configuration étudiée

La configuration choisie est une structure bidimensionnelle (dans l'hypothèse de contrainte plane) carrée, comprenant un "grain" de forme hexagonale en position d'inclusion dans une matrice homogène élasto-visco-plastique. Le comportement du grain correspond au comportement cristallin élasto-visco-plastique introduit précédemment pour prendre en compte les effets de l'irradiation. A chaque élément du grain est attaché une densité locale de boucles d'irradiation  $N$ . Cette densité est tirée de façon aléatoire (probabilité uniforme dans l'intervalle  $N_0 \pm \delta N$ , où  $N_0 = 5 \times 10^{22} \text{ m}^{-3}$  et  $\delta N = 3.6 \times 10^{22} \text{ m}^{-3}$ ) pour chacun des éléments, la valeur moyenne de la densité de boucles étant  $N_0 = 5 \times 10^{22} \text{ m}^{-3}$ , conformément aux données de la littérature. L'hétérogénéité initiale de la densité de boucles est visualisée sur la figure 3.29 avec un maillage grossier (non utilisé pour les calculs). L'axe  $\langle c \rangle$  ainsi qu'une direction  $\langle a \rangle$  de la maille hexagonale appartiennent au plan de la structure 2D (Fig. 3.28). Une sollicitation de traction simple a principalement été étudiée. Le maillage adopté est un maillage régulier d'élé-

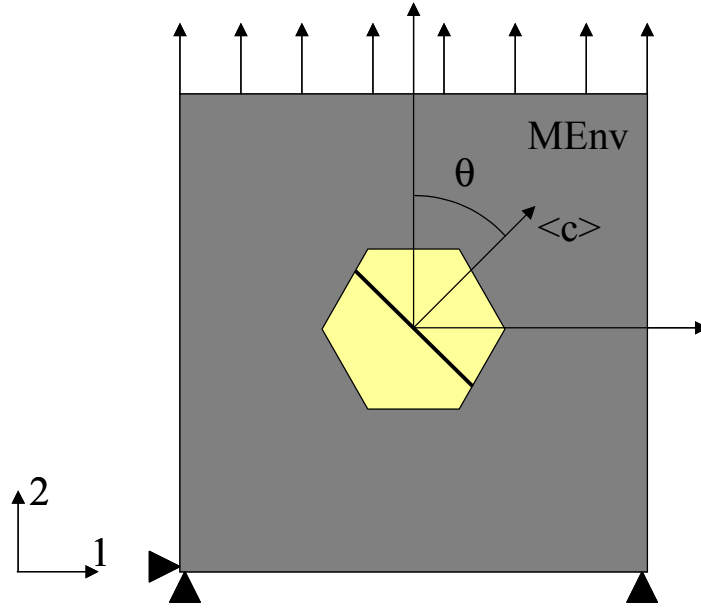


FIG. 3.28 – Structure de l'étude et chargement en traction simple, les bords latéraux étant libres.

ments triangulaires équilatéraux décrivant toute la structure 2D. Dans le cadre de cette étude, une structure bidimensionnelle a été choisie afin de permettre à la fois une bonne description de l'échelle du canal ( $d_{ch} \simeq 20$  à  $100$  nm) grâce à un maillage fin, un milieu environnant le grain en inclusion suffisamment grand (3 fois la taille de grain) devant la dimension du grain ( $d_g \simeq 5$  à  $10 \mu\text{m}$ ), ainsi que des temps de calcul raisonnables. Le maillage le plus fin étudié contient 50 éléments dans la hauteur du grain conduisant ainsi à une taille d'élément de 100 nm pour un grain de  $5 \mu\text{m}$ .

### 3.2.4.2 Loi de comportement de l'inclusion

Pour le grain en inclusion, s'appliquent les lois de comportement intra-granulaires cristallines présentées précédemment :

- La cission résolue en chaque élément est calculée en projetant la contrainte  $\underline{\underline{\sigma}}$  en chaque élément sur les systèmes basaux :

$$\tau_s = \underline{\underline{\sigma}} : \underline{\underline{\mu}}_s$$

où  $\underline{\underline{\mu}}_s$  est le tenseur d'orientation du système défini par :

$$\underline{\underline{\mu}}_s = \frac{1}{2}(\underline{l}_s \otimes \underline{n}_s + \underline{n}_s \otimes \underline{l}_s)$$

- La cission critique pour chaque élément est du même type que la relation présentée précédemment, le terme d'écrouissage lié à la multiplication des dislocations étant légèrement différent :

$$\tau_\mu^s = \tau_0^s + \mu b \sqrt{\alpha_i^2 N d + \text{Terme d'écrouissage}}$$

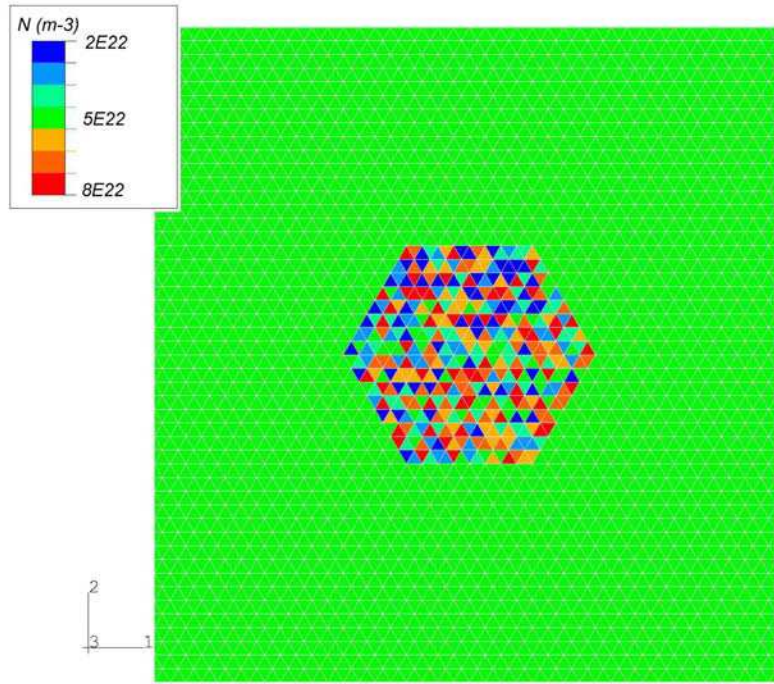


FIG. 3.29 – Hétérogénéité initiale de boucles résultant d'un tirage aléatoire.

- L'adoucissement local (donnant lieu aux canaux basaux) en chaque élément est pris en compte par une loi d'évolution de la densité de boucles qui inclut un terme d'annihilation lié au glissement des dislocations suivant le système basal :

$$\dot{N} = -\frac{H}{b} N \sum_{s \in B} |\dot{\gamma}_s|$$

- La partie visqueuse de la cission s'écrit :

$$\tau_s^v = |\tau_s| - \tau_\mu^s$$

- La loi d'écoulement en chaque élément du grain en inclusion est :

$$\dot{\gamma}_s = \dot{\gamma}_0 \sinh\left(\frac{V_s [\tau_s^v]^+}{kT}\right) \text{sgn}(\tau_s) ; \text{ avec } [x]^+ = \max(x, 0)$$

- La vitesse de déformation plastique de chaque élément est la résultante des vitesses de cisaillement suivant les différents systèmes de glissement :

$$\underline{\dot{\underline{\epsilon}}}^p = \sum_{s \in S} \dot{\gamma}_s \underline{\underline{\mu}}_s$$

Les valeurs des coefficients caractéristiques du matériau non irradié ( $Y$ ,  $\nu$ ,  $\dot{\gamma}_0$ ,  $V_s$ ,  $\tau_s^0$ , ...) utilisés pour les simulations sont issus d'une identification précédente réalisée sur le matériau non irradié. Ces coefficients sont semblables aux coefficients identifiés dans le cas de notre

étude (Annexe E). Les valeurs des coefficients ajoutés pour prendre en compte l'irradiation sont données dans le tableau 3.5.

TAB. 3.5 – Coefficients adoptés pour la loi intra-granulaire.

$\langle N_0 \rangle$	$d$	$H$	$\alpha_i$
$5 \times 10^{22} \text{ m}^{-3}$	8 nm	8 nm	0.25

Certaines simulations ont été réalisées en bloquant les systèmes de glissement autres que le glissement basal (en choisissant des cissions critiques élevées). Pour d'autres simulations tous les systèmes de glissement sont actifs (les cissions critiques  $\tau_0^s$  étant issues d'une précédente identification sur le matériau non irradié et en prenant une force d'obstacle pour ces systèmes de  $\alpha_i = 0.8$ ), l'annihilation des boucles ne se produisant néanmoins que lorsque le système basal est actif.

### 3.2.4.3 Loi de comportement du milieu environnant

Un comportement élasto-visco-plastique simple est choisi pour la matrice entourant le grain en inclusion. Ce comportement a été identifié sur le comportement macroscopique du matériau irradié à partir des essais d'érouissage-relaxation réalisés à différentes vitesses (Essais M5i-1 et M5i-2). La loi de comportement adoptée est une loi classique disponible dans le code ABAQUS pour laquelle l'érouissage est isotrope et avec une loi d'écoulement de type Norton avec seuil (Annexe E).

### 3.2.4.4 Résultats

L'introduction de la loi adoucissante prenant explicitement en compte l'annihilation des boucles en chaque élément du grain en inclusion lorsque le glissement basal est actif, conduit à l'apparition de bandes de localisation de la déformation (déformation plastique cumulée visualisée sur la figure 3.30). Au sein de ces bandes la densité de boucles est très faible (de l'ordre de  $4 \times 10^{20} \text{ m}^{-3}$ ) (Fig. 3.32), celles-ci ayant été "balayées" par le glissement suivant le système basal, ces bandes correspondent donc aux canaux observés en MET. On constate de plus que les canaux suivent le plan basal. La largeur et le nombre de ces bandes sont globalement représentatives de la microstructure observée en MET. Le niveau de déformation plastique macroscopique auquel apparaissent les bandes semble également en accord avec les analyses expérimentales ( $E^p \simeq 0.05 \%$ ). Ces caractéristiques sont néanmoins dépendantes des conditions aux limites ainsi que de la taille des éléments.

Une étude de la distribution de la contrainte  $\sigma_{22}$  au sein du grain en inclusion (Fig. 3.31) met en évidence que dans les canaux la contrainte est faible (zone de couleur vert foncé), du fait d'une contrainte d'écoulement locale faible, alors que en dehors des canaux la contrainte est du même ordre de la contrainte macroscopique (zone de couleur orangé) qui s'applique dans

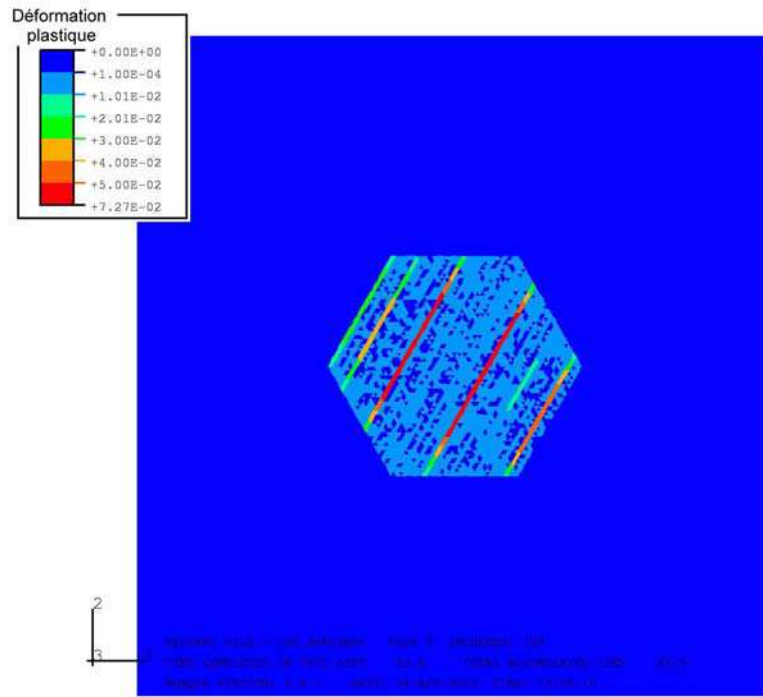


FIG. 3.30 – Visualisation de la déformation plastique cumulée dans le grain en inclusion (axe  $\langle c \rangle$  à  $60^\circ$  de l'axe de traction).

la structure loin de l'inclusion. Les concentrations de contrainte observées aux joints de grains correspondent au cisaillement du joint de grain par les canaux. Il est vraisemblable que dans le matériau ces concentrations de contrainte soient accommodées par la propagation des canaux au grain adjacent.

Les simulations réalisées en laissant potentiellement actifs les autres systèmes de glissement non basaux ne modifient pas la répartition de la déformation plastique au sein du grain en inclusion. Il apparaît toujours le phénomène de localisation de la déformation suivant les plans de base, la déformation plastique en dehors des canaux étant très faible. On choisira donc, par souci de simplicité, de bloquer les systèmes de glissement non basaux dans le cas du modèle d'homogénéisation.

Grâce à ces simulations, il a également été possible de déterminer l'évolution de la fraction volumique de canaux avec la déformation plastique cumulée suivant le système basal moyennée sur l'ensemble du grain (Fig. 3.33) en se donnant un critère de visibilité des canaux en terme de densité de boucles (canal observable si  $N < 0.2 \times 10^{22} \text{ m}^{-3}$ ). On constate que celle-ci augmente progressivement avec la déformation plastique du grain, la pente diminuant progressivement avec la déformation plastique. La fraction volumique déterminée dans ce cas est cependant à corriger car le nombre d'éléments dans la largeur du grain étant de 50, pour un grain de  $5 \mu\text{m}$ , la largeur minimale des canaux pour cette simulation est de 100 nm, c'est-à-dire une largeur de canaux double de la largeur moyenne estimée expérimentalement. Il est donc nécessaire de diviser par deux les valeurs de fraction volumique déterminées avec ce calcul, la forme de

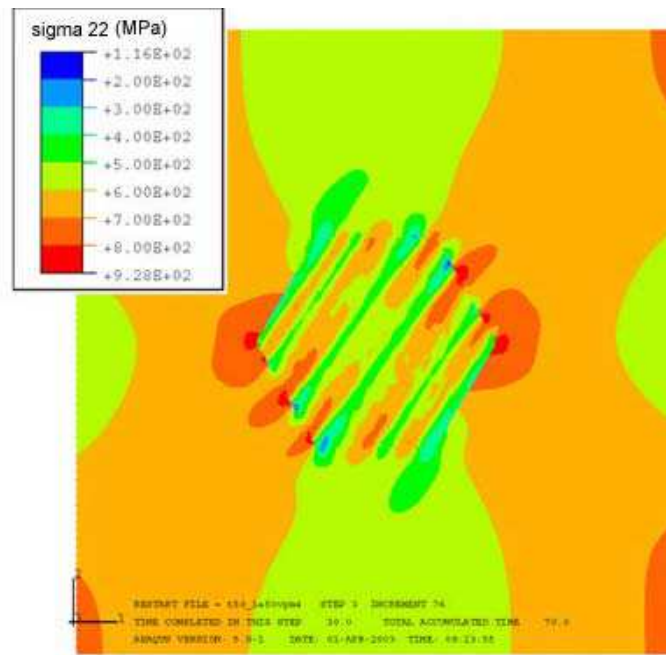


FIG. 3.31 – Visualisation de la contrainte  $\sigma_{22}$  (axe  $\langle c \rangle$  à  $50^\circ$  de l'axe de traction).

l'évolution de la fraction volumique avec la déformation plastique étant néanmoins valable.

### 3.2.4.5 Discussion

En premier lieu, on peut conclure de ces analyses par éléments finis que les lois de comportement intra-granulaires (ainsi que les coefficients choisis), proposées sur la base de la théorie des dislocations, permettent de bien reproduire le phénomène de canalisation pour la structure étudiée. Le nombre et la largeur des canaux sont également bien représentatifs des observations MET. Il a également été constaté qu'au cours de la déformation les premiers canaux apparaissent et s'élargissent jusqu'à une certaine largeur, puis de nouveaux canaux sont ensuite créés en d'autres positions du grain. Ceci s'explique par le fait que chaque canal individuel ne peut se cisailer de façon importante car la matrice environnante résiste en exerçant une contrainte liée aux incompatibilités de déformation entre le canal et la matrice. Le grain, pour accommoder la déformation plastique doit donc soit élargir le canal créé, soit créer d'autres canaux, l'hétérogénéité initiale de la densité de boucles favorisant vraisemblablement cette deuxième solution. Il a également été noté que la fraction volumique de canaux augmentait avec la déformation plastique moyenne du grain (cumulée suivant le système basal) mais que la vitesse d'augmentation diminue progressivement. Une analyse de la répartition de la contrainte  $\sigma_{22}$  montre également que la contrainte en dehors des canaux est du même ordre que la contrainte macroscopique. Cette analyse pourra permettre des simplifications dans le cas du modèle d'homogénéisation.

Cette étude a néanmoins révélé plusieurs artefacts liés au maillage ainsi qu'à la cinématique des éléments finis qui sont détaillés dans l'annexe E. Ces artefacts ne remettent néanmoins pas en question les principaux résultats des simulations précédentes, les conditions des simulations ayant été choisies de façon à s'affranchir de ces artefacts. L'aspect bidimensionnel de ces

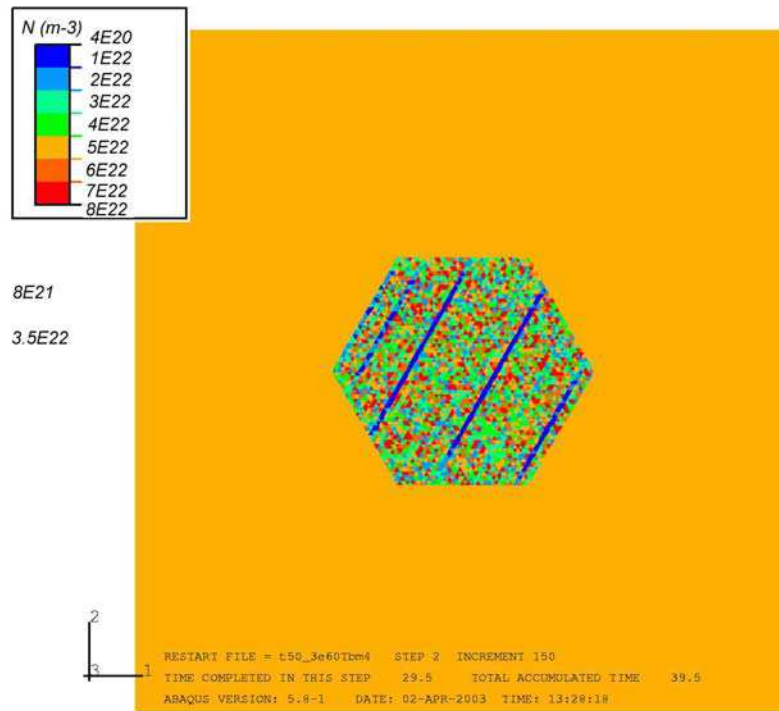


FIG. 3.32 – Visualisation de la densité locale de boucles au sein du grain en inclusion.

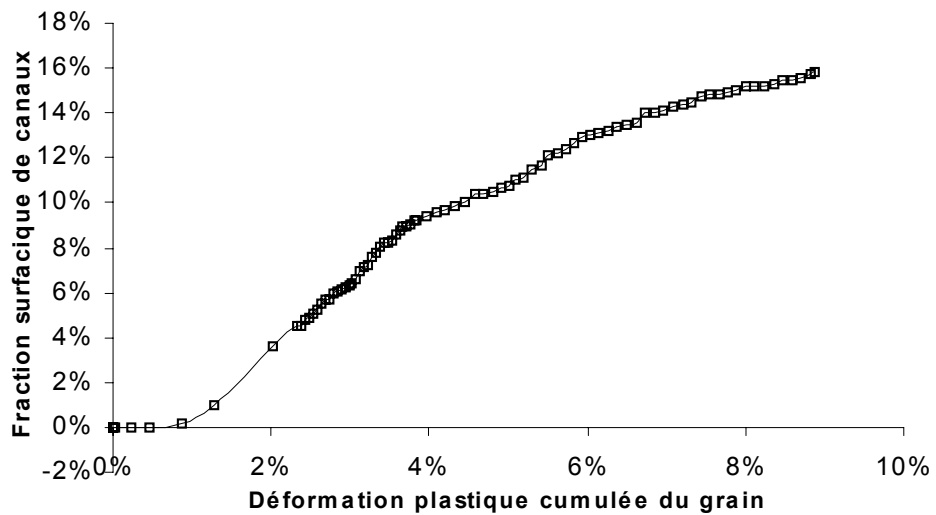


FIG. 3.33 – Evolution de la fraction surfacique de canaux avec la déformation plastique cumulée (suivant les plans de base) moyenne du grain.



simulations limite également l'extrapolation quantitative au cas 3D.

### 3.2.5 Représentation de la microstructure pour le modèle d'homogénéisation

Les simulations par la méthode des éléments finis (2D) ont permis de vérifier que les lois de comportement intra-granulaires basées sur la théorie des dislocations, présentées précédemment, permettent bien l'apparition d'un phénomène de localisation de la déformation à l'échelle du grain conforme au mécanisme de canalisation des dislocations. Néanmoins, la simple introduction de ces lois dans le modèle d'homogénéisation ne permet pas de prendre en compte le phénomène de localisation de la déformation. En effet, dans ce type de modèle, la phase est considérée comme homogène. Toutes les hétérogénéités de dimension inférieure à celle-ci sont donc moyennées. La mise en place d'un modèle basé sur les méthodes d'homogénéisation adapté au matériau irradié nécessite donc de proposer une nouvelle approche pour la description (schématique et statistique) de la microstructure.

L'interprétation du comportement mécanique en termes de mécanismes de déformation plastique a mis en évidence que le phénomène de localisation de la déformation plastique conduit à d'importantes contraintes internes. Feugas *et al.* (1996) proposent de prendre en compte de façon indirecte la localisation de la déformation qui se produit sous forme de bande de glissement dans le Ti- $\alpha/\beta$  par l'introduction d'une composante d'écrouissage cinématique intra-granulaire pour chaque système de glissement  $x_s$  de la phase  $\alpha$ . Cette approche, qui permet de ne pas modifier le principe du modèle développé dans le cas du matériau non irradié, a été en partie analysée lors de ce travail. Celle-ci ne sera cependant pas décrite dans la suite. Une autre approche prenant explicitement en compte le phénomène de localisation de la déformation à l'échelle du grain a été préférée dans le cadre de cette étude. Néanmoins, dans ce cas, il est nécessaire de modifier le principe de représentation de la microstructure afin de prendre en compte cette nouvelle échelle d'hétérogénéité.

Il faut d'autre part souligner que le comportement mécanique n'étant connu précisément que pour les essais de pression interne, seule cette sollicitation sera modélisée. Puisque, dans ce cas, seuls des canaux basaux sont observés, seule la canalisation basale sera modélisée. D'autre part, on fait l'hypothèse que toute la déformation plastique se manifeste par de la canalisation, les systèmes autres que le système basal ne seront donc pas actifs dans le modèle proposé.

#### 3.2.5.1 Schématisation du matériau hétérogène

La microstructure du matériau irradié est constituée de grains équiaxes d'orientations variées caractérisées par la texture cystallographique du matériau. Dans les grains bien orientés par rapport à la sollicitation vont se développer des canaux parallèles aux plans de base (Fig. 3.34). Les canaux se déforment avec un comportement élasto-visco-plastique, alors que le cristal en dehors des canaux se déforme de façon quasi-élastique.

Par analogie avec le modèle développé pour le matériau non irradié, seul l'ensemble des grains de même orientation (noté  $g$ ) sont considérés. Cependant, dans le cas du matériau irra-

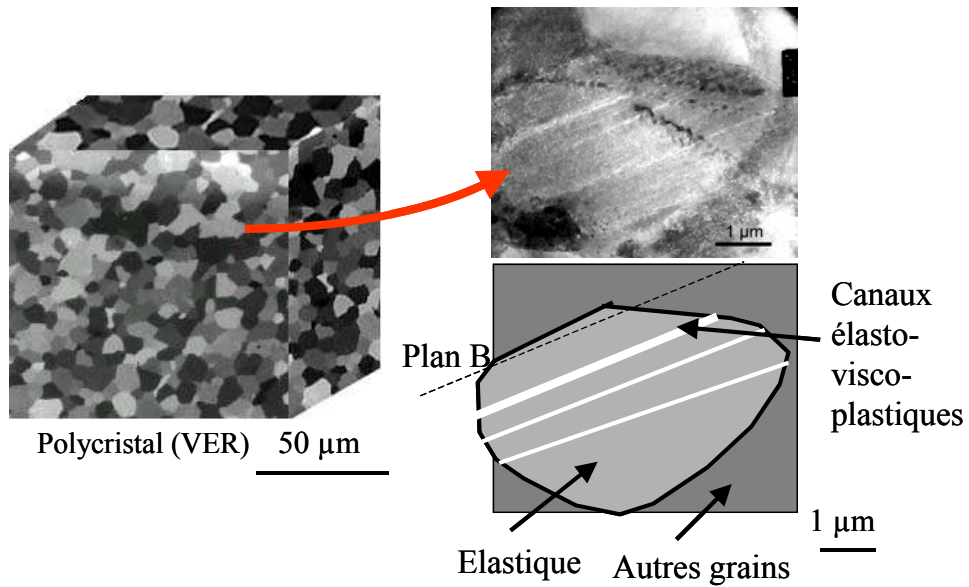


FIG. 3.34 – Microstructure du matériau irradié.

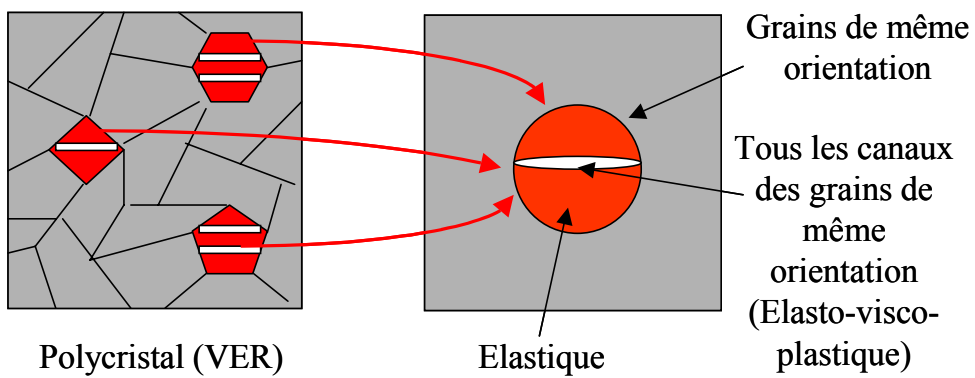


FIG. 3.35 – Description schématique et statistique de la microstructure du matériau irradié.

dié, ces phases cristallines sont elles-mêmes constituées de deux phases : une phase élasto-viscoplastique comprenant l'ensemble des canaux de tous les grains de même orientation (notée  $ch$ ) et une phase élastique (hors des canaux, notée  $hc$ ). On peut ainsi associer à chaque phase cristallographique, caractérisée par ses trois angles d'Euler et sa fraction volumique ( $\varphi_1, \phi, \varphi_2, f_g$ ) (avec  $\sum_{g \in G} f_g = 1$ ), une fraction de canaux, notée  $f_{ch}^{(g)}$ , définie par :

$$f_{ch}^{(g)} = \frac{V_{ch}}{V_g} \simeq \frac{n_{ch} d_{ch} d_g^2}{d_g^3} = \frac{n_{ch} d_{ch}}{d_g}$$

où  $d_g$  correspond à la taille moyenne des grains,  $d_{ch}$  à la largeur moyenne des canaux par grain et  $n_{ch}$  au nombre moyen de canaux par grain (on considère ici un grain cubique).

### 3.2.5.2 Relations de moyennes pour les déformations et contraintes

Les relations de moyennes doivent être vérifiées pour l'ensemble des phases du VER. On doit donc avoir :

$$\underline{\underline{E}} = \langle \underline{\underline{\varepsilon}} \rangle_{VER} = \sum_{g \in G} f_g \underline{\underline{\varepsilon}}_g$$

ainsi que :

$$\underline{\underline{\Sigma}} = \langle \underline{\underline{\sigma}} \rangle_{VER} = \sum_{g \in G} f_g \underline{\underline{\sigma}}_g$$

La relation de moyenne pour les déformations implique que :

$$\underline{\underline{E}}^p + \mathcal{C}^{-1} \underline{\underline{\Sigma}} = \sum_{g \in G} f_g \left[ \underline{\underline{\varepsilon}}_g^p + \mathcal{C}_g^{-1} \underline{\underline{\sigma}}_g \right]$$

L'élasticité étant par hypothèse homogène ( $\mathcal{C}_g = \mathcal{C}$ ) et la relation de moyenne sur les contraintes étant vérifiée, cette relation conduit à l'expression de la déformation plastique moyenne ou de sa vitesse (hypothèse des petites perturbations) :

$$\underline{\underline{E}}^{\cdot p} = \sum_{g \in G} f_g \underline{\underline{\varepsilon}}_g^{\cdot p}$$

Or la déformation du grain (de la phase cristalline ( $g$ )) s'écrit comme :

$$\underline{\underline{\varepsilon}}_g^{\cdot p} = f_{ch}^{(g)} \underline{\underline{\varepsilon}}_{ch}^{\cdot p} + (1 - f_{ch}^{(g)}) \underline{\underline{\varepsilon}}_{hc}^{\cdot p} + f_{ch}^{(g)} \left( \underline{\underline{\varepsilon}}_{ch}^p + \underline{\underline{\varepsilon}}_{hc}^p \right)$$

La déformation plastique étant, par hypothèse, nulle en dehors des canaux ( $\underline{\underline{\varepsilon}}_{hc}^p = 0$ ) on a :

$$\underline{\underline{\varepsilon}}_g^{\cdot p} = f_{ch}^{(g)} \underline{\underline{\varepsilon}}_{ch}^{\cdot p} + f_{ch}^{(g)} \underline{\underline{\varepsilon}}_{ch}^p$$

La relation de moyenne à l'échelle du VER s'écrit alors :

$$\underline{\underline{E}}^{\cdot p} = \sum_{g \in G} f_g \left( f_{ch}^{(g)} \underline{\underline{\varepsilon}}_{ch}^{\cdot p} + f_{ch}^{(g)} \underline{\underline{\varepsilon}}_{ch}^p \right)$$

Cette nouvelle description conduit donc à ne pas traiter le problème au niveau de la phase cristalline (ensemble des grains de même orientation), mais remplacer celle-ci par l'ensemble de tous les canaux de tous les grains de même orientation.

Suivant le principe des modèles d'homogénéisation, la nouvelle phase considérée (ensemble des canaux de tous les grains de même orientation) est homogène. Les champs de contrainte et de déformation à l'intérieur de cette phase ne sont donc considérés qu'à travers leurs moyennes ( $\underline{\underline{\sigma}}_{ch} = \langle \underline{\sigma} \rangle_{ch}$ ,  $\underline{\underline{\varepsilon}}_{ch} = \langle \underline{\varepsilon} \rangle_{ch}$ ). Les lois de comportement intra-canal présentées précédemment s'applique au sein de cette phase sur les grandeurs moyennes.

D'autre part, la relation de moyenne sur les contraintes doit toujours être vérifiée, ce qui impose :

$$\underline{\underline{\Sigma}} = \langle \underline{\underline{\sigma}} \rangle_{VER} = \sum_{g \in G} f_g \underline{\underline{\sigma}}_g = \sum_{g \in G} f_g \left[ f_{ch}^{(g)} \underline{\underline{\sigma}}_{ch} + \left( 1 - f_{ch}^{(g)} \right) \underline{\underline{\sigma}}_{hc} \right]$$

On fait l'hypothèse, par souci de simplicité, que la contrainte hors des canaux est égale à la contrainte macroscopique ( $\underline{\underline{\sigma}}_{hc} = \underline{\underline{\Sigma}}$ ). Cette hypothèse est par ailleurs appuyée par les résultats de simulation (en 2D) par la méthode des éléments finis (Fig. 3.31). La relation suivante doit alors être satisfaite :

$$\sum_{g \in G} f_g f_{ch}^{(g)} \underline{\underline{\sigma}}_{ch} = \left( \sum_{g \in G} f_g f_{ch}^{(g)} \right) \underline{\underline{\Sigma}}$$

### 3.2.5.3 Morphologie des phases

Les canaux correspondent à de fines tranches du grain, d'épaisseur  $d_{ch}$  et de longueur correspondant à la taille du grain  $d_g$ . Afin de pouvoir appliquer les résultats classiques d'Eshelby, on choisit de schématiser les canaux par des ellipsoïdes de révolution fortement aplatis dans la direction de l'axe de symétrie (Fig. 3.36). De plus l'axe de symétrie de l'ellipsoïde coïncide avec l'axe  $\langle c \rangle$ , le plan du canal correspondant au plan de base. Il faut noter que dans ce cas il est rigoureux d'attribuer à la phase cristalline la morphologie des canaux, puisque tous les canaux d'une même phase cristalline sont parallèles, la forme moyenne correspond donc bien à la forme d'un canal de "dimensions moyennes".

### 3.2.5.4 Description des interactions entre les canaux et le milieu environnant

Dans la description adoptée, toute la plasticité est confinée dans les canaux, en dehors des canaux le matériau reste élastique. Si on considère, dans un premier temps, que l'ensemble du milieu environnant les canaux a un comportement purement élastique, il est possible d'appliquer les résultats analytiques d'Eshelby à l'inclusion ellipsoïdale correspondant à l'ensemble des canaux de tous les grains de même orientation. Dans le cas d'une inclusion ellipsoïdale ( $ch$ ) soumise à une déformation plastique ( $\underline{\underline{\varepsilon}}_{ch}^p$ ), plongée dans une matrice élastique chargée uniformément à l'infini ( $\underline{\underline{\Sigma}}$ ) (condition de contrainte homogène au contour) et en supposant d'autre part que l'élasticité est homogène et isotrope (Fig. 3.37), Eshelby a montré que la contrainte appliquée dans l'inclusion prend la forme suivante :

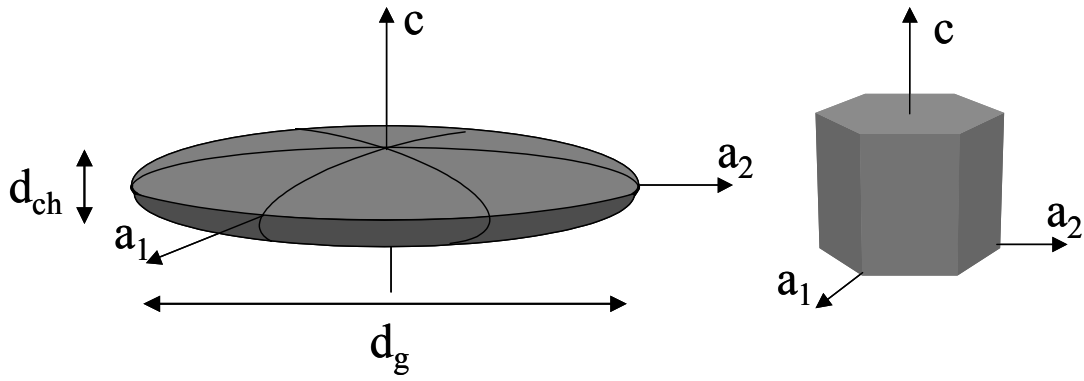


FIG. 3.36 – Description schématique des canaux des grains de même orientation par un ellipsoïde de révolution fortement aplatie.

$$\underline{\underline{\sigma}}_{ch}^{(g)} = \underline{\underline{\Sigma}} + \mathcal{C} : \left( \mathcal{I} - \mathcal{S}_{ch}^{(g)} \right) : \underline{\underline{\varepsilon}}_{ch}^p$$

où  $\mathcal{C}$  est le tenseur d'ordre 4 des modules d'élasticité,  $\mathcal{I}$  est le tenseur identité d'ordre 4 et  $\mathcal{S}_{ch}^{(g)}$  est le tenseur d'Eshelby pour l'ellipsoïde considéré dans le repère macroscopique (Annexe F). Les canaux étant parallèles aux plans de base de chaque orientation cristalline, l'ellipsoïde doit être attaché au repère cristallin de chacune des orientations. Cette relation correspond formellement à une relation de localisation explicite. Celle-ci peut-être modifiée, mettant en évidence un terme analogue à une "contrainte interne" notée  $\underline{\underline{x}}^{(g)}$ , attachée à chacune des phases cristallines :

$$\underline{\underline{\Sigma}} = \underline{\underline{\sigma}}_{ch}^{(g)} + \underline{\underline{x}}^{(g)}$$

avec

$$\underline{\underline{x}}^{(g)} = \mathcal{C} : \left( \mathcal{S}_{ch}^{(g)} - \mathcal{I} \right) : \underline{\underline{\varepsilon}}_{ch}^p$$

Cette relation démontre que dans le cas d'une matrice élastique, la contrainte interne augmente de façon linéaire avec la déformation plastique dans les canaux et que d'autre part, puisque la déformation est très importante dans les canaux, la contrainte interne est très élevée.

Néanmoins, comme le note Mura (1982), la relation de localisation d'Eshelby précédente ne permet pas au problème de satisfaire la relation de moyenne sur les contraintes. La démarche adoptée pour équilibrer la relation d'Eshelby, dans notre cas spécifique, sera présentée plus loin, dans le cadre du modèle numérique 3D.

### 3.2.5.5 Comportement intra-phase ou intra-canal

Toute la plasticité est confinée dans les canaux basaux, le reste des grains n'ayant qu'un comportement élastique. Les lois de comportement intra-granulaires présentées précédemment

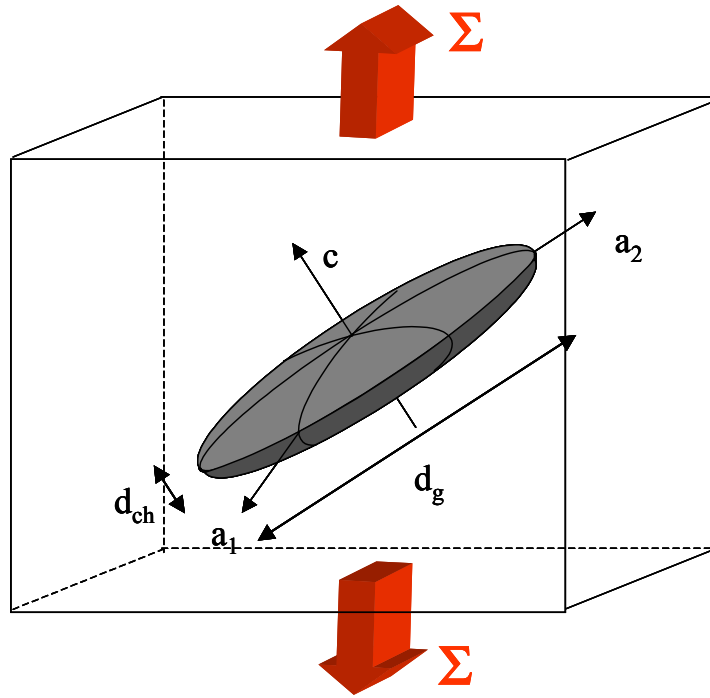


FIG. 3.37 – Ensemble des canaux des grains de même orientation en inclusion dans un milieu élastique homogène infini.

s'appliquent donc à l'échelle du canal ou de la phase (ensemble des canaux de tous les grains de même orientation) dans ce modèle. Seuls des canaux basaux ayant été observés pour la sollicitation de pression interne, on ne considère donc que le glissement des dislocations dans les plans de base. Les lois de comportement intra-phase sont rappelées ci-dessous :

On définit pour chacun des systèmes basaux le tenseur d'orientation  $\underline{\underline{\mu}}_s^{(g)}$  par :

$$\underline{\underline{\mu}}_s^{(g)} = \frac{1}{2}(\underline{l}_s \otimes \underline{n}_s + \underline{n}_s \otimes \underline{l}_s) ; s \in B$$

L'indice  $(g)$  permet ici d'indiquer que le tenseur d'orientation de chacun des systèmes se réfère à une orientation cristalline particulière.

Chaque système de glissement basal vérifie la loi de Schmid et Boas et la cission résolue  $\tau_s^{ch}$  qui s'applique dans le canal est calculée en projetant la contrainte appliquée dans le canal  $\underline{\underline{\sigma}}_{ch}$  sur les systèmes basaux :

$$\tau_s^{ch} = \underline{\underline{\sigma}}_{ch} : \underline{\underline{\mu}}_s ; s \in B$$

La contrainte visqueuse dans le canal est calculée grâce à la relation :

$$\tau_s^v = |\tau_s| - \tau_\mu^s ; s \in B$$

La loi d'écoulement au sein du canal s'écrit comme pour le matériau non irradié sous la forme suivante :

$$\dot{\gamma}_s^{ch} = \dot{\gamma}_0 \sinh\left(\frac{V_B [\tau_s^v]^+}{kT}\right) \text{sgn}(\tau_s) \quad \text{où } [x]^+ = \max(x, 0) \text{ et } s \in B$$

### 3.2.6 Modèle analytique (pour une phase) en cisaillement pur

Afin de quantifier et mieux appréhender les paramètres physiques des mécanismes mis en évidence lors de l'étude expérimentale, un modèle analytique a été développé. Celui-ci consiste à ne considérer qu'une seule phase (ensemble de tous les canaux de tous les grains de même orientation) en glissement simple (un seul système de glissement), pour une sollicitation de cisaillement pur. Si de plus, on néglige dans une première approche le caractère visqueux du comportement du matériau, il est possible d'intégrer les équations de comportement intra-canal.

#### 3.2.6.1 Modèle analytique pour le comportement intra-canal

En se plaçant dans le cas particulier d'un canal en glissement simple (un seul système basal actif), en cisaillement pur et une vitesse de cisaillement constante, il est possible d'intégrer analytiquement les lois d'évolution des densités de dislocations et densités de boucles et de déterminer l'évolution de la cission critique  $\tau_\mu^B$  dans le canal avec le cisaillement plastique dans le canal ( $\gamma_{ch}$ ).

En effet, en glissement simple, l'équation d'évolution de la densité de dislocation suivant le système basal considéré s'intègre et conduit à une loi en exponentielle saturante de la forme :

$$\rho_B = \rho_\infty - (\rho_\infty - \rho_0) \exp\left(-\frac{2y}{b}\gamma_{ch}\right)$$

avec

$$\rho_\infty = \frac{1}{2y\lambda}$$

De même la loi d'évolution de la densité de boucles s'intègre conduisant à une loi exponentielle décroissante :

$$N = N_0 \exp\left(-\frac{H}{b}\gamma_{ch}\right)$$

La cission critique s'écrit dans le cas du glissement simple :

$$\tau_\mu^B = \tau_0^B + \mu b \sqrt{\alpha^2 \rho_B + \alpha_i^2 N d}$$

Il est alors possible de tracer l'évolution de la cission critique dans le canal en fonction de la déformation dans le canal en reprenant les coefficients identifiés sur le matériau non irradié (Tab. 3.6).

TAB. 3.6 – Coefficients du matériau non irradié conservés dans la suite.

$\tau_0^B$ (MPa)	$Y$ (MPa)	$\nu$
40	80000	0.4

d'où  $\mu = \frac{Y}{2(1+\nu)} = 28570$  MPa et avec les coefficients suivant pour la loi d'écrouissage (Tab. 3.7).

TAB. 3.7 – Coefficients de la loi d'écroissage du matériau non irradié.

$\alpha$	$\lambda$	$y$	$\rho_0$
0.2	0.5 $\mu\text{m}$	5 nm	$10^{11} \text{ m}^{-2}$

De plus, on choisit comme densité initiale de boucles la valeur de  $N_0 = 5 \times 10^{22} \text{ m}^{-3}$  issue de la littérature. On considère que la taille moyenne des boucles est de  $d = 8 \text{ nm}$ , comme l'ont montré les observations MET. D'autre part, d'après le modèle d'annihilation des boucles, la distance de capture des boucles par la dislocation est de l'ordre de la taille des boucles  $H = d = 8 \text{ nm}$ . Pour une première approche, on considère que la force d'obstacle des défauts d'irradiation est égale à la force d'obstacle des dislocations de la forêt :  $\alpha_i = \alpha = 0.2$ . Les coefficients choisis sont rappelés dans le tableau 3.8.

TAB. 3.8 – Coefficients pour les défauts d'irradiation.

$\alpha_i$	$N_0$	$d$	$H$
0.2	$5 \times 10^{22} \text{ m}^{-3}$	8 nm	8 nm

Les évolutions de la densité de dislocations et de la densité de boucles, en fonction du cisaillement plastique dans le canal sont représentés sur les figures 3.38 et 3.39. La cission critique résultante de l'augmentation de la densité de dislocations et de la diminution de la densité de boucles est représentée sur la figure 3.40. Sur cette figure est aussi représentée l'évolution de la cission critique si on néglige l'effet de l'augmentation de la densité de dislocations dans le canal ( $\alpha = 0$ ,  $\alpha_i = 0.2$ ).

Ce graphique montre que, pour un cisaillement plastique de l'ordre de 20% dans le canal, la cission critique locale a atteint le niveau de la cission critique du matériau non irradié. On constate d'autre part que le terme d'écroissage lié à l'augmentation de la densité de dislocations dans les canaux ne modifie pas de façon importante la forme de l'évolution de la cission critique dans le canal, seul le niveau de la contrainte d'écoulement après balayage des boucles est modifié. Dans un premier temps et dans un souci de simplification, on choisit de négliger le terme d'écroissage lié à l'augmentation de la densité de dislocations, ce qui permet de ne pas prendre en compte 4 coefficients ( $y, \lambda, \rho_0, \alpha_B$ ). La cission critique dans le canal prend alors la forme suivante :

$$\tau_\mu^s = \tau_0^s + \alpha_i \mu b \sqrt{Nd}; \quad s \in B$$

### 3.2.6.2 Modèle analytique pour la contrainte macroscopique

Dans le cas d'un ellipsoïde fortement aplati ( $d_{ch}/d_g \ll 1$ ), plongé dans une matrice infinie élastique, soumis à une déformation plastique  $\varepsilon_{23}^p = \gamma_{ch}/2$  et dans le cas d'une sollicitation de



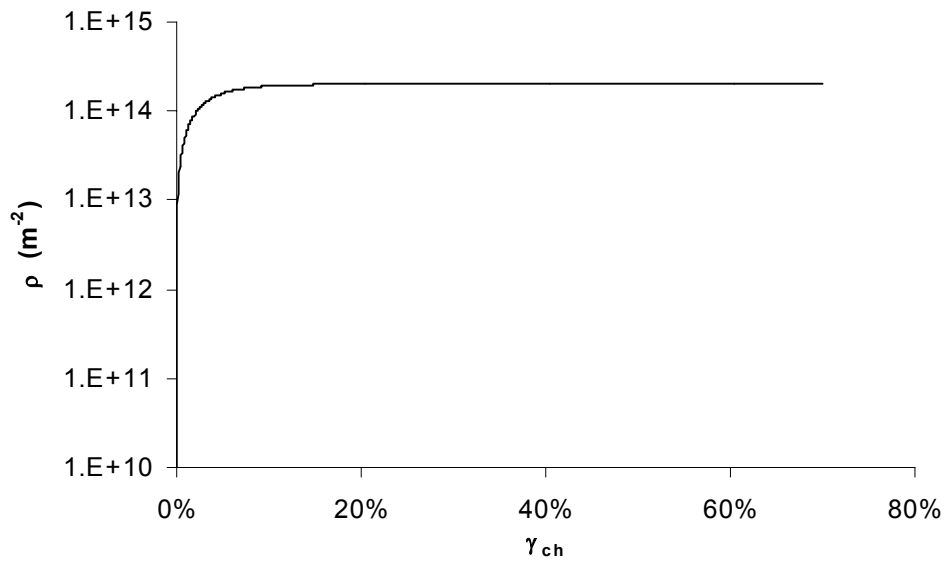


FIG. 3.38 – Evolution de la densité de dislocation avec la déformation dans le canal en glissement simple.

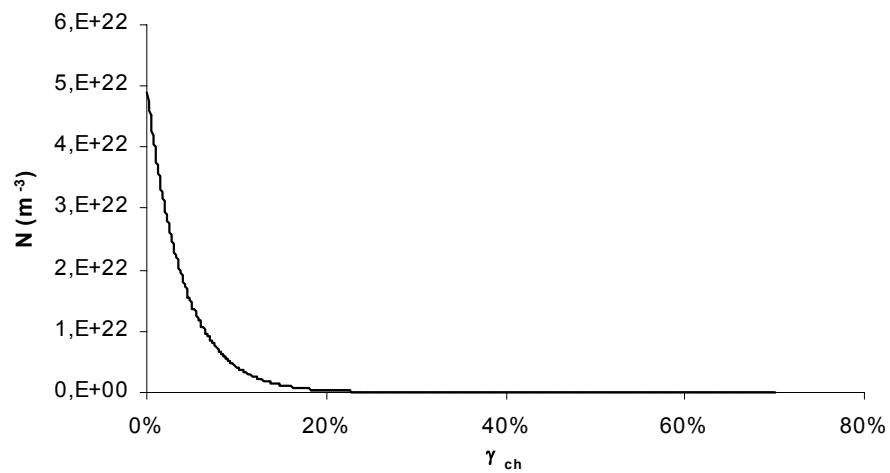


FIG. 3.39 – Evolution de la densité de boucles dans le canal avec le cisaillement plastique dans le canal.

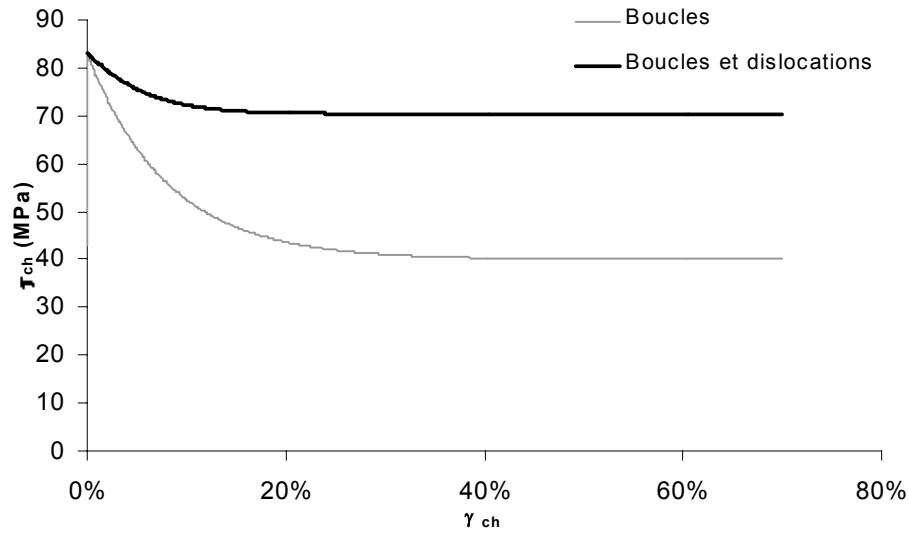


FIG. 3.40 – Evolution de la cission critique dans le canal avec le cisaillement plastique dans le canal.

cisaillement pur ( $\Sigma_{23}$ ) la relation de localisation issue des résultats d'Eshelby prend une forme simplifiée (Mura, 1982) :

$$\Sigma_{23} = \sigma_{23}^{ch} + 2\mu \frac{2-\nu}{4(1-\nu)} \pi \frac{d_{ch}}{d_g} \varepsilon_{23}^p$$

On peut réécrire cette formule en définissant comme précédemment un terme de contrainte interne :

$$\Sigma_{23} = \sigma_{23}^{ch} + \tau_{int}$$

avec

$$\tau_{int} = \mu \frac{2-\nu}{4(1-\nu)} \pi \frac{d_{ch}}{d_g} \gamma_{ch}$$

Comme on suppose que toute la déformation plastique de la phase cristalline considérée est concentrée dans les canaux, alors :

$$\gamma_g = f_{ch} \gamma_{ch}$$

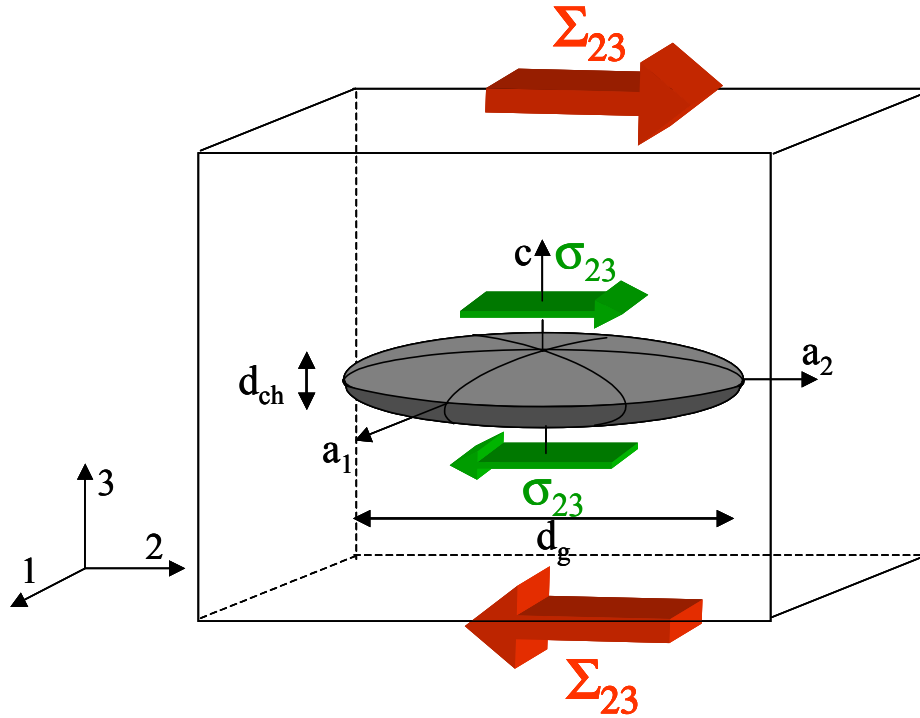
Les lois de comportement analytiques intra-canal en glissement simple, suivant un seul système basal et pour une vitesse de cisaillement constante, sont rappelées ci-dessous :

Evolution de la densité de boucles :

$$N = N_0 \exp\left(-\frac{H}{b} \gamma_{ch}\right)$$

Cission critique simplifiée dans le canal :

$$\tau_{\mu}^B = \tau_0^B + \alpha_i \mu b \sqrt{Nd}$$


 FIG. 3.41 – Cas particulier d'un ellipsoïde soumis à un cisaillement  $\Sigma_{23}$ .

On sait de plus, grâce par exemple à l'étude de Geyer, que la taille de grain ( $d_g$ ) est de l'ordre de 5 à 10  $\mu\text{m}$  et en moyenne de 8  $\mu\text{m}$ . Il a d'autre part été mis en évidence que la largeur des canaux est toujours telle que  $20 \text{ nm} \leq d_{ch} \leq 100 \text{ nm}$  et que la largeur moyenne est de l'ordre de  $\langle d_{ch} \rangle = 40$  à 80 nm. Pour la suite des calculs, on choisit la valeur de  $\langle d_{ch} \rangle = 60 \text{ nm}$ . On a aussi constaté expérimentalement que le nombre de canaux par grain est toujours tel que  $0 \leq n_{ch} \leq 10$ , le nombre moyen de canaux par grains étant de l'ordre de  $\langle n_{ch} \rangle = 3$  à 5. Les coefficients caractéristiques de la morphologie des canaux sont rappelés dans le tableau 3.9.

TAB. 3.9 – Dimensions des canaux.

$d_g$	$d_{ch}$
8 $\mu\text{m}$	60 nm

En considérant dans un premier temps que les grains de la phase cristalline considérée ne contiennent en moyenne qu'un seul canal ( $n_{ch} = 1$ ,  $f_{ch} = d_{ch}/d_g$ ), on peut tracer l'évolution (Fig. 3.42) de la contrainte macroscopique de cisaillement ( $\Sigma_{23}$ ) avec la déformation plastique moyenne dans le canal ( $\gamma_{ch}$ ) ainsi qu'avec la déformation plastique moyenne de la phase cristalline considérée ( $\gamma_g$ ) (Fig. 3.43).

On constate que, pour une déformation plastique des grains faible, la contrainte d'écoulement (en cisaillement) peut être très élevée. **Cette approche analytique met en évidence**

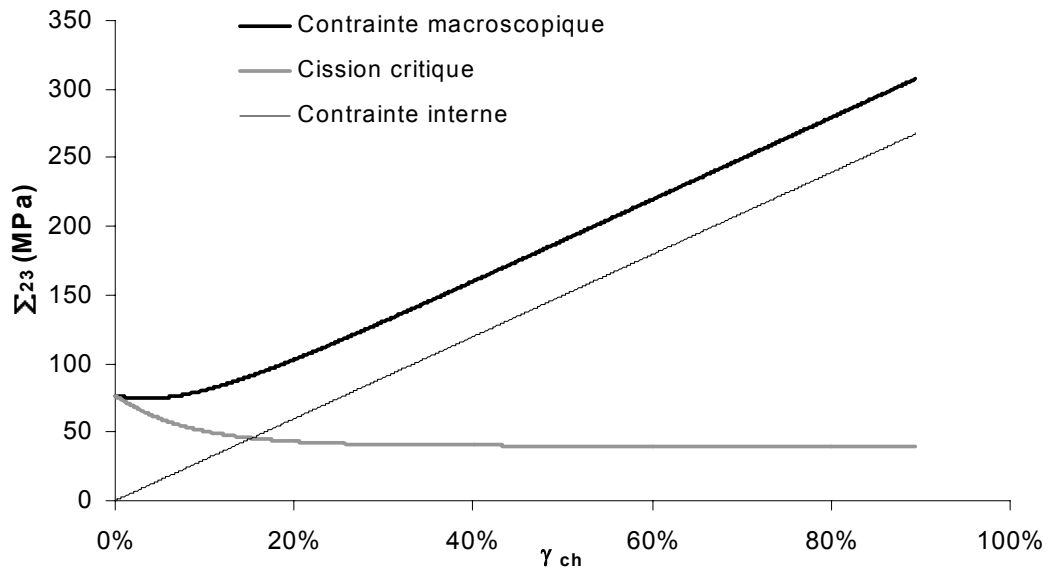


FIG. 3.42 – Evolution de la contrainte d'écoulement macroscopique en fonction de la déformation plastique dans les canaux.

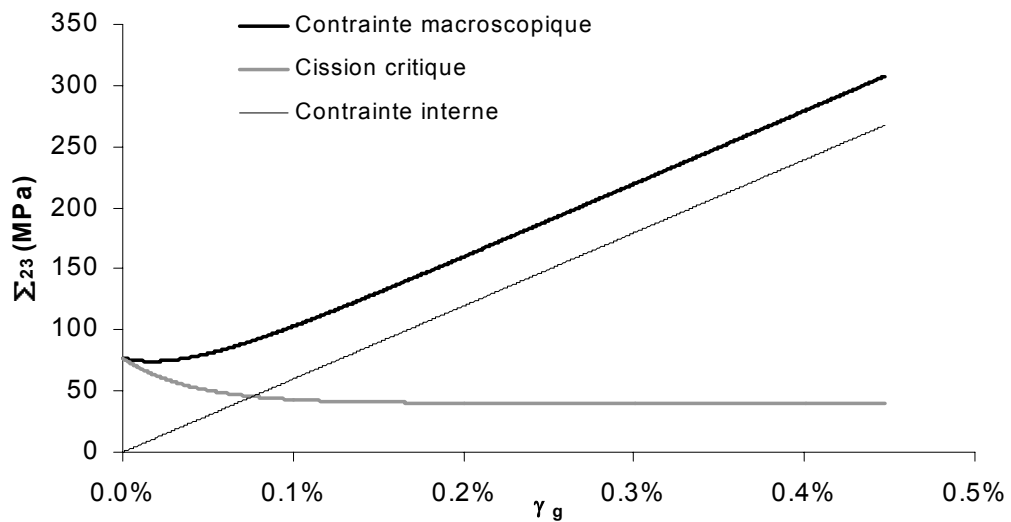


FIG. 3.43 – Evolution de la contrainte d'écoulement intra-canal, de la contrainte interne et de la contrainte macroscopique avec la déformation moyenne des grains de la phase considérée.

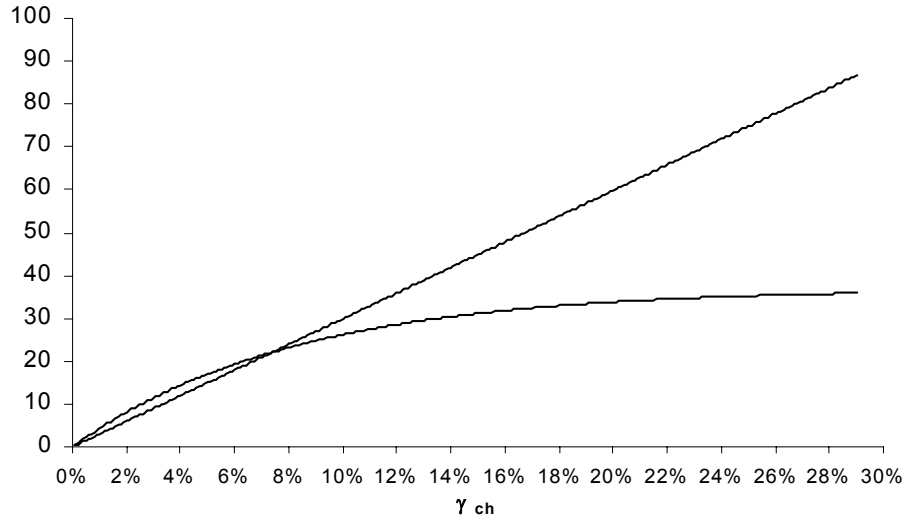


FIG. 3.44 – Résolution graphique de l'équation 3.1.

que, du fait de la localisation de la déformation dans les canaux, la contrainte macroscopique peut être très importante pour une déformation plastique des grains très faible. Cette première approche implique néanmoins une évolution linéaire de la contrainte macroscopique avec la déformation, ce qui n'est pas observé expérimentalement. De plus, il a été mis en évidence que les canaux se propagent de grains en grains, la matrice entourant les canaux ne peut donc pas être considérée comme élastique. D'autre part, puisque les grains ne comportent initialement pas de canaux, les canaux se multiplient quand la déformation plastique augmente, ce phénomène doit également être pris en compte dans la modélisation.

### 3.2.6.3 Prise en compte de l'augmentation de la fraction volumique de canaux

On peut constater sur la figure 3.42 que la contrainte macroscopique appliquée à l'ensemble inclusion-matrice, décroît dans un premier temps, du fait du balayage des défauts d'irradiation, puis croît ensuite de façon linéaire, comme la contrainte interne. Il existe donc un niveau de déformation plastique pour lequel la contrainte appliquée est égale à la contrainte initiale nécessaire pour créer un canal. Cette déformation est la solution de l'équation 3.1.

$$\mu \frac{2 - \nu}{4(1 - \nu)} \pi \frac{d_{ch}}{d_g} \gamma_{ch} = \alpha_i \mu b \sqrt{N_0 d} \left[ 1 - \exp \left( -\frac{H}{2b} \gamma_{ch} \right) \right] \quad (3.1)$$

La résolution graphique de l'équation (Fig. 3.44) montre que, pour les coefficients choisis, la contrainte macroscopique atteint la contrainte initiale appliquée pour une déformation dans le canal de  $\gamma_{ch}^0 = 8\%$ . On peut envisager que, lorsque le niveau de contrainte pour créer le premier canal est atteint, un autre canal peut être créé. Ainsi chaque canal ne véhiculerait qu'une déformation plastique  $\gamma_{ch}^0$ , la déformation plastique totale dans l'ensemble des canaux serait donc proportionnelle au nombre de canaux suivant la relation :

$$\gamma_{ch} = n_{ch}\gamma_{ch}^0$$

Néanmoins, ceci impliquerait que la contrainte macroscopique ne dépasse jamais la contrainte nécessaire pour créer le premier canal. Or dans notre interprétation du comportement mécanique, on suppose que les canaux sont créés pour une contrainte relativement faible et que l'augmentation de la contrainte d'écoulement macroscopique est liée à l'augmentation importante de la contrainte interne. La contrainte interne générée par la déformation dans les canaux est donc supérieure à la contrainte initiale pour créer un canal. On peut néanmoins supposer qu'il existe une déformation  $\gamma_{ch}^1$  pour laquelle la déformation dans le canal cesse et un autre canal est créé. Cette déformation  $\gamma_{ch}^1$  caractéristique de la durée de vie du canal peut être associée à l'arrêt de la source de dislocations ayant créé le canal, du fait des contraintes internes générées par l'empilement des dislocations bloquées au joint de grain. La déformation plastique totale dans l'ensemble s'écrit donc comme :

$$\gamma_{ch} = n_{ch}\gamma_{ch}^1$$

Il est possible de déduire de cette hypothèse une loi d'évolution pour la fraction volumique de canaux. En effet, la fraction volumique de canaux s'écrit :

$$f_{ch}^{(g)} \simeq n_{ch} \frac{d_{ch}}{d_g}$$

La fraction volumique de canaux évolue donc de façon linéaire avec la déformation dans l'ensemble des canaux :

$$f_{ch}^{(g)} = \frac{d_{ch}}{d_g} \frac{\gamma_{ch}^{(g)}}{\gamma_{ch}^1}$$

Comme on a :

$$\gamma_{ch}^{(g)} = \gamma_g \frac{1}{f_{ch}^{(g)}}$$

Alors la loi d'évolution de la fraction volumique de canaux s'écrit donc en fonction de la déformation plastique de la phase cristalline ( $\gamma_g$ ) sous la forme :

$$f_{ch}^{(g)} = \sqrt{\frac{d_{ch}}{d_g} \frac{\gamma_g}{\gamma_{ch}^1}}$$

Ce modèle conduit à une évolution de la fraction volumique de canaux du type racine carrée, en accord avec les observations expérimentales reportées sur la figure 2.72 ainsi qu'avec les résultats de Mori et Meshii (1969).

Cette loi d'évolution de la fraction volumique de canaux peut être généralisée de la façon suivante afin d'être introduite dans un modèle numérique :

$$\dot{f}_{ch} = \frac{d_{ch}}{d_g} \frac{1}{\gamma_{ch}^1} \sum_{s \in B} \left| \dot{\gamma}_s^{.ch} \right|$$

L'augmentation de la fraction volumique de canaux par phase cristalline au cours de la déformation s'explique par la nécessité de mieux répartir la déformation au sein des grains de façon à limiter l'augmentation de contrainte interne liée aux incompatibilités de déformation. En effet, le modèle analytique précédent montre que la contrainte interne attachée à une phase cristalline en inclusion dans un milieu élastique est de la forme :

$$\tau_{int} = \mu \frac{2 - \nu}{4(1 - \nu)} \pi \frac{d_{ch}}{d_g} \gamma_{ch}$$

ce qui peut s'écrire en fonction de la déformation plastique de la phase cristalline :

$$\tau_{int} = \mu \frac{2 - \nu}{4(1 - \nu)} \pi \frac{d_{ch}}{d_g} \frac{1}{f_{ch}} \gamma_g$$

En considérant que la fraction volumique de canaux de la phase évolue comme :

$$f_{ch}^{(g)} = \sqrt{\frac{d_{ch}}{d_g} \frac{\gamma_g}{\gamma_{ch}^1}}$$

On a alors :

$$\tau_{int} = \mu \frac{2 - \nu}{4(1 - \nu)} \pi \sqrt{\frac{d_{ch}}{d_g} \gamma_{ch}^1} \sqrt{\gamma_g}$$

Ceci démontre que la prise en compte de l'augmentation de la fraction volumique de canaux avec la déformation plastique conduit à une évolution en racine carrée de la contrainte interne avec la déformation plastique moyenne de la phase cristalline. En effet, comme la fraction volumique de canaux augmente, la déformation locale dans les canaux augmente de moins en moins rapidement quand la déformation macroscopique augmente. Ceci conduit ainsi à une augmentation de plus en plus lente de la contrainte interne, du fait de cette meilleure répartition de la déformation au sein des grains.

Expérimentalement, il a été déterminé que la fraction volumique de canaux augmente de 0 à 4% dans le domaine de déformation considérée. Si on considère, dans un premier temps, que la fraction volumique de canaux atteint une valeur de 4% pour un cisaillement plastique de 100%, alors le coefficient  $\gamma_{ch}^1$  est égal à 18.8%. L'évolution de la fraction volumique de canaux est représentée en fonction de la déformation dans les canaux et en fonction de la déformation de la phase cristalline sur les graphiques 3.45 et 3.46. Les évolutions de la contrainte interne, de la cission critique ainsi que de la contrainte macroscopique en fonction de la déformation plastique moyenne des grains sont représentées sur la figure 3.47.

#### 3.2.6.4 Prise en compte de la propagation des canaux de grains en grains

Expérimentalement, on constate que la contrainte d'écoulement macroscopique sature avec la déformation plastique, le taux d'écrouissage diminuant rapidement jusqu'à s'annuler. Or la prise en compte de l'augmentation de la fraction volumique de canaux avec la déformation implique une évolution en racine carrée de la contrainte macroscopique mais ne conduit pas à la saturation de celle-ci. La saturation de la contrainte macroscopique et la diminution importante

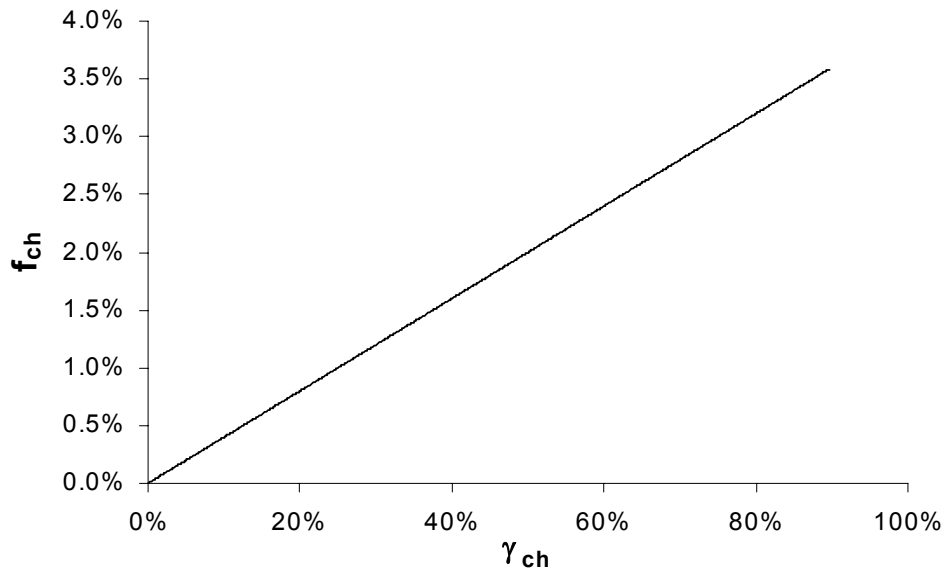


FIG. 3.45 – Evolution de la fraction volumique de canaux en fonction de la déformation dans les canaux.

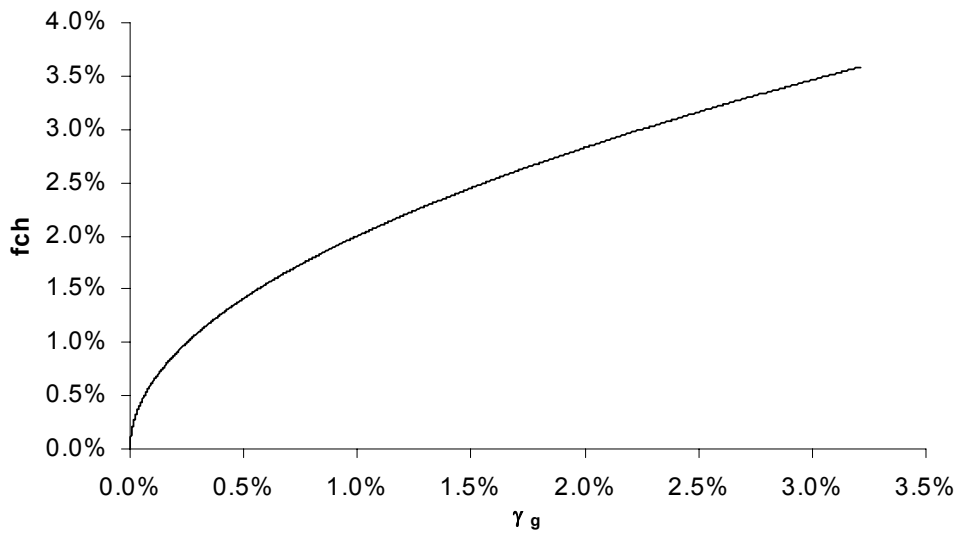


FIG. 3.46 – Evolution de la fraction volumique de canaux en fonction de la déformation plastique des grains.



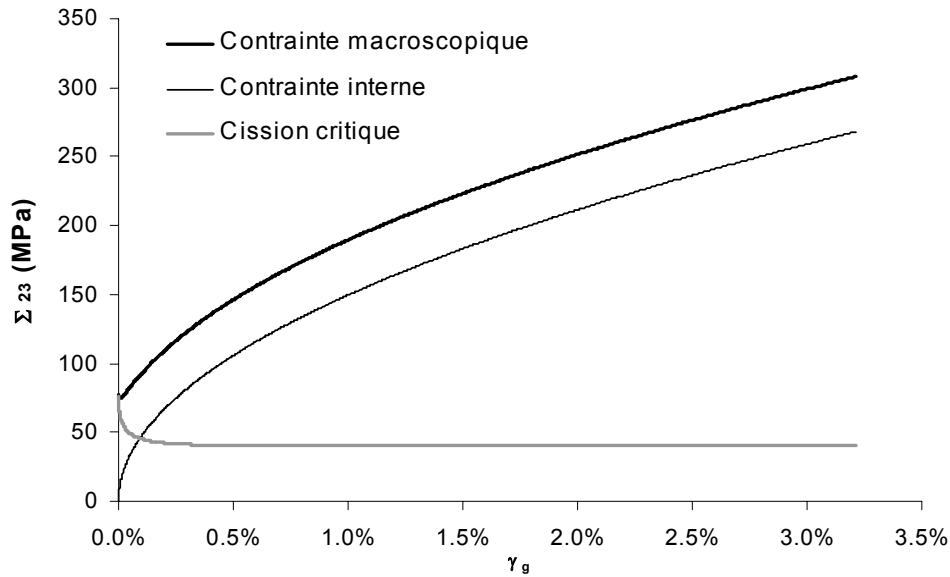


FIG. 3.47 – Evolution de la cission critique dans le canal, de la contrainte interne et de la contrainte macroscopique en prenant en compte l'augmentation de la fraction volumique de canaux.

du taux d'écroutissage qui lui est associée, est interprétée comme étant la conséquence de la propagation des canaux de grain en grain (Fig. 3.48), mécanisme équivalent à la plastification du milieu environnant les canaux.

Ce phénomène peut être pris en compte dans le modèle analytique en considérant que lorsque la longueur du canal est très grande devant sa largeur ( $d_g$ ), le canal qui s'est propagé à travers les grains est équivalent à un cylindre infini de section elliptique (Fig. 3.49), le grand axe de l'ellipse étant égale à la taille des grains ( $d_g$ ) et le petit axe étant égale à l'épaisseur du canal ( $d_{ch}$ ) avec de plus  $d_{ch} \ll d_g$ .

Dans le cas particulier où le cylindre est soumis à une déformation plastique  $\varepsilon_{23}^p = \gamma_{ch}/2$  suivant la direction infinie du cylindre et à une contrainte de cisaillement macroscopique  $\Sigma_{23}$ , il est possible d'appliquer les relations simplifiées données par Mura (1982) liant la contrainte macroscopique à la contrainte dans le canal :

$$\Sigma_{23} = \sigma_{23}^{ch} + 2\mu \frac{1}{\frac{d_{ch}}{d_g} + 1} \frac{d_{ch}}{d_g} \varepsilon_{23}^p$$

On définit comme précédemment un terme de contrainte interne qu'on écrit sous la forme :

$$\tau_{int} = K_i \mu \frac{d_{ch}}{d_g} \gamma_{ch}$$

avec

$$\Sigma_{23} = \sigma_{23}^{ch} + \tau_{int}$$

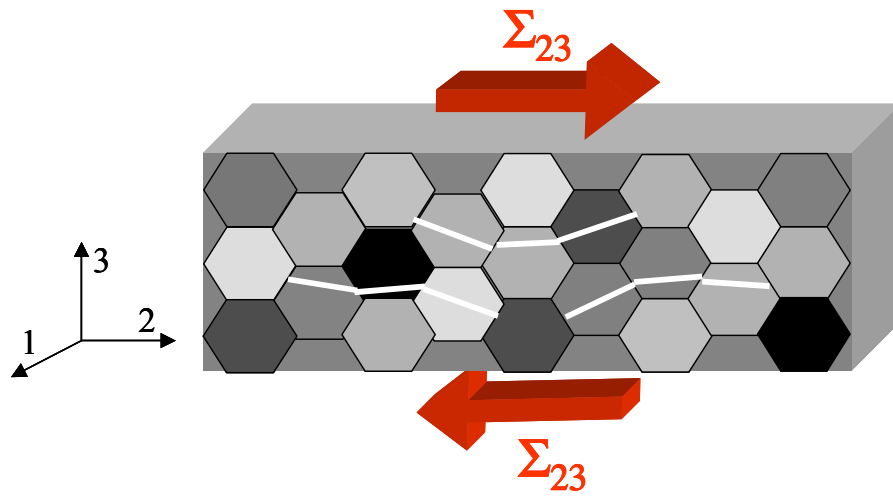


FIG. 3.48 – Représentation schématique du phénomène de propagation des canaux pour une sollicitation de cisaillement pur.

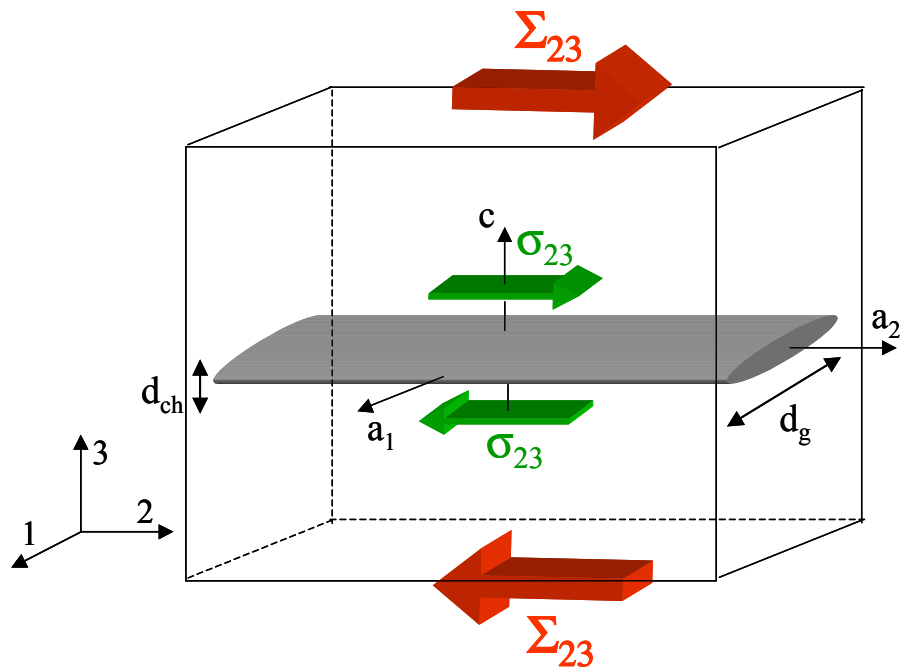


FIG. 3.49 – Représentation schématique de la microstructure lorsque les canaux se propagent de grain en grain.

où le coefficient  $K_i$  prend les valeurs  $K_1$  dans le cas de l'ellipsoïde de révolution aplati et  $K_2$  dans le cas du cylindre infini de section elliptique :

$$K_1 = \frac{2 - \nu}{4(1 - \nu)}\pi$$

$$K_2 = \frac{1}{\frac{d_{ch}}{d_g} + 1}$$

Les deux modèles, avec les deux valeurs de coefficients  $K_1$  et  $K_2$ , sont représentés sur la figure 3.51.

Une autre approche, plus aisée à intégrer dans un modèle numérique 3D, a également été étudiée. Celle-ci consiste à considérer que, du fait de la propagation progressive des canaux (qui induit une plastification de la matrice), seule une partie de la déformation du canal (la déformation effective  $\gamma_{ch}^{eff}$ ) conduit à la création de contraintes internes, cette déformation effective saturant progressivement à une valeur  $\gamma_{ch}^{sat}$  quand la propagation des canaux se poursuit. La forme adoptée pour l'évolution de la déformation est alors analogue à la loi d'érouissage cinématique non linéaire, le paramètre  $\gamma_{ch}^{sat}$  pilotant la cinétique et le niveau de saturation de la déformation effective :

$$\frac{d\gamma_{ch}^{eff}}{d\gamma_{ch}} = 1 - \frac{\gamma_{ch}^{eff}}{\gamma_{ch}^{sat}}$$

ce qui s'intègre dans le cas de notre modèle analytique sous la forme :

$$\gamma_{ch}^{eff} = \gamma_{ch}^{sat} \left[ 1 - \exp\left(-\frac{\gamma_{ch}}{\gamma_{ch}^{sat}}\right) \right]$$

Suivant ce modèle, le terme de contrainte interne s'écrit alors comme :

$$\tau_{int} = \mu \frac{2 - \nu}{4(1 - \nu)} \pi \frac{d_{ch}}{d_g} \gamma_{ch}^{eff}$$

Le résultat de ce modèle avec le coefficient  $\gamma_{ch}^{sat} = 33\%$  a été représenté sur la figure 3.51. L'évolution de  $\gamma_{ch}^{eff}$  en fonction de  $\gamma_{ch}$  est également représenté sur la figure 3.50. Cette approche conduit à une contrainte macroscopique qui évolue initialement comme dans le cas d'un ellipsoïde puis rejoint progressivement la contrainte macroscopique pour un cylindre infini mais sature de façon plus importante que dans le cas du cylindre infini.

Cette dernière démarche présente des similitudes avec la démarche adoptée pour la construction du modèle polycristallin. Celle-ci sera donc plus aisée à intégrer dans le modèle déjà développé pour le matériau non irradié.

### 3.2.6.5 Prise en compte de la viscosité dans le modèle analytique

Afin de prendre en compte la viscosité dans le modèle analytique, on fait l'hypothèse, comme précédemment, que la vitesse de déformation plastique dans les canaux est constante ( $\dot{\gamma}_{ch} = cst$ ). On peut alors écrire la contrainte visqueuse dans le canal comme :

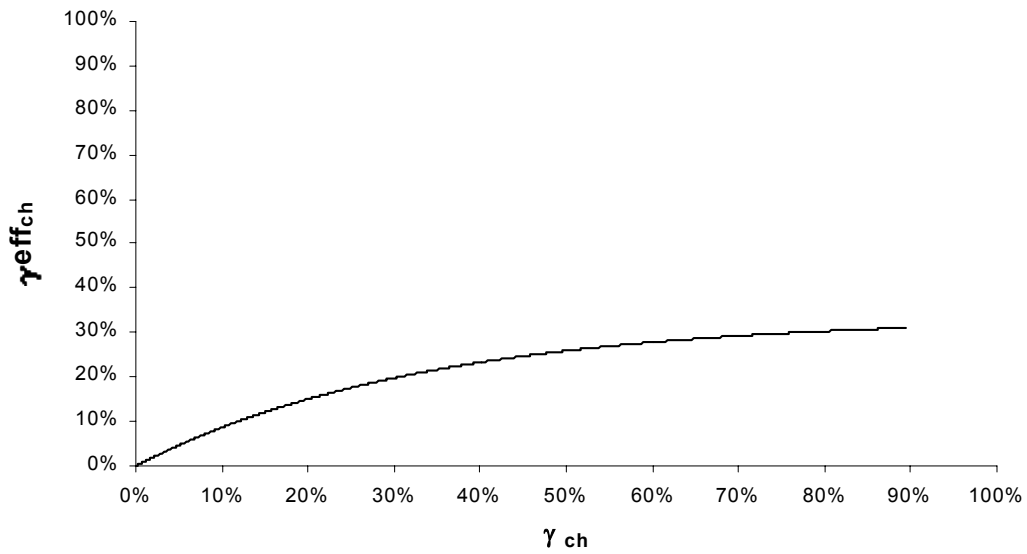


FIG. 3.50 – Evolution de la déformation plastique effective dans les canaux avec la déformation plastique.

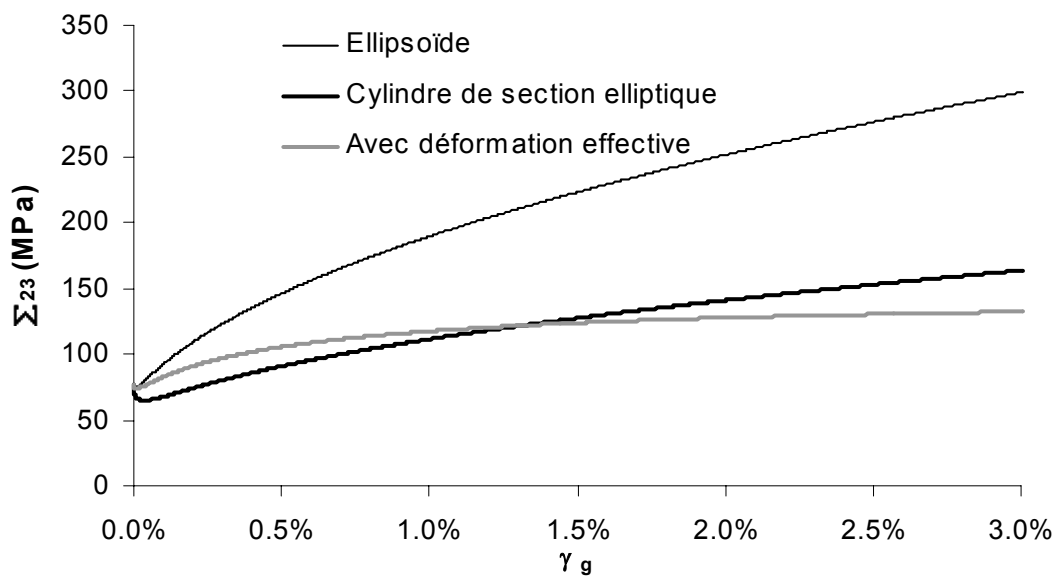


FIG. 3.51 – Evolution de la contrainte macroscopique dans le cas d'un ellipsoïde aplati, d'un cylindre infini de section elliptique et dans le cas de la prise en compte, par une déformation effective, de la plastification du milieu environnant le canal .

$$\tau_v^{ch} = \frac{kT}{V_B} \ln \left( \frac{\dot{\gamma}_{ch}}{\dot{\gamma}_0} \right)$$

avec

$$\dot{\gamma}_{ch} = \frac{\dot{\gamma}_g}{f_{ch}}$$

d'où

$$\tau_v^{ch} = \frac{kT}{V_B} \left[ \ln \left( \frac{\dot{\gamma}_g}{\dot{\gamma}_0} \right) + \ln \left( \frac{1}{f_{ch}} \right) \right]$$

Le premier terme correspond à la contrainte visqueuse classique du système basal, tandis que le terme additionnel est la conséquence d'une vitesse de déformation plastique locale importante dans les canaux, liée à la localisation de la déformation :

$$\tau_v^{loca} = \frac{kT}{V_B} \ln \left( \frac{1}{f_{ch}} \right)$$

Ce deuxième terme peut être estimé en prenant les coefficients identifiés sur le matériau non irradié ( $V_B = 60b^3$ ) et en choisissant une fraction volumique moyenne de canaux de l'ordre de  $1\% \leq f_{ch} \leq 3\%$ . Le terme additionnel est donc de l'ordre de  $13 \text{ MPa} \leq \tau_v^{loca} \leq 20 \text{ MPa}$ . En conclusion, le phénomène de localisation de la déformation a un effet limité sur la contrainte visqueuse, en revanche, le fait que le glissement basal soit activé au lieu du glissement prismatique conduit à une sensibilité à la vitesse plus grande ( $V_B < V_P$ ) et donc une contrainte visqueuse plus importante.

### 3.2.7 Modèle numérique 3D

Grâce à cette nouvelle description schématique du matériau irradié, il est possible de mettre en place un modèle numérique 3D prenant en compte les différents mécanismes mis en évidence et modélisés de façon analytique. Les lois intra-phases sont les mêmes que précédemment, l'augmentation de la fraction volumique de canaux avec la déformation plastique est prise en compte par l'approche empirique adoptée au paragraphe précédent. La loi de localisation, qui permet de décrire l'interaction entre les canaux et le milieu environnant, prend en compte la morphologie des canaux par l'intermédiaire du tenseur d'Eshelby  $\mathcal{S}_{ch}^{(g)}$ . Néanmoins, dans le cadre du modèle numérique 3D, il est nécessaire que cette relation permette de vérifier l'auto-équilibrage du problème ( $\langle \underline{\underline{\sigma}} \rangle_{VER} = \underline{\underline{\Sigma}}$ ).

#### 3.2.7.1 Démarche pour l'auto-équilibrage du problème

La démarche adoptée pour satisfaire l'auto-équilibrage du problème consiste à ajouter un second terme à la relation de localisation d'Eshelby (appelé contrainte image par Mura (1982)). On choisit alors une relation de localisation de la forme :

$$\underline{\underline{\sigma}}_{ch}^{(g)} = \underline{\underline{\Sigma}} + \mathcal{C} : \left( \mathcal{I} - \mathcal{S}_{ch}^{(g)} \right) : \left( \underline{\underline{\varepsilon}}_{ch}^p - \underline{\underline{y}}_{ch} \right)$$

La grandeur  $\underline{y}_{ch}$  doit permettre de vérifier la condition d'auto-équilibrage, mais le choix de  $\underline{y}_{ch}$  n'est pas unique car seule une condition sur sa valeur moyenne est donnée par la relation d'auto-équilibrage :

$$\sum_{g \in G} f_g f_{ch}^{(g)} \mathcal{C} : \left( \mathcal{I} - \mathcal{S}_{ch}^{(g)} \right) : \underline{\underline{\varepsilon}}_{ch}^p = \sum_{g \in G} f_g f_{ch}^{(g)} \mathcal{C} : \left( \mathcal{I} - \mathcal{S}_{ch}^{(g)} \right) : \underline{y}_{ch}$$

Afin de choisir une formulation de  $\underline{y}_{ch}$  on se place, seulement dans ce cas spécifique, dans l'hypothèse de l'homogénéité de la déformation pour tous les grains  $\underline{\underline{\varepsilon}}_g = \underline{\underline{E}}$ . Cette hypothèse implique que :

$$\underline{\underline{E}} = \underline{\underline{\varepsilon}}_g = f_{ch} \underline{\underline{\varepsilon}}_{ch} + (1 - f_{ch}) \underline{\underline{\varepsilon}}_{hc}$$

De plus, avec l'hypothèse :

$$\underline{\underline{\sigma}}_{hc} = \underline{\underline{\Sigma}}$$

on obtient alors :

$$\underline{\underline{E}} = \underline{\underline{E}}^p + \mathcal{C}^{-1} \underline{\underline{\Sigma}} = f_{ch} \left( \mathcal{C}^{-1} \underline{\underline{\sigma}}_{ch} + \underline{\underline{\varepsilon}}_{ch}^p \right) + (1 - f_{ch}) \mathcal{C}^{-1} \underline{\underline{\Sigma}}$$

ce qui conduit à la relation de localisation qui vaut dans ce cas spécifique :

$$\underline{\underline{\sigma}}_{ch} = \underline{\underline{\Sigma}} + \mathcal{C} \left( \frac{1}{f_{ch}} \underline{\underline{E}}^p - \underline{\underline{\varepsilon}}_{ch}^p \right)$$

Cette relation vérifie bien

$$\langle \underline{\underline{\sigma}} \rangle_{VER} = \sum_{g \in G} f_g \langle \underline{\underline{\sigma}} \rangle_g = \sum_{g \in G} f_g \left( f_{ch} \underline{\underline{\sigma}}_{ch} + (1 - f_{ch}) \underline{\underline{\sigma}}_{hc} \right) = \underline{\underline{\Sigma}}$$

Par analogie avec cette approche, on propose de choisir comme contrainte image attachée à chaque inclusion,  $\underline{y}_{ch}$ , telle que :

$$\underline{y}_{ch} = \frac{1}{f_{ch}^{(g)}} \underline{\underline{Y}}$$

où  $\underline{\underline{Y}}$  est une grandeur macroscopique analogue à la déformation plastique macroscopique d'après l'analyse précédente. Cette dernière peut-être déterminée grâce à la relation d'auto-équilibrage :

$$\sum_{g \in G} f_g f_{ch}^{(g)} \mathcal{C} : \left( \mathcal{I} - \mathcal{S}_{ch}^{(g)} \right) : \underline{\underline{\varepsilon}}_{ch}^p = \sum_{g \in G} f_g f_{ch}^{(g)} \mathcal{C} : \left( \mathcal{I} - \mathcal{S}_{ch}^{(g)} \right) : \frac{1}{f_{ch}^{(g)}} \underline{\underline{Y}}$$

ce qui se réécrit sous la forme :

$$\sum_{g \in G} f_g f_{ch}^{(g)} \mathcal{C} : \left( \mathcal{I} - \mathcal{S}_{ch}^{(g)} \right) : \underline{\underline{\varepsilon}}_{ch}^p = \left[ \sum_{g \in G} f_g \mathcal{C} : \left( \mathcal{I} - \mathcal{S}_{ch}^{(g)} \right) \right] : \underline{\underline{Y}}$$

d'où on en déduit la grandeur macroscopique  $\underline{\underline{Y}}$  :

$$\underline{\underline{Y}} = \left[ \sum_{g \in G} f_g \mathcal{C} : (\mathcal{I} - \mathcal{S}_{ch}^{(g)}) \right]^{-1} : \left[ \sum_{g \in G} f_g f_{ch}^{(g)} \mathcal{C} : (\mathcal{I} - \mathcal{S}_{ch}^{(g)}) : \underline{\underline{\varepsilon}}_{ch}^p \right]$$

Dans le cas de sphères, on retrouve bien pour  $\underline{\underline{Y}}$  :

$$\underline{\underline{Y}} = \frac{1}{f_{ch}} \underline{\underline{E}}^p$$

La relation de localisation prenant alors la forme suivante :

$$\underline{\underline{\sigma}}_{ch} = \underline{\underline{\Sigma}} + 2\mu(1 - \beta) \left( \frac{1}{f_{ch}} \underline{\underline{E}}^p - \underline{\underline{\varepsilon}}_{ch}^p \right)$$

### 3.2.7.2 Propagation des canaux

Dans le modèle numérique 3D, la propagation des canaux (ou plastification du milieu environnant) est prise en compte par l'introduction d'une déformation effective des canaux, notée  $\underline{\underline{\beta}}_{ch}^{(g)}$ , qui évolue de façon non linéaire avec la déformation plastique dans le canal  $\underline{\underline{\varepsilon}}_{ch}^p$ . La relation de localisation prend alors la forme suivante :

$$\underline{\underline{\sigma}}_{ch}^{(g)} = \underline{\underline{\Sigma}} + \mathcal{C} : (\mathcal{I} - \mathcal{S}_{ch}^{(g)}) : \left( \frac{1}{f_{ch}} \underline{\underline{B}} - \underline{\underline{\beta}}_{ch}^{(g)} \right)$$

La grandeur macroscopique  $\underline{\underline{B}}$  étant définie de façon à vérifier la condition d'auto-équilibrage ( $\underline{\underline{\Sigma}} = \langle \underline{\underline{\sigma}} \rangle_{VER}$ ) :

$$\underline{\underline{B}} = \left[ \sum_{g \in G} f_g \mathcal{C} : (\mathcal{I} - \mathcal{S}_{ch}^{(g)}) \right]^{-1} : \left[ \sum_{g \in G} f_g f_{ch} \mathcal{C} : (\mathcal{I} - \mathcal{S}_{ch}^{(g)}) : \underline{\underline{\beta}}_{ch}^{(g)} \right]$$

La loi adoptée pour l'évolution de la variable  $\underline{\underline{\beta}}_{ch}^{(g)}$  est identique à celle choisie pour le matériau non irradié (en prenant  $\delta = 0$  pour simplifier) :

$$\dot{\underline{\underline{\beta}}}_{ch}^{(g)} = \dot{\underline{\underline{\varepsilon}}}_{ch}^p - D \underline{\underline{\beta}}_{ch}^{(g)} \|\dot{\underline{\underline{\varepsilon}}}_{ch}^p\| - M \left( \|\underline{\underline{\beta}}_{ch}^{(g)}\| \right)^m \underline{\underline{\beta}}_{ch}^{(g)}$$

avec  $\|\underline{\underline{a}}\| = \sqrt{\frac{2}{3} \underline{\underline{a}} : \underline{\underline{a}}}$ .

Néanmoins, contrairement au cas du matériau non irradié, on ne cherchera pas ici à satisfaire les conditions d'autocohérence en identifiant le coefficient  $D$  de la loi de localisation sur une approche du type de celle de Berveiller et Zaoui. En effet, dans notre situation, l'approche auto-cohérente ne semble pas s'adapter, puisque les canaux (ou ensemble des canaux des grains de même orientation) sont entourés à la fois des autres canaux mais également d'une matrice élastique qui n'est pas considérée dans ce schéma d'homogénéisation. De plus, l'approche de Berveiller et Zaoui n'est pas adaptée à la morphologie des inclusions considérées. On choisit donc d'identifier le coefficient  $D$ , caractéristique de la cinétique de l'accommodation plastique intergranulaire, directement sur le comportement macroscopique. Ainsi, suivant notre schéma, les inclusions ellipsoïdales, correspondant à l'ensemble de tous les canaux de tous les grains de même orientation, sont plongées dans un milieu homogène de comportement élasto-viscoplastique caractérisé par les coefficients de la loi de localisation ( $D, M, m$ ).

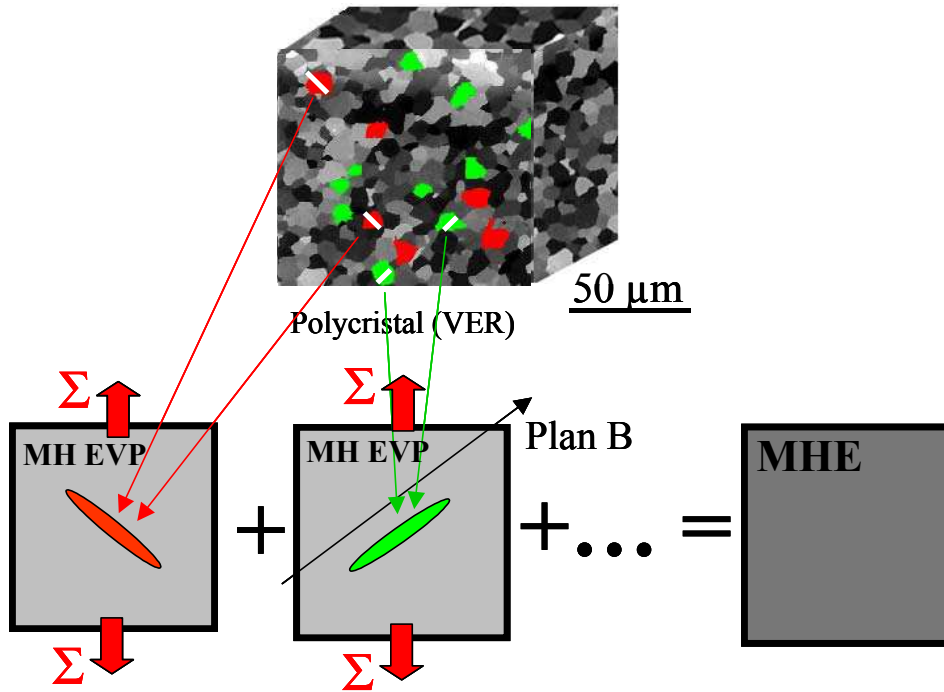


FIG. 3.52 – Principe du modèle d'homogénéisation pour le matériau irradié.

### 3.2.7.3 Rappel du comportement intra-canal

Au sein du canal les lois classiques de plasticité cristalline s'appliquent :

- La cission résolue  $\tau_s^{ch}$  dans le canal est calculée en projetant la contrainte appliquée dans le canal  $\underline{\sigma}_{ch}$  sur les systèmes basaux :

$$\tau_s^{ch} = \underline{\sigma}_{ch} : \underline{\mu}_s^{(g)} ; s \in B$$

où  $\underline{\mu}_s^{(g)}$  est le tenseur d'orientation du système défini par :

$$\underline{\mu}_s^{(g)} = \frac{1}{2}(\underline{l}_s \otimes \underline{n}_s + \underline{n}_s \otimes \underline{l}_s) ; s \in B$$

- La cission critique est égale à la somme de la cission critique du système basal et d'un terme de durcissement proportionnel à la racine carrée de la densité de boucles induites par l'irradiation :

$$\tau_\mu^s = \tau_0^s + \alpha_i \mu b \sqrt{Nd} ; s \in B$$

- L'adoucissement local est pris en compte par une loi d'évolution de la densité de boucles qui inclue un terme d'annihilation lié au glissement des dislocations :

$$\dot{N} = -\frac{H}{b} N \sum_{s \in B} |\dot{\gamma}_s| ; s \in B$$

- La partie visqueuse de la cission s'écrit, comme pour le matériau non irradié, sous la forme :



$$\tau_s^v = \left| \tau_s^{ch} \right| - \tau_\mu^s ; \quad s \in B$$

- La loi d'écoulement dans le canal prend la même forme que dans le cas non irradié :

$$\dot{\gamma}_s^{ch} = \dot{\gamma}_0 \sinh \left( \frac{V_s [\tau_s^v]^+}{kT} \right) \text{sgn}(\tau_s^{ch}) ; \quad \text{avec } [x]^+ = \max(x, 0) \quad \text{et } s \in B$$

- La vitesse de déformation plastique du canal est la résultante des vitesses de cisaillement suivant les différents systèmes de glissement basaux :

$$\underline{\underline{\dot{\epsilon}}}_{ch}^p = \sum_{s \in B} \dot{\gamma}_s^{ch} \underline{\underline{\mu}}_s^{(g)}$$

### 3.2.7.4 Etape d'homogénéisation

L'élasticité étant homogène, la déformation plastique macroscopique est égale à la somme des déformations plastiques dans les canaux, pondérées par les fractions volumiques correspondantes.

$$\underline{\underline{\dot{E}}}^p = \sum_{g \in G} f_g \left( f_{ch}^{(g)} \underline{\underline{\dot{\epsilon}}}_{ch}^p + f_{ch}^{(g)} \underline{\underline{\dot{\epsilon}}}_{ch}^p \right)$$

La fraction volumique de canaux dans l'ensemble des grains de même orientation augmente proportionnellement à la déformation dans les canaux :

$$f_{ch}^{(g)} = \frac{d_{ch}}{d_g} \frac{1}{\gamma_{ch}^1} \sum_{s \in B} \left| \dot{\gamma}_s^{ch} \right|$$

Il faut par ailleurs noter que la formulation adoptée pour la loi de localisation ne permet pas de choisir une fraction volumique initiale de canaux nulle. On impose donc une valeur faible à la fraction volumique initiale de canaux,  $f_{ch}^{(g)}(0)$  de l'ordre de 0.1%.

### 3.2.7.5 A l'échelle du VER

Le volume élémentaire représentatif a un comportement élastique homogène et isotrope donné par :

$$\underline{\underline{\Sigma}} = \mathcal{C}(\underline{\underline{E}} - \underline{\underline{E}}^p)$$

où  $\mathcal{C}$  est le tenseur des modules d'élasticité, tenseur d'ordre 4 défini par :

$$\mathcal{C} = 2\mu \left\{ \mathcal{I} - \frac{\nu}{1 - 2\nu} \underline{\underline{1}} \otimes \underline{\underline{1}} \right\}$$

### 3.2.7.6 Paramètres et coefficients du modèle

Les coefficients du modèle sont les coefficients caractéristiques du matériau non irradié, néanmoins, comme dans ce cas seul le système de glissement basal est actif, les coefficients des autres systèmes de glissement ne sont pas considérés. On ne retient alors que les coefficients suivant :

- Les coefficients caractéristiques de l'élasticité :  $Y, \nu$ .
- Les coefficients caractéristiques du système de glissement basal :  $\dot{\gamma}_0, V_B, \tau_0^B$ .

La prise en compte des effets de l'irradiation dans le modèle conduit à l'introduction de nouveaux coefficients :

- Les coefficients de la loi intra-canal :  $N_0, d, H, \alpha_i$ .
- Les coefficients caractéristiques de la morphologie et de l'évolution de la fraction volumique de canaux :  $d_g, d_{ch}, \gamma_{ch}^1$ .
- Les paramètres ajustables de la loi d'évolution de la variable interne  $\beta_{ch}^{(g)}$  :  $D, m, M$ .

L'ensemble des 13 coefficients et 3 paramètres du modèle pour le matériau irradié sont synthétisés dans le tableau 3.10.

TAB. 3.10 – Synthèse des 13 coefficients et 3 paramètres du modèle pour le matériau irradié.

Elasticité :	$Y$	$\nu$	-	-
Loi d'écoulement :	$\dot{\gamma}_0$	-	-	-
Cission critique :	$\tau_0^B$	-	-	-
Volume d'activation :	$V_B$	-	-	-
Loi intra-canal :	$\alpha_i$	$N_0$	$H$	$d$
Canaux :	$d_g$	$d_{ch}$	$\gamma_{ch}^1$	$f_{ch}^{(g)}(0)$
Loi de localisation :	$D$	$M$	$m$	-

### 3.2.7.7 Identification des coefficients et paramètres

Dans le cas du matériau irradié, la stratégie d'identification est plus simple que dans le cas du matériau non irradié. En effet, un certain nombre de coefficients ont été préalablement identifiés sur le matériau non irradié et les analyses microstructurales ainsi que les modèles physiques fournissent des estimations pour la plupart des autres coefficients :

- L'élasticité n'est pas modifiée par l'irradiation :  $Y = 80000$  MPa,  $\nu = 0.4$ .
- La cission critique du système basal du matériau sans défaut d'irradiation a été identifiée sur le matériau non irradié :  $\tau_0^B = 40$  MPa.
- Les paramètres de la loi d'écoulement ne sont pas modifiés par l'irradiation (le mécanisme contrôlant la cinétique de déformation reste le franchissement des vallées de Peierls) :  $\dot{\gamma}_0 = 10^{-10}$  s<sup>-1</sup> et  $V_B = 60b^3$ .
- D'après nos observations et les résultats de la littérature, le diamètre moyen des boucles est de l'ordre de  $d = 8$  nm, et la densité initiale de boucles est de l'ordre de  $N_0 = 5 \times 10^{22}$  m<sup>-3</sup>.
- En accord avec le modèle physique d'annihilation des boucles par les dislocations, on considère que la distance de capture est égale au diamètre des boucles :  $H = d = 8$  nm.
- D'après les données de Geyer, la taille moyenne des grains est de  $d_g = 8$  μm. Ce paramètre est figé pour l'identification.

- De plus, par souci de simplicité, on choisit de conserver la valeur du coefficient  $M$  identifié sur le comportement du matériau irradié ( $M = 0.16$ ).

Cette analyse permet ainsi de figer 9 des 13 coefficients ainsi qu’un des trois paramètres du modèle. Il reste alors seulement à déterminer 4 coefficients et 2 paramètres :

- La force d’obstacle des boucles ( $\alpha_i$ ) est du même ordre que celle entre dislocations, identifiée sur matériau non irradié ( $\alpha = 0.2$ ). On a de plus nécessairement  $0 \leq \alpha_i \leq 1$ . On s’attend à une valeur de  $\alpha_i$  faible car les jonctions créées entre boucles et dislocations glissant dans le plan de base sont toujours glissiles. On identifie  $\alpha_i$  sur la contrainte d’écoulement à 0.005% de déformation plastique.
- Notre analyse expérimentale montre que la largeur moyenne des canaux est de l’ordre de  $d_{ch} = 40$  à  $80$  nm et que celle-ci est toujours inférieure à  $100$  nm. Ce paramètre est identifié sur les simulations et comparé ensuite aux résultats expérimentaux.
- Le coefficient  $\gamma_{ch}^1$  caractéristique de l’évolution de la fraction volumique de canaux. Il a été mis expérimentalement en évidence que la fraction volumique moyenne de canaux ( $f_{ch}$ ) est inférieure à 4% pour des déformations plastiques macroscopiques inférieures à  $E^p \leq 0.5\%$ . Le coefficient  $\gamma_{ch}^1$  est identifié sur le taux d’écrouissage en début d’écoulement et en accord avec les fractions volumiques de canaux observées expérimentalement.
- La fraction volumique initiale de canaux est également identifiée pour reproduire le comportement mécanique. Celle-ci est choisie de façon à être la plus faible possible  $f_{ch}^{(g)}(0)$  de l’ordre de 0.1%. Néanmoins ce coefficient pilote, en partie, le taux d’écrouissage initial et ne peut être choisi trop faible.
- Le coefficients  $D$  de la loi de localisation est identifié sur le comportement macroscopique. Comme la matrice entourant les canaux est globalement plus élastique que dans le cas non irradié, on s’attend à une valeur de ce coefficient inférieure à celle identifiée sur la matériau non irradié. Le coefficient  $D$  pilote le niveau de saturation de la contrainte d’écoulement macroscopique.
- Le coefficient  $m$  de la loi de localisation est identifié sur la phase de relaxation, tout en rendant compte correctement de la sensibilité à la vitesse de déformation.

Seuls les deux paramètres  $D$  et  $m$  sont réellement laissés libres, étant donnés les encadrements pour les quatre coefficients  $\alpha_i$  et  $\gamma_{ch}^1$ ,  $f_{ch}^{(g)}(0)$  et  $d_{ch}$ . Néanmoins, afin de parvenir à reproduire correctement le comportement macroscopique, il est nécessaire de permettre au coefficient  $d_{ch}$  de sortir de l’encadrement imposé par les résultats expérimentaux. Il a également été constaté que les résultats de l’essai (Zy-4i-1) réalisé sur Zy-4 recristallisé irradié ( $0.4 \times 10^{25}$  n/m<sup>2</sup>) diffèrent de façon conséquente des résultats obtenus pour le M5 (M5i-1a) plus fortement irradié ( $3.7 \times 10^{25}$  n/m<sup>2</sup>) alors que les deux essais sont réalisés dans les mêmes conditions. On choisit donc d’identifier deux coefficients  $d_{ch}$  différents pour ces deux matériaux. Les coefficients et paramètres identifiés sont donnés dans les tableaux 3.11 et 3.12.

Il apparaît de plus que la pente élastique de l’essai réalisé sur Zy-4 recristallisé diffère de la pente élastique pour le M5 irradié. Afin de mieux rendre compte des données expérimentales,

TAB. 3.11 – Coefficients identifiés.

$\alpha_i$	$f_{ch}^{(g)}(0)$	$\frac{d_{ch}}{d_g \gamma_{ch}^0}$	$d_{ch}$ pour le Zy-4	$d_{ch}$ pour le M5
0.1	0.5%	0.05	140 nm	210 nm

TAB. 3.12 – Paramètres de la loi de localisation.

$m$	$D$
2.7	16

on choisit un module d'Young de  $Y = 87000$  MPa pour l'essai réalisé sur la gaine en Zy-4 recristallisé.

### 3.2.7.8 Résultats et discussion

Les essais simulés sont comparés aux quatre essais de la base sur les figures 3.53, 3.54, 3.55, 3.56, 3.57, 3.58 et 3.59.

On constate que le modèle permet de bien décrire l'ensemble des essais réalisés sur matériau irradié avec peu de paramètres ajustables (seulement deux paramètres ajustables  $D$  et  $m$ , l'un pour l'érouissage, l'autre pour la relaxation, les autres coefficients ayant une signification physique claire) l'ensemble des autres coefficients étant identifié sur le comportement du matériau non irradié ou bien à partir des observations expérimentales MET. On note néanmoins que la largeur moyenne des canaux  $d_{ch}$  doit nécessairement être prise plus grande que celle observée expérimentalement afin de reproduire à la fois la saturation rapide ( $D$  pas trop faible) de la contrainte ainsi qu'un niveau de contrainte d'écoulement suffisamment élevé. Ceci se justifie, d'une part, par la simplicité de l'approche et, d'autre part, par le fait qu'il n'y a pas, dans les grains, un canal isolé, mais que les grains comportent en général plusieurs canaux répartis dans toute la largeur du grain. Ainsi, l'hypothèse de remplacer plusieurs canaux par un seul canal isolé de même dimension moyenne est sans doute trop simpliste et ne prend pas en compte la répartition des canaux au sein des grains. Cette répartition est donc prise en compte indirectement dans ce modèle par une largeur de canaux effective, largeur plus importante que la largeur moyenne des canaux.

Si l'on trace les résultats des simulations réalisées sur matériau non irradié et matériau irradié (essais M5ni-3 et M5i-1) en fonction de la déformation plastique et que l'on compare ceux-ci aux données expérimentales (Fig. 3.60), on constate que le modèle est capable de bien rendre compte du fort érouissage observé en début d'écoulement sur matériau irradié ainsi que du faible érouissage observé sur matériau non irradié. Ceci est confirmé par les résultats obtenus pour l'essai d'érouissage réalisé sur la gaine en Zy-4 (Fig. 3.61). Cette bonne description du fort taux d'érouissage initial constitue une validation *a posteriori* du modèle car aucun paramètre ajustable ne pilote cette pente initiale. Le fort taux d'érouissage est directement la conséquence de la prise en compte explicite du fait que seule une fraction du matériau se déforme plastiquement ainsi que de la prise en compte de la morphologie des canaux. Pour des ordres de grandeur de la fraction volumique et de la morphologie des canaux en accord avec les

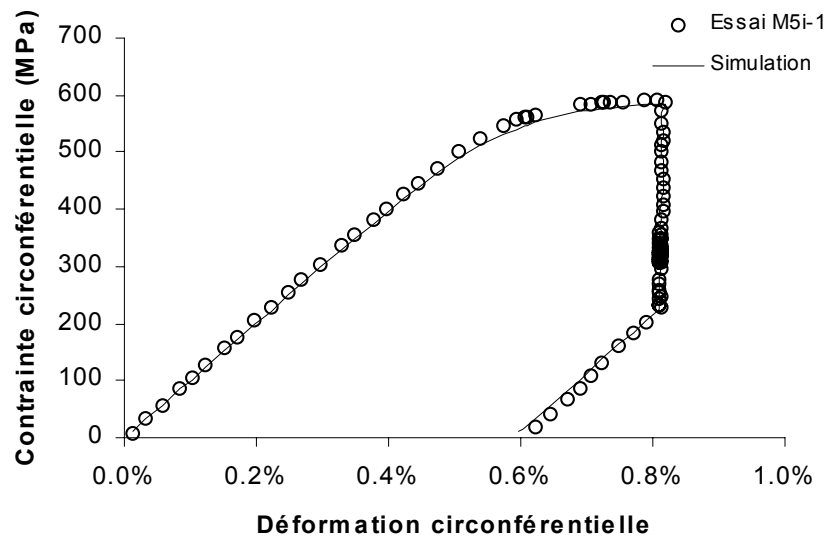


FIG. 3.53 – Essai en pression interne d'écrouissage-relaxation à 350°C et pour une vitesse de  $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

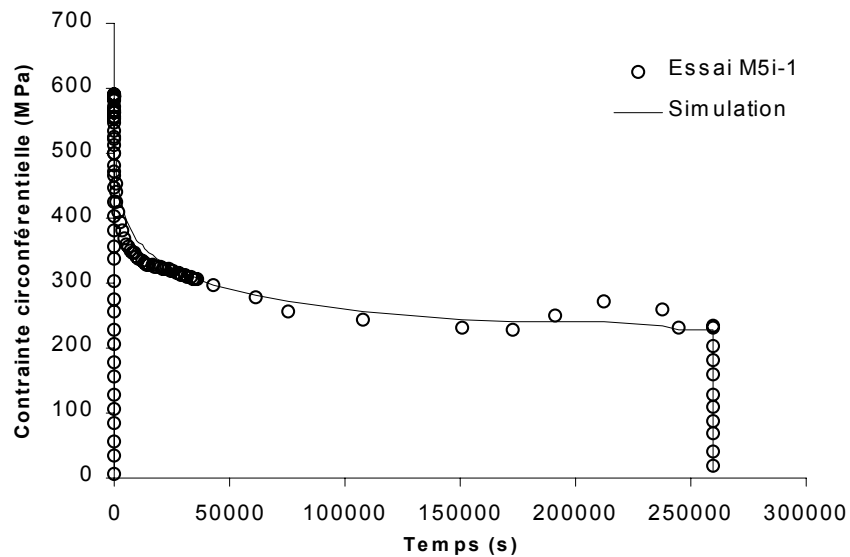


FIG. 3.54 – Essai en pression interne d'écrouissage-relaxation à 350°C et pour une vitesse de  $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

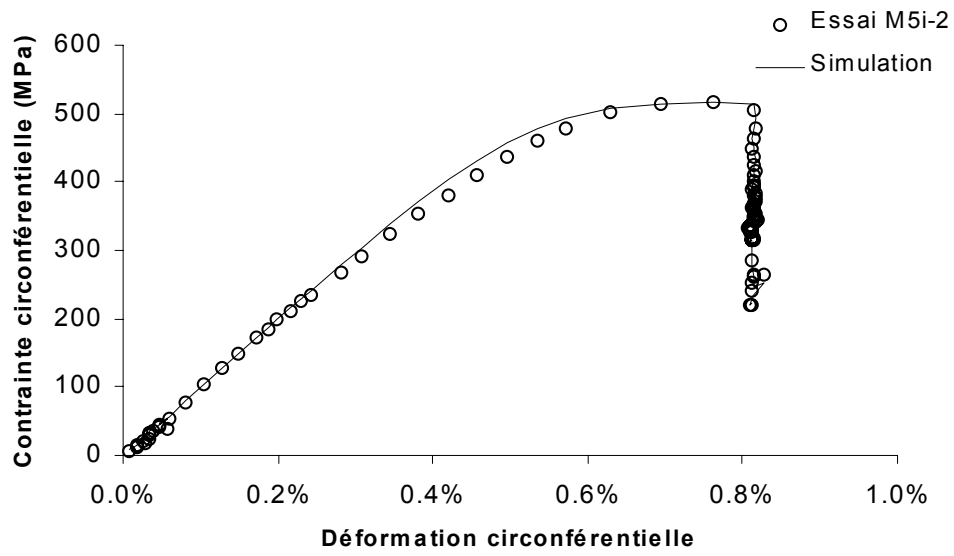


FIG. 3.55 – Essai en pression interne d'écouissage-relaxation à 350°C et pour une vitesse de  $3 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ .

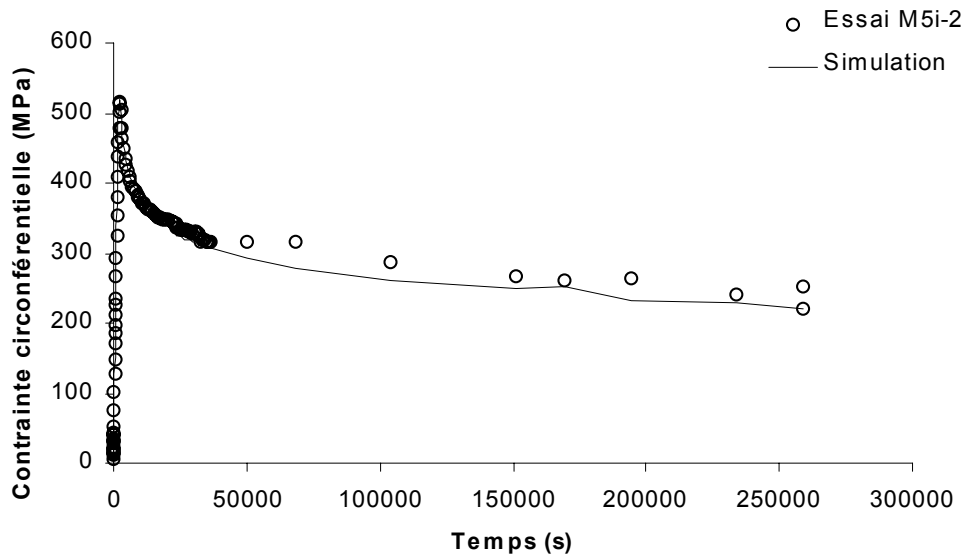


FIG. 3.56 – Essai en pression interne d'écouissage-relaxation à 350°C et pour une vitesse de  $3 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ .

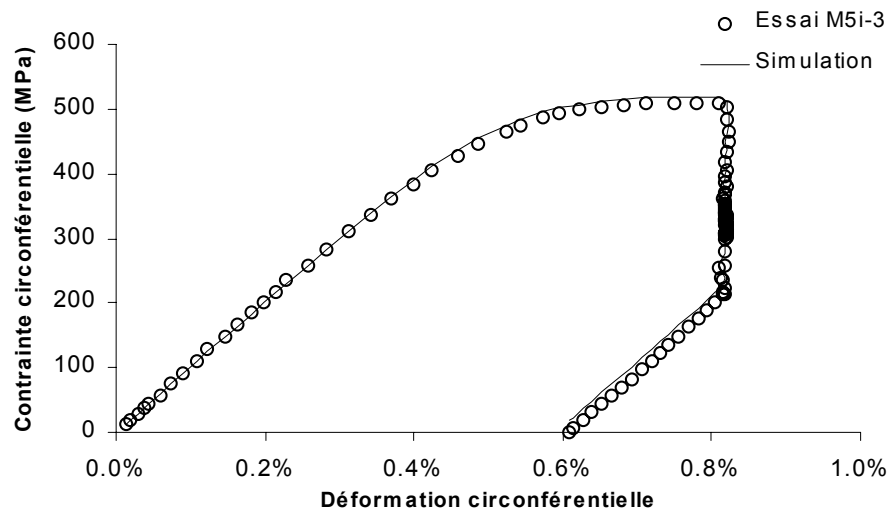


FIG. 3.57 – Essai en pression interne d'écouissage-relaxation à  $350^{\circ}\text{C}$  et pour une vitesse de  $3 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ .

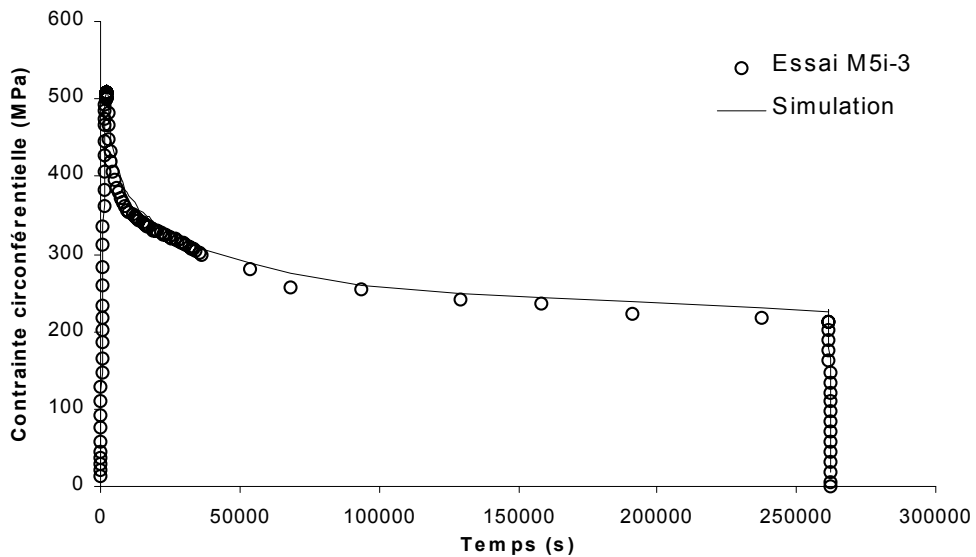


FIG. 3.58 – Essai en pression interne d'écouissage-relaxation à  $350^{\circ}\text{C}$  et pour une vitesse de  $3 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ .

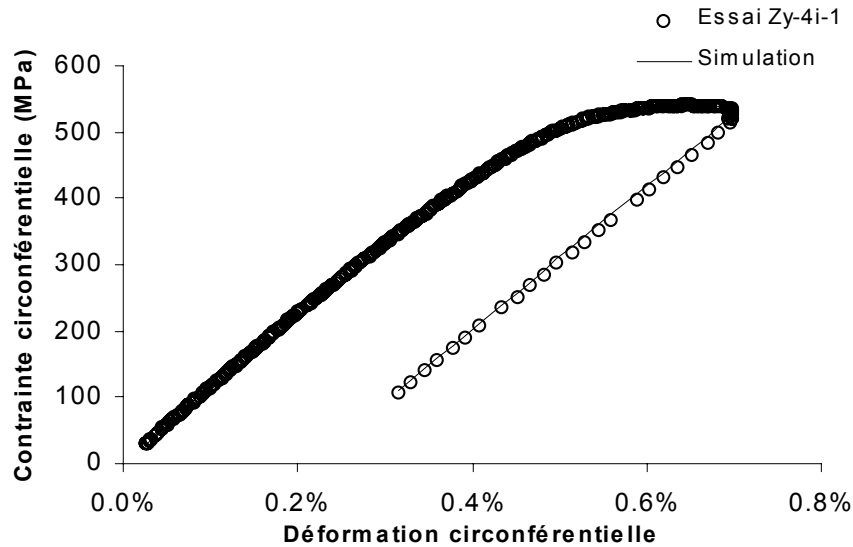


FIG. 3.59 – Essai de pression interne à 350°C et pour une vitesse de déformation de  $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , essai Zy-4i-1 et simulation.

observations expérimentales, on retrouve le taux d'écroissage macroscopique expérimental.

On note également que, puisque la contrainte interne générée est importante dans le modèle, le terme de restauration statique de la variable  $\beta_{ch}^{(g)}$  permet de bien rendre compte de la relaxation importante observée expérimentalement (en ajustant le paramètre  $m$ ).

Dans le cas de l'essai d'écroissage, l'évolution de la fraction volumique de canaux ( $f_{ch}^{(g)}$ ) a été tracée pour 7 grains d'orientation différente (choisis parmi les grains observés expérimentalement) en fonction de la déformation plastique macroscopique ( $E_{\theta\theta}^p$ ) (Fig. 3.63). La figure de pôles (0002) correspondant à ces 7 grains est représentée sur la figure 3.62. On observe bien, conformément au modèle analytique, une évolution en racine carrée de la fraction volumique de canaux avec la déformation plastique macroscopique. Les valeurs obtenues pour les fractions volumiques de canaux, pour les différents orientations cristallographiques, sont conformes aux valeurs déterminées expérimentalement (Fig. 2.74). En effet, les 7 orientations cristallographiques choisies ont des facteurs de Schmid maximum du système basal compris entre 0.2 et 0.45. Or, d'après la figure 2.74, pour les grains bien orientés, (facteur de Schmid de 0.45) la fraction volumique de canaux observée est comprise entre 0 et 4%, ce dont rend bien compte le modèle.

On note également que l'évolution de la cission critique du système basal est bien conforme au modèle en terme d'annihilation de boucles par les dislocations. La cission critique initiale obtenue avec une force d'obstacles de  $\alpha_i = 0.1$  est de 60 MPa, valeur inférieure à celle obtenue expérimentalement, mais à laquelle doit être ajouté le terme de contrainte visqueuse, qui dépend des coefficients choisis pour la loi d'écoulement  $\dot{\gamma}_0$  et  $V_B$ .

La déformation plastique ( $\underline{\underline{\varepsilon}}_{ch\theta\theta}^p$ ) dans les canaux ainsi que la contrainte dans les canaux  $\underline{\underline{\sigma}}_{ch\theta\theta}$  ont été tracés pour 7 orientations cristallographiques différentes, en fonction de la défor-



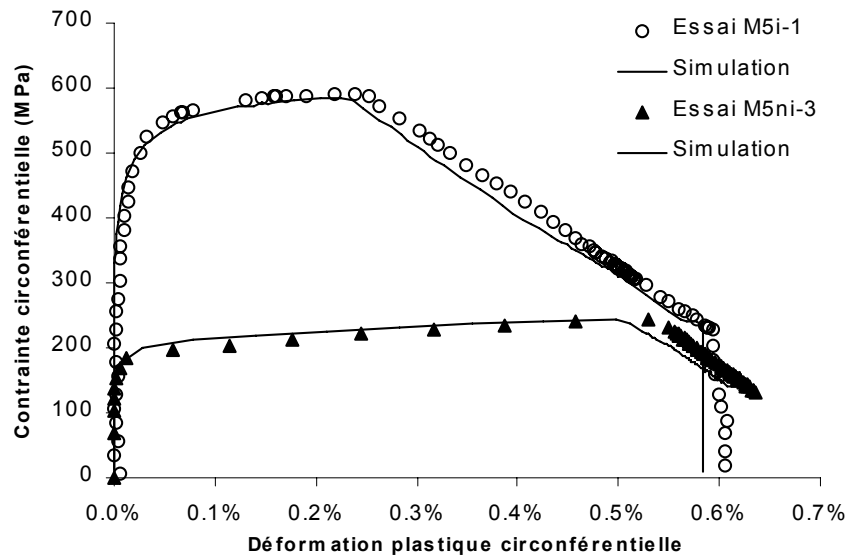


FIG. 3.60 – Simulations et résultats expérimentaux des essais d'érouissage-relaxation sur M5 non irradié et M5 irradié (M5ni-3, M5i-1).

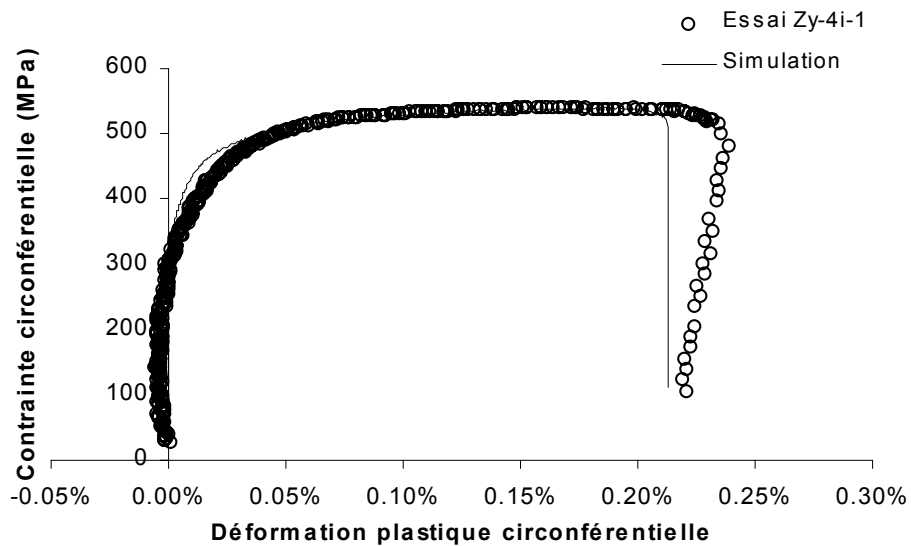


FIG. 3.61 – Simulation et résultat expérimental de l'essai d'érouissage réalisé sur une gaine en Zy-4 irradiée (Zy-4i-1).

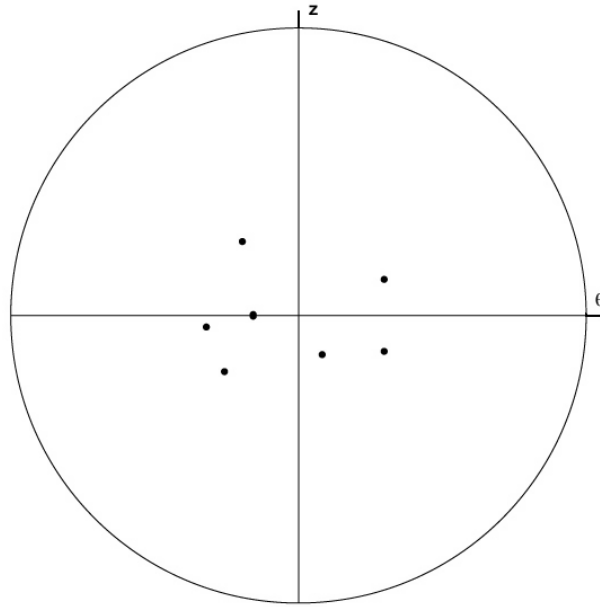


FIG. 3.62 – *Figure de pôles (0002) des 7 grains choisis parmi les grains observés expérimentalement.*

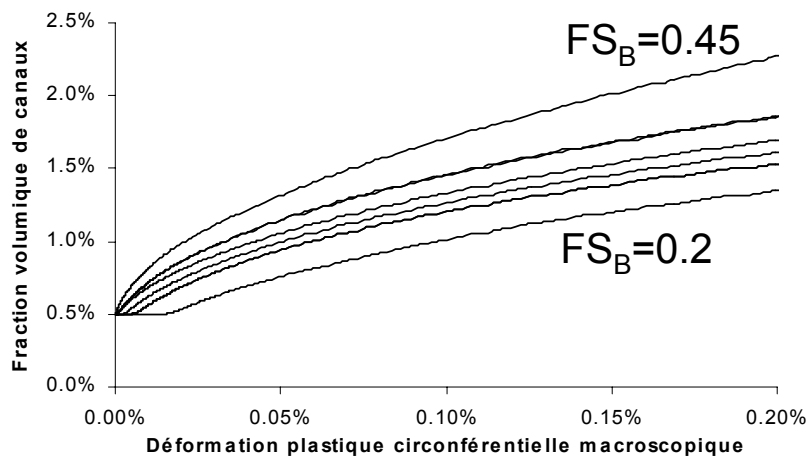


FIG. 3.63 – *Evolution de la fraction volumique de canaux avec la déformation plastique macroscopique, pour 7 d'orientations différentes (essai Zy-4i-1).*

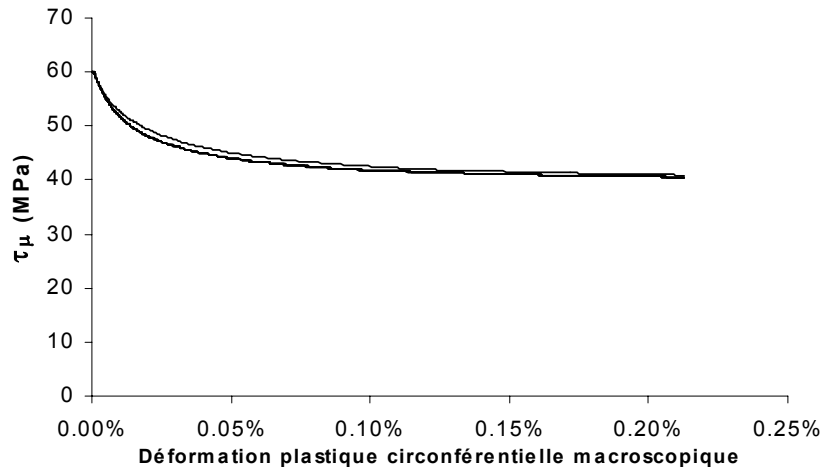


FIG. 3.64 – Evolution de la cission critique basale dans les canaux en fonction de la déformation plastique circonférentielle macroscopique, pour 7 orientations cristallographiques différentes (essai Zy-4i-1).

mation plastique macroscopique ( $E_{\theta\theta}^p$ ) (Fig. 3.65 et 3.66). Dans ce dernier cas, on a également représenté la contrainte macroscopique en traits épais. La figure 3.67 reproduit les courbes contrainte circonférentielle - déformation plastique circonférentielle pour les 7 grains étudiés. On note, d'une part, que les déformations plastiques locales atteintes sont importantes (jusqu'à 18% suivant la direction circonférentielle dans les canaux les mieux orientés) mais que, dans le même temps, les contraintes sont très élevées dans les canaux les moins bien orientés (jusqu'à 1400 MPa dans les canaux qui se déforment le moins, canaux dont le facteur de Schmid du plan de base est de 0.2). Ceci s'explique par le fait qu'aucun autre système que le système basal ne puisse s'activer dans ce modèle, les contraintes dans les phases mal orientées pour le glissement basal sont donc très importantes. Bien qu'aucun canal prismatique ou pyramidal n'ait été observé pour des sollicitations de traction sens travers et de pression interne, il est vraisemblable que le matériau accommode ces très fortes contraintes, soit par une déformation qui ne donnerait pas lieu à de la canalisation, soit par création de canaux prismatiques et pyramidaux peu visibles. Ces canaux ont d'ailleurs été observés dans des éprouvettes de traction axiale lorsque les systèmes basaux ne pouvaient être activés. La prise en compte des autres systèmes dans ce type d'approche contribuerait à diminuer la contrainte dans les grains mal orientés pour le glissement basal.

Néanmoins, dans le cadre de cette étude, nous avons délibérément choisi, en se basant sur les observations expérimentales, de développer un modèle fondé sur l'hypothèse que seul le glissement basal s'active pour des sollicitations de traction sens travers et de pression interne, et d'autre part, que toute la déformation plastique est confinée dans les canaux. Les niveaux de contrainte obtenus montrent ainsi les limites de ces hypothèses.

Il apparaît également que le choix de prendre en compte la morphologie des canaux dans le modèle d'homogénéisation impose de faire un certain nombre d'hypothèses et d'introduire de

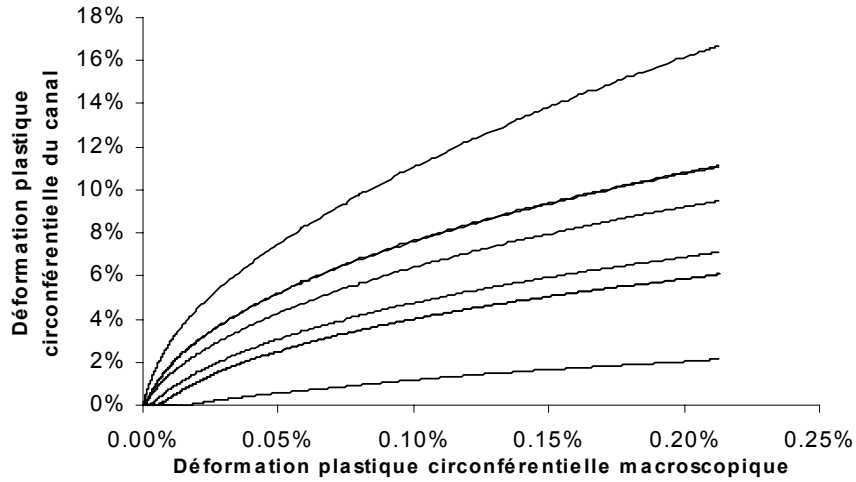


FIG. 3.65 – Evolution de la déformation plastique circinférentielle dans les canaux en fonction de la déformation plastique circinférentielle macroscopique pour 7 orientations cristallographiques différentes (essai Zy-4i-1).

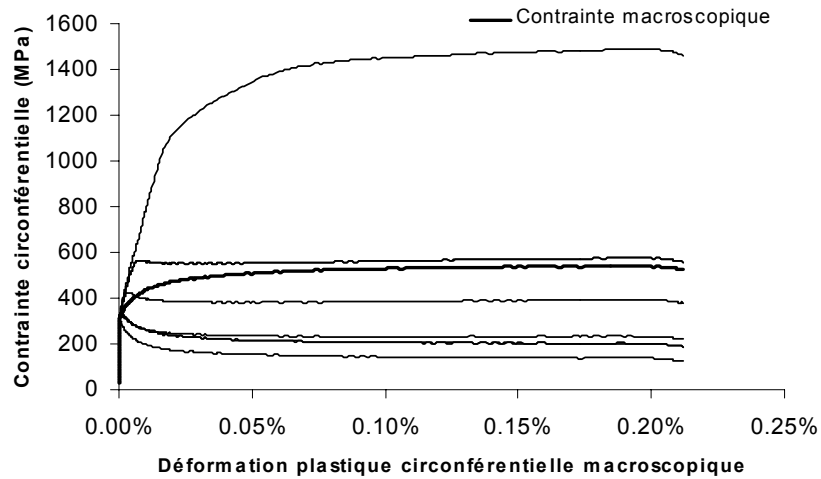


FIG. 3.66 – Evolution de la contrainte circinférentielle dans les canaux en fonction de la déformation plastique macroscopique circinférentielle pour 7 orientations cristallographiques différentes (essai Zy-4i-1).

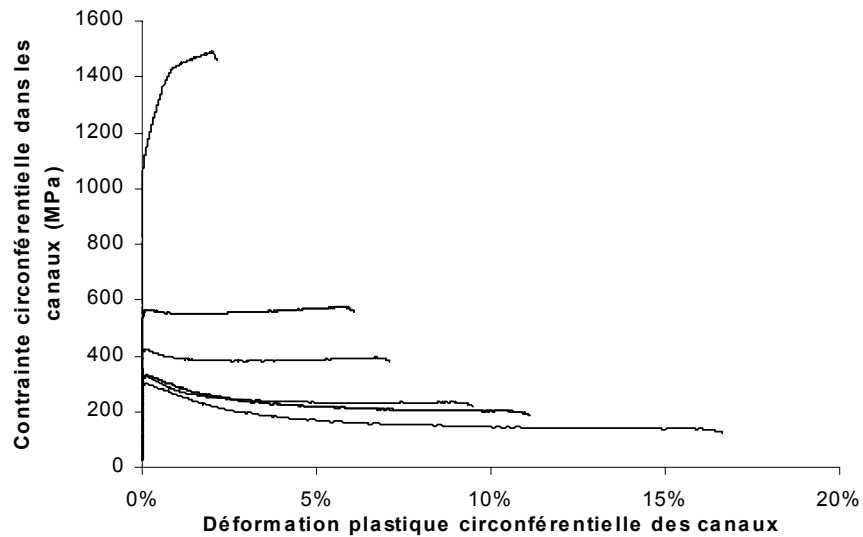


FIG. 3.67 – Evolution de la contrainte dans les canaux en fonction de la déformation plastique dans les canaux pour 7 orientations cristallographiques différentes (essai Zy-4i-1).

nouvelles grandeurs complexes délicates à justifier par ailleurs. Une approche plus simple mais mieux validée serait donc préférable.

Toutefois, ce modèle souligne l'intérêt de prendre en compte explicitement dans le modèle la fraction volumique de matériau qui se déforme, afin de rendre compte de la forte contrainte interne générée par la présence des canaux.

## Synthèse concernant la modélisation du matériau irradié

*Un des objectifs de ce travail a été de développer un modèle micromécanique du comportement du matériau irradié fondé sur les mécanismes physiques de déformation identifiés en MET. Compte tenu de la particularité du mécanisme de canalisation des dislocations, une approche multi-échelles spécifique a été mise en œuvre. Cette approche s'appuie sur une analyse des mécanismes de déformation à l'échelle des dislocations, sur des simulations (2D) par la méthode des éléments finis d'un grain en inclusion dans une matrice ainsi que sur une description schématique de la microstructure du matériau polycristallin irradié. A l'échelle des dislocations, le phénomène de durcissement lié à la présence de la grande densité de boucles, ainsi que le mécanisme d'annihilation des boucles par les dislocations ont été modélisés. Ces lois intra-granulaires ont été appliquées au grain en inclusion de la structure 2D simulée par éléments finis. Ces simulations ont mis en évidence l'apparition de canaux parallèles aux plans de base, au sein desquelles la déformation plastique est localisée et les défauts d'irradiation annihilés, conformément aux observations MET.*

*Afin de prendre en compte cette nouvelle échelle d'hétérogénéité intra-granulaire dans le modèle polycristallin, une description spécifique de la microstructure a été développée. Celle-ci consiste à considérer que l'ensemble des grains de même orientation est constitué de deux phases : les canaux, de fraction volumique  $f_{ch}$  et de comportement élasto-visco-plastique, et le matériau hors des canaux dont le comportement est purement élastique. Sur la base de cette description schématique, un modèle analytique a été développé. Celui-ci permet, d'une part, de déterminer les paramètres importants du modèle et, d'autre part, d'introduire successivement, de façon simple, le mécanisme de multiplication des canaux ainsi que le mécanisme de propagation des canaux.*

*Enfin, à partir de certaines hypothèses, un modèle numérique 3D a été développé. Celui-ci intègre l'ensemble des mécanismes étudiés grâce au modèle analytique, tout en vérifiant les relations de moyennes sur les contraintes et les déformations imposées par la mécanique des matériaux hétérogènes. Grâce à la prise en compte explicite de la fraction volumique de canaux, ce modèle permet une bonne description de la contrainte interne générée par la localisation de la déformation dans les canaux. Le fort taux d'écrouissage observé en début d'écoulement est bien reproduit (indépendamment des deux paramètres ajustables  $D$  et  $m$ ) en prenant une largeur effective de canaux plus importante que la largeur moyenne observée expérimentalement. L'ajustement de seulement deux paramètres,  $D$  et  $m$ , permet une bonne description du niveau de saturation de la contrainte d'écoulement ainsi que de la relaxation de la contrainte. Néanmoins, en se limitant à l'activation du système basal, conformément aux observations MET, ce modèle surestime vraisemblablement les niveaux de contrainte dans les phases mal orientées pour le glissement basal. D'autre part, la prise en compte explicite de la morphologie des canaux rend particulièrement délicate l'auto-équilibrage du problème. Ce point mériterait d'être amélioré dans l'avenir.*



# Conclusions et perspectives

## Conclusions

L'ensemble de l'étude expérimentale a permis à la fois de clarifier et de mieux préciser un certain nombre de points concernant les mécanismes de déformation du matériau irradié, mais également d'apporter des éléments nouveaux et originaux permettant d'appréhender et de modéliser de façon cohérente l'ensemble du comportement mécanique en termes de mécanismes de déformation.

En effet, les essais de traction in situ réalisés sur du Zircaloy-4 (Zy-4) recristallisé irradié aux ions  $Zr^+$  ont permis de conforter l'hypothèse suivant laquelle le mécanisme de durcissement est analogue au durcissement par les dislocations de la forêt, les défauts d'irradiation faisant obstacles au glissement des dislocations.

L'analyse statistique de lames minces prélevées dans des éprouvettes irradiées aux neutrons et déformées (traction sens travers, pression interne et traction axiale) à  $350^{\circ}C$  a démontré que pour tous les trajets de chargement investigués, des canaux sont observés après déformation plastique. La canalisation semble bien être le principal vecteur de la déformation plastique, compte tenu de la forte proportion de grains comportant des canaux. Des métrologies précises ont également démontré que, bien qu'à l'échelle du grain la déformation soit localisée dans les canaux, à l'échelle de l'éprouvette la déformation reste homogène. L'étude statistique en Microscopie Electronique en Transmission de la canalisation des dislocations a également démontré que dans le cas de la traction sens travers et de la sollicitation en pression interne à  $350^{\circ}C$ , pour une déformation plastique inférieure ou égale à l'allongement réparti, seule la canalisation basale est observée. Néanmoins, du fait de la forte texture du matériau, la canalisation prismatique et pyramidale apparaît pour des essais de traction axiale, la canalisation basale n'étant plus observée du fait de l'orientation très défavorable de ce système pour cette sollicitation. Ces observations mènent à la conclusion que l'irradiation modifie l'activation des systèmes de glissement, modification qui est associée à une augmentation des cissions critiques ainsi qu'à un changement de la hiérarchie des cissions critiques (la cission critique du système basal étant inférieure à celle du système prismatique pour le matériau irradié). Les mesures de la contrainte d'écoulement à 0.005% de déformation plastique ont été utilisées pour estimer les cissions critiques basale et prismatique. Les modifications des valeurs de cissions critiques ont été interprétées en termes de jonctions entre dislocations et boucles. Il a notamment pu être démontré que les jonctions créées entre boucles et dislocations glissant dans le plan de



base sont systématiquement glissiles, alors que, lorsque les dislocations glissent dans les plans prismatiques, dans deux cas sur trois les jonctions sont sessiles.

Afin de mieux appréhender le comportement mécanique du matériau irradié et interpréter celui-ci en termes de mécanismes de déformation observés en MET, une base d'essais en pression interne réalisés à 350°C sur matériaux non irradié et irradié, a été analysée de façon détaillée. La confrontation entre le comportement macroscopique et les observations MET a suggéré que le phénomène de canalisation des dislocations conduisait à d'importantes incompatibilités de déformation entre les canaux et les grains environnants, ceci ayant pour effet de générer de fortes contraintes internes. Ces contraintes viendraient ainsi compenser, à l'échelle macroscopique, l'adoucissement local qui se produit dans les canaux. Cette analyse permet d'expliquer que la contrainte d'écoulement du matériau irradié soit plus élevée que celle du matériau non irradié, du fait d'un niveau de contrainte interne plus important. Le fort taux d'écrouissage observé en début d'écoulement pour le matériau irradié serait également lié à la localisation de la déformation dans les canaux induisant une augmentation rapide de la contrainte interne avec la déformation plastique macroscopique. De la même manière, la relaxation importante de la contrainte dans le cas du matériau irradié s'explique par la restauration de la contrainte interne lors de la relaxation. Ceci justifie d'ailleurs que pour un rechargement réalisé après relaxation, la contrainte d'écoulement reste inférieure à la contrainte d'écoulement avant relaxation. Cependant, bien que cette interprétation permette d'expliquer l'ensemble des caractéristiques du comportement mécanique de façon cohérente, seule une borne supérieure de la contrainte interne a pu être déterminée expérimentalement, l'interprétation présentée demeure donc une hypothèse. De plus, cette analyse doit être nuancée puisqu'il a été montré expérimentalement que la contrainte effective du matériau irradié était notablement plus élevée que celle du matériau non irradié (pour le matériau irradié  $\Sigma_{eff} = \Sigma_{\mu} + \Sigma_v \geq 300$  MPa à  $E^p = 0.2\%$ , pour le matériau non irradié  $\Sigma_{eff} = \Sigma_{\mu} + \Sigma_v = 70 \pm 30$  MPa à  $E^p = 1\%$ ). Ceci peut être attribué d'une part au fait que seul le glissement basal soit activé dans ce cas et d'autre part à un écrouissage au sein du canal.

Enfin, ce travail a permis, sur la base de l'analyse expérimentale, de mettre en œuvre une approche multi-échelles, adaptée à la spécificité du mécanisme de déformation du matériau irradié. A l'échelle des dislocations, le phénomène de durcissement lié à la présence de la grande densité de boucles, ainsi que le mécanisme d'annihilation des boucles par les dislocations ont été modélisés. Ces lois intra-granulaires ont été appliquées à un grain en position d'inclusion dans une matrice et analysé par un calcul éléments finis. Ces simulations ont mis en évidence l'apparition de canaux parallèles aux plans de base, au sein desquelles la déformation plastique est localisée et les défauts d'irradiation annihilés, conformément aux observations MET. Afin de prendre en compte cette nouvelle échelle d'hétérogénéité intra-granulaire dans un modèle polycristallin initialement développé pour le matériau non irradié, une description spécifique de la microstructure a été proposée. Celle-ci consiste à considérer que l'ensemble des grains de même orientation est constitué de deux phases : les canaux, de fraction volumique variable, qui ont un comportement élasto-visco-plastique, et le matériau hors des canaux dont le com-

---

portement est purement élastique. Sur la base de cette description schématique, un modèle numérique 3D a été développé. Grâce à la prise en compte explicite de la fraction volumique de canaux, ce modèle permet à la fois une bonne description de la contrainte interne générée par la localisation de la déformation dans les canaux ainsi que de l'ensemble des caractéristiques du comportement mécanique du matériau irradié, en bon accord avec les observations MET.

## Perspectives

Ce travail ouvre également un grand nombre de perspectives aussi bien du point de vue expérimental que du point de vue de la modélisation.

En effet, notre analyse a mis en évidence que la contrainte interne devait jouer un rôle important sur le comportement mécanique des matériaux irradiés. Néanmoins, cette contrainte interne n'a pu être mesurée expérimentalement. Il semble donc nécessaire, afin de compléter ce travail, de déterminer expérimentalement la contrainte interne induite par la localisation de la déformation dans les canaux. Ceci pourrait être réalisé grâce à des essais de traction-compression, de préférence suivant la direction transverse afin d'activer les systèmes basaux, sur un dispositif correctement instrumenté. Des essais de torsion, ou bien de flexion alternée pourraient également permettre de déterminer la contrainte interne. Ces dispositifs ne sont néanmoins pas disponibles en cellule blindée à l'heure actuelle au CEA.

La future machine d'essai biaxé, équipée d'une bonne extensométrie, permettra des sollicitations de traction-compression suivant la direction axiale ce qui ouvre des perspectives intéressantes pour la transposition de l'étude fine des essais mécaniques au cas de la traction axiale. De façon générale, des essais appropriés réalisés sur cette machine, suivis systématiquement de métrologies laser ainsi que de prélèvements de lames minces apporteront nécessairement de nouvelles informations particulièrement intéressantes vis-à-vis de la compréhension des mécanismes de déformation des matériaux irradiés.

Une technique expérimentale qui pourrait également apporter des informations concernant les niveaux de contrainte interne dans le matériau irradié est la technique de diffraction des rayons X. Cependant, là aussi, le dispositif adéquat (4 cercles) n'est pas disponible en cellule blindée au CEA.

Nous avons pu également constater qu'il existe globalement peu d'observations MET de la microstructure après déformation des alliages de Zr irradiés et l'influence des conditions d'irradiation ou d'essai n'est pas bien connue. Il serait donc nécessaire de poursuivre ce type d'étude pour différentes vitesses de déformation, différents niveaux de déformation, différentes températures d'essais (par exemple à température ambiante comme le suggérait Régnard), pour des essais de fluage et ainsi conforter les études en cours dans le cadre du Projet Alliages de Zirconium ainsi que dans le cadre de l'entreposage.

De façon générale, nous avons noté qu'un grand nombre de techniques expérimentales propres aux études multi-échelles appliquées dans le domaine de la mécanique des matériaux ne sont pas disponibles en cellules blindées et donc pas, à l'heure actuelle, applicables au matériau irradié. Il serait par exemple particulièrement judicieux d'observer les lignes de glissement en

surface correspondant aux canaux sur des éprouvettes polies et déformées tout en connaissant l'orientation des grains grâce à des techniques du type "Electron Back Scattered Diffraction". L'estimation de la déformation locale par dépôt de grille et corrélation d'images sur éprouvettes irradiées serait également très riche. Néanmoins, l'introduction de ces techniques en cellules blindées induit des difficultés conséquentes.

Toujours sur le plan expérimental, il serait intéressant de réaliser de nouvelles irradiations aux ions afin d'obtenir des tailles de boucles plus importantes afin de visualiser de façon plus précise les mécanismes d'interaction dislocations-boucles, ce qui permettrait de confirmer l'analyse en termes de jonctions détaillée dans cette étude.

Du point de vue de la modélisation, il est possible d'envisager un grand nombre de développements complémentaires à l'étude réalisée. On pourrait d'une part approfondir la réflexion concernant la prise en compte de la spécificité du mécanisme de déformation du matériau irradié dans le modèle micromécanique. Notamment, dans le modèle développé il est nécessaire d'identifier certains paramètres de la loi de changement d'échelles sur le comportement macroscopique, or ces paramètres sont liés aux interactions entre les canaux qui se déforment et le milieu entourant les canaux. Il devrait donc, en principe, être possible d'identifier ces paramètres sur des calculs par éléments finis 3D. D'autre part, la prise en compte explicite de la morphologie des canaux impose des hypothèses discutables afin de vérifier l'auto-équilibrage du problème. Une approche plus simple serait donc sans doute préférable. Il semble également nécessaire, afin d'aboutir à un modèle plus réaliste, de permettre l'activation des autres systèmes de glissement que le glissement basal, ce qui n'est pas simple dans la forme actuelle du modèle. De la même manière, des développements seraient nécessaires pour simuler les essais de traction axiale pour lesquels il apparaît de la canalisation prismatique et pyramidale. On peut également envisager d'appliquer des approches plus théoriques de l'homogénéisation des matériaux hétérogènes au cas de la déformation plastique des alliages de Zr irradiés.

A l'inverse, on peut envisager, du point de vue de la modélisation de développer une approche simplifiée plus macroscopique du comportement des alliages de Zr irradiés, mais qui se baserait néanmoins sur les observations MET et les résultats de cette étude. On peut envisager développer des modèles prenant en compte l'écroutissage cinématique, ainsi que la fraction volumique de canaux comme présenté lors de l'interprétation du comportement mécanique.

A une échelle plus fine, il semble particulièrement prometteur de développer les calculs par éléments finis de polycristaux. Il semble également très intéressant de mettre en œuvre des simulations par dynamique des dislocations des alliages de Zr irradiés afin de mieux appréhender les mécanismes qui donnent lieu à la canalisation des dislocations. Une étude par dynamique moléculaire serait intéressante afin de confirmer l'analyse en terme de jonction et de mieux appréhender le mécanisme de traînage des boucles d'irradiation. Ces études pourraient également permettre d'analyser l'effet de l'oxygène sur le comportement du matériau irradié.

Pour conclure, cette étude a permis de progresser de façon conséquente dans une compréhension cohérente du comportement mécanique des alliages de Zr irradiés en lien avec les mécanismes physiques de déformation. Mais cette étude souligne également les développements

---

encore nécessaires, aussi bien expérimentaux qu'au niveau de la modélisation, pour accéder à une réelle description multi-échelles du comportement de la gaine après irradiation.



# Annexe A

## Méthode en MET

### A.1 La méthode mise en œuvre

Ce travail s'inscrit dans la continuité de l'étude menée par Régnard (1998) au CEA de Grenoble. Celui-ci avait mis en œuvre une méthode spécifique que nous avons par la suite approfondie. La méthode que nous avons donc adoptée consiste à réaliser des essais mécaniques sur matériau irradié, réaliser des métrologies par ombroscopie laser après essai et prélever des lames minces à des positions spécifiques de l'éprouvette. L'orientation de l'axe du tube est systématiquement repérée par un méplat sur le bord de la lame, comme indiqué sur la figure A.1, à l'aide d'un emporte pièce spécialement réalisé.

Les lames sont ensuite positionnées de façon particulière (axe du tube ou axe de traction parallèlement ou bien perpendiculairement à l'axe de tilt principal) sur le porte-objet double-tilt (Fig. A.2 et A.3) du Microscope Electronique en Transmission (Philips EM430, Fig. A.4). Une plage de grains de la lame est ensuite choisie et les grains sont repérés et numérotés. Chaque grain est étudié précisément à grandissement relativement élevé ( $\times 21200$ ). Pour chaque grain on balaye progressivement l'ensemble de la plage angulaire accessible ( $\pm 45^\circ, \pm 30^\circ$ ), qui est représentée dans un abaque de wulff sur la figure A.5, il est déterminé si le grain considéré contient ou non des canaux. Lorsque les canaux sont observés avec le meilleur contraste on prend un cliché et on repère les angles de tilts ( $\alpha, \beta$ ). Dans le même temps, on prend des clichés de plusieurs axes de zones qui apparaissent lors des rotations de l'échantillon et on repère systématiquement les angles de tilts de ces clichés. A partir de ces données on reconstruit la projection stéréographique du grain (Fig A.6) grâce au logiciel CaRIne Crystallography.

Sur la figure A.5 sont représentés en traits plein le domaine angulaire accessible par le porte-objet double tilt et en traits pointillés le domaine de visibilité des canaux. Dans le cas où des canaux sont mis en évidence, l'orientation de la trace des canaux est repérée par rapport à la projection stéréographique du grain, permettant ainsi d'identifier les plans de glissement compatibles avec cette trace.

D'autre part, l'orientation du grain pour laquelle le contraste canal-matrice est maximal est déterminée. Ainsi en couplant ces deux critères, il est possible d'identifier, sans ambiguïté, le plan de glissement correspondant au canal. Ensuite, connaissant l'orientation du grain par

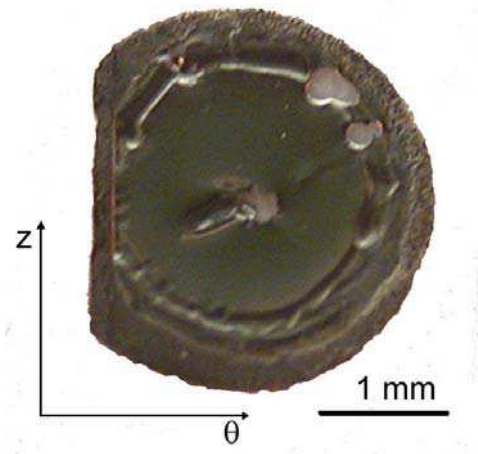


FIG. A.1 – *Lame mince avec méplat indiquant l'axe du tube.*



FIG. A.2 – *Porte-objet double tilts ( $\pm 45^\circ, \pm 30^\circ$ ) du microscope Phillips EM430.*

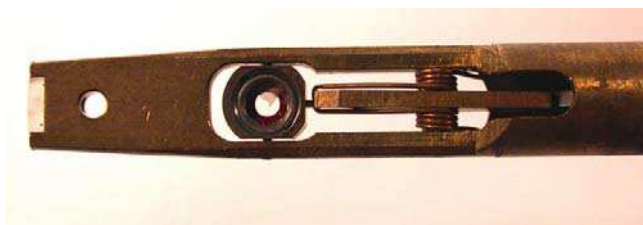


FIG. A.3 – *Platine goniométrique du porte-objet double tilts.*



FIG. A.4 – Microscope électronique en transmission 300 kV Phillips EM430.

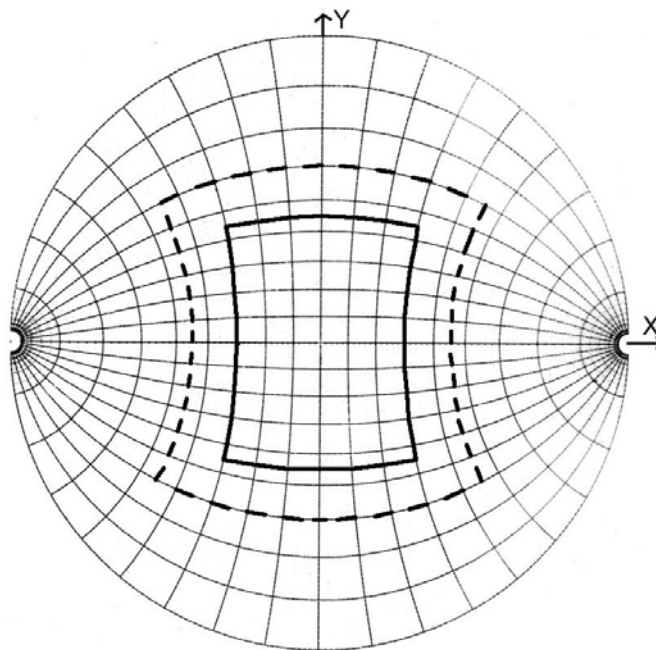


FIG. A.5 – Abaque de Wulff avec le domaine angulaire accessible en trait plein et le domaine de visibilité des canaux en traits pointillés.



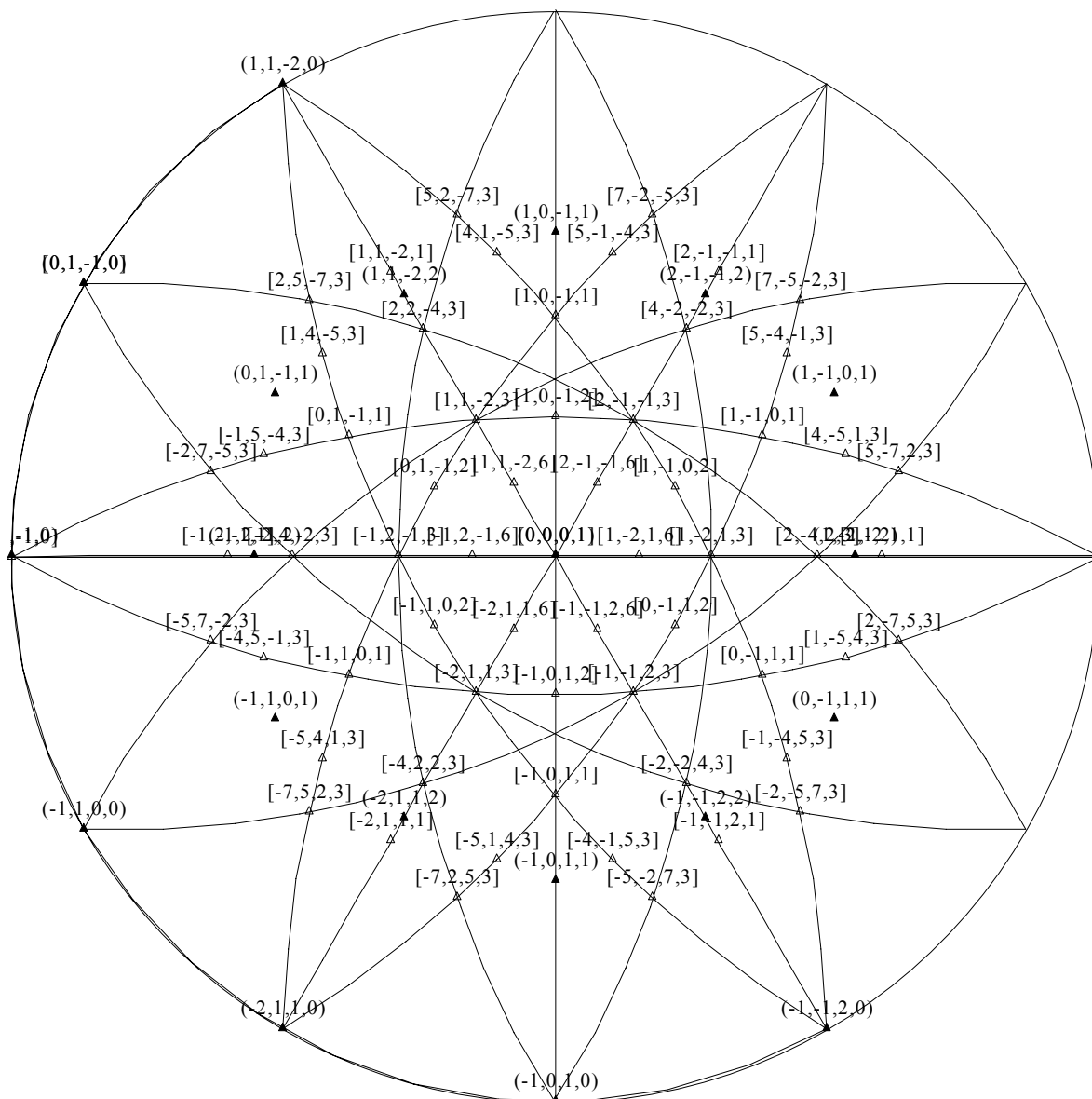


FIG. A.6 – Projection stéréographique de la structure hexagonale avec les principaux plans de glissement ainsi que les principaux axes de zones.

rapport au repère macroscopique, les facteurs de Schmid des plans comportant des canaux ainsi que les facteurs de Schmid maximum des autres systèmes qui ne sont pas activés sont calculés.

Cette méthode peut se résumer de la façon suivante :

1. Métrologie par ombroscopie laser avant essai.
2. Essai mécanique.
3. Photographie de l'éprouvette déformée.
4. Métrologie par ombroscopie laser après essai.
5. Détermination de la position des lames minces à prélever.
6. Prélèvement des lames minces avec repérage de l'orientation de la lame grâce à un méplat par rapport au repère macroscopique (DL, DT, DN).
7. Positionnement de la lame sur le porte objet double tilt en orientant le méplat parallèlement ou perpendiculairement à l'axe de tilt principal.
8. Choix d'une plage de grains sur le bord du trou.
9. Numérotation des grains.
10. Détermination de l'orientation de tous les grains par rapport au repère macroscopique (projection stéréographique et angles d'Euler).
11. Détermination de la présence ou de l'absence de canaux dans chacun des grains observés en explorant toute la plage angulaire accessible.
12. Détermination du système de glissement correspondant aux canaux par analyse de la trace sur la projection stéréographique ainsi qu'à l'aide d'un critère en terme de contraste canal-matrice.
13. Calcul des facteurs de Schmid des systèmes de glissement possibles et comparaison avec les facteurs de Schmid d'autres systèmes.
14. Caractérisation morphologique des canaux : nombre et largeur.

## A.2 Orientation des grains par rapport au repère macroscopique

De façon générale, l'orientation du repère attaché au cristal  $(x, y, z)$  par rapport au repère macroscopique  $(X, Y, Z)$  peut être caractérisée entièrement par la donnée des trois angles d'Euler  $(\phi_1, \Phi, \phi_2)$ . L'angle  $\phi_1$  correspond à une rotation autour de l'axe  $Z$  du repère macro, l'angle  $\Phi$  correspond à une rotation autour de la direction  $x'$  intersection entre le plan  $OXY$  et le plan  $Oxy$ , l'angle  $\phi_2$  correspond à une rotation autour de la direction  $z$  du repère attaché au cristal (Fig. A.7).

Dans le cas de la maille cristalline hexagonale, la direction  $z$  du repère attaché au cristal correspond à la direction  $\langle c \rangle$  de la maille hexagonale et la direction  $x$  du repère attaché au cristal correspond à la direction  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  de la maille cristalline. Ainsi, déterminer l'orientation

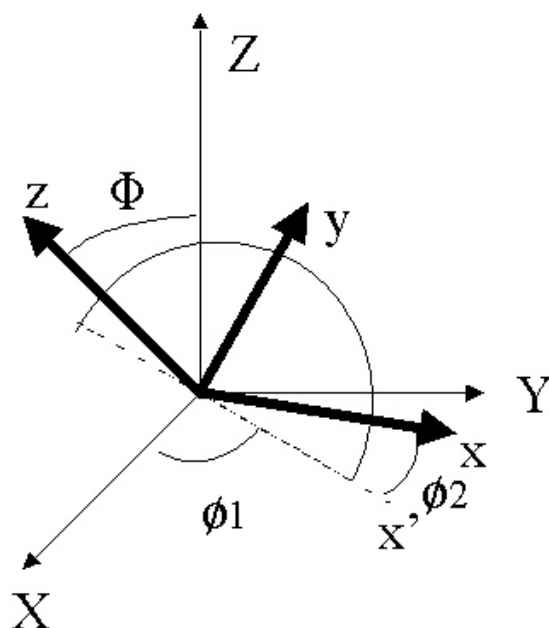


FIG. A.7 – Définition des angles d'Euler.

du grain revient à déterminer l'orientation de l'axe  $\langle c \rangle$  par rapport au repère macroscopique (donnée par deux angles sur la projection stéréographique) ainsi que l'orientation d'une direction  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  par rapport à la direction  $x'$ , intersection entre le plan  $xOy$  et le plan  $XOY$  (donné par un angle).

En MET, on peut grâce aux clichés de diffraction avoir accès à l'information concernant l'orientation du cristal. En particulier, si on se place suivant un axe de zone (faisceau d'électrons correspondant à une direction particulière du cristal parallèle à un grand nombre de plans cristallins différents), alors on observe un cliché de diffraction où chacune des tâches se répartit suivant un motif géométrique. En reconnaissant le motif géométrique et en indéxant plus précisément le cliché, on peut déterminer à quelle direction cristallographique celui-ci correspond. En repérant les deux angles correspondants sur la platine goniométrique du porte objet double tilt, on est en mesure de représenter cette direction cristallographique sur une projection stéréographique par rapport au repère macroscopique. Cependant, le cliché de diffraction de l'axe de zone contient plus d'information que simplement l'orientation de l'axe de zone, puisque sur ce cliché, des directions de l'espace réciproque ( $g$ ) sont représentées. Ces directions correspondent à des directions du réseau direct (normales aux plans diffractants), directions qui sont perpendiculaires à la direction de l'axe de zone. Ainsi, grâce au cliché de diffraction, on peut déterminer l'angle de rotation autour de l'axe de zone grâce à la connaissance de l'orientation de ces directions du réseau réciproque et ainsi déterminer entièrement l'orientation du cristal par rapport au repère macroscopique. Dans le cas des axes de zone  $\langle 0001 \rangle$ ,  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  et  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$  dont les clichés de diffraction sont représentés sur les figures A.8, A.9 et A.10, on relève les deux angles  $(\alpha, \beta)$  de la platine goniométrique correspondants et on repère l'orientation de la direction  $[10\bar{1}0]$  ou bien  $[0002]$  par rapport à l'orientation de l'axe de tilt principal de la platine.

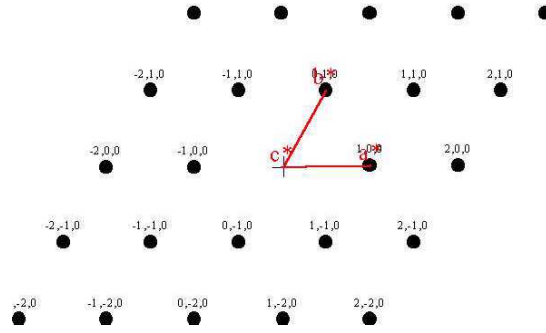


FIG. A.8 – *Axe de zone basal*  $\underline{B} = [0002]$ .

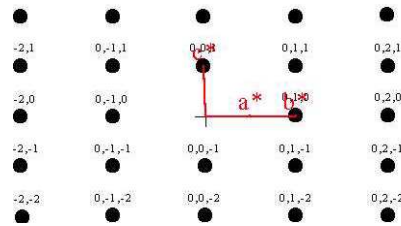


FIG. A.9 – *Axe de zone prismatique*  $\underline{B} = [11\bar{2}0]$ .

Cependant, on peut ici appliquer cette méthode car le cliché de diffraction de l'axe de zone présente les mêmes symétries de rotation autour de l'axe de zone que la maille cristalline. En revanche, lorsque la figure de diffraction présente plus de symétries de rotation autour de l'axe de zone que la maille cristalline, il est nécessaire de déterminer l'orientation d'un autre axe de zone. En effet, dans le cas, par exemple, des axes de zones  $\langle 11\bar{2}3 \rangle$ ,  $\langle 22\bar{4}3 \rangle$  (dont les clichés de diffraction sont représentés sur les figures A.12 et A.13) que nous utilisons fréquemment en repérant l'orientation de la direction  $(10\bar{1}0)=[10\bar{1}0]$ , on constate que lorsqu'on effectue une rotation de  $180^\circ$  autour de l'axe de zone, la figure de diffraction reste inchangée, alors que la maille cristalline (ou bien la maille du réseau réciproque) a tourné par rapport au repère macroscopique. Ceci est représenté schématiquement sur la figure A.11. On voit bien qu'avec un axe de zone du type  $\langle 11\bar{2}3 \rangle$  ou  $\langle 22\bar{4}3 \rangle$  on ne connaît l'orientation du cristal qu'à  $180^\circ$  près. Il faut donc déterminer l'orientation d'un autre axe de zone (donné par ses deux angles) afin de lever l'ambiguïté.

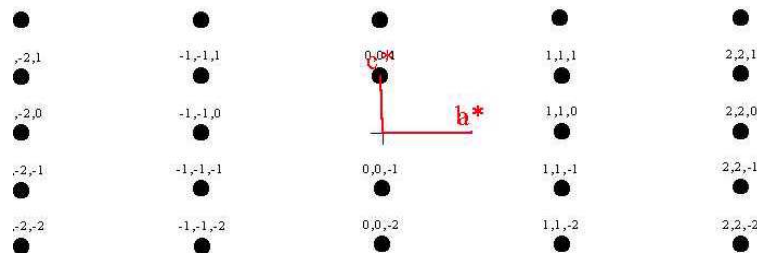


FIG. A.10 – *Axe de zone prismatique*  $\underline{B} = [10\bar{1}0]$ .

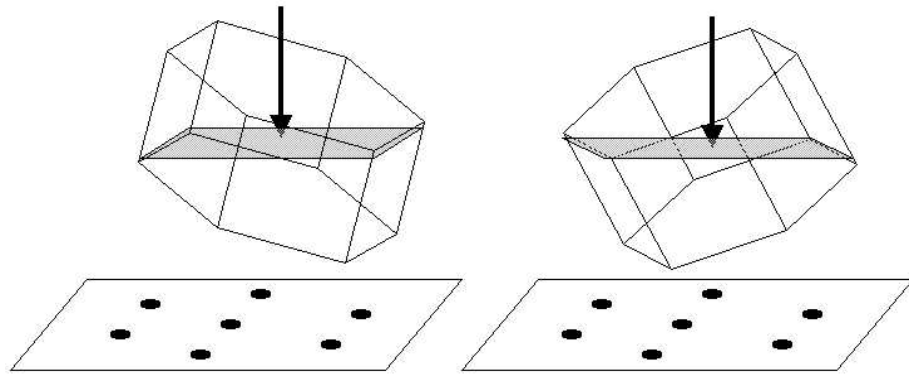


FIG. A.11 – *Effet d'une rotation de 180° sur la figure de diffraction et sur la maille cristalline (ou bien sur le réseau réciproque).*

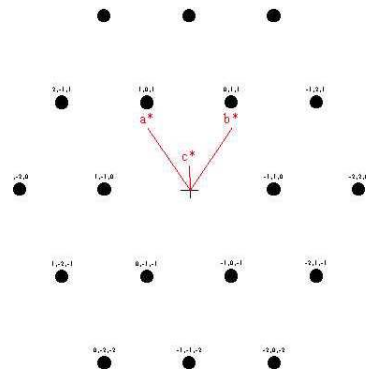


FIG. A.12 – *Axe de zone  $\underline{B} = [11\bar{2}]_3$ .*

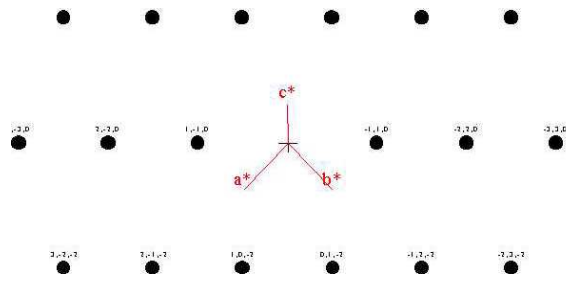


FIG. A.13 – *Axe de zone  $\underline{B} = [22\bar{4}]_3$ .*

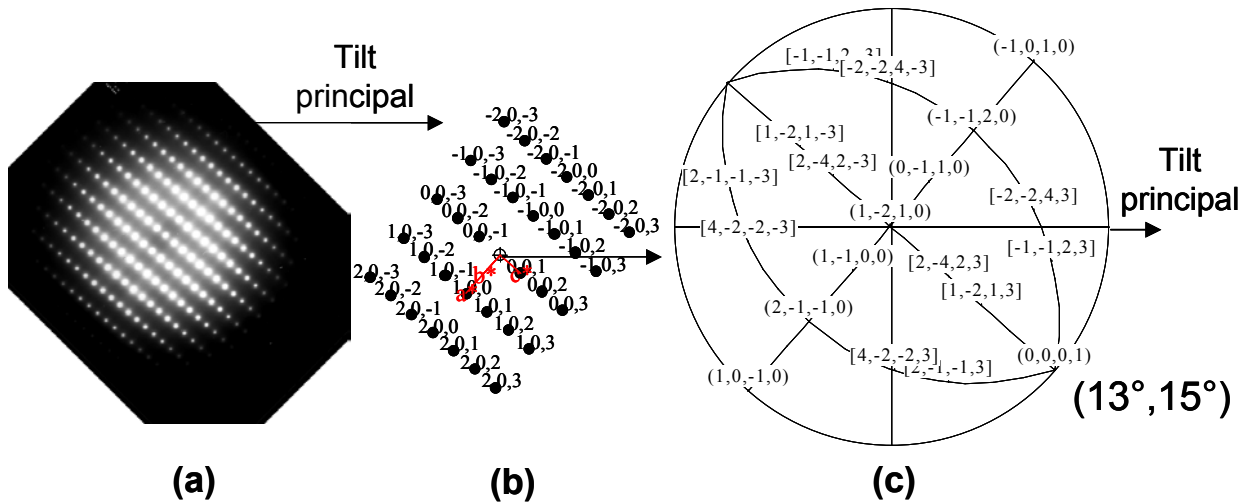


FIG. A.14 – (a) cliché de diffraction de l’axe de zone  $[0001]$  obtenu pour des angles de tilt de  $(13^\circ, 15^\circ)$ , (b) cliché de diffraction simulé par le logiciel CaRine, (c) projection stéréographique correspondante à l’orientation de l’échantillon.

#### Exemples de détermination de l’orientation de grains et de canaux :

Le cliché de diffraction de l’axe de zone  $[0001]$  reproduit sur la figure A.14 (a) a été obtenu pour des angles de tilt de  $(13^\circ, 15^\circ)$ . Le cliché est tourné de façon à ce que l’axe de tilt principal soit horizontal, comme dans le logiciel utilisé. Le cliché de diffraction de l’axe de zone correspondant simulé par le logiciel représenté Fig. A.14 (b) est positionné de façon à correspondre au cliché de diffraction expérimental. La projection stéréographique correspondante est également représentée Fig. A.14 (c). Après rotation des angles de tilt correspondants on obtient la projection stéréographique du grain pour des tilts nuls  $(0^\circ, 0^\circ)$  Fig. A.15 (b). On constate alors que la trace des canaux correspond effectivement bien à la trace du plan de base, le plan de base contenant presque dans ces conditions le faisceau d’électrons, ce qui explique la très bonne visualisation des canaux de la figure A.15 (a).

Dans le second cas présenté en exemple, seuls des axes de zone du second type ( $[11\bar{2}3]$ ,  $[22\bar{4}3]$ ) ont été atteints. On constate alors que deux projections stéréographiques différentes sont possibles pour un même cliché de diffraction de l’axe de zone  $[11\bar{2}3]$  obtenu pour des angles de tilt  $(13^\circ, 14^\circ)$  (Fig. A.16). Afin de choisir entre ces deux orientations différentes du grain, on détermine l’orientation d’un axe de zone  $[22\bar{4}3]$  qui est obtenu pour des angles de tilt de  $(-30^\circ, 14^\circ)$  (Fig. A.17). Les deux orientations différentes permettent bien d’obtenir des axes de zones  $[22\bar{4}3]$  pour des angles de tilt de  $(-30^\circ, 14^\circ)$  mais les deux orientations ne conduisent pas aux mêmes clichés de diffraction. En comparant ces clichés simulés avec le cliché expérimental, on détermine laquelle des deux orientations est compatible avec l’orientation du grain (Fig. A.17). Dans ce cas, c’est la deuxième orientation qui est compatible avec l’orientation du grain. La projection stéréographique correspondante à tilts nuls est présentée Fig. A.18 (b). Dans ce cas ci, c’est la direction circonférentielle qui a été positionnée parallèlement à l’axe de tilt

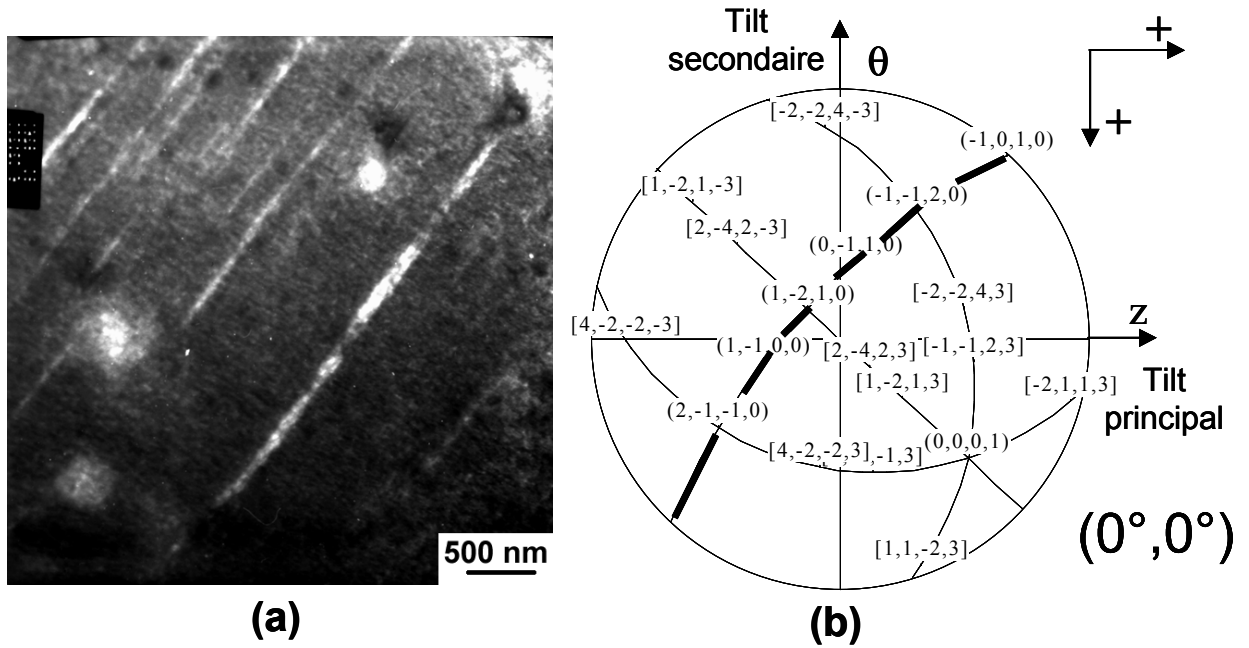


FIG. A.15 – (a) cliché d'un grain comportant des canaux basaux obtenu à tilts nuls, (b) projection stéréographique du grain correspondant à tilts nuls.

principal. On constate Fig. A.18 (a) que la trace des canaux observés correspond bien à la trace des plans de base. Le fait que le plan de base ne soit pas rigoureusement debout explique d'ailleurs la mauvaise visualisation des canaux.

### A.3 Orientation du canal par rapport à la lame

L'observation des canaux n'est pas aisée en particulier du fait de la texture spécifique du matériau. En effet, la texture est telle que les axes  $\langle c \rangle$  de la maille sont majoritairement orientés à  $30^\circ$  de la normale au plan de la tôle dans le plan DT-DN, c'est-à-dire que les plans de base sont majoritairement orientés à  $60^\circ$  de la normale à la lame. Si les canaux ne sont pas suffisamment larges ( $L < e \times \cos(30^\circ)$ ) il est nécessaire de tilter afin de pouvoir les visualiser (Fig. A.19). Pour une épaisseur de lame de 200 nm, la largeur théorique minimum du canal pour qu'il n'y ait pas recouvrement entre les deux bords du canal sans avoir à tilter pour une orientation du plan de base avec une normale à  $30^\circ$  par rapport à la normale à la lame est donc de 173 nm. Cette configuration est représentée sur la figure A.20.

Or les largeurs de canaux mesurées sont de l'ordre de 20 à 100 nm, on devra donc tilter afin de visualiser au mieux un canal dont la normale au plan est orientée à  $30^\circ$  de la normale à la lame. De façon générale, on peut montrer que l'angle de tilt nécessaire  $\theta$  pour visualiser, sans recouvrement des bords, un canal dont la normale est inclinée de  $\alpha$  par rapport à la normale à la lame est donné par la relation géométrique suivante :

$$\theta = \text{Arc tan} \left[ \frac{1}{\tan(\alpha)} - \frac{L}{e} \frac{1}{\sin(\alpha)} \right]$$

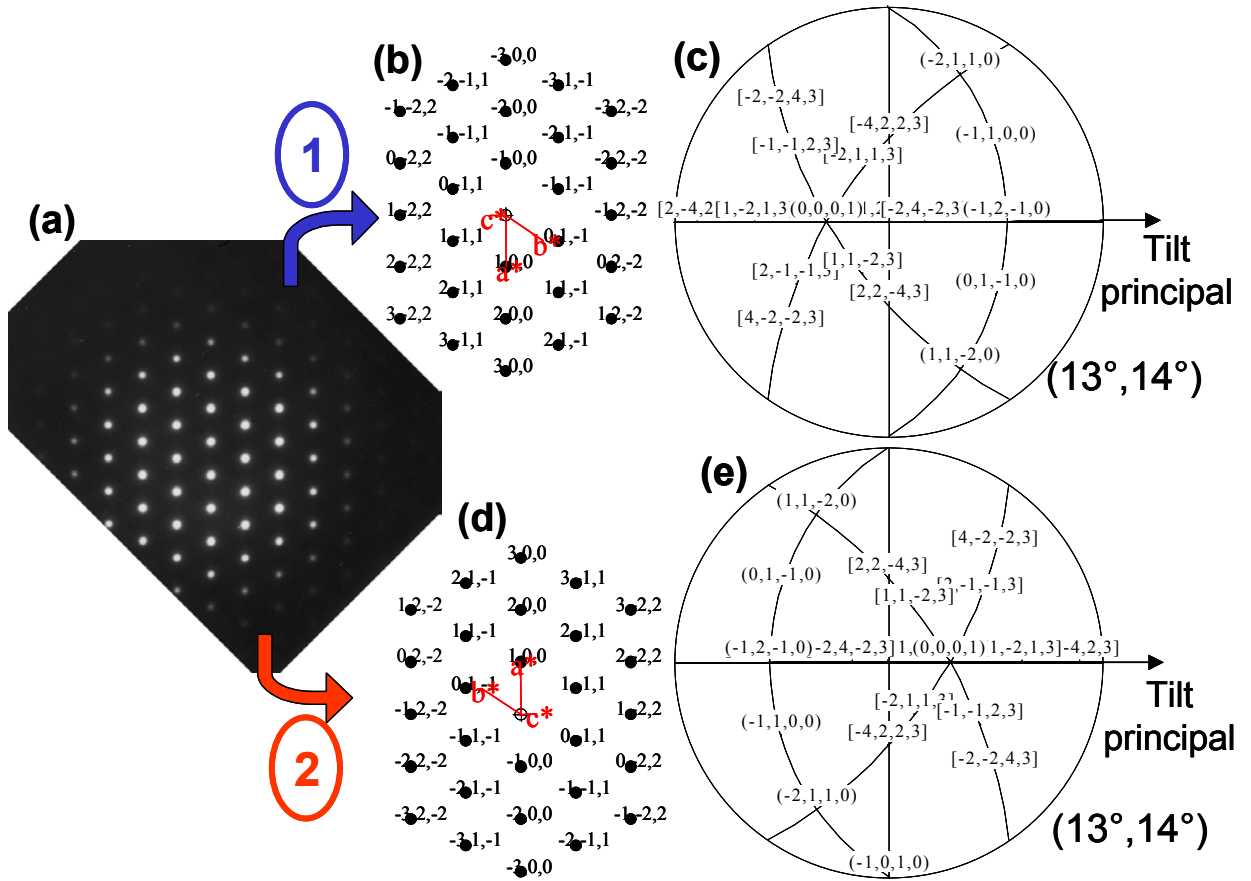


FIG. A.16 – (a) Cliché de diffraction d'un axe de zone du type  $[11\bar{2}3]$ , (b) et (d) clichés simulés par le logiciel, (c) et (e) projections stéréographiques correspondantes.



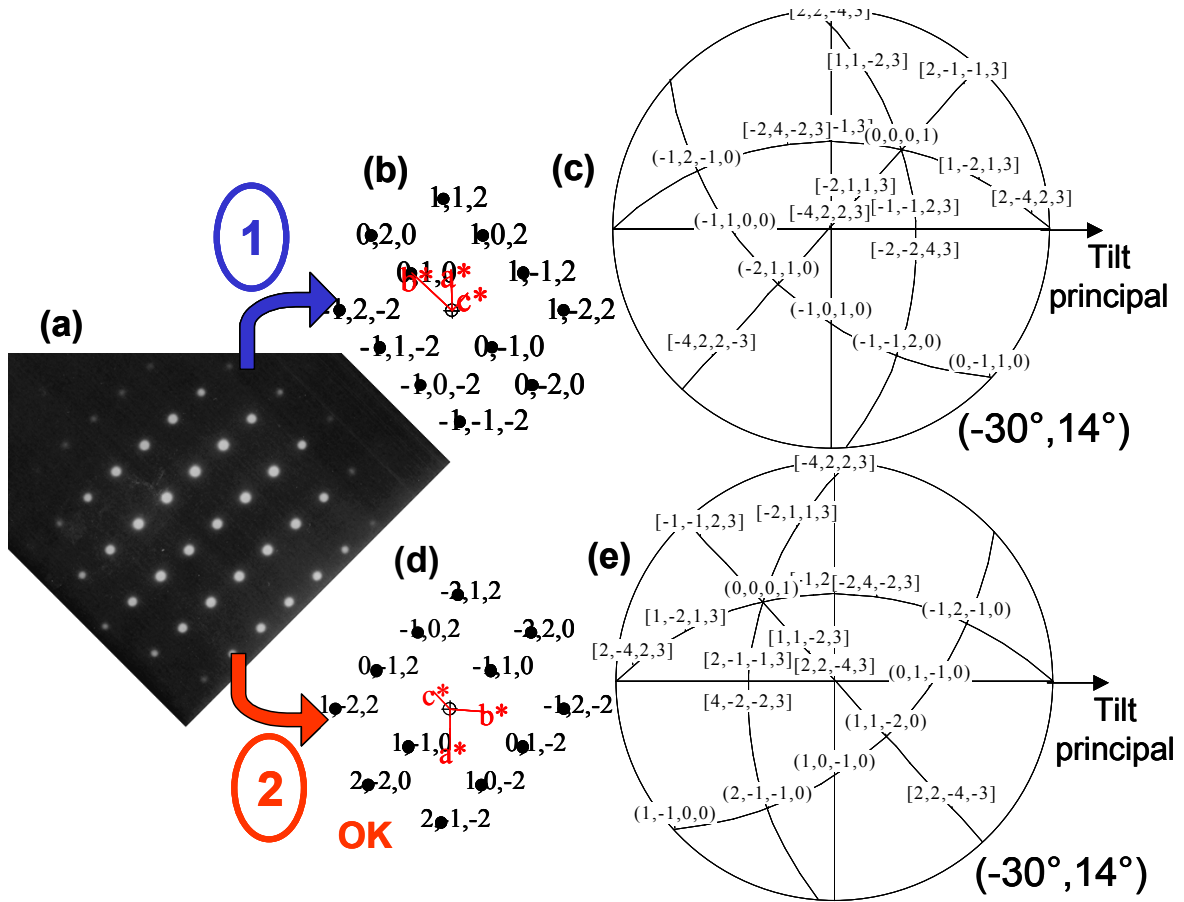


FIG. A.17 – (a) Cliché de diffraction d'un axe de zone du type  $[22\bar{4}3]$ , (b) et (d) clichés simulés par le logiciel, (c) et (e) projections stéréographiques correspondantes.

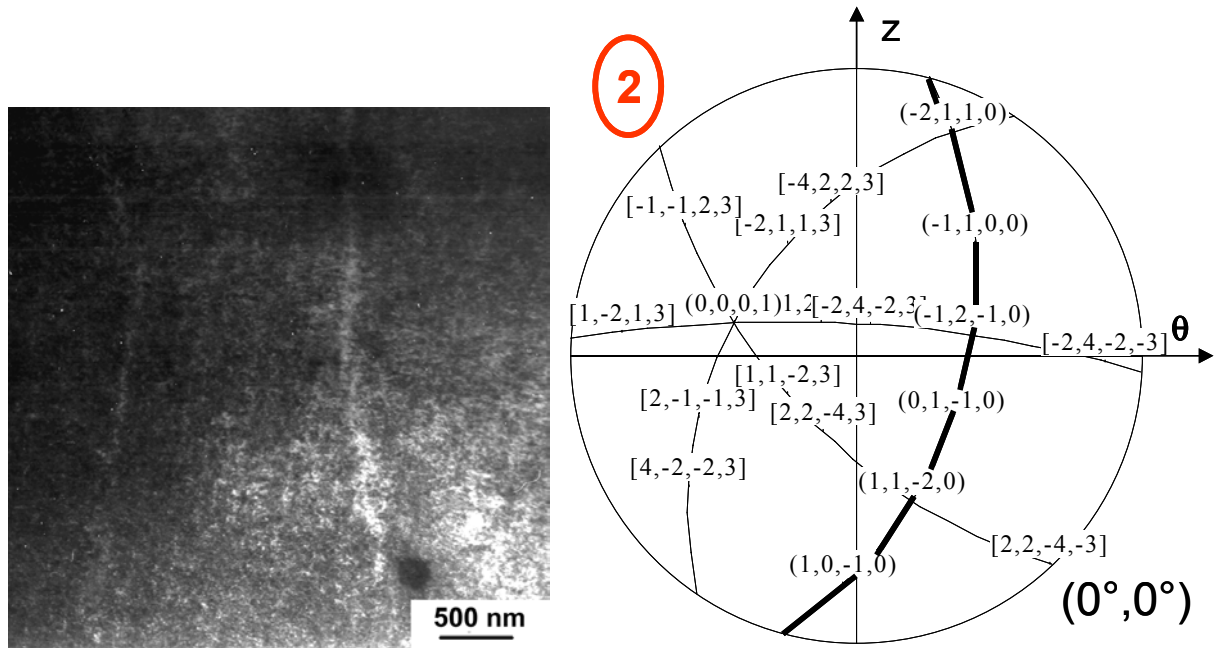


FIG. A.18 – (a) cliché d'un grain comportant des canaux basaux obtenu à tilts nuls, (b) projection stéréographique du grain correspondant à tilts nuls.

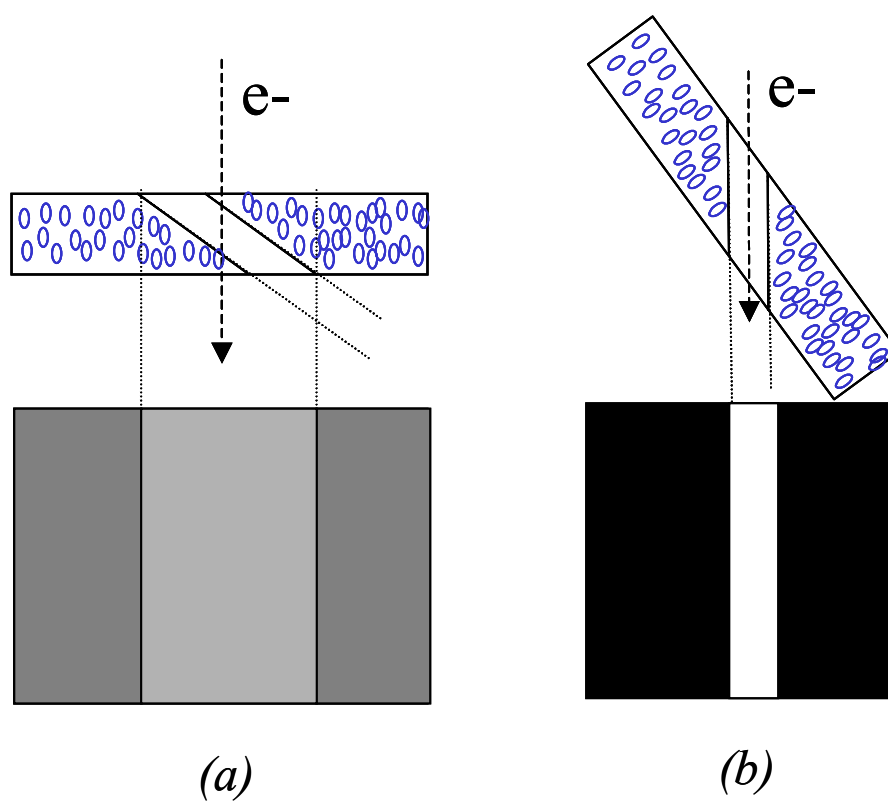


FIG. A.19 – (a) A tilt nul un canal incliné dans la lame présente un faible contraste canal-matrice. (b) On visualise bien le canal lorsque le faisceau d'électrons est contenu dans le plan de canalisation.

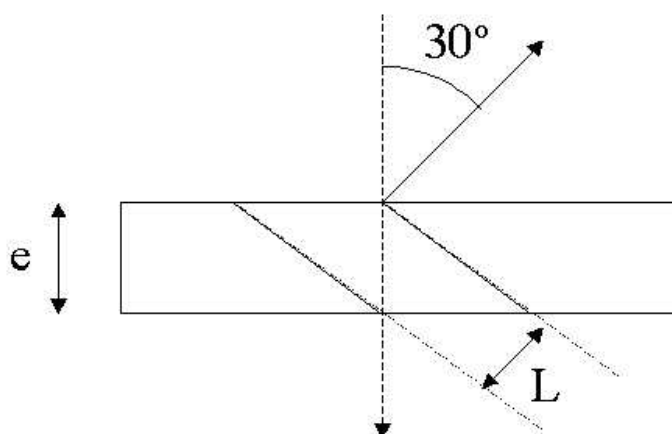


FIG. A.20 – Largeur minimum théorique pour la visualisation du canal à tilt nul.

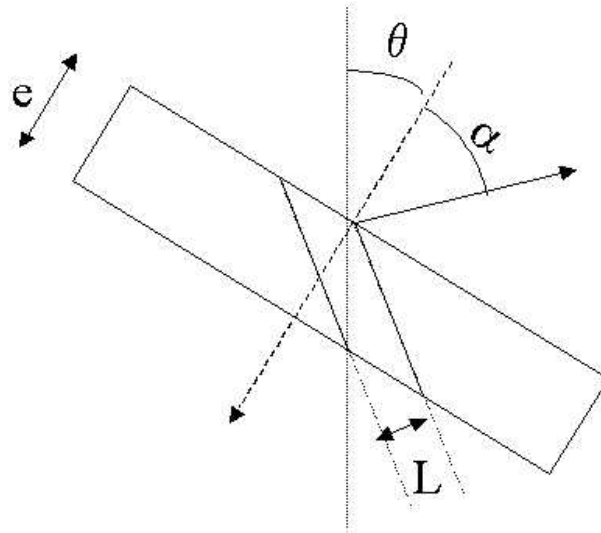


FIG. A.21 – *Tilt nécessaire pour visualiser un canal étroit dans la lame mince.*

où  $L$  est la largeur du canal et  $e$  l'épaisseur de la lame (Fig. A.21). On voit ainsi que pour un canal d'une largeur de 80 nm, dont la normale est orientée à  $\alpha = 30^\circ$  de la normale à la lame et une lame de 200 nm d'épaisseur, il est nécessaire de tilter de  $43^\circ$  afin de visualiser parfaitement le canal sans superposition des bords, tilt qui est à la limite des tilts accessibles par le porte-objet.

Expérimentalement, on a effectivement pu vérifier, que pour des canaux basaux (de largeur moyenne de 60 à 80 nm), il était possible de visualiser ceux-ci alors qu'on était éloigné de  $\pm 15^\circ$  de la position pour laquelle le plan de base contient le faisceau d'électrons. En effet, la relation trigonométrique nous indique que pour une lame d'épaisseur de l'ordre de 200 à 300 nm, on visualise pour un tilt nul ( $\theta = 0^\circ$ ) des canaux basaux inclinés à  $15^\circ$  ( $\alpha = 75^\circ$ ) par rapport au faisceau d'électrons. Ainsi, on est en mesure de visualiser les canaux basaux même si la trace du plan de base est à l'extérieur (de  $15^\circ$ ) du domaine angulaire ( $\pm 45^\circ, \pm 30^\circ$ ) sur la projection stéréographique. Le domaine angulaire de visualisation des canaux basaux correspond donc au domaine angulaire accessible auquel est ajouté  $15^\circ$ , comme il est représenté sur l'abaque de wulff de la figure A.5.

## Annexe B

# Facteurs de Schmid

Afin de relier la microstructure de canaux observée au chargement mécanique macroscopique, les facteurs de Schmid des systèmes activés et des systèmes non actifs ont systématiquement été calculés. La comparaison des facteurs de Schmid pour différentes sollicitations permet d'estimer les cissions critiques des différents systèmes de glissement. En traction simple la définition du facteur de Schmid est assez simple. On considère en général un cylindre de section droite d'aire  $S_0$ , sur lequel on applique une force  $\underline{F}$  suivant la direction axiale du cylindre  $\underline{F} = F\underline{e}_z$  (Fig. B.1), la contrainte axiale appliquée sur le cylindre étant  $\Sigma = \frac{F}{S_0}$ . Pour calculer la force qui agit pour le glissement du système  $(\underline{n}_s, \underline{l}_s)$  (où  $\underline{n}_s$  est la normale au plan de glissement qui décrit un angle  $\theta$  avec la direction axiale et  $\underline{l}_s$  la direction de glissement qui décrit un angle  $\lambda$  avec la direction axiale), on projete la force suivant la direction  $\underline{l}_s$  ce qui donne :  $F_{l_s} = \underline{F} \cdot \underline{l}_s = F \cos \lambda$ .

Afin de calculer la contrainte de cisaillement  $\tau_s$  qui s'exerce réellement sur la facette de normale  $\underline{n}_s$ , il faut se ramener à la contrainte en divisant la force projetée tangentiellement à la facette suivant la direction  $\underline{l}_s$  par l'aire de la facette  $S = \frac{S_0}{\cos \theta}$  ce qui conduit à :

$$\tau_s = \frac{F}{S_0} \cos \theta \cos \lambda = \Sigma \cos \theta \cos \lambda$$

Le facteur de Schmid est alors défini sans ambiguïté en traction uniaxée par :

$$\mathcal{F}_s(\underline{n}_s, \underline{l}_s) = \frac{\tau_s}{\Sigma} = \cos \theta \cos \lambda$$

On peut généraliser ce calcul en écrivant les cissions résolues sur les systèmes de glissement  $(\underline{n}_s, \underline{l}_s)$  comme :

$$\tau_s = \left( \underline{\underline{\sigma}}_g \cdot \underline{n}_s \right) \cdot \underline{l}_s = \underline{\underline{\sigma}}_g : \underline{\underline{\mu}}_s$$

où  $\underline{\underline{\mu}}_s$  est le tenseur d'orientation du système  $s$   $(\underline{n}_s, \underline{l}_s)$  défini par :

$$\underline{\underline{\mu}}_s = \frac{1}{2}(\underline{l}_s \otimes \underline{n}_s + \underline{n}_s \otimes \underline{l}_s)$$

Comme précédemment, en traction uniaxiale il n'y a pas d'ambiguïté, le facteur de Schmid se calcule en divisant la cission résolue sur le plan de glissement par la contrainte uniaxée macroscopique appliquée :

$$\mathcal{F}_s = \frac{\tau_s}{\Sigma}$$

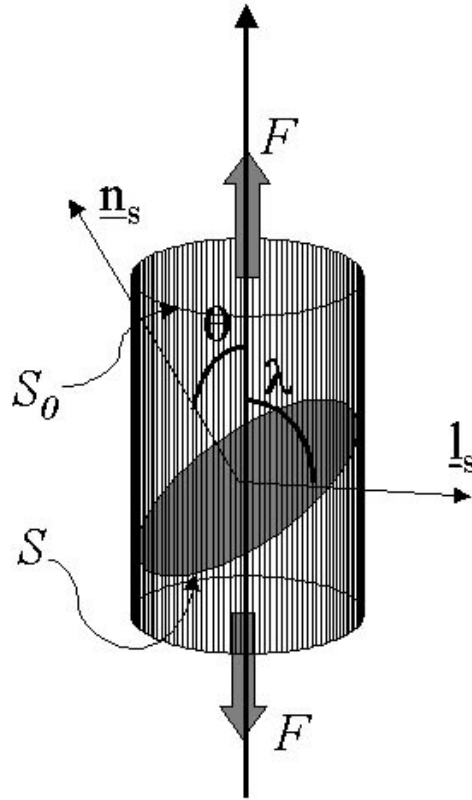


FIG. B.1 – Définition du facteur de Schmid en traction uniaxiale.

Ainsi par exemple en traction circonférentielle pure, le facteur de Schmid s'écrit :

$$\mathcal{F}_s = \frac{\tau_s}{\Sigma_{\theta\theta}}$$

En revanche, en pression interne, puisque l'essai est biaxé, il n'est pas si immédiat de généraliser la notion de facteur de Schmid. Pourtant ce concept est intéressant puisqu'il permet de comparer la plus ou moins bonne orientation des systèmes de glissement par rapport à la sollicitation, sans référence à une valeur de contrainte. Si on veut étendre cette notion à une sollicitation quelconque, il est nécessaire de revenir au principe du calcul de la contrainte de cisaillement  $\tau$  pour un tenseur des contraintes quelconque  $\underline{\underline{\Sigma}}$ . Une approche très commode consiste à utiliser la représentation plane de Mohr. Celle-ci permet de représenter l'amplitude des contraintes qui s'appliquent sur l'ensemble des facettes en un point d'un milieu continu. Comme le tenseur des contraintes est symétrique, il est toujours possible de le diagonaliser dans son repère principal. Celui-ci prend alors la forme :

$$\underline{\underline{\Sigma}} = \begin{bmatrix} \Sigma_1 & 0 & 0 \\ 0 & \Sigma_2 & 0 \\ 0 & 0 & \Sigma_3 \end{bmatrix}$$

On choisit ici  $\Sigma_1 \geq \Sigma_2 \geq \Sigma_3$ . On peut alors montrer que pour toute facette de normale  $\underline{n}$ , le vecteur contrainte  $\underline{\underline{\Sigma}}\underline{n} = \Sigma_{nn}\underline{n} + \underline{T}_n$  se décompose en une composante normale à la facette  $\Sigma_{nn}\underline{n}$  et une composante tangentielle à la facette  $\underline{T}_n$ . Dans le plan  $(\Sigma_{nn}, \|\underline{T}_n\|)$ , l'extrémité du

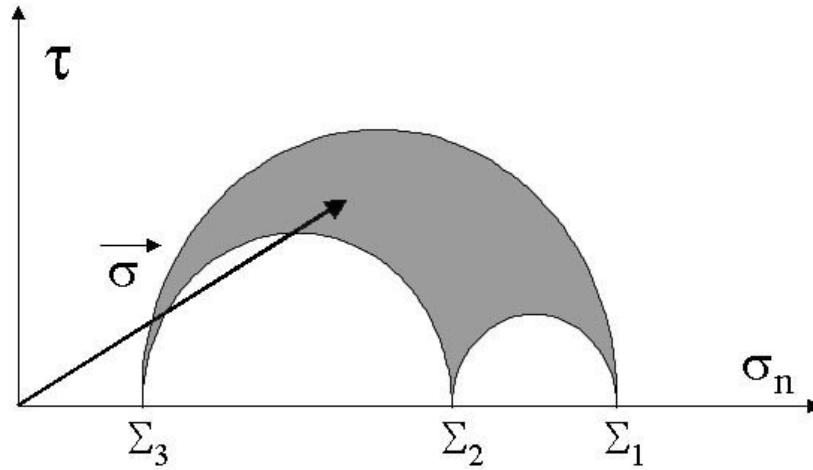


FIG. B.2 – Représentation plane de Mohr pour une sollicitation quelconque.

vecteur contrainte reste limitée dans la zone grisée de la figure B.2.

On peut donc conclure d'après ce diagramme que le cisaillement maximal en un point du milieu continu est de :

$$\tau_{\max} = \frac{\Sigma_1 - \Sigma_3}{2}$$

Pour une sollicitation uniaxée  $\Sigma_1 \neq 0$  et  $\Sigma_2 = \Sigma_3 = 0$ , on retrouve que le cisaillement maximum est égal à  $\tau_{\max} = \Sigma_1/2$ . Dans ce cas le facteur de Schmid était défini par  $\mathcal{F}_s = \tau_s/\Sigma_1$ , celui-ci prenait donc une valeur vérifiant :  $\mathcal{F}_s \leq 0.5$ . Pour une sollicitation quelconque, la généralisation du facteur de Schmid revient donc à diviser la cission résolue sur le système de glissement par le diamètre du plus grand cercle de Mohr, c'est-à-dire deux fois le cisaillement maximum :

$$\mathcal{F}_s = \frac{\tau_s}{\Sigma_1 - \Sigma_3}$$

Dans le cas d'un essai de pression interne sans reprise de l'effet de fond, le tenseur des contraintes se met sous la forme (dans l'approximation des tubes minces) :

$$\underline{\underline{\Sigma}} = \Sigma_{\theta\theta} \begin{bmatrix} \sim 0 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & \sim \frac{1}{2} \end{bmatrix}$$

La représentation de Mohr des contraintes en chaque point du tube mince est tracée sur la figure B.3.

Le facteur de Schmid pour une sollicitation de pression interne s'écrit donc :

$$\mathcal{F}_s = \frac{\tau_s}{\Sigma_{\theta\theta}}$$

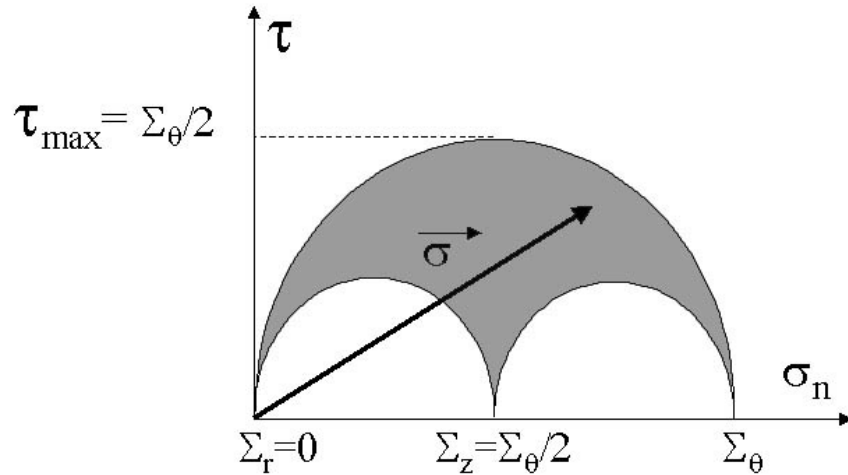


FIG. B.3 – Représentation de Mohr de la sollicitation de pression interne.

De façon pratique, le modèle polycristallin nous permet pour une fonction des orientations cristallines données ( $\phi_1, \Phi, \phi_2, f_g$ ) de calculer tous les facteurs de Schmid de tous les 24 systèmes de glissement  $P \langle a \rangle (3)$ ,  $B \langle a \rangle (3)$ ,  $\Pi_1 \langle a \rangle (6)$ ,  $\Pi_1 \langle c + a \rangle (12)$ . Dans le cas des essais de traction circonférentielle et de pression interne, nous n'observons que des canaux correspondant aux plans de base. Puisque les trois systèmes de glissement possèdent le même plan de glissement, il n'est pas possible en observant seulement la trace des plans de déterminer précisément le système de glissement correspondant ( $\underline{n}_s, \underline{b}_s$ ). On fait donc l'hypothèse que le système de glissement activé est celui dont le facteur de Schmid est le plus élevé. A partir des résultats de facteurs de Schmid donnés par le modèle polycristallin, on extrait le facteur de Schmid maximal du glissement basal pour chaque orientation étudiée et on étudie s'il y a présence ou non de canaux. On compare aussi la valeur du facteur de Schmid maximal du glissement basal à la valeur du facteur de Schmid maximal du glissement prismatique également calculée par le modèle polycristallin. Dans le cas de la traction axiale, on observe des canaux prismatiques et pyramidaux. Afin de déterminer les facteurs de Schmid des systèmes particuliers activés, nous ne pouvons plus utiliser directement de modèle polycristallin qui ne permet pas, sans des développements complémentaires, de relier le facteur de Schmid à un système particulier sur la projection stéréographique. Nous avons donc déterminé les facteurs de Schmid des systèmes activés en mesurant les angles ( $\theta, \lambda$ ) sur la projection stéréographique et en calculant  $\mathcal{F}_s = \cos(\lambda) \cos(\theta)$ .

## Annexe C

# Irradiation aux ions $Zr^+$ et analyse des essais de nano-indentation

### C.1 Mise en œuvre des irradiations aux ions

Le dispositif expérimental utilisé pour réaliser les irradiations aux ions zirconium est l'accélérateur d'ions ARAMIS du CSNSM/IN2P3/CNRS d'Orsay. La figure C.1 présente le schéma de principe de l'accélérateur d'ions ARAMIS avec les différentes lignes d'irradiation. Aramis est un accélérateur électrostatique qui permet l'implantation d'ions sur des échantillons de surfaces maximales de  $100 \times 100$  mm et sur une large gamme de température (90 K à 700 K). La ligne d'implantation utilisée est la ligne haute énergie (0.5 à 10 MeV), celle-ci est représentée sur la photographie C.2. De façon à estimer le profil d'endommagement du matériau, nous avons réalisé des simulations à l'aide du logiciel TRIM (Transport and Range of Ions in Matter). Ces simulations nous ont indiqué que pour obtenir un profil de dommage homogène sur 500 nm, il est nécessaire d'irradier les échantillons avec des ions de deux énergies différentes : 600 keV et 1 MeV avec des doses dans des proportions différentes (pour 1 ion de 600 keV, on envoie 4 ions de 1 MeV). Sur le graphique C.3 nous avons représenté le profil de dpa (déplacement par atomes) par ions incidents.

On constate que si on cumule les deux profils de dommage dans un rapport 1/4, le dommage est homogène entre 50 nm et 450 nm par rapport à la surface irradiée. Nous avons fait le choix de simuler deux microstructures différentes, l'une correspondant à une très faible irradiation (0.4 dpa) et l'autre correspondant aux faibles doses que nous avons observées sur matériau irradié aux neutrons ( $4$  à  $6 \times 10^{24}$  n/m<sup>2</sup> ce qui correspond environ à un dommage de 1 dpa). Pour obtenir la dose de 1 dpa, il est donc nécessaire d'irradier le matériau avec  $2 \times 10^{18}$  ions (1 MeV)/m<sup>2</sup> et  $5 \times 10^{17}$  ions (600 keV)/m<sup>2</sup>. Lors de l'irradiation nous avons pu obtenir un courant de 90 nA sur une surface de  $6 \times 10^{-4}$  m<sup>2</sup>, le flux d'ions était donc de l'ordre de  $10^{15}$  ions.m<sup>-2</sup>.s<sup>-1</sup>. Afin d'obtenir une dose de 1 dpa, nous avons donc dû irradier les échantillons pendant environ 30 minutes. Dans la mesure où pour ce flux et ce type d'irradiation nous ne connaissions pas précisément l'évolution de la microstructure d'irradiation avec la température, nous avons fait le choix de réaliser l'irradiation à la même température que lors des irradiations aux neutrons,



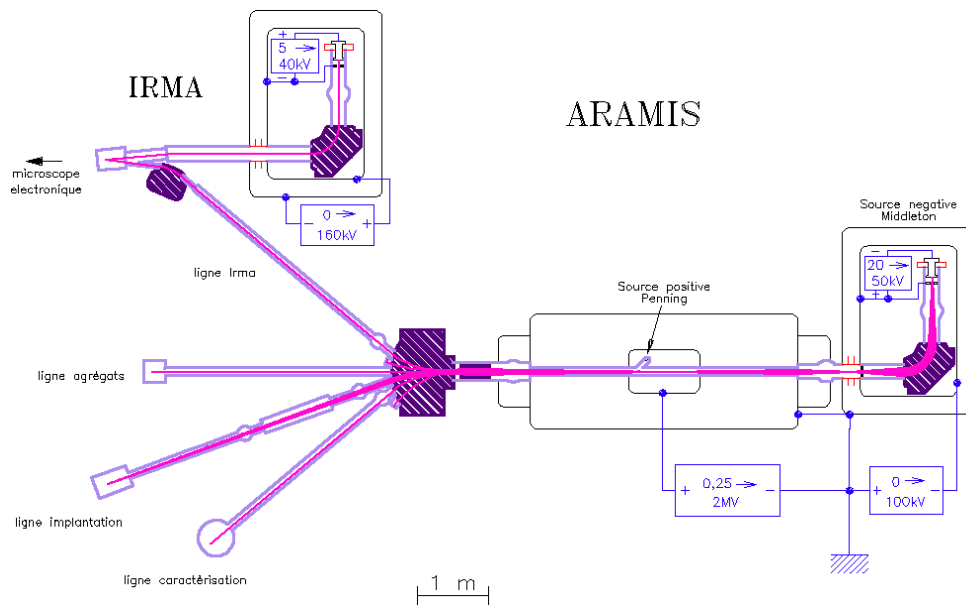


FIG. C.1 – Schéma de principe de l'irradiateur ARAMIS du CSNSM d'Orsay.

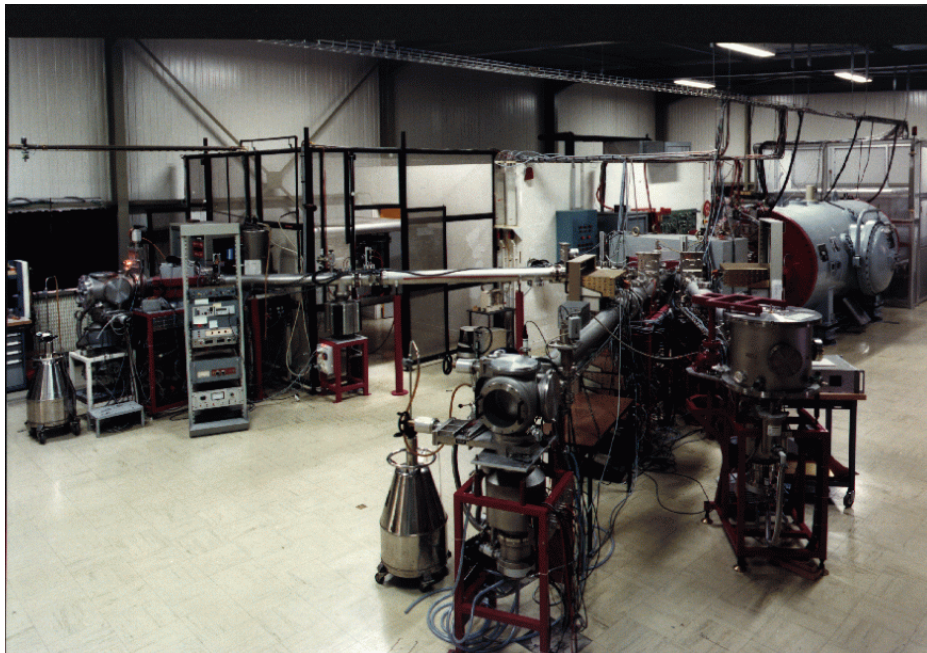


FIG. C.2 – Photographie de la ligne d'implantation d'ions de haute énergie de l'accélérateur ARAMIS.

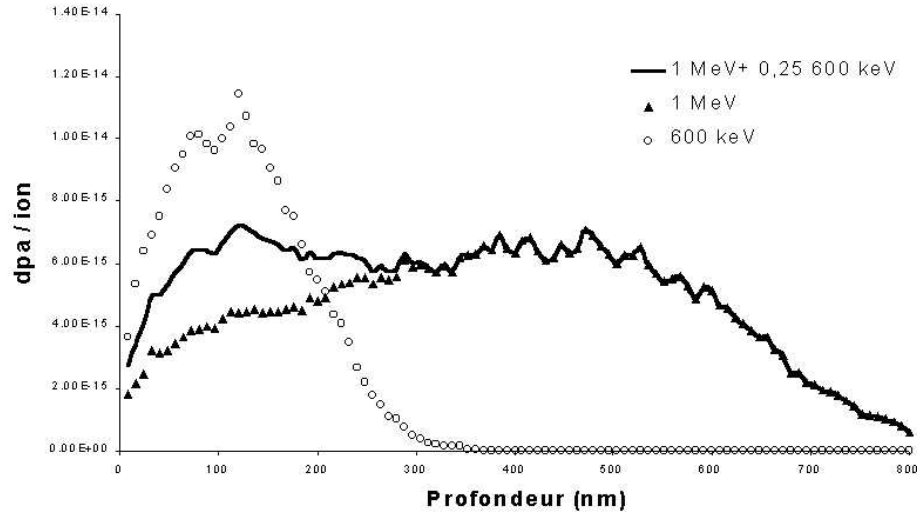


FIG. C.3 – Profil de dommage d'irradiation en fonction de la profondeur par rapport à la surface irradiée.

c'est-à-dire 350°C.

Matériau	Température d'irradiation	Flux ions.m <sup>-2</sup> .s <sup>-1</sup>	Energie des ions	Dose	Epaisseur irradiée
Zy-4 Rx	350°C	10 <sup>15</sup>	0.6 et 1 MeV	1 et 0.4 dpa	500 nm

## C.2 Préparations des échantillons

Les échantillons irradiés sont d'une part des éprouvettes de traction in situ en MET dont la géométrie est spécifique et d'autre part des disques de 3 mm de diamètre et de 0.1 mm d'épaisseur. Les éprouvettes de traction in situ sont des plaquettes de 5.5 mm de long, 1.8 mm de large sur 0.1 mm d'épaisseur. Ces plaquettes sont percés de deux trous de diamètre de 0.4 mm comme représenté sur la figure C.4.

Ces éprouvettes ont été prélevées dans une tôle en Zy-4 de 0.45 mm d'épaisseur grâce à une technique d'usinage par électro-érosion. 25 éprouvettes ont été prélevées dans le sens long de la tôle et 25 autres dans le sens travers de la tôle. Afin de diminuer l'épaisseur des éprouvettes à 0.1 mm, nous avons réalisé un polissage mécanique. Les disques de 3 mm de diamètre ont été prélevés dans la même tôle sous forme de plaquette qui a été amincie par polissage mécanique à une épaisseur de 0.1 mm. Dans cette plaquette des disques de 3 mm de diamètre ont été poinçonnés. L'irradiation ayant lieu sur une faible épaisseur à la surface de l'éprouvette, nous avons préalablement à l'irradiation, réalisé un polissage électrolytique générant une forme de cuvette, sur toutes les zones à irradier. Ce poli miroir permet de garantir une grande qualité de surface à la zone à irradier. Ce protocole expérimental est reproduit schématiquement sur la figure C.5.

Du fait de la géométrie spécifique des éprouvettes de traction in situ, nous avons dû concevoir

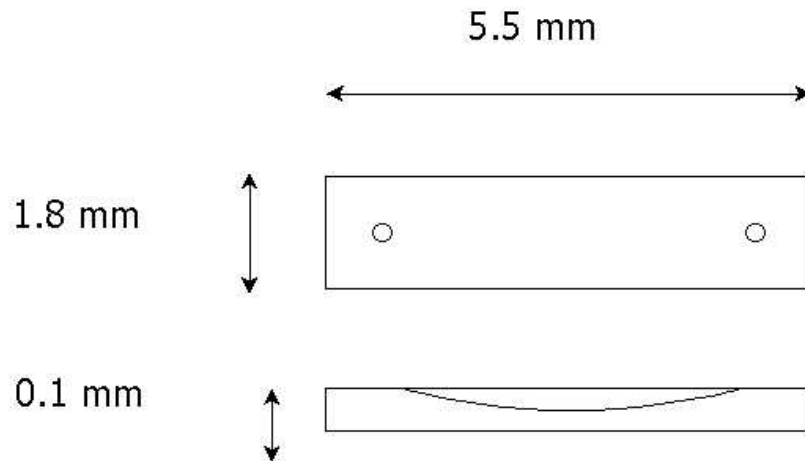
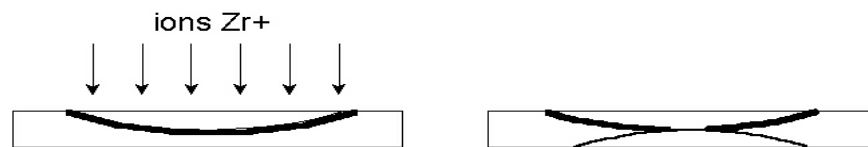
FIG. C.4 – Schéma d'une éprouvette de traction *in situ* MET.

FIG. C.5 – Principe de l'irradiation et du polissage une face.

un porte-échantillons particulier pour maintenir les éprouvettes de traction *in situ* lors de l'irradiation aux ions. Le dispositif d'irradiation a aussi une géométrie particulière qu'il a aussi fallu prendre en compte lors de la conception du porte-échantillons. Les autres exigences étaient d'optimiser le nombre d'éprouvettes irradiées, garantir un bon contact thermique entre les différents éléments et permettre le pompage sous les éprouvettes. Nous avons donc, avec l'aide de l'usineur, proposé un montage original permettant un bon maintien des éprouvettes de traction *in situ* lors de l'irradiation et garantissant toutes les exigences dimensionnelles. Une photographie du porte-échantillon est présentée sur la figure C.6.

Après l'irradiation, nous avons poli électrolytiquement la surface opposée à la surface irradiée des éprouvettes de traction *in situ*, tout en protégeant la surface irradiée à l'aide d'une laque adaptée. Lorsque un trou était réalisé, le polissage était interrompu. Les bords du trou, zones observables en MET d'épaisseur de l'ordre de 200 nm, se trouvent donc au niveau de la zone irradiée. Ainsi, lors de l'essai de traction *in situ*, les bords du trou se déforment plastiquement dans la zone irradiée. Nous sommes donc en mesure d'observer les dislocations se déplacer à travers les boucles d'irradiation. Les disques de 3 mm de diamètre, quant à eux, sont directement utilisables pour la nano-indentation ou bien comme lames témoins de la microstructure d'irradiation.



FIG. C.6 – Photographie du porte-échantillons réalisé pour les irradiations aux ions  $Zr^+$ .

### C.3 Caractérisation du durcissement par nano-indentation (à température ambiante)

#### C.3.1 Principe

Afin de caractériser le niveau de durcissement induit par l'irradiation aux ions des essais de nano-indentation ont été réalisés sur les lames en Zy-4 recristallisé non irradié et irradié aux ions  $Zr^+$  jusqu'à une dose de 0.4 et 1 dpa. Ces essais consistent à appliquer une pointe en diamant de forme pyramidale de type Berkovitch à une vitesse de mise en charge constante sur une surface plane du matériau et enregistrer l'effort appliqué ainsi que l'enfoncement de l'indenteur au cours de l'essai. La dureté,  $H$ , déterminée lors de ces essais, est définie par le rapport entre la force appliquée  $P$  et l'aire de la surface de contact entre le poinçon et l'échantillon projetée sur la surface plane  $A$  :

$$H = \frac{P}{A}$$

Puisque celle-ci correspond à une pression, on l'exprime en GPa dans le cas des essais de nano-indentation. La force appliquée peut aller de 0 à 500 mN avec une résolution de 100 nN, le déplacement de l'indenteur peut aussi aller de 0 à 50  $\mu\text{m}$  avec une résolution de 0.1 nm d'après Robertson (1998). Pratiquement, on se limitera à des indentations de profondeurs supérieures ou égales à 50 nm. Au cours de chaque essai, une courbe force ( $P$ )-déplacement ( $\delta$ ) est enregistrée. Un essai réalisé à une profondeur de 100 nm sur du Zy-4 irradié à 1 dpa avec des ions  $Zr^+$  est présenté sur le graphique C.7.

Afin d'estimer la nano-dureté du matériau, il est nécessaire de déterminer la surface de contact projetée  $A$  lorsque l'indenteur a atteint sa charge maximum  $P_{\text{max}}$ . Cependant, contrairement aux essais de dureté classiques, la mesure de la dimension des empreintes après essais est très délicate pour des essais de nano-indentation et nécessite de mettre en œuvre des techniques

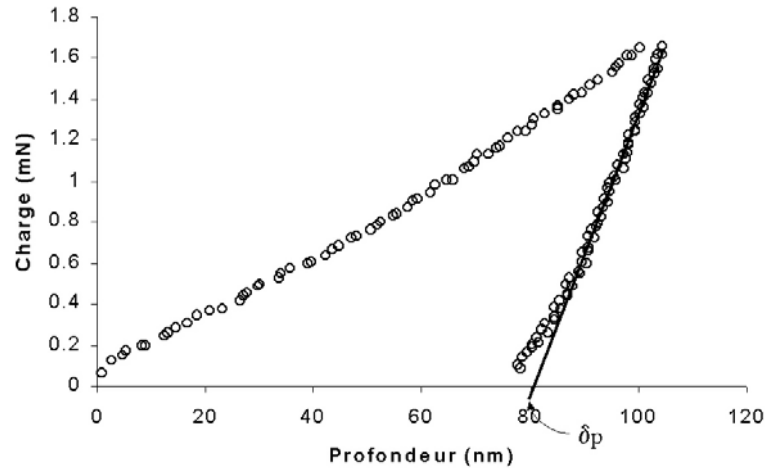


FIG. C.7 – Essai de nano-indentation réalisé à une profondeur de 100 nm sur du Zy-4 irradié aux ions  $Zr^+$ .

comme la microscopie à force atomique (AFM). On préfère donc déterminer l'aire projetée de contact à partir de la mesure de la profondeur d'indentation  $\delta$  pour la charge maximale  $P_{\max}$ . Cependant, le déplacement instantané de l'indenteur est la somme d'un déplacement plastique ( $\delta_p$ ) et d'un déplacement élastique ( $\delta_e$ ). L'estimation de la dureté ne doit faire intervenir que le déplacement plastique. On peut estimer celui-ci en traçant la droite tangente à la portion de la courbe de décharge suivant l'application de la charge maximale. L'intersection de cette droite avec l'axe horizontal correspond alors au déplacement plastique  $\delta_p$ . Le problème de l'estimation de la dureté revient maintenant à déterminer la relation qui existe entre le déplacement plastique  $\delta_p$  et l'aire de contact projetée  $A$ . Cette relation  $A(\delta_p)$  correspond à l'aire de la section de l'indenteur (section perpendiculaire à l'axe d'indentation), en fonction de la profondeur de pénétration plastique  $\delta_p$ . La fonction d'aire fournie par le constructeur pour un indenteur Berkovich est de la forme :

$$A(\delta_p) = a\delta_p^2 + b\delta_p$$

Grâce à la fonction d'aire, il est possible de déterminer la nano-dureté par l'expression :

$$H = \frac{P}{A(\delta_p)}$$

Dans le cas de notre étude, l'évolution de la dureté avec la profondeur d'indentation (50, 100, 200, 500 et 1000 nm), pour le matériau irradié à 1 dpa et le matériau non irradié a été caractérisée grâce à la réalisation de séries de 20 indentations pour chaque niveau de profondeur (Fig. C.8). Pour la profondeur de 100 nm, des séries de 100 indentations ont été réalisées (sur un dispositif légèrement différent du précédent), permettant une détermination statistique plus précise du durcissement. Après essai, la face arrière des pastilles a été polie électrolytiquement (en protégeant la face irradiée et indentée), afin d'observer en MET les zones indentées.

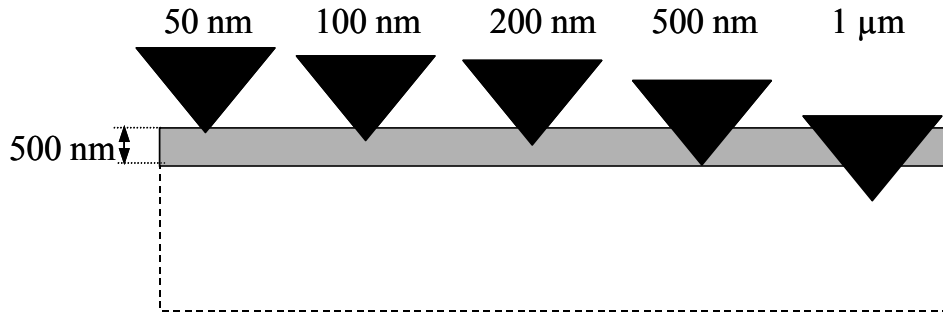


FIG. C.8 – Profondeur d'indentation par rapport à l'épaisseur irradiée.

### C.3.2 Résultats

En premier lieu, il a été constaté, pour une profondeur d'indentation de 100 nm, que le matériau irradié à 0.4 dpa et le matériau non irradié présentent la même dureté, compte tenu de la dispersion expérimentale. Il a donc été choisi de ne considérer que le matériau irradié à 1 dpa et le matériau non irradié.

Les indentations réalisées pour différentes profondeurs (Tab. 2.7 et Fig. C.9) (séries de 20 indentations), mettent en évidence que pour les deux matériaux (non irradié et irradié à 1 dpa) la dureté a tendance à augmenter (pour une profondeur inférieure à 200 nm) lorsque la profondeur d'indentation diminue. Malgré la dispersion importante des résultats, les duretés des deux matériaux se distinguent de façon satisfaisante pour des profondeurs inférieures ou égales à 200 nm, le matériau irradié ayant une dureté supérieure à celle du matériau non irradié. Pour la profondeur de 100 nm, les résultats sont présentés sous forme d'histogrammes (Tab. 2.8 et Fig. C.10). On constate également que les duretés tendent vers la même valeur pour des profondeurs plus importantes, jusqu'à être égales pour une profondeur de 1  $\mu\text{m}$ . Un cliché MET d'une zone indentée, observée sur matériau non irradié, est reporté sur la figure C.11. Dans ce cas, les zones indentées se caractérisent par une petite zone sombre centrale entourée d'une grande densité de dislocations qui ont été émises par l'indentation. Sur matériau irradié (Fig. C.12), en revanche, aucune dislocation ne semble avoir été émise à partir de l'indentation comme dans le cas du matériau non irradié, la zone plastifiée étant donc nettement plus restreinte. D'autre part, aucun éclaircissement lié à la présence de canaux n'est mis en évidence.

### C.3.3 Discussion et interprétations

L'augmentation de la dureté du matériau non irradié et du matériau irradié lorsque la profondeur d'indentation diminue ( $\leq 200$  nm) est un phénomène qui a été observé par de nombreux auteurs pour différents matériaux. En effet, dans le cas du cuivre monocristallin et du cuivre polycristallin écroui (Fig. C.13), par exemple, Gao (1999) a noté dans sa synthèse que pour des profondeurs d'indentation inférieures à 1  $\mu\text{m}$ , la dureté augmente lorsque la profondeur

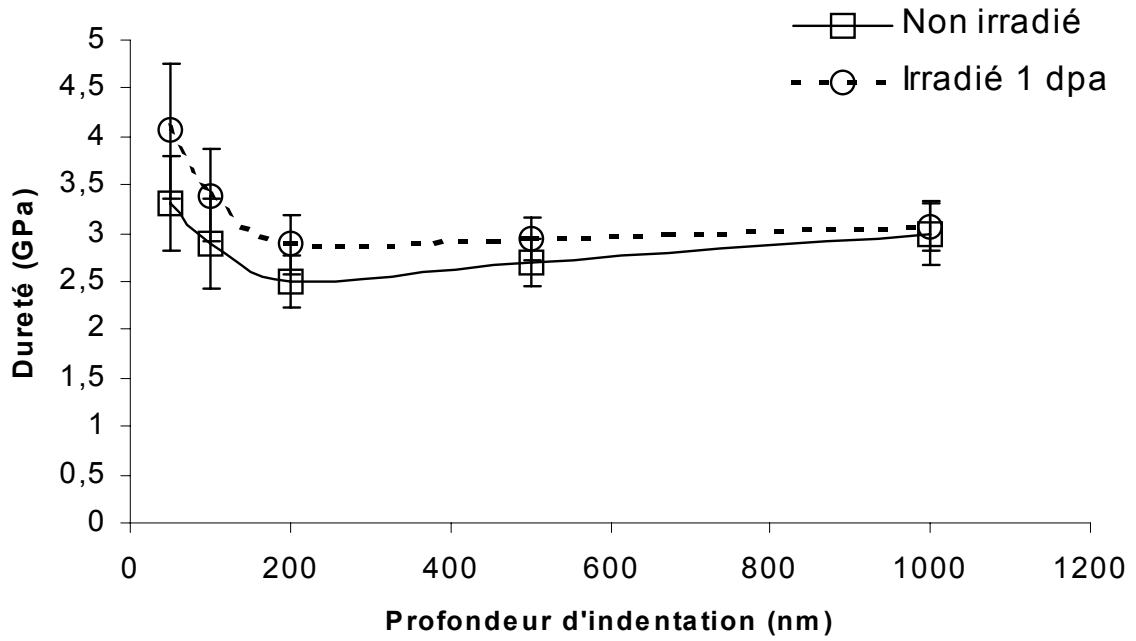


FIG. C.9 – Evolution de la dureté avec la profondeur d'indentation pour le matériau non irradié et le matériau irradié.

TAB. C.1 – Evolution de la dureté avec la profondeur d'indentation pour le matériau non irradié et le matériau irradié (séries de 20 indentations).

Profondeur	Zy-4 non irradié		Zy-4 irradié		Durcissement relatif
	Dureté moyenne	Ecart type	Dureté moyenne	Ecart type	
50 nm	3.3 GPa	0.49 GPa	4.06 GPa	0.69 GPa	23%
100 nm	2.9 GPa	0.47 GPa	3.39 GPa	0.48 GPa	17%
200 nm	2.5 GPa	0.28 GPa	2.88 GPa	0.3 GPa	15%
500 nm	2.7 GPa	0.24 GPa	2.94 GPa	0.22 GPa	9%
1000 nm	3 GPa	0.34 GPa	3.07 GPa	0.24 GPa	2%

TAB. C.2 – Evolution de la dureté avec la profondeur d'indentation pour le matériau non irradié et le matériau irradié (séries de 100 indentations).

Profondeur	Zy-4 non irradié		Zy-4 irradié		Durcissement relatif
	Dureté moyenne	Ecart type	Dureté moyenne	Ecart type	
100 nm	3.2 GPa	0.8 GPa	3.7 GPa	0.8 GPa	15%

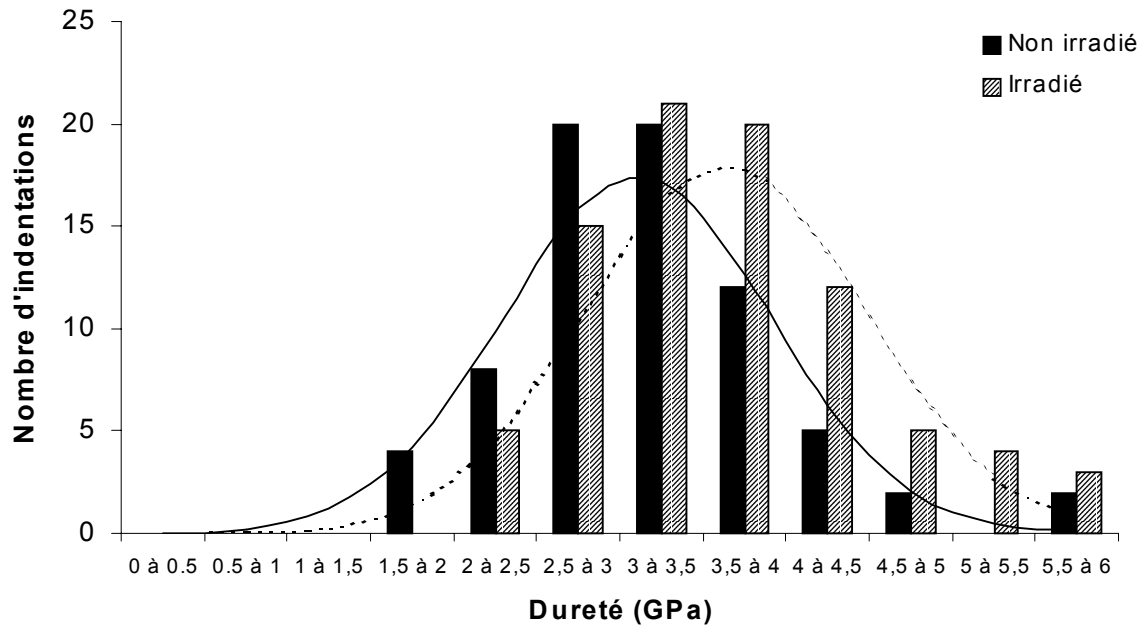


FIG. C.10 – Histogrammes des valeurs de dureté du Zy-4 non irradié (continu) et irradié (hachuré).

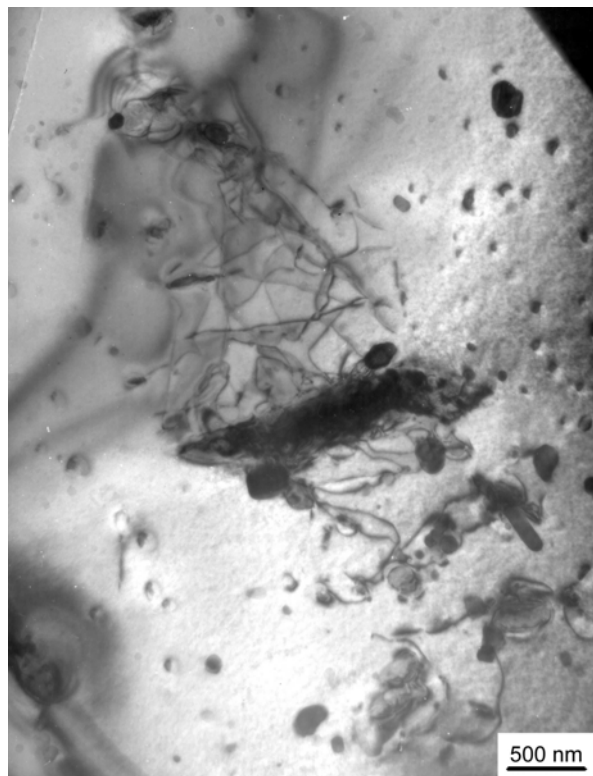


FIG. C.11 – Empreinte de nano-indentation réalisée dans le matériau non irradié vue en MET.



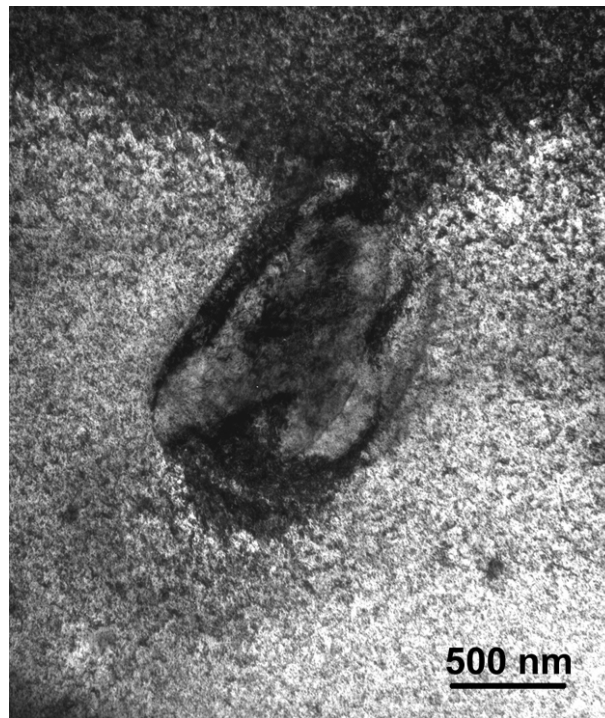


FIG. C.12 – Zone indentée observée en MET sur le matériau irradié à 1 dpa.

d'indentation diminue. Ce phénomène est interprété par Gao (1999) comme le résultat d'effets d'échelle liés à la nature discrète de la déformation plastique à l'échelle des dislocations. On peut aussi, de façon plus générale, attribuer ce phénomène à l'effet de la surface (oxydation...) qui prend une part d'autant plus importante que la profondeur indentée est faible.

Les mesures montrent de plus que, pour des profondeurs inférieures ou égales à 200 nm, le matériau irradié a une dureté supérieure à celle du matériau non irradié. Ce durcissement semble pouvoir être attribué à la forte densité de boucles d'irradiation  $\langle a \rangle$  qui font obstacles au glissement des dislocations. Une identification par MET des mécanismes de déformation n'a cependant pas pu être réalisée compte tenu de la forte densité de boucles  $\langle a \rangle$  qui ne permettent pas la visualisation des zones indentées. En revanche, on constate que, lorsque la profondeur indentée augmente au delà de 200 nm, les duretés des matériaux irradié et non irradié tendent vers la même valeur, jusqu'à être égales pour une profondeur de 1  $\mu\text{m}$ . En effet, l'épaisseur irradiée étant seulement de 500 nm, une indentation réalisée à une profondeur de 1  $\mu\text{m}$  (Fig. C.8) ne caractérise pas uniquement la dureté du matériau irradié mais aussi, en grande partie, celle de la couche sous-jacente non irradiée, conduisant ainsi à une valeur de dureté proche de celle du matériau non irradié. Certains auteurs (Lee et al. 1999) estiment d'ailleurs que le champ de déformation dû à l'indentation s'étend sur une profondeur correspondant à plusieurs fois la profondeur de l'indentation (jusqu'à sept fois d'après ces auteurs). Lorsque la profondeur indentée diminue, la part du matériau irradié devient de plus en plus importante conduisant à une augmentation de la dureté mesurée. Lorsque la profondeur indentée devient suffisamment faible par rapport à l'épaisseur irradiée ( $\leq 100$  nm) (Fig. C.8), seule la couche irradiée se déforme, la dureté mesurée correspond alors à la dureté du matériau irradié. Pour la

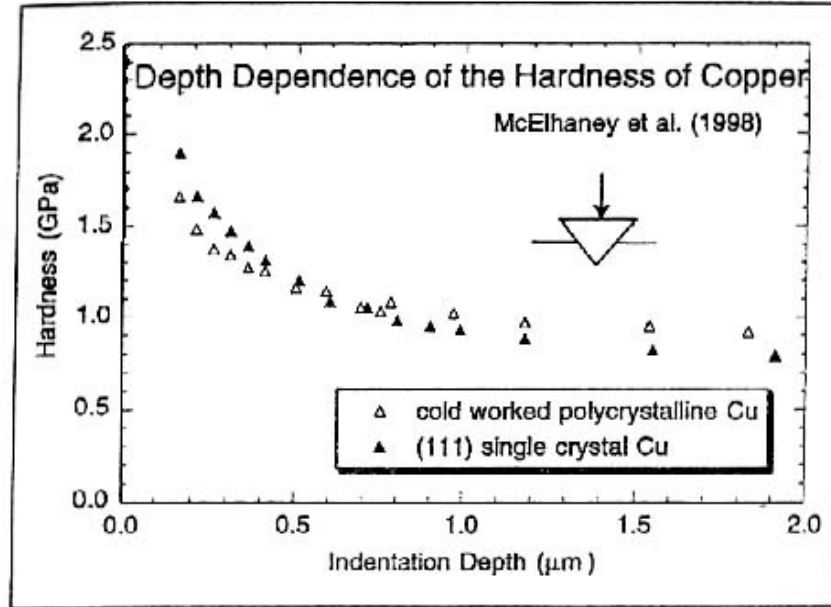


FIG. C.13 – Evolution de la dureté avec la profondeur d'indentation dans du cuivre mono et polycristallin (Gao, 1999).

profondeur d'indentation de 100 nm, la première série de 20 indentations a permis d'estimer le durcissement relatif induit par l'irradiation à une valeur de l'ordre de 17%. La deuxième série de 100 indentations, sur un dispositif légèrement différent (expliquant ainsi les différences de dureté mesurées) a conduit à une estimation du durcissement relatif de l'ordre de 15%. Comme dans le cas des essais de dureté classique (François, 2001), il est possible de relier les valeurs de dureté mesurées aux propriétés mécaniques macroscopiques. En effet, dans le cas de l'essai de dureté Brinell, il existe une relation de proportionnalité entre la contrainte maximale  $\Sigma_m$  et la dureté  $H$ . Dans le cas d'un matériau élasto-plastique parfait la relation de proportionnalité est  $\Sigma_m = 2.8H_B$ , pour des aciers présentant un fort écrouissage la relation est  $\Sigma_m = 3.5H_B$ . Dans le cas des essais de dureté Vickers ce coefficient de proportionnalité est également de l'ordre de 3. Puisqu'il existe une relation de proportionnalité entre les essais macroscopiques et l'essai de dureté, si on compare un matériau durci, par exemple par l'irradiation, au même matériau mais dans l'état non durci, le durcissement relatif déterminé par des essais de dureté doit être égale au durcissement relatif déterminé par des essais de traction :

$$\frac{H_i - H_{ni}}{H_{ni}} = \frac{\Sigma_m^i - \Sigma_m^{ni}}{\Sigma_m^{ni}}$$

C'est effectivement ce qu'observent plusieurs auteurs dans le cas des alliages de zirconium irradiés aux neutrons et sollicités lors d'essais de dureté Vickers classiques. Nakatsuka (1987) a réalisé des essais de dureté Vickers et Knoop à température ambiante sur du Zy-2 irradié aux neutrons. Il a ainsi pu déterminer que le matériau non irradié présentait une dureté Vickers de 176 Hv alors que le matériau irradié à  $9.3 \times 10^{24}$  n/m<sup>2</sup> présentait une dureté Vickers de 240 Hv pour des charges de 4.9 N. A température ambiante, Yasuda (1987) mesure pour ce

même Zy-2, en traction axiale, des contraintes maximales pour du Zy-2 non-irradié et irradié  $\Sigma_{0.2\%}^{mi} = 546$  MPa et  $\Sigma_{0.2\%}^i = 709$  MPa pour une fluence de  $9 \times 10^{24}$  n/m<sup>2</sup>. On voit dans ce cas que le durcissement relatif mesuré en dureté est du même ordre que le durcissement relatif déterminé par des essais de traction axiale à température ambiante, c'est-à-dire de l'ordre de 30%, le coefficient de proportionalité étant bien de l'ordre de 3.

Dans le cas des essais de nano-indentation réalisés, le durcissement mesuré à température ambiante est de l'ordre de 15%, valeur qui est du même ordre de grandeur, compte tenu de la dispersion expérimentale illustrée sur les histogrammes (Fig. C.10), que le durcissement de 30% déterminé par Nakatsuka à température ambiante en traction axiale ainsi que pour des duretés Vickers. L'importante dispersion des mesures de nano-indentation peut s'expliquer par les différentes hétérogénéités rencontrées dans le matériau telles que des précipités, des joints de grains ou bien des variations de relief de la surface.

## Annexe D

# Analyse et simulation des essais de pression interne

### D.1 Analyse mécanique

Le comportement mécanique des tubes de gaine non irradiés ou irradiés est essentiellement caractérisé à l'aide d'essais mécaniques en pression interne. Ces essais consistent à prendre un tronçon de tube qui peut avoir été irradié ou non, à boucher une de ses extrémités à l'aide d'un bouchon auto-serrant type "Swagelock", puis fixer un raccord auto-serrant à l'autre extrémité, raccord qui peut être branché à un circuit d'huile. Ainsi, en introduisant de l'huile sous haute pression  $P$  ( $P \leq 2000$  bar) dans le tube et en mesurant pour chaque niveau de pression le déplacement radial de la paroi extérieure du tube  $\Delta\phi_e$ , on est en mesure de caractériser le comportement mécanique du matériau dont est constitué le tube. En pratique, un système d'asservissement permet de piloter l'essai en déformation et d'enregistrer pour chaque niveau de déformation la pression correspondante. Le dispositif d'extensométrie est constitué de quatre capteurs dont l'erreur absolue est de l'ordre de  $1 \mu\text{m}$ , mais la sensibilité à la mesure est de l'ordre de  $0.1 \mu\text{m}$ . La pression de l'huile est commandée ou enregistrée par un capteur de pression. La précision sur la mesure de pression est de 1 bar. Le fichier brut d'acquisition comporte donc trois colonnes  $(t, P, \Delta\phi_e)$ , la déformation axiale n'étant pas mesurée. Le dispositif est de plus équipé d'une enceinte thermique équipée de résistances et de thermocouples assurant le maintien à une température constante. Les éprouvettes utilisées sont des tronçons de tubes de gaine d'une longueur d'environ 100 mm. Le tube est fixé au montage par des raccords auto-serrant ("Swagelock"). Deux simblots sont disposés à l'intérieur du tube de façon à maintenir le tube pressé contre le raccord, évitant ainsi tout glissement et tout écrasement du tube. Le diamètre extérieur  $\phi_e$  et l'épaisseur  $e$  du tronçon de tube sont mesurés préalablement sur un banc de métrologie par ombroscopie laser. Des valeurs classiques pour ces deux grandeurs sont :  $\phi_e = 9.500$  mm et  $e = 0.570$  mm.

L'essai de pression interne est un essai multiaxé, c'est-à-dire qu'au moins deux des valeurs principales du tenseur des contraintes sont non nulles. D'autre part, les efforts de pression interne conduisent à des contraintes et déformations non homogènes dans l'épaisseur du tube.

Lorsque l'on cherche à mettre en œuvre un dépouillement rigoureux de tels essais, on constate que du fait de l'inhomogénéité des contraintes et des déformation dans l'épaisseur du tube, il est très délicat d'accéder au comportement propre du matériau, à partir des données expérimentales, en s'affranchissant de l'effet de structure de l'éprouvette. Geyer (1999) présente dans sa thèse une méthode de dépouillement qui a été appliquée aux essais réalisés sur une machine biaxée. Cependant, dans notre cas nous avons choisi de mettre en œuvre une approche plus simple, correspondant au dépouillement standard réalisé au Service d'Etude des Matériaux Irradiés (SEMI) et au Service de Recherches Métallurgiques Appliquées (SRMA). En effet, nous avons estimé que dans la mesure où les effets de l'irradiation sont des effets très importants du premier ordre, nous cherchons simplement à accéder aux ordres de grandeurs et nous ne cherchons pas à connaître les valeurs de contrainte à 10 MPa près par exemple. D'autre part ceci permet une comparaison plus aisée avec les données du SEMI et SRMA et permet aussi des manipulations plus souples. Le dépouillement choisi consiste à se placer dans le cadre de l'approximation des tubes minces, c'est-à-dire dans l'hypothèse où  $e/\phi_m \ll 1$  ce qui est relativement vérifié puisque avec les caractéristiques géométriques données plus haut on a  $e/\phi_m = 0.06 \ll 1$ . Dans cette approximation, on peut montrer que dans le cas de l'essai de pression interne, on a :

$$\begin{aligned}\Sigma_{rr} &\simeq 0 \\ \Sigma_{\theta\theta} &= \frac{\phi_i}{2e}P \simeq \frac{\phi_m}{2e}P \\ \Sigma_{zz} &= \frac{\phi_i}{4e}P \simeq \frac{\phi_m}{4e}P \simeq \frac{\Sigma_{\theta\theta}}{2}\end{aligned}$$

où on définit le diamètre moyen par

$$\phi_m = \frac{\phi_e + \phi_i}{2} = \phi_e - e$$

Ce choix de dépouillement permet d'être cohérent avec le dépouillement conventionnel utilisé au SEMI et SRMA. Le tenseur des contraintes se met donc sous la forme :

$$\underline{\underline{\Sigma}} = P \frac{\phi_m}{2e} \begin{bmatrix} \sim 0 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & \sim \frac{1}{2} \end{bmatrix}$$

Toujours dans cette approximation des tubes minces, on peut montrer que le déplacement des parois extérieures  $\Delta\phi_e$  qui est mesuré grâce aux extensomètres permet de déterminer la déformation circonférentielle  $E_{\theta\theta}$ . Afin d'être cohérent avec le dépouillement standard, on fait l'approximation :

$$E_{\theta\theta} \simeq \frac{\Delta\phi_e}{\phi_m}$$

## D.2 Simulation des essais de pression interne

Pour simuler un essai de pression interne grâce au modèle polycristallin, la déformation circonférentielle  $E_{\theta\theta}(t)$  doit être imposée en fonction du temps comme dans le cas de l'essai expérimental, le résultat de la simulation est la contrainte circonférentielle  $\Sigma_{\theta\theta}(t)$ . Néanmoins, afin de reproduire la composante axiale de la contrainte induite par la pression dans le tube, on impose un chargement en contrainte axiale telle que  $\Sigma_{zz} = \Sigma_{\theta\theta}/2$  à tout instant. Cependant,  $\Sigma_{\theta\theta}(t)$  n'est pas connue puisque celle-ci correspond à la réponse du modèle au chargement imposé. On choisit donc d'utiliser le résultat expérimental de l'essai, pour lequel on connaît  $\Sigma_{\theta\theta}(t)$ , pour calculer la contrainte axiale  $\Sigma_{zz}(t)$  à chaque pas de temps. Le fichier de chargement est donc constitué de la donnée de  $E_{\theta\theta}(t)$  ainsi que des 5 composantes de la contraintes autres que la composante circonférentielle :  $\Sigma_{zz}(t)$ ,  $\Sigma_{rr} = \Sigma_{r\theta} = \Sigma_{rz} = \Sigma_{\theta z} = 0$ . Ainsi, avec cette approche, plus la simulation de  $\Sigma_{\theta\theta}(t)$  est proche du résultat expérimental, c'est-à-dire plus l'identification des coefficients est bonne, plus le taux de biaxialité correspond bien à un essai de pression interne.



## Annexe E

# Précisions concernant les calculs par éléments finis

Quelques précisions concernant les calculs par éléments finis sont données dans cette annexe. Les lois de comportement du grain ainsi que de la matrice sont notamment précisées. Les artefacts mis en évidence lors de cette étude sont également présentés.

### E.1 Loi de comportement intra-granulaire

Les lois intra-granulaires utilisées pour ces simulations sont celles qui ont été présentées dans le corps du texte, seul le terme d'écouissage est différent de celui présenté. Celui-ci inclut une matrice d'écouissage  $A_{rs}$  sous la forme :

$$\tau_{\mu}^s = \tau_0^s + \mu b \sqrt{(\alpha_i^s)^2 Nd + \alpha^2 \sum_{r \in S} A_{rs} \rho_r}$$

L'ensemble des coefficients caractéristiques du matériau non irradié sont issus d'une identification précédente (Tab. E.1, E.2, E.3).

TAB. E.1 – Coefficients pour l'élasticité.

Y (MPa)	$\nu$
80000	0.35

et avec  $\dot{\gamma}_0 = 4.7 \times 10^{-10} \text{ s}^{-1}$

TAB. E.2 – Cissions critiques et volumes d'activation identifiés précédemment.

	P<a>	$\pi_1$ <a>	B<a>	$\pi_1$ <c+a>
$\tau_0$ (MPa)	23	25	35	69
V ( $b^3$ )	160	154	110	70

Les coefficients pour le matériau irradié sont donnés dans le tableau E.4.



TAB. E.3 – Coefficients identifiés pour l'écroissage intra-granulaire.

$\rho_0$ (m <sup>-2</sup> )	$\alpha$	$A_{aa}$	$A_{ac}$	$A_{cc}$	$\lambda$	$y$
$7 \times 10^{10}$	0.19	0.3	0.01	0.3	0.1 $\mu\text{m}$	5 nm

TAB. E.4 – Coefficients adoptés pour la prise en compte de l'irradiation.

$\langle N_0 \rangle$	$d$	$H$	$\alpha_i^B$	$\alpha_i^s$ $s \notin B$
$5 \times 10^{22}$ n/m <sup>2</sup>	8 nm	8 nm	0.25	0.8

La densité de boucles locale, en chaque élément est tirée de façon aléatoire avec une probabilité uniforme, dans un intervalle  $N_0 \pm \delta N$ , avec  $N_0 = 5 \times 10^{22}$  m<sup>-3</sup> et  $\delta N = 3.6 \times 10^{22}$  m<sup>-3</sup>.

## E.2 Loi de comportement de la matrice

Un comportement élasto-visco-plastique simple est choisi pour la matrice entourant le grain en inclusion. Ce comportement a été identifié sur le comportement macroscopique du matériau irradié à partir des essais d'écroissage relaxation réalisés à différentes vitesses (Essais M5i-1 et M5i-2). La loi de comportement adoptée est une loi classique incluse dans le logiciel ABAQUS<sup>TM</sup> pour laquelle l'écroissage est isotrope et la viscosité de type Norton avec seuil :

$$\underline{\underline{\dot{E}}}^p = \frac{3}{2} \frac{\underline{\underline{S}}}{J_2(\underline{\underline{\Sigma}})} \dot{p}$$

$$\dot{p} = K \left( \frac{J_2(\underline{\underline{\Sigma}}) - R(p)}{R(p)} \right)^n$$

avec  $R(p)$  qui suit une loi de Voce :

$$R(p) = \Sigma_Y + q(1 - \exp(-Bp))$$

Les coefficients identifiés de la loi de comportement sont :

$$K = 2.2 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$$

$$n = 7$$

$$\Sigma_Y = 100 \text{ MPa}$$

$$q = 50 \text{ MPa}$$

$$B = 460$$

Les résultats de l'identification sont présentés sur la figure E.1.

## E.3 Artefacts mis en évidence

Lors de ce travail de simulation par éléments finis, plusieurs artefacts ont été mis en évidence. Il a été constaté que lorsque les plans de base sont inclinés par rapport à la trame du maillage,

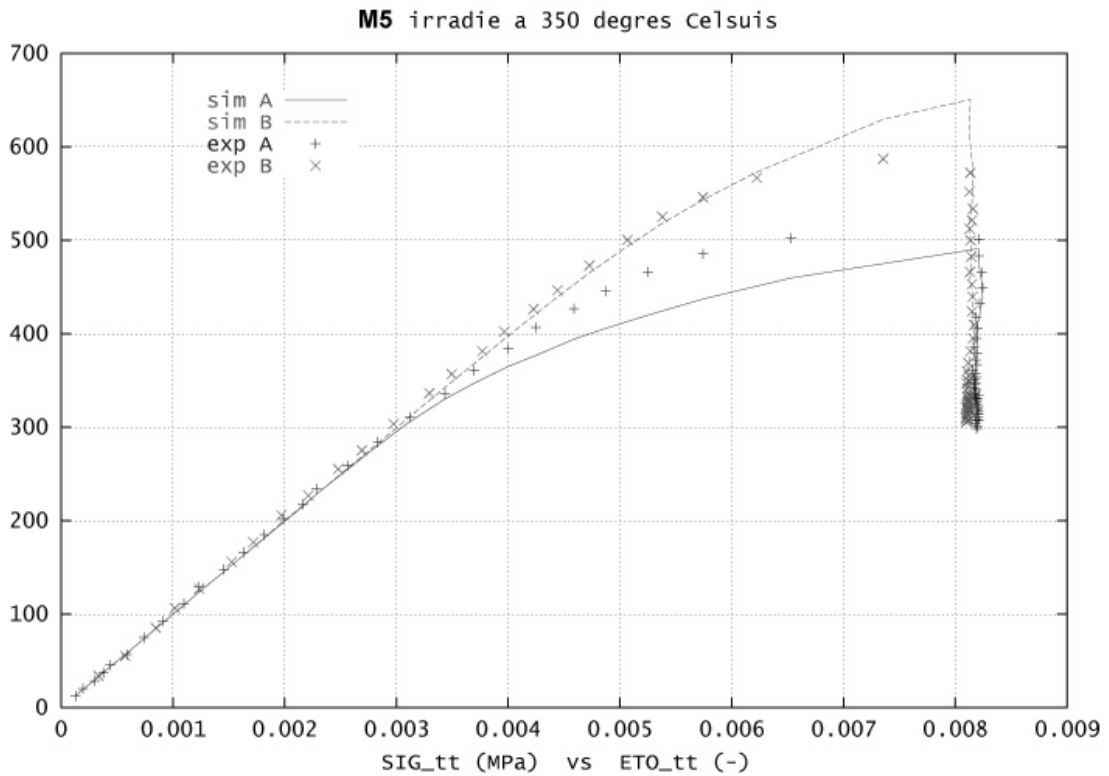


FIG. E.1 – Résultats de l'indentification du comportement macroscopique du matériau irradié pour les calculs par éléments finis.

alors les bandes sont plus larges et plus diffuses (Fig. E.2), mais suivent néanmoins les plans de base. En revanche, si les plans de base sont parallèles à la trame du maillage alors la localisation est plus marquée (Fig. E.3)

D'autre part, il a été constaté que pour une sollicitation de cisaillement en déplacement imposé (Fig. E.4), la bande de localisation apparaît parallèle à la direction de cisaillement, même lorsque le plan de base est perpendiculaire à la direction de cisaillement, la bande est donc parallèle au plan prismatique, et cela bien que seul le glissement basal soit actif (Fig. E.5 et E.6). Ce dernier phénomène n'est pas conforme à l'image du mécanisme de canalisation en terme de dislocations, qui doit nécessairement conduire à l'apparition de canaux suivant les plans de base, mais s'explique néanmoins par le fait que dans le cadre des petites déformation, le tenseur de déformation de chaque élément est symétrique, le glissement des dislocations suivant le plan de base peut donc conduire à une localisation de la déformation dans des bandes de localisation parallèles aux plans prismatiques :

$$\underline{\underline{\varepsilon}}^p = \frac{1}{2} \sum_{s \in S} \gamma_s (\underline{l}_s \otimes \underline{n}_s + \underline{n}_s \otimes \underline{l}_s)$$

Ces artefacts démontrent les limites des approches par éléments finis pour décrire des échelles aussi fines. Afin d'améliorer ceci, une description en grande transformation serait sans doute plus adaptée, d'autre part la prise en compte d'un terme de gradient dans les lois de comportement pourrait également permettre d'introduire une longueur interne permettant de

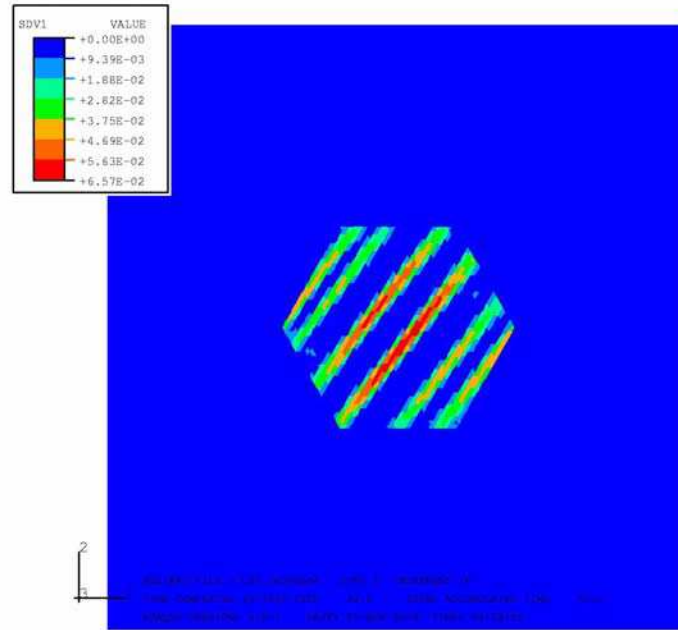


FIG. E.2 – Visualisation de la déformation plastique cumulée suivant les plans de base pour une normale aux plans de base inclinés à  $50^\circ$  par rapport à l'axe de traction.

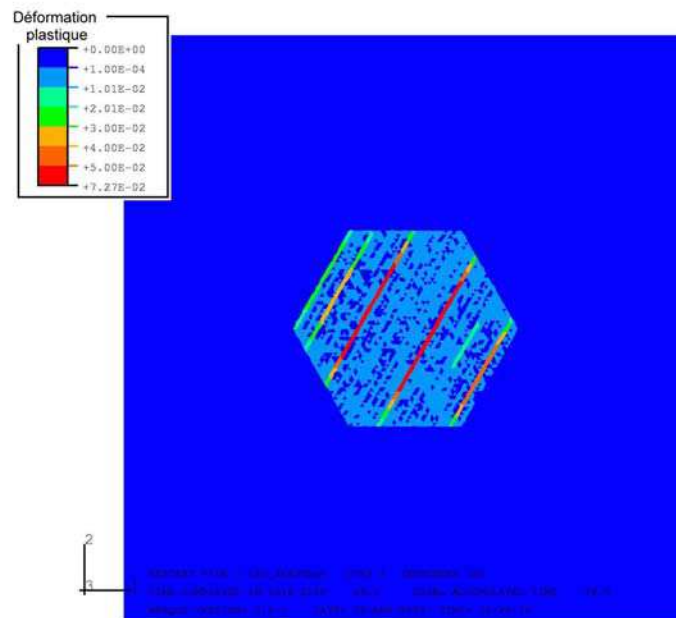


FIG. E.3 – Visualisation de la déformation plastique cumulée suivant les plans de base pour une normale aux plans de base inclinés à  $60^\circ$  par rapport à l'axe de traction.

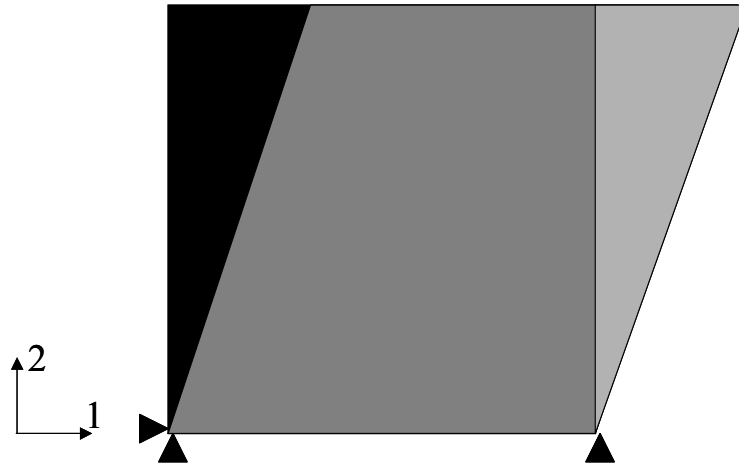


FIG. E.4 – Simulation d'un essai de cisaillement en déplacement imposé.

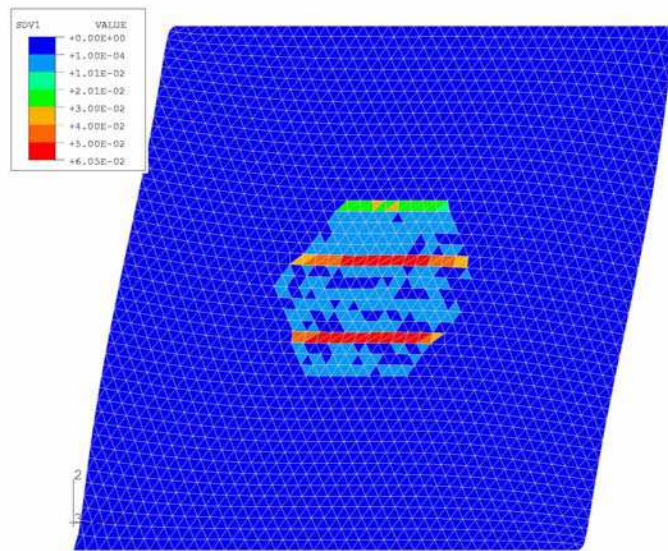


FIG. E.5 – Visualisation de la répartition de la déformation plastique cumulée dans le cas d'un essai de cisaillement en déplacement imposé. Résultat identique pour l'axe  $\langle c \rangle$  suivant la direction 1 ou suivant la direction 2.

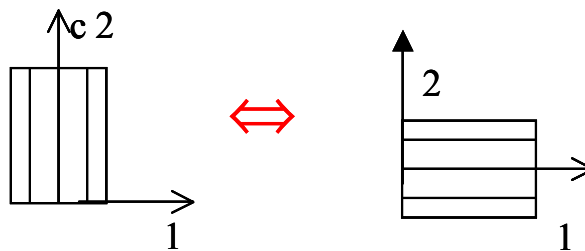


FIG. E.6 – Equivalence entre une orientation pour laquelle l'axe  $\langle c \rangle$  est suivant la direction 1 ou 2.

donner une dimension caractéristique aux taille des canaux. Néanmoins ces artefacts ne remettent pas en question les principaux résultats des simulations.

## Annexe F

# Tenseur d'Eshelby pour un ellipsoïde

Dans le cas d'une inclusion ellipsoïdale élastique (élasticité homogène) dans une matrice infinie élastique soumise à une déformation libre  $\underline{\underline{\varepsilon}}_L$  (déformation de l'inclusion lorsque celle-ci est isolée), on peut montrer que la contrainte qui s'applique dans l'inclusion est égale à :

$$\underline{\underline{\sigma}}_I = \mathcal{C} : (\mathcal{S} - \mathcal{I}) : \underline{\underline{\varepsilon}}_L$$

où  $\mathcal{C}$  est le tenseur des modules d'élasticité et  $\mathcal{S}$  le tenseur d'Eshelby de l'inclusion.

Dans le cas de l'élasticité isotrope, le tenseur des modules d'élasticité s'écrit en notation de Voigt modifiée :

$$\mathcal{C} = 2\mu \begin{bmatrix} 1 + \frac{\nu}{1-2\nu} & \frac{\nu}{1-2\nu} & \frac{\nu}{1-2\nu} & 0 & 0 & 0 \\ \frac{\nu}{1-2\nu} & 1 + \frac{\nu}{1-2\nu} & \frac{\nu}{1-2\nu} & 0 & 0 & 0 \\ \frac{\nu}{1-2\nu} & \frac{\nu}{1-2\nu} & 1 + \frac{\nu}{1-2\nu} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 1 \end{bmatrix}$$

Dans le cas particulier d'une sphère ( $a_1 = a_2 = a_3$ ), le tenseur d'Eshelby prend la forme suivante, en notation de Voigt modifiée :

$$\mathcal{S} = \frac{1}{15(1-\nu)} \begin{bmatrix} 7-5\nu & 5\nu-1 & 5\nu-1 & 0 & 0 & 0 \\ 5\nu-1 & 7-5\nu & 5\nu-1 & 0 & 0 & 0 \\ 5\nu-1 & 5\nu-1 & 7-5\nu & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 2(4-5\nu) & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 2(4-5\nu) & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 2(4-5\nu) \end{bmatrix}$$

Dans le cas où la déformation libre  $\underline{\underline{\varepsilon}}_L$  est purement déviatorique ( $tr(\underline{\underline{\varepsilon}}_L) = 0$ ), on retrouve la relation suivante :

$$\underline{\underline{\sigma}}_I = -2\mu(1 - \beta)\underline{\underline{\varepsilon}}_L$$

avec

$$\beta = \frac{2(4 - 5\nu)}{15(1 - \nu)}$$

Dans le cas d'un ellipsoïde de révolution aplatié (penny-shape  $a_1 = a_2 \gg a_3$ ), Mura (1982) montre que le tenseur d'Eshelby peut s'écrire (donné ici en notation de Voigt modifiée) :

$$\mathcal{S} = \begin{bmatrix} A & C & D & 0 & 0 & 0 \\ C & A & D & 0 & 0 & 0 \\ E & E & B & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & F & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & G & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & G \end{bmatrix}$$

avec comme coefficients :

$$A = \frac{13 - 8\nu}{32(1 - \nu)} \pi \frac{a_3}{a_1}$$

$$B = 1 - \frac{1 - 2\nu}{1 - \nu} \frac{\pi}{4} \frac{a_3}{a_1}$$

$$C = \frac{8\nu - 1}{32(1 - \nu)} \pi \frac{a_3}{a_1}$$

$$D = \frac{2\nu - 1}{8(1 - \nu)} \pi \frac{a_3}{a_1}$$

$$E = \frac{\nu}{1 - \nu} \left( 1 - \frac{4\nu + 1}{8\nu} \pi \frac{a_3}{a_1} \right)$$

$$F = \frac{7 - 8\nu}{16(1 - \nu)} \pi \frac{a_3}{a_1}$$

$$G = 1 + \frac{\nu - 2}{1 - \nu} \frac{\pi}{4} \frac{a_3}{a_1}$$

Le tenseur d'Eshelby de l'ellipsoïde est ici donné dans le repère de la phase cristalline. Pour calculer le tenseur d'Eshelby dans le repère macroscopique, on applique les relations usuelles de calcul tensoriel. Ce tenseur ainsi que ces différentes opérations sont calculés de façon explicite dans le modèle numérique 3D.

## Annexe G

# Une analyse spécifique du comportement mécanique

Le comportement mécanique des matériaux peut être analysé de multiples façons. En effet, il est possible de caractériser la rhéologie du matériau à l'échelle macroscopique sans référence explicite aux mécanismes microscopiques sous jacents (Lemaître, 1985), mais il est également possible de tenter d'interpréter les différentes caractéristiques du comportement mécanique en termes de mouvement de dislocations (Friedel, 1964).

En effet, on sait que la déformation irréversible des matériaux métalliques est principalement liée au glissement des dislocations dans des plans spécifiques des grains cristallins. Il devrait donc être, en principe, possible d'expliquer le comportement macroscopique en termes de mécanismes impliquant les dislocations.

### G.1 Contrainte effective et contrainte interne

Lors d'un essai mécanique, on enregistre, à l'échelle macroscopique, l'évolution de la contrainte et de la déformation avec le temps (suivant le mode de pilotage adopté). On constate notamment que la contrainte d'écoulement augmente avec la déformation (à vitesse de déformation imposée). C'est l'écrouissage. Ce phénomène est associé à l'augmentation de la densité de dislocations qui se freinent et se bloquent mutuellement dans leur glissement. Néanmoins, comme le note Lemaître (1985), l'écrouissage peut être également produit par l'existence de microcontraintes intercrystallines induites par les incompatibilités de déformations de grains à grains.

On peut également constater expérimentalement que lorsque l'on soumet une éprouvette à un essai de traction suivi d'un essai de compression, on constate souvent que la traction préalable a écroui le matériau dans le sens de la traction (augmentation de la contrainte d'écoulement), mais l'a adouci dans le sens de la compression. La figure G.1 (b) montre en effet que la limite d'élasticité en compression est plus faible que la limite initiale en compression (Lemaître, 1985).

Afin de schématiser ce phénomène, il a été proposé (Lemaître, 1985), (Dickson, 1984) de diviser la contrainte d'écoulement en deux composantes : la contrainte isotrope ( $\Sigma_{eff}$  ou contrainte



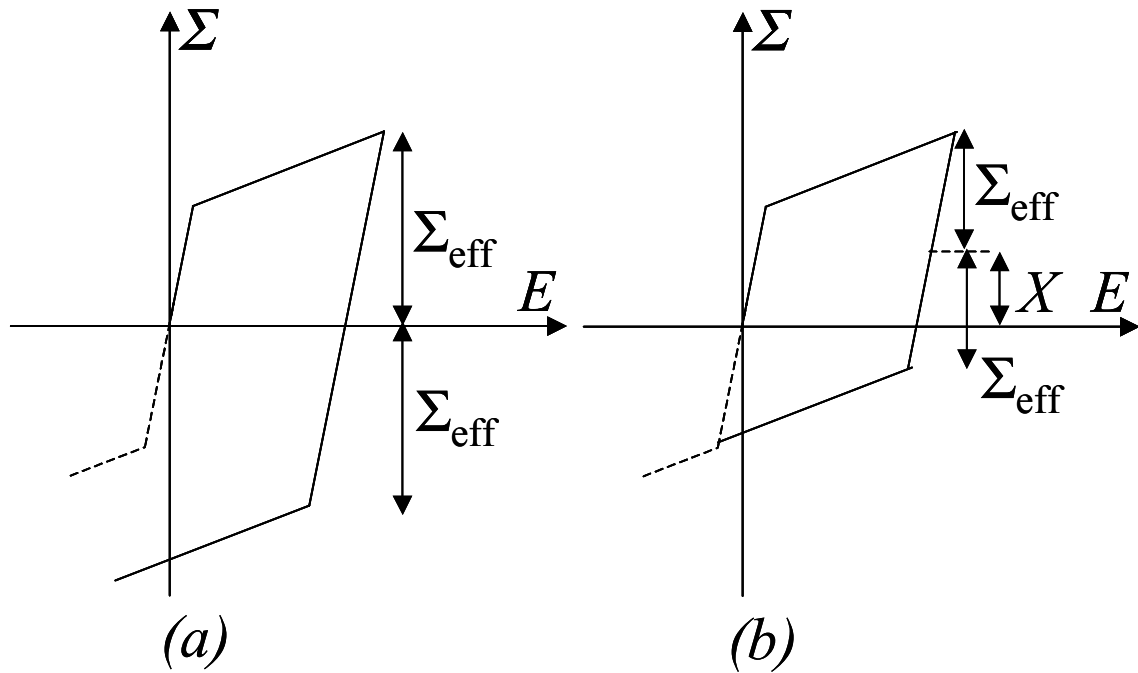


FIG. G.1 – Les différentes composantes de l'écrouissage mises en évidence pour une sollicitation de traction-compression : (a) écrouissage isotrope ( $X=0$ , seul  $\Sigma_{\text{eff}}$  augmente), (b) écrouissage cinématique ( $\Sigma_{\text{eff}} = \text{cst}$ , seul  $X$  augmente).

effective) qui caractérise la dilatation du domaine d'élasticité et la contrainte cinématique ( $X$  ou contrainte interne) qui caractérise la translation du domaine d'élasticité.

$$\Sigma = \Sigma_{\text{eff}} + X$$

Certains auteurs (Friedel, 1964), (Feaugas, 2003) ont proposé des interprétations microscopiques de chacune de ces composantes. La contrainte isotrope est indépendante du sens de sollicitation, elle est donc liée à des obstacles que les dislocations rencontrent aussi bien lorsqu'elles glissent dans un sens ou bien dans l'autre. En revanche, la contrainte cinématique est liée à une asymétrie entre la traction et la compression. Elle peut donc être associée à des obstacles que les dislocations ne rencontrent que dans un sens, l'autre sens de sollicitation étant favorisé lorsqu'on repart en compression. De façon plus précise, on peut classer les obstacles que rencontrent les dislocations en deux catégories :

- Les obstacles qui génèrent des champs de contrainte à courte distance : la portée  $\lambda$  du champ élastique qui leur est associé est de l'ordre de quelques  $b$ . Dans ce cas, la dislocation n'est sensible au champ élastique de l'objet à franchir que lorsqu'elle est proche de celui-ci. La contrainte associée est alors indépendante du sens de la contrainte de cisaillement, autrement dit du sens de parcours de la dislocation (absence de polarisation de l'interaction). Le champ de contrainte à courte distance est dû à la friction de réseau liée aux déplacements des atomes dans le cœur de la dislocation, aux interactions entre dislocations, aux interactions entre atomes solutés et dislocations, enfin au cisaillement

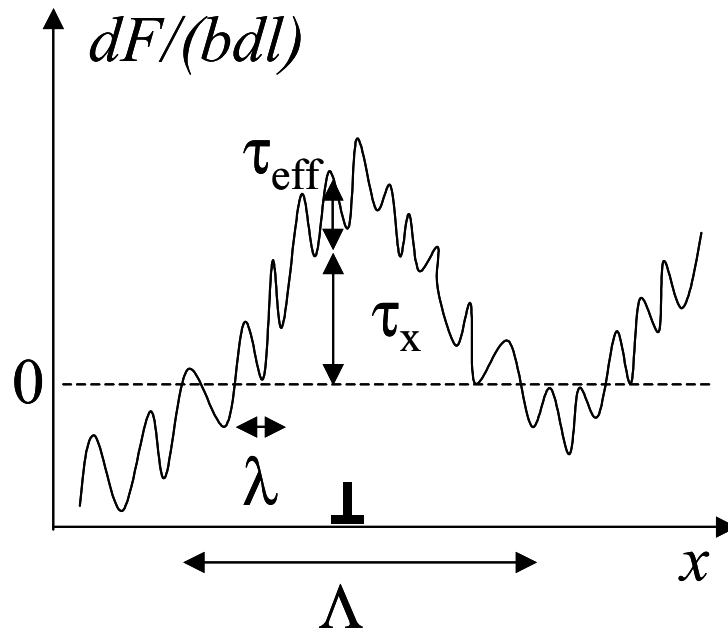


FIG. G.2 – Champ de contrainte vu par une dislocation lors de la traversée d'un grain. On note la superposition de deux oscillations liées aux obstacles à longue et à courte distance.

ou au contournement de petits précipités par les dislocations.

- Les obstacles qui génèrent des champs de contrainte à longue distance : la portée  $\Lambda$  du champ élastique qui leur est associé est très grand devant  $b$ . Dans ce cas le déplacement de la dislocation est entravé par le champ élastique de l'objet à franchir bien avant d'être à proximité de celui-ci. Ce type d'interaction freine le déplacement de la dislocation dans un sens et favorise celui-ci dans le sens opposé (polarisation de l'interaction). Le champ de contrainte à longue distance peut avoir pour origine les empilements, les amas et murs de dislocations, les gros précipités, les inclusions, les cavités, les incompatibilités de déformation entre grains et diverses conditions aux limites ou conditions de compatibilité (microcontraintes intergranulaires) (Feaugas, 2003).

Ces deux types de champs de contrainte se superposent pour donner le champ de contrainte qui s'oppose au mouvement d'une dislocation lors de son glissement dans un plan. Si on représente ce champ de contrainte en fonction de la distance que parcourt la dislocation dans un plan de glissement (Fig. G.2), on constate que celui-ci oscille avec une faible longueur d'onde ( $\lambda$ ) et se superpose à une oscillation de grande longueur d'onde ( $\Lambda$ ). Les obstacles à courte distance opposent une force d'amplitude  $\tau_{eff}bl$  (où  $\tau_{eff}$  est associée à la contrainte effective) au glissement de la dislocation et les obstacles à longue distance opposent une force d'amplitude  $\tau_Xbl$  (où  $\tau_X$  est associée à la contrainte interne) au glissement de la dislocation.

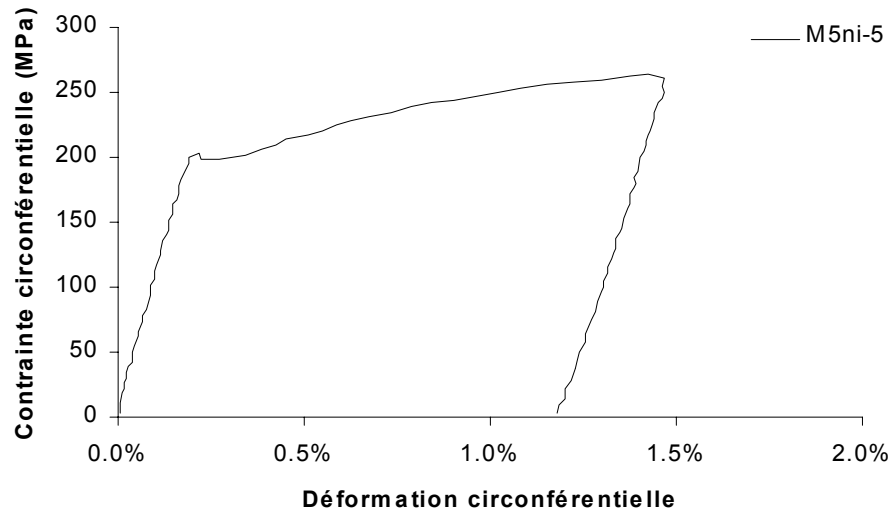


FIG. G.3 – Essai de charge-décharge réalisé sur une gaine en M5 non irradié à  $350^{\circ}\text{C}$ , pour une sollicitation de pression interne à une vitesse de  $2.5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

## G.2 Détermination expérimentale des contraintes interne et effective

La détermination expérimentale des contraintes interne et effective n'est pas aisée pour un essai de charge-décharge, contrairement au cas de la traction-compression, puisqu'elle nécessite de distinguer sur la phase de décharge de très faibles écarts à la linéarité. Une optimisation de la fréquence d'acquisition et du calibre adopté pour le capteur doivent donc avoir été préalablement réalisés. La méthode mise en œuvre dans notre cas consiste en premier lieu à déterminer la pente élastique à la mise en charge, tracer l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation plastique puis agrandir de façon adaptée la plage de visualisation sur l'axe des abscisses (Fig. G.3, G.4, G.5). On ajuste alors la pente élastique de façon à ce que le domaine d'élasticité soit vertical (la pente à la décharge étant généralement plus faible que celle à la mise en charge). On détermine enfin les différentes composantes de la contrainte ainsi que l'erreur sur la mesure. Dans le cas représenté (essai M5ni-5) on a estimé que  $X = 160 \pm 20 \text{ MPa}$ ,  $\Sigma_{eff} = 90 \pm 30 \text{ MPa}$ .

## G.3 Activation thermique de la déformation plastique

Le comportement macroscopique d'un matériau présente généralement un caractère visqueux. Celui-ci se manifeste en particulier par l'augmentation de la contrainte d'écoulement lorsque la vitesse de déformation augmente, et généralement sa contrainte d'écoulement diminue lorsque la température augmente. Ce caractère visqueux peut également être mis en évidence par des essais de fluage (déformation irréversible à faible contrainte constante) ou bien par des essais de relaxation (diminution de la contrainte à déformation constante) (Lemaître, 1985).

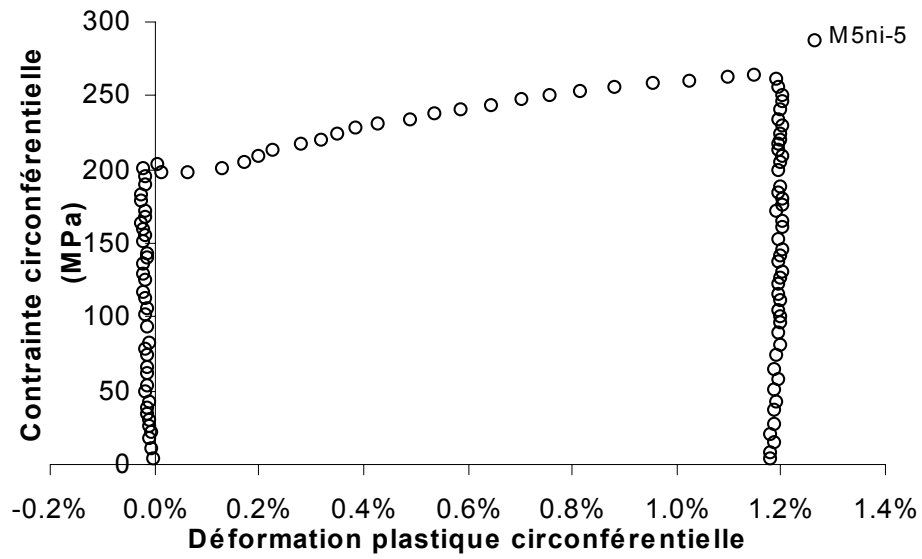


FIG. G.4 – Essai de charge décharge (M5ni-5) représenté en fonction de la déformation plastique circonferentielle.

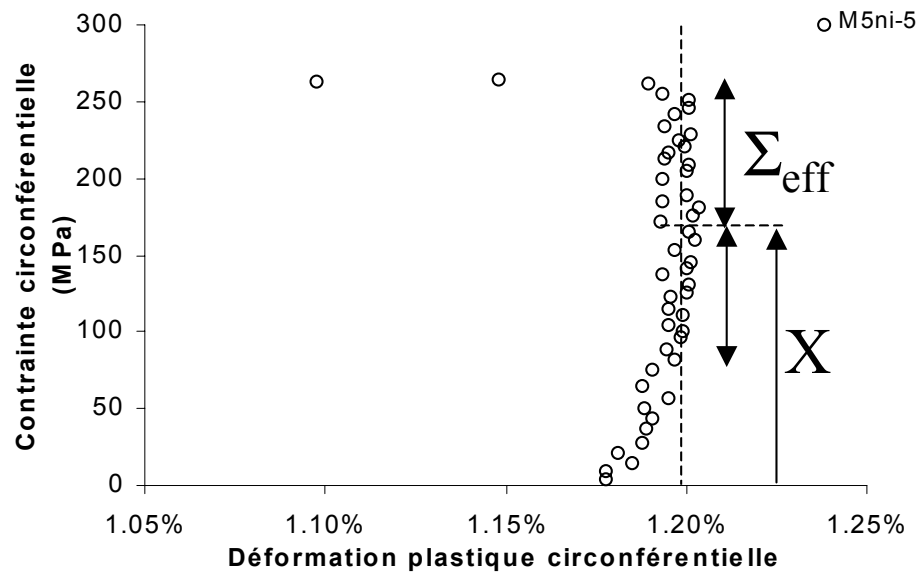


FIG. G.5 – Détermination des contraintes interne et effective dans le cas de l'essai M5ni-5.

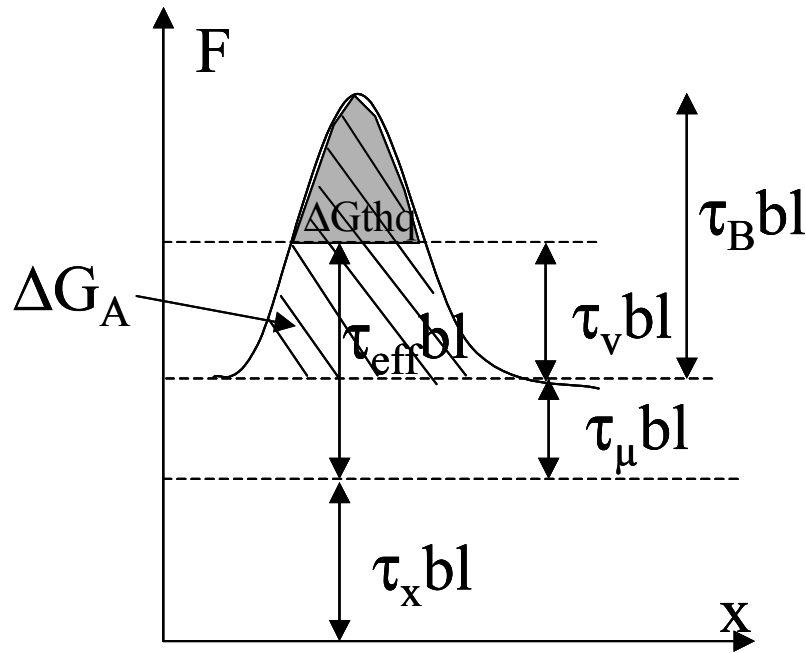


FIG. G.6 – Force vue par la dislocation lors du franchissement d'un obstacle à courte distance.

A l'échelle microscopique, ces phénomènes s'expliquent par le fait que l'agitation thermique dans le solide facilite le mouvement des dislocations (Friedel, 1964), (Hull, 1984), (Adda, 1991), (Feaugas, 2003). Ainsi plus la température est élevée, plus les dislocations glissent facilement et la contrainte d'écoulement est d'autant plus faible. De façon plus précise, une dislocation correspond à un déplacement local des atomes de leurs sites cristallographique. Ces atomes ont une certaine probabilité de changer de site sur des courtes distances du fait de l'agitation thermique (probabilité proportionnelle à  $\exp(-E_m/kT)$ ). En conséquence la dislocation a une certaine probabilité de se déplacer sur des courtes distances et ainsi franchir les obstacles générant des champs de contrainte à courte distance grâce à l'agitation thermique (les obstacles à longue distance ne peuvent être franchis par l'agitation thermique). Cependant même pour les obstacles à courte distance (de hauteur  $\tau_B bl$ ), l'obstacle ne peut pas être entièrement franchi grâce à l'agitation thermique, il faut fournir une contrainte minimale, dite athermique ( $\tau_\mu$ ), pour que la dislocation franchisse l'obstacle. Cette contrainte minimale à appliquer à la dislocation ( $\tau_\mu$ ) s'ajoute à la contrainte interne ( $\tau_X$ ). La contrainte appliquée se divise donc en deux termes, la contrainte interne et la contrainte effective :

$$\tau = \tau_{eff} + \tau_X$$

La contrainte effective se divise elle-même en deux termes, une partie athermique ( $\tau_\mu$ ) et une partie thermiquement activée ( $\tau_v$ ) :

$$\tau_{eff} = \tau_\mu + \tau_v$$

Dans un diagramme représentant la force ressentie par la dislocation lors du franchissement d'un obstacle à courte distance (Fig. G.6), on voit que le franchissement a lieu si, en plus

de la force appliquée sur la dislocation  $\tau bl$ , le complément est apporté par l'agitation thermique, complément qui correspond à l'aire sous la courbe  $\Delta G_{thq}$  (l'aire hachurée sous la courbe correspond à l'énergie d'activation  $\Delta G_A$  caractéristique de l'obstacle). Ainsi, quelque soit la température, si  $\tau < \tau_X + \tau_\mu$ , alors la dislocation est bloquée. Si  $\tau_X + \tau_\mu < \tau < \tau_X + \tau_\mu + \tau_B$ , alors si la température est suffisante pour apporter le complément ( $\Delta G_{thq}$ ) la dislocation glisse, mais si la température n'est pas suffisante alors la dislocation est bloquée. Dans le cas où  $\tau > \tau_X + \tau_\mu + \tau_B$ , alors la dislocation glisse quelque soit la température.

On peut, grâce à cette approche déterminer l'évolution de la vitesse des dislocations en fonction de la contrainte appliquée et de la température. En effet, une dislocation bloquée par un obstacle a une certaine probabilité de franchir cet obstacle. Cette probabilité est proportionnelle au temps attendu devant l'obstacle ainsi qu'à un terme prenant en compte la hauteur de l'obstacle à franchir caractérisée par son énergie d'activation  $\Delta G_A$  :

$$P \propto \Delta t \exp\left(-\frac{\Delta G_A}{kT}\right)$$

On définit donc la fréquence de saut d'un obstacle par :

$$\nu = \nu_0 \exp\left(-\frac{\Delta G_A}{kT}\right)$$

où  $\nu_0$  est la fréquence de Debye caractéristique des vibrations des atomes dans le matériau. Lorsqu'une contrainte est appliquée, l'énergie d'activation s'écrit :

$$\Delta G_A = \Delta H_0 - T\Delta S \pm \tau_v V$$

où  $\Delta H_0$  et  $\Delta S$  sont l'enthalpie et l'entropie d'activation caractéristiques de l'obstacle. Le coefficient  $V$  correspond au volume d'activation caractéristique de l'obstacle. On peut montrer que, suivant certaines hypothèses, ce volume d'activation correspond à l'aire balayée par la dislocation pour franchir l'obstacle multiplié par le vecteur de Burgers de la dislocation. Le signe devant la contrainte dépend si la contrainte assiste la direction du saut considéré ou s'y oppose. Si on ne néglige pas la possibilité du saut opposé à la contrainte, la vitesse de glissement moyenne d'une dislocation s'écrit :

$$\bar{v} = 2\lambda\nu_0 \exp\left(\frac{\Delta S}{kT}\right) \exp\left(-\frac{\Delta H_0}{kT}\right) \sinh\left(\frac{\tau_v V}{kT}\right)$$

où  $\lambda$  est la distance de saut entre deux obstacles. La vitesse de déformation peut alors être calculée simplement en appliquant la relation d'Orowan :

$$\dot{\gamma} = \rho_m b \bar{v}$$

d'où

$$\dot{\gamma} = 2\rho_m b \lambda \nu_0 \exp\left(\frac{\Delta S}{kT}\right) \exp\left(-\frac{\Delta H_0}{kT}\right) \sinh\left(\frac{\tau_v V}{kT}\right)$$

$$\dot{\gamma} = \gamma_0(T) \sinh\left(\frac{\tau_v V}{kT}\right)$$

avec

$$\dot{\gamma}_0(T) = 2\rho_m b \lambda \nu_0 \exp\left(\frac{\Delta S}{kT}\right) \exp\left(-\frac{\Delta H_0}{kT}\right)$$

Dans le cas des alliages de Zr, les obstacles qui pilotent la cinétique de déformation, c'est à dire les obstacles qui bloquent le plus longtemps la dislocation sont les vallées de Peierls que les dislocations vis  $\langle a \rangle$  doivent franchir grâce au mécanisme de double décrochement (Geyer, 1999). Dans le cas de matériaux cubiques centrés, Louchet (1976) a formalisé ce phénomène dans le cadre de la théorie de l'activation thermique de la déformation. Celui-ci montre que le paramètre  $\dot{\gamma}_0$  s'écrit :

$$\dot{\gamma}_0 = 2\rho_m b \left(\frac{\lambda}{l_c}\right)^2 \nu_0 L \exp\left(\frac{\Delta S}{kT}\right) \exp\left(-\frac{\Delta H_0}{kT}\right)$$

où  $\lambda$  correspond à la distance de saut des vallées de Peierls,  $l_c$  la longueur critique du double décrochement et  $L$  la longueur libre de la dislocation vis.

## G.4 Détermination expérimentale du volume d'activation

A l'échelle macroscopique, on fait l'hypothèse que la loi d'activation thermique présentée précédemment est également valable.

$$\dot{E}^p = \dot{E}_0^p \exp\left(\frac{V_{app} \Sigma_v}{kT}\right)$$

avec (en se plaçant par simplicité dans le cas d'une sollicitation uniaxée) :

$$\Sigma_v = \Sigma - (\Sigma_\mu + X)$$

Le volume d'activation  $V_{app}$  peut donc être déterminé en calculant :

$$V_{app} = kT \left[ \frac{\partial \ln(\dot{E}^p)}{\partial \Sigma_v} \right]_{T, \text{microstructure}}$$

Si on fait l'hypothèse que  $\Sigma_\mu$  et  $X$  ne sont pas modifiés lorsque l'on change la vitesse de déformation, il est possible de déterminer ce volume d'activation en réalisant deux essais d'érouissage à deux vitesses de déformation différentes (ou bien grâce à des sauts de vitesses) et en mesurant les contraintes d'écoulement lors de ces deux essais :

$$V_{app} = kT \frac{\ln(\dot{E}_2^p) - \ln(\dot{E}_1^p)}{\Sigma_2 - \Sigma_1}$$

Une autre méthode pour déterminer le volume d'activation consiste à réaliser un essai de relaxation (diminution de la contrainte au cours du temps pour une déformation imposée) et tracer l'évolution de la vitesse de déformation plastique (en logarithme) en fonction de la contrainte d'écoulement. Si la loi d'écoulement est bien conforme à la loi démontrée dans le cadre de la théorie de la déformation thermiquement activée, alors on observe une droite dans

un tel diagramme, la pente de cette droite étant proportionnelle au volume d'activation. Il s'est néanmoins avéré délicat de calculer la vitesse de déformation plastique à partir du signal expérimental, le signal brut issue des capteurs de déformation étant très bruité. Deux approches sont alors possibles, soit le signal est lissé et la dérivée est ensuite calculée en chaque point, soit la loi d'écoulement supposée est intégrée et directement identifiée sur le signal brut. Dans ce dernier cas, on fait l'hypothèse d'une loi d'écoulement de la forme suivante :

$$\dot{E}^p = \dot{E}_0^p \exp\left(\frac{V\Sigma_v}{kT}\right)$$

avec

$$\Sigma_v = \Sigma - \Sigma_\mu - X$$

En supposant de plus que lors de la relaxation la contrainte athermique et la contrainte interne n'évoluent pas (ce qui s'avère discutable à la lumière des résultats expérimentaux), on peut écrire :

$$\dot{E}^p = \dot{E}_1^p \exp\left(\frac{V\Sigma}{kT}\right)$$

où  $\dot{E}_1^p$  est une constante :

$$\dot{E}_1^p = \dot{E}_0^p \exp\left[-\frac{V}{kT}(\Sigma_\mu + X)\right] = cst$$

Pour un essai de relaxation on a :

$$E = cst \quad \text{c'est-à-dire} \quad \dot{E} = 0$$

ce qui conduit à une équation différentielle pour  $\Sigma$  qui peut s'intégrer :

$$\dot{\Sigma} = -\frac{\dot{E}^p}{Y} = -\frac{\dot{E}_1^p}{Y} \exp\left(\frac{V\Sigma}{kT}\right)$$

où  $Y$  est le module d'Young du matériau. L'intégration de cette équation différentielle permet d'aboutir à une évolution de la contrainte  $\Sigma$  lors de l'essai de relaxation de la forme :

$$\Sigma = \Sigma_0 - \frac{kT}{V} \ln[1 + \nu t]$$

où

$$\nu = \frac{VY}{kT} \dot{E}_1^p \exp\left(\frac{V\Sigma_0}{kT}\right)$$

C'est donc cette loi intégrée qui sera identifiée sur le signal brut expérimental. Dans le cas des essais biaxés de pression interne l'analyse est plus complexe. On choisit dans ce cas de définir un volume d'activation apparent en pression interne, défini de la même façon que pour une sollicitation uniaxée. On détermine  $V_{app}$  en identifiant sur le signal expérimental la loi suivante :

$$\ln\left(\dot{E}_{\theta\theta}^p\right) = \frac{V_{app}}{kT} \Sigma_{\theta\theta} + cst$$





# Références bibliographiques

Adamson, R. B., Bell, W.L., (1985). Effects of neutron irradiation and oxygen content on the microstructure and mechanical properties of Zircaloy, microstructure and mechanical behaviour of materials, Vol. 1, international symposiums, Xian, China, pp. 237-246.

Adamson, R.B., Wisner, S.B., Tucker, R.P., Rand, R.A., (1986). Failure strain for irradiated Zircaloy based on subsized specimen testing and analysis, the use of small scale specimens for testing irradiated materials, ASTM STP 888, pp. 171-185.

Adamson, R.B., (2000). Effects of neutron irradiation on microstructure and properties of Zircaloy, "Zirconium in the nuclear industry", Twelfth Symposium, ASTM STP 1354, pp. 15-31.

Adda, Y., Dupouy, J.M., Philibert, J., Quéré, Y., (1991). *Éléments de Métallurgie Physique, Déformation Plastique*, ed. INSTN-CEA Collection Enseignement.

Akhtar, A., Teghtsoonian, A., (1971). Plastic deformation of zirconium single crystals, *Acta. Met.*, Vol. 19, pp. 655-663.

Akhtar, A., (1973). Basal slip in zirconium, *Acta. Met.*, Vol. 21, pp. 1-11.

Balanzat, E., Bouffard, S., (1993). Basic phenomena of the particle-matter interaction, *Solid State Phenomena*, Vol. 30-31, pp. 7-74.

Barbu, A., Martin, G., (1993). Radiation effects in metals and alloys, *Solid State Phenomena*, Vol. 30-31, pp. 179-228.

Baroch, C. J., (1975). Effect of irradiation at 130, 650, and 775°F on tensile properties of Zy-4 at 72, 650, and 775°F, *Properties of reactor structural alloys after neutron or particle irradiation*, ASTM STP 570, pp. 129-242.

Bement, A. L., (1970). Fundamental materials problems in nuclear reactors, *Second International conference on the strength of metals and alloys*, ASM, Metals PK., pp. 693-728.

Bell, W. L., R., B., Adamson, (1982). The use of  $2\frac{1}{2}$ -D electron microscopy to study dislocation channeling effects in irradiated zircaloy, *Metallurgical Society, AIME*, pp. 115-124.

Berveiller, M., Zaoui, A., (1979). An extension of the self-consistent scheme to plastically-flowing polycrystals, *J. Mech. Phys. Solids*, Vol. 26, pp. 325-344.

Besson, J., Cailletaud, G., Chaboche, J.-L., Forest, S. (2001). *Mécanique non linéaire des matériaux*, ed. Hermès.

Bornert, M., Bretheau, T., Gilormini, P. (2001). *Homogénéisation en mécanique des matériaux 2, Comportements non linéaires et problèmes ouverts*, Hermès Science Publications Paris.

Bréchet, Y., Canova, G., Kubin, L., (1993). Static versus propagative strain localisation, *Scripta. Met. et Mater.*, Vol. 29, pp. 1165-1170.

Brenner, R. (2001). Influence de la microstructure sur le comportement en fluage thermique d'alliages de zirconium : analyse expérimentale et mise en œuvre de méthode d'homogénéisation, Thèse de l'Université Paris XIII.

Cailletaud, G., (1987). Une approche micromécanique phénoménologique du comportement inélastique des métaux, Thèse de l'Université Paris VI.

Catlin, W.R., Lord, D.C., Zaverl, F., Lee, D., (1977). Determination of elastic coefficients for Zy-2, *J. Nucl. Mat.* 68, pp. 345-347.

Carpenter, G.J.C., Northwood, D.O. (1975). The contribution of dislocation loops to radiation growth and creep of Zy-2, *J. Nucl. Mat.* 56, pp. 260-266.

Carpenter, G.J.C., (1976). Dislocation channeling by prism slip in HCP Metals, *Scripta. Metall.*, Vol. 10, p. 411.

Carpenter, G.J.C., Watters, J.F., (1981). A study of electron irradiation damage in zirconium using a high voltage electron microscope, *J. Nucl. Mat.* 96, pp. 213-226.

Cheadle, B. A., Ellis, C. E., Van Der Kuur, J., (1974). Plastic instability in irradiated Zr-Sn and Zr-Nb alloys, *Zirconium in nuclear applications*, ASTM STP 551, pp. 370-384.

Coleman, C.E., Mills, D., van der Kuur, J., (1972). Deformation parameters of neutron irradiated Zy-4 at 300°C, *Canadian Metallurgical Quarterly* 11, pp. 91-100.

Conrad, H., (1981). Effect of interstitial solutes on the strength and ductility of titanium, *Progress in Material Science*, vol. 26, pp. 123-403.

De Carlan, Y., (1996). Contribution à l'étude des phénomènes d'accélération de la croissance en réacteur des alliages de zirconium. Influence du fer sur la formation des boucles de dislocation de type <c>, thèse de l'Institut National Polytechnique de Grenoble.

Delobelle, P., Robinet, P., Bouffieux, P., Geyer, P., Le Pichon, I., (1996). A unified model to describe the anisotropic viscoplastic behavior of zircaloy-4 cladding tubes, *Zirconium in nuclear industry : Eleventh Symposium*, ASTM STP 1295, pp. 373-393.

---

Derep, J.L., Ibrahim, S., Rouby, R., Fantozzi, G. (1980). Deformation behaviour of Zircaloy-4 between 77 K and 900 K, *Acta. Met.*, Vol. 28., pp. 607-619.

Diaz de la Rubia, T., Zbib, H.M., Khraishi, T.A., Wirth, B.D., Victoria, M., Caturla, M.J., (2000). Multiscale modelling of plastic flow localization in irradiated materials, *Nature*, Vol. 406, p. 871.

Dickson, J. I., Boutin, J., Handfield, L. (1984). A comparison of two simple methods for measuring cyclic internal and effective stresses, *Materials Science and Engineering*, 64, pp. L7-L11.

Douglass, D. L., (1971). The metallurgy of zirconium, *Atomic energy review supplement*, ed. International atomic energy agency, Vienna, pp. 41-58.

Eshelby, J. D., (1957). The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion, and related problem, *Proc. R. Soc. Lond. A*241, pp. 376-396.

Estrin, Y., (1996). Dislocation -density-related constitutive modeling, "Unified constitutive laws of plastic deformation", Academic press, University of Ottawa, Canada, pp. 69-106.

Fandeur, O., (2001). Etude expérimentale et modélisation mécanique de la corrosion sous contrainte des gaines en Zircaloy-4, Thèse de l'Ecole Centrale Paris.

Farenc, S., Caillard, D., Couret, A., (1995). *Acta. Metall. Mater.*, Vol. 43, no 10.

Feaugas, X., Pilvin, P., Clavel, M., (1997). Cyclic deformation behaviour of an  $\alpha/\beta$  titanium alloy - II. Internal stresses and micromechanic modelling, *Acta. mater.* Vol. 45, No. 7, pp. 2703-2714.

Feaugas, X., (2003). Tensile and cyclic hardening : Back and effective stresses concepts and their applications, *Recent. Res. Devel. Mat. Sci.*, Vol. 4, pp. 35-64.

Ferrer, F., (2000). Etude des mécanismes de déformation du zirconium entre 25°C et 400°C. Influence d'une faible teneur en soufre, Thèse de l'Ecole Polytechnique.

Fleischer, R.L., (1962). Solution hardening by tetragonal distortions : application to irradiation hardening in fcc crystals, *Acta Met.*, 10, pp. 835-842.

Foreman, A. J. E., (1968). Junction reaction hardening by dislocation loops, *Phil. Mag.* 17, p. 353.

Foreman, A.J.E., Sharp, J.V. (1969). A mechanism for the sweeping-up of loops by glide dislocations during deformation, *Phil. Mag.* 19, pp. 931.

François, D. (2001). *Essais mécaniques et lois de comportement*, Hermès Paris.

Fregonese, M., Régnard, C., Rouillon, L., Magnin, T., Lefebvre, F., Lemaignan, C., (2000). Failure Mechanisms of irradiated Zr alloys related to PCI : Activated slip systems, localized strains, and iodine-induced stress corrosion cracking, Zirconium in nuclear industry : twelfth international symposium, ASTM STP 1354, G. P. Sabol and G. D. Moan, Eds, American Society for Testing and Materials, West conshohocken, pp. 377-398.

Friedel, J. (1964). Dislocations, Pergamon Press.

Gao, H., Huang, Y., Nix, W.D. (1999). Modelling plasticity at the micrometer scale, Naturwissenschaften 86, pp. 507-515.

Garde, A.M., (1989). Effects of irradiation and hybridizing on mechanical properties of Zy-4 at high fluence, Zirconium in the nuclear industry : 8th international symposium, ASTM STP 1023, pp. 548-569.

Geyer, P., (1999). Comportement élasto-viscoplastique de tubes en Zircaloy-4 : Approche Expérimentale et Modélisation Micromécanique, Thèse de l'Ecole des Mines de Paris.

Griffiths, M., Loretto, M.H., Smallman, R. E., (1983). Electron damage in zirconium-I. Defect structure and loop character, J. Nucl. Mat. 115, 313-322.

Griffiths, M., (1988). A review of microstructural evolution in zirconium alloys during irradiation, J. Nucl. Mat. 159, pp. 190-218.

Griffiths, M. , Mecke, J.F., Winegar, J.E., (1996). Evolution of microstructure in zirconium alloys during irradiation, Zirconium in nuclear industry : eleventh international symposium, ASTM STP 1295, pp. 580-602.

Griffiths, M. , Davies, P.H., Davies, W.G., Sagat, S., (2002). Predicting the in-reactor mechanical behavior of Zr-2.5Nb pressure tubes from postirradiation microstructural examination data, Zirconium in nuclear industry : thirteenth international symposium, ASTM STP 1423, pp. 507-523.

Higgy, H.R., Hammad, F.H., (1972). Effect of neutron irradiation on the tensile properties of Zy-2 and Zy-4, J. Nucl. Mat. 44, pp. 215-227.

Hill, R. (1965). A self-consistent mechanics of composite materials, J. Mech. Phys. Solids 13, pp. 213-222.

Hirsch, P. (1976). Point defect cluster hardening, Proceedings of a conference on "Point defect behaviour and diffusional processes", University of Bristol, 13-16 September, pp. 95-107.

Hirsch, P., Howie, A., Nicholson, R., Pashley, D.W., Whelan, M.J. (1977). Electron microscopy of thin crystals, R.E. Krieger publishing company, 2<sup>nd</sup> revised edition, pp. 271-275.

---

Howe, L.M., Thomas, W.R., (1960). The effect of neutron irradiation on the tensile properties of Zy-2, *J. Nucl. Mat.* 2, No. 3, pp. 248-260.

Hull, D., Bacon, D.J., (1984). *Introduction to dislocations*, 3rd ed., Pergamon Press.

Jones, I. P., Hutchinson, W. B. (1981). Stress-state dependence of slip in titanium-6Al-4V and other h.c.p. metals. *Acta. Met.*, Vol. 29, pp. 951-968.

Jostsons, A., Kelly, P.M., Blake, R.G., (1977). The nature of dislocation loops in neutron irradiated zirconium, *J. Nucl. Mat.* 66, pp. 236-256.

Kelly, A., Nicholson, R.B., (1971). *Strengthening methods in crystals*, Applied Science Publishers Ltd., pp. 12-37.

Kelly, P.M., Blake, R.G., Jostsons, A., (1976). An interpretation of corduroy contrast in neutron irradiated zirconium, *J. Nucl. Mat.* 59, p. 307.

Khraishi, T.A., Zbib, H.M., Diaz de la Rubia, T., Victoria, M. (2001). Modelling of irradiation-induced hardening in metals using dislocation dynamics, *Phil. Mag. Letters*, Vol. 81, No. 9, pp. 583-593.

Kröner, E., (1961). Zur plastischen Verformung des Vielkristalls, *Acta. Metall. Mater.* 9, pp. 155-161.

Kroupa, F., (1960). Circular edge dislocation loop, *Czech J. Phys.* B10, pp. 284-293.

Kroupa, F., Hirsch, P. B., (1964). Elastic interaction between prismatic dislocation loops and straight dislocations, *Discussions of the Faraday Society* 38, pp. 49-55.

Lee, D., Adamson, R.B., (1977). Modelling of localised deformation in neutron irradiated Zy-2, Zirconium in the nuclear industry, *ASTM STP* 633, pp. 385-401.

Lee, E.H., Hunn, J.D., Rao, G.R., Klueh, R.L., Mansur, L.K., (1999). Triple ion beam studies of radiation damage in 9Cr-2WVTa ferritic/martensitic steel for high power spallation neutron source, *JNM* 271-272 385-390.

Legrand, B., (1985). Structure de cœur des dislocations vis  $1/3\langle 11\bar{2}0 \rangle$  dans le titane, *Phil. Mag. A.* 52(1), pp.83-97.

Lemaignan, C., Motta, A. T., (1994). Zirconium Alloys in Nuclear applications, *Nuclear Materials*, B.R.T. Frost, Ed., Vol. 10B, *Materials Science and Technology Series*, VCH, New York, R.W. Cahn, P. Haasen and E. J. Kramer Eds., pp. 1-51.

Lemaitre, J., Chaboche, J.-L., (1985). *Mécanique des matériaux solides*, ed. Dunod.

Louchet, F. (1976). Plasticité des métaux de structure cubique centrée à basse température : déformation "in situ" par microscopie électronique à haute tension, Thèse de l'Université de Toulouse.

Luft, A., (1991). Microstructural processes of plastic instabilities in strengthened metals, Progress in materials science, Vol. 35, pp. 97-204.

Makin, M.J., (1964). The long-range forces between dislocation loops and dislocations, Phil. Mag. 10, pp. 695.

Makin, M.J., Sharp, J.V., (1965). A model of lattice hardening in irradiated copper crystals with the external characteristics of source hardening, Phys. Stat. Sol. 9, pp. 109.

Makin, M.J., (1968). The obstacles responsible for the hardening of neutron irradiated copper crystals, Phil. Mag. 18, p. 1245.

Makin, M.J., (1970). The mechanism of slip band growth in irradiated crystals, Phil. Mag. 21, p. 815.

Masson, R., (1998). Estimations non linéaires du comportement global de matériaux hétérogènes en formulation affine - Application aux alliages de zirconium. Thèse de l'Ecole Polytechnique.

Mills, D., Craig, G.B., (1968). The plastic deformation of zirconium-oxygen alloy single crystals in the range 77 K to 950 K, Trans. of Metall. Society of AIME, Vol. 242, pp. 1881-1890.

Mori, T., Meshii, M., (1969). Plastic deformation of quench-hardened aluminium single crystals, Acta Met., Vol. 17, p. 167.

Morize, P., Baicry, J., Mardon, J.P., (1987). Effect of irradiation at 588K on mechanical properties and deformation behavior of zirconium alloy strip, Zirconium in the nuclear industry : Seventh international Symposium, ASTM STP 939, pp. 101-119.

Mughrabi, H., Cahn, R.W., Haasen, P., Kramer, E.J. (1993). Plastic deformation and fracture of materials, A comprehensive treatment, Materials Science and Technology Vol. 6, p. 37.

Mura, T. (1982). Micromechanics of defects in solids, Martinus Nijhoff Publishers, The Hague, pp. 63-70.

Naka, S. (1983). Etude des mécanismes de déformation plastique à basse température de monocristaux de titane  $\alpha$ , Thèse, Note Technique de l'ONERA 1983-7.

Naka, S., Lasalmonie, A., Costa, P., Kubin, L. P., (1988). The low plastic deformation of  $\alpha$ -titanium and core structure of a -type screw dislocations, Phil. Mag. A, Vol. 57, no 5, pp. 717-740.

---

Nakatsuka, M., Nagai, M., (1987). Reduction of plastic anisotropy of Zircaloy cladding by neutron irradiation, *J. Nucl. Sci. Technol.* 24 [10], pp. 832-838.

Northwood, D.O., (1977). Irradiation damage in zirconium and its alloys, *atomic energy review* 15, 4, pp. 547-610.

Northwood, D.O., Gilbert, R.W., Bahen, L.E., Kelly, P.M., Blake, R.G., Jostsons, A., Madden, P.K., Faulkner, D., Bell, W., Adamson, R.B., (1979) Characterization of neutron irradiation damage in zirconium alloys - An international "round-robin" experiment, *J. Nucl. Mat.* 79, pp. 379-394.

Odette, G.R., He, M.Y., Donahue, E.G., Spätig, P., Yamamoto, T., (2002). Modeling of multiscale mechanics of flow localization-ductility loss in irradiation damaged bcc alloys, *J. Nucl. Mat.* 307-311, pp. 171-178.

Onchi, T., Kayano, H., Higashiguchi, Y., (1977). Effect of neutron irradiation on deformation behaviour of Zr, *J. Nucl. Sci. Technol.* 14 [5], p. 359.

Onchi, T., Kayano, H., Higashiguchi, Y., (1980a). The inhomogeneous deformation behaviour of neutron irradiated Zircaloy-2, *J. Nucl. Mat.* 88, pp. 226-235.

Onchi, T., Kayano, H., Higashiguchi, Y., (1980b). Effects of neutron irradiation on fracture behavior of zirconium, *Journal of Nuclear Science and Technology*, 17[5], pp. 359-369.

Onchi, T., Kayano, H., Higashiguchi, Y., Narui, M., (1980c). Effects of temperature, strain rate, and specimen orientation on localized plastic deformation of irradiated zircaloy-2, *Journal of Nuclear Science and Technology*, 17[11], pp. 848-856.

Paton, N. E., Williams, J. C., Rauscher, G. P., (1973). The deformation of  $\alpha$ -phase, *Titanium Science and Technology*, Vol. 2, Pub. of the Met. Sc. of AIME.

Pettersson, K., Vesterlund, G., Andersson, T., (1979). Effect of irradiation on the strength ductility, and defect sensitivity of fully recrystallized zircaloy tube, *Zirconium in the nuclear industry (fourth conference)*, ASTM STP 681, pp. 155-173.

Pettersson, K., (1982). Evidence for basal or near-basal slip in irradiated Zircaloy, *J. Nucl. Mat.* 105, pp. 341-344.

Pilvin, P., (1990). Approches multiéchelles pour la prévision du comportement anélastique des métaux. Thèse de l'Université Paris VI.

Pilvin, P., (1994). The contribution of micromechanical approaches to the modelling of the inelastic behaviour of polycrystals, *Proc. Int. Conf. on biaxial/multiaxial fatigue ESIS/SF2M*, pp. 31-46.



Pilvin, P., Feaugas, X., Clavel, M., (1995). A micro-macro structural approach of the cyclic behaviour of a two-phase alloy. Proceedings of the IUTAM Symposium, Paris, pp. 141-148.

Pokor, C., (2002). Caractérisation microstructurale et modélisation du durcissement des aciers austénitiques irradiés des structures internes des réacteurs à eau pressurisée, Thèse de l'Institut National Polytechnique de Grenoble.

Prioul, C., (1995). Le vieillissement dynamique dans les alliages de Zr. Conséquences sur les propriétés mécaniques, Journées d'études sur le Zr, 25 et 26 avril 1995, les Editions de Physique.

Pujol, C. (1994). Etude des mécanismes de déformation en traction et fluage du Zr- $\alpha$  entre 20°C et 300°C, Thèse de l'Ecole des Mines de Paris.

Rapperport, E. J., (1959). Room temperature deformation processes in zirconium, Acta. Met., Vol. 7, pp. 254-259.

Régnard, C., (1998). Etude microstructurale des modes de déformation activés par traction dans le Zy-4 irradié aux neutrons, Note technique DEC/SECC 98/023A CEA Grenoble.

Régnard, C., Verhaeghe, B., Lefebvre-Joud, F., Lemaignan, C., (2002). Activated slip systems and localized straining of irradiated alloys in circumferential loadings, ASTM STP, zirconium in the nuclear industry, 13th international symposium, Annecy.

Rieger, G. F., Lee, D., (1974). Strength and ductility of neutron irradiated and textured Zy-2, Zirconium in nuclear applications, ASTM STP 551, American Society for Testing Materials, pp. 355-369.

Robertson, C., (1998). Déformation plastique induite par l'essai d'indentation sub-micronique dans le cuivre et l'acier 316L irradié, Thèse de l'Université Paris VI.

Robinet, P., (1995). Etude expérimentale et modélisation du comportement viscoplastique anisotrope du Zircaloy-4 dans deux états métallurgiques, Thèse de l'Université de Franche-Comté.

Rodney, D., Martin, G., Bréchet, Y., (2001). Irradiation hardening by interstitial loops : atomistic study and micromechanical model, Materials Science and Engineering, A309-310, pp. 198-202.

Schäffler, I., (1997). Modélisation du comportement élasto-viscoplastique anisotrope des tubes de gaine du crayon combustible entre zéro et quatre cycles de fonctionnement en réacteur à eau pressurisée, Thèse de l'Université de Franche-Comté.

Schwenk, E.B., Wheeler, K.R., Shearer, G.D., (1978). Poisson's ratio in Zircaloy-4 between 24° and 316°C, J. Nucl. Mat. 73, pp. 129-131.

Sharp, J.V., (1967). Deformation of neutron-irradiated copper single crystals, Phil. Mag 16, p. 77.

---

Sharp, J.V., (1972). Correlation between cleared channels and surface slip steps in neutron irradiated copper crystals, Rad. Effects 14, p. 71.

Simonot, C., (1996). Evolutions microstructurales des alliages de zirconium sous irradiation, Liens avec le phénomène de croissance, Thèse de l'Université Paris XI, Rapport CEA-R-5718.

Singh, B. N., Foreman, A. J. E., Trinkaus, H., (1997). Radiation hardening revisited : role of intracascade clustering, J. Nucl. Mat. 249, pp. 103-115.

Sun, L.Z., Ghoniem, N.M., Tong, S.H., Singh, B.N., (2000) 3D dislocation dynamics study of plastic instability in irradiated copper, J. Nucl. Mat. 283-287, pp. 741-745.

Tenckhoff, E., (1988). Deformation mechanisms, texture, and anisotropy in zirconium and Zircaloy, ASTM STP 966, pp. 1-77.

Tomalin, D.S., (1977). Localized ductility of irradiated Zy-2 cladding in air and iodine environments, Zirconium in the nuclear industry, ASTM STP 633, p. 557.

Veevers, K., Rotsey, W.B. (1968). Effect of irradiation on strain ageing in annealed Zy-2, J. Nucl. Mat. 27, pp. 108-111.

Wechsler, M. S., (1973). Dislocation channeling in irradiated and quenched metals, The inhomogeneity of plastic deformation, ASM, Metals Park, Ohio, pp. 19-52.

Williams, C.D., Adamson, R.B., Olhausen, K.D. (1974). Effects of boiling water reactor irradiation on tensile properties of Zircaloy, European conference on irradiation behavior of fuel cladding and core component materials, Karlsruhe, pp. 189-192.

Yasuda, T., Nakatsuka, M., Yamashita, K. (1987). Deformation and fracture properties of neutron-irradiated recrystallized Zircaloy-2 cladding under uniaxial tension, Zirconium in the nuclear industry : 7th international symposium, ASTM, STP 939, pp. 734-747.